

4 lutego 1928 r.

URZĄD PATENTOWY



COMC 1/04



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 8143.

Harold William Blackburn
(Londyn, Wielka Brytania)
i Walter Thomas
(Londyn, Wielka Brytania).

Kl. ~~12 k 3~~

12/2, 1/04

Ulepszenia fabrykacji amonjaku.

Zgłoszono 18 sierpnia 1925 r.

Udzielono 15 grudnia 1927 r.

Pierwszeństwo: 19 sierpnia 1924 r. dla zastrz. 1—3; 18 grudnia 1924 r. dla zastrz. 4—5 (Wielka Brytania).

Wynalazek niniejszy dotyczy ulepszonego bezpośredniego sposobu wytwarzania amonjaku.

Znane dotychczas sposoby bezpośredniego syntetycznego wytwarzania amonjaku polegają na wprowadzaniu mieszaniny czystego wodoru i elementarnego, t. j. nieatmosferycznego azotu, przy odpowiednio wysokich temperaturach i ciśnieniach, w zetknięciu z odpowiednim katalizatorem metalicznym, wywołującym powstawanie amonjaku, którym to katalizatorem może być wogóle metal katalityczny, a w praktyce najczęściej — żelazo.

Wynalazcy odkryli, że amonjak można syntetycznie wytwarzać w zasadniczym

związku, jeżeli ponad katalizatorem metalicznym wywołującym powstawanie amonjaku przeprowadza się ogrzewając mieszaninę składającą się zasadniczo z elementarnego azotu i pary wodnej, w której to mieszaninie ilość pary w stosunku do ilości azotu jest zasadniczo większa od równowartości teoretycznej. Jeżeli np. gazową mieszaninę reakcyjną, złożoną, jak wspomniano, z elementarnego azotu i pary wodnej, ogrzewając wprowadza się w zetknięcie z wodorotlenkiem niklu, wytwarza się amonjak przy małym nadciśnieniu (około 2 atm) w ilości dorównywującej wynikom otrzymanym na podstawie znanych sposobów katalitycznych, wymagających uży-

cia bardzo czystego elementarnego wodoru i nadzwyczaj wysokiej temperatury.

W myśl niniejszego wynalazku, sposób bezpośredniego wytwarzania amonjaku, w którym gazową mieszaninę złożoną ze składników amonjaku przeprowadza się ogrzewając w zetknięcie z metalowymi amonjakalno-syntetycznymi katalizatorami, polega na tem, że w mieszaninie reakcyjnej składniki wchodzące w skład amonjaku są zasadniczo w postaci elementarnego azotu i pary wodnej, przyczem ilość pary znajduje się w zasadniczej nadwyżce w stosunku do ilości azotu.

Mieszanina reakcyjna powinna składać się zasadniczo tylko z wyżej wspomnianych składników tworzących amonjak, gdyż jak się okazało jakakolwiek domieszka innych gazów utrudnia powstawanie amonjaku i może nawet uniemożliwić w praktyce otrzymanie jakichkolwiek rezultatów. Najbardziej odpowiednią gazową mieszaniną jest wobec tego zwyczajna mieszanina pary wodnej i elementarnego azotu.

Powstawanie amonjaku zależy w znacznym stopniu od stosunku ilościowego pary wodnej do azotu w gazowej mieszaninie reakcyjnej i okazało się, że najlepszą mieszaniną, dającą najlepsze praktyczne wyniki, jest mieszanina zawierająca nadwyżkę pary w stosunku do azotu, odpowiadającą zasadniczo stosunkowi wagowemu 4 : 1. Wszelka bowiem zmiana tego stosunku powoduje zmniejszenie się ilości wytworzonego amonjaku.

Zasadnicza różnica pomiędzy sposobem według niniejszego wynalazku, a znanymi sposobami syntetycznego wytwarzania amonjaku polega na tem, że zamiast oczyszczonego elementarnego wodoru używa się wodór w postaci pary wodnej. W niniejszym sposobie używa się wprawdzie azotu w postaci elementarnej, lecz nie w postaci mieszaniny azotu i tlenu, takiej jak np. powietrze, gdyż okazało się, że taka

mieszanina w praktycznym zastosowaniu nie daje pożądaných wyników.

