

UŽITNÝ VZOR

(11) Číslo dokumentu:

32 702

(13) Druh dokumentu: **U1**

(51) Int. Cl.:

B01J 37/00 (2006.01)

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2018-35760**
(22) Přihlášeno: **18.12.2018**
(47) Zapsáno: **26.03.2019**

(73) Majitel:
Unipetrol výzkumně vzdělávací centrum, a.s., Ústí
nad Labem, Ústí nad Labem-centrum, CZ

(72) Původce:
Ing. Vlastimil Rubáš, Most, CZ
Ing. Zdeněk Tišler, Měděnec, CZ

(74) Zástupce:
Mgr. Ing. Stanislav Babický, Ph.D., tř. Budovatelů
2407/20, 434 01 Most

(54) Název užitného vzoru:
**Zařízení pro rychlé stanovení počáteční
epoxidační aktivity katalyzátorů**

CZ 32702 U1

Zařízení pro rychlé stanovení počáteční epoxidační aktivity katalyzátorů

Oblast techniky

5

Technické řešení se týká zařízení pro rychlé stanovení počáteční epoxidační aktivity katalyzátorů ve srovnání s referenčním katalyzátorem při epoxidaci allylchloridu peroxidem vodíku na epichlorhydrin probíhající v kapalně fázi za adiabatických podmínek.

10

Dosavadní stav techniky

Epichlorhydrin je nejvýznamnějším produktem průmyslově prováděných epoxidací olefinických sloučenin. Využívá se zejména při výrobě syntetického glycerolu, epoxidových pryskyřic, vodou ředitelných pryskyřic, epoxidových nátěrových hmot a iontoměníčů. Používá se však také například jako klíždlo papíru ve farmacii anebo ve výrobě elastomerů, změkčovadel, lubrikantů a adheziv.

V současné době není způsob výroby epichlorhydrinu založený na epoxidaci allylchloridu peroxidem vodíku v kapalně fázi v celosvětovém měřítku příliš rozšířený ve srovnání s tradičním kombinovaným způsobem výroby z propylenu a chloru nebo glycerolu a chlorovodíku. Z uvedeného důvodu existuje v dostupných zdrojích jen velmi málo informací o zařízeních pro stanovení epoxidační aktivity katalyzátorů prováděné při epoxidaci allylchloridu peroxidem vodíku na epichlorhydrin probíhající v kapalně fázi a téměř žádné informace o zařízeních pro rychlé stanovení počáteční epoxidační aktivity těchto katalyzátorů.

Z důvodu výrazně exotermního průběhu uvedeného způsobu epoxidace allylchloridu peroxidem vodíku na epichlorhydrin probíhající v kapalně fázi jsou dosavadní zařízení pro rychlé stanovení počáteční epoxidační aktivity katalyzátorů k dosažení reprodukovatelného průběhu často upraveny tak, aby umožňovaly eliminaci reakčního tepla. Jednou z možností eliminace je intenzivní odvod reakčního tepla z reaktoru. Další možnost spočívá v tom, že dosavadní zařízení pro rychlé stanovení počáteční epoxidační aktivity katalyzátorů umožňují přivádět hlavní reakční komponenty, tj. allylchlorid a peroxid vodíku, řízeným způsobem samostatně, což lze považovat za zásadní nevýhodu. Další nevýhodou dosavadních zařízení pro rychlé stanovení počáteční epoxidační aktivity katalyzátorů je, že jedním testem je možno získat informace pouze o jednom zkušenském katalyzátoru.

Uvedené nevýhody alespoň z části odstraňuje zařízení pro rychlé stanovení počáteční epoxidační aktivity katalyzátorů podle technického řešení.

