



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 122058

(13) C2

(51) МПК

G01N 21/65 (2006.01)

МІНІСТЕРСТВО РОЗВИТКУ
ЕКОНОМІКИ, ТОРГІВЛІ ТА
СІЛЬСЬКОГО ГОСПОДАРСТВА
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

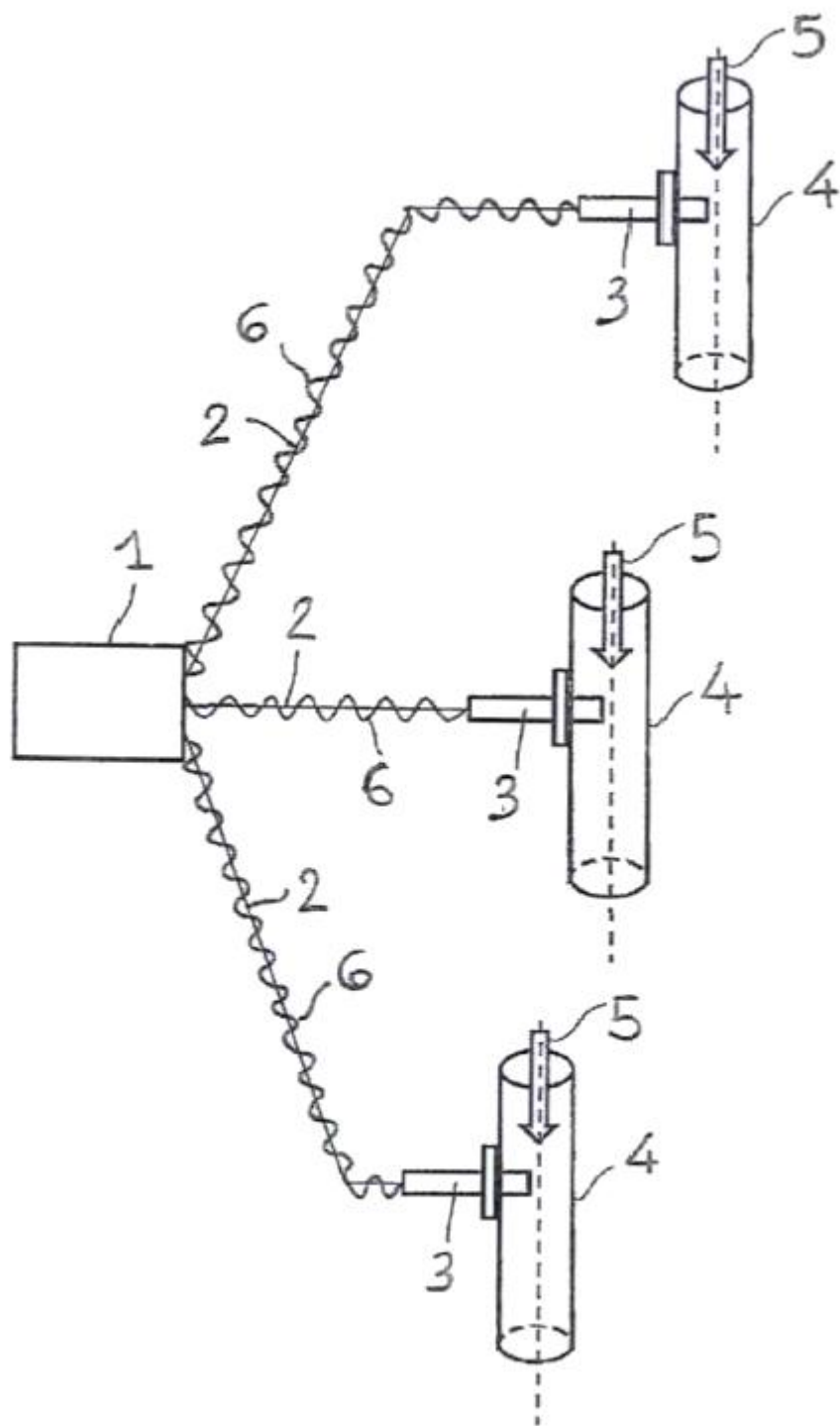
(21) Номер заявки:	а 2017 00200	(72) Винахідник(и):	Руньоне Лука (ІТ)
(22) Дата подання заявки:	02.06.2015	(73) Власник(и):	КАСАЛЕ СА, Via Giulio Pocobelli 6, 6900 Lugano, Switzerland (CH)
(24) Дата, з якої є чинними права на винахід:	11.09.2020	(74) Представник:	Петров Андрій Володимирович, реєстр. №139
(31) Номер попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	14172011.0	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою:	US 2012/220801 A1, 30.08.2012 Martin V.E. Quantitative analysis of the urea synthesis by means of laser Raman spectrometry. Dissertation. 28.05.1985 BUBACK M. Raman scattering of pure ammonia at high pressures and temperatures / M. BUBACK ET AL // THE JOURNAL OF PHYSICAL CHEMISTRY.- 1976, vol. 80.- Pages 2478 – 2482 ADAR F. RAMAN SPECTROSCOPY FOR PROCESS/QUALITY CONTROL / ADAR F. ET AL. // APPLIED SPECTROSCOPY REVIEWS, MARCEL DEKKER INC.270 MADISON AVENUE. NEW YORK, US.- 1997.- vol. 32, no. 1/02.- Pages 45 – 101
(32) Дата подання попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	11.06.2014		
(33) Код держави-учасниці Паризької конвенції, до якої подано попередню заявку:	EP		
(41) Публікація відомостей про заявку:	10.05.2017, Бюл.№ 9		
(46) Публікація відомостей про видачу патенту:	10.09.2020, Бюл.№ 17		
(86) Номер та дата подання міжнародної заявки, поданої відповідно до Договору РСТ	PCT/EP2015/062304, 02.06.2015		

