



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113976112 B

(45) 授权公告日 2022.04.29

(21) 申请号 202111301781.4

C07C 21/06 (2006.01)

(22) 申请日 2021.11.04

(56) 对比文件

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 113976112 A

CN 113578318 A, 2021.11.02

CN 113101927 A, 2021.07.13

CN 113318763 A, 2021.08.31

(43) 申请公布日 2022.01.28

CN 109622036 A, 2019.04.16

CN 106622224 A, 2017.05.10

CN 106622225 A, 2017.05.10

(73) 专利权人 南京工业大学

地址 211816 江苏省南京市江北新区浦珠南路30号

CN 108067632 A, 2018.05.25

专利权人 中盐吉兰泰氯碱化工有限公司

CA 2615076 A1, 2007.01.18

CA 3045348 A1, 2018.05.17

(72) 发明人 王川 周杰 陈凯琴 王广斌

US 10618878 B1, 2020.04.14

叶兰欣 许明 彭思渊 石玉英

李鸿达

Xiaohui Tian et al..Efficient AuO/C catalyst synthesized by a new method for acetylene hydrochlorination.《RSC Advances》.2015,第5卷

(74) 专利代理机构 南京知识律师事务所 32207

代理人 吴频梅

张传明.乙炔氢氯化金基配合物催化剂催化行为研究.《中国优秀硕士学位论文全文数据库工程科技I辑》.2020,(第1期),

(51) Int.Cl.

B01J 23/52 (2006.01)

B01J 35/10 (2006.01)

B01J 37/08 (2006.01)

C07C 17/08 (2006.01)

审查员 贺燕

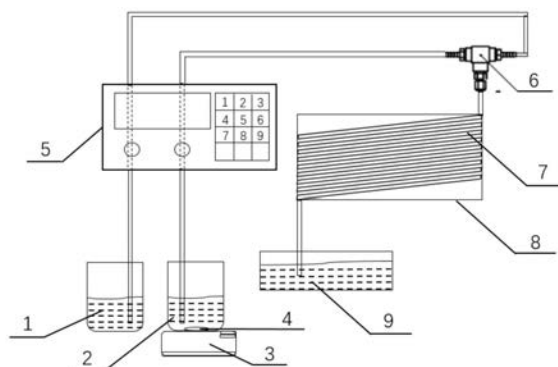
权利要求书2页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

一种用于乙炔氢氯化反应的金基催化剂的制备方法

(57) 摘要

本发明属于催化剂连续流法制备技术领域,具体涉及一种用于乙炔氢氯化合成氯乙烯的金基催化剂的制备方法。该催化剂以特定的活性炭为载体,金作为主要活性组分,通过调试不同溶剂不同量的方法,使用连续流制备方法提高了催化剂的生产效率也能保证效能,该催化剂在固定床乙炔氢氯化制氯乙烯反应中具有极高活性及氯乙烯选择性,且连续流制备方法高效简单可连续生产,减少人为误差,具有较大的工业应用价值。



1. 一种用于乙炔氢氯化反应的金基催化剂的制备方法,其特征在于:包括以下步骤:

使用连续流装置制备金基催化剂;所述的连续流装置是由两个蠕动泵、磁力搅拌器、聚四氟乙烯三通、聚四氟乙烯管路和收集装置组成;

两个蠕动泵的进口端管路分别引入两个容器中,两个蠕动泵出口端管路接入聚四氟乙烯材质的三通中的两端,三通的下接口接入一段长度的聚四氟乙烯管路,最后聚四氟乙烯管路的出口端固定于收集装置上方;进口端管路、出口端管路和聚四氟乙烯管路的管径为毫米级;

(1) 使用异丙醇溶液,向其中加入适量氯金酸 $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 固体,振荡,超声,配成 $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 异丙醇溶液;

(2) 取碳载体活性炭加入容器中,添加适量乙醇分散;取步骤(1)制得的适量 $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 异丙醇溶液加入另一个容器中,添加与乙醇相同体积的异丙醇分散,所述催化剂中氯金酸:碳载体的质量比为0.1~1:100;

