



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103447015 A

(43) 申请公布日 2013.12.18

(21) 申请号 201310315505.2

(22) 申请日 2013.07.24

(71) 申请人 浙江工业大学

地址 310014 浙江省杭州市下城区朝晖六区
潮王路 18 号

(72) 发明人 卢晗锋 常仁琴 周瑛 曹洁晶
刘露杰 黄海凤 陈银飞 楚建堂
季雪阳 方敏杰

(74) 专利代理机构 杭州天正专利事务所有限公
司 33201

代理人 黄美娟 王晓普

(51) Int. Cl.

B01J 20/34 (2006.01)

B01J 19/12 (2006.01)

权利要求书1页 说明书4页 附图3页

(54) 发明名称

一种有机物吸附剂的脱附再生方法

(57) 摘要

本发明公开了一种有机物吸附剂的脱附再生方法:在脱附塔内设有微波发生器的有机物吸附剂的脱附再生装置内,将待脱附的吸附有有机物的吸附剂置于脱附塔内,从脱附塔顶端通入水蒸气,开启微波发生器,微波功率 500-10000W,进行脱附处理 2~30 分钟,脱附的有机物和水蒸气从脱附塔底端蒸气出口流出,进入冷凝器冷凝;然后切断水蒸气,从脱附塔顶端通入氮气,底端流出氮气,微波功率为 200-2000W,进行干燥处理 2-20 分钟,停止微波发生器并切断氮气,即得到脱附后的吸附剂。本发明水汽协同微波技术可大幅提高脱附速率,并且吸附残留物很少。

1. 一种有机物吸附剂的脱附再生方法,其特征在于所述方法为:在脱附塔内设有微波发生器的有机物吸附剂的脱附再生装置内,将待脱附的吸附有有机物的吸附剂置于脱附塔内,从脱附塔顶端蒸气入口通入水蒸气,开启微波发生器,微波功率为 500-10000W,进行脱附处理 2 ~ 30 分钟,脱附的有机物和水蒸气从脱附塔底端蒸气出口流出,进入冷凝器冷凝;然后切断水蒸气,从脱附塔顶端氮气入口通入氮气,底端氮气出口流出氮气,微波功率为 200-2000W,进行干燥处理 2-20 分钟,停止微波发生器并切断氮气,即得到脱附后的吸附剂。

2. 如权利要求 1 所述的方法,其特征在于所述水蒸气每小时通入的体积量为吸附剂体积的 0.2-5.0 倍。

3. 如权利要求 1 所述的方法,其特征在于所述氮气的空速为 $500-5000\text{h}^{-1}$ 。

4. 一种有机物吸附剂的脱附再生装置,其特征在于所述装置包括脱附塔、蒸气发生器、氮气发生器、冷凝器,以及设于脱附塔内的微波发生器,所述蒸气发生器通过流量计与脱附塔顶端的蒸气入口连通,氮气发生器通过流量计与脱附塔顶端的氮气入口相连通,氮气出口和蒸气出口分别设于脱附塔底端,蒸气出口与冷凝器连通。

一种有机物吸附剂的脱附再生方法

(一) 技术领域

[0001] 本发明涉及一种有机污染物吸附剂的再生方法,尤其针对有机分子在活性炭、分子筛和高分子树脂吸附剂内的再生脱附,解决目前有机废气、有机废水吸附后吸附剂再生的问题。

