



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101045669 B

(45) 授权公告日 2011.07.13

(21) 申请号 200710006317.6

US 2005/0209491 A1, 2005.09.22, [0023], [0030], [0026], [0033], [0028], [0027], [0035].

(22) 申请日 2007.02.01

US 6429338 B1, 2002.08.06, 第3栏第26-30行.

(30) 优先权数据

11/389,955 2006.03.27 US

审查员 刘广南

(73) 专利权人 催化蒸馏技术公司

地址 美国得克萨斯州

(72) 发明人 J·荣·刘

(74) 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限

责任公司 11219

代理人 郭国清 樊卫民

(51) Int. Cl.

C07C 5/10 (2006.01)

C07C 13/18 (2006.01)

B01J 23/835 (2006.01)

B01J 23/70 (2006.01)

(56) 对比文件

US 2005/0209491 A1, 2005.09.22, [0023], [0030], [0026], [0033], [0028], [0027], [0035].

权利要求书 1 页 说明书 8 页

(54) 发明名称

芳族化合物的氢化

(57) 摘要

一种氢化芳族化合物生产氢化环状化合物的方法,包括在压力和温度条件下,使氢和芳族化合物接触,以使氢和芳烃化合物在催化剂存在下反应,所述的催化剂包括沉积在过渡型氧化铝载体上的 4-14wt% 的 Ni 和 0.0- 最高达约 0.9wt% 的 Cu,所述过渡型氧化铝载体的 BET 表面积为约 40-180m²/g,孔体积约 0.3- 约 0.8cc/g 的,优选在沸点至少高于所述芳族化合物和氢化环状化合物 10° F 的溶剂存在下进行反应,比如氢化苯生产环己烷。

1. 一种氢化反应物流中的芳族化合物的方法,包括:在压力和温度条件下,在溶剂存在下使所述反应物流与氢接触,以使所述氢和芳族化合物在催化剂存在下反应得到氢化的环状化合物,

所述溶剂的沸点比待氢化的芳族化合物高至少 10°F ,

所述催化剂包括沉积在过渡型氧化铝载体上的 $4 \sim 14\text{wt}\%$ 的 Ni 和 $0.2 \sim 0.4\text{wt}\%$ 的 Cu,其中所述过渡型氧化铝载体的 BET 表面积为 $40 \sim 180\text{m}^2/\text{g}$,孔体积为 $0.3 \sim 0.8\text{cc/g}$,

其中所述催化剂包含选自 Ag 和 Ru 中的一种或多种改性剂。

2. 根据权利要求 1 的方法,其中所述催化剂的 Ni 含量为 $9 \sim 10\text{wt}\%$ 。

3. 根据权利要求 1 的方法,其中所述催化剂还包含选自 Re、Zn、Mo 和 Pd 中的一种或多种改性剂。

4. 根据权利要求 1 的方法,其中反应物流中的苯含量为 $1 \sim 60\text{wt}\%$,氢化的环状化合物包括环己烷。

5. 根据权利要求 1 的方法,其中所述溶剂占所述反应物流的 $10\text{--}90\text{wt}\%$ 。

芳族化合物的氢化

[0001] 发明背景

[0002] 发明领域

[0003] 本发明涉及一种氢化芳族化合物的方法,比如将苯氢化为环己烷,和所用的由最高达 0.9wt% 的 Cu 改性的负载镍催化剂。

[0004] 相关信息

[0005] 环己烷是制造尼龙产品的主要前体,正因如此,仍保持旺盛需求。环己烷最初通过直接分馏适当的原油炼油厂物流获得。现在,环己烷的主要部分从直接氢化苯获得。通常,反应在蒸气或混合相使用固定床反应进行。所述反应器温度控制在 350–500° F 之间。更高的温度可能导致对苯转化率的热力学限制,导致热裂化和副产物增加。通常,在加氢反应器流出物物流中的副产物量随着氢化温度或苯的转化率或随两者而增加。

