

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2735837

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ УГЛЕРОДНОГО СОРБЕНТА ДЛЯ ОЧИСТКИ СТОЧНЫХ ВОД ОТ НЕФТЕПРОДУКТОВ

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет» (RU)*

Авторы: *Данилов Александр Сергеевич (RU), Нагорнов Дмитрий Олегович (RU), Зайцева Татьяна Анатольевна (RU), Кузнецова Анна Сергеевна (RU)*

Заявка № 2020120955

Приоритет изобретения 25 июня 2020 г.

Дата государственной регистрации в
Государственном реестре изобретений
Российской Федерации 09 ноября 2020 г.

Срок действия исключительного права
на изобретение истекает 25 июня 2040 г.

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

 Г.П. Ивлиев





ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

B01J 20/20 (2020.08); B01J 20/30 (2020.08); C02F 1/28 (2020.08)

(21)(22) Заявка: 2020120955, 25.06.2020

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
25.06.2020Дата регистрации:
09.11.2020

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 25.06.2020

(45) Опубликовано: 09.11.2020 Бюл. № 31

Адрес для переписки:

199106, Санкт-Петербург, В.О., 21 линия, 2,
Патентно-лицензионный отдел

(72) Автор(ы):

Данилов Александр Сергеевич (RU),
Нагорнов Дмитрий Олегович (RU),
Зайцева Татьяна Анатольевна (RU),
Кузнецова Анна Сергеевна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования «Санкт-Петербургский горный
университет» (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете

о поиске: RU 2493907 C1, 27.09.2013. RU
2565194 C2, 20.10.2015. RU 2228293 C1,
10.05.2004. UA 15838 C2, 30.06.1997.
ACTIVATED CARBON FROM PECAN
SHELL: PROCESS DESCRIPTION AND
ECONOMIC ANALYSIS (Chilton Ng, Wayne
E Marshall, Ramu M Rao, Rishipal Bansode)
MAGAZINE: Industrial Crops and Products, May
2003, P.210-217.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ УГЛЕРОДНОГО СОРБЕНТА ДЛЯ ОЧИСТКИ СТОЧНЫХ ВОД ОТ НЕФТЕПРОДУКТОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области охраны окружающей среды, к способам получения сорбентов из биоразлагаемого углеродного материала для очистки сточных вод от нефтепродуктов. Изобретение касается способа получения углеродного сорбента для очистки сточных вод от нефтепродуктов, который включает в себя карбонизацию измельченной скорлупы ореха в муфельной печи. В качестве исходного сырья используется скорлупа ореха пекан, который измельчают до получения навески

крупностью от 2 до 5 мм и влажностью от 12 до 15%, карбонизацию проводят при температуре от 300 до 400°C в течение от 45 до 60 минут с последующим остужением в эксикаторе до температуры от 20 до 25°C и выдержкой не менее 24 часов. Техническим результатом является получение углеродного сорбента, полученного из экологически чистого растительного сырья с сорбционными свойствами по очистке от нефтепродуктов. 4 табл., 3 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
B01J 20/20 (2006.01)
B01J 20/30 (2006.01)
C02F 1/28 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

B01J 20/20 (2020.08); B01J 20/30 (2020.08); C02F 1/28 (2020.08)(21)(22) Application: **2020120955, 25.06.2020**(24) Effective date for property rights:
25.06.2020Registration date:
09.11.2020

Priority:

(22) Date of filing: **25.06.2020**(45) Date of publication: **09.11.2020 Bull. № 31**

Mail address:

**199106, Sankt-Peterburg, V.O., 21 liniya, 2,
Patentno-litsenziyonnyj otdel**

(72) Inventor(s):

**Danilov Aleksandr Sergeevich (RU),
Nagornov Dmitrii Olegovich (RU),
Zaitseva Tatiana Anatolevna (RU),
Kuznetsova Anna Sergeevna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe biudzhethnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniia «Sankt-Peterburgskii gornyi
universitet» (RU)**(54) **METHOD OF PRODUCING CARBON SORBENT FOR CLEANING WASTE WATER FROM OIL PRODUCTS**

(57) Abstract:

FIELD: environmental protection.

