(12) **BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)** (11) **1-0022142**
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

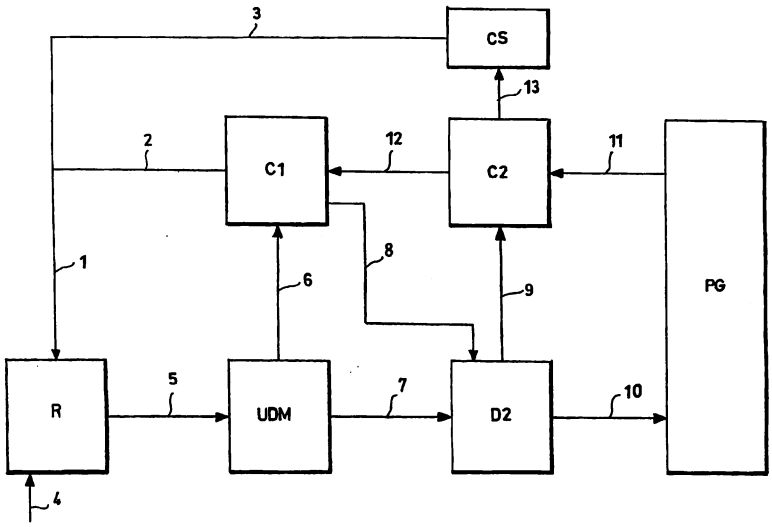
(51)[7] **C01C 1/10**, B01D 61/36, C07C 273/04 (13) **B**

(21) 1-2012-00666 (22) 01.09.2010
(86) PCT/EP2010/005609 01.09.2010 (87) WO2011/029625 17.03.2011
(30) MI2009A 001551 09.09.2009 IT
(45) 25.11.2019 380 (43) 27.08.2012 293
(73) SAIPEM S.P.A. (IT)
Via Martiri di Cefalonia, 67 I-20097 San Donato Milanese (Milan), Italy.
(72) CASARA, Paolo (IT), GIANAZZA, Alessandro (IT)
(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)

(54) PHƯƠNG PHÁP VÀ THIẾT BỊ THU HỒI ĐỒNG THỜI AMONIAC VÀ CACBON ĐIOXIT TỪ DUNG DỊCH CHỨA NƯỚC

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp thu hồi một cách đồng thời amoniac và cacbon đioxit từ dung dịch chứa nước của chúng, có thể là bao gồm các chất ngưng tụ của chúng, trong quy trình tổng hợp ure, khác biệt ở chỗ, nó bao gồm công đoạn chưng cất trên màng vi mô kỵ nước đối với dung dịch chứa nước chứa amoniac, cacbon đioxit và các hợp chất muối hoặc chất ngưng tụ của chúng, quá trình chưng cất đã nêu được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 250°C và áp suất tuyệt đối nằm trong khoảng từ 50KPa đến 20MPa, với việc tạo ra dung dịch chứa nước dư, có thể là bao gồm ure, và dòng thấm khí, chứa amoniac, cacbon đioxit và nước.

Sáng chế còn đề cập đến thiết bị dùng để thực hiện phương pháp trên đây và quy trình sản xuất ure bao gồm phương pháp trên đây.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp và thiết bị thu hồi đồng thời amoniac và cacbon đioxit từ dung dịch chứa nước.

Cụ thể, sáng chế đề cập đến phương pháp và thiết bị thu hồi một cách đồng thời amoniac (NH_3) và cacbon đioxit (CO_2) từ dung dịch chứa nước chứa amoniac, cacbon đioxit và các hợp chất muối hoặc các chất ngưng tụ của amoniac và cacbon đioxit và có thể là ure.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Hiện thấy có nhu cầu cải thiện các phương pháp tách và thu hồi NH_3 và CO_2 sẽ được sử dụng, cụ thể, trong các quy trình tổng hợp ure, xét đến giá trị thương mại cao của NH_3, và đồng thời nhu cầu đối với việc tối ưu hóa chu trình sản xuất mà trong đó NH_3 và CO_2 được sử dụng làm nguyên liệu thô.

Phép tổng hợp ure được thực hiện bằng phản ứng của amoniac và cacbon đioxit ở nhiệt độ và áp suất cao, bước tách ure kế tiếp từ hỗn hợp chứa các sản phẩm không phản ứng và thu hồi nó vào thiết bị phản ứng tổng hợp.

Tất cả các quy trình công nghiệp dùng để điều chế ure là trên cơ sở phép tổng hợp trực tiếp theo phản ứng dưới đây:

$2\ NH_3 + CO_2 \leftrightarrow CO\ (NH_2)_2 + H_2O$ (A)

Quá trình tổng hợp này diễn ra theo hai bước phản ứng khác nhau:

$NH_3 + CO_2 \leftrightarrow (NH_2)COONH_4$ (A')

$(NH_2)COONH_4 \leftrightarrow CO\ (NH_2)_2 + H_2O$ (A")

Ở bước thứ nhất (A') phản ứng cân bằng tỏa nhiệt diễn ra có tốc độ phản ứng cao ở nhiệt độ trong phòng, tuy nhiên cần có áp suất cao để đạt đến mức cân bằng thuận lợi ở nhiệt độ cao do bước (A") đòi hỏi.

Ở bước thứ hai (A"), phản ứng thu nhiệt diễn ra, mà phản ứng này đạt đến tốc độ đáng kể chỉ ở nhiệt độ cao (> 150°C), với trạng thái cân bằng mà, ở 185°C, khởi đầu từ hỗn hợp gồm các chất phản ứng theo tỷ lệ tỷ lượng, dẫn đến sự chuyển hóa CO_2

cao hơn 50% một chút. Có thể làm tăng mức chuyển hóa không như ý này một cách thuận tiện bằng cách tăng tỷ lệ NH_3/CO_2.

Các quy trình sản xuất ure bằng phép tổng hợp trực tiếp bắt đầu từ amoniac và cacbon đioxit đã được minh họa và mô tả rộng rãi trong tài liệu chuyên ngành cụ thể của lĩnh vực này. Một cuộc khảo sát rộng lớn về các quy trình phổ dụng nhất để sản xuất ure có thể được tìm thấy, ví dụ, trong "Encyclopedia of Chemical Technology" do Kirk-Othmer, Wiley Interscience biên tập, ấn bản thứ tư (1998), phần bổ sung, các trang 597-621.

Các quy trình công nghiệp dùng để sản xuất ure thường thực hiện phép tổng hợp trong bình phản ứng được nạp NH_3, CO_2 và dung dịch chứa nước của amoni carbonat và/hoặc carbamat có được từ dòng các chất phản ứng chưa được chuyển hóa được thu hồi, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 150 đến 215°C, ở mức áp suất ít nhất là 13MPa, với tỷ lệ mol NH_3/CO_2 từ 2,5 đến 5, được tính toán theo tổng các dòng nguyên liệu vào, trong đó có amoniac ở dạng muối amoni. Ngoài lượng nước được tạo thành và NH_3 dư được nạp ra, thì dòng chảy ra từ thiết bị phản ứng vẫn chứa các lượng đáng kể của CO_2, chủ yếu ở dạng amoni carbamat chưa được chuyển hóa.

Để tối đa hóa hiệu suất của quy trình tổng hợp ure, như được giải thích chi tiết hơn dưới đây, amoniac tự do, nước và amoni carbamat có trong dòng chảy ra khỏi thiết bị phản ứng tổng hợp, được tách theo dãy nối tiếp của các bước tinh chế kế tiếp để thu được ure chứa lượng tối thiểu có thể có của các phụ phẩm phản ứng, cụ thể là amoni carbamat và nước. Cuối cùng, ure, ở mức độ tinh khiết thích hợp, được hóa rắn thành dạng hạt.

Amoni carbamat được loại ra khỏi dòng chảy ra từ thiết bị phản ứng tổng hợp bằng quá trình phân hủy carbamat dưới các điều kiện nhiệt độ và áp suất thích hợp. Amoni carbamat thường được phân hủy thành amoniac và cacbon đioxit bằng cách nạp dòng phản ứng chảy ra vào thiết bị phân hủy áp suất cao (còn được gọi là thiết bị cất tách), về cơ bản hoạt động ở cùng một áp suất với thiết bị phản ứng tổng hợp và ở nhiệt độ hơi cao hơn. Thiết bị cất tách bao gồm thiết bị trao đổi dạng bó ống được sắp xếp thẳng đứng, mà trong đó dòng chảy ra khỏi thiết bị phản ứng, ngoài ure ra, còn chứa carbamat chưa phản ứng và amoniac dư thừa, được di chuyển trong lớp mỏng (màng) dọc theo phía bên trong của các ống, trong khi đó hơi nước

được làm bão hòa ở áp suất là 23MPa được lưu thông và ngưng tụ trong buồng bên ngoài bó ống, để cung cấp năng lượng cần thiết cho việc phân hủy carbamat và việc loại bỏ amoniac dư thừa. Trong lĩnh vực kỹ thuật này, thiết bị cất tách còn được gọi là thiết bị trao đổi nhiệt dạng bó ống màng rơi.

Amoniac khí, chất này được tách từ dung dịch ure trong thiết bị cất tách, rời khỏi thiết bị cất tách kéo theo nó các sản phẩm phân hủy (quá trình được gọi là sự tự cất tách). Theo cách khác, việc cất tách các sản phẩm phân hủy có thể được thực hiện bằng các khí trơ hoặc bằng amoniac, cacbon đioxit hoặc các hỗn hợp của chúng, được đưa riêng biệt vào thiết bị cất tách.

Tuy nhiên, dòng thải lỏng rời khỏi thiết bị phân hủy áp suất cao là dung dịch chứa nước của ure mà vẫn chứa lượng đáng kể của carbamat và amoniac được hòa tan. Để tách các hợp chất này khỏi ure và thu hồi chúng trong quy trình này, dung dịch chứa nước rời khỏi thiết bị phân hủy áp suất cao được nạp vào thiết bị phân hủy thứ hai (thiết bị phân hủy áp suất vừa) mà hoạt động ở 2MPa và 160°C. Nhiệt cần thiết cho quá trình phân hủy carbamat trong bước này được cung cấp bởi hơi nước áp suất vừa (4-5MPa) hoặc bằng cách quay vòng dòng khí chứa amoniac và amoni carbamat rời khỏi thiết bị phân hủy áp suất cao.