(二) 背景技术

[0002] 吸附技术目前被广泛应用在有机废气和有机废水治理中,尤其是针对一些低浓度的有机废气和废水,吸附可以很好地去去除有机污染物,达到净化的目的。另外,通过脱附回收利用,也可以实现有机污染物的资源化利用。目前工业上最常见的吸附剂有活性炭、活性炭纤维、沸石分子筛和高分子多孔树脂等,这些吸附剂都表现出良好的吸附特性。但在有机污染处理中,除了要求吸附剂具有高效吸附性能外,同样要求吸附剂可以良好的再生性能,因此脱附也是有机污染物净化的关键技术。目前研究较多的脱附技术有:溶剂洗脱、热空气脱附和水蒸气脱附技术等,但溶剂洗脱和热空气脱附易造成后续处理的二次污染,而且有机物无法实现资源利用。因此在有机物脱附回收中,得到最为广泛应用的是水蒸气脱附技术。通过大量高温水蒸气传热,使吸附有机分子受热脱附,在后续冷凝中和水蒸气一起转化为液体,从而实现有机物的回收。

[0003] 但在工业实践中,水蒸气再生技术同样存在几个问题:(1)利用水蒸气温度加热吸附剂,要消耗大量水蒸气;(2)水蒸气热量从外传递到吸附剂孔道内,而分子筛和树脂等吸附剂热导系数小,热传递速率慢,脱附时间长;(3)水分子会在吸附剂内残留,吸附剂需热空气进行干燥,能耗较高;(4)脱附产物含水率高,给后续储存和分离带来困难。

[0004] 为进一步提高脱附速率,微波再生技术成为近年来的研究热点,通过微波作用,可使活性炭迅速升温,从而使吸附在表面的有机分子快速脱附,大大减少脱附时间,并且通过后续冷凝,得到较为单一的有机液体产物。但微波处理同样也存在一些局限性:(1)首先微波处理活性炭等高介电常数的介质,容易产生局部高温和火花,存在严重的安全隐患,并且会破坏吸附剂结构;(2)相对于高疏水性的吸附剂(如树脂、高疏水性的沸石分子筛)和非极性的吸附质(苯、甲苯),由于介电常数低,微波几乎不能加热这些介质,因此也不能达到良好的脱附效果。

[0005] 因此迫切需要一种新的脱附再生技术,不仅使用安全高效,而且能适应不同极性的吸附剂和吸附质,回收得到低含水率的有机物。

(三) 发明内容

[0006] 本发明的目的是提供一种新的吸附剂表面有机物脱附技术,可提高脱附速率,降低能耗,以及减小有机物和水的分离的负荷。

[0007] 为实现上述目的,本发明采用的技术方案是:

[0008] 一种有机物吸附剂的脱附再生方法,所述方法为:在脱附塔内设有微波发生器的有机物吸附剂的脱附再生装置内,将待脱附的吸附有有机物的吸附剂置于脱附塔内,从脱

附塔顶端蒸气入口通入水蒸气,开启微波发生器,微波功率 500-10000W,进行脱附处理 2~30 分钟,脱附的有机物和水蒸气从脱附塔底端蒸气出口流出,进入冷凝器冷凝;然后切断水蒸气,从脱附塔顶端氮气入口通入氮气,底端氮气出口流出氮气,微波功率为 200-2000W,进行干燥处理 2-20 分钟,停止微波发生器并切断氮气,即得到脱附后的吸附剂。

[0009] 所述微波功率可根据吸附塔内体积大小进行调节,使微波场均匀作用整个吸附塔。

[0010] 所述水蒸气每小时通入的体积量为吸附剂体积的 0.2-5.0 倍,其用量根据吸附剂介电常数不同而进行适当调节。

[0011] 所述氮气的空速为 500-5000h⁻¹,优选为 2000h⁻¹。

[0012] 本发明还提供一种有机物吸附剂的脱附再生装置,所述装置包括脱附塔、蒸气发生器、氮气发生器、冷凝器,以及设于脱附塔内的微波发生器,所述蒸气发生器通过流量计与脱附塔顶端的蒸气入口连通,氮气发生器通过流量计与脱附塔顶端的氮气入口相连通,氮气出口和蒸气出口分别设于脱附塔底端,蒸气出口与冷凝器连通。

