УКРАЇНА

(19) UA **(11) 131004** **(13) C2**

(51) МПК
C01D 3/16 (2006.01)
C01D 3/04 (2006.01)
C01D 3/14 (2006.01)
B01D 21/34 (2006.01)

НАЦІОНАЛЬНИЙ ОРГАН ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ ДЕРЖАВНА ОРГАНІЗАЦІЯ "УКРАЇНСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ОФІС ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ ТА ІННОВАЦІЙ"

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(21) Номер заявки: **a 2023 05245**

(22) Дата подання заявки: **06.11.2023**

(24) Дата, з якої є чинними права інтелектуальної власності: **09.07.2026**

(41) Публікація відомостей про заявку: **07.05.2025, Бюл.№ 19**

(46) Публікація відомостей про державну реєстрацію: **08.07.2026, Бюл.№ 27**

(72) Винахідник(и):
Костів Іван Юрійович (UA),
Бодак Павло Михайлович (UA),
Малакей Зоя Анатоліївна (UA),
Пилипчук Роман Володимирович (UA),
Хацевич Ольга Мирославівна (UA),
Держко Ольга Іванівна (UA)

(73) Володілець (володільці):
Костів Іван Юрійович,
вул. Винниченка, 10, кв. 45, м. Калуш, Івано-Франківська обл., 77304 (UA),
Бодак Павло Михайлович,
вул. Гординських, 4, кв. 9, м. Львів, 02002 (UA),
Малакей Зоя Анатоліївна,
вул. Чорноморська, 1, кв. 43, м. Харків, 61002 (UA),
Пилипчук Роман Володимирович,
вул. Незалежності, 10А, кв. 6, м. Львів, 76000 (UA),
Хацевич Ольга Мирославівна,
вул. Лесі Українки, 1, кв. 143, м. Калуш, Івано-Франківська обл., 77304 (UA),
Держко Ольга Іванівна,
вул. Винниченка, 12, кв. 9, м. Калуш, Івано-Франківська обл., 77304 (UA)

(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою:
SU 1274998 A1, 07.12.1986
UA 37224 C2, 15.05.2001
US 2764472 A, 25.09.1956
SU 1640113 A1, 07.04.1991
UA 75177 C2, 15.08.2006
UA 78192 C2, 15.03.2007
SU 994407 A1, 07.02.1983
RU 206355 C1, 20.03.1996
US 4747917 A, 02.03.1987
EP 3265427 A1, 10.01.2018
WO 2012/143393 A1, 26.10.2012
JP S4918792 A, 19.02.1974
СОЛОНИНКА М. В. Очищення розчину натрій хлориду від домішок / М. В. СОЛОНИНКА та ін. // Вісник Прикарпатського національного університету. Серія: Хімія. 2008. Вип.6. С. 8-11

UA 131004 C2

(54) СПОСІБ ОЧИЩЕННЯ РОЗЧИНУ НАТРІЮ ХЛОРИДУ ВІД СУЛЬФАТІВ

(57) Реферат:

Винахід належить до хімічної технології і може використовуватися у виробництві натрію хлориду на базі розчинів із природної сировини. Спосіб очищення розчину натрію хлориду від сульфатів включає його змішування з помеленим природним гіпсом, перемішування суспензії і фільтрування осаду, випарювання фільтрату і кристалізацію натрію хлориду, при цьому розчин

натрію хлориду для змішування беруть із концентрацією сульфат-іонів 3,0-5,0 мас. %, перемішування проводять за температури 60-100 °С протягом 0,5-2,0 год, природний гіпс і розчин натрію хлориду беруть у масовому співвідношенні 1:(10-20). Застосування винаходу забезпечує одержання очищеного розчину без сторонніх домішок із розчинів після їх випарювання і концентрування сульфат іонів, зниження циркуляційних потоків та спрощення способу.

Винахід належить до хімічної технології і може використовуватися у виробництві натрію хлориду на базі розчинів вилуговування галітових порід після їх випарювання, кристалізації кухонної солі і концентрування сульфат іонів у фільтраті.

Відомий спосіб очищення натрій хлоридного розчину від сульфатів, який включає його змішування з феруму (III) хлоридом, відділення осаду, його обробку розчином натрію гідроксиду, фільтрування осаду, його розчинення хлоридною кислотою і повернення розчину на очищення розсолу (Див., напр., А.С. СРСР № 1640113, кл. C01D 3/16, C25B 15/08. Опубл. Б. В. 1991, № 13.

Спільними ознаками аналога і способу, який заявляється, є взаємодія розсолу із реагентами з утворенням нерозчинних сульфатних сполук та їх відділенням.

Недоліками цього способу є забруднення очищеного розчину домішками сполук феруму, а також його складність, викликана застосуванням натрію гідроксиду і хлоридної кислоти, велика кількість циркуляційних потоків.

