

Винахід відноситься до області фізичної хімії, зокрема до способів приготування каталізаторів синтезу дихлоретану окислюванням етилену в 1,2-дихлоретан, який є вихідною сполукою для виробництва вінілхлориду - одного з найважливіших мономерів в виробництві полівінілхлориду і вінілових сополімерів.

Відомо, що окислювальне хлорування вуглеводнів, зокрема етилену, здійснюють в присутності каталізаторів Дікона (зазвичай $\text{CuCl}_2 \cdot \text{KCl}$) нанесених на такі носії, як оксид алюмінію, силікагель, синтетичні і природні алюмосилікати, глини і т.д. (Справочник. Промышленные хлорорганические продукты./под ред. Л.А. Ошина. М: Химия, 1978. сс. 104-107)

В якості носія зазвичай використовують оксид алюмінію в вигляді мікросферичних частинок розміром від 20 до 200 мкм, які отримують розпилювальною сушкою суспензії гідрооксиду алюмінію з наступним прокалюванням і отриманням носія, який має сформовану структуру ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, α , тета, дельта і ін). Для закріплення каталітичних компонентів на носії здійснюють його термообробку. Властивостями носія визначаються важливі параметри нанесеного каталізатора окислювання етилену, такі як: насипна густина, зносостійкість, фракційний склад, величина питомої поверхні і об'єм пор.

Відомий спосіб переробки, як носія - гідрооксиду алюмінію шляхом термообробки при 350-800°C в зоні високої турбулентності водяної пари або парогазової суміші з парціальним тиском водяної пари від 2 кПа до тиску чистої пари протягом 0,1-9с з отриманням аморфного гідрооксиду алюмінію відрізняється тим, що з метою отримання мікросферичної, стійкої до стирання γ -оксиду алюмінію, аморфний гідроксид алюмінію змішують з розчином кислоти до отримання суспензії з рН 2,0-6,0, суспензію витримують при 17-107°C протягом 1-24 год., відділяють осад від розчину, отриманий осад сушать при 62-152°C протягом 0,5-12 год. і прокалюють при 452-827°C протягом 24 год. В якості кислот використовують розчини соляної, азотної, сірчаної і хлорної кислоти. З метою виключення шкідливих викидів в атмосферу, в якості кислот використовують розчини фосфорної, мурашиної і оцтової кислот. Суспензію аморфного гідроксиду алюмінію в воді готують в відношенні 1:2, рівному 1:(1,5-10). Розчин, отриманий після відділення осаду, направляють на приготування суспензії. Недоліками способу є складність технологічного процесу приготування носія, через його багатостадійність. (А.С.№ 1015574(СССР), С01F 7/02, 1983)

Відомий також спосіб отримання мікросферичного каталізатора для окислювання етилену в 1,2-дихлоретан, що включає хлорид двовалентної міді, оксид алюмінію і відрізняється тим, що каталізатор сформований в процесі термообробки мікросферичної сполуки алюмінію формули $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, де $n=0,3-1,5$, шаруватої структури разом з хлоридом двовалентної міді. Сполука шаруватої структури формули $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, де $n=0,3-1,5$, має аморфну, погано викристалізовану або частково кристалічну структуру. Каталізатор містить додатково по крайній мірі одну сполуку елементу, вибраного з групи:

калій, натрій, магній, бор, кремній, церій, цирконій або їх суміш в кількості 0,05-2,0 мас.%. Каталізатор містить хлориду двовалентної міді 3,5-8,0 мас.%. Недоліками цього способу є складність приготування каталізатора, обумовлена багатостадійністю процесу. (Патент РФ №2000129706/04 В 01021/00, 27.06.2002)

Найближчим є спосіб приготування каталізатора для окислювання вуглеводнів шляхом розпилювання розчину хлоридів металів на пористий носій в псевдозрідженому шарі і сушці його при підвищеній температурі, відрізняється тим, що з метою інтенсифікації і спрощення способу, нанесення розчину хлоридів металів на носій ведуть одночасно з сушкою каталізатора і віддувкою дрібнодисперсної фракції при температурі псевдозрідженого агента 200-350°C і швидкості 0,2-0,7 м/с протягом 30-70 хвилин при умові взаємно перпендикулярних напрямку факелу розпилю і потоку псевдозріджуючого агента. Використовують розчин активного компонента $\text{CuCl}_2 \cdot \text{KCl}$ з концентрацією 25-40 мас.%. (А.С.№ 1199260(СССР), В01J37/02, Бюллетень №47, 23.12.1985)

