

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
24. August 2023 (24.08.2023)



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2023/156360 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:

C07C 273/04 (2006.01) C02F 1/20 (2023.01)
C07C 273/16 (2006.01) B01D 3/00 (2006.01)
B01D 53/58 (2006.01) B01D 3/14 (2006.01)
B01D 53/14 (2006.01) C02F 101/16 (2006.01)
C02F 1/02 (2023.01) C02F 101/38 (2006.01)
B01D 3/38 (2006.01) C02F 103/36 (2006.01)
C02F 1/10 (2023.01)

LU102914 18. Februar 2022 (18.02.2022) LU
10 2022 201 727.7

18. Februar 2022 (18.02.2022) DE

(71) Anmelder: **THYSSENKRUPP INDUSTRIAL SOLUTIONS AG** [DE/DE]; ThyssenKrupp Allee 1, 45143 Essen (DE). **THYSSENKRUPP AG** [DE/DE]; ThyssenKrupp Allee 1, 45143 Essen (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2023/053567

(72) Erfinder: **MÜLLER, Ivo**; Spissenagelstraße 17, 44229 Dortmund (DE).

(22) Internationales Anmeldedatum:
14. Februar 2023 (14.02.2023)

(74) Anwalt: **THYSSENKRUPP INTELLECTUAL PROPERTY GMBH**; ThyssenKrupp Allee 1, 45143 Essen (DE).

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY,

(54) Title: OPTIMIZED PROCESS CONDENSATE PREPARATION

(54) Bezeichnung: OPTIMIERTE PROZESSKONDENSATAUFBEREITUNG

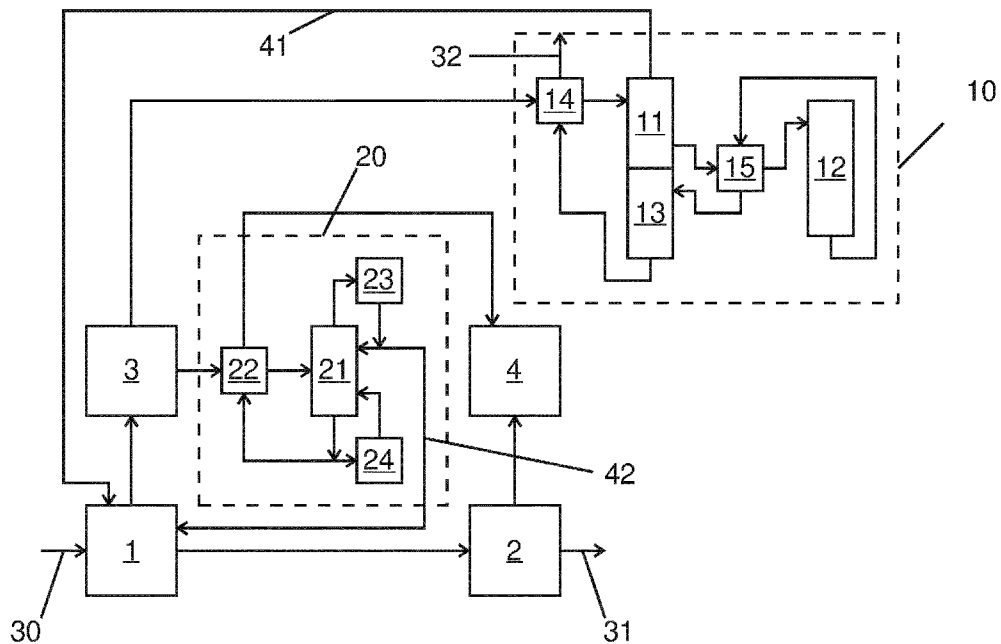


Fig. 1

(57) **Abstract:** The invention relates to a combined system for producing a urea forming material. The combined system has at least one urea synthesizing device (1) and a urea forming device (2), and the combined system has a process condensate cleaning device (10), wherein the process condensate cleaning device (10) is designed to separate ammonia and urea from the process condensate of the urea synthesizing device (1), and the combined system has a formation exhaust air scrubbing device (4). The invention is characterized in that the combined system additionally has a coarse process condensate cleaning device (20) in addition to the process condensate cleaning device (10). The urea synthesizing device (1) is connected to the process condensate cleaning device (10) and the coarse process condensate cleaning device (20) in order to transfer process condensate, and the coarse process condensate cleaning device (20)



WO 2023/156360 A1

BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (*soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart*): ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz 3)

is connected to the formation exhaust air scrubbing device (4).

(57) Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft einen Anlagenverbund zur Herstellung eines Harnstoffformmaterials, wobei der Anlagenverbund wenigstens eine Harnstoffsynthesevorrichtung (1) und eine Harnstoffformungsvorrichtung (2) aufweist, wobei der Anlagenverbund eine Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung (10) aufweist, wobei die Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung (10) zur Abtrennung von Ammoniak und Harnstoff aus dem Prozesskondensat der Harnstoffsynthesevorrichtung (1) ausgebildet ist, wobei der Anlagenverbund eine Formungsabluftwäschevorrichtung (4) aufweist, dadurch gekennzeichnet, dass der Anlagenverbund zusätzlich zur Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung (10) eine Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung (20) aufweist, wobei die Harnstoffsynthesevorrichtung (1) mit der Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung (10) und der Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung (20) zur Überführung von Prozesskondensat verbunden ist, wobei die Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung (20) mit der Formungsabluftwäschevorrichtung (4) verbunden ist.

Optimierte Prozesskondensataufbereitung

Die Erfindung betrifft die Aufbereitung des bei der Harnstoffsynthese anfallenden Prozesskondensats.

