



Patent dodatkowy
do patentu

Kl. 12 o, 17/03

Zgłoszono: 25.V.1965 (P 109 230)

Pierwszeństwo: 29.V.1964 Holandia

MKP C 07 c 127/04

Opublikowano: 10.VIII.1968

UKD

Właściciel patentu: Stamicarbon N.V., Heerlen (Holandia)

Sposób wytwarzania mocznika

1

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania mocznika, polegającego na tym, że amoniak i dwutlenek węgla poddaje się reakcji pod ciśnieniem co najmniej 160 at w temperaturze powyżej 150°C, otrzymaną mieszaninę reakcyjną poddaje w kilku stopniach ekspansji, z ekspandowanej mieszaniny odpędza amoniak i gazowy dwutlenek węgla, który całkowicie lub częściowo zwraca się do procesu, a pozostały roztwór mocznika odparowuje się.

Jak wiadomo w procesie tym powstaje najpierw karbaminian amonu, który następnie rozkłada się na mocznik i wodę. Przemiana ta jest jednak niecałkowita, tak że otrzymana mieszanina poreakcyjna tylko częściowo składa się z mocznika. W celu uzyskania mocznika z mieszaniny poreakcyjnej i przeprowadzenia pozostałych nieprzereagowanych składników w mocznik opracowano szereg procesów.

Ważnym czynnikiem ekonomicznym w produkcji mocznika jest zużycie pary. Z belgijskiego opisu patentowego nr 620227 znane jest poddawanie mieszaniny reakcyjnej dwustopniowej ekspansji, przy czym zużycie pary obniża się przez poddanie wymianie cieplnej gazów odlotowych z rozkładu karbaminianu amonowego otrzymanych w pierwszym stopniu z roztworem mocznika zawierającym karbaminian amonowy, w drugim stopniu. Ażeby przy użyciu wymiennika cieplnego o stosunkowo małej powierzchni umożliwić zaoszczędzenie pary,

2

należy w pierwszym stopniu dobrać ciśnienie wyższe od zwykle stosowanego. Korzystnie w tych znanych sposobach stosuje się w pierwszym stopniu ciśnienie 25—50 at, a w drugim stopniu 1—3 at.

Sposób ten wykazuje tę wadę, że rozkład karbaminianu amonowego nie następuje w warunkach optymalnych. Mianowicie im wyższe ciśnienie panuje w pierwszym stopniu, tym więcej wody należy dodawać w drugim stopniu do roztworu karbaminianu amonowego, w celu uniknięcia jego wykrystalizowania.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania mocznika umożliwiający znaczne zaoszczędzenie pary przez to, że otrzymywany przy rozprężaniu mieszaniny poreakcyjnej z syntezy mocznika do ciśnienia wynoszącego najwyżej 25 at gaz zawierający amoniak i CO₂ co najmniej częściowo kondensuje się przez wymianę cieplną z poddawanym odparowywaniu roztworem mocznika. W czasie tej kondensacji i w wyniku tworzenia się karbaminianu amonu, uwalnia się znacznie ilość ciepła, która zostaje wykorzystana do odparowywania roztworu mocznika. Mieszaninę kondensatu i nieskroplonego gazu można poddawać dalszej obróbce w sposób znany w tego typu procesach.

Wymianę cieplną prowadzoną sposobem według wynalazku, można stosować zarówno w procesach z całkowitą recyrkulacją, jak też w procesach z częściową recyrkulacją amoniaku i dwu-

