

(19) Országkód:

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG**

**ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

206 066 B

(21) A bejelentés száma: 1004/89
(22) A bejelentés napja: 1989. 03. 01.
(30) Elsőbbségi adatok:
045 785/88 1988. 03. 01. JP

(51) Int. Cl.⁵

C 01 B 7/04

(40) A közzététel napja: 1989. 11. 28.
(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 1992. 08. 28. SZKV 92/08

(72) Feltalálók:

Itoh, Hiroyuki, Ohmuta-shi, Fukuoka-ken (JP)
Kono, Yoshitsugu, Ohmuta-shi, Fukuoka-ken (JP)
Kikuchi, Isao, Ohmuta-shi, Fukuoka-ken (JP)
Takenaka, Shinji, Ohmuta-shi, Fukuoka-ken (JP)
Ajioka, Masanobu, Yokohama-shi, Kanagawa-ken (JP)

(73) Szabadalmas:

Mitsui Toatsu Chemicals Inc., Tokió (JP)

(54)

Eljárás klór előállítására

(57) KIVONAT

A találmány szerinti eljárással, fő komponensként króm-oxidot tartalmazó katalizátor jelenlétében hidrogén-klór és oxigén reakciójával klórt állítanak elő. A reakciót olyan fluidizált ágyas reaktorban végzik, amely egy gáz-

diffúziós tányér felett elhelyezkedő fluidizált katalizátorágyas reakciónában legfeljebb 100 cm, függőleges térközü, több, 10–60% perforációs arányú, vízszintesen elhelyezett, perforált tányért tartalmaz.

A találmány fluidizált ágyas reaktor alkalmazásával megvalósított klór előállítási eljárásra vonatkozik. Az eljárás során perforált tányérokkal felszerelt, fluidizált ágyas reaktorban hidrogén-klorid-gáz oxigéntartalmú gázzal való oxidálásával állítunk elő klórt.

A hidrogén-klorid oxidációjával megvalósított klór előállítási eljárás Deacon eljárás néven évek óta ismert. A reakcióhoz számos katalizátort javasolnak (lásd: 584 790, 676 667 és 846 832 számú, nagy-britanniai szabadalmi leírások).

A klór hidrogén-klorid oxidációjával megvalósított előállításához alkalmazott, fő komponensként króm-oxidot tartalmazó katalizátor előállítására is számos eljárást javasolnak (lásd 136 902/1986, 275 104/0986 és a 113 701/1987 számon nyilvánosságra hozott, japán szabadalmi leírások, valamint a 112 592/1986 és 148 055/1986 számú, japán szabadalmi leírások).

Olyan, hidrogén-klorid oxidációjával megvalósított klór előállítási eljárást is ismertetnek, amelyet a fenti katalizátor jelenlétében, fluidizált ágyas reaktorban hajtanak végre (157 812 számú, japán szabadalmi leírás).

A fluidizált ágyas reaktorok fenék részét általában gázdifúzor tányérral látják el, és a katalizátort a difúzor lemezre helyezik. A tápgázkeveréket alulról vezetik be a reaktorba. A gázkeverék felfelé áramolva áthalad a difúzor tányéron, és érintkezik a kémiai reakció elősegítésére alkalmazott katalizátorral.

A fentiekben ismertetett elrendezés következtében a katalizátor réteg fluidizálódik, a tápgázkeverék buborékokat képezve áramlik át a katalizátoron, és azzal érintkezésbe lépve lejártszódik a reakció. Azonban ahogyan a buborékok felfelé haladnak a fluidizált rétegben, nagyobb buborékokká állnak össze. Ennek következtében a katalizátor réteg felső részében az érintkezés hatékonysága csökken.

Ha a katalizátor nagyon aktív, a reakció általában úgy játszható le, hogy a tápgázkeveréket egyszerűen összekeverik a katalizátorral, és a katalizátor nem befolyásolja a termékhozamot.

Azonban, ha csökken az érintkeztetés hatékonysága, csökken a reakciósebesség, és ez alacsonyabb termékhozamot eredményez.

