



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 80765

(13) C2

(51) МПК

C07C 51/31 (2006.01)

C07C 51/265 (2006.01)

C07D 307/89 (2006.01)

C07C 51/21 (2006.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ АНГІДРИДУ ФТАЛЕВОЇ КИСЛОТИ

1

2

(21) a200512406

(22) 15.05.2004

(24) 25.10.2007

(86) PCT/EP2004/005246, 15.05.2004

(31) 103 23 817.4

(32) 23.05.2003

(33) DE

(72) НЕТО САМУЕЛЬ, ЦЮЛЬКЕ ЮРГЕН, ШТОРК
СЕБАСТИАН, РОСОВСКИ ФРАНК

(73) БАСФ АКЦИЕНГЕЗЕЛЬШАФТ

(56) EP 0985648 A, 15.03.2000
DE 19823262 A, 02.12.1999

(57) 1. Спосіб одержання ангідриду фталевої кислоти шляхом каталітичного окислення у газовій фазі ксилолу та/або нафталіну газом, що містить молекулярний кисень, у псевдокиплячому шарі в присутності щонайменше трьох розміщених шарами один над одним каталізаторів, активність яких збільшується від шару до шару, від входу до виходу газу, на матеріал-носії яких нанесений шар із каталітично активних оксидів металів, який відрізняється тим, що лише останній каталізаторний шар містить фосфор, вміст ванадію у останньому шарі становить щонайменше 10 мас. % у перерахунку на V_2O_5 , залежно від активної маси каталізатора, а відношення ванадію у перерахунку на V_2O_5 до фосфору становить більше 35.

2. Спосіб за п. 1, який відрізняється тим, що довжина засипки останнього каталізаторного шару становить не більше 40 % загальної довжини засипки всіх каталізаторів.

3. Спосіб за п. 1, який відрізняється тим, що довжина засипки останнього каталізаторного шару становить не більше 25 % загальної довжини засипки всіх каталізаторів.

4. Спосіб за пп. 1-3, який відрізняється тим, що відношення ванадію у перерахунку на V_2O_5 до фосфору в останньому каталізаторному шарі становить від 40 до 100.

5. Спосіб за пп. 1-4, який відрізняється тим, що останній каталізаторний шар містить щонайменше 15 мас. % ванадію у перерахунку на V_2O_5 , залежно від активної маси каталізатора.

6. Спосіб за пп. 1-5, який відрізняється тим, що останній каталізаторний шар містить від 18 до 22 мас. % ванадію у перерахунку на V_2O_5 , залежно від активної маси каталізатора.

7. Спосіб за пп. 1-6, який відрізняється тим, що перший каталізаторний шар містить менше 1,1 мас. % лугу у перерахунку на лужний метал, залежно від активної маси каталізатора.

8. Спосіб за пп. 1-7, який відрізняється тим, що перший каталізаторний шар містить від 0,1 до 0,8 мас. % лугу у перерахунку на лужний метал, залежно від активної маси каталізатора, а середній шар (шари) містить від 0,05 до 0,6 мас. % лугу у перерахунку на лужний метал.

9. Спосіб за пп. 1-8, який відрізняється тим, що як лужний метал використовують цезій.

10. Спосіб за пп. 1-9, який відрізняється тим, що останній каталізаторний шар містить менше 1 мас. % фосфору.

11. Спосіб за пп. 1-10, який відрізняється тим, що визначена за методом БЕТ площа поверхні активної маси становить від 5 до 50 m^2/g .

12. Спосіб за пп. 1-11, який відрізняється тим, що вміст активної маси, залежно від загальної маси каталізатора, становить від 3 до 15 мас. %.

13. Спосіб за пп. 1-12, який відрізняється тим, що вміст додатково утвореної антрахіонкарбонової кислоти у продукті ангідриду фталевої кислоти становить нижче 75 м.ч.

(13) C2

(11) 80765

(19) UA

Винахід стосується способу одержання ангідриду фталевої кислоти шляхом каталітичного окислення у газовій фазі ксилолу та/або нафталіну газом, що містить молекулярний кисень, у псевдокиплячому шарі в присутності щонайменше трьох розміщених шарами один над одним каталізаторів, активність яких збільшується від шару до шару від входу до виходу газу, на матеріал-носії яких нанесений шар із каталітично активних оксидів металів.

Ангідрид фталевої кислоти з технічної точки зору одержують каталітичним окисленням у газовій фазі о-ксилолу або нафталіну у кожухотрубних реакторах. Вихідним матеріалом є суміш газу, що містить молекулярний кисень, наприклад, повітря, та о-ксилол та/або нафталін, який підлягає окисленню. Суміш пропускають через велику кількість розміщених в реакторі труб (кожухотрубний реактор), які містять засипку принаймні одного каталізатора. В останні роки різні активні каталізатори почали розміщувати шарами у засипці, причому менш активні каталізатори знаходилися на вході газу у першому найвищому шарі, а більш активні - на виході газу в останньому найнижчому шарі. Таким чином вдається завдяки регулюванню активності каталізаторної системи в реакторі відповідним чином регулювати також перебіг реакції. Спочатку це було реалізовано за допомогою двох розміщених один над одним шарів: верхнього та нижнього [див. DE-A4013 051, DE-A 197 07 943, DE-A 25 46 268, US 4,469, 878, EP-A 539 878, EP-A 286 448, EP-A 906 783]. В останні роки переважно використовують каталізаторну систему, яка складається із трьох розміщених один над одним шарів: верхнього, середнього та нижнього. Таким чином вдається, враховуючи активність каталізаторної системи, відповідним чином пристосувати її до перебігу реакції у реакторі. У нижньому шарі на виході газу переважно відбувається перетворення залишкової кількості о-ксилолу або нафталіну та проміжних продуктів, таких як, наприклад, о-толілальдегід та фталід, до одержання ангідриду фталевої кислоти. Крім того відбувається також подальше окислення побічних продуктів, таких як, наприклад, хінони.

При цьому існують різноманітні можливості регулювання активності. Особливу увагу у цьому зв'язку згідно з рівнем техніки слід приділити останньому каталізаторному шару, зокрема його вмісту фосфору та ванадію, а також їх співвідношенню (позначеному як $V_2O_5:P$). Незважаючи на різні варіанти цього значення відповідно до рівня техніки, існують окремі оптимальні значення активності та селективності останнього каталізаторного шару.

[DE-A 198 23 262] описує спосіб одержання ангідриду фталевої кислоти при застосуванні трьох розміщених шарами один над одним шарами тарілочних каталізаторів, причому активність каталізаторів збільшується від шару до шару від входу до виходу газу та регулюється

кількістю нанесеної активної маси та лугів. У прикладах у другому та третьому шарах застосовують фосфор. Оксид ванадію (V) застосовують у останньому шарі у кількості менше 10ваг.%, відношення V_2O_5 до P становить 37.

