



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **123548** (13) **C2**

(51) МПК (2021.01)

**B01J 19/00**

**C07C 273/04** (2006.01)

**C07C 273/16** (2006.01)

**B01B 1/00**

НАЦІОНАЛЬНИЙ ОРГАН  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
ДЕРЖАВНЕ ПІДПРИЄМСТВО  
"УКРАЇНСЬКИЙ ІНСТИТУТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ"

## (12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

<b>(21)</b> Номер заявки:	<b>а 2018 10733</b>	<b>(72)</b> Винахідник(и):	<b>Мостерт Елко (NL)</b>
<b>(22)</b> Дата подання заявки:	<b>28.04.2017</b>	<b>(73)</b> Володілець (володільці):	<b>СТАМІКАРБОН Б.В.</b> , Mercator 3, 6135 KW Sittard, The Netherlands (NL)
<b>(24)</b> Дата, з якої є чинними права інтелектуальної власності:	<b>22.04.2021</b>	<b>(74)</b> Представник:	<b>Олішевич Людмила Анатоліївна</b> , реєстр. №194
<b>(31)</b> Номер попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	<b>16168115.0</b>	<b>(56)</b> Перелік документів, взятих до уваги експертизою:	GB 959358 A, 03.06.1964 US 3223145 A, 14.12.1965 US 3903158 A, 02.09.1975
<b>(32)</b> Дата подання попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	<b>03.05.2016</b>		
<b>(33)</b> Код держави-учасниці Паризької конвенції, до якої подано попередню заявку:	<b>EP</b>		
<b>(41)</b> Публікація відомостей про заявку:	<b>10.01.2019, Бюл.№ 1</b>		
<b>(46)</b> Публікація відомостей про державну реєстрацію:	<b>21.04.2021, Бюл.№ 16</b>		
<b>(86)</b> Номер та дата подання міжнародної заявки, поданої відповідно до Договору РСТ	<b>PCT/NL2017/050271,</b> <b>28.04.2017</b>		

## (54) ВИРОБНИЦТВО КАРБАМІДУ З КОНТРОЛЬОВАНИМ БІУРЕТОМ

### (57) Реферат:

Винахід належить до виробництва карбаміду, зокрема до контролювання кількості біурету, виробленого як побічний продукт. Контролювання біурету досягається за рахунок зменшення або запобігання утворенню біурету в секції концентрації, зокрема в одному або більше концентраторах або випарниках. Спосіб включає контролювання часу знаходження водного потоку карбаміду, обробленого в такій секції концентрації, незалежно від об'ємного переміщення за проміжок часу вказаного потоку в указану секцію концентрації. Час знаходження можна контролювати, наприклад, шляхом забезпечення секції концентрації регульованим об'ємом або шляхом додавання газу до оброблюваного потоку карбаміду. Також може бути застосована комбінація таких заходів.

UA 123548 C2

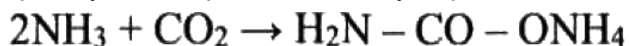


Галузь техніки, до якої належить винахід

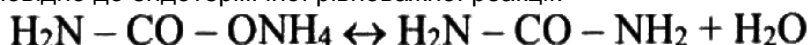
Винахід відноситься до галузі виробництва карбаміду та належить до контролювання кількості біурета, виробленого в якості побічного продукту. Винахід, зокрема, належить до контролювання кількості біурета на устаткуванні для виробництва карбаміду, яке працює за зменшеної потужності. Винахід стосується способу, а також устаткування і модернізації вже існуючого устаткування.

Рівень техніки

Карбамід зазвичай виготовляється з аміаку та діоксиду вуглецю. Його можна отримати шляхом введення надлишку аміаку разом з діоксидом вуглецю під тиском від 12 до 40 МПа і 15 за температури від 150 °C до 250 °C у зону синтезу карбаміду. Отримане утворення карбаміду може бути найкращим чином представлено у вигляді двох послідовних етапів реакції, причому на першому етапі карбонат амонію утворюють відповідно до екзотермічної реакції:



після чого утворений карбонат амонію дегідратують на другому етапі з отриманням карбаміду відповідно до ендотермічної рівноважної реакції:



Ступінь, в якій ці реакції відбуваються, залежить, крім іншого, від температури та використаного надлишку аміаку. Продукт реакції, отриманий у розчині для синтезу карбаміду, по суті складається з карбаміду, води, незв'язаного аміаку та карбамату амонію. Карбамат амонію й аміак видаляють з розчину та зазвичай повертають у зону синтезу карбаміду.

На додаток до вищезгаданого розчину в зоні синтезу карбаміду утворюється газова суміш, яка складається з неперетвореного аміаку та діоксиду вуглецю разом з інертними газами, так званий відхідний газ реактора. Секція синтезу карбаміду може містити окремі зони для утворення карбамату амонію і карбаміду. Ці зони також можуть бути об'єднані в одну пристрої. Існують різні способи виробництва карбаміду. Ці способи і за аналогією устаткування, в якому ці способи забезпечують, по суті включають наступні етапи: синтез, регенерацію вихідних матеріалів, які не прореагували, послідовну переробку та завершальну обробку. Таким чином, застосовують секції синтезу й регенерації, які пов'язані один з одним, щоб сформувати контур синтезу, в результаті чого вихідні матеріали (аміак і діоксид вуглецю, особливо в формі карбамату амонію) регенерують і повертають на етап синтезу. Вихід контуру синтезу по суті являє собою очищений водний потік карбаміду, що має концентрацію 50 мас. % карбаміду або вище, по суті до 75-80 мас. % до того, як указаний потік піддають етапу (-ам) остаточної концентрації.

