



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

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0024256

(51)⁷ C07C 273/04

(13) B

(21) 1-2014-02677

(22) 09/01/2013

(86) PCT/EP2013/050247 09/01/2013

(87) WO2013/104638 18/07/2013

(30) MI2012A000013 09/01/2012 IT

(45) 27/07/2020 388

(43) 25/12/2014 321A

(73) SAIPEM S.P.A. (IT)

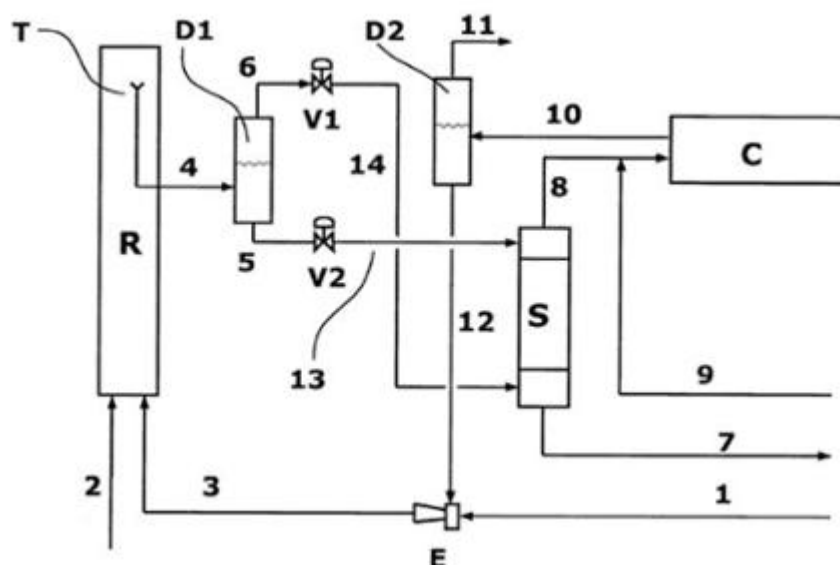
Via Martiri di Cefalonia, 67, I-20097 San Donato Milanese (Milano), Italy

(72) CARLESSI, Lino (IT); GIANAZZA, Alessandro (IT).

(74) Công ty TNHH Tâm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ URE BAO GỒM DÒNG THỤ ĐỘNG HÓA Ở ĐÁY CỦA CỘT CẮT PHẦN NHẹ, THIẾT BỊ ĐỂ THỰC HIỆN QUY TRÌNH NÀY VÀ PHƯƠNG PHÁP CẢI TIẾN QUY TRÌNH NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình điều chế trực tiếp ure từ amoniac và cacbon đioxit với khả năng chịu ăn mòn tăng, bao gồm, trong công đoạn tổng hợp áp suất cao bước phản ứng trong lò phản ứng thẳng đứng (R) được cấp ít nhất một luồng cacbon đioxit mới chứa tác nhân thụ động hóa và công đoạn phân hủy - cắt phần nhẹ của các chất tham gia phản ứng chưa được chuyển hóa, trong đó hỗn hợp khí-lỏng được thu gom ở phần đầu của lò phản ứng được phân tách vào trong luồng khí và dòng chất lỏng được cấp vào phần cuối và đầu của cột cắt phần nhẹ, tương ứng. Sáng chế cũng đề cập đến thiết bị để thực hiện quy trình này và phương pháp cải tiến quy trình này.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình tổng hợp ure cải tiến, bao gồm dòng thụ động hóa ở đáy của cột cất phân nhẹ, thiết bị để thực hiện quy trình này và phương pháp cải tiến quy trình này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Cụ thể, đã biết các quy trình khác nhau trong lĩnh vực kỹ thuật để sản xuất ure.

Việc tổng hợp ure được thực hiện bằng cách cho amoniac phản ứng với cacbon đioxit ở áp suất và nhiệt độ cao, sau đó tách ure rời khỏi hỗn hợp chứa sản phẩm không phản ứng và tuần hoàn chúng vào lò phản ứng.

Tất cả các quy trình công nghiệp để điều chế ure vì thế dựa vào sự tổng hợp trực tiếp theo phản ứng sau:



Việc tổng hợp này được thực hiện trong phản ứng bao gồm hai bước khác nhau:



Tuy nhiên, ở bước thứ nhất (1a), phản ứng cân bằng tỏa nhiệt diễn ra, có tốc độ phản ứng cao ở nhiệt độ trong phòng, mà ở nhiệt độ cao cần thiết cho bước (1b), yêu cầu áp suất cao để đạt được sự cân bằng có lợi.

Ở bước thứ hai (1b), phản ứng thu nhiệt diễn ra, mà chỉ đạt tới tốc độ đáng kể ở nhiệt độ cao ($> 150^\circ\text{C}$) với trạng thái cân bằng ở nhiệt độ 185°C , bắt đầu từ hỗn hợp của các chất tham gia phản ứng ở hệ số tỷ lệ, dẫn tới sự chuyển hóa CO_2 hơi trên 50%. Sự chuyển hóa không thỏa mãn này có thể thường được tăng lên bằng cách nâng tỷ lệ NH_3/CO_2 .

Phản ứng bao gồm hai bước được đề cập ở trên không thường diễn ra ở các vùng riêng biệt của lò phản ứng, mà đồng thời trong hỗn hợp phản ứng, hỗn hợp này vì

thể bao gồm ure, nước, amoniac, cacbon đioxit và amoni carbamat, với nồng độ tương đối, ở các vùng khác nhau của lò phản ứng, phụ thuộc vào các yếu tố nhiệt động học và động lực khác nhau góp phần vào quy trình.

Quy trình để thu được ure bằng cách tổng hợp trực tiếp bắt đầu từ amoniac và cacbon đioxit được mô tả rộng rãi trong tài liệu cụ thể trong lĩnh vực. Việc xem xét bao quát các quy trình thông thường nhất để sản xuất ure có thể được phát hiện, ví dụ, trong công bố “Encyclopaedia of Chemical Technology” Ed. Kirk-Othmer, Wiley Interscience, third ed. (1983), tập 23, các trang từ 548 đến 575.

Quy trình công nghiệp để sản xuất ure, thường thực hiện việc tổng hợp trong lò phản ứng được cấp NH_3 , CO_2 và dung dịch nước của amoni cacbonat và/hoặc carbamat đến từ dòng tuần hoàn của các chất tham gia phản ứng chưa được chuyển hóa, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 150°C đến 215°C , ở áp suất ít nhất bằng 13,2 MPa (130 atm), với tỷ lệ mol NH_3/CO_2 nằm trong khoảng từ 2,5 đến 5, được tính toán so với tổng dòng cấp, bao gồm amoniac và CO_2 ở dạng amoni carbamat/carbonat. Ngoài nước được tạo ra và lượng dư NH_3 được cấp, lưu lượng ra của lò phản ứng vẫn có lượng đáng kể CO_2 , chủ yếu ở dạng amoni carbamat không được chuyển hóa.

Một khía cạnh chủ yếu để đạt được sự chuyển hóa tối ưu cũng là sự kiểm soát mức nhiệt trong lò phản ứng, do cả ở nhiệt độ quá cao và quá thấp dẫn đến việc giảm sự chuyển hóa do sự cạnh tranh của yếu tố hóa học và nhiệt động khác nhau.

Việc phân tách ure từ nước và các chất tham gia phản ứng chưa được chuyển hóa được thực hiện trong vài phần vận hành ở nhiệt độ và áp suất giảm, trong đó sự phân hủy của amoni carbamat thành NH_3 và CO_2 được thực hiện, mà sau đó có thể sẵn sàng để tuần hoàn vào lò phản ứng. Đoạn để tách và tuần hoàn carbamat có chi phí đầu tư ảnh hưởng nặng nề đến giá thành của thành phẩm.

Các quy trình đã biết vận hành theo sơ đồ chung nêu trên, ví dụ, được mô tả trong các patent Mỹ số US 4.092.358, US 4.208.347, US 4.801.745 và US 4.354.040.

Cụ thể, ure chứa trong dung dịch nước rời khỏi lò phản ứng được phân tách từ hầu hết amoni carbamat không biến đổi và amoniac dư được sử dụng trong việc tổng hợp, trong thiết bị phân hủy-thiết bị bay hơi thích hợp (dưới đây được gọi là “cột cất phần nhẹ”, là thuật ngữ thường được sử dụng trong lĩnh vực này) vận hành ở cùng áp suất hoặc hơi thấp hơn áp suất tổng hợp.

Sự phân hủy của amoni carbamat được thực hiện trong cột cất phần nhẹ cung cấp nhiệt từ bên ngoài theo cách trao đổi nhiệt gián tiếp bằng dịch lỏng ấm hơn, thường bốc hơi ở 1,8 – 3,0 MPa, có thể cất phần nhẹ sản phẩm phân hủy với khí trơ hoặc amoniac hoặc cacbon đioxit hoặc hỗn hợp của khí trơ với amoniac và/hoặc cacbon đioxit, cất phần nhẹ cũng có thể được thực hiện bằng cách cho amoniac dư hòa tan trong dung dịch ure (cất phần nhẹ cùng loại) và do đó không cần phải cấp riêng rẽ tác nhân cất phần nhẹ.

Các sản phẩm phân hủy của carbamat, cùng với tác nhân cất phần nhẹ có thể, với sự ngoại trừ sản phẩm trơ, mà thường được ngưng tụ trong thiết bị ngưng tụ, thu được chất lỏng mà được tuần hoàn vào các lò phản ứng tổng hợp.

Các tài liệu khác mà có thể được đề cập nhằm mục đích tham khảo là US 4.314.077, GB 1.184.004, GB 1.292.515, US 3.984.469, US 4.137.262, DE 2.116.267, FR 2.489323, tất cả đều mô tả quy trình sản xuất ure với các đặc điểm được đề cập ở trên.

