



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114307960 A

(43) 申请公布日 2022.04.12

(21) 申请号 202111642484.6

(22) 申请日 2021.12.29

(71) 申请人 无锡凡锡环保科技有限公司

地址 214142 江苏省无锡市新吴区观山路1号103-49

(72) 发明人 岳东亭

(74) 专利代理机构 北京奥肯律师事务所 11881

代理人 马聪

(51) Int. Cl.

B01J 20/20 (2006.01)

B01J 20/30 (2006.01)

C02F 1/28 (2006.01)

C02F 103/04 (2006.01)

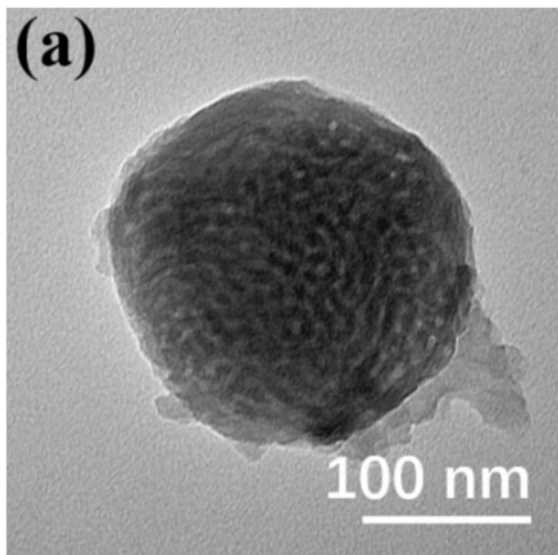
权利要求书1页 说明书4页 附图3页

(54) 发明名称

一种阳离子 π 作用增效介孔碳材料的制备方法及应用

(57) 摘要

本发明属于介孔碳材料技术领域,具体涉及一种阳离子 π 作用增效介孔碳材料的制备方法及应用。其公开了一种阳离子 π 作用增效介孔碳材料的制备方法,包括以下步骤,S1:分别称取一定质量的Pluronic F127和氯化钾溶解在盐酸溶液中,完全溶解后加入1,3,5-三甲基苯和乙醇搅拌均匀,加入甲醛溶液和3-氨基苯酚在一定温度下反应;S2:待所述S1步骤反应完全后,将反应得到的溶液转移高压反应釜中,水热处理,冷却至室温,对溶液进行离心干燥,得到氨基苯酚甲醛树脂(APF)聚合物。S3:将所述S2得到的APF进行烘干,烘干后的APF进行研磨处理,然后置于管式炉中,在氮气保护下,进行退火处理,得到孔隙发达的介孔碳材料。



