

РЕГЕНЕРАЦИЯ АЛЮМОПАЛЛАДИЕВОГО КАТАЛИЗАТОРА

***Д.В. Мамедов, Г.С. Аббасов, **Ф.И. Гахраманов, З.А. Мамедов**

*Сумгайтский государственный университет
*Завод "Этилен-полиэтилен", г. Сумгайт

На производстве ЭП-300 в составе полученного этилена и пропилена есть ацетиленовые соединения, которые гидрируются водородом в присутствии алюмопалладиевого катализатора. Вследствие этого, в процессе работы катализатора параллельно образуются, так называемое «зеленое масло» и низкомолекулярные массы полимеров.

С увеличением на поверхности полимерной массы постепенно уменьшается пористость и снижается активность алюмопалладиевого катализатора, в результате этого активность резко снижается.

Увеличение полимера на поверхности алюмопалладиевого катализатора приводит к спеканию частиц и образованию твердых масс.

Таким образом, уменьшается поверхность катализатора и увеличивается разница перепада давления в реакторе.

Известны способы регенерации алюмопалладиевого катализатора для гидрирования ацетиленовых углеводородов путем обработки его азото-воздушной смесью при $260 \div 350^{\circ}\text{C}$, и последующим восстановлением, которое осуществляют в атмосфере водорода или водородсодержащего газа под давлением 2-5 атм, при охлаждении от $50 \div 200^{\circ}\text{C}$ до комнатной температуры с выдержкой при этой температуре в течение $0.5 \div 30$ ч. [1]

Другой способ регенерации отработанного алюмопалладиевого катализатора, применяемого для очистки газовых смесей от оксида углерода, выбросов промышленных предприятий и очистки выхлопных газов двигателей внутреннего сгорания, включает обработку катализатора раствором муравьинокислого натрия с концентрацией 10-20 г/л при $25 \div 60^{\circ}\text{C}$ в течение 15-60 мин с последующей отмывкой и сушкой при температуре $110 \div 150^{\circ}\text{C}$. [2]

Известен также способ активации алюмопалладиевого катализатора для селективного гидрирования ацетиленовых углеводородов.

С целью получения катализатора с повышенной селективностью катализатор сначала обрабатывают бутadiеном или бутан-бутен-бутadiеновой фракцией при температуре $50 \div 100^{\circ}\text{C}$ в течение 25-100 ч, продувают азотом при той же температуре до отсутствия углеводородов в отходящем газе. [3]

При регенерации отработанного алюмопалладиевого катализатора бензол-толуольной фракцией его сначала продувают в течение 4-5 ч азотом и при температуре $80 \div 110^{\circ}\text{C}$ в течение 10-30 ч обрабатывают бензол-толуольной фракцией, затем снова продувают азотом при той же температуре [4].

Недостатком известных способов является использование диеновых, а также ароматических углеводородов для обработки катализатора при высокой температуре, процесс многоступенчатый и сложный.

Для восстановления отработанного катализатора в лабораторных условиях используют различные виды растворителей.

Основной целью работы являлось растворением полимера очистке всех пор поверхности и восстановление активности алюмопалладиевого катализатора.

В качестве растворителя использовали оксид пропилена и бентол (бензол: толуол = 1:1).

Предлагаемый способ регенерации алюмопалладиевого катализатора заключается в следующем:

очистке алюмопалладиевого катализатора, на поверхности которого образуется полимерная смола с механической примесью в виде покрытия.

Для очистки поверхности отработанного катализатора от полимерной смолы с механической примесью использован прибор Сокслета.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В колбу загружается 500гр. оксида пропилена или 500 гр. бентола (смесь бензол-толуол), подключается электронагреватель, а в прибор Сокслета загружаются образцы отработанных катализаторов.

Для экспериментов 1,2,3 взято 20,25,30 г. образцов, отработанных в течение 4000 ч, а для экспериментов 4,5,6 взято 20,30 и 40гр. образцов, отработанных в течение 8000 ч.

Температуру регенерации для оксида пропилена приняли 35⁰С, а для бентола 110⁰С, время регенерации меняли от 10 до 30 ч.

Процесс регенерации проходит следующим образом.

Пары растворителя, загруженного в емкость бентола, проходя через левый канал прибора Сокслета, входят в холодильник, подключенного в верхнюю часть прибора Сокслета. Конденсированный оксид пропилена или бентола промывает отработанный катализатор и через правый канал возвращается в колбу.

Таким образом, повторная циркуляция оксида пропилена или бентола через слой отработанного катализатора регенерирует алюмопалладиевый катализатор и избавляет от покрытия полимера с механической примесью.

Режим регенерации катализатора с оксидом пропилена или с бентолом и результаты очистки представлены в табл.1, 2.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

При наличии палладия в составе алюмопалладиевого катализатора от 0.6-1.0% целесообразно произвести процесс регенерации с растворителями непосредственно на промышленных установках.

Процесс регенерации алюмопалладиевого катализатора можно осуществлять в замкнутом цикле при температуре 35÷110⁰С в промышленном реакторе в производстве ЭП-300 в г. Сумгайбте, где есть производство как бентола, так и оксида пропилена.

Таблица.1 Режим регенерации катализатора оксидом пропилена и результаты очистки

Взято:	Номера опытов и результаты очистки					
	1	2	3	4	5	6
Обр. отработанного катализатора в теч. 4000 ч, г.	20	25	30	-	-	-
Обр. отработанного катализатора в теч. 8000ч, г.	-	-	-	20	30	
Оксида пропилена, г.	650	650	650	650	650	650
Время регенерации, ч.	10	15	20	20	25	30
Получено: очищенного катализатора, г.	15.0	18.5	22.0	13.0	21.0	27.0
количество оксида пропилена, г.	652	653.5	655.0	653.8	656.0	659.0
полимер с механической примесью, %	8.0	12.0	14.4	17.0	18.0	22.0

Примечание: температура регенерации 35⁰С (темп. кипения оксида пропилена)

Таблица. 2 Режим регенерации катализатора бентолом и результаты очистки

Взято:	Номера опытов и результаты очистки					
	1	2	3	4	5	6
Обр. отработанного катализатора в теч. 4000 ч, г.	20	25	30	-	-	-
Обр. отработанного катализатора в теч. 8000ч, г.	-	-	-	20	30	40
Количество бентола, г.	650	650	650	650	650	650
Время регенерации, г.	10	15	20	20	25	30
Получено: очищенного катализатора, г.	18.0	21.5	25.0	16.2	24.0	30.4
возвратного бентола, г.	654	655.5	657.0	655.8	658.0	661.6
Полимер с механической примесью, %	10.0	14.0	16.6	19.0	20.0	24.00

Примечание: температура регенерации 110⁰С (темп. кипения бентола)

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Пат. I 1365430 Россия 1999.
2. Пат. 2153396 Россия 2000.
3. Пат. 828472 Россия 2000.
4. Пат. I 20080062 Азерб. Респуб. 2008.
5. Алкилирование. Исследование и промышленное оформление процесса. под ред. Олбрайта Л.Ф. и Голдсби А.Р. – пер. с англ. М: Химия. 1982. С.276
6. Касаткин А.Г. Основные процессы и аппараты химической технологии. М: Госхимиздат. 1961. С.390