



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101757902 A

(43) 申请公布日 2010.06.30

(21) 申请号 201010039658.5

(22) 申请日 2010.01.12

(71) 申请人 海盐华强树脂有限公司

地址 314300 浙江省海盐县澉浦镇六里集镇

(72) 发明人 胡以强 郭小青 刘卫民 武岳峰

(74) 专利代理机构 杭州求是专利事务所有限公司 33200

代理人 林怀禹

(51) Int. Cl.

B01J 21/18 (2006.01)

B01J 21/06 (2006.01)

B01J 37/02 (2006.01)

B01J 35/10 (2006.01)

B01D 53/86 (2006.01)

B01D 53/72 (2006.01)

权利要求书 2 页 说明书 6 页

(54) 发明名称

一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法,该方法是将活性炭作为涂层附着在泡沫材料基体上,形成活性炭涂层材料,并以该活性炭涂层材料为载体负载二氧化钛,其中各组分的重量百分比为:二氧化钛活性组分为 1~10%,活性炭涂层为 4~15%,其余为泡沫材料基体。本发明方法以活性炭涂层材料作为光催化剂载体,可以有效提高二氧化钛活性组分的分散性,克服已有活性炭材料结构疏松、强度低的缺点,改善光在体系中的传递和污染物传递到催化剂表面的传质过程,并可大幅度延长活性炭的使用寿命。

1. 一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法,其特征在于,该方法是将活性炭作为涂层附着在泡沫材料基体上,形成活性炭涂层材料,并以该活性炭涂层材料为载体负载二氧化钛,其中各组分的重量百分比为:二氧化钛活性组分为1~10%,活性炭涂层为4~15%,其余为泡沫材料基体。

2. 如权利要求1所述的一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法,其特征在于,以所述活性炭涂层材料为载体负载二氧化钛时,采用浸渍法将二氧化钛溶胶担载于所述活性炭涂层材料载体上,经过高温煅烧获得,制备步骤如下:

1) 将钛醇盐在剧烈搅拌下溶解于醇中,并添加一定量抑制剂和表面活性剂,缓慢加水、醇、酸的混合液,继续搅拌;钛醇盐与抑制剂、醇、水的体积比为6~8:1:16~25:0.75~1.5,表面活性剂的添加量为二氧化钛溶胶总重量的1~3%,搅拌混合,得到均匀、稳定透明的二氧化钛溶胶;

2) 将所述活性炭涂层材料载体浸于二氧化钛溶胶中2~4h,取出后置于密闭容器中凝胶陈化12~24h,再放入干燥箱在80~110℃温度条件下干燥2~4h;将干燥后的载体放在电阻炉中于无氧环境下从室温升至450~650℃,保温40~90min;之后随炉冷却至室温。

3. 如权利要求2所述的一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法,其特征在于,所述钛醇盐为钛酸四丁酯;所述醇为乙醇、异丙醇、正丁醇中的一种或两种以上的混合物;所述酸为硝酸、硫酸、盐酸中的一种或两种以上的混合物;所述抑制剂为乙酰丙酮、冰醋酸、二乙醇胺中的一种;所述表面活性剂为聚乙二醇、聚乙烯醇、壬基酚聚氧乙烯醚中的一种或两种以上的混合物。

4. 如权利要求1所述的一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法,其特征在于,附着在泡沫材料上的所述活性炭涂层由热固性树脂所制备,采用浸渍工艺将含有溶剂的热固性树脂涂覆在泡沫材料的内外表面,所述热固性树脂作为炭前驱体经过固化工艺、炭化工艺、活化工艺和清洗工艺处理,得到附着在泡沫陶瓷上的活性炭涂层,所述活性炭涂层为所述活性炭涂层材料总质量的5~20%,涂层厚度为0.1~1mm,且活性炭涂层的表面积为800~1400m²/g,制备工艺如下:

1) 浸渍工艺:将泡沫材料基体在超声清洗后,于105±5℃条件下干燥4~8小时,放入带有夹套并装有热固性树脂的容器中,在浸渍液内浸渍4~16小时,浸渍所用容器的夹套内有温水循环,温水的温度为20~70℃;将浸渍有热固性树脂的泡沫材料基体从容器内取出,通过空气吹除或是离心机去除多余的热固性树脂;