5

Das in der Harnstoffsynthese anfallende Prozesskondensat enthält als Verunreinigungen sowohl Ammoniak als auch Harnstoff. Daher wird es vor einer weiteren Verwendung in einem dreistufigen Prozess gereinigt. In einem ersten Schritt wird bei Temperaturen oft um 115 bis 140 °C Ammoniak entfernt. Anschließend wird bei Temperaturen um 190 bis 10 200 °C und üblicherweise mehr als 15 bar und für eine Zeit von 60 bis 120 min eine Hydrolyse durchgeführt, bei der sich Harnstoff zu Ammoniak und Kohlendioxid zersetzt. Das entstehende Ammoniak und Kohlendioxid werden anschließend in einem dritten Schritt entfernt. Die Trennverfahren im ersten und dritten Schritt sind identisch, sodass diese beiden Schritte üblicherweise in einer Kolonne durchgeführt werden, die lediglich 15 in der Mitte geteilt ist, um den zweiten Schritt zwischenzuschalten.

Durch diesen dreistufigen Prozess wird der gesamte Prozesskondensatstrom sehr rein, insbesondere weniger als 3 ppm Ammoniak und weniger als 3 ppm Harnstoff. Dies ist entsprechend aufwändig und benötigt viel Energie. Es gibt insbesondere mit der für die 20 Harnstoffformung, insbesondere Harnstoffgranulation oder Harnstoffprillierung, benötigte Abgaswäsche auch Anwendungen mit weniger hohe Reinheitsanforderungen, zumal dort Harnstoff als Verunreinigung aus dem Abgas eingebracht wird.

Daher ist es energetisch vorteilhaft, für solche Abgaswäschen weniger aufgereinigtes 25 Prozesskondensat zu verwenden. Die US 2019 / 0177180 A1 schlägt hierzu vor, einen Teilstrom nach der ersten Stufe abzutrennen und der Abgaswäsche zuzuführen. Dieses führt aber dazu, dass die Ströme in der ersten Stufe und der dritten Stufe, welche sich in einer gemeinsamen Kolonne befinden, sehr unterschiedliche Mengen aufweisen, was sich als nachteilig auf die Auslegung und den Betrieb auswirken kann.

30

Aus der US 4 652 678 A ist ein Verfahren zur Rückgewinnung wertvoller Komponenten aus einem Abgasstrom der Harnstoffsynthese bekannt.

Aus der US 4 410 503 A ist ein Verfahren zur Entfernung von Harnstoff, Ammoniak und Kohlendioxid aus einer verdünnten wässrigen Lösung bekannt.

5 Aufgabe der Erfindung ist es, eine Prozesskondensataufbereitung bereitzustellen, welche zum einen die hohe Reinheit für die üblichen Verwendungen als auch eine geringere Reinheit für die Abgaswäsche aufweist und dabei eine optimale Prozessführung bei minimalen Energieverbrauch ermöglicht.

10 Gelöst wird diese Aufgabe durch den Anlagenverbund mit den in Anspruch 1 angegebenen Merkmalen. Vorteilhafte Weiterbildungen ergeben sich aus den Unteransprüchen, der nachfolgenden Beschreibung sowie der Zeichnung.

Der erfindungsgemäße Anlagenverbund dient zur Herstellung eines Harnstoffformmaterials, insbesondere eines Harnstoffgranulats oder eines
15 Harnstoffprills. Es werden üblicherweise die Begriffe Granulat oder Prill verwendet, es handelt sich um partikuläres, agglomeriertes Material, welches eine für die Aufbringung als Düngemittel geeignete Partikelgröße aufweist und üblicherweise in einen sich an die Synthese anschließenden Formungsschritt, der Granulation oder Prillierung, hergestellt wird. Der Anlagenverbund weist wenigstens eine Harnstoffsynthesevorrichtung und eine
20 Harnstoffformungsvorrichtung auf. Üblicherweise weist der Anlagenverbund zusätzlich auch eine Vorrichtung zur Synthese von Ammoniak und in vielen Fällen einen Reformier zur Herstellung des Wasserstoffs auf. Aus Wasserstoff und Stickstoff wird in der Vorrichtung zur Synthese von Ammoniak Ammoniak hergestellt. Aus diesem Ammoniak wird mit Kohlendioxid in der Harnstoffsynthesevorrichtung Harnstoff hergestellt und
25 teilweise mit weiteren Komponenten, beispielsweise Ammoniumnitrat, Schwefelverbindungen, Kalk und dergleichen mehr, in der Harnstoffformungsvorrichtung zu einem Granulat verarbeitet, welches insbesondere als Düngemittel breite Verwendung findet. Der Anlagenverbund kann optional auch eine Salperersäuresynthesevorrichtung und optional zusätzlich eine Ammoniumnitratsynthesevorrichtung aufweisen. In diesem
30 Fall kann beispielsweise Ammoniumnitrat als weitere Komponente mit dem Harnstoff gemischt und gemeinsam geformt, insbesondere granuliert, werden. Der Anlagenverbund weist eine Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung auf, wobei die Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung zur Abtrennung von Ammoniak und

Harnstoff aus dem Prozesskondensat der Harnstoffsynthesevorrichtung ausgebildet ist. Hierdurch wird eine weitere Verwendung des Wassers innerhalb oder außerhalb des Anlagenverbunds oder auch dessen Entsorgung ermöglicht. Die Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung weist einen Aufreinigungsstrom bis zum

5 Prozesskondensatausgang auf. Der Aufreinigungsstrom führt das Prozesskondensat durch üblicherweise drei Stufen, um eine hohe Reinheit des Prozesskondensats zu erreichen, Dadurch kann das aufgereinigte Prozesskondensat vielfältig verwendet werden. Der Anlagenverbund weist eine Formungsabluftwäschevorrichtung auf, die mit der Harnstoffformungsvorrichtung verbunden ist und zur Reinigung der Abgase dieser

10 dient. Die Formungsabluftwäschevorrichtung dient dazu, den in die Abluft gelangten Harnstoff durch Auswaschen mit Wasser zu entfernen und so die Emission von Stickstoff zu reduzieren. Oft weist die Formungsabluftwäschevorrichtung eine zweite Stufe auf, in der eine Wäsche mit einem sauren Medium Ammoniak entfernt.

