

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

293 288

(13) Druh dokumentu:

B6

(51) Int. Cl. : ⁷

B 01 J 20/06

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **1996-1646**
(22) Přihlášeno: **06.06.1996**
(30) Právo přednosti: **07.06.1995 US 1995/483358**
(40) Zveřejněno: **11.12.1996**
(Věstník č: **12/1996**)
(47) Uděleno: **27.01.04**
(24) Oznámení o udělení ve Věstníku: **17.03.2004**
(Věstník č: **3/2004**)

(73) Majitel patentu:

Phillips Petroleum Company, Bartlesville, OK, US

(72) Původce:

Khare Gyanesh P., Bartlesville, OK, US

Kubicek Donald H., Bartlesville, OK, US

(74) Zástupce:

Čermák Karel Dr., Národní 32, Praha 1, 11000

(54) Název vynálezu:

Způsob výroby sorpční kompozice

(57) Anotace:

Způsob spočívá v tom, že se (a) zinková složka uvede do styku s koloidní oxidovou složkou obsahující jako kapalné médium vodu a se složkou na bázi oxidu kovu; následně suší při teplotě 50 °C až 300 °C po dobu 0,5 h až 4 h, čímž se odstraní v podstatě veškeré kapalné médium koloidní oxidové složky; a žihá při teplotě 300 °C až 1300 °C po dobu 0,5 h až 24 h; a následně (b) se kompozice získaná v kroku (a) podrobí působení parou, přičemž toto působení se provádí při teplotě 200 °C až 900 °C po dobu 1 h až 24 h.

CZ 293288 B6

Způsob výroby sorpční kompozice

Oblast techniky

5

Vynález se týká způsobu výroby sorpční kompozice.

Známary stav techniky

10

Odstraňování síry z proudu tekutiny je žádoucí stejně jako nezbytné. Pokud se má proud tekutiny obsahující síru uvolnit jako odpadní proud, je z důvodu splnění určitých předpisů týkajících se ochrany životního prostředí často nezbytné odstranit z tohoto proudu síru. Pokud má být tento proud tekutiny obsahující síru použit v katalytickém procesu, je často nezbytné z tohoto proudu odstranit síru a tím zabránit znečištění katalyzátoru.

15

V průběhu procesu odstraňování síry se tyto sorbenty příležitostně stávají tak zatížené sírou, že se jejich schopnost odstraňovat síru z proudu tekutiny obsahující síru značně snižuje. V důsledku toho jsou tyto sorbenty vystaveny regeneračnímu procesu. Avšak plyny používané k regeneraci těchto sírou zatížených sorbentů zpravidla obsahují páru. Tato pára může velmi snížit účinnost takových sorbentů při odstraňování síry.

20

Patentový dokument EP 0 553 793 popisuje kompozici, která je vhodná pro absorpci síry, přičemž tato kompozice obsahuje oxid zinečnatý, oxid křemičitý a roztok koloidního oxidu v kapalném médiu nebo má formu suché kompozice, pokud bylo uvedené kapalně médium již odstraněno. Tato absorpční kompozice se připraví rozprašováním roztoku koloidního oxidu na homogenní směs obsahující oxid zinečnatý a oxid křemičitý během aglomerace v bubnu za vzniku aglomerátu.

30

Podstata vynálezu

Předmětem vynálezu je způsob výroby sorpční kompozice, který zahrnuje parní zpracování sorpční kompozice.

35

Sorpční kompozice vyrobená způsobem podle vynálezu obsahuje: (a) zinkovou složku; (b) koloidní oxidovou složku; a (c) složku na bázi oxidu kovu.

40

Sorpční kompozice připravená způsobem podle vynálezu, která obsahuje: (a) zinkovou složku, (b) koloidní oxidovou složku a (c) složku na bázi oxidu kovu, je dále vystavena zpracování párou.