1. 一种阳离子 π 作用增效介孔碳材料的制备方法,其特征在于:包括以下步骤,
S1:分别称取一定质量的Pluronic F127和氯化钾溶解在盐酸溶液中,完全溶解后加入1,3,5-三甲基苯和乙醇搅拌均匀,加入甲醛溶液和3-氨基苯酚在一定温度下反应;
S2:待所述S1步骤反应完全后,将反应得到的溶液转移高压反应釜中,水热处理,冷却至室温,对溶液进行离心干燥,得到氨基苯酚甲醛树脂(APF)聚合物。
S3:将所述S2得到的APF进行烘干,烘干后的APF进行研磨处理,然后置于管式炉中,在氮气保护下,进行退火处理,得到孔隙发达的介孔碳材料。
2. 根据权利要求1所述的一种阳离子 π 作用增效介孔碳材料的制备方法,其特征在于:所述Pluronic F127、氯化钾、1,3,5-三甲基苯、3-氨基苯酚的重量为:
Pluronic F127 4~6g;
氯化钾4~6g;
1,3,5-三甲基苯4~6g;
3-氨基苯酚2~4g。
3. 根据权利要求2所述的一种阳离子 π 作用增效介孔碳材料的制备方法,其特征在于:所述盐酸溶液的浓度为2Mmol/L,所述甲醛溶液中含有质量分数5~15%的甲醇和质量分数37%的甲醛;
所述盐酸溶液、甲醛溶液和乙醇的体积为:
盐酸溶液300ml;
甲醛溶液2~4ml;
乙醇100~300ml。
4. 根据权利要求3所述的一种阳离子 π 作用增效介孔碳材料的制备方法,其特征在于:所述Pluronic F127、氯化钾、1,3,5-三甲基苯、3-氨基苯酚的重量为:
Pluronic F127 5g;氯化钾5g;1,3,5-三甲基苯5g;3-氨基苯酚3g;
所述盐酸溶液、甲醛溶液和乙醇的体积为:盐酸溶液300ml;甲醛溶液3ml;乙醇200ml。
5. 根据权利要求1所述的一种阳离子 π 作用增效介孔碳材料的制备方法,其特征在于:所述S1中反应温度为20~40℃,反应时间为40~60min。
6. 根据权利要求1所述的一种阳离子 π 作用增效介孔碳材料的制备方法,其特征在于:所述S2中水热温度为80~120℃,水热时间为12~36h。
7. 根据权利要求1所述的一种阳离子 π 作用增效介孔碳材料的制备方法,其特征在于:所述氮气流量为100~300ml/min,退火温度为400~500℃。
8. 一种根据权利要求1~7任意一项所述的制备方法制备的介孔碳材料的应用,其特征在于:所述介孔碳材料应用于深度脱盐水质处理。

一种阳离子 π 作用增效介孔碳材料的制备方法及应用

技术领域

[0001] 本发明属于介孔碳材料技术领域,具体涉及一种阳离子 π 作用增效介孔碳材料的制备方法及应用。

背景技术

[0002] 随着现代科技和工业的发展,半导体、纳米材料、精细陶瓷、电子工业、制药等高精度要求的行业越来越多,这些行业对工序中的清洗、制作及药品稀释等用水水质有较高要求,由于高纯水良好的水质,在材料和器件的制造中起着关键作用,已经成为现代科技发展和工业生产中所必须的基础材料之一。高纯水的制备工艺主要包括预处理、脱盐和后处理。其中,脱盐包括预脱盐和深度脱盐,预脱盐可以脱除水中较易去除的大部分离子,减轻了后续深度脱盐的处理负荷;深度脱盐需除去水中剩余的所有杂质离子,使出水达到高纯水水质要求。

[0003] 碳纳米管因具有实验证实的超快水渗透能力和理论预测的极高脱盐能力,长期以来被认为可以作为性能极佳的脱盐材料。碳纳米管是由石墨片卷曲而成的中空管状结构,其直径在几个纳米,长度最长可以达到数微米。近年来若干理论和实验表明碳纳米管对纯水具有很好的渗透能力,效率远远超过商业反渗透淡化膜。同时,在Science及Nature的数次发文展望了可以将这种纳米碳管做成的滤膜应用于海水脱盐,所需要的能耗可以大大降低。然而关于碳纳米管的脱盐率足够作为脱盐材料的实验进展并不理想,实验研究表明,碳纳米管上碳原子构成的六元环状结构是芳香环结构,该结构富含离域 π 电子。在海水淡化的过程中,钠、钾离子等阳离子和碳基材料上富含 π 电子的芳香环之间存在非常强的相互作用,即阳离子- π 作用,从而导致大量的离子会迅速吸附在碳纳米管的管口,堵塞碳纳米管。碳纳米管中的水流被阻断,从而大大降低了碳纳米管作为高效海水过滤材料的应用价值。然而,高纯水制备技术中的深度脱盐处理与海水淡化有所不同,由于盐离子浓度低,导致吸附材料的吸附动力低,从而限制了吸附材料在高纯水技术中的应用。虽然碳纳米管与阳离子之间的阳离子 π 作用会导致碳纳米管在海水淡化过程中失去应用价值,但是在深度脱盐处理过程中,该作用反而可以增强碳纳米管对盐分的吸附动力,实现碳纳米管在低盐环境下盐分的富集,达到高效除盐,提升水质的目的。

