



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 117680109 B

(45) 授权公告日 2024.05.28

(21) 申请号 202311713759.X

CN 112569635 A, 2021.03.30

(22) 申请日 2023.12.12

CN 113750961 A, 2021.12.07

(65) 同一申请的已公布的文献号

CN 102641727 A, 2012.08.22

申请公布号 CN 117680109 A

CN 106861656 A, 2017.06.20

(43) 申请公布日 2024.03.12

CN 108892958 A, 2018.11.27

(73) 专利权人 华能山东发电有限公司

CN 109627284 A, 2019.04.16

地址 250014 山东省济南市历下区经十路
14900号

CN 112591710 A, 2021.04.02

专利权人 华能国际电力股份有限公司德州
电厂

CN 113646062 A, 2021.11.12

CN 1284473 A, 2001.02.21

CN 215233125 U, 2021.12.21

DE 202011106025 U1, 2012.08.17

WO 2019190791 A1, 2019.10.03

(72) 发明人 齐吉锴 曹红梅 刘增瑞 张兰庆
康夜雨 杨长城 赵春霞 张智勇

CN 115594270 A, 2023.01.13

贤凤等. 离子液体包水微乳体系制备壳聚糖

(74) 专利代理机构 济南圣达知识产权代理有限
公司 37221

纳米微球及吸附水中氟离子的研究.《现代化
工》.2022,第42卷(第6期),第129-134页.

专利代理师 张晓鹏

Qiu X et al..Organic-inorganic

nanocomposites fabricated via functional

ionic liquid as the bridging agent for

laccase immobilization and its

application in 2,4-dichlorophenol

removal.《COLLOIDS AND SURFACES B-B-

BIONTERFACES》.2017,第179卷第260-269页.

(51) Int.Cl.

B01J 20/26 (2006.01)

B01D 53/02 (2006.01)

B01J 20/34 (2006.01)

B01J 20/30 (2006.01)

C01B 3/52 (2006.01)

审查员 张增

(56) 对比文件

CN 106824113 A, 2017.06.13

权利要求书2页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

一种固定化离子液体及其制备方法与应用

制备的固定化离子液体物理化学性质稳定,温度
耐受范围极宽,孔径分布均一,使得吸附层受力
均匀,不会出现局部被气体过度冲刷而发生形变
或损失的问题,从而保证了对氢气深度纯化的高
效性和稳定性。

(57) 摘要

本发明属于材料制备与混合气吸附分离工
程技术领域,具体涉及一种固定化离子液体及其
制备方法与应用。固定化离子液体的制备方法,
包括:向壳聚糖溶液中加入硅藻土、滑石粉和铜
粉,搅拌均匀后,逐滴滴入氯化钙溶液,形成固体
小球,静置后,过滤出固体小球,洗涤后烘干,后
转入马弗炉内进行煅烧;将煅烧后的固体小球放
入离子液体中,室温下静置,后将固体小球取出
后放入戊二醛溶液中进行交联反应,反应完成
后,洗涤后烘干即得固定化离子液体。本发明的

CN 117680109 B

1. 一种固定化离子液体的制备方法,其特征在于,所述制备方法包括:

(1) 向壳聚糖溶液中加入硅藻土、滑石粉和铜粉,搅拌均匀后,逐滴滴入氯化钙溶液,形成固体小球,静置后,过滤出固体小球,洗涤后烘干,烘干后转入马弗炉内进行煅烧;

(2) 将煅烧后的固体小球放入离子液体中,室温下静置,后将固体小球取出后放入戊二醛溶液中进行交联反应,反应完成后,洗涤后烘干即得固定化离子液体。

2. 如权利要求1所述的固定化离子液体的制备方法,其特征在于,所述步骤(1)中,壳聚糖溶液为壳聚糖的乙酸溶液,其中壳聚糖的溶质的质量分数为0.5~2%;乙酸的溶质的质量分数为0.3~0.7%;

或,所述步骤(1)中,所述硅藻土、滑石粉和铜粉的质量比为10~12:1~1.5:0.1~0.15;

或,所述步骤(1)中,所述硅藻土、滑石粉和铜粉的总质量与壳聚糖溶液的质量比为1:20~1:30;

或,所述步骤(1)中,氯化钙溶液的溶质的质量分数为4%~6%;