[0013] 脱附塔内可填装待脱附的吸附剂,所述吸附剂可以为活性炭、活性炭纤维、沸石分子筛、高分子多孔树脂等各种可吸附有机物的吸附剂。蒸气发生器通过流量计调节水蒸气流量,氮气发生器通过流量计调节氮气流量。

[0014] 所述装置可于冷凝器出口连接一存储容器,存储从冷凝器中冷凝出来的液态的有机物和水。

[0015] 本发明脱附技术的工作原理如下:蒸汽发生器产生一定量的水蒸汽,水蒸气通入到脱附塔,开启脱附塔内部的微波发生器,使微波场均匀作用于整个脱附塔,水蒸气在微波作用下,既防止了水蒸气冷凝,又可进一步被加热升温,热量可迅速传递给有机吸附质,使有机吸附质在孔道内快速脱附,随水蒸气从吸附剂表面脱附出来。另外对于高介电常数的吸附剂,可以快速加热吸附剂,使其表面有机分子脱附。脱附的有机物和水蒸气从脱附塔流出后,经过冷凝器转化为液体,得到的液体进入存储容器,以备后续分离处理。当脱附塔内吸附剂吸附的有机物被脱附完全后,切断水蒸气量,通入氮气,在微波作用下吸附剂内残存的水分子在氮气带动下,脱附出吸附塔放空,从而使吸附剂得到干燥。脱附完全的吸附剂可以回收利用于有机废气或有机废水的吸附。

[0016] 操作过程中,可根据吸附质和吸附剂的介电常数,调节水蒸气的量,如果采用吸附剂为低介电常数的高分子树脂和高疏水性的分子筛,则适当调高水蒸气流量;如果采用的吸附剂为高介电常数的活性炭或活性炭纤维,可以大幅减少通入的水蒸气量。另外,吸附质的极性大小也影响水蒸气通入量。如果脱附的有机物为非极性,可适当增加水蒸气量;如果脱附的有机物为强极性,可适当降低水蒸气量。本领域技术人员根据实际情况可自行调节。

[0017] 本发明提出的脱附技术的优点在于:(1)通过微波强化水蒸气,使水蒸气保持高温蒸汽状态,可大幅降低水蒸气的用量,降低后续有机物和水的分离负荷,具有节能减排的意义;(2)水蒸汽进入吸附剂孔道内后,在微波作用下可迅速把热量传递给吸附的有机分子,大幅提高有机分子的脱附速率;(3)水蒸气引入,可减少活性炭类吸附剂在微波作用下的局部高温热点和火花,保护吸附剂结构,提高装置的安全性;(4)在微波作用和氮气吹扫下,可实现吸附剂快速的干燥,省略了单一水蒸气脱附中热空气干燥和冷气降温的单元操作,降低了能耗。(5)此套技术适合具有各类不同介电常数吸附剂和极性吸附质的脱附,具

有广泛的通用性；

(四) 附图说明

[0018] 图 1:本发明水汽协同微波脱附装置示意图。

[0019] 图 1 中,1—水蒸气发生器;2—冷凝器;3—冷凝液体储存容器;4—保温套;5—微波发生器;6—脱附塔;7—氮气发生器。

[0020] 图 2:实施例 1 中活性炭纤维表面甲苯在不同脱附方法下甲苯残留率的对比图。

[0021] 图 3:实施例 2 中 Y 型分子筛表面甲苯在不同脱附方法下甲苯残留率的对比图。

[0022] 图 4:实施例 3 中多孔高分子树脂聚二乙烯苯(PDVB)表面甲苯在不同脱附方法下甲苯残留率的对比图。

(五) 具体实施方式

[0023] 下面以具体实施例来对本发明作进一步说明,但本发明的保护范围不限于此。

[0024] 实施例 1:

[0025] 取活性炭纤维 2 克,吸附甲苯 2 克,装入脱附塔,如图 1 方式搭建脱附装置。脱附塔 6 内设有微波发生器 5,蒸气发生器 1 通过流量计与脱附塔 6 顶端的蒸气入口连通,氮气发生器 7 通过流量计与脱附塔 6 顶端的氮气入口相连通,氮气出口和蒸气出口分别设于脱附塔 6 底端,蒸气出口与冷凝器 2 连通,冷凝器 2 出口连接一存储容器 3,存储从冷凝器中冷凝出来的液态的有机物和水。蒸气发生器 1 与脱附塔 6 顶端的蒸气入口之间的管道外设有保温套 4,防止蒸气冷凝。

[0026] 通过以下三种方法进行脱附:

[0027] (1) 微波+水蒸气:从脱附塔顶端蒸气入口通入水蒸气,水蒸气流量 1.0g/min,开启微波发生器,微波功率为 600W,进行脱附处理,脱附的有机物和水蒸气从脱附塔底端蒸气出口流出,进入冷凝器冷凝,跟踪监测甲苯残留率,至脱附完全;然后切断水蒸气,从脱附塔顶端氮气入口通入氮气,底端氮气出口流出氮气,氮气空速 2000h^{-1} ,微波功率为 600W,进行干燥处理 3 分钟,停止微波发生器并切断氮气,即得到脱附后的吸附剂;

[0028] (2) 微波+氮气:从脱附塔顶端氮气入口通入氮气,底端氮气出口流出氮气,氮气空速 2000h^{-1} ,微波功率为 600W,跟踪监测甲苯残留率,至脱附完全;

[0029] (3) 水蒸气,从脱附塔顶端蒸气入口通入水蒸气,水蒸气流量 1.0g/min,进行脱附处理,脱附的有机物和水蒸气从脱附塔底端蒸气出口流出,进入冷凝器冷凝,跟踪监测甲苯残留率,至脱附完全;。

[0030] 以上三种方式脱附速率对比结果见图 2,结果表明,在微波作用下,活性炭纤维表面甲苯可以 2 分钟之内脱附完全,水蒸气和微波协同作用下比单一微波,脱附速率更快。但采用单一水蒸气脱附,需要近 30 分钟才能脱附较完全。因此,对于介电常数较大的活性炭纤维吸附剂,微波可以明显提高了脱附速率,水汽协同微波可以进一步加快脱附速率,并且吸附残留物很少。

[0031] 实施例 2:

[0032] 取 Y 型分子筛 2 克,吸附甲苯 2 克,装入微波脱附塔,按照实施例 1 的三种方法进行脱附:(1)微波+水蒸气,微波功率为 600W,水蒸气流量 1.0g/min;(3)微波+氮气,氮气

空速 2000h^{-1} ; (2) 水蒸气, 水蒸气流量 $1.0\text{g}/\text{min}$ 。

[0033] 以上三种方式脱附速率对比结果见图 3, 结果表明, 在微波作用下, Y 分子筛表面甲苯可以 10 分钟之内脱附完全。而水蒸气和微波协同作用下比单一微波, 脱附速率更快, 可在 7 分钟之内就脱附完全。但采用单一水蒸气脱附, 需要近 30 分钟才能脱附较完全。因此, 对于有一定极性的 Y 分子筛吸附剂, 微波可以明显提高脱附速率, 水汽协同微波技术可以进一步加快脱附速率, 并且吸附残留物很少。

[0034] 实施例 3:

[0035] 取多孔高分子树脂聚二乙烯苯(PDVB) 2 克, 吸附甲苯 10 克, 装入微波脱附塔, 按照实施例 1 的三种方法进行脱附: (1) 微波+水蒸气, 微波功率为 600W, 水蒸气流量 $1.0\text{g}/\text{min}$; (3) 微波+氮气, 氮气空速 2000h^{-1} ; (2) 水蒸气, 水蒸气流量 $1.0\text{g}/\text{min}$ 。