Найбільш близьким до способу, який заявляється, є спосіб очищення натрій хлоридного розчину від сульфатів, який включає його обробку реагентами натрію фосфату і кальцію хлориду, відділення осаду гіпсу і кальцію фосфату (див., напр., А.С. СРСР № 1274998, кл. C01D 3/14. Опубл. Б. В. 1986, № 45), - прототип).

Недоліком цього способу є те, що очищений розсіл забруднюється домішками фосфатних сполук, для осадження іонів сульфатів використовують натрію фосфат, натрію гідроксид, хлоридну кислоту та кальцію хлорид, очищений розчин містить багато сульфатів, а також складність процесу.

Задачею винаходу є одержання очищеного розчину без сторонніх домішок із розчинів після їх випарювання і концентрування сульфат-іонів, зниження циркуляційних потоків і спрощення способу, яке полягає у його змішуванні з реагентом, перемішуванні суспензії і фільтруванні осаду, а розчин натрію хлориду для змішування беруть із концентрацією сульфат-іонів 3,0-5,0 мас. %, як реагент беруть помелений природний гіпс, перемішування проводять за температури 60-100 °С протягом 0,5-2,0 год, а природний гіпс і розчин натрію хлориду беруть у масовому співвідношенні 1:(10-20).

Суттєвими ознаками винаходу, що забезпечують досягнення технічного результату, є технологія, яка включає одержання очищеного розчину без сторонніх домішок із розчинів після їх випарювання і концентрування сульфат-іонів і полягає у його змішування з реагентом, перемішуванні суспензії і фільтруванні осаду, а розчин натрію хлориду для змішування беруть із концентрацією сульфат-іонів 3,0-5,0 %, як реагент беруть помелений природний гіпс, перемішування проводять за температури 60-100 °С протягом 0,5-2,0 год, а природний гіпс і розчин натрію хлориду беруть у масовому співвідношенні 1:(10-20).

Ознаками цього способу, що співпадають із суттєвими ознаками відомого способу, є змішування розчину після випарювання і концентрування сульфат-іонів із реагентом, перемішування суспензії і фільтрування осаду.

Відмінними ознаками способу, що заявляється, від прототипу є те, що розчин натрію хлориду для змішування беруть із концентрацією сульфат-іонів 3,0-5,0 %, як реагент беруть помелений природний гіпс, перемішування проводять за температури 60-100 °С протягом 0,5-2,0 год, а природний гіпс і розчин натрію хлориду беруть у масовому співвідношенні 1:(10-20).

Ознаками, достатніми у всіх випадках, на які поширюється обсяг правової охорони, є ті, що розчин натрію хлориду для змішування беруть із концентрацією сульфат-іонів 3,0-5,0 %, як реагент - помелений природний гіпс, а перемішування проводять за температури 60-100 °С.

Ознаками, які характеризують винахід у конкретних формах виконання, є те, що помелений природний гіпс і розчин натрію хлориду беруть у масовому співвідношенні 1:(10-20), а перемішування здійснюють протягом 0,5-2,0 год.

Нові технічні властивості винаходу досягаються за рахунок взаємодії розчину після випарювання і концентрування сульфат-іонів із помеленим природним гіпсом, переведенні при цьому іонів сульфатів із розчину у тверду фазу і відділенні утвореного осаду сульфатних солей.

Вплив концентрації SO_4^{2-} у рідкій фазі розчину натрію хлориду на залишкову концентрацію SO_4^{2-} в очищеному розсолі наведений у таблиці 1.

Таблиця 1

Показники	Концентрація SO_4^{2-} у рідкій фазі, мас. %					
	Прототип	Спосіб, що заявляється				
		2,5	3,0	4,0	5,0	6,5
Концентрація SO_4^{2-} в очищеному розчині через 1,5 год, %	9,97 г/дм^3 (0,83 %)	0,71	0,73	0,80	0,81	1,12

Як видно з наведених даних, зниження концентрації SO_4^{2-} у початковому розчині менше 3,0 % на концентрацію SO_4^{2-} в очищеному розчині практично не впливає, а збільшення її вище 5,0 % призводить до зростання концентрації SO_4^{2-} в очищеному розчині.

Вплив температури перемішування розчину натрію хлориду з помеленим природним гіпсом на концентрацію SO_4^{2-} в очищеному розчині наведений у таблиці 2.

Таблиця 2

Показники	Температура, °С					
	Прототип	Спосіб, що заявляється				
		40	60	80	100	105
Концентрація SO_4^{2-} в очищеному розчині, %	9,97 г/дм^3 (0,83 %)	3,65	1,22	0,80	0,77	0,75

Як видно з наведених даних, зниження температури перемішування менше 60 °С призводить до зростання концентрації SO_4^{2-} в очищеному розчині, а збільшення її понад 100 °С на концентрацію SO_4^{2-} в очищеному розчині практично не впливає.