Ha a hidrogén-klorid oxidációjával megvalósított klór előállítás a fentiekben ismertetett katalizátor jelenlétében történik, a katalizátor nagy aktivitású, de a viszonylag nagy térfogatsűrűsége a nagyobb buborékok képződését segíti elő. Ennek elkerülhetetlenül az a következménye, hogy a tápgázkeverék és a katalizátor érintkezés hatékonysága csökken. Ennek eredményeként csökken a hidrogén-klorid klórrá való átalakulása. A berendezés hatékonyságának csökkenése számottevő gazdasági veszteségeket okoz.

Találmányunk célkitűzése hidrogén-klorid oxidációjával olyan fluidizált ágyas reaktorban megvalósított, ipari klór előállítási eljárás kidolgozása, amely megakadályozza, hogy a bevezetett hidrogén-kloridból a fluidizált ágyban nagy buborékok képződjenek, és így elkerülhető a katalizátorral való érintkezés hatékonyságának csökkenése.

Az ilyen fluidizált ágyas reaktorokban hidrogén-klorid oxidációval megvalósított klór előállítási eljárással kapcsolatos problémák megoldására széles körű vizsgálatokat folytattunk. Ennek eredményeként azt tapasztaltuk, hogy ha a reakció lejátszódásához hatásos, fluidizált katalizátorzónában, a gázdifúzor tányér felett perforált tányért helyezünk el, csökken a buborékok nagyobb buborékokká való átalakulásának lehetősége, és így javul a hidrogén-klorid klórrá való átalakulása, amely megfelel találmányunk célkitűzésének.

Ennek megfelelően a találmányunk szerinti eljárással hidrogén-klorid és oxigén fő komponensként króm-oxidot tartalmazó katalizátor jelenlétében lejátszódó reakciójával állítunk elő klórt. Az előállítás olyan, fluidizált ágyas reaktorban megy végbe, amely hosszirányban legfeljebb 100 cm-enként elhelyezett, több, perforált, vízszintes tányért tartalmaz. A tányérok perforált felülete a reaktor működésekor fluidizált katalizátorzónában 10–60%. A reakciózóna a gázdifúziós tányér felett helyezkedik el.

A találmányunk szerinti, hidrogén-klorid oxidációval fő komponensként króm-oxidot tartalmazó katalizátor jelenlétében megvalósított klór előállítási eljárás lehetővé teszi a hidrogén-klorid korábbi eljárásokhoz képest jobb klórrá való átalakulását. A klór előállítás nagy hatékonyságú berendezésben, és a katalizátor jobb ipari kihasználása mellett történik.

Az 1. ábrán a következő példákban ismertetett kísérletekben alkalmazott fluidizált ágyas reaktor keresztmetszetét mutatjuk be.

A találmányunk szerinti eljárásban alkalmazott katalizátor fő komponensként Cr_2O_3 króm-oxidot tartalmaz. A katalizátor előállítása történhet kicsapással vagy bemeletéssel.

A kicsapásos eljárásnál a króm-oxidot valamilyen króm(III)sóból nyert króm-hidroxid csapadékból állítjuk elő úgy, hogy a krómsót valamilyen bázikus vegyülettel 800 °C-nál alacsonyabb hőmérsékleten hevítjük. Az így kapott króm-oxidot szemcsés formájúra törjük. A szemcsés anyagot általában szilícium-dioxidra viszszük fel szuszpenzió formában. A szuszpenziót granuláljuk, majd szóró-száritó vagy hasonló berendezés segítségével szárítjuk. Króm-hidroxid szuszpenziót úgy is előállíthatunk, hogy valamilyen krómsóból bázikus vegyület hozzáadásával króm-hidroxidot csapunk ki, és ezt szilícium-dioxiddal keverjük, majd granuláljuk, szárítjuk és izzítjuk.