[У EP-A 985 648] описане одержання ангідриду фталевої кислоти шляхом каталітичного окислення у газовій фазі о-ксилолу та/або нафталіну за допомогою каталізаторної системи, яка створена таким чином, що пористість каталізатора, а також активність поступово збільшуються від входу до виходу реакції. Пористість визначають вільним об'ємом між описаними прес-виробами засипки у реакційній трубці. У прикладах регулювання активності досягають послідовним з'єднанням щонайменше трьох різних каталізаторів, причому перші два шари не містять фосфору, а нижній шар містить від 0,65 до 0,87ваг.% фосфору та від 15 до 20ваг.% оксиду ванадію (V) при відношенні $V_2O_5:P$ від 17 до 31. Визначена за методом БЕТ площа поверхні каталітично активних компонентів становить від 70 до 160м²/г.

[WO 03/70680] описує багатошарову каталізаторну систему. Регулювання активності відбувається шляхом варіювання кількості активної маси на носії, маси застосовуваних добавок у формі сполук лужних металів, а також вибором температури. Тут зазначено, що два останні шари містять фосфор, а останній шар містить від 6 до 9ваг.% оксиду ванадію (V), а відношення V_2O_5 до P становить від 12 до 90.

[EP-A 1063222] рекомендує застосовувати три- або багатошарові каталізатори. Активність окремих зон можна регулювати, змінюючи вміст фосфору, активної маси, кількість активної маси на носії, кількість лужних добавок активної маси та висоту засипки окремих каталізаторних шарів у трубці реактора. У прикладах описані каталізаторні системи, усі шари яких містять фосфор, вміст фосфору в останньому шару становить від 0,1 до 0,4ваг.%, ванадію - приблизно 5ваг.% (у перерахунку на V_2O_5), а відношення V_2O_5 до P становить від 14 до 40.

Таким чином регулювання активності можна здійснювати такими способами або їх комбінації:

- (1) постійним збільшенням вмісту фосфору,
- (2) постійним збільшенням вмісту активної маси,
- (3) постійним зменшенням вмісту луку,
- (4) постійним зменшенням простору між окремими каталізаторами,
- (5) постійним зменшенням вмісту інертних речовин або
- (6) постійним збільшенням температури від верхнього до нижнього шару від входу до виходу газу.

При старінні всі каталізатори з часом втрачають свою активність. Це зазвичай впливає на основну реакційну зону (верхній шар), оскільки там існує найбільше температурне навантаження. При цьому основна реакційна зона протягом строку використання каталізатора все глибше

зміщується у каталізаторний шар. В результаті проміжні та побічні продукти не можуть повністю перетворюватися, оскільки основна реакційна зона тепер знаходиться у каталізаторних зонах, які є менш селективними та більш активними. Якість одержуваного ангідриду фталевої кислоти ще більше погіршується. Зменшення об'єму перетворення та пов'язане із цим погіршення якості продукту можна зупинити шляхом підвищення реакційної температури, наприклад, підвищенням температури сольової бані. Одне таке підвищення температури пов'язане із зменшенням виходу ангідриду фталевої кислоти.

Чим більшим є завантаження повітря вуглеводнем, який підлягає окисленню, тим меншим є вихід ангідриду фталевої кислоти, оскільки велике навантаження прискорює зміщення основної реакційної зони глибше у шар каталізатора. Однак для більш рентабельного одержання бажаним є велике навантаження від 60 до 120г/Нм³.

Побічними продуктами, які утворюються при старінні, зокрема при високому завантаженні, є не лише фталід (ФД), але й антрахінондикарбонова кислота (АДКК) та ангідрид бензоїлфталевої кислоти (бензоїл-АФК), а також неперетворений о-ксилол. При зменшенні кількості ФД можна досягти покращення [див., наприклад, DE-A-198 23 262]. З огляду на утворення значної кількості побічних продуктів існує велика потреба у регулюванні реакції, особливо щодо вмісту АДКК, оскільки сліди цих сполук призводять до фарбування у жовтий колір ангідриду фталевої кислоти. Крім того зменшення кількості цих побічних продуктів полегшує переробку сирого ангідриду фталевої кислоти.

Таким чином в основу даного винаходу покладена задача запропонувати спосіб одержання ангідриду фталевої кислоти, який незважаючи на велике завантаження дозволяє одержувати ангідрид фталевої кислоти покращеної якості при такому самому або покращеному виході. Окрім зменшення загального вмісту побічних продуктів утворення побічного продукту АДКК при такому самому або покращеному виході скорочується.

Несподівано з'ясували, що ця задача вирішується за допомогою способу одержання ангідриду фталевої кислоти шляхом каталітичного окислення у газовій фазі ксилолу та/або нафталіну газом, що містить молекулярний кисень, у псевдокиплячому шарі в присутності щонайменше трьох розміщених шарами один над одним каталізаторів, активність яких збільшується від шару до шару від входу до виходу газу, на матеріал-носії яких нанесений шар із каталітично активних оксидів металів, який відрізняється тим, що лише останній каталізаторний шар містить фосфор, вміст ванадію у останньому шарі становить щонайменше 10ваг.% (у перерахунку на V₂O₅), залежно від активної маси каталізатора, а відношення ванадію (V₂O₅) до фосфору становить більше 35.

Вищі каталізаторні шари не містять фосфору. Переважно останній найнижчий каталізаторний

шар містить фосфор у кількості менше 1ваг.% (позначений як Р), залежно від активної маси каталізатора, переважно менше 0,5ваг.%, зокрема від 0,05 до 0,4ваг.%.

Переважно довжина засипки останнього каталізаторного шару становить менше 40% від загальної довжини засипки всіх шарів каталізаторів; зокрема довжина засипки останнього шару становить менше 30%, особливо переважно менше 25% загальної довжини засипки всіх шарів каталізаторів. Загалом найменше довжина засипки цього шару становить 16%.

Довжина засипки першого каталізаторного шару (верхнього шару) у тришаровій каталізаторній системі становить переважно від 27 до 60%, зокрема від 40 до 55% загальної висоти засипки каталізатора у реакторі. Довжина засипки середнього каталізаторного шару становить переважно від 15 до 55%, зокрема від 20 до 40% загальної висоти засипки каталізатора у реакторі. У чотиришаровій каталізаторній системі довжина засипки верхнього шару становить переважно від 27 до 55%, зокрема від 32 до 47%, верхнього середнього шару 1 - переважно від 5 до 22%, зокрема від 8 до 18%, а нижнього середнього шару 2 - переважно від 8 до 35%, зокрема від 12 до 30%, загальної висоти засипки каталізатора у реакторі. Каталізаторні шари, в разі необхідності, можуть також бути розподілені між кількома реакторами. Такі реактори мають висоту засипки від 2,5 до 3,4 метрів.

Останній нижній каталізаторний шар містить переважно більше 15ваг.% ванадію (позначеного як V₂O₅), залежно від активної маси каталізатора, зокрема від 18 до 22ваг.%.

Відношення ванадію (V₂O₅) до фосфору (Р) у останньому каталізаторному шарі становить приблизно 40 або більше 40, переважно від 45 до 100, особливо переважно 50-70.

