



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

215 703

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 08 02 79
(21) PV 888-79

(51) Int. Cl.³

B 01 J 23/94

// C 07 C 87/52

(40) Zveřejněno 31 07 81
(45) Vydáno 15 03 84

(75)
Autor vynálezu

PEXIDR VÁCLAV ing.CSc.,
PAŠEK JOSEF doc. ing.CSc.,
DVOŘÁK BOHUMÍR ing.CSc., PRAHA

LUBOJACKÝ JAROMÍR ing., JISTEBNÍK
PAVLAS PAVEL ing.,
ROZINEK RADOVAN ing., OSTRAVA

(54) Způsob reaktivace měděného katalyzátoru

Vynález se týká způsobu reaktivace měděného katalyzátoru, vhodného především pro hydrogenaci nitrobenzenu na anilin v plynné fázi na pevném loži katalyzátoru. Podstata reaktivace směsí kyslíku a inertního plynu spočívá v tom, že se provádí při teplotě 180 až 230 °C po dobu 10 minut až 4 hodin. Reakci lze provádět opakovaně, poprvé během první čtvrtiny životnosti katalyzátoru.

Vynález se týká způsobu reaktivace měděného katalyzátoru, vhodného především pro hydrogenaci nitrobenzenu na anilin v plynné fázi na pevném loži katalyzátoru.

Při hydrogenaci nitrobenzenu na anilin na měděných nosičových katalyzátorech dochází k deaktivaci katalyzátoru. Tento děj je důsledkem tvorby vedlejších vysokomolekulárních produktů reakce, které postupně blokují aktivní povrch katalyzátoru, snižováním aktivního povrchu mědi sintrací nebo působením katalytických jedů přítomných v reakční směsi, která vstupuje na katalyzátor. Rychlost deaktivace závisí na podmínkách, které panují v reaktoru, a na čistotě vstupující reakční směsi. Na rychlosti deaktivace závisí životnost katalyzátoru a jeho měrná spotřeba.

Aktivitu katalyzátoru lze částečně obnovit regenerací, která spočívá v tom, že na katalyzátor se vede směs kyslíku a inertu při teplotě 300 až 400 °C nebo se ještě na katalyzátor působí vodní parou. Tím dojde k oxidaci a k odstranění vysokomolekulárních úsad.

Výsledný efekt regenerace silně závisí na vlastnostech katalyzátoru. Je-li katalyzátor málo pevný, dojde k jeho rozpadu, což má nepříznivý důsledek na výrazném vzrůstu tlakové ztráty reaktoru. Oxidace povrchových úsad probíhá při vysoké teplotě, což často vede k sintraci mědi. Regenerace vyžaduje složité a nákladné zařízení. Musí se provádět po dlouhou dobu a protože měď se převede do formy oxidů, musí potom následovat ještě dlouhodobá redukce oxidů na měď.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob reaktivace katalyzátoru směsí kyslíku a inertního plynu na pevném loži katalyzátoru podle vynálezu. Jeho podstata spočívá v tom, že reaktivace probíhá při teplotě 180 až 230 °C po dobu 10 minut až 4 hodin.

Reaktivace se může provést několikrát během pracovního cyklu katalyzátoru, tj. v době mezi nasazením čerstvého katalyzátoru a jeho vyjmutím z reaktoru. Prvou reaktivace je výhodné provést v první čtvrtině předpokládané délky pracovního cyklu, další potom v závislosti na distribuci teploty v katalytické vrstvě. Jestliže se první reaktivace provede za příliš dlouhou dobu od nasazení katalyzátoru, nemusí být dosaženo požadovaného efektu nebo se dosáhne jen efektu malého. Prvou reaktivací, pokud se provádí směsí kyslíku a inertu, je vhodné zahájit s koncentrací 0,5 až 2 % obj. kyslíku v plynu a dokončit s koncentrací 2 až 21 % obj. Další reaktivace je možno zahájit s koncentrací vyšší než 2¹/₂ % obj., ne však vyšší než 5 % obj.

