

Корисна модель відноситься до неорганічної хімії, сполук кремнію, зокрема катіонобмінних силікатів, наприклад, цеолітів, і може бути використана для одержання сорбентів для хімічної, нафто-хімічної, газопереробної, аграрної та целюлозно-паперової промисловості, а також в охороні навколишнього середовища.

Відомий спосіб одержання сорбенту, що включає термічну активацію клиноптилоліту. Активацію здійснюють при температурах нижчих температури руйнування та аморфізації його структури 250-350°C. [Челищев И. Ф. Цеолиты - новый тип минерального сырья. Москва, Недра, 1987, с.116].

В процесі термічної активації відбувається міграція вільних катіонів в малодоступні області каркасу клиноптилоліту, що забезпечує збільшення розмірів каналів сорбенту та подолання труднощів, пов'язаних з молекулярно-ситовим ефектом. Однак термічна активація є оборотнім процесом. Активований клиноптилоліт швидко відтворює свою початкову структуру і втрачає набуті покращені сорбційні властивості.

В основу корисної моделі поставлено завдання вдосконалити спосіб одержання сорбенту, в якому нові умови термічної обробки та додаткова хімічна активація забезпечили б необоротні зміни в структурі сорбенту, збільшення його питомої площі поверхні, підвищення термостійкості, покращення його сорбційної здатності.

Поставлене завдання вирішується тим, що у способі одержання сорбенту, що включає термічну активацію клиноптилоліту, згідно з корисною моделлю, клиноптилоліт попередньо обробляють розчином хлористоводневої або сульфатної кислоти, а термічну активацію здійснюють при температурах 200-400°C.

Це забезпечує декатіонування зразків природного клиноптилоліту, відкриття каналів в об'ємі пористого тіла, появу в структурі сорбенту - мезота макропор, що дозволяє покращити його експлуатаційні характеристики - підвищити термостійкість та сорбційну здатність, збільшити питому площу поверхні.

Для одержання сорбенту використовували клиноптилоліт - природний цеоліт, видобутий з родовища Сокирниця (південно-східна частина Закарпатського внутрішнього прогину) мінерального складу:

Клиноптилоліт 60-90%
кварц і польовий шпат 6-7%
глинисті мінерали 2-6%
плагіоклаз до 2%

Хімічний склад цеоліту (мас. ч.):

SiO₂ - 70.21; Al₂O₃ - 12.27; Fe₂O₃-1.2; FeO - 0.55; TiO₂ - 0.14; MnO - 0.073; P₂O₅ - 0.033; K₂O - 3.05 ; Na₂O - 1.77; SO₂- 0.10

CaO+MgO - 10.604.

Склад клиноптилоліту відповідає формулі:

0.2Na₂O*0.26K₂O*0.43Ca*0.2Mg*9.57SiO₂*Al₂O₃*0.09Fe₂O₃

Тип каркасу - шаруватий ; діаметр каналів 0.38-0.62нм; Повна обмінна ємність 2.64.

Спосіб одержання нового сорбенту реалізовували за наступною методикою:

Фракцію клиноптилоліту (розмір частинок 0.25мм) впродовж доби обробляли розчинами хлористоводневої або сульфатної кислот, потім відфільтровували через друк - фільтр, промивали водою до нейтрального середовища, висушували при температурі 70°C до постійної маси. Зразки витримували впродовж 2 годин в атмосфері кисню при температурах від 200 до 400°C. Термічна активація зразків при температурах вищих 400°C не здійснювалась, оскільки при цих умовах відбувається аморфізація та руйнування структури сорбенту.

Термічну стійкість та сорбційну здатність зразків цеоліту відносно парів води досліджували на дериватографі Q-1500 системи Паулік- Паулік - Ердей. Взірці цеоліту попередньо насичували парами води в ексикаторі при кімнатній температурі та відносному тискові парів води p/p_s=0,4. Дослідження проводили в динамічному режимі зі швидкістю нагрівання 10°C/хв та в атмосфері кисню. Маса взірців становила 500мг, чутливість за шкалою ТГ - 100мг, за шкалою ДТГ - 500мкВ, а за шкалою ДТА - 100мкВ. В якості еталону використовували діоксид алюмінію.

Приклад 1

Обробку клиноптилоліту здійснювали 5% НС1, співвідношення твердої та рідкої фаз становило Т:R=1:10. Термічну активацію здійснювали при температурі 300°C. На кривій ДТА температура основного ендоефекту, яка відповідає виділенню фізично та частково хімічно зв'язаної вологи, становить 162°C. Сорбційна здатність, визначена за втратою фізично зв'язаної води, за даними кривої ДТГ, складає 5,13ммоль/г. Питомою площею поверхні, визначена за втратою маси ізольованих ОН - груп у високотемпературній області за даними кривої ТГ, складає 199м²/г. Умови активації та результати термолізу наведені у таблиці.

Приклади 2-6

Обробку клиноптилоліту здійснювали 5% розчинами НС1 (Т:R=1:5) та Н₂SO₄ (Т:R=1:10), а також 25% розчином Н₂SO₄ (Т:R=1:10). Термічну активацію Умови активації та результати термолізу наведені у таблиці.

Приклад 7 (прототип)

Термічну активацію зразка клиноптилоліту проводили при температурі 300°C. Результати термолізу наведені у таблиці.

Приклад 8

Для порівняння сорбційних характеристик активованих зразків клиноптилоліту наведені дані результатів термолізу зразка природного неактивованого клиноптилоліту.

Таблица

Умови активації та результати термолізу зразків клиноптилоліту

| Приклади | Умови активації | | T _{max} основного ендоефекту, °C | Питомою площею поверхні м ² /г | Сорбційна здатність ммоль/г |
|----------|-----------------|-----------|---|---|-----------------------------|
| | хімічної | термічної | | | |
| 1 | 5% НС1 Т:R=1:10 | 300°C | 162 | 199 | 5,13 |
| 2 | 5% НС1 Т:R=1:5 | 300°C | 140 | 154 | 4,72 |

| | | | | | |
|---|--|-------|-----|-------|------|
| 3 | 5% H ₂ SO ₄ T:R=1:10 | 300°C | 145 | 145 | 5,5 |
| 4 | 25% H ₂ SO ₄ T:R=1:10 | 200°C | 120 | 132 | 5,41 |
| 5 | 25% H ₂ SO ₄ T:R=1:10 | 300°C | 160 | 163 | 9,58 |
| 6 | 25% H ₂ SO ₄ T:R=1:10 | 400°C | 116 | 122 | 5,27 |
| 7 | - | 300°C | 160 | 154,5 | 4,6 |
| 8 | природный неактивированный | | 125 | 140,5 | 3,4 |