



УКРАЇНА

(19) UA (11) 39821 (13) A

(51) 6 B01J20/30, C01B31/08

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ  
НА ВИНАХІДвидається під  
відповідальність  
власника  
патенту

## (54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ВУГЛЕЦЕВОГО СОРБЕНТУ

(21) 99074291

(22) 26.07.1999

(24) 15.06.2001

(33) UA

(46) 15.06.2001, Бюл. № 5, 2001 р.

(72) Багреєв Андрій Олександрович, Брошник  
Олександр Павлович, Стрелко Володимир Васи-  
льович, Тарасенко Юрій Олександрович(73) Інститут сорбції та проблем ендоекології На-  
ціональної академії наук України

(57) Спосіб одержання вуглецевого сорбенту, що

включає окислення рослинних відходів, наприклад шкаралупи фруктових кісточок і/або горіхів, їх карбонізацію без доступу повітря або в інертному середовищі при поступовому підвищенні температури до 750-800°C з ізотермічною витримкою протягом 40-100 хв. і активацію карбонізату парою води при 700-800°C протягом 90-120 хв., який **відрізняється** тим, що окислення ведуть у повітряній атмосфері при 130-270°C, а температуру при карбонізації підвищують зі швидкістю 3-5 °/хв.

Винахід відноситься до способів одержання вуглецевих сорбентів із природних полімерів рослинного походження, зокрема з шкаралупи фруктових кісточок і горіхів. Такі сорбенти можуть знайти застосування в хімічній технології, біотехнології, медицині і т.п.

Відомий спосіб одержання вуглецевого сорбенту з рослинної сировини-шкаралупи фруктових кісточок і горіхів [1]. Цей спосіб полягає в тому, що недроблені фруктові кісточки і/або горіхи з вмістом ядра 5-20 мас. % піддають термообробці в середовищі пірогазів при 350-600 °C до одержання карбонізату з вмістом летких речовин 7-12 мас. %; одержаний карбонізатор активують водяною парою при 830-850 °C протягом 1 години. Недоліками цього способу є мала пористість кінцевого продукту, складна технологія, а також висока собівартість одержаного сорбенту.

Відомий також спосіб одержання сорбенту з подрібненої шкаралупи фруктових кісточок і горіхів шляхом карбонізації імпрегнованої хлористим натрієм (0,05-1,25 мас.%) шкаралупи в середовищі пірогазів і активації карбонізату водяною парою [2]. Карбонізацію ведуть при поступовому підвищенні температури до 300-600°C протягом 30-40 хвилин. Недоліками цього способу є недостатньо високі структурно-сорбційні характеристики одержуваного продукту та багатостадійність технології його виробництва.

Найбільш близьким по технічній суті та досягнутих результатах до способу, що пропонується, є спосіб одержання вуглецевого сорбенту [3], що включає попередню обробку рослинних відходів, наприклад, фруктових кісточок і/або шкаралупи горіхів, їх карбонізацію без доступу повітря або в

газовому інертному середовищі при 260-900°C і поступовому підвищенні температури зі швидкістю 10 °/хв. з ізотермічною витримкою протягом 0,5-120 год. і активацію карбонізату водяною парою і/або топочними газами при 700-900°C протягом 0,5-24 год. Після активації здійснюють модифікацію сорбенту шляхом рідкофазового окислення в розчині азотної кислоти при 100°C. Попередню обробку рослинних кісточок ведуть за допомогою розчину гідроксиду лужного металу, або розчину соляної кислоти, або просочуванням концентрованою фосфорною кислотою, чи розчином фосфату лужного металу і/або амонію, недоліками цього способу є дорожнеча та тривалість технологічного процесу.

Задачею, на вирішення якої спрямований запропонований винахід, є розробка простого способу одержання вуглецевого сорбенту з високими структурно-сорбційними характеристиками.

Застосування розробленого способу дає можливість одержати технічний результат, який полягає в спрощенні і прискоренні виробництва вуглецевого сорбенту з кращими структурно-сорбційними характеристиками.

Для досягнення мети у відомому способі одержання вуглецевого сорбенту, що включає окислення рослинних відходів, наприклад шкаралупи фруктових кісточок і/або горіхів, їх карбонізацію без доступу повітря, або в інертному середовищі при поступовому підвищенні температури до 750-800 °C з ізотермічною витримкою протягом 40-100 хв. і активацію карбонізату водяною парою при 700-800°C протягом 90-120 хв., відповідно заявленому винаходу, окислення ведуть у повітряній ат-

мосфері при 130-270°C, а температуру при карбонізації підвищують із швидкістю 3-5 °/хв.

Досягнутий технічний результат обумовлений в даному способі такими причинами.

Попереднє окислення твердих рослинних відходів (шкаралупи горіхів і кісточок) на повітрі при 130-270°C сприяє збільшенню коксового залишку і покращенню його пористої структури. Така, термообробка при температурі, нижчій від 130°C, не дає бажаного ефекту. Окислення при температурі, вищій від 270°C, не покращує сорбційних характеристик, а призводить до невіправданих енергетичних затрат.

