

А.В. РОМЕНСКИЙ, канд. техн. наук,
ЗАО "СЕВЕРОДОНЕЦКОЕ ОБЪЕДИНЕНИЕ АЗОТ", г. Северодонецк

ПРОМЫШЛЕННАЯ УЛЬТРАЗВУКОВАЯ УСТАНОВКА ПО ПРОИЗВОДСТВУ КАТАЛИЗАТОРА СИНТЕЗА ВИНИЛАЦЕТАТА

Представлено опис промислової установки по виробництву цинкацетатного каталізатора синтезу вінілацетату на базі ультразвукового реактора просочення потужністю 150 тонн/рік. Промислова експлуатація Zn-Ac каталізатора, приготовленого на новій установці, дозволила збільшити потужність виробництва вінілацетату на 33 %.

Description of plant of manufacture of zinc acetate catalyst for synthesis vinyl acetate by productivity of 150 tons/year on basis of ultrasonic reactor is presented. Commercial operation of Zn-Ac catalyst prepared on new installation has allowed to increase of productivity of manufacture of vinyl acetate by 33 %.

Технологический процесс получения цинкацетатного катализатора в УЗ-поле представлен на рисунке и состоит из следующих стадий: приготовление раствора ацетата цинка; ультразвуковая пропитка активного угля раствором ацетата цинка; сушка и упаковка цинкацетатного катализатора [1].

Концентрированная уксусная кислота транспортируется на промышленную установку из цеха уксусной кислоты ЗАО "Северодонецкое объединение Азот" в передвижном контейнере 1.

Сливной штуцер контейнера 1 соединяется гибким металлорукавом со штуцером линии всоса насоса 2, которым уксусная кислота перекачивается в емкость 3. Уровень в емкости 3 измеряется пьезометрическим указателем уровня.

Из емкости 3 уксусная кислота насосом 2 подается в мерник уксусной кислоты 4 с равномерным стеклом. Схемой предусмотрена подача уксусной кислоты в мерник 4 насосом 2 непосредственно из контейнера 1.

Глубокообессоленная вода из общей сети предприятия поступает в мерник глубокообессоленной воды 6 с равномерным стеклом.

Приготовление 30 %-ной уксусной кислоты проводится в реакторе с пропеллерной мешалкой 5, снабженном рубашкой для обогрева. Раствор ацетата цинка готовится в две стадии:

- приготовление концентрированного раствора ацетата цинка;
- приготовление рабочего раствора ацетата цинка заданной концентрации.

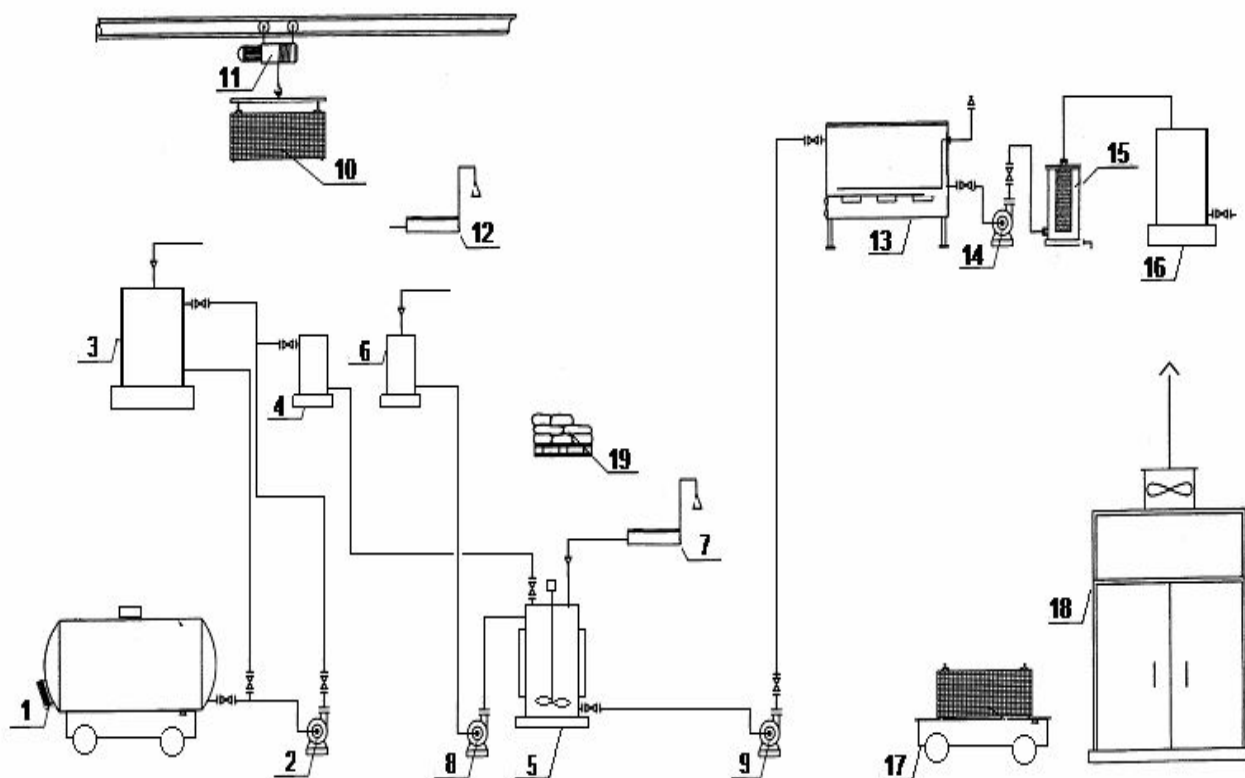
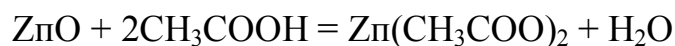


