

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

64437

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 01.IV.1968 (P 126 156)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15.I.1972

Kl. 12 p, 10/05

MKP C 07 d, 55/28

UKD

Współtwórcy wynalazku: Eugeniusz Sługocki, Tadeusz Wojtowicz, Andrzej
Mańkowski, Alfons Grzesik, Marek Galantowicz

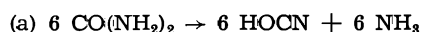
Właściciel patentu: Zakłady Azotowe „Kędzierzyn”, Kędzierzyn (Polska)

Sposób otrzymywania melaminy z mocznika

1

Otrzymywanie melaminy z mocznika jest znane i stosowane w praktyce przemysłowej.

Proces syntezy polega na termicznym rozkładzie mocznika na kwas cyjanowy i amoniak według reakcji (a) oraz następnej syntezy melaminy z kwasu cyjanowego według reakcji (b).



Reakcja (a) jest endotermiczna, a ilość ciepła potrzebna do rozkładu 1 kg mocznika o temperaturze 25° C na kwas cyjanowy i amoniak w temperaturze około 350° C wynosi około 820 Kcal. Natomiast reakcja b) przebiega z wydzielaniem około 720 Kcal ciepła na 1 kg melaminy.

W większości znanych sposobów, proces syntezy melaminy z mocznika przebiegający według obu reakcji (a) i (b), prowadzi się normalnym lub zwiększonym ciśnieniem w obecności katalizatorów.

Te znane sposoby można podzielić na dwie grupy. Do pierwszej należą sposoby, w których proponuje się prowadzić zarówno rozkład mocznika na kwas cyjanowy i amoniak, jak i syntezę melaminy z kwasu cyjanowego w jednym złożu katalizatora, znajdującego się przeważnie w stanie fluidalnym. Do drugiej grupy należy zaliczyć te znane sposoby, w których proponuje się prowadzić reakcje: (a) i

2

(b) oddzielnie, przy czym reakcję (a) z reguły w złożu fluidalnym w temperaturze 250—350° C, natomiast reakcję (b) w złożu stałego lub fluidalnego katalizatora, w temperaturze 400—470° C.

5 Istotną wadą sposobów grupy pierwszej jest stosunkowo niska wydajność i mała czystość produktu, w porównaniu z grupą drugą. Wadą sposobów grupy pierwszej są również trudności doboru takich katalizatorów zapewniających uzyskanie wysokiej wydajności. Niedogodności sposobów grupy drugiej wiążą się z potrzebą prowadzenia procesu w dwóch reaktorach i stosowania dwóch wymienników ciepła: w reaktorze pierwszym do dostarczenia dużych ilości ciepła dla rozkładu mocznika na kwas cyjanowy i amoniak według endotermicznej reakcji (a) oraz w reaktorze drugim do odprowadzania ciepła syntezy melaminy z kwasu cyjanowego według egzotermicznej reakcji (b).

20 Stosowanie dwóch reaktorów i wymienników ciepła zwiększa koszty inwestycyjne.

W kilku znanych sposobach usiłuje się częściowo uniknąć tych niedogodności przez wyeliminowanie wymiennika ciepła w reaktorze drugim i prowadzenie egzotermicznej reakcji (b) w sposób adiabatyczny. Powoduje to jednak znaczny wzrost temperatury reagentów (450—470° C) i w następstwie zwiększa straty melaminy wskutek termicznego jej rozkładu na trudno lotne produkty uboczne. Obniża to wydajność procesu i pogarsza czystość produktu. Trudno lotne produkty rozkładu melami-

ny osadzają się w porach katalizatora powodując jego dezaktywację.

Celem wynalazku jest uniknięcie tych wad i niedogodności. Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania melaminy z mocznika, w którym rozkład mocznika na kwas cyjanowy i amoniak według reakcji (a) oraz część syntezy melaminy z kwasu cyjanowego według reakcji (b) prowadzi się w fluidalnym złożu katalizatora w temperaturze 300—400° C, natomiast proces syntezy melaminy z kwasu cyjanowego według reakcji (b) prowadzi się w drugim złożu stałego lub fluidalnego katalizatora w warunkach adiabatycznych w temperaturze poniżej 440° C.

Fluidyzacja złoża katalizatora odbywa się za pomocą odpowiednich ilości gazowego amoniaku lub gazu obojętnego na przykład azotu i/lub mieszaniny tych gazów. Stwierdzono, że najlepsze wyniki pod względem wydajności i czystości produktu otrzymuje się, jeżeli w pierwszym złożu katalizatora poza całkowitym rozkładem mocznika na kwas cyjanowy i amoniak, tworzy się co najmniej 40% melaminy, a pozostała ilość melaminy syntezuje się w drugim złożu katalizatora w warunkach adiabatycznych. Dzięki temu wzrost temperatury reagentów w drugim złożu katalizatora jest ograniczony, a temperatura reagentów nie przekracza 440° C. Unika się w ten sposób strat produktu na skutek termicznego rozkładu oraz związanego z tym obniżenia wydajności procesu i pogorszenia czystości produktu.

Przykład. Mocznik granulowany w ilości 1500 g/godzinę dozowano w sposób ciągły bezpośrednio do złoża fluidalnego katalizatora umieszczonego w reaktorze o średnicy 120 mm i wysokości 4200 mm. W celu utrzymania złoża w stanie fluidalnym, do dolnej części reaktora wprowadzano

amoniak gazowy w ilości 2700 N l/godzinę o temperaturze około 370° C. Mocznik wprowadzano do reaktora w strumieniu amoniaku o temperaturze 20° C.

Gazowe produkty reakcji wytworzone w pierwszym złożu katalizatora w temperaturze około 370° C zawierały około 57% melaminy w odniesieniu do wydajności teoretycznej.

Gazy te przeprowadzano następnie przez drugie stałe złożo katalizatora, umieszczone w tym samym reaktorze.

Temperatura w drugim złożu katalizatora wynosiła średnio 405° C, a obciążenie katalizatora liczone na obydwa złoża około 75 g mocznika na 1 kg katalizatora na godzinę.

Potrzebną ilość ciepła do utrzymania temperatury w złożu fluidalnym dostarczano przez ścianki reaktora, elektrycznym oporowym elementem grzejącym. W drugim stałym złożu katalizatora utrzymywano warunki procesu adiabatycznego.

Produkt zawarty w gazach poreakcyjnych wydzielano znanym sposobem.

Otrzymano melaminę o czystości 99,8% z wydajnością 93,7%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania melaminy z mocznika, w którym proces prowadzi się w dwóch oddzielnych złożach katalizatora, **znamienny tym**, że w pierwszym ogrzewanym do temperatury poniżej 400° C złożu fluidalnym prowadzi się proces rozkładu mocznika na kwas cyjanowy i/lub izocyjanowy i amoniak, przy czym w procesie tym powstaje co najmniej 40% ogólnej ilości melaminy, a następnie proces syntezy melaminy prowadzi się w drugim stałym lub fluidalnym złożu katalizatora w warunkach adiabatycznych w temperaturze poniżej 440° C.