SUBSTANCE: invention relates to environmental protection, to methods for producing sorbents from biodegradable carbon material for purification of waste water from oil products. Invention relates to a method of obtaining carbon sorbent for purification of waste water from petroleum products, which includes carbonization of the ground nut shell in a muffle furnace. Raw material used is a pecan nut shell which is ground to produce a weighed portion sized to 2 to 5

mm and moisture content of 12 to 15%, carbonisation is carried out at temperature from 300 to 400°C for 45 to 60 minutes followed by cooling in a desiccator to temperature of 20 to 25°C and holding for at least 24 hours.

EFFECT: technical result is obtaining a carbon sorbent obtained from environmentally safe plant material with sorption properties for cleaning oil products.

1 cl, 4 tbl, 3 ex

RU 2 735 837 C1

RU 2 735 837 C1

Изобретение относится к области охраны окружающей среды, к способам получения сорбентов из биоразлагаемого углеродного материала для очистки сточных вод от нефтепродуктов.

Известен способ получения активированного угля из косточек плодов и скорлупы орехов (патент РФ №2622660, опубл. 19.06.2017 г.), включающий карбонизацию исходного сырья в интервале температур 600-750°C и парогазовую активацию при повышенной температуре, причем предварительно высушенное исходное сырье при температуре 200-250°C пропитывают насыщенным раствором мочевины или тиомочевины в количестве 5-10 мас.% по отношению к исходному сырью, подвергают карбонизации при повышенной температуре, полученный материал дробят до фракции 0,8-1,6 мм, после чего отсев менее 0,8 мм измельчают до фракции с размером частиц порошка менее 0,05 мм с получением осветляющего активированного угля, а основную фракцию активируют водяным паром при температуре 800-850°C в течение 1,5-2 часов с получением активированного модифицированного угля.

Недостатком данного способа является многостадийность процесса, а именно необходимость предварительного высушивания сырья, необходимость его термообработки при высоких температурах дважды и в течение 8-10 часов.

Известен способ получения сорбента из золошлаковых отходов (патент РФ №2708604, опубл. 09.12.2019 г.), накопленных на золоотвалах по схеме гидрозолоудаления, включающий измельчение сырья, его термическую обработку и выдерживание, охлаждение, а в качестве сырья для получения сорбента используют золошлаковые отходы, накопленные на золоотвалах по схеме гидрозолоудаления, измельчение золошлака осуществляют до размера частиц 0,25-0,5 мм, а термическую обработку и выдерживание осуществляют в два этапа, на первом этапе нагревают до 110-120°C и выдерживают при заданной температуре 30-35 минут, а на втором этапе нагревают до 600-630°C и выдерживают при указанной температуре 40-45 минут.

Недостатком данного сорбента является опасность повторного загрязнения очищаемой сорбентом воды из-за содержания в исходном сырье золошлаков катионов железа, марганца, меди, свинца.

Известен способ получения сорбента (патент РФ №2172209, опубл. 20.08.2001 г.) на основе природного полимера растительного происхождения в виде скорлупы орехов, включающий дробление последних, импрегнирование и обработку скорлупы до образования сорбционной углеродной поверхности, причем операции импрегнирования и обработки скорлупы совмещают и осуществляют сначала путем выдерживания ее в растворе концентрированной соляной кислоты в течение 15-30 ч, а затем после промывки водой до нейтральной среды повторно выдерживают скорлупу в 33%-ном растворе едкого натрия в течение 2-2,5 ч, промывают до нейтральной *pH*, измельчают и сушат при 100°C.

Недостатком данного способа получения сорбента являются длительность обработки исходного сырья от 15 до 30 часов и использование агрессивных реагентов, а именно концентрированной соляной кислоты и едкого натра, от которых впоследствии требуется отмыть обработанное сырье, что приводит к использованию большого количества очищенной пресной воды.