(54) СПОСІБ ОПЕРАТИВНОГО КІЛЬКІСНОГО АНАЛІЗУ ПОТОКУ У ПРОМИСЛОВІЙ УСТАНОВЦІ СИНТЕЗУ СЕЧОВИНИ

(57) Реферат:

Винахід належить до синтезу сечовини. В заявці описане використання раманівської спектроскопії для аналізу одного або декількох технологічних потоків промислової установки для синтезу сечовини з аміаку і двоокису вуглецю при високому тиску (від 10000 до 30000 кПа) і високій температурі (50-250 °С); випромінювання, що виникло при раманівському розсіюванні, аналізують, визначаючи концентрацію в технологічних потоках таких компонентів, як сечовина, аміак і двоокис вуглецю, і генерують вихідний сигнал, керуючий змінними параметрами установки для оптимізації її роботи.

UA 122058 C2



ФІГ. 1

Галузь техніки

Даний винахід відноситься до галузі синтезу сечовини. Зокрема, винахід відноситься до оперативного (потокового) кількісного аналізу технологічних потоків, що входять в процес синтезу сечовини на промисловій установці, що починається з впливу на аміак і двоокис вуглецю високим тиском і високою температурою.

Рівень техніки

Сечовину синтезують з аміаку і двоокису вуглецю. Огляд відповідних технологій можна знайти в "Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry", 5-е видання, том A27, стаття 3.3.

Декілька технологічних потоків входять в процес синтезу сечовини, який дуже чутливий до їх складу, зокрема до концентрації реагентів, таких як аміак і двоокис вуглецю, і до концентрації води, що знижує якість вихідного продукту. Параметри, що сильно впливають на процес, включають, наприклад, молярне відношення аміаку до вуглецю, молярне відношення води до вуглецю і ступінь хімічного перетворення вуглецю на сечовину. Тому концентрацію реагентів необхідно ідеально контролювати у вузькому діапазоні, щоб досягти оптимальної якості і максимального виходу продукту.

Переважно промисловий синтез сечовини проводиться за так звану технологію повного рециркулу. Більш переважно на даний час синтез сечовини проводять за так звану стріпінг технологію.

До основних елементів стріпінг установки відносяться реактор-синтезатор високого тиску, стріпер, конденсатор карбамата і, можливо, скруббер, які утворюють контур високого тиску, і одна або декілька зворотних секцій, що діють при низькому тиску. Вищезгадані технологічні потоки включають, наприклад, відведення від ректора, від конденсатора карбамата або від скруббера, концентрованого розчину, що виходить зі стріпера, і розчину карбамата, що перебуває під низьким тиском, який виходить зі зворотних секцій.

Із зазначених причин виникає необхідність у моніторингу складу цих технологічних потоків для кращого розуміння і оптимізації процесу і для забезпечення необхідного контролю над роботою установки.

Звичайна технологія полягає в аналізі поза комплексом проб з одного або декількох обраних технологічних потоків(у). Пробу з технологічного потоку, що проходить під тиском, добувають у відомій кількості води для розчинення газів, що утворюються за рахунок скидання тиску при переході з реактивного навколишнього середовища. Потім пробу аналізують у віддаленій лабораторії.

Ця технологія має декілька недоліків. Відбір проб повинен проводитися досвідченим персоналом з міркувань безпеки і по своїй суті піддається помилкам через легку втрату летких компонентів. Проведення аналізу поза комплексом передбачає затримку за часом між відбором проби і самим аналізом, що унеможлиблює оперативний контроль процесу, що безупинно розвивається. Інший недолік полягає в тому, що відбір проби призводить до різкої зміни термодинамічних параметрів і впливає на рівновагу і концентрацію газоподібного середовища; як наслідок, склад проби і результат аналізу можуть бути спотворені.

Із цих причин з'являється мотив для проведення оперативного аналізу з метою одержання в реальному часі даних, що відносяться до технологічного потоку. Однак оперативний аналіз натрапляє на труднощі, пов'язані з корозійною природою карбамата амонію і проміжних продуктів, що входять у синтез сечовини, і з підвищеними температурою і тиском, зокрема в контурі високого тиску. Наприклад, розчин, що виходить із реактора, як правило, перебуває у надкритичному стані.