Вміст лугу у активній масі поступово зменшується від верхнього до середніх шарів. Останній шар переважно не містить лугу. Вміст лугу у першому верхньому каталізаторному шарі становить переважно менше 1,1ваг.% лугу (лужного металу), залежно від активної маси каталізатора, переважно вміст лугу становить від 0,1 до 0,8ваг.%. Середній або середні каталізаторні шари містять переважно від 0,05 до 0,6ваг.% лугу (лужного металу), залежно від активної маси каталізатора, зокрема від 0,05 до 0,3ваг.%. Як луг переважно застосовують цезій. Луги у активній масі можуть частково бути замінені лужноземельними металами, такими як, наприклад, барій, кальцій або магній.

Визначена за методом БЕТ площа поверхні каталітично активних компонентів каталізатора становить від 5 до 50м²/г, переважно від 5 до 30м²/г, зокрема від 9 до 27м²/г.

Вміст активної маси становить переважно від 3 до 15ваг.%, зокрема від 4 до 12ваг.%, залежно від загальної маси каталізатора.

Вміст АДКК при завантаженні щонайменше 80г о-ксилолу на Нм³ повітря становить менше 100м.ч., зокрема менше 75м.ч. при покращеному у порівнянні з рівнем техніки виході приблизно 113%

(одержаного ангідриду фталевої кислоти у ваг.% на 100% о-ксилолу). Вміст бензоїл-АФК становить переважно менше 20м.ч., зокрема менше 15м.ч.

Згідно із переважною формою виконання тришарової каталізаторної системи

а) найменш активний каталізатор на непористому та/або пористому носії містить від 7 до 10ваг.%, залежно від загальної кількості каталізатора, активної маси, яка включає від 6 до 11ваг.% V_2O_5 , від 0 до 3ваг.% Sb_2O_3 , 0ваг.% Р, від 0,1 до 1,1ваг.% лугу (лужного металу) та як залишок TiO_2 у формі анатазу,

б) наступний більш активний каталізатор на непористому та/або пористому носії містить від 7 до 12ваг.%, залежно від загальної кількості каталізатора, активної маси, яка включає від 5 до 13ваг.% V_2O_5 , від 0 до 3ваг.% Sb_2O_3 , 0ваг.% Р, від 0 до 0,43ваг.% Р, від 0 до 0,1ваг.% лугу (лужного металу) та як залишок TiO_2 у формі анатазу,

с) та найактивніший каталізатор на непористому та/або пористому носії містить від 8 до 12ваг.%, залежно від загальної кількості каталізатора, активної маси, яка включає від 10 до 30ваг.% V_2O_5 , від 0 до 3ваг.% Sb_2O_3 , від 0 до 0,43ваг.% Р, від 0 до 0,1ваг.% лугу (лужного металу), а як залишок TiO_2 у формі анатазу,

причому як лужний метал переважно застосовують цезій.

Застосовуваний діоксид титану у формі анатазу має переважно визначену за методом БЕТ площу поверхні від 5 до 50м²/г, зокрема від 15 до 30м²/г. Крім того можуть бути застосовані суміші діоксиду титану у формі анатазу із різними площами поверхні, визначеними за методом БЕТ, із вказівкою, що площа поверхні одержаної речовини становить від 15 до 30м²/г. Окремі каталізаторні шари також можуть містити діоксид титану із різними площами поверхні, визначеними за методом БЕТ. Переважно визначена за методом БЕТ площа поверхні збільшується від верхнього шару а) до нижнього шару с).

Згідно із переважною формою виконання чотиришарової каталізаторної системи

а) найменш активний каталізатор на непористому та/або пористому носії містить від 7 до 10ваг.%, залежно від загальної кількості каталізатора, активної маси, яка включає від 6 до 11ваг.% V_2O_5 , від 0 до 3ваг.% Sb_2O_3 , 0ваг.% Р, від 0,1 до 1,1ваг.% лугу (лужного металу) та як залишок TiO_2 у формі анатазу,

б1) наступний більш активний каталізатор на непористому та/або пористому носії містить від 7 до 12ваг.%, залежно від загальної кількості каталізатора, активної маси, яка включає від 4 до 15ваг.% V_2O_5 , від 0 до 3ваг.% Sb_2O_3 , 0ваг.% Р, від 0,1 до 1ваг.% лугу (лужного металу) та як залишок TiO_2 у формі анатазу,

б2) наступний більш активний каталізатор на непористому та/або пористому носії містить від 7 до 12ваг.%, залежно від загальної кількості каталізатора, активної маси, яка включає від 5 до 15ваг.% V_2O_5 , від 0 до 3ваг.% Sb_2O_3 , 0ваг.% Р, від 0 до 0,4ваг.% лугу (лужного металу) та як залишок TiO_2 у формі анатазу,

с) та найактивніший каталізатор на непористому та/або пористому носії містить від 8 до 12ваг.%, залежно від загальної кількості каталізатора, активної маси, яка включає від 10 до 30ваг.% V_2O_5 , від 0 до 3ваг.% Sb_2O_3 , від 0 до 0,43ваг.% Р, від 0 до 0,1ваг.% лугу (лужного металу), а як залишок TiO_2 у формі анатазу,

причому як лужний метал переважно застосовують цезій.

Переважно застосовують від трьох до п'яти шарів.

Загалом каталізаторні шари, наприклад, а), б1, б2) та/або с), можуть також містити відповідно два або більше шарів. Ці проміжні шари містять переважно проміжні сполуки.

Замість відділених один від одного шарів різних каталізаторів може також відбуватися безперервне переміщення шарів та рівномірне підвищення активності, так що при переході від одного шару до іншого утворюється зона змішування таких послідовно розміщених каталізаторів.

Придатними каталізаторами є оксидні каталізатори на носії. Для одержання ангідриду фталевої кислоти окисненням у газовій фазі о-ксилолу або нафталіну або їх сумішей придатними є сферичні, кільцевидні або чашоподібні носії із силікату, карбїду кремнію, порцеляни, оксиду алюмінію, оксиду магнію, оксиду олова, рутилу, алюмосилікату, силікату магнію (стеатит), силікату цирконію, силікату церію або їх сумішей. Особливо цінними є так звані тарілчані каталізатори, в яких каталітично активна маса чашоподібно нанесена на носій. Як каталітично активний компонент застосовують переважно оксид ванадію (V). Крім того каталітично активна маса може у незначній кількості містити велику кількість інших оксидних сполук, які як промотори впливають на активність та селективність каталізатора, наприклад, знижуючи або підвищуючи його активність. Як промотори застосовують, наприклад, оксиди лужних металів, оксид талію (I), оксид алюмінію, цирконію, заліза, нікелю, кобальту, марганцю, олова, срібла, міді, хрому, молібдену, вольфраму, іридію, танталу, ніобію, миш'яку, стибію, церію та пентоксид фосфору. Оксиди лужних металів, наприклад, є промоторами, які знижують активність та підвищують селективність. Крім того каталітично активні маси можуть містити органічні зв'язувальні агенти, переважно співполімери, у формі водної дисперсії вінілацетат/вініллаурату, вінілацетат/акрилату, стирол/акрилату, вінілацетат/малеату, вінілацетат/етилену, а також гідроксиетилцелюлози, причому переважна кількість зв'язувальних агентів становить від 3 до 20ваг.%, залежно від вмісту твердої речовини у розчині компонентів активної маси [EP-A 744 214]. Переважні органічні зв'язувальні агенти описані, [наприклад, в DE-A 198 24 532]. Якщо каталітично активну масу наносять на носій без застосування зв'язувальних агентів, то переважні для нанесення температури покриття становлять понад 150°C. При застосуванні зазначених вище зв'язувальних агентів температури нанесення залежно від виду застосовуваного зв'язувального агента становлять

від 50 до 450°C [DE-A 21 06 796]. Нанесені зв'язувальні агенти згорають протягом короткого часу після завантаження каталізатора та запуску реактора. Крім того перевага у застосуванні зв'язувальних агентів полягає у тому, що активна маса дуже добре прилипає до носія, що значним чином полегшує транспортування та наповнення каталізатора.