[0006] Peterson 在 US 专利 2,373,501 中公开了将苯氢化为环己烷的液相方法,其中催化剂床的顶部与出口处之间保持温差,在所述催化床的顶部加入苯,在所述出口处引出基本纯的环己烷。所述温差源自于随苯浓度减少而越来越少的苯发生转化,引起反应释放的热量的变化。特别地,催化剂床的顶部比较低的催化剂床处于较高的温度。以与苯 / 环己烷逆流的方式提供氢。在所述反应器之内布置温控线圈,如果反应放出的热不够则保持所述温差,或如果释放太多的热则冷却所述床。Peterson 认识到虽然他的大多数反应在液相发生,但一部分苯和环己烷将被蒸发了,尤其是接近所述反应器顶部的苯和环己烷,在反应器的顶部苯浓度最高,转化率最高。提供回流冷凝器以冷凝可冷凝的物质,并将它们返回到所述反应器中。因此,通过冷凝整个反应中蒸发的反应物除去相当大部分的反应热。Peterson 保持液位高于催化剂床的最顶端,但是留出用于蒸气逸出到所述冷凝器的空间,在冷凝器处除去反应热。

[0007] Larkin 等人在 US 专利 5,189,233 中公开了另一种将苯氢化为环己烷的液相方法。然而,Larkin 等人利用高压(2500 磅 / 平方英寸)保持反应物处于液态。另外,Larkin 等人公开了使用随苯浓度降低活性逐渐更高的催化剂控制温度和不需要的副反应。

[0008] Hui 等人在 US 专利 4,731,496 中公开了用特定的催化剂将苯氢化为环己烷的气相方法。在其中报导的所述催化剂是负载在二氧化钛和二氧化锆混合物上的镍。

[0009] US 专利 6,750,374 公开了利用氢氢化苯的方法,所述的氢含高达约 15 摩尔%的杂质,比如一氧化碳和轻质烃,使用包括约 15–35wt% Ni 和约 1–15wt% Cu 的氧化铝负载催化剂。所述催化剂可以包含另外的元素比如 Mo, Zn, Co, Fe。

发明内容

[0010] 本发明涉及一种氢化芳族化合物的方法和用于所述方法的催化剂,所述的芳族化合物如苯,苯胺,萘,酚和苯聚羧酸酯,该方法通过在催化剂存在下氢化所述芳族化合物而实现,所述催化剂包括沉积在过渡型氧化铝载体上的 4–14wt% 的 Ni,优选 9–10wt% 的 Ni 和最高达约 0.9wt% 的 Cu,优选约 0.2–0.4wt% 的 Cu,所述过渡型氧化铝载体的 BET 表面积为约 40–180m²/g 和孔体积为约 0.3–约 0.8cc/g。所述芳族化合物的氢化有利地,在高沸点溶剂

的存在下进行。优选溶剂的沸点比待氢化的芳化合物和氢化的环状化合物高至少 10° F。使用高沸点溶剂的优点是得到较高的环己烷生产量,并使催化反应区温度保持在希望的范围内。不管所述镍催化剂是否用铜进行改性,所述高沸点溶剂可改进反应体系的生产能力。

[0011] 在环己烷的生产中,反应物流中的苯含量为 1-60wt%,优选 3-40wt%。所述氢气流可以是纯氢或可以包含最高达 5 摩尔%的包括一氧化碳的杂质。所述反应流中的其余组分可以是环己烷,高沸点溶剂或环己烷和高沸点溶剂的混合物。如果使用高沸点溶剂,所述溶剂可以占反应物流的 10-90wt%,优选 20-80wt%。可以从所述流出物再循环物流中回收所述高沸点溶剂,并再循环到加氢反应器中。在再循环溶剂物流中环己烷的含量可以为 0.0-80wt%,优选 0.5-30wt%。

[0012] 本发明同样涉及用于氢化芳族化合物以生产氢化环状化合物的铜改性的镍催化剂,所述催化剂包括沉积在过渡型氧化铝载体上的 4-14wt%的 Ni 和约 0.2-0.4wt%的 Cu,所述过渡型氧化铝载体的 BET 表面积为约 40-180m²/g,和孔体积为约 0.3-约 0.8cc/g。

