

КАПРОЛАКТАМ  
И ПОЛИАМИД

2006

Катализаторы для промежуточных продуктов при  
производстве полиамида.

## CRI International, Inc.

*Входит в группу компаний Royal Dutch/Shell*

### Criterion Catalyst Co

100% акций принадлежит CRI

- Катализаторы для гидроочистки
- Катализаторы для риформинга
- Катализаторы для производства стирола
- Специальные катализаторы для нефтепереработки и нефтехимии

### CRI Catalysts

100% акций принадлежит CRI

- Катализаторы для производства окиси этилена
- Экологически чистые катализаторы и системы
- Лицензиар технологии производства Окиси этилена

**Международная группа компаний, поставляющая нефтеперерабатывающим, нефтехимическим и химическим предприятиям катализаторы, а также соответствующие технологии и услуги**

### Zeolyst International

50% акций принадлежит CRI

- Цеолитные катализаторы
- Стандартные и изготавливаемые по заказу цеолитные порошки и экструдаты

### CRI Kataleuna

100% акций принадлежит CRI

- Катализаторы гидрирования
- Специальные катализаторы для нефтехимического производства

### CD TECH

50%- CRI -50%- LUMMUS

- Лицензиар
- Технология каталитической дистилляции
- Технологии нефтепереработки и химические технологии



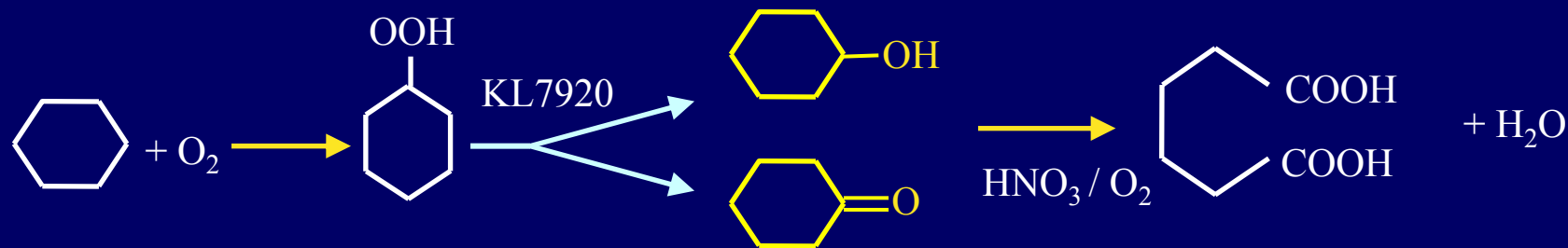
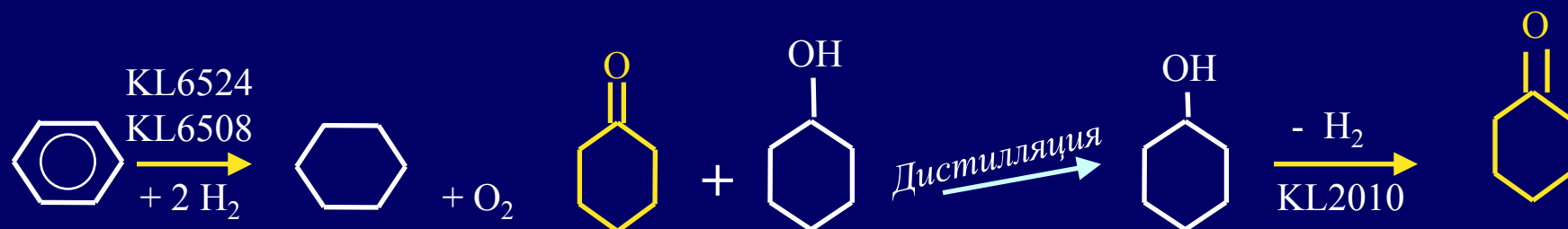
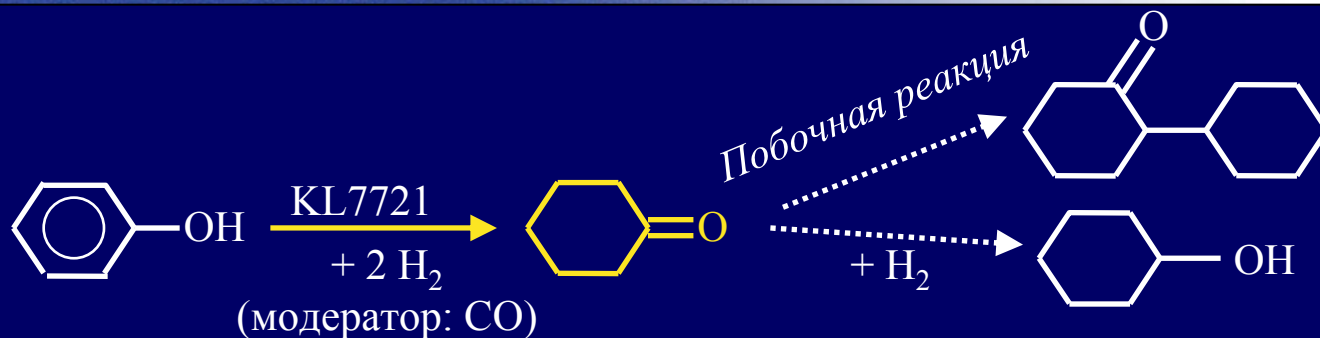
# Катализаторы для промежуточных продуктов при производстве полиамида:

## Катализаторы для трёх процессов:

- Фенол -> циклогексанон
- Бензол -> Циклогексан с последующим окислением до –анола  
(Циклогексанол как побочный продукт может быть дегидрирован до –анола)
- Разложение Циклогексилгидропероксида

# Производство Капролактама

YOUR GLOBAL PARTNER IN PETROCHEMICALS



## Селективное гидрирование фенола в циклогексанол

- Палладиевый катализатор (KL7721-CY)
- Газовая фаза
- Давление 1 - 3 атмосфер
- Температура 125 - 170 °C
- Соотношение  $H_2$  : Фенол = 3-10 : 1
- Обычно, CO в сырье является модератором реакции
- Продукт содержит 94 - 98% АНОНА, 2 - 5 % АНОЛА, 0.5 - 1.0% Фенола, 0.1 - 0.4% Y
- Катализатору требуется 2 - 3 месяца разработки до достижения оптимальных параметров работы

### Референции:

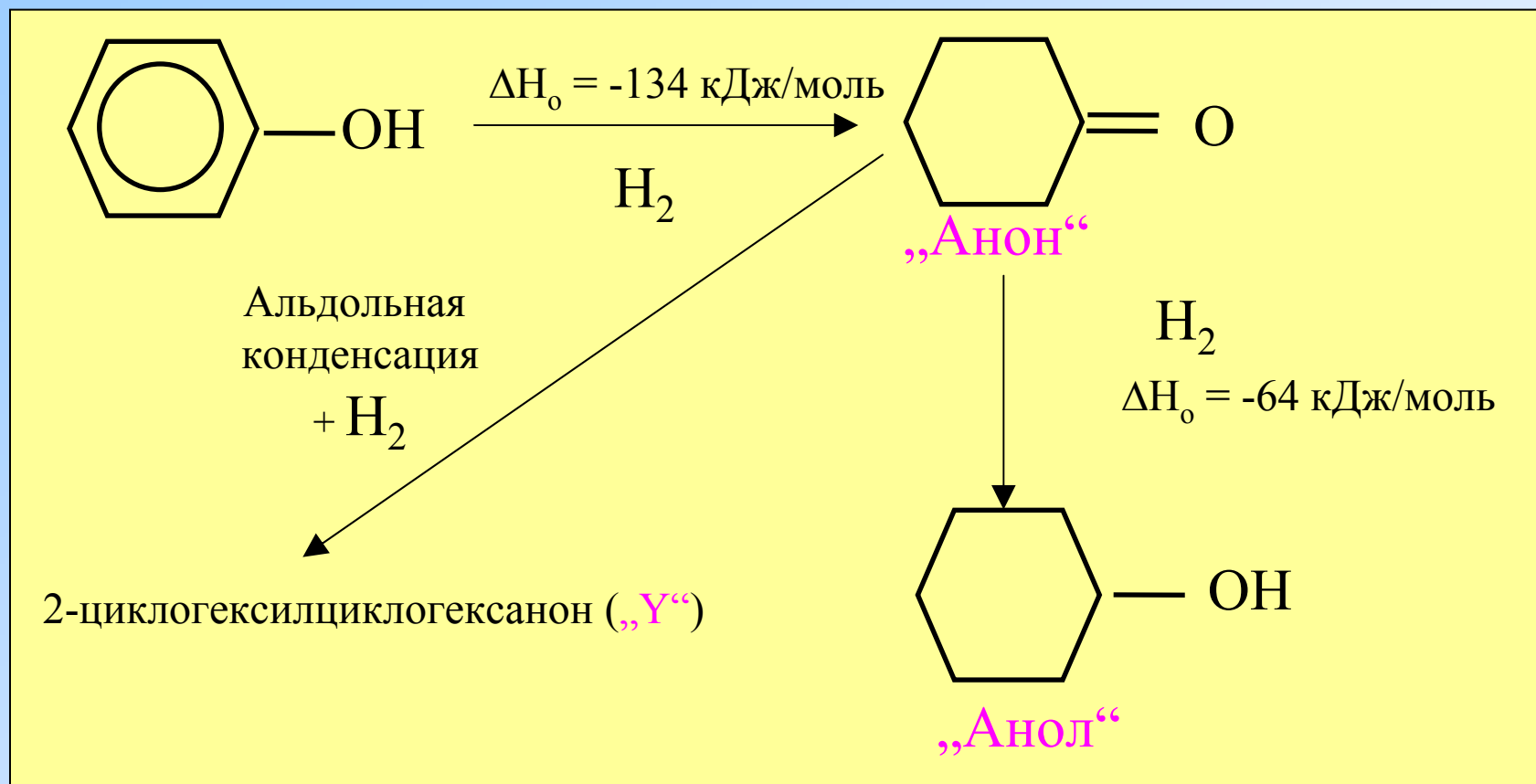
ДОМО (бывшая Caproleuna, с 1980; KL7720-S: 1965 - 1979)

TPCC (Тайвань)

ZAT (Тарнов, Польша)

Solutia (Флорида)

*Fibrex/Radici (Румыния - остановлен, может быть запущен на другом заводе)*



**KL7721-CY: катализатор для селективного гидрирования фенола в циклогексанон**

## Пилотная установка

### Установка:

- 100 мл катализатора
- Стекланный реактор:
  - диаметр = 3 см,
  - длина = 20 см
- Термопары каждые 3 см по оси
- Атмосферное давление, газовая фаза
- $H_2 : N_2 : \text{фенол} = 7 : 4 : 1$
- Подача сырья обычно 0.5 г/г\*час



