



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

228529
(11) (B2)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 126/02

(22) Přihlášeno 26 08 81
(21) (PV 6357-81)
(32) (31) (33) Právo přednosti od 29 08 80
(24357 A/80) Itálie
(40) Zveřejněno 15 09 83
(45) Vydáno 15 08 86

(72)
Autor vynálezu LAGANA VINCENZO, MILÁN, CAVALLANTI VIRGINIO, VAILATE
(Itálie)

(73)
Majitel patentu SNAMPROGETTI S. p. A., MILÁN (Itálie)

(54) Způsob výroby močoviny

1

Vynález se týká nového způsobu výroby močoviny. Pro výrobu močoviny je popsáno podle stavu techniky mnoho způsobů a obecným problémem těchto způsobů je regenerace karbamátu amonného, který je obsažen ve výtoku z reaktoru pro syntézu močoviny.

K vyřešení tohoto obecného problému bylo navrženo více regeneračních operací různého typu.

Mezi těmito operacemi stojí za úvahu připomenout tepelný rozklad za současného oddestilování rozkladných produktů s přiváděním plynu z vnějšku a zejména amoniaku nebo kysličníku uhličitého a tepelný rozklad za současné samodestilace rozkladných produktů, jako amoniaku nebo eventuálně kysličníku uhličitého, které se uvolňují během zahřívání z výtoku syntézního reaktoru.

Tepelný rozklad za současné samodestilace, způsobené přebytkem amoniaku rozpuštěného ve výtoku z reaktoru pro syntézu močoviny, je uveden například v britském patentu č. 1 184 004.

Samodestilace vyžaduje vertikální svazek trubek pro výměník tepla, kterým protéká výtok ze syntézního reaktoru ve formě tenkého filmu podél vnitřní stěny trubek a teplo pro rozklad se přivádí vně trubek pomo-

2

cí horké tekutiny nebo jakékoliv tekutiny poskytující teplo.

Aparatura, která je vhodná pro tento účel, je uveřejněna například v britském patentu č. 1 552 682.

Při rozkladu se samodestilací a rozkladu s destilací není možná destilace vodného roztoku močoviny s obsahem karbamátu, a to obzvláště při provádění operace za tlaku, který je rovný nebo se blíží syntéznímu tlaku.

Z tohoto důvodu se roztok močoviny vycházející ze samodestilace dále upravuje, aby se odstranil zbylý karbamát, což je také uvedeno v britském patentu č. 1 184 004.

Obvykle se tyto další úpravy mohou provádět za použití vypuzovacího prostředku a v této souvislosti se může uvést italský patent č. 875 128 (odpovídající britskému patentu č. 1 272 873), podle kterého se provádí druhá destilace za stejného tlaku jako první samodestilace, ve které se použije vypuzovací prostředek, který je směsí N₂ a H₂ určenou pro syntézu amoniaku.

Pro destilaci močovinného roztoku se může použít kysličník uhličitý, to je známo zejména z britského patentu č. 952 764 (stannicarbon).

Použití CO₂ jako vypuzovacího prostředku

ve druhém stupni je uvedeno v DE-OS číslo 28 19 218. Rozklad karbamátu se provádí v prvním stupni za přítomnosti amoniaku a v druhém stupni za přítomnosti kysličníku uhličitého, druhý stupeň působí také jako destilační stupeň, vzhledem k amoniaku rozpustnému v roztoku močoviny, oba stupně se udržují za stejného tlaku jako reaktor pro syntézu močoviny.

Také se může postup podle DE-OS číslo 28 19 218 provádět za velmi vysokého tlaku, protože dvojestupňový rozklad se dvěma dříve zmíněnými vypuzovacími prostředky může účinně odstranit karbamát a rozpustný amoniak i za vysokého tlaku. Avšak bylo zjištěno, že při rozkladu za vysokého tlaku za použití kysličníku uhličitého nastává prudká koroze, která je způsobena vysokou teplotou použitou k rozkladu zbylého karbamátu a samotným kysličníkem uhličitým, který je — jak známo — vysoce korozivní i při běžné teplotě.

Kromě toho by se mělo podle postupu uvedeného v DE-OS 28 19 218 zajistit úplné odstranění karbamátu amonného a amoniaku, avšak v praxi se nedosáhne těchto výsledků, protože konečný roztok vycházející z druhého stupně stále obsahuje vysoký obsah amoniaku a kysličníku uhličitého, volné a v kombinaci, v rozmezí 20 až 28 %. V důsledku zbylého množství karbamátu a amoniaku je nutný rozklad uvedeného karbamátu alespoň ve dvou dalších stupních, jeden stupeň při tlaku 1 až 2,5 MPa a druhý při tlaku 0,5 až 0,1 MPa, tak aby tepelný obsah chladicí vody neovlivnil kondenzaci amoniaku a kysličníku uhličitého, takže by tyto recirkulovaly čerpáním v kapalném stavu.