Krómsóként alkalmazhatunk króm-nitrátot vagy króm-kloridot, és a króm-hidroxid kicsapását ammónium-hidroxiddal végezzük. Az így kapott króm-hidroxidot ezután 800 °C-nál alacsonyabb hőmérsékleten izzítjuk. Az így kapott króm-hidroxidot ezután szilícium-dioxid kötőanyagra visszük fel.

A bemeletéssel eljárásnál például előnyösen 0,3–1,5 ml/g porozitású szilícium-oxid hordozó anyagot merítünk be valamilyen vízzeloldható krómsó vagy krómsavanhidrid (CrO_3) vizes oldatába úgy, hogy a krómsó vagy krómsavanhidrid lerakódjon a hordozó anyagon. A hordozó anyagot ezután megszáritjuk,

majd 1-2 órán át 300–400 °C hőmérsékleten izzítjuk. Ezt az eljárást addig ismételjük, amíg a hordozó anyagon 75 tömeg% króm-oxid válik ki. Az így előállított hordozó anyagot ezután még néhány órán át izzítjuk 400–600 °C-on.

A fentiekben ismertetett eljárások szerint előállított katalizátor jelenlétében a hidrogén-klorid és oxigén reakciója a fluidizált ágyas reaktorban előnyösen a következők feltételek mellett megy végbe:

1. A katalizátor átlagos szemcsemérete 40–100 µm, a maximális szemcseméret nem haladja meg a 200 µm-t, és a 40 µm-es vagy ettől kisebb szemcseméretű szemcsék mennyisége legalább 10 tömeg%. Annyi katalizátort alkalmazunk, hogy a katalizátor réteg magassága a nem üzemelő reaktorban legalább 0,1 m legyen.

2. A tápgázban lévő oxigén hidrogén-kloridhoz viszonyított molaránya legalább 0,25.

3. A tápgáz bevezetés sebessége 200–1800 Nl/óra hidrogén-klorid 1 kg katalizátorra számolva.

4. A tápgáz reaktoron való átáramlási sebessége 0,1–1 m/s.

5. A reakcióhőmérséklet 350–450 °C, és a nyomás atmoszferikus vagy ettől nagyobb érték.

A találmányunk szerinti eljárás gyakorlati megvalósításánál alkalmazott, fluidizált ágyas reaktor szerkezeti anyaga legalább a gázzal érintkező részekben legfeljebb 1 tömeg% vasat tartalmazhat. Az ugyanilyen szerkezeti anyagú, perforált, vízszintes tálcákat úgy helyezzük el a reaktor hossza mentén, a hidrogén-klorid és oxigén bevezetésére szolgáló gázdifúziós tányér fölött, hogy a közöttük lévő távolság ne legyen több, mint 100 cm.

Gázdifúziós tányérként bármilyen, olyan, megfelelő gázdifúziós tányér alkalmazható, amely a hidrogén-klorid és oxigén gázelegyet finoman szétosztja és szét szórja.

A találmányunk szerinti eljárás gyakorlati megvalósításához alkalmazott perforált tányérokon ugyanolyan osztásközhöz 20 cm²-es vagy ettől kisebb lyukakat alakítunk ki. A perforáció aránya az osztásközhöz és a perforációk számával határozható meg.

A perforáció arányát a következő egyenlettel számoljuk ki:

$$\text{Perforáció arány (\%)} = \frac{\text{a perforációk összes keresztmetszetének területe}}{\text{a reaktor keresztmetszetének területe}} \times 100$$

A találmányunk szerinti eljárásban alkalmazott tányérok perforációs aránya általában 10–60%.

A perforáció arányának növekedésével a reaktor perforált tányérokkal nem felszerelt reaktorhoz válik hasonlóvá. 60%-nál nagyobb perforáció arány lényegében nem javítja a konverziót. Ha pedig a perforációs arány kisebb 10%-nál, a katalizátor legnagyobb része a legfelső, működő tányér fölé emelkedik. Ennek következtében a katalizátornak csak egy kis része marad a perforált tányér térben, és csökken a konverzió.