Попередні спроби проведення оперативного контролю полягали у використанні методу хроматографії для моніторингу газової фази, що виходить з реактора. Проте цей метод може застосовуватись тільки у разі, якщо реактор має незалежну магістраль відхідного газу. Крім того, було встановлено, що інформації про склад газової фази недостатньо для оперативного контролю установки, так як утворення карбамата амонію і сечовини шляхом наступної дегідратії карбонату відбувається в рідкій фазі. Інший недолік полягає в тому, що метод хроматографії вимагає дорогого догляду за обладнанням.

Враховуючи всі перераховані проблеми, до попереднього рівня техніки повинен бути введений процес контролю, що залежить в основному від молярного співвідношення аміаку до вуглецю (N/C), яке опосередковано вимірюється як функція від густини. Густина може вимірюватись досить простим шляхом, і згадане співвідношення N/C лінійно залежить від густини в дуже вузькому діапазоні температури і тиску. Тому при потрапленні температури і тиску в певний діапазон співвідношення N/C може бути визначене із прийнятною точністю, і метод може вважатися таким, що заслуговує довіри.

Однак молярне співвідношення аміаку і вуглецю в реактивній суміші є лише одним з

параметрів, що реально впливають на процес. Наприклад, цей метод не в змозі забезпечити інформацію про відношення води до вуглецю і про перетворення вуглецю на сечовину. Крім того, співвідношення N/C вимірюється тільки за схемою, що базується на показниках густини. Ця схема пристосована для вузького діапазону густин і, отже, точність може змінюватися, якщо
 5 реальна густина (залежить від температури і тиску) виходить за зазначений діапазон або наближається до граничних значень.

Інша проблема, що виникає при контролі процесу рециркуляції сечовини, полягає в можливому каскадному ефекті, викликаному зміною складу технологічного потоку. Наприклад, на
 10 характеристики реактора впливає склад потоку рециркуляції карбамата низького тиску, що виходить із зворотної секції, в той час як з іншого боку склад цього рециркуляційного потоку також залежить від складу розчину сечовини на виході стріпера високого тиску, що живить зворотний блок. Відповідна контрольна система повинна бути здатна враховувати таку закономірність.

Тому все ще зберігається необхідність у способі оперативного одержання докладної інформації, що стосується складу середовища, включеного в синтез сечовини, для вирішення
 15 вищезгаданих проблем.

Розкриття винаходу

Метою винаходу є вирішення вищевказаних проблем і, зокрема, забезпечення способу і пристрою для вдосконаленого кількісного аналізу і вдосконаленого контролю і оптимізації
 20 роботи установки з виробництва сечовини.

Ідея, що лежить в основі винаходу, полягає в застосуванні раманівської спектроскопії для оперативного кількісного аналізу потоків процесу синтезу сечовини.

Відповідно, першим аспектом винаходу є спосіб оперативного кількісного аналізу принаймні одного технологічного потоку процесу синтезу сечовини, в якому сечовину синтезують з аміаку і двоокису вуглецю, і який відрізняється тим, що в цьому оперативному кількісному аналізі
 25 використовують раманівську спектроскопію. Переважно спосіб може застосовуватись для високотемпературного процесу синтезу, що проходить під високим тиском процесу синтезу. Більш переважно, спосіб може застосовуватись для процесу виробництва сечовини, в якому тиск синтезу становить від 100 до 300 бар і температура від 50 до 250 °C. Отже, принаймні один технологічний потік має переважний тиск і температуру, що знаходяться у вищезазначеному
 30 діапазоні.

Раманівська спектроскопія базується на ефекті, відомому як раманівське розсіювання. Раманівське розсіювання – це вид непружного розсіювання електромагнітного випромінювання, такого як лазерне, при проходженні його через будь-яке середовище. Ефект взагалі можна описати в такий спосіб. Більша частина падаючих фотонів піддаються пружному розсіюванню
 35 (що називається релеєвським розсіюванням), при якому розсіяне випромінювання має таку ж частоту, що і падаюче. Однак менша частина падаючих фотонів піддається непружному розсіюванню, при якому фотони, що випускаються, мають більшу або меншу енергію, що призводить до появи частот, більших і (або) менших, ніж частота падаючого променя.

Непружне розсіювання обумовлене селективною взаємодією між випромінюванням і молекулами, специфічною для кожного хімічного зв'язку. Тому частотне зрушення, що спостерігається у розсіяному випромінюванні, забезпечує інформацію про склад середовища, наприклад про концентрацію конкретних молекул. Слабке непружне розсіяне випромінювання відокремлюють від інтенсивного випромінювання, що зазнало дії релеєвського розсіювання, і збирають для одержання інформації про склад середовища. Відповідно, раманівську
 45 спектроскопію можна визначити як спектрофотометричну реєстрацію непружного розсіяного випромінювання.

Відповідно до винаходу раманівську спектроскопію потоків процесу одержання сечовини переважно проводять з лазерним променем. Лазерний промінь переважно фокусується в аналізованому технологічному потоці. Переважно лазерний промінь відноситься до видимої або
 50 близької до видимої ділянки. Переважно лазерний промінь монохроматичний.