40

Podstata technického řešení

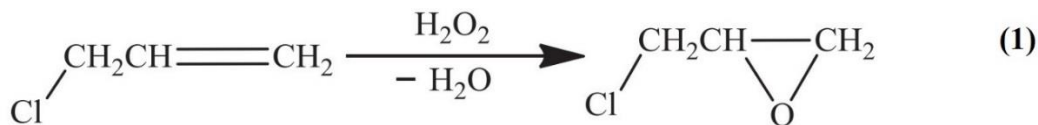
Zařízení pro rychlé stanovení počáteční epoxidační aktivity katalyzátorů při epoxidaci allylchloridu peroxidem vodíku probíhající v kapalně fázi za adiabatických podmínek je charakterizováno tím, že zahrnuje alespoň jeden reaktor v tepelně izolovaném bloku vybavený víčkem, v němž je upevněna jímka, v níž je umístěno jedno ze zařízení pro měření teploty reakční směsi s katalyzátorem v reaktoru vybrané ze skupiny zahrnující teploměr a termočlánek.

Výhodné zařízení pro rychlé stanovení počáteční epoxidační aktivity katalyzátorů při epoxidaci allylchloridu peroxidem vodíku na epichlorhydrin probíhající v kapalně fázi za adiabatických podmínek je charakterizováno tím, že termočlánek je připojen kompenzačním vodičem k převodníku napětí, jehož výstup je připojen k počítači.

Zařízení pro rychlé stanovení počáteční epoxidační aktivity katalyzátorů podle technického řešení zahrnuje reaktor vybavený šroubovacím víčkem, v němž je upevněna jímka. V ní je umístěn termočlánek pro měření teploty, propojený kompenzačním vodičem k převodníku napětí určenému pro snímání napětí na termočlánek a jeho převodu na údaje o teplotě. Výstup z převodníku napětí je připojen k počítači pro zaznamenávání teploty reakční směsi s katalyzátorem v reaktoru. Reaktor, případně soustava několika vzájemně tepelně izolovaných reaktorů uspořádaných paralelně vedle sebe, je umístěn až po víko v tepelně izolovaném bloku, vyrobeném z materiálu s velmi dobrými tepelně izolačními vlastnostmi, např. polystyren, lisovaná skelná vata.

Zařízení pro rychlé stanovení počáteční epoxidační aktivity katalyzátorů při epoxidaci allylchloridu peroxidem vodíku na epichlorhydrin probíhající v kapalně fází za adiabatických podmínek podle technického řešení je určeno pro stanovení počáteční epoxidační aktivity zkoušených katalyzátorů ve srovnání s počáteční epoxidační aktivitou referenčního katalyzátoru.

Postup stanovení počáteční epoxidační aktivity zkoušených katalyzátorů je založen na měření tepelného zabarvení epoxidace allylchloridu peroxidem vodíku na epichlorhydrin probíhající v kapalně fází za adiabatických podmínek v prostředí vhodného rozpouštědla, např. methanolu nebo acetonitrilu, pro dosažení homogenity reakční směsi. Tento postup využívá skutečnosti, že ve výchozí reakční směsi, obsahující allylchlorid, peroxid vodíku, vodu a methanol jako rozpouštědlo, neprobíhá za laboratorních podmínek bez přítomnosti katalyzátoru epoxidační reakce podle rovnice (1), a tedy nedochází k vývinu reakčního tepla, přestože se jedná o silně exotermní reakci, jejíž reakční teplo za standardních podmínek (teplota 298 K, tlak 101,325 kPa) činí - 255,5 kJ/mol.



Epoxidační reakce podle rovnice (1), doprovázená vývojem reakčního tepla, začne probíhat pouze tehdy, je-li k výchozí reakční směsi přidán katalyzátor katalyzující epoxidační reakci, např. Ti-silikalit. Při použití zařízení pro rychlé stanovení počáteční epoxidační aktivity katalyzátorů podle technického řešení pro stanovení počáteční epoxidační aktivity katalyzátoru za adiabatických podmínek uvedeným postupem se množství uvolněného reakčního tepla spotřebuje na ohřátí reakční směsi. Teplota se přitom měří teploměrem, např. rtuťovým, anebo výhodně termočlánekem, který umožňuje průběžné měření teploty a zaznamenávání naměřených údajů pomocí záznamového zařízení.

