



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108342217 A

(43)申请公布日 2018.07.31

(21)申请号 201810040591.3

(22)申请日 2018.01.16

(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

(72)发明人 张波 潘飞苗 蔡伟豪 刘少博
周金兵

(74)专利代理机构 杭州浙科专利事务所(普通合伙) 33213

代理人 周红芳

(51)Int.Cl.

C10G 25/00(2006.01)

B01J 20/20(2006.01)

B01J 20/28(2006.01)

权利要求书1页 说明书8页

(54)发明名称

一种以Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂脱除燃料油中噻吩类硫的方法

(57)摘要

一种以Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂脱除燃料油中噻吩类硫的方法,属于燃料油加工技术领域。该方法以正硅酸甲酯、正硅酸乙酯、硅溶胶、水玻璃等为硅源、以醋酸银、硝酸银等为银源,采用溶胶凝胶-常压干燥法制得Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯复合气凝胶。将其定量填装于固定床吸附装置中,在一定温度与空速下,注入含噻吩类硫的模拟汽油,在反应装置的下端出口处收集吸附后的模拟汽油,进行色谱分析。结果表明Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯复合气凝胶对噻吩类硫有很好的吸附性能。本发明中Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯复合气凝胶吸附剂的制备方法简单、成本低廉,该吸附剂可多次重复使用、经济效益高、环境友好、其吸附条件温和、对吸附设备的要求低。

1. 一种以 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂脱除燃料油中噻吩类硫的方法, 其特征在于以 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂, 将该吸附剂填充入固定床吸附装置, 在 $0\sim 100\text{ }^\circ\text{C}$ 温度下, 以 $1\sim 10\text{ h}^{-1}$ 的空速通入含有噻吩类硫的模拟汽油, 经吸附后得到 10ppm 以下硫浓度的模拟汽油。

2. 根据权利要求1所述的一种以 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂脱除燃料油中噻吩类硫的方法, 其特征在于噻吩类硫为噻吩或苯并噻吩。

3. 根据权利要求1所述的一种以 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂脱除燃料油中噻吩类硫的方法, 其特征在于 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶吸附剂采用溶胶凝胶—常压干燥法制备而得。

4. 根据权利要求1所述的一种以 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂脱除燃料油中噻吩类硫的方法, 其特征在于制备 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶吸附剂的硅源为正硅酸甲酯、正硅酸乙酯、硅溶胶或水玻璃; 银源为硝酸银或醋酸银, 优选硅源为正硅酸乙酯, 银源为硝酸银。

5. 根据权利要求1所述的一种以 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂脱除燃料油中噻吩类硫的方法, 其特征在于 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶吸附剂中的硅银摩尔比为 $1:1\sim 20 : 1$, 优选为 $2:1\sim 10 : 1$ 。

6. 根据权利要求1所述的一种以 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂脱除燃料油中噻吩类硫的方法, 其特征在于 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶吸附剂中在制备过程中掺入了 $0.1\sim 10\text{mg}$ 的氧化石墨烯, 优选 $4\text{mg}\sim 6\text{mg}$ 。

7. 根据权利要求1所述的一种以 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂脱除燃料油中噻吩类硫的方法, 其特征在于通入含有噻吩类硫的模拟汽油时空速为 $1\sim 5\text{ h}^{-1}$ 。

8. 根据权利要求1所述的一种以 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂脱除燃料油中噻吩类硫的方法, 其特征在于 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶吸附噻吩类硫的吸附温度为 $0\sim 40\text{ }^\circ\text{C}$ 。

9. 根据权利要求2所述的一种以 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂脱除燃料油中噻吩类硫的方法, 其特征在于模拟汽油中噻吩或苯并噻吩硫浓度为 $0.1\sim 10\text{mgS/g}$, 优选为 $0.1\sim 5\text{ mgS/g}$ 。

一种以Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂脱除燃料油中噻吩类硫的方法

技术领域

[0001] 本发明属于燃料油加工技术领域,具体涉及一种以 π 络合吸附的Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯复合气凝胶脱硫吸附剂及其制备方法和在汽油脱硫中的应用。

背景技术

[0002] 随着车用工业的大力发展,汽车尾气硫化物的大量排放不仅使环境污染问题日趋严重,同样也威胁着人类的身体健康。燃料电池对燃料油中的硫含量也有相当高的要求,有机硫化物的存在,会使燃料电池电极中的催化剂中毒,使燃料电池不能有效的将柴汽油中的化学能转化成电能。因此,对燃料油的深度脱硫已经成为了全球关注的焦点。