或,氯化钙与壳聚糖的质量比为1~2:1;

或,所述步骤(1)中,静置的时间为8~12min;

或,所述步骤(1)中,洗涤的方式为采用去离子水冲洗3~5次;

或,所述步骤(1)中,所述烘干的温度为130~150℃;烘干的时间为24~40h;

或,所述步骤(1)中,煅烧温度为650~700℃,煅烧时间为2~2.5h。

3. 如权利要求2所述的固定化离子液体的制备方法,其特征在于,所述步骤(1)中,壳聚糖的溶质的质量分数为1%;乙酸的溶质的质量分数为0.5%;

或,所述步骤(1)中,氯化钙溶液的溶质的质量分数为5%;

或,氯化钙与壳聚糖的质量比为1.5:1;

或,所述步骤(1)中,静置的时间为10min。

4. 如权利要求1所述的固定化离子液体的制备方法,其特征在于,所述步骤(2)中,所述离子液体为季铵盐离子液体或铵盐型离子液体;

或,所述步骤(2)中,所述离子液体的浓度为12~15%;

或,所述步骤(2)中,室温下静置的时间为20~30h;

或,所述步骤(2)中,所述戊二醛溶液的浓度为0.5~0.7%;

或,所述步骤(2)中,交联反应的时间为7~9h;

或,所述步骤(2)中,洗涤的方式为采用去离子水冲洗3~5次;

或,所述步骤(2)中,所述烘干的条件为:烘干的温度为100~120℃;烘干的时间为20~30h;

或,所述步骤(2)中,烘干完成后,将固定化离子液体放入干燥器中冷却至室温。

5. 如权利要求4所述的固定化离子液体的制备方法,其特征在于,所述步骤(2)中,室温下静置的时间为24h;

或,所述步骤(2)中,交联反应的时间为8h;

或,所述步骤(2)中,所述烘干的条件为:烘干的温度为110℃;烘干的时间为24h。

6. 权利要求1~5任一项所述的固定化离子液体的制备方法制备的固定化离子液体。

7. 权利要求6所述的固定化离子液体应用于氢气深度纯化。

8. 一种氢气深度纯化的方法,其特征在于,氢气深度纯化所采用的装置,包括柱式反应器,柱式反应器的内部设置固定化离子液体床层,柱式反应器内部设置金属滤网,金属滤网设置在固定化离子液体床层的底部,柱式反应器底部还设置氢气入口,柱式反应器的顶部设置氢气出口;

所述氢气深度纯化的方法包括:将权利要求6所述的固定化离子液体填装在柱式反应器固定化离子液体床层中,填装完成后,从柱式反应器的底部氢气入口通入氢气,从柱式反应器的顶部氢气出口收集深度纯化后的氢气。

9. 如权利要求8所述的氢气深度纯化的方法,其特征在于,所述柱式反应器的侧壁的底部设有二氧化碳入口,在另一侧壁的顶部设有二氧化碳出口;

所述柱式反应器为垂直式柱式反应器、螺旋式柱式反应器、折弯式柱式反应器中的一种;

或,所述柱式反应器直径为8~12cm;

或,所述固定化离子液体床层填装高度2~2.5m。

10. 如权利要求8所述的氢气深度纯化的方法,其特征在于,当固定化离子液体吸附饱和后,利用高温的二氧化碳扫吹吸附饱和后固定化离子液体,即可实现固定化离子液体的再生。

11. 如权利要求9所述的氢气深度纯化的方法,其特征在于,所述二氧化碳的温度为70~80℃,吹扫的时间为20~30min。

一种固定化离子液体及其制备方法与应用

技术领域

[0001] 本发明属于材料制备与混合气吸附分离工程技术领域,具体涉及一种固定化离子液体及其制备方法与应用。

背景技术

[0002] 氢气是当前最清洁的燃料,也是重要的工业原料。氢气的纯度关系到氢气的制备、储存、使用等过程的安全性,因此氢气推广使用的主要影响因素为氢气纯度。为了进一步提升氢气纯度,科学家们一方面从制备方法入手,如纯化氢气制备过程的药剂,另一方面从后续分离角度入手,将氢气中的杂质进行充分分离,以提升氢气的纯度。