Dung dịch chứa nước của ure rời khỏi thiết bị phân hủy áp suất vừa được đưa vào bước tinh chế thêm, nạp nó vào thiết bị phân hủy thứ ba (thiết bị phân hủy áp suất thấp) mà hoạt động ở 4 barơ và 140°C. Tương tự với trường hợp thiết bị phân hủy áp suất môi trường và thiết bị phân hủy áp suất cao, cũng vậy trong trường hợp này, nhiệt cần thiết được cung cấp bởi phương tiện là hơi nước áp suất vừa hoặc bằng cách thu hồi một hoặc nhiều dòng khí nóng có được từ các bước khác của quy trình.

Ở khu vực cuối cùng của nhà máy sản xuất, phần cuối nguồn của các khu vực phân hủy, dung dịch chứa nước của ure đã được tinh chế thu được từ thiết bị phân hủy cuối được hóa rắn thành dạng hạt trong các thiết bị tạo hạt thích hợp hoặc các tháp tạo hạt bằng phun lạnh bằng cách làm lạnh bằng không khí.

Các dòng khí rời khỏi các bước phân hủy khác nhau (áp suất môi trường, áp suất cao và áp suất thấp) và chứa amoniac và cacbon đioxit được ngưng tụ trong thiết bị thích hợp, tạo thành các dòng chất lỏng chứa amoniac, cacbon đioxit (phổ biến là ở dạng amoni carbamat) và nước, những chất này được đưa trở lại thiết bị

phản ứng tổng hợp. Nếu, một mặt, việc thu hồi những dòng này làm tăng tính hiệu quả chuyển hóa của nguyên liệu thô bao gồm amoniac và cacbon đioxit, mặt khác, nó ngụ ý rằng việc đưa nước trở lại vào quy trình mà, xem xét tỷ lượng của toàn bộ phản ứng tổng hợp (A), có tác dụng hạ thấp một cách đáng kể hiệu suất của phản ứng tổng hợp ure.

Do đó, rõ ràng là trong các quy trình của loại được mô tả trên đây, để tối đa hóa hiệu suất của phản ứng tổng hợp ure, thì quan trọng và cần thiết là có thể tách một cách hữu hiệu và chọn lọc amoniac và cacbon đioxit khỏi dung dịch chứa nước chứa chúng, để thu hồi các dòng chứa lượng có thể có thấp nhất của nước vào quy trình (cụ thể, vào thiết bị phản ứng tổng hợp).

Việc sử dụng các thiết bị phân hủy được mô tả trên đây, cũng như việc sử dụng các hệ thống tách khác được sử dụng trong lĩnh vực kỹ thuật này (ví dụ, cột chưng cất), cho phép amoniac và cacbon đioxit được thu hồi một cách tách biệt, ở mức độ tinh khiết cao. Tuy nhiên, việc sản xuất các hợp chất tinh khiết dẫn đến mức tiêu thụ năng lượng cao mà được phản ánh một cách đáng kể về toàn bộ chi phí sản xuất ure.

Cũng biết được rằng quá trình tách amoniac và cacbon đioxit bằng cách chưng cất các dòng chất lỏng mà lưu thông trong nhà máy sản xuất ure có thể bị ảnh hưởng bởi hiện tượng tạo các tinh thể rắn trong bộ phận chưng cất, mà sự loại bỏ chúng sẽ đòi hỏi rửa bộ phận này bằng nước hoặc một dung môi khác với hậu quả là gây ra sự giảm sút về hiệu suất chưng cất.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Một mục tiêu của sáng chế là khắc phục những bất cập của giải pháp kỹ thuật đã biết.

Mục tiêu thứ nhất của sáng chế đề cập đến phương pháp thu hồi một cách đồng thời amoniac và cacbon đioxit từ dung dịch chứa nước của chúng, có thể là bao gồm các chất ngưng tụ của chúng, trong quy trình tổng hợp ure, khác biệt ở chỗ nó bao gồm sự chưng cất trên pha màng vi mô kỵ nước của dung dịch chứa nước chứa amoniac, cacbon đioxit và các hợp chất muối hoặc chất ngưng tụ của chúng, quá trình chưng cất đã nêu được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 250°C và áp suất tuyệt đối nằm trong khoảng từ 50KPa đến 20MPa, với việc tạo ra dung dịch chứa nước dư, có thể là bao gồm ure, và dòng thấm khí, chứa amoniac, cacbon đioxit và nước.

Một mục tiêu của sáng chế còn đề cập đến thiết bị dùng để thực hiện phương pháp trên đây, bao gồm:

- bộ phận dùng để đưa dung dịch chứa nước chứa amoniac, cacbon đioxit và các hợp chất muối hoặc chất ngưng tụ của chúng, vào quá trình chưng cất trên màng vi mô kỵ nước, với việc tạo ra dung dịch chứa nước dư và dòng thấm khí, chứa amoniac, cacbon đioxit và nước;

- phương tiện gia nhiệt dung dịch chứa nước chứa amoniac, cacbon đioxit và hợp chất muối hoặc chất ngưng tụ của chúng.

Một mục tiêu khác nữa của sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất ure bao gồm giai đoạn thu hồi đồng thời amoniac và cacbon đioxit từ dung dịch chứa nước của chúng, có thể là bao gồm các chất ngưng tụ của chúng, bằng cách chưng cất trên màng vi mô kỵ nước đối với dung dịch chứa nước chứa amoniac, cacbon đioxit và các hợp chất muối hoặc chất ngưng tụ của chúng, với việc tạo ra dung dịch chứa nước dư và dòng thấm khí, chứa amoniac, cacbon đioxit và nước.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Trong bản mô tả của sáng chế, đối tượng của đơn yêu cầu cấp patent này, có sự đề cập đến các hình vẽ dưới đây:

Fig.1 là dạng trình bày bằng sơ đồ của thiết bị để chưng cất trên màng vi mô kỵ nước mà có thể được sử dụng để thực hiện phương pháp là đối tượng của sáng chế;

Fig.2 là dạng trình bày bằng sơ đồ của quy trình sản xuất ure theo giải pháp kỹ thuật hiện có;

Fig.3 là dạng trình bày bằng sơ đồ của quy trình sản xuất ure mà sử dụng phương pháp là đối tượng của sáng chế, theo phương án được ưu tiên thứ nhất;

Fig.4 là dạng trình bày bằng sơ đồ của quy trình sản xuất ure mà sử dụng phương pháp là đối tượng của sáng chế, theo phương án được ưu tiên thứ hai.

Mô tả chi tiết sáng chế

Người nộp đơn đã ngạc nhiên khi phát hiện ra rằng bằng quy trình này, đối tượng của sáng chế, trên cơ sở sử dụng phương pháp chưng cất trên màng vi mô, có thể cải thiện toàn bộ hiệu suất chuyển hóa của quy trình tổng hợp ure, đồng thời làm giảm mức tiêu thụ năng lượng của nó. Thực tế, quá trình chưng cất trên màng vi mô

cho phép các dòng khí chứa amoniac, cacbon đioxit và các lượng nhỏ của nước (ở dạng hơi) được thu hồi một cách hữu hiệu từ dung dịch chứa nước mà lưu thông trong quy trình này, mà không tạo ra những chất rắn không mong muốn và có tổng mức tiêu thụ năng lượng giảm.

Chưng cất trên màng vi mô là kỹ thuật được sử dụng trong giải pháp kỹ thuật hiện có trong lĩnh vực này dùng để tách các hợp chất dạng khí khỏi dung dịch trong nước hoặc trong các dung môi hữu cơ. Tuy nhiên, việc sử dụng kỹ thuật này để xử lý dung dịch được tạo ra trong quy trình tổng hợp ure thì chưa được biết.

Trong quá trình chưng cất trên màng, pha lỏng và pha khí được cho tiếp xúc với hai phía đối ngược của màng vi mô kỵ nước. Sự tiếp xúc giữa hai pha thông qua các lỗ xốp của màng cho phép có sự chuyển khối có kiểm soát của các phần tử hóa học có mặt trong đó, tránh được sự phân tán của pha này trong pha khác.

Lực dẫn động của sự khuếch tán của các phần tử hóa học từ chất lỏng chảy trên một phía của màng (dòng nạp liệu) sang dòng chảy trên phía đối ngược (dòng thấm khí hoặc dòng mang) là nhiệt độ, nồng độ và gradien áp suất tồn tại giữa hai chất lỏng.

Nhờ độ xốp cao của màng, loại quy trình chưng cất này hoạt động với một bề mặt tiếp xúc giữa hai chất lỏng mà có thể là cao hơn nhiều so với loại chưng cất truyền thống, với các ưu điểm rõ rệt xét từ quan điểm năng suất và sự giảm về gánh nặng phải sử dụng thiết bị.

Phương pháp đối tượng của sáng chế sử dụng kỹ thuật chưng cất trên màng vi mô kỵ nước để thu hồi một cách đồng thời amoniac và cacbon đioxit từ dung dịch chứa nước trong quy trình sản xuất ure. Ngoài nước ra, những dung dịch này còn chứa amoniac và cacbon đioxit ở dạng khí được hòa tan hoặc ở dạng các hợp chất muối hoặc các chất ngưng tụ, như, ví dụ, amoni carbamat và/hoặc amoni carbonat.

Tốt hơn, nếu phương pháp đối tượng của sáng chế được áp dụng cho việc thu hồi đồng thời amoniac và cacbon đioxit từ dung dịch chứa nước được quay vòng lại trong quy trình sản xuất ure. Dung dịch chứa nước được quay vòng lại là những dòng chất lỏng được tạo ra trong các bước khác nhau của quy trình sản xuất ure chứa amoniac, cacbon đioxit và các muối của chúng hoặc các chất ngưng tụ, những chất này có thể được tái nạp một cách thuận lợi vào thiết bị phản ứng tổng hợp hoặc vào các bước khác của cùng một quy trình để tối đa hóa hiệu suất.

