



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

269 162

(21) PV 2425-88.G
(22) Přihlášeno 09 04 88

(40) Zveřejněno 12 09 89
(45) Vydáno 15 03 91

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
B 01 J 27/10
B 01 J 27/12⁵

(75)
Autor vynálezu

KUBIČKA RUDOLF, doc. ing. CSc., LITVÍNŮV
HUML MIROSLAV, ing. CSc., MOST
MACEK VLADIMÍR, ing.,
ČERNÝ JAROSLAV, ing.,
PAŘÍZEK MIROSLAV,
FILIP PETR, LITVÍNŮV

(54)

Způsob výroby katalytického komplexu
chloridu hlinitého

(57) Způsob výroby katalytického komplexu chloridu hlinitého pro katalýzu v organických syntézách ze suspenze chloridu hlinitého v aromatických uhlovodících, při němž se jako promotor přivádí 1,2-dichloreтан nebo jiný chlorovaný uhlovodík uvolňující chlor a vodu v poměru 5 až 1 500 kg vztaženo na 100 kg 1,2-dichloreтанu. Promotovaný katalytický komplex se podle vynálezu vyrábí odděleně od probíhající organické syntézy, nebo souběžně s ní v jednom prostředí.

Vynález se týká zlepšeného způsobu výroby katalytického komplexu na bázi chloridu hlinitého a aromatických uhlovodíků, kde se jako další složka katalyzátoru používá 1,2-dichlorethan, popřípadě jiný chlorovaný uhlovodík a voda.

V organické technologii, například při výrobě etylbenzenu nebo kumenu alkylací benzenu příslušným olefinem se jako katalyzátor používá kapalný komplex, jehož základní složkou je chlorid hlinitý, dalšími složkami jsou aromatické uhlovodíky. Při výrobě komplexu je však nutno použít promotor (kokatalyzátor), který je buď sám nositelem chlorovodíku, nebo způsobuje uvolnění chlorovodíku z přítomného chloridu hlinitého.

Běžně se katalytický komplex vyrábí tak, že se do suspenze chloridu hlinitého v aromatických uhlovodících zavádí za intenzivního míchání promotor, kterým může být plyný chlorovodík, etylchlorid, voda nebo vodní páry. Jako aromatický uhlovodík lze použít například etylbenzen, směs diethylbenzenů a triethylbenzenů, obsahující popřípadě i benzen anebo jinou vhodnou aromatickou frakci, která je k dispozici při příslušné organické syntéze.

Průmyslově nejběžnějším příkladem využití katalytického komplexu na bázi chloridu hlinitého je Friedelova-Craftsova alkylace benzenu etylénem, kde hlavním produktem reakce je monoethylbenzen. V tomto případě se jako aromatický uhlovodík pro přípravu komplexu obvykle přivádí diethylbenzenová frakce, oddělovaná při destilaci produktů alkylace a vracená do procesu k trysalkylaci s cílem zvýšit výtěžek etylbenzenu.

Dalším významným produktem, vyráběným za katalytického působení komplexu chloridu hlinitého, je kumen (isopropylbenzen), kdy se jako surovina přivádí vedle benzenu propylen.

Aktivitu katalytického komplexu, vyrobeného některým z popsaných způsobů, lze posuzovat jednoduše měřením jeho elektrické vodivosti. Byly publikovány jednoduché závislosti, popisující vztah mezi touto snadno měřitelnou fyzikální vlastností a katalytickou aktivitou. Vyšší hodnotě katalytické aktivity přitom odpovídá vyšší elektrická vodivost komplexu.

Nyní byl nalezen způsob výroby katalytického komplexu na bázi chloridu hlinitého s vysokou hodnotou elektrické vodivosti a katalytické aktivity.

Způsob výroby katalytického komplexu chloridu hlinitého pro katalýzu v organických syntézách ze suspenze chloridu hlinitého v aromatických uhlovodících, jako jsou například etylbenzen, diethylbenzeny, polyalkylbenzeny nebo frakce alkylaromatických uhlovodíků odpadajících při organických syntézách a počátečním bodem varu na 125 °C spočívá podle vynálezu v tom, že při výrobě katalytického komplexu se k suspenzi chloridu hlinitého v aromatických uhlovodících jako promotor přivádí složka, kterou tvoří 1,2-dichlorethan nebo jiný chlorovaný uhlovodík uvolňující chlorovodík v množství nejvýše 200 kg na 1 000 kg chloridu hlinitého a popřípadě také voda v poměru 5 až 1 500 kg vztaženo na 100 kg 1,2-dichlorethanu. Katalytický komplex se vyrábí v samostatném technologickém stupni odděleném od stupně organické syntézy za míchání, přičemž se do suspenze chloridu hlinitého v aromatických uhlovodících přidává 1,2-dichlorethan a popřípadě také voda v kapalném anebo parním skupenství. Vodu potřebnou pro promotování katalytického komplexu lze přidávat ve formě roztoku ve vstupujících aromatických uhlovodících do stupně výroby katalytického komplexu anebo do stupně organické syntézy. Nebo lze katalytický komplex vyrábět podle vynálezu i v technologickém stupni organické syntézy katalyzované tímto katalytickým komplexem, do kterého se dávkuje složky komplexu, tj. chlorid hlinitý, 1,2-dichlorethan a popřípadě také voda, přičemž 1,2-dichlorethan se popřípadě předem rozpustí v jednotlivých surovinách, vstupujících do stupně organické syntézy a jako aromatický uhlovodík pro výrobu komplexu potom slouží směs reaktčních komponent obsažená ve stupni organické syntézy, tj. například v alkylačním reaktoru. 1,2-dichlorethan lze při přípravě katalytického komplexu nahradit zcela nebo částečně některým jiným chlorovaným uhlovodíkem uvolňujícím chlorovodík, jako je per-

chlorythylen, etylchlorid anebo směs chlorovaných uhlovodíků odpadajících při výrobě acetaldehydu, vinylchloridu nebo alkylchloridu.