Известен способ получения гранулированного сорбента (патент РФ №2552449, опубл. 10.06.2015 г.), включающий высушивание дисперсного порошка оксид-гидроксида железа, в качестве которого используют осадок, выделенный из подземных вод на станциях обезжелезивания, а дисперсный порошок суспендируют в аполярной среде (нонан, или октан, или нефрас, или четыреххлористый углерод) с добавлением полярного

водного раствора полимера путем перемешивания мешалкой со скоростью 300-2000 оборотов в минуту в течение 5-10 мин до получения гранул.

Недостатком данного способа является возможность повторного загрязнения очищаемой сорбентом воды из-за содержания железа в составе исходного сырья.

5 Известен способ получения сорбента (патент РФ №2459660, опубликован 27.08.2012 г.), включающий термообработку лузги зерен риса при 200-430°C в плазме высокочастотного разряда пониженного давления, а в плазмообразующий газ дополнительно подают порошок оксида кремния с размером частиц 50-250 нм, и процесс ведут при подаче плазмообразующего газа с расходом 0,04-0,08 г/с, лузги зерен риса с
10 расходом 8-10 г/с, порошка оксида кремния с расходом 0,5-1 мг/с.

Недостатком данного способа является необходимость добавки к исходному сырью порошка оксида кремния, что приводит к потенциальному повторному загрязнению очищаемой сорбентом воды механическими примесями.

15 Известен способ получения углеродного сорбента (патент на изобретение РФ №2565194, опубл. 20.10.2015 г.), принятый за прототип, который заключается в карбонизации измельченной скорлупы грецкого ореха в муфельной печи при доступе воздуха при температуре 700-800°C в течение 2 ч и имеющий средний размер пор 2,2 нм, средний объем пор 0,14 см³/г и удельную поверхность 1336,96 м²/г.

20 Недостатком данного способа является длительность процесса и высокие температуры карбонизации продукта.

Техническим результатом является получение углеродного сорбента для очистки сточных вод от нефтепродуктов из экологически чистого растительного сырья с сорбционными свойствами по очистке от нефтепродуктов.

25 Технический результат достигается тем, что в качестве исходного сырья используется скорлупа ореха пекан, который измельчают до получения навески крупностью от 2 до 5 мм и влажностью от 12 до 15%, карбонизацию проводят при температуре от 300 до 400°C в течение от 45 до 60 минут с последующим остужением в эксикаторе до температуры от 20 до 25°C и выдержкой не менее 24 часов.

30 Способ получения углеродного сорбента для очистки сточных вод от нефтепродуктов осуществляется следующим образом.

Скорлупа ореха пекан измельчается в шаровой мельнице до получения навески крупностью от 2 до 5 мм и влажностью от 12 до 15%. Навеска скорлупы ореха равномерным слоем помещается в керамические тигли и карбонизируется в муфельной
35 печи при температуре от 300 до 400°C в течение от 45 до 60 минут. Полученный углеродный сорбент остужается до температуры от 20 до 25°C в эксикаторе и выдерживается в нормальных условиях в течение 24 часов до нормализации влажности.

40 После получения готового продукта производится тестирование влажности, насыпной плотности, содержание общего углерода, удерживающая способность, адсорбционная активность и адсорбция нефтепродуктов полученного углеродного сорбента по стандартным методикам РФ.

Способ получения углеродного сорбента для очистки сточных вод от нефтепродуктов поясняется следующими примерами.

45 Пример 1. Скорлупа ореха пекан измельчается в шаровой мельнице до получения навески крупностью 2 мм. Навеска скорлупы ореха равномерным слоем помещается в керамические тигли и карбонизируется при температуре 300°C в течение 60 минут в муфельной печи. Сорбент остужается до комнатной температуры в эксикаторе, затем выдерживается в нормальных условиях в течение 24 часов до нормализации влажности. Измеряются влажность, насыпная плотность, содержание общего углерода,

удерживающая способность, адсорбционная активность и адсорбция нефтепродуктов полученного сорбента.