Послідовна переробка по суті відноситься до однієї або декількох секцій, зон або установок, в яких вищезгаданий водний потік карбаміду додатково концентрується. Таку додаткову концентрацію зазвичай виконують шляхом випарювання, а секцію концентрування часто називають секцією випарювання.

Одна з проблем у виробництві карбаміду пов'язана з контролем кількості біурету, що утворюється в якості побічного продукту, і по суті с присутнім у продуктах карбаміду у вигляді невеликих частинок або гранул. Біурет є димером карбаміду і утворюється за виділення аміаку. Кількість біурета є показником якості карбаміду, який може бути проданий. Як правило, у всьому світі стандартна специфікація для біурету в продуктах карбаміду становить менш ніж 1 мас. %. Наприклад, для добрива кількість біурету по суті становить менше 0,9 мас. %. Для інших застосувань, таких як використання водного розчину карбаміду в установці для відновлення NOx у дизельних вихлопних газах (зокрема відомого як рідина для очищення вихлопу дизельних двигунів, доступна в продажу під торговою маркою AdBlue®), вміст біурету має бути ще нижчим.

В устаткуванні для виробництва карбаміду, що працює на основі старої одно етапної технології, утворення біурету не складає значних труднощів. Однак сучасне устаткування, таке як устаткування для відгону карбаміду, як правило призводить до утворення більшої кількості біурету. Залишається необхідність у кращому контролюванні виробництва біурету.

Ще одна проблема полягає в тому, що складніше виробляти карбамід відповідно до необхідних специфікацій біурету, якщо устаткування, на якому виготовляється карбамід, не працює на повну потужність. По суті рівні біурету гарантуються для устаткування, яке працює на повну потужність. На практиці це означає, що виробники, які працюють на своєму устаткуванні за зменшеної потужності, ризикують, що вироблені продукти не відповідають специфікаціям для всіх кінцевих цілей. Було б бажано забезпечити спосіб отримання карбаміду й устаткування, придатне для такого способу, що дозволяє контролювати утворення біурету також в тому випадку, якщо устаткування, на якому отримують карбамід, працює за зменшеної потужності.

У документі GB959.358 розкрито спосіб отримання невеликих частинок карбаміду з низьким вмістом біурету, відповідно до якого карбамід, що містить дегазований потік, що виходить із реактора, пропускають із зоїш первинного очищення в другу зону очищення, в якій потік, що виходить з реактора, нагрівають за певних умов температури й тиску. Висококонцентрований розплав карбаміду, що містить біурет, відводиться з другої зони очищення. Вважається, що концентрація біурету в карбаміді, виведеному з цієї другої зони очищення, залежить від досягнутого ступеня концентрації карбаміду. Концентрацію біурету додатково знижують шляхом контактування розплаву карбаміду з газом, що містить аміак, за температури вище точки плавлення чистого карбаміду протягом періоду часу, достатнього для досягнення рівноваги між аміаком, що реагує, і біуретом, і карбамідом.

У документі US3.223.145 розкрито спосіб отримання невеликих частинок карбаміду, які в той же час є механічно міцними й щільними й мають низьку тенденцію до вбирання води шляхом контролювання загального часу й температури нагріву карбаміду. Для подачі використовують розплавлений карбамід з низьким вмістом води й надмірним вмістом біурету. Біурет, що міститься в розплавленому карбаміді, видаляють шляхом проведення дегідратації розплавленого карбаміду якомога швидше за максимально низької температури або, іншими словами, шляхом мінімізації часу, протягом якого, і температури, до якої нагрівається дегідратований розплавлений карбамід.

Суть винаходу

З метою кращого вирішення однієї або більше з вищевказаних вимог у винаході в одному аспекті пропонується спосіб отримання карбаміду, який включає етапи, на яких

a. аміак і діоксид вуглецю піддають умовам утворення карбаміду в секції синтезу карбаміду, отримуючи таким чином водний потік карбаміду;

b. подають водний потік карбаміду в секцію регенерації;

c. у секції регенерації водного потоку карбамід піддають регенерації аміаку й діоксиду вуглецю, що не прореагували, із вказаного водного потоку карбаміду, в результаті чого отримують регенований аміак і діоксид вуглецю, і очищений водний потік карбаміду;

d. рециркулюють вказані регеновані аміак й діоксид вуглецю в секцію синтезу;

e. подають очищений водний потік карбаміду в секцію концентрації;

f. у секції концентрації піддають очищений водний потік карбаміду видаленню води, у результаті чого утворюється потік концентрованого карбаміду;

причому час знаходження очищеного водного потоку карбаміду в секції концентрації контролюють незалежно від об'ємного переміщення за проміжок часу очищеного водного потоку карбаміду в секцію концентрації.

