



РЕСПУБЛИКА КАЗАХСТАН

(19) **KZ** (13) **B** (11) **34132**
(51) **B01J 20/20** (2006.01)
C01B 32/00 (2017.01)

МИНИСТЕРСТВО ЮСТИЦИИ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21) 2018/0742.1

(22) 15.10.2018

(45) 17.04.2020, бюл. №15

(72) Жарменов Абдурасул Алдашевич; Терликбаева Алма Жолдасовна; Ефремова Светлана Владимировна; Бунчук Лара Владимировна; Кабланбеков Асхат Алтаевич; Анарбеков Куаныш Канатұлы

(73) Республиканское государственное предприятие на праве хозяйственного ведения "Национальный центр по комплексной переработке минерального сырья Республики Казахстан" Комитета индустриального развития и промышленной безопасности Министерства индустрии и инфраструктурного развития Республики Казахстан

(56) US 4082694 A, 04.04.1978

RU 2558590 C1, 10.08.2015

RU 2108968 C1, 20.04.1998

UA 019669 C2, 25.12.1997

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ УГЛЕРОДНОГО СОРБЕНТА НА ОСНОВЕ СПЕЦКОКСА**

(57) Изобретение относится к области химической технологии, в частности к способу получения углеродных сорбентов, и может быть использовано в гидрометаллургии, в частности для извлечения редких и благородных металлов из водных растворов, а также в других процессах, основанных на применении сорбционных технологий.

Технический результат предлагаемого изобретения – сокращение продолжительности высокотемпературной активации, получение сорбента с низкой зольностью и высокой сорбционной способностью к ионам металлов.

Технический результат достигается способом получения углеродного сорбента на основе спецкокса, включающим активацию водяным паром, причем перед активацией проводят разделение мелочи спецкокса на углеродную и минеральную части до остаточной зольности углеродной части не более 3,0%, активацию углеродной части проводят в течение 1 ч.

(19) KZ (13) B (11) 34132

Изобретение относится к области химической технологии, в частности к способу получения углеродных сорбентов, и может быть использовано в гидрометаллургии, в частности для извлечения редких и благородных металлов из водных растворов, а также в других процессах, основанных на применении сорбционных технологий.

Известен способ извлечения золота из цианистых растворов, включающий сорбцию углеродсодержащим сорбентом, отличающийся тем, что сорбцию ведут с использованием в качестве сорбента шунгит-антраксолита, гранулированного с портландцементом (Предварительный патент № 13565 РК, кл. C22B 11/08, опубл. Бюл. № 10 от 15.10.2003).

Недостатком изобретения является низкая степень извлечения золота (43,3-76,6%).

Известен способ получения углеродного сорбента из шубаркольского угля, включающий загрузку угля в реактор, подачу воздушного дутья через колосниковую решетку в слой угольной загрузки навстречу движения фронта термохимических превращений, отличающийся тем, что в качестве активирующего агента в слой угольной загрузки подают пар с параметрами, обеспечивающими нагрев угольной загрузки в реакторе выше температуры точки росы. (Инновационный патент № 20678 РК, кл. C01B 31/16, опубл. Бюл. № 1 от 15.01.2009).

Недостатком изобретения является проведение процесса газификации с одновременной активацией при высоких температурах (до 1000°C) при длительной продолжительности (3-5 ч), использование дорогостоящего инертного газа для охлаждения.

Наиболее близким к заявляемому является способ получения активированного угля, включающий стадию активации насыщенным водяным паром, отличающийся тем, что в качестве сырья применяют продукт, прошедший стадию карбонизации - спецкокс, который перед активацией, с целью удаления продуктов мокрого тушения спецкокса, подвергают в реакторе процессу дефенолизации при температуре 550-700°C с дальнейшей температурой активации 850-950°C и соотношением пара к карбонизату - 2,5:1. (Патент № 30178 РК, кл. C01B 31/08, опубл. Бюл. № 7 от 15.07.2015).

Недостатком изобретения является большая продолжительность активации (3-4 ч), высокая зольность получаемого сорбента (до 29,84%), невысокая сорбционная емкость по йоду (57,11%).

Задачей настоящего изобретения является создание способа получения углеродного сорбента на основе спецкокса без указанных недостатков.

Технический результат предлагаемого изобретения – сокращение продолжительности высокотемпературной активации, получение сорбента с низкой зольностью и высокой сорбционной способностью к ионам металлов.

Технический результат достигается способом получения углеродного сорбента на основе спецкокса, включающим активацию водяным

паром, причем перед активацией проводят разделение мелочи спецкокса на углеродную и минеральную части до остаточной зольности углеродной части не более 3,0%, активацию углеродной части проводят в течение 1 ч.

Таким образом, новизна заявленного изобретения по сравнению с существующим уровнем техники состоит в проведении предварительного процесса разделения мелочи спецкокса на углеродную и минеральную составляющие и проведении активации водяным паром только углеродной части, что позволяет существенно (в 4 раза) сократить продолжительность высокотемпературной активации по сравнению с прототипом, снизить зольность получаемого сорбента и, соответственно, обеспечить высокие показатели его сорбционной способности.