Theo phương án được ưu tiên thứ hai, phương pháp đối tượng của sáng chế cũng có thể được sử dụng để xử lý dung dịch chứa amoniac, cacbon đioxit, nước và ure, như, ví dụ, dòng phản ứng chảy ra rời khỏi thiết bị phản ứng tổng hợp của quy trình sản xuất ure hoặc dung dịch của ure rời các bước phân hủy carbamat khác nhau trong cùng một quy trình.

Xem xét các điều kiện áp suất và nhiệt độ vận hành được sử dụng trong quy trình sản xuất ure, thuật ngữ "dung dịch chứa nước dư" được sử dụng khi đề cập đến phương pháp đối tượng của sáng chế được dùng để chỉ pha lỏng chủ yếu vẫn còn lại vào cuối quá trình chưng cất màng, sau khi loại bỏ bằng cách làm bay hơi một phần các loại được chứa trong đó. Mặt khác, thuật ngữ "dòng thấm khí" được dùng để chỉ các dòng hoặc các hỗn hợp mà trong đó pha lỏng hầu như vắng mặt, do việc loại bỏ bằng cách làm bay hơi một phần các loại có mặt trong dung dịch chứa nước phải được chưng cất, bất kể trạng thái vật lý hữu hiệu của chúng.

Trong trường hợp này, sự chưng cất trên các bộ phận màng vi mô kỵ nước là phương án thay thế hiệu quả cho thiết bị phân hủy dạng bó ống thường được sử dụng trong bước cất tách áp suất cao.

Dung dịch chứa nước mà có thể xử lý được theo sáng chế trên đây chứa amoniac, cacbon đioxit, nước và có thể là ure theo các tỷ lệ khác nhau, tùy thuộc vào bước của quy trình ure mà trong đó chúng được sản xuất. Tốt hơn, nếu dung dịch trên đây chứa lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 70% theo trọng lượng amoniac, lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 60% theo trọng lượng cacbon đioxit, lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 70% theo trọng lượng nước và, có thể là, lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 60% theo trọng lượng ure.

Càng tốt hơn, nếu dung dịch trên đây chứa lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 60% theo trọng lượng amoniac, lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 50% theo trọng lượng cacbon đioxit, lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 60% theo trọng lượng nước và, có thể là, lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 50% theo trọng lượng ure.

Tỷ lệ phần trăm trọng lượng trên đây đề cập đến tổng trọng lượng của amoniac hoặc cacbon đioxit có mặt trong dung dịch ở dạng tự do, ở dạng muối hoặc chất ngưng tụ.

Phương pháp, đối tượng của sáng chế, đem lại những kết quả tốt nhất khi được áp dụng cho dung dịch chứa nước mà tạo góc tiếp xúc (tĩnh) với chất liệu của màng

bằng hoặc lớn hơn 90°, tốt hơn, nếu lớn hơn 120°. Phép đo góc tiếp xúc được thực hiện bằng phương pháp giọt bám đã biết và thường được thực hiện bằng cách sử dụng thiết bị quang học tự động (thiết bị đo góc), có bán trên thị trường, thiết bị này giúp thực hiện việc đo góc được tạo bởi vi giọt (một vài µl) được kết tụ trên bề mặt của chất liệu rắn (màng). Trị số của góc 20 giây sau khi kết tụ giọt này được xem là số đo của góc tiếp xúc tĩnh.

Theo sáng chế, tốt hơn, nếu quá trình chưng cất trên màng vi mô kỵ nước được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 250°C và áp suất tuyệt đối nằm trong khoảng từ 50KPa đến 20MPa. Dưới những điều kiện này, đường di chuyển chiếm chỗ của các loại CO_2 và NH_3 có mặt trong dung dịch chứa nước và hơi nước thông qua các lỗ xốp của màng, ở dạng hơi. Lượng của hơi nước trong dòng thấm khí trong trường hợp bất kỳ, được giảm xuống so với lượng có mặt trong dòng thu được bằng các hệ thống chưng cất truyền thống. Do sự di chuyển của NH_3 và CO_2 thông qua màng, có sự làm giàu dần lên của dòng thấm khí chảy ở phía của màng đối ngược với phía của dung dịch nước và, đồng thời, sự giảm dần về nồng độ của các loại có mặt trong dung dịch nước (dung dịch nước được tinh chế).

Các điều kiện nhiệt độ và áp suất của quá trình chưng cất được chọn liên quan đến các đặc điểm của dung dịch chứa nước sẽ được xử lý.

Tốt hơn, nếu quá trình chưng cất được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80 đến 220°C, càng tốt hơn, nếu là từ 110 đến 190°C, trong khi đó tốt hơn, nếu áp suất tuyệt đối nằm trong khoảng từ 0,15 đến 18MPa, càng tốt hơn, nếu áp suất tuyệt đối là từ 0,5 đến 16MPa.

Trong suốt quá trình chưng cất màng, áp suất của dòng khí chứa NH_3 và CO_2, dòng này chảy trên một phía của màng (phía hơi), phải được giữ ở trị số thấp hơn hoặc bằng áp suất của dung dịch cần được xử lý mà chảy ở phía đối ngược (phía chất lỏng). Ngoài ra, tốt hơn, nếu sự chênh lệch giữa áp suất của phía chất lỏng và áp suất của phía hơi là càng cao càng tốt, nhưng phải thấp hơn mức chênh lệch áp suất tối thiểu, mức này dẫn đến sự di chuyển của dung môi trong pha lỏng thông qua các lỗ xốp của màng (hiện tượng tràn), và dẫn đến việc trộn kế tiếp dung môi với dòng khí chứa NH_3 và CO_2. Mức chênh lệch áp suất tối thiểu này được định nghĩa là áp suất tới hạn và có thể được xác định một cách dễ dàng bởi người có trình độ trung bình trong lĩnh vực

này trên cơ sở các đặc điểm của các chất lỏng xử lý và chất liệu tạo màng, có thể là bằng cách thực hiện một vài thử nghiệm và phép đo thử nghiệm sơ bộ.

Áp suất tới hạn của dung dịch được đưa vào quá trình chưng cất là thay đổi được và phụ thuộc không chỉ vào các đặc điểm về độ thấm ướt của dung dịch được xử lý (góc tiếp xúc với chất liệu tạo màng), mà còn vào các đặc điểm cấu trúc của màng và loại chất liệu mà màng chứa. Tốt hơn, nếu các áp suất tới hạn thích hợp cho việc thực hiện bước chưng cất màng theo sáng chế là lớn hơn 50KPa.

Tốt hơn, nếu quy trình chưng cất màng vi mô được thực hiện bằng các thiết bị đã biết trong giải pháp kỹ thuật hiện có trong lĩnh vực này ở dạng thiết bị tiếp xúc màng. Thiết bị tiếp xúc màng (sau đây được biểu đạt bằng chữ viết tắt "MC") bao gồm dạng bất kỳ của các màng vi mô kỵ nước, như, ví dụ, sợi rỗng, màng phẳng, màng được cuộn hình xoắn ốc, v.v..

Một phương án được ưu tiên có thể có của thiết bị MC được minh họa trong Fig.1.

Liên quan đến Fig.1, thiết bị MC 11, thiết bị này có thể được sử dụng cho các mục đích của sáng chế, bao gồm thiết bị bao gồm vỏ bọc ngoài bao gồm lớp áo hình trụ 12, tốt hơn, nếu được bố trí ở vị trí nằm ngang trong suốt quy trình chưng cất, mà bên trong đó một loạt các phần tử dạng ống 13 được xếp thẳng hàng, bao gồm các màng vi mô kỵ nước có dạng hình trụ (sợi rỗng), được kết nối ở các đầu mút có buồng phân tán và buồng thu gom (các buồng này không được thể hiện trong Fig.1). Tốt hơn, nếu dung dịch chứa nước cần được xử lý dùng để thu hồi amoniac và cacbon đioxit được chứa trong đó được cho di chuyển bên ngoài các phần tử dạng ống 13, tức là trong không gian giữa các phần tử dạng ống 13 đã nêu và lớp áo hình trụ 12, theo hướng dòng chảy được biểu thị bằng mũi tên 15. Trong trường hợp ưu tiên này, hơi amoniac và cacbon đioxit và hơi nước được giải phóng, thông qua các màng, vào không gian bên trong thiết bị này, và sau đó, được thu gom thông qua một cửa ra theo hướng dòng chảy được biểu thị bằng mũi tên 14.

Áp suất chênh lệch giữa dung dịch chứa nước chảy bên ngoài các phần tử dạng ống 13 và hơi chảy theo hướng đối ngược bên trong các phần tử dạng ống 13 được duy trì một cách thuận tiện ở trị số nằm trong khoảng từ 40 đến 150KPa và trong trường hợp bất kỳ, là thấp hơn áp suất tới hạn, áp suất này nói lên giới hạn thấm ướt của các lỗ hổng, để tránh hiện tượng làm ướt lỗ hổng. Như đã được đề cập, trị số áp suất tới

hạn phụ thuộc vào chất liệu mà màng được cấu thành và loại dung dịch. Để duy trì độ chênh lệch áp suất tốt hơn, có thể đỡ các màng vi mô bằng vật liệu cứng thấm được đối với hơi (không được thể hiện trong Fig.1), vật liệu này, trong trường hợp được ưu tiên trên đây, bao gồm ống rỗng mà trên đó có quấn các màng, trong khi đó nó có thể là ống chứa các màng ở phần trong của nó, nếu dung dịch chứa nước được cho di chuyển bên trong các phần tử dạng ống 13 của thiết bị MC 11.

Theo phương án được minh họa trong Fig.1, dòng chảy của dung dịch chứa nước là ngược dòng so với dòng chảy của dòng thấm khí. Tuy nhiên, trong phương pháp theo sáng chế, hai dòng này cũng có thể chảy cùng chiều. Ngoài ra, cũng có thể áp dụng phương pháp này theo phương thức theo mẻ.