В іншому аспекті винахід являє собою устаткування для отримання карбаміду, причому вказане устаткування містить секцію синтезу карбаміду, що має впускний отвір для аміаку і діоксиду вуглецю й випускний отвір для водного розчину карбаміду, причому вказаний випускний отвір знаходиться в рідинному зв'язку з секцією регенерації, що має впускний отвір для водного розчину карбаміду, випускний отвір для регенерації аміаку й діоксиду вуглецю, і випускний отвір для очищеного водного потоку карбаміду, причому вказаний випускний отвір для регенерації аміаку й діоксиду вуглецю знаходиться в рідинному зв'язку із впускним отвором секції синтезу, секції регенерації, причому вказаний випускний отвір для очищеного водного потоку карбаміду знаходиться в рідинному зв'язку із впускним отвором секції концентрації; причому вказана секція концентрації має випускний отвір для пари або парового конденсату й випускний отвір для потоку концентрованого карбаміду, де устаткування налаштоване таким чином, щоб забезпечити можливість контролювання часу знаходження очищеного водного потоку карбаміду в секції концентрації незалежно від об'ємного переміщення за проміжок часу очищеного водного потоку карбаміду в секцію концентрації.

У ще одному аспекті винахід являє собою спосіб модернізації вже існуючого устаткування для отримання карбаміду, причому вказане устаткування містить секцію синтезу карбаміду, що має впускний отвір для аміаку й діоксиду вуглецю, і випускний отвір для водного розчину карбаміду, причому вказаний випускний отвір знаходиться в рідинному зв'язку з секцією регенерації, що має впускний отвір для водного розчину карбаміду, випускний отвір для регенерації аміаку й діоксиду вуглецю й випускний отвір для очищеного водного потоку карбаміду, причому вказаний випускний отвір для регенерації аміаку й діоксиду вуглецю знаходиться в рідинному зв'язку із впускним отвором секції синтезу, секції регенерації, причому вказаний випускний отвір для очищеного водного потоку карбаміду знаходиться в рідинному зв'язку із впускним отвором секції концентрації; причому вказана секція концентрації має випускний отвір для пари або парового конденсату й випускний отвір для потоку концентрованого карбаміду, причому спосіб модернізації, що включає налаштування

устаткування таким чином, щоб забезпечити можливість контролювання часу знаходження очищеного водного потоку карбаміду в секції концентрації незалежно від об'ємного переміщення за проміжок часу очищеного водного потоку карбаміду в секцію концентрації.

#### Опис креслень

- 5 На фігурі зображений графік, узятий з цього винаходу, на якому представлене утворення біурету в секціях звичайного устаткування для відгону карбаміду при звичайному використанні. Секції вказані на осі X зі стороною впуску зліва й стороною випуску справа. Секція "ректифікації" по суті є частиною секції регенерації. Секція "V302" є резервуаром для зберігання карбаміду. Сукупні відсотки утворення біурету вказуються по осі X у відсотках біурету від сукупного об'єму карбаміду й біурету. На графіку показано, що на додаток до загальноприйнятої думки біурет в основному утворюється в стріпері, та значна кількість біурету утворюється в секції випарювання (тобто концентрації).

#### Детальний опис винаходу

- 15 Винахід загалом ґрунтується на розумінні того, що значної кількості утворення біурету можна уникнути, розділивши кількість припливу карбаміду в секцію концентрації і час знаходження карбаміду в зазначеній секції концентрації. До цього часу контроль за утворенням біурету фокусувався на подіях у секції синтезу карбаміду. Це узгоджується із загальним переконанням, що велика частина біурету утворюється в стріпері. Винахідники тепер вважають, не бажаючи обмежувати себе теорією, що значна частина біурету утворюється в результаті нерівномірного розподілу часу знаходження карбаміду в секції концентрації, що призводить до відповідних змін часу знаходження. Цей ефект особливо проявляється в разі 25 зміни виробничих потужностей устаткування.

- Згідно з винаходом вищевказане розуміння використовується для контролювання часу знаходження карбаміду в секції концентрації незалежно від об'ємного переміщення за проміжок часу такого карбаміду в секцію концентрації. Об'ємне переміщення потоку за проміжок часу може бути вказане, наприклад, у  $\text{м}^3/\text{с}$  або в  $\text{м}^3/\text{год}$ .

- У звичайних способах отримання карбаміду секція концентрації буде просто отримувати потік карбаміду, тобто вищезгаданий очищений водний потік карбаміду, кількість якого визначається операційними варіантами у вищому процесі. Час знаходження карбаміду в секції концентрації буде залежати від об'ємного переміщення потоку карбаміду за проміжок часу в 30 указану секцію концентрації. Звичайні концентратори не мають положення, яке б дозволяло незалежно контролювати час знаходження в них потоку карбаміду. Простіше кажучи чим вищий указаний потік, тим коротший час знаходження в секції концентрації.

- 35 Це можна проілюструвати, зокрема, з посиланням на звичайний варіант втілення концентратора, який містить одну або більше вертикальних труб, з яких відбувається випаровування води. У такій системі рідина надходить у трубу випарника знизу, і через вхід тепла (наприклад, пари) в якийсь момент починається випаровування рідини, і утворюються бульбашки пари. У результаті потоку рідини в трубку рівень рідини буде зростати зі збільшенням утворення бульбашок пари. У кінцевому рахунку потік пари стане досить високим 40 для того, щоб отриманий потік пари й рідини видувався з трубки за по суп високої швидкості в зв'язку зі збільшенням об'єму пари, у результаті цього процесу більш тривалим час знаходження є там, де потік рідини надходить, наприклад, на дно трубки. За зменшеного об'ємного переміщення потоку (що може бути пов'язано зі зменшенням навантаженням на устаткування) час знаходження збільшується, так як потрібно, щоб рідина досягла стану, в 45 якому вона буде видуватися з трубки з парою, як визначено вище.