[0003] 氢气在制备过程中产生水蒸气等杂质,氢气在纯化的过程中,通常将氢气中的水分通过氢气储罐中的排污阀排出,但是,这种方法在实际的使用过程中不仅氢气和水蒸气分离效率较低,且过度依靠人工经验。当前氢气中水分更加高效的分离方式一般采用浓硫酸、生石灰吸收,此类方式虽然对水分的吸收能力较强,但吸收过程不仅会产生大量的热量,造成使用过程中存在一定的风险,且吸附后产生的废弃物难以再利用,并形成危废,从而增加环保成本。因此通过建立合适的吸附剂,对氢气进行高效干燥处理,且干燥过程中放出的热量较少或者释放的热量能及时散出,同时吸附剂可循环使用或者不形成危废,是降低氢气中水分含量,提升氢气纯度工艺过程中的关键手段。

[0004] 离子液体是一种强极性物质,对水蒸气等极性物质吸附性极强。将离子液体固定化之后,对各类极性物质进行吸附去除,是离子液体的一种高效利用方式。同时离子液体的稳定性极佳,不会因反复利用发生失效而导致形成新的废弃物。为保证离子液体的重复利用性,降低使用成本,通常对离子液体进行固定化后再用作便于分离的吸附剂,固定化后的离子液体,可反复吸附/解析附氢气中的极性气体。但是现有的固定化离子液体,存在着载体的物理化学性能不强,不耐气体腐蚀冲刷,与离子液体结合不稳固的问题,因此建立离子液体固定化的合理手段,使之符合氢气纯化过程的要求,是本领域的研究热点。

发明内容

[0005] 为了克服上述问题,本发明提供了一种固定化离子液体及其制备方法与应用,本发明的制备的固定化离子液体物理化学性质稳定,温度耐受范围极宽,孔径分布均一,使得吸附层受力均匀,不会出现局部被气体过度冲刷而发生形变或损失的问题,从而保证了固定化离子液体对氢气深度纯化的高效性和稳定性。

[0006] 为实现上述技术目的,本发明采用如下技术方案:

[0007] 本发明的第一个方面,提供了一种固定化离子液体的制备方法,所述制备方法包括:

[0008] (1) 向壳聚糖溶液中加入硅藻土、滑石粉和铜粉,搅拌均匀后,逐滴滴入氯化钙溶液,形成固体小球,静置后,过滤出固体小球,洗涤后烘干,烘干后转入马弗炉内进行煅烧;

[0009] (2) 将煅烧后的固体小球放入离子液体中,室温下静置,后将固体小球取出后放入

戊二醛溶液中进行交联反应,反应完成后,洗涤后烘干即得固定化离子液体。

[0010] 本发明的第二个方面,提供由上述制备方法制备的固定化离子液体。

[0011] 本发明的第三个方面,提供上述固定化离子液体应用于氢气深度纯化。

[0012] 本发明的第四个方面,提供一种氢气深度纯化的装置,所述装置包括柱式反应器,柱式反应器的内部设置固定化离子液体床层,柱式反应器内部设置金属滤网,金属滤网设置在固定化离子液体床层的底部,柱式反应器底部还设置氢气入口,柱式反应器的顶部设置氢气出口。

[0013] 本发明的第五个方面,提供一种氢气深度纯化的方法,将上述固定化离子液体填装在柱式反应器固定化离子液体床层中,填装完成后,从柱式反应器的底部氢气入口通入氢气,从柱式反应器的顶部氢气出口收集深度纯化后的氢气。

[0014] 本发明的有益效果:

[0015] (1) 本发明的制备的固定化离子液体物理化学性质稳定,温度耐受范围极宽,孔径分布均一,使得吸附层受力均匀,不会出现局部被气体过度冲刷而发生形变或损失的问题,从而保证了固定化离子液体对氢气深度纯化的高效性和稳定性。

[0016] (2) 本发明的制备的固定化离子液体能够实现氢气中的水分快速高效的脱除,可以使得大量的氢气在短时间内水分吸附降低至ppb级别,同时优化了氢气纯度、露点、含水量等多个指标。

[0017] (3) 本发明的制备的固定化离子液体在吸附饱和后,通过高温的二氧化碳气体进行扫吹的方法进行再生,可反复应用在氢气脱水过程中,可避免吸附剂因失效而成为固体废弃物,降低环境风险和处理成本。