Các bước đặc biệt chi tiết trong quy trình tổng hợp ure là các bước trong đó amoni carbamat có mặt ở nồng độ và nhiệt độ cao nhất và do đó trong các quy trình được đề cập ở trên, các bước này trùng khớp với sự phân hủy - cất phần nhẹ và các bước ngưng tụ amoni carbamat.

Một trong các vấn đề cần được giải quyết trong các bước này là sự ăn mòn của thiết bị được sử dụng, được gây ra bởi các đặc điểm ăn mòn quá mức diễn ra bên trong đó, do cả sự có mặt của nồng độ cao của dung dịch nước muối và cũng như kết quả của hiện tượng ứng suất cơ học của các bề mặt ở các vùng phân hủy và giải phóng ure của pha khí.

Để khắc phục các nhược điểm này, lĩnh vực kỹ thuật đã biết gợi ý, ví dụ, việc sử dụng các vật liệu chuyên dụng trong việc tạo ra cột cất phần nhẹ, cụ thể Ti, Zr, thép không gỉ loại ure chuyên dụng hoặc tổ hợp của chúng. Cũng theo tình trạng kỹ thuật, có lợi là cấp lượng khí hoặc tác nhân thụ động hóa khác, để kéo dài tính chịu ăn mòn của các vật liệu, đặc biệt là thép không gỉ, ưu tiên sự tạo thành lớp oxit bền trên các bề mặt tiếp xúc với các chất lỏng xử lý.

Cụ thể, sáng chế thuộc lĩnh vực chuyên dụng về thiết bị để tổng hợp ure với cất phần nhẹ bằng amoniac, tức là ở các thiết bị, trong đó hoạt động cất phần nhẹ trong cột

cát phần nhẹ, trong đó sự phân hủy carbamat diễn ra, được tạo điều kiện thuận lợi bởi amoniac có mặt trong dung dịch tổng hợp và/hoặc bằng cách cấp amoniac nhằm mục đích này.

Hiện nay, trong loại thiết bị này, để tác động đến sự thụ động hóa của cột cát phần nhẹ (đặc biệt là nếu các bề mặt bị ăn mòn được làm bằng titan hoặc thép không gỉ), thì lượng khí được bổ sung ở phần dưới của cột cát phần nhẹ. Việc bổ sung này được thực hiện bằng cách bơm không khí chuyên dụng bằng cách sử dụng thiết bị nén được chuẩn bị rõ ràng nhằm mục đích này. Trong các công đoạn khác của chu trình tổng hợp ure áp suất cao mà yêu cầu sự thụ động hóa, sự thụ động hóa này được thực hiện, ngược lại, một lần nữa với không khí, mà được trộn trong pha hút của thiết bị nén CO₂ và được chuyển qua thiết bị nén đến lò phản ứng ure. Khí mà không tham gia vào phản ứng thụ động hóa trong lò phản ứng, rời khỏi lò phản ứng cùng với hỗn hợp phản ứng và được chuyển đến phần trên của cột cát phần nhẹ, sau đó đi đến thiết bị ngưng tụ carbamat và từ đây đến thiết bị tách carbamat, vì thế cho phép chu trình tổng hợp đi qua van được dự định để kiểm soát áp suất của chính chu trình đó, cũng thường được sử dụng để thanh lọc sản phẩm trở.

Trong cách này, khí tác động đến sự thụ động hóa trên các bề mặt của thiết bị mà nó va chạm, mà nếu không thì sẽ chịu các xử lý ăn mòn.

Xét đến các nội dung được xác định ở trên, tức là thực tế là khí thụ động hóa được chuyển từ lò phản ứng đến phần trên của cột cát phần nhẹ, đáy của cột cát phần nhẹ được loại trừ khỏi tác động thụ động hóa gây ra bởi khí này, mà được trộn trong suốt pha hút của thiết bị nén CO₂ và được chuyển đến lò phản ứng qua thiết bị nén.

Vì lý do này, lĩnh vực kỹ thuật đã biết mô tả ảnh hưởng cần thiết của việc phụt không khí đặc trưng ở đáy của cột cát phần nhẹ bằng các thiết bị nén được chuẩn bị rõ ràng nhằm mục đích này.

Tuy nhiên, giải pháp này cần thêm thiết bị chuyên dụng, tức là các thiết bị nén, mà, ngoài việc tốn chi phí, cũng cần cả sự can thiệp bảo trì định kỳ.

Các quy trình khác được đề xuất để cấp tác nhân thụ động hóa (cụ thể là khí hoặc oxy ở các nồng độ thấp), có xu hướng tránh sử dụng thêm phương tiện bơm cao áp, như, ví dụ, sơ đồ được mô tả trong đơn yêu cầu cấp bằng sáng chế số WO08/141832, trong đó một phần cacbon đioxit mới chứa không khí thụ động hóa

được cấp, sau khi nén, xuống đáy của cột cát phần nhẹ, trong đó nó gây ra tác động thụ động hóa trên các bề mặt hầu như bị ăn mòn.

Mặc dù cách thức này tránh phải sử dụng đến việc bơm không khí thụ động hóa riêng rẽ, tuy nhiên nó yêu cầu sự kiểm soát chặt chẽ các điều kiện xử lý trong chu trình tổng hợp với việc cất phần nhẹ cùng loại được dựa trên NH_3 , do lượng giảm của CO_2 được chuyển đến lò phản ứng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Hiện nay quy trình được phát hiện bởi chủ đơn khắc phục được các nhược điểm nêu trên, cụ thể là trong tình trạng kỹ thuật, ở cùng thời điểm còn tối ưu hóa quy trình tổng hợp ure.

Mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình điều chế ure cải tiến từ amoniac và cacbon đioxit, ở áp suất và nhiệt độ cao, với sự tạo thành amoni carbamat làm sản phẩm trung gian, mà bao gồm công đoạn tổng hợp bao gồm các bước sau:

(i) cho amoniac phản ứng với cacbon đioxit ở áp suất tổng cộng nằm trong khoảng từ 12 đến 20 MPa, với tỷ lệ mol NH_3/CO_2 , nguyên dạng hoặc ở dạng amoni carbamat, nằm trong khoảng từ 2,1 đến 6, tốt hơn từ 2,8 đến 4,5, ở bước phản ứng được thực hiện ở trong lò phản ứng thẳng đứng thích hợp R được cấp ít nhất một luồng amoniac và ít nhất một luồng cacbon đioxit mới chứa tác nhân thụ động hóa với lượng mà hàm lượng oxy đương lượng của nó ít nhất là 0,1%, tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,15% đến 0,30% theo số mol so với số mol cacbon đioxit, với sự tạo thành hỗn hợp chất lỏng thứ nhất chứa ure, amoni carbamat, nước và amoniac, cân bằng chất lỏng/hơi với pha khí chứa ít nhất một phần tác nhân thụ động hóa;

(ii) chuyển hỗn hợp chất lỏng thứ nhất này đến ít nhất một công đoạn phân hủy - cất phần nhẹ được thực hiện ở trong máy thẳng đứng thích hợp, được gọi là cột cất phần nhẹ (S), vận hành ở áp suất ít nhất bằng 0,1 MPa, tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,2 đến 2,0 MPa, tốt hơn nữa từ 0,5 đến 1,5 MPa, thấp hơn áp suất của bước phản ứng (i) này;

(iii) gia nhiệt hỗn hợp chất lỏng thứ nhất ở công đoạn phân hủy - cất phần nhẹ, để tiến hành phân hủy một phần amoni carbamat thành amoniac và cacbon đioxit và đồng thời cho hỗn hợp chất lỏng cất phần nhẹ, tốt hơn bằng cách sử dụng amoniac làm

khí cất phần nhẹ, với sự tạo thành hỗn hợp khí thứ nhất chứa amoniac và cacbon đioxit và hỗn hợp chất lỏng thứ hai chứa ure, nước, amoniac và một phần của amoni carbamat không bị phân hủy;

(iv) chuyển ít nhất một phần, tốt hơn toàn bộ, hỗn hợp khí thứ nhất này đến ít nhất một bước ngưng tụ, vận hành cơ bản ở cùng áp suất như bước phân hủy - cất phần nhẹ (iii) và ngưng tụ pha khí được chuyển đến với sự tạo thành hỗn hợp chất lỏng thứ ba chứa amoni carbamat, nước và amoniac;

(v) chuyển hỗn hợp chất lỏng thứ ba và một phần còn lại có thể của hỗn hợp khí thứ nhất này sang bước phản ứng (i);

khác biệt ở chỗ: ít nhất một phần pha khí này cân bằng với hỗn hợp chất lỏng thứ nhất của bước (i), được phân tách trong thiết bị tách khí - chất lỏng (D1) được bố trí dưới lò phản ứng (R) và vận hành cơ bản ở cùng áp suất, để tạo ra hỗn hợp khí thứ hai chứa tác nhân thụ động hóa, mà được cấp vào phần dưới của cột cất phần nhẹ (S).

Mục đích khác của sáng chế là đề xuất bộ phận của thiết bị để sản xuất ure bằng cách tổng hợp trực tiếp từ amoniac và cacbon đioxit, thích hợp để thực hiện quy trình được cải tiến nêu trên. Ngoài ra, sáng chế cũng đề xuất phương pháp cải tiến quy trình này.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Fig.1 thể hiện quy trình tổng hợp ure ở áp suất và nhiệt độ cao theo một phương án ưu tiên của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trong sáng chế, thuật ngữ “gia nhiệt hoặc được gia nhiệt” để chỉ luồng hoặc hỗn hợp chất lỏng và/hoặc khí, cho thấy rằng luồng hoặc hỗn hợp này được xử lý ở nhiệt độ cao.

Theo quy trình của sáng chế, quy trình này thường được thực hiện liên tục, trong thiết bị hoặc bộ phận thích hợp của thiết bị, amoniac và cacbon đioxit mới liên tục được cấp vào thiết bị để cân bằng lượng tương ứng của chất phản ứng được sử dụng để tạo thành ure, ure thu được ở cửa xả của cuối các công đoạn tách và tinh chế của thiết bị. Amoni ac và cacbon đioxit không được chuyển hóa thành trong phần phản ứng, hầu như được thu hồi hoàn toàn trong các bước tách tiếp theo ở áp suất giảm và

tuần hoàn hoàn toàn vào phần phản ứng. Quy trình theo sáng chế vì thế được gọi là kiểu “tuần hoàn hoàn toàn”.

