



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102698724 B

(45) 授权公告日 2014. 11. 05

(21) 申请号 201210101321. 1

CN 101306813 A, 2008. 11. 19, 全文.

(22) 申请日 2012. 04. 06

审查员 赖国栋

(73) 专利权人 淮北市大华活性炭有限公司

地址 235000 安徽省淮北市朔里镇葛店工业
园

(72) 发明人 周之鹏 周大可 曹秀云

(51) Int. Cl.

B01J 20/30 (2006. 01)

C01B 31/12 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101863470 A, 2010. 10. 20,

CN 1245776 A, 2000. 03. 01,

CN 101863470 A, 2010. 10. 20,

CN 101934221 A, 2011. 01. 05,

CN 101041436 A, 2007. 09. 26, 全文.

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种汽油蒸汽吸附用活性炭的生产方法

(57) 摘要

本发明公开了一种汽油蒸汽吸附用活性炭的生产方法,以木质、含碳的其它材料为原料,以氯化锌、磷酸等为活化剂,经混合、捏合、挤条、干燥、活化、浸泡等步骤后得到成品。本发明可有效提高堆比重,即提高炭的重量吸附量,并由此可将汽油蒸汽吸附用活性炭的汽油吸附容量提高到16g/100ml,工作容量提高到9g/100ml,减少吸附装置的工作容积,扩大应用范围,将汽油蒸汽吸附用活性炭的耐磨强度提高到93%以上,减少活性炭使用过程中的机械磨损,延长使用期限,基本消除活性炭表面的浮尘,减少气流阻力,不仅用于汽油蒸汽吸附也可适合苯类和高沸点溶剂的回收。

1. 一种汽油蒸汽吸附用活性炭的生产方法,其特征在于包括以下步骤:

(1) 使用未烘干的木屑,木屑含水率 10%,使用 675kg 木屑,用 1000kg 浓度为 85% 的磷酸浸泡,浸泡 8 小时后,在捏合机内捏合,温度 95℃,捏合时间 3 小时;

(2) 捏合好的材料放于挤压机的模具内,挤压机用电加热,加热温度 120℃;挤压机挤出 $\Phi 2.5\text{mm}$ 的条料;

(3) 条料在烘干机内烘干 8 小时,烘干温度 105℃;

(4) 烘干料在回转炉内活化,活化温度 480℃,活化时间 5 小时;

(5) 用水浸泡活性炭回收磷酸后,湿炭即投入煅烧炉内,温度升至 1050℃,煅烧时间 40 分钟。

一种汽油蒸汽吸附用活性炭的生产方法

所属技术领域

[0001] 本发明涉及一种活性炭的生产方法,更具体地说涉及一种汽油蒸汽吸附用活性炭的新生产方法。

[0002] 发明背景:

[0003] 活性炭是一种具有巨大比表面积,内部微孔发达的微晶、非石墨形式的炭,具有选择吸附能力,吸附力的大小是由比表面积和有效孔径的微孔的孔容决定的。用于汽油蒸汽吸附用的活性炭,要求对汽油吸附容量高、解吸好、强度好,例如对汽车炭罐用活性炭的吸附能力在《汽车汽油蒸汽吸附装置》标准中规定,汽油吸附容量 $\geq 11\text{g}/100\text{ml}$ 、工作容量 $\geq 6.5\text{g}/100\text{ml}$ 。目前用于汽油蒸汽吸附的活性炭多为木质不定形颗粒活性炭,这种木质炭是用木屑为原料,以 H_3PO_4 或 ZnCl_2 等为活化剂,通过化学活化制成。这种木质炭的堆比重约 $0.26\text{g}/\text{ml}$ 至 $0.28\text{g}/\text{ml}$,缺点是强度不高,炭表面浮尘多,这些缺陷会缩短使用期限,增大气流阻力,而且由于堆比重小,只好用提高单位重量吸附量的方式实现提高吸附容量和工作容量。

发明内容:

