

Союз Советских  
Социалистических  
Республик.



Комитет по делам  
изобретений и открытий  
при Совете Министров  
СССР

# О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

# 243606

Зависимое от авт. свидетельства № —

Заявлено 24.VII.1967 (№ 1175340/23-4)

с присоединением заявки № —

Приоритет —

Опубликовано 14.V.1969. Бюллетень № 17

Дата опубликования описания 29.IX.1969

Кл. 12о, 5/02

МПК С 07с

УДК 661.725.8(088.8)

Авторы  
изобретения:

А. Н. Башкиров, Л. А. Морозов, Ю. Б. Каган и С. М. Локтев

Заявитель

Институт тонкой химической технологии им. М. В. Ломоносова

## СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСШИХ АЛИФАТИЧЕСКИХ СПИРТОВ

Изобретение относится к способу получения алифатических спиртов, которые находят большое применение в промышленности органического синтеза.

Известен способ получения алифатических спиртов из окиси углерода и водорода в газовой фазе под давлением 200—300 атм и температуре 160—190°С на стационарном слое плавленного железного катализатора. При осуществлении процесса в газовой фазе в связи с высокой экзотермичностью реакции и высоким температурным коэффициентом необходимы специальные меры для обеспечения устойчивого стационарного протекания процесса. При нарушении технологического режима возможны значительные перегревы поверхности катализатора, сопровождающиеся его дезактивацией и изменением селективности процесса в сторону образования метана. В связи с этим для регулирования теплового режима процесса синтеза требуется использование сложных автоматических систем регулирования и специальных конструкций реакторов. Кроме того, при проведении синтеза указанным способом в порах катализатора отлагаются высокомолекулярные продукты реакции, что также приводит к частичному снижению его активности.

Одним из способов регулирования теплового режима и увеличения устойчивости высоко-

экзотермического процесса может являться осуществление синтеза в жидкой среде (фазе).

Целью изобретения является создание устойчивого процесса синтеза спиртов из СО и Н<sub>2</sub> с высокой степенью надежности управления, стабильности, и длительности работы катализатора.

Предлагаемый способ состоит в том, что синтез высших спиртов из окиси углерода и водорода проводят на плавленных железных катализаторах, погруженных в жидкую среду (фазу), циркулирующую через слой катализатора под воздействием потока газа синтеза.

В качестве жидкой фазы можно использовать высококипящие (интервалы кипения 250—300°С) углеводороды, спирты, их смеси, а также соответствующие фракции продуктов синтеза спиртов из СО и Н<sub>2</sub>. При синтезе предлагаемым способом зерна восстановленного плавленного железного катализатора полностью погружены в жидкую фазу. Процесс осуществляют при давлениях 200—300 атм, температурах 160—190°С, объемной скорости газа не ниже 2000 об. на 1 об. катализатора в 1 час, обеспечивающей низкую концентрацию воды в реакционной смеси.

Газ синтеза (смеси СО:Н<sub>2</sub>) в отношении 1:6—1:10 проходит реактор снизу вверх. При этом жидкую фазу перемешивают газовым потоком и перемещают с ним через катализатор-

ПНТЕ СО АИ СССР  
Гос. публ. научно-  
техническое бюро

ный слой. В верхней расширенной части реактера жидкую фазу, увлеченную газом, отделяют от него и самотеком возвращают в подкatalизаторное пространство реактера, где снова ее захватывают газовым потоком. Капли жидкой фазы отделяют от потока газа каплеотбойником. Таким образом осуществляется внутренняя циркуляция жидкой фазы в реактере (возможна также принудительная циркуляция жидкой фазы), обеспечивающая изотермичность режима и экстракцию высокомолекулярных продуктов реакции с поверхности катализатора. Последние постепенно накапливаются в нижней части реактера, служащей отстойником. Для сохранения постоянного фракционного состава жидкой фазы производят частичный вывод ее из нижней части реактера и соответственно добавляют свежей среды первоначального фракционного состава.

Продукты реакции преимущественно уносятся с отходящим газом и выделяются из него после охлаждения и конденсации в сепараторе. Это позволяет упростить технологическое оформление процесса и увеличить срок службы катализатора.

Пример 1. В трубчатый реактор (внутренний диаметр трубы 25 мм) загружают 500 мл восстановленного промотированного плавленного железного катализатора. Синтез осуществляют под давлением 200 атм, при температуре 162—180° С на газовой смеси с соотношением  $\text{CO}:\text{H}_2 \sim 1:10$  при постоянной заданной производительности катализатора по превращенному газу (300 об. на 1 об. катализатора в час). Длительность опыта составляет 350 час. Для обеспечения заданной производительности температуру синтеза постепенно повышают.

В течение первых 200 час работы катализатора (от начала опыта) температуру повышают на 8° С. К 350 час работы катализатора температуру синтеза повышают на 18° С против первоначальной.

Пример 2. Катализатор погружают в жидкую фазу (фракцию нормальных парафи-

новых углеводородов с пределами кипения 270—300° С) циркулирующую в реакторе под воздействием потока газа.

На протяжении всего опыта в течение 5 360 час катализатор стабильно работает при практически неизменной температуре 161—162° С. Содержание металлического железа в катализаторе к 350 час работы понижается с 96 до 56%.

10 Условия проведения синтеза, загрузка и состав катализатора, заданная производительность аналогичны этим показателям в опыте, описанном в примере 1.

15 Через 100 час работы катализатора производят перегрев реактора на 60° С. После снижения температуры синтеза до первоначальной (164° С) производительность катализатора по превращенному газу остается неизменной, т. е. равной первоначально заданной. Не обнаружено изменения в составе жидких продуктов. После устранения перегрева катализатор работает еще 50 час, затем опыт прекращают.

25 Сохранение первоначальной производительности и селективности катализатора после перегрева свидетельствует о том, что принудительный съем тепла жидкой фазой обеспечивает сохранение стационарности процесса при повышении температуры, вследствие чего воспламенения поверхности катализатора не происходит.

#### Предмет изобретения

35 Способ получения высших алифатических спиртов из окиси углерода и водорода под давлением 200—300 атм и температуре 160—190° С на плавленных железных катализаторах, отличающийся тем, что, с целью упрощения технологии производства и увеличения срока службы катализатора, процесс ведут при погружении катализатора в слой циркулирующей жидкой фазы, состоящей из смеси высококипящих углеводородов или спиртов.

Составитель В. Бурцева

Редактор Л. М. Новожилова

Техред Л. Я. Левина

Корректор Л. В. Юшина

Заказ 2445/12

Тираж 480

Подписное

ЦНИИПИ Комитета по делам изобретений и открытий при Совете Министров СССР  
Москва, Центр, пр. Серова, д. 4

Типография, пр. Сапунова, 2