



GRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

216533
(11) (82)

(51) Int. Cl.³
C 07 D 251/80

- (22) Přihlášeno 04 05 80
(21) (PV 3103-80)
(32) (31) (33) Právo přednosti od 03 05 79
(7903473) a od 04 10 79 (7907368)
Nizozemsko
(40) Zveřejněno 31 03 81
(45) Vydáno 15 12 84

(72)
Autor vynálezu VAN HARDEVELD RUDOLF, GELEEN (Nizozemsko)

(73)
Majitel patentu STAMICARBON B. V., GELEEN (Nizozemsko)

(54) Způsob přípravy melaminu

1

2

Vynález se týká způsobu přípravy melaminu konverzí močoviny a/nebo produktů jejího tepelného rozkladu ve fluidním loži katalyticky aktivní látky v přítomnosti plynné směsi obsahující amoniak a kysličník uhličitý při parciálním tlaku amoniaku ve fluidním loži alespoň 70 kPa, objemovém poměru amoniaku a kysličníku uhličitého ve fluidním loži od 1,5 : 1 do 2,5 : 1 a celkovém tlaku ve fluidním loži alespoň 100 kPa. Nejvyšší tlak ve fluidním loži je s výhodou 1250 kPa.

Vynález se týká způsobu přípravy melaminu konverzí močoviny a/nebo produktů jejího tepelného rozkladu ve fluidním loži katalyticky aktivní látky v přítomnosti plynné směsi obsahující amoniak a kysličník uhlíčitý.

Z časopisu Hydrocarbon Processing, září 1969, str. 184 až 186 je známá příprava melaminu tímto způsobem za atmosférického tlaku, přičemž se melamin odstraňuje ze vzniklých reakčních plynů takzvaným suchým zachycováním. Plyny zbavené melaminu, obsahující hlavně amoniak a kysličník uhlíčitý se zčásti recirkulují jako fluidizační plyn pro fluidní lože katalyticky aktivní látky.

Uvedená metoda má nevýhodu v tom, že za použitého tlaku a za tohoto tlaku odpovídajícího parciálního tlaku amoniaku vzniká tolik deaminačních produktů melaminu, že je nutno tyto produkty odstraňovat před separací melaminu z reakčních plynů. To vyžaduje filtraci horkých plynů, která je spojena s vysokými investičními náklady a která je pracná.

Účelem vynálezu je vyvinout způsob přípravy melaminu, při kterém by nevznikaly takřka žádné nebo vůbec žádné deaminační produkty.

Předmětem vynálezu je způsob přípravy melaminu konverzí močoviny a/nebo produktů jejího tepelného rozkladu ve fluidním loži katalyticky aktivní látky v přítomnosti plynné směsi obsahující amoniak a kysličník uhlíčitý, který se vyznačuje tím, že parciální tlak amoniaku ve fluidním loži je alespoň 70 kPa, objemový poměr amoniaku a kysličníku uhlíčitého ve fluidním loži je 1,5 : 1 až 2,5 : 1 a celkový tlak ve fluidním loži je alespoň 100 kPa.

S překvapením se totiž zjistilo, že již za parciálního tlaku amoniaku nejméně 70 kPa vzniká velmi málo deaminačních produktů.

Podle přednostního provedení tohoto způsobu podle vynálezu je parciální tlak amoniaku alespoň 100 kPa, přednostně alespoň 350 kPa.

Oddělování melaminu z plynů odcházejících z reatoru se může provádět přímým nebo nepřímým chlazením. Tak například se může s reakčními plyny míchat chladný plynný amoniak nebo plynná směs amoniaku a kysličníku uhlíčitého.

Další možnost spočívá v tom, že se desublimace melaminu provádí v jednom nebo ve dvou fluidních ložích částic melaminu za použití nepřímého chlazení. Nepřímé chlazení se přednostně provádí chladicí vodou tak, že se chladicí voda vede v protiproudu vůči reakčním plynům obsahujícím melamin a přitom se získává vysoce kvalitní pára.

Výhodou tohoto postupu je, že se získávají poměrně velké částice melaminu s poměrně úzkou distribucí velikosti částic. Kromě toho je melamin získaný tímto způsobem sypký, takže ho lze dopravovat v bloku, což

není případ melaminu získaného přímým chlazením.

Plynná směs amoniaku a kysličníku uhlíčitého, které se používá jako fluidizačního plynu v melaminovém reaktoru, přednostně

sestává z 90 % hmotnostních amoniaku a kysličníku uhlíčitého, přičemž objemový poměr mezi amoniakem a kysličníkem uhlíčitým může být 1,5 : 1 až 2,5 : 1.

