

(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102502628 A

(43) 申请公布日 2012. 06. 20

(21) 申请号 201110314791. 1

(22) 申请日 2011. 10. 18

(71) 申请人 中国林业科学研究院林产化学工业研究所

地址 210042 江苏省南京市锁金五村 16 号

(72) 发明人 邓先伦 刘晓敏 朱光真 王国栋

(74) 专利代理机构 南京经纬专利商标代理有限公司 32200

代理人 冯慧

(51) Int. Cl.

C01B 31/12(2006. 01)

B09B 3/00(2006. 01)

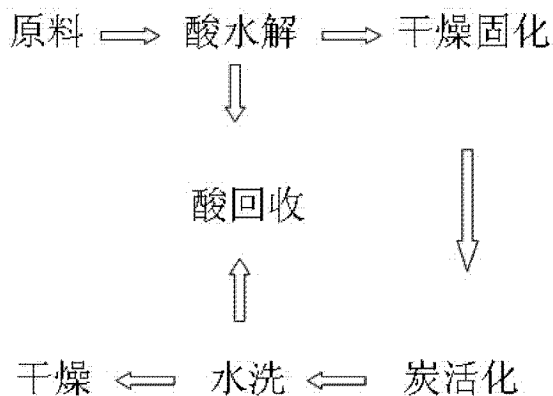
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

(54) 发明名称

化学活化法制备颗粒活性炭的方法

(57) 摘要

本发明提出了一种化学活化法制备颗粒活性炭的方法,以油茶壳为原料,采用的磷酸活化法,将油茶壳与磷酸溶液混合均匀后在 60-90℃下浸渍使油茶壳充分润胀水解糖化反应充分后,然后干燥固化,再活化,洗涤干燥得到成品不定型颗粒活性炭。成品的性能好,碘吸附值≥ 900mg/g,亚甲基蓝吸附值≥ 187mg/g,颗粒炭强度 > 85%,该种活性炭可以广泛用于液相脱色、气相污染物回收等领域。



1. 一种化学活化法制备颗粒活性炭的方法,以油茶壳为原料,采用的磷酸活化法,其特征在于:将油茶壳与磷酸溶液混合均匀后在 60-90℃下浸渍使油茶壳充分润胀水解糖化反应充分后,然后干燥固化,再活化,洗涤干燥得到成品不定型颗粒活性炭。

2. 根据权利要求 1 所述的化学活化法制备颗粒活性炭的方法,其特征在于,活化温度为 350~500℃,活化时间为 45 ~ 90 min,升温速率为 5 ~ 10℃ /min。

3. 根据权利要求 1 所述的化学活化法制备颗粒活性炭的方法,其特征在于,所述磷酸溶液的质量浓度为 40 ~ 85%。

4. 根据权利要求 1 所述的化学活化法制备颗粒活性炭的方法,其特征在于,所述磷酸溶液与油茶壳按照纯磷酸与绝干油茶壳的质量比为 1.0:1 ~ 3.0:1 进行混合。

5. 根据权利要求 1 所述的化学活化法制备颗粒活性炭的方法,其特征在于,所述的干燥固化温度为 180℃ ~250℃,干燥固化时间为 6~10h,升温速率为 6 ~ 10℃ /min。

化学活化法制备颗粒活性炭的方法

技术领域

[0001] 本发明是关于一种不定型颗粒活性炭的制备方法,特别涉及一种以油茶壳为原料采用化学活化法制备颗粒活性炭的方法。

[0002]

背景技术

活性炭是以木材、果壳、煤等含碳材料为原料制备的一类具有发达孔隙结构、巨大比表面积、强吸附能力的材料,在环保、国防、化工、食品、医药、纺织等领域中的应用日益广泛。近几年,煤、木屑资源短缺日趋严重,因此不断开发活性炭生产的原料、探索新的工艺条件、增加新品种是我国乃至世界活性炭工业发展的重要任务。针对传统活性炭制备原料木材资源短缺的问题,近几年开发了花生壳、核桃壳、杏核、甘蔗渣、稻草秸秆等为原料制备活性炭,并取得了较好的成果。油茶是我国南方重要的木本油料树种,具有栽培历史悠久、分布区域广、栽培面积大、用途多等特点。当前,国家在油茶种植和利用研究方面支持力度非常大,在十二五规划中已将油茶明确作为重点开发的木本油料作物。油茶壳是油茶果的外皮,占油茶果鲜重的 60% ~ 70%,每年产生的油茶壳有近百万吨之多。油茶果经晒干脱籽后的果壳主要用作燃料或用来制取木糖、糠醛等,开发利用途径还较少。因此,如何充分利用油茶壳制备高附加值产品,实现集约化生产,是油茶产业研究的重点之一。油茶壳的主要化学成分是木质素和纤维素,其化学组成及含量为:多缩戊糖 25% ~ 28%,木质素 25% ~ 28%,纤维素 38% ~ 43%,另外含有少量胶质、单宁、色素等杂质。从油茶壳的化学成分可以看出:它是制取活性炭的优良原料。