tlenku węgla, nieprzereagowanych do mocznika. Przy całkowitej recyrkulacji optymalne wyniki otrzymuje się zwykle wtedy, gdy mieszaninę poreakcyjną rozpręża się w dwóch stopniach, a mianowicie w pierwszym stopniu przy ciśnieniu 15–25 at, a w drugim stopniu przy ciśnieniu na przykład 2–5 at. Gazy odpędzone w pierwszym stopniu ekspansji nadają się szczególnie do wymiany ciepłej z odparowywanym roztworem mocznika. Różnica ciśnień między mediami wymieniającymi ciepło jest w tym przypadku rzędu 15–25 at, ponieważ roztwór mocznika zagęszcza się zwykle przy ciśnieniu 0,3–0,5 at. Ta różnica ciśnień jest znacznie niższa od różnicy ciśnień między mediami wymieniającymi ciepło w opisanych znanych sposobach, dzięki czemu wymiennik ciepła może mieć mniejszą powierzchnię wymiany ciepłej.

Dalszą zaletą sposobu według wynalazku jest to, że przy optymalnym wyborze ciśnienia w pierwszym stopniu ekspansji, ilość ciepła odprowadzanego z tego stopnia, otrzymanego na skutek ochłodzenia i kondensacji gorącej mieszaniny gazów, jest zawsze mniejsza od ilości ciepła potrzebnej do odparowania roztworu mocznika, przez co odparowywanie prowadzi się wyłącznie regulując dodatkowy dopływ ciepła, na przykład w postaci pary.

Oprócz tego temperatura odparowywania roztworu mocznika jest niższa od temperatury rozkładu karbaminianu w drugim stadium ekspansji, jeżeli ciśnienie w tym stopniu ekspansji będzie utrzymywać się na optymalnej ze względów produkcyjnych wartości 2–5 at. Oznacza to, że przy wymianie ciepłej gazów odlotowych otrzymanych z pierwszego stopnia ekspansji z odparowywanym roztworem mocznika, więcej ciepła uwalnia się z tych gazów aniżeli przy wymianie ciepłej tych gazów odlotowych z rozkładanym w drugim stopniu ekspansji roztworem karbaminianu. Tak więc mieszanina gazów zawierająca 41,5% wagowych CO_2 , 43% wagowych NH_3 i 15,5% wagowych H_2O , o ciśnieniu 18 at i o temperaturze 160°C przy ochłodzeniu do temperatury 120°C dostarcza 2,4 razy więcej kalorii aniżeli w przypadku chłodzenia do 130°C.

Korzystnie do wymiany ciepłej z odparowywanym roztworem mocznika stosuje się tylko gaz zawierający amoniak i dwutlenek węgla odpędzony przez ogrzewanie poddawanej rozprężaniu mieszaniny poreakcyjnej, ponieważ temperatura tego gazu jest wyższa od temperatury gazu, który przy takim samym ciśnieniu został uwolniony na skutek ekspansji. W przypadku tym wprowadzić przypada nieco mniej ciepła na odparowywanie roztworu mocznika, jednak powierzchnię wymiany ciepłej można znacznie zmniejszyć.

Załączony rysunek wyjaśnia bliżej przeprowadzenie sposobu według wynalazku nie ograniczając przy tym jego zakresu.

Syntezę mocznika prowadzi się w autoklawie 1, do którego przewodami 2 i 3 doprowadza się oddzielnie amoniak i dwutlenek węgla, przy czym utrzymuje się ciśnienie 200 at, temperaturę 190°C i stosunek molowy amoniaku do dwutlenku węgla 4:1. Mieszaninę poreakcyjną odprowadza się z au-

