(19) SUOMI - FINLAND
(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 833072 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE PUBLIC**

(21) Patenttihakemus - Patentansökan - Patent application 833072

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation - International patent classification
C01B

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **30.08.1983**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **30.08.1983**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **08.03.1984**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **12.06.2019**

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

07.09.1982 US 415_103

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • **Calgon Carbon Corporation,** Route 60-Campbells Run Road, Robinson Township,, Pennsylvania, United States, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • **Sutt, Jr., Robert F.,** USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention
Hiilimolekyyliseulat ja niiden valmistusmenetelmä.

Molekylära kolsilar och deras framställningsförfarande.

Hiilimolekyyliseulat ja niiden valmistusmenetelmä

Keksinnön tausta

Hiilimolekyyliseulat ovat rakenteeltaan säädeltyjen molekyyliulottuvuuksien muodostama avoin verkko, jota voidaan käyttää pienimolekyylisten kaasujen tai nesteiden seosten erottamiseen suurempimolekyylikokoisista kaasuista tai nesteistä perustuen molekyylikokojen eroon tai diffuusionopeuksien eroon. Katso esimerkiksi Grant, US-patenttijulkaisu 3,884,830 ja siinä mainitut viitteet.

Hiilimolekyyliseulojen ei tarvitse olla aktivoituja hiiliä. Aktivoidut hiilet ovat hiilisubstraatteja, jotka on käsitelty aktivointiaineella, kuten höyryllä, hiilidioksidilla, hapettimilla ja vastaavilla.

Hiilimolekyyliseuloja on valmistettu erilaisista substraateista joukolla eri valmistusmenetelmiä. Katso esimerkiksi Mason et al., US-patenttijulkaisu 3,222,412, jossa käytetään antrasiittihiiltä, korotettuja lämpötiloja ja inerttiä ilmakehää; Munzer et al., US-patenttijulkaisu 3,801,513, jossa käytetään koksia tai kookospähkinän kuoria, korotettuja lämpötiloja ja huokosten sulkemista hiiltä kerrostamalla; Yuki, US-patenttijulkaisu 4,046,709, jossa käytetään vinylideenikloridikopolymeerejä ja korotettuja lämpötiloja, ja Vesterdal, US-patenttijulkaisu 2,556,859, jossa käytetään bitumihiiltä tai kookospähkinän kuoria, korotettuja lämpötiloja ja inerttiä ilmakehää.

Hiilimolekyyliseulat on yleensä valmistettu ulkoisesti kuumennetussa viertouunissa tai muussa samankaltaisessa annostyyppisessä uunissa. Suurimmat epäjatkuvaan annostyyppiseen hiilimolekyyliseulojen valmistukseen liittyvät vaikeudet ovat (1) vaikeus pysyä uunin ilmakehä- ja lämpötilarajoissa seulan huokoshalkaisijan hallitsemiseksi ja (2) tuotteen vaihtelevuus erästä erään, s.o. laadun tarkkailu. Katso Munzer et al., US-patenttijulkaisu 3,962,129.

Hiilimolekyyliseulan keskimääriäisä tehokkaita huokoshalkaisijoita hallitsevat yleensä seuraavat tekijät:

(A) uunin lämpötila

(B) uunin ilmakehä

(C) uunissa oloaika

(D) huokosia sulkevan aineen läsnäolo tai puuttuminen

Ensimmäisten kahden olosuhteen hallinta on ollut suurin ongelma, joka on liittynyt alan aikaisempiin epäjatkuviin annostyyppisiin valmistusmenetelmiin.

Jatkuva syöttö-tyyppisen lämmityslaitteen käyttö tässä kuvatusti voittaa vaikeudet, jotka liittyvät epäjatkuvien annosmenetelmien lämpötila ja ilmakehä hallintaan liittyvät vaikeudet varmistaen täten huokashalkaisijan valinnan ja koko seulan laadun tarkkailun. Esillä oleva menetelmä tuoottaa myös valikoivuus- ja kapasiteettiarvoiltaan parempia hiiliseuloja kuin alan aikaisemmat annosmenetelmät.

