



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

208 244

(B1)

(11)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 02 01 78
(21) PV 8-78

(51) Int. Cl. B 01 J 37/00

//B 01 J 37/00,

37/08,

37/16

(40) Zveřejněno 31 12 80
(45) Vydáno 31 06 82

(75)

Autor vynálezu SOKOL LUDVÍK ing. CSc., LITVÍNOV

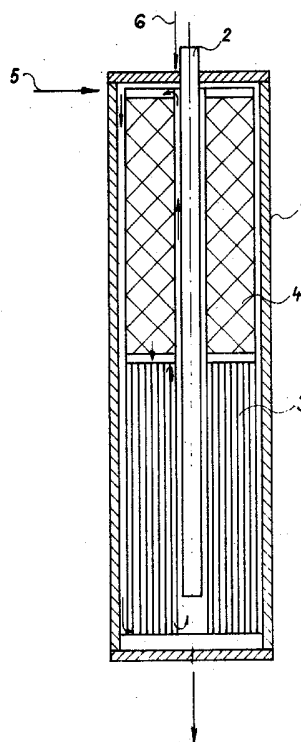
UHLÍŘ JOSEF ing., HAMR a

BÍLEK KAREL ing., LITVÍNOV

(54) Způsob výroby předredukovaného katalyzátoru a zařízení k provádění tohoto způsobu

Vynález se týká způsobu výroby předredukovaného katalyzátoru pro výrobu čpavku a zařízení k provádění tohoto způsobu. Katalyzátor se redukuje při tlaku 1 až 30 MPa a teplotě 300 až 475 °C, s postupným zvyšováním teploty odplynem nebo okružním plynem syntézy čpavku a stabilizuje pasivací kyslíkem. Zařízení tvoří válcový reaktor s vestavbou, která je v horní části naplněna katalyzátorem a ve spodní části opatřena výměníkem.

obr. 1



Vynález se týká způsobu výroby předredukováného katalyzátoru, zejména katalyzátoru pro syntézu amoniaku a zařízení k provádění tohoto způsobu, ve kterém lze redukovat vybrané katalyzátory za sníženého tlaku při vhodném teplotním režimu a vhodné lineární rychlosti odplynu nebo okružního plynu ze syntézy amoniaku, který má vyhovující čistotu i obsah redukčních složek a ve kterých je možné provést i následující stabilizaci redukováného katalyzátoru pasivací kyslíkem při vhodné teplotě a koncentraci kyslíku v inertním plynu.

V současné době se pro vysokokapacitní reaktory syntézy amoniaku a i pro jiné procesy ve kterých se používá redukováný katalyzátor, vyrábí ve speciálních výrobních předredukováný katalyzátor, který se po naplnění do reaktoru redukuje ve velmi krátké době ve srovnání s katalyzátorem neredukovaným a podmínky pro jeho doredukcí jsou technologicky podstatně méně náročné, navíc se významně zkracuje doba najíždění, takže se získává čas pro výrobu žádaného výrobku a tím zvyšuje i využití vysokokapacitních reaktorů. Např. při zkrácení najíždění 1 000 tunového špavkového reaktoru předatavuje zvýšení celkové produkce o 1 000 tun za den. Podle množství do reaktoru naplněného předredukováného katalyzátoru (jen 1. vrstva nebo celý reaktor) předatavuje pak zkrácení doby najíždění 3 až 10 dní. Předredukcí prováděná vodíkem ve speciálních reaktorech za atmosférického tlaku je zdoluhavá a náročná i na čas a elektrickou energii. S rostoucím tlakem se předredukcí urychluje a je jí možné dokončit při nižších teplotách. Tak např. za atmosférického tlaku vyžaduje špavkový katalyzátor pro redukcí teploty až 550 °C, kdežto při tlaku 5 MPa stačí teplota 475 °C. Současné s rostoucím tlakem, jak bylo zjištěno měřením aktivity jako funkce podmínky předredukcí již např. v č. patentu 117 658, je nutno volit tím vyšší objemovou rychlost redukčních plynů, čím vyšší je tlak a velikost zrna redukováného katalyzátoru. Rovněž čistota plynu používaného pro předredukcí rozhodující měrou ovlivňuje kvalitu výrobku. Nyní byl nalezen nový způsob výroby předredukováného katalyzátoru, který nevyžaduje speciální zařízení, ale lze ho provést v zařízení pro metanační čištění syntézního plynu pro syntézu amoniaku.