2) 固化工艺:将浸渍有热固性树脂的泡沫材料基体,在室温下放置6~12小时后,放入烘箱内固化,70℃起温,每分钟升温1~4℃,在150℃温度下保温1~5小时;

3) 炭化工艺:将经过固化工艺处理的泡沫材料基体在无氧环境中升温,150℃起温,每分钟升温2~10℃,在600~1000℃温度下进行炭化处理30~120分钟,在无氧环境中冷却到室温;

4) 物理活化工艺:将经过炭化工艺处理的泡沫-炭材料在无氧环境中升温,150℃起温,每分钟升温2~10℃,在600~1000℃温度下,以过饱和水蒸气或二氧化碳为活化介质,活化处理30~120分钟,在无氧环境中冷却到室温;

5) 化学活化工艺:将经过炭化工艺处理的泡沫-炭材料在氢氧化钾或氢氧化钠饱和溶

液中浸渍 4 ~ 24 小时,在烘箱中 120℃温度条件下烘干 2 ~ 12 小时,然后在无氧环境中升温,150℃起温,每分钟升温 2 ~ 10℃,在 600 ~ 1000℃温度下处理 10 ~ 120 分钟,在无氧环境中冷却到室温;

6) 清洗工艺:将经过活化工艺处理的活性炭涂层复合材料,用质量浓度为 5 ~ 20% 的盐酸溶液酸洗 4 ~ 12 小时,再用水洗至中性。

5. 如权利要求 1 所述的一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法,其特征在于,所述泡沫材料基体采用泡沫陶瓷或泡沫金属中的一种。

6. 如权利要求 5 所述的一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法,其特征在于,所述泡沫材料基体为泡沫陶瓷,其孔隙率为 50 ~ 90%,其主要孔径由直径为 1mm ~ 10mm 随机分布的三维孔道所构成。

7. 如权利要求 4 所述的一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法,其特征在于,所述的热固性树脂为酚醛树脂、环氧树脂、不饱和聚酯、丙烯酸树脂的一种。

8. 如权利要求 7 所述的一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法,其特征在于,所述的热固性树脂为酚醛树脂,包括未改性的酚醛树脂和改性酚醛树脂,所述改性酚醛树脂为三聚氰氨改性酚醛树脂、苯胺改性酚醛树脂、环氧改性酚醛树脂、腰果壳油或腰果酚改性酚醛树脂、聚乙烯醇改性酚醛树脂、沥青改性酚醛树脂中的一种或两种以上的混合物。

9. 如权利要求 4 所述的一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法,其特征在于,所述的含有溶剂的热固性树脂中所用溶剂为甲醇、乙醇、丁醇、甲苯、二甲苯、汽油中的一种或两种以上的混合物。

10. 如权利要求 2 所述的一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法,其特征在于,所述无氧环境由惰性气体、CO₂ 或 N₂ 中的一种或两种以上混合后构成。

一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及到一种以半导体二氧化钛 (TiO_2) 为活性组分的光催化剂的制备方法, 这种催化剂特别适用于对室内空气的净化处理。

背景技术

[0002] 近年来, 随着室内建筑装饰材料、家用化学物质的大量使用, 室内空气污染越来越受到人们的重视。调查表明, 室内空气的有机物浓度高于室外, 甚至高于工业区。目前已从室内空气中鉴定出几百种有机物质, 其中有的是致癌物。居室、办公室中所用涂料、粘接剂、油漆、胶合板、地板革、壁纸等都可向空气中释放挥发性有机化合物, 从而造成室内污染。对室内主要的气体污染物甲醛、甲苯等的研究表明, 二氧化钛 (TiO_2) 光催化氧化技术在处理这类难降解有机物污染物方面表现出独特优势。但是, 传统的 TiO_2 光催化技术存在电能消耗大、催化剂回收困难以及效率低等问题, 所以限制了其工业化的应用。因此, 高效 TiO_2 光催化剂的开发研究已为国内外最活跃的研究领域之一。

