NORGE
(19) [NO]

STYRET FOR DET
INDUSTRIELLE RETTSVERN

[B] (12) UTLEGNINGSSKRIFT (11) NR. 150667

[C] (45) PATENT MEDDELT
28. NOV. 1984

(51) Int. Cl.³ B 01 D 53/14, C 05 C 7/02

(21) Patentsøknad nr. 820030
(22) Inngivelsesdag 07.01.82
(24) Løpedag 07.01.82
(62) Avdelt/utskilt fra søknad nr.

(86) Internasjonal søknad nr. -
(86) Internasjonal inngivelsesdag -
(85) Videreføringsdag -
(41) Alment tilgjengelig fra 08.07.83
(44) Utlegningsdag 20.08.84

(71)(73) Søker/Patenthaver NORSK HYDRO A.S,
Bygdøy Allé 2,
Oslo 2.

(72) Oppfinner HARALD STØREN,
Oslo.

(74) Fullmektig Siv.ing. Arne Sundnes,
Norsk Hydro a.s, Oslo.

(30) Prioritet begjært Ingen.

(54) Oppfinnelsens benevnelse FREMGANGSMÅTE FOR RENSING AV GASS-BLANDINGER FRA UREAPRODUKSJONSANLEGG.

(57) Sammendrag

Foreliggende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte for rensing av gassblandinger som kan inneholde støv fra ureaproduksjonsanlegg, spesielt avgasser fra prilletårn eller granuleringsenheter. For å hindre utfelling og groing i vaskeanlegget, anvendes en vandig vaskeløsning som det føres formaldehyd inn i før den bringes i kontakt med gassblandingen. Det foretrekkes å tilsette formaldehyd som formalin og la dosering av formalin reguleres utifra pH-målinger i vaskeløsningen og at dens pH holdes på pH = 6-8,5. Fortrinnsvis holdes vaskeløsningen på en pH = ca. 7, spesielt i den hensikt å få god utvasking av NH_3. Fremgangsmåten utføres under anvendelse av standard gassvaskeanlegg hvor det brukes vandige vaskeløsninger.

(56) Anførte publikasjoner Britisk (GB) patent nr. 1572118 (53/34).

Foreliggende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte for rensing av gassblandinger fra ureaproduksjonsanlegg, spesielt avgasser fra prilletårn eller granuleringsenheter, og hvor gassene vaskes med en vandig løsning.

Ved fremstilling av urea prills eller granuler blir høykonsentrert urealøsning eller smelte behandlet i et prilletårn eller en granuleringsenhet hvor luft anvendes for å kjøle produktet. Den luft som føres ut fra disse enheter må renses før den slippes ut i atmosfæren fordi den vil inneholde ureastøv, ammoniakk og diverse andre spaltningsprodukter av urea.

For å redusere utslippene fra ureaanlegg blir avtrekksluften vasket med en vandig løsning, som vanligvis sirkulerer i vaskeanlegget til den har ønsket konsentrasjon av urea, hvorpå den føres tilbake i prosessen for gjenvinning av urea. Det er kjent mange varianter av slike vaskeanlegg.

Fra DE-søknad nr. 2.513.925 er det kjent å anvende en venturivasker, hvor det i avgassen innføres vann før den går inn på venturivaskeren. Innføring av vann i avgassen gjøres primært for å redusere tilstopping av venturidysen med ureastøv.

Ved vasking av avgassene fra et prilletårn med en sirkulerende vandig urealøsning, har man fått problemer med utfelling som gir belegg og tilstoppinger i apparaturen. Utfellingen medførte groing i anlegget. Fint slam sedimenterte i tanker

og ledninger og man fikk et hardt, sprøtt belegg på alle væskeberørte flater. Væskedysene i multiventuren ble gjentettet, og anleggets utskillingsgrad ble etter hvert sterkt redusert. Utfellingene og beleggene var uløselige i vann og sterk økning i vannmengde til anlegget hjalp ikke. Mekanisk rengjøring av anlegget ved skraping eller lignende av belegget ble følgelig meget arbeidskrevende og kostbart.

Hovedformålet med foreliggende oppfinnelse var å komme fram til en ny fremgangsmåte for vasking av avgassene fra et urea-anlegg slik at man kunne unngå utfelling av faste partikler og beleggdannelse i apparaturen.

