

(19)



**Евразийское  
патентное  
ведомство**

(21) **202293375** (13) **A1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ**

(43) Дата публикации заявки  
2023.01.17

(51) Int. Cl. *C01C 1/04* (2006.01)  
*C07C 29/151* (2006.01)

(22) Дата подачи заявки  
2021.05.14

(54) **СПОСОБ РЕГУЛИРОВАНИЯ ДАВЛЕНИЯ В КОНТУРЕ ПОЛУЧЕНИЯ АММИАКА ИЛИ МЕТАНОЛА**

(31) **РА 2020 00598; РА 2020 01008**

(72) Изобретатель:

(32) **2020.05.18; 2020.09.07**

**Спет Кристиан Хенрик, Хултквист  
Михаэль, Хан Пат А. (DK)**

(33) **DK**

(86) **PCT/EP2021/062829**

(74) Представитель:

(87) **WO 2021/233780 2021.11.25**

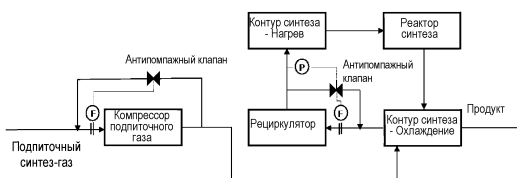
**Квашнин В.П. (RU)**

(71) Заявитель:

**ТОПСЁЭ А/С (DK)**

(57) Способ регулирования давления в контуре получения аммиака или метанола с помощью антипомпажного регулирующего клапана компрессора и/или регулирующего клапана потока компрессора для рециркуляции рециркулирующего в контуре газа при изменении потока подачи свежего синтез-газа.

Использование антипомпажного клапана рециркулятора в качестве клапана регулирования давления контура



202293375

A1

A1

202293375

## СПОСОБ РЕГУЛИРОВАНИЯ ДАВЛЕНИЯ В КОНТУРЕ ПОЛУЧЕНИЯ АММИАКА ИЛИ МЕТАНОЛА

### Описание

Настоящее изобретение направлено на способ регулирования давления в контуре получения аммиака или метанола. Более конкретно, в изобретении используется антипомпажный регулирующий клапан компрессора и/или клапан регулирования потока рециркуляционного компрессора рециркулирующего в контуре аммиака или метанола газа при изменении потока свежего аммиачного или метанольного синтез-газа.

Например, аммиачный синтез-газ обычно получают, подвергая углеводородное сырье природного газа или высших углеводородов эндотермическим реакциям парового риформинга в трубчатой установке парового риформинга с пламенным обогревом при контакте с катализатором парового риформинга. Затем газ первичного риформинга подают в установку вторичного адиабатического риформинга, в которой часть водорода и остаточные количества углеводородов в газе частично окисляют воздухом или воздухом, обогащенным кислородом, в присутствии катализатора вторичного риформинга. Из установки вторичного риформинга сырой синтез-газ содержит водород, азот, монооксид углерода и диоксид углерода, образовавшиеся во время реакции исходного сырья в вышеупомянутых реакциях парового

риформинга, и азот, введенный в газ посредством добавления воздуха на стадии вторичного риформинга.

Первичный и вторичный паровой риформинг на крупных установках по синтезу аммиака или метанола может быть заменен автотермическим риформингом (ATR).

В последнее время использование возобновляемых источников энергии в синтезе аммиака или метанола стало более доступным. Например, для получения аммиачного синтез-газа предусмотрено сочетание электролиза воды, работающего на возобновляемых источниках энергии, таких как энергия ветра и солнечная энергия для производства водорода посредством электролиза воды, и разделения воздуха для производства азота. Полученные таким образом водород и азот объединяют в стехиометрических соотношениях с образованием синтез-газа для производства аммиака.

Проблема при использовании возобновляемой энергии в синтезе аммиака или метанола заключается в том, что подача энергии варьируется в зависимости от природных изменений, например ветра и солнца. В результате поток свежего метанольного или аммиачного синтез-газа, полученный с помощью возобновляемых источников энергии, может существенно варьироваться.

Из-за относительно низких степеней превращения метанольного или аммиачного синтез-газа за один проход в соответствующих конвертерах,

вызванных ограничениями равновесия, в контурах требуется большой рециркулирующий поток непрореагировавшего синтез-газа.

