



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

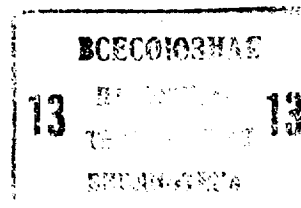
(19) **SU** (11) **1299485 A3**

(51)4 В 01 J 37/24, 29/32, 29/34

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ



- (21) 3631450/23-04
- (22) 25.04.83
- (31) 8201716
- (32) 26.04.82
- (33) NL
- (46) 23.03.87. Бюл. № 11
- (71) Шелл Интернэшнл Рисерч Маатсхап-пий Б.В. (NL)
- (72) Якобус Йоханнес Леонардус Хей-нерман (NL)
- (53) 66.097.3(088.8)
- (56) Патент США № 4022684, кл. 208-111, опублик. 1977.
- (54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КАТАЛИЗАТОРА ДЛЯ ГИДРОИЗОМЕРИЗАЦИИ ПЕНТАНА
- (57) Изобретение касается каталитической химии, в частности получения катализатора (КТ) для гидроизомеризации пентана, который может быть ис-

пользован в нефтехимии. Повышение активности КТ достигается дополни- тельной обработкой исходной основы КТ. Получение КТ ведут обработкой палладийсодержащего никельзамещен- ного алюмосиликата - микамонтморил- лонита (МН) 15-25%-ным раствором HCl в количестве 0,75-1,3 от объема пор МН с последующей сушкой и прока- ливанием. Исходный алюмосиликат об- рабатывают $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ni}$ в среде деи- онизированной воды, а затем NH_4F при нагревании до 295°C в автоклаве 67ч. Испытание КТ при гидроизомери- зации пентана показывают, что он обеспечивает более высокую степень превращения пентана при одинаковой селективности, т.е. 67 и 97% против 60 и 97% в известном случае. 1 табл.

(19) **SU** (11) **1299485 A3**

Изобретение относится к производству катализаторов на основе алюмосиликатов для гидроизомеризации пентана.

Цель изобретения - получение катализатора с повышенной активностью за счет дополнительной обработки палладийсодержащего никельзамещенного микамонтмориллонита раствором хлористоводородной кислоты определенной концентрации при определенных условиях.

Пример 1. Получение каталитически активного силиката металла. 119,0 г окиси кремния-окиси алюминия, содержащей 21,6 мас.% Al_2O_3 и 13,8 мас.% воды в расчете на общую массу, диспергируют в 220 г деионизованной воды. Добавляют 195,3 г ацетата никеля при перемешивании в полученную пульпу, которую затем выпаривают до объема 330 мл. После добавления 10,38 г фторида аммония при перемешивании пульпу нагревают до 295°C в автоклаве в течение 3 ч и выдерживают при этой температуре 64 ч. Автоклав охлаждают до комнатной температуры за 5 ч и полученный продукт отфильтровывают, промывают и высушивают при 120°C. Выход составляет 162 г сухого материала. Таким образом, полученный никельзамещенный синтетический слюдяной монтмориллонит (Ni-SMM) имеет следующий состав на элементарную ячейку (рассчитанный из рентгеновского и химического анализов), %: октаэдрический ($Al_{1,08} Ni_{4,38}$) тетраэдрический ($Si_{6,62} Al_{1,38}$)/ O_{20} (OH) $_{3,24}$ F $_{0,76}$ (NH $_4$) $_{1,38}$.
Суспенсируют 3 г высушенного Ni-SMM в растворе, содержащем 53 мг Pd(NH $_3$) $_4$ Cl $_2$ в 100 мл воды, и перемешивают 16 ч с последующей промывкой продукта 50 мл воды, фильтрацией и сушкой при 120°C в течение 16 ч. Полученный продукт, содержащий 0,7 мас.% палладия, подвергают "сухому" пропитыванию 18,5%-ным раствором HCl в количестве, равном объему его пор. После этого силикат содержит 13,0 мас.% хлора. Потом его сушат в течение получаса при 120°C и отжигают 1 ч при 540°C. Полученный таким образом катализатор А содержит 0,59 мас.% хлорида.

Пример 2. Катализатор В готовят пропитыванием 3 г высушенного Ni-SMM, содержащего 0,7 мас.% палладия, в том виде, как его используют

для приготовления катализатора А, 0,75-кратным от его объема пор объемом 25%-ного раствора хлористоводородной кислоты. После высушивания и прокаливания получают катализатор В, содержащий 0,6 мас.% хлора.

Пример 3. Катализатор С, содержащий 0,54 мас.% хлора, готовят пропитыванием описанного катализатора, содержащего палладий Ni-SMM, 15%-ным раствором хлористоводородной кислоты в количестве, равном 1,3-кратному объему его пор, с последующим высушиванием и прокаливанием.

Пример 4. Катализатор Д получают аналогично, но без пропитки соляной кислотой и последующей сушки. Катализатор содержит менее 0,05 мас.% хлора.

Гидроизомеризация пентана. Эксперименты по гидроизомеризации пентана выполняют в микропроточном трубчатом реакторе длиной 35 см и внутренним диаметром 1 см, содержащем 2 г частиц катализатора (ситовая фракция 0,18 - 0,59 мм).

Перед использованием в каталитическом превращении углеводородов в реакторе изомеризации описанные в примерах 1-4 катализаторы подвергают гидрообработке при давлении 1 бар и 343°C в течение 16 ч.

После активации катализатора водородом при 343°C в трубчатом реакторе температуру последнего снижают до 250°C и предварительно высушенный нормальный пентан подают вместе с чистым водородом и пропускают над катализатором.

Условия реакции гидроизомеризации: температура 250°C, общее давление 30 бар, молярное отношение водород / n-пентан 1,25, объемная скорость пентана 2 г/г катализатора · ч.

Поток продукта непрерывно анализируют при помощи газожиждкостной хроматографии. Результаты представлены в таблице.

Катализатор	Конверсия, n-C $_5$, мас.%	Селективность, мас.%		Степень превращения $\frac{i-C_5}{i-C_5+n-C_5} \times 100$
		К i-C $_5$	К крекингу	
А	67	97	3	66
В	67	97	3	66
С	67	97	3	66
Д	60	97	3	59

Таким образом, при гидроизомеризации пентана катализаторы А, В и С, обработанные соляной кислотой, показывают более высокую степень превращения при неизменной селективности.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ получения катализатора для гидроизомеризации пентана на основе палладийсодержащего никельзамещенного алюмосиликата - микамонтмориллонита, включающий обработку алюмосили-

ката соединением никеля, промывку, сушку, последующую обработку соединением палладия, промывку, сушку, отличающийся тем, что, с целью получения катализатора с повышенной активностью, палладийсодержащий никельзамещенный микамонтмориллонит дополнительно обрабатывают 15-25%-ным раствором хлористоводородной кислоты в количестве 0,75-1,3 объема пор микамонтмориллонита с последующей сушкой и прокаливанием.

Редактор О. Бугир Составитель Н. Путова
 Техред А.Кравчук Корректор М. Шароши

Заказ 903/62 Тираж 511 Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
 по делам изобретений и открытий
 113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-полиграфическое предприятие, г. Ужгород, ул. Проектная, 4.