[0018] (4) 本发明的制备的固定化离子液体制备原料廉价易得,制备过程简易,易于大规模使用和推广。

[0019] (5) 本发明所提供的超亲水型陶瓷吸附剂不仅可以用于氢气深度纯化,也可用于氮气、氩气等非极性气体的深度纯化,使用范围广泛。

附图说明

[0020] 构成本发明的一部分的说明书附图用来提供对本申请的进一步理解,本发明的示意性实施例及其说明用于解释本发明,并不构成对本发明的不当限定。

[0021] 图1为氢气深度纯化的装置结构示意图;

[0022] 其中,1-柱式反应器、2-固定化离子液体床层、3-金属滤网、4-氢气入口、5-氢气出口、6-二氧化碳入口、7-二氧化碳出口。

具体实施方式

[0023] 应该指出,以下详细说明都是示例性的,旨在对本发明提供进一步的说明。除非另有指明,本发明使用的所有技术和科学术语具有与本发明所属技术领域的普通技术人员通常理解的含义。

[0024] 需要注意的是,这里所使用的术语仅是为了描述具体实施方式,而非意图限制根据本发明的示例性实施方式。如在这里所使用的,除非上下文另外明确指出,否则单数形式也意图包括复数形式,此外,还应当理解的是,当在本说明书中使用术语“包含”和/或“包

括”时,其指明存在特征、步骤、操作、器件、组件和/或它们的组合。

[0025] 本发明的第一种典型实施方式,提供了一种固定化离子液体的制备方法,所述制备方法包括:

[0026] (1) 向壳聚糖溶液中加入硅藻土、滑石粉和铜粉,搅拌均匀后,逐滴滴入氯化钙溶液,形成固体小球,静置后,过滤出固体小球,洗涤后烘干,烘干后转入马弗炉内进行煅烧;

[0027] (2) 将煅烧后的固体小球放入离子液体中,室温下静置,后将固体小球取出后放入戊二醛溶液中进行交联反应,反应完成后,洗涤后烘干即得固定化离子液体。

[0028] 在一种或多种实施方式中,所述步骤(1)中,壳聚糖溶液为壳聚糖的乙酸溶液,其中壳聚糖的溶质的质量分数为0.5~2%,优选为1%;乙酸的溶质的质量分数为0.3~0.7%,优选为0.5%。