Чтобы заменить прореагировавший водород и азот в непрореагировавшем синтез-газе, в рециркулирующий газ контура необходимо постоянно добавлять подпиточный газ из свежего аммиачного синтез-газа. Подобно синтезу аммиака, прореагировавшие водород и оксиды углерода должны быть заменены в контуре синтеза метанола свежим синтез-газом, содержащим водород и оксиды углерода.

В случае больших и частых изменений загрузки из-за изменения потока свежего синтез-газа в контур синтеза механическое напряжение, вызванное перепадами давления из-за изменений загрузки, приведет к нестандартным условиям механического напряжения, которые могут вызвать механические отказы оборудования, работающего под давлением. Однако колебания температуры будут ограничены.

Такие рабочие условия особенно актуальны, когда производство зависит от переменного потока исходного сырья, как, например, в случае экологически чистого производства аммиака или метанола.

Традиционно контур аммиака и метанола не имеет специального контроля давления. В случае уменьшения потока подачи сырья в контур давление в контуре упадет. Таким образом, конверсия уменьшится до точки, в конечном итоге соответствующей подпиточному потоку. В случае увеличения потока подачи сырья в контур давление в контуре будет расти.

Поскольку загрузка традиционных заводов по производству аммиака и метанола имеет тенденцию оставаться стабильной в течение длительного времени, отсутствие контроля давления обычно не представляет проблемы.

Для данной конфигурации конвертера/контура аммиака возможным способом управления давлением в контуре является изменение отношения  $H_2/N_2$  в свежем аммиачном синтез-газе, т.е. подпиточный газ может снизить реакционную способность газа. В некоторых случаях также можно изменить содержание инертных веществ в контуре, уменьшив продувочный поток, но это редко применимо для экологически чистого производства аммиака, где в подпиточном газе очень мало инертных веществ. На практике, однако, с помощью данного способа трудно контролировать давление в контуре.

Мы обнаружили, что количество сырьевого газа в реакторе аммиака и метанола можно контролировать с помощью антипомпажного регулирования рециркулятора (рециркуляционного компрессора контура). Антипомпажный или обратный клапан обычно представляет собой быстрореагирующий элемент управления для защиты от помпажа, приводящего к вибрациям и таким образом к повреждению компрессора.

В соответствии с вышеуказанным открытием настоящее изобретение предоставляет способ регулирования давления в контуре получения аммиака или метанола, включающий стадии

- (a) предоставления свежего аммиачного или метанольного синтез-газа;
- (b) предоставления рециркулирующего в контуре газа;
- (c) обеспечения рециркуляционного компрессора контура антипомпажным клапаном и/или клапаном регулирования потока компрессора;
- (d) предоставления контура синтеза аммиака или метанола;
- (e) добавления свежего аммиачного или метанольного синтез-газа в рециркулирующий в контуре газ;
- (f) повышения давления рециркулирующего в контуре газа со стадии (e) в рециркуляционном компрессоре контура; а также
- (g) мониторинга давления в контуре синтеза аммиака или метанола;

причем поток рециркулирующего в контуре газа через антипомпажный клапан и/или клапан регулирования потока рециркуляционного компрессора регулируют для получения в основном постоянного давления в контуре синтеза аммиака или метанола.

В случае медленного изменения загрузки (дни или недели) способ согласно изобретению может быть дополнен регулированием температуры в сепараторе высокого давления контура аммиака или

метанола. Таким образом, реакционная способность рециркулирующего в контуре газа, поступающего в конвертер аммиака, может быть снижена, когда концентрация аммиака в сырьевом газе увеличивается. Более высокая температура приводит к меньшей реакционной способности и более высокому давлению в контуре.

Таким образом, в одном варианте осуществления изобретения способ включает дополнительные стадии регулирования температуры в сепараторе контура, расположенного в контуре получения аммиака или метанола.

Сепаратор контура отделяет жидкий аммиак или метанол от непрореагировавшего газа, выходящего из синтезного конвертера, при равновесии между газом и жидкостью при заданных давлении и температуре. При постоянном давлении и более высокой температуре обеспечивается более высокое содержание продукта в непрореагировавшем газе, рециркулируемом обратно в синтезный конвертер. Это снизит потенциальную конверсию за один проход, поскольку реакция синтеза ограничена равновесием, что приводит к снижению производительности контура синтеза при постоянном давлении.