Et annet formål var å kunne løse opp belegg hvis det allerede var blitt dannet.

Videre var det et formål å bedre utvaskingen av uønskede gasser i avtrekksluften og da spesielt ammoniakk.

Arbeidet med å løse problemet ble startet opp med å studere avgassenes sammensetning samt å bestemme utfellingens og beleggets kjemiske og fysiske karakteristika. Det er kjent at man over ureasmelte vil ha et damptrykk av spaltningsprodukter fra urea, bl.a. ammoniakk og cyansyre. Når smelten sprøytes ut i et prilleanlegg eller i et granuleringsanlegg, vil det skje en avdampning av spaltningsprodukter. Fast og dråpeformig urea samt spaltningsprodukter av urea vil delvis løses i vaskeløsningen når avgassene bringes i kontakt med den. Det skjer da tydeligvis en reaksjon mellom de forskjellige komponentene i løsningen, og det dannes en vannuløselig utfelling. Det viste seg meget vanskelig å bestemme reaksjonsproduktet, men det synes å være en forbindelse av cyansyre, trolig en polymer. Man prøvde derfor å finne et stoff som kunne nøytralisere polymerisering av cyansyrer. Både den absolutte og relative mengde av de forskjellige komponenter i avgassene kan variere, og dette kompliserte

bestemmelsen av hvilke reaksjoner som foregår i løsningen. Med de tilstedeværende komponenter kan det tenkes en rekke forskjellige reaksjonsveier og produkter.

Det ble så satt igang forsøk for å finne egnede tilsatsstoffer. Ved valg av tilsatsmiddel måtte man ta hensyn til om de kunne forurense eller på annet måte skade ureaproduktet. Som foran nevnt, vil man gjenvinne den urea som absorberes i vaskeløsningen, og dette utføres helst ved at man kontinuerlig tapper av urealøsning fra vaskeanlegget og fører den tilbake til selve ureaproduksjonsanlegget. Følgelig kan stoffer som settes til vaskeløsningen ende opp i ureaproduktet.

Etter at flere tilsatsstoffer var vurdert og prøvet, og derpå forkastet på grunn av negativt resultat både med hensyn til oppløsningsevne og forurensning av ureaproduktet, sto oppfinneren igjen med formalin som et mulig tilsatsstoff til vaskeløsningen. Formalin brukte man allerede som tilsatsstoff i ureaproduksjonen for bl.a. å bedre knusestyrken. Det ble da funnet at utfellingen i vaskeløsningen stoppet og det viste seg overraskende at tidligere dannet utfelling gikk i oppløsning. Etter en stund begynte også de harde beleggene å løses opp, og hele anlegget ble rengjort på denne måten. Vaskeløsningen ble helt klar i motsetning til tidligere når den var blakket eller var en hvit melkeaktig suspensjon av utfelt stoff i løsningen.

Det spesielle ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen, er at ved rensing av gassblandinger innføres formaldehyd i vaskeløsningen før den bringes i kontakt med gassblandingen i en mengde som er tilstrekkelig til å forhindre utfelninger i vaskeløsningen.

Ved en foretrukket utførelse tilsettes vaskeløsningen formaldehyd som formalin og doseringen reguleres utifra pH-målinger i vaskeløsningen, og dens pH holdes på pH = 6-8,5.

Spesielt fordelaktig er det å tilsette kontinuerlig en styrt mengde formalin slik at vaskeløsningen holdes på en pH = ca. 7.

Den anvendte apparatur, som var et teknisk anlegg, er skissert i vedlagte figurer, og oppfinnelsen vil nå bli nærmere forklart under beskrivelse av denne og et utførelseseksempel.

Figur 1 viser et prilletårn for urea med vaskeanlegg.

Figur 2 viser detalj av formalindosering til vaskeanlegget.

