



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **86376** (13) **U**  
(51) МПК  
**B01J 21/06** (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

**(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ**

<p>(21) Номер заявки: <b>u 2013 08711</b></p> <p>(22) Дата подання заявки: <b>11.07.2013</b></p> <p>(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: <b>25.12.2013</b></p> <p>(46) Публікація відомостей про видачу патенту: <b>25.12.2013, Бюл.№ 24</b></p>	<p>(72) Винахідник(и): <b>Сахненко Микола Дмитрович (UA), Ведь Марина Віталіївна (UA), Биканова Вікторія Валеріївна (UA)</b></p> <p>(73) Власник(и): <b>НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ "ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ", вул. Фрунзе, 21, м. Харків, 61002 (UA)</b></p>
--	---

**(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ФОТОКАТАЛІТИЧНО АКТИВНОГО МАТЕРІАЛУ НА КЕРАМІЧНОМУ ПОРУВАТОМУ НОСІЇ**

**(57) Реферат:**

Спосіб одержання фотокаталітично активного матеріалу на керамічному поруватому носії методом просочування водною суспензією титану (IV) оксиду. Процес просочування шамотного поруватого носія проводять у одну стадію з попередньою обробкою розчином гідроксиду натрію 0,10...0,50 г/дм<sup>3</sup> при температурі 50 °С, з наступною промивкою водою до рН 7 та занурюванням шамоту у водну суспензію на основі титану (IV) оксиду 0,1...1 г/дм<sup>3</sup> на 10...60 хвилин при температурі 25 °С з подальшим висушуванням протягом 60...100 хвилин за температури 100 °С.

UA 86376 U



Корисна модель належить до хімічної обробки керамічного поруватого носія з метою надання йому фотокаталітичних властивостей і може бути використана для очищення стічних вод від вуглеводнів у лакофарбовій, целюлозно-паперовій, коксохімічній, хіміко-фармацевтичній, харчовій та інших галузях промисловості.

5 Відомий спосіб одержання фотокаталітично активного матеріалу на основі титану (IV) оксиду на носії з боросилікатного скла методом термального гідролізу [1]. Суть цього способу полягає в тому, що формування плівок відбувається з водного розчину окисульфату титану, що підігрівається до температури 97 °С з перемішуванням та витримується за цих умов впродовж 3-8 годин. Синтезований таким чином порошок  $TiO_2$  фільтрується, відмивається від домішок та переводиться у суспензію, у яку занурюється скляний носій та просочується суспензією. Визначено фотокаталітичну активність одержаних матеріалів в реакції окиснення водного розчину глюкози. Такий спосіб дозволяє отримувати фотокаталітично активні матеріали, які можуть застосовуватись у реакції окиснення глюкози, наприклад, для очищення стічних вод виробництв харчової промисловості. Недоліками цього способу є використання органічного прекурсор - окисульфату титану, що призводить до утворення небажаних сульфатних домішок у розчинах, довготривалість стадії формування порошкового  $TiO_2$  та крихкість носія.

15 Відомий спосіб, вибраний за прототип [2], одержання фотокаталітично активного матеріалу на керамічному поруватому носії методом багаторазового просочування водною суспензією на основі промислового фотокаталізатора Degussa P25, що містить  $TiO_2$  (75 % анатазу і 25 % рутилу), який включає попереднє приготування суспензії з порошку  $TiO_2$  з додаванням діоктилсульфосукцинату як диспергатора з перемішуванням одержаної суспензії впродовж 12 годин. Процес просочування відбувається шляхом занурювання керамічного поруватого носія у одержану суспензію, після чого покриття висушувалось за температури 25 °С впродовж 15 хвилин. Процедура просочування-висушування повторювалась декілька разів у залежності від маси каталізатора у порах носія. Останній етап містив у собі випал отриманого матеріалу у печі протягом 3 годин при температурі 150 °С зі швидкістю нагріву 1 °С/хв та подальший випал протягом 5 годин за температури 500 °С зі швидкістю 1 °С/хв. Синтезовані матеріали досліджено на фотокаталітичну активність у реакції окиснення барвника кислотного червоного 4.

30 Даний спосіб дозволяє одержувати фотокаталітично активні матеріали з різним вмістом титану (IV) оксиду, однак недоліками цього способу є високі температури перебігу процесу, застосування токсичного діоктилсульфосукцинату як диспергатора, великими витратами часу на приготування суспензії та кінцеву стадію випалу.

35 В основу корисної моделі поставлено задачу отримання фотокаталітично активного матеріалу на керамічному поруватому носії з використанням порошку титану (IV) оксиду.

40 Поставлена задача вирішується тим, що одержання фотокаталітично активного матеріалу на керамічному поруватому носії відбувається методом просочування водною суспензією титану (IV) оксиду, процес просочування шамотного поруватого носія проводять у одну стадію з попередньою обробкою розчином гідроксиду натрію 0,10...0,50 г/дм<sup>3</sup> при температурі 50 °С з наступною промивкою водою до рН 7 та занурюванням шамоту у водну суспензію на основі титану (IV) оксиду 0,1...1 г/дм<sup>3</sup>, на 10...60 хвилин при температурі 25 °С з подальшим висушуванням протягом 60...100 хвилин за температури 100 °С.

45 За результатами дослідження елементного складу одержаних матеріалів методом рентгенівського фазового аналізу визначено, що матеріали містять титану (IV) оксид у фазі анатаз. Кількість активного матеріалу визначена гравіметричним методом, маса нанесеного  $TiO_2$  варіюється у межах 0,20...0,95 г в залежності від вихідної концентрації твердої фази у суспензії.