Одним из преимуществ изобретения является то, что энергия для работы различного оборудования для получения аммиачного синтез-газа может быть возобновляемой энергией, вырабатываемой ветряными мельницами,

солнечными батареями, гидравлической энергией или другими возобновляемыми источниками энергии.

Предпочтительно оборудование содержит один или несколько блоков электролиза, таких как твердооксидные электролизные элементы.

Таким образом, в варианте осуществления изобретения водород, содержащийся в свежем аммиачном или метанольном синтез-газе, получают посредством электролиза воды.

В другом варианте осуществления азот, содержащийся в свежем аммиачном синтез-газе, получают посредством разделения воздуха.

В еще одном варианте осуществления изобретения свежий метанольный синтез-газ получают совместным электролизом воды и диоксида углерода.

В еще одном варианте осуществления настоящего изобретения свежий аммиачный синтез-газ получают в твердооксидном электролизном элементе из воды и воздуха.

На фиг. 1 представлена типичная конфигурация компрессора подпиточного газа, рециркулятора и контура синтеза.

Если антипомпажный клапан открыт, то в реактор будет поступать меньший поток. Во время пуска, когда реактор синтеза нагревается за счет



циркулирующего газа в контуре при включенном пусковом нагревателе, антипомпажный механизм сначала будет полностью открыт, чтобы защитить рециркулятор от помпажа и уменьшить скорость потока в реактор для легкого управления фазой нагрева.

Один и тот же клапан (антипомпажный клапан) используется одновременно в качестве защиты компрессора и клапана управления потоком в реактор. Это осуществимо, так как две функции никогда не противоречат друг другу, и в любом случае аппаратная защита отменит все остальные заданные установки клапана. Эта концепция хорошо зарекомендовала себя для запуска синтеза.

Использование возобновляемой энергии для производства синтез-газа приведет к колебаниям скорости потока сырьевого газа в течение дня, что приведет к многочисленным и возможно также резким перепадам давления синтеза. Это может быть сглажено или даже устранено посредством способа согласно изобретению.

При нормальной работе антипомпажный клапан рециркулятора может использоваться для регулирования давления в контуре. При полной производительности клапан остается закрытым, и если доступно меньше подпиточного газа, то поток рециркулирующего газа будет соответственно уменьшен за счет контролируемого открытия клапана.

Это ограничит превращение синтез-газа в контуре строго количеством доступного подпиточного газа, что приведет к сохранению того же

количества газа в контуре и, таким образом, к постоянному давлению в контуре.

Можно было бы предположить, что давление в контуре также регулируется скоростью компрессора подпитки, но это не так, поскольку компрессор подпиточного газа будет обеспечивать необходимое давление для указанного превращения в контуре.

Поскольку способ согласно изобретению управляет превращением в контуре для поддержания постоянного давления в контуре, компрессор подпиточного газа будет следовать требованиям контура. Единственный способ, с помощью которого компрессор подпиточного газа может сделать это и остаться в пределах своего рабочего окна (расход по отношению к давлению нагнетания), — это открыть свой собственный антипомпажный клапан (клапаны) для компенсации более низкого доступного потока подпиточного газа (см. фиг. 1 и 2).

Могут быть случаи, когда не разрешается использовать антипомпажный клапан в качестве клапана регулирования давления в контуре. Тогда альтернативой может быть установка регулирующего клапана параллельно без ущерба для защиты компрессора от помпажа, поскольку открытие антипомпажного клапана по-прежнему определяется потребностью компрессора, измеряемой как результирующий поток от двух регулирующих клапанов на вход рециркулятора (см. фиг. 2).

Поскольку равновесная температура превращения остается постоянной, регулирование, обеспечивающее постоянное соотношение между подпиточным газом и сырьевым газом, подаваемым в конвертер, практически устраняет перепады давления и температуры в конвертере и контуре аммиака.

Поскольку антипомпажный клапан выполняет защитную функцию, поток со стороны нагнетания компрессора на сторону всасывания может дополнительно или полностью регулироваться с помощью клапана регулирования потока компрессора при изменении потока сырьевого газа.

Примеры на фиг. 1 и 2 будут иметь ограничение на снижение потока газа, поскольку минимальный поток в конвертер будет зависеть от соотношения перепада давления между конвертером и антипомпажным клапаном.