Способ осуществляется следующим образом.

Мелочь спецкокса фракцией до 10 мм подвергают разделению на углеродную и минеральную части до остаточной зольности углеродной части не более 3,0 %. Полученный углеродный материал подвергают активации водяным паром при 850°C в течение 1 ч.

Спецкокс, получаемый карбонизацией природных углей, характеризуется высокой зольностью (в зависимости от сырья и параметров процесса до 12% и выше). В металлургических процессах используют фракцию от 5 до 25 мм. Мелочь спецкокса не находит применения, но является перспективным сырьем для получения углеродных сорбентов в силу механической прочности и наличия мелкопористых частиц. После активации мелочи спецкокса водяным паром, проводимой в целях развития пористой системы, зольность получаемого продукта растет, что снижает его адсорбционную поверхность и, соответственно, активность.

Предлагаемый способ позволяет сократить продолжительность высокотемпературной активации прекурсора, снизить зольность и улучшить сорбционные свойства получаемого углеродного сорбента за счет разделения мелочи спецкокса на углеродную и минеральную части и проведения активации только углеродной части.

Пример 1

Мелочь спецкокса фракцией от 2 до 10 мм загружали в емкость, в которую наливали воду при соотношении Т:Ж=1:30. Содержимое перемешивали в течение 10 мин. После окончания перемешивания частицы минеральной части быстро оседали на дно. Углеродный материал оставался на поверхности воды, его снимали и высушивали на воздухе (выход 60-70%). Зольность продукта 1,7%.

Углеродный материал в суховоздушном состоянии направляли в реактор и при достижении температуры 850°C подавали водяной пар. Активацию проводили в течение 1 ч.

Характеристика продукта представлена в таблице.

Пример 2

Мелочь спеккокса фракцией от 2 до 10 мм загружали в емкость, в которую наливали смесь керосин:вода=1:8 при соотношении Т:Ж=1:30. Содержимое перемешивали в течение 20 мин. После окончания перемешивания частицы минеральной части оседали на дно. Углеродный материал оставался на поверхности воды, его снимали и высушивали на воздухе (выход 92%). Зольность продукта 3,0%.

Углеродный материал в суховоздушном состоянии активировали по примеру 1.

Характеристика продукта представлена в таблице.

Пример 3

Мелочь спеккокса фракцией от 2 до 10 мм загружали в емкость, в которую наливали пиролизат от рисовой шелухи с рН=2 при соотношении Т:Ж=1:30. Содержимое перемешивали в течение 20 мин. Часть минеральных примесей в результате реакции с пиролизатом от рисовой шелухи переходила в раствор, часть не растворившихся частиц после окончания перемешивания оседала на дно. Углеродный материал оставался на поверхности жидкости, его снимали и высушивали на воздухе (выход 73-76%). Зольность продукта – 1,5%.

Углеродный материал в суховоздушном состоянии активировали по примеру 1.

Характеристика продукта представлена в таблице.

Пример 4

Углеродные сорбенты, полученные по примеру 1-3, были протестированы в процессе извлечения ионов рения (VII) из продуктивного раствора перрената аммония ($C_{Re}=35,8$ мг/л). В ходе эксперимента сорбент вносили в раствор перрената аммония в соотношении сорбент (кг): раствор (л) = 1:50 и оставляли на вибрационном стенде при комнатной температуре в течение 2 ч. Далее раствор отфильтровывали и измеряли остаточную концентрацию ионов металла с помощью атомно-абсорбционного спектрометра Agilent AA240FS (Agilent Technologies, USA).

Степень извлечения ионов Re сорбентами представлена в таблице.

Пример 5

Сорбент, полученный по примеру 1, тестировали в процессе извлечения ионов золота из сложных модельных растворов следующего состава (соотношение адсорбент (кг): раствор (л)=1:200):

- Au – 1,85; Ag – 0,16; Cu – 29,58; Zn – 9,88;
- Au – 3,76; Ag – 0,09; Cu – 29,58; Zn – 9,50;
- Au – 5,66; Ag – 0,13; Cu – 28,68; Zn – 9,25;
- Au – 7,74; Ag – 0,14; Cu – 28,68; Zn – 9,25;
- Au – 9,93; Ag – 0,18; Cu – 29,93; Zn – 9,50.

Сорбционное равновесие наступало через 15 минут. Степень извлечения ионов Au представлена в таблице.

Таблица

Сравнительные характеристики сорбентов, полученных по предлагаемому способу и прототипу

№	Сорбент	Зольность, %	Сорбционная емкость по йоду $A_{i,}$ %	Степень извлечения, %	
				Re	Au
1	По примеру 1	6	60,0	96	99,4-99,9
2	По примеру 2	10	57,5	94	-
3	По примеру 3	7	58,3	96	-
4	По прототипу	20,36-29,84	41,0-57,11	-	-

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ получения углеродного сорбента на основе спеккокса, включающий активацию водяным паром, *отличающийся* тем, что перед активацией

проводят разделение мелочи спеккокса на углеродную и минеральную части до остаточной зольности углеродной части не более 3,0%, активацию углеродной части проводят в течение 1 ч.