Під видимою ділянкою розуміють довжини хвиль від 390 до 700 нм. Під близькою до видимої ділянки розуміють довжини хвиль між 300 нм і 1,4 мкм. Тому запропонований у винаході спосіб переважно реалізують з монохроматичним лазерним променем, що має довжину хвилі від 300 до 1400 нм і більш переважно від 400 до 1000 нм. Наприклад, в особливо переважному варіанті здійснення процесу відповідно до винаходу реалізують з лазерним променем 785 нм.
 55

Встановлено, що молекули, яку беруть участь в синтезі сечовини, включаючи сечовину, карбамат амонію, карбонати і гідрокарбонати, а також аміак, забезпечують селективне і помітне раманівське розсіювання. Тому раманівська спектроскопія дозволяє зібрати кількісну інформацію про концентрацію і масу (мас %) зазначених компонентів. Спосіб за даним
 60 винаходом може використовуватися для визначення концентрації принаймні одного

компонента, що втримується в технологічному потоці, з групи, що включає сечовину, двоокис вуглецю і (або) аміак.

Іншим аспектом винаходу є моделювання хімічного складу розчинів, що є перевагою застосування раманівської спектроскопії. Відповідно, хімічний склад моделюється з урахуванням наступних компонентів:

перший компонент показує форму перетвореного вуглецю у формулі карбоніл-ді-амідного зв'язку, в якому дві аміногрупи пов'язані з тим самим карбонілом.

другий псевдомкомпонент показує форми неперетворених вуглеців, таких як карбомат, карбонат, гідрокарбонат і т.п., із припущенням, що вони являють собою еквівалентні монокомпоненти;

третій компонент показує всі форми водню, який не входить до молекули сечовини, вільного у вигляді амонію або зв'язаного у вигляді гідроксиду амонію, або у вигляді солей, таких як карбонат амонію, гідрокарбонат і карбамат.

У наступному описі перший компонент називається також сечовиною, другий компонент називається також двоокисом вуглецю, і третій компонент називається також аміаком. Наведена модель застосовна до будь-якого технологічного потоку, наприклад до розчину, що виходить із реактора або стріпера.

Заявник встановив, що концентрація сечовини може бути пов'язана з параметрами раманівської смуги спектра, відповідної до збудження карбоніл-ді-амідного зв'язку. Карбоніл-ді-амідний зв'язок присутній в молекулі сечовини, і в даному винаході вона обрана засобом для відмінності сечовини від інших форм перетвореного вуглецю, наприклад від двоокису вуглецю. Інші форми неперетвореного вуглецю поведуться відмінно від рамановського розсіювання, тому що атомні зв'язки в молекулі в основному мають карбоксильний вигляд (карбонат, гідрокарбонат і карбамат).

Отже, відмітною властивістю винаходу є визначення концентрації сечовини в технологічному потоці за допомогою реєстрації спектральної смуги, відповідної до збудження карбоніл-ді-амідного зв'язку.

Концентрація вуглецевмісних молекул, відмінних від сечовини (неперетвореного вуглецю), може бути визначена як еквівалентна концентрація двоокису вуглецю, відповідна до збудження атомних зв'язків у карбоксильній групі.

Відповідно до першого аспекту винаходу компоненти визначаються в такий спосіб:

перший компонент ("сечовина") може бути ідентифікований шляхом збудження з раманівським зміщенням карбоніл-ді-амідного зв'язку падаючим лазерним випромінюванням у частотному діапазоні від 900 до 1050 см^{-1} ,

другий компонент ("двоокис вуглецю"), що включає неперетворені форми вуглецю, як було встановлено, проявляє раманівський ефект найбільш виражено в діапазоні від 1000 до 1150 см^{-1} ,

третій компонент ("аміак"), що включає інші азотні форми (відмінні від сечовини), може реєструватися за раманівським збудженням в частотному діапазоні від 1350 до 1750 см^{-1} .

Частотні діапазони виражаються в см^{-1} , як загальноприйнято в спектроскопічній практиці. Падаюче лазерне випромінювання переважно має довжину хвилі 785 нм.

У складній суміші, в якій сечовина і карбомат амонію перемішано один з одним, згаданий діапазон частот дозволяє ідентифікувати всі азотні форми в пробі, включаючи такі, що відносяться до молекул сечовини. У всякому разі третій псевдокомпонент "аміак" може бути легко встановлений шляхом віднімання внеску "сечовини" з інтенсивності сигналу, оскільки концентрація "сечовини" визначена за її характерною частотою.

Спосіб може застосовуватися в будь-якому промисловому процесі синтезу сечовини під високим тиском і при високій температурі, включаючи, але не обмежуючись цим, процеси повного рециркулу і процеси стріпінга, такі як CO_2 -стріпінг і "самостріпінг". Спосіб переважно може застосовуватись до процесів, в яких синтез сечовини відбувається при тиску, що знаходиться в діапазоні 100-300 бар, і температурі в діапазоні 50-250 $^{\circ}\text{C}$.