(3) 将收集完的催化剂放在鼓风干燥箱中烘干。

2. 根据权利要求1所述用于乙炔氢氯化反应的金基催化剂的制备方法,其特征在于:收集装置为培养皿,容器为烧杯,三通的下接口接入的一段长度的聚四氟乙烯管路缠绕于管路支架上。

3. 根据权利要求1所述用于乙炔氢氯化反应的金基催化剂的制备方法,其特征在于:包括以下步骤:

(1) 使用异丙醇溶液,在 30°C 下向其中加入适量氯金酸 $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 固体,使用混匀仪振荡10min,超声30min,配成 $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 的有机溶液,1mg $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ /100 μl 溶液,密封遮光保存;

(2) 称取3g碳载体活性炭加入烧杯中,添加适量乙醇分散;取步骤(1)制得的适量 $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 溶液加入另一个烧杯中,添加相同量相应异丙醇分散,分别放置两个蠕动泵下,引好管路,同时进样,等待一段时间,用培养皿收集;

(3) 将收集完的催化剂放在鼓风干燥箱中烘干12h,结束后密封保存。

4. 根据权利要求1所述用于乙炔氢氯化反应的金基催化剂的制备方法,其特征在于:两个蠕动泵的流速一致。

5. 根据权利要求1所述用于乙炔氢氯化反应的金基催化剂的制备方法,其特征在于: $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 溶液与催化剂比例为:每500mg 活性炭对应105 μl 的 $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 溶液;每3g活性炭中加入15ml乙醇后搅拌分散均匀。

6. 根据权利要求1所述用于乙炔氢氯化反应的金基催化剂的制备方法,其特征在于:氯金酸中Au质量含量 $\text{Au} \geq 47.5\%$ 。

7. 根据权利要求1所述用于乙炔氢氯化反应的金基催化剂的制备方法,其特征在于:碳载体为未预处理过的200目电镀脱色专用活性炭。

8. 根据权利要求1所述用于乙炔氢氯化反应的金基催化剂的制备方法,其特征在于:称取2997mg 200目活性炭AC*于烧杯中,加入15ml乙醇后搅拌分散均匀,量取631 μl 配置好的 $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 的异丙醇溶液,每100 μl 溶液中含1mg $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 于烧杯中,加入15ml异丙醇超声分散均匀;将上述两个烧杯放置于连续流装置中,调控蠕动泵,先分别将两路进样到三通的不同位置,设置流速1ml/min后同时启动两泵开关,等待15分钟后,两液混合完毕,最

后收集在培养皿中,将培养皿放入90℃的鼓风干燥箱中干燥12h,结束后装好密封。

一种用于乙炔氢氯化反应的金基催化剂的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于催化剂连续流法制备技术领域,具体涉及一种用于乙炔氢氯化合成氯乙烯的金基催化剂的制备方法。该催化剂以特定的活性炭为载体,金作为主要活性组分,通过调试不同溶剂不同量的方法,使用连续流制备方法提高了催化剂的生产效率也能保证效能,该催化剂在固定床乙炔氢氯化制氯乙烯反应中具有极高活性及氯乙烯选择性,且连续流制备方法高效简单可连续生产,减少人工误差,具有较大的工业应用价值。

背景技术

[0002] 连续流反应器(Continuous flow reactor,CFR)是一种新颖的技术,反应是发生在内径从几微米到几毫米的通道中。在化学工程中,微连续流设备因为反应器的小尺寸能够起到对关键反应参数的独特控制。连续流反应器具有许多优势,高效的传质传热效率,精准的控制反应温度,压力和时间,更易实现集成化和自动化,提高反应的效率,因而受到广大研究学者的关注。