[0004] 本发明的目的在于克服现有技术的缺陷提出一种新的生产方法,可明显提高木质活性炭的堆比重,由此实现提高汽车炭罐炭的吸附容量、工作容量、强度,基本消除粉尘。

[0005] 本发明所述的的生产方法,包括以下步骤:

[0006] 1、将原料、化学活化剂按重量 $1 : 0.8 \sim 1 : 3.0$ 的比例混合,搅拌均匀后浸泡 $2 \sim 24$ 小时。

[0007] 所述的原料包括木质原料和/或含碳的其它材料,木质原料是含木质纤维素的植物,如木屑、木粉,秸秆及果壳,含碳的其它材料如褐煤、非粘结性烟煤、无烟煤、焦油、沥青及废活性炭。

[0008] 所述的化学活化剂是氯化锌、磷酸及对原材料可以起到化学活化作用的化合物,例如氯化物、碱土碳酸盐、聚磷酸盐、偏聚磷酸、焦磷酸、硫酸、硫酸盐。

[0009] 优选的活化剂是磷酸。

[0010] 2、将浸泡的混合料放入可加热的捏合机内反复搅拌,捏合温度控制在 95°C 以内,一般在 $50 \sim 95^\circ\text{C}$ 范围内,捏合的时间以使混合料开始初步固化为适宜,一般为30分钟至3小时,使混合料有足够长的时间充分加热。

[0011] 3、挤条:初步固化的混合料,放入可以调节温度的压力机模具内,温度保持在 $80^\circ\text{C} \sim 150^\circ\text{C}$ 范围内,将混合料挤成 $\Phi 2\text{mm} \sim \Phi 4\text{mm}$ 的圆柱形条料。

[0012] 这时的条料有较好的塑性,但强度较低。

[0013] 4、干燥:将条料放入烘干机内干燥,条件 $80^\circ\text{C} \sim 150^\circ\text{C}$,时间为 $5 \sim 8$ 小时。也可以在烘房内,来自烘房地坪以下的热源应维持地表上待烘干物料 $80 \sim 150^\circ\text{C}$ 的温度,加热 $5 \sim 24$ 小时。

[0014] 这时的条料已完成了热固过程,有较好的强度,活化剂已充分浸透到木质纤维素

的组织内。

[0015] 5、活化：将热固后的条料投入回转式活化炉内活化，活化的温度控制在 450 ~ 550℃ 范围内，活化时间为 4 ~ 8 小时。提供足够的时间充分活化，使活性炭到达足够的吸附容量和强度。

[0016] 6、浸泡：自活化炉出来的活性炭含有大量的磷酸，用 20 倍活性炭体积的水分 8 ~ 10 次浸泡活性炭，磷酸溶解到水中，浸泡到水的 PH 值 > 4.5 即可。

[0017] 在一个优选实施例中，把浸泡后的活性炭投入外加热的煅烧炉内，使活性炭只接触非氧化气体，例如 N₂，煅烧温度 950 ~ 1050℃，煅烧时间 30 分钟 ~ 1 小时。煅烧后活性炭的耐磨强度、吸附容量可明显提高。

[0018] 在一个优选实施例中，浸泡后的活性炭烘干，筛分除去小的破碎颗粒。

[0019] 本发明的有益效果在于：

[0020] 1、由于挤条前后保证了足够的温度，可有效提高堆比重，即提高炭的重量吸附量，并由此可将汽油蒸汽吸附用活性炭的汽油吸附容量提高到 16g/100ml，工作容量提高到 9g/100ml，减少吸附装置的工作容积，扩大应用范围。

