



(12)实用新型专利

(10)授权公告号 CN 205833182 U

(45)授权公告日 2016.12.28

(21)申请号 201620704437.8

(22)申请日 2016.07.05

(73)专利权人 江苏中科睿赛污染控制工程有限公司

地址 224001 江苏省盐城市亭湖区环保科技城环保大道666号

专利权人 中国科学院过程工程研究所

(72)发明人 岳仁亮 齐丛亮 周建国 周宏宇

(74)专利代理机构 北京品源专利代理有限公司
11332

代理人 巩克栋 侯桂丽

(51)Int.Cl.

B01J 20/34(2006.01)

C01B 15/023(2006.01)

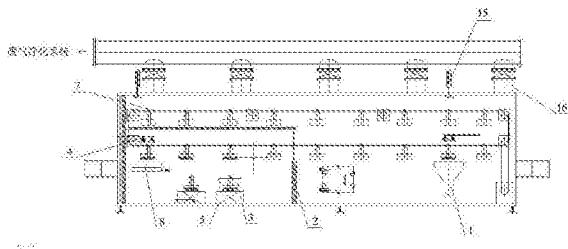
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54)实用新型名称

一种工业废弃Al₂O₃小球微孔活化系统

(57)摘要

本实用新型提供了一种工业废弃Al₂O₃小球微孔活化系统，所述系统包括活化装置和废液循环利用系统；其中，活化装置包括吹灰集尘装置、浸渍活化模块和传输装置，传输装置连接吹灰集尘装置和浸渍活化模块；吹灰集尘装置位于活化装置机体内物料入口一侧，浸渍活化模块置于活化装置机体内物料出口一侧；浸渍活化模块包括隔热装置，隔热装置内沿传输装置运行方向依次设置活化池和干燥装置，活化池底部设置升降装置；活化池的废液排出口与废液循环利用系统相连。经过本实用新型微孔活化处理的Al₂O₃小球，可以提高后续再生处理的效率，进而制得具有良好性能的再生Al₂O₃小球。



1. 一种工业废弃Al₂O₃小球微孔活化系统，其特征在于，所述系统包括活化装置和废液循环利用系统；其中，活化装置包括吹灰集尘装置(1)、浸渍活化模块和传输装置，传输装置连接吹灰集尘装置(1)和浸渍活化模块；吹灰集尘装置(1)位于活化装置机体内物料入口一侧，浸渍活化模块置于活化装置机体内物料出口一侧；浸渍活化模块包括隔热装置(2)，隔热装置(2)内沿传输装置运行方向依次设置活化池(3)和干燥装置(4)，活化池(3)底部设置升降装置(5)；活化池(3)的废液排出口与废液循环利用系统相连；

所述废液循环利用系统包括依次连接的集液槽(8)、沉淀过滤池(9)、配液池(10)和贮液装置(11)；其中，集液槽(8)位于活化装置中干燥装置(4)底部，活化池(3)的废液排出口与沉淀过滤池(9)的液体入口相连，贮液装置(11)的液体出口与活化池(3)的液体入口相连。

2. 根据权利要求1所述的微孔活化系统，其特征在于，所述活化装置包括预热装置(6)，预热装置(6)沿传输装置设置。

3. 根据权利要求1所述的微孔活化系统，其特征在于，所述传输装置为传送链条(7)，其连接吹灰集尘装置(1)和浸渍活化模块；所述干燥装置(4)包括喷气式干燥器。

4. 根据权利要求1所述的微孔活化系统，其特征在于，所述沉淀过滤池(9)中设有滤净隔膜(12)，所述滤净隔膜(12)将沉淀过滤池(9)分为沉淀池(13)和过滤池(14)两部分，沉淀池(13)与沉淀过滤池(9)的液体入口相连，过滤池(14)与沉淀过滤池(9)的液体出口相连。