I figur 1 er vist et prilletårn 1, hvorfra avgasser føres gjennom ledningen 2 til en venturivasker 3. Friskvann tilføres via ledningen 5 til dyser 6 foran dråpeutskiller 4. Vaskeløsning fra vaskeanlegget føres via ledning 7 til en sirkulasjonstank 8 hvorfra den pumpes tilbake til venturivaskeren 3 via ledning 9. Rensede avgasser fra dråpeutskilleren 4 føres til skorstein 10. Videre tappes det kontinuerlig en ureaholdig vaskeløsning fra sirkulasjonstanken 8 og føres via ledning 13 tilbake til produksjonsanlegget for urea. Formalin tilsettes via ledningen 11 inn i sirkulasjonstanken 8. Denne tilsetting styres ved hjelp av instrumentet 12 som måler pH i ledning 7 like før den går inn i tanken 8.

I figur 2 er vist mer detaljert hvordan formaldehydtilsetningen kan utføres. Den vandige formaldehydløsning (formalin) føres via ledning 11 til sirkulasjonstanken 8. Doseringen reguleres med ventilen 14 som styres utfra pH-målinger i ledning 7 ved hjelp av instrumentet 12. pH registreres av enheten 15. Signalet fra denne enheten brukes til styring av reguleringsventilen 14. Formalin eller formaldehyd i annen form kan først blandes med vann i en separat

blandetank til ønsket konsentrasjon og så ledes inn i ledning 11. Denne blandeoperasjon er ikke vist på figuren.

Eksempel 1

Renseanlegget for avgasser ble startet opp under anvendelse av en sirkulerende, vandig urealøsning. Rent vann ble tilført anlegget i slike mengder at man fikk ønsket konsentrasjon på den vandige urealøsning som kontinuerlig ble tappet ut og returnert til selve produksjonsanlegget for urea. Ved en produksjon på 620 tonn urea/døgn ble det målt et NH_3-utslipp etter vaskeanlegget på 11,4 kg/h. pH i vaskeløsningen var ca. 8,7. Vaskeløsningen blaknet og man fikk økende utfelling av faste partikler og groing i anlegget.

Eksempel 2

Renseanlegget ble kjørt som i Eksempel 1, men nå med tilsats av formaldehyd. Man startet tilsatsen av formaldehyd etter at man hadde klar registrering av utfelling, som snart forstyrret driften av renseanlegget. Etter kort tid løstes de utfelte partikler opp og løsningen ble helt klar og etter en stund løstes også belegg i anlegget. Vaskeløsningens pH ble redusert når formalin ble tilsatt. Utslipp av NH_3 etter vaskeanlegget ble målt og viste seg å bli redusert som følge av den forbedrede utvasking som en vaskeløsning med lavere pH ga.

Det ble nå kjørt en serie med forsøk hvor man varierte mengden av formaldehyd i vaskeløsningen. Ved avtagende mengder av formaldehyd registrerte man først at NH_3-utslippet økte og at pH i vaskeløsningen steg. Ytterligere reduksjon av formaldehydtilsatsen medførte blakning av vaskeløsningen og utfelling av fast stoff som løste seg igjen så

snart mer formaldehyd ble tilsatt. Man fant at selv små mengder av formaldehyd i løsningen virket positivt når det gjaldt å hindre utfelling og groing i anlegget. Ved tilsats av større mengder formaldehyd fikk man også redusert NH_3-utslippet. Spesielt for å få best mulig resultat med hensyn på lave NH_3-utslipp, ble det funnet hensiktsmessig å holde vaskeløsningen på pH 6-8,5, fortrinnsvis pH = 7. Erfaringsmessig viste en formalintilsats tilsvarende ca. 1 kg CH_2O pr. tonn urea produsert å gi tilfredsstillende resultater.

Det ble således funnet hensiktsmessig å bruke vaskeløsningens pH som parameter for styring av formaldehydtilsetningen. Dette er spesielt fordelaktig når man også ønsker optimal utvasking av NH_3. Andre parametre for formaldehydtilsetningen kan selvsagt være anvendelige. Man kan bruke konstant mengde samt visuelt overvåke utfelling som viser seg ved blakning av vaskeløsningen.

Hvor man skal føre inn formaldehyd i vaskeanlegget og i hvilken form, må velges utfra praktiske driftshensyn. Det som er avgjørende er at vaskeløsningen inneholder formaldehyd og da i ønskede mengder slik at groing unngås og at absorpsjonen av NH_3 blir best mulig.