- У винаході використовується визнання важливості часу знаходження в концентраторі устаткування для виробництва карбаміду. У варіантах втілення, в яких устаткування с новим, що також називається устаткуванням "з нуля", це реалізується шляхом налаштування секції концентрації таким чином, щоб дозволити контролювати час знаходження рідини (тобто 50 очищеного водного потоку карбаміду) незалежно від об'ємного переміщення за проміжок часу потоку вказаної рідини в секцію концентрації. У варіантах втілення, в яких устаткування є раніше існуючим устаткуванням для виробництва карбаміду, винахід може бути використано для, відповідно, адаптації секції концентрації (яка зазвичай присутня в устаткуванні для виробництва карбаміду).

- 55 Слід зазначити, що секція концентрації в устаткуванні для виробництва карбаміду може містити множину концентраторів. Таким чином, як правило, у послідовності з двох або більше концентраторів водний розчин карбаміду доводиться до більш високих концентрацій і, отже, до більш високих температур. Указана послідовність концентраторів, якщо їх розміщувати послідовно, буде мати на стороні впуску перший концентратор і на стороні випуску - другий, і, 60 не обов'язково, додаткові концентратори. У варіанті втілення, що викликає інтерес, стан

відповідно до винаходу, який контролює час знаходження в секції концентрації, застосовується до одного або більше із другого або додаткових концентраторів. Таким чином, можна припустити, що вказаний етап не застосовується до першого концентратора й/або, у разі більш ніж трьох концентраторів, до жодного з першого, другого й додаткових концентраторів. Зокрема, варіантом втілення, що викликає інтерес, у разі двох або більше додаткових концентраторів, є застосування етапу контролювання часу знаходження тільки для тих концентраторів, в яких потік водного карбаміду піддають температурі вище 125 °С, наприклад, вище 130 °С.

Згідно з винаходом у всіх варіантах втілення результуюче устаткування буде мати положення, що дозволяє контролювати час знаходження в секції концентрації незалежно від потоку рідини в зазначену секцію. Коли в процесі експлуатації устаткування відповідно до винаходу буде отримувати карбамід у спосіб, який включає в себе етап, відповідний використанню вищезгаданого положення.

Вищезазначене положення буде додатково роз'яснене з посиланням на загальне налаштування устаткування для виробництва карбаміду. Таке устаткування буде містити принаймні такі секції: секцію синтезу карбаміду, секцію регенерації і секцію концентрації. Як правило, устаткування для виробництва карбаміду також буде містити завершальну секцію нижче секції концентрації, в якій розплав карбаміду, отриманий з секції концентрації, перетворюють на кінцевий твердий продукт, такий як невеликі частинки або гранули. Вищезазначені секції перебувають в такому рідинному зв'язку, що є відомим в цій галузі, який, як правило, передбачає контур синтезу карбаміду, до якого повертають регенований аміак і діоксид вуглецю (включаючи карбонат амонію).

Секція синтезу карбаміду містить один або кілька впускних отворів для подачі реагентів, а саме, аміаку й діоксиду вуглецю. З огляду на необхідність умов утворення карбаміду секція синтезу по суті буде працювати під високим тиском (зазвичай 12-40 МПа) і зазвичай називається секцією високого тиску (HP). Секція синтезу зазвичай містить реактор, і в реакторі можуть бути запропоновані впускні отвори. В устаткуванні для виробництва карбаміду секція синтезу також містить інше обладнання високого тиску (HP), таке як стрипер і конденсатор. Стрипер може бути термічним стрипером (який працює тільки на основі тепла), але частіше використовується стрипер, що працює на основі відпарного газу (аміаку або частіше діоксиду вуглецю). Впускні отвори для подачі реагентів у секцію синтезу також можуть бути включені в таке інше устаткування. Наприклад, часто використовують спосіб відгону діоксиду вуглецю, в якому зазвичай подача діоксиду вуглецю застосовується в якості відпарного газу й надходить у секцію синтезу через впускний отвір у стрипері.

Секція синтезу має впускний отвір (тобто впускний отвір для рідини) для водного розчину карбаміду (тобто розчину для синтезу карбаміду, отриманий у результаті нараження аміаку і діоксиду вуглецю на умови утворення карбаміду), який знаходиться в рідинному зв'язку принаймні з однією секцією регенерації (що іноді також звється секцією рециркуляції). Зазвичай вона містить одну або більше секцій, які працюють під тиском нижче 7 МПа. Це може бути секція низького тиску (LP), секція помірного тиску (MP) або і те, і інше. LP зазвичай становить від 0,1 до 1 МПа, MP зазвичай становить від 1 до 7 МПа, більш типово 1-5 МПа.

Для повноти згадується, що секція синтезу також буде містити, наприклад, в реакторі впускний отвір для газоподібного аміаку й діоксиду вуглецю, що не прореагували, які по суті будуть повернені в секцію синтезу. Крім того, у разі способу відгону, як зазначено вище, стрипер матиме впускний отвір для газоподібного аміаку й/або діоксиду вуглецю, які не прореагували, і у разі необхідності також для використаного відпарного газу).

