

Изобретение относится к способам регенерации катализаторов, в частности, к регенерации кобальтсодержащего катализатора гидрирования адиподинитрила и может быть использовано в химической промышленности.

Известен способ извлечения кобальта из отработанного катализатора гидрирования адиподинитрила, включающий растворение отработанного катализатора в азотной кислоте при 80-85°C, фильтрацию осадка и отделение раствора.

В известном способе от 6 до 36% кобальта теряется со шламом.

Недостатком известного способа является значительные потери кобальта со шламом.

Это объясняется тем, что кобальт в отработанном катализаторе находится в виде соединений различной валентности и, в том числе, в виде соединений трехвалентного кобальта, которые недостаточно растворимы в условиях известного способа.

В основу изобретения поставлена задача создания способа извлечения кобальта из отработанного катализатора гидрирования адиподинитрила путем введения нового действия, а также новых условий проведения этого действия, в частности использования новых реагентов, временных и других условий, обеспечить максимальную растворимость трехвалентного кобальта, содержащегося в отработанном катализаторе и, таким образом, снизить его потери со шламом.

Эта задача решается благодаря тому, что в известный способ, включающий растворение отработанного катализатора в азотной кислоте при 80-85°C, фильтрацию осадка и отделение раствора, согласно предлагаемому изобретению после растворения в азотной кислоте в раствор вводят пергидроль или формалин, или муравьиную кислоту, или щавелевую кислоту при pH 0,5-1,5 с последующим нагревом раствора до 80-85°C и выдержкой при этой температуре в течение 0,5-1,0 часа.

При таком проведении процесса в результате введения пергидроля или формалина, или муравьиной кислоты, или щавелевой кислоты, содержащийся в отработанном катализаторе нерастворимый трехвалентный кобальт переходит в растворимое в кислотах двухвалентное состояние, что позволяет в 10-15 раз снизить потери кобальта со шламом.

Способ извлечения кобальта из отработанного катализатора гидрирования адиподинитрила иллюстрируется нижеприведенными примерами с использованием отработанного катализатора состава, % мас.:

- сумма соединений кобальта	72-82
- сумма соединений марганца	2,7-2,4
- фосфорная кислота	2,7-3,1
- окись натрия	0,17-0,3
- окись железа	0,005-0,24
- ионы хлора	0,01

Пример 1.

В аппарат с мешалкой, снабженной обратным холодильником и загрузочной воронкой, заливают 1500л деминерализованной воды. Через загрузочную воронку при непрерывном перемешивании загружают 700кг отработанного катализатора H2-90. Смесь подогревают острым паром до 80°C и медленно в течение одного часа приливают 56%-ную азотную кислоту. Размешивание продолжают до снижения массовой доли азотной кислоты в реакционной смеси до 0,5%.

После полного растворения осадка раствор медленно нагревают при перемешивании до 80°C и выдерживают при этой температуре 0,5 часа для разложения избытка перекиси водорода.

После окончания растворения отработанного катализатора добавляют 5кг металлического порошка кобальта для осаждения из раствора железа попавшего в отработанный катализатор при выгрузке из колонны в цехе производства соли АГ.

После завершения реакции добавляют 50кг отработанного катализатора Д-11-90 в качестве фильтрующего средства, смесь перемешивают, фильтруют. Осадок промывают деминерализованной водой и выгружают.

Фильтрат направляют на приготовление свежего катализатора.

Остаточное содержание кобальта в шламе составляет 0,05%.

Пример 2.

Способ проводят аналогично примеру 1. Только введение пергидроля или формалина, или муравьиной кислоты, или щавелевой кислоты проводят до pH 1,5, нагрев раствора ведут до температуры 85°C с выдержкой при этой температуре 1 час.

Остаточное содержание кобальта в шламе - 0,072%.

Пример 3.

Способ проводят аналогично примеру 1. В раствор вводят формалин в количестве 40л, pH раствора - 0,5, нагрев раствора осуществляют до 82°C с выдержкой при этой температуре 0,5 часа.

Содержание кобальта в шламе - 0,15%.

Пример 4.

Способ проводят аналогично примерам 1, 3. pH раствора - 1,5, нагрев раствора проводят до 85°C, выдержка при этой температуре составляет 1 час.

Пример 5.

Способ проводят аналогично примеру 1. В раствор вводят 100%-ную муравьиную кислоту в количестве 26л. pH раствора - 0,5, нагрев ведут до 82°C с выдержкой при этой температуре 0,5 часа.

Содержание кобальта в шламе - 0,24%.

Пример 6.

Способ проводят аналогично примерам 1, 5, pH раствора - 1,5, нагрев раствора ведут до 85°C, выдержка при этой температуре - 1,0 час.

Содержанием кобальта в шламе - 0,28%.

Пример 7.

Способ проводят аналогично примеру 1. В раствор вводят безводную щавелевую кислоту в количестве 85кг. pH раствора - 0,5, нагрев раствора ведут до 82°C с выдержкой при этой температуре 0,5 часа.

Содержание кобальта в шламе - 0,19%.

Пример 8.

Способ проводят аналогично примерам 1, 7, pH раствора - 1,5, нагрев ведут до 85 С, выдержка - 1 час. Содержание кобальта в шламе - 0,22%.

В таблице приведены сравнительные показатели предложенного и известного способов.

Показатели	1	2	3	4	5	6	7	8	прототип
а) перекись водорода	1100	1700	—	—	—	—	—	—	—
б) формалин	—	—	40	40	—	—	—	—	—
в) муравьиная к-та	—	—	—	—	36	36	—	—	—
г) щавелевая к-та	—	—	—	—	—	—	85	85	—
д) металлический Со	—	—	—	—	—	—	—	—	1,15
pH раствора н/б	0,5	1,5	0,5	1,5	0,5	1,5	0,5	1,5	избыток кислоты
Нагрев р-ра, °С	80	85	82	85	82	85	82	85	—
Выдержка, час	0,5	1,0	0,5	1,0	0,5	1,0	0,5	1,0	—
Содержание Со в %	0,05	0,072	0,15	0,17	0,24	0,28	0,19	0,22	2,2