



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **106437** (13) **C2**  
(51) МПК (2014.01)

**C01B 39/02** (2006.01)

**C01B 39/22** (2006.01)

**C01B 39/20** (2006.01)

**B01J 20/18** (2006.01)

**B01J 20/00**

**B01D 15/00**

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

## (12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(21) Номер заявки: **а 2013 02751**

(22) Дата подання заявки: **05.03.2013**

(24) Дата, з якої є чинними  
права на винахід: **26.08.2014**

(41) Публікація відомостей  
про заявку: **25.06.2013, Бюл.№ 12**

(46) Публікація відомостей  
про видачу патенту: **26.08.2014, Бюл.№ 16**

(72) Винахідник(и):

**Вахула Ярослав Іванович (UA),  
Чверенчук Андрій Іванович (UA),  
Солоха Іван Володимирович (UA),  
Пона Мирон Григорович (UA),  
Боровець Зенон Іванович (UA)**

(73) Власник(и):

**НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
"ЛЬВІВСЬКА ПОЛІТЕХНІКА",  
вул. Ст. Бандери, 12, м. Львів, 79013 (UA)**

(56) Перелік документів, взятих до уваги  
експертизою:

UA 29264 A, 16.10.2000

RU 2283278 C1, 10.09.2006

RU 2420457 C1, 10.06.2011

US 20110104494 A1, 05.05.2011

JPS 5724636 A, 09.02.1982

EA 018094 B1, 30.12.2010

## (54) МАСА ДЛЯ ОДЕРЖАННЯ ГРАНУЛЬОВАНОГО АДСОРБЕНТУ

(57) Реферат:

Винахід належить до хімічної галузі промисловості. Маса для одержання гранульованого адсорбенту містить, мас. %: синтетичний цеоліт X - 60-69, глину - 10-15, клітковину з розміром частинок менше 60 мкм - 4-8, гідроксіапатит з розміром частинок до 0,05 мкм - 10-20, скlobій з розміром частинок менше 56 мкм - 1-3. Застосування винаходу дозволить одержати гранульований адсорбент підвищеної міцності і з широким діапазоном пористості, що забезпечить підвищену дифузійну адсорбуючих речовин до активних центрів матеріалу.

UA 106437 C2



Винахід належить до хімічної галузі промисловості, а саме до технології виробництва адсорбентів і може бути використаний для очистки газів та рідин, розділення багатокомпонентних сумішей, глибокого осушування речовин різної природи та ін.

Відома маса для виготовлення гранульованого адсорбенту, отриманого випалом суміші синтетичного цеоліту та глини. (Брек Д. Цеолитовые молекулярные сита // М. - изд. "Мир", 1976 - С. 756-757). Проте, використання такої маси обумовлює невисоку сорбційну ємність гранул через недостатню проникність газів та рідин до частинок цеолітної фази, екранованих випаленою глинистою субстанцією. Крім цього, випал гранул нижче 700-760 °С не забезпечує належної міцності гранул, а випал при вищих температурах спричиняє деструкцію самого цеоліту та зниження адсорбційної здатності гранул.

Відома маса для виготовлення гранульованого синтетичного адсорбенту / Патент №139655, СССР, Бюл. №14, 1961./, що містить (мас. %): синтетичного цеоліту 60,0-88,0, глину 10,0-20,0, і вигоряючий додаток. Як вигоряючий додаток вона містить сульфітно-спиртову барду (СДБ) у кількості 2-20 мас. %.

Але така маса не забезпечує високої міцності гранул при випалі нижче межі температуростійкості цеолітової фази, а також формування в структурі пор широкого діапазону розмірності - від мікропор до макропор, що важливо для отримання цеолітвмісного адсорбенту з високою сорбційною ємністю. Причиною є незначне спікання матеріалу та формування, переважно, двомодальної порової структури з високим вмістом мікро- і макропор.

В основу винаходу поставлена задача розроблення маси для одержання гранульованого адсорбенту, в якій використання нового вигоряючого додатку і нових компонентів забезпечило би формування пор з широким діапазоном розмірності в процесі випалу та підвищення міцності гранул адсорбенту за рахунок інтенсифікації спікання при максимальних температурах термообробки.

Поставлена задача вирішується тим, що маса для одержання гранульованого адсорбенту містить синтетичний цеоліт X, глину і вигоряючий додаток, яка додатково містить гідроксіпатит з розмірами частинок до 0,05 мкм та склобій з розмірами частинок менше 56 мкм, а як вигоряючий додаток – клітковину з розміром частинок менше 60 мкм, при наступному співвідношенні компонентів, мас. %:

синтетичний цеоліт X	60-69
глина	10-15
клітковина	4-8
гідроксіпатит	10-20
склобій	1-3.

При вигорянні клітковини з розміром частинок 20-60 мкм, утворюються макропори. Гідроксіпатит в виді первинних кристалітів забезпечує формування мезопор з розміром 0,002-0,05 мкм. Забезпечення належної механічної міцності гранульованого адсорбенту досягається інтенсифікацією спікання композиту при понижених температурах випалу за рахунок введення до складу маси тонкомеленого склобою фармацевтичних ампул.