5. 根据权利要求4所述的微孔活化系统，其特征在于，所述滤净隔膜(12)中设有离子交换膜。

6. 根据权利要求1所述的微孔活化系统，其特征在于，所述配液池(10)中设有搅拌桨和加药装置。

7. 根据权利要求1所述的微孔活化系统，其特征在于，所述活化装置包括抽真空装置，所述抽真空装置与活化池(3)相连。

8. 根据权利要求1所述的微孔活化系统，其特征在于，所述活化装置上设置在线监控装置(15)。

9. 根据权利要求1所述的微孔活化系统，其特征在于，所述活化装置上设有烟气排出口(16)。

一种工业废弃Al₂O₃小球微孔活化系统

技术领域

[0001] 本实用新型属于资源回收利用领域,涉及一种工业废弃Al₂O₃小球微孔活化系统。

背景技术

[0002] 双氧水又称过氧化氢,在化学工业、制药工业、印染工业、金属加工、纺织品漂泊、军工燃料和民用消毒剂等诸多方面都具有广泛和不可替代的用途。目前我国的双氧水生产企业除了极少数仍在使用电解法和异丙醇法外,绝大多数都采用比较成熟的2-乙基蒽醌法(也称为蒽醌法)生产。

[0003] 蒽醌法工艺是将2-乙基蒽醌与有机溶剂配制成工作液,在3atm、55~65℃和催化剂参与下加氢氢化,再在40~44℃与空气进行逆流氧化,经萃取、再生、精制和浓缩得到过氧化氢水溶液产品。在后处理过程中,需要利用活性氧化铝小球对工作液进行吸附除碱和再生降解物,从而得到可循环使用的工作液,而活性氧化铝小球的吸附过程则是不能可逆再生的。氧化铝小球吸附剂使用一段时间后必须更换,以保证工作液再生的需要。

[0004] 双氧水又称过氧化氢,在化学工业、制药工业、印染工业、金属加工、纺织品漂泊、军工燃料和民用消毒剂等诸多方面都具有广泛和不可替代的用途。目前我国的双氧水生产企业除了极少数仍在使用电解法和异丙醇法外,绝大多数都采用比较成熟的2-乙基蒽醌法(也称为蒽醌法)生产。

[0005] 蒽醌法工艺是将2-乙基蒽醌与有机溶剂配制成工作液,在3atm、55~65℃和催化剂参与下加氢氢化,再在40~44℃与空气进行逆流氧化,经萃取、再生、精制和浓缩得到过氧化氢水溶液产品。在后处理过程中,需要利用活性氧化铝小球对工作液进行吸附除碱和再生降解物,从而得到可循环使用的工作液,而活性氧化铝小球的吸附过程则是不能可逆再生的。氧化铝小球吸附剂使用一段时间后必须更换,以保证工作液再生的需要。

[0006] CN 101376100A公开了一种过氧化氢工作液再生过程用的活性氧化铝再生处理方法,具体的为:将过氧化氢生产中工作液再生床中卸出的失效氧化铝与燃烧惰性的氧化铝一起从上部进入塔式反应器,依靠重力向下移动,含氧气体从塔式反应器的下部进入反应器,向上运动,反应后的再生氧化铝与燃烧惰性的氧化铝,从反应器的底部出料装置排出,反应后的尾气从反应器上部的尾气排放口排出反应器;反应温度为360~800℃,固体物料在反应器中的停留时间为3~15小时。虽然上述方法避免了传统再生工艺中因1000℃以上高温条件造成的Al₂O₃小球性能下降的问题,但其并不能有效的去除Al₂O₃小球中的金属离子以及蒽醌类物质,且再生效率低。

[0007] 为此,如何找到再生效率高,且杂质去除效率高的合适的再生方法是对该类废弃物实现高附加值重复利用的关键。

实用新型内容

[0008] 针对现有技术中存在的问题,本实用新型提供了一种工业废弃Al₂O₃小球微孔活化系统。所述方法通过活化装置对废弃Al₂O₃小球浸出活化处理,将小球内部的金属离子(如