发明内容

[0004] 针对上述背景技术所提出的问题,本发明的目的是:旨在提供。

[0005] 为实现上述技术目的,本发明采用的技术方案如下:

[0006] 一种阳离子 π 作用增效介孔碳材料的制备方法,包括以下步骤,

[0007] S1:分别称取一定质量的Pluronic F127和氯化钾溶解在盐酸溶液中,完全溶解后加入1,3,5-三甲基苯和乙醇搅拌均匀,加入甲醛溶液和3-氨基苯酚在一定温度下反应;

[0008] S2:待所述S1步骤反应完全后,将反应得到的溶液转移高压反应釜中,水热处理,冷却至室温,对溶液进行离心干燥,得到氨基苯酚甲醛树脂(APF)聚合物。

[0009] S3:将所述S2得到的APF进行烘干,烘干后的APF进行研磨处理,然后置于管式炉中,在氮气保护下,进行退火处理,得到孔隙发达的介孔碳材料。

[0010] 作为本发明的一种优选方案,所述Pluronic F127、氯化钾、1,3,5~三甲基苯、3~氨基苯酚的重量为:

[0011] Pluronic F127 4~6g;

[0012] 氯化钾 4~6g;

[0013] 1,3,5~三甲基苯 4~6g;

[0014] 3~氨基苯酚 2~4g。

[0015] 作为本发明的一种优选方案,所述盐酸溶液的浓度为2Mmol/L,所述甲醛溶液中含有质量分数5~15%的甲醇和质量分数37%的甲醛;

[0016] 所述盐酸溶液、甲醛溶液和乙醇的体积为:

[0017] 盐酸溶液 300ml;

[0018] 甲醛溶液 2~4ml;

[0019] 乙醇 100~300ml。

[0020] 作为本发明的一种优选方案,所述Pluronic F127、氯化钾、1,3,5~三甲基苯、3~氨基苯酚的重量为:

[0021] Pluronic F127 5g;氯化钾5g;1,3,5~三甲基苯5g;3~氨基苯酚3g;

[0022] 所述盐酸溶液、甲醛溶液和乙醇的体积为:盐酸溶液300ml;甲醛溶液3ml;乙醇200ml。

[0023] 作为本发明的一种优选方案,述S1中反应温度为20~40℃,反应时间为40~60min。

[0024] 作为本发明的一种优选方案,所述S2中水热温度为80~120℃,水热时间为12~36h。

[0025] 作为本发明的一种优选方案,所述氮气流量为100~300ml/min,退火温度为400~500℃。

[0026] 一种介孔碳材料的应用,所述介孔碳材料应用于深度脱盐水质处理。

[0027] 本发明的有益效果:

[0028] 本发明通过调控分子聚合过程,控制材料生长,以达到调节介孔碳材料孔道直径与长度各异的介孔碳材料的目的;筛选能够增强碳基功能材料离子~ π 作用的介孔碳材料,提高介孔碳材料去除痕量盐分的吸附动力学,解决深度脱盐过程中,吸附剂反应动力学低,脱盐效率差的瓶颈问题。本发明提出了一种调控介孔碳孔隙结构来增效碳基材料阳离子~ π 作用的方法,该方法所用的阳离子~ π 作用显著提高去除痕量盐分的吸附动力学。该技术不需要投加化学试剂,占地面积小,运行费用低,易维护,高效安全稳定。在电子级和核级超纯水领域,以自主知识产权突破顶端吸附分离材料的底层关键技术,打破国外产品长期垄断的产业格局,实现进口替代,保障我国产业技术安全性,极具军事意义,产业意义和科学意义。

附图说明

[0029] 本发明可以通过附图给出的非限定性实施例进一步说明;

- [0030] 图1为本发明实施例1得到的介孔碳材料在100nm下的示意图；
[0031] 图2为本发明实施例1得到的介孔碳材料在100nm下的示意图；
[0032] 图3为本发明实施例1得到的介孔碳材料在100nm下的示意图；