Для здійснення реакції каталізатори розміщують шарами у трубці кожухотрубного реактора. Менш активний каталізатор у стаціонарному шарі розміщують так, що реакційний газ спочатку проходить через цей каталізатор і лише після цього через більш активний каталізатор у другому шарі. Наприкінці реакції реакційний газ проходить через найактивніший каталізаторний шар. Різні активні каталізатори можуть бути нагріті до однакових або різних температур.

Через приготовану таким чином засипку каталізатора пропускають реакційний газ при температурі від 300 до 450°C, переважно від 320 до 420°C і особливо переважно від 340 до 400°C та при надлишковому тиску від 0,1 до 2,5бар, переважно від 0,3 до 1,5бар при швидкості загальною від 750 до 5000 год⁻¹.

Реакційний газ (суміш вихідного газу), який подають у каталізатор, загальною одержують шляхом змішування газу, який містить молекулярний кисень, а також придатні інгібітори реакції, такі як азот, та/або розріджувач, такий як пара та/або діоксид вуглецю, та ароматичного вуглеводню, який підлягає окисленню. Вказаний вище газ загальною містить також від 1 до 100 мол.%, переважно від 2 до 50 мол.% та особливо переважно від 10 до 30 мол.% кисню, від 0 до 30 мол.%, переважно від 0 до 10 мол.% водяної пари, а також від 0 до 50 мол.%, переважно від 0 до 1 мол.% діоксиду вуглецю, а залишок до 100 мол.% - азот. Для одержання реакційного газу, що містить молекулярний кисень, загальною покривають ароматичним вуглеводнем, який підлягає окисленню, у кількості від 30 до 150г на кожний Нм³ газу, зокрема від 60 до 120г на кожний Нм³ газу.

Загальною перетворення здійснюють таким чином: у першій реакційній зоні перетворюють найбільшу кількість о-ксилолу та/або нафталіну, який входить до складу реакційного газу.

Температура гарячої точки верхнього шару становить переважно від 400 до 470°C, середнього або середніх шарів багатошарової каталізаторної системи - переважно нижче 420°C, зокрема нижче 410°C.

В разі необхідності, для одержання ангідриду фталевої кислоти може бути застосований ще один послідовно приєднаний завершальний реактор, який описаний, [наприклад, в DE-A 198 07 018 або DE-A 20 05 969 A]. Як такий застосовують каталізатор, активність якого є ще вищою, ніж активність останнього шару.

Ангідрид фталевої кислоти згідно з винаходом можна також одержувати при великих завантаженнях о-ксилолу та/або нафталіну та великому виході, одержуючи незначну

концентрацію побічних продуктів, зокрема незначну кількість АДКК та бензоіл-АФК.

Приклади:

A. Одержання каталізаторів

A. 1 Одержання каталізатора 1 (тришаровий каталізатор)

Верхній шар (a):

35,32г анатазу (TiO₂-1, визначена за методом БЕТ площа поверхні 9м²/г), 65,58г анатазу (TiO₂-2, визначена за методом БЕТ площа поверхні 20м²/г), 7,97г оксиду ванадію (V), 2,65 оксиду стибію, 0,45г карбонату цезію суспендують у 650мл деіонізованої води та перемішують протягом 18 годин для досягнення однорідного розподілу. Після цього до суспензії додають 50г органічного зв'язувального агенту, який складається із співполімеру вінілацетату та вініллаурату у формі 50ваг.%-ної водної дисперсії. Одержану суспензію розпиленням наносять на 1200г прес-вироби із стеатиту (силікат магнію) у формі кільця (7×7×4мм, зовнішній діаметр × довжина × внутрішній діаметр, 3Д×Д×ВД) та сушать. Вага нанесеної активної маси становить 8,0% загальної ваги готового каталізатора. Нанесена таким чином каталітично активна маса після кальцинації протягом 1 години при 450°C містить 7,12ваг.% V₂O₅, 2,37ваг.% Sb₂O₃, 0,33ваг.% Cs, 31,54ваг.% TiO₂-1 та 58,56ваг.% TiO₂-2.

Середній шар (b):

24,16г анатазу (TiO₂-1, визначена за методом БЕТ площа поверхні 9м²/г), 72,48г анатазу (TiO₂-2, визначена за методом БЕТ площа поверхні 20м²/г), 7,74г оксиду ванадію (V), 2,57 оксиду стибію, 0,13г карбонату цезію суспендують у 650мл деіонізованої води та перемішують протягом 18 годин для досягнення однорідного розподілу. Після цього до суспензії додають 60г органічного зв'язувального агенту, який складається із співполімеру вінілацетату та вініллаурату у формі 50ваг.%-ної водної дисперсії. Одержану суспензію розпиленням наносять на 1200г прес-вироби із стеатиту (силікат магнію) у формі кільця (7×7×4мм, зовнішній діаметр × довжина × внутрішній діаметр, 3Д×Д×ВД) та сушать. Вага нанесеної активної маси становить 10% загальної ваги готового каталізатора. Нанесена таким чином каталітично активна маса після кальцинації протягом 1 години при 450°C містить 7,12ваг.% V₂O₅, 2,37ваг.% Sb₂O₃, 0,10ваг.% Cs, 22,23ваг.% TiO₂-1 та 66,68ваг.% TiO₂-2.

Нижній шар (c):

22,07г анатазу (TiO₂-1, визначена за методом БЕТ площа поверхні 9м²/г), 88,28г анатазу (TiO₂-2, визначена за методом БЕТ площа поверхні 27м²/г), 28,07г оксиду ванадію (V), 1,93 гідрофосфату амонію суспендують у 650мл деіонізованої води та перемішують протягом 18 годин для досягнення однорідного розподілу. Після цього до суспензії додають 50г органічного зв'язувального агенту, який складається із співполімеру вінілацетату та вініллаурату у формі 50ваг.%-ної водної дисперсії. Одержану суспензію розпиленням наносять на 1200г прес-вироби із

стеатиту (силікат магнію) у формі кільця (7×7×4мм, зовнішній діаметр × довжина × внутрішній діаметр, 3Д×Д×ВД) та сушать. Вага нанесеної активної маси становить 10% загальної ваги готового каталізатора. Нанесена таким чином каталітично активна маса після кальцинації протягом 1 години при 450°C містить 20,0ваг.% V₂O₅, 0,37ваг.% Р, 15,73ваг.% TiO₂-1 та 62,90ваг.% TiO₂-2.