A perforált tányérokban lévő lyukak mindegyike 20 cm² vagy ettől kisebb területű. Ha a lyukak területe nagyobb, a buborékok egyesülése kevésbé akadályozható meg. Azonban, ha a perforált tányérokban lévő lyukak átmérője, kör alakú lyukak esetén, lényegében egyenlő a perforált tányér vastagságával vagy attól kisebb, a perforált lemezek zavarják a katalizátor mozgását, és ugyanúgy lokalizálják a katalizátort, mint kis perforációs arány esetén.

A lyukak formája a könnyebb kialakítás és a perforált tányérok szilárdsága miatt kör alakú. Azonban egyéb formák is alkalmazhatók minden különösebb probléma nélkül. Ha a perforációs arány a fentiekben ismertetett tartományba esik, az olyan perforált tányérok, amelyek néhány, 20 cm²-nél nagyobb lyukat is tartalmaznak, nem nagyszámú ilyen lyuk esetén ugyanolyan hatásosak lehetnek.

A perforált tányérok vastagsága nem különösebben korlátozott; a perforált tányérok előre meghatározott perforációs arány mellett, a perforálás után elegendően szilárdak legyenek a szokásos működés folyamán.

A gázdifúziós tányér és a vele szomszédos, perforált

tányér, valamint a perforált lemezek közötti távolság a hatásosabb működéshez minél kisebb legyen. Ez a távolság kívánatosan 4 cm-től 1 m-ig terjed. Ipari szempontból gyakorlatilag nehéz 4 cm-nél kisebb tányérközű reaktor építése. Az 1 m-nél nagyobb tányérköz pedig fokozatosan csökkenti a konverzió javulását. Ha a tányérközt tovább növeljük, az így kapott reaktor nem különbözik a tányérok fel nem szerelt reaktortól.

A perforált tányérok számát úgy határozzuk meg, hogy a fluidizált katalizátort tartalmazó reaktorzónában a tányérok a fentiekben ismertetett intervallumon belül helyezzük el.

A következő példák és összehasonlító példák találmányunk részletesebb ismertetésére szolgálnak.

1. példa

Klór előállítás 13 perforált tányért tartalmazó fluidizált ágyas reaktorban

A példában ismertetett eljárásban alkalmazott reaktort az 1. ábrán mutatjuk be.

16,9 kg króm-nitrátot feloldottunk 750 l ionmentes vízben, majd 31,3 kg 25%-os ammónium-hidroxidot csepegtettünk hozzá 6 órán át keverés közben.

A csapadékos szuszpenziót ionmentes vízzel 1500 l-re hígítottuk, majd egy éjszakán át állni hagytuk. Ezután ismételt dekantálással mostuk a csapadékot, majd annyi koloid szilícium-oxidot adtunk hozzá, hogy mennyisége az izzítás után a teljes tömeg 25%-a legyen. A szuszpenziót ezután porlasztó-száritóval megszárítottuk, és az így kapott, szemcsés port 600 °C hőmérsékleten, 3 órán át levegő atmoszférában izzítottuk.

Az így kapott, finom szemcsés katalizátort JIS szabvány szerinti szitasorozaton átszitáltuk, és így 50–60 µm átlagos szemcseméretű és 120 µm maximális szemcseméretű, olyan katalizátort kaptunk, amely legalább 12 tömeg% 40 µm-nél nem nagyobb méretű szemcséket tartalmaz.

Az 1. ábra szerinti (1) reaktor tiszta nikkelből készült (JIS szabvány: NNCP), és 54,4 mm belső átmérőjű és 1000 mm magas (2) reakciózónát tartalmaz. A (2) reaktorzónában 4 cm-es térközönként 13 darab (3) perforált tányér helyezkedik el. A (3) perforált tányér vastagsága 1 mm. A 4,5 mm-es lyukak 9 mm-es, háromszög alakú osztásközben vannak elhelyezve úgy, hogy perforációs arányuk 22% legyen.