Celkový tlak ve fluidním loži je přednostně nejvýše 2500 kPa, s výhodou nejvýše 1250 kPa.

Jako katalyzátoru ve fluidním loži se může použít některého ze známých katalyzátorů, jako je oxid hlinitý, oxid hlinitý na oxidu křemičitém, oxid křemičitý, oxid titaničitý, oxid zirkoničitý, fosforečnan boritý nebo fosforečnan hlinitý, nebo směsi dvou nebo více takových katalyzátorů. Pod označením katalyzátor nebo katalyticky účinná látka se rozumí jakákoliv látka, která za použitých reakčních podmínek povzbuzuje konverzi močoviny na melamin.

Teplota, při které melamin vzniká z močoviny, je obvykle vyšší než 325 °C. Obvykle nebývá teplota vyšší než 460 °C a specificky se přednostně používá teplot od 370 do 400 °Celsia. Použitá teplota zčásti závisí na tlaku v reaktoru.

Vynález je blíže osvětlen na obrázcích. Obrázek 1 znázorňuje graf závislosti obsahu deaminačních produktů v plynech obsažených v reaktoru na přirozeném logaritmu parciálního tlaku amoniaku ve fluidním loži.

Obrázek 2 schematicky znázorňuje jedno možné provedení způsobu přípravy melaminu, ve kterém lze použít způsobu podle vynálezu.

Z obr. 1, na kterém je vyneseno relativní obsah deaminačních produktů v reakčním plynu z výroby melaminu (A) jako funkce přirozeného logaritmu parciálního tlaku amoniaku (B, kPPa) v tomto plynu, je zřejmé, že se stoupajícím parciálním tlakem tento obsah velmi silně klesá. Obsah deaminačních produktů je udán ve vztahu k hodnotě při parciálním tlaku amoniaku 100 kPa, která byla charakterizována jako 1.

Popis schematického znázornění jednoho provedení postupu podle vynálezu uvedeného na obr. 2:

V reaktoru 1 se močovina rozprašuje rozprašovacími tryskami 2, 3 do fluidního lože částic katalyzátoru. Lože se fluidizuje pomocí plynné směsi uváděné přívodem 4 fluidizačního plynu. Dále prochází fluidizační plyn rozdělovací deskou 5. Požadovaná teplota se ve fluidizačním loži udržuje prostřednictvím teplosměnných trubek 6, které jsou znázorněny schematicky. Reakční plyny obsahující melamin se vedou přes cyklón 7 potrubím 8 do desublimátoru 9. V desublimátoru 9, který má podobu jednoho nebo více fluidních loží částic melaminu, melamin desublimuje.

Teplo se odvádí prostřednictvím teplo-

směnných trubek 10, ve kterých se voda mění ve vysokotlakou páru.

Ze spodní části desublimátoru 9 se potrubím 11 odvádějí pevné částice melaminu. V separátoru 12 se odděluje melamin od plynů. Plynů se vracejí potrubím 13 do desublimátoru 9. Potrubím 14 se po snížení tlaku ventilem 15 odvádí melamin.

Odpadní směs plynů zbavená melaminu se odvádí přes cyklón 16 do potrubí 17. Část odpadní směsi plynů se odvádí potrubím 18 například do syntézy močoviny, separace amoniaku a kyslíčnicku uhličitého nebo do výroby hnojiv. Zbývající část se recirkuluje potrubím 19 přes kompresor 20, potrubím 21 a přes výměník tepla 22 do reaktoru 1.

Vynález je blíže objasněn v následujícím příkladu. Příklad má pouze ilustrativní charakter a rozsah vynálezu v žádném směru neomezuje.

Příklad

Příprava melaminu se provádí v zařízení popsaném na obrázku 2.

Do melaminového reaktoru pracujícího za tlaku 1000 kPa a teplotě 375 °C se za hodinu uvádí 20 000 kg močoviny a 30 000 kg plynného amoniaku a kyslíčnicku uhličitého. Parciální tlak amoniaku je 600 kPa.

Reakční plyny obsahující páry melaminu se vedou do desublimátoru 9, který rovněž pracuje za tlaku 1000 kPa. Tento desublimátor obsahuje fluidní lože s melaminovými částicemi.

Z desublimátoru se odvádí za hodinu asi 7000 kg melaminu, který je volně sypký a má čistotu 99,9 %.