15 Erfindungsgemäß weist der Anlagenverbund zusätzlich zur Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung eine Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung auf. Die Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung weist einen Grobreinigungsstrom auf. Im Grobreinigungsstrom erfolgte eine einfachere Aufreinigung im Vergleich zur Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung, sodass das grob aufgereinigte

20 Prozesskondensat eine geringere Reinheit aufweist, wobei aber die für die Grobaufreinigung benötigte Aufwand entsprechend reduziert ist. Der Grobreinigungsstrom ist von dem Aufreinigungsstrom getrennt und verschieden. Die Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung und die Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung sind somit zwei getrennte Vorrichtungen und die Grobprozess-

25 kondensataufreinigungsvorrichtung ist eben nicht nur beispielsweise die erste Stufe der Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung. Die Harnstoffsynthesevorrichtung ist mit der Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung und der Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung zur Überführung von Prozesskondensat verbunden. Die Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung ist mit der

30 Formungsabluftwäschevorrichtung verbunden. Somit wird erfindungsgemäß der Strom des Prozesskondensats der Harnstoffsynthesevorrichtung in zwei Teilströme geteilt. Ein erster Teilstrom geht in die Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung nach dem Stand der Technik. Da dieser Strom vollständig gereinigt wird, sind die erste Stufe und die dritte

Stufe für den gleichen Volumenstrom ausgelegt und werden auch so betrieben. Parallel zur herkömmlichen Prozesskondensataufreinigungsverrichtung ist die neue Grobprozesskondensataufreinigungsverrichtung angeordnet, in die ein zweiter Teilstrom geführt wird. Je nach Umgebungsbedingungen kann beispielsweise der Bedarf an dem

5 ersten Teilstrom und dem zweiten Teilstrom in etwa gleich groß sein. Der für die Formungsabluftwäschevorrichtung, beispielsweise der Granulation oder der Prillierung, benötigte Wasserstrom wird in der Grobprozesskondensataufreinigungsverrichtung nur für diese Anwendung ausreichend und damit sehr viel energiesparender gereinigt. Eine Entfernung des Harnstoffs aus dem Prozesskondensat ist für dessen Verwendung in der

10 Abluftwäsche nicht notwendig. Insbesondere weist die Grobprozesskondensataufreinigungsverrichtung nur eine Stufe und damit vor allem keine Hydrolyse in einem zweiten Schritt auf. Die Menge an Ammoniak im Prozesskondensat kann durch den separaten Grobprozesskondensataufreinigungsverrichtung gezielt eingestellt werden. Nach Stand der Technik wird das in der Formung, insbesondere der Granulation

15 beziehungsweise der Prillierung, freigesetzte Ammoniak aus der Abluft vorzugsweise durch eine saure Wäsche, zum Beispiel mit Salpetersäure oder Schwefelsäure, entfernt. Dabei entsteht abhängig von der eingesetzten Säure das dazugehörige Ammoniaksalz, welches ebenfalls als Düngermittel oder als Einsatzstoff für weitere Prozesse, zum Beispiel für die Herstellung von Harnstoff-Ammoniumnitrat (UAN), genutzt werden kann.

20 Das nach der Grobprozesskondensataufreinigungsverrichtung im für die Abluftwäsche genutzten Prozesskondensatstrom verbleibende Ammoniak wird in der sauren Waschstufe der Abluftwäsche ausgewaschen. Nach dem Stand der Technik wird die für die Prozesskondensataufreinigungsverrichtung benötigte Wärmemenge in Form von Dampf bereitgestellt, der überwiegend direkt in den Prozess eingespeist und somit selbst

25 zum Prozesskondensat wird. Findet die Prozesskondensataufreinigung energiesparender statt, kann diese Menge an eingespeisten Dampf reduziert werden. Dies führt zu einer Reduktion der anfallenden Prozesskondensatmenge, da durch den eingesparten Dampf kein zusätzliches Wasser eingetragen wird, welches die Prozesskondensatmenge steigern würde.

30 Durch die strikte Trennung der Prozesskondensataufreinigungsverrichtung und des Aufreinigungsstroms von der Grobprozesskondensataufreinigungsverrichtung und des Grobreinigungsstroms ergeben sich zwei grundlegende Vorteile. Der erste Vorteil ist,

dass insbesondere die Prozesskondensataufreinigungsverfahren für einen konstanten durchlaufenden Aufreinigungsstrom ausgelegt ist. Somit sind alle Stufen für einen identischen Volumenstrom ausgelegt, was vorteilhaft ist. Der zweite Vorteil ist, dass somit eine Nachrüstung im Rahmen einer Kapazitätserweiterung leicht möglich ist. Wird
5 beispielsweise ein entsprechender bestehender Anlagenverbund so umgerüstet, dass die Produktionskapazität erweitert wird, so kann eine bestehende Prozesskondensataufreinigungsverfahren weiter betrieben werden und zusätzlich wird eine neue zusätzliche und getrennte Grobprozesskondensataufreinigungsverfahren installiert, die den durch die Kapazitätserweiterung hinzugekommenen Prozesskondensatstrom in
10 einfacher und reduzierter Weise reinigt und für entsprechende Anwendungen, insbesondere die Formungsabluftwäschevorrichtung zur Verfügung stellt. Somit kann auf eine Kapazitätserweiterung der Prozesskondensataufreinigungsverfahren in vorteilhafter Weise verzichtet werden.

15 In einer weiteren Ausführungsform der Erfindung ist die Grobprozesskondensataufreinigungsverfahren einstufig zur Entfernung von Ammoniak ausgebildet. Insbesondere ist die Grobprozesskondensataufreinigungsverfahren in Form einer Kolonne, insbesondere einer Bodenkolonne oder einer Füllkörperkolonne, ausgebildet. Eine zweite Stufe zur Hydrolyse von Harnstoff zu Ammoniak und CO_2 ist somit bevorzugt
20 eben nicht Bestandteil der Grobprozesskondensataufreinigungsverfahren.