А.2. Одержання каталізатора 2 (чотиришаровий каталізатор)

Верхній шар (а):

29,27г анатазу (TiO₂-1, визначена за методом БЕТ площа поверхні 9м²/г), 69,80г анатазу (TiO₂-2, визначена за методом БЕТ площа поверхні 21м²/г), 7,83г оксиду ванадію (V), 2,61 оксиду стибію, 0,49г карбонату цезію суспендують у 650мл деіонізованої води та перемішують протягом 18 годин для досягнення однорідного розподілу. Після цього до суспензії додають 50г органічного зв'язувального агенту, який складається із співполімеру вінілацетату та вініллаурату у формі 50ваг.%-ної водної дисперсії. Одержану суспензію розпиленням наносять на 1200г прес-вироби із стеатиту (силікат магнію) у формі кільця (7×7×4мм, зовнішній діаметр × довжина × внутрішній діаметр, 3Д×Д×ВД) та сушать. Вага нанесеної активної маси становить 8,0% загальної ваги готового каталізатора. Нанесена таким чином каталітично активна маса після кальцинації протягом 1 години при 450°C містить 7,12ваг.% V₂O₅, 2,37ваг.% Sb₂O₃, 0,36ваг.% Cs, 27,20ваг.% TiO₂-1 та 63,46ваг.% TiO₂-2.

Середній шар 1 (b1):

24,61г анатазу (TiO₂-1, визначена за методом БЕТ площа поверхні 9м²/г), 74,46г анатазу (TiO₂-2, визначена за методом БЕТ площа поверхні 21м²/г), 7,82г оксиду ванадію (V), 2,60 оксиду стибію, 0,35г карбонату цезію суспендують у 650мл деіонізованої води та перемішують протягом 18 годин для досягнення однорідного розподілу. Після цього до суспензії додають 50г органічного зв'язувального агенту, який складається із співполімеру вінілацетату та вініллаурату у формі 50ваг.%-ної водної дисперсії. Одержану суспензію розпиленням наносять на 1200г прес-вироби із стеатиту (силікат магнію) у формі кільця (7×7×4мм, зовнішній діаметр × довжина × внутрішній діаметр, 3Д×Д×ВД) та сушать. Вага нанесеної активної маси становить 8% загальної ваги готового каталізатора. Нанесена таким чином каталітично активна маса після кальцинації протягом 1 години при 450°C містить 7,12ваг.% V₂O₅, 2,37ваг.% Sb₂O₃, 0,26ваг.% Cs, 22,60ваг.% TiO₂-1 та 67,79ваг.% TiO₂-2.

Середній шар 2 (b2):

24,82г анатазу (TiO₂-1, визначена за методом БЕТ площа поверхні 9м²/г), 74,46г анатазу (TiO₂-2, визначена за методом БЕТ площа поверхні 21м²/г), 7,82г оксиду ванадію (V), 2,60 оксиду стибію, 0,135г карбонату цезію суспендують у 650мл деіонізованої води та перемішують протягом 18 годин для досягнення однорідного розподілу. Після цього до суспензії додають 50г

органічного зв'язувального агенту, який складається із співполімеру вінілацетату та вініллаурату у формі 50ваг.%-ної водної дисперсії. Одержану суспензію розпиленням наносять на 1200г прес-вироби із стеатиту (силікат магнію) у формі кільця (7×7×4мм, зовнішній діаметр × довжина × внутрішній діаметр, 3Д×Д×ВД) та сушать. Вага нанесеної активної маси становить 8% загальної ваги готового каталізатора. Нанесена таким чином каталітично активна маса після кальцинації протягом 1 години при 450°C містить 7,12ваг.% V₂O₅, 2,37ваг.% Sb₂O₃, 0,10ваг.% Cs, 22,60ваг.% TiO₂-1 та 67,79ваг.% TiO₂-2.

Нижній шар (с):

17,23г анатазу (TiO₂-1, визначена за методом БЕТ площа поверхні 9м²/г), 69,09г анатазу (TiO₂-3, визначена за методом БЕТ площа поверхні 27м²/г), 21,97г оксиду ванадію (V), 1,44 гідрофосфату амонію суспендують у 650мл деіонізованої води та перемішують протягом 18 годин для досягнення однорідного розподілу. Після цього до суспензії додають 50г органічного зв'язувального агенту, який складається із співполімеру вінілацетату та вініллаурату у формі 50ваг.%-ної водної дисперсії. Одержану суспензію розпиленням наносять на 1200г прес-вироби із стеатиту (силікат магнію) у формі кільця (7×7×4мм, зовнішній діаметр × довжина × внутрішній діаметр, 3Д×Д×ВД) та сушать. Вага нанесеної активної маси становить 10% загальної ваги готового каталізатора. Нанесена таким чином каталітично активна маса після кальцинації протягом 1 години при 450°C містить 20,0ваг.% V₂O₅, 0,38ваг.% Р, 15,73ваг.% TiO₂-1 та 62,90ваг.% TiO₂-3.

А.3. Одержання каталізатора 3 (середній шар із вмістом Р тришаровий каталізатор, порівняльний приклад 1)

Верхній шар (а):

35,32г анатазу (TiO₂-1, визначена за методом БЕТ площа поверхні 9м²/г), 65,58г анатазу (TiO₂-2, визначена за методом БЕТ площа поверхні 20м²/г), 7,97г оксиду ванадію (V), 2,65 оксиду стибію, 0,45г карбонату цезію суспендують у 650мл деіонізованої води та перемішують протягом 18 годин для досягнення однорідного розподілу. Після цього до суспензії додають 50г органічного зв'язувального агенту, який складається із співполімеру вінілацетату та вініллаурату у формі 50ваг.%-ної водної дисперсії. Одержану суспензію розпиленням наносять на 1200г прес-вироби із стеатиту (силікат магнію) у формі кільця (7×7×4мм, 3Д×Д×ВД) та сушать. Вага нанесеної активної маси становить 8,0% загальної ваги готового каталізатора. Нанесена таким чином каталітично активна маса після кальцинації протягом 1 години при 450°C містить 7,12ваг.% V₂O₅, 2,37ваг.% Sb₂O₃, 0,33ваг.% Cs, 31,54ваг.% TiO₂-1 та 58,56ваг.% TiO₂-2.

Середній шар (b):

34,32г анатазу (TiO₂-1, визначена за методом БЕТ площа поверхні 9м²/г), 102,90г анатазу (TiO₂-2, визначена за методом БЕТ площа поверхні 20м²/г), 10,99г оксиду ванадію (V), 3,66 оксиду стибію, 2,30г гідрофосфату амонію та 0,19г

карбонату цезію суспендують у 650мл деіонізованої води та перемішують протягом 18 годин для досягнення однорідного розподілу. Після цього до суспензії додають 52г органічного зв'язувального агенту, який складається із співполімеру вінілацетату та вініллаурату у формі 50ваг.%-ної водної дисперсії. Одержану суспензію розпиленням наносять на 1200г прес-вироби із стеатиту (силікат магнію) у формі кільця (7×7×4мм, зовнішній діаметр × довжина × внутрішній діаметр, 3Д×Д×ВД) та сушать. Вага нанесеної активної маси становить 10% загальної ваги готового каталізатора. Нанесена таким чином каталітично активна маса після кальцинації протягом 1 години при 450°C містить 7,12ваг.% V_2O_5 , 2,37ваг.% Sb_2O_3 , 0,40ваг.% P, 0,10ваг.% Cs, 22,23ваг.% TiO_2 -1 та 66,68ваг.% TiO_2 -2.