Có thể cung cấp nhiệt cho thiết bị 11, ví dụ, bằng phương tiện là hơi nước áp suất cao hoặc vừa, hơi nước này thông qua bó ống hoặc buồng gia nhiệt (không được thể hiện trong hình vẽ) tiếp đó, là thoát khỏi thiết bị 11 ở dạng pha chất ngưng tụ. Tuy nhiên, thuận tiện hơn là, nhiệt cần thiết có thể được cung cấp bằng cách chiếu xạ dung dịch chứa nước tiếp xúc với màng vi mô một cách thích hợp bằng chùm tia vi sóng 16 ở tần số trong phạm vi là 2.300 đến 2.700MHz, tốt hơn, nếu là từ 2.400 đến 2.600MHz. Các tần số thích hợp nhất để có được sự hấp thụ tối ưu đối với các phân tử phân cực có mặt trong dung dịch được xử lý có thể được chọn lựa một cách dễ dàng bởi người có trình độ trung bình trong lĩnh vực liên quan đến chế phẩm và nhiệt độ của dung dịch, trên cơ sở các đặc điểm hấp thụ được chỉ ra trong tài liệu chuyên ngành hoặc các thử nghiệm quét sơ bộ đơn giản. Trong trường hợp này, các nguyên liệu cứng mà thiết bị được tạo thành từ đó (lớp áo hình trụ 12 và các giá đỡ hình trụ có thể có được làm từ chất liệu thấm được đối với hơi), phải được chọn từ những loại trong suốt đối với vi sóng trong phạm vi tần số được sử dụng.

Tốt hơn, nếu quá trình chưng cất màng vi mô được thực hiện dưới các điều kiện tự cất tách, tức là với sự vắng mặt của dòng mang bổ sung. Để đạt được mức chiết CO_2 và NH_3 lớn hơn, tốt hơn, nếu dòng gồm CO_2 và/hoặc NH_3, và có thể là, dòng khí trơ có thể được sử dụng làm dòng mang, được duy trì ở áp suất gần với, nhưng thấp hơn áp suất của dung dịch chứa nước được xử lý (dòng nạp liệu).

Các màng được sử dụng cho các mục đích của sáng chế thường bao gồm các vật liệu trên cơ sở các polyme kỵ nước, mà tạo góc tiếp xúc $\geq 90°$, tốt hơn, nếu $\geq 120°$ với dung dịch được xử lý, như được chỉ ra trên đây. Theo giá trị xấp xỉ thứ nhất, vì các

mục đích của sáng chế, tính kỵ nước của các màng có thể được đánh giá trên cơ sở những tiêu chí áp dụng cho phép đo góc tiếp xúc với nước, hơn là với dung dịch xử lý.

Các ví dụ về những vật liệu thích hợp cho việc tạo ra các màng là những polyme đã được flo hóa và những copolyme, như polytetrafloetylen (PTFE), polyvinylidenflorua hoặc Nafion®, các polyolefin cụ thể có độ kết tinh cao, như polypropylen đẳng cấu, polyacrylonitril, polysulfon. Các vật liệu này đem lại độ chịu nhiệt cao (lên đến 220-250°C), và độ chống chịu hóa học và độ chống chịu cơ học cao. Sự chênh lệch áp suất tối đa mà có thể duy trì được bằng những màng này là 100KPa. Loại màng này thì có bán trên thị trường.

Theo một phương án ưu tiên, quá trình chưng cất trên màng được thực hiện trong các bộ phận chưng cất chứa từ hai thiết bị MC thuộc loại được mô tả trên đây trở lên, những thiết bị này có thể hoạt động dưới các điều kiện nhiệt độ và áp suất khác nhau.

Theo quy trình theo sáng chế, tốt hơn, nếu duy trì nhiệt độ chưng cất ở mức 50 đến 250°C bằng cách chiếu xạ bằng bức xạ điện từ có tần số trong khoảng vi sóng. Thậm chí, càng tốt hơn, nếu quá trình chiếu xạ dung dịch chứa nước được thực hiện sao cho nhiệt độ của dung dịch chứa nước tăng lên dọc theo hướng dòng chảy của dòng nạp liệu, tức là thấp hơn ở cửa vào của thiết bị MC chứa màng và cao hơn ở cửa ra. Khi tiến hành quy trình chưng cất, dung dịch chứa nước trở nên nghèo hóa về NH_3 và CO_2 và các điều kiện cân bằng chất lỏng-hơi nước trở nên ít thuận lợi hơn đối với việc tách những loại này khỏi dung dịch chứa nước và sự di chuyển qua màng của chúng. Khi gia nhiệt dung dịch chứa nước đến nhiệt độ cao khi nó chảy tiếp xúc với màng, thì bù trừ được xu hướng giảm amoniac và cacbon đioxit tách khỏi dung dịch chứa nước, đồng thời tránh được hiện tượng ngưng tụ các hơi của dòng thấm khí chứa amoniac, cacbon đioxit và nước ở phía hơi.

Có thể thực hiện việc gia nhiệt bằng các thiết bị tạo vi sóng đã biết trong giải pháp kỹ thuật hiện có. Việc sử dụng vi sóng đem lại ưu điểm là có thể gia nhiệt một cách chọn lọc chỉ các phân tử của nước, NH_3, CO_2 và các phân tử phân cực khác ở trạng thái lỏng, tránh sự gia nhiệt đáng kể đối với những loại có mặt ở dạng hơi. Điều này giúp cho nhiệt lượng cung cấp được vào dòng nạp liệu, tạo thuận lợi cho quá trình thấm tiếp đó của NH_3 và CO_2 dạng khí thông qua màng.

Ngoài ra, việc sử dụng vi sóng còn ngăn ngừa hiện tượng tràn ngập của các lỗ xốp của màng, tức là hiện tượng thâm nhập vào các lỗ xốp của dung môi (nước) của dung dịch chứa nước ở dạng lỏng. Nếu hiện tượng tràn ngập các lỗ xốp xảy ra do áp suất quá cao ở phía màng mà ở đó dung dịch cần được xử lý chảy, việc gia nhiệt chọn lọc các phân tử của nước dạng lỏng trên phần của vi sóng cho phép nước dạng lỏng đã thâm nhập vào các lỗ xốp, hóa hơi, vì thế mà, tái tạo màng tại chỗ mà không làm gián đoạn hoạt động chức năng của thiết bị và tránh được việc phải áp dụng đối áp.

Ngoài ra, phát hiện được rằng việc sử dụng vi sóng để gia nhiệt chất lỏng có ưu điểm khác nữa là tạo thuận lợi cho sự phân tán của amoniac và cacbon đioxit trong dòng mang khí có thể có, mà không gây ra hiện tượng gia nhiệt không mong muốn của nó và làm tăng mức tiêu thụ năng lượng.

Để cung cấp nhiệt bằng cách chiếu xạ bằng vi sóng, các thiết bị MC phải được sử dụng mà trong đó lớp vỏ ngoài bao gồm những vật liệu trong suốt đối với vi sóng, ví dụ, những vật liệu như PTFE, thủy tinh, Pyrex, v.v..

Việc gia nhiệt bằng vi sóng thì không chỉ dễ áp dụng mà còn cho phép nhiệt lượng cung cấp được vào thiết bị chưng cất màng điều biến được một cách chính xác. Ngoài ra, thiết bị gia nhiệt vi sóng, có hiệu suất chuyển hóa điện năng thành vi sóng theo trật tự là 70%, góp phần vào việc đạt được tổng hiệu suất năng lượng cao hơn của quy trình thu hồi amoniac và cacbon đioxit.

Mặc dầu việc gia nhiệt bằng cách sử dụng vi sóng thì được ưu tiên vì các ưu điểm được mô tả trên đây, nhưng cũng có thể thực hiện việc gia nhiệt dung dịch chứa nước bằng các kỹ thuật thông thường, ví dụ, bằng cách cho dung dịch chứa nước di chuyển vào thiết bị trao đổi nhiệt, trước khi đưa nó vào quá trình chưng cất trên màng.

Các thông số vận hành chính mà ảnh hưởng đến sự chưng cất trên màng theo phương pháp này, đối tượng của sáng chế, là tốc độ dòng chảy và áp suất của dung dịch chứa nước tiếp xúc với màng, tốc độ dòng chảy và áp suất của dòng thấm khí và dòng mang bổ sung có thể có, cũng như gradien nhiệt độ thu được trong dung dịch chứa nước bằng cách chiếu xạ bằng vi sóng. Mức ảnh hưởng đối với tính hiệu quả của phương pháp của mỗi thông số của các thông số vận hành trên đây có thể được đánh giá bằng thử nghiệm. Các điều kiện vận hành tối ưu là đạt được khi tốc độ dòng chảy của dung dịch chứa nước và áp suất của nó trên bề mặt của màng là để bù cho độ tụt áp do sự di chuyển qua màng của các loại khí rời khỏi dung dịch chứa nước.

Quá trình chưng cất trên màng của dung dịch chứa nước chứa amoniac, cacbon đioxit và nước theo phương pháp này, đối tượng của sáng chế, đem lại dòng thấm khí và dung dịch chứa nước được tinh chế có những đặc điểm có thể thay đổi được trong mối quan hệ với chế phẩm của dung dịch được xử lý và các điều kiện vận hành mà tại đó quá trình chưng cất trên màng được thực hiện. Sự chưng cất dung dịch chứa amoniac, ví dụ, theo lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 40%, tốt hơn, nếu là từ 10 đến 40% theo trọng lượng, cacbon đioxit theo lượng nằm trong khoảng từ 2,5 đến 20%, tốt hơn, nếu là từ 5 đến 20% theo trọng lượng và ure theo lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 60%, tốt hơn, nếu là từ 20 đến 40% theo trọng lượng, được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100 đến 220°C và áp suất nằm trong khoảng từ 10 đến 18MPa, tạo ra dung dịch chứa nước được tinh chế có hàm lượng amoniac dư nằm trong khoảng từ 1 đến 30% theo trọng lượng, cacbon đioxit nằm trong khoảng từ 1 đến 10% theo trọng lượng, ure theo lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 60%, tốt hơn, nếu là từ 30 đến 60%, theo trọng lượng.