Za stejných výchozích reakčních podmínek ve vsádkovém adiabatickém reaktoru je počáteční epoxidační aktivita zkoušeného i referenčního katalyzátoru úměrná množství uvolněného reakčního tepla a tím maximální dosažené teplotě reagující směsi po dosažení chemické rovnováhy.

Jsou-li v každém z reaktorů při souběžném měření počáteční epoxidační aktivity několika katalyzátorů nastaveny stejné výchozí reakční podmínky, tedy teplota, složení výchozí reakční směsi, molární poměr reaktantů, a je-li jeden z katalyzátorů použit jako referenční, potom lze srovnat počáteční epoxidační aktivitu zkoušených katalyzátorů s počáteční epoxidační aktivitou referenčního katalyzátoru pomocí tzv. relativní počáteční epoxidační aktivity, vyjádřené poměrem maximálních teplot dosažených pro srovnávané katalyzátory. Alternativní způsob vyjádření relativní počáteční epoxidační aktivity je dán poměrem množství uvolněného reakčního tepla, které se určí integrací teploty reakční směsi podle času do dosažení chemické rovnováhy, pro zkoušený a referenční katalyzátor.

Objasnění výkresu

5

Obrázek 1, s jehož pomocí bude technické řešení blíže objasněno, znázorňuje blokové schéma zařízení pro rychlé stanovení počáteční epoxidační aktivity katalyzátorů.

10 Příklad uskutečnění technického řešení

Zařízení pro rychlé stanovení počáteční epoxidační aktivity katalyzátorů, ve kterém se provádí epoxidace allylchloridu peroxidem vodíku na epichlorhydrin probíhající v kapalně fázi za adiabatických podmínek, zahrnuje reaktor 1, vybavený šroubovacím víčkem 2, v němž je upevněna jímka 3, uvnitř které se nachází termočlánek 4 pro měření teploty, propojený kompenzačním vodičem 5 k převodníku 6 napětí a počítači 7, což jsou dílčí části zařízení pro rychlé stanovení počáteční epoxidační aktivity katalyzátorů určené ke snímání napětí termočlánek 4 a jeho digitalizaci převodem na údaj o teplotě. Reaktor 1 je umístěn až po víčko 2 v tepelně izolovaném bloku 8 z polystyrenu, může však být z jiného materiálu s velmi dobrými tepelně izolačními vlastnostmi, např. lisovaná skelná vata, popř. jiný materiál.

Zařízením pro rychlé stanovení počáteční epoxidační aktivity katalyzátorů je v tomto případě laboratorní aparatura, jejímž základem je adiabatický vsádkový reaktor 1, kterým je skleněná vialka o objemu 8 ml, umožňující zkoušet epoxidační katalyzátory v množství 0,1 až 1 g, obvykle 0,3 až 0,5 g, při epoxidační reakci předložené výchozí reakční směsi, označované též jako modelová surovina, v množství 1 až 6 ml, obvykle 3 až 5 ml, v různém složení, přičemž molární poměr allylchlorid : peroxid vodíku je v rozmezí 1 : 1 až 10 : 1, výhodně 3 : 1 až 5 : 1, dle koncentrace peroxidu vodíku použitého k přípravě modelové suroviny, obvykle v rozmezí 30 až 50 % hmotn.

30

Významnou výhodou zařízení pro rychlé stanovení počáteční epoxidační aktivity katalyzátorů je rychlé získání informace o počáteční epoxidační aktivitě zkoušených katalyzátorů ve srovnání s počáteční epoxidační aktivitou referenčního katalyzátoru, neboť chemické rovnováhy je dosaženo za dobu několika desítek minut, obvykle za 60 až 120 minut.

35

Průmyslová využitelnost

Zařízení pro rychlé stanovení počáteční epoxidační aktivity katalyzátorů podle technického řešení je průmyslově využitelné pro porovnání počáteční epoxidační aktivity různých epoxidačních katalyzátorů, např. pro výběr katalyzátorů, anebo pro rychlé operativní hodnocení počáteční epoxidační aktivity těchto katalyzátorů při jejich komerční výrobě výrobcem katalyzátoru, nebo před jejich provozním nasazením uživatelem katalyzátoru.