45

Při provádění způsobu podle vynálezu se (a) zinková složka uvede do styku s koloidní oxidovou složkou obsahující jako kapalně médium vodu a se složkou na bázi oxidu kovu; následně suší při teplotě 50 °C až 300 °C po dobu 0,5 h až 4 h, čímž se odstraní v podstatě veškeré kapalně médium koloidní oxidové složky; a žihá při teplotě 300 °C až 1300 °C po dobu 0,5 h až 24 h; a následně (b) se kompozice získaná v kroku (a) podrobí působení parou, přičemž toto působení se provádí při teplotě 200 °C až 900 °C po dobu 1 h až 24 h. Kompozici připravenou způsobem podle vynálezu lze použít k odstraňování síry z proudu tekutiny obsahující síru. Tento způsob zahrnuje uvedení proudu tekutiny obsahující síru do styku s kompozicí obsahující zinkovou složku, koloidní oxidovou složku a složku na bázi oxidu kovu připravenou způsobem podle vynálezu.

50

Sorpční kompozice připravená způsobem podle vynálezu obsahuje zinkovou složku, koloidní oxidovou složku a složku na bázi oxidu kovu.

55

- Zinkovou složkou je zpravidla oxid zinečnatý. Rovněž je však možné použít sloučeninu, která se za zde popsaných podmínek přípravy převede na oxid zinečnatý. Mezi takové sloučeniny lze zařadit například sulfid zinečnatý, síran zinečnatý, hydroxid zinečnatý, uhličitán zinečnatý, octan zinečnatý a dusičnan zinečnatý. Použité množství zinkové sloučeniny přítomné v sorpční kompozici se pohybuje v rozmezí od 10 % hmotn. do 90 % hmotn., vztaženo na celkovou hmotnost sorpční kompozice. Nicméně výhodně se množství přítomné zinkové složky pohybuje přibližně v rozmezí od 25 % hmotn. do 75 % hmotn. a nejvýhodněji v rozmezí přibližně od 40 % hmotn. do přibližně 60 % hmotn.
- Koloidní oxidovou složkou je zpravidla kapalně médium obsahující jemně rozptýlené koloidní částice oxidu kovu. Tyto částice jsou zpravidla rovnoměrně rozptýleny v celém kapalném médiu. Velikost těchto částic se mění, ale zpravidla se pohybuje v rozmezí od 1 nm do 1000 nm. Typickými koncentracemi pevné složky v takových koloidních oxidových složkách jsou koncentrace pohybující se v rozmezí 1 % hmotn. až 30 % hmotn., vztaženo na celkovou hmotnost koloidní kyslíkové složky. Hodnota pH koloidní oxidové složky se pohybuje v rozmezí přibližně od 2 do přibližně 11, v závislosti na způsobu přípravy této koloidní oxidové složky. U dalšího provedení může být koloidním oxidem pevná látka obsahující částice oxidu kovu. Koloidním roztokem může být například prášek obsahující částice kovového oxidu. Nicméně, pokud je koloidním oxidem pevná látka obsahující částice oxidu kovu, potom by tato látka měla mít schopnost snadno se dispergovat v kapalném médiu. Jinými slovy, pokud je koloidním oxidem pevná látka obsahující částice oxidu kovu, potom by měl být oxid kovu za zde popsaných podmínek přípravy schopen vytvořit disperzi, která bude obsahovat částice mající koloidní velikost. U výhodného provedení se oxid kovu zvolí z množiny zahrnující oxid hlinitý, oxid křemičitý, oxid titaničitý, oxid zirkoničitý, oxid cínu, antimonu, ceru, yttria, mědi, železa, manganu, molybdenu, wolframu, chromu a směsi dvou nebo více oxidů. Současně u výhodného provedení koloidní oxidová složka obsahuje koloidní oxid hlinitý, koloidní oxid křemičitý nebo jejich směsi. Množství kovového oxidu přítomného v sorpční kompozici z koloidní oxidové složky se pohybuje v rozmezí od 1 % hmotn. do 30 % hmotn., vztaženo na celkovou hmotnost sorpční kompozice. Nicméně výhodně se množství přítomného oxidu pohybuje přibližně v rozmezí od 1 % hmotn. do 20 % hmotn., a nejvýhodněji přibližně v rozmezí od 5 % hmotn. do 15 % hmotn.
- Složkou na bázi kovového oxidu může být křemičitan kovu, hlinitan kovu, hlinitokřemičitan kovu nebo jejich směs. Kov v uvedené složce na bázi oxidu kovu se může zvolit ze skupiny zahrnující beryllium, hořčík, vápník, stroncium, baryum, radium, zinek, kadmium, rtuť a jejich směsi. Nicméně výhodněji se kov zvolí ze skupiny zahrnující hořčík, vápník, zinek a jejich směsi, a nejvýhodněji se zvolí zinek. Mezi tyto složky na bázi oxidu kovu lze například zařadit křemičitan hořečnatý, křemičitan vápenatý, křemičitan zinečnatý, hlinitan vápenatý a hlinitan zinečnatý. Množství složky na bázi kovového oxidu přítomné v sorpční kompozici se pohybuje v rozmezí od 5 % hmotn. do 90 % hmotn., vztaženo na celkovou hmotnost sorpční kompozice. Nicméně výhodně se množství přítomné složky pohybuje přibližně v rozmezí od 10 % hmotn. do 75 % hmotn., a nejvýhodněji přibližně v rozmezí od 15 % hmotn. do 60 % hmotn. U dalšího provedení se složka na bázi oxidu kovu může připravit přímo na místě v průběhu přípravy sorpční kompozice. Například lze v průběhu přípravy sorbentu a vystavení termálnímu a/nebo hydrotermálnímu zpracování uvést do vzájemného styku oxid zinečnatý a oxid křemičitý, což povede ke vzniku složky na bázi oxidu kovu obsahující křemičitan zinečnatý.
- Tyto tři výše popsané složky lze uvést do vzájemného kontaktu libovolným v daném oboru známým způsobem. Tyto složky se mohou zpočátku, po uvedení do vzájemného kontaktu shlukovat libovolným v daném oboru známým způsobem. Aglomerace může zahrnovat zvětšování částic, které vede k dosažení požadované distribuce velikosti částic. Kromě toho může k růstu velikosti částic docházet v důsledku sušení nebo žhání.
- Potom co se uvedené složky shluknou, se zpravidla podrobí sušení. Sušení se obecně používá k odstranění kapalného média koloidní oxidové složky. Sušení lze provádět při libovolné teplotě vhodné pro odstranění v podstatě veškerého kapalného média. Tyto teploty se zpravidla pohybují

