

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

80 674

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12i, 23/28

Zgłoszono: 19.11.1973 (P. 166663)

Pierwszeństwo: _____

MKP C01b 33/28

Zgłoszenie ogłoszono: 02.12.1974

Opis patentowy opublikowano: 30.09.1975

CZYTELNIA

Urzędy Patentowe
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Jan Ejsymont, Anna Łaptaś, Zofia Steciuk

Uprawniony z patentu tymczasowego: Uniwersytet Jagielloński, Kraków (Polska)

Sposób zabezpieczenia zeolitów przed zmianami własności w procesie formowania

Najczęściej obecnie stosowany sposób otrzymywania kształtek zeolitów polega na zarobieniu zeolitu z odpowiednią ilością lepiszcza w plastyczną masę, następnie uzyskaniu odpowiednich kształtek, wysuszeniu ich i wypaleniu. Jako lepiszcze (czynnik wiążący zeolit) najczęściej stosowane są różnego typu gliny, cement, żel kwasu krzemowego i inne.

W trakcie formowania a mianowicie po zarobieniu zeolitu z lepiszczem w plastyczną masę dochodzi do reakcji wymiany jonowej między jonami zeolitu a jonami pochodzącymi z lepiszcza, w wyniku czego obserwujemy zmiany własności zarówno sorpcyjnych jak i katalitycznych otrzymanych kształtek. Stwierdzono że szybkość wymiany jonowej między jonami zeolitu a jonami z roztworu ulega znacznemu zmniejszeniu, jeżeli przed wymianą na zeolicie zostaną zaadsorbowane węglowodory. Na przykład, po zaadsorbowaniu na zeolicie CaA n-alkanów grupy $C_{10}-C_{14}$ w ilości około 0,08 g na 1 g zeolitu szybkość wymiany jonowej między jonami wapnia pochodzącymi z zeolitu a jonami sodowymi z roztworu jest o połowę mniejsza niż w przypadku zeolitu, na którym nie zaadsorbowano węglowodórów. Podobne zjawisko zmniejszenia wymiany jonowej obserwujemy w przypadku zeolitu X i Y. Odkryte zjawisko opóźniania szybkości wymiany jonowej dla zeolitu zawierającego uprzednio zaadsorbowane węglowodory zostało wykorzystane w procesie formowania zeolitu w kształtki.

Sposobem według wynalazku adsorbuje się na zeolicie typu CaA, X, Y węglowodór w ilościach 3 do 9 g/100 g zeolitu, np., przez umieszczenie proszku zeolitowego w nafcie lub oleju, albo też w mieszaninie nafty z olejem, następnie zagotowanie odsączenie zeolitu od mieszaniny węglowodórów i suszenie w temperaturze $100^{\circ}-120^{\circ}\text{C}$, po czym formuje się w kształtki z dowolnym rodzajem lepiszcza i wypala.

Przykład 1: 100 g aktywowanego proszku zeolitowego CaA lub NaX, lub CaX, lub NaY nieformowanego umieszcza się w kolbie miarowej o pojemności 250 ml i zalewa 250 ml nafty o temperaturze destylacji od $130-245^{\circ}\text{C}$, następnie ogrzewa się do wrzenia utrzymując wrzenie przez 5 minut, po czym odsącza się naftę od zeolitu. Zeolit suszy się w temperaturze $100-120^{\circ}\text{C}$ przez 3 godziny. Tak przygotowany zeolit zarabia się z 25 g gliny z dodatkiem wody w plastyczną masę, a następnie formuje w dowolnego typu kształtki. Uformowane kształtki suszy się w temperaturze pokojowej, a następnie wypala w temperaturze 600°C przez 3 godziny. Własności tak uformowanego zeolitu są następujące:

Chłoność n-heptanu w 20°C w g/100 g adsorbenta

Ca formowany z gliną według przykładu I	$p/p_0 = 0,05$	11,5
	$p/p_0 = 1,0$	16,5
CaA handlowy formowany gliną	$p/p_0 = 0,05$	10,48
	$p/p_0 = 1,0$	15,75

Chłoność toluenu z mieszaniną zawierającą 15% toluenu i 85% izooktanu w 200°C w g/100 g adsorbenta

NaX formowany według przykładu I	9,4
NaX handlowy	8,98
CaX formowany według przykładu I	9,7
CaX handlowy	9,3
NaY formowany według przykładu I	10,1

Przykład II: 100 g aktywowanego proszku zeolitowego CaA lub NaX, lub CaX, lub NaY nieformowanego przygotowuje się jak w przykładzie I, a następnie zarabia się z 25 g cementu portlandzkiego i dodatku wody w plastyczną masę, którą formuje się w kształtki. Uformowane kształtki suszy się w temperaturze pokojowej, a następnie wypala w temperaturze 600°C przez 3 godz. Właściwości tak uformowanego zeolitu są następujące:

Chłoność n-heptanu w 20°C w g/100 g adsorbenta

CaA formowany według przykładu II	$p/p = 0,05$	11,6
	$p/p = 1,0$	16,5

Chłoność toluenu z mieszaniny zawierającej 15% toluenu i 85% izooktanu w 200°C w g/100 g adsorbenta

NaX formowany według przykładu II	9,5
CaX formowany według przykładu II	9,8
NaY formowany według przykładu II	10,0

Zastrzeżenie patentowe

Sposób zabezpieczenia zeolitów przed zmianami właściwości w procesie formowania w kształtki, **znamienny tym**, że na zeolitach typu CaA, X, Y przed formowaniem w kształtki adsorbuje się węglowodór w ilości od 3 do 9 g/100 g zeolitu, po czym tak przygotowany zeolit zarabia się w plastyczną masę z dowolnym rodzajem lepiszcza, suszy, a następnie wypala.