A (2) reakcióágyzónát megtöltöttük a fentiekben ismertetett katalizátorral (mennyisége: 884,4 g, a katalizátorréteg vastagsága nem üzem közben: 32 cm), majd kívülről 370 °C-ra melegítettük fel. A hidrogén-kloridgázt 7,38 NI/perc és az oxigéngázt 3,69 NI/perc sebességgel vezettük be a (2) reakciózónába a (2) reaktorzóna alsó részén lévő (5) gázbevezető vezetéken, a (7) előmelegítő zónán és a porcelánból készült (4) porózus szűrőn (gázdifúziós tányér) keresztül. A tápgázokat 0,1–0,3 bar túlnyomáson reagáltattuk fluidizált állapotban, majd a reakció befejeződése után a gázokat a (6) kimenő vezetéken távolítottuk el. Az (1) reaktor (12) fűtő és szigetelő köpennyel is fel van szerelve. A (8, 11) csövek a hőmérséklet mérésére szolgálnak.

A hőfejlődés következtében a reakcióágyzóna hőmérséklete 390 °C-ra emelkedett.

A reaktorból távozó gázt egy kálium-jodid vizes oldatot tartalmazó abszorpciós üveggömbhöz és egy másik, nátrium-hidroxid vizes oldatot tartalmazó abszorpciós üveggömbhöz kapcsolódó csapdába vezettük. Ezeket a vizes oldatokat nátrium-tioszulfát vizes oldattal, illetve sósav oldattal megtitráltuk a nem reagált hidrogén-klorid és a keletkezett klór meghatározására.

A hidrogén-klorid átalakulása 54% volt.

2. példa

Klór előállítás 6 perforált tányért tartalmazó fluidizált ágyas reaktorban

Az 1. példában ismertetett eljárást folytattuk le azzal a különbséggel, hogy 8 cm-es térközönként 6 perforált tányért helyeztünk el. A hidrogén-klorid átalakulása 53% volt.

3. példa

Klór előállítás 3 perforált tányért tartalmazó fluidizált ágyas reaktorban

Az 1. példában ismertetett eljárást folytattuk le azzal a különbséggel, hogy 16 cm-es térközönként 3 perforált tányért helyeztünk el. A hidrogén-klorid átalakulása 47% volt.

4. példa

Klór előállítás 6 perforált tányért tartalmazó fluidizált ágyas reaktorban

Az alkalmazott reaktor tiszta nikkelből készült (JIS

szabvány: NNCP) a reakciózóna belső átmérője 108 mm, magassága 1000 mm volt. A reakciózónában 8 cm-es térközönként 6 perforált tányért helyeztünk el. A perforált tányérok vastagsága 2 mm volt. A tányérok 9 mm-es, háromszög alakú osztásközben 4,5 mm-es lyukak voltak elhelyezve úgy, hogy perforációs arányuk 22% legyen. Az 1. példában ismertetett kísérletet folytattuk le azzal a különbséggel, hogy a reakcióágyzónába 3516 g katalizátort töltöttünk, amelynek vastagsága nem üzem közben 32 cm volt, és a hidrogén-kloridot 17,58 NI/perc, az oxigént 8,79 NI/perc sebességgel vezettük be a reakciózónába a reaktorágyzóna alsó részén lévő, porcelánból készült porózus szűrőn (gázdifúziós tálcán) keresztül, majd a gázokat 410 °C hőmérsékleten, fluidizált állapotban reagáltattuk.

Az átalakulás mértékét az 1. példában ismertetett eljárással határoztuk meg. A hidrogén-klorid átalakulása 64% volt.

5. példa

Klór előállítás 6 perforált tányért tartalmazó, fluidizált ágyas reaktorban

A 4. példában ismertetett eljárást folytattuk le azzal a különbséggel, hogy 8 cm-es térközönként 6 olyan perforált tányért helyeztünk el, amelyek 23 mm-es, háromszög alakú osztásközben 9,3 mm-es lyukakat tartalmaztak, a perforációs arány 30% volt. A hidrogén-klorid átalakulása 64% volt.