In einer weiteren Ausführungsform der Erfindung weist die Grobprozesskondensataufreinigungsverfahren einen ersten Wärmetauscher auf. Der erste Wärmetauscher ist zur Vorwärmung des von der Harnstoffsynthesevorrichtung kommenden Prozesskondensatstroms ausgebildet. Dieses erfolgt dadurch, dass der Wärmetauscher zur
25 Abkühlung des aus der Grobprozesskondensataufreinigungsverfahren austretenden grobgereinigten Prozesskondensatstroms ausgebildet ist. Somit kann die Prozesswärme in der Grobprozesskondensataufreinigungsverfahren gehalten werden.

30 In einer weiteren Ausführungsform der Erfindung weist die Grobprozesskondensataufreinigungsverfahren einen zweiten Wärmetauscher auf. Der zweite Wärmetauscher ist zur Kondensation des aus der Grobprozesskondensataufreinigungsverfahren austretenden Gasstromes ausgebildet. Insbesondere kann hier das Gasgemisch,

welches insbesondere Wasser, Ammoniak und Kohlendioxid enthält, kondensiert werden. Dieses Prozesskondensat kann auch als Carbamatlösung bezeichnet werden, da das dort enthaltene Ammoniak und Kohlendioxid in wässriger Lösung teilweise miteinander reagieren, unter anderem zu Carbamat. Bevorzugt sind der zweite
5 Wärmetauscher und die Grobprozesskondensataufreinigungsverrichtung mit einer Carbamatrückführungsleitung verbunden. Hierdurch kann ein Teilstrom der Carbamatlösung zurück in die Grobprozesskondensataufreinigungsverrichtung geführt werden. Mit dieser Rückführung kann der Wasseranteil in der Carbamatlösung bei Bedarf reduziert werden um die Konzentration an Ammoniak und Kohlendioxid zu steigern. Dies
10 ist vorteilhaft, da diese Carbamatlösung der Harnstoffsynthesevorrichtung zugeführt wird, wo ein geringer Wassereintrag vorteilhaft für die Reaktionsführung ist.

In einer weiteren Ausführungsform der Erfindung weist die Grobprozesskondensataufreinigungsverrichtung einen dritten Wärmetauscher auf. Die Grobprozesskondensataufreinigungsverrichtung weist weiter eine Rezirkulationsleitung für einen Teilstrom des
15 grobgereinigten Prozesskondensatestroms auf. Der dritte Wärmetauscher ist in der Rezirkulationsleitung angeordnet und zur Erwärmung des rezirkulierten Teilstroms ausgebildet. Um die benötigte Wärme der Grobprozesskondensataufreinigungsverrichtung zuzuführen, könnte man alternativ auch Dampf direkt einleiten. Diese
20 Dampfdirekteinspeisung erhöht aber die Wassermenge des grobgereinigten Prozesskondensatestroms. Die indirekte Wärmeeinbringung durch einen Wärmetauscher lässt die Gesamtmenge jedoch unverändert. In dem dritten Wärmetauscher oder dem nachgelagert, beispielsweise nach einem entsprechenden Druckventil, kann insbesondere auch eine Verdampfung des Teilstroms erfolgen.

25 In einer weiteren Ausführungsform der Erfindung weist der Anlagenverbund ein Prozesskondensatspeicher auf. Der Prozesskondensatspeicher ist nach der Harnstoffsynthesevorrichtung und vor der Prozesskondensataufreinigungsverrichtung und der Grobprozesskondensataufreinigungsverrichtung angeordnet.

30 In einer weiteren Ausführungsform der Erfindung sind die Grobprozesskondensataufreinigungsverrichtung und die Harnstoffsynthesevorrichtung über eine erste Leitung zur Rückführung des in der Grobprozesskondensataufreinigungsverrichtung

entstehenden Carbamatlösung verbunden. Insbesondere sind die Prozesskondensat-
aufreinigungsvorrichtung und die Harnstoffsynthesevorrichtung über eine zweite Leitung
zur Rückführung des aus der Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung austretenden
Carbamatlösung verbunden. Die erste Leitung und die zweite Leitung sind miteinander
5 verbunden. Insbesondere können diese ineinander münden und als eine gemeinsame
Leitung in die Harnstoffsynthesevorrichtung geführt werden.

In einer weiteren Ausführungsform der Erfindung weist die Harnstoffformungsvorrichtung
eine oder mehrere Feinabluftwäschevorrichtung auf, beispielsweise eine
10 Tropfenabscheidung mittels eines Demisters. Da dies der letzte Reinigungsschritt vor
Abgabe der Abluft an die Umgebung ist, werden an die dabei verwendete Waschlösung
besondere Reinheitsanforderungen gestellt. Falls diese Anforderung vom
grobgereinigten Prozesskondensat aus der Grobprozesskondensataufreinigungs-
vorrichtung nicht erfüllt wird, muss für diesen letzten Reinigungsschritt eine andere Quelle
15 für die Waschlösung gewählt werden. Üblicherweise wird dann wie zuvor bereits das
saubere Prozesskondensat aus der Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung
verwendet. Die Wassermenge der Feinabluftwäschevorrichtung ist üblicherweise klein im
Vergleich zum Gesamtwasserbedarf der Wäsche. Daher bleiben die aufgeführten
positiven Effekte der Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung auch in dieser
20 Ausführungsform erhalten.

Nachfolgend ist der erfindungsgemäße Anlagenverbund anhand eines in der Zeichnung
dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläutert.

25 Fig. 1 beispielhafte Ausführungsform

Die Darstellung ist rein schematisch und stark vereinfacht zur Verdeutlichung der
Erfindung. Übliche Komponenten, wie zum Beispiel Ventile, Wärmetauscher,
Fördervorrichtungen, wie zum Beispiel Pumpen und dergleichen sind zur Vereinfachung
30 weggelassen und sind dem Fachmann für solche Anlagen ausreichend bekannt. Ziel der
Darstellung ist es, den erfindungsgemäßen Gedanken zu verdeutlichen.