Вплив масового співвідношення розчину натрію хлориду і гіпсу на концентрацію SO_4^{2-} в очищеному розчині наведений у таблиці 3.

Таблиця 3

Показники	Масове співвідношення розчину і гіпсу					
	Прототип	Спосіб, що заявляється				
		5:1	10:1	15:1	20:1	25:1
Концентрація SO_4^{2-} в очищеному розчині %	9,97 г/дм^3 (0,83 %)	0,74	0,77	0,80	0,83	1,14

Як видно з наведених даних, зниження масового співвідношення розчину і гіпсу менше 10:1 не призводить до значного зменшення концентрації SO_4^{2-} в очищеному розчині, але призводить до збільшення кількості осаду після фільтрування і втрат очищеного розчину, а збільшення його понад 20:1 призводить до значного збільшення концентрації SO_4^{2-} в очищеному розчині.

Вплив тривалості перемішування розчину натрію хлориду з природним гіпсом на концентрацію SO_4^{2-} в очищеному розчині наведений у таблиці 4.

Таблиця 4

Показники	Тривалість перемішування за температури 100 °С, год				
	Прототип	Спосіб, що заявляється			
		0,5	1,0	1,5	2,0	3,0
Концентрація SO_4^{2-} в очищеному розчині %	9,97 г/дм^3 (0,83 %)	1,26	0,77	0,72	0,70	0,66

Як видно з наведених даних, зменшення тривалості перемішування менше 1,0 год призводить до збільшення концентрації SO_4^{2-} в очищеному розчині, а збільшення її більше 2,0 год на величину концентрації SO_4^{2-} суттєво не впливає, крім того призводить до збільшення об'єму обладнання.

Спрощення процесу досягається за рахунок перемішування за підвищеної температури розчину з підвищеною концентрацією сульфатів із подрібненим природним гіпсом, що

призводить до зв'язування сульфат-іонів розчину у нерозчинні комплексні сполуки, які відділяють з отриманням очищеного розчину, придатного для випарювання і кристалізації кухонної солі.

Реалізація способу здійснюється за схемою, наведеною на рисунку.

Розчин натрію хлориду після випарювання і кристалізації кухонної солі, який містить 3-5 % домішок SO_4^{2-}, нагрівають (2) до температури 60-100 °С. Подрібнюють (1) природний гіпс і подають на змішування (3) із нагрітим розчином. Суспензію перемішують 0,5-2,0 год, відстоюють (4) і фільтрують (6). Осад виводять із процесу, а фільтрат подають на реагентне очищення (5) від домішок і дальше на випарювання (7) випарену суспензію згущують (8) і фільтрують (9). Сіль після фільтрування виводять як продукт. Фільтрат із збільшеною концентрацією SO_4^{2-} повертають на перемішування з гіпсом (3).