Tất cả máy móc tiếp xúc với hỗn hợp ăn mòn chứa amoniac, nước, amoni carbamat và cacbon đioxit, nguyên dạng hoặc được trộn với nhau, thường bao gồm hoặc được phủ bằng kim loại hoặc hợp kim chống ăn mòn theo tiêu chuẩn xây dựng thông thường của loại thiết bị này, được biết rõ bởi người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực này. Cụ thể, các thành kim loại tiếp xúc với các hỗn hợp ăn mòn này tốt hơn được làm bằng titan hoặc zirconi hoặc hợp kim của chúng hoặc một trong các thép không gỉ thích hợp đã biết với người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực này, như, ví dụ, thép AISI316L (loại ure), thép không gỉ 25/22/2 Cr/Ni/Mo, thép austenit-ferit chuyên dụng, thép austenit ferit thấp, v.v.. Như đã đề cập ở trên, các vật liệu này, đặc biệt là thép không gỉ, đặc biệt chịu được tác động ăn mòn của muối như amoni carbamat ở áp suất và nhiệt độ cao, khi nó có thể tạo ra và duy trì trên bề mặt của chúng lớp mỏng (thường có độ dày nhỏ hơn 1 micromet) của oxit bền và vì thế, trong suốt quá trình, chúng yêu cầu sự có mặt không đổi của lượng thích hợp của tác nhân thụ động hóa, tức là chất chống oxy hóa, mà hạn chế sự thoái biến của oxit bề mặt và có thể khôi phục sự có mặt của nó.

Amoni mới có thể được cấp trực tiếp vào bước phản ứng (i) nhưng tốt hơn nó được sử dụng, ít nhất một phần, là chất lỏng động cơ trong một hoặc nhiều ống phun, để cung cấp lực đẩy cần thiết để chuyển, theo bước (v), hỗn hợp chất lỏng thứ ba chứa amoni carbamat thu được từ bước ngưng tụ (iv). Trong thiết bị liên tục để thực hiện quy trình theo sáng chế, luồng amoni mới, thường được trộn với một phần của amoni tuần hoàn, tốt hơn được nén ở áp suất nằm trong khoảng từ 2 đến 10 MPa cao hơn áp suất của lò phản ứng và được gia nhiệt đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30°C đến 130°C, tốt hơn nữa từ 80°C đến 120°C, theo thông số đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này và sau đó được cấp vào ống phun nơi mà nó chặn và cuốn hỗn hợp chất lỏng thứ ba. Dưới các điều kiện áp suất và nhiệt độ nêu trên, amoni, nguyên dạng hoặc được trộn với nước hoặc amoni carbamat, thường ở trạng thái lỏng.

Theo một phương án hoặc đồng thời sử dụng trong ống phun, amoni mới có thể được chuyển một phần (tốt hơn không quá 30% trọng lượng) sang cột cất phân nhẹ làm chất lỏng cất phân nhẹ, ngoài những gì được tạo ra tại chỗ (*in situ*) bằng cách cho

bay hơi từ hỗn hợp chất lỏng thứ nhất và/hoặc được chuyển trực tiếp đến thiết bị ngưng tụ.

Trong quy trình theo sáng chế, trong đó, ở bước phản ứng (i), lượng amoniac dư được sử dụng so với hệ số tỷ lệ lượng với cacbon đioxit cần để sản xuất amoni carbamat và, sau đó, ure (2/1 theo số mol), luồng rời khỏi lò phản ứng và, thông thường, hầu hết dòng chất lỏng được tạo ra trong quy trình, thường chứa amoniac dư. Trong bản mô tả sáng chế, khi nói đến hỗn hợp của các luồng và các hỗn hợp chất lỏng này, thường giả thiết rằng tất cả cacbon đioxit là ở dạng amoni carbamat và lượng amoniac dư ở dạng amoniac tự do hoặc, đơn giản hơn, amoniac.

Theo sáng chế, CO₂ mới tốt hơn được cấp trực tiếp vào lò phản ứng, thậm chí nếu có các biến thể của quy trình trong đó lên đến 50% CO₂ có thể được cấp vào các bước xử lý khác, thiết bị ngưng tụ này và một hoặc nhiều bước tách các chất tham gia phản ứng chưa được chuyển hóa.

Luồng CO₂ mới được cấp vào lò phản ứng có nhiệt độ thường nằm trong khoảng từ 100°C đến 200°C, tốt hơn từ 110°C đến 140°C. Nhiệt độ này tốt hơn đạt được mà không cần cung cấp nhiệt bên ngoài, mà sử dụng nhiệt tạo ra ở bước nén, theo các kỹ thuật đã biết.

Theo sáng chế, CO₂ mới được chuyển đến lò phản ứng chứa tác nhân thụ động hóa với lượng mà hàm lượng đương lượng O₂ của nó tính theo số mol ít nhất bằng 0,1%, tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,15% đến 0,30 % tính theo số mol cacbon đioxit. Tác nhân thụ động hóa này thường là chất chống oxy hóa mà có thể tốt hơn được chọn từ không khí, oxy, ozon, không khí được làm giàu O₂, hydro peroxit hoặc hỗn hợp của chúng, tốt hơn không khí hoặc không khí giàu oxy. Tác nhân thụ động hóa này được bổ sung một cách thích hợp vào CO₂ cấp mới trước hoặc trong khi trước hết của pha nén thông thường để cho khí chịu áp suất vận hành của lò phản ứng.

Khi tác nhân thụ động hóa bao gồm khí hoặc không khí được làm giàu, lượng khí trơ nhất định (như nitơ, argon, v.v.) cũng có thể được đưa vào lò phản ứng và được bổ sung vào lò có thể tồn tại ở dạng tạp chất trong amoniac, như metan hoặc hydro. Các khí này, thậm chí nếu lượng tương đối nhỏ, có thể cơ lợi là có vai trò đáng kể trong sự điều chỉnh sự cân bằng chất lỏng/hơi và làm chất lỏng cuốn hạt bổ sung trong các hoạt động bay hơi và cất phần nhẹ.

Thuật ngữ “hàm lượng đương lượng O_2 ”, như được sử dụng ở đây để chỉ tác nhân thụ động hóa, xác định lượng O_2 theo số mol nên được sử dụng thay vì tác nhân thụ động hóa để đạt được sự chuyển hóa tương tự trong phản ứng oxy hóa khử. Nó tương ứng với số mol O_2 trong trường hợp không khí và oxy và với nửa số mol H_2O_2 và $3/2$ số mol ozon.

Quy trình theo sáng chế tốt hơn bao gồm pha tổng hợp ure, trong đó tỷ lệ mol amoniac/cacbon đioxit ở bước phản ứng nằm trong khoảng từ 2,8 đến 4,5, tốt hơn nữa từ 3,0 đến 4,0. Như được biết, tỷ lệ này không tương ứng với tỷ lệ mol giữa NH_3 và CO_2 khi chúng được cấp mới, là khoảng 2 (tương ứng với giá trị hệ số tỷ lệ theo phản ứng (1)) trong quy trình tuần hoàn hoàn toàn điển hình. Lò phản ứng tổng hợp thường vận hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 150 đến 215°C, tốt hơn từ 160 đến 195°C và ở áp suất nằm trong khoảng từ 12 đến 20 MPa, tốt hơn từ 14 đến 18 MPa. Việc điều chỉnh nhiệt độ của lò phản ứng đến giá trị mong muốn có thể được tác động theo một trong các phương pháp đã biết trong lĩnh vực, ví dụ, ngoài việc gia nhiệt được đề cập ở trên đối với dòng amoniac và/hoặc cacbon đioxit trong khi cấp, bằng cách cung cấp lò phản ứng có khả năng chịu gia nhiệt hoặc bằng cách chuyển một phần của khí rời khỏi cột cất phần nhẹ trực tiếp đến lò phản ứng.

Lò phản ứng thẳng đứng thường có thân hình trụ mà được chia, ở phần trong của nó, thành các bộ phận xếp chồng mà thông nhau bằng các loại tấm khác nhau, được chọn từ các loại được biết trong lĩnh vực kỹ thuật này, để thu được điều kiện lưu lượng cơ bản tối ưu, cũng có mặt trong hệ thống hai pha.

Lò phản ứng cũng có thể có các vùng phản ứng khác nhau, được nối thông một cách thích hợp với nhau, có thể có các luồng cấp khác nhau.

Lò phản ứng phải có chất lỏng được giữ lại mà như để cho phép thời gian lưu trong cùng khoảng từ vài phút đến vài chục phút, để cho phép amoni carbamat, được tạo ra bằng cách cho amoniac phản ứng với cacbon đioxit ở bước ngưng tụ và/hoặc trong cùng một lò phản ứng, để khử nước cho ure cho đến khi đạt được chế phẩm cân bằng.

Hỗn hợp phản ứng được thu gom từ phần trên của lò phản ứng, thường bằng ống thoát nước (T) được nối với ống dẫn xuống, ít nhất một phần, bên trong lò phản

ứng, sao cho không cần vách ngăn dày áp suất cao, sau đó rời khỏi lò phản ứng ở độ cao thích hợp để được nối với thiết bị tách khí - chất lỏng D1.