v rozmezí od 50 °C do 300 °C. Nicméně je výhodné, pokud se tyto teploty pohybují v rozmezí přibližně od 100 °C do přibližně 200 °C. Doba sušení závisí na kapalném médiu a na teplotě sušení, ale zpravidla jsou výhodné doby sušení přibližně 0,5 h až 4 h.

- 5 Vysušená kompozice se může následně žíhat za vzniku žíhané kompozice. Žíhání lze provádět za libovolných vhodných podmínek, které umožní odstranit zbytkovou vodu, zoxidovat veškeré hořlavé složky a/nebo vytvořit složku na bázi oxidu kovu. Vysušená kompozice může být žíhání v prostředí obsahujícím kyslík. Zpravidla se teplota, při které se žíhání provádí, pohybuje v rozmezí od 300 °C do 1300 °C. Nicméně je výhodnější, pokud se tato teplota pohybuje v rozmezí
- 10 přibližně od 450 °C do přibližně 1100 °C. Žíhání se může provádět po dobu 0,5 h až 24 h. Libovolná zinková složka, která není ve formě oxidu zinečnatého, se v tomto bodě přípravy může zpravidla převést na oxid zinečnatý. Kromě toho se mohou oxid zinečnatý a oxid křemičitý v tomto místě přípravy sloučit za vzniku křemičitanu zinečnatého.
- 15 Někdy je žádoucí zahrnout do sorpční kompozice promotor na bázi oxidu kovu VIII. skupiny. Tyto promotory mohou zlepšit fyzikální a chemické vlastnosti sorpční kompozice. Promotory mohou například zlepšit schopnost sorpční kompozice hydrogenovat oxid síry na sirovodík. Kromě toho mohou tyto promotory zlepšovat schopnost sorpční kompozice regenerovat se
- 20 potom, co se vyčerpají při odstraňování síry. Mezi vhodné promotory na bázi oxidu kovu VIII. skupiny lze zařadit například oxid železa, oxid kobaltu, oxid niklu, oxid ruthenia, oxid rhodia, oxid palládia, oxid osmia, oxid iridia a oxid platiny. Množství promotoru v sorpční kompozici se pohybuje v rozmezí od 0,1 % hmotn. do 20 % hmotn., vztaženo na hmotnost sorpční kompozice. Nicméně je výhodnější, pokud se množství promotoru pohybuje v rozmezí přibližně od 1 % hmotn. do přibližně 15 % hmotn. a nejvýhodnější je, pokud se pohybuje přibližně v rozmezí od
- 25 5 % hmotn. do 10 % hmotn.