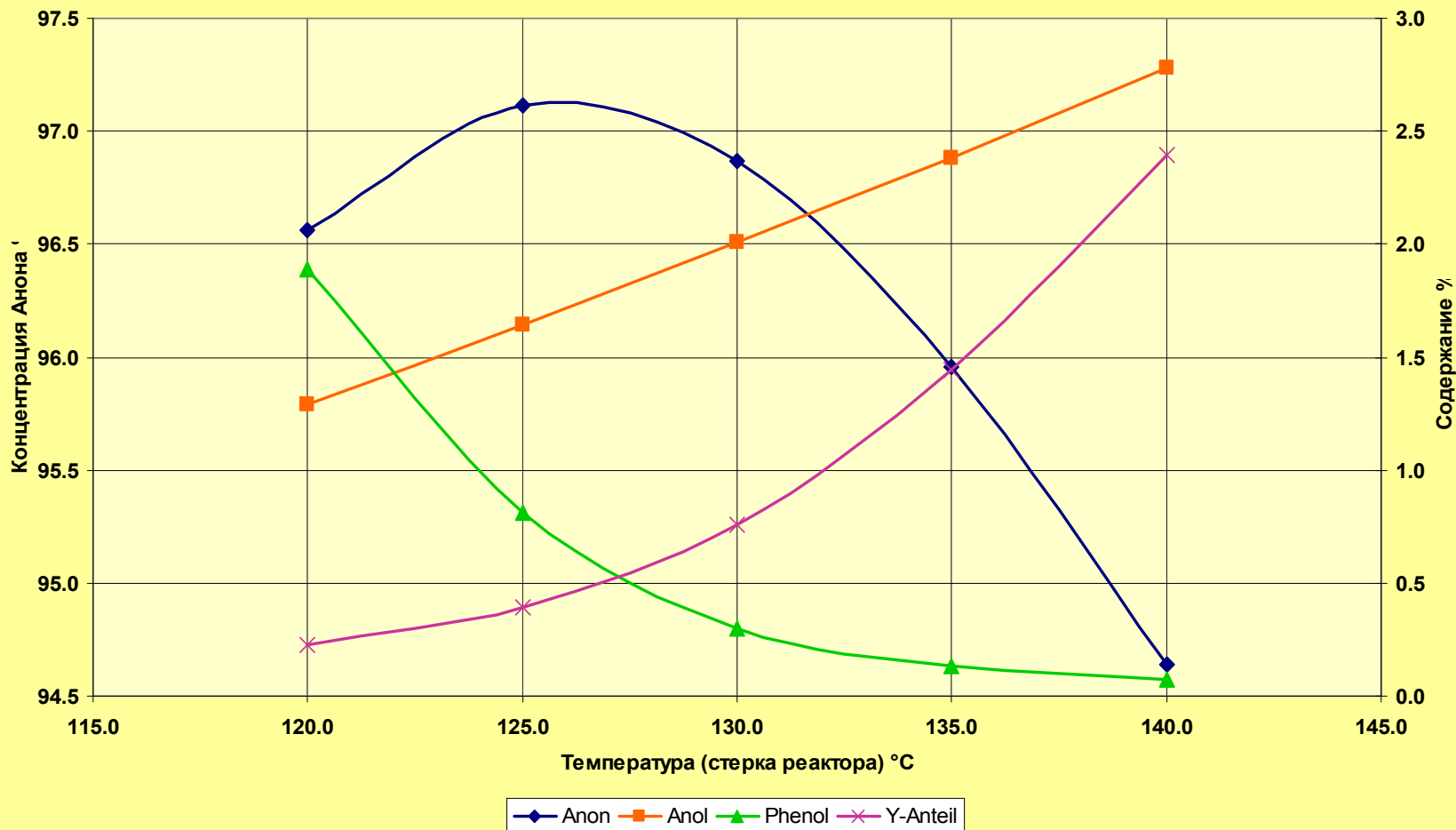
### Обычные настройки:

- Около 60 часов “разработки” при 120 °C и 200 ppm CO
- Температурная программа при 150 ppm CO и 120-140 °C
  - Цель 99.0% конверсии фенола
  - Тест занимает около 140 - 160 часов.



