

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C01C 1/04 (2019.08); C01B 3/02 (2019.08); B01D 3/38 (2019.08)

(21)(22) Заявка: 2017144280, 04.05.2016

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
04.05.2016Дата регистрации:  
03.12.2019

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:  
21.05.2015 EP 15168757.1

(43) Дата публикации заявки: 21.06.2019 Бюл. № 18

(45) Опубликовано: 03.12.2019 Бюл. № 34

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на  
национальной фазе: 21.12.2017(86) Заявка РСТ:  
EP 2016/059967 (04.05.2016)(87) Публикация заявки РСТ:  
WO 2016/184683 (24.11.2016)Адрес для переписки:  
105082, Москва, пер. Спартаковский, 2, стр. 1,  
секция 1, этаж 3, ЕВРОМАРКПАТ

(72) Автор(ы):

ПАНЦА Серджо (ИТ),  
ПАСКО Лука (ИТ)(73) Патентообладатель(и):  
КАСАЛЕ СА (СН)(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: US 5385646 A1, 31.01.1995. EP  
0294564 A1, 14.12.1988. US 2011206594 A1,  
25.08.2011. RU 2193023 C2, 20.11.2002. RU  
2174942 C2, 20.10.2001.

## (54) СПОСОБ ПОВЫШЕНИЯ ПРОИЗВОДИТЕЛЬНОСТИ УСТАНОВКИ СИНТЕЗА АММИАКА

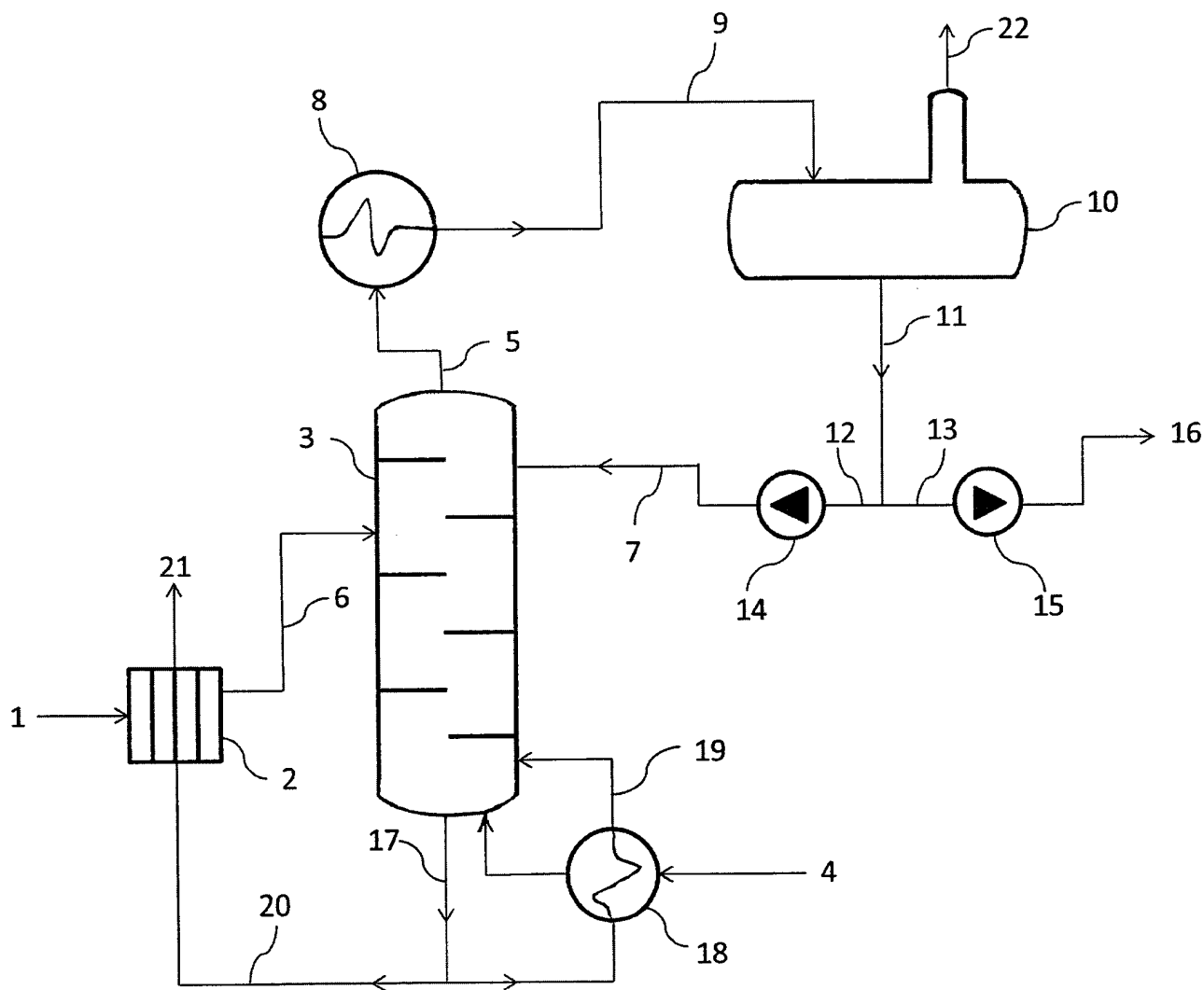
(57) Реферат:

Изобретение относится к обработке технологического конденсата в установке синтеза аммиака. Способ осуществляют в установке синтеза аммиака, включающей головную секцию, вырабатывающую подпиточный газ риформингом углеводородного сырья, и секцию синтеза, где происходит реакция получения аммиака из подпиточного газа, причем технологический конденсат (1), собираемый от одного или более устройств установки синтеза аммиака, представляет собой водный раствор, содержащий аммиак, диоксид углерода и метанол. Кроме того, осуществляют отпарку

технологического конденсата в отпаривающей среде с паром (4) низкого давления, получая паровую фазу (5), содержащую аммиак, диоксид углерода и метанол, выделенные из технологического конденсата; конденсируют паровую фазу с получением сконденсированного раствора (11) с повышенным содержанием аммиака и метанола; возвращают первую часть (12) сконденсированного раствора (11) в отпаривающую среду, повторно вводя ее непосредственно в отпаривающую среду; рециркулируют в установку синтеза аммиака вторую часть (13) сконденсированного раствора

(11), составляющую не более 4 об.% сконденсированного раствора (11). Технический результат заключается в разработке способа обработки технологического конденсата, не

требующего дорогостоящего оборудования, работающего при высоком давлении, в котором исключены загрязняющие выбросы. 6 з.п. ф-лы, 1 ил.



ФИГ. 1



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

*C01C 1/04 (2019.08); C01B 3/02 (2019.08); B01D 3/38 (2019.08)*(21)(22) Application: **2017144280, 04.05.2016**(24) Effective date for property rights:  
**04.05.2016**Registration date:  
**03.12.2019**

Priority:

(30) Convention priority:  
**21.05.2015 EP 15168757.1**(43) Application published: **21.06.2019 Bull. № 18**(45) Date of publication: **03.12.2019 Bull. № 34**(85) Commencement of national phase: **21.12.2017**(86) PCT application:  
**EP 2016/059967 (04.05.2016)**(87) PCT publication:  
**WO 2016/184683 (24.11.2016)**Mail address:  
**105082, Moskva, per. Spartakovskij, 2, str. 1,  
sektiya 1, etazh 3, EVROMARKPAT**

(72) Inventor(s):

**PANTSA Serdzhо (IT),  
PASKO Luka (IT)**

(73) Proprietor(s):

**CASALE SA (CH)**(54) **METHOD OF INCREASING AMMONIA SYNTHESIS UNIT CAPACITY**

(57) Abstract:

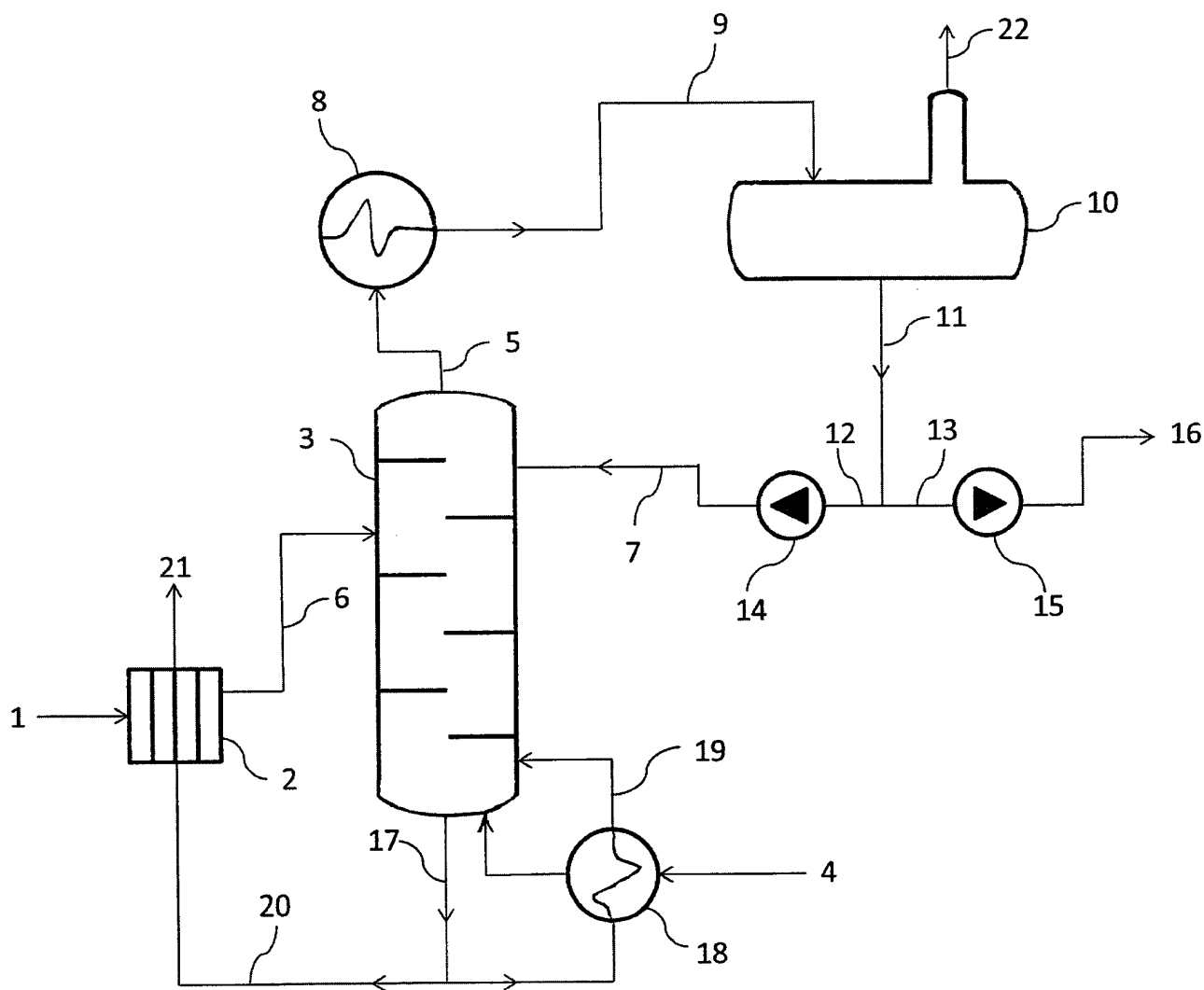
FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to processing of process condensate in ammonia synthesis plant. Method is carried out in an ammonia synthesis plant comprising a head section which generates make-up gas by reforming hydrocarbon material and a synthesis section, where ammonia is obtained from make-up gas, wherein process condensate (1) collected from one or more ammonia synthesis apparatus is an aqueous solution containing ammonia, carbon dioxide and methanol. Besides, process condensate is stripped in stripping medium with low pressure steam (4) to obtain vapour phase (5) containing ammonia, carbon dioxide and methanol recovered from process condensate;

condensing the vapour phase to obtain condensed solution (11) with high content of ammonia and methanol; returning first portion (12) of condensed solution (11) into the stripping medium by reintroducing it directly into the stripping medium; second portion (13) of condensed solution (11), which is not more than 4 vol. % of condensed solution (11), is recirculated into ammonia synthesis plant.

EFFECT: technical result consists in development of processing method of process condensate, which does not require expensive equipment operating at high pressure, in which polluting emissions are excluded.

7 cl, 1 dwg



ФИГ. 1

## Область техники

Настоящее изобретение относится к обработке технологического конденсата в установке синтеза аммиака.

