



NORGE

(12) **UTLEGNINGSSKRIFT**

(19) **NO**

(11) **174331**

(13) **B**

(51) Int Cl⁵ B 01 J 4/00, 8/44

Styret for det industrielle rettsvern

(21) Søknadsnr
(22) Inng. dag
(24) Løpedag
(41) Alm. tilgj.
(44) Utlegningsdato

890039
05.01.89
05.01.89
13.07.89
10.01.94

(86) Int. inng. dag og
søknadsnummer
(85) Videreføringsdag
(30) Prioritet

Ingen

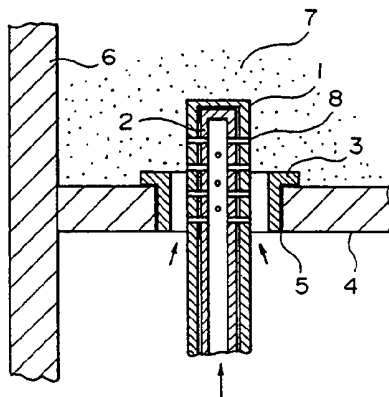
(71) Patentsøker Shin-Etsu Chemical Co Ltd, 6-1, Ohtemachi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo, JP
Kashima Vinyl Chloride Monomer Co Ltd, Tohwada 2-banchi, Oaza, Kamisu-machi,
Kashima-gun, Ibaraki-ken, JP
(72) Oppfinner Atsushi Eguchi, Kashima-gun, Ibaraki-ken, JP
Kouichi Numata, Yokohama-shi, Kanagawa-ken, JP
Fukuji Matsumoto, Takefu-shi, Fukui-ken, JP
(74) Fullmektig Bryns Patentkontor AS, Oslo

(54) **Benevnelse Blandings- og dispergeringsanordning i en fluidbedreaktor**

(56) **Anførte publikasjoner GB C 813489, A 2118454, US 3796551.**

(57) **Sammendrag**

Nårværende oppfinnelse vedrører en blande- og dispergerings-anordning for tilføring av gass, og som er montert på en bunnplate (4) i en "fluid-bed"-reaktor. Anordningen er tilvirket av et meget varme- og slitasje-resistent keramisk materiale såsom silisiumkarbid, et komposittmateriale av silisiumkarbid og silisium samt silisiumnitrid, slik at reaktoren kan kjøres kontinuerlig i en lengre tidsperiode uten problemer med slitasje, som skulle kreve utbytte av bunnplaten, slik at det oppnås økt produktivitet og reduserte produksjonsomkostninger.



Nårværende oppfinnelse vedrører en anordning for blanding og dispergering av gasser i en fluidbedreaktor. Oppfinnelsen vedrører mer spesielt en anordning for å blande og dispergere gass og et fast materiale, f.eks. fast katalysator, under fluidisering i en fluidbedreaktor, som har en meget god varmeresistens, slitasjeresistens og korrosjonsresistens, og som er holdbar ved kontinuerlig kjøring av reaktoren over en lengre tidsperiode.

Som kjent oppviser en fluidbedreaktor, som anvendes i kjemiske anlegg, en bunnplate, som utgjøres av en plate av porøst materiale eller en perforert plate gjennom hvilken den tilførte gass strømmer oppad, og hvorved nevnte gass blåses inn i reaktoren for således å sikre jevn fluidisering av pulverformet eller partikkelformet faststoff, som f.eks. en katalysator eller lignende, såvel som blanding av gassformige tilførte komponenter samt for å skape kontakt mellom gass og fast katalysator.