[0013] 优选实施方式的详细说明

[0014] 本发明涉及在改进的负载于多孔载体上的铜改性镍基催化剂的存在下,芳族化合物比如苯,苯胺,萘和酚的催化氢化方法。苯的氢化得到环己烷。但是,来自催化反应器的氢化产品流包含其它不希望的副产物,比如戊烷,环戊烷,甲基环戊烷,正己烷和甲基环己烷。所述的产品物流通常包含痕量的苯,最高达约 200 重量 ppm。对于生产高纯度的环己烷,非常希望苯小于 10ppm。通常,在来自加氢反应器流出物物流中的副产物量随着氢化温度或苯的转化率或随两者而增加。尤其是,所述副产物的量在高于约 340° F 的氢化温度下迅速增加。苯胺的氢化得到环己胺。但是,不希望的副反应是脱氨基作用,形成二苯胺和三苯胺和不同的重质产品。本发明的优点是副产物减少,因此简单蒸馏氢化产品物流即可生产高纯度的环己烷产品。优选,所述环己烷产品包含按重量至多约 50ppm,优选至多 30ppm 的包括未转化的苯的杂质,不包括原料苯带来的杂质。所述加氢反应器流出物包含少量的环己烯。因为通过再循环反应器流出物或使用小的分离反应器,环己烯能容易地氢化为环己烷,而不会不产生大量的副产物,所以它不被认为是不希望的副产物。如果苯氢化在重质溶剂比如十氢化萘和癸烷存在下进行,本发明可显著改进环己烷的生产能力以及将来自催化反应区的产物环己烷物流中的总杂质减少到小于 10ppm。使用重质溶剂的另外的优点在于氢的循环基本更少。

[0015] 所述氢化反应可以在任何的物理设备中比如催化蒸馏塔,固定床反应器,沸点反应器,搅拌釜反应器,滴流床反应器或这些反应器的任意组合中进行。因为所述苯氢化反应是放热反应,所以对于常规的固定床操作氢化反应优选通过再循环反应器流出物物流以稀释新鲜的苯原料而进行,这样冲淡反应热。虽然对于催化蒸馏反应器再循环反应器流出物不是必要的,但可以选择如此进行。

[0016] 本发明催化剂优选包括 Ni 和 Cu,并任选包括一种或多种选自 Ag, Ru, Re, Zn, Mo 和 Pd 的元素,所述的元素沉积在包括过渡氧化铝的载体上,所述过渡氧化铝如 γ , κ , δ , θ 和 α 的结晶氧化铝,或包括其中选择的两种或三种的混合物。优选所述催化剂的镍含量为约 9-10wt%,优选的铜含量为约 0.2-0.4wt%。用于本发明的催化剂通过将镍和铜沉积在多孔载体上而制备。铜用于改善催化剂的活性和选择性。所述催化剂可以包含一种或多种选自 Ag, Ru, Re, Zn, Mo 和 Pd 的元素作为第二任选的改性剂。活性金属组分的沉积可以通

过任何一种技术比如初始浸渍,喷涂浸渍进行。优选载体的平均尺寸为约 0.5 毫米 – 约 3 毫米,优选约 1 毫米 – 约 2.5 毫米。

[0017] 所述过渡型氧化铝通过在大约 850– 约 1200°C 焙烧获得,并优选在 850–1200°C 焙烧之后具有以下物理性质: BET 表面积为约 40– 约 180m²/g, 优选为 50–120m²/g, 孔体积为约 0.3– 约 0.8cc/g。所述过渡型氧化铝是 δ , θ , κ 结晶氧化铝,或来自 γ , κ , δ , θ 和 α 的两种或三种组成的混合物。

[0018] 在本发明中优选的氧化铝的物理形状可以是任何形状比如球状,挤出物,小球状和颗粒,优选直径小于约 1/4 英寸,优选 1/8 英寸,和小于约 1/2 英寸长,并优选小于 1/4 英寸长的挤出物或小球状。

[0019] 通过一个或多个浸渍步骤可以将镍沉积在载体上。通过将镍化合物或有机镍化合物溶解在有机溶剂或水中制备镍化合物的溶液。所述镍化合物的例子有镍盐,比如硝酸镍或有机金属镍化合物,比如乙酸镍,甲酸镍,乙酰基丙酮酸镍和醇镍。在 200°C –600°C, 优选 250°C –500°C 的温度范围下干燥和焙烧浸渍的产品。