## Уровень техники

5      Выработка аммиака начинается с подпиточного газа, содержащего водород ( $H_2$ ) и азот ( $N_2$ ). Этот подпиточный газ обычно получают риформингом углеводорода, например природного газа, в головной секции. Головная секция включает секцию очистки, секцию риформинга и секцию подготовки синтез-газа. Секция очистки включает, например конвертер десульфуризации, секция риформинга может включать первичный  
10      риформер и вторичный риформер, а секция подготовки синтез-газа обычно содержит один или более конвертеров "сдвига", секцию удаления диоксида углерода и метанатор (преобразователь оксидов углерода в метан).

Головная секция для получения аммиачного подпиточного газа описана, например, в ЕР 2022754 и ЕР 2065337.

15      Термином "технологический конденсат" обозначается один или более потоков загрязненной отходами воды, выходящих в различных местах установки. Эти потоки технологического конденсата обычно содержат небольшие (менее 1%), но не пренебрежимо малые количества аммиака, диоксида углерода и других загрязнителей. Большая часть технологического конденсата обычно образуется в секции риформинга и секции подготовки синтез-газа головной секции, а именно, в результате сепарации  
20      перед секцией удаления диоксида углерода.

Из-за наличия упомянутых загрязнителей, технологический конденсат не может быть выведен сам по себе. Существующий способ обработки технологического конденсата заключается в отпарке/десорбции (stripping) посредством потока низкого давления для очистки воды и отделения газа, содержащего аммиак,  $CO_2$  и метанол. Этот газ затем сжигается в факеле или удаляется иным путем. В обоих случаях в результате происходит выброс в атмосферу. Для устранения этого недостатка, в существующих установках используется другой способ отпарки при среднем давлении, а именно, 25-45 бар, с получением газовой фазы под давлением, которая далее  
30      возвращается в головную секцию. При такой схеме происходит внутренняя рециркуляция аммиака,  $CO_2$  и метанола, содержащихся в технологическом конденсате, но требуется дорогостоящее оборудование, работающее при высоком давлении.

В US 5385646 раскрывается способ обработки отходящего технологического водного потока химического производства, содержащего растворенные загрязнители, для реализации которого требуется секция отпарки и ректификационная секция, например, размещенная в колонне, имеющий, однако, высокую стоимость.

## Раскрытие изобретения

40      Задачей настоящего изобретения является создание нового способа обработки технологического конденсата в установках синтеза аммиака, в котором устранены упомянутые недостатки известных процессов.

Задача решается способом обработки технологического конденсата в установке синтеза аммиака, причем:

установка синтеза аммиака содержит головную секцию, вырабатывающую  
45      подпиточный газ путем риформинга углеводородного сырья, и секцию синтеза, в которой происходит реакция подпиточного газа с образованием аммиака;

технологический конденсат, собираемый от одного или более устройств установки синтеза аммиака, представляет собой водный раствор, содержащий аммиак, диоксид

углерода и метанол,

а способ отличается тем, что в нем:

выполняют отпарку технологического конденсата в отпаривающей среде с использованием водяного пара низкого давления, с давлением не более 10 бар, с  
5 получением паровой фазы, содержащей аммиак, диоксид углерода и метанол, выделенные из технологического конденсата;

конденсируют эту паровую фазу с получением раствора конденсата с повышенным содержанием аммиака и метанола;

возвращают первую часть этого раствора в отпаривающую среду в виде обратного  
10 потока;

рециркулируют вторую часть этого раствора в установку синтеза аммиака.

Давление пара для отпарки, предпочтительно, составляет 5 бар или менее, более предпочтительно, 3-4 бар.

Предпочтительно, первая часть раствора возвращается непосредственно в  
15 отпаривающую среду. В частности, первая часть раствора возвращается в отпаривающую среду без предшествующего шага ректификации, не требующейся в настоящем изобретении.

Полученный после конденсации раствор имеет более высокое содержание аммиака и метанола по сравнению с поступающим технологическим конденсатом.

20 Часть этого раствора рециркулируют в установку синтеза аммиака. Предпочтительно, эту часть раствора рециркулируют в головную секцию и добавляют к технологическому потоку, т.е., потоку, подвергаемому риформингу. Для этого, упомянутую часть раствора нагнетают при подходящем давлении, обычно составляющем от 25 до 45 бар (давление головной секции).

25 Предпочтительно, эта вторая часть раствора составляет не более 4% раствора конденсата, более предпочтительно, не более 3%, и еще более предпочтительно, не более 2%.

В некоторых вариантах выполнения, первая часть раствора составляет от 96 до 98%, а вторая часть раствора составляет от 2% до 4% раствора конденсата. В  
30 предпочтительном варианте выполнения, эта вторая часть составляет от 2% до 3%, более предпочтительно, 2% или около 2%.

