



MD 1758 F2

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Protecția Proprietății Industriale

(11) 1758⁽¹³⁾ F2
(51) Int. Cl.⁷: C 01 B 31/12, 31/08;
B 01 J 20/30

(12) BREVET DE INVENȚIE

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată în termen de 6 luni de la data publicării	
(21) Nr. depozit: 99-0107 (22) Data depozit: 1999.02.12 (41) Data publicării cererii: 2001.02.28, BOPI nr. 2/2001	(43) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului pe răspunderea solicitantului: 2001.10.31, BOPI nr. 10/2001
(71) Solicitant: Universitatea de Stat din Moldova, MD (72) Inventatori: COVALIOV Victor, MD; COVALIOVA Olga, MD; DUCA Gheorghe, MD; SPINEI Elena, MD; GONCEAR Veaceslav, MD (73) Titular: Universitatea de Stat din Moldova, MD	

(54) Procedeu de obținere a agentului adsorbant de carbon

(57) Rezumat:

1

Invenția se referă la procedeele de obținere a adsorbantului, în special a cărbunelui activ.

Esența invenției constă în aceea că se propune un procedeu de obținere a adsorbantului, care include pregătirea amestecului de coajă de sămburi de fructe și nuci cu tescovină de floarea-soarelui în cantitate de 10...15% mas., fărâmițarea lui și tratarea cu soluție acetică de 10...20% a sărurilor de bariu, fier(II) și fier(III) în proporție molară 1:2:4 timp de

2

5 96 ore, apoi cu soluție de bicarbonat de potasiu, separarea de soluție, carbonizarea și activarea la temperatura de 480...550°C în regim izotermic timp de 2...3 ore.

10 Rezultatul constă în obținerea cărbunelui activ cu porozitate și proprietăți feromagnetice sporite.
Revendicări: 1

MD 1758 F2

MD 1758 F2

3

Descriere:

Invenția se referă la procedeele de obținere a adsorbantului, în special a cărbunelui activ și poate fi folosită pentru obținerea adsorbanților cu proprietăți feromagnetice pentru prelucrarea apei, curățirea apelor reziduale și a gazelor.

5 Este cunoscut procedeul de obținere a agentului adsorbant de carbon, incluzând matrița minerală, bazat pe prelucrarea cărbunelui activ cu ajutorul sării de fier și precipitarea în pori a hidroxidului de fier cu descompunerea termică ulterioară în mediu neoxidabil [1].

Însă acest procedeu nu permite sporirea proprietății adsorbante a agentului astfel obținut și nu asigură

10 posibilitatea aplicării lui pe scară largă.
Mai apropiat după esența tehnică și rezultatul obținut este procedeul de obținere a agentului adsorbant de carbon, care constă în tratarea chimică preliminară a materialului ce conține carbon, carbonizarea lui și activarea ulterioară în prezența bioxidului de carbon. În calitate de material ce conține carbon se utilizează coji mărunțite de sămburi de fructe și de nuci, care se tratează cu soluție de 20% bicarbonat de potasiu (KHCO_3) timp de 24 ore, apoi amestecul se separă de soluție, se carbonizează la temperatura de 450°C timp de 70 min și se activează timp de 5 ore la temperatura de 900°C [2].

15 Adsorbantul se caracterizează prin porozitate sporită, dar nu posedă proprietăți feromagnetice.

Problema pe care o rezolvă această invenție constă în extinderea domeniului de aplicare practică a adsorbanților obținuți prin atribuirea proprietăților feromagnetice.

20 Esența invenției constă în aceea că se propune un procedeu de obținere a adsorbantului, care include pregătirea amestecului de coajă de sămburi de fructe și nuci cu tescovină de floarea-soarelui în cantitate de 10-15% mas., fărâmițarea lui și tratarea cu soluție de 10...20% acetati de bariu, fier(II) și fier(III) în proporție molară 1:2:4 timp de 96 ore, apoi cu soluție de bicarbonat de potasiu, separarea de soluție, carbonizarea și activarea la temperatura de 480...550°C în regim izotermic timp de 2...3 ore.

Rezultatul constă în obținerea cărbunelui activ cu porozitate și proprietăți feromagnetice sporite.

