

(19)



**Евразийское  
патентное  
ведомство**

(21) **201592237** (13) **A1**

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ**

(43) Дата публикации заявки  
**2016.06.30**

(22) Дата подачи заявки  
**2009.12.30**

(51) Int. Cl. **B01D 53/52** (2006.01)  
**C01G 49/02** (2006.01)  
**B01J 20/06** (2006.01)  
**B01J 23/745** (2006.01)

---

**(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СОСТАВА, СОДЕРЖАЩЕГО АМОРФНЫЙ ГИДРАТ ОКСИДИ ЖЕЛЕЗА**

---

(31) **200810247535.3; 200810247537.2;  
200910086347.1; 200910086348.6**  
(32) **2008.12.30; 2008.12.30; 2009.05.31;  
2009.05.31**

(33) **CN**  
(62) **201170903; 2009.12.30**

(71) Заявитель:  
**БЕИДЖИНГ САНДЖУ  
ЭНВИРОНМЕНТ ПРОТЕКШИН  
ЭНД НЬЮ МАТЕРИАЛ КО., ЛТД.  
(CN)**

(72) Изобретатель:  
**Лиу Женьи, Лин Ке, Гао Квунянг (CN)**

(74) Представитель:  
**Медведев В.Н. (RU)**

(57) Настоящее изобретение относится к способу получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа, и к двум способам восстановления состава с аморфным гидратом окиси железа после использования в качестве десульфуратора, при этом в настоящем изобретении также раскрывается восстанавливаемый десульфуратор с высокой степенью поглощения серы и десульфуратор, содержащий аморфный гидрат окиси железа в количестве не менее 88 мас.% и органическое связующее в количестве не менее 7 мас.%, где в качестве органического связующего можно использовать карбоксиметилцеллюлозу натрия, порошок себании, целлюлозный порошок или их смесь. И, наконец, настоящее изобретение раскрывает способ получения десульфуратора и способ восстановления отработанного вещества, оставшегося от десульфуратора, а также состава, содержащего десульфуратор, использованного в качестве десульфуратора. Этот способ позволяет восстановить и повторно использовать десульфуратор или состав, содержащий десульфуратор, что позволяет избежать отходы в виде активных ингредиентов, которые можно восстановить и использовать повторно, за счет чего достигается исключение потерь десульфуратора в виде отходов и предотвращается загрязнение окружающей среды.

**A1**

**201592237**

**201592237**

**A1**

## СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СОСТАВА, СОДЕРЖАЩЕГО АМОРФНЫЙ ГИДРАТ ОКИСИ ЖЕЛЕЗА

### Область техники

Настоящее изобретение относится к способу получения и способу восстановления состава, включающего аморфный гидрат окиси железа, в частности к способам получения и восстановления десульфуратора, включающего состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа, которые относятся к области технологий десульфуризации.

### Предшествующий уровень техники

Сульфиды образуются во многих технологических процессах, таких как получение химического сырья из угля или нефти, в сточных водах или отходящих газах, являющихся отходами производства. При этом, в сырье содержится значительное количество серосодержащих веществ. Сероводород может быть отделен от этих серосодержащих веществ в процессе производства, что приводит к деактивации катализатора в последующем производственном цикле. Также, сероводород в сточной воде или отходящем газе будет загрязнять окружающую среду или отравлять людей и животных, если не производить какую-либо очистку.

Для эффективного снижения количества сульфидов, а именно для снижения воздействия сульфидов на технологический процесс и окружающую среду, исследователи обращали особое внимание на изучение и разработку десульфураторов. В настоящее время существует множество технологий, относящихся к десульфураторам для удаления сероводорода, а традиционным и главным является десульфуратор на основе железа, получаемый с помощью использования окиси железа в качестве активного ингредиента десульфуратора, при этом окись железа может включать оксиды двух- и трехвалентного железа, смешанный оксид железа и гидрат окиси железа ( $\text{FeOOH}$ ). Тем не менее, десульфуратор на основе железа в существующих технологиях имеет недостатки, связанные с тем, что степень поглощения серы недостаточно высока как, например, у десульфураторов на основе оксида металла, раскрытого в патенте US6664210A. Этот оксид металла может быть также использован для удаления сероводорода, а агглютинированный оксид металла, раскрытый в этом патенте, включает один или более оксидов металла с молекулярной формулой  $\text{Me}_x\text{O}_y$ , где Me - металл, выбранный из 4, 5, 6, 7 периода периодической таблицы элементов, x - составляет от 1 до 3, y - выбирается от 1 до 4. Агглютинированный оксид металла также включает гидраты этих оксидов металла и не содержит водорастворимых связующих. Очевидно, если Me является железом Fe, то агглютинированными оксидами металла в этом патенте являются  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

без водорастворимых связующих. Экспериментальная проверка степени поглощения серы показала, что среднее количество серы, поглощенной частицами оксида металла, составляет примерно 10% от массы частиц агглютинированного оксида металла, в лучшем случае - 30%; а способность удерживания сероводорода равна 0,27 фунтов на каждый фунт оксида металла. Таким образом, степень поглощения серы в агглютинированных оксидах металла (удаляющих сероводород) может достигать 27-30%, т.е. эффективность удаления серы является достаточно низкой.

К тому же, использующийся в существующих технологиях десульфуратор либо не может быть восстановлен, либо его трудно восстановить, из-за чего в отходы попадает большое количество отработанных агентов, что обуславливает потери активных веществ использованного десульфуратора, которые могли бы быть повторно использованы, а также загрязнение окружающей среды.

Благодаря хорошим свойствам десульфуризации, гидрат окиси железа широко используется в качестве десульфуратора в области химии. Например, десульфуратор  $\beta$ -FeOОН, использующийся для удаления сероводорода из промышленных сточных вод, был раскрыт в патентной публикации JP5329362A. Активность десульфуризации гидрата окиси железа в различных кристаллических состояниях при комнатной температуре, например  $\alpha$ -FeOОН,  $\beta$ -FeOОН,  $\gamma$ -FeOОН и аморфного гидрата окиси железа, рассмотрена в разделе описания этого патента «изучение активности десульфуризации гидратом окиси железа, подготовленным различными способами» (параграф 29 (2) пункт 3 в части переработки угля), в котором, аморфный гидрат окиси железа имеет наивысшую активность десульфуризации. Однако, этот патент, главным образом, направлен на повышение активности десульфуризации гидратом окиси железа в различных кристаллических состояниях, подготовленным различными способами, но здесь не обращается внимание на способ, с помощью которого получают вещество, содержащее аморфный гидрат окиси железа высокой степени очистки. К тому же, раскрытый здесь способ получения аморфного гидрата окиси железа является лабораторным способом, который требует защиту в среде азота и является относительно сложным. Кроме того, из-за использования пероксида в качестве окислителя, возможно образование веществ с плотной структурой, которые имеют неразвитую пористость и низкую степень поглощения серы. Поэтому такой способ не может использоваться в массовом производстве. Также, в этом патенте не раскрывается никакой информации о восстановлении гидрата окиси железа или о подробном способе восстановления.

В существующей технологии, в частности в сфере промышленного производства, десульфуратор из аморфного гидрата окиси железа используется относительно мало. Даже

если на рынке имеется десульфуратор с аморфным гидратом окиси железа, его содержание в десульфураторе является низким (менее 40% мас.), а содержание оксидов железа, которые не могут быть восстановлены, является высоким, например, содержание оксидов двух- или трехвалентного железа, смешанного оксида железа или гидрата окиси железа в другом кристаллическом состоянии. Это определяет низкие свойства десульфуризации десульфуратора с аморфным гидратом окиси железа, а также такой десульфуратор либо не может быть восстановлен, либо его нельзя использовать после восстановления.

Изобретатель ставил перед собой задачу изучения свойств десульфуризации с использованием аморфного гидрата окиси железа и, в результате, опубликовал статью с названием «Характеристика активных компонентов типа оксидов железа с высокой степенью поглощения серы» в 2006 году (страницы 107-111 сборника «Обмен техническим опытом в области очистки газа в 2006 году»). В этой статье описывается способ лабораторного получения аморфного гидрата окиси железа и определение степени поглощения им серы, а также показывается механизм десульфуризации и восстановления аморфного гидрата окиси железа на основе экспериментальных данных.

Темнее менее, эти исследования до сих пор находятся на стадии лабораторного исследования, и до сих пор в десульфураторы включают в состав большую часть в виде оксидов двух- и трехвалентного железа, смешанных оксидов железа и гидратов окиси железа в другом кристаллическом состоянии, а содержание аморфного гидрата окиси железа в них является небольшим. Также, до сих пор способ восстановления десульфуратора изучен не достаточно глубоко. Изучено только естественное окисление-восстановление воздухом компонентов, содержащих гидрат окиси железа, но не изучены вопросы промышленного способа восстановления.

Главными целями исследования являются изучение возможностей массового производства чистого аморфного гидрата окиси железа с высокой степенью поглощения серы, а также восстановления аморфного гидрата окиси железа, использованного в промышленном производстве. Если эти две цели будут достигнуты, то может наступить научно-техническая революция в области десульфураторов, и могут быть преодолены две следующие существующие проблемы десульфураторов.

(1) Из-за того, что получение гидрата окиси железа сильно зависит от условий проведения реакции, таких как уровень pH, температура, вид оксида, используемый оксид железа (двух-, -трехвалентного или смешанного) или гидрат окиси железа в определенном кристаллическом состоянии, то способы получения десульфуратора могут быть различными. Если содержание аморфного гидрата окиси железа в составе является низким (менее 40%), то состав имеет низкую степень поглощения серы и практически не может

быть восстановлен. Например, патент CN1944273A раскрывает способ получения  $\gamma$ -FeOOH, согласно которому насыщенный раствор сульфата железа смешивают с насыщенным раствором карбоната в реакционной емкости и регулируют pH реакции на уровне 8-9 с образованием карбоната железа и сульфата; затем в реакционную емкость подают воздух для окисления, полученный состав промывают и фильтруют, а отфильтрованный состав сушат до получения  $\gamma$ -FeOOH. Из-за различных условий проведения реакции и процессов, главным компонентом полученного продукта является  $\gamma$ -FeOOH, который имеет низкую степень поглощения серы и плохие свойства восстановления в отличие от аморфного гидрата окиси железа.

(2) В существующей технологии, другие виды десульфураторов либо не могут быть восстановлены, либо стоимость восстановления является очень высокой, что обуславливает потери активных веществ использованного десульфуратора, которые могли бы быть повторно использованы, а также загрязнение окружающей среды..

### **Раскрытие изобретения**

Ввиду существования вышеописанных проблем, содержание аморфного гидрата окиси железа является низким в составах, полученных с помощью современных технологий. Одной из целей настоящего изобретения является обеспечение способа получения состава, содержащего высокую долю аморфного гидрата окиси железа, с возможностью его массового производства.

Другой целью настоящего изобретения является обеспечение способа восстановления состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа, после его использования в качестве десульфуратора.

Для решения проблемы, связанной с тем, что десульфуратор имеет низкую степень поглощения серы и не может быть восстановлен или это крайне трудно осуществить, настоящее изобретение обеспечивает десульфуратор, имеющий относительно высокую степень поглощения серы, который может быть получен в условиях массового производства и может быть восстановлен.

Еще одной целью настоящего изобретения является обеспечение способа получения десульфуратора.

И последней целью настоящего изобретения является обеспечение способа восстановления такого десульфуратора.

Для достижения вышеописанных целей, необходимо во-первых, чтобы вещество или состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа с высокой степенью чистоты и поглощения серы, могли бы быть получены в условиях массового производства, а также, чтобы отработанный состав, образовавшийся после использования десульфуратора, мог бы

быть быстро восстановлен с образованием свободной серы в процессе восстановления, что происходило бы циклически, и, наконец, чтобы восстановленное вещество или состав после удаления свободной серы мог быть использоваться для получения десульфуратора с высокой степенью поглощения серы.

Для достижения вышеуказанных целей, настоящее изобретение обеспечивает способ получения состава, содержащего вещество с аморфным гидратом окиси железа, включающий следующие этапы: (1) получают раствор соли двухвалентного железа из твердой растворимой соли двухвалентного железа; (2) смешивают раствор соли двухвалентного железа, полученного на этапе (1), с раствором карбоната или с раствором бикарбоната с получением первой смеси для проведения реакции с получением второй смеси; или смешивают раствор соли двухвалентного железа, полученного на этапе (1), с твердым карбонатом или твердым бикарбонатом с получением первой смеси для проведения реакции с получением второй смеси; (3) фильтруют вторую смесь, полученную на этапе (2) для удаления образованной твердой соли и отделения фильтрационного кекса, и промывают фильтрационный кекс водой; (4) из фильтрационного кекса получают суспензию, насыщают суспензию газом, содержащим кислород, затем фильтруют суспензию и сушат до получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа.

На этапе (2) в качестве твердого карбоната можно использовать карбонат натрия, карбонат аммония или карбонат калия, а в качестве твердого бикарбоната можно использовать бикарбонат натрия, бикарбонат аммония или бикарбонат калия.

Уровень pH раствора на этапе (2) обеспечивают между 7,5 и 8,5 при завершении реакции.

