



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) UA

(11) 101527

(13) C2

(51) МПК

B01D 39/20 (2006.01)

## (12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(21) Номер заявки:	а 2011 06119	(72) Винахідник(и):	Даве Партхів Ріпудаман (IN), Мухерджі Дебасіс (IN), Сривастава Мадаласа (IN)
(22) Дата подання заявки:	21.09.2009	(73) Власник(и):	ЮНІЛЕВЕР НВ, Weena 455, NL-3013 AL Rotterdam, The Netherlands (NL)
(24) Дата, з якої є чинними права на винахід:	10.04.2013	(74) Представник:	Слободянюк Алла Василівна, реєстр. №25
(31) Номер попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	2233/MUM/2008	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою:	US 2005211635 A1; 29.09.2005 WO 2007003383 A; 11.01.2007 WO 2001042719 A1; 22.11.2001 US 2006000763 A1; 05.01.2006
(32) Дата подання попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	17.10.2008		
(33) Код держави-учасниці Паризької конвенції, до якої подано попередню заявку:	IN		
(41) Публікація відомостей про заявку:	25.06.2011, Бюл.№ 12		
(46) Публікація відомостей про видачу патенту:	10.04.2013, Бюл.№ 7		
(86) Номер та дата подання міжнародної заявки, поданої відповідно до Договору РСТ	РСТ/EP2009/062183, 21.09.2009		

## (54) ВУГІЛЬНИЙ БЛОК-ФІЛЬТР

### (57) Реферат:

Винахід належить до способу отримання імпрегнованих металом вугільних блок-фільтрів зі зв'язуючим. Зокрема, винахід належить до способу отримання формованого вугільного блок-фільтра, імпрегнованого металом, вибраним зі срібла, міді або цинку, з відносно невисоким рівнем коливань у вмісті металу по блоках, відносно невисоким відхиленням у вмісті металу від розрахункового і відносно низькою швидкістю вилугування металу з блока в ході його використання.

UA 101527 C2



Область техніки, до якої відноситься винахід

Винахід відноситься до способу виготовлення імпрегнованих металом вугільних блок-фільтрів зі зв'язуючим.

Даний винахід був розроблений, перш за все, для застосування в самотічних фільтрувальних пристроях для води, призначених для очищення питної води, і надалі буде описаний у відношенні саме з таким застосуванням. Проте слід розуміти, що винахід не обмежується тільки даною конкретною сферою застосування.

Рівень техніки

Всяке обговорення в даному описі відомого рівня техніки жодною мірою не повинне розглядатися як визнання того, що такий рівень техніки є широко відомим або складає частину загальновідомих відомостей в даній області.

Питна вода містить різні забруднювачі, такі як тверді домішки, шкідливі хімічні речовини, бактерії, цисти і віруси. Працівники охорони здоров'я рекомендують, що для того, щоб вода стала відповідною для вживання, такі домішки повинні бути видалені.

Для очищення питної води застосовується активоване вугілля, оскільки воно допомагає у видаленні хімічних забруднювачів, цист, твердих домішок і бактерій. Проте частинки активованого вугілля мають грубу і пористу текстуру, яка є придатною для створення сприятливої і захищеної поверхні для бактерійного зростання. В результаті водорості і бактерії заселяють поверхню вуглецю, тим самим, зменшуючи площу доступної для контакту з водою поверхні, а також забезпечуючи можливості для зростання цих організмів. Навіть якщо вода є хлорованою, деякі бактерії стійкі до дії хлора. Таким чином, активоване вугілля фактично може сприяти зростанню бактерій, які не почали б рости в хлорованій воді як такі. Виділені з такої води бактерії переважно належали до роду *Pseudomonas*. Окрім цього, у великих кількостях були також знайдені бактерії роду *Bacillus*.

Спосіб виготовлення блок-фільтрів із зв'язаним вуглецем, призначених для застосування у водоочистці, був описаний в патенті США US4753728 (Amway, 1988), у зазначеному способі частинки вуглецю зчіплюються в фільтрувальний блок полімерним матеріалом, що має згідно визначенням, виконаним відповідно до стандарту ASTM (Американське суспільство випробування матеріалів) D1238, індекс розплаву при 190 °C і під навантаженням в 15 кг менший 1 грама за 10 хвилин.

CA2396510 (TYK Corp, 2003) описує спосіб виготовлення вугільних фільтрів, використовуючи частинки розміром 35-200 мкм з 50 % або більше керамічного зв'язуючого компоненту, в якому на цю суміш перш, ніж вона піддається спіканню, розпилюється вода.

Для запобігання і/або зниження проявів бактерійної колонізації на поверхні вугільного блоку, такі блоки зазвичай просочують металом, таким як срібло, мідь або цинк.