На рис. - Принципова схема очищення розчину натрію хлориду від сульфатів

Приклади здійснення способу

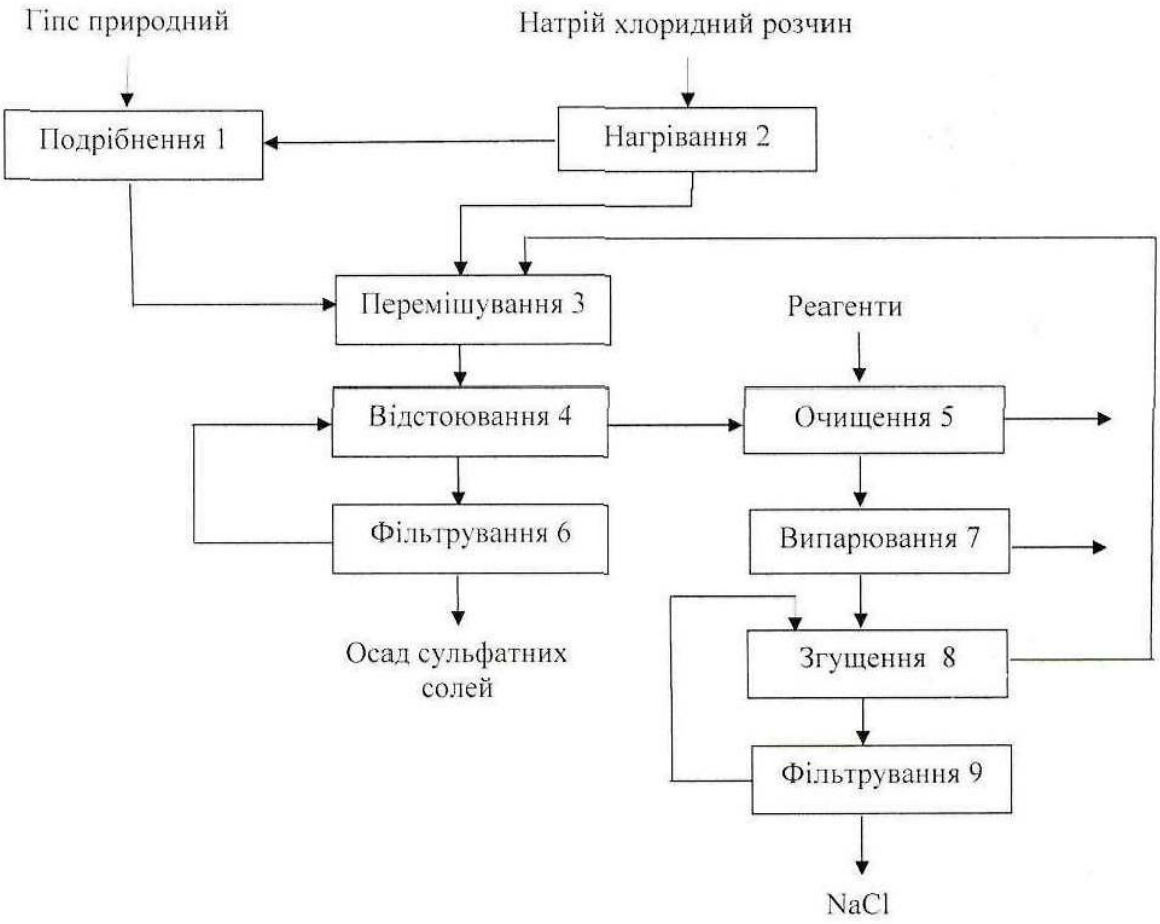
Приклад 1. 1,0 дм^3 розчину після випарювання та кристалізації кухонної солі густиною 1,209 кг/дм^3 складу, мас. %: Ca^{2+} - 0,04; Na^+ - 10,49; Cl^- - 12,84; SO_4^{2-} - 4,89; H_2O - 71,74 нагрівали до температури 100 °С і змішували із 120 г гіпсу (співвідношення маси розчину і гіпсу дорівнює 10:1) із розміром частинок менше 0,200 мм. Суспензією перемішували протягом 60 хв і фільтрували. Отримали 138,5 г вологого осаду і 1190,5 г розчину складу, мас. %: Ca^{2+} - 0,04; Na^+ - 9,39; Cl^- - 13,99; SO_4^{2-} - 0,77; H_2O - 75,81. Ступінь витяжки SO_4^{2-} із розчину в осад становить 84,5 %.

Приклад 2. 1,0 дм^3 розчину після випарювання та кристалізації кухонної солі із прикладу 1 нагрівали до температури 80 °С і змішували із 80,6 г гіпсу із прикладу 1 (співвідношення маси розчину і гіпсу дорівнює 15:1). Суспензією перемішували протягом 90 хв і фільтрували. Отримали 94,0 г вологого осаду і 1195,6 г розчину складу, мас. %: Ca^{2+} - 0,04; Na^+ - 9,49; Cl^- - 14,11; SO_4^{2-} - 0,82; H_2O - 75,54. Ступінь витяжки SO_4^{2-} із розчину в осад становить 82,7 %.

Приклад 3. 1,0 дм^3 розчину після випарювання та кристалізації кухонної солі густиною 1,205 кг/дм^3 складу, мас. %: Ca^{2+} - 0,04; Na^+ - 10,05; Cl^- - 13,61; SO_4^{2-} - 3,06; H_2O - 73,24 нагрівали до температури 60 °С і змішували із 60,5 г гіпсу із прикладу 1 (співвідношення маси розчину і гіпсу дорівнює 20:1). Суспензією перемішували протягом 120 хв і фільтрували. Отримали 69,8 г вологого осаду і 1195,7 г розчину складу, мас. %: Ca^{2+} - 0,05; Na^+ - 9,78; Cl^- - 14,28; SO_4^{2-} - 1,22; H_2O - 74,69. Ступінь витяжки SO_4^{2-} із розчину в осад становить 60,4 %.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

Спосіб очищення розчину натрію хлориду від сульфатів, який включає його змішування з реагентом, перемішування суспензії і фільтрування осаду, випарювання фільтрату і кристалізацію натрію хлориду, який **відрізняється** тим, що розчин натрію хлориду для змішування беруть із концентрацією сульфатів-іонів 3,0-5,0 мас. %, як реагент беруть помелений природний гіпс, співвідношення природного гіпсу і розчину натрію хлориду становить 1:(10-20), а перемішування проводять за температури 60-100 °С протягом 0,5-2,0 год.



Комп'ютерна верстка О. Гергіль

ДО "Український національний офіс інтелектуальної власності та інновацій", вул. Дмитра Годзенка, 1, м. Київ – 42, 01601