Způsob výroby předredukováného katalyzátoru, zejména katalyzátoru pro syntézu amoniaku stabilizovaného pasivací kyslíkem za atmosférického tlaku při 20 až 80 °C spočívá podle vynálezu v tom, že katalyzátor se předredukuje odplynem nebo okružním plynem ze syntézy amoniaku, obsahujícím 15 až 25 % dusíku, 53 až 83 % obj. vodíku, 1 až 10 % obj. metanu, 1 až 7 % obj. argonu a do 5 % obj. amoniaku, při teplotách 300 až 475 °C a postupným zvyšováním teploty po dobu 2 až 5 dnů a při tlaku 1 až 30 MPa, výhodně 1 až 6 MPa a proesazení 4 až 5 000 m³ plynu/hod. přes 1 až 5 m³ katalyzátoru, načež se předredukováný katalyzátor stabilizuje pasivací kyslíkem s postupným zvyšováním obsahu kyslíku z hodnoty 0,005 na hodnotu 20 % obj. kyslíku v inertním plynu, přičemž v loži pasivovaného katalyzátoru se zvýší teplota až o 50 °C, výhodně o 15 °C, nejvýše na 100 °C.

Tento způsob se provádí v zařízení, které se skládá z reaktoru vybaveného ohřívacím plynem, umístěným v ose reaktoru, a výměníkem tepla, umístěným ve spodní části reaktoru, přičemž reaktor je v horní části naplněn katalyzátorem a napojen na odplyn nebo okružní

plyn syntézy amoniaku, chladicí plyn a přívod pasivační směsi. Teplotu redukce lze regulovat nejen elektrickým přikovem ohříváče, ale i mícháním plynových proudů. Odplyn ze syntézy amoniaku i okružní plyn má vysokou čistotu, protože neobsahuje ani stopy katalytických jader, jako např. kyslíkaté a sirné sloučeniny a navíc je k dispozici prakticky za libovolného tlaku, takže není třeba jej komprimovat. Sám o sobě má ve srovnání s vodíkem vyráběným ve speciální výrobě jen zanedbatelnou hodnotu a použitím pro redukci se obsah vodíku v odplynu sníží jen o několik procent, takže nedejde prakticky k znehodnocení nízkokalorického odpadního plynu. Před použitím se z něho vypírá vodou amoniak, který však v obohatěném množství nevede pro redukci, a tak ani zvýšení obsahu vodních par v plynu použitým pro redukci neovlivní kvalitu odplynu a tím i zachování jeho stávajícího využití. Popsané zařízení dovoluje tedy provádět redukci za libovolně zvoleného tlaku v rozmezí 0,1 až 30 MPa při možnosti udržování předepsaného teplotního režimu redukce. Pasivační směs shora uvedeného složení se připraví mícháním inertního plynu, v podstatě dusíku a kyslíku nebo vzduchu.

Zařízení na provádění způsobu výroby předredukovaného katalyzátoru a jeho zapojení je znázorněno na přiložených výkresech obr. 1 a obr. 2.

Na obr. 1 je znázorněno zařízení pro provedení předredukce, které se skládá z reaktoru 1, ohříváče 2 plynů a výměníku 3 tepla, kterými se dosáhne potřebné reakční teploty. Reaktor 1 je v horní části naplněn katalyzátorem 4 a napojen na potrubí 5 odplynu nebo okružního plynu ze syntézy amoniaku, který se ohřívá na reakční teplotu. Teplotu redukce lze regulovat nejen elektrickým ohříváčem 2, ale i přímým přívodem odplynu nebo okružního plynu jako chladicího plynu 6. Redukční plyny vystupují ve spodní části reaktoru.

