



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

58447

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 17.I.1967 (P 118 514)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30.X.1969

Kl. 12 g, 4/01

MKP B 01 J 11/00

B01 J 11/00

UKD

Współtwórcy wynalazku: dr inż. Jerzy Wasilewski, mgr inż. Zofia Kubica, mgr Janusz Bereś

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

Sposób wytwarzania nośnika katalizatorów

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nośnika glinowego do katalizatorów, zwłaszcza dla katalizatora srebrowego do procesu utleniania etylenu.

Nośniki służące do wytwarzania katalizatorów muszą posiadać ściśle określone własności: powierzchnię właściwą poniżej $1 \text{ m}^2/\text{g}$, porowatość 10–40%, znaczną wytrzymałość mechaniczną oraz dobre przewodnictwo cieplne. Przy stosowaniu nośników nie odpowiadających tym wymaganiom otrzymuje się katalizatory zbyt aktywne albo nieaktywne, lub też ulegające łatwo przegrzaniom, a następnie deaktywacji.

Znany nośnik katalizatorów — tlenek glinowy ukształtowany jest w formie kulek, pastylek lub innej dowolnej, a jego ziarna posiadają wymiary rzędu 4–15 mm.

Katalizatory srebrowe sporządzone przez naniesienie masy aktywnej na ten nośnik pozwalają na uzyskanie w procesie utleniania etylenu do tlenku etylenu konwersji w granicach od 10–15%.

Nośniki glinowe otrzymywane są przez prażenie tlenku glinowego w temperaturze od 2500 do 3000°C, po uprzednim jego spastykowaniu. Proces pastylkowania sproszkowanego tlenku glinu jest ze względu na fizyczne własności tego nośnika bardzo uciążliwy; szczególnie jego szorstkość powoduje szybkie zużywanie się i niszczenie elementów roboczych w pastylarkach.

2

Celem wynalazku jest ulepszenie sposobu pastylkowania oraz obniżenie temperatury prażenia pastylek.

Sposobem według wynalazku sproszkowany tlenek glinu o średnicy cząstek 1–100 mikronów miesza się z 0,5–10% wagowymi grafitu oraz 0,2–5% wagowymi dwutlenku tytanu, a następnie formuje w pastylki o wymiarach rzędu 2–12 mm. Otrzymane pastylki praży się w czasie od 2 do 6 godzin w temperaturze od 1500 do 2000°C.

Dotatek grafitu ułatwia proces formowania tlenku glinowego w pastylki. Podczas prażenia pastylek w wysokich temperaturach grafit wypala się, przez co otrzymuje się nośnik o odpowiedniej powierzchni właściwej i porowatości, w zależności od zastosowanej ilości grafitu. Rozwijanie powierzchni właściwej nośnika powyżej $1 \text{ m}^2/\text{g}$ nie jest korzystne dla procesu utleniania etylenu do tlenku etylenu.

Zastosowanie dodatku TiO_2 w charakterze topnika pozwala na otrzymanie pastylek o powierzchni właściwej rzędu 0,2–0,8 m^2/g i porowatości rzędu 10–40% już w temperaturze 1500–2000°C. Katalizator srebrowy sporządzony przez naniesienie masy aktywnej na nośnik wytworzony sposobem według wynalazku pozwala na uzyskanie selektywności procesu utleniania etylenu do tlenku etylenu rzędu 55–60%, przy zachowaniu optymalnej konwersji dla tego procesu rzędu 20%.

Przykład I.

Po przesianiu 995 g tlenku glinowego o wielkości ziarna poniżej 60 mikronów miesza się go z 8,35 g dwutlenku tytanu i 30 g grafitu naturalnego. Tak przygotowaną mieszaninę umieszcza się w młynie kulowym i uruchamia go na okres 4 godzin. Po wymieszaniu całość przenosi się do zasobnika pastylkarki i formuje pastylki o wymiarach 5 x 5 mm.

Otrzymane pastylki umieszcza się w piecu ogrzewanym gazem i praży w temperaturze 1700°C w czasie 4 godzin. Po wyprażeniu, nośnik zawiera 0,5% Ti, posiada powierzchnię właściwą 0,21 m²/g porowatość 19,4% i wytrzymałość mechaniczną 900 kG/cm².

Przykład II.

Po przesianiu 990 g tlenku glinowego o wielkości ziarna poniżej 60 mikronów miesza się go z 30 g grafitu naturalnego oraz 16,7 g dwutlenku tytanu. Po wymieszaniu całości w młynie kulowym i przeniesieniu do zasobnika pastylkarki formuje się w pastylki o wymiarach 5 x 5 mm. Otrzymane pastylki praży się w ciągu 4 godzin w temperaturze 1700°C. Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej nośnik przechowuje się w hermetycznie zamkniętych naczyniach.

Wyprażony nośnik zawiera 1% Ti i posiada powierzchnię właściwą 0,14 m²/g, porowatość 11,7% a wytrzymałość mechaniczną 854 kG/cm².

Przykład III.

985 g tlenku glinowego miesza się z 25 g dwutlenku tytanu i 30 g naturalnego grafitu. Mieszaninę umieszcza się w młynie kulowym i uruchamia się go na okres 4 godzin. Zawartość przenosi się do zasobnika pastylkarki i formuje w pastylki o wymiarach 5 x 5 mm. Pastylki praży się w temperaturze 1700°C w czasie 4 godzin. Po wyprażeniu nośnik zawiera 1,5% Ti, posiada powierzchnię właściwą 0,08 m²/g, porowatość 9,7% a wytrzymałość mechaniczną 478 kG/cm².

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania nośnika katalizatorów, zwłaszcza dla katalizatora srebrowego do procesu utleniania etylenu, **znamienny tym**, że sproszkowany tlenek glinu miesza się z 0,5 do 10% wagowymi grafitu oraz 0,2—5% wagowymi dwutlenku tytanu, formuje a następnie praży w czasie 2 do 6 godzin w temperaturze od 1500—2000°C.