[0021] 2. 将汽油蒸汽吸附用活性炭的耐磨强度提高到 93% 以上，减少活性炭使用过程中的机械磨损，延长使用期限。

[0022] 3. 基本消除活性炭表面的浮尘，减少气流阻力。

[0023] 4. 扩大汽油蒸汽吸附用炭的应用范围，适合于苯类和高沸点溶剂的回收。

具体实施方式

[0024] 实施例 1

[0025] 1、以磷酸为化学活化剂，以木屑作原料，木屑烘干后用雷蒙磨粉碎至细于 80 目的粉末。500kg 干燥的木粉掺和 500kg 浓度为 85% 的工业磷酸，掺和均匀后，存在池中浸泡，浸泡 10 小时后，放入有电加热功能的捏合机内捏合，捏合温度保持在 80 ~ 90℃，捏合时间 2.5 小时。

[0026] 2、捏合好的材料放于挤压机的模具内，挤压机用电加热，加热温度 120℃。挤压机挤出 Φ2.5mm 的条料。可增加活性炭堆比重和耐磨强度。

[0027] 3、将条料投入烘干炉内。条料在炉内的烘干时间约 6 小时，烘干温度为 90 ~ 140℃。

[0028] 4、将烘干料投入回转活化炉内，活化温度为 500℃，活化时间为 6 小时。活化料投入磷酸回收罐内，加热水浸泡，使水温保持在 80℃。放出含有磷酸的热水，进入回收槽内，这部分磷酸溶液放置备用。

[0029] 5、活性炭烘干后，经过筛分，成为成品。

[0030] 所得柱状颗粒的木质活性炭技术指标如下：

粒径 (mm)	碘吸附值 (mg/g)	亚甲兰脱色力 (ml/0.1g)	焦糖脱色率 (%)	堆比重 g/l
2.5	980	15.5	100	316
汽油吸附容量 (g/100ml)	汽油工作容量 (g/100ml)	耐磨强度 (%)	粉尘	
17	10.5	93.8	基本无粉尘	

[0031] 实施例 2

[0032] 1、使用未烘干的木屑，木屑含水率 10%，使用 675kg 木屑，用 1000kg 浓度为 85% 的磷酸浸泡，浸泡 8 小时后，在捏合机内捏合，温度 95℃，捏合时间 3 小时。

[0033] 2、捏合料挤条，挤条温度 120℃，仍使用 $\Phi 2.5\text{mm}$ 模具。

[0034] 3、条料在烘干机内烘干 8 小时，烘干温度 105℃。

[0035] 4、烘干料在回转炉内活化，活化温度 480℃，活化时间 5 小时。

[0036] 5、用水浸泡活性炭回收磷酸后，湿炭即投入煅烧炉内，温度升至 1050℃，煅烧时间 40 分钟。这时炭表面有光泽。

[0037] 所得产品检测的技术指标如下：

粒径 (mm)	碘吸附值 (mg/g)	亚甲兰脱色力 (ml/0.1g)	焦糖脱色率 (%)	堆比重 g/l
2.5	1045	14.5	100	325
汽油吸附容量 (g/100ml)	汽油工作容量 (g/100ml)	耐磨强度 (%)	粉尘	
17.7	12.0	95.5	基本无粉尘	

[0038] 实施例 3

[0039] 1、提供 1000kg 木屑和 150kg 煤粉，用 2300kg 浓度为 56% 的氯化锌浸泡，浸泡 10 小时后，在捏合机内捏合，温度 95℃，捏合时间 2 小时。

[0040] 2、捏合料挤条，挤条温度 120℃，仍使用 $\Phi 2.5\text{mm}$ 模具。

[0041] 3、条料在烘干机内烘干 7.5 小时，烘干温度 110℃。

[0042] 4、烘干料在回转炉内活化，活化温度 480℃，活化时间 6 小时。

[0043] 所得产品检测的技术指标如下：

粒径 (mm)	碘吸附值 (mg/g)	亚甲兰脱色力 (ml/0.1g)	焦糖脱色率 (%)	堆比重 g/l
2.5	1020	12.5	94	332
汽油吸附容量 (g/100ml)	汽油工作容量 (g/100ml)	耐磨强度 (%)	粉尘	
16.5	9.5	94	基本无粉尘	