Den formaldehyd som tilsettes vaskeløsningen, vil senere ende opp i ureaproduktet. Det har vist seg at mengden formaldehyd som tilsettes i selve ureaproduksjonen, for å oppnå produkter med høy kornstyrke, kan reduseres tilsvarende den mengde formaldehyd som tilføres via vaskeanlegget. Maksimalt kan man tenke seg å tilføre all formaldehyd for å øke kornstyrken via vaskeanlegget.

Ved foreliggende oppfinnelse har man oppnådd å hindre utfelling og tilstopping av vaskeanlegget samt en fordobling av utvasking av NH_3 uten at forbruket av tilsatskjemikalier

til ureaproduksjonen er blitt øket. Videre har man fått en metode for å løse opp belegg i vaskeanlegget hvis slike belegg er blitt dannet, for eksempel ved svikt i tilførselen av formaldehyd til vaskeløsningen.

Den utviklede metode gir minimale drifts- og investeringskostnader og kan lett tilpasses i standard renseanlegg for vasking av avgassene fra et produksjonsanlegg for urea. Fordelene ved de kjente anlegg blir beholdt, samtidig som man ved oppfinnelsen oppnår bedre driftsregularitet og bedre rensing av avgassene. Disse fordeler er oppnådd ved anvendelse av kjemikalier som ikke forurenser produktet eller virker forstyrrende inn på selve produksjonen av urea. Dertil kommer at utgiftene til kjemikalier er som før.

Utvaskningsgraden av ammoniakk fra avgassene ble øket fra ca. 30 prosent til ca. 70 prosent, i det aktuelle anlegget innebar det at NH_3-utslippet ble redusert fra ca. 10 kg/h til under 5 kg/h.

Patentkrav

1. Fremgangsmåte for rensing av gassblandinger fra urea-produksjonsanlegg, spesielt avgasser fra prilletårn eller granuleringsenheter, og hvor gassene vaskes med en vandig løsning,
k a r a k t e r i s e r t v e d a t
formaldehyd føres inn i vaskeløsningen før den bringes i kontakt med gassblandingen i en mengde som er tilstrekkelig til å forhindre utfelninger i vaske-løsningen.

2. Fremgangsmåte ifølge krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d a t
formaldehyd tilsettes vaskeløsningen som formalin og at dosering av formalin reguleres utfra pH-målinger i vaskeløsningen og at dens pH holdes på pH = 6-8,5.

3. Fremgangsmøte ifølge krav 1 og 2,
k a r a k t e r i s e r t v e d a t
det kontinuerlig tilsettes en styrt mengde formalin slik at vaskeløsningen holdes på en pH = ca. 7.