Але даний спосіб має ряд недоліків:

1. Складність процесу, обумовлена використанням спеціального технологічного апарату для нанесення каталізатора на носій, який представляє собою колону киплячого шару з декількома форсунками, вставленими по периметру апарату, які працюють на зустрічних струменях перпендикулярно до потоку киплячого носія.

2. Великі втрати нанесеного каталізатора хлористої міді і хлориду калію за рахунок неефективної роботи апарату на зустрічних струменях. Ці втрати згідно опису складають від 1,8 до 7,4%, що призводить до безповоротних втрат каталізатора.

3. Крім того до недоліків процесу слід віднести втрати самого носія $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ та готового каталізатора $\text{CuCl}_2/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, так як використання апарату киплячого шару на зустрічних струменях призводить до виносу мілкої фракції сировини (носія) і готової продукції, які складають 4,7-7,8%.

4. Невисока інтенсивність перемішування компонентів - носія з розпиленням розчином хлориду міді, а також висока швидкість потоку в киплячому шарі, яка складає 0,2-0,7 м/с, призводить до нерівномірного нанесення каталізатора CuCl_2 і KCl на поверхню носія. Розподілення кількості каталізатора на поверхні носія складає великий діапазон від 2,1 до 10%, що призводить до одержання неоднорідного і нестабільного по активності каталізатора окислювального хлорування етилену.

5. Також до недоліків відомого способу відноситься низька ефективність та занижена кількість нанесеного каталізатора, так як вона здійснюється тільки на поверхню носія. Це призводить до того, що в ході експлуатації відомого каталізатора за рахунок механічного тертя частинок між собою та об стінки реактора відбувається зменшення вмісту CuCl_2 і KCl на поверхні носія з 4,8% до 2-3%, що призводить до дезактивації каталізатора в процесі його експлуатації.

В основу запропонованої заявки на винахід поставлено завдання спрощення та інтенсифікації технологічного процесу приготування каталізатора, зменшення втрат носія і каталізатора та покращення ефективності нанесення каталізатора на носій.

1) Поставлена ціль досягається тим, що для приготування каталізатора окислювального хлорування етилену використовують носій на основі $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, а формування мікросферичних гранул каталізатора проводять шляхом нанесення 20-40% розчину солей міді, К і Mg в ході його розпилення в крапельно-аерозольному стані в реакторі автоклаві з перемішуванням. При температурі 150-450°C протягом 1-2 год.

2) Спосіб по пункту 1 відрізняється тим, що в якості носія використовують високодисперсний, аморфний алюмокремнезем, одержаний пірогенним способом з питомою поверхнею 150-200м²/г, розміром частинок 10-80 мкм та вмістом Al₂O₃-20-40% і SiO₂-60-80%.

3) Спосіб по пункту 1 відрізняється тим, що в якості солей міді беруть CuCl₂·2H₂O, а в якості солей K і Mg використовують природні мінерали карналіт KCl·MgCl₂·6H₂O, шеніт K₂SO₄·MgSO₄·6H₂O, каїніт KCl·MgSO₄·3H₂O. При цьому концентрація активного CuCl₂ в каталізаторі складає 4-8%, а в суміші солей K⁺ Mg²⁺ складає 0,05-2%.

Суттєвими ознаками заявки на винахід, що забезпечують досягнення мети, є формування мікросферичних гранул каталізатора, яке ведуть нанесенням 20-40% розчину солей Cu, K, Mg в ході його розпилення в крапельно-аерозольному стані на носій в псевдозрідженому стані при температурі 150-450°C протягом 1-2 год.