Для приготування маси для одержання гранульованого адсорбенту були використані такі сировинні компоненти:

- синтетичний цеоліт X з вмістом цеолітного мінералу не менше 90 мас. %;
- глину часів-ярську;
- клітковину з розміром частинок менше 60 мкм (ДСТУ 46.004-99);
- склобій ампул, (ТУ 559/4615-04763748-04-93), розмір частинок менше 56 мкм;
- гідроксіпатит,  $(\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2)$ , розмірами частинок до 0,05 мкм.

Оксидний склад компонентів приведений в таблиці 1.

Таблица 1

Оксидний склад компонентів маси для одержання гранульованого адсорбенту

Компоненти	Вміст оксидів, мас. %									
	SiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O + K <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	ВПП
Глина часів-ярська	54,8	0,92	32,85	1,20	0,89	0,25	-	3,82	-	12,1
Синтезований цеоліт NaX	40,98	0,85	22,81	0,53	0,08	-	-	12,95	-	22,81
Склобій ампул	72,80	-	4,50	-	4,01	0,82	8,07	9,80	-	-
Гідроксіпатит	-	-	-	-	55,7	-	-	-	42,43	1,8

Оцінку порових характеристик адсорбенту проводили сумісним використанням методу капілярної конденсації азоту на аналізаторі сорбції газів Quantachrome NOVA 2200e (США) та стандартизованими методиками визначення водопоглинання і середньої густини для керамічних зразків (ДСТУ Б.В. 2.7-42-97 Методи визначення водопоглинання, густини і морозостійкості будівельних виробів та матеріалів). Міцність визначали за загальноприйнятою в технології кераміки методикою (Книгина Г.И., Вершинина Э.Н. Лабораторные работы по технологии строительной керамики и пористых заполнителей.// М. - «Высшая школа», - 1972).

Одержання гранульованого адсорбенту включає розмелювання компонентів маси - цеоліту, глини, гідроксіапатиту та склобою з наступним перемішуванням з клітковиною при додаванні води, формування гранул, з їх подальшим висушуванням та випалом при 700 °С.

Таблиця 2

Склади мас і властивості гранульованого адсорбенту

Приклади	Склад маси, мас. %						Властивості адсорбенту			
	СДБ	цеоліт X	глина	кліткови- вина	гідроксі- апатит	скло- бій	пористість, см <sup>3</sup> /г			Міцність на стиск, МПа
							макро- пори	мезо- пори	мікро- пори	
№ 1	-	61	15	2	20	2	0,22	0,135	0,128	4,28
№2	-	59	15	10	14	2	0,75	0,097	0,119	3,75
№3	-	65	15	10	8	2	0,74	0,057	0,137	4,02
№4	-	56	10	10	22	2	0,72	0,152	0,119	3,77
№5	-	60	15	4	20	1	0,53	0,138	0,130	3,87
№6	-	62	14	6	16	2	0,55	0,112	0,134	4,15
№7	-	69	10	8	10	3	0,57	0,069	0,132	4,32
№8	-	65	13,9	6	15	0,1	0,52	0,102	0,140	2,47
№9	-	65	13	6	12	4	0,48	0,061	0,123	4,75
№10 прототип	10	75	15	-	-	-	0,68	0,001	0,159	2,51

## Приклад №1

Готували масу для одержання гранульованого адсорбенту складу, мас. %:

цеоліт X 61  
глина 15  
клітковина 2  
гідроксіапатит 20  
склобій 2.

(таблиця 2).

Віддозовані матеріали розмелювали до дисперсності, яка характеризується повним проходженням через сито № 0056. Масу перемішували з наступним додаванням води в кількості, яка забезпечує одержання пластичного тіста, після чого формували гранули і висушували їх.

Висушені гранули випалювали до температури 700 °С з витримкою тривалістю 2 год. Гранули адсорбенту характеризувалися міцністю на стиск 4,28 МПа та вмістом: макропор - 0,22 см<sup>3</sup>/г, мезопор - 0,135 см<sup>3</sup>/г, мікропор - 0,128 см<sup>3</sup>/г.

Склади мас для одержання гранульованого адсорбенту наведені в таблиця 2.

Приклади № 2-10 готували аналогічно прикладу №1 (таблиця 2).

При виході за заявлені межі вмісту компонентів маси, адсорбент характеризується недостатньою міцністю та зниженою пористістю.

## ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

Маса для одержання гранульованого адсорбенту, що містить синтетичний цеоліт X, глину і вигоряючий додаток, яка **відрізняється** тим, що вона додатково містить гідроксіапатит з розмірами частинок до 0,05 мкм та склобій з розмірами частинок менше 56 мкм, а як вигоряючий додаток – клітковину з розміром частинок менше 60 мкм, при наступному співвідношенні компонентів, мас. %:

синтетичний цеоліт X	60-69
глина	10-15
клітковина	4-8
гідроксіапатит	10-20
склобій	1-3.

---

Комп'ютерна верстка В. Мацело

---

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

---

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601