Z pośród metalicznych katalizatorów, powodujących wytwarzanie amonjaku, następujące metale okazały się jako specjalnie dające się zastosować przy sposobie według niniejszego wynalazku, a mianowicie: metaliczne żelazo i niskiego rzędu tlenki i wodorotlenki żelaza i niklu. Jedną z zasad niniejszego wynalazku polega właśnie na tem, że katalizatorem użytym przy niniejszym sposobie jest jedno z wyżej wymienionych ciał.

Badania wykazały, że w celu otrzymania pożądaných wyników przy wytwarzaniu amonjaku potrzebne jest zasadniczo lekkie nadciśnienie użytych gazów. Można wprawdzie mniejsze ilości związków otrzymać przy normalnem ciśnieniu atmosferycznem, to jednakże w praktyce osiąga się dopiero wtedy korzystne rezultaty, gdy zastosuje się ciśnienie około 1,7 atmosfery. Ciśnienie około 2 atm okazało się jako zupełnie dostateczne w porównaniu z wynikami, jakie otrzymywano dotychczas znanymi syntetycznymi sposobami wytwarzania amonjaku, wymagającemi nadzwyczajnie wysokich ciśnień.

Dalszą zatem zasadą niniejszego wynalazku polega na tem, że niniejszy sposób wytwarzania odbywa się przy niskiem ciśnieniu, nieco wyższem od atmosferycznego, odpowiadającem np. 2 atm lub nieco niższem.

Okazało się, gdy stosowano żelazo, wytwarzanie się amonjaku powstawało przy pobudzającej akcji niklu, gdy gazy przechodziły ponad żelazem w obecności niklu.

W myśl zatem dalszej zasady niniejszego wynalazku, wspomnianą reakcyjną mieszaninę gazową poddaje się ogrzewając na zetknięcie z metalicznym żelazem w obecności metalicznego niklu.

Zależnie od rodzaju użytych katalizatorów, temperatura, po której przekroczeniu następuje efektywne działanie katali-

zatora, oraz temperatura najodpowiedniejsza w tym celu wynosi: Przy stosowaniu metalicznego żelaza od 450° — 550°C, a najodpowiedniejsza 500°C; dla tlenków niklu i wodorotlenków od 200°—800°C, a najodpowiedniejsza około 400°C.

Jeżeli jako metalicznego katalizatora używa się tlenków lub wodorotlenków żelaza, to wysokość temperatury jest zasadniczo taka sama, jak przy zastosowaniu żelaza metalicznego, t. j. od 450°—550°C, a najbardziej odpowiednia wynosi 500°C.

Gdy zaś mieszanina gazowa styka się z żelazem w obecności niklu, to temperatura wynosi zasadniczo od 650°—1400°C, a najodpowiedniejsza około 1000°C.

Gazową mieszaninę reakcyjną pary wodnej i azotu można przegrzać ponad normalną temperaturę pary, przed wprowadzeniem do komory reakcyjnej. Należy jednak starać się o to, aby utrzymać podczas całego procesu w komorze reakcyjnej odpowiednią temperaturę, zależną od rodzaju katalizatora, i aby nie nastąpiło przegrzanie powodujące spadek ilości powstałego amonjaku.

Poniżej podane są przykłady wykonania niniejszego wynalazku.

Parę wodną podgrzaną do około 140°C zmieszaną z oczyszczonym azotem przeprowadza się przez komorę żelazną, zawierającą wodorotlenek niklu. Podczas przepływu mieszaniny pary wodnej i azotu przez komorę utrzymuje się w niej temperaturę o około 400°C, a stosunek wagowy pary do azotu w mieszaninie jak 4 : 1.

Przekonać się można, że stosunek pary wodnej do azotu w mieszaninie reakcyjnej odpowiada nadwyżce pary w stosunku do azotu i, że zastosowana nadwyżka w stosunku do chemicznej równowartości, potrzebnej do utworzenia się amonjaku, ma się mniej więcej tak jak 2:1.