На этапе (3) фильтрационный кекс лучше промыть водой до тех пор, пока массовая доля  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  или  $\text{NH}_4^+$  не станет меньше 0,5%.

На этапе (4) лучше обеспечить массовую долю твердых веществ в суспензии 5-30%, предпочтительнее - 10-15%.

Лучше, когда температура сушки на этапе (4) не превышает  $100^\circ\text{C}$ , предпочтительно обеспечить температуру  $80-100^\circ\text{C}$ .

В качестве газа, содержащего кислород, на этапе (4) можно использовать воздух.

На этапе (4) суспензию насыщают газом, содержащим кислород, до тех пор, пока массовое соотношение между ионами железа и железом не станет меньше 1%.

Лучше, когда в составе, включающем аморфный гидрат окиси железа, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляет 65-100%, а остальными составляющими являются вода и побочные продукты реакции.

Также предлагается способ восстановления состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа, после использования состава в качестве десульфуратора, включающий следующие этапы: (а) измельчают отработанный состав в порошок отработанного состава, где отработанный состав получают после использования состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа, в качестве десульфуратора; (b) из порошка отработанного состава получают суспензию и насыщают ее газом, содержащим кислород, для окисления с получением шлама, содержащего аморфный гидрат окиси железа и свободную серу; (с) фильтруют шлам для извлечения твердых веществ и экстрагируют свободную серу из твердых веществ с помощью растворителя для отделения ее от состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа.

Принцип десульфуризации аморфным гидратом окиси железа и его восстановления описывается формулами:



Перед этапом (а) отработанный состав лучше промыть водой.

На этапе (с) раствор экстрагированной серы объединяют для отделения свободной серы.

Лучше, когда на этапе (b) массовая доля твердых веществ в суспензии составляет 5-30%, предпочтительнее 10-15%.

В качестве газа, содержащего кислород, на этапе (b) можно использовать воздух.

На этапе (с) растворитель может представлять собой неполярный растворитель, любой тетрахлорид углерода или сероуглерод.

На этапе (а) отработанный состав лучше измельчать до размера 100-400 меш, предпочтительно 200 меш.

Также предлагается способ восстановления состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа, после использования в качестве десульфуратора, включающий следующие этапы: (I) измельчают отработанный состав в порошок отработанного состава, где отработанный состав является составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа, использованным в качестве десульфуратора; (II) из порошка отработанного состава получают суспензию и насыщают ее газом, содержащим кислород, для окисления с получением шлама, содержащего аморфный гидрат окиси железа и свободную серу; (III) помещают шлам или твердое вещество, полученное после фильтрации шлама, в емкость, и насыщают шлам или твердое вещество воздухом так, чтобы свободная сера всплывала, а восстановленный состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа, выпадал в осадок.

Перед измельчением на этапе (I), отработанный состав лучше промыть водой.

После этапа (III) всплывшая сера может быть извлечена.

Массовая доля твердых веществ в суспензии на этапе (II) может составлять 5-30%, предпочтительно 10-15%.

На этапе (II) в качестве газа, содержащего кислород, можно использовать воздух.

На этапе (III) в реактор может быть добавлена целевая добавка для ускорения всплывания свободной серы. В качестве целевой добавки можно использовать жидкое стекло и керосин.

В качестве реактора на этапе (III) лучше использовать флотационный бак.

На этапе (I) отработанный состав лучше измельчить до размера 100-400 меш, предпочтительно 200 меш.

В аморфном гидрате окиси железа атомы кислорода образуют плотную кубическую структуру, а железо располагается в центре в тетраэдрической или октаэдрической полости, сформированной атомами кислорода. Эти две формы упорядоченной и неупорядоченной структуры с дальним и ближним порядком имеют высокую стабильность при соединении с атомами серы. Благодаря этому, аморфный гидрат окиси железа имеет высокую степень поглощения серы и хорошие свойства десульфуризации.

Также заявляется десульфуратор, включающий состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа и органическое связующее, где состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа, получен с помощью следующих этапов: (1) получают раствор соли двухвалентного железа; (2) смешивают раствор соли двухвалентного железа, полученного на этапе (1) с раствором карбоната или с раствором бикарбоната с получением первой смеси для проведения реакции с получением второй смеси; или смешивают раствор соли двухвалентного железа, полученный на этапе (1), с твердым карбонатом или твердым бикарбонатом с получением первой смеси для проведения реакции с получением второй смеси; (3) фильтруют вторую смесь, полученную на этапе (2), для удаления образовавшейся твердой соли и отделения фильтрационного кекка; (4) насыщают фильтрационный кек газом, содержащим кислород, с получением состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа.

Десульфуратор может дополнительно содержать присадку.

Десульфуратор может содержать 88-93 % мас. состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа, и 7-12 % мас. органического связующего.

Десульфуратор может содержать 88-92 % мас. состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа, 7-11 % мас. органического связующего и 1-5% мас. присадки.

В качестве органического связующего может использоваться карбоксиметилцеллюлоза натрия, порошок сесбании, целлюлозный порошок или их смесь.

В качестве присадки может использоваться порошок древесных опилок, порошок рисовых отрубей, порошок пшеничных отрубей или их смесь.

На этапе (2) в качестве твердого карбоната можно использовать карбонат натрия, карбонат аммония или карбонат калия, а в качестве твердого бикарбоната можно использовать бикарбонат натрия, бикарбонат аммония или бикарбонат калия.

Уровень pH раствора на этапе (2) лучше обеспечить между 7,5 и 8,5 при завершении реакции.

На этапе (4) из фильтрационного кек, полученного после этапа (3), получают суспензию, насыщают суспензию газом, содержащим кислород, затем фильтруют суспензию и сушат до получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. На этом этапе фильтрационный кек лучше промывать водой до тех пор, пока массовая доля  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  или  $\text{NH}_4^+$  не станет меньше 0,5%. Лучше, когда массовая доля твердых веществ в суспензии составляет 5-30%, предпочтительно 10-15%. Суспензию лучше насыщать воздухом до тех пор, пока массовое соотношение между ионами железа и железом не станет меньше 1%. Температура сушки не должна превышать 100 °С, предпочтительно использовать температуру 80-100 °С.

На этапе (4), сушат на воздухе фильтрационный кек, полученный после этапа (3), затем промывают фильтрационный кек водой и сушат до получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. Насыщение суспензии воздухом лучше проводить до тех пор, пока массовое соотношение между ионами железа и железом не станет меньше 1%. Температура сушки не должна превышать 100 °С.

Также заявляется способ получения десульфуратора, включающий следующие этапы: (А) смешивают состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа, с органическим связующим для получения смеси, или смешивают состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа с органическим связующим и с присадкой для получения смеси; (В) придают смеси форму ленты, шара или таблетки; (С) естественным образом сушат ленту, шар или таблетку при температуре -5-45 °С, либо обжигают ленту, шар или таблетку при температуре 60-90 °С до получения десульфуратора.

Принцип десульфуризации аморфным гидратом окиси железа и его восстановления является следующим:



Заявляемый способ восстановления десульфуратора включает следующие этапы: (I) измельчают в порошок отработанный состав, полученный после использования десульфуратора; (II) из порошка получают суспензию и насыщают её газом, содержащим кислород, для окисления с получением шлама, содержащего аморфный гидрат окиси

железа и свободную серу; и (III) помещают шлам или твердое вещество, полученное после фильтрации шлама, в реактор, пропускают через шлам воздух, заставляющий всплывать свободную серу, и собирают выпавший осадок с дна реактора; добавляют органическое связующее и присадку к выпавшему осадку с получением десульфуратора.

Перед измельчением на этапе (I), отработанный состав лучше промыть водой.

Способ также включает отделение всплывшей серы после этапа (III).

Лучше, когда массовая доля твердых веществ в суспензии на этапе (II) составляет 5-30%, предпочтительно 10-15%.

В качестве газа, содержащего кислород, на этапе (II) можно использовать воздух.

На этапе (III) в реактор можно добавить целевую добавку для ускорения всплытия свободной серы.

В качестве реактора на этапе (III) лучше использовать флотационный бак.

Лучше, когда на этапе (I) отработанный состав измельчают в порошок отработанного состава с размером 100-400 меш, предпочтительно 200 меш.

Еще один способ восстановления десульфуратора включает следующие этапы: (a) измельчают отработанный состав, полученный после использования десульфуратора, в порошок отработанного состава; (b) из порошка отработанного состава получают суспензию и насыщают её газом, содержащим кислород, для окисления с получением шлама, включающего аморфный гидрат окиси железа и свободную серу; (c) фильтруют шлам для извлечения твердых веществ и экстрагируют свободную серу из твердых веществ с использованием растворителя; и добавляют органическое связующее или органическое связующее с присадкой в твердое вещество с получением десульфуратора.

Перед измельчением на этапе (a), отработанный состав лучше промыть водой. На этапе (c) растворенную в растворителе серу концентрируют для экстрагирования кристаллической свободной серы. Лучше, когда на этапе (b) массовая доля твердого остатка в суспензии составляет 5-30%, предпочтительно 10-15%. На этапе (b) в качестве газа, содержащего кислород, можно использовать воздух. На этапе (c) в качестве растворителя можно использовать неполярный растворитель, любой тетрагидрофуран или сероуглерод. На этапе (a) отработанный состав лучше измельчать до размера 100-400 меш, предпочтительно 200 меш.

В результате, по сравнению с существующими технологиями, настоящее изобретение имеет следующие преимущества.

(1) Способ получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа, может использоваться в массовом производстве, т.е. не ограничен лабораторным способом. Состав содержит высококонцентрированный аморфный гидрат окиси железа (примерно

65-100%), который имеет высокую степень поглощения серы (может достигать 62%). Это решает такую проблему, что до сих пор не существовало способов массового производства аморфного гидрата окиси железа высокой чистоты и с хорошими свойствами десульфуризации.

(2) В результате длительных исследований, изобретатель обнаружил, что относительно низкая температура и быстрое окисление положительно сказываются на образовании аморфного гидрата окиси железа и оксидов двух и трехвалентного железа или гидроксида железа в другом кристаллическом состоянии. Аморфный гидрат окиси железа образуется за счет реакции между растворимой солью двухвалентного железа и твердым карбонатом или твердым бикарбонатом по настоящему изобретению. Так как представленная реакция проходит без выделения теплоты, при комнатной температуре, то нет необходимости регулировать температуру для образования аморфного гидрата окиси железа. В добавок, после реакции между растворимой солью двухвалентного железа и твердым карбонатом или твердым бикарбонатом, полученное вещество фильтруют для удаления образовавшейся растворимой соли, например сульфата натрия, хлорида натрия или хлорида калия. Целью этого процесса является предотвращение образования гидрата окиси железа в другом кристаллическом состоянии из-за низкой растворимости кислорода в суспензии при подаче его в суспензию. Способ получения по настоящему изобретению обеспечивает получение аморфного гидрата окиси железа, а не оксидов двух- и трехвалентного железа или смешанного оксида железа, в результате чего улучшается стабильность образования аморфного гидрата окиси железа.

(3) В способе получения по настоящему изобретению, из фильтрационного кека получают суспензию и окисляют ее воздухом. Преимущество заключается в том, что процесс окисления может регулироваться, за счет чего достигается хороший эффект окисления. К тому же, массовая доля твердых веществ в суспензии составляет 10-15%. При этом скорость окисления является достаточно высокой, и вещество может быть окислено полностью.

(4) В способе получения по настоящему изобретению, уровень pH раствора при завершении реакции составляет 7,5-8,5, предпочтительно 8. Поэтому, окисные соединения железа в растворе могут полностью выпадать в осадок, и окисные соединения железа могут быть легко окислены до трехвалентного железа, а не до смешанного оксида железа.

(5) В способе получения по настоящему изобретению, температура сушки не превышает 100°C, что предотвращает образование дополнительных оксидов железа при более высокой температуре.

(6) Состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа, полученный по настоящему изобретению, может быть очень быстро восстановлен после его использования в качестве десульфуратора по любому из двух способов восстановления по настоящему изобретению. Восстановленный состав может быть восстановлен вновь после последующего использования, т.е. является рециркулируемым, в результате чего сохраняются ресурсы, снижается загрязнение отработанным агентом окружающей среды, что имеет большое экономическое значение.

(7) В двух способах восстановления по настоящему изобретению, как аморфный гидрат окиси железа, так и кристаллическая сера, могут быть оптимально утилизированы.

(8) Промывка отработанного состава водой перед измельчением эффективно удаляет примеси, покрывающие поверхность отработанного состава, чтобы они не оказывали влияние на последующие реакции.

(9) В двух способах восстановления, из порошка отработанного агента получают суспензию, а затем окисляют ее газом, содержащим кислород. Преимущество заключается в том, что процесс окисления может регулироваться и может достигаться хороший эффект окисления. К тому же, массовая доля твердых веществ в суспензии составляет 10-15%. При этом скорость окисления является достаточно высокой, и состав может быть окислен полностью. Т.е. при массовой доле твердых веществ в суспензии 10-15% обеспечивается быстрое и полное окисление состава.