具体实施方式

[0033] 为了使本领域的技术人员可以更好地理解本发明，下面结合附图和实施例对本发明技术方案进一步说明。

[0034] 实施例1

[0035] 一种阳离子 π 作用增效介孔碳材料的制备方法，包括以下步骤，

[0036] S1:分别称取4g Pluronic F127和6g氯化钾溶解在300ml浓度为2Mmol/L盐酸溶液中，完全溶解后加入5g 1,3,5-三甲基苯和100ml乙醇搅拌均匀，加入2ml含有质量分数5~15%的甲醇和质量分数37%的甲醛溶液和0.2g 3-氨基苯酚在20~25℃的温度下，反应40min；

[0037] S2:待所述S1步骤反应完全后，将反应得到的溶液转移高压反应釜中，在水热温度80~90℃下水热处理12h，冷却至室温，对溶液进行离心干燥，得到氨基苯酚甲醛树脂(APF)聚合物。

[0038] S3:将所述S2得到的APF进行烘干，烘干后的APF进行研磨处理，然后置于管式炉中，在氮气保护下，氮气流量为100~150ml/min，退火温度为400~450℃下，进行退火处理，得到孔隙发达的介孔碳材料。

[0039] 实施例2

[0040] 一种阳离子 π 作用增效介孔碳材料的制备方法，包括以下步骤，

[0041] S1:分别称取6g Pluronic F127和4g氯化钾溶解在300ml浓度为2Mmol/L盐酸溶液中，完全溶解后加入6g 1,3,5-三甲基苯和300ml乙醇搅拌均匀，加入2ml含有质量分数5~15%的甲醇和质量分数37%的甲醛溶液和0.4g 3-氨基苯酚在35~40℃的温度下，反应6min；

[0042] S2:待所述S1步骤反应完全后，将反应得到的溶液转移高压反应釜中，在水热温度110~120℃下水热处理36h，冷却至室温，对溶液进行离心干燥，得到氨基苯酚甲醛树脂(APF)聚合物。

[0043] S3:将所述S2得到的APF进行烘干，烘干后的APF进行研磨处理，然后置于管式炉中，在氮气保护下，氮气流量为100~150ml/min，退火温度为400~450℃下，进行退火处理，得到孔隙发达的介孔碳材料。

[0044] 实施例3

[0045] 一种阳离子 π 作用增效介孔碳材料的制备方法，包括以下步骤，

[0046] S1:分别称取5g Pluronic F127和5g氯化钾溶解在300ml浓度为2Mmol/L盐酸溶液中，完全溶解后加入5g 1,3,5-三甲基苯和200ml乙醇搅拌均匀，加入3ml含有质量分数5~15%的甲醇和质量分数37%的甲醛溶液和0.3g 3-氨基苯酚在30~35℃的温度下，反应50min；

[0047] S2:待所述S1步骤反应完全后，将反应得到的溶液转移高压反应釜中，在水热温度100~110℃下水热处理30h，冷却至室温，对溶液进行离心干燥，得到氨基苯酚甲醛树脂

(APF) 聚合物。

[0048] S3:将所述S2得到的APF进行烘干,烘干后的APF进行研磨处理,然后置于管式炉中,在氮气保护下,氮气流量为200~250ml/min,退火温度为450~480℃下,进行退火处理,得到孔隙发达的介孔碳材料。

[0049] 将实施例1~实施例3得到的介孔碳材料,应用于深度脱盐水质处理。

[0050] 如图1~图3所示,实施例1~实施例3得到的介孔碳材料孔隙发达,从而使得其在深度脱盐水质处理应用中的效果好。

[0051] 上述实施例仅示例性说明本发明的原理及其功效,而非用于限制本发明。任何熟悉此技术的人士皆可在不违背本发明的精神及范畴下,对上述实施例进行修饰或改变。因此,凡所属技术领域中具有通常知识者在未脱离本发明所揭示的精神与技术思想下所完成的一切等效修饰或改变,仍应由本发明的权利要求所涵盖。