Нижній шар (с):

22,07г анатазу (TiO_2 -1, визначена за методом BET площа поверхні 9м²/г), 88,28г анатазу (TiO_2 -3, визначена за методом BET площа поверхні 27м²/г), 28,07г оксиду ванадію (V), 1,93 гідрофосфату амонію суспендують у 650мл деіонізованої води та перемішують протягом 18 годин для досягнення однорідного розподілу. Після цього до суспензії додають 50г органічного зв'язувального агенту, який складається із співполімеру вінілацетату та вініллаурату у формі 50ваг.%-ної водної дисперсії. Одержану суспензію розпиленням наносять на 1200г прес-вироби із стеатиту (силікат магнію) у формі кільця (7×7×4мм, зовнішній діаметр × довжина × внутрішній діаметр, 3Д×Д×ВД) та сушать. Вага нанесеної активної маси становить 10% загальної ваги готового каталізатора. Нанесена таким чином каталітично активна маса після кальцинації протягом 1 години при 450°C містить 20,0ваг.% V_2O_5 , 0,37ваг.% P, 15,73ваг.% TiO_2 -1 та 62,90ваг.% TiO_2 -3.

А.4. Одержання каталізатора 4 (верхній та середній шар із вмістом Р - тришаровий каталізатор, порівняльний приклад 1)

Верхній шар (а):

35,32г анатазу (TiO_2 -1, визначена за методом BET площа поверхні 9м²/г), 67,96г анатазу (TiO_2 -2, визначена за методом BET площа поверхні 20м²/г), 8,26г оксиду ванадію (V), 2,75 оксиду стибію, 1, 29г гідрофосфату амонію, 0,47г карбонату цезію суспендують у 650мл деіонізованої води та перемішують протягом 18 годин для досягнення однорідного розподілу. Після цього до суспензії додають 50г органічного зв'язувального агенту, який складається із співполімеру вінілацетату та вініллаурату у формі 50ваг.%-ної водної дисперсії. Одержану суспензію розпиленням наносять на 1200г прес-вироби із стеатиту (силікат магнію) у формі кільця (7×7×4мм, зовнішній діаметр × довжина × внутрішній діаметр, 3Д×Д×ВД) та сушать. Вага нанесеної активної маси становить 8,0% загальної ваги готового каталізатора. Нанесена таким чином каталітично активна маса після кальцинації протягом 1 години при 450°C містить 7,12ваг.% V_2O_5 , 2,37ваг.% Sb_2O_3 , 0,30ваг.% P, 0,33ваг.% Cs, 31,54ваг.% TiO_2 -1 та 58,56ваг.% TiO_2 -2.

Середній шар (b):

34,32г анатазу (TiO_2 -1, визначена за методом BET площа поверхні 9м²/г), 102,90г анатазу (TiO_2 -2, визначена за методом BET площа поверхні 20м²/г), 10,99г оксиду ванадію (V), 3,66 оксиду стибію, 2,30г гідрофосфату амонію та 0,19г карбонату цезію суспендують у 650мл деіонізованої води та перемішують протягом 18 годин для досягнення однорідного розподілу. Після цього до суспензії додають 52г органічного зв'язувального агенту, який складається із співполімеру вінілацетату та вініллаурату у формі 50ваг.%-ної водної дисперсії. Одержану суспензію розпиленням наносять на 1200г прес-вироби із стеатиту (силікат магнію) у формі кільця (7×7×4мм, зовнішній діаметр × довжина × внутрішній діаметр, 3Д×Д×ВД) та сушать. Вага нанесеної активної маси становить 10% загальної ваги готового каталізатора. Нанесена таким чином каталітично активна маса після кальцинації протягом 1 години при 450°C містить 7,12ваг.% V_2O_5 , 2,37ваг.% Sb_2O_3 , 0,40ваг.% P, 0,10ваг.% Cs, 22,23ваг.% TiO_2 -1 та 66,68ваг.% TiO_2 -2.

Нижній шар (с):

22,07г анатазу (TiO_2 -1, визначена за методом BET площа поверхні 9м²/г), 88,28г анатазу (TiO_2 -3, визначена за методом BET площа поверхні 27м²/г), 28,07г оксиду ванадію (V), 1,93 гідрофосфату амонію суспендують у 650мл деіонізованої води та перемішують протягом 18 годин для досягнення однорідного розподілу. Після цього до суспензії додають 50г органічного зв'язувального агенту, який складається із співполімеру вінілацетату та вініллаурату у формі 50ваг.%-ної водної дисперсії. Одержану суспензію розпиленням наносять на 1200г прес-вироби із стеатиту (силікат магнію) у формі кільця (7×7×4мм, зовнішній діаметр × довжина × внутрішній діаметр, 3Д×Д×ВД) та сушать. Вага нанесеної активної маси становить 10% загальної ваги готового каталізатора. Нанесена таким чином каталітично активна маса після кальцинації протягом 1 години при 450°C містить 20,0ваг.% V_2O_5 , 0,37ваг.% P, 15,73ваг.% TiO_2 -1 та 62,90ваг.% TiO_2 -3.

А.5. Одержання каталізатора 5 (7,12ваг.% V_2O_5 в шарі (с), V_2O_5 /P=19,2 тришаровий каталізатор порівняльний приклад 3)

Верхній шар (а):

35,32г анатазу (TiO_2 -1, визначена за методом BET площа поверхні 9м²/г), 65,58г анатазу (TiO_2 -2, визначена за методом BET площа поверхні 20м²/г), 7,97г оксиду ванадію (V), 2,65 оксиду стибію, 0,45г карбонату цезію суспендують у 650мл деіонізованої води та перемішують протягом 18 годин для досягнення однорідного розподілу. Після цього до суспензії додають 50г органічного зв'язувального агенту, який складається із співполімеру вінілацетату та вініллаурату у формі 50ваг.%-ної водної дисперсії. Одержану суспензію розпиленням наносять на 1200г прес-вироби із стеатиту (силікат магнію) у формі кільця (7×7×4мм, зовнішній діаметр × довжина × внутрішній діаметр, 3Д×Д×ВД) та сушать. Вага нанесеної активної маси становить 8,0% загальної ваги готового каталізатора. Нанесена таким чином каталітично активна маса

після кальцинації протягом 1 години при 450°C містить 7,12ваг.% V_2O_5 , 2,37ваг.% Sb_2O_3 , 0,33ваг.% Cs, 31,54ваг.% TiO_2 -1 та 58,56ваг.% TiO_2 -2.