toklawu 1 poprzez zawór zamykający 4, rozpręża się do ciśnienia 18 at, przez co temperatura spada do 125°C. Rozprężona mieszanina poreakcyjna rozkłada się następnie w rozdzielaczu 5 na gazowy amoniak i dwutlenek węgla i roztwór zawierający mocznik. Gaz z rozdzielacza 5 doprowadza się przewodem 6 do skrubera 7. Utworzony w rozdzielaczu 5 roztwór przechodzi do podgrzewacza 8, w którym temperaturę cieczy podnosi się do około 160°C. Powstający w czasie tego ogrzewania gazowy amoniak i dwutlenek węgla po oddzieleniu od cieczy w rozdzielaczu 9, odprowadza się przewodem 10. Odprowadzany z rozdzielacza 9 poprzez zawór zamykający 11, roztwór mocznika rozpręża się do ciśnienia 4 at, co powoduje utworzenie się mieszaniny gazu i cieczy, którą doprowadza się do kolumny rektyfikacyjnej 12. Ciecz odprowadzoną z kolumny 12, doprowadza się przewodem 13 do podgrzewacza 14, w którym z cieczy uwalnia się gazowy amoniak i CO_2 . Mieszaninę gazu i cieczy z podgrzewacza 14 rozdziela się w rozdzielaczu 15, po czym gaz doprowadza się przewodem 16 do kolumny 12, a ciecz rozpręża za pośrednictwem zaworu 17 i doprowadza do odparownika 18. Ciecz pochodząca z rozdzielacza 15 stanowi prawie czysty roztwór mocznika o stężeniu około 72% wagowych.

W wyparce 18 odparowuje się roztwór mocznika pod ciśnieniem około 0,4 at w temperaturze 105°C. Potrzebne do tego ciepło dostarczają gazy odlotowe z rozdzielacza 9, które o temperaturze około 160°C doprowadzane są przewodem 10 do wyparki 18. Część tych gazów skrapla się w wyparce 18, po czym mieszaninę gazu i cieczy o temperaturze około 25°C doprowadza się przewodem 19 do skrubera 7. Z wyparki 18 odbiera się roztwór mocznika o stężeniu około 86% wagowo, który następnie dalej zatęża się w znany sposób. Postępowanie to można przeprowadzić w strefie odparowywania, która to strefa jest zbudowana razem z wyparką 18, posiada jednak oddzielny grzejnik.

Gaz zawierający amoniak i CO_2 odprowadza się z kolumny rektyfikacyjnej 12 przewodem 20 do kondensatora 21, w którym gaz wykrapla się prawie całkowicie i dzięki dodatkowi wody powstaje amoniakalny roztwór karbaminianu amonowego. Roztwór ten przepompowuje się następnie przewodem 22 do skrubera 7. Z uchodzących w skruberze 7 gazów wymywa się dwutlenek węgla tak, że skrubier 7 opuszcza czysty, gazowy amoniak. Ten gazowy amoniak zostaje skroplony w chłodnicy 23 i częściowo zawrócony przewodem 24 do skrubera 7. Część ciekłego amoniaku nie zawróconego do kolumny 7 przepompowuje się przewodem 25 do autoklawu 1. Odpływający z kolumny 7 amoniakalny roztwór karbaminianu amonowego przepompowuje się przewodem 26 do autoklawu 1.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania mocznika, przez reakcję amoniaku i dwutlenku węgla pod ciśnieniem co najmniej 160 at i w temperaturze powyżej 150°C, rozprężanie kilkustopniowe otrzymanej mieszaniny poreakcyjnej, uwalnianie z rozprę-

żanej mieszaniny poreakcyjnej gazu zawierającego amoniak i dwutlenek węgla, który całkowicie lub częściowo zawraca się do procesu i odparowywanie otrzymanego roztworu mocznika, **znamienny tym**, że uwolniony przy rozprężaniu mieszaniny poreakcyjnej z syntezy mocznika do ciśnienia najwyżej 25 at gaz, składający się z amoniaku i dwutlenku węgla stosuje się do odparowywania roztworu mocznika,

przy czym w wyniku wymiany cieplnej następuje przynajmniej częściowe wykroplenie gazu i otrzymaną mieszaninę kondensatu i nieskroplonego gazu poddaje się dalszej przeróbce w znany sposób.

2. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że mieszaninę poreakcyjną rozpręża się dwustopniowo do ciśnienia 15—25 at w pierwszym stopniu i do ciśnienia 2—5 at w drugim stopniu.

