

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY 93578

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 10.01.75 (P. 177279)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.12.75

Opis patentowy opublikowano: 30.11.1979

MKP B01j 11/58

Int. Cl². B01J 23/24

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Jerzy Grzechowiak, Ludwik Kornblit, Włodzimierz Montewski,
Bohdan Radomyski, Józef Grzesło, Ludwik Zalewski

Uprawniony z patentu: 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 na 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.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania katalizatorów molibdenowo-kobaltowych, molibdenowo-niklowych i molibdenowo-kobaltowo-niklowych, polegającego na peptyzacji wysuszonego wodorotlenku glinu oraz formowaniu, suszeniu i prażeniu uzyskanej masy. Istota wynalazku 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. W innym rozwiązaniu sposobu według wynalazku wysuszony wodorotlenek glinu peptyzuje się roztworem substancji aktywnych w kwasie azotowym, przy czym pH roztworu wynosi od 3 do 6,5, a temperatura poniżej 50°C. Substancje aktywne stanowią w tym wypadku związki molibdenu i sól kobaltu lub związki molibdenu i sól niklu albo związki molibdenu, sól kobaltu i sól niklu, w zależności od tego, który z katalizatorów jest wytwarzany. Dzięki wprowadzeniu substancji aktywnych w postaci roztworów ich związków w kwasie azotowym, eliminuje się pośredni etap formowania, suszenia i prażenia w procesie wytwarzania katalizatorów.

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 0,5 mm i umieszczonego w mieszalniku zetowym dodaje się 112 kg wodnego roztworu, zawierającego 18,4 kg MoO_3 , 16 kg NH_3 i 20 kg pięćdziesięcioprocentowego kwasu azotowego. Zawartość mieszalnika miesza się przez pół godziny do uzyskania jednorodnej masy. Następnie dodaje się 44 kg roztworu zawierającego 16,7 kg sześciowodnego azotanu kobaltowego i 0,6 kg stuprocentowego kwasu azotowego. Całość miesza się przez pół godziny, po czym masę formuje się w wyciskarce ślimakowej. Uformowane kształtki suszy się przez 24 godziny w temperaturze wzrastającej stopniowo do 140°C , a następnie praży się w temperaturze wzrastającej od 150°C do 450°C , przez 8 godzin. Otrzymany katalizator molibdenowo-kobaltowy zawiera 15,1% wagowych MoO_3 , 3,6% wagowych CoO oraz 81,3% wagowych $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{XH}_2\text{O}$.

Przykład II. Do 125 kg wysuszonego wodorotlenku glinu, zawierającego 5% wagowych SiO_2 dodaje się 148 kg kwaśnego roztworu związków molibdenu i niklu, przy czym zawartość pH roztworu wynosi 5, a temperatura roztworu 30°C . Roztwór ten stanowi 110 kg amoniakalnego roztworu zawierającego 14,5 kg MoO_3 , 23 kg sześciowodnego azotanu niklawego i 15 kg pięćdziesięcioprocentowego kwasu azotowego. Całość miesza się przez pół godziny dla uzyskania jednorodnej masy. Otrzymaną masę formuje się, suszy i praży jak w przykładzie I. Wytworzony katalizator molibdenowo-niklowy zawiera 12% wagowych MoO_3 , 4,9% wagowych NiO oraz 83,1% wagowych $(\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2)$.

Przykład III. Do 125 kg wysuszonego wodorotlenku glinu jak w przykładzie I dodaje się 148 kg roztworu o wartości $\text{pH} = 3,3$. Roztwór ten otrzymuje się przez zmieszanie 24 kg pięćdziesięcioprocentowego kwasu azotowego, 17,5 kg sześciowodnego azotanu kobaltowego i 106,5 kg amoniakalnego roztworu, zawierającego 13,5 kg MoO_3 . W trakcie sporządzania roztworu mieszalnik chłodzi się wodą, w celu utrzymania temperatury 25°C . Po zarobieniu roztworu z wodorotlenkiem glinu w mieszalniku zetowym, otrzymuje się jednorodną masę, którą formuje się, suszy i praży jak w przykładzie I. Otrzymany katalizator molibdenowo-kobaltowy zawiera 11,3% wagowych MoO_3 , 3,8% wagowych CoO oraz 84,9% wagowych $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{XH}_2\text{O}$.

Przykład IV. Do 125 kg wysuszonego wodorotlenku glinu jak w przykładzie I dodaje się 156 kg roztworu o wartości $\text{pH} = 6,5$. Roztwór ten otrzymuje się przez zmieszanie 16 kg pięćdziesięcioprocentowego kwasu azotowego, 17,9 kg sześciowodnego azotanu kobaltowego, 9 kg sześciowodnego azotanu niklawego i 113,1 kg amoniakalnego roztworu, zawierającego 13,8 kg MoO_3 . Dalsze operacje przeprowadza się tak, jak podano w przykładzie III. Otrzymany katalizator molibdenowo-kobaltowo-niklowy zawiera 11,7% wagowych MoO_3 , 4% wagowych CoO , 2% wagowych NiO i 82,3% wagowych $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{XH}_2\text{O}$.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania katalizatorów molibdenowo-kobaltowych, molibdenowo-niklowych i molibdenowo-kobaltowo-niklowych, polegający na peptyzacji wysuszonego wodorotlenku glinu roztworem związków molibdenu w kwasie azotowym, z n a m i e n n y t y m, że do masy uzyskanej po peptyzacji dodaje się roztwór związku kobaltu i/lub związku niklu, a następnie masę formuje się, suszy i praży.

2. Sposób wytwarzania katalizatorów molibdenowo-kobaltowych, molibdenowo-niklowych i molibdenowo-kobaltowo-niklowych, polegający na peptyzacji wysuszonego wodorotlenku glinu, a następnie formowaniu, suszeniu i prażeniu uzyskanej masy, z n a m i e n n y t y m, że wodorotlenek glinu peptyzuje się roztworem substancji aktywnych w kwasie azotowym, przy czym pH roztworu wynosi od 3 do 6,5, a temperatura roztworu wynosi poniżej 50°C .