Dưới các điều kiện được đề cập ở trên, amoniac, cacbon đioxit và amoni cacbonat được cấp hỗn hợp chất lỏng thứ ba hoặc được tạo ra trong lò phản ứng theo phản ứng (Ia), phản ứng với ure tạo thành, mà mức chuyển hóa cân bằng của nó trong trường hợp bất kỳ không vượt quá 80% và thường thấp hơn 70% năng suất theo tính toán so với CO₂. Vì thế, do hỗn hợp hai pha được tạo ra ở phần trên của lò phản ứng (R), bao gồm hỗn hợp chất lỏng cân bằng thứ nhất với pha khí chứa ít nhất một phần tác nhân thụ động hóa. Có thể điều chỉnh lượng tương đối của chất khí và chất lỏng có mặt ở mức cân bằng trong lò phản ứng, theo các thông số lý - hóa được biết bởi người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực này, tùy thuộc vào điều kiện áp suất và nhiệt độ của lò phản ứng và hợp phần của hỗn hợp hai pha, nhờ vậy xác định lượng pha khí thích hợp nhất sẵn có để được chuyển là hỗn hợp khí thứ hai đến bước tách và cất phần nhẹ sau đó.

Theo khía cạnh được ưu tiên không nhằm giới hạn sáng chế, hỗn hợp hai pha được thu gom từ lò phản ứng bằng ống thoát nước, bao gồm lượng pha khí không cao hơn 5% trọng lượng, tốt hơn nữa từ 1% đến 4% trọng lượng so với trọng lượng của pha lỏng. Tuy nhiên, theo khía cạnh khác của sáng chế, nhờ sự vận hành lò phản ứng với mức nhiệt cao hơn (nhiệt độ ở phần đầu nằm trong khoảng từ 190°C đến 200°C), pha khí cũng có thể thu được với lượng lên đến 10% trọng lượng so với trọng lượng của pha lỏng, đặc biệt nếu pha khí thứ hai được chuyển đến đáy của cột cất phần nhẹ (S), ngoài chức năng thụ động hóa, tác nhân cất phần nhẹ có chức năng bổ sung được khai thác.

Thuật ngữ “tác nhân thụ động hóa” như được sử dụng trong sáng chế và yêu cầu bảo hộ dùng để chỉ cả hai tác nhân thụ động hóa được đưa vào ở bước (i) với luồng cacbon đioxit mới và sản phẩm oxy hóa/thụ động hóa bắt nguồn giống nhau, như, ví dụ, oxy bắt nguồn từ sự phân hủy ozon hoặc peroxit ban đầu được cấp vào lò phản ứng.

Ưu điểm cơ bản của quy trình được cải tiến theo sáng chế, là cho phép tối ưu hóa khả năng vận hành của cột cất phần nhẹ, mà không phải sử dụng đến việc bơm bổ

sung tác nhân thụ động hóa và đồng thời điều chỉnh liều lượng của nó ở phần dưới của cột cất phân nhẹ.

Thứ hai, quy trình này cho phép tác nhân thụ động hóa chảy xuống phần dưới của cột cất phân nhẹ và các điều kiện vận hành của bước tách nằm sau lò phản ứng, được điều chỉnh đơn giản và hiệu quả, thông qua việc điều chỉnh chênh lệch áp suất giữa bước phản ứng (i) và bước phân hủy và cất phân nhẹ (iii). Điều này tốt hơn đạt được với việc sử dụng kết hợp hai van giảm áp (hạ áp) nằm phía dưới thiết bị tách D1.

Quy trình theo sáng chế cũng có lợi là được thực hiện một cách dễ dàng và bất ngờ bằng cách áp dụng một vài cải biến đơn giản với thiết bị truyền thống hiện hành, miễn là nó có bước cất phân nhẹ áp suất cao. Cụ thể, thiết bị được cải biến đủ để chuyển sang bước cất phân nhẹ, luồng khí tách rời khỏi lưu lượng ra của lò phản ứng và được điều chỉnh, bằng van, ở áp suất hơi thấp hơn áp suất trước đó.

Lợi điểm nữa là có thể sử dụng các cột cất phân nhẹ được làm bằng vật liệu thép chịu ure bất kỳ.

Theo sáng chế, hỗn hợp hai pha này rời khỏi lò phản ứng, tốt hơn thông qua ống thoát nước, được chuyển đến thiết bị tách pha khí-lỏng, ở đó pha khí được phân tách từ chất lỏng và được cấp thành hỗn hợp khí thứ hai đến một phần dưới của cột cất phân nhẹ thẳng đứng (S), trong khi hỗn hợp chất lỏng còn lại, tạo ra hỗn hợp chất lỏng thứ nhất, được cấp đến vùng trên của cùng cột cất phân nhẹ.

Hỗn hợp (hoặc luồng) khí thứ hai bao gồm ít nhất một phần tác nhân thụ động hóa, tốt hơn nằm trong khoảng từ 60% đến 100%, tốt hơn nữa từ 60% đến 95% (thường là oxy ở bước này), phần còn lại được hòa tan trong hỗn hợp chất lỏng thứ nhất được cấp vào phần đầu của cột cất phân nhẹ. Tuy nhiên, hỗn hợp khí thứ hai này không nhất thiết có cùng thành phần như pha khí có mặt trong lò phản ứng, nhưng thành phần tương ứng ở trạng thái cân bằng được tạo ra trong thiết bị tách (D1).

Ngoài tác nhân thụ động hóa, hỗn hợp khí thứ hai bao gồm hầu hết khí trơ, như nitơ, argon và các lượng vết của metan hoặc hydro, được đưa vào trong quy trình theo các cách khác nhau, ví dụ với không khí thụ động hóa hoặc là tạp chất trong khí cấp. Lượng khí trơ bổ sung cũng có thể được đưa vào làm khí cất phân nhẹ. Hỗn hợp khí thứ hai cũng chứa một phần phổ biến của amoniac thể khí, ngoài lượng nhỏ CO₂ và có thể là hơi nước.

Hỗn hợp khí thứ hai này được thu gom từ thiết bị tách D1 và được cấp vào phần dưới của cột cất phần nhẹ (S) tốt hơn có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 170°C đến 200°C và tạo ra tỷ lệ % trọng lượng không lớn hơn 5%, tốt hơn nữa từ 1% đến 4% trọng lượng, so với trọng lượng của hỗn hợp chất lỏng thứ nhất được cấp vào phần trên của cột cất phần nhẹ.

Thiết bị tách khí - chất lỏng (D1) là loại thường được sử dụng trong lĩnh vực kỹ thuật nhằm mục đích này và có một thân hình trụ rỗng có đường kính tương đối nhỏ, đủ để cho phép chai lớp các pha. Hỗn hợp hai pha đi ra khỏi lò phản ứng được cấp ở chiều cao trung gian mà có thể lưng chừng trên hoặc dưới mức chất lỏng, mà được điều chỉnh một cách thích hợp bằng van (V2) được định vị trên dòng chất lỏng, phía dưới thiết bị tách. Hỗn hợp khí được thu gom từ vùng trên và hỗn hợp chất lỏng từ vùng đáy.

Theo sáng chế, để được chuyển đến công đoạn phân hủy - cất phần nhẹ (iii), cả hỗn hợp chất lỏng thứ nhất và hỗn hợp khí thứ hai đều được giảm áp đến áp suất vận hành của cột cất phần nhẹ (S), khác với áp suất của bước phản ứng theo những gì được xác định ở trên theo bước (ii). Điều này đạt được một cách thích hợp thông qua việc cho mỗi hỗn hợp (hoặc luồng) trên qua thiết bị giảm áp, tốt hơn là van.

Cụ thể, áp suất và tốc độ chảy của hỗn hợp khí thứ hai được cấp vào phần dưới (phần đáy) của cột cất phần nhẹ được điều chỉnh bằng van thứ nhất (V1) và do đó tạo thành chênh lệch áp suất giữa lò phản ứng và cột cất phần nhẹ.

Mặt khác, tốc độ chảy của dòng chất lỏng thứ nhất và do đó mức chất lỏng trong thiết bị tách (D1) được điều chỉnh bằng van thứ hai (V2).

Người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực này có thể kiểm soát và điều chỉnh một cách thích hợp lượng hỗn hợp khí được cấp vào đáy của cột cất phần nhẹ, bằng việc sử dụng kết hợp hai van nêu trên, vì thế tối ưu hóa sự thực thi công đoạn phân hủy - cất phần nhẹ (iii). Van thích hợp cho chức năng này, như, ví dụ, van bướm, được sản xuất thích hợp và được định kích thước liên quan đến lưu lượng, áp suất vận hành và bản chất của dịch lỏng tham gia, có bán trên thị trường và có thể được phát hiện bởi người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực này.

Theo sáng chế, công đoạn phân hủy - cất phần nhẹ (iii) được thực hiện một cách thích hợp trong cột cất phần nhẹ thẳng đứng (S) thường được gia nhiệt bằng hơi

nước áp suất cao gián tiếp. Cột cất phần nhẹ (S) tốt hơn bao gồm buồng phân phối ở trên đầu, được định vị ở vùng trên, mà hỗn hợp chất lỏng thứ nhất được cấp vào đó và buồng thu gom được định vị ở vùng thấp hơn, mà luồng khí thứ hai được cấp vào đó, được cách quãng bởi bó ống, ở vị trí thẳng đứng khi sử dụng, sao cho hỗn hợp chất lỏng thành các dạng được xử lý bằng cách tách, hầu hết là màng lỏng đồng nhất dọc theo thành ống. Buồng phân phối thường được bố trí ở 20% đoạn trên của cột cất phần nhẹ và buồng thu gom trong 20% đoạn dưới.

Nhiệt độ của cột cất phần nhẹ thường nằm trong khoảng từ 170°C đến 210°C, tốt hơn từ 180°C đến 200°C ở phần trên, còn được gọi là đầu, trong khi nhiệt độ của cột cất phần nhẹ nằm trong khoảng từ 180°C đến 220°C, tốt hơn từ 190°C đến 210°C ở đoạn dưới, còn được gọi là đuôi. Áp suất tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,2 đến 2,0, tốt hơn nữa từ 0,5 đến 1,5 MPa thấp hơn áp suất của lò phản ứng.