25 Rezultatul se obține datorită faptului că în procesul de încălzire izotermică efectuat în mediul neoxidat au loc concomitent trei procese - carbonizarea, feritizarea și activarea adsorbantului format. Procesul feritizării este cauzat de un șir de interacțiuni. Succesiv la primul stadiu, la temperatură normală, sărurile de bariu, fier(II) și fier(III) îmbibate în interiorul structurii materialelor ce conțin carbon, interacționează cu ionii de carbon cu formarea repartizării uniforme în ea a sărurilor bazice de carbonat ale acestor metale greu solubile. După creșterea temperaturii începe decurgerea procesului de carbonizare și descompunerea sării de carbonat, totodată degajarea bioxidului de carbon gazos asigură sporirea micro- și mezoporozității scheletului de carbon al adsorbantului. Moleculele active ale metalelor grupei oxido-hidroxid - bariu și fier încep să interacționeze între ele, formând structura de hexaferit de bariu ($\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$). Sarea de fier(II) introdusă de rând cu sarea de fier(III) servește ca dezoxidant al mediului, adsorbând hidrogenul de la procesul de carbonizare, oxidându-se până la fier(III), prevenind "arderea completă" a bazei de cărbune, contribuind astfel la îmbunătățirea caracteristicilor adsorbantului sintetizat.

Tescovina fărâmițată din floarea-soarelui prezintă deșeuri de producție și introducerea lor în compoziția amestecului de carbon asigură formarea specifică a structurii în volum a adsorbantului, iar prezența componentelor etero-uleioase ușor degajabile permite sporirea porozității.

40 Reducerea particulelor de carbon catalizează reacția termochimică de interacțiune a compușilor de bariu și fier, ducând la scăderea temperaturii acestei interacțiuni până la 480...520°C în raport cu condițiile de interacțiune a acestor compuși abrazivi între ei, care decurge la temperatura de 800...1000°C.

Masa proporțională de bariu și de fier obținută stoechiometric asigură o formă chimică stabilă ce corespunde structurii hexaferitului de bariu, referindu-se la clasa materialelor magnetice tari. Totodată scăderea sau mărirea proporției sării de bariu și fier duce la dispariția completă a proprietăților feromagnetice. Sărurile acetate ale metalelor permit de a exclude prezența altor anioni - sulfați sau clorați în adsorbantul sintetizat, așa ca ionul acetat care ușor se descompune termic în procesul carbonizării până la apă și bioxid de carbon, fiind un factor suplimentar și contribuind la sporirea porozității.

Exemplu. Amestecul pregătit de materiale ce conțin carbon în următorul raport, % mas.:

coajă fărâmițată de sămburi de fructe	45
coaja fărâmițată de nucă	45
tescovină fărâmițată de floarea-soarelui	10

50 a fost prelucrat în soluții de 20% acetati de bariu, fier(II) și fier(III) în proporția de 1:2:4 timp de 96 ore, apoi în soluția de 20% de bicarbonat de potasiu. Se efectuează separarea amestecului de soluție și se supune carbonizării cu activarea în mediul de bioxid de carbon la temperatura de 500°C, timp de 3 ore în regim izotermic. O dată cu acest proces se asigură modificarea bazicității de carbon pe contul interacțiunii termochimice a componentelor sării anorganice cu forma structurii de fier.

MD 1758 F2

4

A fost cercetat volumul porilor, volumul mediu al particulelor, indicele forței coercitive. Stabilitatea chimică a agentului adsorbant obținut a fost determinată prin reținerea lui în soluția de 1% a acidului clorhidric timp de 100 ore, cu titrarea ulterioară trilonometrică a soluției obținute. Gradul de stabilitate a fost calculat după cantitatea de trecere a fierului și bariului în soluție.

5

Datele măsurării sunt prezentate în tabel.

Nr. d/o	Condițiile de obținere și caracteristica agentului adsorbant	Conform condițiilor propuse	Conform celei mai apropiate soluții
1	Cantitatea de material fărâmițat ce conține carbon, % mas.: - coajă de sămburi de fructe - coajă de nucă - tescovină din floarea-soarelui	45 45 10	50 50 -
2	Cantitatea de săruri acetate, mol/L: - Ba (II) : Fe(II) : Fe(III)	1:2:4	-
3	Regimul prelucrării izotermice: - temperatura, °C - timpul, ore	500 3	500 3
4	Valoarea medie a diametrului porilor, Å	0,85-1,45	0,7-1,2
5	Volumul mediu al particulelor, mm	0,2-0,8	-
6	Valoarea forței coercitive Hc, A/m ²	(12...15)10 ⁴	-
7	Stabilitatea chimică în soluție de 1% a acidului clorhidric (100 ore), în % din conținutul inițial	99,98	-

După cum se vede din datele prezentate, agentul de adsorbție obținut posedă, în raport cu cea mai apropiată soluție, un volum sporit al porilor, de 1,1...1,3 ori, datorită faptului că în condiții izotermice ale procesului de încălzire, de rând cu carbonizarea materialelor de carbon, decurge descompunerea formațiunilor carbonaților și acetatilor în cărbunele de bază cu degajarea bioxidului de carbon gazos, care contribuie la mărirea porozității adsorbantului. Mărirea particulelor obținute de la 0,2 până la 0,8 mm asigură avantajele la aplicarea lui practică.