[0003] 目前,燃料油品的脱硫工艺主要有加氢脱硫技术、烷基化脱硫技术、生物脱硫技术、萃取脱硫技术、氧化脱硫技术、吸附脱硫技术等。现在的工业生产中,脱硫的主要工艺仍是传统的加氢脱硫,但其操作成本较高、耗氢量大、操作条件苛刻,降低汽油中辛烷值等缺点。且加氢脱硫只对于硫醇、硫醚、无机硫等有较好效果,对于热稳定性极高的噻吩类硫化物的脱硫效果很差。吸附脱硫由于其成本低廉,操作条件温和,脱硫效果好,不污染环境,其中 π 络合吸附脱硫相对于物理吸附脱硫是有选择性的,对于化学吸附脱硫更易于脱附再生,是目前最有前景的脱硫方法。

[0004] π 络合吸附脱硫的关键在于制备一种高效的 π 络合吸附剂。常用于制备 π 络合脱硫吸附剂的金属离子有Cu²⁺、Ag⁺、Ni²⁺、Co²⁺等。而制备 π 络合脱硫吸附剂,须将这些金属离子分散在高比面积的载体上。根据载体的不同, π 络合脱硫吸附剂可分为分子筛类、活性炭类、金属氧化物类。

[0005] 以分子筛为载体的 π 络合脱硫吸附剂。沈阳化工大学(公开号CN 103170305 A)以负载Ag离子的13X分子筛为脱硫吸附剂,用于深度脱除汽油中的噻吩及其衍生物和苯并噻吩。其中银的元素含量占吸附剂总重量的3%~5%,银元素为离子态。中国科学院(公开号CN 1511629 A)制备了一种深度脱除硫化物的分子筛吸附剂,由Y型分子筛负载金属盐类组成。这类 π 络合吸附剂,载体价格低廉,制备方法简单,可循环再生。但微孔分子筛脱硫吸附剂所交换的过渡金属离子数目有限,对硫化物的吸附容量不大,且微孔分子筛自身的微孔结构,大分子的噻吩类硫化物由于分子尺寸效应无法进入孔道内与金属离子形成 π 络合作用,即无法达到深度脱硫。

[0006] 以活性炭为载体的 π 络合脱硫吸附剂。沈阳化工大学(公开号CN 103143322 A)制备了一种负载了Fe离子的活性炭吸附剂,对汽油中的噻吩及其衍生物有较大的吸附容量与选择性,且制备方法简单,再生容易,吸附剂使用寿命长。中国石油化工有限公司(公开号CN 104549143 A)通过采用含Al、Zn、Ni等金属的盐和H₃PO₄作为助剂对活性炭进行修饰改性,较好地解决了气体原料吸附净化脱硫技术中存在单一吸附剂不能同时有效脱除多种硫化物、硫的脱除率低以及脱硫剂的穿透硫容低等问题。但活性炭的孔结构以微孔为主,改性的活性炭对噻吩类大分子硫化物的吸附容量仍然非常小,难以满足工业生产的要求。

[0007] 以金属氧化物为载体的 π 络合脱硫吸附剂。南通大学(公开号CN 10300787 A)以铜元素掺杂的介孔 γ - Al_2O_3 与含硫的燃料油接触,利用吸附法实现脱硫,操作成本低,吸附容量大,且再生方便。中国石油化工股份有限公司(公开号CN 10161923 A)制备了一种脱硫吸附剂,该吸附剂包括以氧化铝为粘结剂,氧化锌为载体,再与络合剂溶液接触,然后负载金属促进剂。用于燃料油脱硫,活性高,吸附硫容量大。但在制备过程中,金属离子容易堵塞金属氧化物孔道,导致负载的活性组分在表面堆积,无法进入孔道内提供活性位,降低吸附脱硫性能,且此法较难应用于工业化生产。

发明内容

[0008] 针对现有 π 络合吸附剂在脱除燃料油中噻吩类硫中存在的上述问题,本发明的目的在于提供一种吸附容量大、易再生的 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂,吸附条件温和,通过 π 络合吸附作用脱除燃料油中噻吩类硫的方法。

[0009] 所述的一种以 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂脱除燃料油中噻吩类硫的方法,其特征在于以 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂,将该吸附剂填装入固定床吸附装置,在 $0\sim 100^\circ\text{C}$ 温度下,以 $1\sim 10\text{h}^{-1}$ 的空速通入含有噻吩类硫的模拟汽油,经吸附后得到 10ppm 以下硫浓度的模拟汽油。