Ze směsi odpadních plynů v podstatě zbavené melaminu se 80 procent recirkuluje do melaminového reaktoru po stlačení, kterým se kompenzuje pokles tlaku v reaktoru a desublimátoru, a po tepelné výměně. Zbývajících 20 % se vede do separace amoniak/kyslíčnicku uhličitý.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

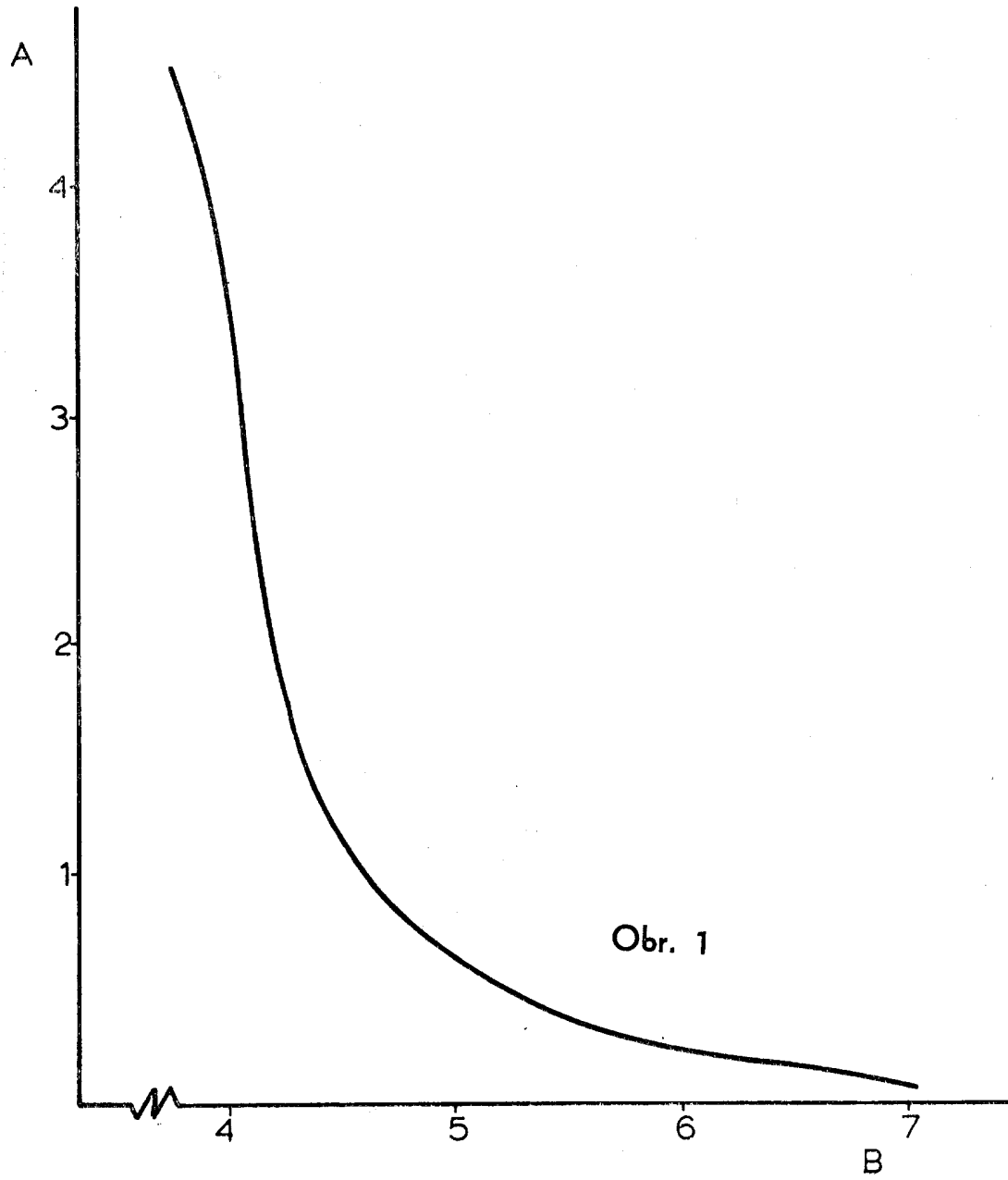
1. Způsob přípravy melaminu konverzí močoviny a/nebo produktů jejího tepelného rozkladu ve fluidním loži katalyticky aktivní látky v přítomnosti plynné směsi obsahující amoniak a kyslíčnicku uhličitý, vyznačující se tím, že parciální tlak amoniaku ve fluidním loži je alespoň 70 kPa, objemový poměr amoniaku a kyslíčnicku uhličitého ve fluidním loži je 1,5 : 1 až 2,5 : 1 a celkový tlak ve fluidním loži je alespoň 100 kPa.