[0003] 催化剂的负载是解决悬浮相催化剂分离回收的有效途径, 可以克服悬浮相催化剂稳定性差和容易中毒等特点。负载 TiO_2 过程中, 载体的结构决定了光在体系中的传递过程和物质传递到催化剂表面的传质过程, 也就决定了光催化反应器的设计和光催化系统的效率。大量的研究发现活性炭能将反应体系中的目标污染物富集到催化剂表面, 在 TiO_2 表面产生一个底物富集环境, 从而提高了降解速率, 同时, 通过扩散作用, 被吸附的有机物向 TiO_2 表面迁移, TiO_2 降解活性炭表面的有机物又使载体实现了原位再生, 这种协同作用进一步提高复合催化的光催化活性。因此, 将 TiO_2 固定在活性炭上, 既可提高催化剂的效率, 又可解决催化剂分离回收的问题。公开号为 CN101244383A 的中国专利申请“一种活性炭负载二氧化钛光催化剂的制备方法”以粒径为 50 ~ 100 目的活性炭为载体负载 TiO_2 制备光催化剂, 用于降解有机污染物。由于该发明所使用的是商用活性炭破碎后的活性炭, 粒径太小, 制备过程容易造成 TiO_2 粒子团聚, 而且分离和回收过程相对复杂, 使用后进行分离也容易造成材料损失。公开号为 CN

[0004] 1695797A 的中国专利申请“活性炭负载二氧化钛光催化剂的制备方法”采用化学气相沉积法将 TiO_2 负载在粒径为 40 ~ 60 目的活性炭载体上, 用于光催化降解有机污染物。该发明使用的活性炭粒径太小, 应用于填充床中, 存在床层压降大和光分布不均匀; 应用于悬浮床中, 容易磨损与粉化, 很难应用于气相。公开号为 CN 1803291A 的中国专利申请“一种二氧化钛 / 活性炭纤维光催化剂及其制备方法和在空气净化中的应用”以活性炭纤维为载体负载 TiO_2 制成负载型光催化剂, 由于纤维是非刚性材料, 在体系中容易变形和破碎, 也容易造成负载的 TiO_2 脱落, 这都在一定程度上影响了其放大应用。

[0005] 陶瓷材料具有机械强度高、抗震动、耐高温、耐腐蚀等特点, 将陶瓷和活性炭结合起来可使这种复合材料具有二者的综合优点。公开号为 US 4082661 的美国专利“活性炭及其制备方法”以孔径分布为 1000 ~ 70000 埃的成型多孔陶瓷为载体浸渍树脂, 炭化活化后用于高纯度的过滤领域。该发明所使用的成型多孔陶瓷宏孔孔径过小, 孔内浸渍的树脂经

过炭化活化后得到的宏孔孔径更小,增加了陶瓷-活性炭体内部活性炭的吸附阻力,阻碍了流体介质与陶瓷-活性炭体内部的活性炭之间的传质过程,使得材料内部的活性炭得不到充分利用,不适用于光催化剂载体。

发明内容

[0006] 本发明所要解决的技术问题在于克服现有技术之不足,提供一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法,它以活性炭涂层材料作为光催化剂载体,可以有效提高二氧化钛活性组分的分散性并克服已有活性炭材料结构疏松,强度低的缺点,改善光在体系中的传递和污染物传递到催化剂表面的传质过程。

[0007] 为解决上述技术问题,本发明一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法是将活性炭作为涂层附着在泡沫材料基体上,形成活性炭涂层材料,并以该活性炭涂层材料为载体负载二氧化钛,其中各组分的重量百分比为:二氧化钛活性组分为1~10%,活性炭涂层为4~15%,其余为泡沫材料基体。

[0008] 上述一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法,以所述活性炭涂层材料为载体负载二氧化钛时,采用浸渍法将二氧化钛溶胶担载于所述活性炭涂层材料载体上,经过高温煅烧获得,制备步骤如下:

[0009] 1) 将钛醇盐在剧烈搅拌下溶解于醇中,并添加一定量抑制剂和表面活性剂,缓慢滴加水、醇、酸的混合液,继续搅拌;钛醇盐与抑制剂、醇、水的体积比为6~8:1:16~25:0.75~1.5,表面活性剂的添加量为二氧化钛溶胶总重量的1~3%,搅拌混合,得到均匀、稳定透明的TiO₂溶胶;

[0010] 2) 将所述活性炭涂层材料载体浸于二氧化钛溶胶中2~4h,取出后置于密闭容器中凝胶陈化12~24h,再放入干燥箱在80~110℃温度条件下干燥2~4h;将干燥后的载体放在电阻炉中于无氧环境下从室温升至450~650℃,保温40~90min;之后随炉冷却至室温。