[0020] 当所述苯的氢化是在沸点模式下操作的固定床反应器中或在催化蒸馏反应器中进行时,利用氢化反应的热来蒸发产品环己烷。蒸发的结果是氢化反应区的内部冷却。来自催化蒸馏反应器的塔顶蒸气物流包括环己烷和氢,所述的催化蒸馏反应器在存在高沸点溶剂或不存在高沸点溶剂的条件下操作。

[0021] 对照实施例 1

[0022] 测试工业用的 28wt% Ni 催化剂 (1.2 毫米直径的三叶挤出物) 氢化苯。该催化剂的氧化铝载体的晶形是 γ -氧化铝。该催化剂的物理性质是 BET 为 113m²/g, 总氮孔体积为 0.43cc/g, 平均孔径为 15 纳米。将 50 克所述催化剂装填在垂直安装的上流式不锈钢固定床反应器 (1 英寸直径 × 20 英寸长) 中。在催化剂区的每一端安置两个热电偶以控制反应器温度。所述催化剂由制造商提供,为活化和钝化形式,推荐在 482° F 氢气流中再活化。所述催化剂在 250° F 下在 300cc/min 的气流中再活化 1.5 小时,所述气流为氮气中 33 体积%的氢气,然后在 575° F 下在 350cc/min 的纯氢气流中再活化 5 小时。苯的氢化在不同的条件下进行。所述结果列于表 1 中。

[0023] 表 1

[0024]	温度° F	300	320	340	340	350
	360					
[0025]	压力, psig	250	250	250	250	250
[0026]	苯进料速度, ml/min	6	6	11.2	6	6
[0027]	苯转化率, %	18.21	20.21	21.59	17.71	18.41
	17.86					
[0028]	环己烷和环己烯的选择性, m%	99.95	99.87	99.91	99.84	99.84
	99.82					
[0029]	每 100%					
[0030]	结合中环己烷和					
[0031]	环己烯的副产品, wt.					
[0032]	ppm					

[0033]	环戊烷	439	1114	644	1296	1359
	1520					
[0034]	甲基环己烷	0	0	7	0	0
[0035]	己烷	0	0	7	0	0
[0036]	甲基环戊烷	692	1306	472	1546	1669
	1881					
[0037]	副产品总量	1131	2420	1130	2842	3028
	3401					
[0038]	环己烯	854	165	1661	1201	1309
	2056					
[0039]	实施例 2					
[0040]	将圆球形的 γ -氧化铝（直径 1.68 毫米）载体在 1100℃焙烧 3 小时。焙烧之前氧化铝小球的 BET 表面积为 145m ² /g,总氮体积为 0.925cc/g,平均孔径为 21.6 纳米。在焙烧之后,氧化铝小球的直径变为 1.45 毫米,BET 为 56m ² /g,总氮孔体积为 0.701cc/g,平均孔径为 36.2 纳米。其 X-光衍射表明大部分为 θ -氧化铝,有微量的 δ -氧化铝。					
[0041]	通过在 25.95 克水中溶解 86.5 克的 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$ 制备硝酸镍和硝酸铜的混合溶液。将 300 克的焙烧氧化铝放置在旋转浸渍设备中。该混合溶液通过使用液体喷雾器在约 15 分钟内在旋转浸渍设备内部喷雾到旋转的氧化铝小球上。通过吹入约 200℃的热空气干燥所述旋转浸渍设备中的内容物。所述干燥产品在 350℃焙烧 2 小时。					
[0042]	通过在 19.5 克水中溶解 65 克的 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 1.8 克的 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$ 制备第二混合溶液。以类似第一浸渍的方式在第一浸渍产品上实施第二浸渍。所述干燥的浸渍产品在 380℃焙烧 2 小时。					
[0043]	基于使用的材料量,成品催化剂将包含 9.22wt% 的 Ni 和 0.35wt% 的 Cu。在显微镜下观察所述催化剂小球表明,所述活性金属组分沉积在小球的外层。平均层厚度大约 0.33 毫米。该催化剂的物理性质是 60m ² /g,总氮孔体积为 0.56cc/g 和平均孔径为 39 纳米。将 50 克的该催化剂装填在与对照实施例 1 中使用的相同反应器中。所述催化剂在 250° F 在 300cc/min 的气流中活化 1.5 小时,所述气流为氮气中 33 体积%的氢气,然后各自在 670° F 和 770° F 的温度下通过 350cc/min 的纯氢气活化 3 小时。所述苯的氢化在不同的条件下进行。结果列于表 2 中。如表 2 所示,来自反应器的氢化反应产物物流不含任何可检测出量的副产物。该催化剂的性能优于常规的镍催化剂。					
[0044]	表 2					
[0045]	温度° F	300	320	320	340	340
	360					
[0046]	压力,psig	250	250	250	250	250
	250					
[0047]	苯进料速度,	6	6	11.2	11.2	6
[0048]	ml/min					
[0049]	苯	24.45	18.69	28.28	21.48	25.59
	19.44					