Cisnienie w komorze reakcyjnej wynosi podczas procesu w przybliżeniu 1,7 atmosfery, a ilość przepływającej mieszaniny

gazowej, przechodzącej przez metaliczny katalizator odpowiada mniej więcej 18 kg na godzinę.

Można zauważyć, że ciśnienie otrzymane w komorze podczas przepływu gazów zależy od ich ilości i przekroju wylotu komory.

Najdroższym czynnikiem przy produkcji syntetycznego amonjaku, według znanych procesów, jest konieczność używania bardzo czystego wodoru. W myśl zaś niniejszego wynalazku trudność ta i koszty, połączone z używaniem czystego wodoru, odpadają zupełnie. Drugim ważnym czynnikiem bardzo podrażającym koszty produkcji przy wytwarzaniu amonjaku, według dotychczas znanych sposobów, jest konieczność utrzymywania bardzo wysokich temperatur, celem otrzymania związków nadających się do celów handlowych. W porównaniu ze znanymi sposobami stosującymi czysty wodór i bardzo wysokie temperatury, można według niniejszego wynalazku przy uproszczonem postępowaniu i uproszczonej konstrukcji instalacji otrzymywać związki amonjakowe nadające się do celów handlowych.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób bezpośredniego wytwarzania amonjaku, w którym gazową reakcyjną mieszaninę składników, wchodzących w skład amonjaku, wprowadza się ogrzewając w zetknięcie z katalizatorami metalicznymi, znamienny tem, że reakcyjna mieszanina składa się zasadniczo ze składników wchodzących w skład amonjaku i że składniki te są w postaci elementarnego azotu i pary wodnej, która znajduje się w zasadniczej nadwyżce pod względem równowartości chemicznej w stosunku do azotu.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że gazowa mieszanina reakcyjna składa się tylko z dwóch składników, a mianowicie z pary wodnej i elementarnego azotu.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tem, że gazowa mieszanina reakcyjna składa się zasadniczo ze składników wchodzących w skład amonjaku, które znajdują się w niej w postaci pary wodnej i azotu w zasadniczym stosunku wagowym, odpowiadającym czterem częściom pary wodnej do jednej części azotu.

4. Sposób według zastrz. 1—3, znamienny tem, że katalizator powodujący wytwarzanie się amonjaku jest żelazem metalicznym.

5. Sposób według zastrz. 4, znamienny tem, że stosuje się niskiego rzędu tlenki lub wodorotlenki żelaza lub niklu.

6. Sposób według zastrz. 1—4, znamienny tem, że podczas reakcji gazy poddane są na lekkie nadciśnienie, np. 2 atm lub też nieco mniejsze.

7. Sposób według zastrz. 1—4, znamienny tem, że przy stosowaniu jako katalizatora żelaza metalicznego, temperatura reakcyjna wynosi zasadniczo od 450°—550°C, a najodpowiedniej około 500°C.

8. Sposób według zastrz. 1, 2, 3 lub 5, znamienny tem, że gazową reakcyjną mie-

szaninę poddaje się na zetknięcie z metalicznym żelazem w obecności metalicznego niklu.

9. Sposób według zastrz. 7, znamienny tem, że reakcyjna temperatura wynosi zasadniczo od 650° do 1500°C, a najodpowiedniej około 1000°C.

10. Sposób według zastrz. 1, 2, 3 lub 5, w którym użyty katalizator jest niskiego rzędu tlenkiem lub wodorotlenkiem niklu, takim np. jak tlenek lub wodorotlenek niklu, znamienny tem, że temperatura reakcyjna wynosi zasadniczo od 200° do 800°C, a najodpowiedniej około 400°C.

11. Sposób według zastrz. 1, 2, 3 lub 5, w którym używa się jako katalizatora tlenek lub wodorotlenek żelaza, znamienny tem, że temperatura reakcyjna wynosi od 450° do 550°C, a najodpowiedniej około 500°C.

Harold William Blackburn.

Walter Thomas.

Zastępca: Inż. S. Pawlikowski,
rzecznik patentowy.