US2847332 (Union Carbide Corporation, 1958) описує спосіб просочення металевим сріблом блоку із зв'язаного вуглецю, в якому зв'язаний блок опускають у водний розчин нітрату срібла і іони срібла осідають у вигляді нерозчинного з'єднання срібла в результаті піддавання зануреного блоку дії пари аміаку з метою осадження оксиду срібла. Після цього оксид срібла відновлюють в металічне срібло за допомогою термічної обробки. Указується, що даний спосіб призводить до отримання імпрегнованих блоків з однорідним розподілом срібла, що міститься в них. Цей спосіб є відповідним для просочення високими концентраціями металів, проте автори цього винаходу знайшли, що блоки, виготовлені відповідно до цього способу, демонструють розкид в кількості імпрегнованого металу по різних блоках. Такий розкид може стати критичним, коли необхідний рівень просочення є не високим.

US2006000763 (The Clorox Company, 2006) розкриває вугільний самотічний блок-фільтр, що містить приблизно 20-90 мас. % частинок активованого вугілля, що мають середній розмір частинок в діапазоні приблизно 90-220 мкм і приблизно 10-50 мас. % полімерного матеріалу з низьким індексом розплаву. Полімерний матеріал з низьким індексом розплаву може мати індекс розплаву менший 1,0 г/10 хв або більший 1,0 г/10 хв і середній розмір частинок в діапазоні приблизно 20-150 мкм.

US3355317 (Keith і ін., 1967) розкриває просочення матеріалів, що адсорбують гази, оксидами металів з метою застосування в сигаретних фільтрах.

З іншого боку, в способах попереднього рівня техніки є дві окремі стадії виготовлення блоку: стадія виконання просочення металом і стадія виготовлення блоку. Перший процес зазвичай виконується постачальниками гранульованого активованого вугілля. Ці два процеси незалежні один від одного і тому витрати виготівників вугільних блоків зростають, оскільки виробникам блоків дорого обходиться закупівля імпрегнованого металом вуглецю.

Автори справжнього винаходу знайшли, що наведений вище спосіб є трудомістким, оскільки він є двохстадійним процесом. Крім того, цей спосіб є невідповідним для отримання просочення

нижчими рівнями срібла або інших металів, порядку від 0,01 до 5,0 мас. %, демонструючи, проте, відносно невисокий рівень коливань у вмісті металів по різних блоках.

#### Мета винаходу

Метою цього винаходу є подолання або поліпшення принаймні одного з недоліків відомого рівня техніки.

Мета цього винаходу полягає в тому, щоб надати спосіб отримання формованого вугільного блок-фільтру, імпрегнованого металом, вибраним з срібла, міді або цинку, з відносно невисоким рівнем коливань у вмісті металу по блоках, відносно невисоким відхиленням у вмісті металу від розрахункового і відносно низькою швидкістю вилугування металу з блоку в ході його використання.

Інші цілі справжнього винаходу стануть очевидні фахівцям в даній області при зверненні до опису.

Автори цього винаходу несподівано виявили, що блок-фільтри із зв'язаним вуглецем, що мають відносно невисокий рівень коливань у вмісті металу по блоках, відносно невисоке відхилення вмісту металу від розрахункового і відносно низьку швидкість вилугування металу з блоку в ході його використання, можуть бути отримані способом, в якому частинки активованого вугілля приводять в контакт з водним розчином солі металу у присутності гідроксиду амоніа з подальшим додаванням полімерного зв'язуючого компоненту, і, на завершення, формуванням блоку шляхом прикладання тиску і нагрівання.

Однорідне просочення металом відбувається під час процесу формування під тиском і при підвищеній температурі. Автори винаходу також виявили, що цей спосіб пропонує значну економію витрат унаслідок зниження споживання енергії. Також несподівано виявилось, що імпрегновані блоки, виготовлені способом згідно винаходу, показали відносно вище поглинання органічних забруднювачів в порівнянні із звичайними вугільними блоками з металевим просоченням.

#### Розкриття винаходу

Згідно першому об'єкту винаходу забезпечується спосіб отримання імпрегнованого металом вугільного блок-фільтру, що містить стадії, на яких:

частинки активованого вугілля приводять в контакт з водним розчином солі срібла, цинку або міді у присутності гідроксиду амоніа з утворенням водної суміші;

змішують зазначену водну суміш зі зв'язучим, що має швидкість витоку розплаву меншу 5 г/10 хвилин, з утворенням суміші;

поміщають зазначену суміш у форму;

нагрівають зазначену форму до температури в діапазоні від 150 до 350 °C; і

витягують вугільний блок-фільтр з форми.

Переважно, щоб частинки активованого вугілля приводилися в контакт з водним розчином нітрату срібла, нітрату цинку або нітрату міді.

Особливо переважно, щоб частинки активованого вугілля приводилися в контакт з водним розчином нітрату срібла.