钾、钠、铝和镁等)包接分离,同时将2-乙基蒽醌及DMF中蒽醌类物质等活化包接。经过微孔活化处理的Al₂O₃小球,可以提高后续再生处理的效率,进而制得具有良好性能的再生Al₂O₃小球。

[0009] 为达此目的,本实用新型采用以下技术方案:

[0010] 本实用新型提供了一种工业废弃Al₂O₃小球微孔活化系统,所述系统包括活化装置和废液循环利用系统;其中,活化装置包括吹灰集尘装置、浸渍活化模块和传输装置,传输装置连接吹灰集尘装置和浸渍活化模块;吹灰集尘装置位于活化装置机体内物料入口一侧,浸渍活化模块置于活化装置机体内物料出口一侧;浸渍活化模块包括隔热装置,隔热装置内沿传输装置运行方向依次设置活化池和干燥装置,活化池底部设置升降装置;活化池的废液排出口与废液循环利用系统相连;

[0011] 所述废液循环利用系统包括依次连接的集液槽、沉淀过滤池、配液池和贮液装置;其中,集液槽位于活化装置中干燥装置底部,活化池的废液排出口与沉淀过滤池的液体入口相连,贮液装置的液体出口与活化池的液体入口相连。

[0012] 本实用新型中,所述活化池中装有活化液,所述活化液为纳米水解硅烷溶液;所述纳米水解硅烷溶液中包括水性硅烷偶联剂、非离子表面活性剂和pH调节剂;所述纳米水解硅烷溶液中水性硅烷偶联剂的浓度为1~20wt%;所述非离子表面活性剂的浓度为0.1~1wt%;所述pH调节剂为有机酸,其用量为使溶液pH为3~6.5。

[0013] 本实用新型中,活化池底部设置的升降装置用于使活化池自由升降,当物料送至活化池顶部时,升降装置将活化池升起,使物料浸入活化池中,进行活化反应。所述活化池带有恒温水浴的功能,可使活化在恒定温度下进行;所述隔热装置的作用是使活化系统处于一个隔热环境下,保持活化在一定温度下进行。

[0014] 本实用新型中,所述工业废弃Al₂O₃小球中吸附有2-乙基蒽醌、磷酸三辛酯以及偏三甲苯等工作液及部分降解产物,其直径为3~5mm,堆密度为0.95~1.15g/cm³。

[0015] 以下作为本实用新型优选的技术方案,但不作为本实用新型提供的技术方案的限制,通过以下技术方案,可以更好的达到和实现本实用新型的技术目的和有益效果。

[0016] 作为本实用新型优选的技术方案,所述活化装置包括预热装置,预热装置沿传输装置设置。所述预热装置,对传送装置上运输的废弃Al₂O₃小球物料进行预热,以使其达到所需温度。

[0017] 作为本实用新型优选的技术方案,所述传输装置为传送链条,其连接吹灰集尘装置和浸渍活化模块;所述干燥装置包括喷气式干燥器。

[0018] 作为本实用新型优选的技术方案,所述沉淀过滤池中设有滤净隔膜,所述滤净隔膜将沉淀过滤池分为沉淀池和过滤池两部分,沉淀池与沉淀过滤池的液体入口相连,过滤池与沉淀过滤池的液体出口相连。

[0019] 作为本实用新型优选的技术方案,所述滤净隔膜中设置离子交换膜。

[0020] 作为本实用新型优选的技术方案,配液池中设有搅拌桨和加药装置。

[0021] 作为本实用新型优选的技术方案,所述活化装置包括抽真空装置,所述抽真空装置与活化池相连。本实用新型中,所述活化反应需在真空条件下进行,因而需设置抽真空装置。

[0022] 作为本实用新型优选的技术方案,所述活化装置上设置在线监控装置。所述再生

监控系统用于监控微孔活化系统中的工艺条件,进而对各工艺参数进行实时调节,得到一个稳定的活化环境。

[0023] 作为本实用新型优选的技术方案,所述活化装置上设有烟气排出口,其将活化过程中产生的烟气送入废气净化装置进行净化。

[0024] 本实用新型是所述工业废弃Al₂O₃小球微孔活化系统的处理方法为:

[0025] 工业废弃Al₂O₃小球经吹灰集尘装置除尘和预热装置进行预热后送活化池进行活化处理得到活化后的Al₂O₃小球,活化过程中产生的废液送入废液循环利用系统,依次经沉淀过滤池进行沉淀过滤和配液池进行配液后送入贮液装置,再返回活化池循环利用,活化过程中产生的废气进行净化处理。

[0026] 与现有技术相比,本实用新型具有以下有益效果:

[0027] 本实用新型通过纳米水解硅烷溶液对废弃Al₂O₃小球浸出活化处理,将小球内部的金属离子(如钾、钠、铝和镁等)包接分离,同时将2-乙基蒽醌及DMF中蒽醌类等物质活化包接,进而有利于后续再生处理的效果,制得具有良好性能的再生Al₂O₃小球。同时,本实用新型对活化过程以及干燥过程中产生的废液进行回收利用,实现了废液零排放,更有利于资源的回收利用。

[0028] 本实用新型中,经活化处理后的Al₂O₃小球的堆密度为0.94~0.98g/cm³,具有较适中的含水率,包接反应充分,小球表面洁净光滑;经活化处理后的Al₂O₃小球再经煅烧再生处理后,较好的保存了材料的孔结构和比表面,孔径在1.5~200nm的孔道累积孔容保持在0.4~0.50mL/g;其堆密度为0.75~0.85g/cm³,比表面积为200~300m²/g,其残余的金属离子的含量小于10μg/g,残余的碳含量小于3μg/g。

附图说明

[0029] 图1是实施例1所述工业废弃Al₂O₃小球微孔活化系统的结构示意图;

[0030] 图2是实施例1所述工业废弃Al₂O₃小球微孔活化系统的侧视结构示意图;

[0031] 图3是实施例1所述工业废弃Al₂O₃小球微孔活化系统中循环配液系统的结构示意图;

[0032] 其中,1-吹灰集尘装置,2-隔热装置,3-活化池,4-干燥装置,5-升降装置,6-预热装置,7-传送链条,8-集液槽,9-沉淀过滤池,10-配液池,11-贮液装置,12-滤净隔膜,13-沉淀池,14-过滤池,15-在线监控装置,16-烟气排出口。

具体实施方式

[0033] 为更好地说明本实用新型,便于理解本实用新型的技术方案,下面对本实用新型进一步详细说明。但下述的实施例仅仅是本实用新型的简易例子,并不代表或限制本实用新型的权利保护范围,本实用新型保护范围以权利要求书为准。

[0034] 实施例1:

[0035] 本实施例提供了一种工业废弃Al₂O₃小球微孔活化系统,所述系统包括活化装置和废液循环利用系统。

[0036] 如图1和图2所示,活化装置包括吹灰集尘装置1、浸渍活化模块和传输装置,传输装置连接吹灰集尘装置1和浸渍活化模块;吹灰集尘装置1位于活化装置机体内物料入口一

侧,浸渍活化模块置于活化装置机体内物料出口一侧;浸渍活化模块包括隔热装置2,隔热装置2内沿传输装置运行方向依次设置活化池3和干燥装置4,活化池3底部设置升降装置5;活化池3的废液排出口与废液循环利用系统相连。

[0037] 所述活化装置包括预热装置6,预热装置6沿传输装置设置;所述传输装置为传送链条7,其连接吹灰集尘装置1和浸渍活化模块;所述干燥装置4包括喷气式干燥器。所述活化池3中装有活化液,所述活化液为纳米水解硅烷溶液。

[0038] 所述活化装置包括抽真空装置,所述抽真空装置与活化池3相连;活化装置上设置在线监控装置15和烟气排出口16。

[0039] 如图3所示,所述废液循环利用系统包括依次连接的集液槽8、沉淀过滤池9、配液池10和贮液装置11;其中,集液槽8位于活化装置中干燥装置4底部,活化池3的废液排出口与沉淀过滤池9的液体入口相连,贮液装置11的液体出口与活化池3的液体入口相连。