Dưới các điều kiện nêu trên, amoni carbamat có xu hướng phân hủy nhanh tạo ra amoniac và cacbon đioxit, trong khi ure đã được tạo ra trong lò phản ứng giữ nguyên hầu như không thay đổi. Việc cất phần nhẹ được thực hiện bằng cách sử dụng amoniac làm khí cất phần nhẹ. Theo phương án được ưu tiên của sáng chế, công đoạn phân hủy - cất phần nhẹ được thực hiện bằng cách sử dụng, làm khí cất phần nhẹ, amoniac tương tự có mặt với lượng dư trong luồng rời khỏi lò phản ứng. Chi tiết hơn về kỹ thuật được ưu tiên này có thể được phát hiện, ví dụ, trong patent Mỹ số 3.876.696, nội dung của nó được kết hợp vào đây bằng cách viện dẫn. Kỹ thuật sau này được gọi là “cất phần nhẹ cùng loại”.

Hỗn hợp khí thứ nhất được tạo ra ở công đoạn phân hủy - cất phần nhẹ và cấp, ít nhất một phần vào bước ngưng tụ (iv) bao gồm lượng dư amoniac, ngoài CO₂ bắt nguồn từ sự phân hủy của hầu hết amoni carbamat không được chuyển hóa trong lò phản ứng và tùy ý, một lượng nhỏ nước. Nó cũng chứa khí trơ có thể và tác nhân thụ động hóa được chứa trong dòng cấp của cột cất phần nhẹ. Theo sáng chế, toàn bộ hỗn hợp khí thứ nhất tốt hơn được chuyển đến bước ngưng tụ, tuy nhiên, khi cần, người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực này có thể quyết định chuyển một phần, không quá 20%, của hỗn hợp khí này với hàm lượng nhiệt cao, trực tiếp đến lò phản ứng, để điều chỉnh sự cân bằng năng lượng của nó.

Bước ngưng tụ (iv) thường được thực hiện ở trong thiết bị ngưng tụ thích hợp,

ví dụ loại bó ống hoặc bề mặt, trong đó nhiệt ngưng tụ được sử dụng để gia nhiệt các dịch lỏng khác. Nhiệt ngưng tụ tốt hơn được sử dụng để tạo ra khí, nhưng cũng có thể được sử dụng, theo các biến thể được biết trong lĩnh vực kỹ thuật, để cung cấp nhiệt đến một trong các bước phân hủy sau đó của amoni carbamat ở áp suất trung bình hoặc thấp.

Bước ngưng tụ (iv) có thể được thực hiện ở dưới các điều kiện thông thường (nhiệt độ, áp suất và thành phần) được chấp nhận trong các quy trình đã biết, miễn là chúng như ngăn cản sự tạo thành amoni carbamat rắn trong thiết bị ngưng tụ và/hoặc trong dòng rời khỏi thiết bị. Áp suất của thiết bị ngưng tụ (C) gần như giống như áp suất của cột cất phân nhẹ (S) hoặc 100-200 KPa thấp hơn.

Hỗn hợp chất lỏng thứ ba được tạo ra ở bước ngưng tụ được chuyển đến lò phản ứng (R) và hầu hết tạo ra sự tuần hoàn của chất phản ứng không được chuyển hóa thành ure. Khi bước phản ứng (i) được thực hiện ở áp suất cao hơn bước (iv), việc chuyển hỗn hợp chất lỏng thứ ba vào lò phản ứng theo bước (v) của quy trình theo sáng chế thích hợp bao gồm pha nén lại. Bước này có thể được thực hiện bằng cách bơm, nhưng có thể phát hiện ra là thuận lợi hơn, do sự chênh lệch áp suất tham gia, sử dụng sức ép ống phun được cấp bằng dòng phụt ở áp suất cao của amoniac tinh khiết, bao gồm amoniac mới trong dòng cấp và có khả năng dòng amoniac lỏng đi ra từ phần tinh chế ure.

Sản phẩm tro và thụ động hóa oxy được chuyển đến bước ngưng tụ với hỗn hợp khí thứ nhất không thể ngưng tụ và giữ lại ở pha khí, mà có thể được lấy ra trực tiếp từ thiết bị ngưng tụ (C), nhưng tốt hơn được tách trong thiết bị tách thứ hai (D2) nằm phía dưới thiết bị ngưng tụ. Luồng khí tro và thụ động hóa sản phẩm vì thế thu được, mà thường cũng chứa amoniac và/hoặc CO₂ liên quan đến sự cân bằng lỏng - khí so với hỗn hợp chất lỏng thứ ba, có thể được làm sạch rời khỏi thiết bị hoặc thuận lợi được chuyển đến các công đoạn tách và tinh chế ure tiếp theo, nơi mà tác nhân thụ động hóa có thể vẫn góp phần vào việc duy trì sự chống ăn mòn hữu hiệu của nguyên liệu được tiếp xúc.

Việc tách và tinh chế ure từ amoniac và amoni carbamat vẫn có mặt trong hỗn hợp chất lỏng thứ hai được tạo ra ở công đoạn phân hủy - cất phân nhẹ (iii), được thực hiện trong các phần phân hủy và tách tiếp theo, vận hành ở áp suất trung bình (từ 1,1

MPa đến 2,5 MPa) và/hoặc thấp (từ 0,2 MPa đến 0,8 MPa). Bước tách này có thể được tác động bằng phương pháp bất kỳ trong số các phương pháp được mô tả trong tài liệu cụ thể trong lĩnh vực kỹ thuật này, cho phép dòng chất lỏng tuần hoàn chứa dung dịch của amoni carbamat trong nước và amoniac thu được và có thể, cả luồng chủ yếu bao gồm amoniac.

Các công đoạn tách và tinh chế thích hợp, ví dụ, là các bộ phận được thể hiện dưới dạng giản đồ trên các hình vẽ từ Fig.1 đến Fig.5 của xuất bản phẩm “Encyclopaedia of Chemical Technology” được đề cập trước đó.

Ure vì thế tách rời khỏi amoni carbamat và amoniac, thường thu được là dung dịch nước mà được đưa vào bước khử nước cuối cùng dưới chân không (lên đến 0,001 MPa), thu được, mặt khác, nước và, mặt khác, ure hầu như tinh khiết, được chuyển đến các quy trình tạo hạt thông thường, v.v..

Bước tách và tinh chế ure cũng bao gồm việc khử nước cuối cùng và tinh chế nước thải rời khỏi thiết bị tổng hợp.

Chất lỏng hoặc các dòng hai pha khác nhau chứa amoni carbamat, đi ra từ các đoạn phụ khác của bước tách và tinh chế (sự phân hủy của carbamat ở áp suất trung bình hoặc thấp, tái ngưng tụ của carbamat, khử nước của ure, tinh chế nước thải) được thu gom trong một dòng tuần hoàn, thường bao gồm dung dịch của amoni carbamat trong nước, mà được chuyển, sau khi nén thích hợp, thường bằng cách bơm, đến thiết bị ngưng tụ áp suất cao nơi mà bước ngưng tụ được đề cập ở trên (iv) diễn ra. Bơm được sử dụng nhằm mục đích này, được chọn lọc bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này, trên cơ sở tốc độ chảy yêu cầu, từ các loại thường có bán trên thị trường, như, ví dụ, bơm kiểu pittông, ly tâm hoặc dụng cụ đo lường. Hỗn hợp chất lỏng tuần hoàn ưa chuộng bước ngưng tụ áp suất cao (iv) và sau đó được tuần hoàn vào lò phản ứng là một phần của hỗn hợp chất lỏng thứ ba.

Quy trình theo sáng chế còn được minh họa theo sơ đồ được thể hiện trên Fig.1, liên quan đến phương án ưu tiên của công đoạn tổng hợp ure áp suất và nhiệt độ cao.

Các bộ phận và máy móc có thể như bơm, van, bộ phận cảm biến và những thứ khác, là không quan trọng cần để hiểu hết được quy trình được trình bày khái quát, không được thể hiện trên Fig.1 trên. Không có trường hợp nào về quy trình theo sáng

chế nên được coi là giới hạn về những gì được mô tả trong hình vẽ kèm theo, mà chỉ nhằm mục đích minh họa.

Sơ đồ trên Fig.1 minh họa lò phản ứng (R) mà được nối, qua ống thoát nước (T) và dòng 4, với thiết bị tách khí/lồng (D1), đến lượt được nối từ phần dưới của nó, thường từ đáy, với cột cất phần nhẹ (S) qua các dòng 5 và 13 để vận chuyển hỗn hợp chất lỏng của sản phẩm phản ứng, được đặt xen giữa bởi van hạ áp (V2). Pha khí đã được tách (luồng khí thứ hai) được chuyển từ phần trên (đầu) của cùng thiết bị tách (D1) đến phần đáy của cột cất phần nhẹ (S) qua đường 6 và 14, được đặt xen giữa là van hạ áp (V1). Cột cất phần nhẹ (S) này được nối từ dưới, qua đường 7, với các công đoạn tách và tinh chế ure, không được thể hiện trong hình vẽ, từ đó, qua đường 9, dung dịch amoni carbamat được tuần hoàn đến thiết bị ngưng tụ (C), có thể cùng với dòng amoniac lỏng, hầu như tinh khiết, mà được bổ sung vào dòng amoniac mới cấp, được chuyển đến ống phun (E) qua đường 1. Cửa xả khí của cột cất phần nhẹ (S) được nối với thiết bị ngưng tụ (C) qua đường 8. Cửa xả của thiết bị ngưng tụ (C) được thể hiện bằng dòng 10 mà sau đó được nối với thiết bị tách (D2) từ đỉnh của khí trơ được loại bỏ cùng với khí làm sạch qua đường 11 và từ đáy của nó, dòng 12 đi ra, mà mang dòng cấp của sản phẩm tuần hoàn (hỗn hợp chất lỏng thứ ba) vào lò phản ứng (R) qua ống phun (E) và đường cấp 3.

Quy trình theo sáng chế có thể được thực hiện ở trong thiết bị có các đặc điểm nêu trên, được lắp công đoạn tổng hợp bao gồm thiết bị và các mối liên kết được nêu trên với chiều đến sơ đồ trên Fig.1.

