

POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA



URZĄD  
PATENTOWY  
PRL

SLUŻBOWY

OPIS PATENTOWY

69 067

Patent dodatkowy  
do patentu

Kl. 12k, 3/14

Zgłoszono: 01.III.1969 (P 132 041)

Pierwszeństwo: 01.III.1968 Austria

MKP C01c 3/14

Opublikowano: 01.03.1974

Współtwórcy wynalazku: Alfred Schmidt, Ferdinand Weinrotter, Walter Müller  
Właściciel patentu: Österreichische Stickstoffwerke Aktiengesellschaft,  
Linz (Austria)

Sposób wytwarzania gazowej mieszaniny kwasu cyjanowego i amoniaku z mocznika

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania gazowej mieszaniny kwasu cyjanowego i amoniaku z mocznika, przez ogrzewanie mocznika wdmuchiwanego do złoża ruchomego z obojętnego materiału, do temperatury 300–480°C w okresie poniżej 1 sekundy.

Sposób wytwarzania gazowej mieszaniny kwasu cyjanowego i amoniaku przez termiczny rozkład mocznika wdmuchiwanego do złoża ruchomego z obojętnego materiału jest znany. Istnieją różne sposoby wprowadzania mocznika do złoża ruchomego. I tak na przykład znany jest sposób wprowadzania do reaktora mocznika w stanie stałym lub płynnym. Istotnym dla tych sposobów jest fakt, że odparowanie mocznika przebiega szybko i całkowicie, w przeciwnym bowiem przypadku tworzy się kwas cyjanurowy powodujący sklejanie się obojętnych cząsteczek złoża ruchomego, co prowadzi w efekcie do pogorszenia zdolności funkcyjnych instalacji.

Zjawisko to występuje w przypadku wielkoprzemysłowych instalacji do odparowywania mocznika. Aby proces ten, prowadzony w skali wielkoprzemysłowej, przebiegał sprawnie nie powodując zakłóceń w ruchu instalacji, najniższa temperatura procesu odparowania wynosząca w fazie końcowej ponad 320°C, musi zostać osiągnięta w jak najkrótszym okresie. Warunkiem niepowstawania kwasu cyjanurowego jest również szybkie prowadzenie procesu rozkładu. Dlatego też wskazane jest wdmuchiwanie mocznika w formie stałej do złoża ruchomego od spodu reaktora.

Znany jest również sposób wytwarzania melaminy z mocznika, polegający na wprowadzeniu ciekłego mocznika do znajdującego się w złożu ruchomym katalizatora poprzez

2

dyszę z szybkością ponaddwukową, za pomocą amoniaku stanowiącego gaz rozpylający. Mieszanie się gazu rozpylającego i ciekłego mocznika następuje bezpośrednio przed przedmuchianiem go przez otwory dyszy. Wysoka szybkość przepływu gazu stwarza jednak z jednej strony konieczność wysokiego nakładu energii, z drugiej zaś strony – ścieranie się stałych cząsteczek złoża ruchomego.

Stwierdzono, że w procesie rozkładu mocznika do kwasu cyjanowego i amoniaku, przez rozpylanie ciekłego mocznika, stosować można również szybkości niższe od ponaddwukowej jeśli zgazowanie ciekłego mocznika prowadzi się w taki sposób, aby nie następowało zetknięcie się stopionego mocznika z powierzchniami leżącymi poniżej temperatury reakcji.

Sposób wytwarzania gazowej mieszaniny kwasu cyjanowego i amoniaku z mocznika, przez ogrzewanie mocznika, wdmuchiwanego do złoża ruchomego z obojętnego materiału, do temperatury 300–480°C w okresie poniżej 1 sekundy, polega według wynalazku na tym, że do złoża ruchomego, utrzymywanego w temperaturze co najmniej 330°C, doprowadza się strumień stopionego mocznika równocześnie z koncentrycznym strumieniem gazu wdmuchującego wprowadzanym na poziomie lub nieco poniżej poziomu otworu wlotowego strumienia stopionego mocznika do reaktora, przy czym strumień gazu wdmuchującego wprowadzany na poziomie otworu wlotowego strumienia mocznika ma prędkość co najmniej 40 m/sek do co najwyżej 100 m/sek, natomiast strumień wprowadzany nieco poniżej otworu wlotowego strumienia mocznika ma prędkość co najmniej 20 m/sek do co najwyżej 100 m/sek, a tworzącą się w złożu

ruchomym mieszaninę kwasu cyjanowego, gazu wdmuchującego i amoniaku odprowadza się z reaktora w sposób ciągły.

W sposobie według wynalazku stopiony mocznik wprowadza się do złoża ruchomego, składającego się z drobnoziarnistego, obojętnego materiału, znajdującego się w ogrzonym reaktorze, przy czym doprowadzanie jego następuje od spodu reaktora za pomocą dyszy dwustrumieniowej.

Jako gaz wdmuchujący ciekły mocznik, oraz jako gaz nośny, utrzymujący w stanie fluidalnym złożo ruchome, stosowany jest zwłaszcza amoniak. Zastosowanie znajdują również i inne gazy, obojętne w stosunku do substratów reakcji, takie jak azot i dwutlenek węgla. Zarówno gaz wdmuchujący jak i gaz nośny muszą być bezwodne, ponieważ obecność wody prowadzi do natychmiastowego rozkładu kwasu cyjanowego na dwutlenek węgla i amoniak.