Promotor se může přidat k sorpční kompozici ve formě elementárního kovu, oxidu kovu a/nebo sloučenin obsahujících kov, které se za zde popsaných podmínek žíhání mohou převést na oxidy kovů. Mezi takové sloučeniny obsahující kovy lze například zařadit octany kovů, uhličitany kovů, dusičnany kovů, sírany kovů, thiosířany kovů a směsi těchto libovolných dvou nebo více sloučenin.

Elementární kov, oxid kovu a/nebo sloučeniny obsahující kov lze k sorpční kompozici přidat libovolným, v daném oboru známým způsobem. Jedním z těchto způsobů je napuštění sorpční kompozice roztokem, buď vodným nebo organickým, který obsahuje elementární kov, oxid kovu a/nebo sloučeniny obsahující kov. Po přidání elementárního kovu, oxidu kovu a/nebo sloučenin obsahující kov k uvedené sorpční kompozici se tato kompozice suší a kalcinuje způsobem popsaným dále.

- 40 Elementární kov, oxid kovu a/nebo sloučeniny obsahující kov mohou být v sorpční kompozici přidány jako složky původní směsi, nebo k ní mohou být přidány po jejím vysušení a žíhání. Pokud jsou tyto složky přidány k sorpční kompozici po jejím vysušení a žíhání, potom je třeba tuto kompozici po přidání promotorů opět vysušit a žíhat. Promotory opatřená kompozice se výhodně suší při teplotách pohybujících se v rozmezí od 50 °C přibližně do 300 °C, ale výhodněji
- 45 v rozmezí přibližně od 100 °C přibližně do 200 °C, po dobu 0,5 hodiny až 8 hodin, výhodněji po dobu přibližně 1 hodiny až 5 hodin. Vysušená promotory opatřená kompozice se následně žíhá v přítomnosti kyslíku nebo plynu obsahujícího kyslík při teplotě 300 °C až 800 °C, výhodněji při teplotě přibližně 450 °C až 750 °C, pokud se neodstraní všechny těkavé složky a dokud se alespoň část elementárního kovu a/nebo sloučenin obsahujících kovy nepřevede na oxid kovu.
- 50 Čas, který vyžaduje žíhání, se pohybuje v rozmezí od 0,5 h do 4 h a výhodně přibližně v rozmezí od 1 hodiny do 3 hodin.

Na závěr se sorpční kompozice podrobí ošetření parou. Toto ošetření zahrnuje uvedení sorpční kompozice do kontaktu s proudem směsi, která obsahuje vodu a vzduch. Pokud je to žádoucí, může tato směs obsahovat i další plyny, jakými jsou například dusík, helium a argon. Parní směs