Принаймні одна секція регенерації має впускний отвір для вищезгаданого водного розчину карбаміду, отриманого в результаті синтезу. В секції регенерації аміак і діоксин вуглецю, які не прореагували, регенерують і повертають назад в секцію синтезу. Отже, секція регенерації містить впускний отвір для рециркуляції аміаку й діоксиду вуглецю, який знаходиться в рідинному зв'язку з впускним отвором секції синтезу. Рециркуляція часто приймає форму потоку низького тиску (LP) карбамату амонію, який доводиться до тиску синтезу перед входом у секцію синтезу. Секція регенерації містить впускний отвір для водного розчину карбаміду, який очищають у результаті вилучення карбамату амонію в секції регенерації. Указаний впускний отвір знаходиться в рідинному зв'язку з розташованими нижче по потоку секціями, таким чином (прямо чи опосередковано) із впускним отвором секції концентрації. Секція концентрації служить для збільшення концентрації карбаміду шляхом видалення води. Це по суті відбувається шляхом випаровування, а секція концентрації має впускний отвір для води, тобто зазвичай або впускний отвір для пари, або впускний отвір для конденсату пари. Секція концентрації також містить впускний отвір для потоку концентрованого карбаміду, який є результатом видалення води в секції концентрації. Потік концентрованого карбаміду часто

називають розплавом карбаміду, який є придатним для перетворення в завершальній секції на твердий 25 продукт карбаміду. Зазвичай розплав карбаміду має концентрацію карбаміду більше 90 мас. %, переважно більш ніж 95 мас. %, таку як понад 97 мас. %.

5 Згідно з винаходом положення, що дозволяє незалежно контролювати час знаходження водного карбаміду в секції концентрації, може бути додатковою установкою. Така установка може розташовуватися вище по потоку від секції концентрації і нижче по потоку від секції регенерації. У цьому варіанті втілення така установка служить для збору попередньо визначеної кількості карбаміду до того, як це буде зроблено до входу в секцію концентрації. У результаті флуктуації потоку або карбаміду з верхніх секцій (наприклад, у разі, якщо 10 устаткування експлуатується за зменшеної потужності) можуть бути усунені. Хоча це може привести до порційного переміщення карбаміду в секцію концентрації, робота останньої секції може здійснюватися на нормальній швидкості.

У переважному варіанті втілення безперервний потік карбаміду зберігається, дозволяючи газу надходити в секцію концентрації з очищеним водним потоком карбаміду. Це призводить до 15 додавання газу в указаний потік. Відповідним положенням до устаткування є наявність впускного отвору для газу в секцію концентрації переважно на тому ж кінці або стороні, що й впускного отвору для рідини в секцію концентрації, для очищеного водного карбамідного розчину. Потік газу може бути доданий додатково по потоку в секції концентрації. Зокрема, у 20 разі, коли секція концентрації складається з множини концентраторів, впускний отвір для газу може знаходитися вище по потоку від одного з концентраторів, або впускний отвір для газу може знаходитися на одному з концентраторів. У переважному варіанті втілення газ додають безпосередньо перед останнім концентратором або в нього. В альтернативному варіанті втілення впускний отвір для газу знаходиться вище по потоку від секції концентрації у будь-який трубопровід або установку, через який в процесі роботи очищений потік карбаміду 25 пропускається між секцією регенерації й секцією концентрації.

Доданий газ може бути будь-яким видом газу, наприклад, інертним газом, таким як повітря або азот. Газ служить для заповнення об'єму секції концентрації до бажаного рівня. Газ займає частину об'єму концентратора, тим самим ефективно зменшуючи об'єм, що займає очищений водний потік карбаміду. Це служить для зменшення часу знаходження водного потоку карбаміду 30 в секції концентрації. Переважно газ є лише частково розчинним у водному потоці карбаміду. Таким чином, загальна кількість доданого газу є більшою, ніж розчинна кількість. Більш переважно газ по суті не розчиняється у водному потоці карбаміду. Чим нижче розчинність газу в водному потоці карбаміду, тим ефективнішим буде зменшення часу знаходження водного розчину карбаміду в секції концентрації.

35 Відповідно, об'єм потоку газу в вищезгаданий впускний отвір для газу є регульованим. Зрозуміло, що це може бути просто забезпечено з'єднанням газового потоку з відповідним джерелом газу, обладнанням регулятором об'єму, таким як датчик.

Вищевказаний потік газу можна, наприклад, застосовувати в наступний спосіб. По суті, якщо устаткування для виробництва карбаміду (маючи секції, зазначені в цьому описі) працює на 40 повну потужність, певний максимальний рівень біурету в кінцевому продукті буде гарантовано. У разі, якщо устаткування експлуатується за зниженої потужності, об'ємне переміщення на одиницю часу потоку розчину очищеного карбаміду в секцію концентрації буде зменшуватися. Спеціаліст у цій галузі, знаючи розміри й експлуатаційні параметри устаткування, зможе легко визначити об'єм газу, який повинен бути доданий у розчин очищеного карбаміду, щоб 45 компенсувати зменшене об'ємне переміщення потоку. Також можливо, незалежно від того, чи працює установка за зниженої потужності, просто скоротити час знаходження розчину очищеної о карбаміду в секції концентрації шляхом додавання газу до вказаного розчину.

