



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105461758 B

(45)授权公告日 2018.09.28

(21)申请号 201510793384.1

审查员 李军勇

(22)申请日 2015.11.18

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105461758 A

(43)申请公布日 2016.04.06

(73)专利权人 河南理工大学

地址 454000 河南省焦作市高新区世纪路  
2001号

(72)发明人 贾建波 陈丽薇 刘全润 黄光许

邢宝林 张传祥

(74)专利代理机构 郑州红元帅专利代理事务所

(普通合伙) 41117

代理人 杨妙琴

(51)Int.Cl.

C07G 99/00(2009.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种提高褐煤腐植酸抽提率的方法

(57)摘要

本发明提供了一种提高褐煤腐植酸抽提率的方法。本方法是以褐煤为原料,碱性水热反应为条件,提高腐植酸抽提率的方法。该方法在常用的碱液抽提腐植酸的基础上,通过改变碱液浓度和反应温度等条件,使腐植酸的抽提率由常规碱液抽提的20%左右提高到70%以上。具体方法如下:将粒度为0.2mm以下的褐煤置于反应器中,以碱碳比0.3~0.7:1加入碱金属氧化物,以液固比20ml/g加入水,反应温度160~210℃,反应时间4~8小时,反应后对产物进行固液分离,去除滤渣,滤液通过酸洗至腐植酸沉淀物完全析出,再经过滤和干燥获得腐植酸产品。本发明的工艺过程简单,液固产物便于分离和回收。

1. 一种提高褐煤腐植酸抽提率的方法,包括如下步骤:

对褐煤进行破碎、筛分处理,处理后的褐煤粒度不大于0.2mm,将褐煤和氢氧化钾以碱碳比0.3:1、水和褐煤以液固比20ml/g混合加入反应釜中,在温度190℃的饱和蒸汽压下反应6小时。抽提反应结束后,对反应产物进行过滤以去除残渣,滤液用1mol/L的盐酸调节滤液PH值,至腐植酸完全沉淀析出后,再进行二次过滤,然后进行干燥,干燥完全后得到腐植酸产品。

## 一种提高褐煤腐植酸抽提率的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及褐煤综合利用,提取腐植酸盐技术领域,尤其是一种提高褐煤腐植酸抽提率的方法。

### 背景技术

[0002] 褐煤具有高水分、高挥发分、高含氧量、低发热量、化学反应性强、在空气中容易风化、较强的吸水性能等特点,使其不易于储存和长距离运输,多用作坑口发电燃料。然而,褐煤直接燃烧时热效率很低,对设备的损耗也很大,并且会对空气造成严重的污染,对生态环境产生极大的破坏。近年来,褐煤的开发和利用也受到了国家越来越多的重视。因此,如何清洁高效地开发利用褐煤资源是一个迫切需要解决的问题,关乎我国的可持续发展战略和环境保护的基本国策。

[0003] 褐煤中富含腐植酸,是腐植酸类物质的重要原料来源,腐植酸在农、林、牧、石油、化工、建材、医药、环保等各个领域都有广泛的用途。

[0004] 开发腐植酸类产品是适应当今世界生态化可持续发展潮流的一项重大举措。近年来,腐植酸产业发展迅速,腐植酸类物质在各个领域都有了广泛的应用。开发腐植酸类产品具有重大意义:符合低碳经济和生态文明的要求,腐植酸物质具有独特的储碳、控氮、天然、有机、安全等特点;开发煤炭腐植酸有利于调整和调配资源结构,弥补资源的不足。褐煤抽提腐植酸作为一种褐煤综合利用技术和优化利用方法,对于我国能源结构调整和资源产业优化具有重要意义。

[0005] 腐植酸的提取方法有多种,如强酸提取法、碱提酸析法、离子交换法、有机溶剂提取法等,尤其以烧碱溶液进行提取的研究较多,但褐煤的腐植酸抽提率一般都不高,为了提高抽提率,有研究者采用褐煤预氧化或加入添加剂的方法来加强抽提效果,但最多能使抽提率提高20%左右。

### 发明内容

[0006] 综上所述,针对现有技术的不足,本发明提供了一种提高褐煤腐植酸抽提率的方法。

[0007] 一种提高褐煤腐植酸抽提率的方法,包括如下步骤:

[0008] ①对褐煤进行破碎、筛分处理,使处理后的褐煤粒度达到0.2mm(80目);

[0009] ②水热反应:将褐煤、碱金属氧化物按照碱碳比0.3~0.7:1,褐煤和水按照液固比(水/褐煤)20ml/g混合加入反应釜,将反应釜加热到指定温度160~210℃,一定压力条件下保温4~8小时,得到反应物浆液;

[0010] ③过滤分离:将步骤②所得反应物浆液进行过滤分离,得到滤液和残渣;