150667

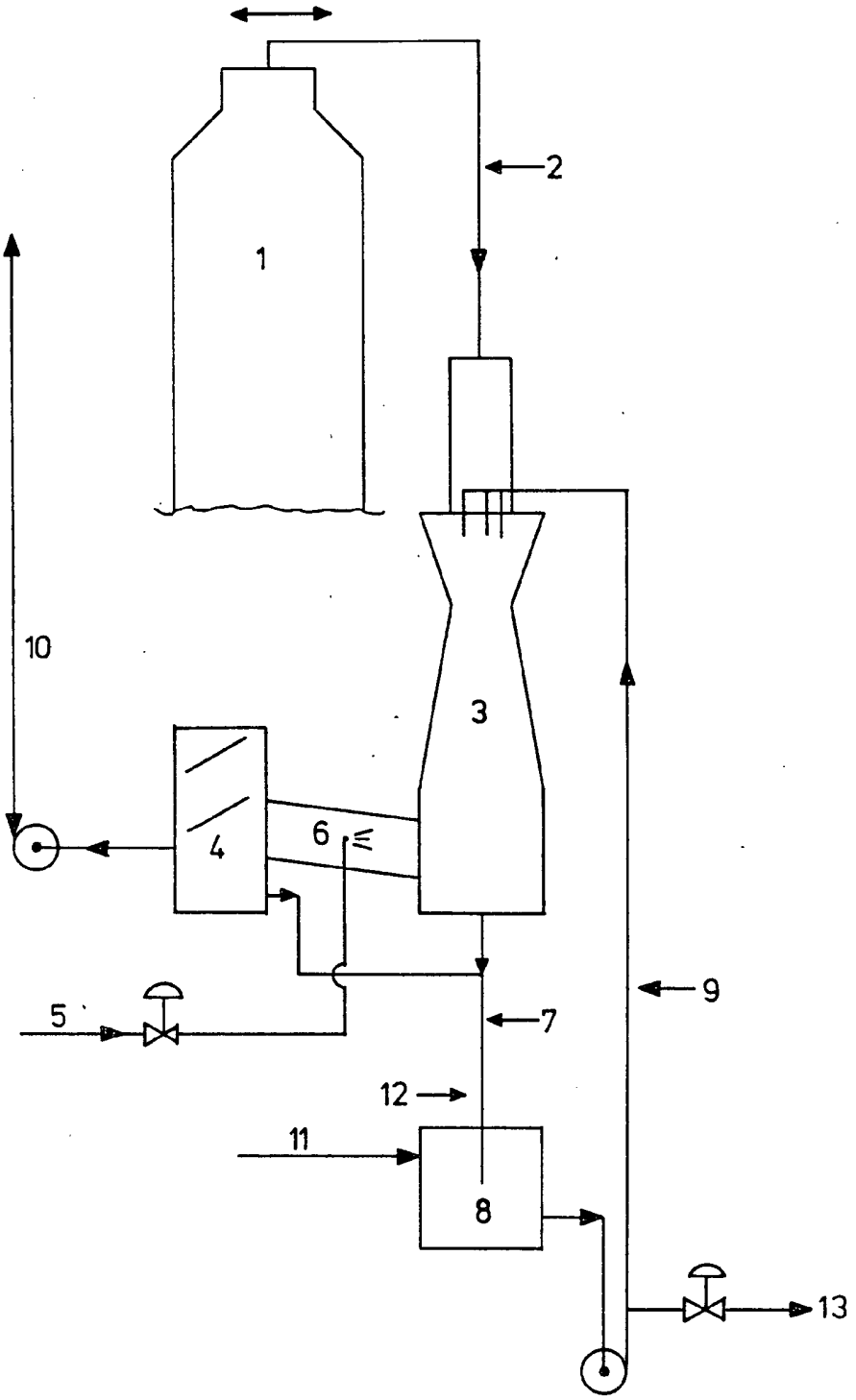


FIG. 1

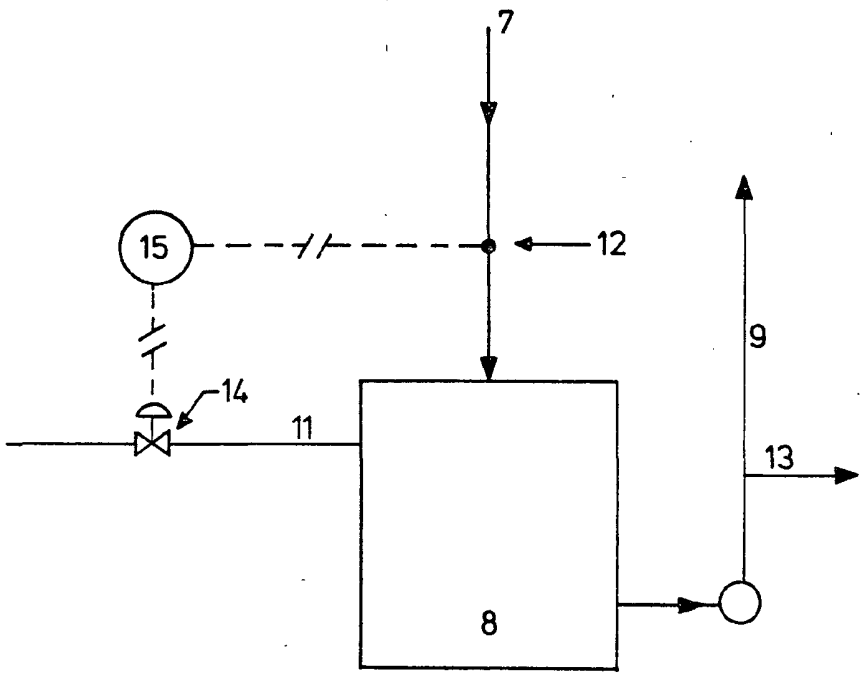


FIG. 2