[0029] 在一种或多种实施方式中,所述步骤(1)中,所述硅藻土、滑石粉和铜粉的质量比为10~12:1~1.5:0.1~0.15。

[0030] 在一种或多种实施方式中,所述步骤(1)中,所述硅藻土、滑石粉和铜粉的总质量与壳聚糖溶液的质量比为1:20~1:30。

[0031] 在一种或多种实施方式中,所述步骤(1)中,氯化钙溶液的溶质的质量分数为4%~6%,优选为5%。

[0032] 在一种或多种实施方式中,所述步骤(1)中,氯化钙与壳聚糖的质量比为1~2:1,优选为1.5:1。

[0033] 在一种或多种实施方式中,所述步骤(1)中,静置的时间为8~12min,优选为10min。

[0034] 在一种或多种实施方式中,所述步骤(1)中,洗涤的方式为采用去离子水冲洗3~5次。

[0035] 在一种或多种实施方式中,所述步骤(1)中,所述烘干的温度为130~150℃;烘干的时间为24~40h。

[0036] 在一种或多种实施方式中,所述步骤(1)中,煅烧温度为650~700℃,煅烧时间为2~2.5h。

[0037] 在一种或多种实施方式中,所述步骤(2)中,所述离子液体为季铵盐离子液体或铵盐型离子液体。

[0038] 在一种或多种实施方式中,所述步骤(2)中,所述离子液体的浓度为12~15%。

[0039] 在一种或多种实施方式中,所述步骤(2)中,室温下静置的时间为20~30h,优选为24h。

[0040] 在一种或多种实施方式中,所述步骤(2)中,所述戊二醛溶液的浓度为0.5~0.7%。

[0041] 在一种或多种实施方式中,所述步骤(2)中,交联反应的时间为7~9h,优选为8h。

[0042] 在一种或多种实施方式中,所述步骤(2)中,洗涤的方式为采用去离子水冲洗3~5次。

[0043] 在一种或多种实施方式中,所述步骤(2)中,所述烘干的条件为:烘干的温度为100~120℃,优选为110℃;烘干的时间为20~30h,优选为24h。

[0044] 在一种或多种实施方式中,所述步骤(2)中,烘干完成后,将固定化离子液体放入

干燥器中冷却至室温。

[0045] 本发明的第二种典型实施方式,提供由上述制备方法制备的固定化离子液体。

[0046] 本发明的第三种典型实施方式,提供上述固定化离子液体应用于氢气深度纯化。

[0047] 本发明的第四种典型实施方式,提供一种氢气深度纯化的装置,所述装置包括柱式反应器,柱式反应器的内部设置固定化离子液体床层,柱式反应器内部设置金属滤网,金属滤网设置在固定化离子液体床层的底部,柱式反应器底部还设置氢气入口,柱式反应器的顶部设置氢气出口。

[0048] 在一种或多种实施方式中,所述柱式反应器的侧壁的底部设有二氧化碳入口,在另一侧壁的顶部设有二氧化碳出口。高温的二氧化碳扫吹吸附饱和后固定化离子液体,可以实现固定化离子液体的再生。

[0049] 在一种或多种实施方式中,所述柱式反应器为垂直式柱式反应器、螺旋式柱式反应器、折弯式柱式反应器中的一种。

[0050] 在一种或多种实施方式中,所述柱式反应器直径为8~12cm。

[0051] 在一种或多种实施方式中,所述固定化离子液体床层填装高度2~2.5m。

[0052] 本发明的第五种典型实施方式,提供一种氢气深度纯化的方法,将上述固定化离子液体填装在柱式反应器固定化离子液体床层中,填装完成后,从柱式反应器的底部氢气入口通入氢气,从柱式反应器的顶部氢气出口收集深度纯化后的氢气。

[0053] 在一种或多种实施方式中,本发明还提供一种固定化离子液体再生的方法,当固定化离子液体吸附饱和后,利用高温的二氧化碳扫吹吸附饱和后固定化离子液体,即可实现固定化离子液体的再生。

[0054] 进一步的,所述二氧化碳的温度为70~80℃,吹扫的时间为20~30min。

[0055] 为了使得本领域技术人员能够更加清楚地了解本发明的技术方案,以下将结合具体的实施例详细说明本发明的技术方案。

[0056] 实施例1

[0057] (1) 固定化离子液体的制备

[0058] 向220.2份溶质的质量分数为1%壳聚糖乙酸溶液(乙酸的溶质的质量分数为0.5%)中加入10份硅藻土、1份滑石粉和0.1份铜粉,搅拌均匀后,逐滴滴入氯化钙(溶质的质量分数为5%)溶液,氯化钙粉末的质量与壳聚糖粉末质量比为1.5:1,形成固体小球,静置后10min后,过滤出固体小球,洗涤后烘干,烘干的温度为150℃;烘干的时间为36h,烘干后转入马弗炉内进行煅烧;煅烧温度为650℃,煅烧时间为2.5h。将煅烧后获得的小球放入1-丁基-3-甲基胺离子液体中,离子液体的浓度为12%,室温下静置24h,而后放入戊二醛溶液(溶质的质量分数为0.6%,溶剂为水)中进行交联反应,反应8小时后,用去离子水冲洗3~5次。110℃烘干24h后,放入干燥器中冷却至室温。

[0059] (2) 利用固定化离子液体进行氢气深度纯化

[0060] 将本实施例获得的固定化离子液体填充在垂直式柱式反应器1(直径为8cm)固定化离子液体床层2中,填装高度为2m。填装完成后,从柱式反应器1的底部氢气入口4通入氢气,从柱式反应器1的顶部氢气出口5收集深度纯化后的氢气。当固定化离子液体吸附饱和后,对固定化离子液体进行再生处理,利用80℃的二氧化碳扫吹吸20min。对深度纯化前后的氢气进行指标测定,包括氢气的纯度、水分以及露点,测定的结果如表1所示。

