



[12] 发明专利申请公开说明书

[21]申请号 94107524.9

[51]Int.Cl⁶

C01B 31/10

[43]公开日 1996年1月10日

[22]申请日 94.7.3

[71]申请人 中国科学院长春应用化学研究所

地址 130022吉林省长春市斯大林大街109号

[72]发明人 王吉祥 王秋璇 张兴文

韩富荣 郭晓明 张曼华

[74]专利代理机构 中国科学院长春专利事务所

代理人 曹桂珍

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 粘胶纤维活性炭的制备方法

[57]摘要

本发明属于纤维活性炭的制备方法。

本发明以粘胶纤维为原料，以混合磷酸盐和水蒸气为活化剂，经炭化、化学和物理相结合的活化方式制得高得率，拉伸强度和柔软性好的纤维活性炭，产品比表面积可用改变工艺条件调节在 $1000\text{m}^2/\text{g}$ ~ $2000\text{m}^2/\text{g}$ 之间，产品得率在 36wt%~12wt% 之间。

权 利 要 求 书

1. 一种粘胶纤维活性碳的制备方法, 是以粘胶纤维为原料, 粘胶纤维可以是丝、毡、布, 采用硼酸和磷酸作浸渍液进行炭化, 再用水蒸汽活化, 炭化温度为: 室温-1000℃, 炭化时间为6 小时~12小时, 以>99%有N₂为保护气, 活化温度为 700℃~900℃, 活化时间为15分钟~10小时, 再经洗涤, 干燥等工艺, 本发明的特征在于原料的预处理使用的化学药物浸渍液为: 磷酸二氢氨 (NH₄) H₂PO₄和磷酸氢二铵 (NH₄)₂HPO₄, 其配比(克分子比)为1:1, 混合浸渍液的浓度(重量百分数)为5%~10%。

粘胶纤维活性碳的制备方法

本发明属于以粘胶纤维为原料的纤维活性碳的制备方法。

纤维活性碳是近年发展起来的一种高效吸附材料，由于它具有吸附、脱附速度快，吸附容量大，易再生，易加工成各种形状等特点，使其广泛应用于环保，劳动保护，水处理溶剂回收，湿法冶金，化工产品和医药，食品精制等领域。它是最受欢迎的吸附材料。但由于价格比其他活性碳高几十倍，使其应用受到限制。选择合适的制备方法提高产品的得率，降低生产成本，简化工艺是人们所关心的。CN1068604A公开了一种采用水蒸汽活化制备纤维活性碳的方法。产品最大得率仅20wt%，对应的产品比表面为 $900\text{m}^2/\text{g}$ 。W090/03458专利采用了化学药品硼酸和磷酸作浸渍液，再用水蒸汽活化，其得率仍不理想，而且不稳定。

本发明的目的是以粘胶纤维为原料，粘胶纤维可是丝、毡、布，以混合磷酸盐为活化剂，经碳化，化学活化和物理活化相结合的活化方式制得收率高，拉伸强度和柔软性好的纤维活性碳。

本发明的方法是：采用粘胶纤维为原料，其形式可以是丝、毡、布，制备分为二个阶段和二种方式。二个阶段分为炭化和活化反应阶段，二种方式分为间歇式和连续式工艺。原料装炉可采用吊挂或支撑方式。反应炉选用不锈钢材料。使用的混合磷酸盐为磷酸氢二铵 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 和磷酸二氢铵 $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$ ，按克分子比为 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4 : (\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4 = 1:1$ 配制成混合盐为5%~10%（重量百分数）的水溶液。先将原料在上述浸渍液中浸泡2~10分钟，

取出沥干，纤维毡为原料时可用对滚挤压干，然后自然干燥或在40℃~60℃环境中烘干。

本发明采用的碳化工艺是向密闭的反应炉中通入>99% N₂，炭化温度按阶梯式升温，从室温至1000℃，炭化时间6小时~12小时。物理活化是以水蒸汽为活化剂。活化温度：700℃~900℃，活化时间：15分钟至10小时。

本发明制备出的纤维活性炭化比表面积为1000m²/g~2000m²/g，产品的得率为36wt%~12wt%。

本发明的特点是制备工艺简单，生产周期短，成本低。

本发明提供的实施例如下：

实施例1：

取7.88克丝状粘胶纤维，在10%的磷酸氢二铵和磷酸二氢铵克分子比为1:1的水溶液中浸5分钟，取出沥干，40~60℃温度下烘干或自然干燥。制备采用炭化和活化二步法进行。炭化条件为：99% N₂气保护下，室温升到150℃用1小时，150℃升到300℃用2小时，300℃升到500℃用2小时，500℃升到800℃用2小时，800℃升到1000℃用2小时，1000℃恒温1小时，降至室温。活化条件为：在N₂保护下升到850℃，该温度下切断N₂，通入水蒸气，水蒸气加入量为3.2ml(水)/g(原料)，活化0.5小时，切断水蒸气，通入N₂，降至室温。产品收率：36.5wt%，比表面积898m²/g。

实施例2：

以8.45克布状粘胶纤维，在5%的磷酸氢二铵和磷酸二氢铵

克分子比为1:1的水溶液中浸5分钟，炭化路线及活化方式与实施例1同。活化温度860℃，活化时间1小时，进水量7.1ml(水/g(原料))。产品收率28.9wt%，比表面积1173m²/g。

实施例3:

取7.93克丝状粘胶纤维，在7%的磷酸氢二铵和磷酸二氢铵克分子比为1:1的水溶液中浸5分钟，炭化路线及活化方式与实施例1同。活化温度850℃，活化时间1小时，进水量33.4ml(水)/g(原料)。产品收率20.2wt%，比表面积:1530m²/g。

实施例4:

取8.41克毡状粘胶纤维，处理方法，炭化条件和活化方法与实施例1同。活化温度850℃，活化时间1.5小时，进水量12.3ml(水)/g(原料)·hr。产品收率13.2wt%，比表面积1962m²/g。

实施例5:

取7.88克毡状粘胶纤维，浸渍液浓度为5% (重量百分数)，其他处理方法与实施例1同。炭化条件: 室温升到150℃用2小时，150℃升到250℃用2小时，250℃升到400℃用2小时，400℃升到600℃用2小时，600℃升到700℃用1小时。停止通N₂，水以滴定方式进入活化炉内汽化，用调节阀调节水的加入量，活化温度700℃，进水量1ml(水)/g(原料)·hr，活化时间10小时。产品收率35.0wt%，比表面积1070m²/g。

实施例6:

取9.80克布状粘胶纤维，处理方法与实施例1同，炭化条件，活化方法同实施例5同。活化温度700℃，活化时间6小时，加水量21.4ml(水)/g(原料)。产品收率31.7wt%，比表面积1188m²/g。