

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

66491

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 28.IV.1969 (P 133 247)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 14.X.1972

Kl. 12i,33/24

MKP C01b 33/24

CZYTELNIJA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Współtwórcy wynalazku: Feliks Polak, Jan Ejsymont, Marek Kawalek

Właściciel patentu: Uniwersytet Jagielloński, Kraków (Polska)

Sposób otrzymywania kształtek z zeolitów bez dodatku lepiszcza

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób uzyskiwania z zeolitów w postaci proszku, kształtek o dobrych właściwościach mechanicznych (twardość, odporność na ścieranie) oraz właściwościach sorpcyjnych, bez użycia lepiszcza.

Przy produkcji syntetycznych zeolitów otrzymuje się je w formie drobnego proszku składającego się z kryształów o wielkości kilku mikronów. Przy praktycznym zastosowaniu w kolumnach adsorpcyjnych potrzebny jest zeolit o ziarnach kilkumilimetrycznych stanowiący tak zwane kształtki. Powszeczenie stosowany sposób otrzymywania kształtek polega na formowaniu proszku zeolitu z lepiszczem, którym są zazwyczaj różne gatunki glin. Dodatek czynnika wiążącego wynosi zwykle 20%. Otrzymany w wyciśnarkach produkt ma postać cylindrycznych pałeczek o średnicy 3—4 mm i długości około 10 mm.

Korzystniejsze są kształtki zeolitu bez dodatku lepiszcza, gdyż wykazują lepsze właściwości chłonne nie obniżone wprowadzeniem nie sorbującego czynnika. Poza tym unika się możliwości oddziaływania wprowadzonego do zeolitu ciała obcego gliny z substancjami adsorbującymi się.

W opisie patentowym NRF 1196626 podano sposób otrzymywania kształtek zeolitów różnych typów bez czynnika wiążącego przez sprasowywanie proszku zeolitowego pod optymalnym ciśnieniem 2700—4075 atmosfer. Jednakowoż matryca, w której otrzymuje się kształtki, musi być zaopatrzona

2

w urządzenie ogrzewające oraz pompę próżniową. Według cytowanego sposobu zeolit w znacznym stopniu odwodniony poddaje się prasowaniu w wyższej temperaturze (150—200°C) w urządzeniu pozwalającym na równoczesne odgazowanie zeolitu pod próżnią 0,1 mm Hg.

Sposobem według wynalazku kształtki z zeolitów uzyskuje się przez sprasowanie proszku zeolitowego pod ciśnieniem 1000—10 000 kG/cm² w temperaturze pokojowej bez konieczności odgazowania zeolitu, przy czym zeolit uprzednio nasycy parą wodną w temperaturze pokojowej. Para wodna absorbuje się na zeolicie wypiera powietrze z przestrzeni adsorpcyjnych, zeolit zatem przed prasowaniem nie zawiera powietrza i tym samym nie wymaga kosztownego odgazowywania.

Jeżeli proszek zeolitowy zawiera zaadsorbowane powietrze (nie został odgazowany ani nasycony parą wodną), to po zmniejszeniu ciśnienia sprasowane kształtki rozsypują się. Zawartość wody w zeolicie przed sprasowaniem nie może odbiegać od ilości wody odpowiadającej stanowi nasycenia zeolitu wodą w danej temperaturze, o wartość większą od 1 g H₂O/100 g zeolitu. Przekroczenie tej wartości uniemożliwia otrzymanie kształtek o dobrych właściwościach mechanicznych.

Sposobem według wynalazku zeolit nasycy parą wodną przez umieszczenie proszku zeolitowego w powietrzu nasyconym parą wodną w temperaturze 10—40°C.

Sprasowywanie proszku zeolitowego uprzednio nasyconego wodą jest znacznie łatwiejsze i tańsze od prasowania w warunkach opisanych w opisie patentowym NRF nr 1196626.

Przykład: Sto gramów proszku zeolitowego CaA nieformowanego umieszcza się w cienkiej warstwie na sicie, które zawiesza się w naczyniu nad warstwą wody w temperaturze 20°C. Po trzech dniach pobiera się 50 g zeolitu (zawartość wody wynosi w nim 28,4 g/100 g suchego zeolitu) i sprasowuje się go w temperaturze 20° pod ciśnieniem 5000 kG/cm² utrzymując te ciśnienie przez 3 minuty. Zeolit sprasowuje się w stalowej matrycy w prasie hydraulicznej.

Chłonność w 20° w g/100 g adsorbenta

		n-heptan	woda
CaA formowany z gliną	$p/p_0 = 0,05$	10,48	15,20
	$p/p_0 = 1$	15,75	23,37
CaA prasowany bez lepiszcza	$p/p_0 = 0,05$	13,0	18,8
	$p/p_0 = 1$	19,3	29,2

W poniższej tabeli podano chłonność zeolitu CaA formowanego z gliną (w stosunku 80 g zeolitu i 20 g gliny), i chłonność zeolitu prasowanego bez lepiszcza w stosunku do n-heptanu i wody w temperaturze 20°C i przy $p/p_0 = 0,05$ i 1.

Podane wyniki wskazują, że sorpcja zarówno n-heptanu jak i wody na zeolicie bez lepiszcza jest większa w stosunku 100:80 w porównaniu z zeolitem formowanym z gliną, czyli prasowanie nie wywiera szkodliwego działania.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania kształtek z zeolitów bez dodatku lepiszcza przez sprasowywanie proszku zeolitowego pod zwiększonym ciśnieniem **znamienny tym**, że zeolit nasycy się parą wodną przez umieszczenie go w powietrzu nasyconym parą wodną w temperaturze 10—40°C, przy czym nasycanie prowadzi się tak długo, ażeby ilość zaadsorbowanej wody przez zeolit nie odbiegała od ilości wody odpowiadającej stanowi nasycenia zeolitu wodą w danej temperaturze o wartość większą od 1 g H₂O/100 g zeolitu, po czym zeolit w temperaturze nasycenia go parą wodną sprasowuje się pod ciśnieniem 1000—10000 kG/cm².