Суттєвими ознаками заявки на винахід, що забезпечують досягнення мети є те, що в якості носія на основі γ-Al₂O₃ використовують високодисперсний, аморфний алюмокремнезем з питомою поверхнею 150-200м²/г, з розміром частинок d=10-80мкм і вмістом γ-Al₂O₃ - 20-30% і SiO₂ - 60-80%.

Суттєвими ознаками заявки на винахід, що забезпечують досягнення мети є те, що в якості солей міді використовують CuCl₂·2H₂O, а в якості солей K і Mg використовують природні мінерали: карналіт (KCl·MgCl₂·6H₂O) і, або шеніт (K₂SO₄·MgSO₄·6H₂O) і, або каїніт (KCl·MgSO₄·3H₂O). При цьому концентрація активного CuCl₂ в каталізаторі досягається 4-8%, а суміші солей K⁺, Mg²⁺ - складає 0,05-2% ваг.

Ознаками цього способу, що співпадають із суттєвими ознаками відомого способу є: приготування каталізатора шляхом розпилення розчину хлоридів металів на пористий носій в псевдозрідженому стані і сушку його при підвищеній температурі.

Відмінними ознаками способу, що заявляється, від прототипу є те, що нанесення ведуть з 20-40% водного розчину солей Cu²⁺, K⁺, Mg²⁺ в ході його розпилення на носій в крапельно-аерозольному стані з формуванням мікросферичних гранул каталізатора при температурі 150-450°C протягом 1-2 год. А в якості на основі γ-Al₂O₃ використовують високодисперсний аморфний алюмокремнезем з питомою поверхнею 150-200м²/г і розміром частинок d=10-80мкм, з вмістом γ-Al₂O₃ - 20-40%.

Ознаками, достатніми у всіх випадках, на які поширюється обсяг правової охорони є: нанесення 20-40% розчину солей Cu²⁺, K⁺, Mg²⁺ в ході його розпилення на носій в крапельно-аерозольному стані з формуванням мікросферичних гранул каталізатора при температурі 150-450°C протягом 1-2 год. В якості носія використовують високодисперсний аморфний алюмокремнезем з питомою поверхнею 150-200м²/г і розміром частинок d=10-80мкм, з вмістом γ-Al₂O₃ - 20-40%.

Нові технічні властивості винаходу досягаються за рахунок розпилення на носій 20-40% водного розчину солей Cu²⁺, K⁺, Mg²⁺ в крапельно-аерозольному стані при t=150-450°C за 1-2 год., при якому проходить формування мікросферичних частинок каталізатора з вмістом CuCl₂·K⁺, Mg²⁺-4-8% на поверхні Al₂O₃/SiO₂, з S_{пит}=100-150м²/г, d=30-110мкм, що є найбільш оптимальними властивостями для каталізатора окислювального хлорування етилену.

Додаткові нові технічні властивості досягаються шляхом використання в якості солей K⁺ Mg²⁺ природних мінералів: карналіту, або шеніту, або каїніту, в якості носія - пірогенного алюмокремнезему, що містить 20-40% Al₂O₃/80 % SiO₂, з S_{пит}=150-200м²/г, d=10-80мкм.

В запропонованій заявці на винахід в якості носія використовується алюмокремнезем, одержаний сумісним гідролізом AlCl₃ і SiCl₄ в полум'ї водневого пальника при температурі 900-1100°C так, щоб кількість Al₂O₃, нанесеного на поверхню частинок SiO₂ була не нижче 20-40%, що обумовлено покриттям поверхні SiO₂ аморфним Al₂O₃, причому використання алюмокремнезему з концентрацією Al₂O₃ менше 20% не закриває поверхню SiO₂ з структурними Si-OH силанольними групами, що як відомо зменшує активність CuCl₂ в процесі окислювального хлорування етилену. Збільшення кількості Al₂O₃ в алюмокремнеземі вище 40% знижує термомеханічну стійкість каталізатора в процесі окислювального хлорування етилену, що призводить до крихкості каталізатора і зменшення його активності. Питома поверхня алюмокремнезему (150-200м²/г) вибрана з розрахунку того, що після нанесення солей металів шляхом розпилення їх розчину в крапельно-аерозольному стані, вона зменшується до 100-150м²/г, що є найбільш оптимальною для активності каталізатора окислювального хлорування етилену.

