

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

64912

Patent dodatkowy
do patentu 51530

Zgłoszono: 22.V.1969 (P 133 758)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15.V.1972

Kl. 12q,3

MKP C07c 85/12

UKD

Współtwórcy wynalazku: Dominik Nowak, Wojciech Jerzykiewicz, Ludwik Frychel, Stefan Punko

Właściciel patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej, Blachownia Śląska (Polska)

Sposób wytwarzania katalizatora nikłowego do uwodornienia nitryli alifatycznych do amin alifatycznych

1

Sposób wytwarzania katalizatora do uwodornienia nitryli alifatycznych do amin alifatycznych według patentu nr 51530 polega na redukcji mrówczanu niklu w temperaturze 230—280 °C w atmosferze wodoru. Redukcji poddaje się mrówczan niklu, uprzednio rozpuszczony w stężonym roztworze wodno-amoniakalnym i następnie wysuszony w suszarce rozpyłowej lub ponownie wytrącony stężonym kwasem mrówkowym i wysuszony.

W przedstawionym opisie patentowym redukcję mrówczanu niklu prowadzono w piecu w atmosferze wodoru i w temperaturze 230—280 °C. W tych warunkach miało miejsce częściowe utlenienie katalizatora śladami tlenu zawartego w azocie. Następowaly również miejscowe przegrzania oraz istniała możliwość nierównomiernego rozkładu mrówczanu w związku z różną temperaturą w zależności od wysokości warstwy mrówczanu niklu. W rezultacie otrzymywano katalizator o niepowtarzalnych własnościach i zmniejszonej aktywności.

W podanych w opisie patentowym przykładach czas uwodornienia jednej szarży wynosił 2,5 godz. w temperaturze 150—180 °C pod ciśnieniem 20—25 atn.

Celem wynalazku było otrzymanie katalizatora o większej aktywności i właściwościach powtarzalnych niezależnych od miejscowych przegrzań, nierównej wysokości warstwy, nierównomiernego rozkładu mrówczanu itp. przyczyn przypadkowych.

Według wynalazku mrówczan niklu rozpuszczony

2

w stężonym roztworze wodnym amoniaku, prze-
myty i wysuszony w suszarce rozpyłowej poddaje
się redukcji po sporządzeniu jego zawiesiny w wyż-
szym nitrylu lub aminie alifatycznej w temperatu-
rze 240—250 °C przepuszczając wodór. W wyniku
tych operacji otrzymuje się subtelnie sproszkowa-
ną masę katalityczną zawieszoną w nitrylach lub
aminach wykazującą wzrost aktywności w stosunku
do katalizatora otrzymanego w piecu o około 100%.
Czas uwodornienia jednej szarży dla katalizatora
otrzymanego w nitrylach wynosi 1,25 godz. w tem-
peraturze 150—160°C pod ciśnieniem 20—25 atn.

Przykład I. 100 g mrówczanu niklu rozpusz-
cza się w 170 ml stężonego roztworu wodno-amoniakalnego, filtruje się i poddaje suszeniu w suszarce rozpyłowej w strumieniu gorącego powietrza na wlocie 250°C i na wylocie 120°C. Otrzymany mrówczan niklu umieszcza się w 300 g nitrylu stearynowego i mieszając sporządza jednorodną zawiesinę. Mieszaninę mrówczanu niklu i nitrylu stearynowego podgrzewa się do temp. 160°C a następnie przepuszczając wodór z szybkością 0,75 l/min podgrzewa do temperatury 240—250 °C zwiększając dozowanie wodoru do jednego litra /min. W temperaturze 240—250 °C utrzymuje się mieszaninę w ciągu 1 godz. Otrzymuje się 30 g aktywnej masy katalitycznej zawieszanej w nitrylach. W takiej postaci katalizator może być przechowywany przez okres kilku miesięcy.

Przykład II. 100 g mrówczanu niklu rozpuszcza się w 170 ml stężonego roztworu wodno-amoniakalnego i filtruje. Otrzymany roztwór amoniakalny wprowadza się kroplami do 170 ml 80% kwasu mrówkowego równocześnie mieszając. Wytrąca się osad mrówczanu niklu, który odsącza się i przemywa wodą oraz suszy w temperaturze 100—120 °C. Otrzymany mrówczan niklu umieszcza się w 300 g okta-decyloaminy i mieszając sporządza jednorodną zawiesinę. Mieszaninę mrówczanu niklu i okta-decyloaminy podgrzewa się do temperatury 160°C, a następnie przepuszczając wodór z szybkością 0,75 l/min podgrzewa do temperatury 230—250 °C, zwiększając dozowanie wodoru do 1 l/min. W temperaturze 240—250 °C utrzymuje się mieszaninę w ciągu 1 godz. Otrzymuje się 30 g aktywnej masy zawieszanej w aminie.

Przykład III. 100 g mrówczanu niklu rozpuszcza się w 160 ml stężonego roztworu wodno-amoniakalnego, filtruje się i poddaje suszeniu na suszarce rozpyłowej w strumieniu gorącego powietrza na wlocie 250°C i wylocie 120°C. Otrzymany mrówczan niklu umieszcza się w 300 g dwudodecyloaminy i mieszając sporządza jednorodną zawiesinę. Mieszaninę mrówczanu niklu i dwudodecyloaminy podgrzewa się do temperatury 160°C a następnie przepuszczając wodór z szybkością 0,75 l/min podgrzewa do temp. 240—250 °C. W temperaturze 240—250 °C utrzymuje się mie-

szaninę w ciągu 1 godz uzyskując 30 g aktywnej masy katalitycznej.

Przykład IV. 100 g mrówczanu niklu rozpuszcza się w 170 ml stężonego roztworu wodno-amoniakalnego i filtruje. Otrzymany roztwór wprowadza się kroplami do 170 ml 80%-owego kwasu mrówkowego równocześnie mieszając. Wytrąca się osad mrówczanu niklu, który odsącza się i przemywa wodą oraz suszy w temperaturze 100—120 °C. Otrzymany mrówczan niklu umieszcza się w 300 g nitrylu otrzymanego z oleiny i mieszając sporządza jednorodną zawiesinę. Mieszaninę mrówczanu niklu i nitrylu podgrzewa się do temperatury 240—250 °C wprowadzając wodór z szybkością 1 l/min. utrzymując mieszaninę w tej temperaturze w ciągu 1 godziny. Otrzymuje się 30 g aktywnej masy katalitycznej zawieszanej w nitrylu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania katalizatora niklowego do uwodornienia nitryli alifatycznych do amin alifatycznych według patentu nr 51530, **znamienny tym**, że mrówczan niklu uprzednio rozpuszczony w stężonym roztworze wodnym amoniaku, przemyty i wysuszony w suszarce rozpyłowej, względnie strącony kwasem mrówkowym, przemyty i wysuszony poddaje się redukcji po sporządzeniu jego zawiesiny w wyższych nitrylach alifatycznych względnie wyższych aminach alifatycznych.