



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103288080 A

(43) 申请公布日 2013.09.11

(21) 申请号 201310235060.7

(22) 申请日 2013.06.14

(71) 申请人 中国石油大学(华东)

地址 266580 山东省青岛市经济技术开发区
长江西路 66 号

(72) 发明人 吴明铂 李玲燕 滕传亮 郭宁
李士斌 郑经堂 吴文婷 李杨
谭明慧 江波

(74) 专利代理机构 北京汇泽知识产权代理有限
公司 11228

代理人 张瑾

(51) Int. Cl.

C01B 31/08 (2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种制备中孔率高、吸附性强的生态炭方法

(57) 摘要

一种制备中孔率高、吸附性强的生态炭方法，属于材料和化工交叉领域。本发明的特征是以稻壳粉为原料，经过碱热处理，低温预氧化，炭化活化，制得中孔率高、吸附性强的生态炭。本发明的效果和益处是经过碱热处理、低温空气预氧化处理显著提高生态炭的中孔率及吸附性能，方法简单且活化剂用量大幅减少，该中孔率高、吸附性强的生态炭在超级电容器等电化学领域和环境保护等领域具有广阔的应用前景。

1. 一种制备中孔率高、吸附性强的生态炭方法,以稻壳粉为原料,先后经粉碎过筛、碱热处理、低温空气预氧化、炭化活化制得中孔率高、吸附性强的生态炭,其特征在于具体制备方法如下:

(1)、将粉碎过的稻壳粉与一定浓度碱液混合,密封浸渍一段时间,然后置于一定温度的电热箱中恒温加热一段时间,取出后洗涤至 pH=7,干燥;

(2)、将干燥后的碱热处理后的稻壳粉研磨至 40 目,取研磨后的稻壳粉与一定浓度磷酸溶液充分混合,将充分混合后的溶液放置于一定温度鼓风干燥箱中空气预氧化一段时间,自然降温后取出;

(3)、将预氧化后的物料在氮气气氛下以 10 °C/min 升温至 800 °C,恒温 1 h 进行炭化活化,自然降温后取出;

(4)、充分洗涤炭化活化所得样品,即可制得中孔率高、吸附性强的生态炭。

2. 根据权利要求 1 所述的一种制备中孔率高、吸附性强的生态炭方法,其特征在于:步骤(1)中原料稻壳粉需粉碎至粒径小于 20 目。

3. 根据权利要求 1 所述的一种制备中孔率高、吸附性强的生态炭方法,其特征在于:步骤(1)中碱热处理剂为 NaOH 溶液。

4. 根据权利要求 1 所述的一种制备中孔率高、吸附性强的生态炭方法,其特征在于:步骤(1)中稻壳粉和 2 mol/L 的 NaOH 溶液的混合物在常温下浸渍 6~24 h,然后在 110~150 °C 电热箱中加热 6~24 h。

5. 根据权利要求 1 所述的一种制备中孔率高、吸附性强的生态炭方法,其特征在于:步骤(1)中碱热处理过程中需密封。

6. 根据权利要求 1 所述的一种制备中孔率高、吸附性强的生态炭方法,其特征在于:步骤(2)中 H₃PO₄ 溶液的质量浓度为 28~38 %,稻壳粉与 H₃PO₄ 溶液的质量比为 1:3~5,预氧化温度为 120~200 °C,时间为 2~6 h。

7. 根据权利要求 1 所述的一种制备中孔率高、吸附性强的生态炭方法,其特征在于:步骤(3)中炭化活化在 60 mL/min 的氮气保护下完成,800 °C 下恒温 1 h。

8. 根据权利要求 1 所述的一种制备中孔率高、吸附性强的生态炭方法,其特征在于:步骤(4)中炭化活化所得样品需经 100 °C 蒸馏水洗涤至 pH=7。

一种制备中孔率高、吸附性强的生态炭方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种制备中孔率高、吸附性强的生态炭方法。以稻壳粉为原料，先后经粉碎过筛、碱热处理、低温空气预氧化、炭化活化，制得中孔率高、吸附性强的生态炭。