В зокрема переважному варіанті втілення винаходу доданий газ не є інертним, але містить аміак. Це відображає парадоксальну міру, оскільки устаткування для виробництва карбаміду 50 зазвичай призначене для вилучення аміаку з продукту карбаміду і, зокрема, для запобігання потрапляння аміаку в повітря. Однак цікаво, що сучасне устаткування для виробництва карбаміду містить один або більше кислотних скрубєрів, розташованих після завершальної секції обробки карбаміду, які служать для нейтралізації аміаку до того, як газові потоки, які містять такий аміак, будуть випущені в повітря. Винахідники зрозуміли, що присутність таких 55 скрубєрів або будь-яких інших доступних заходів, які застосовуються в устаткуванні для виробництва карбаміду з метою зменшення викидів аміаку, по суті дозволяє навіть додавати аміак у потік карбаміду, виробленому на устаткуванні. Шляхом додавання аміаку в секцію концентрації утворення біурету буде додатково зменшено. Це пов'язано з тим, що утворення біурету з карбаміду, в якому утворюється аміак, є хімічною рівновагою. Шляхом додавання 60 аміаку рівновагу буде зміщено в бік вихідного матеріалу (а саме карбаміду), і, відповідно, менше

карбаміду буде перетворено на біурет. Переважно газ складається по суті з аміаку й більш переважно газ є аміаком.

В іншому варіанті втілення винаходу час знаходження карбаміду в секції концентрації контролюється механічною зміною ефективного об'єму секції концентрації. Це може бути досягнуто, наприклад, шляхом забезпечення секції випарювання рухомим дном, рухомою стінкою або ними обома, що дозволяє розширити або зменшити об'єм у залежності від напрямку руху. Наприклад, у разі випарника з вертикальними трубами може бути передбачена нижня пластина, яка може переміщатися вгору або вниз, наприклад, за допомогою виступів, що проходять у відповідні вертикальні направляючі, передбачені в стінці труби. В альтернативному варіанті втілення секція концентрації забезпечена в своєму внутрішньому об'ємі надувним пристроєм, таким як гумовий балон або сильфон, який може бути розширений таким чином, щоб ефективно зменшити внутрішній об'єм секції концентрації, що залишився.

Треба розуміти, що будь-які з перерахованих вище варіантів втілення, а також альтернативних варіантів втілення, можуть бути об'єднані. У цьому випадку забезпечення устаткування, що дозволяє незалежно контролювати час знаходження очищеного розчину карбаміду в секції концентрації, містить комбінацію технічних заходів.

Винахід у всіх його варіантах втілення може бути реалізований на будь-якому типі устаткування для виробництва карбаміду. Таке устаткування відомо фахівцям у цій галузі. Посилання робиться на енциклопедію Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 2010, A27, сторінки 333-350 про карбамід.

Переважно винахід належить до способу отримання карбаміду відповідно до способу відгону, який забезпечується на устаткуванні для відгону карбаміду.

В устаткуванні для відгону карбаміду розпад карбаміду амонію, який не було перетворено на карбамід, і витіснення звичайного надлишку аміаку в значній мірі відбуваються під тиском, який по суті майже дорівнює тиску в реакторі синтезу. Цей розпад і витіснення відбуваються в одному або більше стріперах, встановлених після реактора, можливо, за допомогою відпарного газу, такого як, наприклад, діоксид вуглецю й/або аміак, і з додаванням тепла. Також можливе застосування термічного відгону. Термічний відгон означає, що застосування проводиться виключно з джерела подачі тепла для розпаду карбамату амонію й видалення аміаку й діоксиду вуглецю, присутніх у розчині карбаміду. Газовий потік, що виходить зі стріпера, містить аміак і діоксид вуглецю, які конденсуються в конденсаторі високого тиску, а потім повертаються в зону синтезу карбаміду.

В устаткуванні для відгону карбаміду зона синтезу працює за температури 160-240 °C і переважно за температури 170-220 °C. Тиск у реакторі синтезу становить 12-21 МПа, переважно 12,5-20 МПа, більш переважно 13-16 МПа. У цій галузі такі діапазони по суті представляють собою "високий тиск" (як це також використовується в зв'язку зі звичайним "конденсатором карбамату високого тиску"). Валове молярне співвідношення аміаку й діоксиду вуглецю (валове співвідношення N/C) у зоні синтезу карбаміду устаткування для відгону карбаміду зазвичай знаходиться в інтервалі від 2,2 до 5 і переважно від 2,5 до 4,5 моль/моль. Для повноти розуміння слід відзначити, що зона синтезу зазвичай буде працювати як на основі зовнішньої подачі вихідних матеріалів, аміаку й діоксиду вуглецю, так і на регенованих вихідних матеріалах, які по суті містять регенований аміак і діоксид вуглецю у вільній формі, а також у формі карбамату амонію й/або біурету. Валове співвідношення N/C, яке є терміном, що має звичайне значення в цій галузі, відноситься до гіпотетичної суміші, в якій усі вихідні матеріали перетворюються на вільний аміак і діоксид вуглецю.

Зона синтезу може містити один реактор або множину реакторів, розташованих паралельно або послідовно. На додаток до одного або більше реакторів секція синтезу містить стріпер, конденсатор і скруббер, причому всі працюють за по суті однакового тиску, Зона синтезу по суті називається секцією високого тиску (HP).

У секції синтезу карбамідний розчин, що виходить із карбамідного реактора, подається в стріпер, в якому велика кількість неперетвореного аміаку й діоксиду вуглецю відділяється від водного карбамідного розчину. Такий стріпер може являти собою кожухотрубчастий теплообмінник, в якому карбамідний розчин подають у верхню частину з боку трубок, а діоксид вуглецю, призначений для застосування в синтезі, уводять у нижню частину стріпера. На стороні оболонки додається пара високого тиску (HP) для нагріву розчину через непрямий теплообмін. Карбамідний розчин виходить із теплообмінника в нижній частині, тоді як парова фаза залишає стріпер у верхній частині. Пара, що виходить із указанного стріпера, містить аміак, діоксид вуглецю й невелику кількість води. Указана пара конденсується в теплообміннику з падаючою плівкою або в конденсаторі зануреного типу, який може бути горизонтального або



вертикального типу. Занурений теплообмінник горизонтального типу описано у вищезгаданій енциклопедії Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Vol. A27, 1996, сторінки 333-350.