(10) Отделение аморфного гидрата окиси железа от свободной серы с помощью флотации достигается за счет заполнения шлама воздухом и является полностью физическим способом. Этот способ является экономичным и не вредит окружающей среде.

(11) Отработанный состав измельчают до размера 100-400 меш (предпочтительно 200 меш), что улучшает окисление, извлечение и флотационное отделение.

(12) В способе получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа, фильтрационный кек помещают на воздух для естественного окисления, что имеет низкую стоимость.

(13) Десульфуратор по настоящему изобретению включает состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа и органическое связующее, где состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа, полученный с помощью упомянутого способа, имеет высокую степень поглощения серы (в анаэробных условиях, степень поглощения серы за один раз использования может достигать 56%), а также может быть легко восстановлен.

(14) Десульфуратор может дополнительно включать присадку, выбираемую из следующей группы: порошок древесных опилок, порошок рисовых отрубей, порошок

пшеничных отрубей или их смесь, чтобы десульфуратор имел рыхлую структуру и мог легко абсорбировать сульфиды.

(15) Органическим связующим может быть один или несколько из следующих ингредиентов: карбоксиметилцеллюлоза натрия, порошок сесбании, целлюлозный порошок. Эти связующие не могут покрывать поверхность аморфного гидрата окиси железа, таким образом не оказывают влияние на активность десульфуризации, и можно быть уверенным, что десульфуратор имеет высокую степень поглощения серы.

(16) Состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа, получаемый с помощью способа по настоящему изобретению, также может быть использован в других областях, кроме использования в качестве десульфуратора.

### **Варианты осуществления изобретения**

Пример 1 .

Получение состава, включающего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из 152 г твердого  $\text{FeSO}_4$  готовили раствор и помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли 58 г твердого  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  с одновременным перемешиванием до тех пор, пока уровень pH смеси не достигал 8. Через полчаса, раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали водой до тех пор, пока массовая доля  $\text{Na}^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не станет меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердых веществ в которой составляла около 30%. Затем воздух подавали в суспензию для окисления до тех пор, пока массовое соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $100^\circ\text{C}$  для получения из него состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 85%, а остальными составляющими были  $\text{NaSO}_4$ , вода и  $\text{TiO}_2$  ( $\text{TiO}_2$  является примесью, содержащейся в  $\text{FeSO}_4$ , которая также присутствует в следующих примерах), степень поглощения серы составляла 53%.

$\text{Fe}_t$  в этом примере является общим содержанием железа.  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  определяли с помощью фенантролиновой спектрофотометрии. Содержание  $\text{Na}^+$  определяли с помощью пламенной спектрометрии. В следующих примерах использовалось то же самое.

Способ восстановления 1 состава после его использования для десульфуризации

В реактор десульфуризации добавляли состав. После прохождения  $\text{H}_2\text{S}$  через реактор, полученный отработанный состав извлекали, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием мокрой шаровой мельницы в порошок с размером частиц 100 меш. В водной суспензии обеспечивали 5% мас. порошка. Суспензию насыщали

сжатым воздухом и брали пробу для проверки после завершения реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который экстрагировали трижды с помощью  $\text{CCl}_4$ . Экстракт объединяли и дистиллировали для извлечения кристаллической серы. Твердый остаток, оставшийся после экстрагирования, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. После обжига состава, его снова могли использовать в качестве десульфуратора. Состав имел степень поглощения серы 51%. После второго, третьего и четвертого процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 48%, 46% и 44% соответственно.

Способ восстановления 2 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 100 меш. В водной суспензии обеспечивали 5% мас. порошка, затем суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после завершения реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который добавляли во флотационный бак. Также добавляли воду, и насыщали шлам воздухом. За счет гидрофобности, свободную серу удаляли сливанием сверху заполненного бака. Осадком на дне бака являлся состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа. Свободную серу очищали экстрагированием или другими способами. После обжига состава, его можно было использовать снова в качестве десульфуратора. Состав имел степень поглощения серы 52%. После второго, третьего и четвертого повтора процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 50%, 48% и 46% соответственно.

#### Пример 2

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из 127 г твердого  $\text{FeCl}_2$  готовили раствор и помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли 88 г твердого  $\text{K}_2\text{CO}_3$  с одновременным перемешиванием до тех пор, пока уровень pH смешанного раствора не достигал 8. Через 1 ч раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{K}^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали

суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 15%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $Fe^{2+}/Fe_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при 90°C для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 80%, а остальными составляющими были KCl, вода,  $Fe_3O_4$  и неизвестные примеси, степень поглощения серы составляла 49,6%.

Содержание  $K^+$  определяли с помощью пламенной спектрометрии. В следующих примерах используется то же самое.

Способ восстановления 1 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $H_2S$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 200 меш. В водной суспензии обеспечивали 10% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после завершения реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $H_2S$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который экстрагировали трижды с помощью  $CS_2$ . Экстракт объединяли и дистиллировали для извлечения кристаллической серы. Твердый остаток, оставшийся после экстрагирования, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. После обжига состава, его снова могли использовать в качестве десульфуратора. Состав имел степень поглощения серы 48%. После второго, третьего и четвертого процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 46%, 44,5% и 42% соответственно.

Способ восстановления 2 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $H_2S$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 200 меш. В водной суспензии обеспечивали 10% мас. порошка, затем суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после завершения реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $H_2S$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам добавляли во флотационный бак. Также добавляли воду, жидкое стекло и керосин в качестве целевой добавки, и насыщали шлам воздухом. За счет гидрофобности, свободную серу удаляли сливанием сверху заполненного бака. Осадком на дне бака являлся состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа. Этот

состав обжигали, и его можно было вновь использовать в качестве десульфуратора. Состав имел степень поглощения серы 48%. После второго, третьего и четвертого повтора процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 46,5%, 45% и 44% соответственно.

Здесь целевая добавка помогает разделить аморфный гидрат окиси железа и свободную серу, как и в следующих примерах.

### Пример 3

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из 152 г твердого  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  готовили раствор и помещали его в реакционную емкость, затем туда добавляли 92 г твердого  $\text{NaHCO}_3$  с одновременным перемешиванием до тех пор, пока уровень pH не достигал 8. Через полчаса раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{Na}^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 30%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при 45°C для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 80%, а остальными составляющими были  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , вода и  $\text{TiO}_2$ , степень поглощения серы составляла 49,6%.

Способ восстановления 1 состава после его использования для десульфурации

Состав помещали в реактор десульфурации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 100 меш. В водной суспензии обеспечивали 5% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после завершения реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который экстрагировали трижды с помощью  $\text{CCl}_4$ . Экстракт объединяли и дистиллировали для извлечения кристаллической серы. Твердый остаток, оставшийся после экстрагирования, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. После обжига состава, его снова могли использовать в качестве десульфуратора. Состав имел степень поглощения серы 48,3%. После второго, третьего и четвертого процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 44,6%, 42,8% и 41,2% соответственно.

Способ восстановления 2 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $H_2S$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 100 меш. В водной суспензии обеспечивали 5% мас. порошка, затем суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после завершения реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $H_2S$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам добавляли во флотационный бак. Также добавляли воду и насыщали шлам воздухом. За счет гидрофобности, свободную серу удаляли сливанием сверху заполненного бака. Осадком на дне бака являлся состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа. Состав имел степень поглощения серы 47,8%. После второго, третьего и четвертого повтора процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 44,2%, 42,8% и 41,2% соответственно.

Пример 4

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из 127 г твердого  $FeCl_2 \cdot 4H_2O$  готовили раствор и помещали его в реакционную емкость, затем туда добавляли 128 г твердого  $KHCO_3$  с одновременным перемешиванием до тех пор, пока уровень pH не достигал 8. Через полтора часа, раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $K^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 10%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $Fe^{2+}/Fe_c$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при 30°C для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 88%, а остальными составляющими были KCl, вода и неизвестные примеси, степень поглощения серы составляла 54,6%.

Способ восстановления 1 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $H_2S$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 200 меш. В водной суспензии обеспечивали 10% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после завершения реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $H_2S$ , значит сульфид железа,

содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который экстрагировали трижды с помощью  $CS_2$ . Экстракт объединяли и дистиллировали для извлечения кристаллической серы. Твердый остаток, оставшийся после экстрагирования, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. После обжига состава, его снова могли использовать в качестве десульфуратора. Состав имел степень поглощения серы 52,9%. После второго, третьего и четвертого процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 49,4%, 48,1% и 46,3% соответственно.

Способ восстановления 2 состава после его использования для десульфурации

Состав помещали в реактор десульфурации. После пропускания через реактор  $H_2S$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 200 меш. В водной суспензии обеспечивали 10% мас. порошка, затем суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после завершения реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $H_2S$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам добавляли во флотационный бак. Также добавляли воду, жидкое стекло и керосин в качестве целевой добавки, и насыщали шлам воздухом. За счет гидрофобности, свободную серу удаляли сливанием сверху заполненного бака. Осадком на дне бака являлся состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа. Свободную серу очищали экстрагированием или другими способами. Состав имел степень поглощения серы 52,6%. После второго, третьего и четвертого повтора процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 48,8%, 47,0% и 45,2% соответственно.

Пример 5

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из твердого  $Fe(NO_3)_2 \cdot 6 H_2O$  готовили раствор и помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли твердый  $(NH_4)_2CO_3$  с одновременным перемешиванием. При завершении реакции уровень pH достигал 7,5. Раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $NH_4^+$ , содержащийся в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 10%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $Fe^{2+}/Fe_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор

фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при 80°C для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 100%, степень поглощения серы составляла 62%. Содержание  $\text{NH}_4^+$  определяли с помощью реактива Несслера.

В этом примере, содержание твердого  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  или соотношение двух веществ регулировали по уровню pH раствора. Следующие примеры являются аналогичными этому.

Способ восстановления 1 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 300 меш. В водной суспензии обеспечивали 15% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который экстрагировали трижды с помощью  $\text{CCl}_4$ . Экстракт объединяли и дистиллировали для извлечения кристаллической серы. Твердый остаток, оставшийся после экстрагирования, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. После обжига состава, его снова могли использовать в качестве десульфуратора. Состав имел степень поглощения серы 59%. После второго, третьего и четвертого процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 58%, 56% и 54% соответственно.

Способ восстановления 2 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 300 меш. В водной суспензии обеспечивали 15% мас. порошка, затем суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого периода времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам добавляли во флотационный бак. Также добавляли воду, жидкое стекло и керосин в качестве целевой добавки, и насыщали шлам воздухом. За счет гидрофобности, свободную серу удаляли сливанием сверху заполненного бака. Осадком на дне бака являлся состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа. Состав имел степень поглощения серы 59%. После

второго, третьего и четвертого повтора процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 58%, 56% и 54% соответственно.

#### Пример 6

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из твердого  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  готовили раствор и помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли твердый  $\text{NaHCO}_3$  с одновременным перемешиванием. При завершении реакции уровень pH достигал 8. Раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{Na}^+$ , содержащийся в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 5%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $70^\circ\text{C}$  для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 92%, а другими составляющими были  $\text{NaCl}$ , вода и неизвестные примеси, степень поглощения серы составляла 57%. Содержание  $\text{Cl}^-$  определяли с помощью ртутно-тиоцианитовой колориметрии.

Способ восстановления 1 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 400 меш. В водной суспензии обеспечивали 30% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который экстрагировали трижды с помощью  $\text{CS}_2$ . Экстракт объединяли и дистиллировали для извлечения кристаллической серы. Твердый остаток, оставшийся после экстрагирования, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. После обжига состава, его снова могли использовать в качестве десульфуратора. Состав имел степень поглощения серы 55%. После второго, третьего и четвертого процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 53%, 50% и 48% соответственно.

Способ восстановления 2 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной

среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 400 меш. В водной суспензии обеспечивали 30% мас. порошка, затем суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого периода времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам добавляли во флотационный бак. Также добавляли воду, жидкое стекло и керосин в качестве целевой добавки, и насыщали шлам воздухом. За счет гидрофобности, свободную серу удаляли сливанием сверху заполненного бака. Осадком на дне бака являлся состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа. Состав имел степень поглощения серы 55%. После второго, третьего и четвертого повтора процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 54%, 52% и 50% соответственно.

#### Пример 7

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из твердого  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  готовили раствор и помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли твердый  $\text{KHCO}_3$  с одновременным перемешиванием. При завершении реакции уровень pH достигал 8,5. Раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{K}^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 5%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $60^\circ\text{C}$  для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 90%, а другими составляющими были  $\text{K}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{TiO}_2$  и вода, степень поглощения серы составляла 55,8%.

Способ восстановления 1 состава после его использования для десульфуризации Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 400 меш. В водной суспензии обеспечивали 10% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения

твердого остатка, который экстрагировали трижды с помощью  $CS_2$ . Экстракт объединяли и дистиллировали для извлечения кристаллической серы. Твердый остаток, оставшийся после экстрагирования, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. После обжига состава, его снова могли использовать в качестве десульфуратора. Состав имел степень поглощения серы 54%. После второго, третьего и четвертого процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 50,8%, 48% и 46% соответственно.