[0003] 聚氯乙烯(PVC)是一种重要的通用材料,广泛应用于日常生活用品和工业应用。PVC是由氯乙烯单体(VCM)通过自由基聚合机理制成的聚合物,目前VCM的合成主要分为三种:乙烷氧氯化、乙烯氧氯化 and 乙炔氢氯化。基于我国富煤贫油的能源结构特征,90%的PVC都是基于煤炭资源的乙炔氢氯化法生产的。当前,我国工业上使用的催化剂几乎都是含汞催化剂, HgCl_2 的用量在5wt%~12wt%之间(Chem. Commun. 2017, 53, 11733-11746.)。然而,汞毒性高且易升华流失,给环境保护和人体健康带来巨大威胁,因此实现无汞化是保障我国乙炔氢氯化法生产氯乙烯的核心环节,也是实现聚氯乙烯行业绿色制造的重要途径。

[0004] 无汞催化剂可以分为无金属催化剂和负载型金属催化剂两类,在众多负载型金属催化剂中,贵金属催化剂因其具有较高的活性和稳定性,被认为是较有希望工业化应用的催化剂。但目前多数金基催化剂的合成步骤过于繁琐,合成成本较高且在较高体积空速下乙炔转化率不高。所以,在保证高催化活性下,寻求一种简单易扩大的合成方法尤为重要,为催化剂工业化生产和后续催化剂改性提供了更好的基础。

发明内容

[0005] 本发明提供了一种用于乙炔氢氯化反应的金基催化剂的制备方法。使用连续流法,通过对不同溶剂的筛选,调配合适量的溶剂,简单高效制备出一种高活性的催化剂,在反应气空速为 260h^{-1} , $V(\text{C}_2\text{H}_2)/V(\text{HCl})=1:1.05$,反应温度为 180°C 的条件下,乙炔转换率可以达到91.2%,氯乙烯选择性大于99%,同时实现每15分钟可生产3克催化剂,极大的提高了生产效率,制备低负载率的金基催化剂(0.1%Au/活性炭),极大的节约了成本。

[0006] 为了解决本发明的技术问题,提出的技术方案为:一种用于乙炔氢氯化反应的金基催化剂的制备方法,包括以下步骤:

[0007] 使用连续流装置制备金基催化剂;所述的连续流装置是由两个蠕动泵、磁力搅拌器、聚四氟乙烯三通、聚四氟乙烯管路和收集装置组成;

[0008] 两个蠕动泵的进口端管路分别引入两个容器中,两个蠕动泵出口端管路接入聚四氟乙烯材质的三通中的两端,三通的下接口接入一段长度的聚四氟乙烯管路,最后聚四氟乙烯管路的出口端固定于收集装置上方;

[0009] (1) 使用异丙醇溶液,向其中加入适量氯金酸($\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)

[0010] 固体,振荡,超声,配成 $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 异丙醇溶液;

[0011] (2) 取碳载体活性炭加入容器中,添加适量乙醇分散;取步骤(1)制得的适量 $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 异丙醇溶液加入另一个容器中,添加与乙醇相同体积的异丙醇分散,所述催化剂中氯金酸:碳载体的质量比为0.1~1:100;

[0012] (3) 将收集完的催化剂放在鼓风干燥箱中烘干。

[0013] 优选的,收集装置为培养皿,容器为烧杯,三通的下接口接入的一段长度的聚四氟乙烯管路为缠绕于管路支架上。

[0014] 优选的,包括以下步骤:

[0015] (1) 使用异丙醇溶液,在30℃下向其中加入适量氯金酸($\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)固体,使用混匀仪振荡10min,超声30min,配成 $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 的有机溶液(1mg $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ /100ul溶液),密封遮光保存;

[0016] (2) 称取3g碳载体活性炭加入烧杯中,添加适量乙醇分散;取步骤(1)制得的适量 $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 溶液加入另一个烧杯中,添加相同量相应异丙醇分散,分别放置两个蠕动泵下,引好管路,同时进样,等待一段时间,用培养皿收集;