[0003] 例如,专利申请号为 201010181026.2 的专利以油茶果壳为原料制备了回收汽油蒸汽用颗粒活性炭;孙康等以 2 ~ 4 mm 的油茶壳为原料,采用水蒸气活化和磷酸再活化法制备了亚甲基蓝吸附值为 330 mg/g,碘吸附值 1326 mg/g 的不定型活性炭;余少英以油茶壳为原料,磷酸活化法制备了苯酚吸附值为 168.3 mg/g 的粉状活性炭。

[0004]

发明内容

[0005] 本发明的内容是以油茶壳为原料制备高性能颗粒活性炭,目的在于开拓油茶壳的新用途,实现资源的综合利用,同时为活性炭开发新的原料资源。

[0006] 本发明的技术方案为:一种化学活化法制备颗粒活性炭的方法,以油茶壳为原料,采用的磷酸活化法,将油茶壳与磷酸溶液混合均匀后在 60-90℃ 下浸渍使油茶壳充分润胀水解糖化反应充分后,然后干燥固化,再活化,洗涤干燥得到成品不定型颗粒活性炭。

[0007] 活化温度为 350~500℃,活化时间为 45 ~ 90 min,升温速率为 5 ~ 10℃/min。

[0008] 所述磷酸溶液的质量浓度为 40 ~ 85%。

[0009] 所述磷酸溶液与油茶壳按照纯磷酸与绝干油茶壳的质量比为 1.0:1 ~ 3.0:1 进行混合。

[0010] 所述的干燥固化温度为 180℃ ~ 250℃,干燥固化时间为 6~10h,升温速率为 6 ~

10°C/min。

[0011] 有益效果：

1. 制备方法简单,成本低,不需要高温浸渍活化,同时可充分回收磷酸溶液。

[0012] 2. 油茶壳制备颗粒活性炭的得率大约为 40%,把油茶壳由废弃物变为活性炭的优良原材料。用油茶壳制备颗粒活性炭不仅解决了传统活性炭制备原料木材资源短缺的问题,而且还提高了油茶的附加值,促进了油茶产业的发展。

[0013] 3. 成品的性能好,碘吸附值 ≥ 900 mg/g,亚甲基蓝吸附值 ≥ 187 mg/g,颗粒炭强度 $> 85\%$,该种活性炭可以广泛用于液相脱色、气相污染物回收等领域。

[0014] 4. 本生产工艺没有对原材料进行粉碎过筛处理,仅需进行干燥预处理即可,使用的是完整的油茶壳,在浸渍处理过程中可以保证缓慢充分浸渍以防油茶壳粉与磷酸溶液的充分接触导致过分浸渍。同时,可以根据实际需求对活性炭进行粉碎过筛处理得到最终的活性炭产品。

[0015] 附图说明：

图 1 为本发明所述油茶壳制备高性能颗粒活性炭的工艺流程示意图。

具体实施方式

[0016] 如图所示,本发明的油茶壳制备高性能颗粒活性炭的主要步骤如下所述：

1) 原料准备:选取油茶壳,烘干待用。

[0017] 2) 酸水解糖化:将步骤 1 中的原料与浓度为 40%~85%的磷酸按照液固质量比为 1:1~1:3 进行混合,在室温下或者烘箱中进行浸渍处理,使油茶壳充分润胀充分吸收磷酸溶液。

[0018] 3) 干燥固化(活化准备期):回收步骤 2 中多余的磷酸溶液,将浸渍好的油茶壳转入温度为 180~250°C的烘箱中干燥固化 6~10 h,为活化做准备。