může obsahovat 5 % obj. až 90 % obj. vody, přičemž zbytek tvoří vzduch. Parní směs by měla výhodně obsahovat přibližně 10 % obj. až 80 % obj. vody, přičemž zbytek by tvořil vzduch. Ošetření parou provádí při teplotě v rozmezí od 200 °C do 900 °C. Doba, po kterou je uvedena parní směs v kontaktu se sorpční kompozicí, bude zpravidla záviset na teplotě, při které se parní ošetření provádí. Parní směs se nicméně ponechává v kontaktu se sorpční kompozicí zpravidla 1 h až 24 h a výhodně přibližně 2 h až 8 h. Ošetření parou se může provádět buď před, nebo po zabudování promotoru do sorpční kompozice. Toto zpracování parou lze několikrát opakovat. Sorpční kompozice se může podrobit zpracování parou buď ve formě suchého prášku, který se uvede do styku s parní směsí, nebo ve formě sorpční kompozice obsahující vodu.

Sorpční kompozice připravená způsobem podle vynálezu se může použít při odstraňování síry, při kterém se sorpční kompozice uvede do styku s přiváděným proudem plynu obsahujícím síru, a následně se ve snaze regenerovat tuto sorpční kompozici vystaví působení kyslíku nebo vzduchu obsahujícího kyslík. Proces odstraňování síry se v žádném případě neomezuje na použití určitého zařízení. Odstraňování síry lze provádět za použití pevného lože sorpční kompozice, nebo fluidního lože sorpční kompozice, nebo pohyblivého lože sorpční kompozice. Způsoby odstraňování síry jsou popsány například v patentech US 4 990 318, US 5 077 261, US 5 102 854, US 5 108 975, US 5 130 288, US 5 174 919, US 5 219 542, US 5 244 641, US 5 248 481 a US 5 281 445. Sorpční kompozice podle vynálezu jsou použitelné při odstraňování síry, která se provádějí při teplotách přibližně 300 °C až 800 °C. Kromě toho jsou použitelné zejména při odstraňování síry, která se provádějí přibližně při teplotách vyšších než 430 °C, ale nižších než přibližně 650 °C. Zvláště vhodné jsou potom při odstraňování síry, která se provádějí při teplotách vyšších než 475 °C, ale nižších než přibližně 625 °C.

Příklady provedení vynálezu

Je třeba uvést, že následující příklady provedení mají pouze ilustrativní charakter a nikterak neomezuji rozsah vynálezu, který je vymezen přiloženými patentovými nároky.

Příklad 1

Příprava sorbentu

Sorbent se připraví suchým smísením 158,9 g křemičitanu vápenatého Mikro-Cel T-38 (Celite Corporation, Lompoc, CA) a 198,6 g práškového oxidu zinečnatého, které se provádělo 10 minut ve směšovací násobě opatřené tloučkem. Tato kompozice se následně impregnovala postříkem 197,0 g aluminu Nyacol Al-20 ve 140 g deionizované vody. Výsledný materiál se míchal dalších 35 minut. Výsledná mokrá pasta se aglomerovala sušením při teplotě 150 °C po dobu 3 hodin a po dobu 1 hodiny se žihala při teplotě 635 °C. Vysušené aglomeráty se granulovaly ve stroji na výrobu granulí opatřeném sítem s velikostí ok 0,285 mm (Stokes Pennwalt, Warminster, Patent Application, Model 43 Granulator). 250 g granulovaného materiálu se umístilo do rotačního mixéru a impregnovalo se 74,27 g dusičnanu nikelnatého v 135,3 g deionizované vody. Impregnovaný materiál se následně sušil 1 hodinu při teplotě 150 °C a 1 hodinu žihal při teplotě 635 °C. Po vysušení a žihání se přesil ve snaze odstranit částice větší než 0,285 mm a menší než 0,074 mm. 250 g přesátého produktu se podrobilo sekundární impregnaci niklem za použití 24,75 g dusičnanu nikelnatého ve 122,5 g deionizované vody. Tento materiál se sušil přes noc při teplotě 121 °C. Vysušený produkt se označil jako „Sorbent A“

Dvacet gramů Sorbentu A se umístilo do křemenné trubice a vystavilo působení směsi 8,0 cm³/h deionizované vody, 2500 cm³/h vzduchu a 7500 cm³/h dusíku po dobu 24 hodin při teplotě 760 °C. Výsledný materiál se označil jako „Sorbent B“.