6. példa

Klór előállítás 6 perforált tányért tartalmazó fluidizált ágyas reaktorban

A 4. példában ismertetett eljárást folytattuk le azzal a különbséggel, hogy 8 cm-es térközönként 6 olyan perforált tányért helyeztünk el, amelyek 10 mm-es, háromszög alakú osztásközben 4,8 mm-es lyukakat tartalmaztak, a perforációs arány 42% volt. A hidrogén-klorid átalakulása 63% volt.

7. példa

Klór előállítás 6 perforált tányért tartalmazó fluidizált ágyas reaktorban

A 4. példában ismertetett eljárást folytattuk le azzal a különbséggel, hogy 8 cm-es térközönként 6 olyan perforált tányért helyeztünk el, amelyek 17 mm-es osztásközben 9,3 mm-es lyukakat tartalmaztak. A hidrogén-klorid átalakulása 56% volt.

8. példa

Klór előállítás 18 perforált tányért tartalmazó fluidizált ágyas reaktorban

Először katalizátort állítottunk elő a következő eljárással:

200–800 µm szemcseméretű, 0,75 ml/g porozitású, finom szemcsés szilícium-dioxidot 20 tömeg%-os, vizes krómsavanhidrid oldattal impregnáltunk. Ezután 120 °C hőmérsékleten szárítottuk, majd 350–400 °C-on, 2 órán át levegőben izzítottuk.

A fenti eljárást háromszor megismételtük, majd

3 órán át 500 °C hőmérsékleten izzítottuk, és egy finom szemcsés katalizátort állítottunk elő. Az így kapott katalizátor 68 tömeg% króm-oxidot és 32 tömeg% szilícium-oxidot tartalmazott.

A katalizátort ezután JIS szabvány szerinti szitasorozaton szitáltuk át, és így 50–60 µm átlagos szemcseméretű katalizátort kaptunk.

Az eljárásban alkalmazott reaktor tiszta nikkelből készült (NNCP JIS szabvány), a reakciózóna belső átmérője 200 mm, magassága 4000 mm volt. A reakciózózában 16 mm-es térközönként 18 perforált tálcát helyeztünk el. A perforált tálcák vastagsága 2 mm volt. A tálcákon 11 mm-es, háromszög alakú osztásközben 4,5 mm-es lyukak voltak elhelyezve úgy, hogy perforációs arányuk 30% legyen.

A reakciózózákat megtöltöttük 67,2 kg fentiekben ismertetett katalizátorral. A katalizátorréteg magassága üzemben kívül 165 cm volt. A reaktort forró levegővel kívülről addig melegítettük, amíg a reaktorágyzóna hőmérséklete 370 °C lett. 280 NI/perc sebességű hidrogén-klorid-gázt, 200 NI/perc sebességű oxigéngázt és 75 NI/perc sebességű nitrogéngázt vezettünk be a reakcióágyzózába a reakcióágyzóna alsó részén lévő, 5 cm-es lyukakat tartalmazó gázdizúfiós tányéron keresztül, majd a gázokat 3 bar túlnyomáson, fluidizált állapotban reagáltattuk. A reakcióágyzózában hosszirányban különböző hőmérsékletű zónák alakultak ki; a hőfejlődés következtében a maximális hőmérséklet 415 °C volt. Az átalakulást az 1. példában ismertetett eljárással határoztuk meg. A hidrogén-klorid átalakulása 83% volt.

9. példa

Klór előállítás 4 perforált tányéért tartalmazó, fluidizált ágyas reaktorban

A 8. példában ismertetett eljárást folytattuk le, azzal a különbséggel, hogy 1 m-es térközönként 4 perforált tányéért helyeztünk el. A hidrogén-klorid átalakulása 78% volt.

