



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105819442 B

(45)授权公告日 2018.02.23

(21)申请号 201610167628.X

C01B 32/348(2017.01)

(22)申请日 2016.03.23

审查员 刘佳

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105819442 A

(43)申请公布日 2016.08.03

(73)专利权人 河北科技大学

地址 050080 河北省石家庄市裕华区裕祥
街26号

(72)发明人 赵风清 陈蜜蜜 张蒙蒙 樊铁林
刘少杰 曹素改

(74)专利代理机构 石家庄新世纪专利商标事务
所有限公司 13100

代理人 杨钦祥 董金国

(51)Int.Cl.

C01B 32/324(2017.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

青霉素废菌丝体脱氮制备活性炭的方法

(57)摘要

本发明提供了一种利用青霉素废菌丝体制备活性炭的方法,具体为将青霉素废菌丝体先经微波、碱液的协同处理,脱除含氮及其它高燃点物质,然后加入活性剂经炭化过程得到活性炭。该方法既解决了直接利用青霉素废菌丝体制备活性炭过程中排放大量NO_x气体的问题,又脱除了高燃点物质,降低后续炭化温度,减少能源消耗,提高生产效率。

1. 青霉素废菌丝体脱氮制备活性炭的方法,其特征在于,
该方法包含以下步骤:

(1) 按质量份数将4~10份的青霉素废菌丝体,加入到102份的pH值为10~12的氢氧化钠水溶液中;利用微波加热并搅拌,使物料在60~85℃温度条件下反应5~30min;冷却后,过滤得到脱氮滤渣;

(2) 将步骤(1)得到的脱氮滤渣用水冲洗至中性,干燥、粉磨使之通过50目筛,得到滤渣粉末;

(3) 按质量份数称取15份步骤(2)得到的滤渣粉末,在常温下浸入到15~60份的浓度为10~35%的氯化锌活化剂溶液中,浸泡1~2.5h后于105±2℃干燥;

(4) 将步骤(3)得到的干燥物升温至250~450℃,恒温炭化0.5~2.5h,然后用20%稀盐酸煮沸酸洗1~5min,再脱水、水洗至中性后干燥得到活性炭。

2. 根据权利要求1所述的制备活性炭的方法,其特征在于:所述步骤(1)中的青霉素废菌丝体,是将青霉素废菌丝体灭活、干燥后粉磨得到,其0.2mm方孔筛筛余不大于5%。

3. 根据权利要求2所述的制备活性炭的方法,其特征在于:所述步骤(1)中的搅拌速度为800~1400r/min。

4. 根据权利要求3所述的制备活性炭的方法,其特征在于:所述步骤(4)中的炭化升温速度为5~20℃/min。

青霉素废菌丝体脱氮制备活性炭的方法

技术领域

[0001] 本发明具体涉及一种利用青霉素废菌丝体制备活性炭的方法。

背景技术

[0002] 青霉素废菌丝体是生物制药行业制备青霉素过程中产生的残渣，属于一种危险固体废弃物。据调查，我国的青霉素产量占世界总产量的三分之一，各大制药厂每年产生的废菌丝体量都在几万吨至几十万吨间，数量之大给废料处理造成了极大困难，同时对环境造成极大污染。目前，国内外常用的处理方法有：焚烧、填埋或作为饲料处理，但是焚烧和填埋会造成环境严重污染，而作为动物饲料处理也已被国家有关部门明令禁止。因此制药行业危险固体废弃物青霉素废菌丝体的处理成为一大难题。

[0003] 一些学者利用制药废菌丝含碳量多、含大量蛋白质、甲壳素及一定量麦固醇等特点，研究开发利用废菌丝制备活性炭工艺、热解燃烧油工艺和提取壳聚糖、麦固醇等工艺。河北科技大学刘波文直接利用干燥后的青霉素菌丝体经炭化等工艺制备活性炭，取得了一定效果。但在炭化过程中会导致 NO_x 等有毒气体的产生和排放，会造成环境污染。

[0004] 本发明将青霉素废菌丝体进行脱氮后处理再制备活性炭，既解决了直接使用青霉素废菌丝体制备活性炭过程中大量 NO_x 气体排放的问题，又脱除了高燃点物质，降低后续炭化温度，减少能源消耗。

发明内容

[0005] 针对上述问题，本发明提供了一种利用青霉素废菌丝体脱氮制备活性炭的方法，即先将青霉素废菌丝体进行脱氮处理，再制备活性炭。

[0006] 活性炭的制备方法包含以下步骤：

[0007] (1)按质量份数将4~10份的青霉素废菌丝体，加入到102份的pH值为10~12的氢氧化钠水溶液中；利用微波加热并搅拌，使物料在60~85℃温度条件下反应5~30min；冷却后，过滤得到脱氮滤渣；