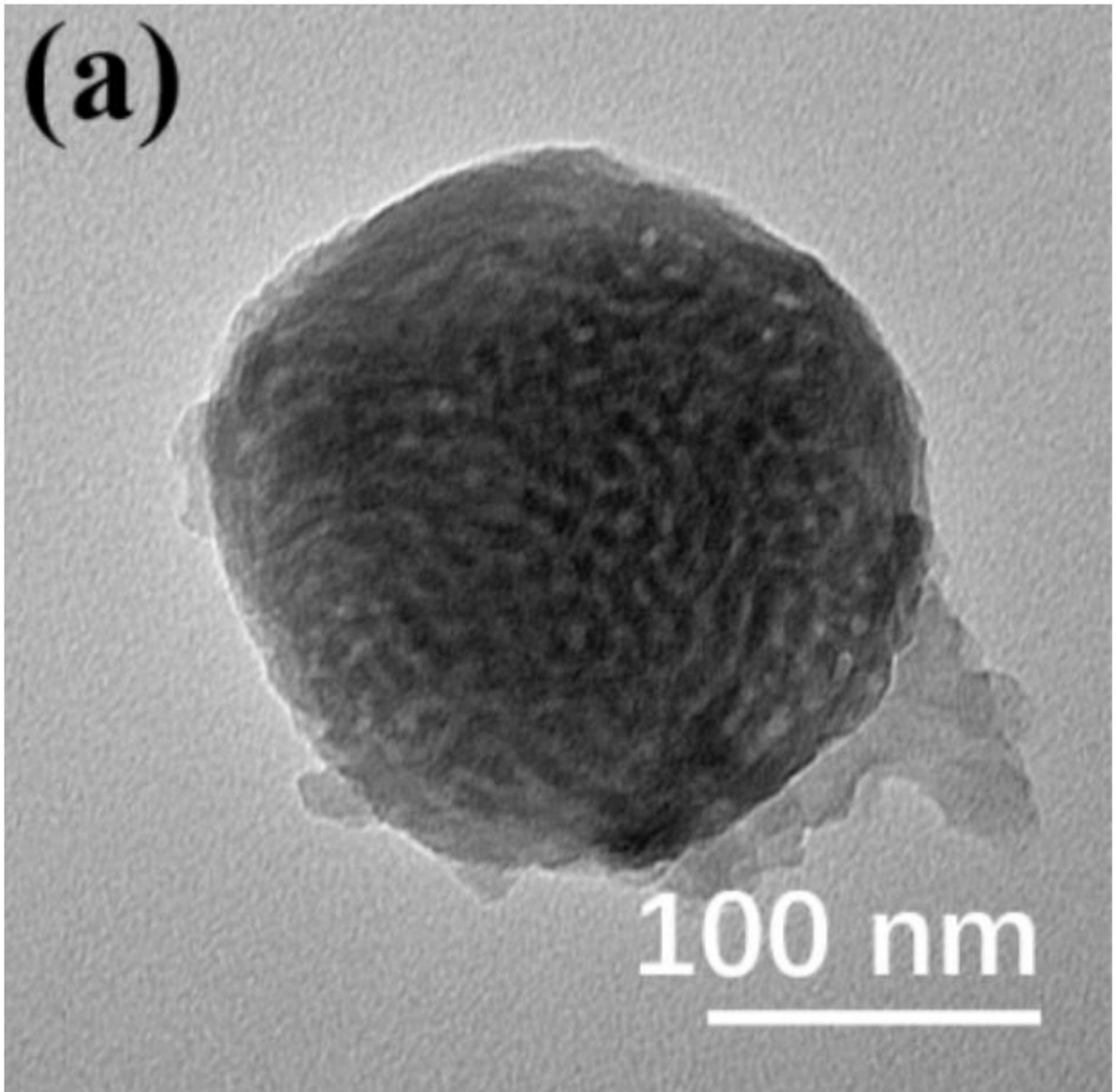


图1