Theo một khía cạnh khác của quy trình của sáng chế, liên quan đến nồng độ của dung dịch được quay vòng mà không có ure và chứa amoniac theo lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 70%, tốt hơn, nếu là từ 20 đến 70% theo trọng lượng, cacbon đioxit theo lượng nằm trong khoảng từ 2,5 đến 30%, tốt hơn, nếu là từ 10 đến 30% theo trọng lượng, việc chưng cất được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 60 đến 200°C, tốt hơn, nếu là từ 80 đến 180°C và áp suất nằm trong khoảng từ 1 đến 10MPa, dung dịch chứa nước được tinh chế thu được có hàm lượng amoniac và cacbon đioxit giảm đi nhiều so với dung dịch ban đầu, lần lượt nằm trong khoảng lên đến 20% theo trọng lượng NH_3 và lên đến 10% theo trọng lượng CO_2, nhưng tốt hơn, nếu thấp hơn 2%, càng tốt hơn, nếu thấp hơn 1%, theo trọng lượng.

Về dòng thấm khí thu được bằng phương pháp này, đối tượng của sáng chế, về cơ bản bao gồm NH_3 và CO_2 và có hàm lượng nước thấp, nó có thể được quay vòng vào thiết bị phản ứng tổng hợp ure, có thể là sau khi thu hồi nhiệt dư, hoặc vào quy trình sản xuất khác (ví dụ, vào quy trình tổng hợp amoniac).

Dòng thấm khí cũng có thể được đưa vào các quy trình tách khác nữa để thu hồi NH_3 và CO_2 một cách tách biệt, với độ tinh khiết cao.

Phương pháp theo sáng chế cho phép có sự thu hồi đồng thời NH_3 và CO_2 chứa trong dung dịch chứa nước trong quy trình sản xuất ure, cho phép thu hồi các hợp chất trên đây.

Do đó, phương pháp này được đặc trưng bởi tính hiệu quả cao về năng lượng và không có các vấn đề là tạo ra tạp chất rắn không mong muốn của các kỹ thuật trong giải pháp kỹ thuật hiện có.

Phương pháp theo sáng chế còn có tính hiệu quả cao về năng lượng, đặc biệt rõ rệt trong trường hợp ưu tiên sử dụng vi sóng cho việc gia nhiệt thiết bị chưng cất màng, và bởi thực tế là amoniac và cacbon đioxit có thể được thu hồi một cách đồng thời trong dòng khí quay vòng được đơn lẻ (như vậy, hoặc ở dạng dung dịch đậm đặc của amoni carbonat hoặc carbamat, sau khi ngưng tụ) vào thiết bị phản ứng tổng hợp ure.

Cuối cùng, quy trình theo sáng chế có các ưu điểm khác nữa dưới đây, liên quan đến các kỹ thuật được sử dụng trong giải pháp kỹ thuật hiện có trong lĩnh vực này có được từ việc sử dụng sự chưng cất màng:

- hiệu suất tách cao đối với amoniac và cacbon đioxit cũng trong dung dịch được pha loãng, do thực tế là, khi bề mặt giao diện bao gồm các lỗ xốp của màng, nó không thay đổi với sự thay đổi trong các điều kiện dòng chảy của dòng mang và dòng nạp liệu;

- sự vắng mặt của hiện tượng tạo nhũ tương khi không có hiện tượng phân tán giữa các chất lỏng;

- sự vắng mặt của hiện tượng ăn mòn của các thiết bị được sử dụng cho quá trình chưng cất trên màng, nhờ loại vật liệu đặc biệt được sử dụng cho màng và cho lớp vỏ của thiết bị MC;

- các chất lỏng tiếp xúc với màng không cần có tỷ trọng khác nhau;

- việc vận hành quy mô lớn các quy trình chưng cất màng được đơn giản hóa, khi mức tăng về thể tích của dòng nạp liệu được xử lý tương ứng với mức tăng tuyến tính về số môđun (thiết bị MC);

- không có sự chuyển bằng cách làm bay hơi phần dung dịch sẽ được xử lý hoặc đã được xử lý trong dòng khí chứa amoniac và cacbon đioxit có thể là được nạp vào nhà máy ure: theo cách này, nhà máy ure không bị ô nhiễm do các chất ngoại lai đi vào chính quy trình này;

- không có các phần cơ học di chuyển sẽ bị hiện tượng mòn hoặc hiện tượng vỡ có thể có;

- làm giảm gánh nặng về thiết bị cần thiết cho sự chưng cất.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Một số ví dụ áp dụng của quy trình sản xuất ure được minh họa dưới đây để tóm lược các đặc điểm và các ưu điểm của phương pháp của sáng chế. Các ví dụ này được đưa ra thuần túy chỉ vì các mục đích minh họa của sáng chế và không nên được xem là làm giới hạn phạm vi bảo hộ được xác định bởi các điểm yêu cầu bảo hộ đi kèm.

Ví dụ 1 (so sánh)

Fig.2 minh họa dạng trình bày bằng sơ đồ của quy trình sản xuất ure theo giải pháp kỹ thuật hiện có. Các chức năng cụ thể như bơm, van, và thiết bị khác không quan trọng cho việc hiểu đầy đủ các quy trình được sơ đồ hóa, thì không được thể hiện trong Fig.2 trên đây.

Theo quy trình đã biết trong giải pháp kỹ thuật hiện có, 2.366 tấn/ngày của dòng 1 của amoniac và amoniac carbamat bao gồm 1.564 tấn/ngày của amoniac, 498 tấn/ngày của cacbon đioxit và 304 tấn/ngày của nước, được nạp vào thiết bị phản ứng R. Dòng nạp liệu 1 là thu được bằng cách trộn dòng được quay vòng 2 (1.575 tấn/ngày) bao gồm dung dịch chứa nước của amoni carbamat rời khỏi thiết bị tách/thiết bị ngưng áp suất cao C1 và dòng 3 của amoniac lỏng (790,6 tấn/ngày) hầu như tinh khiết (99,91% amoniac, 0,09% nước) rời khỏi khu vực ngưng/lưu trữ CS của amoniac. 736,3 tấn/ngày của dòng 4 của cacbon đioxit cũng được nạp vào thiết bị phản ứng R. Thiết bị phản ứng R hoạt động ở nhiệt độ là 187°C và áp suất là 15,8MPa (tuyệt đối).

Dòng chất lỏng 5 (dòng phản ứng đi ra) bao gồm ure, cacbon đioxit, nước và amoniac chưa phản ứng rời khỏi thiết bị phản ứng R. Dòng phản ứng chảy ra (dòng 5) là dòng của 3,102 tấn/ngày bao gồm 995 tấn/ngày của amoniac, 498 tấn/ngày của cacbon đioxit (phổ biến là ở dạng amoni carbamat), 605 tấn/ngày của nước và 1.004 tấn/ngày của ure. Dòng phản ứng chảy ra (dòng 5) được nạp vào thiết bị phân hủy áp suất cao thứ nhất D1 (thiết bị cất tách) bao gồm thiết bị trao đổi nhiệt bó ống màng rơi, hoạt động ở nhiệt độ là 204°C và áp suất là 14,7MPa (tuyệt đối). Thiết bị phân hủy D1

được gia nhiệt bằng cách nạp dòng hơi nước bão hòa (644 tấn/ngày) vào lớp áo ở áp suất là 2,3MPa (tuyệt đối).

Trong thiết bị phân hủy D1, amoni carbamat bị phân hủy thành amoniac và cacbon đioxit, theo trạng thái cân bằng nhiệt động lực mà được thiết lập dưới các điều kiện nhiệt độ và áp suất cụ thể mà tại đó thiết bị phân hủy thứ nhất D1 hoạt động. Dòng khí 6 (811 tấn/ngày) chứa amoniac (432 tấn/ngày), cacbon đioxit (337 tấn/ngày) và hơi nước (42 tấn/ngày) rời khỏi đầu của thiết bị phân hủy thứ nhất D1, dòng này được nạp vào thiết bị ngưng/thiết bị tách C1 (thiết bị ngưng/thiết bị tách áp suất cao), vận hành dưới các điều kiện về cơ bản là đẳng áp so với những loại của thiết bị phân hủy D1, để thu được nhiệt dư của chính nó. Dung dịch chứa nước của ure 7 (2.291 tấn/ngày) chứa amoniac (563 tấn/ngày), cacbon đioxit (161 tấn/ngày), nước (563 tấn/ngày) và ure (1.004 tấn/ngày), rời khỏi phần đáy của thiết bị phân hủy D1. Mặt khác, phần chưa ngưng tụ của dòng khí 6 được nạp vào thiết bị tách/thiết bị ngưng áp suất cao C1 được tách (dòng 8) và được nạp vào thiết bị phân hủy thứ hai D2. Dòng 8 (14 tấn/ngày) được nạp vào thiết bị phân hủy thứ hai D2 bao gồm amoniac (13 tấn/ngày), cacbon đioxit (1 tấn/ngày) và hầu như không có nước.

Dung dịch ure 7 rời khỏi thiết bị phân hủy thứ nhất D1 được nạp vào bước phân hủy carbamat kế tiếp trong thiết bị phân hủy thứ hai D2 (thiết bị phân hủy áp suất vừa) mà hoạt động ở 160°C và áp suất là 2MPa (tuyệt đối), với việc tách dòng khí 9 (741 tấn/ngày) chứa amoniac (475 tấn/ngày), cacbon đioxit (131 tấn/ngày) và hơi nước (135 tấn/ngày), dòng này được nạp vào thiết bị ngưng/thiết bị hấp thụ C2 (thiết bị hấp thụ/thiết bị ngưng áp suất vừa), để làm ngưng và việc thu hồi đồng thời nhiệt dư.

Dung dịch bao gồm ure rời khỏi thiết bị phân hủy thứ hai D2 (dòng 10 – 1.564 tấn/ngày) bao gồm amoniac (101 tấn/ngày), cacbon đioxit (31 tấn/ngày), hơi nước (428 tấn/ngày) và ure (1.004 tấn/ngày). Dòng 10 trên đây được nạp vào tụ và kết hợp với dòng 11 được quay vòng đi ra từ khối PG, với việc tạo dòng 12 (778,1 tấn/ngày) chứa amoniac (355 tấn/ngày), cacbon đioxit (162 tấn/ngày) và nước (261,1 tấn/ngày). Trong bộ phận C2, dòng 13 của amoniac dạng khí cũng được tách, dòng này được nạp vào khu vực ngưng/lưu trữ CS của amoniac.