Kontrolní kompozice se připravila následujícím způsobem. 9 kg práškového Celitu se umístilo do směšovací nádoby opatřené tloučkem a za míchání se 6 až 8 minut impregnovalo za použití čerpadla a rozprašovací trysky postříkem 11 kg suspenze koloidní aluminu Nyacol A1-20. Do toho se přidalo po malých částech za stálého míchání v průběhu 22 až 24 minut 11,3 kg oxidu zinečnatého. Podle potřeby se strany, břity a kolečka mixéru oškrábaly, aby se zajistilo homogenní míchání. Celková doba míchání včetně přidání aluminu nepřekročila 30 minut. Mokrý podíl směsi tvoří 26 až 27 %. Takto získaná směs vykazovala vlhký práškový vzhled. Potom se směs vytlačovala pomocí šnekového vytlačovacího stroje za použití vodou chlazeného sudu udržovaného na teplotě 45 °C až 50 °C. Extrudát se 3 hodiny sušil na tácech v peci s cirkulací vzduchu při teplotě 150 °C. Vysušený extrudát se 1 hodinu žíhal při teplotě 635 °C za použití pásového žíhacího stroje. Vyžíhaný polotovár se následně impregnoval postříkem niklu (za použití vodného roztoku dusičnanu nikelnatého). Vodný roztok niklu se připravil rozpuštěním 134,7 gramů hexahydrátu dusičnanu nikelnatého na 453 g kalcinovaného polotovaru v množství vody, dostatečném pro dosažení 85% počáteční vlhkosti. Po impregnaci se materiál 3 hodiny sušil při teplotě 150 °C a 1 hodinu žíhal při teplotě 635 °C. Výsledný materiál se označil jako „Sorbent C“.

Část sorbentu C se ošetřila parou v křemíkové trubici způsobem analogickým se způsobem ošetření sorbentu A. Výsledný materiál se označil jako „Sorbent D“

Odstraňování síry z plynů

V tomto testu se jednotlivé sorbenty střídavě uváděly při teplotě 427 °C až 649 °C do kontaktu se sirovodíkem naředěným plyny, kterými jsou například oxid uhličitý a dusičný a při teplotě 593 °C až 649 °C do kontaktu se vzduchem. V průběhu kontaktování sorbentu se sirovodíkem se stanovilo zatížení sorbentu sírou, přičemž úplné vyčerpání sorbentu se stanovilo v okamžiku, kdy se ve výstupním proudu zjistilo 100 mg/l sirovodíku. V tomto okamžiku se zahájila regenerace sorbentu jeho uvedením do styku se vzduchem. Výsledky testu jsou vyneseny v následující tabulce I.

30

Tabulka I

Sorbent A

35

Teplota, °C	Cyklus	Sírné zatížení, %
427	1	3,0
427	2	3,7
427	3	3,1
538	4	9,3
538	5	10,8
538	6	12,7
649	7	16,3
649	8	15,4
427	9	7,0
427	10	9,1
427	11	10,0

Sorbent B

Teplota, °C	Cyklus	Sírné zatížení, %
427	1	1,1
427	2	2,1
427	3	2,6
427	4	2,8
427	5	3,1
427	6	3,2
649	7	15,1
649	8	16,5
649	9	16,1
593	10	14,0
593	11	13,2
593	12	14,9
538	13	13,7
538	14	15,4
538	15	15,6

Sorbent C

5

Teplota, °C	Cyklus	Sírné zatížení, %
427	1	12,4
427	2	14,2
427	3	14,3
427	4	13,7
427	5	13,7
427	6	13,7
427	7	13,8
427	8	13,5
427	9	13,3
427	10	13,5
427	11	13,5
427	12	13,5
427	13	13,3
427	14	13,3
427	15	13,7
427	16	13,0

Sorbent D*

Teplota, °C	Cyklus	Sírné zatížení, %
427	1	12,8
427	2	15,2
427	3	14,3
427	4	—
427	5	4,2
538	6	2,9
538	7	2,9
538	8	6,4
538	9	6,5
538	10	5,8
538	11	5,5

*V cyklech 3–11 sorbent D obsahoval regenerační plyn rovněž páru.