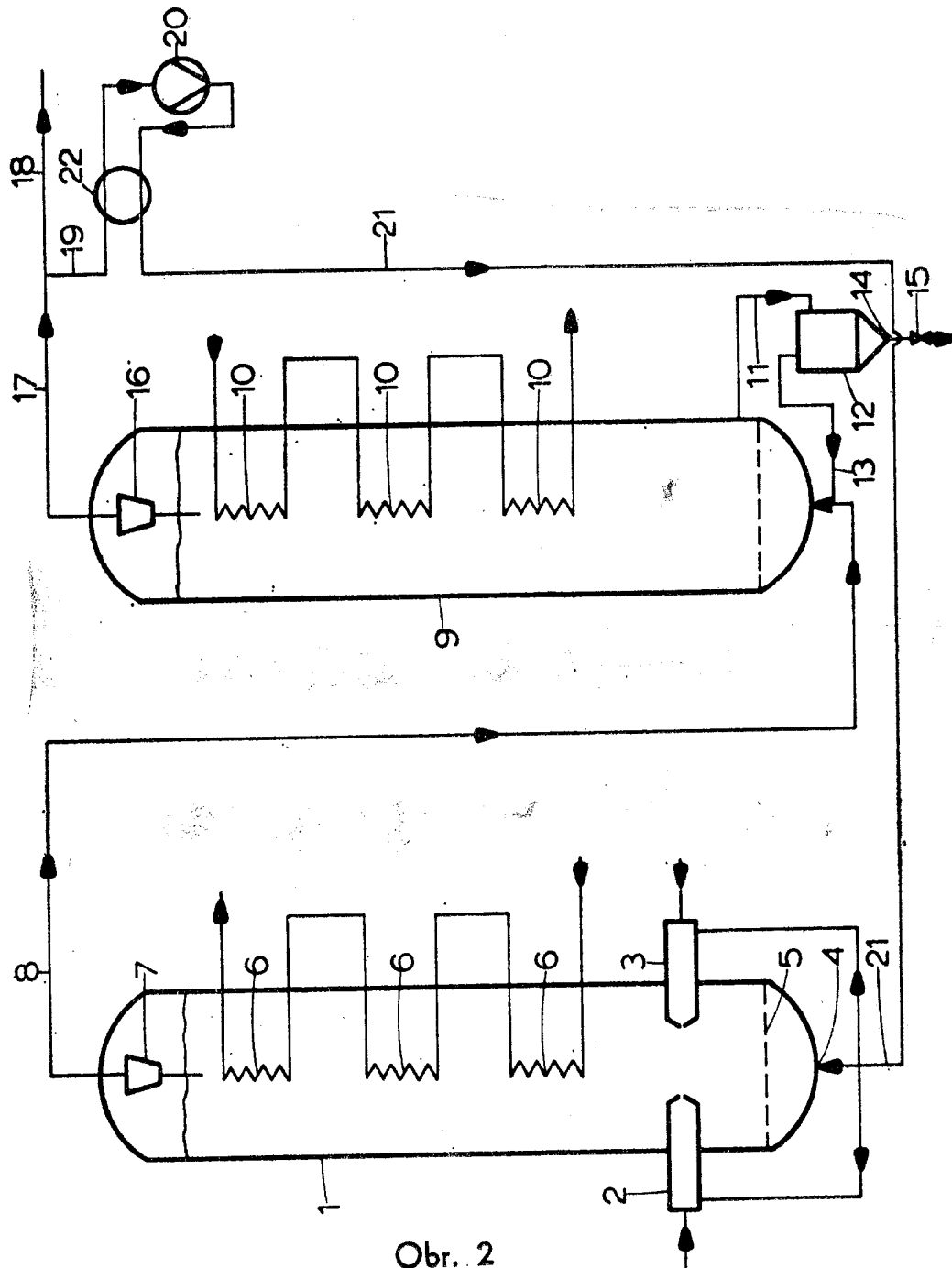
2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že parciální tlak amoniaku je alespoň 100 kPa.

3. Způsob podle bodu 2, vyznačující se tím, že parciální tlak amoniaku je alespoň 350 kPa.

4. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že celkový tlak ve fluidním loži je nejvýše 1250 kPa.

2 listy výkresů





Obr. 2