Trong bộ phận C1, thiết bị tách/thiết bị ngưng áp suất cao, dòng khí 6 đi ra từ thiết bị phân hủy D1 là một phần ngưng tụ và kết hợp với dòng 12, rời khỏi bộ phận

C2, với việc tạo dòng 2 (1.575 tấn/ngày) bao gồm amoniac (774 tấn/ngày), cacbon đioxit (498 tấn/ngày) và hơi nước (303 tấn/ngày).

Trong quy trình được mô tả trên đây, để sản xuất 1.004 tấn/ngày của ure, lượng của dòng bão hòa ở 2,3 MPa(tuyệt đối), bằng 644 tấn, được đưa vào thiết bị phân hủy D1. Phản ứng tổng hợp ure có hiệu suất thực sự bằng 60%.

Ví dụ 2

Quy trình tổng hợp ure được thực hiện trong cùng một nhà máy được mô tả trong ví dụ 1, áp dụng quy trình đối tượng của sáng chế cho việc thu hồi amoniac và cacbon đioxit từ dòng chảy ra từ thiết bị phản ứng tổng hợp. Các điều kiện vận hành của quy trình, khi không được chỉ ra một cách cụ thể, là đồng nhất với những loại được mô tả trong ví dụ 1.

Quy trình được cải biến được minh họa bằng sơ đồ trong Fig.3, mà trong đó các ký hiệu được sử dụng, khi trùng với những loại của Fig.1, có cùng nghĩa được chỉ ra trong ví dụ 1.

Trong quy trình tổng hợp ure được trình bày trong Fig.3, 2.136 tấn/ngày của dòng 1 của amoniac và amoniac carbamat bao gồm 1.518 tấn/ngày của amoniac, 404 tấn/ngày của cacbon đioxit và 214 tấn/ngày của nước, được nạp vào thiết bị phản ứng R. Dòng 1 là thu được bằng cách trộn dòng được quay vòng 2 (1.345 tấn/ngày) bao gồm dung dịch chứa nước của amoni carbamat rời khỏi thiết bị tách/thiết bị ngưng áp suất cao C1 và dòng 3 của amoniac lỏng (790,6 tấn/ngày) hầu như tinh khiết (99,91% amoniac, 0,09% nước) rời khỏi khu vực ngưng/lưu trữ CS của amoniac. 736,3 tấn/ngày của dòng 4 của cacbon đioxit cũng được nạp vào thiết bị phản ứng R.

Dòng phản ứng chảy ra 5 (2.872 tấn/ngày) rời khỏi thiết bị phản ứng R bao gồm dòng của amoniac (949 tấn/ngày), cacbon đioxit (404 tấn/ngày), hơi nước (515 tấn/ngày) và ure (1.004 tấn/ngày). Dòng đi ra 5 được nạp vào bộ phận UDM chưng cất trên màng vi mô kỵ nước, hoạt động dưới cùng điều kiện nhiệt độ và cùng điều kiện áp suất với thiết bị phân hủy D1 của ví dụ 1. Việc gia nhiệt bộ phận UDM được thực hiện bằng phương tiện là thiết bị chiếu xạ bằng vi sóng. Việc chưng cất được thực hiện dưới các điều kiện tự cất tách.

Dòng khí thứ nhất 6 (645 tấn/ngày) chứa amoniac (353 tấn/ngày), cacbon đioxit (270 tấn/ngày) và hơi nước (22 tấn/ngày) rời khỏi bộ phận UDM, và được nạp vào thiết bị tách/thiết bị ngưng áp suất cao C1. Dung dịch chứa nước của ure 7 (2.227

tấn/ngày) chứa amoniac (596 tấn/ngày), cacbon đioxit (134 tấn/ngày), nước (515 tấn/ngày) và ure (1.004 tấn/ngày) rời khỏi phần đáy của bộ phận UDM.

Phần chưa ngưng tụ của dòng khí 6 được tách và nạp (dòng 8) vào thiết bị phân hủy thứ hai D2. Dòng 8 (12 tấn/ngày) bao gồm amoniac, cacbon đioxit (1 tấn/ngày) và hầu như không có nước.

Dung dịch của ure 7 rời khỏi thiết bị phân hủy thứ nhất UDM được nạp vào bước phân hủy carbamat kế tiếp trong thiết bị phân hủy D2 (thiết bị phân hủy áp suất vừa), với việc tách dòng khí khác nữa 9 (705 tấn/ngày) chứa amoniac (512 tấn/ngày), cacbon đioxit (110 tấn/ngày) và hơi nước (83 tấn/ngày), dòng này được nạp vào thiết bị ngưng/thiết bị hấp thụ C2 (thiết bị ngưng áp suất vừa).

Dung dịch bao gồm ure rời khỏi thiết bị phân hủy D2 dòng 10 (1.534 tấn/ngày) bao gồm amoniac (95 tấn/ngày), cacbon đioxit (25 tấn/ngày), hơi nước (410 tấn/ngày) và ure (1.004 tấn/ngày). Dòng 10 được nạp vào các công đoạn xử lý kế tiếp được trình bày theo sơ đồ bằng khối PG. Dòng 11 (222 tấn/ngày) được quay vòng từ khối PG, dòng này được nạp vào bộ phận C2 và chứa amoniac (95 tấn/ngày), cacbon đioxit (25 tấn/ngày) và hơi nước (102 tấn/ngày).

Trong bộ phận C2, dòng khí 9 rời khỏi thiết bị phân hủy D2 là một phần ngưng tụ và kết hợp với dòng 11 được quay vòng đi ra từ khối PG, với việc tạo dòng 12 (712,1 tấn/ngày) chứa amoniac (386 tấn/ngày), cacbon đioxit (135 tấn/ngày) và nước (191,1 tấn/ngày). Trong bộ phận C2, dòng 13 của amoniac dạng khí cũng được tách, dòng này được nạp vào khu vực ngưng/lưu trữ CS của amoniac.

Trong bộ phận C1, thiết bị tách/thiết bị ngưng áp suất cao, dòng khí 6 đi ra từ thiết bị phân hủy thứ nhất UDM là một phần ngưng tụ và kết hợp với dòng 12, rời khỏi bộ phận C2, với việc tạo dòng 2 (1.345 tấn/ngày) bao gồm amoniac (728 tấn/ngày), cacbon đioxit (404 tấn/ngày) và hơi nước (213 tấn/ngày).

Việc sử dụng phương pháp, đối tượng của sáng chế, cho phép có sự tách chọn lọc đối với amoniac và cacbon đioxit sẽ thu được, tránh được hiện tượng tạo các sản phẩm rắn và làm giảm một cách đáng kể sự chuyển không mong muốn của nước ở dạng hơi. Dưới các điều kiện xử lý này, để sản xuất 1.004 tấn ure, lượng năng lượng, ở dạng bức xạ vi sóng, tương đương với 590 tấn hơi nước bão hòa ở 2,3 MPa (tuyệt đối), được cung cấp vào bộ phận UDM, có mức tiết kiệm là 54 tấn đương lượng so với quy

trình của ví dụ 1. Trong phản ứng tổng hợp ure, thì đạt được hiệu suất thực sự bằng 65%.

Ví dụ 3

Quy trình tổng hợp ure được thực hiện trong cùng một nhà máy được mô tả trong ví dụ 1, áp dụng quy trình đối tượng của sáng chế cho việc thu hồi amoniac và cacbon đioxit từ dòng được quay vòng rời khỏi thiết bị ngưng áp suất vừa. Các điều kiện vận hành của quy trình, khi không được chỉ ra một cách cụ thể, là đồng nhất với những loại được mô tả trong ví dụ 1.

Quy trình được cải biến được minh họa bằng sơ đồ trong Fig.4, mà trong đó các ký hiệu được sử dụng, khi trùng với những loại của Fig.1, có cùng một nghĩa được chỉ ra trong ví dụ 1.

Trong quy trình tổng hợp ure được trình bày trong Fig.4, 1.999 tấn/ngày của dòng 1 của amoniac và amoniac carbamat bao gồm 1.520 tấn/ngày của amoniac, 350 tấn/ngày của cacbon đioxit và 129 tấn/ngày của nước, được nạp vào thiết bị phản ứng R. Dòng 1 là thu được bằng cách trộn dòng được quay vòng 2 (774 tấn/ngày) bao gồm dung dịch chứa nước của amoni carbamat rời khỏi thiết bị tách/thiết bị ngưng áp suất cao C1 và dòng 3 của amoniac lỏng (1.225 tấn/ngày) hầu như tinh khiết (99,91% amoniac, 0,09% nước) rời khỏi khu vực ngưng/lưu trữ CS của amoniac. Dòng 4 (736,3 tấn/ngày) của cacbon đioxit cũng được nạp vào thiết bị phản ứng R.

Dòng phản ứng chảy ra 5 rời khỏi thiết bị phản ứng R là dòng của 2.735 tấn/ngày bao gồm 951 tấn/ngày của amoniac, 350 tấn/ngày của cacbon đioxit, 430 tấn/ngày của nước và 1.004 tấn/ngày của ure. Dòng phản ứng chảy ra 5 được nạp vào thiết bị phân hủy áp suất cao thứ nhất D1 bao gồm thiết bị trao đổi nhiệt dạng bó ống màng rơi. Trong thiết bị phân hủy D1, amoni carbamat bị phân hủy thành amoniac và cacbon đioxit tạo ra dòng khí 6 (504 tấn/ngày), dòng này rời khỏi đầu của thiết bị phân hủy D1. Dòng khí 6 trên đây, chứa amoniac (281 tấn/ngày), cacbon đioxit (205 tấn/ngày) và hơi nước (18 tấn/ngày), được nạp vào thiết bị tách/thiết bị ngưng áp suất cao C1, thiết bị này hoạt động dưới các điều kiện về cơ bản là đẳng áp so với những loại của thiết bị phân hủy thứ nhất D1, để thu được nhiệt dư của nó. Dung dịch chứa nước của ure 7 (2.231 tấn/ngày) chứa amoniac (670 tấn/ngày), cacbon đioxit (145 tấn/ngày), nước (412 tấn/ngày) và ure (1.004 tấn/ngày) rời khỏi phần đáy của thiết bị phân hủy thứ nhất D1. Phần chưa ngưng tụ của dòng khí 6 (dòng 8) được nạp vào thiết

bị phân hủy thứ hai D2. Dòng 8 (17 tấn/ngày) bao gồm amoniac (2 tấn/ngày), cacbon đioxit (15 tấn/ngày) và hầu như không có nước.