Jeden z obvyklých postupů je uveden v USA patentu č. 3 607 038, podle kterého se může provádět rozklad karbamátu amonného ve dvou stupních, v prvním se použije amoniak jako jeden z vypuzovacích prostředků a pracuje se za stejného tlaku jako při syntéze, zatímco při druhém stupni se použije jako vypuzovací prostředek kysličník uhličitý a pracuje se za tlaku, který je nižší než syntézní. Problém koroze se řeší podle uvedeného USA patentu 3 607 938 tak, že se využije v druhém rozkladném stupni jako vypuzovací prostředek kysličník uhličitý společně s částí rozkladných produktů recirkulujících do hlavy destilační kolony, a to z toho důvodu, že se kysličník uhličitý zředí velkým množstvím amoniaku a především se zvolí tlak syntézy a rozkladu v nízkém rozmezí, řádově 13,5 MPa, jak je navrženo v příkladu tohoto patentu.

Skutečnost, že se musí pracovat při poměrně nízkém tlaku, má obvykle za následek nižší výtěžek močoviny v reaktoru, takže způsob není ekonomicky uspokojivý.

Nyní bylo neočekávaně zjištěno, že je možné rozložit karbamát amonný v druhé destilační koloně kysličníkem uhličitým za odstranění možnosti koroze a provádět roz-

klad zbytkového karbamátu za nízkého tlaku, zatímco se současně provádí syntéza za vysokého tlaku, což vede k vysokému výtěžku.

Způsob výroby močoviny vycházející z amoniaku a kysličníku uhličitého v molárním poměru 5 : 1 až 8 : 1 zahrnující syntézu a rozklad karbamátu amonného, který je obsažen v močovinovém roztoku, ve dvou stupních, první stupeň zajišťuje amoniak jako samodestilační prostředek a druhý stupeň kysličník uhličitý jako vnější vypuzovací prostředek, se vyznačuje tím, že se z první rozkladné zóny odvádí roztok močoviny obsahující 5 až 25 % karbamátu a plynná fáze obsahující množství amoniaku v přebytku, vzhledem ke stechiometrickému množství nezbytnému pro karbamát amonný v rozmezí 50 až 90 % celkového toku plynu, která recirkuluje do zóny syntézy močoviny bez dřívější kondenzace, přičemž syntéza a rozklad v prvním stupni se provádí za stejného tlaku v rozmezí 18 až 25 MPa, zatímco rozklad v druhém stupni se provádí za tlaku o 3 až 5 MPa nižším než v prvním stupni a teplota v první rozkladné zóně se udržuje v rozmezí 180 až 215 °C a v druhé rozkladné zóně v rozmezí 160 až 210 °C.

Rozkladné produkty a amoniak oddělené z močovinového roztoku v druhé rozkladné zóně se kondenzují za tlaku, který je v podstatě stejný jako tlak druhé rozkladné zóny a kondenzát se čerpá a recirkuluje do syntézní zóny.

Způsob podle vynálezu bude blíže objasněn na základě přiloženého výkresu, který představuje výhodné provedení, aniž by byl omezen rozsah vynálezu.

Kapalný amoniak přiváděný potrubím 1, se čerpá čerpadlem 2 a po ochlazení v chladicí 3, 4 se vede potrubím 5 do močovinového syntézního reaktoru 6. Do tohoto reaktoru se přivádí potrubím 7 rozkladné produkty a přebytek amoniaku opouštějící primární rozkladné zařízení 8, do kterého se přivádí potrubím 9 vzduch, aby pasivoval primární rozkladné zařízení 8 a též reaktor 6. Do reaktoru 6 se také přivádí potrubím 10 kondenzát ze druhého rozkladného stupně.

Močovinový roztok, který obsahuje nezměněný karbamát amonný a přebytek amoniaku se vede potrubím 11 do primárního rozkladného zařízení 8, ze kterého se odvádí potrubím 12 ve formě močovinového roztoku, který obsahuje karbamát, který ještě nebyl v rozkladném zařízení 8 rozložen a přebytek amoniaku, který nebyl v tomto rozkladném zařízení 8 odstraněn.

Roztok, který se odvádí z primárního rozkladného zařízení 8 se nechá expandovat ventilem 13 při poklesu tlaku na 3 až 5 MPa a uvádí se do druhého rozkladného zařízení 14, kde se destiluje za pomoci kysličníku uhličitého, který se přivádí potrubím 15 po stlačení v kompresoru 16.