Середній шар (b):

24,16г анатазу (TiO_2 -1, визначена за методом БЕТ площа поверхні $9m^2/g$), 72,48г анатазу (TiO_2 -2, площа поверхні за БЕТ $20m^2/g$), 7,74г оксиду ванадію (V), 2,57 оксиду стибію, 0,13г карбонату цезію суспендують у 650мл деіонізованої води та перемішують протягом 18 годин для досягнення однорідного розподілу. Після цього до суспензії додають 60г органічного зв'язувального агенту, який складається із співполімеру вінілацетату та вініллаурату у формі 50ваг.%-ної водної дисперсії. Суспензію розпиленням наносять на 1200г прес-вироби із стеатиту (силікат магнію) у формі кільця (7×7×4мм, 3Д×Д×ВД) та сушать. Вага нанесеної активної маси становить 10% загальної ваги готового каталізатора. Нанесена таким чином активна маса після кальцинації протягом 1 години при 450°C містить 7,12ваг.% V_2O_5 , 2,37ваг.% Sb_2O_3 , 0,10ваг.% Cs, 22,23ваг.% TiO_2 -1 та 66,68ваг.% TiO_2 -2.

Нижній шар (c):

40,15г анатазу (TiO_2 -1, визначена за методом БЕТ площа поверхні $9m^2/g$), 88,28г анатазу (TiO_2 -3, визначена за методом БЕТ площа поверхні $27m^2/g$), 9,99г оксиду ванадію (V), 1,93 гідрофосфату амонію суспендують у 650мл деіонізованої води та перемішують протягом 18 годин для досягнення однорідного розподілу. Після цього до суспензії додають 50г органічного зв'язувального агенту, який складається із співполімеру вінілацетату та вініллаурату у формі 50ваг.%-ної водної дисперсії. Одержану суспензію розпиленням наносять на 1200г прес-вироби із стеатиту (силікат магнію) у формі кільця (7×7×4мм, зовнішній діаметр × довжина × внутрішній діаметр, 3Д×Д×ВД) та сушать. Вага нанесеної активної маси становить 10% загальної ваги готового каталізатора. Нанесена таким чином каталітично активна маса після кальцинації протягом 1 години при 450°C містить 7,12ваг.% V_2O_5 , 0,37ваг.% P, 15,73ваг.% TiO_2 -1 та 62,90ваг.% TiO_2 -3.

A.6 Одержання каталізатора 6(11,5ваг.% V_2O_5 в шарі (c), $V_2O_5/P=31,1$ тришаровий каталізатор порівняльний приклад 4)

Верхній шар (a):

35,32г анатазу (TiO_2 -1, визначена за методом БЕТ площа поверхні $9m^2/g$), 65,58г анатазу (TiO_2 -2, визначена за методом БЕТ площа поверхні $20m^2/g$), 7,97г оксиду ванадію (V), 2,65 оксиду стибію, 0,45г карбонату цезію суспендують у 650мл деіонізованої води та перемішують протягом 18 годин для досягнення однорідного розподілу. Після цього до суспензії додають 50г органічного зв'язувального агенту, який складається із співполімеру вінілацетату та вініллаурату у формі 50ваг.%-ної водної дисперсії. Одержану суспензію розпиленням наносять на 1200г прес-вироби із стеатиту (силікат магнію) у формі кільця (7×7×4мм, зовнішній діаметр×довжина×внутрішній діаметр, 3Д×Д×ВД) та сушать. Вага нанесеної активної маси

становить 8,0% загальної ваги готового каталізатора. Нанесена таким чином каталітично активна маса після кальцинації протягом 1 години при 450°C містить 7,12ваг.% V_2O_5 , 2,37ваг.% Sb_2O_3 , 0,33ваг.% Cs, 31,54ваг.% TiO_2 -1 та 58,56ваг.% TiO_2 -2.

Середній шар (b):

24,16г анатазу (TiO_2 -1, визначена за методом БЕТ площа поверхні $9m^2/g$), 72,48г анатазу (TiO_2 -2, визначена за методом БЕТ площа поверхні $20m^2/g$), 7,74г оксиду ванадію (V), 2,57 оксиду стибію, 0,13г карбонату цезію суспендують у 650мл деіонізованої води та перемішують протягом 18 годин для досягнення однорідного розподілу. Після цього до суспензії додають 60г органічного зв'язувального агенту, який складається із співполімеру вінілацетату та вініллаурату у формі 50ваг.%-ної водної дисперсії. Одержану суспензію розпиленням наносять на 1200г прес-вироби із стеатиту (силікат магнію) у формі кільця (7×7×4мм, зовнішній діаметр×довжина×внутрішній діаметр, 3Д×Д×ВД) та сушать. Вага нанесеної активної маси становить 10% загальної ваги готового каталізатора. Нанесена таким чином каталітично активна маса після кальцинації протягом 1 години при 450°C містить 7,12ваг.% V_2O_5 , 2,37ваг.% Sb_2O_3 , 0,10ваг.% Cs, 22,23ваг.% TiO_2 -1 та 66,68ваг.% TiO_2 -2.

Нижній шар (c):

34,00г анатазу (TiO_2 -1, визначена за методом БЕТ площа поверхні $9m^2/g$), 88,28г анатазу (TiO_2 -3, визначена за методом БЕТ площа поверхні $27m^2/g$), 16,14г оксиду ванадію (V), 1,93 гідрофосфату амонію суспендують у 650мл деіонізованої води та перемішують протягом 18 годин для досягнення однорідного розподілу. Після цього до суспензії додають 50г органічного зв'язувального агенту, який складається із співполімеру вінілацетату та вініллаурату у формі 50ваг.%-ної водної дисперсії. Одержану суспензію розпиленням наносять на 1200г прес-вироби із стеатиту (силікат магнію) у формі кільця (7×7×4мм, зовнішній діаметр×довжина×внутрішній діаметр, 3Д×Д×ВД) та сушать. Вага нанесеної активної маси становить 10% загальної ваги готового каталізатора. Нанесена таким чином каталітично активна маса після кальцинації протягом 1 години при 450°C містить 11,50ваг.% V_2O_5 , 0,37ваг.% P, 15,73ваг.% TiO_2 -1 та 62,90ваг.% TiO_2 -3.

Окислення о-ксилолу до одержання АФК

B.1 Тришаровий каталізатор

Знизу вверх у залізну трубку довжиною 3,85м, умовний прохід якої становить 25мм, завантажують відповідно 0,70м каталізатора нижнього шару (c), 0,60м каталізатора середнього шару (b) та 1,50м каталізатора верхнього шару (a). Для регулювання температури трубку оточують розплавом солі, 2мм термогільза служить із вбудованою витяжкою служить для вимірювання температури каталізатора. Через трубку кожну годину пропускають $4,0Nm^3$ повітря з о-ксилолом (принаймні 98,5% чистоти) від 0 до $100g/Nm^3$. Через 10-14 днів подачу о-ксилолу припиняють, а в каталізаторі протягом 72 годин встановлюють такі

умови: температура сольової бані (ТСБ) 410°C, повітря 2Нм³/год. При цьому при 60-100г о-ксилолу на Нм³ одержують вказані в таблицях 1 та 2 результати ("АФК-вихід" означає масові частини ангідриду фталевої кислоти на 100мас. частин о-ксилолу).