Відповідно до одного з варіантів здійснення раманівський аналіз виконується безпосередньо в основному потоці. Для цього у відповідний трубопровід встановлюється спеціальний датчик/зонд (далі - вимірювальна головка). Відповідно до інших варіантів здійснення аналіз може також проводитися у відведеному потоці, взятому з основного. Цей другий варіант може бути переважним для забезпечення більш безпечного і полегшеного контролю і технічного обслуговування системи. У цьому другому варіанті пристрій для відбору проб переважно містить пробовідбірну камеру.

Іншим об'єктом винаходу відповідно до прикладеної формули винаходу є спосіб керування установкою синтезу сечовини. Спосіб керування процесом синтезу сечовини передбачає

використання раманівської спектроскопії для аналізу в реальному часі складу принаймні одного, а переважно декількох потоків цього процесу. Сам процес може бути будь-яким відомим процесом промислового виробництва сечовини, включаючи нестрипінгові і стрипінгові процеси.

Іншим об'єктом винаходу відповідно до прикладеної формули винаходу є пристрій контролю і оптимізації роботи установки синтезу сечовини. Інформація, забезпечувана раманівським спектральним аналізом, використовується для автоматичного контролю і оптимізації роботи установки.

Пристрій містить одну або декілька вимірювальних головок, при цьому вимірювальна головка або кожна з вимірювальних головок виконані з можливістю збирання випромінювання емітера в точці фокуса, що перебуває в контакт з одним або декількома технологічними потоками, і відображенні цього випромінювання, що відчувало дію раманівського розсіювання.

Переважаючий пристрій містить оптичні вимірювальні головки високого тиску, які фокусують випромінювання лазера у вихідному потоці з реактора-синтезатора, у вихідному потоці розчину сечовини зі стрипера високого тиску та в потоці рециркуляції карбамата із зворотної секції до блоку синтезу. Переважно забезпечується оптико-волоконний зв'язок між вимірювальною головкою і вимірником.

Особливою перевагою винаходу є оперативне визначення складу потоків, які беруть участь в синтезі сечовини, і збір в реальному часі інформації про параметри процесу не тільки в термінах молярного відношення аміаку до вуглецю, але також у термінах відношення води до вуглецю і перетвореного вуглецю до сечовини.

Винахід забезпечує кращу оптимізацію роботи установки порівняно з відомими системами за рахунок безперервного моніторингу складу відповідних технологічних потоків, які слідує один за одним, що дозволяє в реальному часі контролювати роботу установки, попереджаючи небажані явища, які могли б виникнути при зміні складу і параметрів основних потоків. Відповідні переваги включають: підвищення загальної стабільності процесу, мінімізацію ризиків простою, збільшення випуску продукції, зниження енерговитрат і зниження викиду забруднень.

Властивості і переваги винаходу стануть зрозуміліше з нижченаведеного опису переважних варіантів здійснення.

Короткий опис креслень

Далі винахід розглянутий більш докладно з посиланням на прикладені креслення, на яких показано:

на Фіг. 1 – схема системи, призначеної для здійснення запропонованого у винаході способу, відповідно до першого варіанта здійснення;

на Фіг. 2 – схема системи, призначеної для здійснення запропонованого у винаході способу, відповідно до другого варіанта здійснення;

на Фіг. 3 – крива спектра двох технологічних потоків, що містять різні концентрації сечовини і двоокису вуглецю.

Здійснення винаходу

На Фіг. 1 представлений пристрій відповідно до одного з варіантів здійснення винаходу, що містить основний контрольний блок 1 і групу вимірювальних головок 3 (датчиків) з відповідними оптичними кабелями.

Вимірювальні головки 3 змонтовані на обраних технологічних магістралях 4 установки для виробництва сечовини; кожна технологічна магістраль проводить (несе) відповідний технологічний потік 5.

Технологічні магістралі 4 можуть відноситись, наприклад, до контуру синтезу високого тиску або до зворотної секції установки для виробництва сечовини. Технологічні потоки 5 будуть містити сечовину, воду, аміак, карбонат амонію, двоокис вуглецю і, можливо, інші хімічні компоненти, яку беруть участь в процесі синтезу.

Наприклад, технологічна магістраль 4 може містити один з або декілька елементів з групи, що включає: вихідну трубу реактора, що проводить водний розчин сечовини, неперетворений карбонат і вільний аміак; вихідну трубу стрипера високого тиску; трубу рециркуляції карбамата біля входу насоса високого тиску.

Технологічні потоки 5 можуть мати підвищені температуру і тиск. Як правило, технологічні потоки 5 мають тиск до 300 бар і температуру до 250 °C.

Основний контрольний блок містить лазерний випромінювач і відповідний раманівський аналізатор, з'єднаний із системою керування установкою для виробництва сечовини. Раманівський аналізатор виконаний з можливістю аналізу розсіяних фотонів, зареєстрованих вимірювальними головками 3.

Більш конкретно, лазерні промені 6, що випускаються контрольним блоком 1, передаються до точок фокуса цих вимірювальних головок 3 по оптичних кабелях 2. Точки фокуса обираються

таким чином, щоб падаючий лазерний промінь перебував у контакті з текучим середовищем відповідного технологічного потоку 5.