Et problem i forbindelse med en fluidbedreaktor, som har en slik porøs eller perforert bunnplate, er at bunnplaten på grunn av sterk slitasje hurtig vil bli ødelagt, og da på grunn av at den tilførte gass strømmer gjennom porene eller hullene med meget høy hastighet, og på grunn av at de faste partiklene under fluidiseringen stadig støter på bunnplatens øvre flate. Når oppbygningen av den porøse eller perforerte bunnplaten eller nærliggende tilbehør modifiseres for å lette blandingen av gasser, f.eks. ved å anordne gassfødings-dyser, er det ikke sjelden problemer med slitasje og korrosjon i disse tilhørende deler, og da problemer som kan være mer alvorlige enn de man har med bunnplaten. Hovedformålet med nårværende oppfinnelse er å fremskaffe en bunnplate samt en anordning for tilførsel av gass, og som senere vanligvis refereres til som en blande- og dispergeringsanordning, og som har en meget god holdbarhet.

Mange av de kjemiske reaksjonene som utføres i fluidbed-reaktorer forløper eksotermt, slik at slitasjen av blande- og dispergeringsanordningen av og til kan være ledsaget av høytemperatur-korrosjon. I et slikt tilfelle kreves en dyr ildfast og antikorrosiv legering som materiale i blande- og dispergeringsanordningen, men det har ennå ikke blitt funnet en tilfredsstillende løsning selv ved anvendelse av et så dyrt metallisk materiale eller legering såsom "Incolloy". Det har således vært et sterkt ønske om å utvikle en blande- og dispergerings-anordning som har høy resistens mot slitasje og korrosjon, og som har høy holdbarhet.

Når bunnplaten er alvorlig utslitt på grunn av slitasje kan reaktoren ikke lenger kunne kjøres stabilt, og dette fører i visse tilfeller til en farlig eksplosiv ødeleggelse av reaktoren. På grunn av dette er det vanlig praksis i kjemiske anlegg at reaktorene eller deler av disse som blir gjenstand for problemet med kraftig slitasje blir erstattet med noe nytt etter en kort kjøreperiode. En sikker og stabil drift av en slik reaktor kan bare sikres ved gjentatte og meget omhyggelige inspeksjoner og ved tidlig utbytting til nye deler selv når reaktorene eller deler er laget av en meget dyr slitasje- og korrosjons-resistent legering. Slike foranstaltninger er naturligvis uønsket med hensyn til anleggets produktivitet, og da selv om man ser bort fra de direkte omkostningene for inspeksjon og erstatning av deler. Ved for eksempel den såkalte oksyklorerings-reaksjonen av en hydrokarbon-forbindelse med en gassformet klor-kilde og luft eller oksygen, og hvor kontakten skjer ved hjelp av en fast katalysator såsom kobberklorid i en fluidbedreaktor, har en lengre tids kontinuerlig kjøring av reaktoren ikke vært mulig på grunn av holdbarhetsproblemet for blande- og dispergerings-anordningen selv ved anvendelse av et høyklassig materiale.

Det er således et viktig teknologisk problem innen kjemiteknikken å utvikle en holdbar blande- og dispergerings-

anordning for tilførsel av gasser til en fluidbedreaktor, og hvor det kan anvendes billig materiale.

5 Ifølge foreliggende oppfinnelse er det således et formål å utvikle en blande- og dispergerings-anordning for tilførsel av gasser til en fluidbedreaktor, og som er uten de ovenfor nevnte problemer og ulemper som er kjent fra kjent teknikk, og som vedrører resistens mot varme, slitasje og korrosjon, slik at anordningen muliggjør kontinuerlig drift av reaktoren over lengre tid.

10 Dette oppnås i henhold til oppfinnelsen med en fluidbedreaktor forsynt med en bunnplate med et mangfold perforeringer hvor det på hver av disse er anordnet en blande- og dispergeringsanordning for tilførsel av gassformig føde til fluidbedreaktoren kjennetegnet ved at blande- og dispergeringsanordningen i det minste delvis er fremstilt av et keramisk materiale bestående av et komposittmateriale av silisiumkarbid, silisium og silisiumnitrid. Blande- og dispergeringsanordningen er fortrinnsvis fastklebet til perforeringen i bunnplaten ved hjelp av et sjikt av et uorganisk bindemiddel. Blande- og dispergeringsanordningen består av en fôring som er innført i perforeringen og et rørformet legeme trenger i hovedsak gjennom hullet i fôringen konsentrisk. Det rørformede legemet er anordnet ialt vesentlig konsentrisk over boringen til fôringen.