Srovnání údajů sorbentu A a sorbentu B ukazuje, že sorbent B vykazuje vyšší kapacitu sorpce síry při teplotách vyšších než přibližně 430 °C ale při teplotách nižších než přibližně 650 °C, což naznačuje kladný vliv parního ošetření na sorpční kapacitu sorbentu při odstraňování síry. Srovnání údajů pro sorbent C a sorbent D ukazuje, že srovnávací materiál se chová podobně, pokud není v regeneračních plynech přítomna pára. Avšak pokud v těchto plynech pára přítomná je, potom dochází u sorbentu D k značnému snížení sorpční kapacity.

Příklad 2

V tomto příkladu se provede příprava sorbentu podle vynálezu způsobem podle vynálezu, při kterém aktivní složka oxid zinečnatý a promotor, oxid nikelnatý, zreagují až na místě za vzniku matrice obsahující křemičitan zinečnatý.

Uvedený sorbent se připravil 5minutovým suchým mísením 1584 g oxidu zinečnatého a 216 g oxidu křemičitého Celite a mísicí nádobě opatřené tloučkem. Výsledný prášek se impregnoval postřikem roztoku 250 g aluminu Vista Distal v 450 g deionizované vody. Výsledná mokrá pasta se aglomerovala 3hodinovým sušením při teplotě 150 °C a 1hodinovým žiháním při teplotě 635 °C. Vysušené aglomeráty se granulovaly ve stroji na výrobu granulí opatřeném sítem s velikostí ok 0,285 mm (Stokes Pennwalt, Warminster, Patent Application, Model 43 Granulator). 151 g frakce mesh –20 až +140 se umístilo do křemenného reaktoru a ošetřilo parou za použití směsi 1,0 cm³/min deionizované vody a 336 cm³/min vzduchu při teplotě 870 °C po dobu 20 hodin. 125 g parou ošetřeného materiálu se následně umístilo do rotačního mixéru a impregnovalo se 37,1 g dusičnanu nikelnatého rozpouštěného v 26,6 g deionizované vody. Impregnovaný materiál se následně sušil 1 hodinu při teplotě 150 °C a 1 hodinu žíhal při teplotě 635 °C. Výsledný materiál se označil jako „Sorbent E“. Rentgenová difrakční analýza ukázala, že v sorpční kompozici je vedle oxidu zinečnatého a oxidu nikelnatého přítomno rovněž 22,1 % hmotn. křemičitanu zinečnatého. Lze předpokládat, že sorpční kompozice obsahuje rovněž určité množství nezreagovaného oxidu křemičitého, stejně jako oxidu hlinitého.

U sorbentu E se rovněž testovala jeho sorpční kapacita při odstraňování síry z plynů za použití způsobu popsaného v souvislosti se sorbenty A–D. Výsledky těchto testů uvádí tabulka II.

Údaje uvedené v tabulce II ukazují, že sorbent E je rovněž účinný při odstraňování síry z plynů při vysokých teplotách a za přítomnosti vodní páry. To je podstatný rozdíl oproti prudkému poklesu sorpční kapacity sorbentu D v přítomnosti vlhkosti. Je třeba uvést, že přesto, že vypočítaná hladina aktivního zinku v sorbentu E by měla být 57,5 % hmotn. oproti 46,6 % hmotn. v sorbentu D, tj. hladina aktivního zinku v sorbentu E je vyšší o 23,4 %, není tento rozdíl dostatečným důvodem pro to, aby sorbent E vykazoval po ekvivalentním počtu regeneračních cyklů za přítomnosti páry (srovnání cyklu 11 sorbentu D s cyklem 12 sorbentu E, oba po devíti cyklech v přítomnosti páry) úroveň sorpční kapacity při odstraňování síry o 400 % vyšší než sorbent D.