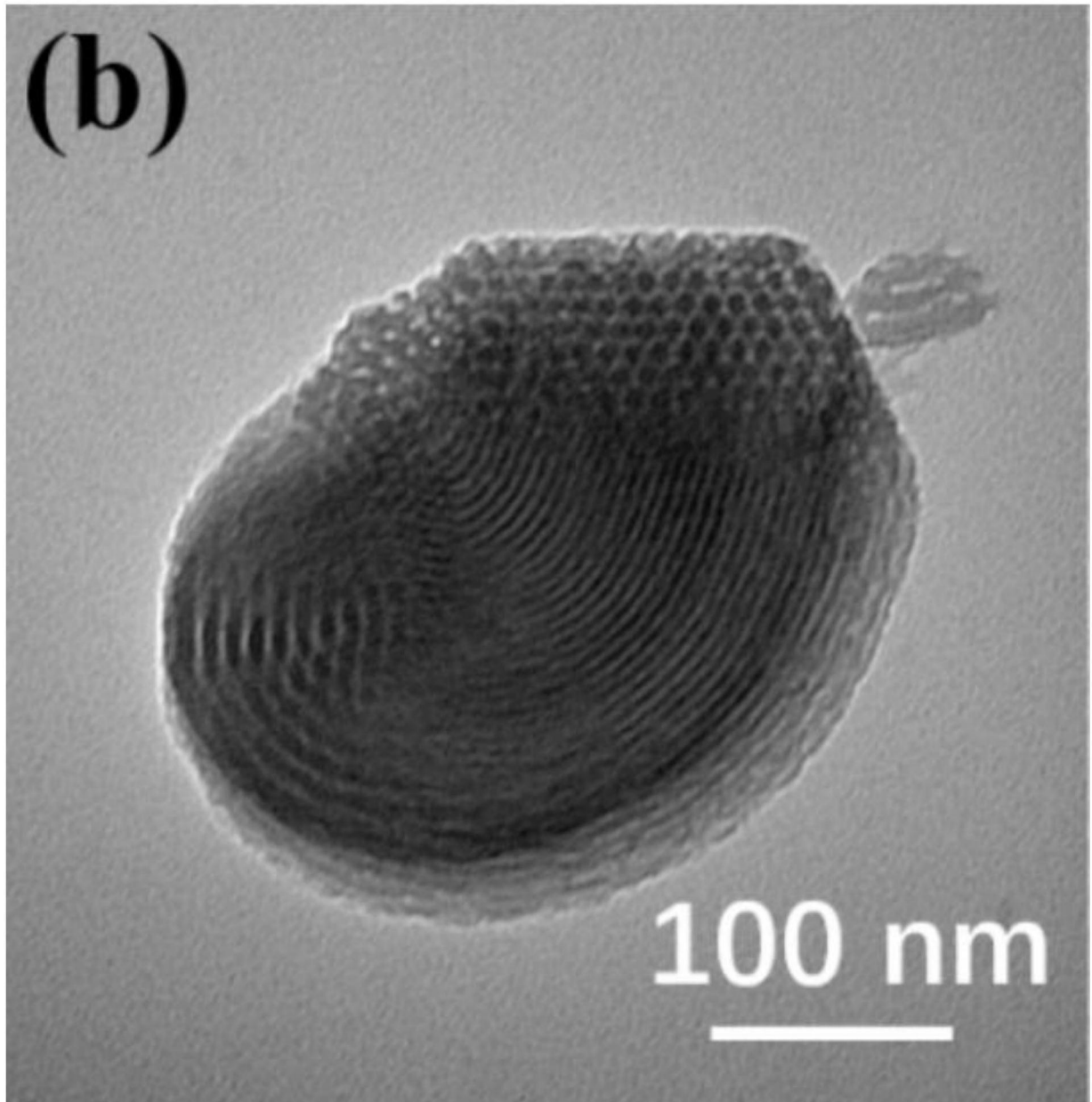


图2