In Fig. 1 ist ein Ausschnitt eines Anlagenverbunds gezeigt. Ammoniak und Kohlendioxid werden am Edukteingang 30 der Harnstoffsynthesevorrichtung 1 zugeführt und dort zu Harnstoff umgesetzt. Der Harnstoff wird dann in die Harnstoffformungsvorrichtung 2 überführt. Die Abluft aus der Harnstoffformungsvorrichtung 2 wird in die Formungsabluftwäschevorrichtung 4 überführt. Das Prozesskondensat, welches bei der Synthese von Harnstoff aus Ammoniak und Kohlendioxid entsteht, wird aus der Harnstoffsynthesevorrichtung 1 in einen Prozesskondensatspeicher 3 überführt. Hier wird der Prozesskondensatstrom erfindungsgemäß aufgeteilt. Ein Teilstrom, beispielsweise 50 %, werden in die Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung 10 überführt, wie diese aus dem Stand der Technik für einen solchen Anlagenverbund bekannt und üblich ist. Das Prozesskondensat wird zunächst durch den vierten Wärmetauscher 14 in die erste Stufe 11 geführt und dort bei zum Beispiel 140 °C und 3 bar Ammoniak abgetrennt. Nach dem Durchlaufen der ersten Stufe 11 gelangt das Prozesskondensat durch den fünften Wärmetauscher 15 in die zweite Stufe 12, beispielsweise für 60 min bei 200 °C und 16 bar. Hierdurch wird der Harnstoff mit Wasser in Ammoniak und Kohlendioxid umgesetzt. Durch den fünften Wärmetauscher 15 gelangt das Prozesskondensat in die dritte Stufe 13, wo bei den gleichen Bedingungen der ersten Stufe 11 (in einer gemeinsamen Kolonne) Ammoniak abgetrennt wird. Dieses gelangt dann über eine zweite Leitung 41 zurück in die Harnstoffsynthesevorrichtung 1. Das gereinigte Prozesskondensat gelangt aus der dritten Stufe 13 durch den vierten Wärmetauscher 14 zum Prozesskondensatausgang 32 und kann an andere Prozesse übergeben werden.

Ein weiterer Teilstrom, beispielsweise 50 %, des Prozesskondensats werden aus dem Prozesskondensatspeicher 3 in die Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung 20 überführt. Dort gelangt das Prozesskondensat zunächst in den ersten Wärmetauscher 22 und wird dort vorgewärmt und in die Kolonne 21, beispielsweise eine Füllkörperkolonne, überführt. Der am oberen Ende der Kolonne 21 austretende Gasstrom wird durch den zweiten Wärmetauscher 23 geleitet und kondensiert. Ein Teilstrom davon wird zurück in die Kolonne 21 geführt, der restliche Teilstrom durch die erste Leitung 40 in die Harnstoffsynthesevorrichtung 1 geführt. Das am unteren Ende der Kolonne austretende grobgereinigte Prozesskondensat wird geteilt und ein Teilstrom durch die Prozesskondensatrückführungsleitung und den dritten Wärmetauscher 24 erwärmt, zumindest teilweise verdampft, und erneut der Kolonne 21 zugeführt. Der restliche

Teilstrom des grobgereinigten Prozesskondensats wird über den ersten Wärmetauscher 22 zur Rückgewinnung der Wärme geführt und anschließend in die Formungsabluftwäschevorrichtung 4 geführt, um dort weiteren Harnstoff aus der Abluft aufzunehmen.

5

Bezugszeichen

	1	Harnstoffsynthesevorrichtung
	2	Harnstoffformungsvorrichtung
	3	Prozesskondensatspeicher
10	4	Formungsabluftwäschevorrichtung
	10	Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung
	11	erste Stufe
	12	zweite Stufe
	13	dritte Stufe
15	14	vierter Wärmetauscher
	15	fünfter Wärmetauscher
	20	Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung
	21	Kolonne
	22	erster Wärmetauscher
20	23	zweiter Wärmetauscher
	24	dritter Wärmetauscher
	30	Edukteingang
	31	Produktausgang
	32	Prozesskondensatausgang
25	40	erste Leitung
	41	zweite Leitung

Patentansprüche

1. Anlagenverbund zur Herstellung eines Harnstoffformmaterials, wobei der Anlagenverbund wenigstens eine Harnstoffsynthesevorrichtung (1) und eine Harnstoffformungsvorrichtung (2) aufweist, wobei der Anlagenverbund eine Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung (10) aufweist, wobei die Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung (10) zur Abtrennung von Ammoniak und Harnstoff aus dem Prozesskondensat der Harnstoffsynthesevorrichtung (1) ausgebildet ist, wobei die Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung (10) einen Aufreinigungsstrom bis zum Prozesskondensat Ausgang (32) aufweist, wobei der Anlagenverbund eine Formungsabluftwäschevorrichtung (4) aufweist, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Anlagenverbund zusätzlich zur Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung (10) eine Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung (20) aufweist, wobei die Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung (20) einen Grobreinigungsstrom aufweist, wobei der Grobreinigungsstrom von dem Aufreinigungsstrom getrennt und verschieden ist, wobei die Harnstoffsynthesevorrichtung (1) mit der Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung (10) und der Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung (20) zur Überführung von Prozesskondensat verbunden ist, wobei die Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung (20) mit der Formungsabluftwäschevorrichtung (4) verbunden ist.
2. Anlagenverbund nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung (20) einstufig zur Entfernung von Ammoniak ausgebildet ist.
3. Anlagenverbund nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung (20) einen ersten Wärmetauscher (22) aufweist, wobei der erste Wärmetauscher (22) zur Vorwärmung des von der Harnstoffsynthesevorrichtung (1) kommenden Prozesskondensatstroms ausgebildet ist, wobei der erste Wärmetauscher (22) zur Abkühlung des aus der Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung (20) austretenden grobgereinigten Prozesskondensatstroms ausgebildet ist.