Kuvioitten suppea kuvaus

Kuvio on tässä hiilimolekyyliseulojen jatkuvaan valmistukseen käytetyn järjestelmän kaavamainen esitys.

Keksinnön yhteenveto

Kuvataan menetelmä hiilimolekyyliseulojen jatkuvasti valmistamiseksi, joka sisältää hiilletyn substraatin kuumentamisen vähintään 755°C lämpötilassa vähintään 5 minuutin ajan jatkuvalla tavalla ja jatkuvasti näin tuotettujen seulojen keräämisen. Keksintö suunnataan myös uusiin hiilimolekyyliseuloihin.

Yksityiskohtainen kuvaus

Esillä olevan keksinnön kohteena on menetelmä hiilimolekyliseulojen valmistamiseksi. Tämän keksinnön mukainen uusi menetelmä sisältää edullisesti askeleet, joilla hiilletty substraatti jatkuvasti syötetään laitteeseen mainitun substraatin kuumentamiseksi, ja mainitun substraatin kuumennetaan hapettomissa olosuhteissa käyttämättä ulkoisesti lisättyä huokoset sulkevaa ainetta,

lämpötilaalueella noin 755°C - 1365°C noin 5 - 90 minuutin välinen ajanjakso. Tällä menetelmällä voidaan tuottaa huokoshalkaisijaltaan noin 0,2 - 1,5 nm hiilimolekyyliseuloja. Tämän keksinnön mukaisten uusien hiilimolekyyliseulojen keskimääräinen huokoshalkaisija on noin 0,4 nm.

Termit "ulkoisesti lisätty huokoset sulkeva aine" tässä käytettynä viittaavat niihin alalla tunnettuihin aineisiin, jotka kerrostumina saatetaan hiilisubstraatin pinnalle ennen kuumentamista tai sen aikana substraatin mikrohuokosten supistamiseksi. Katso esimerkiksi US-patenttijulkaisussa 3,801,513; 3,222,412; 2,761,822; CA-patenttijulkaisussa 608,038 ja GB-patenttijulkaisussa 1,138,307. Jokaisessa näissä viitteissä hiilisubstraatin mikrohuokoset supistetaan jonkin lisätyn aineen avulla. Nämä materiaalit voivat olla kiinnteitä aineita, nesteitä tai kaasuja, jotka voidaan seuraavaksi hiiltää kuumentamalla, jolloin jäljelle jää puhdas hiili supistamaan substraatin mikrohuokosia.

Termit "hapeton" tässä käytettyinä viittaavat uunin ilmakehään, jonka maksimi happipitoisuus on 500 ppm, edullisesti 100 ppm tai vähemmän laskettuna tilavuudesta ennen hiilimolekyyliseulojen valmistusta ja sen aikana.

Termit "hiilletty substraatti" viittaavat niihin koksaantumattomiin tai dekoksattuihin aineisiin, jotka ovat käyttökelpoisia tässä kuvatun menetelmän mukaan valmistettavien hiilimolekyyliseulojen valmistuksessa. Tyypillisiin koksaantumattomiin substraatteihin kuuluvat kookospähkinähiili, babassupähkinähiili, antrasiitti, hyvälaatuiset bitumihiilet ja muut alalla tunnustetut koksaantumattomat substraatit. Dekoksattuihin substraatteihin kuuluvat hapetetut (dekoksatut) haihtuvuudeltaan kaksinkertaiset mitumi- ja ligniittihiilet ja muut dekosatut alalla tunnustetut substraatit.

Hiilletty substraatti murskataan ja seulotaan yleensä haluttuun mesh kokoon. Mesh koko ei ole kriittinen tekijä. US seulakoot välillä 3 x 6 - 50 x 100 ovat käyttökelpoisia. Pähkinähiilille yleensä käytetty mesh

koko oli 8 x 30 US seula. Substraatit, erityisesti hiilestä tehdyt, voivat tarvita agglomeroitumista. Agglomerointimenetelmiä on riittävästi kuvattu US-patenttijulkaisussa 3,884,830. Agglomeroinnin jälkeen substraatit voidaan lajitella ja seuloa halutusti.