На сорбційні характеристики істотно впливає і швидкість підвищення температури при карбонізації. Так, при швидкості нагрівання, вищій від 5 °/хв., відбувається жорстке прожарювання шкаралупи, що призводить до надмірного видалення летких речовин з карбонізату і руйнування мікропор. Певна кількість цих речовин необхідна для проведення якісного активування. З іншого боку, занадто мала швидкість нагрівання (менше 3 °/хв.) недоцільна через збільшення тривалості технологічного процесу.

Порівняльний аналіз винаходу, що пропонується, з прототипом дозволяє зробити висновок, що заявлений спосіб відрізняється від: відомого у всіх випадках середовищем і температурним режимом окислення рослинних відходів, а також швидкістю підвищення температури при карбонізації. Таким чином, технічне рішення, що заявляється, відповідає критерію винаходу "новизна".

Аналіз відомих способів одержання вуглецевих сорбентів показує, що залежність між сукупністю відомих і відрізняючих ознак і одержаним результатом з літератури не відома. Це дозволяє зробити висновок про творчий характер цього технічного рішення, тобто про відповідність його критерію "винахідницький рівень".

Суть винаходу пояснюється наступними прикладами.

Приклад 1. Дроблену шкаралупу грецького горіха фракціонують. 200 см<sup>3</sup> фракціонованої шкаралупи піддають окисдуванню повітрям при температурі 200 °C протягом 10 годин. Окислену, шкаралупу карбонізують без доступу повітря в статичному режимі при поступовому підвищенні температури із швидкістю 5 °/хв. до 800°C з ізотермічною витримкою протягом 2.5 год. Після цього карбонізат активують при 750 °C водяною парою протягом 2 годин. Одержують вуглецевий матеріал з такими характеристиками:

об'єм пор по бензолу - 0.95 см<sup>3</sup>/г;

об'єм мікропор - 0.50 см<sup>3</sup>/г;

питома поверхня, пор - 1100 м<sup>2</sup>/г.

Вихід сорбенту при цьому становить 12.5%.

Приклади 2-5. Умови проведення технологічного процесу одержання сорбентів такі ж, як і в прикладі 1 за винятком різної температури окислення (130, 150, 270 і 290 °C). Результати досліджень представлені в табл 1.

Приклади 6-9. Умови проведення способу аналогічні прикладу 1 за винятком швидкості підвищення температури карбонізації. Результати досліджень наведені в табл 2.

Таким чином, цей винахід, призначений для використання в промисловості, може бути здійснений за допомогою відомих засобів і доступних методів, при його здійсненні він здатний забезпечити досягнення очікуваного заявником технічного результату, а тому відповідає вимозі промислового застосування.

Джерела використаної інформації

1. Патент України № 260, кл. B01J 20/20;
2. C01B 31/08, опубл. в бюл. "Промислова власність" №1 30.04.93 р.
3. Патент України № 259, кл. B01J 20/20; C01B 31/08, опубл. в бюл. "Промислова власність" №1 25.03.94 р.
4. Патент України № 15838, кл. C01B 31/08; B01J 20/00, опубл. в бюл. "Промислова власність" №3 30.06.97 р.-прототип.

Таблиця 1

| Номер прикладу | Температура окислення, °C | Вихід сорбенту, % | Об'єм пор по бензолу, см <sup>3</sup> /г | Об'єм мікропор, см <sup>3</sup> /г | Питома поверхня пор, м <sup>2</sup> /г |
|----------------|---------------------------|-------------------|--|------------------------------------|--|
| 1              | 200                       | 12.5              | 0.95                                     | 0.50                               | 1100                                   |
| 2              | 130                       | 11.2              | 0.55                                     | 0.37                               | 800                                    |
| 3              | 150                       | 11.5              | 0.60                                     | 0.40                               | 850                                    |
| 4              | 270                       | 10.3              | 0.50                                     | 0.35                               | 800                                    |
| 5              | 290                       | 9.5               | 0.30                                     | 0.15                               | 600                                    |
| прототип       | -                         | -                 | -  | 0.42                               | 980                                    |

Таблиця 2

| Номер прикладу | Температура окислення, °C | Швидкість підвищення температури при карбонізації, °/хв | Вихід сорбенту, % | Об'єм пор по бензолу, см <sup>3</sup> /г | Об'єм мікропор, см <sup>3</sup> /г | Питома поверхня пор, м <sup>2</sup> /г |
|----------------|---------------------------|---|-------------------|--|------------------------------------|--|
| 1              | 200                       | 5   | 12.5              | 0.95                                     | 0.50                               | 1100                                   |
| 6              | 200                       | 2   | 13.0              | 1.05                                     | 0.55                               | 1150                                   |
| 7              | 200                       | 3   | 13.0              | 1.05                                     | 0.52                               | 1130                                   |
| 8              | 200                       | 4   | 13.0              | 1.00                                     | 0.50                               | 1100                                   |
| 9              | 200                       | 6   | 12.0              | 0.85                                     | 0.40                               | 900                                    |
| прототип       | -                         | 10  | -                 | -  | 0.42                               | 980                                    |

---

ДП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)  
Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26  
(044) 295-81-42, 295-61-97

---

Підписано до друку \_\_\_\_\_ 2001 р. Формат 60х84 1/8.  
Обсяг \_\_\_\_\_ обл.-вид. арк. Тираж 50 прим. Зам. \_\_\_\_\_

---

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.  
(044) 268-25-22

---