4. Anlagenverbund nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung (20) einen zweiten Wärmetauscher (23) aufweist, wobei der zweite Wärmetauscher (23) zur Kondensation des aus der
5 Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung (20) austretenden Gasstromes ausgebildet ist.
5. Anlagenverbund nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** der zweite Wärmetauscher (23) und die Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung (20)
10 mit einer Carbamatrückführungsleitung verbunden sind.
6. Anlagenverbund nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung (20) einen dritten Wärmetauscher (24) aufweist, wobei die Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung (20) eine Rezirkulationsleitung für einen Teilstrom des grobgereinigten Prozesskondensatestroms aufweist, wobei der dritte
15 Wärmetauscher (24) in der Rezirkulationsleitung zur Erwärmung des rezirkulierten Teilstroms ausgebildet ist.
7. Anlagenverbund nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Anlagenverbund ein Prozesskondensatspeicher (3) aufweist, wobei der Prozesskondensatspeicher (3) nach der Harnstoffsynthesevorrichtung (1) und vor der Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung (10) und der Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung (20) angeordnet ist.
20
8. Anlagenverbund nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung (20) und die Harnstoffsynthesevorrichtung (1) über eine erste Leistung zur Rückführung des aus der Grobprozesskondensataufreinigungsvorrichtung (20) austretenden Carbamatstromes verbunden sind.
25
30
9. Anlagenverbund nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung (10) und die Harnstoffsynthesevorrichtung (1) über eine zweite Leistung zur Rückführung des aus der Prozesskondensataufreinigungsvorrichtung (10) austretenden
35

Carbamatstromes verbunden sind, wobei die erste Leitung und die zweite Leitung miteinander verbunden sind.