Переважно концентрація нітрату срібла у водному розчині знаходиться в діапазоні від 0,01 до 10 %.

Також переважно, щоб суміш у формі перед нагріванням форми піддавалася стисканню.

Згідно другому об'єкту винаходу забезпечується імпрегнований металом вугільний блок-фільтр, що отримують способом згідно першому об'єкту.

Термін "що містить" означає не обмежуваний якими-небудь послідовно указуваними елементами, але який швидше охоплює не визначувані спеціальним чином елементи більшої або меншої функціональної важливості. Іншими словами, не вимагається того, щоб перераховувані стадії, елементи або варіанти були б вичерпними. Всюди, де використовуються слова "включає" або "що має", ці терміни повинні розглядатися як еквівалентні визначеному вище терміну "що містить".

За винятком практичних або порівняльних прикладів, або ж тих випадків, коли це указується точним чином, всі числа в даному описі, що визначають кількості матеріалів, повинні сприйматися як замінні словом "біля".

Також слід зазначити, що при визначенні будь-якого діапазону концентрацій або кількостей будь-яка конкретна найбільш висока концентрація може бути співвіднесена з будь-якою конкретно найнижчою концентрацією або кількістю.

Для повнішого розуміння вищесказаного, а також інших ознак і переваг даного винаходу слід звернутися до наступного далі докладного опису переважних втілень винаходу.

#### Здійснення винаходу

Поняття "мас. %" при вживанні скрізь в даному описі означає масову концентрацію у

відсотках.

Частинки активованого вугілля переважно вибирають з одного або декількох з бітумінозного вугілля, шкаралупи кокосового горіха і деревної або нафтової смоли. Переважно, щоб площа поверхні частинок активованого вугілля перевищувала 500 м<sup>2</sup>/г, переважніше перевищувала 1000 м<sup>2</sup>/г. Переважно, щоб коефіцієнт однорідності розмірів частинок активованого вугілля складав менше 2, переважніше менше 1,5. Переважно, щоб показник адсорбції частинок активованого вугілля по чотирьохлористому вуглецю (CCl<sub>4</sub>), перевищував 50 %, переважніше перевищував 60 %. Переважно, щоб йодне число частинок активованого вугілля перевищувало 800, переважніше перевищувало 1000. Переважно, щоб через сито в 150 меш проходило не більше 5 % частинок активованого вугілля і щоб не більше 5 % частинок утримувалося на ситі в 12 меш. Ще переважніше, щоб не більше 5 мас. % частинок активованого вугілля проходило через сито в 75 меш і не більше 5 мас. % утримувалося на ситі в 30 меш. Особливо переважно, щоб менше 1 % частинок активованого вугілля проходило через сито в 200 меш.

Швидкість витоку розплаву (MFR) зв'язуючого складає менше 5 г/10 хвилин, переважно менше 2 г/10 хвилин і переважніше менше 1 г/10 хвилин. Об'ємна щільність зв'язуючого переважно є меншою або дорівнює 0,6 г/см<sup>3</sup>, переважніше меншою або рівною 0,5 г/см<sup>3</sup> і найпереважніше менша або дорівнює 0,25 г/см<sup>3</sup>. Переважно зв'язуюче вибирають з поліетилену надвисокої молекулярної маси або поліпропілену надвисокої молекулярної маси, які володіють такими низькими величинами MFR. Їх молекулярна маса переважно знаходиться в діапазоні від 106 Дальтон до 109 Дальтон. Зв'язуючі цього класу пропонуються у продажу під торговими марками HOSTALEN™ від Ticona GMBH, GUR, SUNFINE™ (від Asahi, Японія), HIZEX™ (від Mitsubishi) і від Brasken Corp (Бразилія). Інші відповідні зв'язуючі включають поліетилен низької щільності (LDPE), пропонований як LUPOLEN™ (від Basel Polyolefins) і лінійний поліетилен низької щільності (LLDPE) від Qunos (Австралія).

Швидкість витоку розплаву зв'язуючого вимірювалася за допомогою випробування ASTM (Американське суспільство по випробуванню матеріалів) D 1238 (ISO (Міжнародна організація з стандартизації) 1 133). При цьому випробуванні вимірюється потік розплавленого полімеру, що проходить через пластометр видавлюючого типу за певних умов температури і навантаження. Пластометр видавлюючого типу складається з вертикального циліндра з невеликою головкою екструзії діаметром 2 мм в нижній частині і знімним поршнем у верхній частині.

Навіска матеріалу поміщається в циліндр і заздалегідь нагрівається протягом декількох хвилин. Поршень розміщується поверх розплавленого полімеру і його маса продавлює полімер через головку на тарілку для збору. Температура для проведення випробувань дійсного полімерного зв'язуючого може бути вибрана рівною 190 °C, а величина навантаження 15 кг. Кількість полімеру, зібраного після певного періоду часу, зважується і перераховується в кількість грамів, яка могла екструдуватися за 10 хвилин; таким чином, швидкість витоку розплаву виражається в грамах за 10 хвилин.