CO 180 ppm

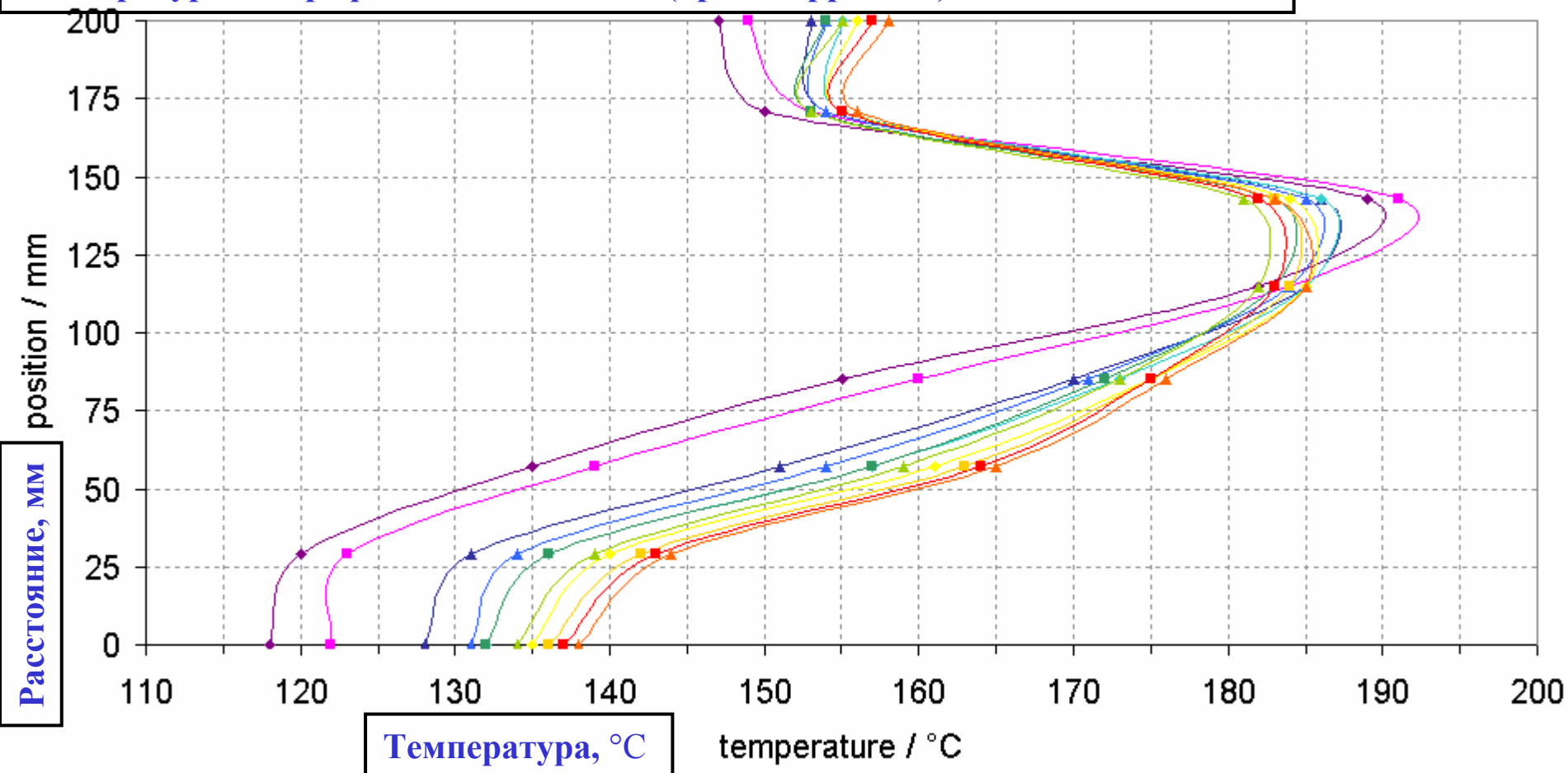
Конверсия в зависимости от температуры KL 7721 CY-H





temperature profile after x hours (with 150ppm CO)