Способ восстановления 2 состава после его использования для десульфурации. Состав помещали в реактор десульфурации. После пропускания через реактор  $H_2S$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 400 меш. В водной суспензии обеспечивали 30% мас. порошка, затем суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого периода времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $H_2S$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам добавляли во флотационный бак. Также добавляли воду, жидкое стекло и керосин в качестве целевой добавки, и насыщали шлам воздухом. За счет гидрофобности, свободную серу удаляли сливанием сверху заполненного бака. Осадком на дне бака являлся состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа. Состав имел степень поглощения серы 54%. После второго, третьего и четвертого повтора процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 51%, 49% и 48% соответственно.

#### Пример 8

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из твердого  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  готовили раствор и помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли твердый  $NH_4HCO_3$  с одновременным перемешиванием. При завершении реакции уровень pH достигал 8. Раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $NH_4^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 15%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $Fe^{2+}/Fe_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $-5^\circ C$  для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 80%, а другими составляющими были  $(NH_4)_2SO_4$ ,  $TiO_2$ , вода и  $Fe_3O_4$ , степень поглощения серы составляла 49,6%.

Способ восстановления 1 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $H_2S$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 400 меш. В водной суспензии обеспечивали 10% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $H_2S$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который экстрагировали трижды с помощью  $CS_2$ . Экстракт объединяли и дистиллировали для извлечения кристаллической серы. Твердый остаток, оставшийся после экстрагирования, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. После обжига состава, его снова могли использовать в качестве десульфуратора. Состав имел степень поглощения серы 48,1%. После второго, третьего и четвертого процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 44,3%, 42,5% и 41,0% соответственно.

Способ восстановления 2 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $H_2S$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 400 меш. В водной суспензии обеспечивали 30% мас. порошка, затем суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого периода времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $H_2S$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам добавляли во флотационный бак. Также добавляли воду, жидкое стекло и керосин в качестве целевой добавки, и насыщали шлам воздухом. За счет гидрофобности, свободную серу удаляли сливанием сверху заполненного бака. Осадком на дне бака являлся состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа. Состав имел степень поглощения серы 47,9%. После второго, третьего и четвертого повтора процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 44,5%, 42,7% и 41,2% соответственно.

Пример 9

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из 152 г твердого  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  готовили раствор и помещали его в реакционную емкость, затем туда добавляли 58 г твердого  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  с одновременным перемешиванием. При завершении реакции уровень pH достигал 8. Через полчаса раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{Na}^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 30%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $100^\circ\text{C}$  для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 85%, а другими составляющими были  $\text{NaSO}_4$ , вода и  $\text{TiO}_2$  ( $\text{TiO}_2$  является примесью  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , как и в следующих примерах), степень поглощения серы составляла 53%.

В этом примере  $\text{Fe}_t$  - общее содержание железа.  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  определяли с помощью фенантролиновой спектрофотометрии. Содержание  $\text{Na}^+$  определяли с помощью пламенной спектрометрии. Следующие примеры являются аналогичными.

Способ восстановления 1 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 100 меш. В водной суспензии обеспечивали 5% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который экстрагировали трижды с помощью  $\text{CCl}_4$ . Экстракт объединяли и дистиллировали для извлечения кристаллической серы. Твердый остаток, оставшийся после экстрагирования, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. После обжига состава, его снова могли использовать в качестве десульфуратора. Состав имел степень поглощения серы 51%. После второго, третьего и четвертого процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 48%, 46% и 44% соответственно.

Способ восстановления 2 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 100 меш. В водной суспензии обеспечивали 5% мас. порошка, затем суспензию насыщали сжатым

воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого периода времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам добавляли во флотационный бак. Также добавляли воду и насыщали шлам воздухом. За счет гидрофобности, свободную серу удаляли сливанием сверху заполненного бака. Осадком на дне бака являлся состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа. Свободную серу очищали с помощью экстрагирования или другими способами. Состав имел степень поглощения серы 52%. После второго, третьего и четвертого повтора процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 50%, 48% и 46% соответственно.

#### Пример 10

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из 88 г твердого  $\text{K}_2\text{CO}_3$  готовили раствор и помещали его в реакционную емкость, затем туда добавляли раствор, приготовленный из 127 г твердого  $\text{FeCl}_2$ , с одновременным перемешиванием до тех пор, пока уровень pH не достигал 8. Через полчаса раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{K}^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 15%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $90^\circ\text{C}$  для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 81%, а другими составляющими были  $\text{KCl}$ , вода,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  и неизвестные примеси, степень поглощения серы составляла 50,2%.

Содержание  $\text{K}^+$  определяли с помощью пламенной спектрометрии. Следующие примеры являются аналогичными.

Способ восстановления 1 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 200 меш. В водной суспензии обеспечивали 10% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий

аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который экстрагировали трижды с помощью  $CS_2$ . Экстракт объединяли и дистиллировали для извлечения кристаллической серы. Твердый остаток, оставшийся после экстрагирования, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. После обжига состава, его снова могли использовать в качестве десульфуратора. Состав имел степень поглощения серы 48%. После второго, третьего и четвертого процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 46%, 44,5% и 42% соответственно.

Способ восстановления 2 состава после его использования для десульфурации

Состав помещали в реактор десульфурации. После пропускания через реактор  $H_2S$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 200 меш. В водной суспензии обеспечивали 10% мас. порошка, затем суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого периода времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $H_2S$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам добавляли во флотационный бак. Также добавляли воду, жидкое стекло и керосин в качестве целевой добавки, и насыщали шлам воздухом. За счет гидрофобности, свободную серу удаляли сливанием сверху заполненного бака. Осадком на дне бака являлся состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа. Свободную серу очищали с помощью экстрагирования или другими способами. Состав имел степень поглощения серы 48%. После второго, третьего и четвертого повтора процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 46,5%, 45% и 44% соответственно.

Здесь целевая добавка способствует всплытию свободной серы для разделения аморфного гидрата окиси железа и свободной серы. Следующие примеры являются аналогичными.

#### Пример 11

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из 152 г твердого  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  готовили раствор и помещали его в реакционную емкость, затем туда добавляли раствор, приготовленный из 92 г твердого  $NaHCO_3$ , с одновременным перемешиванием до тех пор, пока уровень pH не достигал 8,5. Через полчаса раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $Na^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой

составляла 30%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $Fe^{2+}/Fe_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при 45°C для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 80%, а другими составляющими были  $Na_2SO_4$  вода и  $TiO_2$ , степень поглощения серы составляла 49,6%.

Способ восстановления 1 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $H_2S$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 100 меш. В водной суспензии обеспечивали 5% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $H_2S$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который экстрагировали трижды с помощью  $CCl_4$ . Экстракт объединяли и дистиллировали для извлечения кристаллической серы. Твердый остаток, оставшийся после экстрагирования, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. После обжига состава, его снова могли использовать в качестве десульфуратора. Состав имел степень поглощения серы 48,5%. После второго, третьего и четвертого процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 46,0%, 44,8% и 42,4% соответственно.

Способ восстановления 2 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $H_2S$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 100 меш. В водной суспензии обеспечивали 5% мас. порошка, затем суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого периода времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $H_2S$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам добавляли во флотационный бак. Также добавляли воду, жидкое стекло и керосин в качестве целевой добавки, и насыщали шлам воздухом. За счет гидрофобности, свободную серу удаляли сливанием сверху заполненного бака. Осадком на дне бака являлся состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа. Свободную серу очищали с помощью экстрагирования

или другими способами. Состав имел степень поглощения серы 48,0%. После второго, третьего и четвертого повтора процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 44,5%, 43,1% и 42,4% соответственно.

#### Пример 12

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из 128 г твердого  $\text{KHSO}_3$  готовили раствор и помещали его в реакционную емкость, затем туда добавляли раствор, приготовленный из 127 г твердого  $\text{FeCl}_2$ , с одновременным перемешиванием до тех пор, пока уровень pH не достигал 8,0. Через полтора часа раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{K}^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 10%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $30^\circ\text{C}$  для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 88%, а другими составляющими были  $\text{KCl}$ , вода и неизвестные примеси, степень поглощения серы составляла 54,6%. Способ восстановления 1 состава после его использования для десульфуризации Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 200 меш. В водной суспензии обеспечивали 10% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который экстрагировали трижды с помощью  $\text{CS}_2$ . Экстракт объединяли и дистиллировали для извлечения кристаллической серы. Твердый остаток, оставшийся после экстрагирования, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. После обжига состава, его снова могли использовать в качестве десульфуратора. Состав имел степень поглощения серы 52,8%. После второго, третьего и четвертого процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 49,2%, 47,9% и 46,0% соответственно.

Способ восстановления 2 состава после его использования для десульфуризации Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ ,

извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 200 меш. В водной суспензии обеспечивали 10% мас. порошка, затем суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого периода времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам добавляли во флотационный бак. Также добавляли воду, жидкое стекло и керосин в качестве целевой добавки, и насыщали шлам воздухом. За счет гидрофобности, свободную серу удаляли сливанием сверху заполненного бака. Осадком на дне бака являлся состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа. Свободную серу очищали с помощью экстрагирования или другими способами. Состав имел степень поглощения серы 52,8%. После второго, третьего и четвертого повтора процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 49,0%, 47,8% и 45,8% соответственно.

#### Пример 13

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из твердого  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_2$  готовили раствор и помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли раствор, приготовленный из твердого  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ . Уровень pH при завершении реакции достигал 7,5. Раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{NH}_4^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 10%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $80^\circ\text{C}$  для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 100%, степень поглощения серы составляла 62%. Содержание  $\text{NH}_4^+$  определяли с помощью реактива Несслера.

В этом примере содержание твердого  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  или соотношение двух веществ регулировали по уровню pH раствора. Следующие примеры являются аналогичными.

Способ восстановления 1 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 300 меш. В водной суспензии обеспечивали 15% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом

хом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $H_2S$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который экстрагировали трижды с помощью  $CCl_4$ . Экстракт объединяли и дистиллировали для извлечения кристаллической серы. Твердый остаток, оставшийся после экстрагирования, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. После обжига состава, его снова могли использовать в качестве десульфуратора. Состав имел степень поглощения серы 59%. После второго, третьего и четвертого процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 58%, 56% и 54% соответственно.

Способ восстановления 2 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $H_2S$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 300 меш. В водной суспензии обеспечивали 15% мас. порошка, затем суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого периода времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $H_2S$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам добавляли во флотационный бак. Также добавляли воду, жидкое стекло и керосин в качестве целевой добавки, и насыщали шлам воздухом. За счет гидрофобности, свободную серу удаляли сливанием сверху заполненного бака. Осадком на дне бака являлся состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа. Свободную серу очищали с помощью экстрагирования или другими способами. Состав имел степень поглощения серы 59%. После второго, третьего и четвертого повтора процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 58%, 56% и 54% соответственно.

Пример 14

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из твердого  $NaHCO_3$  готовили раствор и помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли раствор, приготовленный из твердого  $FeCl_2$ . Уровень pH при завершении реакции достигал 8. Раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $Na^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 5%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое

соотношение  $Fe^{2+}/Fe_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $70^{\circ}C$  для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 92%, а остальными составляющими были NaCl, вода и неизвестные примеси, степень поглощения серы составляла 57%. Содержание  $Cl^-$  определяли с помощью ртутно-тиоцианитовой колориметрии.

Способ восстановления 1 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $H_2S$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 400 меш. В водной суспензии обеспечивали 30% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $H_2S$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который экстрагировали трижды с помощью  $CCl_4$ . Экстракт объединяли и дистиллировали для извлечения кристаллической серы. Твердый остаток, оставшийся после экстрагирования, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. После обжига состава, его снова могли использовать в качестве десульфуратора. Состав имел степень поглощения серы 55%. После второго, третьего и четвертого процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 53%, 50% и 48% соответственно.

Способ восстановления 2 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $H_2S$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 400 меш. В водной суспензии обеспечивали 30% мас. порошка, затем суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого периода времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $H_2S$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам добавляли во флотационный бак. Также добавляли воду, жидкое стекло и керосин в качестве целевой добавки, и насыщали шлам воздухом. За счет гидрофобности, свободную серу удаляли сливанием сверху заполненного бака. Осадком на дне бака являлся состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа. После обжига, состав можно было использовать снова в качестве десульфуратора. Состав имел степень поглощения серы 55%. После второго,

третьего и четвертого повтора процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 54%, 52% и 50% соответственно.

#### Пример 15

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из твердого  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  готовили раствор и смешивали его с раствором  $\text{KHSO}_3$  за счет их одновременной подачи в реакционную емкость, где происходила реакция смешанного раствора. Уровень pH при завершении реакции достигал 8,5. Раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{K}^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 5%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $60^\circ\text{C}$  для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 89%, а остальными составляющими были  $\text{K}_2\text{SO}_4$ , вода и неизвестные примеси, с степенью поглощения серы 55%.

