

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 103 530

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 05.08.77 (P. 200106)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 05.06.78

Opis patentowy opublikowano: 30.11.1981

Int. Cl.². C01B 33/26

Int. Cl.³. C01B 33/28

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polski Receptor 21.1.78

Twórcy wynalazku: Jan Ejsymont, Ewa Witek, Anna Łaptaś

Uprawniony z patentu: Uniwersytet Jagielloński,
Kraków (Polska)

Sposób otrzymywania kształtek zeolitów syntetycznych

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania kształtek syntetycznych zeolitów różnych typów przez prasowanie z substancjami zmniejszającymi tarcie.

Syntetyczne zeolity otrzymuje się w postaci proszku, w którym kryształy zeolitu mają wielkość 0,5 do 20 mikronów. Praktyczne zastosowanie zeolitu wymaga jego ukształtowania.

Powszechnie stosowany sposób otrzymywania kształtek zeolitu polega na formowaniu proszku zeolitu różnego rodzaju spoiwami. Najczęściej w charakterze spoiwa stosuje się różne gatunki glin. Własności sorpcyjne i katalityczne kształtek uformowanego zeolitu zależą od składu chemicznego spoiwa i technologii formowania. Korzystniejsze własności w procesach sorpcyjnych i katalitycznych wykazują kształtki zeolitu otrzymane przez sprasowanie proszku zeolitu pod ciśnieniem kilku tysięcy atmosfer.

Opis patentowy polski nr 66491 podaje sposób otrzymywania kształtek z zeolitów nasyconych parą wodną w temperaturze pokojowej przez prasowanie w stalowej matrycy pod ciśnieniem 1000–10000 at. Wadą otrzymanych w ten sposób kształtek zeolitów jest ich zbyt mała wytrzymałość mechaniczna, co ogranicza ich praktyczne zastosowanie.

W celu uniknięcia wad i niedogodności opracowano sposób otrzymywania kształtek zeolitów syntetycznych według wynalazku.

Istota sposobu według wynalazku polega na tym, że nasycony parą wodną proszek zeolitu miesza się z grafitem lub dowolnym mydłem i sprasowuje pod ciśnieniem 1000–10000 at. Grafitu lub mydła dodaje się w takiej ilości, by całkowicie pokryła powierzchnię zeolitu.

Grafit i mydło spełniają w tym przypadku rolę smaru zmniejszającego tarcie między kryształami zeolitu, jednocześnie znacznie polepszają własności mechaniczne otrzymanego preparatu zeolitowego, bez zmiany jego własności sorpcyjnych. Dodatkową zaletą przedstawionej metody jest fakt, że wygrzewanie sprasowanego zeolitu w temperaturze 700°C na przykład w piecu muflowym zarówno grafit jak i mydło można wypalić otrzymując preparat zeolitowy nie zawierający żadnych domieszek i tym samym wykazujący niezmienną własności katalityczne.

Przykład I. 100 g proszku zeolitu 13 X nasycono parą wodną w temperaturze pokojowej do zawartości 24,8% wody, wymieszano z grafitem dodanym w ilości 1% w przeliczeniu na suchą masę zeolitu i sprasowano pod ciśnieniem 300 at. Kształtki wypalono w piecu muflowym w temperaturze 650°C i zmierzono wytrzymałość mechaniczną znaną metodą opisaną w pracy J. Ejsymont, E. Witek Zesz. Nauk. U.J. Prace Chem. 22 (1977).

W analogiczny sposób otrzymano preparaty zeolitowe z dodatkiem 2,5; 5,0; 7,5; 10,0% grafitu. Na podstawie wyników pomiarów wytrzymałości mechanicznej stwierdzono, że najlepszymi własnościami mechanicznymi charakteryzuje się preparat prasowany z 7,5% grafitu. Jest to optymalna ilość grafitu stosowana przy prasowaniu zeolitu 13 X.

Tabela I

Zeolit 13 X prasowany pod ciś. 3000 at.	Bez grafitu	Z 1% grafitu	Z 2,5% grafitu	Z 5,0% grafitu	Z 7,5% grafitu	Z 10,0% grafitu
wytrzymałość mechaniczna wyrażona w %	52,7	72,6	84,4	85,4	86,9	84,9

Przykład II. 100 g suchego proszku zeolitu 13 X nasycono parą wodną w temperaturze pokojowej do zawartości 24,8% wody, wymieszano ze stearynianem wapniowym w ilości 1% w przeliczeniu na suchą masę zeolitu, sprasowano pod ciśnieniem 400 at, wypalono w piecu muflowym w temperaturze 650°C i zmierzono wytrzymałość mechaniczną. W analogiczny sposób otrzymano preparaty zeolitowe z dodatkiem 3,0; 5,0; 7,5; 10,0% stearynianu wapniowego. Wyniki pomiarów wytrzymałości mechanicznej wykazały, że optymalna ilość stearynianu wapniowego stosowana do prasowania zeolitu 13 X wynosi 5,0%.

Tabela II

Zeolit 13 X prasowany pod ciś. 4000 at.	bez mydła	z 1,0% mydła	z 3,0% mydła	z 5,0% mydła	z 7,5% mydła	z 10,0% mydła,
wytrzymałość mechaniczna wyrażona w %	58,7	77,9	91,0	92,8	92,4	91,0

Zamieszczone w tabeli I i II wartości otrzymano w następujący sposób: na frakcję preparatu zeolitowego o granulacji 0,75–1,00 mm działano ciśnieniem 10 at po czym wykonano analizę sitową. Preparat wagowy preparatu pozostającego na sicie o średnicy oczek 0,75 mm to jest tę część preparatu, która nie uległa zniszczeniu pod wpływem przyłożonego ciśnienia nazwano wytrzymałością mechaniczną.

W toku badań obserwowano polepszenie własności mechanicznych preparatu ze wzrostem zawartości grafitu lub mydła w kształtkach aż do momentu, gdy każda ich większa ilość nie pozwala otrzymać preparatu o lepszych własnościach mechanicznych. W ten sposób określamy optymalny dla danego rodzaju zeolitu dodatek grafitu lub dowolnego mydła.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania kształtek syntetycznych zeolitów, z n a m i e n n y t y m, że nasycony parą wodną proszek zeolitu miesza się z grafitem lub dowolnym mydłem i sprasowuje pod ciśnieniem 1000–10000 at.
2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że grafit lub mydła stosuje się w takiej ilości, by całkowicie pokryły powierzchnię kryształów.