[0061] 表1氢气指标测定结果

| 使用条件 | 氢气纯度 | 露点 | 含水量 |
|----------------------|--------|--------|-----------|
| 吸附剂利用次数 1 | 99.99% | -56.3℃ | 0.056mg/L |
| [0062] 吸附剂利用次数 10 | 99.99% | -57.2℃ | 0.051mg/L |
| 未使用吸附剂 | 99.89% | -42.7℃ | 0.111mg/L |

[0063] 实施例2

[0064] (1) 固定化离子液体的制备

[0065] 向394.5份溶质的质量分数为1%壳聚糖乙酸溶液(乙酸的溶质的质量分数为0.5%)中加入12份硅藻土、1份滑石粉和0.15份铜粉,搅拌均匀后,逐滴滴入氯化钙(溶质的质量分数为5%)溶液,氯化钙粉末的质量与壳聚糖粉末质量比为1.5:1,形成固体小球,静置后10min后,过滤出固体小球,洗涤后烘干,烘干的温度为130℃;烘干的时间为40h,烘干后转入马弗炉内进行煅烧;煅烧温度为700℃,煅烧时间为2h。

[0066] 将煅烧后获得的小球放入二甲基胺离子液体中,离子液体的浓度为15%,室温下静置24h,而后放入戊二醛溶液(溶质的质量分数为0.7%,溶剂为水)中进行交联反应,反应8小时后,用去离子水冲洗3~5次。110℃烘干24h后,放入干燥器中冷却至室温。

[0067] (2) 利用固定化离子液体进行氢气深度纯化

[0068] 将本实施例获得的固定化离子液体填充在螺旋式柱式反应器1(直径为10cm)固定化离子液体床层2中,填装高度为2.2m。填装完成后,从柱式反应器1的底部氢气入口4通入氢气,从柱式反应器1的顶部氢气出口5收集深度纯化后的氢气。当固定化离子液体吸附饱和后,对固定化离子液体进行再生处理,利用75℃的二氧化碳扫吹吸25min。对深度纯化前后的氢气进行指标测定,包括氢气的纯度、水分以及露点,测定的结果如表2所示。

[0069] 表2氢气指标测定结果

| 使用条件 | 氢气纯度 | 露点 | 含水量 |
|----------------------|--------|--------|-----------|
| 吸附剂利用次数 1 | 99.99% | -56.6℃ | 0.057mg/L |
| [0070] 吸附剂利用次数 10 | 99.99% | -57.2℃ | 0.051mg/L |
| 未使用吸附剂 | 99.89% | -41.9℃ | 0.112mg/L |

[0071] 实施例3

[0072] (1) 固定化离子液体的制备

[0073] 向316.25份溶质的质量分数为1%壳聚糖乙酸溶液(乙酸的溶质的质量分数为0.5%)中加入11份硅藻土、1.5份滑石粉和0.15份铜粉,搅拌均匀后,逐滴滴入氯化钙(溶质的质量分数为5%)溶液,氯化钙粉末的质量与壳聚糖粉末质量比为1.5:1,形成固体小球,

静置后10min后,过滤出固体小球,洗涤后烘干,烘干的温度为140℃;烘干的时间为30h,烘干后转入马弗炉内进行煅烧;煅烧温度为680℃,煅烧时间为2.5h。

[0074] 将煅烧后获得的小球放入1-丁基-3-甲基咪唑离子液体中,离子液体的浓度为13%,室温下静置24h,而后放入戊二醛溶液(溶质的质量分数为0.7%,溶剂为水)中进行交联反应,反应8小时后,用去离子水冲洗3~5次。110℃烘干24h后,放入干燥器中冷却至室温。

[0075] (2) 利用固定化离子液体进行氢气深度纯化

[0076] 将本实施例获得的固定化离子液体填充在折弯式柱式反应器1(直径为12cm)固定化离子液体床层2中,填装高度为2.5m。填装完成后,从柱式反应器1的底部氢气入口4通入氢气,从柱式反应器1的顶部氢气出口5收集深度纯化后的氢气。当固定化离子液体吸附饱和后,对固定化离子液体进行再生处理,利用70℃的二氧化碳扫吹吸30min。对深度纯化前后的氢气进行指标测定,包括氢气的纯度、水分以及露点,测定的结果如表3所示。