Dung dịch của ure 7 rời khỏi thiết bị phân hủy thứ nhất D1 được nạp vào bước phân hủy carbamat kế tiếp trong thiết bị phân hủy thứ hai D2 (thiết bị phân hủy áp suất vừa). Trong thiết bị phân hủy D2 này, sự tách chiếm chỗ dòng khí 9 (750 tấn/ngày) chứa amoniac (529 tấn/ngày), cacbon đioxit (130 tấn/ngày) và hơi nước (91 tấn/ngày), dòng này được nạp vào thiết bị ngưng/thiết bị hấp thụ C2 (thiết bị ngưng áp suất vừa).

Dung dịch bao gồm ure rời khỏi thiết bị phân hủy D2 dòng 10 (1.498 tấn/ngày) bao gồm amoniac (143 tấn/ngày), cacbon đioxit (30 tấn/ngày), hơi nước (321 tấn/ngày) và ure (1.004 tấn/ngày). Dòng 10 trên đây được nạp vào các công đoạn xử lý kế tiếp được trình bày theo sơ đồ bằng khối PG. Dòng 11 (275 tấn/ngày) được quay vòng từ khối PG, dòng này được nạp vào thiết bị ngưng áp suất vừa C2 và chứa amoniac (146 tấn/ngày), cacbon đioxit (34 tấn/ngày) và hơi nước (95 tấn/ngày).

Trong thiết bị ngưng áp suất vừa C2, dòng khí 9 rời khỏi thiết bị phân hủy thứ hai D2 là một phần ngưng tụ và kết hợp với dòng 11 được quay vòng đi ra từ khối PG, với việc tạo dòng 12 (836 tấn/ngày) bao gồm dung dịch chứa nước chứa amoniac (480 tấn/ngày), cacbon đioxit (164 tấn/ngày) và nước (192 tấn/ngày). Trong bộ phận C2, dòng 13 của amoniac dạng khí cũng được tách, dòng này được nạp vào khu vực ngưng/lưu trữ CS của amoniac.

Dòng 12 rời khỏi thiết bị ngưng áp suất vừa C2 được nạp vào bộ phận UDM chưng cất trên màng vi mô kỵ nước, bao gồm bộ phận thứ nhất S1, hoạt động ở áp suất là 2MPa, và bộ phận thứ hai S2, hoạt động ở áp suất là 3 MPa. Việc gia nhiệt bộ phận chưng cất UDM được thực hiện, trong cả hai bộ phận, bằng thiết bị chiếu xạ vi sóng. Việc chưng cất được thực hiện trong cả hai bộ phận dưới các điều kiện tự cất tách.

Trong bộ phận thứ nhất S1, dòng thấm khí được tách, chủ yếu bao gồm amoniac (dòng 16 – 460 tấn/ngày), chất này được gửi đến khu vực ngưng/lưu trữ CS, và dòng 17, bao gồm dung dịch chứa amoniac, cacbon đioxit và nước. Dòng 17 rời khỏi bộ phận thứ nhất S1 của bộ phận UDM là được đưa vào quá trình chưng cất trên màng vi mô trong bộ phận thứ hai S2, sau khi trộn với dòng của nước 18 (200 tấn/ngày) đi ra từ khối PG. Xét đến biểu hiện của amoniac bậc ba, cacbon đioxit và các hỗn hợp nước, bổ sung lượng khác nữa của nước vào dung dịch chứa nước cụ thể bao gồm dòng 17 rời khỏi bộ phận thứ nhất S1, cho phép thành phần của dung dịch chứa

nước đạt được sao cho trong bộ phận thứ hai S2, dòng chất lỏng 19 (dung dịch chứa nước dư – 289 tấn/ngày) được tách, chủ yếu chứa nước (282 tấn/ngày) và các lượng nhỏ hơn của amoniac (3 tấn/ngày) và cacbon đioxit (4 tấn/ngày), và dòng 20 (dòng thấm khí – 287 tấn/ngày) chứa hầu hết cacbon đioxit (160 tấn/ngày), ngoài amoniac (17 tấn/ngày) và nước (110 tấn/ngày) ra.

Dòng chất lỏng 19 rời khỏi bộ phận thứ hai S2 được quay vòng lại các giai đoạn xử lý ure được trình bày bằng khối PG, trong khi đó dòng 20 rời khỏi bộ phận thứ hai S2 của bộ phận UDM được nạp vào thiết bị tách/thiết bị ngưng áp suất cao C1. Trong thiết bị ngưng/thiết bị tách C1 trên đây, dòng khí 6 đi ra từ thiết bị phân hủy D1 là một phần ngưng tụ và kết hợp với dòng 20 trên đây, với việc tạo dòng 2 (774 tấn/ngày), được gửi đến thiết bị phản ứng R, bao gồm amoniac (296 tấn/ngày), cacbon đioxit (350 tấn/ngày) và hơi nước (128 tấn/ngày).

Việc sử dụng phương pháp, đối tượng của sáng chế, cho phép có sự tách chọn lọc đối với amoniac và cacbon đioxit sẽ thu được, tránh được hiện tượng tạo các sản phẩm rắn và làm giảm một cách đáng kể sự chuyển không mong muốn của nước ở dạng hơi. Dưới các điều kiện xử lý này, để sản xuất 1.004 tấn của ure, lượng hơi nước bão hòa 2,3MPa (tuyệt đối) bằng 550, được cung cấp vào thiết bị phân hủy thứ nhất D1, có mức tiết kiệm là 94 tấn so với quy trình của ví dụ 1. Trong phản ứng tổng hợp ure, đạt được hiệu suất thực sự bằng 68%.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp thu hồi đồng thời amoniac và cacbon đioxit từ dung dịch chứa nước của chúng, có thể là bao gồm các chất ngưng tụ của dung dịch chứa nước, trong quy trình tổng hợp ure, khác biệt ở chỗ phương pháp này bao gồm giai đoạn chưng cất trên màng vi mô kỵ nước của dung dịch chứa nước chứa amoniac, cacbon đioxit và các hợp chất muối hoặc chất ngưng tụ của chúng, trong đó dung dịch chứa nước được đưa vào quá trình chưng cất bao gồm lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 70% theo trọng lượng của amoniac, lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 60% theo trọng lượng cacbon đioxit và lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 70% theo trọng lượng nước, quá trình chưng cất đã nêu được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80 đến 220°C và ở áp suất tuyệt đối nằm trong khoảng từ 0,15 và 18MPa, với việc tạo ra dung dịch chứa nước dư, có thể bao gồm ure, và dòng khí được thấm chứa amoniac, cacbon đioxit và nước.

2. Phương pháp theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, dung dịch chứa nước được đưa vào quá trình chưng cất là dung dịch được quay vòng đi ra từ quy trình sản xuất ure hoặc dòng chảy đi ra từ thiết bị phản ứng tổng hợp ure.

3. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên đây, khác biệt ở chỗ, dung dịch chứa nước được đưa vào quá trình chưng cất còn bao gồm lượng dao động từ 0 đến 60% theo trọng lượng ure.

4. Phương pháp theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, việc chưng cất được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110 đến 190°C, trong khi đó áp suất tuyệt đối nằm trong khoảng từ 0,5 đến 16MPa.

5. Phương pháp theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, dung dịch chứa nước được đưa vào quá trình chưng cất được gia nhiệt bằng cách chiếu xạ dung dịch chứa nước bằng vi sóng.

6. Phương pháp theo điểm 5, khác biệt ở chỗ, quá trình chiếu xạ dung dịch chứa nước được thực hiện theo cách thức sao cho nhiệt độ của dung dịch chứa nước tăng lên dọc theo hướng của dòng dung dịch chứa nước.

7. Phương pháp theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, dung dịch chứa nước tạo góc tiếp xúc với vật liệu màng bằng hoặc lớn hơn 90°.

8. Phương pháp theo điểm 7, khác biệt ở chỗ, dung dịch chứa nước tạo góc tiếp xúc với vật liệu màng lớn hơn 120°.

9. Phương pháp theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, dòng khí được thấm được quay vòng trong cùng một quy trình sản xuất ure.

10. Phương pháp theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, việc chưng cất được thực hiện với sự có mặt của dòng mang bổ sung.

11. Phương pháp theo điểm 10, khác biệt ở chỗ, việc chưng cất được thực hiện với sự có mặt của dòng mang bổ sung của CO_2 và/hoặc NH_3.

12. Thiết bị để thực hiện phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11, bao gồm:

- bộ phận dùng để đưa dung dịch chứa nước chứa amoniac, cacbon đioxit và các hợp chất muối hoặc chất ngưng tụ của chúng, vào quá trình chưng cất trên màng vi mô kỵ nước, với việc tạo ra dung dịch chứa nước dư và dòng khí được thấm chứa amoniac, cacbon đioxit và nước;

- phương tiện gia nhiệt dung dịch chứa nước chứa amoniac, cacbon đioxit và hợp chất muối hoặc chất ngưng tụ của chúng, phương tiện này bao gồm một hoặc nhiều thiết bị để tạo vi sóng.

13. Thiết bị theo điểm 12, khác biệt ở chỗ, bộ phận chưng cất bao gồm từ hai bộ phận trở lên mà có thể hoạt động dưới các điều kiện nhiệt độ và áp suất khác nhau.