Рисунок – Принципиальная схема ультразвуковой установки для производства цинкацетатного катализатора:

- 1 – передвижной контейнер; 2, 8, 9, 14 – насос; 3, 16 – емкость; 4, 6 – мерник;
 5 – реактор; 7, 12 – весы; 10 – сетчатая корзина УЗ-ванны; 11 – электрическая таль;
 13 – ультразвуковая ванна; 15 – патронный фильтр; 17 – тележка;
 18 – сушильная печь; 19 – мешки с углем АГН-1.

Для получения концентрированного раствора ацетата цинка из мерника 6 насосом 8 в реактор 5 подают $670 - 690 \text{ дм}^3$ глубокообессоленной воды, затем, при включенной мешалке, $277 - 283 \text{ дм}^3$ концентрированной уксусной кислоты ($290 - 296 \text{ кг}$ в пересчете на 100 %-ную CH_3COOH) и содержимое реактора 5 перемешивают в течение 14 – 16 минут. Концентрация уксусной кислоты в реакторе 5 должна быть в пределах 29 – 31 %. После проведения анализа на содержание уксусной кислоты в растворе в рубашку реактора 5 подают пар и подогревают до $50 - 60 \text{ }^\circ\text{C}$, а затем, не прекращая перемешивания, в реактор 5 загружают $196 - 200 \text{ кг}$ окиси цинка, предварительно взвешенного на весах 7. Содержимое реактора 5 нагревают до температуры $75 - 85 \text{ }^\circ\text{C}$, регулируя подачу пара в рубашку реактора. Уксусная кислота реагирует с окисью цинка с образованием ацетата цинка по реакции:



Реакцию ведут до полного взаимодействия окиси цинка с уксусной кислотой при температуре 75 – 85 °С при перемешивании в течение 35 – 45 минут.

Массовая доля ацетата цинка в концентрированном растворе должна быть в пределах 39 – 41%, массовая доля свободной уксусной кислоты – не более 1,5 %.

Пропитка активного угля проводится в ультразвуковой ванне 13 (далее УЗ-ванна).

УЗ-ванна представляет собой прямоугольную сварную емкость из листовой нержавеющей стали 10Х17Н13М3Т толщиной 4мм. По периметру бортов ванна с наружной стороны окантована стальными угольниками 63×63мм, к которым сверху приварена отбортовка для сбора протечек с крышки ванны и корзины. Ванна опирается на четыре опоры из уголка 63×63мм.

В дно ванны вмонтированы девять пьезокерамических преобразователей-излучателей. На задней стенке ванны имеются два патрубка: один для заполнения ванны и другой – переливной. Слив раствора из ванны производится через штуцер, вваренный в дно ванны.

На торце левой стороны ванны установлены 3 вентилятора, которые, соответственно, по трем каналам-воздуховодам нагнетают воздух для охлаждения преобразователей. Концы питающих проводов преобразователей выведены на заднюю стенку ванны в клеммную коробку.

Сверху ванна закрыта крышкой на петлях. При открывании крышки она опирается на два амортизатора и фиксируется в открытом положении подвижными упорами.

Ванна снабжена корзиной, выполненной из листовой стали марки 10Х17Н13М3Т толщиной 2мм, а дно и боковые стенки из нержавеющей сетки 12Х18Н10Т с ячейками 2×2мм. Корзина устанавливается в ванне на два опорных прутка.

Активный уголь марки АГН-1, предварительно взвешенный на весах 12, в количестве 145 – 150кг загружается в сетчатую корзину УЗ-ванны 10, которая при помощи электрической тали 11 помещается в УЗ-ванну на два опорных прутка. При установке корзины в УЗ-ванну не допускается касание корзины непосредственно дна ванны во избежание выхода из строя пьезокерамических преобразователей.

