



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr

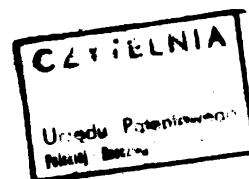
Int. Cl.³ B01J 23/88

Zgłoszono: 23.11.79 (P. 219894)

Pierwszeństwo:

Zgłoszenie ogłoszono: 22.09.80

Opis patentowy opublikowano: 31.12.1982



Twórcy wynalazku: Bohdan Radomyski, Jerzy Grzechowiak, Wiesław Niedźwiedź

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Wrocławska,
Wrocław (Polska)

**Sposób wytwarzania katalizatorów molibdenowo-kobaltowych,
molibdenowo-niklowych i molibdenowo-kobaltowo-niklowych**

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania katalizatorów molibdenowo-kobaltowych, molibdenowo-niklowych i molibdenowo-kobaltowo-niklowych osadzonych na aktywnym tlenku glinu lub tlenku glinu z dodatkiem krzemionki.

Katalizatory te stosowane są w procesach rafinacji wodorem mieszanin węglowodorów pochodzenia naftowego, węglowego lub roślinnego.

Znany z polskiego opisu patentowego nr 51676 sposób wytwarzania katalizatorów molibdenowo-kobaltowych i molibdenowo-niklowych polega na tym, że wysuszony i zmielony wodorotlenek glinu peptyzuje się roztworem związku molibdenu w 0,2–10 procentowym kwasie azotowym, następnie masę formuje się, suszy i praży. Tak otrzymany katalizator nasycy się wodnym roztworem soli kobaltu lub niklu, a następnie suszy się i praży.

Niedogodnością techniczną tego sposobu jest konieczność dwukrotnego suszenia i prażenia mieszaniny, w przypadku wytwarzania katalizatorów o dużej zawartości składników aktywnych.

Inny sposób wytwarzania katalizatorów molibdenowo-kobaltowych, molibdenowo-niklowych i molibdenowo-kobaltowo-niklowych, znany z polskiego opisu patentowego nr 93578 polega na tym, że do masy uzyskanej po peptyzacji wodorotlenku glinu roztworem związków molibdenu w kwasie azotowym dodaje się roztwór związku kobaltu i/lub związku niklu, a otrzymaną masę formuje się, suszy i praży. W innym rozwiązaniu, według tego sposobu, wysuszony wodorotlenek glinu peptyzuje się roztworem substancji aktywnych w kwasie azotowym, przy czym wartość pH roztworu wynosi od 3 do 6,4 a temperatura poniżej 50°C. Substancjami aktywnymi są związki molibdenu i sól kobaltu lub związki molibdenu i sól niklu.

Niedogodnością techniczną tego sposobu jest konieczność odparowania części wody w czasie zarabiania masy, co wpływa niekorzystnie na porowatość katalizatora. Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania katalizatorów molibdenowo-kobaltowych, molibdenowo-niklowych i molibdenowo-kobaltowo-niklowych, polegającego na peptyzacji mieszaniny wodorotlenku glinu i/lub glinokrzemianów z dwusiarczkiem molibdenu roztworem związku kobaltu i/lub niklu w kwasie azotowym oraz formowaniu, suszeniu i prażeniu uzyskanej masy.

Istota wynalazku polega na tym, że miesza się suchą masę wodorotlenku glinu i/lub glinokrzemianu z suchym dwusiarczkiem molibdenu, a następnie mieszaninę peptyzuje się. Uzyskaną masę formuje się, suszy i praży w dowolny sposób. Zaletą takiego sposobu wytwarzania katalizatora jest możliwość wprowadzenia dużej ilości składników aktywnych w jednej operacji.

Przedmiot wynalazku jest objaśniony w przykładach wytwarzania katalizatorów molibdenowo-kobaltowych, molibdenowo-niklowych i molibdenowo-kobaltowo-niklowych.

Przykład I. Do 125 kg wysuszonego wodorotlenku glinu zmielonego do granulacji poniżej 0,5 mm umieszczonego w mieszalniku zetowym dodaje się 22,5 kg suchego dwusiarczku molibdenu. Zawartość mieszalnika miesza się przez pół godziny. Następnie dodaje się 80 kg roztworu zawierającego 17,6 kg sześciowodnego azotanu kobaltowego i 2,4 kg stuprocentowego kwasu azotowego. Całość miesza się przez pół godziny, po czym masę formuje się w wylączarce ślimakowej. Uformowane kształtki suszy się przez 24 godziny w temperaturze wzrastającej stopniowo do 110°C, a następnie praży się w temperaturze wzrastającej od 120°C do 500° przez 8 godzin. Otrzymany katalizator molibdenowo-kobaltowy zawiera 16,0% masowych MoO_3 , 4,0% masowych CoO oraz 80,0% masowych $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{XH}_2\text{O}$.

Przykład II. Do 125 kg wysuszonej mieszaniny wodorotlenku glinu i glinokrzemianu, zawierającej 6% masowych SiO_2 i umieszczonej w mieszalniku zetowym, dodaje się 19,8 kg suchego dwusiarczku molibdenu. Zawartość mieszalnika miesza się przez pół godziny. Następnie dodaje się 80 kg roztworu zawierającego 18,0 kg sześciowodnego azotanu niklowego i 2,4 kg stuprocentowego kwasu azotowego. Dalsze operacje przeprowadza się tak, jak podano w przykładzie I. Otrzymany katalizator molibdenowo-niklowy zawiera 15,6% masowych MoO_3 , 4,6% masowych NiO i 79,8% masowych $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$.

Przykład III. Do 125 kg wysuszonego wodorotlenku glinowego umieszczonego w mieszalniku zetowym dodaje się 28,1 kg suchego dwusiarczku molibdenu. Zawartość mieszalnika miesza się przez pół godziny. Następnie dodaje się 80 kg roztworu zawierającego 26,3 kg sześciowodnego azotanu kobaltowego, 8,8 kg sześciowodnego azotanu niklowego, i 2,4 kg stuprocentowego kwasu azotowego. Całość miesza się, formuje, suszy i praży jak w przykładzie I. Otrzymany katalizator molibdenowo-kobaltowo-niklowy zawiera 20,0% masowych MoO_3 , 6-0% masowych CoO i 2,0% masowych NiO i 78,0% masowych $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{XH}_2\text{O}$.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania katalizatorów molibdenowo-kobaltowych, molibdenowo-niklowych i molibdenowo-niklowo-kobaltowych osadzonych na aktywnym tlenku glinu polegający na peptyzacji roztworem związku kobaltu i/lub związku niklu w kwasie azotowym, **znamienny tym**, że suchą masę wodorotlenku glinu i/lub glinokrzemianu miesza się z suchym dwusiarczkiem molibdenu, a następnie mieszaninę poddaje się peptyzacji, po czym uzyskaną masę formuje się, suszy i praży w znany sposób.