[0050]	转化率, %							
[0051]	选择性		100	100	100	100	100	100
[0052]	(环己烷和							
[0053]	环己烯), m%							
[0054]	产物流中的副产品							
[0055]	基于 100% 结合							
[0056]	和环己烯 wt. ppm							
[0057]	环戊烷		0	0	0	0	0	0
[0058]	甲基环己烷		0	0	0	0	0	0
[0059]	己烷	0	0	0	0	0	0	0
[0060]	甲基环戊烷	0	0	0	0	0	0	0
[0061]	副产物总和	0	0	0	0	0	0	0
[0062]	环己烯	1613	4734	1285	2088	1549	3115	2235
[0063]	实施例 3							
[0064]	根据 US 公开 2005-0033099-A 制备镍催化剂。γ-氧化铝 (直径 1.3 毫米的三叶挤出物) 在大约 1000°C 在空气中焙烧 3 小时。所述 γ-氧化铝的 BET 为 252m²/g, 总氮孔体积为 0.571cc/g 和平均孔径为 8.85 纳米。通过将 183.6gNi(NO₃)₂·6H₂O 溶解在 295 克水中制备硝酸镍溶液。将 300g 所述煅烧的氧化铝载体放置在旋转浸渍设备中, 然后将硝酸镍溶液倒在旋转浸渍设备中的翻滚的氧化铝挤出物上。在 15 分钟冷轧之后, 旋转浸渍设备中的内容物在大约 200°C 通过将热空气鼓入旋转式干燥器中进行干燥。所述干燥产品在 380°C 下焙烧小时。基于用于制备该催化剂的硝酸镍的量, 成品催化剂在氧化铝载体上将具有 11wt% 的 Ni。所述成品催化剂物理性质的测定表明 BET 表面积为 133m²/g, 总氮孔体积为 0.622cc/g 和平均孔径为 18.6 纳米。							
[0065]	将 50 克该催化剂装填在与对照实施例 1 中使用的相同反应器中。所述催化剂以与实施例 2 相同的方式活化。苯的氢化在不同的条件下进行。结果列于表 3 中。比较表 3 中该催化剂的性能数据和表 1 中的对照实施例 1 的性能数据, 表明该催化剂的性能优于常规的镍催化剂, 尽管它没有在实施例 2 中的催化剂的性能数据一样好。							
[0066]	表 3							
[0067]	温度° F	300	320	340	340	350	360	
[0068]	压力, psig	250	250	250	250	250	250	
[0069]	苯进料速度, ml/min	6	6	11.2	6	6	6	
[0070]	苯转化率, %	18.92	28.28	21.48	25.59	14.34	19.44	
[0071]	选择性	100	100	99.97	99.94	99.95	99.97	
[0072]	(环己烷和							
[0073]	环己烯), m%							
[0074]	产物物流中的副产品							
[0075]	基于 100% 结合的							
[0076]	环己烷和环己烯, wt.							