Потім відповідно до раманівського ефекту більша частина падаючого світла 6 зазнає пружне розсіювання (релеєвське розсіювання), при якому розсіяні фотони будуть мати ту ж довжину хвилі, що і падаючі; однак менша частина світла 6 зазнає раманівське розсіювання і, як наслідок, буде демонструвати зрушення довжини хвилі/частоти. Величина цього зрушення залежить від складу потоків 5.

Розсіяні фотони надходять назад з вимірювальних головок 3 до основного контрольного блоку 1 через ті ж оптичні кабелі 2.

Інтенсивність і довжина хвилі зареєстрованих раманівських фотонів використовуються в раманівському аналізаторі, інтегрованому з основним контрольным блоком 1, для вимірювання концентрації з'єднання-мішені, наприклад сечовини, двоокису вуглецю і аміаку.

На Фіг. 2 наведений інший варіант здійснення, в якому аналіз проводять на відведеному потоці 5а. У даному варіанті здійснення система містить пробовідбірну камеру 10, з'єднану з технологічною магістраллю 4 через впускний клапан 11. Вимірювальна головка 3 монтується на пробовідбірній камері 10. Відведений потік 5а береться з основної магістралі 4 і пропускається до камери 10 через клапан 11. Раманівський аналіз проводиться для середовища, що втримується в камері 10 вищеописаним способом. Потім середовище може бути випущене через впускний клапан 12 до секції низького тиску установки або до будь-якого придатного місця. Це рішення може бути переважним, тому що воно менш руйнівне для основної магістралі 4. Крім того, закривши клапан 11, до системи можна безпечно підступитися без впливу на функціонування технологічної магістралі 4.

На Фіг. 3 представлені перший спектр I, що відноситься до проби, яка містить більше 70 % сечовини і менше 1 % псевдокомпонента CO_2 (як визначено вище), і другий спектр II, що відноситься до проби, яка містить менше 5 % сечовини і більше 10 % псевдокомпонента CO_2 . На кривій помітні відповідні до сечовини смуги спектра поблизу 1000 см^{-1} і пік CO_2 (проба II) поблизу 1050 см^{-1} . Також ясно помітні смуги спектра поблизу 1400 і 1650 см^{-1} , що відноситься до псевдокомпонента "аміак".

Як описано, винахід досягає поставленої мети. Логічна система, що входить до контрольного блоку 1 установки, генерує сигнали, що надходять до потрібних виконавчих механізмів для оптимізації їх роботи.

Порушення складу розчину сечовини на виході стріпера високого тиску через відхилення робочих параметрів буде впливати на зміну складу потоку рециркуляції карбамата і до того ж викличе певні зміни параметрів реактора і його вихідного продукту. При виявленні відхилення складу на виході стріпера логічна система може діяти в напрямку запобігання зміни складу карбамата і зрештою впливати на параметри реактора.

Приклад

Були проведені експериментальні дослідження технологічних потоків на промисловій установці виробництва сечовини.

Ці технологічні потоки були підібрані таким чином, щоб в них були різні концентрації сечовини, двоокису вуглецю і аміаку, і потім на них були здійснені наступні аналітичні процедури.

Використовувалися чверть дюймова оптична вимірювальна головка і лазерне випромінювання 785 нм . У даному експерименті було обрано лазерне випромінювання 785 нм , проте використання способу може бути в принципі поширене на інше монохроматичне лазерне випромінювання, як згадувалося вище. Оптична система була з'єднана з раманівським аналізатором п'ятиметровим оптико-волоконним кабелем. Проба поміщалась до скляного збірника об'ємом 10 мл . Для ізоляції проби від потрапляння навколишнього світла використовувалася світлозахисна система. Потім для кожної проби проводилось збирання фотонів протягом однієї хвилини, і вимірювання для кожної проби повторювалися принаймні 5 разів. Вищеописана процедура дозволяє накопичувати дані для побудови спектра, аналогічного до Фіг. 3, на якому ясно помітні піки, відповідні до сечовини і псевдокомпонента CO_2 .