[0010] 所述的一种以 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂脱除燃料油中噻吩类硫的方法,其特征在于噻吩类硫为噻吩或苯并噻吩。

[0011] 所述的一种以 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂脱除燃料油中噻吩类硫的方法,其特征在于 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶吸附剂采用溶胶凝胶-常压干燥法制备而得。

[0012] 所述的一种以 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂脱除燃料油中噻吩类硫的方法,其特征在于制备 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶吸附剂的硅源为正硅酸甲酯、正硅酸乙酯、硅溶胶或水玻璃;银源为硝酸银或醋酸银,优选硅源为正硅酸乙酯,银源为硝酸银。

[0013] 所述的一种以 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂脱除燃料油中噻吩类硫的方法,其特征在于 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶吸附剂中的硅银摩尔比为 $1:1\sim 20:1$,优选为 $2:1\sim 10:1$ 。

[0014] 所述的一种以 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂脱除燃料油中噻吩类硫的方法,其特征在于 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶吸附剂中在制备过程中掺入了 $0.1\sim 10\text{mg}$ 的氧化石墨烯,优选 $4\text{mg}\sim 6\text{mg}$ 。

[0015] 所述的一种以 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂脱除燃料油中噻吩类硫的方法,其特征在于通入含有噻吩类硫的模拟汽油时空速为 $1\sim 5\text{h}^{-1}$ 。

[0016] 所述的一种以 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂脱除燃料油中噻吩类硫的方法,其特征在于 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶吸附噻吩类硫的吸附温度为 $0\sim 40^\circ\text{C}$ 。

[0017] 所述的一种以 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶为吸附剂脱除燃料油中噻吩类硫的方法,其特征在于模拟汽油中噻吩或苯并噻吩硫浓度为 $0.1\sim 10\text{mgS/g}$,优选为 $0.1\sim 5\text{mgS/g}$ 。

[0018] 通过采用上述技术,与现有技术相比,本发明的有益效果如下:

[0019] 1) 本发明的 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶具有典型介孔特征,孔径

[0020] (5~20nm),高孔隙率(85~99%),高比表面积(600~1500 m^2/g)等独特物理化学性质。因此噻吩类硫化物可无阻碍地进入气凝胶孔道内,且活性组分与硫化物能充分接触;

[0021] 2) 本发明的 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶作为 π 络合脱硫吸附剂与其他 π 络合吸附剂相比,其结构是由纳米级骨架颗粒构成,使骨架内的活性组分可充分暴露。在气凝胶的合成过程中,可将具有 π 络合作用的过渡金属盐加入其中,因此其活性组分的量是可调节的;

[0022] 3) 本发明的 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶,与 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 气凝胶相比,它在气凝胶硅骨架结构中引入氧化氧化石墨烯,不仅增强了气凝胶骨架的强度,而且引入的氧化氧化石墨烯表面具有丰富官能团也有利于进一步提高它对噻吩类硫的吸附性能;

[0023] 4) 本发明的 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶,掺入石墨烯后骨架结构得到进一步加强,耐高温性进一步提升,从而吸附性能得到提高;

[0024] 5) 本发明的 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶 π 络合吸附剂对噻吩类硫化物有良好的吸附性能,通过溶剂洗涤便可再生,再生后仍然有良好的吸附性能;

[0025] 6) 本发明的吸附反应在常压下进行、吸附条件温和、对吸附设备的要求低、操作方便,且对噻吩类化合物有良好的吸附效果。

具体实施方式

[0026] 下面结合具体实施例对本发明进行进一步描述,但本发明的保护范围并不仅限于此。

[0027] 实施例: $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶吸附剂的制备

[0028] 以硅银摩尔比为5的 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶吸附剂为例,其制备方法如下:

[0029] 首先准备3个烧杯A,B和C。将15mL EtOH和8mL TEOS依次加到A烧杯混合并用硝酸溶液调节pH至1.5左右,在磁力搅拌条件下混合均匀;称取0.0045g氧化氧化石墨烯加入到含有2mL H_2O 的B烧杯溶解,并超声30min左右形成B溶液;称取1.2g硝酸银溶解在含有4mL H_2O 的C烧杯中,形成C溶液;待A烧杯中混合溶液混合均匀时,在搅拌的情况下逐滴将B溶液和C溶液依次加入到A烧杯中。得到的A混合液水解90min后,加入氨水调节pH值至6.5,室温下静置约5min得 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合醇凝胶,再在体积比为25:15的无水乙醇/正硅乙酸酯中老化16h,以增强凝胶的骨架结构,再用正己烷对凝胶进行溶剂置换,24h内更换两次溶剂,除去凝胶中的乙醇、水、酸及其他有机分子。最后80 $^\circ\text{C}$ ~150 $^\circ\text{C}$ 下干燥2h,得硅银摩尔比5:1的 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶。

