



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 183 192** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) МПК⁷ **C 01 B 31/08, 31/10**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 2001119175/12, 10.07.2001
(24) Дата начала действия патента: 10.07.2001
(46) Дата публикации: 10.06.2002
(56) Ссылки: RU 2114057 C1, 27.08.1997. RU 2138442 C1, 27.09.1999. RU 2088522 C1, 27.08.1997. SU 1401277 A1, 07.06.1988. RU 2097318 C1, 27.11.1997. RU 2164217 C1, 20.03.2001.
(98) Адрес для переписки:
606002, Нижегородская обл., г. Дзержинск,
ОАО "Заря", патентоведу В.А. Алексеевой

(71) Заявитель:
Открытое акционерное общество "Заря"
(72) Изобретатель: Зимин Н.А.,
Хазанов А.А., Лейф В.Э., Видманов
А.В., Тамамьян А.Н., Внучкова В.А., Таратун
М.Н., Аржаков А.Е.
(73) Патентообладатель:
Открытое акционерное общество "Заря"

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АКТИВНОГО УГЛЯ

(57) Реферат:
Изобретение относится к технологии получения активного угля из древесного угля-сырца и может быть использовано в процессах очистки водных и органических сред: питьевой воды, сточных вод, ликеро-водочных изделий, в пищевой, фармацевтической, парфюмерной промышленности и т.д. Предложен способ получения активного угля из древесного угля-сырца, включающий предварительное дробление угля-сырца до размера 5-12 мм, загрузку в печь активации и активацию в

шахтной печи в потоке смеси водяного пара и диоксида углерода при 750-970°C со скоростью обгара 1-3%/ч до достижения суммарного объема пор 1,5-2,0 см³/г. Способ также предусматривает додробливание и рассев до зерен с эффективным размером 1-3 мм либо размол до частиц менее 100 мкм. Способ позволяет получить активный уголь с высокой адсорбционной емкостью по широкому спектру веществ для использования в процессах очистки в водных и органических средах. 2 з.п. ф-лы.

RU 2 183 192 C1

RU 2 183 192 C1



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 183 192** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) Int. Cl.⁷ **C 01 B 31/08, 31/10**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 2001119175/12, 10.07.2001

(24) Effective date for property rights: 10.07.2001

(46) Date of publication: 10.06.2002

(98) Mail address:
606002, Nizhegorodskaja obl., g. Dzerzhinsk,
OAO "Zarja", patentovedu V.A. Alekseevoj

(71) Applicant:
Otkrytoe aktsionernoje obshchestvo "Zarja"

(72) Inventor: Zimin N.A.,
Khazanov A.A., Lejf V.Eh., Vidmanov
A.V., Tamam'jan A.N., Vnuchkova V.A., Taratun
M.N., Arzhakov A.E.

(73) Proprietor:
Otkrytoe aktsionernoje obshchestvo "Zarja"

(54) **METHOD OF PRODUCTION OF ACTIVATED CARBON**

(57) Abstract:

FIELD: technology of production of activated carbon. SUBSTANCE: invention proposes a method of production of activated carbon from the wood crude carbon including preliminary crushing crude carbon to size 5-12 mm, charging into activating furnace and activation in shaft furnace in the flow of a mixture of steam with carbon dioxide at $t = 750-970$ C at the rate of combustion loss 1-3%/h up to attainment of total pore volume 1.5-2.0 cm^3/g . Method involves also

additional crushing and screening grains with effective size 1.0-3.0 mm or grinding to particle size less 100 μm . Method ensures to obtain activated carbon with high adsorption capacity by broad spectrum of substances for its use in processes of treatment in aqueous and organic media. Invention can be used in processes of treatment of aqueous and organic media: drinking water, sewage, liqueur and vodka production, in food, pharmaceutical, perfume industry and other fields. EFFECT: improved method of production. 3 cl, 4 ex

RU 2 183 192 C1

RU 2 183 192 C1

Изобретение относится к технологии получения активного угля из древесного угля-сырца и может быть использовано в процессах очистки водных и органических сред: питьевой воды, сточных вод, ликеро-водочных изделий, в пищевой, фармацевтической и парфюмерной промышленности и т.д.

Известен способ получения активного угля из древесного угля-сырца, включающий термическую обработку со скоростью обгара 40-70%/ч в атмосфере, содержащей кислород в количестве 0,1-1,0 об.%, активацию водяным паром при 800-950 °С и дробление, причем термическую обработку и активацию проводят в одной и той же печи (RU 2138442 С1, 1998, кл. С 01 В 31/08).