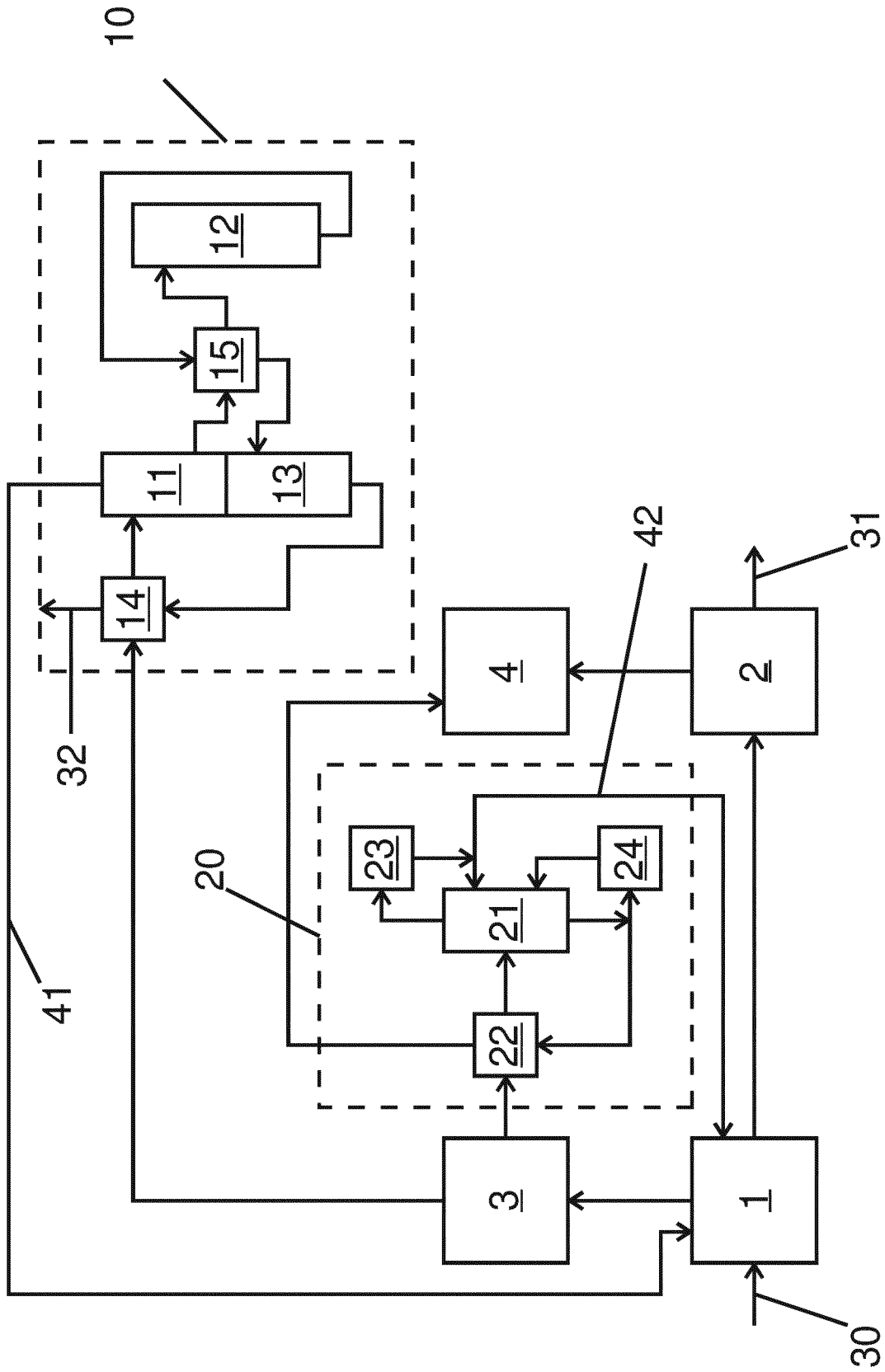


Fig. 1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/EP2023/053567

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
<i>C07C 273/04</i> (2006.01)i; <i>C07C 273/16</i> (2006.01)i; <i>B01D 53/58</i> (2006.01)i; <i>B01D 53/14</i> (2006.01)i; <i>C02F 1/02</i> (2023.01)i; <i>B01D 3/38</i> (2006.01)i; <i>C02F 1/10</i> (2023.01)i; <i>C02F 1/20</i> (2023.01)i; <i>B01D 3/00</i> (2006.01)i; <i>B01D 3/14</i> (2006.01)i; <i>C02F 101/16</i> (2006.01)i; <i>C02F 101/38</i> (2006.01)i; <i>C02F 103/36</i> (2006.01)i		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) B01D; C07C; C02F		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	US 4652678 A (DOUWES ADOLPHE M [NL]) 24 March 1987 (1987-03-24) figure 1 column 5, line 23 - column 6, line 24	1,2,6-9 3-5
X Y	US 2019177180 A1 (SASAKI KEIGO [JP]) 13 June 2019 (2019-06-13) cited in the application figures 2, 5 paragraphs [0059] - [0068]	1,2,6-9 3-5
Y	US 4410503 A (VAN NASSAU PETRUS J M [NL] ET AL) 18 October 1983 (1983-10-18) figure 3 column 5, lines 35-50	3-5
A	GB 1528051 A (FOSTER WHEELER ENERGY CORP) 11 October 1978 (1978-10-11) figure 2 page 1, line 70 - page 2, line 11 page 8, lines 5-13	1-9
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 29 March 2023		Date of mailing of the international search report 06 April 2023
Name and mailing address of the ISA/EP European Patent Office p.b. 5818, Patentlaan 2, 2280 HV Rijswijk Netherlands Telephone No. (+31-70)340-2040 Facsimile No. (+31-70)340-3016		Authorized officer Van Ganswijk, J Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/EP2023/053567

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 3782979 A1 (YARA INT ASA [NO]) 24 February 2021 (2021-02-24) figure 1 paragraphs [0091], [0092]	1-9
A	WO 2021137701 A1 (STAMICARBON [NL]) 08 July 2021 (2021-07-08) figures 1-4 abstract	1-9
A	US 2017341951 A1 (NISHIKAWA GENSHI [JP] ET AL) 30 November 2017 (2017-11-30) figure 1 abstract	1-9
A	WO 2021137700 A1 (STAMICARBON [NL]) 08 July 2021 (2021-07-08) figure 2 abstract	1-9
A	DE 3002460 A1 (CF IND) 21 August 1980 (1980-08-21) figure 1	1-9
A	WO 2013165245 A1 (STAMICARBON [NL]) 07 November 2013 (2013-11-07) figure 2 abstract	1-9

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/EP2023/053567

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
US	4652678	A	24 March 1987	AT	17473	T	15 February 1986
				CA	1189683	A	02 July 1985
				EP	0066906	A1	15 December 1982
				JP	S57193439	A	27 November 1982
				NL	8102391	A	01 December 1982
				US	4652678	A	24 March 1987
US	2019177180	A1	13 June 2019	CN	109896534	A	18 June 2019
				GB	2571601	A	04 September 2019
				JP	6949693	B2	13 October 2021
				JP	2019098307	A	24 June 2019
				US	2019177180	A1	13 June 2019
US	4410503	A	18 October 1983	AT	14574	T	15 August 1985
				CA	1176434	A	23 October 1984
				DD	202536	A5	21 September 1983
				EG	15479	A	30 December 1986
				EP	0059516	A1	08 September 1982
				IN	157071	B	11 January 1986
				JP	S57160912	A	04 October 1982
				NL	8100989	A	16 September 1982
				US	4410503	A	18 October 1983
				GB	1528051	A	11 October 1978
CA	1070930	A	05 February 1980				
ES	441114	A1	16 March 1977				
FR	2296602	A1	30 July 1976				
FR	2296603	A1	30 July 1976				
GB	1528051	A	11 October 1978				
IT	1046903	B	31 July 1980				
JP	S5163400	A	01 June 1976				
JP	S5549040	B2	09 December 1980				
MX	3395	E	28 October 1980				
EP	3782979	A1	24 February 2021				
				CN	114072377	A	18 February 2022
				EP	3782979	A1	24 February 2021
				EP	4017842	A1	29 June 2022
				US	2022289669	A1	15 September 2022
				WO	2021032819	A1	25 February 2021
WO	2021137701	A1	08 July 2021	AU	2020416567	A1	21 July 2022
				CA	3166412	A1	08 July 2021
				CN	114901373	A	12 August 2022
				EP	4084883	A1	09 November 2022
				JP	2023503177	A	26 January 2023
				US	2022089529	A1	24 March 2022
				WO	2021137701	A1	08 July 2021
US	2017341951	A1	30 November 2017	CN	107445332	A	08 December 2017
				GB	2552066	A	10 January 2018
				JP	6634342	B2	22 January 2020
				JP	2017209615	A	30 November 2017
				US	2017341951	A1	30 November 2017
WO	2021137700	A1	08 July 2021	AU	2020418337	A1	21 July 2022

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/EP2023/053567

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
				CA 3166402 A1	08 July 2021
				CN 114901636 A	12 August 2022
				EP 4085049 A1	09 November 2022
				JP 2023500988 A	17 January 2023
				US 2022089527 A1	24 March 2022
				US 2022281809 A1	08 September 2022
				WO 2021137700 A1	08 July 2021
DE	3002460	A1	21 August 1980	BR 8000500 A	21 October 1980
				CA 1144512 A	12 April 1983
				DE 3002460 A1	21 August 1980
				ES 8101545 A1	16 December 1980
				ES 8106465 A1	16 August 1981
				ES 8200331 A1	01 November 1981
				FR 2450809 A1	03 October 1980
				GB 2040711 A	03 September 1980
				IT 1129705 B	11 June 1986
				JP S5913892 B2	02 April 1984
				JP S55102437 A	05 August 1980
				MX 155155 A	01 February 1988
				NL 8000600 A	01 August 1980
				US 4231839 A	04 November 1980
WO	2013165245	A1	07 November 2013	AP 3832 A	30 September 2016
				CA 2871771 A1	07 November 2013
				CN 104284883 A	14 January 2015
				CN 110003056 A	12 July 2019
				EA 201401210 A1	30 April 2015
				EP 2844640 A1	11 March 2015
				EP 3459932 A1	27 March 2019
				JP 6306571 B2	04 April 2018
				JP 2015520741 A	23 July 2015
				JP 2018052986 A	05 April 2018
				PE 20142347 A1	30 January 2015
				PL 2844640 T3	31 December 2018
				UA 115143 C2	25 September 2017
				US 2015133690 A1	14 May 2015
				US 2016362360 A1	15 December 2016
				WO 2013165245 A1	07 November 2013