Указанные выше процентные содержания относятся к объемному содержанию. Соответственно, вторая часть раствора содержит небольшую долю отводимых через  
35 верх колонны (головных) паров, образующихся при отпаривающей обработке. Эта вторая часть также может быть названа дистиллятом.

Преимуществом наличия в дистилляте небольшой части всего пара, получающегося в результате отпарки, например 2% или примерно 2%, является то, что снижается загрязнение технологического потока установки синтеза аммиака благодаря такому  
40 составу дистиллята. Например, рециркулирование слишком большого количества головных паров в секцию отпарки может приводить к формированию нежелательных соединений, например карбамината аммония, благодаря наличия воды, диоксида углерода и аммиака в дистилляте, в то время как слишком большая вторая часть раствора, рециркулируемая в установку синтеза аммиака, негативно повлияла бы на работу головной секции этой установки из-за очень высокого содержания воды.

45 В предпочтительном варианте выполнения, головная секция включает первичный риформер, и упомянутая часть раствора вводится в технологический поток риформера. Соответственно, аммиак, метанол и диоксид углерода подвергаются внутренней рециркуляции и новому паровому риформингу с получением водорода и оксидов

углерода, которые могут быть рециркулированы, а диоксид углерода может быть далее отделен в секции отделения  $\text{CO}_2$ .

Отпарка технологического конденсата выполняется, например, в отпарной колонне. Отведенные из колонны пары конденсируют и направляют в противоточный сепаратор конденсата. Жидкая фаза, отводимая из сепаратора, представляет собой вышеупомянутый раствор.

Предпочтительно, этот раствор содержит  $\text{CO}_2$  в количестве от 5 до 10%, метанол в количестве от 3 до 8% и  $\text{NH}_3$  в количестве от 7 до 13%. Под концентрацией этого раствора имеется в виду молярная концентрация [мольных %]. Заявитель установил, что концентрация в указанных интервалах предпочтительна с точки зрения предотвращения формирования твердых кристаллов и, с другой стороны, для ослабления охлаждения технологического потока после введения раствора, вызываемого чрезмерным разбавлением.

Важным преимуществом изобретения является то, что обработка выполняется при низком давлении, для чего не требуется дорогостоящего оборудования. Кроме того, благодаря конденсации, поступающий в установку синтеза аммиака рециркуляционный поток является жидким, что упрощает рециркуляцию в установку и требует меньше энергии по сравнению с рециркуляцией газового потока. Другим преимуществом является отсутствие выбросов в атмосферу (в частности,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{NH}_3$  и метанола).

Еще одним преимуществом является возможность повышения производительности установки получения аммиака, в показателях количества вырабатываемого аммиака. Увеличение примерно на 0,5%, небольшое само по себе, но представляющее интерес с точки зрения экономики, достигается при небольших капиталовложениях.

К другим особенностям изобретения относятся установка для осуществления способа в соответствии с изобретением и способ модернизации, согласно формуле изобретения.

Установка в соответствии с изобретением отличается наличием секции для обработки технологического конденсата, содержащей по меньшей мере отпарное устройство (десорбер), конденсатор и насосную секцию. В отпарное устройство подается технологический конденсат и водяной пар низкого давления в качестве отпаривающей среды, давление которого, предпочтительно, не превышает 10 бар; в конденсаторе, куда с выхода этого отпарного устройства подается паровая фаза, содержащая аммиак, диоксид углерода и метанол, вырабатывается раствор с повышенным содержанием аммиака и метанола; насосная секция позволяет возвращать первую часть раствора в отпарное устройство и рециркулировать вторую часть раствора в установку синтеза аммиака.

Доработка согласно изобретению отличается введением секции обработки технологического конденсата, включающей по меньшей мере упомянутое выше оборудование, а именно, отпарное устройство, использующее водяной пар низкого давления в качестве отпаривающей среды; конденсатор и насосную секцию для введения первой части раствора в отпарное устройство и для рециркуляции второй части этого раствора в установку синтеза аммиака.

Изобретение хорошо подходит для модернизации существующей установки, поскольку требует добавления относительно недорогого оборудования, например, отгонной колонны низкого давления и дистиллятных насосов, и при этом увеличивает количество получаемого аммиака, устраняя источник выбросов.