[0017] (3) 将收集完的催化剂放在鼓风干燥箱中烘干12h,结束后密封保存。

[0018] 优选的,步骤(3)中两个蠕动泵的流速一致。

[0019] 优选的, $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 溶液与催化剂比例为:每500mg活性炭对应105μl的 $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 溶液;每3g活性炭中加入15ml乙醇后搅拌分散均匀。

[0020] 优选的,氯金酸中Au质量含量 $\text{Au} \geq 47.5\%$ 。

[0021] 优选的,碳载体为未预处理过的200目电镀脱色专用活性炭。

[0022] 优选的,称取2997mg 200目活性炭(AC*)于烧杯中,加入15ml乙醇后搅拌分散均匀,量取631μl配置好的 $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 的IPA溶液(每100ul溶液中含1mg $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)于烧杯中,加入15ml异丙醇超声分散均匀;将上述两个烧杯放置连续流装置中,调控蠕动泵,先分别将两路进样到三通的相同位置,设置流速(1ml/min)后同时启动两泵开关,等待15分钟后,两液混合完毕,最后收集在培养皿中,将培养皿放入90℃的鼓风干燥箱中干燥12h,结束后装好密封。

[0023] (1) 连续流装置由两个蠕动泵、磁力搅拌器、聚四氟乙烯三通、多段聚四氟乙烯管路、培养皿组成。两个蠕动泵的进口端管路分别引入两个烧杯中,两个蠕动泵出口端管路接入聚四氟乙烯材质的三通中的两通,另一通接入适量长度的聚四氟乙烯管路,最后管路出口端固定于培养皿上方。见图1。

[0024] (2) 使用极性溶剂,在30℃下加入适量氯金酸($\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)固体,使用混匀仪振荡10min,超声30min,配成 $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 的IPA溶液,密封遮光保存;

[0025] (3) 称取2997mg碳载体,加入烧杯中,添加适量相应溶剂分散,放在磁力搅拌器上搅拌待用;取适量 $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 溶液加入另一烧杯中,添加相同量相应试剂分散,超声分散待用。

[0026] (4) 调控蠕动泵,先分别将两路反应液进样到三通相同位置,设置完流速后同时启动两泵开关,等待两液混合完毕,最后收集在培养皿中,将培养皿放入烘箱烘干12h,结束后密封保存。

[0027] (5) 反应装填催化剂时,在石英反应管中间位置垫上一层10mm厚的石英棉,加入催化剂并保证催化剂平整,再加入一层10mm厚的石英棉。

[0028] (6) 正式反应前,使用30ml/min N₂吹扫30min,而后在反应温度下,以 $V(C_2H_2) = 25\text{ml/min}$, $V(HCl) = 26.3\text{ml/min}$ 的流速通入反应气并保持10min,快速置换出N₂并保证催化剂处于乙炔、氯化氢的气体氛围中,而后以 $V(C_2H_2)/V(HCl) = 1:1.05$ 的比例降低反应气流速,并用气相色谱仪记录反应数据。

[0029] 步骤(2)中氯金酸选用 $Au \geq 47.5\%$,超声频率为40KHz。

[0030] 步骤(6)中N₂吹扫在150℃ (5℃/min) 下进行,反应温度为180℃ (5℃/min)。

[0031] 本发明的有益效果如下:

[0032] 本发明提供了一种金基催化剂的连续流制备方法,相比于浸渍法用时长,取决操作人员的手法和易混合不均等问题,该方法更为简单高效并且可连续生产。首先该方法采用几毫米的管径,极大的增加反应液的比表面积,并且能够快速传质传热,反应液能更好的混合均匀。其次本方法筛选了不同溶剂和溶剂的不同使用量,确定分别用等体积乙醇和异丙醇去分散活性炭与金属前驱体溶液,每3g活性炭中加入15ml乙醇后搅拌分散均匀,HAuCl₄·xH₂O溶液与催化剂比例为:每500mg活性炭催化剂对应105μl的HAuCl₄·xH₂O溶液为最佳。可使乙炔氢氯化反应转化率可达91.2%,氯乙烯选择性大于99%。最后机械化的操作可以避免人为误差,使结果更易重复,极大的提高了生产效率,每15分钟可生产3克催化剂。另外本发明可轻松制备低负载率的金基催化剂(0.1%Au/活性炭),极大的节约了成本,采用本发明制备出的催化剂对乙炔氢氯化反应具有较好的催化性能,适用于工业生产。