Mục đích khác của sáng chế vì thế đề cập đến thiết bị thực hiện quy trình theo sáng chế, bao gồm công đoạn tổng hợp trong đó lò phản ứng thẳng đứng (R) được nối thông dòng với cột cất phần nhẹ thẳng đứng (S) của kiểu bó ống màng lỏng rơi, khác biệt ở chỗ: thiết bị tách khí - chất lỏng (D1) được đặt xen giữa lò phản ứng và cột cất phần nhẹ, thiết bị tách được nối ở một bên đến đầu của lò phản ứng (R), từ hai đường thông thủy được tạo ra bằng cột cất phần nhẹ (S), sao cho dòng vận chuyển của hỗn hợp khí nối phần đầu của thiết bị tách (D1) với phần dưới của cột cất phần nhẹ (S) và dòng vận chuyển của hỗn hợp chất lỏng nối đáy của thiết bị tách (D1) với phần trên của cột cất phần nhẹ (S). Giữa thiết bị tách (D1) và cột cất phần nhẹ (S) này, hai thiết

bị giảm áp cũng tốt hơn được đặt xen giữa, tốt hơn hai van (V1) và (V2), mỗi bộ tương ứng với một trong hai đường thông thủy của thiết bị này.

Thiết bị này có thể thu được như vậy có nguồn gốc từ kết cấu mới hoặc nó có thể đơn giản và thuận tiện thu được bằng cách cải biến thiết bị hiện có để tổng hợp ure, được lắp cột cất phần nhẹ thích hợp để vận hành dưới các điều kiện cất phần nhẹ cùng loại, với việc sử dụng thiết bị tách khí - chất lỏng (D1) nằm sau lò phản ứng (R), được nối với cột cất phần nhẹ (S) bằng hai dòng, sao cho dòng trên để vận chuyển hỗn hợp khí được nối với phần dưới của cột cất phần nhẹ qua thiết bị giảm áp thứ nhất, tốt hơn van (V1) và dòng dưới để vận chuyển hỗn hợp chất lỏng (thứ nhất) được nối với phần trên của cột cất phần nhẹ đi qua thiết bị giảm áp thứ hai, tốt hơn van (V2).

Do đó, mục đích khác của sáng chế là đề cập đến phương pháp cải thiện quy trình hiện hành để sản xuất ure bắt đầu từ amoniac và cacbon đioxit với việc tạo ra chất trung gian là amoni carbamat vận hành với công đoạn tổng hợp áp suất cao, bao gồm các bước:

tiến hành phản ứng trong lò phản ứng thẳng đứng (R) được cấp ít nhất một luồng cacbon đioxit mới và ít nhất luồng amoniac lỏng, vận hành ở áp suất tổng số nằm trong khoảng từ 12 đến 20 MPa, với tỷ lệ mol NH_3/CO_2 , nguyên dạng hoặc ở dạng amoni carbamat, nằm trong khoảng từ 2,1 đến 6, tốt hơn từ 2,8 đến 4,5, với sự tạo thành hỗn hợp chất lỏng đi ra ở vùng trên của lò phản ứng, chứa ure, nước, amoniac và amoni carbamat không được chuyển hóa;

phân hủy - cất phần nhẹ của amoni carbamat trong hỗn hợp chất lỏng với việc tách luồng khí chứa cacbon đioxit và amoniac vì thế tạo ra, được thực hiện trong thiết bị bó ống thẳng đứng thích hợp được gọi là cột cất phần nhẹ (S) được bố trí dưới lò phản ứng (R); và

ngưng tụ trong thiết bị ngưng tụ (C) luồng khí rời khỏi cột cất phần nhẹ (S), với sự tạo thành dòng chất lỏng chứa amoni carbamat, được cấp dưới dạng sản phẩm tuần hoàn vào lò phản ứng thứ nhất,

khác biệt ở chỗ: phương pháp này bao gồm các bước vận hành sau đây:

(a) đưa tác nhân thụ động hóa vào trong luồng cacbon đioxit được cấp vào lò phản ứng, tốt hơn trước pha nén đến áp suất của lò phản ứng, với lượng sao cho hàm

lượng oxy đương lượng của nó ít nhất là 0,1%, tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,15 đến 0,30% theo số mol, so với số mol cacbon đioxit,

(b) điều chỉnh điều kiện áp suất và nhiệt độ của lò phản ứng sao cho pha khí được tạo ra ít nhất ở vùng trên của lò, chứa ít nhất một phần tác nhân thụ động hóa cân bằng lỏng - khí với hỗn hợp chất lỏng;

(c) định vị thiết bị tách khí - chất lỏng (D1) giữa lò phản ứng (R) và cột cất phần nhẹ (S), vận hành cơ bản ở cùng áp suất như lò phản ứng, để tạo ra hỗn hợp khí thứ hai chứa ít nhất một phần tác nhân thụ động hóa, mà được cấp vào ở đoạn dưới của cột cất phần nhẹ (S), hỗn hợp chất lỏng còn lại được cấp vào ở phần trên của cột cất phần nhẹ này;

(d) thiết lập các điều kiện vận hành của công đoạn phân hủy - cất phần nhẹ trong cột cất phần nhẹ (S) sao cho nó được thực hiện ở áp suất ít nhất là 0,1 MPa, tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,2 đến 2,0 MPa, tốt hơn nữa từ 0,5 đến 1,5 MPa, thấp hơn áp suất của bước phản ứng.

Theo phương án được ưu tiên của phương pháp cải tiến (hoặc tân trang, theo thuật ngữ tiếng Anh được sử dụng rộng rãi hơn), hai thiết bị giảm áp được đặt xen giữa thiết bị tách (D1) và cột cất phần nhẹ (S), tốt hơn hai van loại (V1) và (V2) được mô tả ở trên, tác động lên dòng cấp vào cột cất phần nhẹ, tương ứng bao gồm hỗn hợp khí thứ hai và hỗn hợp chất lỏng đã nêu.

Tham chiếu đến Fig.1, một số phương án của quy trình theo sáng chế được mô tả, việc mô tả này không nhằm giới hạn phạm vi bảo hộ của sáng chế.

Trong ví dụ sau, các thành phần của các dòng khác nhau được cung cấp, để chỉ các thành phần cơ bản, ure, amoniac, cacbon đioxit và nước, không liên quan đến thực tế là cacbon đioxit và amoniac có thể có mặt, trong dòng chất lỏng, ở một trong các dạng nước muối đã nêu trước đây. Không khí và sản phẩm trơ được thể hiện bằng thuật ngữ “không khí”, khi việc tiêu thụ oxy dưới các điều kiện liều lượng trong chu trình tổng hợp hầu như không đáng kể.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Quy trình được thực hiện để tổng hợp ure, vận hành theo sáng chế, trên cơ sở sơ đồ được thể hiện trên Fig.1, trong đó luồng khí chứa CO₂, NH₃ và lượng thích hợp của

O₂ làm tác nhân thụ động hóa, được cấp vào trên cơ sở của cột cất phần nhẹ (S), ngoài sản phẩm tro và một chút ít nước, rời khỏi đơn vị tách khí - chất lỏng (D1). Không có thêm lượng không khí hoặc tác nhân thụ động hóa khác được cấp một cách riêng rẽ vào đáy của cột cất phần nhẹ hoặc vào các bộ phận khác của thiết bị. Tham khảo sơ đồ được thể hiện trên Fig.1 và việc sản xuất theo lý thuyết là 1.000 kg/giờ ure. Tạp chất có mặt với tốc độ chảy thấp hơn 0,5 kg/giờ, như, ví dụ, hydro, heli, biure, muối kim loại, được bỏ qua.

Sản phẩm sau đây được cấp tương ứng vào lò phản ứng (R):

- CO₂ với lượng 730 kg/giờ và không khí với lượng 8 kg/giờ qua đường 2, dưới dạng luồng khí ở 120°C và 16,3 MPa;

- CO₂ với lượng 492 kg/giờ, NH₃ với lượng 1.700 kg/giờ và nước với lượng 300 kg/giờ qua đường 3, dưới dạng dung dịch của amoni carbamat ở 130°C và 16,3 MPa, thu được từ hỗn hợp, qua ống phun (E), NH₃ lỏng hầu như tinh khiết với lượng 790 kg/giờ qua đường 1 với dung dịch tuần hoàn của amoni carbamat qua đường 12, chứa CO₂ với lượng 492 kg/giờ, NH₃ với lượng 910 kg/giờ và nước với lượng 300 kg/giờ.

Thuật ngữ không khí trong ví dụ này để chỉ hỗn hợp khí tương ứng với thành phần trung bình của không khí khô ở mực nước biển, hầu như chứa nitơ với lượng 75,4% trọng lượng, oxy với lượng 23,2% trọng lượng, argon với lượng 1,4% trọng lượng, các khí khác với lượng không đáng kể. Không khí được đưa vào ở bước thứ nhất của thiết bị nén CO₂ sạch (không được thể hiện trong hình vẽ).

Lò phản ứng (R), hầu như đoạn nhiệt và loại thông thường, đạt đến áp suất ở vùng trên, đạt khoảng 16,0 MPa và nhiệt độ của hỗn hợp phản ứng là khoảng 190°C. Dưới các điều kiện này, hỗn hợp phản ứng ở trạng thái lỏng là khoảng 97% trọng lượng.

Dòng hai pha 4, thoát ra từ ống thoát nước (T) của lò phản ứng (R) hầu như ở cùng áp suất và nhiệt độ, chứa toàn bộ ure tạo thành, được chuyển đến thiết bị tách khí - chất lỏng (D1). Cụ thể, dòng này khác biệt ở các thành phần sau đây:

Ure = 1000 kg/giờ

H₂O = 600 kg/giờ

CO₂ = 489 kg/giờ

$\text{NH}_3 = 1133 \text{ kg/giờ}$

Không khí = 8 kg/giờ

Thiết bị tách (D1) vận hành hầu như ở cùng áp suất và nhiệt độ là phần đầu của lò phản ứng (R). Thiết bị này có thân hình trụ thẳng đứng được lắp thiết bị phát hiện tự động mức chất lỏng.

