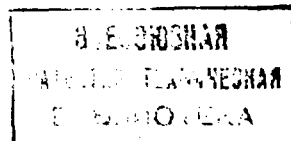




ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ  
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ  
ПРИ ГНТ СССР



# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4317934/31-26

(22) 20.10.87

(46) 07.07.89. Бюл. № 25

(71) Хмельницкий технологический институт бытового обслуживания и Институт общей и неорганической химии АН УССР

(72) С.А.Хайнаков, А.И.Бортун, А.П.Квашенко и И.И.Войтко

(53) 661.183(088.8)

(56) Авторское свидетельство СССР № 1011529, кл. В 01 J 20/06, 1983.

Авторское свидетельство ЧССР № 169245, кл. В 01 J 20/06, 1977.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СОРБЕНТА НА ОСНОВЕ ГИДРОКСИДА ЦИРКОНИЯ

(57) Изобретение относится к области синтеза неорганических адсорбентов на основе гидроксида циркония, обладающих высокими структурно-сорбционными показателями и предназначенных для селективного извлечения катионов щелочно-земельных металлов

Изобретение относится к химической технологии, а именно к области синтеза неорганических адсорбентов, обладающих высокими структурно-сорбционными показателями и предназначенных для селективного извлечения катионов щелочно-земельных металлов из растворов сложного солевого состава в различных областях химической промышленности.

Целью изобретения является повышение сорбционной емкости сорбента на основе гидроксида циркония по отношению к ионам щелочно-земельных металлов.

2

ционными показателями и предназначенных для селективного извлечения катионов щелочно-земельных металлов из растворов сложного солевого состава в различных областях химической промышленности, и позволяет в 12-80 раз повысить их сорбционную емкость по отношению к ионам щелочно-земельных металлов. Сущность способа заключается в смешивании раствора соли циркония с уротропином и мочевиной, капельном диспергировании смеси в слой не смешивающейся с водой органической жидкости. Затем образовавшиеся сферические гранулы гидрогеля промывают 0,2-0,5 моль/л раствором карбоната аммония в количестве 5-10 объемов на один объем сорбента и термообработывают при 400-600°C в течение 1,5-3 ч. 1 з.п. ф-лы, 4 табл.

Пример 1. Готовят 10 л 2 М раствора  $ZrOCl$ , 5 мл 2М раствора уротропина и 5 л 4М раствора мочевины. Затем растворы тщательно смешивают на холоде и полученную реакционную смесь по каплям диспергируют в колонну, заполненную ундеканом, нагретым до 85-95°C. За время прохождения капель реакционной смеси через слой ундекана (~20-40 с) происходит образование сферических гранул гидрогеля гидратированного диоксида циркония. Гранулы гидрогеля отделяют от транспортного раствора и промывают в динамическом режиме ра-

(19) SU (11) 1491561 A1

створом карбоната аммония (0,1-1,0M). Гидрогель сорбента, переведенный в  $\text{CO}_3$ -форму, сушат в течение 2 ч при  $500^\circ\text{C}$ . Сорбционные характеристики образцов определяли по сорбции ионов щелочно-земельных металлов из 0,1n. растворов соответствующих хлоридов в статических условиях Т:Ж=1:100, время контакта 24 ч. Результаты испытаний и условия обработки сорбентов приведены в табл.1.

**Пример 2.** Все операции аналогичны описанным в примере 1, но с тем отличием, что промывку сорбента осуществляют 10 объемами 0,3 M раствора  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ , а сушку проводят в течение 3 ч при различной температуре (от  $300$  до  $700^\circ\text{C}$ ). Результаты испытаний приведены в табл.2.

**Пример 3.** Все операции аналогичны описанным в примере 2, но с тем отличием, что сушку сорбента осуществляют при  $500^\circ\text{C}$  в течение различного времени (от 1 до 5 ч). Результаты испытаний сорбентов приведены в табл.3.