[0040] 所述沉淀过滤池9中设有滤净隔膜12,所述滤净隔膜12将沉淀过滤池9分为沉淀池13和过滤池14两部分,沉淀池13与沉淀过滤池9的液体入口相连,过滤池14与沉淀过滤池9的液体出口相连。

[0041] 所述滤净隔膜12中设置离子交换膜。

[0042] 所述配液池10中设有搅拌桨和加药装置。

[0043] 实施例2:

[0044] 本实施例采用实施例1中所述的工业废弃Al₂O₃小球微孔活化系统对工业废弃Al₂O₃小球进行活化处理,所述废弃Al₂O₃小球吸附有2-乙基蒽醌、磷酸三辛酯、偏三甲苯等工作液及部分降解产物,直径3~5mm,废弃Al₂O₃小球的堆密度0.95~1.15g/cm³。

[0045] 所述方法包括以下步骤:

[0046] 将工业废弃Al₂O₃小球送入微孔活化系统,其在活化装置中经吹灰集尘装置1除尘和预热装置6进行预热,经预处理后的小球通过传送链条7进入隔热装置2中,升降装置5将活化池3升起,使Al₂O₃小球浸入活化池3中,活化池3此时密闭,Al₂O₃小球在活化池3中于60℃下活化15s,活化后Al₂O₃小球于70℃下用干燥装置4干燥35min,活化过程中保持真空,活化压力为-0.07MPa,经活化处理得到活化后的Al₂O₃小球。

[0047] 其中,活化池3中的活化液为纳米水解硅烷溶液,包括浓度为10wt%的水性硅烷偶联剂、0.5wt%的非离子表面活性剂和pH调节剂醋酸,醋酸的用量为使溶液pH为4。

[0048] 活化过程中产生的废液送入废液循环利用系统,在沉淀过滤池9进行沉淀过滤,在配液池10中加入水性硅烷偶联剂和pH调节剂配制成为纳米水解硅烷溶液后,送入贮液装置11,再返回活化池3循环利用,活化过程中产生的废气进行净化处理。

[0049] 通过本实施例所述方法处理得到的Al₂O₃小球的堆积密度为0.97g/cm³,具有较适中的含水率,包接反应充分,小球表面洁净光滑。

[0050] 经活化处理后的Al₂O₃小球再经煅烧再生处理后,其堆密度为0.85g/cm³,比表面积为208m²/g,再生效率为99.8%。

[0051] 实施例3:

[0052] 本实施例采用实施例1中所述的工业废弃Al₂O₃小球微孔活化系统对工业废弃Al₂O₃小球进行活化处理,所述工业废弃Al₂O₃小球如实施例2所述。

[0053] 所述方法包括以下步骤:

[0054] 将工业废弃Al₂O₃小球送入微孔活化系统,其在活化装置中经吹灰集尘装置1除尘和预热装置6进行预热,经预处理后的小球通过传送链条7进入隔热装置2中,升降装置5将活化池3升起,使Al₂O₃小球浸入活化池3中,活化池3此时密闭,Al₂O₃小球在活化池3中于50℃下活化30s,活化后Al₂O₃小球于60℃下用干燥装置4干燥50min,活化过程中保持真空,活化压力为-0.05MPa,经活化处理得到活化后的Al₂O₃小球。

[0055] 其中,活化池3中的活化液为纳米水解硅烷溶液,包括浓度为20wt%的水性硅烷偶联剂、0.6wt%的非离子表面活性剂和pH调节剂醋酸,醋酸的用量为使溶液pH为6.5。

[0056] 活化过程中产生的废液送入废液循环利用系统,在沉淀过滤池9进行沉淀过滤,在配液池10中加入水性硅烷偶联剂和pH调节剂配制成纳米水解硅烷溶液后,送入贮液装置11,再返回活化池3循环利用,活化过程中产生的废气进行净化处理。