Hiilimolekyyliseulojen keskimääräisiä tehokkaita huokoshalkaisijoita hallitsevat yleensä seuraavat tekijät:

(A) uunin lämpötila

(B) uunin ilmakehä

(C) uunissa oloaika

(D) huokoset sulkevan aineen läsnäolo tai puuttuminen. Esillä olevassa keksinnössä huokoshalkaisijan päättävien tekijöitten hallinta saavutettiin muuntamalla menetelmäolosuhteita kuumennusaika, lämpötila ja ilmakehä. Edullisen lämmityslaitteen tämän keksinnön suorittamiseksi kuvaa US-patenttijulkaisut 4,050,900 ja 3,648,630, jotka on liitetty tähän viitteenä. Muihin lämmityslaitteisiin, jotka voivat osoittautua käyttökelpoisiksi esillä olevassa keksinnössä, kuuluvat epäsuorasti kuumennettavat viertouunit, Selas-tyyppinen epäsuorasti kuumennettu tai sähköisesti kuumennettu kuljetuskieräuuni tai joku eri tyyppisistä metallin käsittelyuuneista (esim. Lindberg), jotka alalla tunnetaan muunnettuna jatkuvatyyppiseen valmistukseen.

Edullisen järjestelmän muodostaa syöttöhihna, lämmityslaite ja tuotteen jäähdytysosasto (katso Kuvio). Ilmalukot on sijoitettu syöttöhihnan ja lämmityslaitteen väliin ja tuotteen jäähdytysosaston purkauspäähän. Edullinen lämmityslaite on sähköisesti kuumennettu jatkuva kuljetustyyppinen uuni, jossa on kaksi erikseen valvottua kuumaa vyöhykettä. Kumpikin kuuma vyöhyke sisältää piikarbidi-infrapunahehkusauvat, joita valvotaan keskeisesti sijaitsevien kromialunalämpöparien avulla.

Uunin ilmakehä pidetään hapettomassa tilassa valmistuksen aikana puhdistamalla järjestelmä hapettomalla

inertillä kaasulla kuten typpi. Puhdistus voidaan saada aikaan substraattisyöttövirtaukseen nähden inertin joko samansuuntaisen tai vastakkaisen kaasuvirran avulla. Vastavirtapuhdistus on edullinen. Poistokaasut, jotka sisältävät palavia aineosia, hävitetään jälkipolttimessa. Järjestelmän vastapainetta valvotaan uunin ja jälkipolttimen väliseen torveen sijoitetun venttiilin avulla.

Esillä olevaa menetelmää suoritettaessa uuni saatettiin aluksi haluttuun lämpötilaan inertissä kaasuvirrassa. Hihnan nopeus säädettiin uunissa oloajan mukaan. Uuni saavuttaa yleensä pysyvän tilan 6 - 8 tunnissa ja silloin aloitettiin syöttö. Dekoksattu tai koksaantumaton substraatti syötettiin järjestelmän läpi inertissä kaasuvirrassa täten tuottaen hiilimolekyyliseuloja. Uuniajo viimeisteltiin katkaisemalla syöttö ja tyhjentämällä uuni. Menetelmäolosuhteet keskimääräiseltä tehokkaalta huokoshalkaisijaltaan 0,2 nm - 1,5 nm kokoisten seulojen tuottamiseksi olivat seuraavat:

	Alue	Edullinen
(A) lämpötila	755 - 1365°C	1030 - 1300°C
(B) uunissa oloaika	5 - 90 min.	5 - 30 min.
(C) syöttönopeus	0,0019 - 0,0076 kg/s	0,0039 - 0,0064 kg/s
(D) virtausnopeus	0,00 - 0,017 m^3/s	0,010 - 0,013 m^3/s

Jos uunilämpötila oli säädetty uunin tasapainottumiseen tarvittiin yleensä 1 - 2 tuntia. Uunilämpötilan ja siellä oloajan todettiin olevan käänteisessä suhteessa. Pitkä uunissa oloajat yhdistettyinä mataliin lämpötiloihin tuottivat samanlaisia seuloja kuin korkeissa lämpötiloissa lyhyissä uunissa oloajoissa valmistetut.