[0011] 上述一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法,制备所述二氧化钛溶胶时所用的所述钛醇盐为钛酸四丁酯;所述醇为乙醇、异丙醇、正丁醇中的一种或两种以上的混合物;所述酸为硝酸、硫酸、盐酸中的一种或两种以上的混合物;所述抑制剂为乙酰丙酮、冰醋酸、二乙醇胺中的一种;所述表面活性剂为聚乙二醇、聚乙烯醇、壬基酚聚氧乙烯醚中的一种或两种以上的混合物。

[0012] 上述一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法,附着在泡沫材料上的所述活性炭涂层由热固性树脂所制备,采用浸渍工艺将含有溶剂的热固性树脂涂覆在泡沫材料的内外表面,所述热固性树脂作为炭前驱体经过固化工艺、炭化工艺、活化工艺和清洗工艺处理,得到的附着在泡沫陶瓷上的活性炭涂层,所述活性炭涂层为所述活性炭涂层材料总质量的5~20%,涂层厚度为0.1~1mm,且活性炭涂层的表面积为800~1400m²/g,制备工艺如下:

[0013] 1) 浸渍工艺:将泡沫材料基体在超声清洗后,于105±5℃条件下干燥4~8小时,放入带有夹套并装有热固性树脂的容器中,在浸渍液内浸渍4~16小时,浸渍所用容器的夹套内有温水循环,温水的温度为20~70℃;将浸渍有热固性树脂的泡沫材料基体从容器内取出,通过空气吹除或是离心机去除多余的热固性树脂;

[0014] 2) 固化工艺:将浸渍有热固性树脂的泡沫材料基体,在室温下放置 6 ~ 12 小时后,放入烘箱内固化,70℃起温,每分钟升温 1 ~ 4℃,在 150℃温度下保温 1 ~ 5 小时;

[0015] 3) 炭化工艺:将经过固化工艺处理的泡沫材料基体在无氧环境中升温,150℃起温,每分钟升温 2 ~ 10℃,在 600 ~ 1000℃温度下进行炭化处理 30-120 分钟,在无氧环境中冷却到室温;

[0016] 4) 物理活化工艺:将经过炭化工艺处理的泡沫-炭材料在无氧环境中升温,150℃起温,每分钟升温 2 ~ 10℃,在 600 ~ 1000℃温度下,以过饱和水蒸气或二氧化碳为活化介质,活化处理 30 ~ 120 分钟,在无氧环境中冷却到室温;

[0017] 5) 化学活化工艺:将经过炭化工艺处理的泡沫-炭材料在氢氧化钾 (KOH) 或氢氧化钠 (NaOH) 饱和溶液中浸渍 4 ~ 24 小时,在烘箱中 120℃温度条件下烘干 2 ~ 12 小时,然后在无氧环境中升温,150℃起温,每分钟升温 2 ~ 10℃,在 600 ~ 1000℃温度下处理 10 ~ 120 分钟,在无氧环境中冷却到室温;

[0018] 6) 清洗工艺:将经过活化工艺处理的活性炭涂层复合材料,用质量浓度为 5 ~ 20% 的盐酸 (HCl) 溶液酸洗 4 ~ 12 小时,再用水洗至中性。

[0019] 上述一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法,所述泡沫材料基体采用泡沫陶瓷或泡沫金属中的一种。

[0020] 上述一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法,所述泡沫材料基体为泡沫陶瓷,其孔隙率为 50 ~ 90%,其主要孔径由直径为 1mm ~ 10mm 随机分布的三维孔道所构成。

[0021] 上述一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法,所述热固性树脂为酚醛树脂、环氧树脂、不饱和聚酯、丙烯酸树脂的一种。

[0022] 上述一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法,所述的热固性树脂为酚醛树脂,包括未改性的酚醛树脂和改性酚醛树脂,所述改性酚醛树脂为三聚氰氨改性酚醛树脂、苯胺改性酚醛树脂、环氧改性酚醛树脂、腰果壳油或腰果酚改性酚醛树脂、聚乙烯醇改性酚醛树脂、沥青改性酚醛树脂中的一种或两种以上的混合物。

[0023] 上述一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法,所述的含有溶剂的热固性树脂中所用溶剂为甲醇、乙醇、丁醇、甲苯、二甲苯、汽油中的一种或两种以上的混合物。

