



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

223648

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 04 01 82
(21) (PV 35-82)

(40) Zveřejněno 28 01 83

(45) Vydáno 15 03 86

(51) Int. Cl.⁵
B 01 J 31/02
//C 07 C 127/01

(75)
Autor vynálezu

NIKL STANISLAV ing., ÚSTÍ nad Labem, SVOBODA LUBOMÍR ing.,
PRAHA, LANG JAROSLAV, DĚČÍN

(54) Způsob přípravy kyselého katalyzátoru na bázi dusičnanu močoviny

1

2

Katalyzátory na bázi dusičnanu močoviny se používají pro vytvrzování umělých pryskyřic, rezolů na bázi furfurylalkoholu, furalfenolových kondenzátů a podobně na termosety s výbornou chemickou odolností.

Cílem vynálezu je bezpečný postup výroby tohoto katalyzátoru, který není citlivý na přesnost dávkování a reakční teplotu.

Tohoto cíle se podle vynálezu dosahuje postupem, při kterém se směs močoviny a inertního sypkého materiálu zkrápí při teplotě do 60 °C 40- až 90% kyselinou dusičnou a směs se nechá 0,5 až 24 hodin reagovat. Je výhodné, jestliže se při tom vzniklou reakční směsí prohání inertní plyn.

Vynález se týká způsobu přípravy kyselého katalyzátoru na bázi dusičnanu močoviny.

Katalyzátory s obsahem kyselých látek jsou používány pro vytvrzování umělých pryskyřic, resolů na bázi furfurylalkoholu, fural-fenolových kondenzátů a podobně na termosety s velmi dobrou chemickou odolností. Vytvrzené pryskyřice jsou aplikovány ve formě tmelů nebo nátěrů pro ochranu stěn nádrží s chemickými látkami, úpravu podlahovin v exponovaných prostorách; tmely jsou používány pro spárování kameninových obkladů nebo pro výrobu chemicky odolného potrubí a armatur. Jako katalyzátory jsou používány toluensulfochlorid, aromatické sulfokyseliny, sloučeniny aromatických sulfokyselin s močovinou, anorganické kyseliny atd. Zvláště postavení mezi katalyzátory zaujímá dusičnan močoviny, který je krystalickou pevnou nehygroskopickou a nespékavou látkou, takže jej lze dobře míchat s výplní. Jako výplň je aplikován křemenný písek, živcový úlet, grafit atd. Dusičnan močoviny dodává zpracovávaným vytvrzovaným směsím velmi dobré aplikační vlastnosti a umožňuje zpracování tmelů i při nízkých teplotách, přičemž je zachována příhodná doba zpracování směsi a dosahováno velmi dobrých pevností. Samotný dusičnan močoviny je však výbušninou, používanou při některých aplikacích jako průmyslová trhavina. Pokud je tedy připravován tak, že je nejprve reakcí mezi kyselinou dusičnou a močovinou ve vodném roztoku připraven dusičnan močoviny, krystalován, separován, sušen a míchán s výplní na koncentrát, je manipulace se samotným a zejména se suchým dusičnanem močoviny poměrně riskantní a vyžaduje nákladné zabezpečení provozů a pracovníků, aby nedocházelo k výbuchům. Z uvedených důvodů je nyní dusičnan močoviny připravován přímo na sypkém nosiči postupným přidáváním koncentrované kyseliny dusičné minimálně 90 % ke směsi močoviny a písku za neustálého mísení a regulace teploty během reakce. Při tomto uspořádání je řídicím dějem rychlosti přípravy přestup tepla. Z počátku je nutné reakční směs ohřát a pro dosažení dostatečně veliké reakční rychlosti chladit. Samotná reakce mezi močovinou a kyselinou dusičnou je exotermní, pokud není udržena reakční teplota v rozsahu 50 až 75 °C, dochází k významnému průběhu až převládnutí konkurenčních, vysoce exotermních reakcí, které jsou vlastně hořením močoviny za silně oxidačních účinků kyseliny dusičné. Také postupné přidávání kyseliny dusičné musí být dobře regulováno, nemá-li dojít k významnému průběhu naznačených konkurenčních reakcí.

Nevýhody dosavadních postupů odstraňuje postup podle vynálezu, který spočívá v tom, že se vrstva močoviny a písku ve vrstvě zkropí kyselinou dusičnou o koncentraci 40 až 90 % hmot. při teplotě 0 až 60 °C a vznik-

lá reakční směs se ponechá reagovat 0,5 až 24 hodin. Reakce může probíhat za teploty okolí, je však výhodné, jestliže se vzniklou reakční směsí vede inertní plyn například vzduch, s výhodou predehřátý. Ve srovnání s dosavadním postupem založeným na přidávání kyseliny dusičné ke směsi inertního materiálu a močoviny je výhodou postupu podle vynálezu skutečnost, že průběh reakce není citlivý na dodržování přesného postupného dávkování ani reakční teploty.

Část vody, kterou zředěná kyselina dusičná obsahuje se odpaří reakčním teplem při reakci mezi kyselinou dusičnou a močovinou, které je cca 46 kJ/mol. Pokud zbývá další voda, jejíž obsah závisí na koncentraci použité kyseliny dusičné, lze ji snadno odstranit průchodem teplého vzduchu. Reakční směs je vhodné během reakce aspoň jednou promíchat. Koncentraci katalyzátoru je možné upravit až v průběhu reakce, například po dosažení stupně konverze asi 50 %, přidávkou sypkého inertního materiálu. Reakční rychlost je možno ovlivnit úpravou použité močoviny, (mechanickou de-zintegrací granulí).