20 Tegningsfigurene viser hver et deltværssnittsbilde av en blande- og dispergeringsanordning ifølge nærværende oppfinnelse.

30 Som beskrevet ovenfor er det hovedsakelige karakteristiske trekk ifølge oppfinnelsen at blande- og dispergeringsanordningen er helt eller delvis laget av et keramisk materiale. Selv om det keramiske materialet som anvendes i blande- og dispergerings-anordningen ifølge nærværende oppfinnelse ikke skal være spesielt begrensende, så foretrekkes,

og da under forutsetning av at materialet er meget resistent overfor varme, slitasje og korrosjon, materialet utvalgt fra gruppen som består av silisiumkarbid, sammensetning av silisiumkarbid og silisium og silisiumnitrid, hvorved materialet av silisiumkarbid og silisium er spesielt foretrukket med hensyn til at dette materialet i forhold til andre materialer har en høyere slitasjeresistens, og at vanskelighetene ved fabrikasjon av deler med relativt komplisert form er mindre.

Hvis man tar et komposittmateriale bestående av silisiumkarbid og silisium som et eksempel på keramisk materiale, er det kjent at dette materialet er gjenstand for korrosjon i en atmosfære som inneholder klorgass, som f.eks. ved klorering av hydrokarbonforbindelser ved høyere temperatur, eller når nevnte materiale kommer i kontakt med tjære/asfalt ved høy temperatur og uten nærvær av klor i atmosfæren. Det har derfor vært en vanlig akseptert oppfatning at dette materialet er helt ubrukbart som materiale i deler i en kjemisk reaktor som kjøres ved en høyere temperatur. Ifølge oppfinnelsen er det overraskende funnet at et komposittmateriale av silisiumkarbid og silisium, som en type blant keramiske materialer, er meget resistent overfor slitasje, og at graden av korrosjon betydelig minskes når deler, som er laget av nevnte komposittmateriale, anvendes i en reaktor hvor fødeblandinger av klorgass og luft bringes til kontakt med en pulverformet fast katalysator såsom kobberklorid i fluidisert tilstand, og at anordningens holdbarhet betydelig forlenges sammenlignet med en anordning som er laget av en konvensjonell varmeresistent legering.

Keramiske materialer er i seg selv meget resistente mot varme og slitasje, men er vanligvis beheftet med ulemper ved at en gjenstand, som er laget av keramisk materiale, har en dårlig slagseighet, og ved at gjenstander med komplisert formgivning bare kan lages av et keramisk materiale under store vanskeligheter. I en fluidbedreaktor må bunnplaten kunne motstå

den tunge vekten av den faste katalysatoren som plutselig avsetter seg på denne når fluidiseringsprosessen avbrytes, eller motstå økte påkjenninger som er forårsaket av fremmedlegemer eller av vibrasjoner av føde-munnstykkene.

5

For å unngå brekkasje av deler som er laget av keramikk, og som forårsakes av støt, og som fører til en katastrofal ødeleggelse av hele anordningen, har det blitt foreslått at hoveddelen av anordningen lages av et metallisk materiale og et legeme av keramisk materiale som bindes til det metalliske materialet. Delen av metallisk materiale og delen av keramisk materiale bindes sammen vanligvis ved anvendelse av et bindemiddel, for således å muliggjøre anvendelsen av et keramisk legeme som har en så enkel utforming som mulig. Bindemiddelet som herved anvendes bør være inert overfor det miljø i hvilket anordningen installeres. Ved oksykloreringssreaksjon må f.eks. bindemiddelet være inert overfor hydrogenklorid, etylen, luft eller oksygen, 1,2-dikloreten, vandndamp og kobberkloridkatalysator ved reaksjonstemperaturen, slik at bindemiddelet blir begrenset til uorganiske sammensetninger såsom silika-alumina-baserte bindemidler som i hovedsak ikke inneholder noe organisk materiale.