附图说明

[0033] 图1为连续流装置示意图

[0034] 其中:反应液-1;2、反应液-2;磁力搅拌器-3、磁子-4、蠕动泵-5、聚四氟乙烯三通7、聚四氟乙烯管路-7、管路支架-8、反应后混合液-9

具体实施方式

[0035] 实施例1催化剂制备

[0036] 称取2997mg 200目活性炭(AC*)于烧杯中,碳载体为未预处理过的200目电镀脱色专用活性炭,加入15ml乙醇后搅拌分散均匀,量取631μl配置好的HAuCl₄·xH₂O的IPA溶液(每100μl溶液中含1mg HAuCl₄·xH₂O)于烧杯中,氯金酸中Au质量含量 $Au \geq 47.5\%$,加入15ml异丙醇超声分散均匀。将上述两个烧杯放置连续流装置中,调控蠕动泵,先分别将两路进样到三通的相同位置,设置流速(1ml/min)后同时启动两泵开关,等待15分钟后,两液混合完毕,最后收集在培养皿中,将培养皿放入90℃的鼓风干燥箱中干燥12h,结束后装好密封。本实施例产率为每15分钟3克产物。

[0037] 催化剂命名为0.1%Au(15ml IPA)/AC*(15ml EtOH)。

[0038] 对比例1-1催化剂制备

[0039] 称取2997mg 200目活性炭(AC*)于烧杯中,加入30ml乙醇后搅拌分散均匀,量取631μl配置好的 $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 的IPA溶液(每100ul溶液中含1mg $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)于烧杯中,加入30ml异丙醇超声分散均匀。将上述两个烧杯放置连续流装置中,调控蠕动泵,先分别将两路进样到三通的相同位置,设置流速(1ml/min)后同时启动两泵开关,等待30分钟后,两液混合完毕,最后收集在培养皿中,将培养皿放入90℃的鼓风干燥箱中干燥12h,结束后装好密封。本对比例产率为每30分钟3克产物。

[0040] 催化剂命名为0.1%Au(30ml IPA)/AC*(30ml EtOH)。

[0041] 对比例1-2催化剂制备

[0042] 称取2997mg 200目活性炭(AC*)于烧杯中,加入10ml乙醇后搅拌分散均匀,量取631μl配置好的 $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 的IPA溶液(每100ul溶液中含1mg $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)于烧杯中,加入10ml异丙醇超声分散均匀。将上述两个烧杯放置连续流装置中,调控蠕动泵,先分别将两路进样到三通的相同位置,设置流速(1ml/min)后同时启动两泵开关,等待10分钟后,两液混合完毕,最后收集在培养皿中,将培养皿放入90℃的鼓风干燥箱中干燥12h,结束后装好密封。本对比例产率每10分钟3克产物。

[0043] 催化剂命名为0.1%Au(10ml IPA)/AC*(10ml EtOH)。

[0044] 对比例1-3催化剂制备

[0045] 称取2997mg 200目活性炭(AC*)于烧杯中,加入15ml异丙醇后搅拌分散均匀,量取631μl配置好的 $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 的IPA溶液(每100ul溶液中含1mg $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)于烧杯中,加入15ml异丙醇超声分散均匀。将上述两个烧杯放置连续流装置中,调控蠕动泵,先分别将两路进样到三通的相同位置,设置流速(1ml/min)后同时启动两泵开关,等待15分钟后,两液混合完毕,最后收集在培养皿中,将培养皿放入90℃的鼓风干燥箱中干燥12h,结束后装好密封。本对比例产率每15分钟3克产物。