10. példa

Klór előállítás 18 perforált tányéért tartalmazó, fluidizált ágyas reaktorban

A 8. példában ismertetett eljárást folytattuk le, azzal a különbséggel, hogy 17 cm-es térközönként 18 olyan perforált tányéért helyeztünk el, amelyek 86 mm-es, háromszög alakú osztásközben 50 mm-es lyukakat tartalmaztak. A hidrogén-klorid átalakulása 79% volt.

1. összehasonlító példa

Klór előállítás perforált tányérok nem tartalmazó, fluidizált ágyas reaktorban

Az eljárásban az 1. példában ismertetett eljárással előállított katalizátort alkalmaztuk.

A reaktor reakcióágyzózájának belső átmérője 54,5 mm, magassága 1000 mm volt, tiszta nikkelből készült, (JIS szabvány: NNCP) és nem tartalmazott perforált tányérokot. A reaktort az 1. példában ismertetett mennyiségű katalizátorral töltöttük fel, és az 1. példa szerinti eljárást folytattuk le. A hidrogén-klorid átalakulása 43% volt.

2. összehasonlító példa

Klór előállítás perforált tányéért nem tartalmazó, fluidizált ágyas reaktorban

Az eljárásban az 1. példa szerinti katalizátort alkalmaztuk. Az eljárást a 2. példa szerint folytattuk le, azzal a különbséggel, hogy a reakcióágyzóna belső átmérője 108 mm, magassága 1000 mm volt, a reaktor tiszta nikkelből készült (JIS szabvány: NNCP), és nem volt felszerelve perforált tálcákkal. A reaktort az 1. példában ismertetett mennyiségű katalizátorral töltöttük meg, és az átalakulást az 1. példában ismertetett eljárással határoztuk meg. A hidrogén-klorid átalakulása 53% volt.

3. összehasonlító példa

Klór előállítás perforált tányéért nem tartalmazó, fluidizált ágyas reaktorban

Az eljárásban a 8. példa szerinti katalizátort alkalmaztuk. Az eljárást a 8. példa szerint folytattuk le, azzal a különbséggel, hogy a reakcióágyzóna belső átmérője 200 mm, magassága 4000 mm volt, a reaktor tiszta nikkelből (JIS szabvány: NNCP) készült, és nem volt felszerelve perforált lemezekkel. A reaktort a 8. példában ismertetett mennyiségű katalizátorral töltöttük meg.

A reakcióágyzóna irányában különböző hőmérsékletű zónák alakultak ki, a hőfejlődés következtében a maximális hőmérséklet 415 °C volt. A hidrogén-klorid átalakulása 74% volt.

Az 1. táblázatban a példákban és az összehasonlító példákban ismertetett eljárással kapott hidrogén-klorid átalakulást mutatjuk be a tápgázokban lévő oxigén és hidrogén-klorid molarány, valamint az 1 kg katalizátorra számított, ugyanolyan arányú hidrogén-klorid betáplálási sebesség mellett.

A kísérleteket összehasonlítás céljából a következő három csoportra oszthatjuk:

1. a perforált tányérokot alkalmazó 1., 2. és 3. példákban és a perforált tányérokot nem alkalmazó 1. összehasonlító példában az oxigén hidrogén-kloridhoz viszonyított molaránya 0,5 és az 1 kg katalizátorra számított hidrogén-klorid betáplálási sebesség 500 NI/óra volt;

2. a perforált tányérokot alkalmazó 4., 5., 6. és 7. példákban és a perforált tányérokot nem alkalmazó 2. összehasonlító példában az oxigén hidrogén-kloridhoz viszonyított molaránya 0,5 és az 1 kg katalizátorra számított hidrogén-klorid betáplálási sebesség 300 NI/óra volt; és

3. a perforált tányérokot alkalmazó 8., 9. és 10. példákban és a perforált tányérokot nem alkalmazó 3. összehasonlító példában az oxigén hidrogén-kloridhoz viszonyított molaránya 0,7 és az 1 kg katalizátorra számított hidrogén-klorid betáplálási sebesség 250 NI/óra volt. Látható, hogy a perforált tányérokot felszerelt reaktorokat alkalmazó eljárásokban kapott hidrogén-klorid átalakulás minden esetben jobb, mint a perforált tányérok nélküli reaktorokat alkalmazó eljárásokban. A kapott eredményekből nyilvánvaló a találmányunk szerinti eljárás rendkívül előnyös ipari alkalmazása.