25

Ved sammenklebing av en keramisk del med en metallisk del må man ta hensyn til de forskjellige materialenes ulike varmeutvidelses-koeffisienter. For eksempel vil silisiumkarbid og karbonstål ha en varmeutvidelses-koeffisient på ca. 4 til 11. Således vil et legeme som er oppbygd ved sammenklebing av en keramisk del og en metallisk del over en større klebeflate kunne bli gjenstand for avskalling ved temperaturendringer. Det vil således være en bedre formgivning å sammenbinde den keramiske delen med den metalliske delen over et begrenset areal, og således la øvrige flater være fri for klebende sammenbinding og dermed unngå spenninger forårsaket av varmeutvidelse. En slik formgivning vil imidlertid ikke være problemfri, da det dannes et mellomrom mellom de ikke-sammenklebede flater.

35

Det bør tas med i beregningen at en blande- og dispergerings-anordning av og til blir gjenstand for vibrasjoner på grunn av at anordningen tjener som gjennomstrømningspassasje for gass eller pulver som strømmer med høy hastighet. Når en keramisk del oppviser en fri del som ikke er sammenklebet med den metalliske delen, så kan det hende at delene skiller seg fra hverandre under vibrasjon og hvorved bindesjiktet ødelegges. Dette problem kan vanligvis løses ved å legge inn et dempende materiale mellom den keramiske delen og den metalliske delen. Kravene til det dempende materialet er de samme som de som gjelder for bindemiddelet. For eksempel omfatter brukbare dempende materialer ved en oksykloreringsreaksjon av etylen fiberformet, pulverformet eller matte-lignende silika-alumina-materialer og gummielastiske fluor-karbon-harpikser.

I det følgende vil blande- og dispergerings-anordninger ifølge nærværende oppfinnelse beskrives mer i detalj ved hjelp av eksempler av utførelsesformer og under henvisning til tegningsfigurer.

Eksempel 1

Figur 1 viser en utførelsesform av blande- og dispergerings-anordningen ifølge nærværende oppfinnelse, og som er montert på bunnplaten til en fluidbedreaktor i form av et deltverrsnittsbilde. Den metalliske bunnplaten 4, som bæres oppe av veggen 6 til reaktoren, hvor et pulvermateriale 7 befinner seg under fluidisering, har et flertall perforeringer i hvilke det er anordnet en flensfôring 3, som er laget av sintret keramisk materiale, og som har en ytterdiameter på 70 mm og en høyde på 40 mm, og som er festet ved hjelp av et mellomliggende uorganisk bindemiddelsjikt 5. Borehullet til fôringen 3 gjennomskytes koaksialt av et keramisk rørformet legeme 1, som har en ytterdiameter som er vesentlig mindre enn innerdiameteren til fôringen 3. Det keramiske rørformede

legemet 1 er forsterket med et metallisk fôringsrør 2, og er lukket i den øvre enden. Perforeringenes 8 sideveis åpning i veggen til rørlegemet 1 tjener som passasje for en av de innmatede gasser. Konsentrisiteten til fôringen 3 og rørlegemet 1, hvilke sammen danner blande- og dispergerings-anordningen ifølge nærværende oppfinnelse, sikres ved hjelp av egnede anordninger som ikke er vist på figuren. Luftspalten mellom fôringen 3 og rørlegemet 1 fremskaffer en passasje for innmating av den øvre gass. De tilførte gasser kommer inn oventil i reaktoren gjennom respektive passasjer, og blir jevnt blandet sammen samt dispergert i rommet inne i reaktoren over den perforerte platen 4, hvor de deltar i den katalytiske reaksjonen i kontakt med partiklene 7 som utgjøres av fluidisert pulverformet katalysator.