На фиг. 3 показана конфигурация, в которой поток газа к конвертеру можно регулировать до нулевого потока с помощью регулятора давления контура и, при необходимости, небольшого перепускного клапана. При уменьшении или закрытии регулятора давления контура синтез-газ в реакторе синтеза остается в реакторе и поддерживает давление в реакторе. Это позволит контролировать давление в контуре до очень низкой загрузки и по-прежнему будет поддерживать давление в контуре на высоком уровне, а конвертер будет работать в горячих условиях. Это важно в случае, когда возобновляемая энергия и, следовательно,

производство синтез-газа внезапно возвращается с низкой загрузки на высокую загрузку, тогда превращение синтез-газа в аммиак или метанол может происходить практически мгновенно.

На фиг. 4 показана схема процесса, аналогичная показанной на фиг. 3, где предусмотрены один или несколько клапанов для управления входным потоком конвертера, антипомпажным потоком рециркулятора и антипомпажным потоком компрессора подпиточного газа. Модуль подпиточного газа регулируется контролером соотношения потоков водорода и азота в аммиачном синтез-газе посредством регулирования скорости потока азота относительно скорости потока водорода. Из-за возможных ежедневных многочисленных колебаний в энергоснабжении, и, таким образом, непосредственно влияющих на скорость потока водорода, а также на скорость потока азота, измерение потока водорода и азота может немного сбиваться при каждом колебании. Небольшое изменение в модуле подпиточного газа будет усилено в модуле рециркулирующего в контуре газа, и по этой причине желательно улучшить контроллер модуля, посредством установки анализатора подпиточного газа, работающего в режиме, близком к реальному времени. Как правило, обычный газохроматографический анализатор используется для нескольких точек отбора проб, что приводит к использованию длинных трубок от каждой точки отбора проб к анализатору, что приводит к длительному времени цикла для каждого анализа. Длительное время цикла 10-20 мин не подходит для настройки контроллера модуля. Анализатор работающий в режиме реального времени может обеспечить время цикла 10-20 секунд и

контроллер модуля может действовать вовремя до того, как неправильный модуль будет усилен в контуре, что приведет к потере производительности и/или увеличению давления, когда требуется большая производительность.

На фигурах, А означает точку анализа, F - точку измерения потока и P - точку измерения давления.

**ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ**

1. Способ регулирования давления в контуре получения аммиака или метанола, включающий стадии
  - (a) предоставления свежего аммиачного или метанольного синтез-газа;
  - (b) предоставления рециркулирующего в контуре газа;
  - (c) обеспечения рециркуляционного компрессора контура антипомпажным клапаном и/или клапаном регулирования потока компрессора;
  - (d) предоставления контура синтеза аммиака или метанола;
  - (e) добавления свежего аммиачного или метанольного синтез-газа в рециркулирующий в контуре газ;
  - (f) повышения давления рециркулирующего в контуре газа со стадии (e) в рециркуляционном компрессоре контура; а также
  - (g) мониторинг давления в контуре синтеза аммиака или метанола;причем поток рециркулирующего в контуре газа регулируют через антипомпажный клапан и/или клапан регулирования потока

