



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 215 704

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 08 02 79
(21) PV 7012-80

(11) (B1)

(51) Int. Cl.

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. Jeho podstata spočívá v tom, že se reaktivace provádí směsí inertního plynu a par nitrobenzenu při teplotě 180 až 230 °C po dobu 10 minut až 4 hodin. Koncentrace par nitrobenzenu ve směsi činí 1 až 5 % mol.

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. Vedlejší vysokomolekulární produkty reakce postupně blokují povrch katalyzátoru. Rychlost deaktivace závisí na rychlosti snižování aktivního povrchu katalyzátoru sintrací nebo působením katalytických jedů přítomných v reakční směsi. Životnost katalyzátoru tedy ovlivňují podmínky panující v reaktoru a čistota vstupující reakční směsi.

Aktivitu katalyzátoru lze částečně obnovit regenerací, která spočívá v tom, že na katalyzátor se vede směs kyslíku a inertního plynu při teplotě 300 až 400 °C nebo se na katalyzátor ještě působí vodní parou. Regenerace vyžaduje složité a nákladné zařízení. Měď se jí převádí do formy oxidů, čímž se odstraní vysokomolekulární úsady. Oxidy mědi je však ještě třeba redukovat na měď. Výsledný efekt regenerace je silně závislý na vlastnostech katalyzátoru. V případě, že je katalyzátor málo pevný, může dojít až k jeho rozpadu, což se nepříznivě projeví ve výrazném vzrůstu tlakové ztráty reaktoru. Vzhledem k vysoké teplotě, při které probíhá oxidace, může dojít až k sintraci mědi.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob reaktivace měděného katalyzátoru pro hydrogenaci nitrobenzenu na anilin v plynné fázi na pevném loži katalyzátoru podle vynálezu. Jeho podstata spočívá v tom, že se reaktivace provádí směsí inertního plynu a par nitrobenzenu při teplotě 180 až 230 °C po dobu 10 minut až čtyř hodin, přičemž koncentrace par nitrobenzenu ve směsi činí 1 až 5 % mol. Reaktivace se může s výhodou provádět pulzací koncentrace nitrobenzenu, popřípadě pulzací celkového tlaku v rozmezí 10 kPa. Frekvence pulzů činí 2 až 30 pulzů za hodinu a doba pulzace je 30 až 120 minut. Počet reaktivací tímto způsobem nebo délka trvání reaktivace se řídí především podle vzrůstu tlakové ztráty reaktoru při reaktivaci.

Výhodou způsobu reaktivace katalyzátoru podle vynálezu je, že nevyžaduje žádné zvláštní zařízení a není nutné pracovat při podmínkách příliš odlišných od normálních podmínek při hydrogenaci nitrobenzenu. Rozpad katalyzátoru je při tomto způsobu reaktivace jen částečný, a proto i tlaková ztráta po reaktivaci je nižší než po regeneraci. Další výhodou je, že se zkracuje doba potřebná k provedení reaktivace i následné redukce oxidů na měď.

Způsob reakce katalyzátoru podle vynálezu je blíže objasněn v následujících příkladech provedení.

Příklad 1

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 P, 20 MPa. Hydrogenace se přeruší zastavením nástřiku nitrobenzenu do reaktoru, zatímco vodík prochází reaktorem dále. Reaktor se propláchne vodní parou, která desorbuje většinu anilinu z katalyzátoru. Postupně se připouští do plynu dusík a snižuje se dávkování vodíku do plynného okruhu. Při neustálé cirkulaci plynů se přívod vodíku do cirkulačního okruhu zastaví. Přitom se udržuje teplota chladicí lázně a tlak na hodnotách jako při hydrogenaci. Po snížení obsahu spalitelných látek v plynu obsahujících převážně dusík se začne dávkovat do reaktoru nitrobenzen, a to v množství 20 % z původního nástřiku při hydrogenaci. Koncentrace nitrobenzenu v plynu je přitom 1 % mol. Dávkování nitrobenzenu se provádí po dobu 2 hodin. Potom se nástřik zastaví a

dusík se nahradí vodíkem až do dosažení koncentrace běžné při hydrogenaci. Tohoto stavu se dosáhne po 3 hodinách dávkování vodíku. Potom se znovu obnoví nástřik nitrobenzenu.

Životnost katalyzátoru se tímto způsobem prodlouží o 20 %.

Příklad 2

V tomto příkladu je popsán způsob reaktivace pulzací tlaku a koncentrace vodíku.

Ve stejné době provozu katalyzátoru, jaká je uvedena v příkladu 1, se v intervalu 15 minut uzavírá a otevírá odplyn z cirkulačního okruhu plynů po dobu 1 hodiny, a to tak, že celkový tlak v aparatuře nestoupne nad hodnotu, která je o 20 % nižší než maximální přípustný tlak. Poté se zkontroluje tlaková ztráta reaktoru. Jestliže nestoupne, opakuje se uvedený postup ještě další hodinu. Pulzace prováděné stejným způsobem se provádějí každých 200 hodin provozu. Životnost katalyzátoru vzroste o 20 %.

Příklad 3

Postup tohoto příkladu se liší od postupu uvedeného v příkladu 2 tím, že pulzy tlaku a koncentrace vodíku se dosahují zapínáním a vypínáním kompresoru pro dávkování dusíku do aparatury, a to v intervalu 10 minut po dobu jedné hodiny.

Životnost katalyzátoru se zvýší o 20 %.

Vynález je možno využít při výrobě anilinu hydrogenací nitrobenzenu v plynné fázi na pevně uloženém měděném katalyzátoru.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob reaktivace měděného katalyzátoru pro hydrogenaci nitrobenzenu na anilin v plynné fázi na pevném loži katalyzátoru, vyznačující se tím, že se reaktivace provádí směsí inertního plynu a par nitrobenzenu při teplotě 180 až 230 °C po dobu 10 minut až 4 hodin, přičemž koncentrace par nitrobenzenu ve směsi činí 1 až 5 % mol.