

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 96334

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 04.02.75 (P. 177803)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 31.01.76

Opis patentowy opublikowano: 15.03.1979

MKP C01b 31/12

Int. Cl.² C01B 31/12

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Ryszard Babicki, Bogumił Perzyński

Uprawniony z patentu: Instytut Technologii Drewna, Poznań (Polska)

Sposób wytwarzania węgla aktywnych z materiałów lignocelulozowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania węgla aktywnych z materiałów lignocelulozowych, oparty na aktywacji fizyczno-chemicznej.

Wynalazek ma zastosowanie do produkcji węgla aktywnego stanowiącego materiał pomocniczy, zwłaszcza w przemysłach cukrowniczym i ziemniaczanym do rafinacji cukru i rafinacji glukozy.

Znane są sposoby otrzymywania węgla aktywnych metodą aktywacji fizyczno-chemicznej za pomocą takich środków, jak: kwas fosforowy H_3PO_4 , rodanek amonu NH_4CNS , siarka elementarna, jednak stwarzają one trudności w całkowitym zregenerowaniu środków aktywujących, co powoduje powstawanie uciążliwych ścieków oraz wydzielanie szkodliwych gazów.

Znany jest sposób polegający na tym, że zmieszane z kwasem fosforowym trociny aktywuje się w wysokiej temperaturze rzędu $1100^{\circ}C$, po czym kwas fosforowy redukuje się do fosforu, a następnie oddestylowuje, spala do pięciotlenku fosforu, który kolejno przeprowadza się w kwas fosforowy.

Znany jest również sposób (patrz: „Die Aktive Kohle ihre Herstellung und Verwertung” O. Kaush, Halle 1932 str. 67), polegający na zastosowaniu kwasu fosforowego o stężeniu około 65% w temperaturze $100^{\circ}C$ w ilości 50–60% kwasu fosforowego w przeliczeniu na P_2O_5 w stosunku do suchego surowca. Zaimpregnowany kwasem surowiec suszy się w temperaturze $200^{\circ}C$ i ogrzewa w piecach muflowych w temperaturze $700^{\circ}C$. Otrzymany produkt ekstrahuje się kwasem i wodą, suszy, rozdrabnia i segreguje. Proces ten ma charakter okresowy i jest pracochłonny oraz mało wydajny, a ponadto nie rozwiązuje problemu utylizacji ługów zawierających kwas fosforowy.

Najbardziej obecnie rozpowszechniona i stosowana metoda chlorocynglowa, która wykorzystuje właściwości sublimacji chlorku cynku nie daje w pełni gwarancji niedopuszczenia do zanieczyszczenia wód i powietrza. W związku z tym w wielu krajach odstępuje się od tej metody z uwagi na obawę zanieczyszczenia naturalnego środowiska człowieka.

Sposób według wynalazku polega na tym, że materiał lignocelulozowy podaje się działaniu kwasu fosforowego o stężeniu 50% w ilości 200 części wagowych na 100 części wagowych materiału

lignocelulozowego, po czym całość wygrzewa się w trzech strefach w sposób ciągły, przy czym w pierwszej strefie materiał lignocelulozowy wygrzewa się w temperaturze 120°C i prowadzi do jego wysuszenia i wniknięcia kwasu w jego cząsteczki, zaś w drugiej strefie wygrzewa się w temperaturze 200°C i prowadzi destrukcję cząstek materiału, a w trzeciej strefie wygrzewa się w temperaturze 450°C , gdzie dokonuje się ukształtowania struktury porowatej węgla. Po wyjściu z trzeciej strefy wygrzewania, węgiel poddaje się ekstrakcji wrzącą wodą w stosunku wagowym 1 : 50 (na jedną część wagową węgla 50 części wagowych wrzącej wody), zaś otrzymaną z ekstrakcji zawiesinę węgla aktywnego w wodzie dekantuje się, a otrzymany osad suszy, zaś roztwór po dekantacji zagęszcza się w wyparce próżniowej do zawartości 20% kwasu fosforowego, po czym zobojętnia się węglanem sodu w ilości 20–22 części wagowych na 100 części wagowych 20% kwasu fosforowego lub również ługiem sodowym w ilości 8–9 części wagowych na 100 części wagowych 20% kwasu fosforowego, przy czym otrzymane z neutralizacji fosforany sodu oddziela się na drodze frakcjonowanej krystalizacji.

