



УКРАЇНА

(19) UA (11) 82306 (13) C2

(51) МПК (2006)  
C01B 31/08 (2006.01)  
B01J 20/20  
C02F 1/28МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

## (54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ АДсорбЕНТУ

1

2

(21) а200705825

(22) 25.05.2007

(24) 25.03.2008

(46) 25.03.2008, Бюл. № 6, 2008 рік

(72) ГОЛОВКО ЛЕОНІД ВОЛОДИМИРОВИЧ, UA,  
ПОВАЖНИЙ ВОЛОДИМИР АНАНІЙОВИЧ, UA(73) ІНСТИТУТ БІООРГАНІЧНОЇ ХІМІЇ ТА  
НАФТОХІМІЇ НАН УКРАЇНИ, UA

(56) RU 2108968 C1, 20.04.1998

RU 2177906 C1, 10.01.2002

US 2894914 A, 14.08.1959

JP 1242409, 27.09.1989

DE 19636848 A1, 12.03.1998

Получение углеродных сорбентов в кипящем слое

/ Махорин К.Е., Глухоманюк А.М. - К.: Наук. Думка,  
1983. - С.98-112(57) Спосіб одержання адсорбенту з антрациту  
активуванням у киплячому шарі, який  
**відрізняється** тим, що процес активування  
проводять у дві стадії: на першій стадії антрацит  
активують при температурі 850-900 °С водяною  
парою до досягнення обгару 20-35 %, а на другій  
стадії поверхневий шар обробляють лужним  
розчином КОН з масовою часткою 0,5-20 %  
протягом 1-30 хвилин та доактивують при  
температурі 600-850 °С протягом 1,5-2 годин до  
обгару 10-30 %.

Запропонований винахід відноситься до області нафтохімічного синтезу, конкретно, до способу отримання адсорбентів, які можуть бути використані для очищення води питного та промислового призначення, газових викидів промислових підприємств та інш.

Відомий спосіб [1] отримання активованого антрациту, який проводиться в реакторі (сталевий посуд, що футеровано вогнетривким бетоном) в киплячому шарі. Киплячий шар утворюється водяною парою та продуктами горіння газу. Активацію антрациту проводять при температурі 900 - 980°C протягом 1-3 годин водяною парою. Отримують антрацит із сумарним об'ємом пор 0,51 - 0,63 см<sup>3</sup>/г.

Недоліком способу є неможливість отримання адсорбенту з широким спектром пор, велика втрата водяної пари та газу на проведення процесу активації та його енергоємність.

Найбільш близьким за технічною суттю до способу, що заявляється, є спосіб, який описано в [2].

Активацію антрациту проводять в установці з киплячим шаром. Завантаження антрациту в установку складає 50 - 100 см<sup>3</sup>. Активацію проводять водяною парою за температури 850 - 900°C протягом 4 - 4,5 годин до обгару 50 -60%.

Водяна пара подається в установку з генератора водяної пари з витратою 0,3 - 0,6 л/год. Розігрів газів активації до потрібної температури проводять нагрівальною спіраллю через стінку реактора.

Активоване вугілля має наступні характеристики: насипна щільність - 0,60 г/см<sup>3</sup>; питома поверхня - 700 м<sup>2</sup>/г; механічна міцність по МІС 80 - 85%.

Недоліком способу є неможливість отримання біпоруватого адсорбенту, котрий би мав у своєму складі одночасно мілку та крупну поруватість та при цьому зберігав високу механічну міцність. Крім того, для проведення цього способу потрібна велика витрата водяної пари та газу, а в процесі активації адсорбенту - великі енерговитрати.

В основу винаходу покладена задача отримати зовнішньо крупнопоруватий активований антрацит з великою питомою поверхнею та високою механічною міцністю.

Поставлена задача досягається тим, що процес активації проводять у два етапи. На першому етапі активацію проводять за температури 850 - 900°C протягом 1,5-4 годин до досягнення обгару 20-35%. Витрата водяної пари 0,3 -0,6 л/год. Після цього антрацит видаляють з реактора, охолоджують та пропитують 0,5 - 20%

(13) C2

(11) 82306

(19) UA

ваг. лужним розчином протягом 1-30 хвилин. Оброблене вугілля просушують до сипучого стану, а потім знов завантажують в реактор та додатково активують за температури 600 - 850°C протягом 0,5 - 2 годин до обгару 10 -30%. Загальний обгар складає 55 - 65%. Механічна міцність по MIC 85 - 90%.

Запропонований нами спосіб відрізняється від відомого тим, що процес активування проводять у два етапи (дві стадії). При цьому на першому етапі вугілля активують 1,5 - 4 години за температури 850 - 900°C до досягнення обгару 20 - 35%. На другому етапі поверхневий шар вугілля обробляють лужним розчином протягом 1-30 хвилин. Додатково активують його протягом 1,5-2 годин при температурі 600 - 850°C до обгару 10 - 30%.

В такій сукупності та послідовності запропоновані вище операції раніш не використовувалися. На основі цього вважаємо, що запропоноване нами технічне рішення відповідає критерію "винахідницький рівень".

Сутність запропонованого способу пояснюємо прикладами.