Розмір частинок алюмокремнезему (10-80мкм) як носія вибраний з розрахунку того, що в ході нанесення розчину солей металів іде агломерація частинок каталізатора зі збільшенням його розмірів до 30-110мкм, що є найбільш оптимальним для активності каталізатора окислювального хлорування етилену. Концентрація розчину хлориду міді і солей металів K⁺ і Mg²⁺ (20-40%) береться з розрахунку, що після нанесення їх на поверхню носія алюмокремнезему, сушки і термообробки при температурі 150-450°C проходить агломерація його в мікросферичні частинки більшого розміру з винесенням солей і досягненням концентрації CuCl₂ 4-8%, а сума K₊₁ і Mg₊₂ досягається 0,05-2%, при яких активність і селективність каталізатора окислювального хлорування етилену являється найбільш високою 96-99%.

Хлорид міді береться у вигляді кристалогідрату CuCl₂·2H₂O, а солі K⁺ і Mg²⁺ беруться у вигляді відповідних мінералів: карналіт KCl·MgCl₂·6H₂O, шеніт K₂SO₄·MgSO₄·6H₂O, каїніт KCl·MgSO₄·3H₂O. Для того, щоб після сушки при 450°C проходила інтеркаляція сполук Cu, K і Mg в міжшаровому просторі алюмінійоксидних і кремнеземних пакетів, вони рівномірно змішуються, входять в склад агломерованих частинок, що веде до збільшення доступу до активної поверхні каталізатора, сировинних продуктів окислювального хлорування етилену (HC1, C₂H₄, O₂).

Алюмокремнезем з вмістом Al₂O₃ 20-40% і SiO₂ 80-60% береться з метою збільшення термічної і механічної стійкості готового каталізатора окислювального хлорування етилену за рахунок наявності SiO₂, який призводить до зменшення втрат каталізатора при витиранні і збільшенні конверсії по HC1 і етилену та зменшення процесів горіння етилену.

Під алюмокремнеземом з вмістом Al₂O₃ 20-40% розуміється така сполука, рентгенографічний аналіз якої не показує ніяких ліній, характерних для будь-якої кристалічної фази. Така сполука володіє підвищеною реакційною здатністю, в результаті якої стає можливою інтеркаляція сполук компонентів каталізатора в міжшаровий простір

між алюмогидроксидними пакетами, і супроводжується зсувом алюмогидроксидних пакетів один відносно іншого. В результаті інтеркаляції сполук міді і додаткових сполук металів K і Mg, ці сполуки не тільки рівномірно розподілені в оксиді алюмінію, але і хімічно зв'язані з сполуками алюмінію. В подальшому при термообробці проходить термодиспергування сполук компонентів каталізатора, яке призводить до утворення високодисперсних рентгеноаморфних фаз всіх компонентів каталізатора, які міцно зв'язані з структурою оксиду алюмінію. Структуроутворення зерна каталізатора проходить як шляхом розвитку сітки хімічних зв'язків, так і зростанням багатьох мілких частинок компонентів каталізатора. Такий тип структуроутворення - конденсаційний, дає найбільш міцні структури. Цим пояснюється висока механічна міцність одержаних зерен каталізатора.

Як відомо, для забезпечення підвищеної активності каталізаторів надають перевагу рентгеноаморфному стану компонентів каталізатора. Але недоліком таких структур є їх низька механічна стабільність при підвищених температурах, що полягає в спіканні високодисперсних частинок з утворенням великих кристалітів, в результаті чого різко знижується каталітична активність. В даному каталізаторі стабільність рентгеноаморфної структури сполуки міді забезпечують додаткові сполуки SiO_2 елементів з групи: магній, калій.

Термомеханічна міцність запропонованого каталізатора окислювального хлорування етилену, його активність та селективність в процесі окислювального хлорування етилену в 1,2-дихлоретан визначали на скляній дослідно-лабораторній установці, яка представляє собою наступне:

Кисень, етилен, хлористий водень, циркуляційний газ і азот подаються на моностати, на 1/2 заповнені манометричною рідиною, і через осушувачі подаються на ротаметри. Осушувачі для етилену, кисню, циркуляційного газу і азоту заповнені гранульованим хлористим кальцієм для сушки і очистки газів, а осушувач для хлористого водню заповнений гранульованим хлористим кальцієм і активованим вугіллям для сушки, очистки від масел.