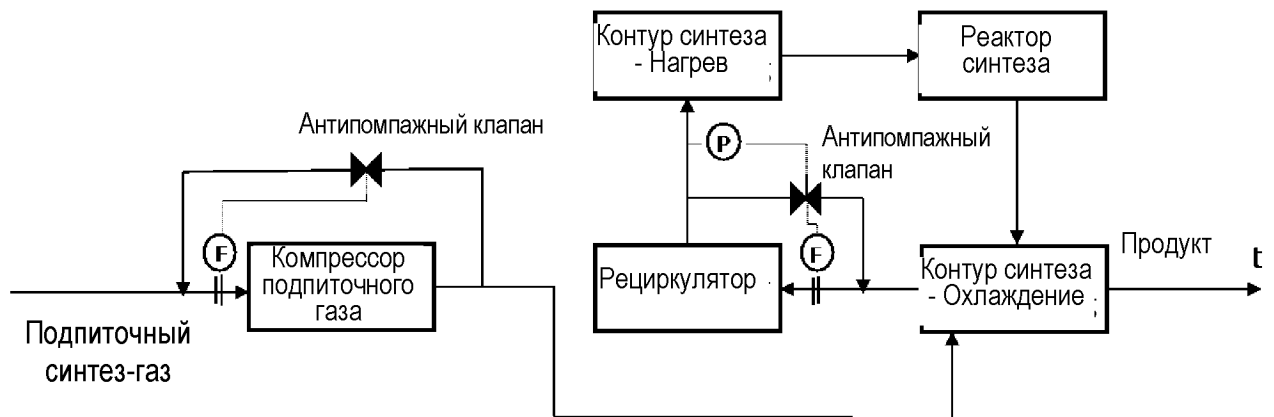
рециркуляционного компрессора для получения в основном постоянного давления в контуре синтеза аммиака или метанола.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что клапан регулирования потока компрессора расположен параллельно антипомпажному клапану.
3. Способ по п. 1 или 2, отличающийся тем, что поток свежего аммиачного или метанольного синтез-газа регулируют антипомпажным клапаном компрессора свежего синтез-газа.
4. Способ по одному из п.п. 1 - 3, отличающийся тем, что включает дополнительные стадии регулирования температуры в сепараторе высокого давления контура, расположенного в контуре получения аммиака или метанола.
5. Способ по одному из п.п. 1 - 4, отличающийся тем, что водород в свежем аммиачном или метанольном синтез-газе, получают посредством электролиза воды.
6. Способ по п. 5, отличающийся тем, что электролиз воды осуществляют в твердооксидном электролизном элементе.
7. Способ по одному из п.п. 1 - 4, отличающийся тем, что свежий метанольный синтез-газ получают совместным электролизом воды и диоксида углерода.

8. Способ по одному из п.п. 1 - 6, отличающийся тем, азот в свежем аммиачном синтез-газе, получают посредством разделения воздуха.
9. Способ по одному из п.п. 1 - 4, отличающийся тем, что свежий аммиачный синтез-газ получают из воды и воздуха в твердооксидом электролизном элементе.
10. Способ по любому из п.п. 1 - 9, отличающийся тем, что поток рециркулирующего в контуре газа дополнительно регулируют контролером давления контура, расположенного ниже или выше по потоку от рециркуляционного компрессора.
11. Способ по одному из п.п. 1 - 9, отличающийся тем, что модуль свежего аммиачного синтез-газа регулируют контролером соотношения потоков водорода и азота в аммиачном синтез-газе посредством регулирования скорости потока азота относительно скорости потока водорода.
12. Способ по п. 11, отличающийся тем, что контролер соотношения компенсируют посредством анализатора, работающего в режиме реального времени.

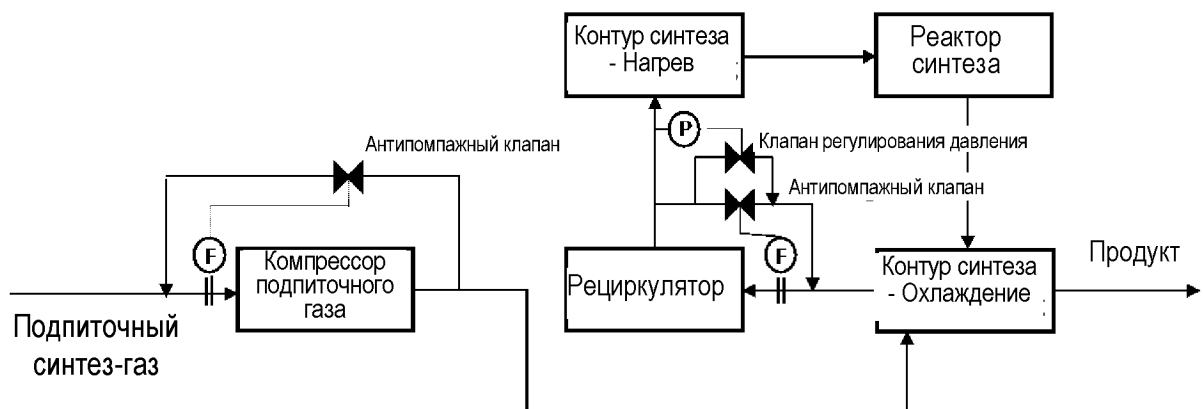


- Использование антипомпажного клапана рециркулятора в качестве клапана регулирования давления контура