Tabulka II pro sorbent E

Teplota, °C	Cyklus	Sírné zatížení, %
538	1	22,4
538	2	24,4
538	3	24,0
538	4	23,9
538	5	31,9
538	6	27,4
538	7	24,8
538	8	24,8
538	9	24,1
538	10	24,0
538	11	23,7
538	12	23,2
538	13	22,4
538	14	24,1
538	15	22,8
538	16	21,3
538	17	19,2
538	18	16,5
538	19	17,3
538	20	18,5
538	21	18,0
538	22	16,9

5

PATENTOVÉ NÁROKY

10

1. Způsob výroby sorpční kompozice, **v y z n a ě n ý t í m**, že se:

(a) zinková složka uvede do styku s koloidní oxidovou složkou obsahující jako kapalně médium vodu a se složkou na bázi oxidu kovu, následně se suší při teplotě 50 °C až 300 °C po dobu 0,5 h až 4 h, čímž se odstraní v podstatě veškeré kapalně médium koloidní oxidové složky, a žihá se při teplotě 300 °C až 1300 °C po dobu 0,5 h až 24 h; a následně

(b) se kompozice získaná v kroku (a) podrobí působení vodné páry, přičemž toto působení se provádí při teplotě 200 °C až 900 °C po dobu 1 h až 24 h.

20

2. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že působení parou zahrnuje uvedení kompozice připravené v kroku (a) do kontaktu s parní směsí, která obsahuje vodu a vzduch.

3. Způsob podle nároku 2, **v y z n a ě n ý t í m**, že se použije parní směs obsahující 5 % obj. až 90 % obj. vody.

25

4. Způsob podle některého z předchozích nároků 1 až 3, **v y z n a ě n ý t í m**, že se do sorpční kompozice dále přidá promotor na bázi oxidu kovu VIII. skupiny periodické tabulky prvků.

5. Způsob podle nároku 4, **v y z n a ě n ý t í m**, že uvedený promotor na bázi oxidu kovu VIII. skupiny je v sorpční kompozici přítomen v množství 1 % hmotn. až 15 % hmotn., vztaženo na hmotnost uvedené sorpční kompozice.
- 5 6. Způsob podle některého z předcházejících nároků, **v y z n a ě n ý t í m**, že sorpční kompozice dále obsahuje vodu.
7. Způsob podle některého z předcházejících nároků, **v y z n a ě n ý t í m**, že zinková složka je v sorpční kompozici přítomna v množství od 25 % hmotn. do 75 % hmotn., výhodně od 40 % hmotn. do 60 % hmotn.
- 10 8. Způsob podle některého z předcházejících nároků, **v y z n a ě n ý t í m**, že koloidní oxidová složka má oxid kovu zvolený ze skupiny zahrnující oxid hlinitý, oxid křemičitý, oxid titaničitý, oxid zirkoničitý, oxid cínu, antimonu, ceru, yttria, mědi, železa, manganu, molybdenu, wolframu, chromu a jejich směsi.
- 15 9. Způsob podle některého z předcházejících nároků, **v y z n a ě n ý t í m**, že se koloidní oxidová složka použije v takovém množství, že množství kovového oxidu přítomného v sorpční kompozici činí 1 % hmotn. až 20 % hmotn., výhodně 5 % hmotn. až 15 % hmotn., vztaženo na hmotnost sorpční kompozice.
- 20 10. Způsob podle některého z předcházejících nároků, **v y z n a ě n ý t í m**, že složka na bázi oxidu kovu obsahuje kov zvolený z hořčíku, vápníku, zinku a jejich směsí.
- 25 11. Způsob podle některého z předcházejících nároků, **v y z n a ě n ý t í m**, že složka na bázi oxidu kovu je v sorpční kompozici přítomna v množství 10 % hmotn. až 75 % hmotn., vztaženo na celkovou hmotnost sorpční kompozice.
- 30 12. Způsob podle některého z předcházejících nároků, **v y z n a ě n ý t í m**, že po kontaktování a před sušením v kroku (a) se složky aglomerují.

35

Konec dokumentu