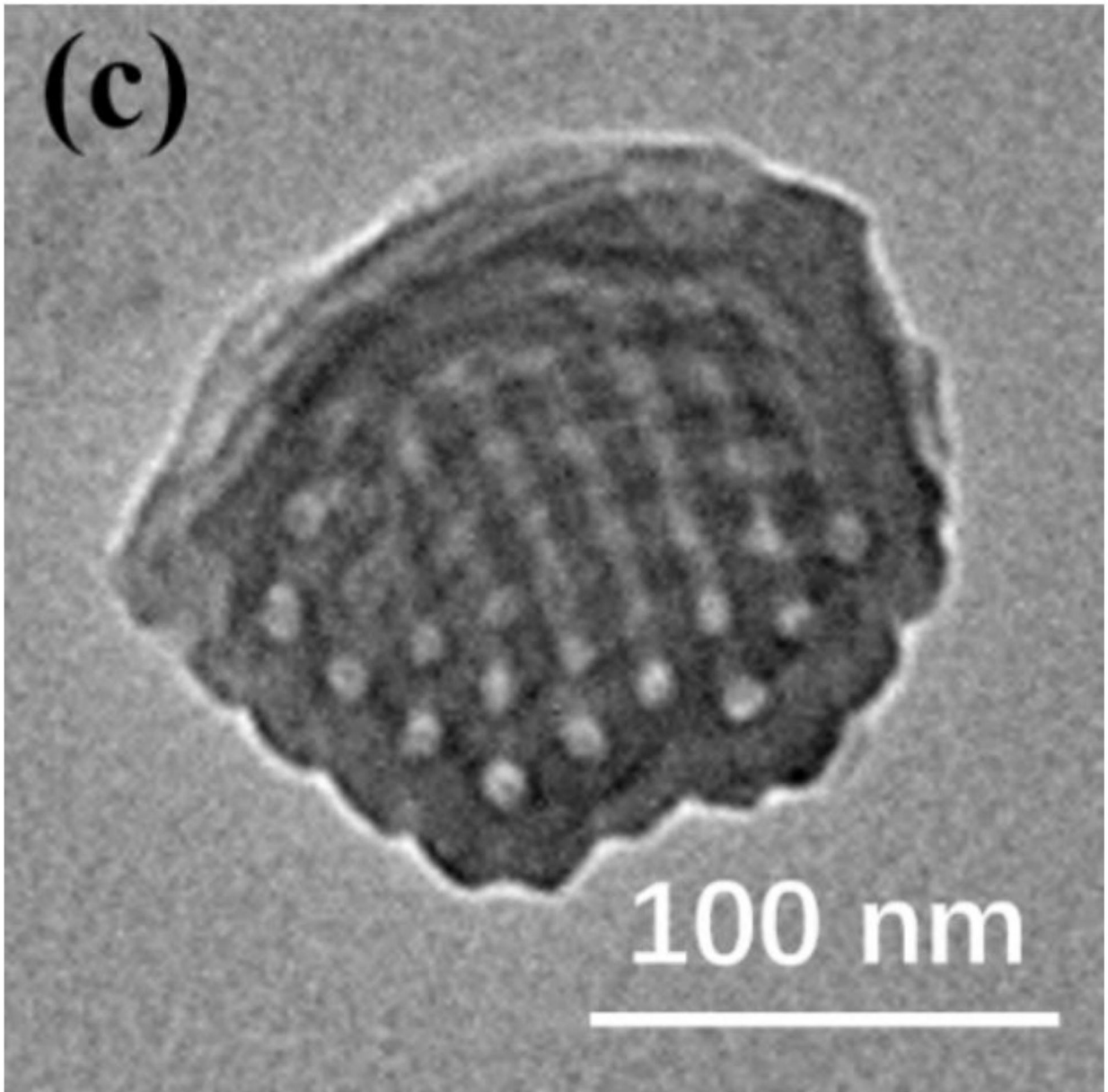


图3