



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

197 922
(11) (B1)

(61)

(23) Výstavná priorita
(22) Prihlášené 15 06 78
(21) PV 3921-78

(51) Int. Cl.³ B 01 J 23/06
C 07 C 69/15

(40) Zverejnené 31 08 79
(45) Vydané 01 6 82

(75)
Autor vynálezu SIKORAI ŠTEFAN ing., ŠTIFNER ŠTEFAN ing., VOLEK IMRICH ing., WARADZIN
WALTER ing. CSO., JMRÁŠEK FRANTIŠEK ing., ŠAĽA, LÓRINCÍK JÚLIUS ing., KOVÁČ
PAVEL ing., ANDERLE JÚLIUS ing., KOCHAN JÁN ing. a GRZNÁROVÁ ANNA ing.,
HNÚŠŤA

(54) Spôsob výroby zinočnatého katalyzátora na aktívnom uhlí ako nosiči

1

Vynález sa týka spôsobu výroby zinočnatého katalyzátora pre priemyselnú výrobu vinylacetátu, na aktívnom uhlí ako nosiči.

V súčasnosti známe výrobné postupy katalyzátora pre syntézu vinylacetátu sa takmer výhradne zakladajú na impregnácii aktívneho uhlia, roztokmi katalytickej soli ako aktívnej zložky rôznymi technologickými postupmi v časti vlastného sýtenia ako aj následného sušenia a finálnej úpravy produktu.

Kvalita výsledného katalyzátora však dosť kolíše, závisle od vlastností a druhu nosiča, ale hlavne vplyvom technologických operácií pri vlastnej impregnácii, ktorá je pomerne zložitá a nákladná. Tieto nedostatky je možné z veľkej časti odstrániť aj spôsobom prípravy katalyzátora podľa ôs. autorského osvedčenia č. 191 491, pri ktorom sa proces impregnácie nahradil prídavkom aktívnej zložky /kysličníka zinočnatého/ priamo do východzej drevenej suroviny výroby aktívneho uhlia, čím sa dosiahne, že výsledným výrobkom je namiesto aktívneho uhlia hotový katalyzátor pre syntézu vinylacetátu. Ďalšími meraniami však bolo prekázané, že vedľa rady výhod, ktoré tento postup nesporne prináša, /vyššia a rovnomerná kvalita, podstatne nižšie výrobné náklady/ je pomerne citlivý na kolísanie prípustných technologických parametrov vo fáze aktivácie vodnou parou. Ide o najnáročnejší technologický uzol a nie je vždy dobre možné zabrániť čiastočnej redukcii prítomného kysličníka na kovový zinok, ktorý potom môže zanášať zariadenie a zníži sa jeho obsah v produkte.

Uvedené nedostatky odstraňuje spôsob výroby zinočnatého katalyzátora na aktívnom uhlí ako nosiči, ktorého podstatou je také prevedenie výroby, že zmes pozostávajúca zo 100 hmotových dielcov práškoveho aktívneho uhlia, 40 až 100 hmotových dielcov dreveného dechtu a 5 až 40 hmotových dielcov kysličníka zinočnatého a/ alebo octanu zinočnatého sa zhomogenizuje a vymiešaná zmes sa tvaruje na valčeky priemeru 1,5 až 8 mm a dĺžky 3 až 15 mm. Získané čerstvé výlisky sa poprášia práškovým aktívnym uhlím, nechajú zrieť 6 až 10 hodín, sušia sa 1 až 3 hodiny pri teplotách do 170 °C a karbonizujú pri teplotách do 600 °C v priebehu 2 až 5 hodín. Použitie aktívneho uhlia vylučuje potrebu vysokoteplotnej karbonizácie vodnou parou, čo predstavuje podstatný rozdiel oproti známym podobným spôsobom prípravy. Výhody navrhovaného spôsobu výroby spočívajú predovšetkým v zjednodušení vlastnej technológie, pričom sa dosiahne vyššej kvality produktu.

Kvalitatívne vyšší účinok takto vyrábaného katalyzátora sa prejaví pri jeho použití vo výrobe vinylacetátu, kde sa v dôsledku jeho väčšieho špecifického povrchu predĺži fond pracovnej doby jednotlivých násad a teda zníži sa spotrebná norma katalyzátora na jednotku výrobného monoméru.