[0057] 通过本实施例所述方法处理得到的Al₂O₃小球的堆密度为0.94g/cm³,具有较适中的含水率,包接反应充分,小球表面洁净光滑。

[0058] 经活化处理后的Al₂O₃小球再经煅烧再生处理后,其堆密度为0.75g/cm³,比表面积为293m²/g,再生效率为99.4%。

[0059] 实施例4:

[0060] 本实施例采用实施例1中所述的工业废弃Al₂O₃小球微孔活化系统对工业废弃Al₂O₃小球进行活化处理,所述工业废弃Al₂O₃小球如实施例2所述。

[0061] 所述方法包括以下步骤:

[0062] 将工业废弃Al₂O₃小球送入微孔活化系统,其在活化装置中经吹灰集尘装置1除尘和预热装置6进行预热,经预处理后的小球通过传送链条7进入隔热装置2中,升降装置5将活化池3升起,使Al₂O₃小球浸入活化池3中,活化池3此时密闭,Al₂O₃小球在活化池3中于70℃下活化20s,活化后Al₂O₃小球于80℃下用干燥装置4干燥40min,活化过程中保持真空,活化压力为-0.09MPa,经活化处理得到活化后的Al₂O₃小球。

[0063] 其中,活化池3中的活化液为纳米水解硅烷溶液,包括浓度为1wt%的水性硅烷偶联剂、0.1wt%的非离子表面活性剂和pH调节剂醋酸,醋酸的用量为使溶液pH为3。

[0064] 活化过程中产生的废液送入废液循环利用系统,在沉淀过滤池9进行沉淀过滤,在配液池10中加入水性硅烷偶联剂和pH调节剂配制成纳米水解硅烷溶液后,送入贮液装置11,再返回活化池3循环利用,活化过程中产生的废气进行净化处理。

[0065] 通过本实施例所述方法处理得到的Al₂O₃小球的堆密度为0.98g/cm³,具有较适中的含水率,包接反应充分,小球表面洁净光滑。

[0066] 经活化处理后的Al₂O₃小球再经煅烧再生处理后,堆密度为0.83g/cm³,比表面积为247m²/g,再生效率为99.6%。

[0067] 实施例5:

[0068] 本实施例采用实施例1中所述的工业废弃Al₂O₃小球微孔活化系统对工业废弃Al₂O₃小球进行活化处理,所述工业废弃Al₂O₃小球如实施例2所述。

[0069] 所述方法包括以下步骤:

[0070] 所述方法中除了活化温度为60℃,活化时间为10s,干燥温度为90℃,干燥时间为30min,活化压力为-0.1MPa活化液中非离子表面活性剂的浓度为1wt%外,其他物料用量与方法均与实施例2中相同。

[0071] 通过本实施例所述方法处理得到的Al₂O₃小球的堆密度为0.96g/cm³,具有较适中的含水率,包接反应充分,小球表面洁净光滑。

[0072] 经活化处理后的Al₂O₃小球再经煅烧再生处理后,其堆密度为0.81g/cm³,比表面积为253m²/g,再生效率为99.5%。

[0073] 对比例1:

[0074] 本对比例中,除了活化过程不在真空条件下进行外,其他物料用量与再生方法均与实施例2中相同。

[0075] 通过本对比例所述方法处理得到的Al₂O₃小球,包接不充分,活化不彻底,堆密度为0.89g/cm³。

[0076] 经活化处理后的Al₂O₃小球再经煅烧再生处理后,其堆密度为0.86g/cm³,比表面积为198m²/g,再生效率为78.7%。

[0077] 综合实施例1-5和对比例1的结果可以看出,本实用新型通过纳米水解硅烷溶液对废弃Al₂O₃小球浸出活化处理,将小球内部的金属离子(如钾、钠、铝和镁等)包接分离,同时将2-乙基蒽醌及DMF中蒽醌类等物质活化包接,进而有利于后续再生处理的效果,制得具有良好性能的再生Al₂O₃小球。同时,本实用新型对活化过程以及干燥过程中产生的废液进行回收利用,实现了废液零排放,更有利于资源的回收利用。