Переважно, щоб відношення кількості частинок активованого вугілля до зв'язуючого складало в масових долях від 2: 1 до 10: 1, переважніше від 2: 1 до 8: 1.

Частинки активованого вугілля приводять в контакт з водним розчином солі срібла, цинку або міді у присутності гідроксиду амоніа з утворенням водної суміші. Переважно, щоб частинки активованого вугілля контактували з водним розчином нітрату срібла, хоча також можливе використання й інших солей срібла, таких як хлорид срібла або йодид срібла. Переважно концентрація нітрату срібла у водному розчині знаходиться в діапазоні від 0,01 до 10 мас. %, переважніше від 0,02 до 5 мас. % і найбільш переважно від 0,02 до 3 мас. %. У разі просочення сріблом рівень вмісту імпрегнованого срібла в частинках активованого вугілля переважно знаходиться в діапазоні від 0,01 до 5 мас. %, переважніше в діапазоні від 0,02 до 2 мас. % і найпереважніше в діапазоні 0,05 до 1 мас. %. Особливо переважно, щоб рівень вмісту імпрегнованого срібла складав 1 мас. %. Також за допомогою відповідного підбору солей можливе імпрегнування цинком, міддю, сумішшю срібла і міді, сумішшю срібла і цинку, сумішшю міді і цинку або сумішшю срібла, міді і цинку.

Переважне відношення гідроксиду амоніа до солі срібла знаходиться в діапазоні від 1: 2 до 1: 10, переважніше в діапазоні від 1: 3 до 1: 5 і найпереважніше в діапазоні від 1: 2 до 1: 3.

У разі використання міді і цинку ступінь просочення переважно знаходиться в діапазоні від 0,01 до 10 мас. %, переважніше в діапазоні від 0,01 до 5 мас. % і найпереважніше в діапазоні від 0,01 до 2 мас. %. Переважне відношення гідроксиду амоніа до солі міді знаходиться в діапазоні від 1: 0,05 до 1: 2, переважніше в діапазоні від 1: 0,1 до 1: 1 і найпереважніше в діапазоні від 1: 0,1 до 1: 0,7. У разі використання солі цинку переважне відношення гідроксиду амоніа до солі цинку знаходиться в діапазоні від 1: 0,2 до 1: 5, переважніше в діапазоні від 1: 0,4 до 1: 3 і найпереважніше в діапазоні від 1: 0,5 до 1: 1,5. Окрім азотнокислої солі, також можливе

застосування й інших солей міді/цинку, таких як хлорид або йодид.

Переважно, щоб концентрація гідроксиду амоніа у воді знаходилася в діапазоні від 0,1 до 10 мас. % і переважно в діапазоні від 0,1 до 5 мас. %.

5 Переважно, щоб відношення вмісту частинок активованого вугілля до водного розчину солі срібла, цинку або міді знаходилося в діапазоні від 1: 0,4 до 1: 1,2 і переважніше в діапазоні від 1: 0,4 до 1: 1.

10 Частинки активованого вугілля змішують з водним розчином солі срібла, цинку або міді у присутності гідроксиду амоніа з отриманням водної суміші. Змішування переважно здійснюють в ємкостях, які містять міксер, мішалку із затупленими лопатями крильчатки, стрічковий змішувач, барабанний змішувач або будь-який інший змішувач з малими зсувними зусиллями, який не змінює значною мірою гранулометричний склад. Змішування виконують для приготування

15 однорідної суміші частинок вугілля. Потім до вищезгаданої водної суміші додають зв'язуче і проводять додаткове перемішування для отримання суміші. Перемішування переважно продовжується принаймні протягом 5 хвилин, переважніше від 5 до 10 хвилин. Ця суміш за необхідності піддається вібраційній обробці протягом короткого періоду часу, наприклад, від 3 до 10 хвилин для ущільнення суміші перед формуванням. Вібраційне ущільнення переважно виконують у вібраторі, що працює з частотою в діапазоні 30-100 Гц. Ця стадія способу переважно виконується протягом принаймні однієї хвилини, переважніше від 3 до 10 хвилин.