[0011] ④酸化沉淀:用1mol/L的盐酸将步骤③所得滤液进行酸化,直至腐植酸沉淀析出完全;

[0012] ⑤腐植酸产品:将步骤④中的沉淀通过过滤、干燥得到腐植酸产品。

[0013] 进一步,所述的碱金属氧化物为氢氧化钠或氢氧化钾。

[0014] 进一步,所述的步骤②的水热反应过程中的压力为相应温度条件下水的饱和蒸汽压。

[0015] 有益效果:

[0016] 1、本发明提供一种提高褐煤腐植酸抽提率的方法,其工艺过程简单,可使褐煤的腐植酸抽提率达到70%以上。

[0017] 2、本发明采用碱性水热反应对褐煤进行处理,通过改变反应温度,碱碳比、反应时间、液固比等条件,促进褐煤聚集态分子结构的解聚,使其最大程度的转化为碱溶酸析的腐植酸产品。

[0018] 3、本发明对于年青或年老褐煤均无需进行氧化等预处理,通过控制碱性水热反应条件,可以腐植酸抽提率达到70%以上。

[0019] 4、本发明的工艺过程简单,液固产物便于分离和回收。

### 具体实施方式

[0020] 以下结合具体实施方式对本发明作进一步的说明:

[0021] 对照例

[0022] 采用常规的碱溶酸析方法对褐煤进行抽提:将褐煤破碎至粒度不大于0.2mm,与氢氧化钠质量浓度为2%的水溶液按1:250ml/g进行混合,在70℃进行2小时的抽提,期间每隔半个小时进行5分超声波处理。抽提完成后对浆料进行过滤,去除滤渣,用1mol/L的盐酸调节滤液PH值,至腐植酸完全沉淀,通过过滤分离得到滤饼,干燥后得到腐植酸产品。测得腐植酸的抽提率为24.32%。

[0023] 实施例1

[0024] 一种提高褐煤腐植酸抽提率的方法,包括如下步骤:

[0025] 对褐煤进行破碎、筛分处理,处理后的褐煤粒度不大于0.2mm,将褐煤和氢氧化钠以碱碳比0.7:1、水和褐煤以液固比20ml/g混合加入反应釜中,在温度190℃的饱和蒸汽压下反应6小时。抽提反应结束后,对反应产物进行过滤以去除残渣,滤液用1mol/L的盐酸调节滤液PH值,至腐植酸完全沉淀析出后,再进行二次过滤,然后进行干燥,干燥完全后得到腐植酸产品。测得腐植酸的抽提率为89.84%。

[0026] 实施例2:

[0027] 一种提高褐煤腐植酸抽提率的方法,包括如下步骤:

[0028] 对褐煤进行破碎、筛分处理,处理后的褐煤粒度不大于0.2mm,将褐煤和氢氧化钠以碱碳比0.5:1、水和褐煤以液固比20ml/g混合加入反应釜中,在温度190℃的饱和蒸汽压下反应8小时。抽提反应结束后,对反应产物进行过滤以去除残渣,滤液用1mol/L的盐酸调节滤液PH值,至腐植酸完全沉淀析出后,再进行二次过滤,然后进行干燥,干燥完全后得到腐植酸产品。测得腐植酸的抽提率为90.00%。

[0029] 实施例3:

[0030] 一种提高褐煤腐植酸抽提率的方法,包括如下步骤:

[0031] 对褐煤进行破碎、筛分处理,处理后的褐煤粒度不大于0.2mm,将褐煤和氢氧化钠以碱碳比0.5:1、水和褐煤以液固比20ml/g混合加入反应釜中,在温度160℃反应8小时。抽

提反应结束后,对反应产物进行过滤以去除残渣,滤液用1mol/L的盐酸调节滤液PH值,至腐植酸完全沉淀析出后,再进行二次过滤,然后进行干燥,干燥完全后得到腐植酸产品。测得腐植酸的抽提率为77.36%。

[0032] 实施例4:

[0033] 一种提高褐煤腐植酸抽提率的方法,包括如下步骤:

[0034] 对褐煤进行破碎、筛分处理,处理后的褐煤粒度不大于0.2mm,将褐煤和氢氧化钾以碱碳比0.3:1、水和褐煤以液固比20ml/g混合加入反应釜中,在温度190℃的饱和蒸汽压下反应6小时。抽提反应结束后,对反应产物进行过滤以去除残渣,滤液用1mol/L的盐酸调节滤液PH值,至腐植酸完全沉淀析出后,再进行二次过滤,然后进行干燥,干燥完全后得到腐植酸产品。测得腐植酸的抽提率为87.57%。

[0035] 虽然,上文中已经用一般性说明及具体实施方案对本发明作了详尽的描述,但在本发明基础上,可以对之作一些修改或改进,这对本领域技术人员而言是显而易见的。因此,在不偏离本发明精神的基础上所做的这些修改或改进,均属于本发明要求保护的范围。