45 Zařízení pro rychlé stanovení počáteční epoxidační aktivity katalyzátorů podle technického řešení je dále průmyslově využitelné v oblasti výzkumu a vývoje zcela nových anebo inovovaných typů katalyzátorů pro epoxidaci allylchloridu peroxidem vodíku na epichlorhydrin probíhající v kapalně fázi tzv. screeningovou metodou.

NÁROKY NA OCHRANU

5

1. Zařízení pro rychlé stanovení počáteční epoxidační aktivity katalyzátorů při epoxidaci allylchloridu peroxidem vodíku na epichlorhydrin probíhající v kapalně fází za adiabatických podmínek, **vyznačující se tím**, že zahrnuje alespoň jeden reaktor (1) v tepelně izolovaném bloku (8) vybavený víčkem (2), v němž je upevněna jímka (3), v níž je umístěno jedno ze zařízení pro měření teploty reakční směsi s katalyzátorem v reaktoru (1) vybrané ze skupiny zahrnující teploměr a termočlánek (4).

10

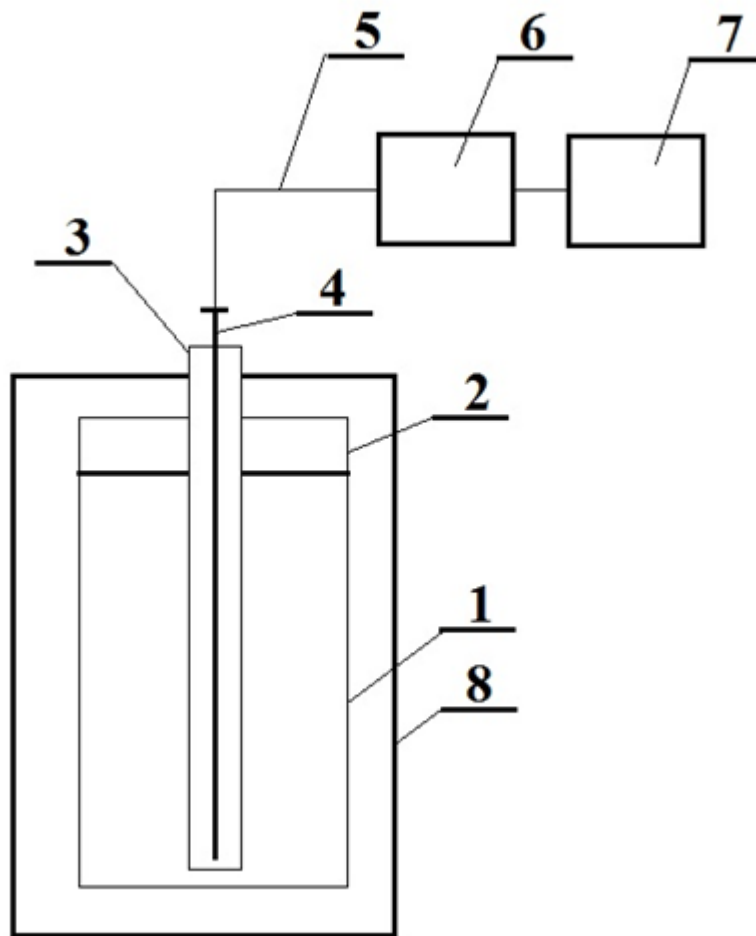
2. Zařízení podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že termočlánek (4) je připojen kompenzačním vodičem (5) k převodníku (6) napětí, jehož výstup je připojen k počítači (7).

15

1 výkres

Seznam vztahových značek:

- 1 reaktor
- 2 víčko
- 3 jímka
- 4 termočlánek
- 5 kompenzační vodič
- 6 převodník napětí
- 7 počítač
- 8 tepelně izolovaný blok.



Obr. 1