[0077] 表3氢气指标测定结果

| 使用条件 | 氢气纯度 | 露点 | 含水量 |
|------------------|--------|--------|-----------|
| [0078] 吸附剂利用次数 1 | 99.99% | -56.5℃ | 0.056mg/L |
| 吸附剂利用次数 10 | 99.99% | -57.2℃ | 0.050mg/L |
| [0079] 未使用吸附剂 | 99.89% | -41.7℃ | 0.111mg/L |

[0080] 实施例4

[0081] (1) 固定化离子液体的制备

[0082] 向326.2份溶质的质量分数为1%壳聚糖乙酸溶液(乙酸的溶质的质量分数为0.5%)中加入10份硅藻土、1.5份滑石粉和0.1份铜粉,搅拌均匀后,逐滴滴入氯化钙(溶质的质量分数为5%)溶液,氯化钙粉末的质量与壳聚糖粉末质量比为1.5:1,形成固体小球,静置后10min后,过滤出固体小球,洗涤后烘干,烘干的温度为150℃;烘干的时间为24h,烘干后转入马弗炉内进行煅烧;煅烧温度为650℃,煅烧时间为2.5h。

[0083] 将煅烧后获得的小球放入1-乙基-3-甲基咪唑离子液体中,离子液体的浓度为15%,室温下静置24h,而后放入戊二醛溶液(溶质的质量分数为0.5%,溶剂为水)中进行交联反应,反应8小时后,用去离子水冲洗3~5次。110℃烘干24h后,放入干燥器中冷却至室温。

[0084] (2) 利用固定化离子液体进行氢气深度纯化

[0085] 将本实施例获得的固定化离子液体填充在垂直式柱式反应器1(直径为10cm)固定化离子液体床层2中,填装高度为2.5m。填装完成后,从柱式反应器1的底部氢气入口4通入氢气,从柱式反应器1的顶部氢气出口5收集深度纯化后的氢气。当固定化离子液体吸附饱和后,对固定化离子液体进行再生处理,利用70℃的二氧化碳扫吹吸30min。对深度纯化前后的氢气进行指标测定,包括氢气的纯度、水分以及露点,测定的结果如表4所示。

[0086] 表4氢气指标测定结果

| | | | | |
|--------|---------------|--------|--------|-----------|
| [0087] | 使用条件 | 氢气纯度 | 露点 | 含水量 |
| | 吸附剂利用次数 1 | 99.99% | -56.7℃ | 0.053mg/L |
| [0088] | 吸附剂利用次数 10 | 99.99% | -56.9℃ | 0.052mg/L |
| | 未使用吸附剂 | 99.89% | -41.6℃ | 0.111mg/L |

[0089] 以上所述仅为本发明的优选实施例而已,并不用于限制本发明,对于本领域的技术人员来说,本发明可以有各种更改和变化。凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

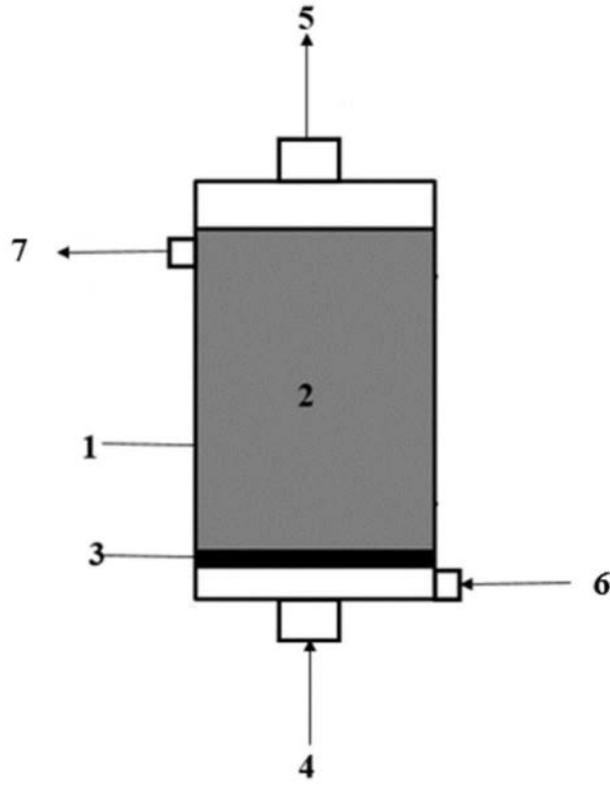


图1