20 Масу, піддану ущільненню вібрацією або ж яка не піддавалася такій обробці, потім поміщають у форму заздалегідь підібраного розміру і форми і стискають під тиском не більше  $20 \text{ кг/см}^2$ , переважно від 3 до 15  $\text{кг/см}^2$  і найпреважніше від 4 до 10  $\text{кг/см}^2$ . Тиск переважно прикладають за допомогою гідравлічного преса або пневматичного преса, переважнішим є гідравлічний прес. Форму переважно виготовляють з алюмінію, чавуну, стали або будь-якого іншого матеріалу, здатного витримувати температури, що перевищують  $400^\circ\text{C}$ . Форму нагрівають до  $150\text{--}350^\circ\text{C}$ ,

25 переважним є діапазон від  $200$  до  $300^\circ\text{C}$ . Форму витримують в нагрітому стані більше 60 хвилин, переважно від 90 до 300 хвилин. Форму переважно нагрівають в безконвекційній печі, конвекційній печі з примусовою подачею повітря або примусовою подачею інертного газу. Потім форму охолоджують і витягують з неї сформований фільтр.

30 Переважно внутрішню поверхню форми покривають засобом, що полегшує виїмку виробів з форми. Засіб, що полегшує виїмку виробів з форми, переважно вибирають з силіконового масла, алюмінієвої фольги або ж форма може бути покрита такими відповідними матеріалами, як тефлон або будь-який інший наявний в продажі засіб, що полегшує виїмку виробів з форми, яке має слабку або зовсім не має адсорбції на матеріалі фільтру.

35 Подальші особливості винаходу, його цілі і переваги детальніше пояснюються нижче із зверненням до наступних необмежуючих прикладів. Фахівцеві в даній області очевидно, що можлива множина таких прикладів і приклади, представлені далі, приводяться тільки в ілюстративних цілях. Вони не повинні розглядатися як обмежуючі будь-яким чином об'єм справжнього винаходу.

#### Приклади

40 Приклад 1. Спосіб отримання імпрегнованих сріблом вугільних блок-фільтрів.

Імпрегнований сріблом блок-фільтр з активованим вугіллям згідно винаходу був отриманий з використанням 30 кг гранул активованого вугілля (розмір частинок в діапазоні від 500 мкм до 1400 мкм) виробництва Active Carbon (Індія). Частинки активованого вугілля були приведені в контакт з 20 літрами 0,3 мас. % водного розчину нітрату срібла. Потім до цього розчину був

45 доданий гідроксид амоніа так, щоб його концентрація в розчині склала 0,1 мас. %. Відношення концентрації гідроксиду амоніа до концентрації нітрату срібла дорівнювало 1: 3. Цей водний розчин при кімнатній температурі був перенесений в стрічковий змішувач, де перемішувався на швидкості до 40 об/хв (оборотів в хвилину), і до нього були додані частинки активованого вугілля. Частинки активованого вугілля і вищезгаданий водний розчин перемішувалися

50 протягом близько 5 хвилин для отримання водної суміші. До цієї водної суміші при перемішуванні було додано 4,9 кг поліетилену надвисокої молекулярної маси виробництва Asahi Corporation (Японія), MFR, що має  $\sim 0 \text{ г/10 хвилин}$  і об'ємну щільність  $0,45 \text{ г/см}^3$ , для утворення суміші. Вищезгадані інгредієнти перемішувалися протягом ще 5 хвилин. Потім суміш витягувалася і близько 600 г цієї суміші було поміщено у форму. Суміш у формі стискувалася за допомогою гідравлічного преса під тиском  $5 \text{ кг/см}^2$  і протягом близько 150 хвилин

55 отверджувалася в каналній сушильній печі при  $250^\circ\text{C}$ . Гарячі форми, що містять вугільні блоки, охолоджували протягом принаймні 30 хвилин і потім спорожняли. Розрахунковий вміст срібла складало 0,1 мас. %.

60 Так само був виготовлений порівняльний вугільний блок-фільтр, отриманий з пропонованого у продажу імпрегнованого сріблом дисперсного активованого вугілля (тобто дисперсного

активованого вугілля, підданого попередньому просоченню), придбаного у Active Carbon (Індія), що містить 0,1 мас. % срібло і що володіє властивостями, ідентичними представленим в Прикладі 1. У цьому порівняльному блок-фільтрі куплене дисперсне активоване вугілля було вже імпрегноване металічним сріблом, а потім його частинки були перетворені в блок за допомогою використовуваного як зв'язуюче поліетилену надвисокої молекулярної маси, тиску і нагрівання так, як це було зроблене вище. Кількість зв'язуючого і параметри процесу зберігалися такими ж, як зазначено вище. Імпрегноване сріблом гранульоване активоване вугілля, що промислово випускається, доступне до придбання у постачальників гранульованого активованого вугілля, як правило, готується просоченням частинок у водному розчині розчинних солей срібла і подальшою сушкою в печі при 110-120 °C протягом дуже тривалого проміжку часу, звичайно 15-16 годин.

Приклад 2. Аналіз вмісту срібла у вугільному блок-фільтрі, виготовленому в Прикладі 1, порівняно з блок-фільтрами, що містять вугілля, імпрегноване сріблом.