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	GB 1 528 051 A (FOSTER WHEELER ENERGY CORP) 11. Oktober 1978 (1978-10-11) Abbildung 2 Seite 1, Zeile 70 - Seite 2, Zeile 11 Seite 8, Zeilen 5-13 -----	1-9
A	EP 3 782 979 A1 (YARA INT ASA [NO]) 24. Februar 2021 (2021-02-24) Abbildung 1 Absätze [0091], [0092] -----	1-9
A	WO 2021/137701 A1 (STAMICARBON [NL]) 8. Juli 2021 (2021-07-08) Abbildungen 1-4 Zusammenfassung -----	1-9
A	US 2017/341951 A1 (NISHIKAWA GENSHI [JP] ET AL) 30. November 2017 (2017-11-30) Abbildung 1 Zusammenfassung -----	1-9
A	WO 2021/137700 A1 (STAMICARBON [NL]) 8. Juli 2021 (2021-07-08) Abbildung 2 Zusammenfassung -----	1-9
A	DE 30 02 460 A1 (CF IND) 21. August 1980 (1980-08-21) Abbildung 1 -----	1-9
A	WO 2013/165245 A1 (STAMICARBON [NL]) 7. November 2013 (2013-11-07) Abbildung 2 Zusammenfassung -----	1-9

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2023/053567

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung			
US 4652678	A	24-03-1987	AT 17473 T 15-02-1986			
			CA 1189683 A 02-07-1985			
			EP 0066906 A1 15-12-1982			
			JP S57193439 A 27-11-1982			
			NL 8102391 A 01-12-1982			
			US 4652678 A 24-03-1987			
			US 2019177180	A1	13-06-2019	CN 109896534 A 18-06-2019
			GB 2571601 A 04-09-2019			
			JP 6949693 B2 13-10-2021			
			JP 2019098307 A 24-06-2019			
			US 2019177180 A1 13-06-2019			
US 4410503	A	18-10-1983	AT 14574 T 15-08-1985			
			CA 1176434 A 23-10-1984			
			DD 202536 A5 21-09-1983			
			EG 15479 A 30-12-1986			
			EP 0059516 A1 08-09-1982			
			IN 157071 B 11-01-1986			
			JP S57160912 A 04-10-1982			
			NL 8100989 A 16-09-1982			
			US 4410503 A 18-10-1983			
			GB 1528051	A	11-10-1978	BR 7506343 A 03-08-1976
						CA 1070930 A 05-02-1980
			ES 441114 A1 16-03-1977			
			FR 2296602 A1 30-07-1976			
			FR 2296603 A1 30-07-1976			
			GB 1528051 A 11-10-1978			
			IT 1046903 B 31-07-1980			
			JP S5163400 A 01-06-1976			
			JP S5549040 B2 09-12-1980			
			MX 3395 E 28-10-1980			
EP 3782979	A1	24-02-2021	CA 3144135 A1 25-02-2021			
			CN 114072377 A 18-02-2022			
			EP 3782979 A1 24-02-2021			
			EP 4017842 A1 29-06-2022			
			US 2022289669 A1 15-09-2022			
			WO 2021032819 A1 25-02-2021			
WO 2021137701	A1	08-07-2021	AU 2020416567 A1 21-07-2022			
			CA 3166412 A1 08-07-2021			
			CN 114901373 A 12-08-2022			
			EP 4084883 A1 09-11-2022			
			JP 2023503177 A 26-01-2023			
			US 2022089529 A1 24-03-2022			
			WO 2021137701 A1 08-07-2021			
US 2017341951	A1	30-11-2017	CN 107445332 A 08-12-2017			
			GB 2552066 A 10-01-2018			
			JP 6634342 B2 22-01-2020			
			JP 2017209615 A 30-11-2017			
			US 2017341951 A1 30-11-2017			
WO 2021137700	A1	08-07-2021	AU 2020418337 A1 21-07-2022			
			CA 3166402 A1 08-07-2021			
			CN 114901636 A 12-08-2022			

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2023/053567

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
		EP 4085049 A1	09-11-2022
		JP 2023500988 A	17-01-2023
		US 2022089527 A1	24-03-2022
		US 2022281809 A1	08-09-2022
		WO 2021137700 A1	08-07-2021

DE 3002460	A1	21-08-1980	
		BR 8000500 A	21-10-1980
		CA 1144512 A	12-04-1983
		DE 3002460 A1	21-08-1980
		ES 8101545 A1	16-12-1980
		ES 8106465 A1	16-08-1981
		ES 8200331 A1	01-11-1981
		FR 2450809 A1	03-10-1980
		GB 2040711 A	03-09-1980
		IT 1129705 B	11-06-1986
		JP S5913892 B2	02-04-1984
		JP S55102437 A	05-08-1980
		MX 155155 A	01-02-1988
		NL 8000600 A	01-08-1980
		US 4231839 A	04-11-1980

WO 2013165245	A1	07-11-2013	
		AP 3832 A	30-09-2016
		CA 2871771 A1	07-11-2013
		CN 104284883 A	14-01-2015
		CN 110003056 A	12-07-2019
		EA 201401210 A1	30-04-2015
		EP 2844640 A1	11-03-2015
		EP 3459932 A1	27-03-2019
		JP 6306571 B2	04-04-2018
		JP 2015520741 A	23-07-2015
		JP 2018052986 A	05-04-2018
		PE 20142347 A1	30-01-2015
		PL 2844640 T3	31-12-2018
		UA 115143 C2	25-09-2017
		US 2015133690 A1	14-05-2015
		US 2016362360 A1	15-12-2016
		WO 2013165245 A1	07-11-2013