Som eksempel ble det foretatt to etter hverandre følgende kontinuerlige driftsforsøk, som hvert varte 8000 timer, og hvor temperaturen var 230 til 250°C, og hvorved det ble foretatt en oksyklorerings-reaksjon av etylen ved anvendelse av kobberklorid-katalysator, som bæres oppe på et alumina-underlag, ved å tilføre etylen, hydrogenklorid og oksygen eller luft til en fluidbedreaktor, som er utstyrt med en bunnplate som har keramiske blande- og dispergerings-anordninger som beskrevet ovenfor. Blande- og dispergerings-anordningene er laget av silisiumkarbid, et komposittmateriale av silisiumkarbid og silisium eller silisiumnatrid. Trykket i reaktoren ble holdt ved 2,0 kg/cm²G, og den maksimale strømningshastigheten for innmatet gass som passerte gjennom bunnplaten 4 var 60 meter per sekund. Antallet blande- og dispergeringsanordninger, som var anordnet i bunnplaten, var 25.

Etter 16000 timers kjøring, slik som beskrevet ovenfor, ble bunnplaten 4 demontert fra reaktoren, og blande- og dispergerings-anordningene ble inspektet med hensyn til forandringer som var forårsaket av slitasje eller korrosjon. Det ble funnet at reduksjonen i veggtykkelsen til de keramiske

fôringene var ca. 0,05 mm når det gjaldt silisiumkarbid-fôringene, mens reduksjonen var meget mindre i fôringene som var tilvirket av et komposittmateriale bestående av silisiumkarbid og silisium eller silisiumnitrid. Overflaten til fôringene ble funnet å oppvise litt redusert glatthet.

For å sammenligne ble prøvedrift, som nevnt ovenfor, foretatt, men da bortsett fra de keramiske blande- og dispergerings-anordningene som ble erstattet med et nytt sett blande- og dispergerings-anordninger som var tilvirket av "Incolloy 800"-legering. Etter 16000 timers drift ble anordningene funnet å ha en boringsdiameter som var økt i gjennomsnitt med 12,4%.

Selv om ovenstående beskrivelse omhandler en anordning som består av en keramisk fôring og et rørformet legeme som gjennomskyter nevnte fôring, er nærværende oppfinnelse ikke begrenset til det nevnte, men omfatter en variasjon av ulike modifikasjoner som tjener til blanding av tilførte gassstrømmer. Således vedrører oppfinnelsen for eksempel en anordning med et munnstykke med en sammensnørt åpning for å bevirke blanding av gass som ejiseres gjennom munnstykket, videre en anordning som forårsaker en plutselig avbøyning av en gassblandings-strøm med høy hastighet, samt en anordning hvor to gasstrømmer møtes i motstrøm etc., og da under forutsetning av at anordningens konstruksjon ikke er for komplisert.

Eksempel 2

Tegningsfigur 2 viser en annen utførelsesform av oppfinnelsen i deltværssnitt. Ifølge denne utførelsesform er fôringen 3, som er tilvirket av et komposittmateriale av silisiumkarbid og silisium, ikke gjennomtrengt av et rørformet legeme 1, som også er tilvirket av et komposittmateriale av silisiumkarbid og silisium samt forsterket med et metallisk fôringsrør 2, men det rørformede legemet 1 er anordnet konsentrisk over fôringen 3 i en vertikal posisjon med nedadrettet åpning.

Hver av de 25 fôringene som er montert på den perforerte bunnplaten 4 til reaktoren hadde en ytterdiameter på 70 mm og en høyde på 40 mm. Boringen i fôringen 3 er sammensnørt i den nedre delen, og en av de tilførte gasstrømmene blir tilført oventil gjennom denne innsnørte åpning i fôringen 3 ved en høyere hastighet, mens den andre tilførte gasstrømmen blåses ut av det nedadrettede rørlegemet 1, slik at det bevirkes en hurtig og fullstendig blanding av gasstrømmene inne i boringen til fôringen 3.