Вміст срібла у вугільному блок-фільтрі, виготовленому в Прикладі 1, був оцінений за відомою методикою, яка включала екстракцію хлорною кислотою з подальшим кількісним визначенням методом атомної адсорбційної спектроскопії (AAS) згідно EPA (Управління з охорони навколишнього середовища США) вих.номер 200.9. Розрахунковий вміст срібла у вугільному блоці Прикладу 1 складав 0,1 мас. %. Він був порівняний з середнім вмістом срібла у виготовлених в Прикладі 1 порівняльних блок-фільтрах з імпрегнованим сріблом вугіллям. Величини середнього вмісту срібла в трьох вугільних блок-фільтрах для кожного випадку (який був середнім по трьом повторним аналізам для кожного блоку) представлені нижче в таблиці 1.

Таблиця 1

Вугільний блок-фільтр, що промислово випускається	Середній вміст срібла (%)	Вугільний блок-фільтр з Прикладу 1	Середній вміст срібла (%)
Блок 1	0,076	Блок 1	0,10
Блок 2	0,071	Блок 2	0,10
Блок 3	0,081	Блок 3	0,095

Дані в наведеній вище таблиці демонструють відносно невеликі коливання середнього вмісту срібла у разі виготовленого згідно винаходу вугільного блок-фільтру з Прикладу 1. З іншого боку, порівняльні вугільні блоки показали нестабільність вмісту срібла і вищий ступінь відхилення від розрахункової величини, яка складала 0,1 мас. %. За цими даними можна оцінити величину коливань середнього вмісту срібла в блок-фільтрі з Прикладу 1 і в порівняльних блок-фільтрах (і відхилення від розрахункового вмісту срібла в 0,1 мас. %).

Приклад 3. Адсорбція вугільними блок-фільтрами згідно винаходу присутніх у воді органічних забруднювачів.

Для цього експерименту вугільний блок-фільтр з Прикладу 1 (виготовлений згідно винаходу) був поміщений в пристрій для самотічного очищення води, що містить верхню і нижню камеру. Фільтр був поміщений у верхню камеру. Нижня камера була призначена для випуску очищеної води. У цьому експерименті в періодичному режимі у верхню камеру пристрою було додано 1500 літрів води, що містить 5,4 ч./млн. (частин на мільйон) гетероциклічного органічного забруднювача (триазин). Таким чином, вона була вимушена проходити через вугільний блок-фільтр, а очищена вода, яка збиралася в нижній камері, періодично аналізувалася на вміст гетероциклічного органічного забруднювача (триазин) стандартним методом ВЕЖХ (високоєфективна рідинна хроматографія) для перевірки зниження його рівня після проходження через фільтр. У порівняльному прикладі 1500 літрів, що містять той же самий рівень вищезгаданого забруднювача, пропускатися через інший пристрій, в якому був встановлений порівняльний вугільний блок-фільтр (що мав розрахункову величину імпрегнування сріблом в 0,1 %). Кількість забруднювача у воді визначалася через рівні проміжки часу шляхом відбору очищеної води, що виходить з випускного отвору. Результати представлені в нижченаведеній таблиці 2.

Таблиця 2

Порівняльний блок-фільтр, літри пропущеної води	Концентрація органічного забруднювача, ч./млн.	Вугільний блок-фільтр (Приклад 1) згідно винаходу, літри пропущеної води	Концентрація органічного забруднювача, ч./млн.
700	0,93	700	0,50
1200	1,99	1200	0,93
1500	2,49	1500	0,98
% поглинання блок-фільтром після пропускання 1500 літрів	70,64 %	% поглинання блок-фільтром після пропускання 1500 літрів	86,5 %

Дані в приведеній вище таблиці показують, що поглинання вугільним блок-фільтром згідно винаходу виявилось на близько 16 % вищим, ніж у разі порівняльного блок-фільтру.

5 Приклад 4. Дослідження вимивання срібла з імпрегнованого вугільного блок-фільтру згідно винаходу.

10 У разі імпрегнованих металами вугільних блок-фільтрів суттєво, щоб імпрегнуючий метал міцно утримувався в блоці, а швидкість вилуговування у фільтровану воду була б мінімальною. Тому ступінь вилуговування металу часто визначається і представляється в частинах на мільярд (ч./млрд.). У іншій серії експериментів швидкість вилуговування срібла з вугільного блок-фільтру (згідно винаходу) порівнювалася з цим показником порівняльного блок-фільтру. Кількість срібла визначалася через рівні проміжки часу при роздільному проходженні 1200 літрів води через обидва вугільних блок-фільтру, які розміщувалися в окремих пристроях для самотечної водоочистки, як в прикладі 3. Вміст срібла визначався відомим фахівцям в даній області способом. Результати представлені в нижченаведеній таблиці 3.