В.2 Чотиришаровий каталізатор

Знизу вверх у залізну трубку довжиною 3,85м, умовний прохід якої становить 25мм, завантажують відповідно 0,70м каталізатора нижнього шару (с), 0,70м каталізатора середнього шару 1 (b1), 0,70м каталізатора середнього шару 2 (b2) та 0,50м каталізатора верхнього шару (а). Дослідження здійснюють, яке описано у прикладі В.1

Результати дослідження наведені в таблиці 1 та 2.

Використовують такі скорочення:

ТГТ температура гарячої точки

ВШ верхній шар

СШ середній шар

НШ нижній шар

ГВР газ на виході реакції

ТСБ температура сольової бані

ФД фталід

АФК ангідрид фталевої кислоти

бензоїл-АФК ангідрид 4-бензоїлфталевої

кислоти

ААДК ангідрид антахінондикарбонової кислоти

Середній шар 1	не містить Р	не містить Р
Середній шар 2	не містить Р	не містить Р
Нижній шар: останнє положення	20ваг.% V ₂ O ₅ 0,37ваг.% Р V ₂ O ₅ /P=54,1	20ваг.% V ₂ O ₅ 0,37ваг.% Р V ₂ O ₅ /P=54,1
Завантаження [г/Нм ³]	100	100
ТСБ [°C]	358	360
Термін експлітації [д]	39	52
ТГТ-ВШ [°C]	446	440
ТГТ-СШ [°C]	429	432
Середній АФК-вихід [моль/моль%]	112,5	113
ААДК [м.ч.]	69	45
бензоїл-АФК [м.ч.]	15	12
о-ксилол [ваг.%]	0,015	0,00
ФД [ваг.%]	0,060	0,02

Склад каталізатора (%=ваг.%)

Каталізатор 1

Каталізатор	Верхній шар	Середній шар
Активна маса [%]	8	10
TiO ₂ -1,9м ² /г [%]	31,54	22,2
TiO ₂ -2, 20м ² /г [%]	58,56	66,6
TiO ₂ -3, 27м ² /г [%]	-	-
V ₂ O ₅ [%]	7,12	7,1
Sb ₂ O ₃ [%]	2,37	2,3
Cs [%]	0,33	0,1
P [%]	-	-

Таблиця 1

Каталізатор 2

Одержання АФК при завантаженні 60-80г

о-ксилолу на Нм³ в присутності

Каталізатор	1	3	Каталізатор 4 - порівняльний приклад	Верхній шар	Середній шар 1
Тришаровий каталізатор	Згідно з винаходом	Порівняльний приклад 1	Порівняльний приклад 2	Порівняльний приклад 3	Порівняльний приклад 4
Верхній шар	не містить Р	не містить Р	не містить Р	не містить Р	не містить Р
Середній шар	не містить Р	не містить Р	не містить Р	не містить Р	не містить Р
Нижній шар: останнє положення	20ваг.% V ₂ O ₅ 0,37ваг.% Р V ₂ O ₅ /P=54,1	20ваг.% V ₂ O ₅ 0,37ваг.% Р V ₂ O ₅ /P=54,1	20ваг.% V ₂ O ₅ 0,37ваг.% Р V ₂ O ₅ /P=54,1	20ваг.% V ₂ O ₅ 0,37ваг.% Р V ₂ O ₅ /P=19,2	20ваг.% V ₂ O ₅ 0,37ваг.% Р V ₂ O ₅ /P=19,2
Завантаження [г/Нм ³]	80	60	58	70	70
ТСБ [°C]	360	375	375	362	362
Термін експлітації [д]	60	29	16	36	36
ТГТ-ВШ [°C]	426	433	447	447	447
ТГТ-СШ [°C]	397	416	419	395	395
Середній АФК-вихід [моль/моль%]	113,0	111,5	110,5	59,56	59,56
ААДК [м.ч.]	67	180	325	107	107
бензоїл-АФК [м.ч.]	13	26	27	14	14
о-ксилол [ваг.%]	0,004	0,012	0,010	0,011	0,011
ФД [ваг.%]	0,030	0,050	0,060	0,068	0,068

Таблиця 2

Каталізатор 4 - порівняльний приклад

Одержання АФК при завантаженні 70-100г

о-ксилолу на Нм³ в присутності

Каталізатор	1	3	Каталізатор 4 - порівняльний приклад	Верхній шар	Середній шар
3- та 4-шаровий каталізатор	Згідно з винаходом	Порівняльний приклад 4	Порівняльний приклад 4	Порівняльний приклад 4	Порівняльний приклад 4
Верхній шар	не містить Р	не містить Р	не містить Р	не містить Р	не містить Р
Середній шар	не містить Р	не містить Р	не містить Р	не містить Р	не містить Р
Нижній шар: останнє положення	20ваг.% V ₂ O ₅ 0,37ваг.% Р V ₂ O ₅ /P=54,1	20ваг.% V ₂ O ₅ 0,37ваг.% Р V ₂ O ₅ /P=54,1	20ваг.% V ₂ O ₅ 0,37ваг.% Р V ₂ O ₅ /P=54,1	20ваг.% V ₂ O ₅ 0,37ваг.% Р V ₂ O ₅ /P=19,2	20ваг.% V ₂ O ₅ 0,37ваг.% Р V ₂ O ₅ /P=19,2
Завантаження [г/Нм ³]	80	60	58	70	70
ТСБ [°C]	360	375	375	362	362
Термін експлітації [д]	60	29	16	36	36
ТГТ-ВШ [°C]	426	433	447	447	447
ТГТ-СШ [°C]	397	416	419	395	395
Середній АФК-вихід [моль/моль%]	113,0	111,5	110,5	59,56	59,56
ААДК [м.ч.]	67	180	325	107	107
бензоїл-АФК [м.ч.]	13	26	27	14	14
о-ксилол [ваг.%]	0,004	0,012	0,010	0,011	0,011
ФД [ваг.%]	0,030	0,050	0,060	0,068	0,068

Cs [%]	0,33	0,10	-
P [%]	0,30	0,40	0,37

Каталізатор 5 - порівняльний приклад

Каталізатор	Верхній шар	Середній шар	Нижній шар
Активна маса [%]	8	10	10
TiO ₂ -1,9м ² /г [%]	31,54	22,23	15,73
TiO ₂ -2,20м ² /г [%]	58,56	66,68	-
TiO ₂ -3,27м ² /г [%]	-	-	62,90
V ₂ O ₅ [%]	7,12	7,12	7,12
Sb ₂ O ₃ [%]	2,37	2,37	-
Cs [%]	0,33	0,10	-
P [%]	-	-	0,37

Каталізатор 6 - порівняльний приклад

Каталізатор	Верхній шар	Середній шар	Нижній шар
Активна маса [%]	8	10	10
TiO ₂ -1,9м ² /г [%]	31,54	22,23	15,73
TiO ₂ -2,20м ² /г [%]	58,56	66,68	-
TiO ₂ -3,27м ² /г [%]	-	-	62,90
V ₂ O ₅ [%]	7,12	7,12	11,50
Sb ₂ O ₃ [%]	2,37	2,37	-
Cs [%]	0,33	0,10	-
P [%]	-	-	0,37