Jotta tuote on molekyyliseulana tehokas, tuotteella täytyy olla (1) suuri valikoivuussuhde ja (2) suuri kapasiteettiarvo.

Valikoivuuden ja kapasiteetin termit viittaavat molekyyliseulan diffuusiokykyominaisuuksiin. Kaasun dif-

fuusiokyky viittaa nopeuteen, jolla kaasunäyte kulkee sisään tai ulos tietyn molekyyliseulan huokosista. Valikoivuus määritellään kahden kaasun diffuusiokyvyn arvon suhteena. Suuri valikoivuusarvo osoittaa, että seula erottelee helposti kaasuseoksen aineosat perustuen sekä kineettisiin että termodynaamisiin tekijöihin. Suuri kapasiteettiarvo osoittaa, että pieni molekyyliseulamäärä adsorboi suuren kaasutilavuuden.

Esillä olevan keksinnön mukaiset uudet hiilimolekyyliseulat ovat fysikaalisilta ominaisuuksiltaan seuraavat:

(A)	hapen diffuusiokyky X 10^{-10} m/s^2	500 - 900	650 750
(B)	happi/typpi valikoivuussuhde	6.5 - 8 5	7.0 - 7.5
(C)	happikapasiteetti l/kg	6.00 - 8.00	sama
(D)	happikapasiteetti 1/l	4.00 - 6.00	sama
(E)	häennäistiheys X 10^3 kg/m^3	0.60 - 0.70	0.64 - 0.70
(F)	keskimääräinen tehokas huokoshalkaisija	0,4 nm	

Seuraavat esimerkit esittävät menetelmää uusien hiilimolekyyliseulojen valmistamiseksi lajitellusta (8 x 30 US Seula) Phillipine kookospähkinähiilestä (Montenegro), jonka näennäistiheys on noin 610 kg/m^3. Menetelmäolosuhteet olivat seuraavat:

		Alue	Edullinen
(A)	lämpötila	1200 - 1365°C	1250 - 1300°C
(B)	uunissa oloaika	5 - 90 min	15 - 30 min.
(C)	syöttönopeus	0,0019 - 0,0076 kg/ s	0,0039 -0,0064 kg/s
(D)	N_2 virtausnopeus	0,007 - 0,017 m^3/s	0,012 - 0,017 m^3/s

Vaikkakin nämä esimerkit on suunnattu edulliseen suoritusmuotoon, odotetaan, että muut koksaantumattomat tai dekoksatut substraatit tuottavat hiilimolekyyliseulan, jolla on tässä kuvatut ominaisuudet, käytettäessä tässä käytettyihin verrattuna samankaltaisia menetelmäparametrejä.

Seuraavat esimerkit pelkästään kuvaavat esillä olevaa keksintöä. Niitä ei ole tarkoitettu rajoittamaan keksinnön piiriä millään tavalla.

Esimerkki 1

Kookospähkinähiiltä syötettiin uuniin nopeudella 0,0039 kg/s. Uunin lämpötila oli 1250°C ja uunissa oloaika oli 30 minuuttia. Ylläpidettiin jatkuvaa typpitilavuusvirtaa 0,012 m^3/s.

Kokeilukaasun (esim. happi, typpi, jne.) diffuusiokyvyn laskemiseksi noin 10 g hiiliseulaa sisältävän näytekennon kuollut tilavuus määritettiin heliumpaisunnan avulla. Kokeiltava kaasu paisutettiin tällöin uudellleen tyhjennettyyn näytekennoon yhden litran vertailukennosta. Tuntien kuolleen tilavuuden minkä tahansa kokeiltavan kaasun adsorptiota (panostusta) seurattiin järjestelmän painemuutoksen avullla. Nämä arvot yhdistettynä seulanäytteelle yhden tunnin kuluttua (vakio lämpötila, paine) laskettuun tasapainopanostusarvoon sallivat suhteellisen panostusarvon (Lt/Le) määrityksen. Lt oli seulanäytteen kokeilukaasun panostusarvo tietyn ajan kohdalla, esimerkiksi 30 sekunnin, ja Le oli seulanäytteen kokeilukaasun panostusarvo tasapainotilassa. Seulanäytteen kaasun diffuusiokyvyn arvo (D) laskettiin sitten kokeilukaasulle ratkaisemalla yksinkertaistettu palloon diffuusion yhtälö:

$$Lt/Le = 6\,(Dt/\pi R_0^2)^{\frac{1}{2}} - 3Dt/R_0^2$$

jossa

D = kaasun diffuusiokyvyn arvo

t = aika sekunteina

R_0 = hiiliseulan keskimääräinen hiukkassäde (0,05125 cm)

Katso: Dedrick, R.L. ja Beckmann, R.B., "Kinetics of Adsorbtion by Activated Carbon from Dilute Aqueous Solution, "Physical Adsorption Processes and Principles, L. N. Canjar ja J. A. Kostecki, toim., Vol. 63, American Institute of Chemical Engineers, New York (1967); Walker P.L., Jr., Austin, L.Gl, Nandi, S.P., "Activated Diffusion of Gases in Molecular Sieve Materials", The Chemistry and Physics of Carbon, P.L. Walker, Jr., toim. , vol.2, Marcel Dekker, Inc., New York (1966) ja Crank, J., "The Mathematics of Diffusion" 2. painos, Clarendon Press, Oxford (1975).

Hapen ja typen diffuusiokykyjen arvojen määrittäminen salli happi/typpi valikoivuussuhteen laskemisen: $S = DO_2/DN_2$.

Valmistettiin hiiliseula, jonka fysikaalisen ominaisuudet olivat seuraavat:

(A)	hapen diffuusiokyky X 10^{-10} m/s^2	693
(B)	happi/typpi valikoivuussuhde	7.19
(C)	happikapasiteetti l/kg	7.68
(D)	happikapasiteetti l/l	5.29
(E)	näennäistiheys X 10^3 kg/m^3	0.688

Esimerkki 2

Kookospähkinähiiltä syötettiin uuniin nopeudella 0,0039 kg/s. Uunin lämpötila oli 1250°C ja siellä oloaika oli 30 minuuttia. Ylläpidettiin jatkuvaa typpitilavuusvirtaa tasolla 0,012 m^3/s. Kaasun diffuusiokykyarvot laskettiin esimerkissä 1 kuvatusti. Valmistettiin fysikaalisilta ominaisuuksiltaan seuraavan kaltainen hiiliseula:

(A) hapen diffuusiokyky X 10^{-10} m/s^2	721
(B) happi/typpi valikoivuussuhde	6.68
(C) happikapasiteetti l/kg	7.56
(D) happikapasiteetti l/l	5.22
(E) näennäistiheys X 10^3 kg/m^3	0.691

Esimerkki 3

Kookospähkinähiiltä syötettiin uuniin nopeudella 0,0039 kg/s. Uunin lämpötila oli 1250°C ja siellä oloaika oli 45 minuuttia. Ylläpidettiin jatkuvaa typpitilavuusvirtaa tasolla 0,012 m^3/s. Kaasun diffuusiokykyarvot laskettiin esimerkissä 1 kuvatusti. Tuotettiin fysikaalisilta ominaisuuksiltaan seuraavan lainen hiiliseula:

(A) hapen diffuusiokyky X 10^{-10} m/s^2	584
(B) happi/typpi valikoivuussuhde	6.83
(C) happikapasiteetti l/kg	8.35
(D) happikapasiteetti l/l	5.58
(E) näennäistiheys X 10^3 kg/m^3	0.668