Способ восстановления 1 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 400 меш. В водной суспензии обеспечивали 10% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который экстрагировали трижды с помощью  $\text{CS}_2$ . Экстракт объединяли и дистиллировали для извлечения кристаллической серы. Твердый остаток, оставшийся после экстрагирования, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. После обжига состава, его снова могли использовать в качестве десульфуратора. Состав имел степень поглощения серы 53%. После второго, третьего и четвертого процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 51%, 48% и 46% соответственно.

Способ восстановления 2 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной

среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 400 меш. В водной суспензии обеспечивали 30% мас. порошка, затем суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого периода времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам добавляли во флотационный бак. Также добавляли воду, жидкое стекло и керосин в качестве целевой добавки, и насыщали шлам воздухом. За счет гидрофобности, свободную серу удаляли сливанием сверху заполненного бака. Осадком на дне бака являлся состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа. После обжига, состав можно было использовать снова в качестве десульфуратора. Состав имел степень поглощения серы 53%. После второго, третьего и четвертого повтора процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 51%, 49% и 48% соответственно.

#### Пример 16

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из твердого  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  готовили раствор и смешивали его с раствором  $\text{NH}_4\text{HCO}_3$ , за счет их одновременной подачи в реакционную емкость, где происходила реакция смешанного раствора. Уровень pH при завершении реакции достигал 8. Раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{NH}_4^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 15%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $-5^\circ\text{C}$  для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 80%, а остальными составляющими были  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ , вода и  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , степень поглощения серы составляла 49,6%.

Способ восстановления 1 состава после его использования для десульфуризации

Состав помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 400 меш. В водной суспензии обеспечивали 10% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит

сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который экстрагировали трижды с помощью  $CS_2$ . Экстракт объединяли и дистиллировали для извлечения кристаллической серы. Твердый остаток, оставшийся после экстрагирования, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. После обжига состава, его снова могли использовать в качестве десульфуратора. Состав имел степень поглощения серы 48,1%. После второго, третьего и четвертого процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 44,3%, 42,5% и 41,0% соответственно.

Способ восстановления 2 состава после его использования для десульфурации

Состав помещали в реактор десульфурации. После пропускания через реактор  $H_2S$ , извлекали полученный отработанный состав, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 400 меш. В водной суспензии обеспечивали 30% мас. порошка, затем суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого периода времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $H_2S$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам добавляли во флотационный бак. Также добавляли воду, жидкое стекло и керосин в качестве целевой добавки, и насыщали шлам воздухом. За счет гидрофобности, свободную серу удаляли сливанием сверху заполненного бака. Осадком на дне бака являлся состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа. После обжига, состав можно было использовать снова в качестве десульфуратора. Состав имел степень поглощения серы 47,9%. После второго, третьего и четвертого повтора процесса восстановления, состав имел степень поглощения серы 44,5%, 42,7% и 41,2% соответственно.

Пример 17

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из 3040 г твердого  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  готовили раствор и помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли раствор из 1160 г твердого  $Na_2CO_3$  с одновременным перемешиванием. Уровень pH при завершении реакции достигал 8. Через полчаса, раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $Na^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 30%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $Fe^{2+}/Fe_t$  не

стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при 100°C для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 85%, а остальными составляющими были NaSO<sub>4</sub>, вода и TiO<sub>2</sub> (TiO<sub>2</sub> является примесью FeSO<sub>4</sub>, как и в следующих примерах), степень поглощения серы составляла 53%.

Fe<sub>t</sub> в этом примере является общим содержанием железа. Fe<sup>2+</sup>/Fe<sub>t</sub> определяли с помощью фенантролиновой спектрофотометрии. Содержание Na<sup>+</sup> определяли с помощью пламенной спектрометрии. Массовую долю аморфного гидрата окиси железа в составе определяли с помощью трихлорид титанового дихромат калиевого объемно-метрического метода, этот метод является методом по национальному стандарту GB6730.5-86, служащему для анализа железной руды. Следующие примеры являются аналогичными.

#### Получение и восстановление десульфуратора

500 г состава, включающего аморфный гидрат окиси железа с размером частиц 100 меш, 40 г порошка сесбании и 10 г древесных опилок смешивали с подходящим количеством воды, используя небольшую мешалку, и экструдировали, используя небольшой двухшнековый экструдер, для получения десульфуратора в форме ленты. Десульфуратор обжигали при 70°C в течение 6 час, после чего степень поглощения серы составляла 50%. Этот десульфуратор назвали десульфуратором А.

Десульфуратор А помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор H<sub>2</sub>S, извлекали продукт реакции, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 100 меш. В водной суспензии обеспечивали 10% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали H<sub>2</sub>S, значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам помещали во флотационный бак, также туда добавляли воду и насыщали воздухом. Свободную серу, добавку и связующее удаляли с избытком воздуха сливом через верх заполненного бака. Твердый остаток, оставшийся на дне бака, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. Свободную серу извлекали с помощью экстрагирования или другими способами. Состав, включающий аморфный гидрат окиси железа, обжигали при 80°C, а порошок сесбании и древесные опилки добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (десульфуратора В) со степенью поглощения серы 48%.

Десульфуратор В использовали для десульфуризации и восстанавливали в соответствии с описанным процессом для десульфуратора В. Новый десульфуратор (десульфуратор С) имел степень поглощения серы 46%.

После четырех повторных процессов десульфуризации и восстановления, пятый десульфуратор (десульфуратор Е) имел степень поглощения серы 40%.

#### Пример 18

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из 880 г твердого  $K_2CO_3$  готовили раствор и помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли раствор из 1270 г твердого  $FeCl_2$  с одновременным перемешиванием до тех пор, пока уровень рН смеси не достигнет 8. Через полчаса, раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $K^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 15%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $Fe^{2+}/Fe_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при 90°C для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 81%, а остальными составляющими были  $KCl$ , вода,  $Fe_3O_4$  и неизвестные примеси, степень поглощения серы составляла 50,2%.

Содержание  $K^+$  определяли с помощью пламенной спектрометрии. Следующие примеры являются аналогичными.

#### Получение и восстановление десульфуратора

400 г состава, включающего аморфный гидрат окиси железа с размером частиц 100 меш, 48 г порошка сесбании и 5 г порошка сухого риса равномерно смешивали с подходящим количеством воды, используя небольшую мешалку, и экструдировали, используя небольшой двухшнековый экструдер, для получения ленты. Ленту далее обрабатывали, используя таблетировочную машину, для получения таблетированного десульфуратора. Десульфуратор обжигали в печи при 60°C в течение 7 час, после чего степень поглощения серы составляла 47,5%. Этот десульфуратор назвали десульфуратором А.

Десульфуратор А помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $H_2S$ , извлекали продукт реакции, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 200 меш. В водной суспензии обеспечивали 15% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после

реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который экстрагировали трижды с помощью  $\text{CS}_2$ . Экстракт объединяли и дистиллировали для извлечения кристаллической серы. Твердый остаток, оставшийся после экстрагирования, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. Состав, включающий аморфный гидрат окиси железа обжигали при  $70^\circ\text{C}$ , а порошок сесбании и порошок сухого риса добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (десульфуратора В) со степенью поглощения серы 43%.

Десульфуратор В использовали для десульфуризации в реакторе десульфуризации, а продукт реакции извлекали после пропускания  $\text{H}_2\text{S}$  через реактор. Затем продукт реакции восстанавливали в соответствии с описанным процессом для восстановления десульфуратора А. Порошок сесбании и порошок сухого риса добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (десульфуратора С), имеющего степень поглощения серы 40,5%.

#### Пример 19

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Раствор из 3040 г твердого  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли раствор из 1840 г твердого  $\text{NaHCO}_3$  с одновременным перемешиванием до тех пор, пока уровень рН смеси не достигнет 8,5. Через полчаса, раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{Na}^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 30%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $45^\circ\text{C}$  для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 80%, а остальными составляющими были  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , вода и  $\text{TiO}_2$ , степень поглощения серы составляла 49,6%.

Получение и восстановление десульфуратора

1000 г состава, включающего аморфный гидрат окиси железа с размером частиц 100 меш и 80 г порошка сесбании равномерно смешивали в смесителе и экструдировали, используя аппарат, предназначенный для формирования смеси в форме водяного ореха,

для получения шарообразного десульфуратора (диаметром 3-5 мм). Десульфуратор обжигали в печи при 90°C в течение 4 час, после чего степень поглощения серы составляла 48%. Этот десульфуратор назвали десульфуратором А.

Десульфуратор А помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $H_2S$ , извлекали продукт реакции, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 400 меш. В водной суспензии обеспечивали 5% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $H_2S$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам помещали во флотационный бак. Также туда добавляли воду, жидкое стекло и керосин в качестве целевой добавки, и насыщали воздухом, а свободную серу, добавку и связующее удаляли с избытком воздуха сливом через верх заполненного бака. Твердый остаток, оставшийся на дне бака, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. Свободную серу извлекали с помощью экстрагирования или другими способами. Состав, включающий аморфный гидрат окиси железа обжигали при 80°C, а порошок сесбании добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (десульфуратор В) со степенью поглощения серы 45%.

Десульфуратор В использовали для десульфуризации в реакторе десульфуризации, а продукт реакции извлекали после пропускания  $H_2S$  через реактор. Затем продукт реакции восстанавливали в соответствии с описанным процессом для восстановления десульфуратора А и обжигали. Порошок сесбании добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (С), имеющего степень поглощения серы 42%.

Здесь целевая добавка ускоряет разделение аморфного гидрата окиси железа и свободной серы. Следующие примеры являются аналогичными.

#### Пример 20

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Раствор из 1280 г твердого  $KHCO_3$  помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли раствор из 1270 г твердого  $FeCl_2$  с одновременным перемешиванием до тех пор, пока уровень рН смеси не достигнет 8,0. Через полтора часа раствор фильтровали, и

фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $K^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 10%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $Fe^{2+}/Fe_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при 30°C для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 88%, а остальными составляющими были KCl, вода и неизвестные примеси, степень поглощения серы составляла 54,6%.

#### Получение и восстановление десульфуратора

500 г состава, включающего аморфный гидрат окиси железа с размером частиц 100 меш, 45 г карбоксиметилцеллюлозы натрия (предварительно растворенную) и 10 г порошка пшеничных отрубей равномерно смешивали с определенным количеством воды, используя небольшую мешалку, и экструдировали, используя небольшой двухшнековый экструдер, для получения ленты, которую далее обрабатывали с помощью таблетировочной машины для получения таблетированного десульфуратора. Десульфуратор обжигали в печи при 75°C в течение 5 час, после чего степень поглощения серы составляла 52%. Этот десульфуратор назвали десульфуратором А.

Десульфуратор А помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $H_2S$ , извлекали продукт реакции, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 200 меш. В водной суспензии обеспечивали 30% мас. порошок. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $H_2S$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам помещали во флотационный бак. Также туда добавляли воду, жидкое стекло и керосин в качестве целевой добавки, и насыщали воздухом, а свободную серу, добавку и связующее удаляли с избытком воздуха сливом через верх заполненного бака. Твердый остаток, оставшийся на дне бака, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. Свободную серу извлекали с помощью экстрагирования или другими способами. Состав, включающий аморфный гидрат окиси железа обжигали при 75°C, а карбоксиметилцеллюлозу натрия (предварительно растворенную) и порошок пшеничных отрубей добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (десульфуратора В) со степенью поглощения серы 49%.

Десульфуратор В использовали для десульфуризации в реакторе десульфуризации, а продукт реакции извлекали после пропускания  $\text{H}_2\text{S}$  через реактор. Затем продукт реакции восстанавливали в соответствии с описанным процессом для восстановления десульфуратора А, а карбоксиметилцеллюлозу натрия и порошок пшеничных отрубей добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (С), имеющего степень поглощения серы 47%.

После четырех повторных процессов десульфуризации и восстановления, описанных выше, пятый десульфуратор (десульфуратор Е) имел степень поглощения серы 42%.

#### Пример 21

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из твердого  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_2$  готовили раствор и помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли раствор, приготовленный из твердого  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ , с одновременным перемешиванием. После завершения реакции уровень рН смеси достигал 7,5. Раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{NH}_4^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 10%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $85^\circ\text{C}$  для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 99%, а другим составляющим была вода, степень поглощения серы составила 59%. Содержание  $\text{NH}_4^+$  определяли с помощью реагента Несслера.

Содержание твердого  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  или соотношение двух веществ в этом примере регулировали по уровню рН раствора. Следующие примеры являются аналогичными.

Получение и восстановление десульфуратора

500 г состава, включающего аморфный гидрат окиси железа с размером частиц 100 меш, и 50 г целлюлозного порошка равномерно смешивали с определенным количеством воды, используя небольшую мешалку, и экструдировали, используя небольшой двухшнековый экструдер, для получения ленты, которую далее обрабатывали с помощью таблетировочной машины для получения таблетированного десульфуратора. Десульфуратор обжигали в печи при  $80^\circ\text{C}$  в течение 4 час, после чего степень поглощения серы составляла 56%. Этот десульфуратор назвали десульфуратором А.