Очищені і осушені гази зі встановленими розходами двома потоками:

етилен і циркуляційний газ та попередньо змішані хлористий водень і кисень подаються в нижню каталітичну зону реактора.

Реактор окислювального хлорування етилену є кварцовою трубкою загальною довжиною 1,2-1,5м, внутрішнім діаметром 40мм, верхня частина якого розширена для сепарації винесених із псевдозрідженого шару частинок каталізатора. У верхній частині реактора є штуцери для виходу реакційних газів і завантаження та вивантаження каталізатора.

В нижній частині реактора знаходиться пориста пластинка для рівномірного розподілу газів по січченню реактора. Для обігріву реактора на нього по всій довжині намотана ніхромово електроспіраль. Передбачений роздільний нагрів гартувальної і нижньої зони реактора. Обмотка покрита термостійким ізоляційним матеріалом.

Реакційна парогазова суміш, яка складається з продуктів реакції і непрореагованих вихідних речовин, через трьохходовий кран подається в нижню частину відпарної (гартувальної) колони. Колона орошається з напірного бутля через крапельницю.

Відпарна колона призначена для повної відмивки непрореагованого хлористого водню. Утворена в колоні соляна кислота збирається в приймач. Для запобігання конденсації хлорорганічних продуктів в гартувальній колоні температура води в ній підтримується в межах 80-90°C, для чого передбачено зовнішній обігрів колони.

Для обігріву гартувальної колони, як і реактора, використовується ніхромово електроспіраль, яка намотана на колону і покрита термостійким ізоляційним матеріалом.

З верхньої частини гартувальної колони нейтральний реакційний газ поступає в змієвиковий холодильник, який охолоджується водою, де конденсується основна маса хлорорганіки і вода, яка утворилася в результаті реакції. Конденсат збирається в ділильній лійці, яка призначена для розшарування і розділення дихлоретану і води. По закінченню процесу змієвик холодильника промивають з напірного бутля водою. Промивні води відділяють від дихлоретану і зливають в приймач соляної кислоти, а дихлоретан-сирець зливають в попередньо зважену колбу.

Реакційний газ після відділення дихлоретану проходить через осушувач, заповнений гранульованим хлористим кальцієм і поступає в охолоджені до -20°C змієвиковий і толуольні вловлювачі, де повністю конденсується і вловлюється вся хлорорганіка - несконденсований у водяному холодильнику 1,2-дихлоретан та інші хлорорганічні продукти, температура кипіння яких нижча, ніж у дихлоретану. Вловлювачі охолоджуються в термосі, заповненому сумішшю льоду і солі.

Результати проведення випробування нових зразків каталізатора окислювального хлорування етилену на дослідно-лабораторній установці і порівняння з відомим каталізатором окислювального хлорування етилену по прототипу на цій же установці представлені в таблиці 1.

Приклади конкретного використання.

Приклад 1. Спосіб одержання каталізатора окислювального хлорування етилену в 1,2-ДХЕ здійснюється наступним чином. В реактор-автоклав завантажують 96,42 кг алюмокремнезему з питомою поверхнею $150\text{м}^2/\text{г}$, розмірами частинок 10-80мкм і вмістом Al_2O_3 20%. Включають мішалку ($n=100-150\text{об/хв.}$) і для продувки реактора подають газоподібний азот $0,05-0,1\text{м}^3/\text{год.}$, включають нагрів і доводять температуру носія до 150°C. Після досягнення цієї температури через розпилюючу форсунку зверху реактора подають 15 кг 40% розчину $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ і карналіту ($\text{KCl} \cdot \text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), регулюючи подачу таким чином, щоб розхід розчину солей металів дорівнював 10л/год. Після чого збільшують температуру в реакторі до 450°C і протягом 1 год. висушують готовий каталізатор від надлишку води в струмені, який продувається газоподібним азотом. В результаті одержують продукт, що містить 4% CuCl_3 та 0,05% $\text{KCl} \cdot \text{MgCl}_2$ з питомою поверхнею $100\text{м}^2/\text{г}$, розміром частинок 30-110мкм.