[0030] 实施例1~5:不同硅源,银源的 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶对模拟汽油中噻吩类硫化物的吸附性能

[0031] 在采用溶胶-凝胶法制备的 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶中,所用的硅源有正硅酸甲酯、正硅酸乙酯、硅溶胶,银源有硝酸银、醋酸银。将制备完成的 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶进行穿透吸附脱硫实验,具体操作如下:在固定床反应器中,最底层填装适量的脱脂棉,然后填装1g的 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯气凝胶与适量的石英砂。吸附实验开始前,

用正庚烷充分润湿所填装的吸附剂。通入模拟汽油,在反应器的下端出口处收集吸附后的模拟汽油,进行色谱分析,当流出液中硫浓度为0.005mgS/g时定为穿透点。所得到的噻吩与苯并噻吩的穿透吸附容量,结果见表1、表2。

[0032] 表1不同硅源的Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯复合气凝胶对模拟汽油中噻吩类硫化物的吸附性能

[0033]

实施例	硅源	银源	噻吩的穿透吸附 容量/mgS/g	苯并噻吩的穿透吸附 容量/mgS/g
-----	----	----	---------------------	-----------------------

[0034]

1	正硅酸甲酯	硝酸银	24.6	34.9
2	正硅酸乙酯	硝酸银	33.5	41.0
3	硅溶胶	硝酸银	23.2	33.6

[0035] 表2不同银源的Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯复合气凝胶对模拟汽油中噻吩类硫化物的吸附性能

[0036]

实施例	银源	硅源	噻吩的穿透吸附 容量/mgS/g	苯并噻吩的穿透吸附 容量/mgS/g
4	硝酸银	正硅酸乙酯	33.5	41.0
5	醋酸银	正硅酸乙酯	26.4	34.1

[0037] 从表1、表2可以看出,在合成Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯复合气凝胶所用的硅源、银源,当硅源选用正硅酸乙酯,银源选用硝酸银时,所合成的Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯复合气凝胶在穿透吸附实验中,对噻吩与苯并噻吩有最大的穿透吸附容量。因此优选硅源为正硅酸乙酯,银源为硝酸银。

[0038] 实施例6~9:不同硅银摩尔比的Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯复合气凝胶对模拟汽油中噻吩类硫化物的吸附性能

[0039] 选用硅银摩尔比分别为1、3、5、10的Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯气凝胶,对模拟汽油中噻吩类硫化物进行穿透吸附实验。其穿透吸附实验操作同实施例1~5,吸附结果见表3。

[0040] 表3不同硅银摩尔比的Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯复合气凝胶对模拟汽油中噻吩类硫化物的吸附性能

[0041]

实施例	硅银摩尔比	噻吩的穿透吸附容量/mgS/g	苯并噻吩的穿透吸附容量/mgS/g
6	1	23.6	33.6
7	3	25.3	35.6
8	5	33.5	41.0
9	10	24.4	35.8

[0042] 从表3可以看出, $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯气凝胶随着硅银摩尔比的减小即银含量的增加, 对噻吩与苯并噻吩的穿透吸附容量先增后减。在硅银摩尔比为5:1后, 噻吩与苯并噻吩的穿透吸附容量达到最大, 因此优选硅银摩尔比为3:1~10:1的 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯气凝胶。

[0043] 实施案例10~15: 不同含量氧化石墨烯对 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶对模拟汽油中噻吩类硫化物的吸附性能

[0044] 掺入氧化石墨烯的量分别0.5mg、1.5mg、3.5mg、4.5mg、6.5mg、8.5mg的 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯气凝胶, 对模拟汽油中噻吩类硫化物进行穿透吸附实验。其穿透吸附实验操作同实施例1~5, 吸附结果见表4。

[0045] 表4掺入不同含量氧化石墨烯的 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶对模拟汽油中噻吩类硫化物的吸附性能

[0046]