[0019] 4) 活化:将步骤 3 中所得物料在 350~500°C的马弗炉中活化 40~90 min。

[0020] 5) 活化结束后,用水漂洗活化料,同时回收磷酸溶液,再用水漂洗活化料直至漂洗液的 pH 值为 5~7,在 150°C下烘干。

[0021] 实施例 1：

将油茶壳在 100°C下烘干,与 50%wt 的磷酸溶液按重量比为 1.5:1 混合均匀后静置 20 h,然后将混合料置于烘箱中在 110°C下处理 2 h,然后回收多余的磷酸溶液,并用烘箱在 230°C下干燥硬化 6 h,最后放入活化炉中在 450°C活化 45 min,活化料经冷却后用水洗涤值 pH 值为 5~7,将漂洗后的活性炭放入烘箱中在 150°C下烘至恒重,便制得高性能的不定型颗粒活性炭。经测试:碘吸附值达 1053 mg/g,亚甲基蓝吸附值达 202(13.5ml) mg/g,颗粒炭强度大于 90%,得率为 40%。

[0022] 实施例 2：

将油茶壳在 100°C下烘干,将油茶壳与 70%的磷酸溶液按重量比为 2:1 混合均匀置于烘箱中在 70°C下处理 6h,然后回收多余的磷酸溶液,并用烘箱在 230°C下干燥硬化 6 h,最后放入活化炉中在 450°C活化 45min,活化料经冷却后用水洗涤值 pH 值为 5~7,将漂洗后的活性炭放入烘箱中在 150°C下烘至恒重,便制得高性能的不定型颗粒活性炭。经测试:碘吸附值达 970 mg/g,亚甲基蓝吸附值达 187.5 (12.5ml)mg/g,颗粒炭强度大于 85%,得率为

37%。

[0023] 实施例 3：

将油茶壳在 100℃下烘干,将油茶壳与 50%的磷酸溶液按重量比为 3:1 混合均匀置于烘箱中在 70℃下处理 10h,然后回收多余的磷酸溶液,并用烘箱在 230℃下干燥硬化 6 h,最后放入活化炉中在 450℃活化 45min,活化料经冷却后用谁洗涤值 pH 值为 5 ~ 7,将漂洗后的活性炭放入烘箱中在 150℃下烘至恒重,便制得高性能的不定型颗粒活性炭。经测试:碘吸附值达 940 mg/g,亚甲基蓝吸附值达 225(15ml) mg/g,颗粒炭强度大于 90%,得率为 37%。

实施例 4：

将油茶壳在 100℃下烘干,将油茶壳与 85%的磷酸溶液按重量比为 1.5:1 混合均匀后静置 17 h,然后回收多余的磷酸溶液,并用烘箱在 230℃下干燥硬化 6h,最后放入活化炉中在 450℃活化 45min,活化料经冷却后用谁洗涤值 pH 值为 5-7,将漂洗后的活性炭放入烘箱中在 150℃下烘至恒重,便制得高性能的不定型颗粒活性炭。经测试:碘吸附值达 910 mg/g,亚甲基蓝吸附值达 202 (13.5ml)mg/g,,颗粒炭强度大于 88%,得率为 38%。

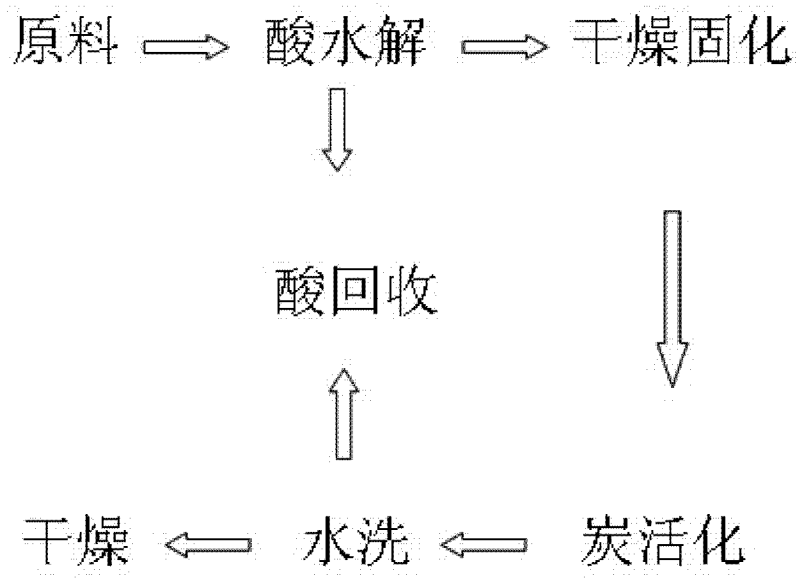


图 1