Způsob regenerace katalyzátoru podle vynálezu nevyžaduje zvláštní zařízení kromě možnosti přívodu vzduchu do reaktoru, dále není nutné pracovat při podmínkách, které jsou příliš odlišné od normálních podmínek při hydrogenaci nitrobenzenu, přičemž rozpad katalyzátoru je jen částečný, takže tlaková ztráta reaktoru vzroste po reaktivaci podstatně méně než při regeneraci. Doba potřebná pro provedení reaktivace je mnohem kratší než při regeneraci, a následující redukce oxidů na měď je rovněž podstatně kratší.

Všechny tyto uvedené výhody způsobu podle vynálezu umožňují prodloužení životnosti katalyzátoru a snížení jeho měrné spotřeby při současných úsporách energie, pracovních sil a zvýšení roční výroby oproti způsobu vedení procesů bez reaktivace nebo s regenerací katalyzátoru.

Způsob regenerace katalyzátoru podle vynálezu je blíže objasněn v následujícím příkladu provedení:

Hydrogenace nitrobenzenu probíhá 200 hodin od nasazení čerstvého katalyzátoru. V této době je zatížení katalyzátoru v reaktoru 500 g nitrobenzenu na 1 kg katalyzátoru, teplota chladicí lázně 210 °C, molární poměr hydrogenační plyn : nitrobenzen je 12 : 1 a celkový tlak 0,20 MPa.

Hydrogenace se přeruší zastavením nástřiku nitrobenzenu do reaktoru, zatímco vodík prochází reaktorem dále. Reaktor se propláchne vodní parou, čímž desorbuje většinu anilinu z katalyzátoru. Postupně se připouští do plynu dusík a snižuje se dávkování vodíku do plynového okruhu. Při neustálé cirkulaci plynů se přívod vodíku do cirkulačního okruhu zastaví. Přitom se udržuje teplota chladicí lázně reaktoru a tlak na hodnotách jako při hydrogenaci. Jakmile klesne obsah spalitelných látek v cirkulujícím plynu pod 0,3 %, začne se do cirkulačního okruhu plynů připouštět vzduch a to v takovém množství, že obsah kyslíku v plynu je 2 % obj. Při této koncentraci se provádí reaktivace 2 hodiny a poté se zvýší koncentrace kyslíku na 10 % obj. a to na dobu 0,5 hodiny. Přívod vzduchu se potom zastaví, připouští se dále jen dusík a kontroluje se obsah kyslíku v plynu. Jakmile klesne pod 0,3 obj. začne se dávkovat do plynu vodík a to tak, aby jeho koncentrace v plynu byla zpočátku maximálně 5 % obj. Postupně se jeho obsah v plynu zvyšuje až na koncentraci, která je běžná při hydrogenaci nitrobenzenu. Potom se zahájí dávkování nitrobenzenu. Celá operace od zastavení nástřiku nitrobenzenu až do jeho opětovného spuštění trvá 14 hodin. Tlaková ztráta po reaktivaci při stejných podmínkách hydrogenace jaké byly před reaktivací stoupne o 10 % původní hodnoty.

Reaktivace popsaná v prvním odstavci tohoto příkladu se provede znovu po 600 hodinách a po 1 200 hodinách provozu katalyzátoru způsobem, který se liší od předchozího pouze v tom, že při těchto reaktivacích se zvýší koncentrace kyslíku v konečném stádiu až na 21 % obj.

Životnost katalyzátoru se tímto způsobem prodlouží o 30 % oproti vedení hydrogenace bez reaktivace.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob reaktivace měděného katalyzátoru pro hydrogenaci nitrobenzenu směsí kyslíku a inertního plynu na pevném loži katalyzátoru, vyznačující se tím, že se reaktivace provádí při teplotě 180 až 230 °C po dobu 10 minut až 4 hodin.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se reaktivace provádí opakovaně, poprvé během první čtvrtiny životnosti katalyzátoru.