Na obr. 2 je znázorněno zapojení reaktoru 1 na potrubí 5 odplynu nebo cirkulačního plynu a přívod 7 pasivačního plynu. Způsob podle vynálezu je dále objasněn na příkladu.

Příklad

Předredukce čpavkového katalyzátoru se prováděla odplynem ze syntézy amoniaku za podmínek, které jsou shrnuty v následující tabulce 1.

Tabulka

množství katalyzátoru	1 m ³	2 m ³
tlak při předredukci	1 MPa	6 MPa
prosazení odplynu/hod.	4 m ³ až	5 000 m ³
teplota	300 °C až	475 °C
celková doba redukce	2 dny	3 dny
celková doba redukce včetně najíždění, pasivace a plnění	1 týden	1 týden

Redukce probíhala při zvyšování teploty postupně ze 300 °C na 475 °C a zvyšování prosazení ze 4 na 5 000 m³ odplynu za hodinu. Pasivace probíhala při teplotě 20 až 80 °C při

postupném zvyšování kyselíku v inertním plynu z 0,05 na 20 % obj. O_2 . Takto připravený katalyzátor má aktivitu měřenou v pokusném reaktoru stejnou jako katalyzátor redukováný v tomto reaktoru přímo.

Tabulka výsledků testu aktivity původního a předredukováného katalyzátoru.

Tabulka

Těmkinova rychlostní konstanta při teplotě		
	400 °C	450 °C
neredukovaný katalyzátor		
zrnění 1 - 1,5 mm	0,063	0,90
zrnění 5 - 7 mm	0,034	0,57
předredukováný katalyzátor		
zrnění 1,5 - 3 mm	$0,065 \pm 0,015$	$0,9 \pm 0,15$
zrnění 5 - 7 mm	$0,04 \pm 0,013$	$0,5 \pm 0,12$

Měření bylo provedeno v diferenciálním reaktoru s injektorem a vyhodnoceno statistickými metodami.

Lze tedy pokládat způsob využití odtavovaného zařízení za vyhovující pro výrobu předredukováného katalyzátoru pro syntézu amoniaku. Podobně za vhodných teplotních podmínek by bylo možné realizovat ve stejném zařízení i výrobu ostatních předredukováných katalyzátorů jako např. katalyzátorů niklových a jiných.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby předredukováného katalyzátoru, zejména katalyzátoru pro výrobu amoniaku, stabilizovaného pasivací kyslíkem za atmosférického tlaku při teplotě 20 až 80 °C, vyznačený tím, že katalyzátor se předredukuje odplynem nebo okružním plynem ze syntézy amoniaku, obsahujícím 15 až 20 % obj. dusíku, 53 až 83 % obj. vodíku, 1 až 10 % obj. metanu, 1 až 7 % obj. argonu a do 5 % obj. amoniaku při teplotách 300 až 475 °C a postupným zvyšováním teploty po dobu 2 až 5 dnů a při tlaku 1 až 30 MPa, výhodně 1 až 6 MPa a proesazení 4 až 5 000 m³ plynu za hodinu přes 1 až 5 m³ katalyzátoru, načež se předredukovný katalyzátor stabilizuje pasivací kyslíkem a postupným zvyšováním obsahu kyslíku z hodnoty 0,05 na hodnotu 20 % obj. v inertním plynu, přičemž v loži pasivovaného katalyzátoru se zvýší teplota až o 50 °C, výhodně o 15 °C, nejvýše na 100 °C.

Zařízení k provádění způsobu podle bodu 1, vyznačené tím, že se skládá z válcového reaktoru 1 vybaveného ohříváčem 2 plynu, umístěným v ose reaktoru 1, a výměníkem 3 tepla, umístěným ve spodní části reaktoru 1, přičemž reaktor 1 je v horní části naplněn katalyzátorem 4 a napojen na potrubí 5 odplynu nebo okružního plynu syntézy amoniaku, chladičí plyn 6 a přívod 7 pasivační směsi.

2 výkresy

obr. 2