[0078] 本实用新型中,经活化处理后的Al₂O₃小球的堆密度为0.94~0.98g/cm³,具有较适中的含水率,包接反应充分,小球表面洁净光滑;经活化处理后的Al₂O₃小球再经煅烧再生处理后,其堆密度为0.75~0.85g/cm³,比表面积为200~300m²/g,其残余的金属离子的含量小于10μg/g,残余的碳含量小于3μg/g。

[0079] 申请人声明,本实用新型通过上述实施例来说明本实用新型的详细方法,但本实用新型并不局限于上述详细方法,即不意味着本实用新型必须依赖上述详细方法才能实施。所属技术领域的技术人员应该明了,对本实用新型的任何改进,对本实用新型产品各原料的等效替换及辅助成分的添加、具体方式的选择等,均落在本实用新型的保护范围和公开范围之内。

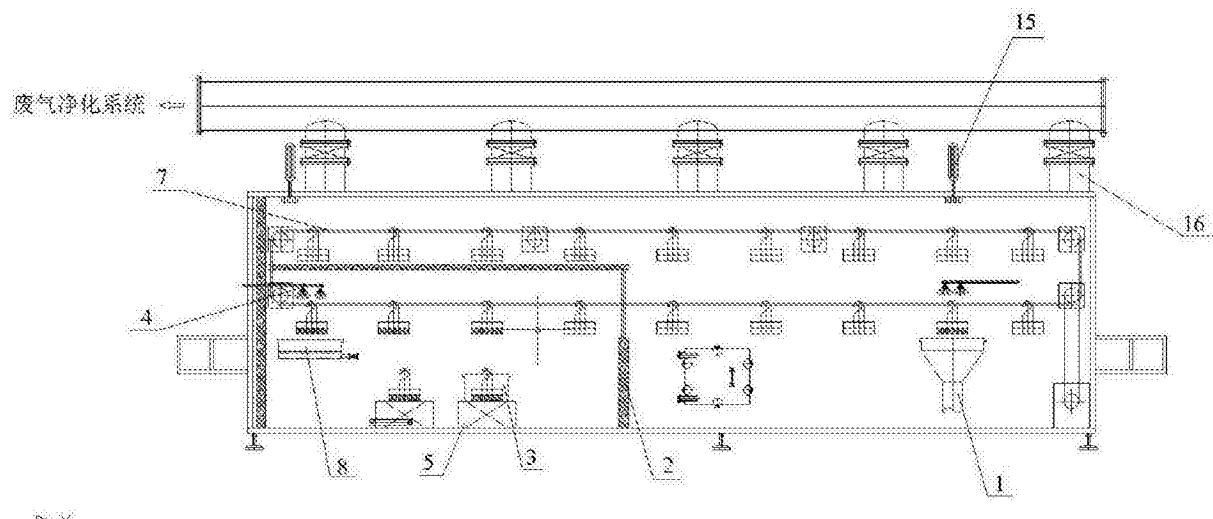


图1

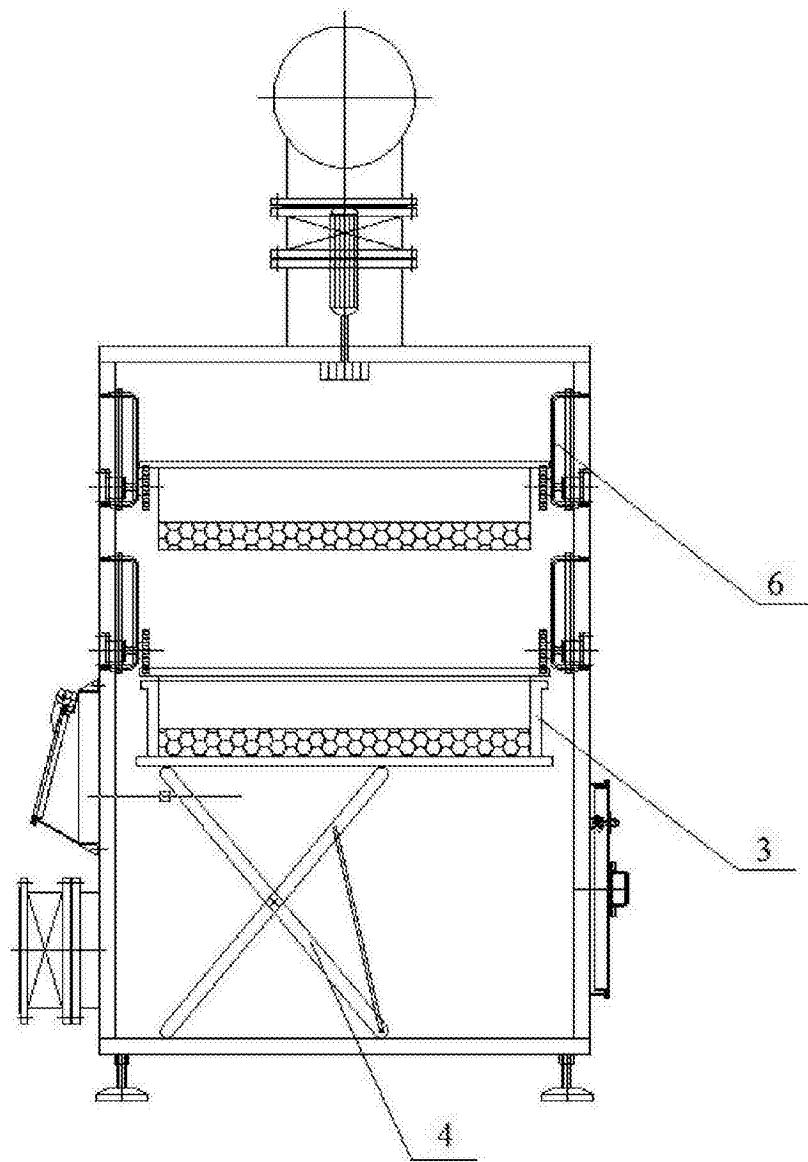


图2

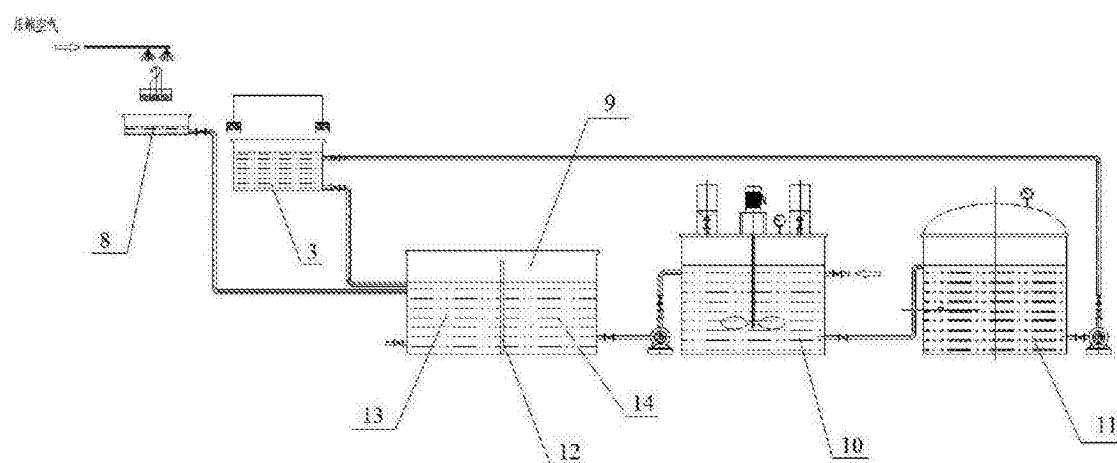


图3