

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 98039

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 12.05.76 (P. 189546)

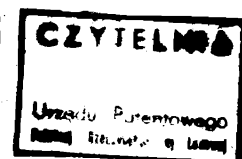
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 12.04.77

Opis patentowy opublikowano: 31.12.1980

MKP B01j 11/50

Int. Cl.² B01J 23/86



Twórca wynalazku: Edward Zienkiewicz

Uprawniony z patentu : Politechnika Wrocławska,
Wrocław (Polska)

Sposób otrzymywania katalizatora żelazowego, zwłaszcza do hydrodealkilacji toluenu

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania katalizatora żelazowego, zwłaszcza do hydrodealkilacji toluenu.

Dotychczas znany sposób otrzymywania katalizatora żelazowego do hydrodealkilacji toluenu polega na osadzeniu na nośniku w postaci aktywnej formy tlenku glinu Al_2O_3 tlenków żelaza, a zwłaszcza alfa- Fe_2O_3 , promotowanych solami molibdenu, kobaltu i niklu.

Zasadniczą wadą techniczno-użytkową katalizatora żelazowego otrzymanego dotychczas znanym sposobem jest to, że w procesie hydrodealkilacji toluenu posiada małą aktywność charakteryzującą się wydajnością benzenu wynoszącą 60–70%, odznacza się małą żywotnością rzędu 3000 godzin, nie jest odporny na działanie temperatury powyżej 750 K oraz nie wykazuje 100% selektywności.

Istota wynalazku polega na tym, że jako promotor ferromagnetycznego gamma Fe_2O_3 stosuje się sól chromu, korzystnie w postaci azotanu chromu, siarczanu chromu, tlenku chromu, wprowadzaną w takiej ilości, aby w gotowym katalizatorze żelazowym ilość tlenku chromu Cr_2O_3 wynosiła 1,2–15% wagowych.

Zasadniczą korzyścią techniczno-użytkową katalizatora żelazowego otrzymanego sposobem według wynalazku jest to, że w procesie hydrodealkilacji toluenu posiada dużą aktywność charakteryzującą się wydajnością benzenu wynoszącą 85–93%, odznacza się dużą żywotnością wynoszącą rzędu 12000 godzin, jest odporny na działanie temperatury powyżej 900 K, oraz wykazuje 100% selektywność.

Przedmiot wynalazku przedstawiony jest w przykładach wykonania.

Przykład 1. $1,60 \cdot 10^{-1}$ kg ferromagnetycznego gamma Fe_2O_3 , rozdrobnionego do granulacji $3 \cdot 10^{-3}$ m, miesza się mechanicznie z $7,72 \cdot 10^{-2}$ kg 9-wodnego azotanu chromu, po czym dodaje się $1,5 \cdot 10^{-4}$ m³ destylowanej wody ogrzanej do temperatury 313 K dla zarobienia tych substancji na pastę. Następnie pastę tę miesza się z 1 kg tlenku glinu Al_2O_3 zawierającego 10% tlenku krzemu SiO_2 o granulacji $3 \cdot 10^{-3}$ m, po czym dodaje się $7,5 \cdot 10^{-4}$ m³ 0,5% kwasu azotowego dla speptyzowania nośnika i zarobienia całości na pastę. Tak przygotowaną pastę formuje się w tabletki, które po suszeniu w temperaturze 383 K

w ciągu 86,4 ks wprowadza się do reaktora i ogrzewa w temperaturze 553–573 K przez 10,8 ks w atmosferze redukującej w obecności wodoru w ilości 4 litry na 3,6 ks. Z kolei w tej samej temperaturze przez reaktor przepuszcza się azot w ilości 3 litry na 3,6 ks w ciągu 5,4 ks, po czym prowadzi się utlenianie tlenem powietrza w ilości 500 litrów na 3,6 ks w ciągu 7,2 ks. Następnie podwyższa się temperaturę do 753 K i przez reaktor przepuszcza się azot w ilości 2 litry na 3,6 ks w ciągu 10,8 ks. Tak otrzymany katalizator, zawierający 13% Fe_2O_3 , 1,2% Cr_2O_3 i resztę stanowiącą uwodniony tlenek glinu z zawartością 10% SiO_2 , posiada namagnesowanie nasycenia $13 \cdot 10^{-7} \text{ Tm}^3/\text{kg}$ i temperaturę Curie 958 K.