[0008] (2)将步骤(1)得到的脱氮滤渣用水冲洗至中性，干燥、粉磨使之通过50目筛，得到滤渣粉末；

[0009] (3)按质量份数称取15份步骤(2)得到的滤渣粉末，在常温下浸入到15~60份的浓度为10~35%的氯化锌活化剂溶液中，浸泡1~2.5h后于105±2℃干燥；

[0010] (4)将步骤(3)得到的干燥物升温至250~450℃，恒温炭化0.5~2.5h，然后用20%稀盐酸煮沸酸洗1~5min去除重金属以及酸溶性杂质等，再脱水、水洗至中性后干燥得到活性炭。

[0011] 上述方法步骤(1)中的青霉素废菌丝体，是将青霉素废菌丝体灭活、干燥后粉磨得到，其0.2mm方孔筛筛余不大于5%。

[0012] 上述方法步骤(1)中的搅拌速度为800~1400r/min。

[0013] 上述方法步骤(4)中的炭化升温速度为5~20℃/min。

[0014] 有益效果：与现有技术研究相比，本发明解决了直接使用青霉素废菌丝体制活性炭过程中排放大量NO_x气体的问题，制备出的活性炭达到一般工业应用要求。在脱氮过程中，利用微波、碱液的协同作用促进了含氮成分的析出，降低了炭化过程中NO_x气体的排放。另外，微波加热和碱的协同处理，强化脱除高燃点物质，能有效缩短青霉素废菌丝体的处理时间，降低了后续炭化温度，降低了热能消耗，从而大大提高节约能源，提高生产效率。

具体实施方式

[0015] 实施例1

[0016] (1)按质量份数将4份的青霉素废菌丝体(0.2mm方孔筛筛余2.4%)，加入到102份的pH值为10的氢氧化钠水溶液中；利用微波加热并搅拌，搅拌速度800r/min，使物料在60℃温度条件下反应5min；冷却后，过滤得到脱氮滤渣；

[0017] (2)将步骤(1)得到的脱氮滤渣用水冲洗至中性，干燥、粉磨使之通过50目筛，得到滤渣粉末；

[0018] (3)按质量份数称取15份步骤(2)得到的滤渣粉末，在常温下浸入到15份的浓度为10%的氯化锌活化剂溶液中，浸泡1h后于105±2℃干燥；

[0019] (4)将步骤(3)得到的干燥物以20℃/min的升温速度升至250℃，并恒温炭化0.5h，然后用20%稀盐酸煮沸酸洗1min，再脱水、水洗至中性后干燥得到活性炭。

[0020] 按照《木质活性炭试验方法 碘吸附值的测定》GB/T 12496.8-1999测试所得活性炭的碘吸附值为657mg/g。

[0021] 实施例2

[0022] (1)按质量份数将8份的青霉素废菌丝体(0.2mm方孔筛筛余3.7%)，加入到102份的pH值为11的氢氧化钠水溶液中；利用微波加热并搅拌，搅拌速度1400r/min，使物料在80℃温度条件下反应15min；冷却后，过滤得到脱氮滤渣；

[0023] (2)将步骤(1)得到的脱氮滤渣用水冲洗至中性，干燥、粉磨使之通过50目筛，得到滤渣粉末；

[0024] (3)按质量份数称取15份步骤(2)得到的滤渣粉末，在常温下浸入到30份的浓度为20%的氯化锌活化剂溶液中，浸泡1.5h后于105±2℃干燥；

[0025] (4)将步骤(3)得到的干燥物以10℃/min的升温速度升至300℃，恒温炭化1h，然后用20%稀盐酸煮沸酸洗5min，再脱水、水洗至中性后干燥得到活性炭。

[0026] 按照《木质活性炭试验方法 碘吸附值的测定》GB/T 12496.8-1999测试所得活性炭的碘吸附值为863mg/g。

[0027] 实施例3

[0028] (1)按质量份数将10份的青霉素废菌丝体(0.2mm方孔筛筛余4.1%)，加入到102份的pH值为12的氢氧化钠水溶液中；利用微波加热并搅拌，搅拌速度1000r/min，使物料在85℃温度条件下反应30min；冷却后，过滤得到脱氮滤渣；

[0029] (2)将步骤(1)得到的脱氮滤渣用水冲洗至中性，干燥、粉磨使之通过50目筛，得到滤渣粉末；

[0030] (3)按质量份数称取15份步骤(2)得到的滤渣粉末，在常温下浸入到60份的浓度为35%的氯化锌活化剂溶液中，浸泡2.5h后于105±2℃干燥；

[0031] (4) 将步骤(3)得到的干燥物以15℃/min的升温速度升至450℃,恒温炭化2.5h,然后用20%稀盐酸煮沸酸洗3min,再脱水、水洗至中性后干燥得到活性炭。

[0032] 按照《木质活性炭试验方法 碘吸附值的测定》GB/T 12496.8-1999测试所得活性炭的碘吸附值为742mg/g。