Esimerkki 4

Kookospähkinähiiltä syötettiin uuniin nopeudella 0,0039 kg/s. Uunin lämpötila oli 1280°C ja siellä oloaika oli 15 minuuttia. Ylläpidettiin jatkuvaa typpitilavuusvirtaa tasolla 0,017 m^3/s. Kaasun diffuusiokykyarvot laskettiin esimerkissä 1 kuvatusti. Tuotettiin fysi-

kaalisilta ominaisuuksiltaan seuraavan lainen hiiliseula:

(A) hapen diffuusiokyky X 10^{-10} m/s^2	580
(B) happi/typpi valikoivuussuhde	7.91
(C) happikapasiteetti l/kg	7.49
(D) happikapasiteetti l/l	4.82
(E) näennäistiheys X 10^3 kg/m^3	0.643

Esimerkki 5

Kookospähkinähiiltä syötettiin uuniin nopeudella 0,0039 kg/s. Uunin lämpötila oli 1280°C ja uunissaoloaika oli 15 minuuttia. Ylläpidettiin jatkuvaa typpitilavuusvirtaa tasolla 0,017 m^3/s. Kaasun diffuusiokykyarvot laskettiin esimerkissä 1 kuvatusti. Tuotettiin fysikaalisilta ominaisuuksiltaan seuraavan lainen hiiliseula:

(A) hapen diffuusiokyky X 10^{-10} m/s^2	588
(B) happi/typpi valikoivuussuhde	8.02
(C) happikapasiteetti l/kg	7.31
(D) happikapasiteetti l/l	4.99
(E) näennäistiheys X 10^3 kg/m^3	0.682

Esimerkki 6

Kookospähkinähiiltä syötettiin uuniin nopeudella 0,0078 kg/s. Uunin lämpötila oli 1280°C ja siellä oloaika oli 15 minuuttia. Ylläpidettiin jatkuvaa typpitila-

vuusvirtaa tasolla 0,017 m^3/s. Kaasun diffuusiokyky laskettiin esimerkissä 1 kuvatusti. Tuotettiin ominaisuuksiltaan seuraavan lainen hiiliseula:

(A) hapen diffuusiokyky X 10^{-10} m/s^2	711
(B) happi/typpi valikoivuussuhde	7.34
(C) happikapasiteetti l/kg	8.64
(D) happikapasiteetti l/l	5.89
(E) näennäistiheys X $10^3 kg/m^3$	0.682

Esimerkki 7

Kookospähkinähiiltä syötettiin uuniin nopeudella 0,0039 kg/s. Uunin lämpötila oli 1280°C ja siellä oloaika oli 45 minuuttia. Ylläpidettiin jatkuvaa typpitilavuusvirtaa tasolla 0,012 m^3/s. Kaasun diffuusiokykyarvot lasketttiin esimerkissä 1 kuvatusti. Tuotettiin ominaisuuksiltaan seuraavan lianen hiiliseula:

(A) hapen diffuusiokyky X 10^{-10} m/s^2	605
(B) happi/typpi valikoivuussuhde	8.8
(C) happikapasiteetti l/kg	7.44
(D) happikapasiteetti l/l	5.18
(E) näennäistiheys X 10^3 kg/m^3	0.697

Esimerkki 8

Kookospähinähiiltä syötettiin uuniin nopeudella

0,0060 kg/s. Uunin lämpötila oli 1270°C ja siellä oloaika 25 minuuttia. Ylläpidettiin jatkuvaa typpitilavuusvirtaa tasolla 0,012 m^3/s. Kaasun diffuusiokykyarvot laskettiin esimerkissä 1 kuvatusti. Tuotetttiin fysikaalisilta ominaisuuksiltaan seuraavan lainen hiiliseula:

(A) hapen diffuusiokyky X 10^{-10} m/s^2	791
(B) happi/typpi valikoivuussuhde	6.9
(C) happikapasiteetti l/kg	6.80
(D) happikapasiteetti l/l	4.43
(E) näennäistiheys X 10^3 kg/m^3	0.652

Esimerkki 9

Vertailuksi esillä olevan keksinnön mukaan valmistetuille hiilimolekyyliseuloille aikaisemman tekniikan tason mukaisen menetelmän (1) mukaan valmistettiin seula seuraavasti:

Kuivattua kookospähkinän kuorta hiillettiin piiupokkaassa kuumentamalla 5°C/minuutti 500°C:eeseen typpivirrassa. Hiili murskattiin ja seulottiin ja 20 x 40 mesh (US seula) erä lämpökäsiteltiin fluidoidulla alustalla typpi-ilmakehässä lämmittäen nopeudella 5°C/minuutti 950°C:eeseen ja pitäen 950°C:ssa 2 tunnin ajan. Kaasun diffuusiokykyarvot laskettiin esimerkissä 1 kuvatusti. Näin tuotetun molekyyliseulan fysikaaliset ominaisuudet olivat seuraavat:

(A) hapen diffuusiokyky X 10^{-10} m/s^2	2786
(B) happi/typpi valikoivuussuhde	7.8

(C)	happikapasiteetti 1/kg	1.17
(D)	happikapasiteetti 1/l	0.8
(E)	näennäistiheys X 10^3 kg/m^3	0.681

(1) katso S.P. Nandi ja P.L. Walker, J., Fuel 54 (1975) 169

Näiden alan aikaisempien molekyyliseulaominaisuuksien vertailu esillä olevan keksinnön mukaisiin osoittaa suuren eroavuuden. Alan aikaisempi kookospähkinähiilen kuumennusmenetelmä 950°C:ssa 2 tunnin ajan typpi-ilmakehässä tuotti hiiliseulan, jolla oli suuri hapen diffuusiokykyarvo, suuri happi/typpi valikoivuus, mutta hyvin pieni happikapasiteetti. Esillä oleva menetelmä kaksimoi sekä kapasiteetin että valikoivuuden supistamatta diffuusiokykyä kohtuuttoman alhaisille tasoille.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä hiilimolekyyliseulojen valmistamiseksi jatkuvasti, t u n n e t t u siitä, että hiillettyä substraattia kuumennetaan 755°C minimilämpötilassa vähintään 5 minuuttia jatkuvalla tavalla ja jatkuvasti otetaaan talteen näin tuotetut seulat.

2. Menetelmä keskimääräisiltä tehokkailta huokoshalkaisijoiltaan 0,2 - 1,5 nm suuruisten hiilimolekyyliseulojen jatkuvasti valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että hiillettyä substraattia syötetään jatkuvasti mainitun substraatin lämmityslaitteeseen hapettomissa olosuhteissa käyttämättä ulkoisesti lisättyä huokoset sulkevaa ainetta lämpötila-alueella noin 755°C - 1365°C noin 5 - 90 minuutin pituinen ajanjakso.

3. Vaatimuksen 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että lämmityslaite on sähköisesti kuumennettu infrapunalämmitetty jatkuva kuljetustyyppinen uuni.

4. Vaatimuksen 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että substraatti on agglomeroitu substraatti.

5. Vaatimuksen 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että substraatti on kookospähkinähiili.

6. Vaatimuksen 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että hapettomat olosuhteet ovat alle 100 ppm happea.

7. Vaatimuksen 2 mukainen menetelmä keskimääräiseltä tehokkaalta huokoshalkaisijaltaan noin 0,4 nm:n kokoisten hiilimolekyyliseulojen jatkuvasti valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että siinä jatkuvasti syötetään hiilletty substraatti mainitun substraatin lämmityslaitteeseen ja mainittua substraattia kuumennetaan hapettomissa olosuhteissa käyttämättä ulkoisesti lisättyä huokoset sulkevaa ainetta lämpötila-alueella noin 1200-1365°C noin 5 - 90 minuutin välinen ajanjakso.

8. Vaatimuksen 8 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että substraatti on kookospähkinähiili.

9. Hiilimolekyyliseula, joka on käyttökelpoinen erottamaan kaasu- tai nesteseoksia, jotka sisältävät aineosat, joilla on vähintään kaksi eri molekyylin kineettistä halkaisijaa, t u n n e t t u siitä, että sillä on seuraavat fysikaaliset ominaisuudet:

(a) näennäistiheys välillä (0,60 - 0,70) x 10^3

(b) hapen diffuusiokyky välillä (500 - 900) x 10^{-10} m/s^2,

(c) happi/typpi valikoivuussuhde välillä 6,5 - 8,5,

(d) happikapasiteetti välillä 4,00 - 6,00 l/l, ja

(e) keskimääräinen tehokas huokoshalkaisija noin 0,4 nm.

