



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 977005

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 31.03.80 (21) 2915673/23

с присоединением заявки № —

(23) Приоритет —

Опубликовано 30.11.82 Бюллетень № 44

Дата опубликования описания 30.11.82

(51) М. Кл.³

В 01 J 37/20

В 01 J 27/00

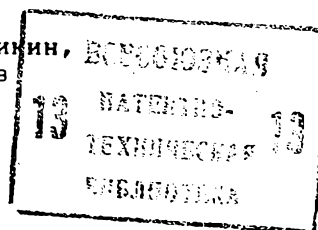
С 07 В 87/02

(53) УДК 66.097.
.3(088.8)

(72) Авторы
изобретения

Е.П.Вылегжанина, Т.А.Михайлова, А.И.Жинин,
Ю.А.Мелихов, В.Н.Кривов и В.Р.Федосеев

(71) Заявитель



(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СУЛЬФИДНОГО АЛЮМОКОБАЛЬТМОЛИБДЕНОВОГО КАТАЛИЗАТОРА

1

Изобретение относится к способам получения сульфидных катализаторов на основе окиси алюминия и может быть использовано для получения сульфидного алюмокобальтмолибденового катализатора для гидрирующего аминирования карбоновых кислот.

Известен способ получения сульфидного алюмокобальтмолибденового катализатора путем осернения катализатора водородосероводородной смесью, содержащей 10% сероводорода при повышении температуры от 150 до 400°C в течение часа [1].

Однако известный катализатор, используемый в гидрогенизационных процессах для очистки углеводородсодержащего сырья от серо- и азотсодержащих соединений, не достаточно селективен в процессе гидрирующего аминирования карбоновых кислот: хотя конверсия кислот составляет 99,6 вес.%, однако выход аминов всего — 78 вес.%, а остальное углеводороды.

Наиболее близок к предлагаемому по технической сущности и достигаемому эффекту способ получения сульфидного алюмокобальтмолибденового катализатора для гидрирующего аминирования карбоновых кислот путем

2

нагревания алюмокобальтмолибденового катализатора в оксидной форме в токе азота под давлением 3,5 кг/см² с последующим осернением азотсероводородной смесью с содержанием сероводорода не менее 0,2 мол.% при повышении температуры от 200 до 400°C со скоростью 15-20°C/ч и определенной скоростью газового потока 150-200 нм³/ч. л катализатора, выдержкой до прекращения поглощения сероводорода и насыщением водородом при повышении до 570°C при сохранении тех же скоростей подъема температуры и газового потока [2].

Стабильная активность и селективность полученного по известному способу катализатора невелики. Катализатор сохраняет выход аминов, равный 72 вес.% при конверсии 98 вес.% только в течение одного месяца. При дальнейшей эксплуатации в процессе гидрирующего аминирования карбоновых кислот он механически разрушается.

Цель изобретения — получение катализатора с повышенными стабильными активностью и селективностью.

Указанная цель достигается способом получения сульфидного алюмо-

5

10

15

20

25

30

кобальтмолибденового катализатора для гидрирующего аминирования карбоновых кислот путем нагревания алюмокобальтмолибденового катализатора в оксидной форме в токе азота с последующим осернением азотсероводородной смесью при повышении температуры от 200 до 400°C со скоростью 15-20°C/ч и определенной скоростью газового потока, равной 0,06-0,08 нм³/ч · л катализатора, с постепенной заменой азота на сероводород в течение 8-12 ч, выдержкой, охлаждением катализатора в токе азота и насыщением его водородом при повышении температуры от 200 до 400°C и сохранении той же скорости подъема температуры.

Катализатор, полученный по предлагаемому способу обладает повышенными стабильными активностью и селективностью. Так, катализатор в процессе эксплуатации при гидрирующем аминировании карбоновых кислот в течение года сохраняет конверсию 96-98 вес. % при выходе аминов 94-98 вес. %.

Пример 1. В вертикальный проточный реактор загружают корзину объемом 250 л с алюмокобальтмолибденовым катализатором состава, вес. %:

CoO	4,5
MoO ₃	13,0
Al ₂ O ₃	Остальное

Реактор герметизируют и подают азот со скоростью 15 нм³/ч. Затем поднимают температуру в зоне катализатора до 200°C и после достижения этой температуры нагрев ведут со скоростью повышения температуры 15°C/ч до 400°C. Не меняя общей скорости газа начинают замещать азот сероводородом. Начальное содержание сероводорода в азоте 3-4 об. %. В течение 12 ч весь азот замещают сероводородом и выдерживают при 400°C в потоке сероводорода 0,06 нм³/ч · л катализатора. Затем в течение 10 ч постепенно снижают температуру до 200°C и заменяют сероводород на азот, после чего охлаждают катализатор в потоке азота до 30°C.

Получают катализатор следующего состава, вес. %:

CoS	5,3
MoS ₂	15,6
Al ₂ O ₃	Остальное

Катализатор загружают в реактор синтеза высших аминов, где насыщают водородом для удаления свободной серы, которая может дезактивировать катализатор и забивать арматуру, образуя сероводородные соли аминов.

Условия насыщения: давление 0-200 кг/см², поток водорода 2 нм³/ч · л катализатора, постепенный нагрев до 200°C (4 ч) и от 200 до 400°C по 15°C/ч, выдержка при 400°C в потоке водорода при вышеуказанной скорости в течение 10 ч.

Катализатор в процессе гидрирующего аминирования карбоновых кислот (жирные кислоты) дает конверсию кислот 99 вес. %, выход аминов 98 вес. % при эксплуатации катализатора в течение года.

Использование этого катализатора в процессе гидрирующего аминирования нафтеновых кислот обеспечивает конверсию сырья на 96 вес. % при выходе аминов 94 вес. % при эксплуатации катализатора в течение года.

Пример 2. Катализатор получают аналогично примеру 1, только используют скорость подъема температуры 20°C/ч и скорость газового потока 0,08 нм³/ч · л катализатора и время осернения 8 ч.

Результаты испытания катализатора в процессе гидрирующего аминирования карбоновых кислот аналогичны примеру 1.

Формула изобретения

- Способ получения сульфидного алюмокобальтмолибденового катализатора для гидрирующего аминирования карбоновых кислот путем нагревания алюмокобальтмолибденового катализатора в оксидной форме в токе азота с последующим осернением азотсероводородной смесью при повышении температуры от 200 до 400°C со скоростью 15-20°C/ч и определенной скоростью газового потока, выдержкой и насыщением водородом при повышении температуры и сохранении той же скорости подъема температуры, отличающийся тем, что, с целью получения катализатора с повышенными стабильными активностью и селективностью, осернение катализатора ведут при скорости газового потока 0,06-0,08 нм³/ч · л катализатора постепенной заменой азота на сероводород в течение 8-12 ч, а катализатор перед насыщением водородом охлаждают в токе азота и насыщение ведут при повышении температуры от 200 до 400°C.
- Источники информации, принятые во внимание при экспертизе
1. Томас Ч. Промышленные каталитические процессы и эффективные катализаторы. М., "Мир", 1973, с. 254-256.
 2. Патент Франции № 1351998, кл. В 01 J, опублик 1963 (прототип).