[0046] 催化剂命名为0.1%Au(15ml IPA)/AC*(15ml IPA)。

[0047] 对比例1-4催化剂制备

[0048] 称取2997mg 200目活性炭(AC*)于烧杯中,加入30ml异丙醇后搅拌分散均匀,量取631μl配置好的 $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 的IPA溶液(每100ul溶液中含1mg $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)于烧杯中,加入30ml异丙醇超声分散均匀。将上述两个烧杯放置连续流装置中,调控蠕动泵,先分别将两路进样到三通的相同位置,设置流速(1ml/min)后同时启动两泵开关,等待30分钟后,两液混合完毕,最后收集在培养皿中,将培养皿放入90℃的鼓风干燥箱中干燥12h,结束后装好密封。本对比例产率为每30分钟3克产物。

[0049] 催化剂命名为0.1%Au(30ml IPA)/AC*(30ml IPA)。

[0050] 对比例1-5催化剂制备

[0051] 称取2997mg 200目活性炭(AC*)于烧杯中,加入10ml异丙醇后搅拌分散均匀,量取631μl配置好的 $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 的IPA溶液(每100ul溶液中含1mg $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)于烧杯中,加入10ml异丙醇超声分散均匀。将上述两个烧杯放置连续流装置中,调控蠕动泵,先分别将两路进样到三通的相同位置,设置流速(1ml/min)后同时启动两泵开关,等待10分钟后,两液混合完毕,最后收集在培养皿中,将培养皿放入90℃的鼓风干燥箱中干燥12h,结束后装好密封。本对比例产率为每10分钟3克产物。

[0052] 催化剂命名为0.1%Au(10ml IPA)/AC*(10ml IPA)。

[0053] 对比例1-6催化剂制备

[0054] 称取2997mg 200目活性炭(AC*)于烧杯中,加入10ml乙二醇后搅拌分散均匀,量取631 μ l配置好的HAuCl₄·xH₂O的IPA溶液(每100 μ l溶液中含1mg HAuCl₄·xH₂O)于烧杯中,加入10ml异丙醇超声分散均匀。将上述两个烧杯放置连续流装置中,调控蠕动泵,先分别将两路进样到三通的相同位置,设置流速(1ml/min)后同时启动两泵开关,等待10分钟后,两液混合完毕,最后收集在培养皿中,将培养皿放入90℃的鼓风干燥箱中干燥12h,结束后装好密封。本对比例产率为每10分钟3克产物。

[0055] 催化剂命名为0.1%Au(10ml IPA)/AC*(10ml EG)。

[0056] 实施例2催化剂制备

[0057] 称取5994mg 200目活性炭(AC*)于烧杯中,加入30ml乙醇后搅拌分散均匀,量取1262 μ l配置好的HAuCl₄·xH₂O的IPA溶液(每100 μ l溶液中含1mg HAuCl₄·xH₂O)于烧杯中,加入30ml异丙醇超声分散均匀。将上述两个烧杯放置连续流装置中,调控蠕动泵,先分别将两路进样到三通的相同位置,设置流速(1ml/min)后同时启动两泵开关,等待30分钟后,两液混合完毕,最后收集在培养皿中,将培养皿放入90℃的鼓风干燥箱中干燥12h,结束后装好密封。本实施例产率为每30分钟6克产物。

[0058] 实施例3乙炔氢氯化反应活性测试

[0059] 实施例1与对比例1-1、1-2、1-3、1-4、1-5、1-6所制备的金基催化剂,经过在150℃(5℃/min)下用30ml/min的N₂吹扫30min,以 $V_{(C_2H_2)}=25\text{ml/min}$, $V_{(HCl)}=26.3\text{ml/min}$ 的流速通入反应气并保持10min后,在反应气比例为 $V_{(C_2H_2)}/V_{(HCl)}=1:1.05$ 条件下进行活性测试,测试结果见表1。

[0060] 表1乙炔氢氯化反应活性测试

[0061]