[0036] 以上三种方式脱附速率对比结果见图 4, 发现, 在单一微波作用下, 树脂表面甲苯脱附速率很慢, 30 分钟后, 脱附率只达到 40%。而水蒸气和微波协同作用下比单一微波, 脱附速率大幅提高, 可在 5 分钟之内就脱附完全。但采用单一水蒸气脱附, 需要近 30 分钟才能脱附较完全。因此, 对于非极性和低介电常数的高分子树脂吸附剂, 单一的微波没有脱附效果, 但水汽协同微波技术可大幅提高脱附速率, 并且吸附残留物很少。

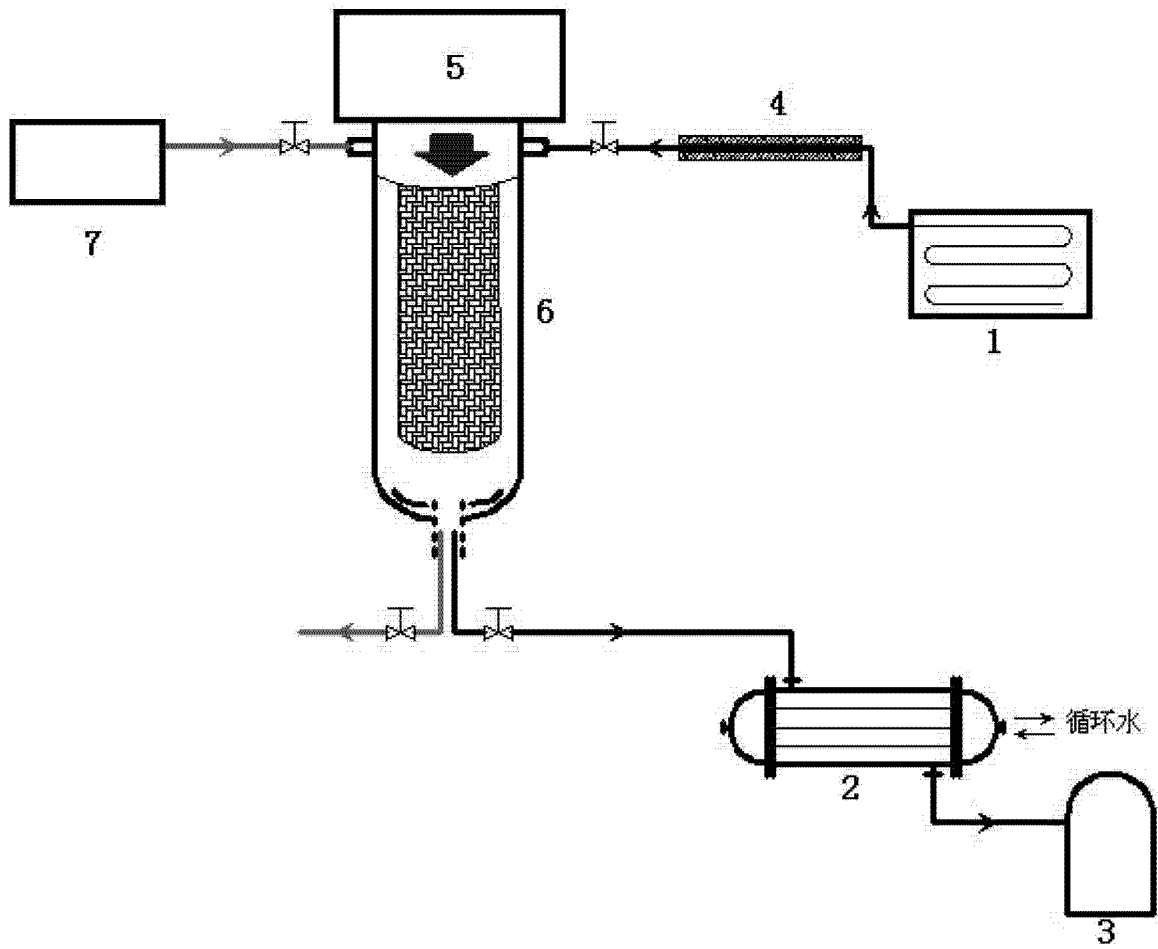


图 1