Недостатком известного способа является то, что высокая адсорбционная способность угля достигается за счет повышенного обгара в атмосфере кислорода, что приводит к высокой зольности угля и снижает его механическую прочность.

Наиболее близким к предложенному по технической сущности и количеству совпадающих признаков является способ получения активного угля из древесного угля-сырца путем термической обработки до 800-850°С без доступа воздуха со скоростью подъема температуры 40-60°/мин и активации водяным паром при соотношении угля-сырца и пара, равном 1:(5-8). (RU 2114057 С1, 1998, кл. С 01 В 31/08).

Недостатком прототипа является невозможность получения универсального осветляющего угля с высокими показателями адсорбционной активности по широкому спектру веществ, содержащихся как в водных, так и в органических растворах.

Задачей изобретения является получение универсального осветляющего угля с высокой адсорбционной емкостью по широкому спектру веществ для использования в водных и органических средах.

Оценку универсальности адсорбционных свойств активного угля проводили по стандартным веществам с различным размером молекул в широком диапазоне: йод - 0,43 нм; метиленовый голубой - 1,6 нм.

Поставленная задача достигается предложенным способом, включающим дробление и активацию, отличающимся тем, что предварительное дробление угля-сырца ведут перед загрузкой в печь активации до размеров 5-12 мм, а активацию осуществляют в шахтной печи в потоке смеси водяного пара и диоксида углерода при 750-970°С со скоростью обгара 1-3%/ч до достижения суммарного объема пор 1,5-2,0 см³/г. После активации проводят дробление и рассев до зерен с эффективным размером 1-3 мм либо размол до частиц размером менее 100 мкм.

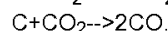
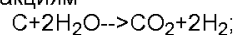
Отличие предложенного способа от известного заключается в том, что уголь-сырец перед активацией предварительно дробят и отбирают фракцию 5-12 мм, а активацию осуществляют в шахтной печи в потоке смеси водяного пара и диоксида углерода при 750-970°С со скоростью обгара 1-3%/ч до достижения суммарного объема пор 1,5-2,0 см³/г, затем проводят дробление и рассев до зерен с эффективным размером 1-3 мм либо размол

до частиц размером менее 100 мкм.

Активация древесного угля-сырца в шахтной печи смесью водяного пара и диоксида углерода при 750-970°С до заданного суммарного объема пор 1,5-2,0 см³/г с использованием двойного дробления авторам неизвестна.

Сущность предложенного способа состоит в следующем.

Берут древесный уголь-сырец (продукт пиролиза древесины или ее отходов) с содержанием золы не более 3% и летучих веществ не более 20% с размером кусков 10-50 мм, дробят, отсеивают фракцию 5-12 мм и подают на активацию в шахтную печь, где уголь-сырец медленно опускается в каналах сверху вниз в результате периодической выгрузки готового угля и уменьшения его объема при обгаре. В зоне активации печи при 750-970°С происходит взаимодействие углеродной массы с парогазовой смесью по реакциям



Активирующая смесь пронизывает уголь в направлении, перпендикулярном его движению. Процесс активации проводят до суммарного объема пор 1,5-2,0 см³/г, при этом обгар угля составляет 40-60%, а время активации 20-48 ч, т.е. скорость обгара 1-3%/ч.

Далее продукт выгружают из печи, дополнительно дробливают до эффективного размера зерен 1-3 мм и получают зерненный сорбент, его адсорбционная способность по йоду составляет более 800 мг/г, по метиленовому голубому более 250 мг/г.

Отходы после дробления (более крупная и мелкая фракции) размалывают в шаровой мельнице до размеров менее 100 мкм и получают порошкообразный уголь с осветляющей способностью по метиленовому голубому более 300 мг/г.

В предложенном способе пористая структура углеродного адсорбента формируется за счет постепенного плавного удаления летучих веществ, при этом значительную роль в управлении пористой структурой играет размер зерен угля-сырца, загружаемого в печь активации. Предварительное дробление угля-сырца перед загрузкой позволяет получить более однородный сырец с меньшим содержанием золы, так как в результате дробления и отсева удаляется поверхностная часть сырца с максимальным содержанием золы. Данный фактор приводит к улучшению диффузионных процессов при активации и обеспечивает возможность воспроизводимости структурных характеристик угля. Кроме того, дробление перед активацией позволяет уменьшить или даже полностью исключить образование вздутий, больших раковин на поверхности зерен сорбента.