Dòng chất lỏng (hỗn hợp chất lỏng thứ nhất) được thu gom từ đáy của thiết bị tách (D1) qua đường 5, có các thành phần sau:

Ure = 1000 kg/giờ

$\text{H}_2\text{O} = 600 \text{ kg/giờ}$

$\text{CO}_2 = 487 \text{ kg/giờ}$

$\text{NH}_3 = 1083 \text{ kg/giờ}$

Không khí = 1 kg/giờ

Luồng trên được đưa vào áp suất là 15,1 MPa và nhiệt độ là 188°C qua van (V2) bao gồm van kiểm soát tự động dạng bướm, được hoạt hóa liên quan đến thiết bị phát hiện mức độ trong thiết bị tách (D1) và sau đó được cấp vào phần đầu của cột cất phân nhẹ (S) qua đường 13.

Luồng khí (hỗn hợp khí thứ hai) bao gồm CO_2 với lượng 2 kg/giờ, NH_3 với lượng 50 kg/giờ và không khí với lượng 7 kg/giờ, được thu gom từ phần đầu của thiết bị tách (D1), qua đường 6. Hỗn hợp khí này được giãn nở qua van (VI) đến áp suất là 15,1 MPa và nhiệt độ là 188°C và được cấp vào phần dưới của cột cất phân nhẹ (S) qua đường 14, tốt hơn ở chiều cao cao hơn mức chất lỏng ở phần dưới của cột cất phân nhẹ.

Hỗn hợp khí được cấp vào đáy của cột cất phân nhẹ chứa hầu hết oxy thụ động hóa được đưa vào lò phản ứng và hầu như toàn bộ các khí trơ. Theo cách này, hỗn hợp khí tùy ý có thể được phân phối trong buồng thu gom ở đáy của cột cất phân nhẹ và có thể gây ra tác động cất phân nhẹ và thụ động hóa kép bắt đầu từ các thành kim loại tiếp xúc với điều kiện ăn mòn quá mức nhất, khi nhiệt độ là cao nhất (cao hơn 200°C trong thiết bị công nghiệp thường được sử dụng).

Cột cất phân nhẹ (S) vận hành ở áp suất 15,1 MPa và nhiệt độ ở phần dưới là

207°C, dưới các điều kiện tự cất phần nhẹ. Thiết bị bao gồm cột cất phần nhẹ là bó ống thẳng đứng thông thường có thể tích thích hợp với các ống và lớp phủ bên trong trong thép không gỉ 25/22/2 Cr/Ni/Mo để sử dụng trong công đoạn tổng hợp ure, đặc điểm cấu trúc và kết cấu của nó được biết rõ bởi người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực và được mô tả rộng rãi trong tài liệu kỹ thuật chuyên ngành.

Luồng khí (hỗn hợp khí thứ nhất) được xả ra khỏi phần đầu của cột cất phần nhẹ (S), ở nhiệt độ 190°C và áp suất 15,1 MPa và được cấp vào thiết bị ngưng tụ (C) qua đường 8, khác biệt ở các thành phần sau:

$$\text{CO}_2 = 374 \text{ kg/giờ}$$

$$\text{NH}_3 = 618 \text{ kg/giờ}$$

$$\text{H}_2\text{O} = 102 \text{ kg/giờ}$$

$$\text{Không khí} = 8 \text{ kg/giờ}$$

Dòng chất lỏng 7 được xả ra khỏi đáy của cột cất phần nhẹ (S), bao gồm:

$$\text{Ure} = 1000 \text{ kg/giờ}$$

$$\text{H}_2\text{O} = 498 \text{ kg/giờ}$$

$$\text{CO}_2 = 115 \text{ kg/giờ}$$

$$\text{NH}_3 = 515 \text{ kg/giờ}$$

Dòng chất lỏng này được chuyển đến các công đoạn tinh chế và cô ure sau đó, không được thể hiện trong hình vẽ nhằm mục đích đơn giản hóa. Các công đoạn này chủ yếu bao gồm các công đoạn tách áp suất trung bình và thấp điển hình và công đoạn cô của quy trình sản xuất ure truyền thống SNAMPROGETTI mà sơ đồ chung của nó được nêu, ví dụ, ở trang 561 của ấn phẩm “Encyclopaedia of Chemical Technology”, đã nêu trước đó. Dòng nước giàu carbamat, có nhiệt độ là khoảng 100°C, cụ thể bao gồm:

$$\text{H}_2\text{O} = 198 \text{ kg/giờ}$$

$$\text{CO}_2 = 121 \text{ kg/giờ}$$

$$\text{NH}_3 = 342 \text{ kg/giờ}$$

Dòng chất lỏng này thu được từ công đoạn tinh chế và cô ở phía dưới cột cất

phần nhẹ (S) và được nén lại ở áp suất là 15 MPa bằng cách bơm và được chuyển đến thiết bị ngưng tụ (C) qua đường 9, sau khi được nối với luồng khí 8 rời khỏi cột cất phần nhẹ (S).

Dòng chất lỏng 1 gồm 790 kg/giờ amoniac, cũng bao gồm amoniac cấp mới, thu được từ bộ phận tương tự, được nén ở áp suất 22,4 MPa và được chuyển đến, ở nhiệt độ 100°C, đến ống phun (E), nơi mà, nhờ áp suất cao, nó gây ra lực ép với luồng amoni carbamat tuần hoàn 12 mà theo đó trở lại áp suất vận hành của lò phản ứng (R).

Hỗn hợp hai pha bao gồm tổ hợp của các dòng rời khỏi dòng 8 và 9 nêu trên được cấp đến thiết bị ngưng tụ (C) qua ống nhánh, là loại bộ trao đổi dạng bó ống nằm ngang (đã biết với người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực là thiết bị ngưng tụ loại nổi hơi). Hầu hết CO₂ vẫn ngưng tụ thành khí trong thiết bị ngưng tụ (C), vận hành ở áp suất 15 MPa và nhiệt độ khoảng 155°C và phản ứng để tạo ra amoni carbamat, trong khi nhiệt được tạo ra được trừ đi bằng cách trao đổi với sự tạo thành hơi áp suất trung bình (khoảng 1 MPa).

Dòng chất lỏng phổ biến 10 rời khỏi thiết bị ngưng tụ (C), có thành phần sau đây:

$$\text{H}_2\text{O} = 300 \text{ kg/giờ}$$

$$\text{CO}_2 = 495 \text{ kg/giờ}$$

$$\text{NH}_3 = 960 \text{ kg/giờ}$$

$$\text{Không khí} = 8 \text{ kg/giờ}$$

được chuyển đến thiết bị tách khí/lỏng (D2), từ luồng khí 11 chứa CO₂ = 3 kg/giờ; NH₃ = 50 kg/giờ; không khí = 8 kg/giờ, thu được ở đầu và dòng còn lại 12 ở đáy, tuần hoàn vào lò phản ứng (R) nhờ ống phun (E), như đã mô tả ở trên.

Dưới các điều kiện xử lý được nêu trên và với thiết bị được bắt đầu và dưới điều kiện chế độ, việc tiêu thụ oxy là thực sự vô hiệu và toàn bộ oxy được thu hồi trên thực tế cùng với sản phẩm trợ khác, từ luồng dòng 11, sau đó được chuyển đến bước tinh chế ure từ đó, cuối cùng, luồng có thành phần về cơ bản tương tự với thành phần của không khí được cấp làm tác nhân thụ động hóa đến lò phản ứng (R), được làm sạch trong không khí ngoài trời.

Quy trình tổng hợp ure được thực hiện theo ví dụ trên trong khoảng thời gian hoạt động một năm không thể hiện hiện tượng ăn mòn đáng kể bất kỳ, hoặc ở đáy của cột cát phần nhẹ hoặc ở các phần hoặc các bộ phận khác của thiết bị, ngay cả khi không có việc cấp riêng rẽ tác nhân thụ động hóa vào cột cát phần nhẹ.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình điều chế ure cải tiến từ amoniac và cacbon đioxit, ở nhiệt độ và áp suất cao, với sự tạo thành amoni carbamat làm chất trung gian, bao gồm các bước sau trong công đoạn tổng hợp:

(i) cho amoniac phản ứng với cacbon đioxit ở áp suất tổng cộng nằm trong khoảng từ 12 đến 20 MPa, với tỷ lệ mol NH_3/CO_2 , nguyên dạng hoặc ở dạng amoni carbamat, nằm trong khoảng từ 2,1 đến 6, tốt hơn từ 2,8 đến 4,5, ở bước phản ứng được thực hiện trong lò phản ứng thẳng đứng thích hợp R được cấp ít nhất một luồng amoniac và ít nhất một luồng cacbon đioxit mới chứa tác nhân thụ động hóa với lượng mà hàm lượng oxy đương lượng của nó ít nhất là 0,1%, tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,15% đến 0,30% theo số mol so với số mol cacbon đioxit, với sự tạo thành hỗn hợp chất lỏng thứ nhất chứa ure, amoni carbamat, nước và amoniac, cân bằng chất lỏng/hơi với pha khí chứa ít nhất một phần tác nhân thụ động hóa;

(ii) chuyển hỗn hợp chất lỏng thứ nhất này vào ít nhất một công đoạn phân hủy - cất phần nhẹ được thực hiện ở trong máy thẳng đứng thích hợp, cột cất phần nhẹ (S), vận hành ở áp suất ít nhất là 0,1 MPa, tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,2 đến 2,0 MPa, thấp hơn áp suất của bước phản ứng (i);

(iii) gia nhiệt hỗn hợp chất lỏng thứ nhất ở công đoạn phân hủy - cất phần nhẹ, để tiến hành sự phân hủy một phần của amoni carbamat thành amoniac và cacbon đioxit và đồng thời cho hỗn hợp chất lỏng cất phần nhẹ với sự tạo thành hỗn hợp khí thứ nhất chứa amoniac và cacbon đioxit và hỗn hợp chất lỏng thứ hai chứa ure, nước, amoniac và một phần amoni carbamat không bị phân hủy;

(iv) chuyển ít nhất một phần, tốt hơn toàn bộ hỗn hợp khí thứ nhất này vào ít nhất một bước ngưng tụ, vận hành cơ bản ở cùng áp suất như bước phân hủy- cất phần nhẹ (iii) và ngưng tụ hỗn hợp khí được chuyển với sự tạo thành hỗn hợp chất lỏng thứ ba chứa amoni carbamat, nước và amoniac;

(v) chuyển hỗn hợp chất lỏng thứ ba và một phần có thể còn lại của hỗn hợp khí thứ nhất này vào bước phản ứng (i);

khác biệt ở chỗ: ít nhất một phần của pha khí ở trạng thái cân bằng với hỗn hợp chất lỏng thứ nhất của bước (i), được phân tách trong thiết bị tách khí - chất lỏng (D1)

được bố trí phía dưới lò phản ứng (R) và vận hành cơ bản ở cùng áp suất, để tạo ra hỗn hợp khí thứ hai chứa tác nhân thụ động hóa, được cấp vào phần dưới của cột cất phần nhẹ (S).