Fig.1

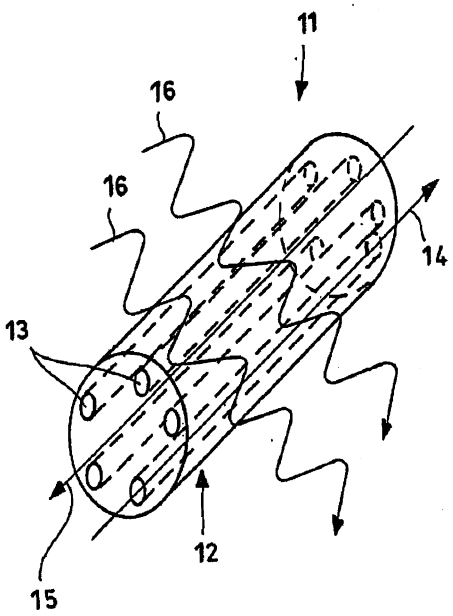


Fig. 2

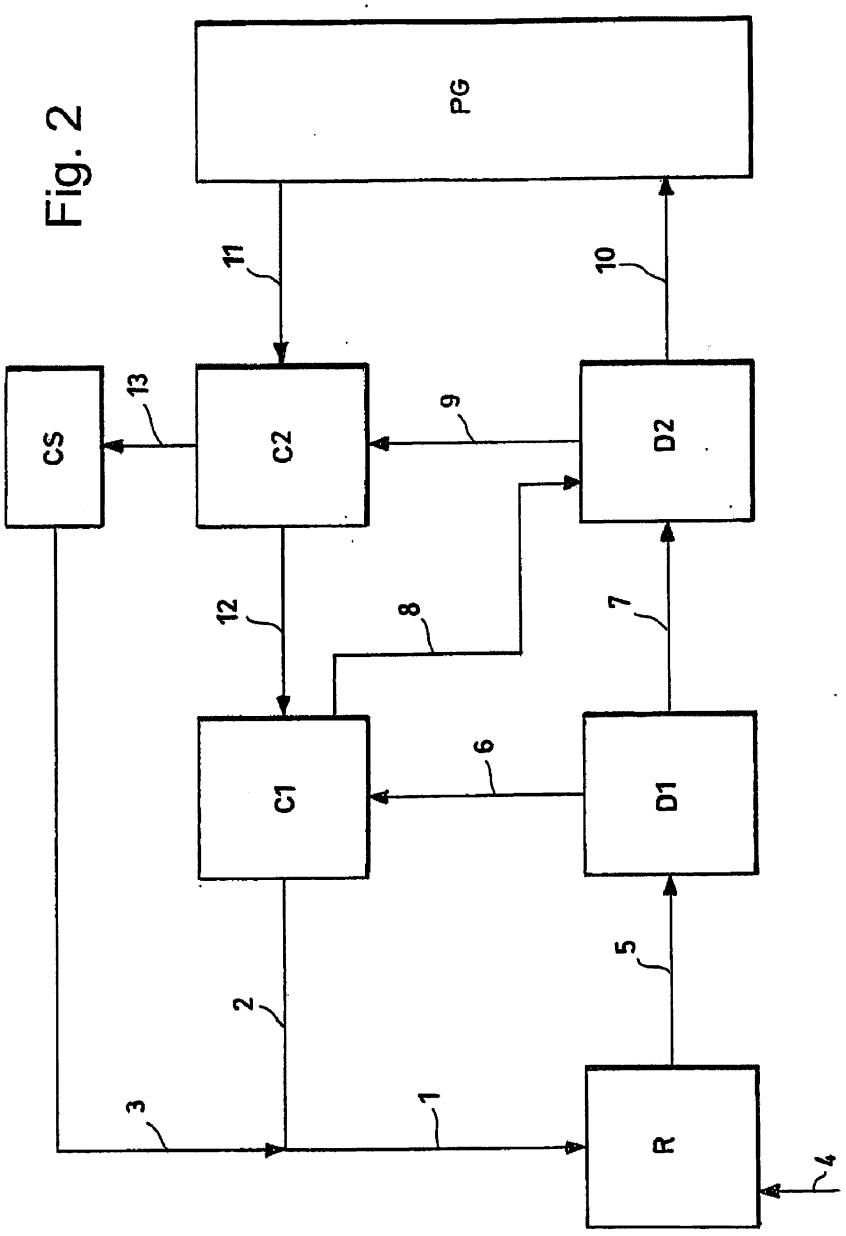


Fig.3

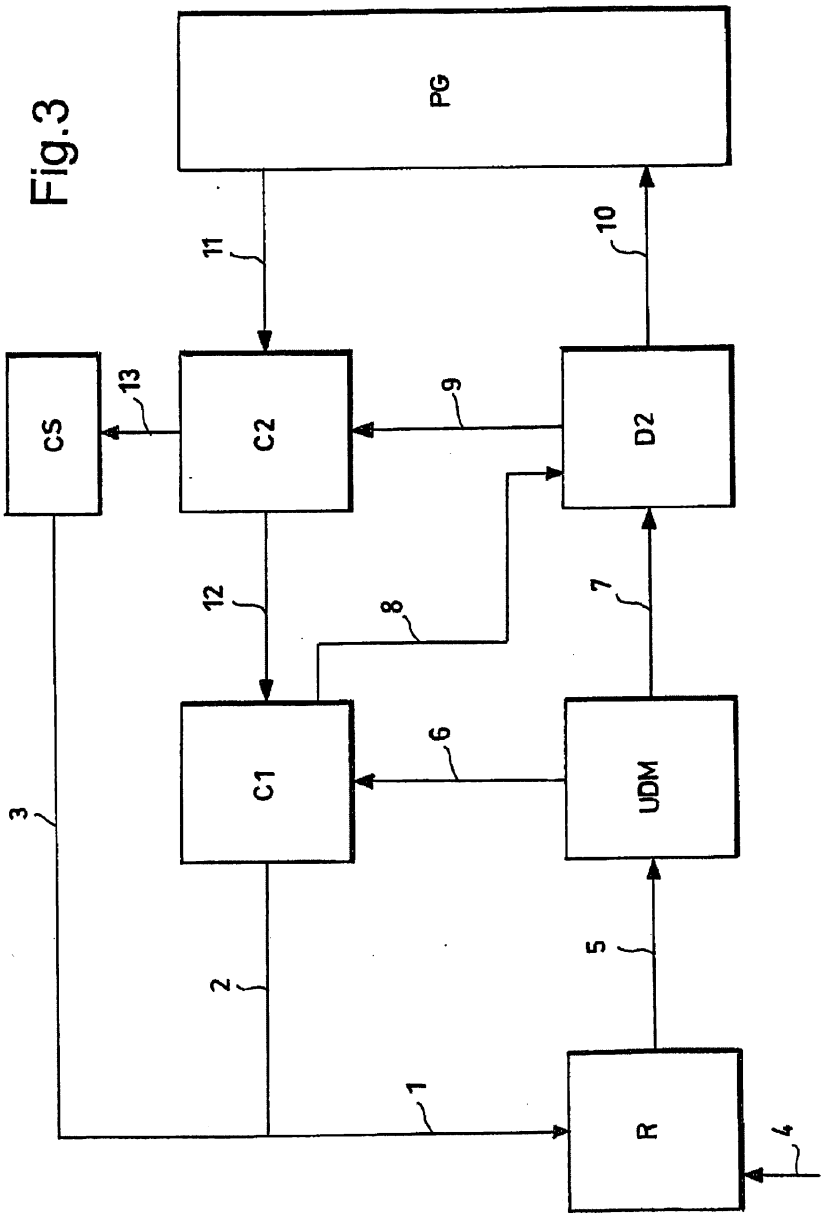
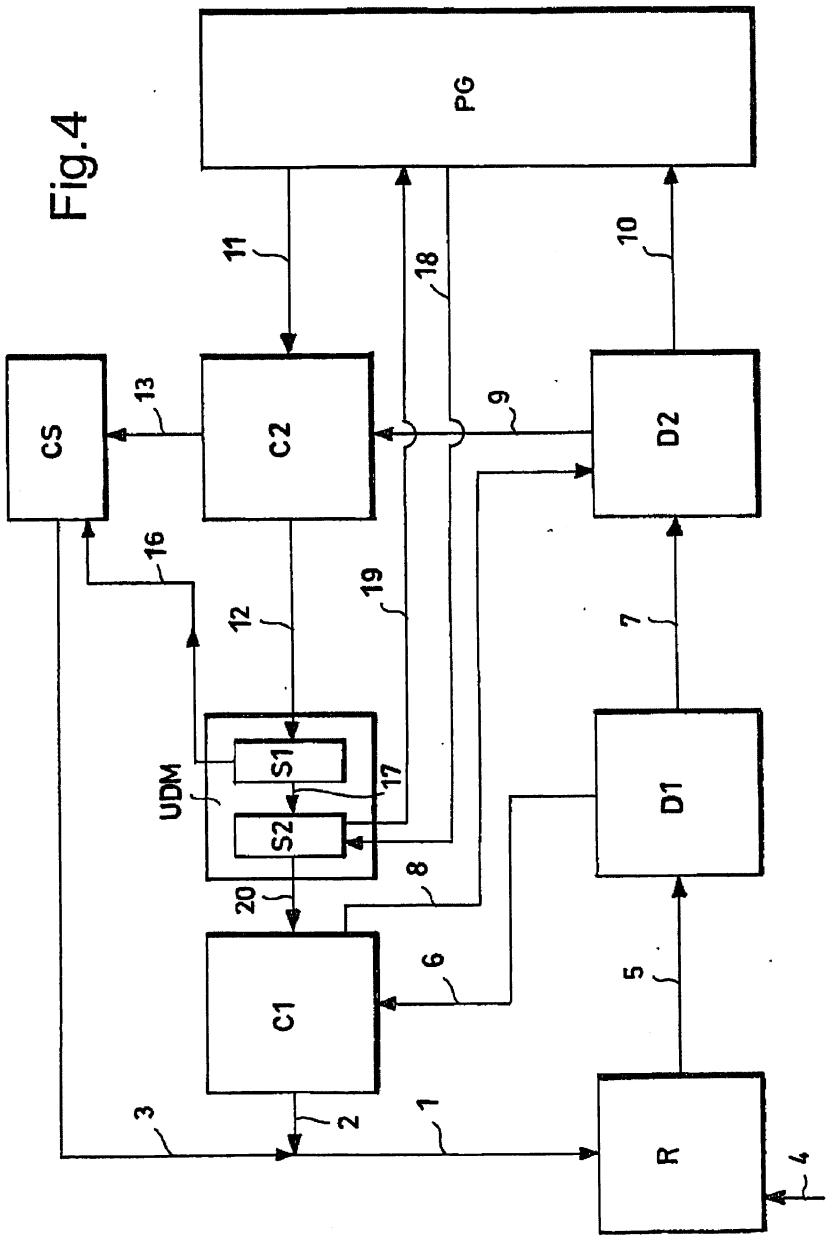



Fig.4