Приклад 2. Спосіб одержання каталізатора окислювального хлорування етилену в 1,2-ДХЕ здійснюється наступним чином. В реактор-автоклав завантажують 103,7 кг алюмокремнезему з питомою поверхнею $170\text{м}^2/\text{г}$, розмірами частинок 10-80мкм і вмістом Al_2O_3 30%. Включають мішалку ($n=100-150\text{об/хв.}$) і для продувки реактора подають газоподібний азот $0,05-0,1\text{м}^3/\text{год.}$, включають нагрів і доводять температуру носія до 150°C. Після досягнення цієї температури через розпилюючу форсунку зверху реактора подають 30 кг 30% розчину

$\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ і шеніту $\text{K}_2\text{SO}_4 \cdot \text{MgSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, регулюючи подачу таким чином, щоб розхід розчину солей металів дорівнював 10л/год. Після чого збільшують температуру в реакторі до 450°C і протягом 1 години висушують готовий каталізатор від надлишку води в струмені, який продувається газоподібним азотом. В результаті одержують продукт, що містить 6% CuCl_2 та 0,1% $\text{K}_2\text{SO}_4 \cdot \text{MgSO}_4$ з питомою поверхнею $110\text{м}^2/\text{г}$, розміром частинок 30-110мкм.

Приклад 3. Спосіб одержання каталізатора окислювального хлорування етилену в 1,2-ДХЕ здійснюється наступним чином. В реактор-автоклав завантажують 77,22 кг алюмокремнезему з питомою поверхнею $200\text{м}^2/\text{г}$, розмірами частинок 10-80мкм і вмістом Al_2O_3 40%. Включають мішалку ($n=100-150\text{об/хв.}$) і для продувки реактора подають газоподібний азот $0,05-0,1\text{ м}^3/\text{год.}$, включають нагрів і доводять температуру носія до 150°C . Після досягнення цієї температури через розпилюючу форсунку зверху реактора подають 40кг 20% розчину $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ і каїніт ($\text{KCl} \cdot \text{MgSO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), регулюючи подачу таким чином, щоб розхід розчину солей металів дорівнював 10л/год. Після чого збільшують температуру в реакторі до 450°C і протягом 1 години висушують готовий каталізатор від надлишку води в струмені, який продувається газоподібним азотом. В результаті одержують продукт, що містить 7% CuCl_2 та 1% $\text{KCl} \cdot \text{MgSO}_4$ з питомою поверхнею $150\text{м}^2/\text{г}$, розміром частинок 30-110мкм.

Приклад 4. Спосіб одержання каталізатора окислювального хлорування етилену в 1,2-ДХЕ здійснюється наступним чином. В реактор-автоклав завантажують 85,24 кг алюмокремнезему з питомою поверхнею $130\text{м}^2/\text{г}$, розмірами частинок 20-90мкм і вмістом Al_2O_3 15%. Включають мішалку ($n=100-150\text{об/хв.}$) і для продувки реактора подають газоподібний азот $0,05-0,1\text{м}^3/\text{год.}$, включають нагрів і доводять температуру носія до 140°C . Після досягнення цієї температури через розпилюючу форсунку зверху реактора подають 10 кг 41% розчину $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ і каїніт ($\text{KCl} \cdot \text{MgSO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), регулюючи подачу таким чином, щоб розхід розчину солей металів дорівнював 10л/год. Після чого збільшують температуру в реакторі до 400°C і протягом 1 години висушують готовий каталізатор від надлишку води в струмені, який продувається газоподібним азотом. В результаті одержують продукт, що містить 3,6% CuCl_2 та 0,04% $\text{KCl} \cdot \text{MgSO}_4$ з питомою поверхнею $180\text{м}^2/\text{г}$, розміром частинок 20-90мкм.