Zaletą rozwiązania według wynalazku jest możliwość prowadzenia procesu w sposób ciągły, a zatem bardziej wydajny i ekonomiczny oraz otrzymanie węgla aktywnego o licznie metylenowej przekraczającej 35. Szczególną jednak zaletą sposobu jest całkowita utylizacja środków aktywujących, dzięki czemu nie powstają uciążliwe ścieki i nie wydzielają się szkodliwe gazy.

Przykład. Materiały lignocelulozowe, jak: pył drzewny, trociny i odpadową lignocelulozę pofurfuralową, lignity, pestki owoców poddaje się wysuszeniu do wilgotności 10%, następnie zadaje się roztworem kwasu fosforowego o stężeniu 50% w ilości 200 części wagowych na 100 części wagowych materiału lignocelulozowego, zaś w celu równomiernego nasycenia materiału roztworem kwasu fosforowego poddaje się go w znanym urządzeniu wymieszaniu.

Tak przygotowany materiał lignocelulozowy umieszcza się w zmodyfikowanym pieca Herreshoffa i wygrzewa w trzech strefach w sposób ciągły i w czasie jednej godziny, przy czym w pierwszej strefie utrzymuje się temperaturę 120°C , zaś materiał intensywnie się miesza i następuje wysuszenie i odpowiednie wniknięcie kwasu w poszczególne cząstki materiału, natomiast po jego przejściu do drugiej strefy następuje zaatakowanie poszczególnych składników drewna i destrukcja cząstek, która jest wynikiem działania kwasu w temperaturze 200°C , zaś po przejściu do trzeciej strefy w której temperatura wynosi 450°C materiał ogrzewany miesza się, przy czym następuje ostateczne ukształtowanie struktury porowatej powstającego węgla aktywnego. Dzięki temu działaniu otrzymuje się węgiel o rozbudowanych makroporach, to jest węgiel o bardzo silnych właściwościach odbarwiających. Tak otrzymany węgiel poddaje się ekstrakcji wrzącą wodą w stosunku wagowym 1 do 50 (na jedną część wagową węgla 50 części wagowych wrzącej wody), którą prowadzi się stopniowo, aż do zaniku reakcji kwaśnej w przesączu. Dla ostatecznego oddzielenia wody przepuszcza się węgiel przez filtr obrotowy, a następnie poddaje się wysuszeniu w temperaturze $80\text{--}100^{\circ}\text{C}$. Następnie otrzymany roztwór z przemycia węgla po jego zdekantowaniu lub przefiltrowaniu poddaje się zagęszczeniu w wyparce próżniowej do zawartości 20% kwasu fosforowego, dalej następuje jego przepompowanie do zbiornika reakcyjnego, zaopatrzonego w mechaniczne mieszadło i w przypadku otrzymania fosforanu dwusodowego zadaje się węglanem sodu w ilości 20–22 części wagowych na 100 części wagowych 20% kwasu fosforowego, a w przypadku otrzymania fosforanu trójsodowego również ługiem sodowym w ilości 8–9 części wagowych na 100 części wagowych 20% kwasu fosforowego, dalej otrzymany z neutralizacji fosforan sodu zagęszcza się w wyparkach próżniowych, po czym krystalizację prowadzi się około 12 godzin w krystalizatorach Sevensena o działaniu ciągłym w temperaturze około 18°C .

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania węgla aktywnych z materiałów lignocelulozowych oparty na aktywacji fizyczno-chemicznej, z n a m i e n n y t y m, że materiał lignocelulozowy poddaje się działaniu roztworu kwasu fosforowego o stężeniu 50% w ilości 200 części wagowych na 100 części wagowych materiału lignocelulozowego, po czym całość wygrzewa się, a następnie otrzymany produkt poddaje się ekstrakcji wrzącą wodą w stosunku wagowym węgla do wody jak 1 do 50, zaś otrzymaną z ekstrakcji zawiesinę węgla aktywnego w wodzie dekantuje się, a otrzymany osad suszy, zaś roztwór po dekantacji zagęszcza się do zawartości 20% kwasu fosforowego, po czym zobojętnia się węglanem sodu w ilości 20–22 części wagowych na 100 części wagowych 20% kwasu fosforowego, lub również ługiem sodowym w ilości 8–9 części wagowych na 100 części wagowych 20% kwasu fosforowego, przy czym otrzymane z neutralizacji fosforany sodu oddziela się na drodze frakcjonowanej krystalizacji, przy czym wygrzewanie materiału lignocelulozowego z kwasem fosforowym prowadzi się trójstopniowo, kolejno w temperaturach 120°C , 200°C i 450°C .