Aplikační vlastnosti vzniklých katalyzátorů jsou totožné s katalyzátory připravenými mísením předem připraveného dusičnanu močoviny s pískem a nebo s katalyzátory připravenými reakcí s kyselinou dusičnou o koncentraci 90 až 100 %.

Příklad 1

Na keramickou průlinčitou desku bylo nasypáno 100 hmot. dílů křemenného písku, který byl převrstven 100 hmot. díly křemenného písku umletého společně se 33 hmot. díly močoviny. Směs byla zkropena 52 hmot. díly kyseliny dusičné o koncentraci 65 % hmot. a ponechána 3 hodiny v klidu. Během těchto 3 hodin byla směs 3× promísená.

Průlinčitou deskou bylo přitom prosáto 30 hmot. dílů vzduchu predehřátého na 40 stupňů Celsia. Výsledný produkt obsahoval 25 hmot. % dusičnanu močoviny a jeho aplikační vlastnosti plně odpovídaly aplikačním vlastnostem produktu, který byl připraven smícháním 93 % dusičnanu močoviny s křemenným pískem. Dusičnan močoviny o koncentraci 98 % je trhavinou. Pokud byl katalyzátor připravován reakcí s 95% kyselinou dusičnou, docházelo jednak k manipulaci s touto vysoce nebezpečnou látkou a dále v použitém mísiči docházelo při nepřetržitém míchání, které je při technologii s koncentrovanou kyselinou dusičnou nutné, k vysoké abrazi míchacího zařízení.

Příklad 2

Na hliníkové plechy byla rozprostřena směs 100 hmot. dílů živcového úletu smíchaného s 50 hmot. díly močoviny, která byla umleta tak, že na síť 0,1 mm byl zby-

tek pouze 5 %. Směs byla postupně ve třech přídávcích během hodiny zkropena 80% kyselinou dusičnou, celkem bylo přidáno 63 hmot. dílů kyseliny dusičné. Po přídavku kyseliny byl vždy zapnut ventilátor, který nad plechy umožňoval výměnu vzduchu. Celkem bylo prosáto 10 hmot. dílů vzduchu. Po konečném přídavku kyseliny byla směs ponechána 1 hodin, pak nasypána do rotační trubkové pece a 20 minut míchána. Nakonec bylo do pece ještě přidáno 100 hmot. dílů písku a promícháno, takže výsledný katalyzátor obsahoval 32 % dusičnanu močoviny. Aplikací vlastnosti plně odpovídaly katalyzátoru připravenému z 98 % dusičnanu močoviny.

Příklad 3

Na nerezová síta byla rozprostřena směs 100 hmot. dílů jemně umletého křemenného písku se 30 hmot. díly močoviny. Směs byla převrstvena 30 hmot. díly jemně umletého křemenného písku a při teplotě 20 °C během 0,5 hodiny zkropena 35 hmot. díly 90% kyseliny dusičné ve 4 přídávcích. Po každém přídavku kyseliny byla směs promísena. Po posledním přídavku byla směs ponechána 0,5 hodiny proreagovat. V prostoru pod síty byl udržován mírný přetlak dusíku, takže během přidávání kyseliny a zrání směsi bylo prosáto 0,5 hmot. dílů dusíku. Výsledný 31% produkt měl stejné aplikační vlastnosti při vytvrzování furanové pryskyřice, jako produkt připravený smíšením suchého dusičnanu močoviny s umletým křemenným pískem.

Příklad 4

Na betonové ploše s antikorozií úpravou bylo nasypáno 100 hmot. dílů mletého grafitu ve směsi s 50 hmot. díly umleté močoviny. Během 12 hodin bylo k práškové směsi přidáno 105 hmot. dílů 48% kyseliny dusičné v 8 přídávcích. Po každém přídavku byla reakční směs promíchána. Po posledním přídavku byla směs ponechána ještě 12 hodin proreagovat. Během přídavku kyseliny dusičné i během zrání reakční směsi byl systém prosáván přehřátý vzduch o teplotě 60 °C. Celkem bylo prosáto 25 hmot. dílů vzduchu. Výsledný produkt obsahoval 50 proc. dusičnanu močoviny a jeho aplikační vlastnosti byly plně srovnatelné s produktem připraveným reakcí 95 % kyseliny dusičné s močovinou za nepřetržitého míchání.

Příklad 5

V rotační trubkové peci bylo smíseno 100 hmot. dílů jemného elektrárenského popílku z elektrofiltrů s 50 hmot. díly umleté močoviny. Směs v rotační peci byla zkrápěna 65% kyselinou dusičnou po dobu 2 hodin za teploty 45 °C, ve 4 přídávcích. Vždy po přídavku kyseliny byla směs promíchána a prosáván vzduch. Celkem bylo prosáto 10 hmot. dílů vzduchu. Po posledním přídavku kyseliny a promíchání byla směs ponechána ještě 0,5 hodin proreagovat. Výsledný 50% produkt byl po aplikační stránce plně srovnatelný s produktem připraveným smíšením čistého dusičnanu močoviny s křemenným pískem.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob přípravy kyselého katalyzátoru na bázi dusičnanu močoviny reakcí kyseliny dusičné a močoviny ve směsi s práškovým, sypkým a nereagujícím materiálem, vyznačený tím, že se směs močoviny a sypkého materiálu zkrápí při teplotě 0 až 60

stupňů Celsia kyselinou dusičnou o koncentraci 40 až 90 % hmot. a vzniklá reakční směs se ponechá 0,5 až 24 hodin reagovat.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že vzniklou reakční směsí se vede inertní plyn, například vzduch.