В УЗ-ванну насосом 9 подается раствор ацетата цинка. Ванна заполня-

ется до переливного штуцера на высоту 400 мм (800 литров) после чего крышка УЗ-ванны закрывается и подается питающее напряжение от сети предприятия, при этом включаются три вентилятора охлаждения пьезокерамических преобразователей.

С целью удаления образовавшегося на пьезокерамических преобразователях конденсата, включение генераторов производится через один час после включения вентиляторов обдува преобразователей.

Через один час включаются генераторы. Для этого тумблер "СЕТЬ" переводится в состояние "ВКЛ" и поворотом ручки таймера по часовой стрелке до упора включаются генераторы. Необходимое время работы генераторов устанавливается по шкале таймера. После окончания работы выключаются генераторы переводом тумблера "СЕТЬ" в положение "ВЫКЛ." После выключения ультразвукового генератора раствор ацетата цинка из ванны 13 насосом 14 откачивается через патронный фильтр 15 в емкость 16.

Пропитанный в УЗ-ванне 13 активный уголь в сетчатых корзинах 10 электрической талью 11 поднимают над ванной, дают стечь раствору и выгружают на тележку 17, и далее транспортируется к сушильным печам 18.

Из корзин 10, пропитанный активный уголь высыпается в противни с сетчатым дном. Противни загружаются в сушильную печь 18 или на тележку 17, которая закатывается в сушильную печь 18. Под противни на тележке 17 и на поддоне сушильной печи 18 устанавливаются специальные поддоны во избежание попадания раствора на тележку 17.

После загрузки пропитанного активного угля в сушильных печах производится сушка пропитанного угля при температуре 120 °С.

При подъеме температуры в сушильных печах 18 проводится выдержка по достижению температуры:

40 °С – 30 минут;

80 °С – 30 минут;

120 °С – до окончания сушки.

Скорость подъема температуры в сушильных печах 20 – 30 °С в час.

Окончание сушки определяется по массовой доле влаги в готовом катализаторе (не более 2 %). Охлажденный в печи до температуры 50 °С цинкацетатный катализатор выгружается в мешки или барабаны с полиэтиленовым вкладышами и формируется в партии. Партией считается количество катализатора 24 тонны.

Готовый цинкацетатный катализатор отправляется потребителю.

В таблице представлены физико-химические характеристики приготовленного в УЗ-поле катализатора синтеза винилацетата.

Таблица

Сравнительная характеристика образцов
цинкацетатного катализатора марки НТЦ – АК 8

№ п/п	Наименование	Содние ZnAc, %	Нас. вес, г/дм ³	Фракционный состав, %				Влага, %	Удельная поверхность, м ² /г	Начальная активность, г/дм ³ ч	
				> 5 мм	5 – 2,8 мм	> 1,1 мм	«дно»			170 °С	200°С
	ТУ 6-11- 0209955-25-90	н/м 22	600- 700	н/б 30	н/м 68	н/б 2,0	отс.	н/б 2,0	н/м 100	н/м 25	н/м 150
1	НТЦ-АК 8 1 партия	28	618	8,19	91,26	0,36	отс.	4,56	365	54	163
2	НТЦ-АК 8 2 партия	24	609	7,38	91,58	0,45	отс.	3,9	572	60	158
3	НТЦ-АК 8 3 партия	24,1	648	7,6	91,7	0,6	отс.	3,5	648	70	171
4	НТЦ-АК 8 4 партия	23,4	679	31,97	61,19	6,1	3,98	3,98	596	63	152
5	НТЦ-АК 8 5 партия	22,6	678	41,97	52,3	4,9	0,103	3,4	594	68	165

В 2006 – 2008 гг. по разработанной технологии приготовлено 5 промышленных партий цинкацетатного катализатора (120 тонн).

Промышленное внедрение нового катализатора позволило выработать в 2007 году около 47 000 тонн винилацетата, что на 42 % выше проектной мощности [2].

В настоящее время на ЗАО "Северодонецкое объединение Азот" освоена и работает промышленная установка по приготовлению цинкацетатного катализатора в УЗ-поле, мощностью 150 тонн кат./год.

Список литературы: 1. Ультразвук в гетерогенном катализе. / Роменский А.В., Казаков В.В., Гринь Г.И. и др. – Северодонецк: ОАО "Северодонецкая городская типография", 2006. – 271 с.
2. Казаков В.В. Основные этапы и перспективы развития Северодонецкого химического комбината. 1951 – 2007. – Северодонецк: ОАО "Северодонецкая городская типография". – 2007. – 224 с.

Поступила в редколлегию 15.10.08