Приклад 1. На першій стадії 100см<sup>3</sup> антрацит фракції 0,2 - 0,5мм активують водяною парою в установці киплячого шару за температури 900°C протягом 2,2 годин до досягнення 25% обгару. Отримане вугілля видаляють з реактора, охолоджують та заливають 30см<sup>3</sup> розчину КОН з масовою часткою 5%, висушують в сушільній шафі протягом 0,5 годин за температури 110 - 120°C і знов завантажують в установку киплячого шару. Доактивацію вугілля проводять за температури 650°C протягом 0,5 години. Отриманий активований антрацит має наступні характеристики: насипна щільність - 0,62г/см<sup>3</sup>; питома поверхня - 820м<sup>2</sup>/г; адсорбційна ємність по метиленовому голубому - 260 - 270мг/г; механічна міцність по MIC - 90%.

Насипну щільність визначали ваговим методом [ГОСТ 16188-70], зважуючи 100см<sup>3</sup> вугілля.

Питому поверхню адсорбенту визначали за методом БЕТ [3]. На 0,1г активованого вугілля адсорбується аргон з аргону-гелієвої суміші за температури рідкого азоту. Після цього аргон десорбують та визначають кількість аргону, що видаляється.

Адсорбційну ємність по метиленовому голубому визначають за спектрометричним методом [ГОСТ 4453 -74]. До 0,1г активованого вугілля додають 0,15% водний розчин метиленового голубого та порівнюють оптичні щільності знебарвленого та стандартного розчинів.

Міцність по MIC визначають за ваговим методом [4]. Для цього зважують одну двадцяту ваги літру сорбенту, обробляють зразок в приборі для визначення міцності, відсівають пил та знов зважують залишок. Відношення відсіяного залишку до початкової ваги зразка, визначене у відсотках, визначає міцність вугілля по MIC.

Приклад 2. Першу стадію, обробку розчином КОН і сушку проводять аналогічно прикладу 1.

Далі отримане та оброблене вугілля доактивують за температури 850°C протягом 0,5 години. Отриманий активований антрацит має наступні характеристики: насипна щільність - 0,50г/см<sup>3</sup>; питома поверхня - 900м<sup>2</sup>/г; адсорбційна ємність по метиленовому голубому - 350мг/г; механічна міцність по MIC - 85%.

Приклад 3. Першу стадію, обробку розчином КОН і сушку проводять аналогічно прикладу 1. Далі отримане та оброблене вугілля доактивують за температури 690°C протягом 0,75 години. Отриманий активований антрацит має наступні характеристики: насипна щільність - 0,58г/см<sup>3</sup>; питома поверхня - 810м<sup>2</sup>/г; адсорбційна ємність по метиленовому голубому - 350мг/г; механічна міцність по MIC - 87%.

Приклад 4. Першу стадію, обробку розчином КОН і сушку проводять аналогічно прикладу 1. Далі отримане та оброблене вугілля доактивують за температури 850°C протягом 0,75 години. Отриманий активований антрацит має наступні характеристики: насипна щільність - 0,40г/см<sup>3</sup>; питома поверхня - 480м<sup>2</sup>/г; адсорбційна ємність по метиленовому голубому - 270мг/г; механічна міцність по MIC - 80%.

Приклад 5. Першу стадію проводять аналогічно прикладу 1. Проактивоване вугілля вивантажують з установки, охолоджують, змочують 30см<sup>3</sup> розчину КОН з масовою часткою 2%, висушують у сушільній шафі протягом 0,5 години за температури ПО - 120°C та знову завантажують в установку киплячого шару. Доактивацію проводять протягом 1 години за температури 780°C. Отриманий активований антрацит має наступні характеристики: насипна щільність - 0,52г/см<sup>3</sup>; питома поверхня - 800м<sup>2</sup>/г; адсорбційна ємність по метиленовому голубому - 280 -300мг/г; механічна міцність по MIC - 85%.

Приклад 6. Першу стадію проводять аналогічно прикладу 1. Проактивоване вугілля вивантажують з установки, охолоджують, змочують 30см<sup>3</sup> розчину КОН з масовою часткою 8%, висушують у сушільній шафі протягом 0,5 години за температури ПО - 120°C та знову завантажують в установку киплячого шару. Доактивацію проводять протягом 1 години за температури 650°C. Отриманий активований антрацит має наступні характеристики: насипна щільність - 0,66г/см<sup>3</sup>; питома поверхня - 850м<sup>2</sup>/г; адсорбційна ємність по метиленовому голубому - 200 -220мг/г; механічна міцність по MIC - 92%.

Запропонований нами спосіб дозволяє отримати біпороватий адсорбент з високою механічною міцністю, знизити температуру активації, зменшити витрати активуючого реагенту, що, в результаті приведе до зниження енерговитрат на проведення процесу, а також зменшенню витрати водяної пари.

Список посилань:

1. Colliery Guardian, 1973, 221, N6, p.217-223
2. Глухоманюк А.М., Махорин К.Е., Когановский А.М. Разработка и исследование процесса получения антрацита в псевдоожиженном слое. // В кн.- Адсорбенты, их

получение, свойства и применение.-Л.: Наука, 1971, с. 86-88.

3. Грег С, Синг К. Адсорбция , удельная поверхность, пористость.-М.:Мир,1984.-306.

4. Колышкин Д.А., Михайлова К.К. Активные угли : Справочник.-Л.:Химия,1972.-56с.