Десульфуратор А помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали продукт реакции, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 200 меш. В водной суспензии обеспечивали 15% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который экстрагировали трижды с помощью  $\text{CCl}_4$ . Экстракт объединяли и дистиллировали для извлечения кристаллической серы. Твердый остаток, оставшийся после экстрагирования, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. Состав, включающий аморфный гидрат окиси железа обжигали при  $70^\circ\text{C}$ , и целлюлозный порошок добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (десульфуратора В) со степенью поглощения серы 54%.

Десульфуратор В использовали для десульфуризации в реакторе десульфуризации, а продукт реакции извлекали после пропускания  $\text{H}_2\text{S}$  через реактор. Затем продукт реакции восстанавливали в соответствии с описанным процессом для восстановления десульфуратора А. Затем целлюлозный порошок добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (С), имеющего степень поглощения серы 50%.

После четырех повторных процессов десульфуризации и восстановления, описанных выше, пятый десульфуратор (десульфуратор Е) имел степень поглощения серы 45%.

## Пример 22

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из твердого  $\text{NaHCO}_3$  готовили раствор и помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли раствор, приготовленный из твердого  $\text{FeCl}_2$ , с одновременным перемешиванием. После завершения реакции уровень рН смеси достигал 8. Раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{Na}^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 5%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не

стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при 70°C для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 92%, а остальными составляющими были NaCl, вода и неизвестные примеси, степень поглощения серы составляла 57%. Содержание Cl<sup>-</sup> определяли с помощью ртутно-тиоцианатовой колориметрии.

#### Получение и восстановление десульфуратора

500 г состава, включающего аморфный гидрат окиси железа с размером частиц 100 меш, 40 г целлюлозного порошка и 6 г порошка сухого риса равномерно смешивали с определенным количеством воды, используя небольшую мешалку, и экструдировали, используя небольшой двухшнековый экструдер, для получения ленты, которую далее обрабатывали с помощью таблетировочной машины для получения таблетированного десульфуратора. Десульфуратор сушили естественным способом при комнатной температуре в течение 20 час, после чего степень поглощения серы составляла 55%. Этот десульфуратор называли десульфуратором А.

Десульфуратор А помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор H<sub>2</sub>S, извлекали продукт реакции, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 200 меш. В водной суспензии обеспечивали 30% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали H<sub>2</sub>S, значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который помещали во флотационный бак. Также туда добавляли воду, жидкое стекло и керосин в качестве целевой добавки, и насыщали воздухом, а свободную серу, добавку и связующее удаляли с избытком воздуха сливом через верх заполненного бака. Твердый остаток, оставшийся на дне бака, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. Свободную серу извлекали с помощью экстрагирования или другими способами. Состав, включающий аморфный гидрат окиси железа обжигали при 75°C, а целлюлозный порошок и порошок сухого риса добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (В) со степенью поглощения серы 51%.

Десульфуратор В использовали для десульфуризации в реакторе десульфуризации, а продукт реакции извлекали после пропускания H<sub>2</sub>S через реактор. Затем продукт реакции восстанавливали в соответствии с описанным процессом для восстановления

десульфуратора А, а целлюлозный порошок и порошок сухого риса добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (С), имеющего степень поглощения серы 47%.

#### Пример 23

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из твердого  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  готовили раствор и смешивали его с раствором  $\text{KHCO}_3$  за счет их одновременной подачи в реакционную емкость, где происходила реакция смешанного раствора. После завершения реакции уровень рН смеси достигал 8,5. Раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{K}^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 1%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 10%. Затем суспензию окисляли воздухом естественным образом до тех пор, пока массовое соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не стало меньше 10%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $60^\circ\text{C}$  для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 86%, а остальными составляющими были  $\text{K}_2\text{SO}_4$ , вода и неизвестные примеси, степень поглощения серы составляла 53%.

Получение и восстановление десульфуратора

500 г состава, включающего аморфный гидрат окиси железа с размером частиц 100 меш, и 67 г карбоксиметилцеллюлозы натрия (предварительно растворенной) равномерно смешивали с определенным количеством воды, используя небольшую мешалку, и экструдировали, используя небольшой двухшнековый экструдер, для получения ленты, которую далее обрабатывали с помощью таблетировочной машины для получения таблетированного десульфуратора. Десульфуратор обжигали при  $75^\circ\text{C}$  в течение 5 час, после чего степень поглощения серы составляла 49%. Этот десульфуратор назвали десульфуратором А.

Десульфуратор А помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали продукт реакции, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 200 меш. В водной суспензии обеспечивали 30% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат

окси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка. Твердый остаток помещали во флотационный бак. Также туда добавляли воду, жидкое стекло и керосин в качестве целевой добавки, и насыщали воздухом, а свободную серу, добавку и связующее удаляли с избытком воздуха сливом через верх заполненного бака. Твердый остаток, оставшийся на дне бака, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. Свободную серу извлекали с помощью экстрагирования или другими способами. Состав, включающий аморфный гидрат окиси железа обжигали при  $75^{\circ}\text{C}$ , а карбоксиметилцеллюлозу натрия (предварительно растворенную) добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (В) со степенью поглощения серы 47%.

Десульфуратор В использовали для десульфуризации в реакторе десульфуризации, а продукт реакции извлекали после пропускания  $\text{H}_2\text{S}$  через реактор. Затем продукт реакции восстанавливали в соответствии с описанным процессом для восстановления десульфуратора А, а карбоксиметилцеллюлозу натрия добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (С), имеющего степень поглощения серы 45,5%.

После четырех повторных процессов десульфуризации и восстановления, пятый десульфуратор (Е) имел степень поглощения серы 42%.

#### Пример 24

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из твердого  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  готовили раствор и смешивали его с раствором  $\text{NH}_4\text{HCO}_3$ , за счет их одновременной подачи в реакционную емкость, где происходила реакция смешанного раствора. После завершения реакции уровень рН смеси достигал 8. Раствор фильтровали, и фильтрационный кек окисляли воздухом естественным образом до тех пор, пока соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не стало меньше 10%. Затем фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{NH}_4^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $-5^{\circ}\text{C}$  для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 75%, а остальными составляющими были  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ , вода и  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , степень поглощения серы составляла 46,5%.

Получение и восстановление десульфуратора

485 г состава, включающего аморфный гидрат окиси железа с размером частиц 100 меш, 40 г порошка сесбании и 25 г порошка пшеничных отрубей равномерно смешивали с определенным количеством воды, используя небольшую мешалку, и экструдировали, используя небольшой двухшнековый экструдер, для получения десульфуратора в форме ленты. Десульфуратор обжигали при 30°C в течение 15 час, после чего степень поглощения серы составляла 42%. Этот десульфуратор назвали десульфуратором А.

Десульфуратор А помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $H_2S$ , извлекали продукт реакции, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 100 меш. В водной суспензии обеспечивали 10% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $H_2S$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка. Твердый остаток помещали во флотационный бак. Также туда добавляли воду и насыщали воздухом, а свободную серу, добавку и связующее удаляли с избытком воздуха сливом через верх заполненного бака. Твердый остаток, оставшийся на дне бака, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. Свободную серу извлекали с помощью экстрагирования или другими способами. Состав, включающий аморфный гидрат окиси железа, обжигали при 80°C, а порошок сесбании и порошок пшеничных отрубей добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (В) со степенью поглощения серы 41%.

Десульфуратор В использовали для десульфуризации в реакторе десульфуризации, а продукт реакции извлекали после пропускания  $H_2S$  через реактор. Затем продукт реакции восстанавливали в соответствии с описанным процессом для восстановления десульфуратора А, а затем обжигали. Порошок сесбании и порошок пшеничных отрубей добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (С), имеющего степень поглощения серы 38%.

#### Пример 25

400 г десульфуратора Е, восстановленного в примере 1, и 100 г состава, включающего аморфный гидрат окиси железа, полученного в соответствии с примером 1 с размером частиц 100 меш, 35 г порошка сесбании и 20 г древесных опилок равномерно смешивали с определенным количеством воды, используя небольшую мешалку, и

экструдировали, используя небольшой двухшнековый экструдер, для получения десульфуратора в форме ленты. Десульфуратор сушили естественным образом в течение 10 час на воздухе, после чего степень поглощения серы составляла 43%.

#### Пример 26

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из 3040 г твердого  $\text{FeSO}_4$  готовили раствор и помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли раствор из 1160 г твердого  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  с одновременным перемешиванием до тех пор, пока уровень pH смеси не достигнет 8. Через полчаса раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{Na}^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 30%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $100^\circ\text{C}$  для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 85%, а остальными составляющими были  $\text{NaSO}_4$ , вода и  $\text{TiO}_2$  ( $\text{TiO}_2$  является примесью  $\text{FeSO}_4$ , как и в следующих примерах), при этом степень поглощения серы составила 53%.

$\text{Fe}_t$  в этом примере является общим содержанием железа.  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  определяли с помощью фенантролиновой спектрофотометрии. Содержание  $\text{Na}^+$  определяли с помощью пламенной спектрометрии. Массовую долю аморфного гидрата окиси железа, содержащегося в составе, определяли с помощью трихлорид титанового дихромат калиевого объемно-метрического метода, этот метод является методом по национальному стандарту GB6730.5-86, служащему для исследования железной руды. Следующие примеры являются аналогичными.

#### Получение и восстановление десульфуратора

500 г состава, включающего аморфный гидрат окиси железа с размером частиц 100 меш, 40 г порошка сесбании и 10 г древесных опилок равномерно смешивали с определенным количеством воды, используя небольшую мешалку, и экструдировали, используя небольшой двухшнековый экструдер, для получения десульфуратора в форме ленты. Десульфуратор обжигали в печи при  $70^\circ\text{C}$  в течение 6 час, после чего степень поглощения серы составляла 50%. Этот десульфуратор назвали десульфуратором А.

Десульфуратор А помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали продукт реакции, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 100 меш. В водной

суспензии обеспечивали 10% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам помещали во флотационный бак, также туда добавляли воду и насыщали воздухом. Свободную серу, добавку и связующее удаляли с избытком воздуха сливом через верх заполненного бака. Твердый остаток, оставшийся на дне бака, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. Свободную серу извлекали с помощью экстрагирования или другими способами. Состав, включающий аморфный гидрат окиси железа обжигали при  $80^\circ\text{C}$ , а порошок сесбании и древесные опилки добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (В) со степенью поглощения серы 48%.

Десульфуратор В использовали для десульфуризации в реакторе десульфуризации, а продукт реакции извлекали после пропускания  $\text{H}_2\text{S}$  через реактор. Затем продукт реакции восстанавливали в соответствии с описанным процессом для восстановления десульфуратора А, а затем обжигали. Порошок сесбании и древесные опилки добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (С), имеющего степень поглощения серы 46%.

После четырех повторных процессов десульфуризации и восстановления, полученный пятый десульфуратор (Е) имел степень поглощения серы 40%.

#### Пример 27

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из 1270 г твердого  $\text{FeCl}_2$  готовили раствор и помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли 880 г твердого  $\text{K}_2\text{CO}_3$  с одновременным перемешиванием до тех пор, пока уровень рН смеси не достигнет 8. Через час раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{K}^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 15%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $90^\circ\text{C}$  для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата

оксида железа составляла 80%, а остальными составляющими были KCl, вода и Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, степень поглощения серы составляла 49,6%.

Содержание K<sup>+</sup> определяли с помощью пламенной спектрометрии. Следующие примеры являются аналогичными.

#### Получение и восстановление десульфуратора

400 г состава, включающего аморфный гидрат окиси железа с размером частиц 100 меш, 48 г порошка сесбании и 5 г порошка сухого риса равномерно смешивали с определенным количеством воды, используя небольшую мешалку, и экструдировали, используя небольшой двухшнековый экструдер, для получения ленты, которую далее обрабатывали с помощью таблетировочной машины, для получения таблетированного десульфуратора. Десульфуратор обжигали в печи при 60°C в течение 7 час, после чего степень поглощения серы составляла 47%. Этот десульфуратор назвали десульфуратором А.

Десульфуратор А помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор H<sub>2</sub>S, извлекали продукт реакции, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 200 меш. В водной суспензии обеспечивали 15% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали H<sub>2</sub>S, значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который экстрагировали трижды с помощью CS<sub>2</sub>. Экстракт объединяли и дистиллировали для извлечения кристаллической серы. Твердый остаток, оставшийся после экстрагирования, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. Состав, включающий аморфный гидрат окиси железа, обжигали при 70°C, а порошок сесбании и порошок сухого риса добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (В) со степенью поглощения серы 44,5%.

Десульфуратор В использовали для десульфуризации в реакторе десульфуризации, а продукт реакции извлекали после пропускания H<sub>2</sub>S через реактор. Затем продукт реакции восстанавливали в соответствии с описанным процессом для восстановления десульфуратора А. Затем порошок сесбании и порошок сухого риса добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (С), имеющего степень поглощения серы 42,5%.

#### Пример 28

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из 1520 г твердого  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  готовили раствор и помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли 920 г твердого  $\text{NaHCO}_3$  с одновременным перемешиванием до тех пор, пока уровень pH смеси не достигнет 8. Через полчаса, раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{Na}^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 30%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при 45°C для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 80%, а остальными составляющими были  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , вода и  $\text{TiO}_2$ , степень поглощения серы составляла 49,6%.