Після обробки відгоном тиск відпареного розчину карбаміду зменшується в секції регенерації карбаміду. У секції регенерації неперетворений аміак і діоксид вуглецю в карбамідному розчині відокремлюють від розчину карбаміду й води. Секція регенерації містить зазвичай нагрівач, секцію поділу рідини/газу й конденсатор. Розчин карбаміду, що 15 надходить у секцію регенерації, нагрівають для випарювання летючих компонентів аміаку й діоксиду вуглецю, а також води із цього розчину. Теплоносій, який використовується в нагріванні, зазвичай є паром. Водний розчин карбамату амонію, утворений у конденсаторі карбамату низького тиску в секції регенерації, що працює за більш низького тиску, ніж тиск у секції синтезу, переважно повертається в секцію синтезу карбаміду, що працює під тиском синтезу. Секція регенерації по суті є єдиною секцією або може бути множиною секцій регенерації, розташованих паралельно або послідовно. Секція регенерації містить нагрівач, рідинний/газовий сепаратор і конденсатор. Тиск у цій секції регенерації по суті становить від 200 до 600 кПа. Ця секція по суті згадується як секція регенерації низького тиску (LP) (або секція рециркуляції, терміни "секція регенерації" і "секція рециркуляції" в цьому описі використовуються як взаємозамінні). У нагріванні секції регенерації основну частину аміаку й діоксиду вуглецю відділяють від карбаміду й водної фази шляхом нагрівання карбамідного розчину. Зазвичай у ролі теплоносія застосовують пару низького тиску (LP). Карбамід і водна фаза містять невелику кількість розчиненого аміаку й діоксиду вуглецю, які залишають секцію регенерації й направляються в секцію послідовної переробки карбаміду, де розчин карбаміду концентрують шляхом випарювання води з указанного розчину. Ця секція, тобто секція концентрації, часто згадується як секція випарювання, і вона зазвичай складається з одного або двох випарників, пара яких конденсується нижче по потоку й повертається назад у процес.

У деяких варіантах втілення на додаток до секції синтезу високого тиску (HP) і секції регенерації низького тиску (LP) присутня секція обробки помірного тиску (MP). Наприклад, у документі WO 02/090323 розкрито спосіб і устаткування для відгону діоксиду вуглецю, де секція обробки помірного тиску (MP) присутня паралельно із секцією відгону високого тиску (HP). Аналогічний опис можна знайти в документі EP 2 086928.

Існують також способи, за яких секція обробки помірного тиску (MP) присутня послідовно, після секції синтезу карбаміду. У цьому відношенні можна зробити посилання на, наприклад, документ GB 1 542 371 та інші описи способів Snamprogetti Ammonia і Self-Stripping.

У цілому, винахід забезпечує новий спосіб контролювання утворення біурету у виробництві карбаміду. Це досягається за рахунок зменшення або запобігання утворенню біурету в секції концентрації, зокрема в одному або більше концентраторах або випарниках. Спосіб включає контролювання часу знаходження водного потоку карбаміду, обробленого в такій секції концентрації, незалежно від об'ємного переміщення за проміжок часу вказаного потоку в указану секцію концентрації. Час знаходження можна контролювати, наприклад, шляхом забезпечення секції концентрації регульованим об'ємом або шляхом додавання газу до оброблюваного потоку карбаміду. Також може бути застосована комбінація таких заходів.

У тих випадках, коли в цьому описі обговорюються складові частини устаткування для виробництва карбаміду, включаючи установки, зони й секції такого устаткування, фахівцю в цій галузі буде зрозуміло, як проводити процес виробництва карбаміду. Тобто, також, якщо явно не вказано, фахівцеві буде зрозуміле взаємне розташування цих частин. Наприклад, фахівцеві в цій галузі буде зрозуміле наступне: Устаткування для виробництва карбаміду по суті містить рідинні сполучення і лінії для технологічних потоків (потоки виробництва карбаміду), по суті в тому числі контур рециркуляції. Це служить для синтезу й одержання карбаміду, а також для оптимального використання реагентів шляхом рециркуляції аміаку й діоксиду вуглецю, які не прореагували. Устаткування для виготовлення карбаміду по суті також містить технологічні приєднання та лінії, по суті в тому числі контур пари. Це служить для забезпечення тепла, коли це необхідно в устаткуванні, і для оптимального використання наявної енергії шляхом циркуляції пари, отриманої в одній частині устаткування, в іншу частину, в якій може бути корисним теплообмін за участі такої пари. Таким чином, якщо це явно не вказано, фахівець у галузі виробництва карбаміду, як правило, зможе визначити, що є потоками рідини, і що є газовими потоками, і через які канали, труби або лінії потоку вони транспортуються і/або рециркулюються в устаткуванні.

При згадуванні в цьому описі терміну "рідинне сполучення", він відноситься до будь-якого зв'язку між першою частиною або секцією устаткування і другою частиною або секцією устаткування, через яку течуть рідини, тобто гази, рідини або надкритичні рідини, і більш конкретно рідини можуть текти з першої частини устаткування до другої частини устаткування.