1. táblázat

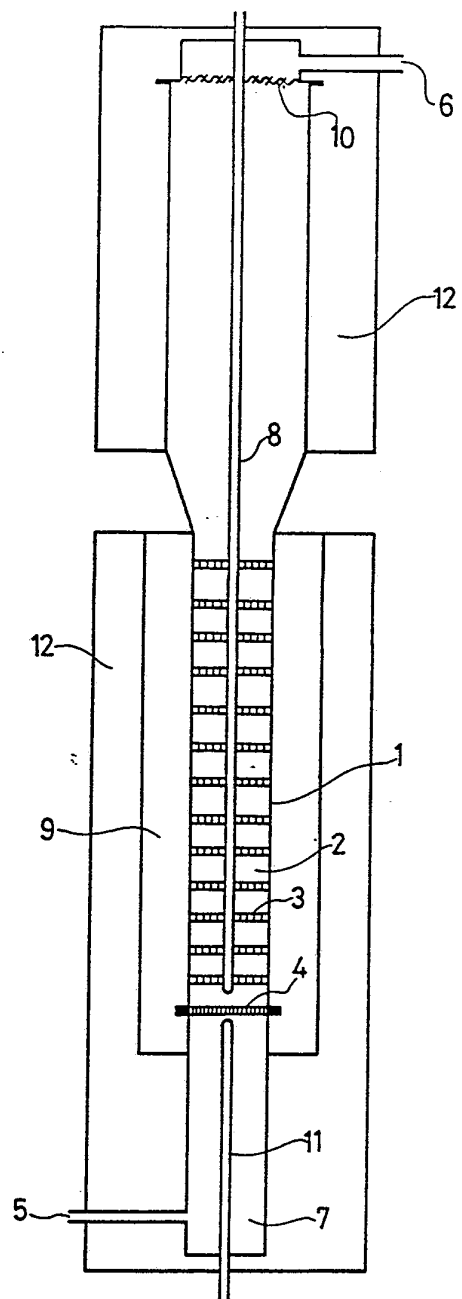
Példa	Perforációs arány	O ₂ /HCl mólárány	Betáplált HCl NI/kg-katalizátor.óra	Átalakulás (%)
1. példa	22	0,5	500	54
2. példa	22	0,5	500	53
3. példa	22	0,5	500	47
4. példa	22	0,5	300	64
5. példa	30	0,5	300	64
6. példa	42	0,5	300	63
7. példa	60	0,5	300	56
8. példa	31	0,7	250	83
9. példa	30	0,7	250	78
10. példa	19	0,7	250	79
1. összehasonlító példa	19	0,5	500	43
2. összehasonlító példa	19	0,5	300	53
3. összehasonlító példa	19	0,7	250	74

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

5 1. Eljárás klór előállítására fő komponensként króm-oxidot tartalmazó katalizátor jelenlétében hidrogén-klorid és oxigén reagáltatásával, *azzal jellemezve*, hogy a reagáltatást szokásos fluidizált ágyas reaktorban, amelyben egy gázdifúziós tányér felett elhelyezkedő reakciózónában fluidizáltatjuk a katalizátort, amely reakciózóna legfeljebb 100 cm függőleges térközü, több, 10–60% perforációs arányú, vízszintesen elhelyezett perforált tányért tartalmaz, végezzük.

10 2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az alkalmazott katalizátort valamilyen 15 króm(III)sóból bázikus kicsapattással nyert króm-hidroxid kalcinálásával állítjuk elő.

20 3. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy szilícium-oxid hordozóra bemerítéses eljárással felvitt 20–80 tömeg% króm-oxidot (Cr₂O₃) tartalmazó katalizátort alkalmazunk.



1. ábra