Далее приводится более подробное описание способа в соответствии с изобретением со ссылкой на предпочтительный вариант выполнения, представленный схемой на фиг.

1.

Подробное описание осуществления изобретения

На фиг. 1 показана секция обработки технологического конденсата для установки синтеза аммиака.

5 Поток 1 обозначает технологический конденсат, являющийся, в основном, водным раствором, содержащим аммиак, метанол и диоксид углерода, в концентрации обычно несколько тысяч промилей, а также, возможно, другие загрязнители, например, спирты и иные углеводороды в следовых количествах.

10 Технологический конденсат 1 после подогрева в теплообменнике 2 направляется в отгонную колонну 3, где он соприкасается с паром 4 для отпарки низкого давления. Пар 4 предпочтительно имеет давление от 3 до 5 бар. На отгонную колонну 3 подается подогретый технологический конденсат 6 и рециркулированный раствор 7, описание которого будет приведено далее.

15 Пар 5, отводимый с верха отгонной колонны 3, содержит воду, аммиак, метанол, и диоксид углерода, выделенные из конденсата 1. Пар 5 конденсируется в конденсаторе 8, например, передачей тепла конденсации воде или пару, а конденсат 9 направляется в сепаратор 10.

20 Жидкая фаза 11, извлекаемая из сепаратора 10, представляет собой раствор с повышенным содержанием аммиака и метанола, который разделяется на первую часть 12 и вторую часть 13.

Первая часть 12 направляется обратно в отгонную колонну 3 через первый насос 14, который формирует рециркулируемый поток 7. Вторая часть 13 возвращается обратно в установку синтеза аммиака через насос 15.

25 Первая часть 12 направляется непосредственно в отгонную колонну 3 через насос 14. Вторая часть 13 содержит, например, 2% или примерно 2% отводимых через верх колонны паров 5.

30 Предпочтительно, вторую часть 13 раствора рециркулируют в первичный риформер, где она вводится в технологический поток риформера, т.е., смешивается с риформинг-газом. Для этого, второй насос 15 подает жидкий поток 16 под давлением первичного риформинга, например, в интервале 25-45 бар. Этот поток 16 также может быть назван дистиллированным потоком.

Жидкость 17 снизу отгонной колонны 3, представляющая собой очищенную воду, частично возвращают в колонну после пропускания ее через подогреватель 18.

Подогретая жидкость 19 вводится обратно в нижнюю часть отгонной колонны 3.

35 Предпочтительно, как показано на схеме, подогреватель 18 нагревают паром 4 для отпарки низкого давления. Этот пар для отпарки низкого давления также может быть подан непосредственно в отгонную колонну 3. Оставшаяся часть 20 предпочтительно охлаждается в подогревателе 2 технологического конденсата, а охлажденная очищенная вода 21 сбрасывается или отводится.

40 Газовая фаза 22 с выхода сепаратора 10 может быть использована, например, в качестве топливного газа.

45 В установке производительностью 1200 МТД (метрических тонн в день), где технологический конденсат 1 содержит примерно 1000 промилей аммиака и 1000 промилей метанола, рециркулирование потока 16 позволяет получить дополнительные 4-5 МТД аммиака.

Следует отметить, что изобретение может быть использовано для модернизации существующей установки синтеза аммиака. Для переоборудования в соответствии с изобретением требуется добавление устройств согласно фиг. 1, плюс вспомогательного



оборудования, например, трубопроводов, клапанов и др., стоимость которого в любом случае невысока. Поэтому стоимость модернизации установки может быть приемлемой. В некоторых случаях, существующая секция обработки, использующая отпарку и выведение в атмосферу или сжигание извлеченного газа, может быть доработана для

5 получения секции со структурой, показанной на фиг. 1, в которой исключены загрязняющие выбросы.

(57) Формула изобретения

1. Способ обработки технологического конденсата (1) в установке синтеза аммиака, содержащей головную секцию, вырабатывающую подпиточный газ риформингом

10 углеводородного сырья, и секцию синтеза, где происходит реакция получения аммиака из подпиточного газа, причем технологический конденсат (1), собираемый от одного или более устройств установки синтеза аммиака, представляет собой водный раствор, содержащий аммиак, диоксид углерода и метанол,

15 отличающийся тем, что осуществляют отпарку технологического конденсата в отпаривающей среде с паром (4) низкого давления на уровне не более 10 бар, получая паровую фазу (5), содержащую аммиак, диоксид углерода и метанол, выделенные из технологического конденсата;

конденсируют паровую фазу с получением сконденсированного раствора (11) с

20 повышенным содержанием аммиака и метанола;

возвращают первую часть (12) сконденсированного раствора (11) в отпаривающую среду, повторно вводя ее непосредственно в отпаривающую среду;

рециркулируют в установку синтеза аммиака вторую часть (13) сконденсированного раствора (11), составляющую не более 4 об.% сконденсированного раствора (11).