Przy rozpylaniu ciekłego mocznika należy zwracać uwagę na to, aby wypływający strumień ciekłego mocznika otoczony był stale płaszczem gazu wdmuchującego. Jeśli wylot gazu wdmuchującego znajduje się dokładnie wokół wylotu mocznika, wówczas, dla zapewnienia niezakłóconego przebiegu rozkładu mocznika, wymagana jest wyższa szybkość gazu wdmuchującego niż w przypadku gdy wylot gazu wdmuchującego umieszczony jest nieco przed wylotem mocznika. Mieszanie się gazu wdmuchującego i ciekłego mocznika może następować dopiero po wylocie z dyszy.

Urządzenie w którym prowadzi się proces składa się z reaktora ze złożem ruchomym, zaopatrzonego w dziurkowane dno i doprowadzenie składników reakcji umieszczone u dołu reaktora. Poprzez jeden z otworów wprowadzana jest dysza dwustrumieniowa z centralnym doprowadzeniem cieczy. Dysza składa się z centralnej rury służącej do doprowadzania stopionego mocznika, oraz płaszczu, umieszczonego koncentrycznie w stosunku do rury centralnej, przy czym rura centralna, której zakończenie znajduje się w przestrzeni reakcyjnej, albo jest równe co do długości z płaszczem, albo sięga o kilka milimetrów ponad górny poziom płaszczu. Dzięki temu mieszanie wewnątrz dyszy, a także kontakt ze ściankami dyszy jest niemożliwy.

Poniższe przykłady mają na celu bliższe objaśnienie przedmiotu wynalazku.

**P r z y k ł a d.** Reaktor, ze złożem ruchomym o średnicy 200 mm i wysokości 500 mm, napełnia się do wysokości 185 mm piaskiem o średnicy ziarna 0,1–0,3 mm. Poprzez frytę w spodzie reaktora wdmuchuje się 8000 l/h amoniaku jako gazu nośnego o temperaturze 20°C. Poprzez otwór centralny we frycie doprowadza się od spodu reaktora poprzez dyszę, o parametrach zdefiniowanych poniżej, 2 kg/h stopionego mocznika o temperaturze 135°C i określoną w tabeli 1 ilość amoniaku, jako gazu wdmuchującego, o temperaturze 140°C. Złożo ruchome utrzymuje się w temperaturze 350–370°C.

Stosowane dwuskładnikowe dysze posiadające centralne doprowadzenie cieczy charakteryzują się następującymi parametrami:

średnica płaszczu rury: wewnętrzna	4,4 mm
zewnętrzna	7,3 mm
średnica rury centralnej: wewnętrzna	1,85 mm
zewnętrzna	3,3 mm

dysza 1 : rura centralna dłuższa o 2 mm od płaszczu rury;  
dysza 2 : rura centralna równa co do długości z płaszczem rury.

Tabela 1

Dysza Nr	Gaz wdmuchujący w l/h	Szybkość gazu w m/sek	Uwagi
10	1	500	około 21
15	1	1000	około 42
	1	1500	około 63
20	2	500	około 21
	2	1000	około 42
	2	1500	około 63

5 Obserwacja sprawności opisanych dysz wykazała, że w przypadku dyszy 1 płaszcz zewnętrzny w żadnym z trzech doświadczeń nie był pokryty u swego szczytu stopionym mocznikiem, natomiast zjawisko to wystąpiło w przypadku dyszy 2 przy obciążeniu amoniakiem 500 l/h.

## Zastrzeżenia patentowe

35 1. Sposób wytwarzania gazowej mieszaniny kwasu cyjanowego i amoniaku z mocznika, przez ogrzewanie mocznika wdmuchiwanego do złoża ruchomego z obojętnego materiału, do temperatury 300–480°C w okresie poniżej 1 sekundy, znamienny tym, że do złoża ruchomego utrzymywanego w temperaturze co najmniej 330°C, doprowadza się strumień stopionego mocznika równocześnie z koncentrycznym strumieniem gazu wdmuchującego wprowadzanym na poziomie lub nieco poniżej poziomu otworu wlotowego strumienia stopionego mocznika do reaktora, przy czym strumień gazu wdmuchującego wprowadzany na poziomie otworu wlotowego strumienia mocznika ma prędkość co najmniej 40 m/sek do co najwyżej 100 m/sek, natomiast strumień wprowadzany nieco poniżej otworu wlotowego strumienia mocznika ma prędkość co najmniej 20 m/sek do co najwyżej 100 m/sek, a tworzącą się w złożu ruchomym mieszaninę kwasu cyjanowego, gazu wdmuchującego i amoniaku odprowadza się z reaktora w sposób ciągły.

50 2. Sposób według zastr. 1, znamienny tym, że stopiony mocznik doprowadza się do złoża ruchomego od dołu za pomocą dyszy dwustrumieniowej.

55 3. Sposób według zastr. 1–2, znamienny tym, że jako gaz wdmuchujący stosuje się amoniak.