实施例	氧化石墨烯含	噻吩的穿透吸附容量/mgS/g	苯并噻吩的穿透吸附容量/mgS/g
-----	--------	-----------------	-------------------

[0047]

	量/mg		
10	0.5	27.3	30.6
11	1.5	31.4	35.1
12	3.5	32.8	37.4
13	4.5	33.5	41.0
14	6.5	16.4	24.8
15	8.5	17.8	25.3

[0048] 从表4可以看出, $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯气凝胶随着氧化石墨烯掺入量的增加,对噻吩与苯并噻吩的穿透吸附容量先增后减。在氧化石墨烯掺入量到达4.5mg时,噻吩与苯并噻吩的穿透吸附容量达到最大,因此优选氧化石墨烯掺入量为3.5mg-6.5mg的 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯气凝胶。

[0049] 实施案例16~20:不同空速对 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶对模拟汽油中噻吩类硫化物的吸附性能

[0050] 选用硅银摩尔比5:1的 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶。在空速为 1h^{-1} 、 2h^{-1} 、 4h^{-1} 、 6h^{-1} 、 8h^{-1} 下,对模拟汽油中噻吩类硫化物进行穿透吸附实验。其穿透吸附实验操作同实施例1~5,吸附结果见表7。

[0051] 表5不同空速下 $\text{Ag}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ -氧化石墨烯复合气凝胶对模拟汽油中噻吩类硫化物的吸附性能

[0052]

实施例	空速/h ⁻¹	噻吩的穿透吸附容量/mgS/g	苯并噻吩的穿透吸附容量/mgS/g
16	1	38.1	46.2
17	2	36.8	44.1
18	4	33.5	41.0
19	6	30.1	37
20	8	28.8	34.5

[0053] 从表5可以看出,空速的减小,噻吩与苯并噻吩的穿透吸附容量会逐渐增大,当空速减小到5h⁻¹之后,对噻吩类硫化物的穿透吸附容量变化不大,因此优选空速为1~5h⁻¹。

[0054] 实施案例21~25:不同吸附温度对Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯复合气凝胶对模拟汽油中噻吩类硫化物的吸附性能

[0055] 选用硅银摩尔比5:1的Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯复合气凝胶。吸附温度分别选为0℃、25℃、40℃、80℃、100℃,对模拟汽油中噻吩类硫化物进行穿透吸附实验。穿透吸附实验操作同实施例1~6,吸附结果见表6。

[0056] 表6不同吸附温度下Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯复合气凝胶对模拟汽油中噻吩类硫化物的吸附性能

[0057]

实施例	吸附温/℃	噻吩的穿透吸附容量/mgS/g	苯并噻吩的穿透吸附容量/mgS/g
21	0	35	44.5
22	25	33.5	41.0

[0058]

23	40	28.7	35.1
24	80	19.2	24.7
25	100	15.4	20.9

[0059] 从表6可以看出,随着吸附温度的升高,噻吩与苯并噻吩的穿透吸附容量逐渐减

小,在80℃之后,噻吩与苯并噻吩的吸附穿透容量非常小,表明在此温度下,被Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯复合气凝胶吸附的噻吩与苯并噻吩已脱附。因此优先吸附温度为0~40℃。

[0060] 实施案例26~31:不同硫浓度对Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯复合气凝胶对模拟汽油中噻吩类硫化物的吸附性能

[0061] 选用硅银摩尔比5:1的Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯复合气凝胶。模拟汽油中的噻吩或苯并噻吩的硫浓度分别为0.1mgS/g、0.5mgS/g、1mgS/g、2mgS/g、5mgS/g、10mgS/g进行穿透吸附实验。穿透吸附操作同实施例1~5,吸附结果见表7。

[0062] 表7不同硫浓度对Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯复合气凝胶对模拟汽油中噻吩类硫化物的吸附性能

[0063]

实施例	硫浓度/mgS/g	噻吩的穿透吸附容量/mgS/g	苯并噻吩的穿透吸附容量/mgS/g
26	0.1	25.3	33.8
27	0.5	27.4	35.1
28	1	29.8	37.5
29	2	33.5	41.0

[0064]

30	5	35.1	43.2
31	10	33.4	42.3

[0065] 从表7可以看出,模拟汽油中噻吩或苯并噻吩硫浓度的增大,Ag₂O/SiO₂-氧化石墨烯复合气凝胶对噻吩与苯并噻吩穿透吸附容量呈下降的趋势,因此优选模拟汽油中噻吩或苯并噻吩硫浓度为0.1~5mgS/g。