

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810156917.5

[51] Int. Cl.

*B01J 23/02 (2006.01)*

*B01J 21/16 (2006.01)*

*C07C 67/465 (2006.01)*

[43] 公开日 2009年2月18日

[11] 公开号 CN 101367036A

[22] 申请日 2008.9.12

[21] 申请号 200810156917.5

[71] 申请人 江苏工业学院

地址 213164 江苏省常州市武进区滆湖路1号

[72] 发明人 王车礼 田刚 李为民 姚超  
邬国英 林西平

[74] 专利代理机构 南京知识律师事务所  
代理人 汪旭东

权利要求书1页 说明书3页

[54] 发明名称

一种用于合成二聚酸酯的片状催化剂及其制备方法

[57] 摘要

一种合成二聚酸酯的新型片状催化剂，它由活性白土、助催化剂、胶黏造孔剂组成，其中活性白土65~85%，助催化剂2~10%、胶黏造孔剂13~25%。该催化剂的制备方法是：将活性白土制成粉末，粒度为150~250目；按成分配比将原料混合均匀；压片成型；105℃下烘干；300~400℃下焙烧；冷却、包装。本发明的催化剂制备方法简单易行；催化剂活性好、强度高，催化剂与产品易于分离，产品夹带少，催化剂容易再生。

1、一种用于合成二聚酸酯的片状催化剂的制备方法，其特征是包括以下工艺步骤：

- (1) 将活性白土制成粉末，粒度为 150~250 目；
- (2) 按活性白土 65~85%，助催化剂 2~10%、胶黏造孔剂 13~25%的质量配比将原料混合均匀；
- (3) 压片成型；
- (4) 105℃下烘干；
- (5) 300~400℃下焙烧，焙烧时间 3 小时以上；
- (6) 冷却、包装。

2. 根据权利要求 1 所述的方法制备得到的一种用于合成二聚酸酯的片状催化剂，其特征是：由活性白土、助催化剂、胶黏造孔剂组成，其中质量配比是：活性白土 65~85%，助催化剂 2~10%、胶黏造孔剂 13~25%；所述助催化剂为碱金属或碱土金属的氧化物、碱金属或碱土金属的氢氧化物、碱金属或碱土金属的盐，其包括：NaOH、KOH、MgO、CaO、BaO、碳酸钾、碳酸钠、硫酸钠、碳酸锂、氯化镁及其复合物；所述胶黏造孔剂为水。

## 一种用于合成二聚酸酯的片状催化剂及其制备方法

### 技术领域

本发明属于一种催化剂制备方法，特指一种用于合成二聚酸酯的片状催化剂及其制备方法。

### 背景技术

合成二聚酸酯一般用 200 目活性白土或蒙土做催化剂，其催化活性较好，反应温度为 180~260℃，但催化剂与产品分离困难，产品夹带多，催化剂再生困难。现有文献（张树林. 二聚酸的合成及工业应用[J]. 精细石油化工, 1995, (6): 71~75）指出白土催化工艺的缺点是白土要吸留一定量的聚合酸，丢弃白土非但造成产品损失，而且会导致环境污染。经检索，未见有关合成二聚酸酯催化剂及其制备方法的中国发明专利；另，经查新也未见有关合成二聚酸酯的片状催化剂及其制备方法的外国发明专利。

### 发明内容

本发明目的是克服上述催化剂的不足，提供一种用于合成二聚酸酯的片状催化剂及其制备方法。本发明的催化剂制备方法简单易行；催化剂活性好、强度高，催化剂与产品易于分离，产品夹带少，催化剂容易再生。

实现上述目的的技术方案：

采用经活化处理的活性白土，将其制成粉末，粒度为 150~250 目。按照活性白土 65~85%，助催化剂 2~10%、胶黏造孔剂 13~25%的质量配比，将原料混合均匀后，采用压片机压片成型，经 105℃下烘干，再经 300~400℃下焙烧，焙烧时间不少于 3 小时。最后冷却、包装，得到所述的用于合成二聚酸酯的片状催化剂。

所述片状催化剂，其特征是：由活性白土、助催化剂、胶黏造孔剂组成，其中质量配比是：活性白土 65~85%，助催化剂 2~10%、胶黏造孔剂 13~25%；所述助催化剂为碱金属或碱土金属的氧化物、碱金属或碱土金属的氢氧化物、碱金属或碱土金属的盐，其包括：NaOH、KOH、MgO、CaO、BaO、碳酸钾、碳酸钠、硫酸钠、碳酸锂、氯化镁等中的任意一种或多种的复合物。

上述方案所述的胶黏造孔剂为水。

本发明的有益效果是：

本发明针对粉末状活性白土催化剂夹带产品多，产品与催化剂分离困难的缺点，将催化剂制成片剂，使得产品与催化剂容易分离，产品夹带量减少 45%以上；通过添加助催化剂有效地提高了催化剂的反应活性和选择性；而加入胶黏造孔剂，不仅有利于催化剂的成型和机械强度的提高，而且增加了催化剂孔容积，从而为化学反应提供了更多的反应表面。

## 具体实施方式

### 实施例 1

取粒度为 150~250 目的活性白土 74 克，助催化剂 NaOH 7.5 克，水 18.5 克（质量配比为：活性白土 74%，NaOH 7.5%，水 18.5%），将其混合均匀后，采用压片机压成  $\phi 5 \times 5 \text{mm}$  片剂。经 105℃ 下 12 小时烘干，在 400℃ 下焙烧 3 小时，冷却后得到片状催化剂，备用。

将 100 克原料混合脂肪酸甲酯、11 克上述片状催化剂，加入 250ml 装有冷凝管、温度计和搅拌器的三口烧瓶中，在 250℃ 下反应 8 小时。反应结束，片状催化剂基本完好，产品容易分离，二聚酸甲酯收率为 71.0%。与采用相同量的粉末状活性白土催化剂比较，产品收率提高 9.0%。

### 实施例 2

取粒度为 150~250 目的活性白土 75 克，助催化剂 CaO 5 克，水 20 克，（质量配比为：活性白土 75%，CaO 5%，水 20%），将其混合均匀后，采用压片机压成  $\phi 5 \times 5 \text{mm}$  片剂。经 105℃ 下 12 小时烘干，在 400℃ 下焙烧 3 小时，冷却后得到片状催化剂，备用。

将 100 克原料混合脂肪酸甲酯、10 克上述片状催化剂，加入 250ml 装有冷凝管、温度计和搅拌器的三口烧瓶中，在 250℃下反应 8 小时。反应结束，片状催化剂基本完好，产品容易分离，二聚酸甲酯收率为 66.0%。与采用相同量的粉末状活性白土催化剂比较，产品收率提高 8.5%。

### 实施例 3

取粒度为 150~250 目的活性白土 75 克，助催化剂碳酸钾 2.5 克，水 22.5 克，（质量配比为：活性白土 75%，碳酸钾 2.5%，水 22.5%），将其混合均匀后，采用压片机压成  $\phi 5 \times 5$ mm 片剂。经 105℃下 12 小时烘干，在 400℃下焙烧 3 小时，冷却后得到片状催化剂，备用。

将 100 克原料混合脂肪酸甲酯、9 克上述片状催化剂，加入 250ml 装有冷凝管、温度计和搅拌器的三口烧瓶中，在 250℃下反应 8 小时。反应结束，片状催化剂基本完好，产品容易分离，二聚酸甲酯收率为 63.3%。与采用相同量的粉末状活性白土催化剂比较，产品收率提高 8.0%。