25 2. Способ по п.1, в котором давление пара (4) для отпарки составляет 5 бар или менее, предпочтительно от 3 до 5 бар.

3. Способ по п.1 или 2, в котором вторую часть (13) раствора рециркулируют в головную секцию установки синтеза аммиака.

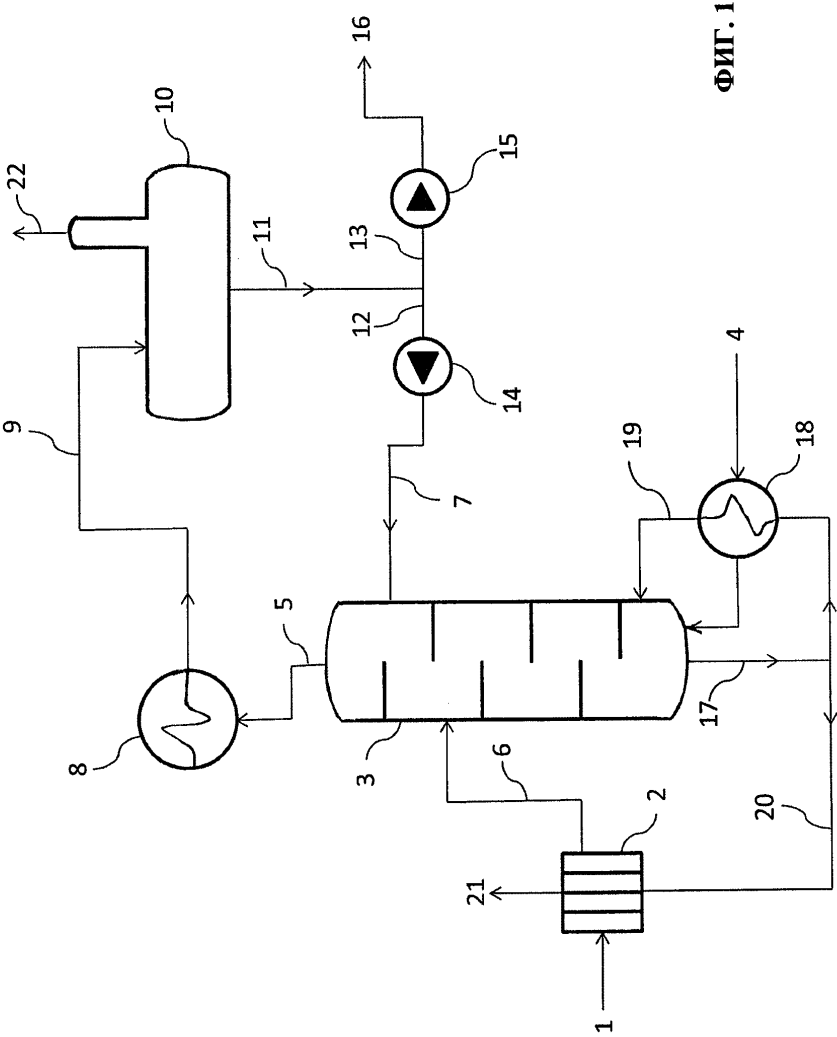
4. Способ по п.3, в котором вторую часть (13) раствора рециркулируют в первичный

30 риформер головной секции установки синтеза аммиака, где этот раствор добавляется в технологический поток, подвергаемый риформингу.

5. Способ по любому из предыдущих пунктов, в котором сконденсированный раствор (11) содержит от 5 до 10 мол.% диоксида углерода, от 3 до 8 мол.% метанола и от 7 до 13 мол.% аммиака.

35 6. Способ по п.1, в котором вторая часть (13) составляет не более 3 об.%, предпочтительно не более 2 об.%, сконденсированного раствора (11).

7. Способ по п.1, в котором вторая часть составляет 2 об.% сконденсированного раствора (11).



ФИГ. 1