**Температурный профиль после X часов (при 150 ppm CO)**



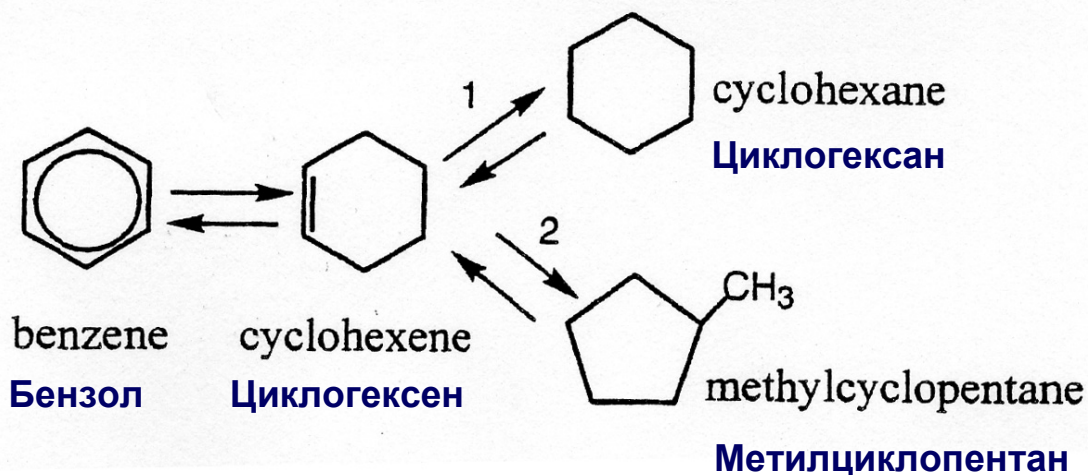
Расстояние, мм

Температура, °C

- ◆ 70
- 100
- ▲ 238
- ▲ 334
- ◆ 430
- 526
- ▲ 634
- ◆ 730
- 826
- ▲ 922
- 970
- ◆



## Гидрирование бензола в газовой фазе



Энтальпия реакции образования циклогексана: **- 208,7 кДж / моль**



## Технологическая установка

**Неадиабатические многотрубчатые реактора**  
Тепло удаляется питающей водой

**Последовательные адиабатические реактора**  
От трёх до четырёх последовательных реакторов  
с охлаждением между слоями катализатора



## Условия теста для определения показателей работы катализаторов при гидрировании бензола

Объём катализатора:	25 мл
Температура начала цикла:	120 °С
Давление:	3 бар
Объёмная скорость:	1,0 ; 2,0 л/л*час
Мольное соотношение H <sub>2</sub> /бензол:	3,7



## Катализаторы KataLeuna для гидрирования бензола в газовой фазе

Катализатор	Содержание Ni, % масс.	Носитель	Насыпная плотность кг/м3
KL6524 T5	~ 50	Окись алюминия	~ 800
KL6528 T5	~ 50	Окись алюминия	~ 800
KL6508 T5 * *также R6	~ 20	Окись кремния	~620



## Показатели работы катализаторов KataLeuna при гидрировании бензола

Катализатор	Показатели работы % Выход циклогексана	
	1 л/л*час	2 л/л*час
KL6524 T5	99,5	98,7
KL6528 T5	99,8	99,65
KL6508 T5	99,9	99,8

## Технические условия

Типичное сырьё: 1.15 % **Кетон** (циклогексанон)  
2.50 % **Спирт** (циклогексанол)  
1.32 % **Пероксид** (Циклогексилгидропероксид)  
Остальное Циклогесан

Давление: Циклогексан должен оставаться в жидкой фазе (11.2 – 12.6 кг/см<sup>2</sup>)

Температура: 120 – 160 °C

Конверсия по Пероксиду: 99 %  
Образование Циклогексена очень низка

Селективность: Наилучшее соотношение  $dK$  (Кетон на выходе минус Кетон на входе) к  $dC$  (Спирт на выходе минус Спирт на входе) = 1.5

# Катализатор для разложения Циклогексилгидропероксида

## Катализатор KL7920-SH2.5

Золотосодержащий катализатор корочкового типа на сферическом  $Al_2O_3$  носителе. Диаметр сфер 2-3 мм

Высокая механическая прочность, нет потерь золота за время работы

Преимущества нового катализатора KataLeuna:

- нет потерь золота за время работы
- Высокая активность при конверсии циклогексилгидропероксида
- Высокая доля образующегося -анола по сравнению с -анолом
- Низкая степень образования побочного продукта циклогексена-1