15

Таблиця 3

Порівняльний блок-фільтр/ літри пропущеної води	Вміст срібла у воді, що виходить, ч./млрд.	Вугільний блок-фільтр (Приклад 1) згідно винаходу, літри пропущеної води	Вміст срібла у воді, що виходить, ч./млрд.
10	17	10	20
20	25	20	10
30	22	30	<10
40	23	40	<10
50	29	50	<10
60	30	60	<10
70	33	70	<10
80	21	80	<10
90	26	90	<10
100	32	100	<10
1200	29	1200	<10

20 Дані в приведеній вище таблиці демонструють істотно слабкіше вилуговування срібла з вугільних блоків за винаходом в порівнянні з порівняльними вугільними блоками при однаковому (розрахунковому) вмісті срібла в ході і після закінчення проходження 1200 літрів води.

Приклад 5. Отримання вугільних блок-фільтрів з 0,5 % і 1 % міді; 0,5 % і 1 % цинку; і комбінацією 0,67 % міді і 0,33 % цинку – дослідження швидкості вилуговування металів з блок-фільтру.

25 Способом, подібним представленому в прикладі 1, були виготовлені вугільні блок-фільтри з просоченням міддю, вугільні блок-фільтри з просоченням цинком і вугільні блок-фільтри з просоченням сумішшю міді і цинку. Особливості окремих способів були наступними.

30 Для виготовлення вугільного блок-фільтру з імпрегнацією 0,5 % міді було приготовано 100 мл 3,0 мас. % водного розчину нітрату міді (мл) і до цього розчину було додано 1,4 г гідроксиду амонія (100 %). Розчин перемішувався для отримання прозорого розчину. До цього прозорого розчину було додано 150 г гранульованого активованого вугілля (розмір частинок в діапазоні



250 мкм - 500 мкм) і вміст був змішаний в стрічковому змішувачі, як описано в прикладі 1, для отримання водної суміші. Потім при перемішуванні було додано 25 г поліетилену надвисокої молекулярної маси виробництва Asahi Corporation (Японія), що має MFR ~ 0 г/10 хвилин і об'ємну щільність 0,45 г/см<sup>3</sup>, для утворення суміші. Ця суміш була поміщена у форму і піддана затвердінню при високій температурі для утворення блок-фільтру способом, подібним описаному в прикладі 1.

Для імпрегнації 1 мас. % мідь в 100 мл води було розчинено 6,0 г нітрату міді і додано 2,8 г гідроксиду амонія (100 %). Решта частини методики була такою ж, як описано вище для випадку імпрегнування 0,5 мас. % мідь.

Так само були виготовлені вугільні блок-фільтри з імпрегнацією 0,5 мас. % цинку, перш за все приготуванням 100 мл 3,75 мас. % водного розчину нітрату цинку. До цього розчину було додано 1,1 г гідроксиду амонія (100 %). Решта частини методики була такою ж, як описано вищим для випадку імпрегнування 0,5 мас. % мідь.

Для імпрегнації 1 мас. % цинку готувалося 100 мл водного розчину, що містить 7,5 % сульфату цинку, і до цього розчину було додано 2,2 г гідроксиду амонія (100 %). Решта частини методики була такою ж, як описано вище для випадку імпрегнації 0,5 мас. % мідь.

Імпрегнування сумішшю міді і цинку (0,67 мас. % мідь і 0,33 мас. % цинку).

Спосіб виготовлення вугільних блок-фільтрів, просочених міддю і цинком, включав етап змішування частинок активованого вугілля з водним розчином розчинних солей міді/цинку (переважно нітратів) у присутності гідроксиду амонія, супроводжуваний домішуванням поліетиленового зв'язуючого компоненту, поміщенням у форму, ущільненням і затвердінням в печі. Для цього способу спочатку було приготовано 100 мл водного розчину нітрату міді концентрацією 4,2 мас. %. До цього розчину було додано 2,5 г нітрату цинку і проводилося перемішування до повного розчинення обох солей. До 100 мл цей розчин було додано 2,7 г гідроксиду амонія (100 %). До цього водного розчину було додано 150 г гранул активованого вугілля і піддано перемішуванню в стрічковому змішувачі для отримання водної суміші, як описано вище в Прикладі 1. До цієї водної суміші було додано 25 г зв'язуючого компоненту для отримання суміші. Потім суміш поміщалася у форму, стискувалася під тиском 10 кг і отверджувалася протягом 3,5 годин в печі при 250 °С. Після чого форма охолоджувалася до кімнатної температури і з форми витягувався блок. Фільтрувальні блоки отримані у вищезгаданих прикладах, поміщалися в окремі пристрої для самотічного водоочищення і через фільтри пропускатися вода. Через рівні проміжки часу шляхом відбору очищеної води, що виходить з випускного отвору, визначалася кількість вилуженого металу у воді, яка пройшла через фільтрувальні блоки. Кількість металів аналізувалася із застосуванням відомих способів. Результати представлені нижче в таблиці 4 в одиницях частин на мільйон (ч./млн.) міді або цинку, вилужених з блоків.