Получение и восстановление десульфуратора

1000 г состава, включающего аморфный гидрат окиси железа с размером частиц 100 меш, и 80 г порошка сесбании равномерно смешивали в смесителе и экструдировали, используя аппарат, предназначенный для формирования смеси в форме водяного ореха, для получения шарообразного десульфуратора (диаметром 3-5 мм). Десульфуратор обжигали в печи при 90°C в течение 4 час, после чего степень поглощения серы составляла 48%. Этот десульфуратор назвали десульфуратором А.

Десульфуратор А помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали продукт реакции, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 400 меш. В водной суспензии обеспечивали 5% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам помещали во флотационный бак. Также туда добавляли воду, жидкое стекло и керосин в качестве целевой добавки, и насыщали воздухом, а свободную серу, добавку и связующее удаляли с избытком воздуха сливом через верх заполненного бака. Твердый остаток, оставшийся на дне бака, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. Свободную серу извлекали с помощью экстрагирования или другими способами. Состав, включающий аморфный гидрат окиси железа, обжигали при 80°C, а порошок сесбании добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции,

описанными выше, для получения нового десульфуратора (В) со степенью поглощения серы 46%.

Десульфуратор В использовали для десульфуризации в реакторе десульфуризации, а продукт реакции извлекали после пропускания  $H_2S$  через реактор. Затем продукт реакции восстанавливали в соответствии с описанным процессом для восстановления десульфуратора А и обжигали. Порошок сесбании добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (С), имеющего степень поглощения серы 44%.

После четырех повторных представленных процессов, пятый десульфуратор (Е) имел степень поглощения серы 40%.

Здесь целевая добавка ускоряет разделение аморфного гидрата окиси железа и свободной серы. Следующие примеры являются аналогичными.

#### Пример 29

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из 1270 г твердого  $FeCl_2 \cdot 4H_2O$  готовили раствор и помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли 1280 г твердого  $KHCO_3$  с одновременным перемешиванием до тех пор, пока уровень рН смеси не достигнет 8. Через полтора часа, раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $K^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 10%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $Fe^{2+}/Fe_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $30^\circ C$  для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 88%, а остальными составляющими были  $KCl$ , вода и неизвестные примеси, степень поглощения серы составляла 54,6%.

#### Получение и восстановление десульфуратора

500 г состава, включающего аморфный гидрат окиси железа с размером частиц 100 меш, 45 г карбоксиметилцеллюлозы натрия (предварительно растворенной) и 10 г порошка пшеничных отрубей равномерно смешивали с определенным количеством воды, используя небольшую мешалку, и экструдировали, используя небольшой двухшнековый экструдер, для получения ленты, которую далее обрабатывали с помощью таблетировочной машины,

для получения таблетированного десульфуратора. Десульфуратор обжигали в печи при  $75^{\circ}\text{C}$  в течение 5 час, после чего степень поглощения серы составляла 52%.

Десульфуратор А помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали продукт реакции, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 200 меш. В водной суспензии обеспечивали 30% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам помещали во флотационный бак. Также туда добавляли воду, жидкое стекло и керосин в качестве целевой добавки, и насыщали воздухом, а свободную серу, добавку и связующее удаляли с избытком воздуха сливом через верх заполненного бака. Твердый остаток, оставшийся на дне бака, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. Свободную серу извлекали с помощью экстрагирования или другими способами. Состав, включающий аморфный гидрат окиси железа, обжигали при  $75^{\circ}\text{C}$ , а карбоксиметилцеллюлозу натрия (предварительно растворенную) и порошок пшеничных отрубей добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (десульфуратора В) со степенью поглощения серы 49%.

Десульфуратор В использовали для десульфуризации в реакторе десульфуризации, а продукт реакции извлекали после пропускания  $\text{H}_2\text{S}$  через реактор. Затем продукт реакции восстанавливали в соответствии с описанным процессом для восстановления десульфуратора А. Затем карбоксиметилцеллюлозу натрия и порошок пшеничных отрубей добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (С), имеющего степень поглощения серы 47%.

После четырех повторных процессов десульфуризации и восстановления, пятый десульфуратор (Е) имел степень поглощения серы 42%

Пример 30

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из твердого  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  готовили раствор и помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли твердый  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  с одновременным перемешиванием. После завершения реакции уровень рН смеси достигал 7,5. Раствор фильтровали, и

фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{NH}_4^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 10%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $85^\circ\text{C}$  для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 99%, а остальными составляющими была вода, степень поглощения серы составляла 59%. Содержание  $\text{NH}_4^+$  определяли с помощью реагента Несслера.

Содержание твердого  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  или соотношение двух веществ в этом примере регулировали по уровню pH раствора. Следующие примеры являются аналогичными.

#### Получение и восстановление десульфуратора

500 г состава, включающего аморфный гидрат окиси железа с размером частиц 100 меш, и 50 г целлюлозного порошка равномерно смешивали с определенным количеством воды, используя небольшую мешалку, и экструдировали, используя небольшой двухшнековый экструдер, для получения ленты, которую далее обрабатывали с помощью таблетировочной машины, для получения таблетированного десульфуратора. Десульфуратор обжигали в печи при  $80^\circ\text{C}$  в течение 4 час, после чего степень поглощения серы составляла 56%. Этот десульфуратор назвали десульфуратором А.

Десульфуратор А помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали продукт реакции, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 200 меш. В водной суспензии обеспечивали 15% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который экстрагировали трижды с помощью  $\text{CCl}_4$ . Экстракт объединяли и дистиллировали для извлечения кристаллической серы. Твердый остаток, оставшийся после экстрагирования являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. Состав, включающий аморфный гидрат окиси железа, обжигали при  $70^\circ\text{C}$ , и целлюлозный порошок добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (В) со степенью поглощения серы 54%.

Десульфуратор В использовали для десульфуризации в реакторе десульфуризации, а продукт реакции извлекали после пропускания  $\text{H}_2\text{S}$  через реактор. Затем продукт реакции восстанавливали в соответствии с описанным процессом для восстановления десульфуратора А. Целлюлозный порошок добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (С), имеющего степень поглощения серы 50%.

#### Пример 31

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из твердого  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  готовили раствор и помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли твердый  $\text{NaHCO}_3$  с одновременным перемешиванием. После завершения реакции уровень рН смеси достигал 8. Раствор фильтровали, и фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{Na}^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 0,5%. Из фильтрационного кека получали суспензию, массовая доля твердого остатка в которой составляла 5%. Затем в суспензию подавали сжатый воздух до тех пор, пока массовое соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не стало меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $70^\circ\text{C}$  для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 92%, а остальными составляющими были  $\text{NaCl}$ , вода и неизвестные примеси, степень поглощения серы составила 57%. Содержание СГ определяли с помощью ртутно-тиоцианатовой колориметрии.

Получение и восстановление десульфуратора

500 г состава, включающего аморфный гидрат окиси железа с размером частиц 100 меш, 40 г целлюлозного порошка и 6 г порошка сухого риса равномерно смешивали с определенным количеством воды, используя небольшую мешалку, и экструдировали, используя небольшой двухшнековый экструдер, для получения ленты, которую далее обрабатывали с помощью таблетировочной машины для получения таблетированного десульфуратора. Десульфуратор сушили естественным образом при комнатной температуре в течение 20 час, после чего степень поглощения серы составляла 55%. Этот десульфуратор назвали десульфуратором А.

Десульфуратор А помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали продукт реакции, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 200 меш. В водной суспензии обеспечивали 30% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и

брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка, который помещали во флотационный бак. Также туда добавляли воду, жидкое стекло и керосин в качестве целевой добавки, и насыщали воздухом, а свободную серу, добавку и связующее удаляли с избытком воздуха сливом через верх заполненного бака. Твердый остаток, оставшийся на дне бака, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. Свободную серу извлекали с помощью экстрагирования или другими способами. Состав, включающий аморфный гидрат окиси железа, обжигали при  $75^\circ\text{C}$ , а целлюлозный порошок и порошок сухого риса добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (В) со степенью поглощения серы 51%.

Десульфуратор В использовали для десульфуризации в реакторе десульфуризации, а продукт реакции извлекали после пропускания  $\text{H}_2\text{S}$  через реактор. Затем продукт реакции восстанавливали в соответствии с описанным процессом для восстановления десульфуратора А. А целлюлозный порошок и порошок сухого риса добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (С), имеющего степень поглощения серы 47%.

#### Пример 32

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из твердого  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  готовили раствор и помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли твердый  $\text{KHSO}_3$ . Реакция в растворе происходит в реакционной емкости. После завершения реакции уровень рН смеси достигал 8,5. Раствор фильтровали, и фильтрационный кек окисляли естественным образом на воздухе до тех пор, пока массовое соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не стало меньше 1%. Затем фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{K}^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $60^\circ\text{C}$  для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 88%, а остальными составляющими были  $\text{K}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{TiO}_2$  и вода, степень поглощения серы составляла 56%.

Получение и восстановление десульфуратора

500 г состава, включающего аморфный гидрат окиси железа с размером частиц 100 меш, и 67 г карбоксиметилцеллюлозы натрия (предварительно растворенной) равномерно смешивали с определенным количеством воды, используя небольшую мешалку, и экструдировали, используя небольшой двухшнековый экструдер, для получения ленты, которую далее обрабатывали с помощью таблетировочной машины, для получения таблетированного десульфуратора. Десульфуратор обжигали при 75°C в течение 5 час, после чего степень поглощения серы составляла 53%. Этот десульфуратор назвали десульфуратором А.

Десульфуратор А помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $H_2S$ , извлекали продукт реакции, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 200 меш. В водной суспензии обеспечивали 30% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $H_2S$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка. Твердый остаток помещали во флотационный бак. Также туда добавляли воду, жидкое стекло и керосин в качестве целевой добавки, и насыщали воздухом, а свободную серу, добавку и связующее удаляли с избытком воздуха сливом через верх заполненного бака. Твердый остаток, оставшийся на дне бака, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. Свободную серу извлекали с помощью экстрагирования или другими способами. Состав, включающий аморфный гидрат окиси железа, обжигали при 75°C, а карбоксиметилцеллюлозу натрия (предварительно растворенную) добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (В) со степенью поглощения серы 50%.

Десульфуратор В использовали для десульфуризации в реакторе десульфуризации, а продукт реакции извлекали после пропускания  $H_2S$  через реактор. Затем продукт реакции восстанавливали в соответствии с описанным процессом для восстановления десульфуратора А, а карбоксиметилцеллюлозу натрия добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (С), имеющего степень поглощения серы 48%.

После четырех повторных процессов десульфуризации и восстановления, пятый десульфуратор (Е) имел степень поглощения серы 42%.

### Пример 33

Получение состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Эксперимент включал следующие этапы.

Из твердого  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  готовили раствор и помещали в реакционную емкость, затем туда добавляли твердый  $\text{NH}_4\text{HCO}_3$  с одновременным перемешиванием. После завершения реакции уровень pH смеси достигал 8. Раствор фильтровали, и фильтрационный кек окисляли воздухом естественным образом до тех пор, пока соотношение  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}_t$  не стало меньше 10%. Затем фильтрационный кек промывали до тех пор, пока массовая доля  $\text{NH}_4^+$ , содержащегося в фильтрационном кеке, не стала меньше 1%. Далее раствор фильтровали, и полученный твердый остаток сушили при  $-5^\circ\text{C}$  для получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа. В составе, массовая доля аморфного гидрата окиси железа составляла 75%, а остальными составляющими были  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ,  $\text{TiO}_2$ , вода и  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , степень поглощения серы составляла 47,1%.

Получение и восстановление десульфуратора

485 г состава, включающего аморфный гидрат окиси железа с размером частиц 100 меш, 40 г порошка сесбании и 25 г порошка пшеничных отрубей равномерно смешивали с определенным количеством воды, используя небольшую мешалку, и экструдировали, используя небольшой двухшнековый экструдер, для получения десульфуратора в форме ленты. Десульфуратор обжигали при  $30^\circ\text{C}$  в течение 15 час, после чего степень поглощения серы составляла 45%. Этот десульфуратор назвали десульфуратором А.

Десульфуратор А помещали в реактор десульфуризации. После пропускания через реактор  $\text{H}_2\text{S}$ , извлекали продукт реакции, промывали водой и измельчали в водной среде с использованием шаровой мельницы в порошок с размером частиц 100 меш. В водной суспензии обеспечивали 10% мас. порошка. Суспензию насыщали сжатым воздухом и брали пробу для проверки после прохождения некоторого времени реакции. Если после реакции между пробой и соляной кислотой не обнаруживали  $\text{H}_2\text{S}$ , значит сульфид железа, содержащийся в суспензии, полностью перешел в шлам, включающий аморфный гидрат окиси железа и свободную серу. Шлам фильтровали для извлечения твердого остатка. Твердый остаток помещали во флотационный бак. Также туда добавляли воду и насыщали воздухом, а свободную серу, добавку и связующее удаляли с избытком воздуха сливом через верх заполненного бака. Твердый остаток, оставшийся на дне бака, являлся составом, содержащим аморфный гидрат окиси железа. Свободную серу извлекали с помощью экстрагирования или другими способами. Состав, включающий аморфный гидрат окиси железа, обжигали при  $80^\circ\text{C}$ , а порошок сесбании и порошок пшеничных отрубей добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со

способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (В) со степенью поглощения серы 43%.