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

55

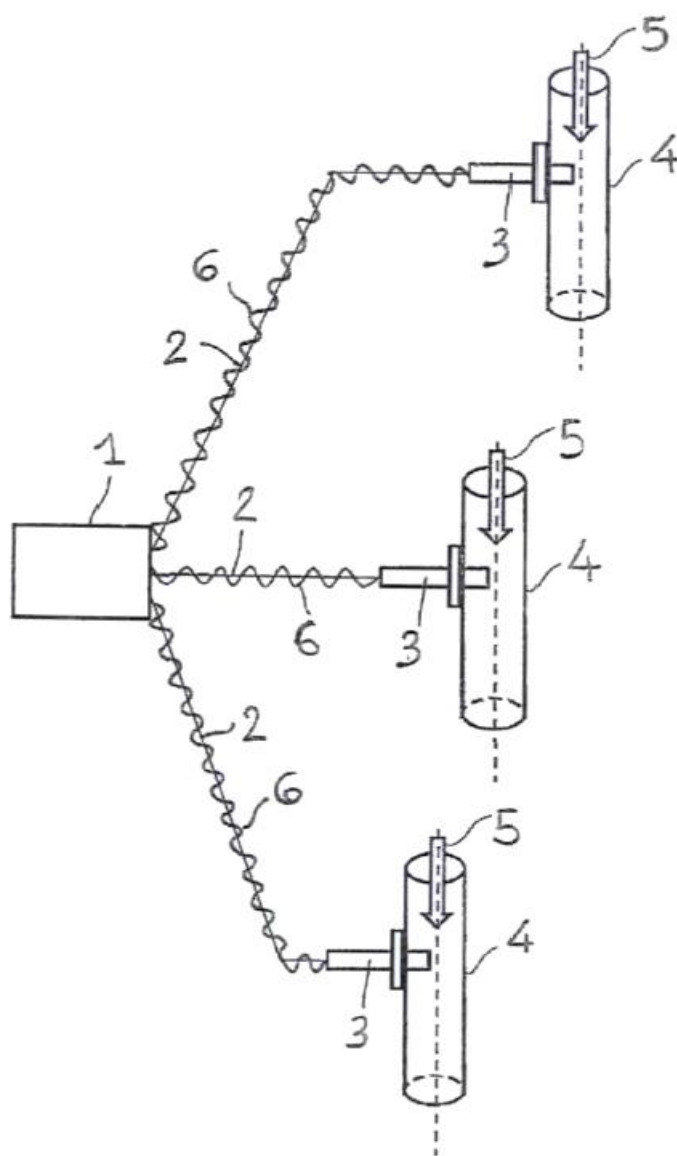
1. Спосіб керування установкою синтезу сечовини, який включає кількісний аналіз принаймні одного технологічного потоку (5) зазначеної установки з використанням раманівської спектроскопії, в якому:

сечовину синтезують з аміаку і двоокису вуглецю за допомогою процесу синтезу сечовини під тиском у діапазоні від 10000 до 30000 кПа і при температурі в діапазоні від 50 до $250\text{ }^\circ\text{C}$,

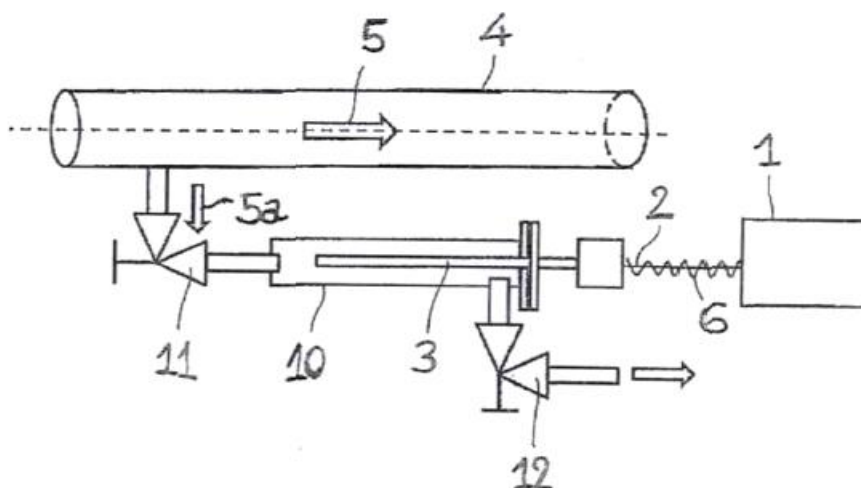
60

зазначений кількісний аналіз являє собою оперативний кількісний аналіз принаймні одного технологічного потоку (5) зазначеного процесу синтезу сечовини, використання раманівської спектроскопії для зазначеного оперативного кількісного аналізу включає наступне:

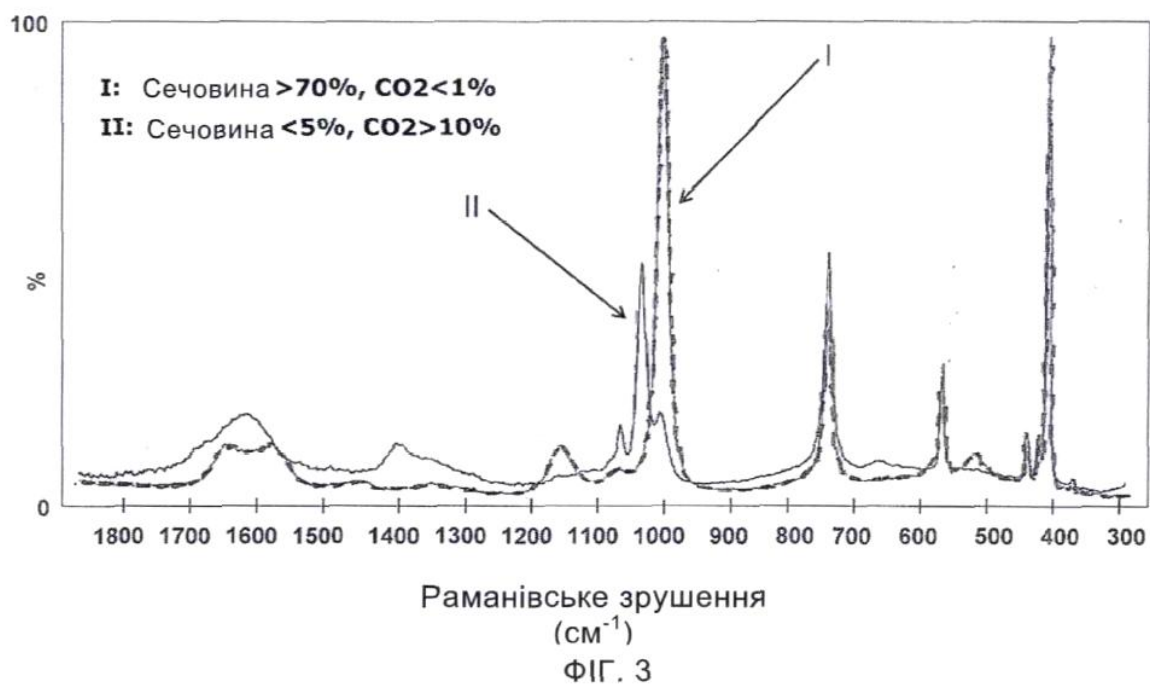
- 5 концентрацію сечовини в технологічному потоці (5) визначають за допомогою раманівської спектроскопії і шляхом реєстрації спектральної смуги, відповідної до збудження карбонілдіамідного зв'язку;
- концентрацію в технологічному потоці (5) двоокису вуглецю визначають шляхом визначення концентрації вуглецевмісних молекул, відмінних від сечовини і утримуючих карбоксильну групу,
- 10 за допомогою раманівської спектроскопії, відповідної до збудження атомних зв'язків у карбоксильній групі, і шляхом використання концентрації вуглецевмісних молекул, відмінних від сечовини, як еквівалентної концентрації двоокису вуглецю, причому:
- збудження карбонілдіамідного зв'язку молекул сечовини визначають за раманівським зрушенням випромінювання падаючого лазерного променя, який має відповідну довжину хвилі,
- 15 що лежить у частотному діапазоні від 900 до 1050 cm^{-1} ,
- зазначені вуглецевмісні молекули, відмінні від сечовини, визначають за раманівським зрушенням випромінювання падаючого лазерного променя в частотному діапазоні від 1000 до 1150 cm^{-1} ,
- концентрацію аміаку визначають за раманівським зрушенням падаючого лазерного променя в частотному діапазоні від 1350 до 1750 cm^{-1} .
- 20 2. Спосіб за п. 1, в якому раманівську спектроскопію виконують із використанням лазерного променя, сфальцьованого принаймні в одному технологічному потоці.
3. Спосіб за п. 2, в якому лазерний промінь має довжину хвилі, що лежить у видимому або близькому до видимого діапазоні від 300 до 1400 нм і краще від 400 до 1000 нм.
- 25 4. Спосіб за п. 1, в якому падаючий лазерний промінь має довжину хвилі 785 нм.
5. Спосіб за будь-яким із попередніх пунктів, в якому раманівську спектроскопію здійснюють безпосередньо на технологічній магістралі (4), що проводить технологічний потік (5).
6. Спосіб за будь-яким із попередніх пунктів, в якому раманівську спектроскопію виконують на відведеному потоці (5а), взятому із зазначеного технологічного потоку (5).
- 30 7. Спосіб за будь-яким із попередніх пунктів, в якому раманівська спектроскопія включає наступні стадії:
- направлення падаючого випромінювання, краще лазерного променя, до точки фокуса, що перебуває принаймні в одному технологічному потоці (5);
- приймання розсіяного випромінювання;
- 35 аналізування розсіяного випромінювання на раманівському спектроскопі; і
- використання визначеного складу зазначених технологічних потоків (5) як вхідного сигналу логічної керуючої системи установки.
8. Пристрій для здійснення керування роботи установки синтезу сечовини відповідно до способу за будь-яким із пп. 1-7, що містить принаймні датчик (3), виконаний з можливістю фокусування випромінювання в точці фокуса, що контактує з технологічним потоком (5), і повернення розсіяного випромінювання, що включає випромінювання раманівського розсіювання.
- 40 9. Пристрій за п. 8, в якому зазначений датчик (3) з'єднаний безпосередньо з магістраллю (4), що проводить технологічний потік (5), який піддають аналізу.
10. Пристрій за п. 8, в якому зазначений датчик (3) з'єднаний із пробовідбірною камерою (10), з'єднаною з магістраллю (4), що проводить технологічний потік (5), який піддають аналізу.
- 45



ФІГ. 1



ФІГ. 2



ФІГ. 3

Комп'ютерна верстка А. Крижанівський

Міністерство розвитку економіки, торгівлі та сільського господарства України,
вул. М. Грушевського, 12/2, м. Київ, 01008, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601