Эффективность данного способа доказана путем проверки сорбционных свойств полученного сорбента лабораторными испытаниями, результаты представлены в

5 таблице 1.

Таблица 1 - Характеристики сорбента полученного в примере 1.

Характеристика сорбента	Единица измерения	Значение
Удерживающая способность	г/г	0,65
Адсорбция НП	г/г	1,42
Адсорбционная активность	мг/г	36,25
Насыпная плотность	г/дм ³	581,40
Влажность	%	4,64
Содержание общего углерода	%	76,60

15 Пример 2. Скорлупа ореха пекан измельчается в шаровой мельнице до получения навески крупностью 3 мм. Навеска скорлупы ореха равномерным слоем помещается в керамические тигли и карбонизируется при температуре 350°C в течение 50 минут в муфельной печи. Сорбент остужается до комнатной температуры в эксикаторе, затем выдерживается в нормальных условиях в течение 24 часов до нормализации влажности. Измеряются влажность, насыпная плотность, содержание общего углерода,

20 удерживающая способность, адсорбционная активность и адсорбция нефтепродуктов полученного сорбента. Эффективность данного способа доказана путем проверки сорбционных свойств полученного сорбента лабораторными испытаниями, результаты представлены в таблице 2.

25 Таблица 2 - Характеристики сорбента полученного в примере 2.

Характеристика сорбента	Единица измерения	Значение
Удерживающая способность	г/г	0,70
Адсорбция НП	г/г	1,40
Адсорбционная активность	мг/г	39,75
Насыпная плотность	г/дм ³	553,70
Влажность	%	5,03
Содержание общего углерода	%	79,80

35 Пример 3. Скорлупа ореха пекан измельчается в шаровой мельнице до получения навески крупностью 5 мм. Навеска скорлупы ореха равномерным слоем помещается в керамические тигли и карбонизируется при температуре 400°C в течение 45 минут в муфельной печи. Сорбент остужается до комнатной температуры в эксикаторе, затем выдерживается в нормальных условиях в течение 24 часов до нормализации влажности. Измеряются влажность, насыпная плотность, содержание общего углерода,

40 удерживающая способность, адсорбционная активность и адсорбция нефтепродуктов полученного сорбента. Эффективность данного способа доказана путем проверки сорбционных свойств полученного сорбента лабораторными испытаниями, результаты представлены в таблице 3.

Таблица 3 - Характеристики сорбента полученного в примере 3.

Характеристика сорбента	Единица измерения	Значение
Удерживающая способность	г/г	0,73
Адсорбция НП	г/г	1,44
Адсорбционная активность	мг/г	43,75
Насыпная плотность	г/дм ³	518,30

Влажность	%	5,11
Содержание общего углерода	%	82,90

По итогам проведенных исследований, был получен углеродный сорбент из скорлупы ореха пекан с высокими сорбционными свойствами (таблица 4).

5 Таблица 4 - Эффективность полученного сорбента

Характеристика сорбента	Единица измерения	Значение
Удерживающая способность	г/г	0,65-0,73
Адсорбция НП	г/г	1,40-1,44
Адсорбционная активность	мг/г	36,25-43,75
Насыпная плотность	г/дм ³	518,30-581,40
Влажность	%	4,64-5,11
Содержание общего углерода	%	76,60-82,90

15 Полученные характеристики углеродного сорбента позволяют использовать его для очистки сточных вод, загрязненных нефтепродуктами.

(57) Формула изобретения

Способ получения углеродного сорбента для очистки сточных вод от нефтепродуктов, включающий карбонизацию измельченной скорлупы ореха в муфельной печи, отличающийся тем, что в качестве исходного сырья используется скорлупа ореха пекан, 20 который измельчают до получения навески крупностью от 2 до 5 мм и влажностью от 12 до 15%, карбонизацию проводят при температуре от 300 до 400°C в течение от 45 до 60 минут с последующим остужением в эксикаторе до температуры от 20 до 25°C и выдержкой не менее 24 часов.

25

30

35

40

45