[0024] 上述一种含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法,所述无氧环境由惰性气体、CO₂ 或 N₂ 中的一种或两种以上混合后构成。

[0025] 本发明由于采用了上述技术方案,与现有技术相比,具有下列优点和效果:

[0026] 1、活性炭较高的比表面积和丰富的孔结构,可提高 TiO₂ 在载体上的分散性,并且和 TiO₂ 具有良好的协同催化作用,提高了 TiO₂ 的催化效率,从而可大幅度降低 TiO₂ 的使用量。此外,本发明制得的 TiO₂ 平均粒径在纳米级范围内,平均粒径范围为 10 ~ 50nm,粒径的尺寸分布均匀。

[0027] 2、泡沫陶瓷的孔隙率为 50 ~ 90%,其主要孔径由直径为 1mm ~ 10mm 随机分布的三维孔道所构成,其孔隙内及表面的活性炭的孔隙结构由大孔、中孔和微孔构成,这样就可充分满足物质传递到催化剂表面的传质要求,有效发挥活性炭材料的功能。泡沫陶瓷固有的三维立体网络骨架,相互贯通的气孔结构,制备的活性炭涂层复合材料中的孔道方向也是为三维随机分布,能改善光催化氧化过程中光的传递和气液相的传质,以降低光催化氧化反应的时间,提高光催化氧化处理的效率。

[0028] 3、泡沫陶瓷骨架极大地提高了活性炭的强度,避免了活性炭作为载体的磨损和易破碎的缺点,大幅度地延长了活性炭使用寿命。

[0029] 4、活性炭涂层材料可根据需要制成各种形状,无尺寸限制。

具体实施方式

[0030] 实施例 1 含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法包括如下步骤:

[0031] 1、活性炭涂层材料的制备:将孔隙率为 75% 的多孔泡沫陶瓷板超声清洗 20min,于 110℃ 温度条件下烘干 4 小时后,放入带有夹套并装有含固量为 70% 的液体酚醛树脂(溶剂为乙醇)的容器中,使多孔泡沫陶瓷板在浸渍液内浸渍 12 小时;浸渍用容器夹套内循环水的温度为 35℃。将浸渍有酚醛树脂的多孔泡沫陶瓷板从容器内取出,于 1500r/min 的转速下离心去除多余的树脂,在室温下放置 12 小时后,放入烘箱内进行固化处理,70℃ 起温,以 3℃ /min 的升温速率升至 150℃ 温度,保温 2 小时。将固化好的陶瓷-树脂材料在氮气环境中 150℃ 起温,以 8℃ /min 的升温速率升至 850℃ 进行炭化处理 80 分钟,在氮气环境中冷却至室温。将炭化处理后的陶瓷-树脂炭复合材料在氮气环境中 150℃ 起温,以 10℃ /min 的升温速率升至 900℃,通入过饱和水蒸气进行活化处理 60 分钟,水蒸气总量为树脂基炭量的两倍,在氮气环境中冷却至室温。用质量浓度为 10% 的 HCl 溶液酸洗得到的材料,水洗至中性,干燥得到活性炭含量为 7.46% 的陶瓷-活性炭复合材料,其中活性炭的比表面积为 1350m²/g,碘吸附值为 1682.19mg/g。

[0032] 2、TiO₂ 溶胶的制备:在三口烧瓶中加入 150ml 无水乙醇和 9.5ml 乙酰丙酮,于剧烈搅拌下滴加 75ml 钛酸四丁酯。滴毕,继续搅拌 30min,得到均匀透明的淡黄色溶液,记为 A 液;称取重量含量占 TiO₂ 溶胶总重量 1.5% 的聚乙二醇溶于 9.9ml 蒸馏水中,同时量取 1ml HNO₃、75ml 无水乙醇搅拌使之混合均匀,记为 B 液;剧烈搅拌下用滴定管以 0.2ml/s 的速度将 B 液滴加到 A 液中,调节体系 pH 值至 2.5,继续搅拌 2h,最后得到均匀透明的淡黄色 TiO₂ 溶胶,静置 24h 备用。