背景技术

[0002] 我国拥有十分丰富的生物质资源，每年仅农作物秸秆、蔗渣、芦苇等植物废弃物总量高达十余亿吨。在煤炭、石油和天然气等不可再生资源日益短缺的今天，生物质的高效利用变地非常迫切。生态炭是以生物质为原料制备的多孔性炭材料，因其特殊的孔结构、比表面积、机械性能以及丰富的表面官能团等优点，在环保、能源、化工等领域具有很好的应用前景。需要指出的是，生态炭的吸附性能优劣以及中孔率的高低很大程度上制约着其在电化学、吸附分离等领域的应用。因此，提高生态炭的吸附性能以及中孔率是亟需解决的难题。众所周知，提高活化程度是增大生态炭吸附性能最为有效的方法，目前主要是通过增加活化剂用量、提高活化温度以及采用二次活化等手段，通过增强其活化程度以提高其吸附性能。本方法通过碱热脱除稻壳粉中的硅和减少生物质的纤维晶体结构，以达到提高活化剂浸渍效率，降低活化剂用量，同时提高所得生态炭吸附性能和中孔率的目的。所制生态炭具有中孔率高、吸附性强的优点，在吸附分离、能源、催化等领域具有广阔的应用前景。

发明内容

[0003] 为克服现有技术的缺陷，本发明目的是提供一种制备中孔率高、吸附性强的生态炭方法。

[0004] 为实现上述目的，本发明采用以下方案：

一种制备中孔率高、吸附性强的生态炭方法，以稻壳粉为原料，经过碱热处理、低温空气预氧化，炭化活化、洗涤制得中孔率高、吸附性强的生态炭，具体制备方法如下：

(1)、将粉碎过的稻壳粉与一定浓度碱液混合，密封浸渍一段时间，然后置于一定温度的电热箱中恒温加热一段时间，取出后洗涤至 pH=7，干燥；

(2)、将干燥后的碱热处理后的稻壳粉研磨至 40 目，取研磨后的稻壳粉与一定浓度磷酸溶液充分混合，将充分混合后的溶液放置于一定温度鼓风干燥箱中空气预氧化一段时间，自然降温后取出；

(3)、将预氧化后的物料在氮气气氛下以 10 °C/min 升温至 800 °C，恒温 1h 进行炭化活化，自然降温后取出；

(4)、充分洗涤炭化活化所得样品，即可制得中孔率高、吸附性强的生态炭。

[0005] 该法所制生态炭具有高的中孔率和吸附性能，中孔率达 92.0 % (体积比)，苯吸附值高达 1136 mg/g。而未经碱热及低温预氧化处理所制生态炭的中孔率为 63.7 % (体积比)，苯吸附值为 480 mg/g。

具体实施方式

[0006] 下面将结合具体实施例来详述本发明的技术特点。

[0007] 实施例 1

将粉碎过的 150 g 稻壳粉与 375 mL 浓度为 2 mol/L 的 NaOH 水溶液充分混合,密封浸渍 24 h,然后置于 110 °C 电热箱中恒温加热 24 h,取出并洗涤至 pH=7,干燥备用。将干燥后的碱热处理稻壳粉研磨至 40 目,取研磨后的稻壳粉 8 g 与 30 mL 质量浓度为 38 % 的 H₃PO₄ 溶液充分混合,将充分混合后的物料置于 200 °C 鼓风干燥箱中空气预氧化 6 h,自然降温;将预氧化后的物料在氮气气氛下以 10 °C /min 升温至 800 °C,恒温 1 h,进行炭化活化,自然降温后取出,再经 100 °C 蒸馏水洗涤至 pH=7,即可制得中孔率高、吸附性强的生态炭。所制生态炭苯吸附值为 1136 mg/g,比表面积为 2008 m²/g,中孔率为 92.0 %。

[0008] 实施例 2

将粉碎过的 150 g 稻壳粉与 375 mL 浓度为 2 mol/L 的 NaOH 水溶液充分混合,密封浸渍 24 h,然后置于 110 °C 电热箱中恒温加热 24 h,取出并洗涤至 pH=7,干燥备用。将干燥后的碱热处理稻壳粉研磨至 40 目,取研磨后的稻壳粉 8 g 与 30 mL 质量浓度为 38 % 的 H₃PO₄ 溶液充分混合,将充分混合后的物料置于 180 °C 鼓风干燥箱中空气预氧化 6 h,自然降温;将预氧化后的物料在氮气气氛下以 10 °C /min 升温至 800 °C,恒温 1 h,进行炭化活化,自然降温后取出,再经 100 °C 蒸馏水洗涤至 pH=7,即可制得中孔率高、吸附性强的生态炭。所制生态炭苯吸附值为 1086 mg/g,比表面积为 1096 m²/g,中孔率为 90.6 %。