Katalizator ten, użyty w procesie hydrodealkilacji toluenu prowadzonym w temperaturze 833 K, przy ciśnieniu 5 MN/m^2 , szybkości objętościowej $0,37 \text{ m}^3/\text{m}^3 \cdot \text{ks}$ i stosunku wodoru do toluenu 3:1 daje wydajność benzenu wynoszącą 85,3%.

Przykład II. $1,56 \cdot 10^{-1} \text{ kg}$ ferromagnetycznego gamma Fe_2O_3 , rozdrobnionego do granulacji $3 \cdot 10^{-3} \text{ m}$, miesza się mechanicznie z $4,7 \cdot 10^{-2} \text{ kg}$ 6-wodnego siarczanu chromu, po czym dodaje się $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3$ destylowanej wody ogrzanej do temperatury 313 K dla zarobienia tych substancji na pastę. Postępując następnie jak w przykładzie I otrzymuje się katalizator zawierający 13% Fe_2O_3 , 1,2% Cr_2O_3 i resztę stanowiącą uwodniony tlenek glinu z zawartością 10% SiO_2 . Katalizator ten posiada namagnesowanie nasycenia $12,9 \cdot 10^{-7} \text{ Tm}^3/\text{kg}$ i temperaturę Curie 967 K.

Katalizator ten użyty w procesie hydrodealkilacji toluenu prowadzonym w temperaturze 833 K, przy ciśnieniu 5 MN/m^2 , szybkości objętościowej $0,37 \text{ m}^3/\text{m}^3 \cdot \text{ks}$ i stosunku wodoru do toluenu 3:1, daje wydajność benzenu wynoszącą 85,6%.

Przykład III. $1,55 \cdot 10^{-1} \text{ kg}$ ferromagnetycznego gamma Fe_2O_3 , rozdrobnionego do granulacji $3 \cdot 10^{-3} \text{ m}$, miesza się mechanicznie z $1,4 \cdot 10^{-2} \text{ kg}$ tlenku chromu, po czym dodaje się $1,2 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3$ destylowanej wody ogrzanej do temperatury 313 K dla zarobienia tych substancji na pastę. Następnie pastę tę miesza się z 1 kg tlenku glinu Al_2O_3 zawierającego 10% tlenku krzemu SiO_2 o granulacji $3 \cdot 10^{-3} \text{ m}$, po czym dodaje się $7,9 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3$ 0,5% kwasu azotowego dla speptyzowania nośnika i zarobienia całości na pastę. Postępując następnie jak w przykładzie I otrzymuje się katalizator zawierający 13% Fe_2O_3 , 1,2% Cr_2O_3 i resztę stanowiącą uwodniony tlenek glinu z zawartością 10% SiO_2 . Katalizator ten posiada namagnesowanie nasycenia $12,2 \cdot 10^{-7} \text{ Tm}^3/\text{kg}$ i temperaturę Curie 952 K.

Katalizator ten użyty w procesie hydrodealkilacji toluenu prowadzonym w temperaturze 833 K, przy ciśnieniu 5 MN/m^2 , szybkości objętościowej $0,37 \text{ m}^3/\text{m}^3 \cdot \text{ks}$ i stosunku wodoru do toluenu 3:1, daje wydajność benzenu wynoszącą 84,9%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania katalizatora żelazowego, zwłaszcza do hydrodealkilacji toluenu, polegający na osadzaniu na nośniku w postaci aktywnej formy tlenku glinu Al_2O_3 tlenków żelaza z dodatkiem promotora, z n a m i e n n y t y m, że jako promotor ferromagnetycznego gamma – Fe_2O_3 stosuje się sól chromu, korzystnie w postaci azotanu chromu, siarczanu chromu, tlenku chromu, wprowadzoną w takiej ilości, aby w gotowym katalizatorze żelazowym ilość tlenku chromu Cr_2O_3 wynosiła 1,2–15% wagowych.