[0033] 3、TiO₂ 溶胶在载体上负载:将经过清洗工艺并干燥的成品陶瓷-活性炭涂层复合材料浸于 TiO₂ 溶胶中 2h,然后缓慢提拉取出,放于密闭容器中凝胶陈化 24h,再放入干燥箱中于 80℃ 温度条件下干燥 2h;将干燥后的载体放在箱式电阻炉中于氮气环境下,以 10℃ /min 的升温速率从室温升温至 250℃,保温 30min;再以同样的升温速率升温至 500℃,保温 60min;之后随炉冷却至室温。将上述浸渍-煅烧过程重复 2 次,得到 TiO₂ 负载量为 3.16% 的复合光催化剂。

[0034] 利用此催化剂光催化氧化处理室内甲醛气体,在反应温度 25℃,反应时间 120min,相对湿度为 70%、甲醛初始浓度为 2mg/m³ 的条件下,甲醛去除率能达 94.3%。

[0035] 实施例 2 含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法包括如下步骤:

[0036] 1、陶瓷-活性炭涂层复合材料的制备:将孔隙率为 55% 的多孔泡沫陶瓷板超声清洗 20min,于 110℃ 烘干 4 小时后放入带有夹套并装有过量热固性酚醛树脂的容器中,使多孔泡沫陶瓷板在浸渍液内浸渍 12 小时;浸渍用容器夹套内循环水的温度为 45℃。将浸渍有酚醛树脂的多孔泡沫陶瓷板从容器内取出,1500r/min 的转速下离心去除多余的树脂,在室温下放置 12 小时后,放入烘箱内进行固化处理,70℃ 起温,以 4℃ /min 的升温速率升至 150℃ 温度,保温 2 小时。将固化好的陶瓷-树脂材料在氮气环境中 150℃ 起温,以 10℃ /

min 的升温速率升至 850℃进行炭化处理 80 分钟,在氮气环境中冷却至室温。将炭化处理后的陶瓷-树脂炭复合材料在氮气环境中 150℃起温,以 10℃/min 的升温速率升至 900℃,通入过饱和水蒸气进行活化处理 60 分钟,水蒸气总量为树脂基炭量的两倍,在氮气环境中冷却至室温。用质量浓度为 10% 的 HCl 溶液酸洗得到的材料,水洗至中性,干燥得到活性炭含量为 4.56% 的陶瓷-活性炭复合材料,其中活性炭的比表面积为 1100m²/g,碘吸附值为 1432.24mg/g。

[0037] 2、TiO₂ 溶胶的制备:在三口烧瓶中加入 30ml 无水乙醇、6ml HNO₃ 和 9ml 乙酰丙酮,于剧烈搅拌下滴加 60ml 钛酸四丁酯,滴毕,继续搅拌 30min 得到均匀透明的淡黄色溶液,记为 A 液;称取重量含量占 TiO₂ 溶胶总重量 1% 的聚乙二醇(分子量:20000)溶于 12ml 蒸馏水中,同时量取 60ml 环戊烷并加入一定量的壬基酚聚氧乙烯醚乳化剂,将以上两种溶液混合并向其中加入异丙醇直至得到澄清透明的微乳液为止,记为 B 液;剧烈搅拌下用滴定管以 0.2ml/s 的速度将 B 液滴加到 A 液中,调节体系 pH 值至 1.5,继续搅拌 2h,最后得到均匀透明的淡黄色 TiO₂ 溶胶,静置 24h 备用。

[0038] 3、TiO₂ 溶胶在载体上负载:将经过清洗工艺并干燥的成品陶瓷-活性炭涂层复合材料浸于 TiO₂ 溶胶中 4h,然后缓慢提拉取出,放于密闭容器中凝胶陈化 12h,再放入干燥箱中于 90℃温度条件下干燥 2h;将干燥后的载体放在箱式电阻炉中于氮气环境下,以 2℃/min 的升温速率从室温升温至 250℃,保温 30min;再以同样的升温速率升温至 550℃,保温 60min;之后随炉冷却至室温。将上述浸渍-煅烧过程重复 2 次,得到 TiO₂ 负载量为 3.52% 的复合光催化剂。

[0039] 利用此催化剂光催化氧化处理室内甲醛气体,在反应温度 25℃,反应时间 120min,相对湿度为 70%、甲醛初始浓度为 1mg/m³ 的条件下,甲醛去除率能达 88.7%。

[0040] 实施例 3 含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法包括如下步骤:

[0041] 1、陶瓷-活性炭涂层复合材料的制备方法:将孔隙率为 90% 的多孔泡沫陶瓷管超声清洗 20min,于 110℃温度条件下烘干 4 小时后放入带有夹套并装有适量热固性酚醛树脂的容器中,使多孔泡沫陶瓷管在浸渍液内浸渍 16 小时;浸渍用容器夹套内循环水的温度为 35℃。将浸渍有酚醛树脂的多孔泡沫陶瓷管从容器内取出,空气吹除多余的树脂,在室温下放置 10 小时后,放入烘箱内进行固化处理,70℃起温,以 1℃/min 的升温速率升至 150℃温度,保温 2 小时。将固化好的陶瓷-树脂材料在氮气环境中 150℃起温,以 4℃/min 的升温速率升至 800℃进行炭化处理 60 分钟,在氮气环境中冷却至室温。重复浸渍-固化-炭化过程,将两次炭化处理后的陶瓷-树脂基炭复合材料在 KOH 饱和溶液中浸渍 24 小时,在烘箱中于 120℃温度条件下烘干 8 小时,在氮气环境中 150℃起温,以 10℃/min 的升温速率升至 800℃,进行活化处理 20 分钟,在氮气环境中冷却至室温。用质量浓度为 10% 的 HCl 溶液酸洗得到的材料,水洗至中性,干燥得到活性炭含量为 14.5% 的陶瓷-活性炭复合材料,其中活性炭的比表面积为 850m²/g,碘吸附值为 909.36mg/g。

[0042] 2、TiO₂ 溶胶的制备及 TiO₂ 溶胶在载体上负载同实施例 1。

[0043] 利用此催化剂光催化氧化处理室内甲醛气体,在反应温度 30℃,反应时间 120min,相对湿度为 50%、甲醛初始浓度为 2mg/m³ 的条件下,甲醛去除率能达 90.2%。

[0044] 实施例 4 含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法包括如下步骤:

[0045] 1、陶瓷-活性炭涂层复合材料的制备方法同实施例 3。

[0046] 2、TiO₂ 溶胶的制备及 TiO₂ 溶胶在载体上负载同实施例 2。

[0047] 利用此催化剂光催化氧化处理室内甲醛气体,在反应温度 30℃,反应时间 120min,相对湿度为 50%、甲醛初始浓度为 1mg/m³ 等条件下,甲醛去除率能达 85.5%。

[0048] 实施例 5 含活性炭涂层复合型光催化剂的制备方法包括如下步骤:

[0049] 1、陶瓷-活性炭涂层复合材料的制备方法同实施例 3。

[0050] 2、TiO₂ 溶胶的制备:在三口烧瓶中加入 100ml 无水乙醇和 12ml 乙酰丙酮,于剧烈搅拌下滴加 75ml 钛酸四丁酯,滴毕,继续搅拌 30min 得到均匀透明的淡黄色溶液,记为 A 液;称取重量含量占 TiO₂ 溶胶总重量 2%的聚乙二醇(分子量:20000)溶于 12ml 蒸馏水中,同时量取 2ml HCl、75ml 无水乙醇搅拌使之混合均匀,记为 B 液;剧烈搅拌下用滴定管以 0.2ml/s 的速度将 B 液滴加到 A 液中,调节体系 pH 值至 2.5,继续搅拌 2h,最后得到均匀透明的淡黄色 TiO₂ 溶胶,静置 24h 备用。

[0051] 3、TiO₂ 溶胶在载体上负载:将经过清洗工艺并干燥的成品陶瓷-活性炭涂层复合材料浸于 TiO₂ 溶胶中 2h,然后缓慢提拉取出,放于密闭容器中凝胶陈化 12h,再放入干燥箱中于 80℃温度条件下干燥 4h;将干燥后的载体放在箱式电阻炉中于氮气环境下,以 2℃/min 的升温速率从室温升温至 250℃,保温 30min;再以同样的升温速率升温至 550℃,保温 120min;之后随炉冷却至室温。将上述浸渍-煅烧过程重复 2 次,得到 TiO₂ 负载量为 4.31% 的复合光催化剂。

[0052] 利用此催化剂光催化氧化处理室内甲醛气体,在反应温度 25℃,反应时间 120min,相对湿度为 70%、甲醛初始浓度为 2mg/m³ 的条件下,甲醛去除率能达 84.7%。