Zvýšená aktivita katalytického komplexu, připraveného způsobem podle vynálezu, vede ke snížení spotřeby chloridu hlinitého jako základní a nejnákladnější katalytické složky. Současně vede ke zlepšení kvality etylbenzenu v důsledku omezení přívodu elementárního chloru do systému spolu s chloridem hlinitým a ke snížení spotřeb ostatních surovin.

Příklad 1

Příklad 1 ilustruje závislost elektrické vodivosti a její pomocí charakterizované katalytické aktivity komplexu chloridu hlinitého na způsobu jeho přípravy.

Do skleněné nádoby opatřené míchadlem byla předložena dietylbenzenová frakce. Za stálého míchání byl přidán chlorid hlinitý a promotory v pořadí, uvedeném v tabulce 1. Kapalný komplex vznikl během zhruba jedné hodiny, počáteční teplota při jeho přípravě byla 25 °C a konečná teplota 40 °C. Po oddělení horní vrstvy obsahující přebytečný dietylbenzen byla stanovena vodivost komplexu jako míra jeho katalytické aktivity. Postup ve sloupci 1 s vodou jako známým promotorem je uváděn pro srovnání.

Tabulka 1

Složka, gramy	Číslo pokusu			
	1	2	3	4
dietylbenzenová frakce	110,0	110,0	110,0	110,0
chlorid hlinitý	43,0	43,0	43,0	43,0
1,2-dichlorethan	0	2,6	5,3	7,9
voda	2,9	1,9	1,0	0
vodivost komplexu, mS	4,26	4,60	5,95	5,90

Příklad 2

Jako příklad 2 je uvedena praktická možnost receptury provozní přípravy katalytického komplexu.

Do korozivzdorného autoklávu opatřeného míchadlem bylo předloženo 1 600 kg dietylbenzenové frakce oddělované v procesu výroby etylbenzenu, jejíž teplota byla 40 °C. Za stálého míchání bylo postupně vsypáno 1 000 kg chloridu hlinitého, potom se postupně přidalo 150 kg 1,2-dichlorethanu. Externí reakce byla ukončena po zhruba 1 hodině při teplotě 50 °C za vzniku homogenního katalytického komplexu ve formě kapaliny. Komplex byl dávkován do alkylačního reaktoru, kde katalyzoval alkylaci benzenu etylenem. Benzen a recyklovaná dietylbenzenová frakce vnášely do alkylačního reaktoru vodu v poměru 7 kg vody na 100 kg 1,2-dichlorethanu použitého pro přípravu komplexu.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob výroby katalytického komplexu chloridu hlinitého pro katalýzu v organických syntézách ze suspenze chloridu hlinitého v aromatických uhlovodících, jako jsou například etylbenzen, dietylbenzeny, polyalkylbenzeny nebo frakce alkylaromatických uhlovodíků, odpadajících při organických syntézách s počátečním bodem varu nad 125 °C, vyznačující se tím, že při výrobě katalytického komplexu se k suspenzi chloridu hli-

nitého v aromatických uhlovodících jako promotor přivádí složka, kterou tvoří: 1,2-dichlorethan nebo jiný chlorovaný uhlovodík, uvolňující chlorovodík v množství nejvýše 200 kg na 1 000 kg chloridu hlinitého a popřípadě také voda v poměru 5 až 1 500 kg vztaženo na 100 kg 1,2-dichlorethanu.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že katalytický komplex se vyrábí v samostatném technologickém stupni odděleném od stupně organické syntézy za míchání, přičemž se do suspenze chloridu hlinitého v aromatických uhlovodících přidává 1,2-dichlorethan a popřípadě také voda v kapalném anebo parním skupenství.
3. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že voda potřebná pro promotování katalytického komplexu se přidává ve formě roztoku ve vstupujících aromatických uhlovodících do stupně výroby katalytického komplexu anebo do stupně organické syntézy.
4. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že katalytický komplex se vyrábí v technologickém stupni organické syntézy katalyzované tímto katalytickým komplexem, do kterého se dávkuje složky komplexu, tj. chlorid hlinitý, 1,2-dichlorethan a popřípadě také voda, přičemž 1,2-dichlorethan se popřípadě předem rozpustí v jednotlivých surovinách, vstupujících do stupně organické syntézy a jako aromatický uhlovodík pro výrobu komplexu slouží směs reakčních složek přítomná ve stupni organické syntézy.
5. Způsob podle bodů 1 až 4, vyznačující se tím, že jako složka promotoru se přivádí perchloretylen, etylchlorid anebo směs chlorovaných uhlovodíků, odpadající při výrobě acetaldehydu, vinylchloridu nebo alkylchloridu.