Приклад 5. Спосіб одержання каталізатора окислювального хлорування етилену в 1,2-ДХЕ здійснюється наступним чином. В реактор-автоклав завантажують 113,54кг алюмокремнезему з питомою поверхнею $110\text{м}^2/\text{г}$, розмірами частинок 20-90мкм і вмістом Al_2O_3 50%. Включають мішалку ($n=100-150\text{об/хв.}$) і для продувки реактора подають газоподібний азот $0,05-0,1\text{м}^3/\text{год.}$, включають нагрів і доводять температуру носія до 130°C . Після досягнення цієї температури через розпилюючу форсунку зверху реактора подають 60кг 9% розчину $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ і каїніт ($\text{KCl} \cdot \text{MgSO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), регулюючи подачу таким чином, щоб розхід розчину солей металів дорівнював 10л/год. Після чого збільшують температуру в реакторі до 500°C і протягом 1 години висушують готовий каталізатор від надлишку води в струмені, який продувається газоподібним азотом. В результаті одержують продукт, що містить 1,4% CuCl_2 та 2,2% $\text{KCl} \cdot \text{MgSO}_4$ з питомою поверхнею $90\text{м}^2/\text{г}$, розміром частинок 30-90мкм.

Приклад 6. Спосіб одержання каталізатора окислювального хлорування етилену в 1,2-ДХЕ здійснюється наступним чином. В реактор-автоклав завантажують 99,55кг алюмокремнезему з питомою поверхнею $210\text{м}^2/\text{г}$, розмірами частинок 20-90мкм і вмістом Al_2O_3 15%. Включають мішалку ($n=100-150\text{об/хв.}$) і для продувки реактора подають газоподібний азот $0,05-0,1\text{м}^3/\text{год.}$, включають нагрів і доводять температуру носія до 140°C . Після досягнення цієї температури через розпилюючу форсунку зверху реактора подають 70 кг 19% розчину $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ і каїніт ($\text{KCl} \cdot \text{MgSO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), регулюючи подачу таким чином, щоб розхід розчину солей металів дорівнював 10л/год. Після чого збільшують температуру в реакторі до 450°C і протягом 1 години висушують готовий каталізатор від надлишку води в струмені, який продувається газоподібним азотом. В результаті одержують продукт, що містить 9% CuCl_2 та 0,5% $\text{KCl} \cdot \text{MgSO}_4$ з питомою поверхнею $160\text{м}^2/\text{г}$, розміром частинок 10-120мкм.

Таблиця 1.

Фізико-хімічні і каталітичні властивості приготованих зразків каталізаторів окислювального хлорування етилену.

| Номер прикладу | Фізико-хімічні властивості готового каталізатора окислювального хлорування етилену | | | | | Каталітичні властивості | | | |
|----------------|--|-----------------------|-----------------------------------|--|---|-------------------------|--------------------------------------|-------------------|--------------------|
| | Питома поверхня, $\text{м}^2/\text{г}$ | Діаметр частинок, мкм | Вміст Al_2O_3 , % | Вміст $\Sigma\text{CuCl}_2 + \text{MeCl}(\text{SO}_4)$, % | Втрати маси каталізатора при стиранні за 5 год. | Конверсія неї, % | Ефективність по етилену в 1,2-ДХЕ, % | Чистота 1,2ДХЕ, % | Горіння етилену, % |
| 1 | 100 | 30-110 | 20 | 4,05 | 4 | 99,0 | 95,7 | 99,8 | 2 |
| 2 | 110 | 30-110 | 30 | 6,1 | 5 | 99,3 | 96 | 99,5 | 1,8 |
| 3 | 150 | 30-110 | 40 | 8 | 6 | 99,5 | 97 | 99,4 | 1,4 |
| 4 | 180 | 20-90 | 15 | 3,64 | 9 | 98,5 | 95 | 98,5 | 2,0 |
| 5 | 90 | 30-90 | 50 | 3,6 | 11 | 98,0 | 96 | 97,0 | 2,1 |
| 6 | 160 | 10-120 | 15 | 9,5 | 12 | 97,0 | 93 | 96,5 | 3,0 |
| прототип | 100 | 10-120 | 95,8-92,1 | 4,2-7,91 | 9-12 | 97-98,5 | 94-95 | 96,5-98,5 | 4-5 |