

В. А. Васильев, Д. В. Вафин, К. Ю. Парашук,
Э. А. Каралин

СОДЕРЖАНИЕ КАЛЬЦИЯ, КАЛИЯ И НАТРИЯ В ПРОМЫШЛЕННЫХ ОБРАЗЦАХ АЛЮМООКСИДНЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ ДЕГИДРАТАЦИИ 1-ФЕНИЛЭТАНОЛА

Ключевые слова: оксид алюминия, натрий, калий, кальций.

Разработана методика количественного определения калия, кальция и натрия, локализованных на поверхности алюмооксидных катализаторов газофазной дегидратации 1-фенилэтанола.

Key words: alumina, sodium, potassium, calcium.

The technique of quantitative determination of sodium, potassium and calcium localized on the surface of alumina catalysts of 1-phenylethanol dehydration in vapor-phase is developed.

Известно, что концентрация натрия на поверхности алюмооксидных катализаторов коррелирует с их дегидратирующей активностью по отношению к спиртам, в том числе 1-фенилэтанолу [1, 2, 3, 4]. Отметим, что натрий является единственным из щелочных и щелочноземельных металлов, содержание которого регламентируется нормативными документами отечественных и зарубежных производителей оксидов алюминия (ГОСТ 8136-85; ТУ 6-68-146-02; [5]).

Однако, проведенный нами качественный анализ наружной поверхности промышленных катализаторов дегидратации 1-фенилэтанола (1-ФЭТ) методом РФА (рентгено-флуоресцентный анализ)

показал наличие калия и кальция, которые, как и натрий, являются каталитическими ядами для твердых кислот [6].

Ранее нами методом прямой потенциометрии определена концентрация натрия на поверхности отечественных алюмооксидных катализаторов дегидратации 1-ФЭТ марок АОА и АОК, для первого эта величина составляет $(4,4 \pm 0,7)$, для второго $(31,5 \pm 1,9)$ мкмоль/г [2]. В рамках данной работы для количественного определения калия, кальция и натрия на активной поверхности катализаторов использован метод пламенной фотометрии. Полученные результаты сведены в табл. 1.

Таблица 1 - Содержание катионов на поверхности катализаторов

Объект анализа	Катион	Поверхностная концентрация, мкмоль/г*	S
АОК	Na ⁺	$38,5 \pm 3,3$ (n = 7)**	3,5
	K ⁺	$4,30 \pm 0,17$ (n = 3)	0,07
	Ca ²⁺	$2,3 \pm 0,5$ (n = 3)	0,2
АОА	Na ⁺	$4,4 \pm 0,2$ (n = 7)	0,26
	K ⁺	$0,126 \pm 0,003$ (n = 3)	0,001
	Ca ²⁺	$3,1 \pm 0,9$ (n = 3)	0,4

Примечание: (*) - без учета влагосодержания, составляющего для катализатора АОА 7,5 % - мас.; катализатора АОК 7,0 % -мас.; (**) – здесь и далее параллельные пробы из одной партии катализатора.

Как видно из приведенных в табл.1 данных, количество калия и кальция на поверхности катализаторов достаточно велико - суммарное содержание этих катионов для катализатора АОК составляет порядка 20 %, а в случае катализатора АОА превышает 70 % от концентрации натрия.

Исходя из высокого содержания калия и кальция в исходных катализаторах дегидратации, полагаем, что потребителю (ОАО «НКНХ») целесообразно поставить перед производителями катализаторов вопрос о внесении в нормативные документы показателей, отражающих содержание этих элементов.

Экспериментальная часть

Многоканальный низкотемпературный пламенный фотометр BWB – XP (производство BWB Technologies, UK); воздух + пропан-бутан, одноэлементная калибровка.

Основные характеристики катализаторов АОА и АОК приведены в работах [2, 7].

Десорбция катионов с поверхности катализаторов промышленной грануляции осуществлялась при комнатной температуре в 0,01 М растворе HCl, время экспозиции образца катализатора в растворе 24 – 72 часа. Непосредственно перед измерением в каждую анализируемую пробу добавлялось 0,025 мл 1,0 %-го водного раствора неионогенного ПАВ Bridge 35. Для приготовления и хранения всех растворов использовались: деионизированная вода (18,2 МОм·см), полученная с помощью системы очистки воды PURELAB (ELGA LabWater, UK), и полипропиленовые колбы с резьбовыми крышками (VITLAB GmbH).

Рентгенофлуоресцентный анализ катализаторов выполнен под руководством про-

фессора Р.А. Юсупова на кафедре аналитической химии, сертификации и менеджмента качества ФГБОУ ВПО «КНИТУ».

Литература

1. *И.В. Солдатов, Э.А. Каралин, Д.В. Ксенофонтов, Х.Э. Харлампиди* // Вестник Казанского технологического университета. – 2009. – № 1. – С. 19–22.
2. *А.Г. Абрамов, А.И. Мухаметханов, В.А. Васильев, Э.А. Каралин* // Вестник Казанского технологического университета. – 2010. – № 9. – С. 139–143.
3. *А.А. Ламберов*. Автореф. дис... докт. техн. наук / Казань, 1999. – 34 с.
4. *S. Srinivasan, C.R. Narayanan, A. Biaglow, R. Gorte, A.K. Datye* // Appl. Catal. A: General. – 1995. – Vol. 132. – P. 271.
5. Axens IFP Group Technologies // Режим доступа: <http://www.axens.net/>, свободный.
6. *G. Vivekanandan, V. Krishnasamy* // Hungarian Journal of Industrial Chemistry. - 1995.- Vol. 23. - P. 21.
7. *В. А. Васильев, Э. А. Каралин, А. Г. Абрамов, Д. В. Ксенофонтов, Х. Э. Харлампиди* // Вестник Казанского технологического университета. – 2011. – № 13. – С. 73–76.

© **В. А. Васильев** – асп. каф. общей химической технологии КНИТУ; **Д. В. Вафин** – зам. нач. цеха ОАО «Нижнекамскнефтехим»; **К. Ю. Парашук** – студ. КНИТУ; **Э. А. Каралин** – д-р. техн. наук, проф. каф. общей химической технологии КНИТУ, karalin@kstu.ru.