[0077]	ppm						
[0078]	环戊烷	0	0	225	493	386	273
[0079]	甲基环己烷	0	0	0	0	0	0
[0080]	己烷	0	0	0	0	0	0
[0081]	甲基环戊烷	0	0	0	0	0	0
[0082]	副产物总和	0	0	225	493	386	273
[0083]	环己烯	555	846	890	565	765	1846
[0084]	实施例 4						

[0085] 该实施例说明在没有重质溶剂的情况下,利用循环反应器流出物进行苯的氢化。但是,被送到反应器的原料包括新鲜的苯原料和反应器流出物物流——环己烷。该试验说明氢化送去氢化的混合原料流,其中所述混合的原料表示通过混合 1 重量份的新鲜的苯和 3 重量份的反应器流出物循环蒸汽获得的物流。

[0086] 将与实施例 2 相同的催化剂 (50 克) 装填在与对照实施例 1 使用的相同反应器中。以与实施例 2 相同的方式活化催化剂。制备苯和环己烷的原料混合物。所述原料的组成是 0.11wt% 的轻物质, 25.41wt% 的苯和 74.48wt% 的环己烷。所述苯的氢化在不同的条件下进行。所述原料和产品流中的杂质用痕量分析方法分析。结果列于表 4 中。产品流中的杂质大部分来源于原料中的杂质。根据本发明在苯氢化期间产生的不同的杂质所有结合的总量小于 10ppm。可以强制使苯的转化率达到这样高的程度,使得反应器流出物物流中的苯含量可以被减少到小于 35wtppm。该实施例表明可以得到极其高的苯转化率 (> 99.99%), 同时环己烷选择性相当于约 99.999 摩尔%。在表 4 中的右边两栏的两种条件下环己烷的生产能力为每 kg 催化剂为 29.2 和 31.8m/fur。这证明与

[0087] 现有技术相比实施例 1 具有优异的催化剂性能。

[0088] 表 4

[0089]	入口温度° F	144	158	145	160	159	160
[0090]	出口温度° F	299	329	310	300	322	322
[0091]	压力, psi	230	230	230	230	230	230
[0092]	H ₂ 速率, cc/min	155	185	287.5	340	500	500
[0093]	单一进料的流速, ml/min	6	6	11.2	11.2	9.6	10.5
[0094]	WHSV, hr ⁻¹	5.8	5.8	10.8	10.8	9.2	10.1
[0095]	苯转化率, %	77.26	99.81	74.21	83.26	100	99.99
[0096]	环己烷生产率 (m/hr/kg)					29.2	31.8
[0097]	痕量分析 (wtppm) 进料						
[0098]	异戊烷	1.7	1.2	1.9	0.9	1.0	1.9
[0099]	甲基戊烷	12.5	12.0	14.3	12.7	13.1	10.9
[0100]	戊烷	1.3	1.9	1.6	1.6	1.8	1.8
[0101]	环戊烷	5.9	8.1	6.4	7.2	7.4	5.8
[0102]	己烷	13.5	13.3	15.3	13.9	14.0	12.5
[0103]	甲基环戊烷	11.1	12.4	13.1	12.1	12.2	10.8
[0104]	苯	5.78*	0.05*	6.59*	4.27*	9.9	34.2

[0105]	环己烷	-	-	-	-	-	-
[0106]	环己烯	4.7	14.8	5.5	24.9	4.8	4.5
[0107]	甲基环己烷	7.2	8.9	7.6	8.7	9.4	9.3
[0108]	甲苯	3.1	3.2	3.2	2.3	1.7	0

[0109] *重量%

[0110] 实施例 5

[0111] 该实施例说明在十氢化萘作为高沸点溶剂存在下苯的氢化,其中苯转化为环己烷的转化率接近 100%。

[0112] 将实施例 2 制备的 50 克催化剂装填在与对照实施例 1 中使用的相同反应器中。所述催化剂以与实施例 2 相同的方式活化。所述原料是 0.44wt% 的轻物质, 25.26wt% 的苯和 74.30wt% 十氢化萘的混合物。在所述原料中沸点温度接近环己烷总的结合杂质平均大约为 14.8ppm。苯的氢化在不同的条件下进行。用通常的 gc 分析法和痕量 gc 分析法分析所述原料和产品物流中的杂质。结果列于表 5 中。在不同的条件下产品中的杂质大部分来源于原料中的杂质。根据本发明,在苯氢化期间产生的所有不同杂质结合的总量基于 100% 环己烷小于 4wtppm。在给定的苯的进料速度下,通过调节加入加氢反应器中氢的流速,在产品物流中痕量的苯可以被减少到在产品环己烷中小于 2ppm。