10. Vaatimuksen 10 mukainen hiilimolekyyliseula, t u n n e t t u siitä, että sillä on seuraavat fysikaaliset ominaisuudet:

(a) näennäistiheys välillä (0,64 - 0,70) x 10^3 kg/m^3

(b) hapen diffuusiokyky välillä (650 - 750) x 10^{-10} m/s^2 ja

(c) happi/typpi valkoivuussuhde välillä 7 - 7,5.

Patentkrav

1. Förfarande för kontinuerlig framställning av molekylära kolsilar, k ä n n e t e c k n a t därav, att man uppvärmer ett förkolnat substrat vid en minimitemperatur av 755°C under åtminstone 5 minuter på kontinuerligt sätt och kontinuerligt tillvaratager de sålunda producerade silarna.

2. Förfarande för kontinuerlig framställning av molekylära kolsilar med en effektiv medeldiameter hos porerna av 2-15 Ångström, k ä n n e t e c k n a t därav, att man kontinuerligt matar ett förkolnat substrat till en anordning för uppvärmning av substratet och uppvärmer substratet under syrefria förhållanden utan användning av någon utifrån tillsatt porblockerande substans, vid en temperatur i området ca. 755-1,365°C under en tid av ca. 5-90 minuter.

3. Förfarande enligt patentkravet 2, k ä n n e t e c k n a d därav, att uppvärmingsanordningen är en elektriskt matad, infraröduppvärmd ugn av transporttyp.

4. Förfarande enligt patentkravet 2, k ä n n e t e c k n a d därav, att substratet är ett agglomererat substrat.

5. Förfarande enligt patentkravet 2, k ä n n e t e c k n a d därav, att substratet är förkolnad kokosnöt.

6. Förfarande enligt patentkravet 2, k ä n n e t e c k n a d därav, att de syrafria förhållandena innehåller mindre än 100 ppm syre.

7. Förfarande enligt patentkravet 2 för kontinuerlig framställning av molekylära kolsilar med en effektiv medelpordiameter av ca. 4 Å, k ä n n e t e c k n a d därav, att det ytterligare omfattar kontinuerlig matning av ett förkolnat substrat till en anordning för uppvärmning av substratet under syrefria förhållanden utan användning av från utsidan tillsatt porblockerande tillsats,

vid en temperatur i området ca. 1200-1365°C under en tid av ca. 5-90 minuter.

8. Förfarande enligt patentkravet 8, k ä n n e t e c k n a d därav,att substratet är förkolnad kokosnöt.

9. Molekylär kolsil, vilken är användar för separering av gas- eller vätskeblandningar, vilka innehåller komponenter av åtminstone två olika, kinetiska molekyldiametrar, k ä n n e t e c k n a d därav, att den har nedanstående fysikaliska egenskaper

(a) en skenbar täthet av 0,6 - 0,7 x 10^3 kg/m^3,

(b) en syrediffisionsförmåga av (500 -900) x 10^{-10} m/s^2

(c) ett syre/kväve-selektivitetsförhållande av 6,5 - 8,5

(d) en syrekapacitet av 4,00 - 6,00 l/l

(e) en effektiv medelpordiameter av ca. 4 Å.

10. Molekylär kolsil enligt patentkravet 9, k ä n n e t e c k n a d därav, att den har nedanstående fysikaliska egenskaper:

(a) en skenbar täthet av 0,64 - 0,70 x 10^3 kg/m^3,

(b) en syrediffusionsförmåga av (650 - 750) x 10^{-10} m/s^2

(c) ett syre/kväve-selektivitetsförhållande av 7 - 7,5.

Hiilimolekyyliseulan valmistusjärjestelmä