10

Valoarea înaltă a forței coercitive a adsorbantului obținut permite de a-l utiliza în procesul de purificare a apelor reziduale cu aplicarea sistemului magnetic filtrant.

15

MD 1758 F2

5

(57) Revendicare:

- 5 Procedeu de obținere a agentului adsorbant de carbon care include tratarea chimică cu soluție de bicarbonat de potasiu a amestecului fărâmițat al materialelor ce conțin carbon - coajă de sămburi de fructe și nuci, separarea lui de soluție și carbonizarea ulterioară cu activarea simultană în regim izotermic de încălzire în mediu inoxidabil al bioxidului de carbon, **caracterizat prin aceea că** materialul ce conține carbon suplimentar conține tescovină fărâmițată de floarea-soarelui în cantitate de 10...15% mas., tratarea chimică se efectuează cu soluție acetată de 10...20% a sărurilor de bariu, fier(II) și fier(III) în proporție molară 1:2:4 timp de 96 ore, apoi
- 10 cu soluție de 10...20% de bicarbonat de potasiu, iar carbonizarea și activarea se cumulează cu procesul de feritizare la temperatura de 480...550°C timp de 2...3 ore.

15

(56) Referințe bibliografice:

1. Когановский А.М., Топкин Ю.И. Основные факторы ферромагнитного отделения железосодержащих активных углей от суспензий при очистке воды./ Химия и технология воды, 1980, т.2, N 5, с. 409-415
2. MD 999 G2

**Șef Direcție
Invenții:**

JOVMIR Tudor

Examinator:

CRASNOVA Nadejda

Redactor:

ANDRIUȚĂ Victoria

RAPORT DE DOCUMENTARE

(21) Nr. depozit: 99-0107 (22) Data depozit: 1999.02.12		(85) Data fazei naționale PCT: (86) Cerere internațională PCT:	
Prioritatea invocată : (31) nr.: 32) data : 33) țara : (51) Int. Cl. (7) : C 01 B 31/12 Alți indici de clasificare: (54) Titlul : Procedeu de obținere a agentului adsorbant de carbon (71) Solicitantul : Universitatea de Stat din Moldova, MD Termeni caracteristici : adsorbant, cărbune activ			
I. Minimul de documente consultate (sistema clasificării și indicii de clasificare)			
C.I.B. 7: C01B 31/12, 31/08, B01J 20/30			
II. Documente considerate ca relevante			
Categoria*	Date de identificare ale documentelor citate și indicarea pasajelor pertinente	Numărul revendicării vizate	
A	MD 660		
A	MD 990		
A	MD 773		
A	MD 1005		
<input type="checkbox"/> Documentele următoare sunt indicate în continuare a rubricii II		<input type="checkbox"/> Informația referitoare la brevete paralele se anexează	
* categoriile speciale ale documentelor consultate:		P - document publicat înainte de data depozitului național reglementat dar după data priorității invocate T - document publicat după data depozitului sau a priorității invocate, care nu aparține stadiului pertinent al tehnicii, dar care este citat pentru a pune în evidența principiul sau teoria care conține baza invenției X - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată nouă sau implicând activitate inventivă Y - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată ca implicând activitate inventivă când documentul este asociat cu unul sau mai multe alte documente de aceeași natură, aceasta combinație fiind evidentă pentru o persoană de specialitate O - document referitor la o divulgare orală, un act de folosire, la o expunere sau orice altă & - document care face parte din aceeași familie de documente	
A - document care definește statutul general al tehnicii			
E - document anterior dar publicat la data de depozit național reglementar sau după aceasta data			
L - document care poate pune în discuție data priorității invocate, poate contribui la data publicării altor divulgări sau pentru un motiv expres (se va indica motivul)			
O - document referitor la o divulgare orală, un act de folosire, la o expunere sau orice altă			
Data efectuării documentării		2001.03.19	
Examinatorul		Crasnova Nadejda	

ANEXĂ la RAPORTUL DE DOCUMENTARE

Informația referitoare la brevete paralele		(21) Nr. depozit:	
Date de identificare ale documentelor citate în raport	Data publicării	Brevete paralele	Data publicării
1	2	3	4