[0113] 在任何产品物流中均意想不到地没有发现痕量的环己烯。环己烷的生产率至少高于实施例 4 中在没有高沸点溶剂的情况下实施氢化的生产率的 40%。

[0114] 表 5

[0115]	入口温度° F		218	220	219	220
[0116]	出口温度° F		322	330	328	333
[0117]	压力, psig		230	230	230	230
[0118]	H ₂ 速率, cc/min		400	430	385	405
[0119]	单一进料的流速, ml/min		15	15	13	13
[0120]	WHSV, hr ⁻¹		16	16	13.9	13.9
[0121]	苯转化率, %		100	100	100	100
[0122]	环己烷生产率 (m/hr/kg)		50.9	50.9	44.2	44.3
[0123]	痕量分析 (wt ppm)	进料				
[0124]	异戊烷		1.0	1.4	1.2	1.6
[0125]	戊烷		1	0.3	0.3	0.3
[0126]	环戊烷		0	0.6	0.4	0.3
[0127]	己烷		5.0	0.4	0.3	1.3
[0128]	甲基环戊烷	1.1	0.6	0.4	0.4	0.4
[0129]	苯	-	14.9	5.1	0.3	0.3
[0130]	环己烷	-	-	-	-	-
[0131]	环己烯	0.2	0	0	0	0
[0132]	甲基环己烷	4.7	7.0	6.7	6.7	6.5
[0133]	甲苯	2.1	0	0	0	0
[0134]	实施例 6					

[0135] 该实施例说明在癸烷作为高沸点溶剂存在下苯的氢化。苯的转化率高到以致产品物流中苯含量接近于检测不到的水平。

[0136] 将在实施例 2 中制备的 50 克催化剂装填在与对照实施例 1 使用的相同反应器中。所述催化剂以与实施例 2 相同的方式活化。所述原料是 0.10wt% 轻物质, 30.26wt% 的苯和 69.64wt% 的癸烷的混合物。在所述原料中沸点温度接近环己烷总的结合的杂质 (不包括苯) 平均大约为 5.77ppm。苯的氢化在不同的条件下进行。所述原料和产品物流中的杂质用通常的 gc 分析法和痕量 gc 分析法进行分析。所述结果列于表 6 中。在不同的条件下产品中的杂质大部分来源于原料中的杂质。根据本发明, 在苯氢化期间产生的所有不同的杂质结合的总量基于 100% 环己烷大约为 11ppm。环己烷的生产率与在实施例 4 中在没有高沸点溶剂存在下实施氢化情况的生产率相当或更好。

[0137] 表 6

[0138]	入口温度° F	165	165	164	
[0139]	出口温度° F	335	327	334	
[0140]	压力, psig	230	230	230	
[0141]	H ₂ 速率, cc/min	400	400	450	
[0142]	单一进料的流速, ml/min	9	8.5	10	
[0143]	WHSV, hr ⁻¹	9.6	8	11	
[0144]	苯转化率%	100	100	100	
[0145]	环己烷生产率 (m/hr/kg)	36.4	32.6	40.5	
[0146]	痕量分析 (wt ppm) 进料				
[0147]	异戊烷	0.2	0.2	0.3	0.2
[0148]	环戊烷	0.1	0.9	1.0	0.9
[0149]	甲基戊烷	< 0.1	0.1	0.2	< 0.1
[0150]	己烷	0.2	0.9	1.0	0.5
[0151]	甲基环戊烷	1.7	2.4	2.4	2.0
[0152]	苯	—	0.02	< 0.01	0.02
[0153]	环己烷	2.5	—	—	—
[0154]	环己烯	< 0.1	1.4	1.3	0
[0155]	甲基环己烷	2.3	4.6	4.4	4.5
[0156]	甲苯	1.7	0	0	0