Den ovenfor beskrevne blande- og dispergerings-anordningen ble undersøkt ved forsøksdrift under de samme betingelsene som er beskrevet i eksempel 1. Etter 8000 timers kontinuerlig drift av fluidbedreaktoren ble det funnet ved inspeksjon at reduksjonen i veggtykkelse hos fôringene 3 og rørlegemene 1 var 0,05 mm eller mindre.

For å sammenligne ble de samme anordninger som beskrevet ovenfor tilvirket av "Incolloy 825"-legering, og testet på samme måte som beskrevet ovenfor. Resultatene av prøvedriften var at veggtykkelsen til fôringene 3 var redusert med 2,15 mm i gjennomsnitt, og at veggtykkelsen til rørlegemene 1 var redusert med i gjennomsnitt 2,86 mm.

Fluidbedreaktorene som var utstyrt med en perforert bunnplate, og som var utstyrt med de keramiske blande- og dispergerings-anordningene ifølge oppfinnelsen, kan anvendes for ulike kjemiske reaksjoner, hvor fluidbedteknikk anvendes, og da foruten de ovenfor beskrevne oksyklorerings-reaksjoner for syntese av klorerte produkter, også for eksempel ved syntese av akrylonitril ved ammoksydasjon av propylen, syntese av ftalsyreanhydrid av 1,2-xylen eller benzen, katalytisk krakking av hydrokarboner etc., hvorved det vanligvis benyttes en fluidbedreaktor.

P a t e n t k r a v

1.

Fluidbedreaktor forsynt med en bunnplate (4) med et mangfold
5 perforeringer hvor det på hver av disse er anordnet en
blande- og dispergeringsanordning for tilførsel av gassformig
føde til fluidbedreaktoren, k a r a k t e r i s e r t
v e d at blande- og dispergeringsanordningen, i det minste
delvis, er fremstilt av et keramisk materiale bestående av
10 et komposittmateriale av silisiumkarbid, silisium og
silisiumnitrid.

2.

Fluidbedreaktor ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t
15 v e d at blande- og dispergeringsanordningen er fastklebet
til perforeringen i bunnplaten (4) ved hjelp av et sjikt (5)
av et uorganisk bindemiddel.

3.

Fluidbedreaktor ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t
20 v e d at blande- og dispergeringsanordningen består av en
fôring (3) som er innført i perforeringen og et rørformet
legeme (1) trenger i hovedsak gjennom hullet i fôringen (3)
konsentrisk.

4.

Fluidbedreaktor ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t
v e d at det rørformede legemet (1) er anordnet i alt
vesentlig konsentrisk over boringen til fôringen (3).

174331

FIG. 1

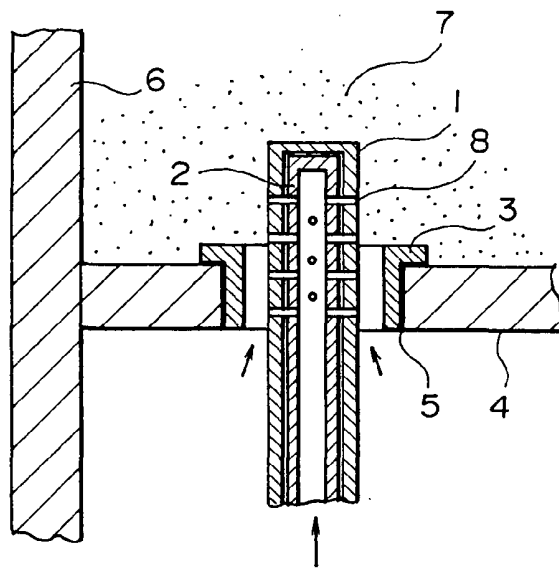


FIG. 2