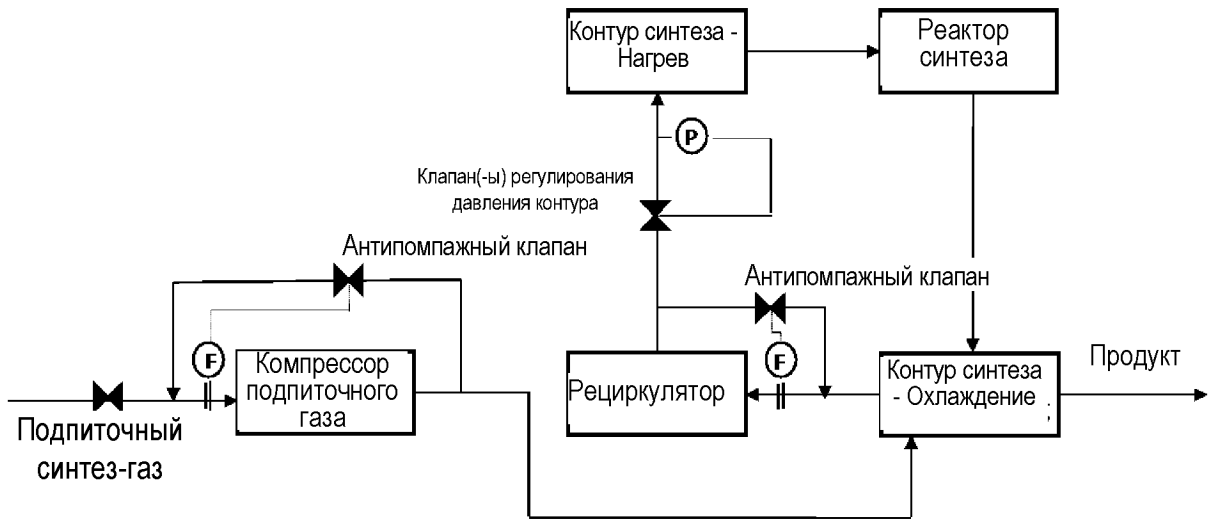
Фиг. 1

- дополнительный клапан регулирования давления вместо использования антипомпажного клапана рециркулятора регулирования давления контура

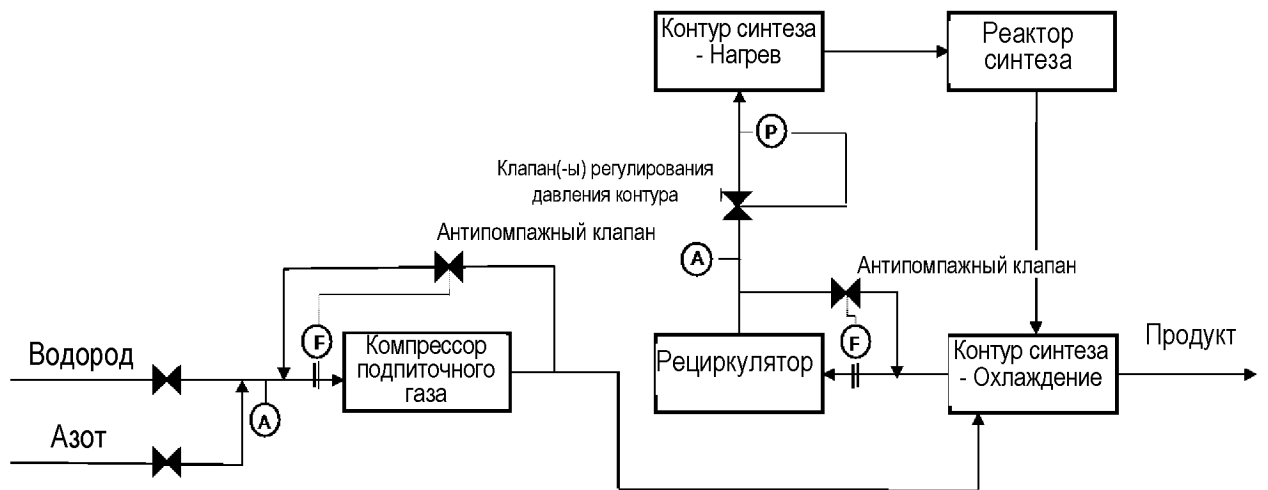


Фиг. 2

- Использование дополнительного клапана(-ов) в качестве клапана регулирования давления контура



Фиг. 3



Фиг. 4