**Пример 4.** Все операции аналогичны описанным в примере 1, но с тем отличием, что отмывку гидрогеля сорбента проводят аналогично известному способу: трихлорэтиленом и водой. Отмытый гидрогель сушат на воздухе при комнатной температуре и часть продукта при  $500^\circ\text{C}$ . Результаты испытаний сорбционных свойств продуктов приведены в табл.4.

Таким образом, как видно из приведенных данных, только проведение син-

теза сорбента в предлагаемых условиях позволяет получать образцы, обладающие повышенной в 12-80 раз сорбционной емкостью к ионам щелочно-земельных металлов при сорбции из нейтральных и слабокислых растворов по сравнению с сорбентом, полученным в примере 4 (по известному способу).

Возможность регенерации полученных по предлагаемому способу сорбентов 0,5-1,0 M растворами минеральных кислот позволяет их использовать в многоцикловых процессах сорбции - десорбции.

**Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я**

1. Способ получения сорбента на основе гидроксида циркония, включающий смешивание раствора соли циркония с уротропином и мочевиной, капельное диспергирование смеси в слой водонерастворимой органической жидкости при  $85-95^\circ\text{C}$ , послующую промывку сферических гранул гидрогеля и его термообработку, отличающийся тем, что, с целью повышения его сорбционной емкости по отношению к ионам щелочно-земельных металлов, промывку гранул ведут раствором карбоната аммония и термообработку проводят при  $400-600^\circ\text{C}$ .

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что промывку ведут 5-10 объемами 0,2-0,5 моль/л раствора карбоната аммония на один объем сорбента, а термообработку ведут в течение 1,5-3 ч.

Т а б л и ц а 1

Сор- бент	Концен- трация $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ , M	Количе- ство объемов $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$	Емкость сорбента, мг-экв/г			
			$\text{Ca}^{2+}$ (pH 3)	$\text{Ca}^{2+}$ (pH 5)	$\text{Sr}^{2+}$ (pH 3)	$\text{Ba}^{2+}$ (pH 3)
1	0,1	5	0,4	0,8	0,3	0,6
2	0,2	5	2,5	3,4	2,8	2,8
3	0,3	5	2,7	3,5	3,1	3,1
4	0,3	2	0,5	0,8	0,4	0,7
5	0,5	10	2,9	4,0	3,8	3,4
6	0,5	15	2,9	4,0	3,8	3,4
7	1,0	5	2,9	4,0	3,8	3,4
8	0,35	7,5	2,8	3,8	3,6	3,2

Т а б л и ц а 2

Сор- бент	Темпера- тура сушки, °С	Емкость сорбента, мг-экв/г (рН 4)		
		Ca <sup>2+</sup>	Sr <sup>2+</sup>	Ba <sup>2+</sup>
1	300	0,4	0,6	0,6
2	400	2,6	3,3	3,0
3	500	2,8	3,6	3,2
4	600	2,6	3,4	3,0
5	700	0,1	0,2	0,2

Т а б л и ц а 3

Сор- бент	Время тер- мообработ- ки, ч	Емкость сорбента, мг-экв/г (рН 4)		
		Ca <sup>2+</sup>	Sr <sup>2+</sup>	Ba <sup>2+</sup>
1	1	1,2	1,2	1,2
2	1,5	2,6	3,4	3,0
3	2,2	2,9	3,9	3,4
4	3	2,8	3,6	3,2
5	5	1,1	1,2	0,9

Т а б л и ц а 4

Сор- бент	Темпе- ратура сушки, °С	Время сушки, ч	Емкость сорбента, мг-экв/г (рН 4)		
			Ca <sup>2+</sup>	Sr <sup>2+</sup>	Ba <sup>2+</sup>
1	20	24	0,1	0,2	0,2
2	500	3	0,01	0,01	0,01

Составитель Т. Чиликина

Редактор Н. Бобкова

Техред Л. Олейник

Корректор О. Ципле

Заказ 3788/11

Тираж 486

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР  
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101