催化剂	反应温度 (℃)	GHSV(h ⁻¹)	4h 内乙炔 转化率(%)	氯乙烯选择 性 (%)
0.1%Au (15ml IPA)	180	260	91.2%	>99.0%

[0062]

/AC* (15ml EtOH) (实施例 1)				
0.1%Au (30ml IPA) /AC* (30ml EtOH) (对比例 1-1)	180	260	90.2%	>99.0%
0.1%Au (10ml IPA) /AC* (10ml EtOH) (对比例 1-2)	180	260	89.1%	>99.0%
0.1%Au (15ml IPA) /AC* (15ml IPA) (对比例 1-3)	180	260	85.6%	>99.0%
0.1%Au (30ml IPA) /AC* (30ml IPA) (对比例 1-4)	180	260	81.2%	>99.0%
0.1%Au (10ml IPA) /AC* (10ml IPA) (对比例 1-5)	180	260	83.4%	>99.0%
0.1%Au (10ml IPA) /AC* (10ml EG) (对比例 1-6)	180	260	30.8%	>99.0%

[0063] 实施例1的ICP测试结果

[0064] 表2 ICP结果

[0065]	催化剂	催化剂中Au的含量 (wt%)
	0.1%Au (15ml IPA) /AC* (15ml EtOH) (实施例 1)	0.108%

[0066] 由表1可以看出,在催化剂0.1%Au (15ml IPA) /AC* (15ml EtOH),在反应温度180℃,GHSV=260h⁻¹条件下,其乙炔转化率达91.2%,氯乙烯选择性高于99.0%,为最优活性,高于其他溶剂条件下的催化剂活性。

[0067] 结合表2的ICP分析结果可知,此合成方法下制备的催化剂均能保持较高的负载量,说明本发明方法有着显著的实用价值。

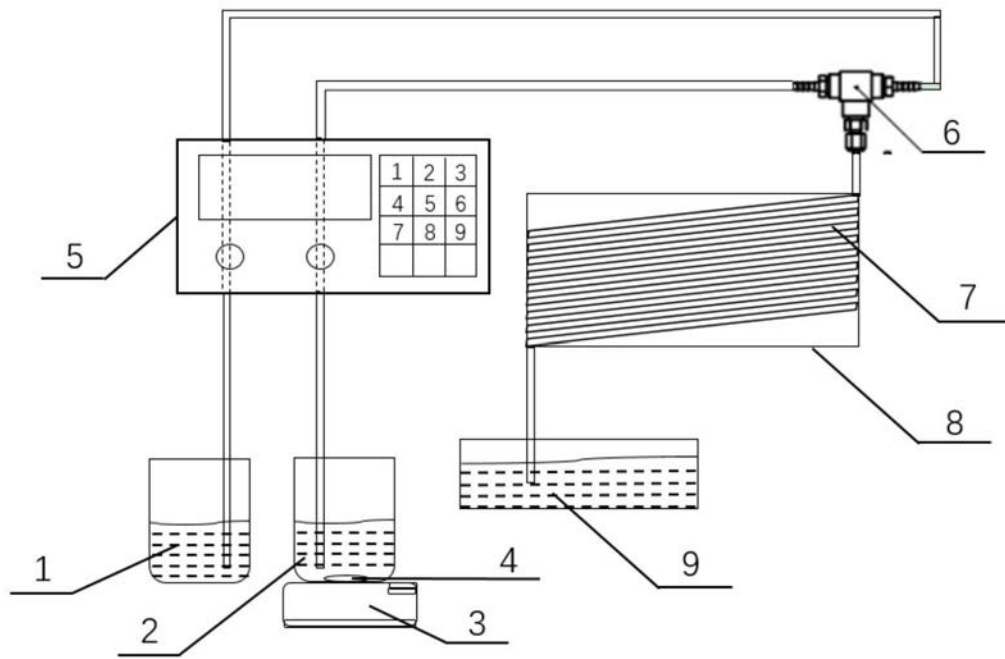


图1