Do druhého rozkladného zařízení 14 se také přivádí potrubím 17 plynný proud, který se nechá expandovat ventilem 18 na tlak získaný v druhé rozkladné zóně; tento proud přichází z hlavy reaktoru 6 a je tvořen NH_3 , CO_2 , kyslíkem, dusíkem a dalšími inertními plyny případně přítomnými v přiváděném proudu.

Plynná směs se destiluje v druhém rozkladném zařízení 14, vypuzovací činidlo CO_2 a inertní plyny se odvádějí potrubím 19 a potom se kondenzují v kondenzátoru 20, kapalná fáze se oddělí od plynné fáze v potrubí 21 v separátoru 22. Močovinový roztok v potrubí 23 opouštějící druhé rozkladné zařízení 14 se potom nechá expandovat za tlaku 0,5 až 0,1 MPa a podrobí se běžné destilaci v destilátoru 24, přičemž se získá roztok odcházející potrubím 32, který se koncentruje ve vakuovém zařízení 25, takže se získá močovinový koncentrát vycházející potrubím 26, který se posílá ke granulaci; také se získá kondenzát vycházející potrubím 27. Tento kondenzát odcházející z vakuové koncentrace se posílá do úpravy

35 a zde se získají odpadní vody odcházející potrubím 33 společně s amoniakální tekutinou, která se vrací zpět potrubím 34 do kondenzátoru 28.

Amoniakální páry získané na vrcholku destilátoru 24 se kondenzují v kondenzátoru 28 a posílají se potrubím 29 do nádrže 30, aby mohly recirkulovat do kondenzátoru 20 pomocí čerpadla 31.

Je zajímavé konstatovat, že z energetického hlediska je způsob podle vynálezu výhodnější než uvedený v DE-OS 28 19 218, protože odstraněním stupně prováděného za tlaku 1 až 25 MPa se ušetří náklady pro opětovné stlačení karbamátu odděleného z druhého stupně na syntézní tlak.

Na praktickém příkladu budou ukázány výsledky získané způsobem podle vynálezu.

Příklad

Produkce 1,500 tun denně se získá podle přiloženého schématu. Nejvýznamnější poměry toků jsou uvedeny v následující tabulce.

Potrubi	1	5	15	11	12	23
Popis	NH ₃ kap.	NH ₃ kap.	CO ₂ plyn	kapalina	kapalina	kapalina
Teplota [°C]	15	120	160	190	200	180
Tlak (MPa)	0,98	19,6	14,7	19,6	19,6	14,7
NH ₃ (Kg/h)	35417	100	—	85877	43,05	7543
CO ₂ (Kg/h)	—	—	45831	16954	8,5	9699
močovina (Kg/h)	—	—	—	62499	31,33	62499
H ₂ O (Kg/h)	—	—	—	34153	17,12	58
Celkem	35417 (%)	35417 (%)	45831 (%)	199483 (%)	145346 (%)	107757 (%)
Potrubi	32	26	29	10	34	
Popis	kapalina	močovinový koncentrát	kapalina	kapalina	kapalina	
Teplota [°C]	140	140	70	170	40	
Tlak (MPa)	0,44	0,0029	0,44	19,6	0,44	
NH ₃ (Kg/h)	1731	—	7543	43603	39,66	N/C = 5
CO ₂ (Kg/h)	694	—	9699	56006	50,95	H/C = 0,6
močovina (Kg/h)	62499	100	9266	10320	9,39	$\eta = 0,73$
H ₂ O (Kg/h)	21639	25	26508	109929	5314	
Celkem	86563 (%)	62499 (%)	26508 (%)	109929 (%)	5314 (%)	

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby močoviny vycházející z amoniaku a kysličníku uhličitého v molárním poměru 5:1 až 8:1 zahrnující syntézu a rozklad karbamátu amonného, který je obsažen v močovinovém roztoku, ve dvou stupních, první stupeň zajišťuje amoniak jako samodestilační prostředek a druhý stupeň kysličník uhličitý jako vnější vypuzovací prostředek, vyznačený tím, že se z první rozkladné zóny odvádí roztok močoviny obsahující 5 až 25 % karbamátu a plynná fáze obsahující množství amoniaku v pře-

bytku, vzhledem ke stechiometrickému množství nezbytnému pro karbamát amonný v rozmezí 50 až 90 % celkového toku plynu, která recirkuluje do zóny syntézy močoviny bez dřívější kondenzace, přičemž syntéza a rozklad v prvním stupni se provádí za stejného tlaku v rozmezí 18 až 25 MPa, zatímco rozklad v druhém stupni se provádí za tlaku o 3 až 5 MPa nižším než v prvním stupni a teplota v první rozkladné zóně se udržuje v rozmezí 180 až 215 °C a v druhé rozkladné zóně v rozmezí 160 až 210 °C.

1 list výkresů