Таке рідинне сполучення як правило забезпечують системами трубок, шлангами або іншими пристроями для транспортування рідин, добре відомими фахівцеві в цій галузі.

При згадуванні в цьому описі терміну "з'єднання газового потоку", він відноситься до будь-якого зв'язку між першою частиною або секцією устаткування і другою частиною або секцією устаткування, через яку може витікати газ або пара, особливо водяна пара, з першої частини устаткування до другої частини устаткування. Такі лінії газового потоку зазвичай містять системи трубопроводів або інші пристрої для транспортування газів, добре відомі фахівцеві в цій галузі, якщо це необхідно, під тиском, що є вищим або нижчим (вакуум) за атмосферний.

## ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

1. Спосіб виробництва карбаміду, який включає етапи, на яких:

a) аміак і діоксид вуглецю піддають умовам утворення карбаміду в секції синтезу карбаміду, отримуючи таким чином водний потік карбаміду;

b) подають водний потік карбаміду в секцію регенерації;

c) у секції регенерації водного потоку карбамід піддають регенерації аміаку й діоксиду вуглецю, що не прореагували, із вказаного водного потоку карбаміду, в результаті чого отримують регенований аміак і діоксид вуглецю, і очищений водний потік карбаміду;

d) рециркулюють вказані регеновані аміак й діоксид вуглецю в секцію синтезу;

e) подають очищений водний потік карбаміду в секцію концентрації;

f) у секції концентрації піддають очищений водний потік карбаміду видаленню води, у результаті чого утворюється потік концентрованого карбаміду;

причому час знаходження очищеного водного потоку карбаміду в секції концентрації контролюють незалежно від об'ємного переміщення за проміжок часу очищеного водного потоку карбаміду в секцію концентрації.

2. Спосіб за п. 1, в якому очищений водний потік карбаміду об'єднують із газом на вході або перед входом в секції концентрації.

3. Спосіб за п. 2, в якому кількість доданого газу є більшою, ніж будь-яка кількість газу, яка розчинна у водному потоці карбаміду, причому газ переважно є по суті нерозчинним у водному потоці карбаміду.

4. Спосіб за п. 3, в якому газ вибраний із групи, що складається з повітря, азоту та їх сумішей.

5. Спосіб за п. 2, в якому газ містить аміак.

6. Спосіб за п. 5, в якому газ складається по суті з аміаку.

7. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому концентрований водний потік карбаміду має концентрацію більше 90 мас. %, переважно більше 95 мас. %.

8. Устаткування для одержання карбаміду, причому вказане устаткування містить секцію синтезу карбаміду, що має впускний отвір для аміаку і діоксиду вуглецю й випускний отвір для водного розчину карбаміду, причому вказаний випускний отвір знаходиться в рідинному зв'язку з секцією регенерації, що має впускний отвір для водного розчину карбаміду, випускний отвір для регенерації аміаку й діоксиду вуглецю і випускний отвір для очищеного водного потоку карбаміду, причому вказаний випускний отвір для регенерації аміаку й діоксиду вуглецю знаходиться в рідинному зв'язку із впускним отвором секції синтезу, секції регенерації, причому вказаний випускний отвір для очищеного водного потоку карбаміду знаходиться в рідинному зв'язку із впускним отвором секції концентрації, причому вказана секція концентрації має випускний отвір для пари або парового конденсату й випускний отвір для потоку концентрованого карбаміду, де секція концентрації містить рухоме дно, рухому стінку та/або забезпечена у своєму внутрішньому об'ємі надувним пристроєм з можливістю механічної зміни ефективного об'єму секції концентрації, щоб забезпечити можливість контролювання часу знаходження очищеного водного потоку карбаміду в секції концентрації незалежно від об'ємного переміщення за проміжок часу очищеного водного потоку карбаміду в секцію концентрації.

9. Устаткування за п. 8, в якому секція концентрації у своєму внутрішньому об'ємі містить надувний пристрій, зокрема балон.

10. Спосіб модернізації вже існуючого устаткування для отримання карбаміду, причому вказане устаткування містить секцію синтезу карбаміду, що має впускний отвір для аміаку й діоксиду вуглецю і випускний отвір для водного розчину карбаміду, причому вказаний випускний отвір знаходиться в рідинному зв'язку з секцією регенерації, що має впускний отвір для водного розчину карбаміду, випускний отвір для регенерації аміаку й діоксиду вуглецю й випускний отвір для очищеного водного потоку карбаміду, причому вказаний випускний отвір для регенерації аміаку й діоксиду вуглецю знаходиться в рідинному зв'язку із впускним отвором секції синтезу,

секції регенерації, причому вказаний випускний отвір для очищеного водного потоку карбаміду знаходиться в рідинному зв'язку із впускним отвором секції концентрації, причому вказана секція концентрації має випускний отвір для пари або парового конденсату й випускний отвір для потоку концентрованого карбаміду, причому спосіб модернізації включає налаштування устаткування таким чином, щоб забезпечити можливість контролювання часу знаходження очищеного водного потоку карбаміду в секції концентрації незалежно від об'ємного переміщення за проміжок часу очищеного водного потоку карбаміду в секцію концентрації.

11. Спосіб за п. 10, в якому устаткування адаптовано таким чином, щоб секція концентрації була виконана з можливістю механічної зміни ефективного об'єму секції концентрації з метою контролювання часу знаходження карбаміду в секції концентрації.

12. Спосіб за п. 11, в якому секція концентрації у своєму внутрішньому об'ємі містить надувний пристрій, зокрема балон.