50 Одержані покриття виявляють велику фотокаталітичну активність в реакціях окиснення вуглеводнів та можуть застосовуватись як матеріали для знешкодження різноманітних токсичних речовин, в тому числі фенолу та метилового жовтогарячого.

## Зіставний аналіз корисної моделі і прототипу

	Прототип	Корисна модель
Матеріал носія	кераміка	шамот
Спосіб обробки	багаторазове просочування	одноразове просочування
Обробка носія	відсутня	Знежирення гідроксидом натрію 0,10...0,5 г/дм <sup>3</sup> , t=50 °С, з наступною промивкою водою до рН 7 промивної води 7
Склад суспензії, г/дм <sup>3</sup>	титану(IV) оксид (75 % анатаз, 25 % рутил) - 0,10 діоктилсульфосукцинат - 2·10 <sup>-5</sup>	титану (IV) оксид (анатаз) - 0,10...1
Температура процесу просочування, °С	25	25
Тривалість процесу просочування, хв	15	10...60
Режим висушування	25 °С, 15 хвилин	100 °С, 60...100 хвилин
Режим випалу	Перша стадія: температура - 150 °С, швидкість - 1 °С/хв, час - 180 хвилин Друга стадія: температура - 500 °С, швидкість - 1 °С/хв., час - 300 хв	відсутній
Ступінь фотокаталітичної деструкції в залежності від маси нанесеного TiO <sub>2</sub> , д.од.:		
- 0,2 г TiO <sub>2</sub> ;	0,34	0,45
- 0,3 г TiO <sub>2</sub> ;	0,38	0,58
- 0,4 г TiO <sub>2</sub> .	0,385	0,686

Метод одноразового просочування титану (IV) оксидом шамотного поруватого носія з попередньою його обробкою забезпечує одержання матеріалу на основі титану (IV) оксиду з високими фотокаталітичними властивостями.

## Приклад 1

Пластину з шамоту розміром 50×50×5 мм обробляли розчином гідроксиду натрію 0,10 г/дм<sup>3</sup> при температурі 50 °С, промивали водою до рН промивної води 7, після чого занурювали у водну суспензію, яка містила титану (IV) оксид 0,15 г/дм<sup>3</sup>, на 60 хвилин при температурі 25 °С з подальшим висушуванням протягом 60 хвилин за температури 100 °С. Отримано покриття білого кольору з вмістом титану (IV) оксиду 1,85 % мас. Ступінь фотокаталітичної деструкції азобарвника метилового жовтогарячого на цьому покритті складає 40 %.

## Приклад 2

Пластину з шамоту розміром 50×50×5 мм обробляли розчином гідроксиду натрію 0,25 г/дм<sup>3</sup> при температурі 50 °С, промивали водою до рН промивної води 7, після чого занурювали у водну суспензію, яка містить титану (IV) оксид 0,30 г/дм<sup>3</sup>, на 40 хвилин при температурі 25 °С з подальшим висушуванням протягом 80 хвилин за температури 100 °С. Отримано покриття білого кольору з вмістом титану (IV) оксиду 2,90 % мас. Ступінь фотокаталітичної деструкції фенолу на цьому покритті складає 56,5 %.

## Приклад 3

Пластину з шамоту розміром 50×50×5 мм обробляли розчином гідроксиду натрію 0,5 г/дм<sup>3</sup> при температурі 50 °С, промивали водою до рН промивної води 7, після чого занурювали у водну суспензію, яка містить титану (IV) оксид 0,60 г/дм<sup>3</sup>, на 20 хвилин при температурі 25 °С з подальшим висушуванням протягом 80 хвилин за температури 100 °С. Отримано покриття білого кольору з вмістом титану (IV) оксиду 3,66 % мас. Ступінь фотокаталітичної деструкції кислотного червоного 4 на цьому покритті складає 66,2 %.

Джерела інформації:

1. Hidalgo M.C., Bahnemann D. Highly photoactive supported  $\text{TiO}_2$  prepared by thermal hydrolysis of  $\text{TiOSO}_4$ : Optimisation of the method and comparison with other synthetic routes // Applied Catalysis B: Environmental. - 2005. - № 61. - P. 259-266
- 5 2. Wang W.-Y., Irawan A. Ku Y. Photocatalytic degradation of Acid Red 4 using a titanium dioxide membrane supported on a porous ceramic tube // Water research/ - 2008. - № 42. - P. 4725-4732.

#### ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 10 Спосіб одержання фотокаталітично активного матеріалу на керамічному поруватому носії методом просочування водною суспензією титану (IV) оксиду, який **відрізняється** тим, що процес просочування шамотного поруватого носія проводять у одну стадію з попередньою обробкою розчином гідроксиду натрію  $0,10 \dots 0,50 \text{ г/дм}^3$  при температурі  $50 \text{ }^\circ\text{C}$ , з наступною промивкою водою до рН 7 та занурюванням шамоту у водну суспензію на основі титану (IV) оксиду  $0,1 \dots 1 \text{ г/дм}^3$  на  $10 \dots 60$  хвилин при температурі  $25 \text{ }^\circ\text{C}$  з подальшим висушуванням протягом  $60 \dots 100$  хвилин за температури  $100 \text{ }^\circ\text{C}$ .
- 15

---

Комп'ютерна верстка М. Мацело

---

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

---

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601