V prípade použitia octanu zinočnatého sa dosahuje priaznivý účinok na kvalitu v tom, že po odlúčení prevážnej časti prchavých látok v rozmedzí od 210 do 400 °C prebieha súčasne s karbonizáciou aj dekarboxylácia prítomného octanu na kysličník zinočnatý a unikajúci kysličník uhličitý napomáha k odstráneniu posledných prchavých podielov z vnútorných častí granúl katalyzátora. Navrhovaný spôsob výroby je možné uskutočňovať na bežnom jestvujúcom výrobnom zariadení, zabezpečuje stálu /rovnomernú/ kvalitu produktu dokonalým rozdelením aktívnej zložky po celej hmote, pri zachovaní pôvodnej poréznej štruktúry. Zjednodušenie vlastnej technológie v porovnaní s výrobným postupom, pri ktorom sa potrebné množstvo katalytickej účinnej látky pridáva do základnej zmesi dreveného uhlia a dechtu spočíva v tom, že z výrobného postupu katalyzátora je vylúčená najnáročnejšia technologická operácia a to aktivácia vodnou parou, ktorú je potrebné uskutočňovať pri vysokých teplotách v redukčnej atmosfére a kde je najväčšie nebezpečenie možnej redukcie časti kysličníka zinočnatého s negatívnym dopadom na kvalitu výsledného produktu. Výrobný proces je hospodárny, pričom nevznikajú žiadne odpadné vody obsahujúce zinok.

Príklad 1

Do šnekového homogenizéra sa nadávkuje 100 g práškoveho aktívneho uhlia so špecifickým povrchom 1 400 m²/g a 7 g práškoveho kysličníka zinočnatého. Po premiešaní zmesi sa pridáva postupne 52 g dreveného dechtu a v miešaní sa pokračuje až je vzniklá pastovitá hmota úplne homogénna. Takto pripravená zmes sa pomocou šnekového lisovacieho zariadenia vylisuje na valčeky s priemerom 5 mm. Čerstvé granule sa posypú prachovým aktívnym uhlím a nechajú zrieť voľne po dobu 6 hodín. Takto pripravené granule sa sušia v miernom prúde dusíka nepriamym ohrevom pri teplotách do 120 °C v priebehu 1 hodiny. Teplota násady sa zvyšuje v rozmedzí 95 až 120 °C v súlade s množstvom unikajúcich plynov. Po tejto dobe sa pokračuje v postupnom zvyšovaní teploty až na hodnotu 525 °C, pričom množstvo unikajúcich pár sa

postupne so stúpajúcou teplotou znižuje. Po dosiahnutí uvedenej teploty sa národa ochladí prúdom dusíka. Získalo sa 106,4 g katalyzátora s obsahom 5,1 % hmotnostných zinku a špecifickým povrchom 1 280 m²/g.

V priebehu testovania v syntéze vinylacetátu sa získalo 90 g vinylacetátu na liter katalyzátora za hodinu.

Príklad 2

Základná zmes, ktorá pozostáva zo 100 g aktívneho uhlia ako v príklade 1, 35 gramov práškoveho kryštalického octanu zinočnatého a 90 gramov dreveného dechtu sa spracuje rovnakým postupom ako je uvedené v príklade 1.

Po schladení vsádzky sa získalo 134 g katalyzátora, špecifický povrch 1 060 m²/g analýzou bol stanovený obsah zinku 10,1 % hmotnostných a aktivita 140 g vinylacetátu na liter katalyzátora za hodinu.

Vynález je možné využívať pri výrobe zinočnatého katalyzátora na aktívnom uhlí ako nosiči, ktorý sa používa na priemyselnú syntézu vinylacetátu z acetylénu a kyseliny octovej.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob výroby zinočnatého katalyzátora na aktívnom uhlí ako nosiči, vyznačujúci sa tým, že zmes pozostávajúca zo 100 hmotových dielov práškoveho aktívneho uhlia, 40 až 100 hmotových dielov dreveného dechtu a 5 až 40 hmotových dielov kysličníka zinočnatého a/ alebo octanu zinočnatého sa zhomogenizuje a vymiešaná zmes sa tvaruje na valčeky priemeru 1,5 až 8 mm a dĺžky 3 až 15 mm, ktoré sa poprášia práškovým aktívnym uhlím, nechajú zrieť 6 až 10 hodín, potom sa sušia 1 až 3 hodiny pri teplotách do 170 °C a karbonizujú pri teplotách do 600 °C v priebehu 2 až 5 hodín.