Десульфуратор В использовали для десульфуризации в реакторе десульфуризации, а продукт реакции извлекали после пропускания  $\text{H}_2\text{S}$  через реактор. Затем продукт реакции восстанавливали в соответствии с описанным процессом для восстановления десульфуратора А, а затем обжигали. Порошок сесбании и порошок пшеничных отрубей добавляли в соответствии с пропорциями, описанными выше. Смесь обрабатывали в соответствии со способом и условиями реакции, описанными выше, для получения нового десульфуратора (С), имеющего степень поглощения серы 41%.

После четырех повторных процессов десульфуризации и восстановления, пятый десульфуратор (Е) имел степень поглощения серы 36%.

#### Пример 34

400 г десульфуратора Е, восстановленного в примере 1, 100 г состава, включающего аморфный гидрат окиси железа, полученного в соответствии с примером 1, с размером частиц 100 меш, 35 г порошка сесбании и 20 г древесных опилок равномерно смешивали с определенным количеством воды, используя небольшую мешалку, и экструдировали, используя небольшой двухшнековый экструдер, для получения десульфуратора в форме ленты. Десульфуратор сушили естественным образом на воздухе в течение 10 час, после чего он имел степень поглощения серы 43% .

В примерах, степень поглощения серы определяли с использованием газа, приведенного к нормальным условиям, содержащего 40000 ppm  $\text{H}_2\text{S}$  при нормальной температуре (от  $-5$  до  $45^\circ\text{C}$ ) и нормальном давлении (одна атмосфера); сера измерялась с использованием интегрированного микрокулометра WK-2C (производства Jiangsu Electroanalytical Instrument Factory), имеющего минимальную величину измерения 0,2 ppm.

В настоящем изобретении, должно быть очевидно, что растворимая соль двухвалентного железа не ограничивается раскрытой в примерах, и может включать другие виды соли двухвалентного железа, такие как:  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  и  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . Десульфуратор может быть восстановлен только в том случае, если он включает состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа, и, в частности, связующее, вне зависимости от остальных добавок. Таким образом, десульфуратор, включающий состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа и связующее, попадает в рамки правовой охраны настоящего изобретения.

Приведенные выше частные варианты осуществления настоящего изобретения делают очевидными для специалиста в этой области изменения и модификации, которые могут быть сделаны без отхода от сущности настоящего изобретения в широком аспекте, а

прилагаемая формула изобретения служит для охвата таких изменений и модификаций, попадающих в пределы правовой охраны в соответствие с прилагаемой формулой.

**ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ**

1. Состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа, отличающийся тем, что он получен способом, включающим следующие этапы:

(1) получение раствора соли двухвалентного железа из твердой растворимой соли двухвалентного железа;

(2) смешивание раствора соли двухвалентного железа, полученного на этапе (1), с раствором карбоната или с раствором бикарбоната с получением первой смеси для проведения реакции с получением второй смеси; или смешивание раствора соли двухвалентного железа, полученного на этапе (1), с твердым карбонатом или твердым бикарбонатом с получением первой смеси для проведения реакции с получением второй смеси, при этом обеспечивают уровень pH раствора 7,5-8,5 при завершении реакции;

(3) фильтрация второй смеси, полученной на этапе (2), для удаления образовавшейся растворимой соли и отделения фильтрационного кека, и промывка фильтрационного кека водой;

(4) получение суспензии из фильтрационного кека, насыщение суспензии газом, содержащим кислород, с последующей фильтрацией суспензии и ее сушкой до получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа, при этом температура сушки не превышает 100°C.

2. Состав по п.1, отличающийся тем, что на этапе (2) в качестве твердого карбоната используют карбонат натрия, карбонат аммония или карбонат калия, а в качестве твердого бикарбоната используют бикарбонат натрия, бикарбонат аммония или бикарбонат калия.

3. Состав по п.2, отличающийся тем, что на этапе (3) фильтрационный кек промывают водой до тех пор, пока массовая доля  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  или  $\text{NH}_4^+$  не станет меньше 0,5%.

4. Состав по п.1, отличающийся тем, что на этапе (4) массовая доля твердых веществ в суспензии составляет 5-30%.

5. Состав по п.4, отличающийся тем, что массовая доля твердых веществ в суспензии составляет 10-15%.

6. Состав по п.1, отличающийся тем, что температура сушки составляет 80-100°C.

7. Состав по п.1, отличающийся тем, что в качестве газа, содержащего кислород, на этапе (4) используют воздух.

8. Состав по п.1, отличающийся тем, что на этапе (4) суспензию насыщают газом, содержащим кислород, до тех пор, пока массовое соотношение между ионами железа и железом не станет меньше 1%.

9. Состав по п.1, отличающийся тем, что массовая доля аморфного гидрата окиси

железа в полученном составе составляет 65-100%.

10. Десульфуратор, содержащий состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа, и органическое связующее, при этом состав, содержащий аморфный гидрат окиси железа, получают согласно следующим этапам:

(1) получение раствора соли двухвалентного железа из твердой растворимой соли двухвалентного железа;

(2) смешивание раствора соли двухвалентного железа, полученного на этапе (1), с раствором карбоната или с раствором бикарбоната с получением первой смеси для проведения реакции с получением второй смеси; или смешивание раствора соли двухвалентного железа, полученного на этапе (1), с твердым карбонатом или твердым бикарбонатом с получением первой смеси для проведения реакции с получением второй смеси, при этом обеспечивают уровень pH раствора 7,5-8,5 при завершении реакции;

(3) фильтрация второй смеси, полученной на этапе (2), для удаления образовавшейся растворимой соли и отделения фильтрационного кека; и

(4) насыщение фильтрационного кека газом, содержащим кислород, с получением состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа.

11. Десульфуратор по п.10, дополнительно содержащий присадку для придания десульфуратору рыхлой структуры.

12. Десульфуратор по п.10, отличающийся тем, что содержит 88-93% мас. состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа, и 7-12% мас. органического связующего.

13. Десульфуратор по п.11, отличающийся тем, что содержит 88-92% мас. состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа, 7-11% мас. органического связующего и 1-5% мас. присадки.

14. Десульфуратор по любому из п.п.10-13, отличающийся тем, что в качестве органического связующего содержит карбоксиметилцеллюлозу натрия, порошок себанин, целлюлозный порошок или их смесь.

15. Десульфуратор по п.11 или п.13, отличающийся тем, что в качестве присадки содержит порошок древесных опилок, порошок рисовых отрубей, порошок пшеничных отрубей или их смесь.

16. Десульфуратор по п.10, отличающийся тем, что на этапе (4) из фильтрационного кека, полученного после этапа (3), получают суспензию; затем насыщают суспензию воздухом для окисления, далее фильтруют и сушат суспензию с получением состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа.

17. Десульфуратор по п.10, отличающийся тем, что на этапе (4) сушат фильтрационный кек, полученный на этапе (3), в воздухе, затем промывают фильтрационный кек водой, фильтруют и сушат фильтрационный кек с получением состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа.

18. Десульфуратор по п.16, отличающийся тем, что массовая доля твердых веществ в суспензии составляет 5-30%.

19. Десульфуратор по п.16, отличающийся тем, что суспензию насыщают газом, содержащим кислород, для окисления до тех пор, пока массовое соотношение ионов двухвалентного железа и трехвалентного железа не станет меньше 1%.

20. Способ использования и восстановления десульфуратора по любому из п.п.10-19, который предусматривает использование десульфуратора для десульфуризации и последующее восстановление использованного десульфуратора и включает следующие этапы:

(I) измельчение отработанного состава, полученного в результате использования десульфуратора, в порошок отработанного состава;

(II) получение из порошка отработанного состава суспензии и насыщение ее газом, содержащим кислород, для окисления с получением шлама, содержащего аморфный гидрат окиси железа и свободную серу; и

(III) помещение шлама или твердого вещества, полученного после фильтрации шлама, в реактор, насыщение шлама воздухом так, чтобы свободная сера всплывала, сбор осадка со дна реактора; добавление органического связующего или органического связующего и присадки для придания десульфуратору рыхлой структуры к осадку с получением десульфуратора.

21. Способ по п.20, отличающийся тем, что перед измельчением на этапе (I), отработанный состав промывают водой.

22. Способ по п.20, отличающийся тем, что массовая доля твердых веществ в суспензии на этапе (II) составляет 5-30%.

23. Способ по п.22, отличающийся тем, что массовая доля твердых веществ в суспензии составляет 10-15%.

24. Способ по любому из п.п.20-23, отличающийся тем, что на этапе (III) в реактор добавляют целевую добавку для ускорения всплытия свободной серы.

25. Способ по п.24, отличающийся тем, что в качестве реактора используют флотационный бак.

26. Способ использования и восстановления десульфуратора по любому из п.п.10-19, который предусматривает использование десульфуратора для десульфуризации и

последующее восстановление использованного десульфуратора и включает следующие этапы:

(а) измельчение отработанного состава, полученного в результате использования десульфуратора, в порошок отработанного состава;

(b) получение из порошка суспензии и насыщение её газом, содержащим кислород, для окисления, с получением шлама, включающего аморфный гидрат окиси железа и свободную серу;

(с) фильтрация шлама для извлечения твердых веществ и экстрагирование свободной серы из твердых веществ с использованием растворителя; и добавление органического связующего или органического связующего с присадкой в твердое вещество с получением десульфуратора.

По доверенности

## ЕВРАЗИЙСКОЕ ПАТЕНТНОЕ ВЕДОМСТВО

ОТЧЕТ О ПАТЕНТНОМ  
ПОИСКЕ(статья 15(3) ЕАПК и правило 42  
Патентной инструкции к ЕАПК)

Номер евразийской заявки:

201592237

Дата подачи: 30 декабря 2009 (30.12.2009) | Дата испрашиваемого приоритета: 30 декабря 2008 (30.12.2008)

Название изобретения: Способ получения состава, содержащего аморфный гидрат окиси железа

Заявитель: БЕИДЖИНГ САНДЖУ ЭНВИРОНМЕНТ ПРОТЕКШИН ЭНД НЬЮ МАТЕРИАЛ КО., ЛТД.

 Некоторые пункты формулы не подлежат поиску (см. раздел I дополнительного листа) Единство изобретения не соблюдено (см. раздел II дополнительного листа)А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:  
B01D 53/52 (2006.01)  
C01G 49/02 (2006.01)  
B01J 20/06 (2006.01)  
B01J 23/745 (2006.01)

Согласно Международной патентной классификации (МПК) или национальной классификации и МПК

## Б. ОБЛАСТЬ ПОИСКА:

Минимум просмотренной документации (система классификации и индексы МПК)

B01J 20/00, 20/06, 23/00, 23/745, 37/00, 37/04, 38/00, 38/48, B01D 53/00, 53/14, 53/52, C01G 49/00, 49/02, C22B 7/00

Другая проверенная документация в той мере, в какой она включена в область поиска:

## В. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ

| Категория* | Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей  | Относится к пункту № |
|------------|--|----------------------|
| A          | US 2008/0047395 A1 (BEIJING SJ ENVIRONMENTAL PROTECTION AND NEW MATERIAL CO., LTD.) 28.02.2008               | 1-26                 |
| A          | SU 583550 A1 (СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ ПРИРОДНЫХ ГАЗОВ "СЕВКАВНИИГАЗ") 10.04.1999 | 1-26                 |
| A          | SU 1217787 A (ЛЕНИНГРАДСКИЙ ИНСТИТУТ АВИАЦИОННОГО ПРИБОРОСТРОЕНИЯ) 15.03.1986                                | 1-26                 |
| A          | SU 528263 A1 (ЖИНКИН Д. Я. и др.) 15.09.1976   | 1-26                 |

 последующие документы указаны в продолжении графы В данные о патентах-аналогах указаны в приложении

\* Особые категории ссылочных документов:

"А" документ, определяющий общий уровень техники

"Е" более ранний документ, но опубликованный на дату подачи евразийской заявки или после нее

"О" документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д.

"Р" документ, опубликованный до даты подачи евразийской заявки, но после даты испрашиваемого приоритета

"D" документ, приведенный в евразийской заявке

"Т" более поздний документ, опубликованный после даты

приоритета и приведенный для понимания изобретения

"Х" документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну или изобретательский уровень, взятый в отдельности

"У" документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий изобретательский уровень в сочетании с другими документами той же категории

"&amp;" документ, являющийся патентом-аналогом

"L" документ, приведенный в других целях

Дата действительного завершения патентного поиска: 24 марта 2016 (24.03.2016)

Наименование и адрес Международного поискового органа:

Федеральный институт

промышленной собственности

РФ, 125993, Москва, Г-59, ГСП-3, Бережковская наб.,

д. 30-1. Факс: (499) 243-3337, телетайп: 114818 ПОДАЧА

Уполномоченное лицо:

Т. А. Леднева

Телефон № (499) 240-25-91