Таблиця 4

Літри пропущенної води	Блок-фільтр з 0,5 мас. % мідь (Cu)	Блок-фільтр з 1,0 мас. % мідь	Блок-фільтр з 0,5 мас. % цинку (Zn)	Блок-фільтр з 1,0 мас. % цинку	Блок-фільтр з 0,67 мас. % Cu+0,33 мас. % Zn	Блок-фільтр з 0,67 мас. % Cu+0,33 мас. % Zn
	Кількість міді у воді, ч./млн.	Кількість міді у воді, ч./млн.	Кількість цинку у воді, ч./млн.	Кількість цинку у воді, ч./млн.	Кількість мідь у воді, ч./млн.	Кількість цинку у воді, ч./млн.
10	0,396	0,900	0,100	0,208	0,900	0,900
20	0,386	0,800	0,111	0,600	0,770	0,600
30	0,346	0,800	0,184	0,700	0,790	1,000
40	0,250	0,800	0,335	1,700	0,660	0,880
50	0,521	1,00	0,455	1,500	0,500	0,930
60	0,591	1,01	0,543	1,170	0,530	1,190
70	0,608	0,831	0,559	1,310	0,400	0,810
80	0,517	0,770	0,500	1,470	0,350	0,770
90	0,520	0,940	0,450	1,530	0,450	0,630
100	0,460	1,100	0,350	1,330	0,510	0,650

Дані в приведеній вище таблиці показують, що навіть після проходження через блоки 100

літрів води швидкість вилуговування була істотно невисока і знаходилася в межах прийнятних рівнів.

Слід розуміти, що показані приклади забезпечують спосіб отримання формованого вугільного блок-фільтру, імпрегнованого металом, вибраним з срібла, міді або цинку, з відносно невисоким рівнем коливань у вмісті металу по блоках і відносно низькою швидкістю вилуговування металу з блоку.

Необхідно розуміти, що конкретні показані і описані тут варіанти винаходу призначаються тільки для ілюстративних цілей, оскільки будь-які зміни можуть бути зроблені в нім без відступу від явних вказівок даного опису.

Хоча даний винахід був описаний із зверненням до конкретних його втілень, фахівцям в даній області очевидно, що винахід може бути реалізований і у вигляді інших різних варіантів.

#### ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

1. Спосіб отримання імпрегнованого металом вугільного блок-фільтра, що містить стадії, на яких:
  - (i) частинки активованого вугілля приводять в контакт з водним розчином солі срібла, цинку або міді у присутності гідроксиду амонію з утворенням водної суміші;
  - (ii) змішують зазначену водну суміш зі зв'язуючим, що має швидкість витoku розплаву, меншу 5 г/10 хвилин, з утворенням суміші;
  - (iii) поміщають зазначену суміш у форму;
  - (iv) нагрівають зазначену форму до температури в діапазоні від 150 до 350 °C; і
  - (v) витягують вугільний блок-фільтр з форми.
2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що зазначена сіль є нітратом срібла, нітратом цинку або нітратом міді.
3. Спосіб за п. 2, який **відрізняється** тим, що концентрація нітрату срібла у зазначеному водному розчині знаходиться в діапазоні від 0,01 до 10 мас. %.
4. Спосіб за будь-яким з пп. 1-3, який **відрізняється** тим, що концентрація гідроксиду амонію у зазначеному водному розчині знаходиться в діапазоні від 0,1 до 10 мас. %.
5. Спосіб за будь-яким з пп. 1-4, який **відрізняється** тим, що відношення концентрації гідроксиду амонію до концентрації зазначеної солі срібла, цинку або міді знаходиться в діапазоні від 1:2 до 1:10.
6. Спосіб за будь-яким з пп. 1-5, який **відрізняється** тим, що відношення вмісту зазначених частинок активованого вугілля до зазначеного водного розчину зазначеної солі знаходиться в діапазоні від 1:0,4 до 1:2.
7. Спосіб за будь-яким з пп. 1-6, який **відрізняється** тим, що зазначену суміш стискають прикладанням тиску, величина якого знаходиться в діапазоні від 3 кг/см<sup>2</sup> до 20 кг/см<sup>2</sup>.
8. Імпрегнований металом вугільний блок-фільтр, що містить:
  - (i) вугілля, що має площу поверхні принаймні 500 м<sup>2</sup>/г;
  - (ii) зв'язуюче, що має швидкість витoku розплаву, меншу 5г/10 хвилин;
  - (iii) метал, вибраний з солі срібла, міді або цинку, або їх комбінації.

---

Комп'ютерна верстка І. Скворцова

---

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