[0009] 实施例 3

将粉碎过的 150 g 稻壳粉与 375 mL 浓度为 2 mol/L 的 NaOH 水溶液充分混合,密封浸渍 24 h,然后置于 110 °C 电热箱中恒温加热 24 h,取出并洗涤至 pH=7,干燥备用。将干燥后的碱热处理稻壳粉研磨至 40 目,取研磨后的稻壳粉 8 g 与 25 mL 质量浓度为 28 % 的 H₃PO₄ 溶液充分混合,将充分混合后的物料置于 200 °C 鼓风干燥箱中空气预氧化 6 h,自然降温;将预氧化后的物料在氮气气氛下以 10 °C /min 升温至 800 °C,恒温 1 h,进行炭化活化,自然降温后取出,再经 100 °C 蒸馏水洗涤至 pH=7,即可制得中孔率高、吸附性强的生态炭。所制生态炭苯吸附值为 865 mg/g,比表面积为 1595 m²/g,中孔率为 87.8 %。

[0010] 实施例 4

将粉碎过的 150 g 稻壳粉与 375 mL 浓度为 2 mol/L 的 NaOH 水溶液充分混合,密封浸渍 24 h,然后置于 110 °C 电热箱中恒温加热 24 h,取出并洗涤至 pH=7,干燥备用。将干燥后的碱热处理稻壳粉研磨至 40 目,取研磨后的稻壳粉 8 g 与 25 mL 质量浓度为 28 % 的 H₃PO₄ 溶液充分混合,将充分混合后的物料置于 180 °C 鼓风干燥箱中空气预氧化 6 h,自然降温;将预氧化后的物料在氮气气氛下以 10 °C /min 升温至 800 °C,恒温 1 h,进行炭化活化,自然降温后取出,再经 100 °C 蒸馏水洗涤至 pH=7,即可制得中孔率高、吸附性强的生态炭。所制生态炭苯吸附值为 891 mg/g,比表面积为 1624 m²/g,中孔率为 85.8 %。

[0011] 实施例 5

将粉碎过的 150 g 稻壳粉与 375 mL 浓度为 2 mol/L 的 NaOH 水溶液充分混合,密封浸渍 6 h,然后置于 150 °C 电热箱中恒温加热 6 h,取出并洗涤至 pH=7,干燥备用。将干燥后的碱热处理稻壳粉研磨至 40 目,取研磨后的稻壳粉 8 g 与 30 mL 质量浓度为 38 % 的 H₃PO₄ 溶液充分混合,将充分混合后的物料置于 200 °C 鼓风干燥箱中空气预氧化 4 h,自然降温;将预氧化后的物料在氮气气氛下以 10 °C /min 升温至 800 °C,恒温 1 h,进行炭化活化,自然降温

后取出,再经 100 °C 蒸馏水洗涤至 pH=7,即可制得中孔率高、吸附性强的生态炭。所制生态炭苯吸附值为 1079 mg/g,比表面积为 1987 m²/g,中孔率为 90.2 %。

[0012] 实施例 6

将粉碎过的 150 g 稻壳粉与 375 mL 浓度为 2 mol/L 的 NaOH 水溶液充分混合,密封浸渍 6 h,然后置于 150 °C 电热箱中恒温加热 6 h,取出并洗涤至 pH=7,干燥备用。将干燥后的碱热处理稻壳粉研磨至 40 目,取研磨后的稻壳粉 8 g 与 30 mL 质量浓度为 38 % 的 H₃PO₄ 溶液充分混合,将充分混合后的物料置于 120 °C 鼓风干燥箱中空气预氧化 2 h,自然降温;将预氧化后的物料在氮气气氛下以 10 °C /min 升温至 800 °C,恒温 1 h,进行炭化活化,自然降温后取出,再经 100 °C 蒸馏水洗涤至 pH=7,即可制得中孔率高、吸附性强的生态炭。所制生态炭苯吸附值为 816 mg/g,比表面积为 943 m²/g,中孔率为 84.9 %。