Применение в качестве активатора смеси пара и диоксида углерода при медленной активации (скорость обгара составляет 1-3%/ч) обуславливает постепенное формирование мезо- и микропористой структуры. Первоначально в активируемой массе образуется углеродный скелет с длинными и разветвленными каналами, часть

которых в дальнейшем расширяется до 20-100 нм, а часть достигает размеров 0,7-0,9 нм, т.е. одновременно идет процесс формирования микро- и мезопористой структур в угле, что обеспечивает высокую эффективность сорбента при поглощении веществ с различным размером молекул, и значительно расширяет области его применения.

Пример 1. Берут 10 т древесного угля-сырца с размером кусков 10-50 мм, дробят и отсеивают фракцию 5-8 мм, выход на этой стадии составляет 80%. Полученный однородный "орешек" загружают в шахтную печь, где проводят активацию смесью водяного пара и диоксида углерода при температуре в зоне активации $(800 \pm 20)^\circ\text{C}$, далее через 40 ч готовый продукт с $V\Sigma=1,5 \text{ см}^3/\text{г}$ выгружают из печи, при этом обгар угля составляет 42%, т.е. активация проходит со скоростью обгара 1%/ч. Полученный уголь додрабливают и рассеивают, выделяя целевую фракцию с эффективным размером зерен 1-3 мм, а затем анализируют по показателям:

1) осветляющая способность по J_2 (ГОСТ 6217);

2) осветляющая способность по метиленовому голубому (ГОСТ 4453).

Для определения осветляющей способности пробу угля предварительно растирают в ступке до пыли, прошедшей через сито 005 и высушивают при $100-110^\circ\text{C}$.

Полученный уголь имел осветляющую способность по J_2 - 823 мг/г, по метиленовому голубому - 310 мг/г.

Пример 2. Аналогично примеру 1, за исключением того, что температура в зоне активации составляет $(950 \pm 20)^\circ\text{C}$, уголь выгружают через 20 ч, при этом $V\Sigma=2,0 \text{ см}^3/\text{г}$, обгар составляет 60%, т.е. скорость обгара - 3%/ч.

Полученный уголь имел осветляющую способность по J_2 - 910 мг/г, по метиленовому голубому - 340 мг/г.

Пример 3. Аналогично примеру 1, за исключением того, что размер кусков перед загрузкой составляет 7-12 мм, активацию проводят при $(860 \pm 20)^\circ\text{C}$ до суммарной пористости $1,85 \text{ см}^3/\text{г}$, при этом скорость

обгара составляет 2,2%/ч.

Полученный уголь имел осветляющую способность по J_2 - 875 мг/г, по метиленовому голубому - 325 мг/г.

5 Пример 4. Аналогично примеру 1, за исключением того, что полученный уголь размалывают в шаровой мельнице до пылевидного состояния, при этом размер частиц угля составляет менее 100 мкм.

10 Полученный уголь имел осветляющую способность по J_2 - 820 мг/л, по метиленовому голубому - 315 мг/л.

15 Опытным путем установлено, что снижение температуры активации ниже 750°C приводит к резкому уменьшению суммарной пористости угля, а значит его активности, а повышение более 970°C ускоряет протекающие химические реакции между углеродным материалом и активными агентами, при этом требуемая пористая структура не успевает сформироваться, в большей степени развивается объем мезопор, а значит снижается осветляющая способность угля по

25 Из изложенного следует, что каждый из признаков заявляемой совокупности в большей или меньшей степени влияет на достижение поставленной задачи, а вся совокупность является достаточной для характеристики заявляемого технического решения.

30 Формула изобретения:

1. Способ получения активного угля из древесного угля-сырца, включающий дробление и активацию, отличающийся тем, что предварительное дробление угля-сырца ведут перед загрузкой в печь активации до размеров 5-12 мм, а активацию осуществляют в шахтной печи в потоке смеси водяного пара и диоксида углерода при $750-970^\circ\text{C}$ со скоростью обгара 1-3%/ч до достижения суммарного объема пор $1,5-2,0 \text{ см}^3/\text{г}$.

35 2. Способ получения активного угля по п. 1, отличающийся тем, что после активации проводят додрабливание и рассев до зерен с эффективным размером 1-3 мм.

40 3. Способ получения активного угля по п. 1, отличающийся тем, что после активации проводят размол сорбента до частиц размером менее 100 мкм.

50

55

60