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó ở bước (iii), cột cất phần nhẹ này vận hành ở áp suất nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1,5 MPa, thấp hơn áp suất ở bước phản ứng (i) này.
3. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó ở bước (iii), hỗn hợp chất lỏng thứ nhất được cất phần nhẹ sử dụng amoniac làm khí cất phần nhẹ.
4. Quy trình theo điểm 3, khác biệt ở chỗ: ở bước (iii), sự phân hủy - cất phần nhẹ của amoni carbamat với amoniac được thực hiện dưới các điều kiện tự cất phần nhẹ.
5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó tác nhân thụ động hóa được chọn từ không khí, oxy, ozon, không khí giàu oxy, hydro peroxit hoặc hỗn hợp của chúng và tốt hơn không khí hoặc không khí giàu oxy.
6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó ở bước tổng hợp (i), lò phản ứng vận hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 150°C đến 215°C, tốt hơn từ 160°C đến 195°C.
7. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó lượng hỗn hợp khí thứ hai không lớn hơn 5% trọng lượng, tốt hơn, nằm trong khoảng từ 1% đến 4% trọng lượng, so với trọng lượng của hỗn hợp chất lỏng thứ nhất.
8. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó nhiệt độ của cột cất phần nhẹ (S), trong phần đầu, nằm trong khoảng từ 170°C đến 210°C, tốt hơn từ 180°C đến 200°C, trong khi nhiệt độ nằm trong khoảng từ 180°C đến 220°C, tốt hơn từ 190 đến 210°C trong phần cuối.
9. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó cả hỗn hợp chất lỏng thứ nhất và hỗn hợp khí thứ hai, được giảm áp đến áp suất vận hành của cột cất phần nhẹ (S) ở bước (iii), bằng cách cho mỗi hỗn hợp đi qua thiết bị giảm áp, tốt hơn là van.
10. Quy trình theo điểm 9, trong đó tốc độ chảy của hỗn hợp khí thứ hai và sự khác biệt áp suất giữa lò phản ứng (R) và cột cất phần nhẹ (S) được điều chỉnh bằng van thứ nhất (V1).

11. Quy trình theo điểm 9, trong đó tốc độ chảy của dòng chất lỏng thứ nhất từ thiết bị tách (D1) đến cột cất phần nhẹ (S) và do đó mức chất lỏng trong thiết bị tách (D1), được điều chỉnh bằng van thứ hai (V2).

12. Thiết bị để thực hiện quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11, bao gồm công đoạn tổng hợp trong đó lò phản ứng thẳng đứng (R) được nối thông dòng với cột cất phần nhẹ thẳng đứng (S) của dạng bó ống màng lỏng rơi, khác biệt ở chỗ: thiết bị tách khí - chất lỏng (D1) được đặt xen giữa lò phản ứng và cột cất phần nhẹ, được nối ở một bên đến một bên của phần đầu của lò phản ứng (R), từ đó hai đường thông thủy với cột cất phần nhẹ (S), được tạo ra, sao cho dòng vận chuyển của hỗn hợp khí nối phần đầu của thiết bị tách (D1) với phần dưới của cột cất phần nhẹ (S) và dòng vận chuyển của hỗn hợp chất lỏng nối đáy của thiết bị tách (D1) với phần trên của cột cất phần nhẹ (S) này.

13. Thiết bị theo điểm 12, trong đó hai thiết bị giảm áp được đặt xen giữa thiết bị tách (D1) và cột cất phần nhẹ (S), tốt hơn hai van (V1) và V2), mỗi van tương ứng với một trong hai đường thông thủy của thiết bị này.

14. Phương pháp cải tiến quy trình hiện hành để sản xuất ure bắt đầu từ amoniac và cacbon đioxit với sự tạo thành chất trung gian amoni carbamat, vận hành với công đoạn tổng hợp áp suất cao bao gồm các bước:

- thực hiện phản ứng trong lò phản ứng thẳng đứng (R) được cấp ít nhất một luồng cacbon đioxit mới và ít nhất một luồng amoniac lỏng, nguyên dạng hoặc ở dạng amoni carbamat, vận hành ở áp suất tổng cộng nằm trong khoảng từ 12 đến 20 MPa với tỷ lệ mol NH_3/CO_2 , nằm trong khoảng từ 2,1 đến 6, tốt hơn từ 2,8 đến 4,5, với sự tạo thành hỗn hợp chất lỏng tạo ra ở vùng trên của lò phản ứng, chứa ure, nước, amoniac và amoni carbamat không được chuyển hóa;

- phân hủy - cất phần nhẹ amoni carbamat trong hỗn hợp chất lỏng với việc tách luồng khí chứa cacbon đioxit và amoniac vì thế được tạo ra, thực hiện trong thiết bị bó ống thẳng đứng thích hợp được gọi là cột cất phần nhẹ (S) được bố trí dưới lò phản ứng (R); và

- ngưng tụ trong thiết bị ngưng tụ (C) của luồng khí rời khỏi cột cất phần nhẹ (S), với sự tạo thành dòng chất lỏng chứa amoni carbamat, được cấp làm sản phẩm tuần hoàn vào lò phản ứng thứ nhất,

khác biệt ở chỗ: phương pháp này bao gồm các bước vận hành sau:

(a) đưa tác nhân thụ động hóa vào trong luồng cacbon đioxit được cấp vào lò phản ứng, tốt hơn trước pha nén đến áp suất của lò phản ứng, với lượng mà hàm lượng oxy đương lượng của nó ít nhất là 0,1%, tốt hơn từ 0,15% đến 0,30% theo số mol, so với số mol cacbon đioxit,

(b) điều chỉnh điều kiện áp suất và nhiệt độ của lò phản ứng sao cho pha khí được tạo ra ít nhất ở vùng trên của lò này, chứa ít nhất một phần tác nhân thụ động hóa cân bằng lỏng - khí với hỗn hợp chất lỏng này;

(c) định vị thiết bị tách khí - chất lỏng (D1) giữa lò phản ứng (R) và cột cất phần nhẹ (S), vận hành cơ bản ở cùng áp suất như lò phản ứng, để tạo ra hỗn hợp khí thứ hai chứa ít nhất một phần tác nhân thụ động hóa, mà được cấp vào ở đoạn dưới của cột cất phần nhẹ (S), hỗn hợp chất lỏng còn lại được cấp vào ở phần trên của cột cất phần nhẹ này;

(d) thiết lập các điều kiện vận hành của công đoạn phân hủy - cất phần nhẹ trong cột cất phần nhẹ (S) sao cho nó được thực hiện ở áp suất ít nhất là 0,1 MPa, tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,2 đến 2,0 MPa, thấp hơn áp suất của bước phản ứng.

15. Phương pháp theo điểm 14, trong đó hai thiết bị giảm áp được đặt xen giữa thiết bị tách (D1) và cột cất phần nhẹ (S), tốt hơn là hai van, tác động lên dòng cấp đến cột cất phần nhẹ, tương ứng bao gồm hỗn hợp khí thứ hai và hỗn hợp chất lỏng.

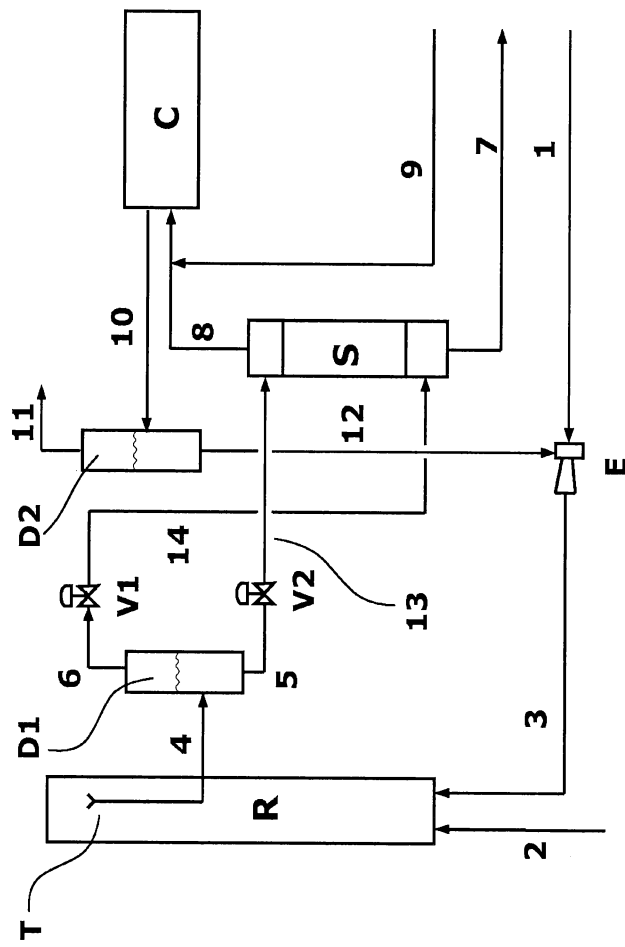


Fig. 1