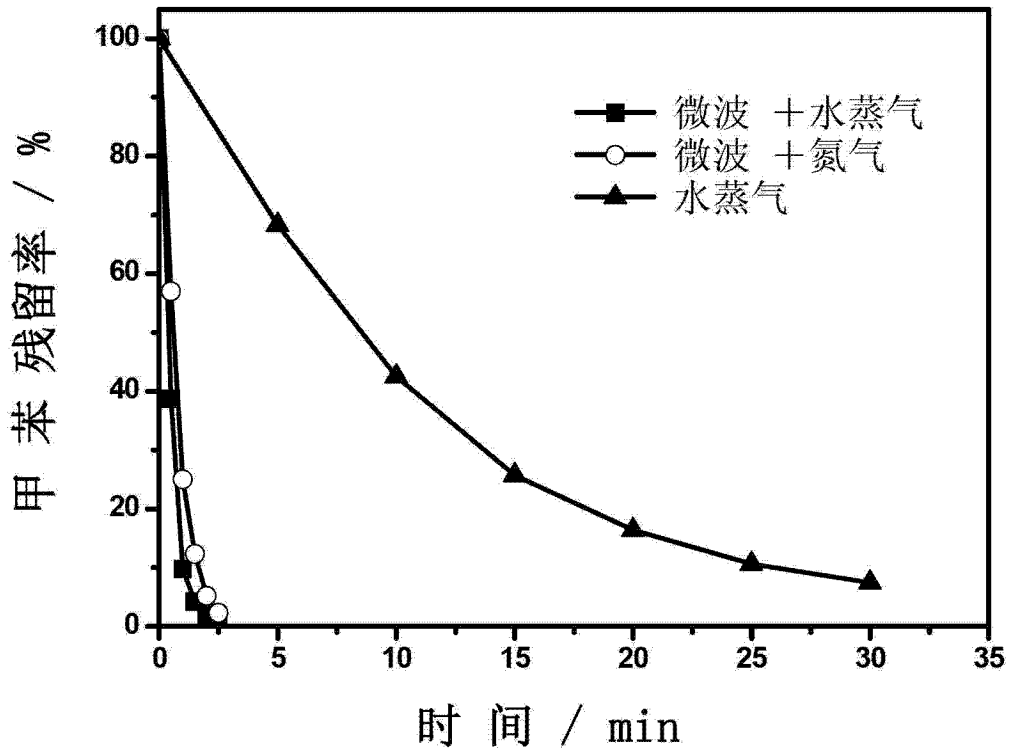


图 2

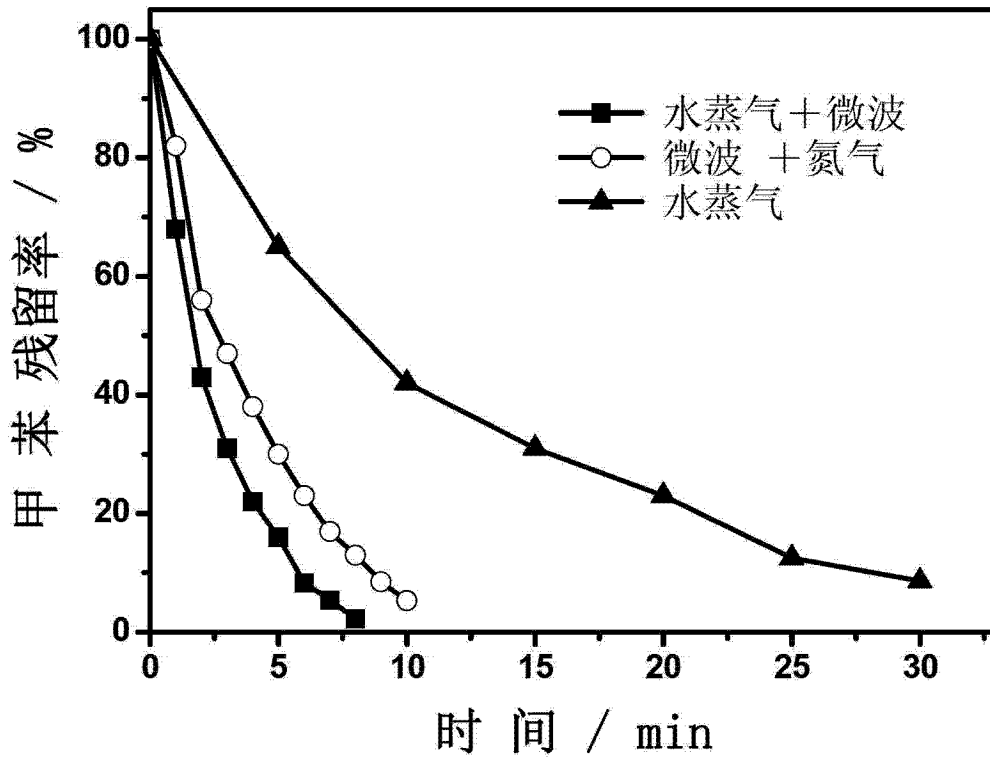


图 3

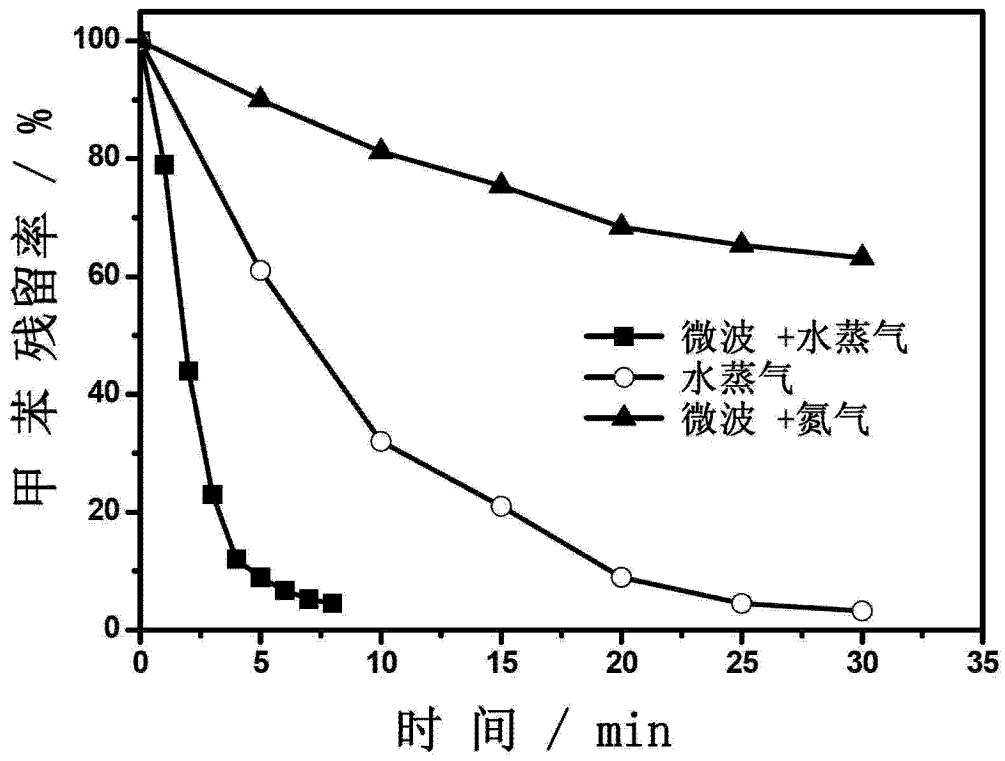


图 4