



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108855055 A

(43)申请公布日 2018.11.23

(21)申请号 201810550336.3

(22)申请日 2018.05.31

(71)申请人 南京东焱氢能科技有限公司
地址 211135 江苏省南京市江宁区麒麟科
技创新园智汇路300号

(72)发明人 顾军 吴威

(74)专利代理机构 南京苏创专利代理事务所
(普通合伙) 32273

代理人 张学彪

(51) Int. Cl.

B01J 23/44(2006.01)

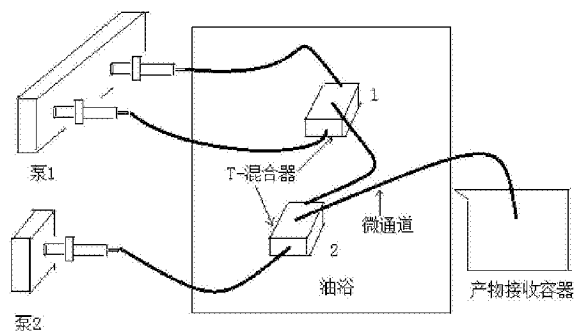
权利要求书1页 说明书3页 附图2页

(54)发明名称

一种基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法,采用微反应器,包括以下步骤:(1)将炭黑颗粒粉碎得到炭黑粉末,加入去离子水,然后对其进行超声分散,得到炭黑浆料;(2)将沉淀剂溶解于水中,得到沉淀剂溶液,将钡盐超声溶解于水中,得到钡盐溶液;(3)利用泵机将炭黑浆料与沉淀剂溶液注入到微反应器中;(4)利用泵机将钡盐溶液注入到微反应器中;(5)以上反应物在微反应器中经过充分混合、反应后,即得到产物。本发明制备的催化剂颗粒均匀,催化活性高,解决传统方法规模化生产时的传质传热问题,适用于该催化剂的批量生产。



1. 一种基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法,其特征在于,采用微反应器,包括以下步骤:

(1) 将炭黑颗粒粉碎得到炭黑粉末,加入去离子水,然后对其进行超声分散,得到炭黑浆料;

(2) 将沉淀剂溶解于水中,得到沉淀剂溶液,将钡盐超声溶解于水中,得到钡盐溶液;

(3) 利用泵机将炭黑浆料与沉淀剂溶液注入到微反应器中;

(4) 利用泵机将钡盐溶液注入到微反应器中;

(5) 以上反应物在微反应器中经过充分混合、反应后,即得到产物。

2. 根据权利要求1所述的基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法,其特征在于,步骤1)中炭黑颗粒与去离子水的比例为5.0-5.5g:500-1000mL。

3. 根据权利要求1所述的基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法,其特征在于,步骤2)中沉淀剂为碳酸钠或者氢氧化钠。

4. 根据权利要求1所述的基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法,其特征在于,步骤2)中钡盐溶液的浓度为0.05-0.1g/L。

5. 根据权利要求1所述的基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法,其特征在于,所述泵机为注射泵、柱塞泵、隔膜泵或蠕动泵。

6. 根据权利要求1所述的基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法,其特征在于,步骤3)中利用泵机将炭黑浆料与钡盐溶液分别以2.5-20mL/min注入到微反应器中,步骤4)中利用泵机将沉淀剂溶液以5-40mL/min注入到微反应器中。

7. 根据权利要求1所述的基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法,其特征在于,步骤3)、步骤4)和步骤5)中利用恒温油浴锅控制微反应器的温度为50-100℃。

8. 根据权利要求1所述的基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法,其特征在于,步骤3)中利用泵机将炭黑浆料与沉淀剂溶液分别以2.5-20mL/min注入到微反应器中。

9. 根据权利要求1所述的基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法,其特征在于,步骤4)中利用泵机将钡盐溶液以5-40mL/min注入到微反应器中。

10. 根据权利要求1所述的基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法,其特征在于,所述微反应器包括泵机、微混合器、微通道、恒温油浴锅和产物接收容器,所述泵机包括第一泵和第二泵,所述微混合器设置在所述恒温油浴锅中,所述微混合器包括第一T-混合器和第二T-混合器,所述第一泵和第二泵分别连通所述第一T-混合器和第二T-混合器,所述第一T-混合器和第二T-混合器连通并通过所述微通道连接所述产物接收容器。

一种基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法。

背景技术

[0002] 纳米贵金属催化剂在化工领域有着广泛的应用,市场上对于高性能贵金属催化剂的需求也越来越大。利用传统的釜式容器中进行放大试验时,存在混合不均匀、受热不均匀问题,这就会导致合成得到的催化剂活性颗粒粒径分布不均匀,造成催化剂活性减弱。而利用微反应器技术得到的催化剂活性颗粒粒径小、粒径分布均匀,催化剂活性较高,且能解决放大过程中的传质传热问题。

[0003] 因此,需要一种新的基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法以解决上述问题。

发明内容

[0004] 本发明的目的是为了解决现有技术中存在的问题,提供一种基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法。

[0005] 为实现上述发明目的,本发明的基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法可采用如下技术方案:

[0006] 一种基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法,采用微反应器,包括以下步骤:

[0007] (1) 将炭黑颗粒粉碎得到炭黑粉末,加入去离子水,然后对其进行超声分散,得到炭黑浆料;

[0008] (2) 将沉淀剂溶解于水中,得到沉淀剂溶液,将钡盐超声溶解于水中,得到钡盐溶液;

[0009] (3) 利用泵机将炭黑浆料与沉淀剂溶液注入到微反应器中;

[0010] (4) 利用泵机将钡盐溶液注入到微反应器中;

[0011] (5) 以上反应物在微反应器中经过充分混合、反应后,即得到产物。

[0012] 更进一步的,步骤1)中炭黑颗粒与去离子水的比例为5.0-5.5g:500-1000mL。

[0013] 更进一步的,步骤2)中沉淀剂为碳酸钠或者氢氧化钠。

[0014] 更进一步的,步骤2)中钡盐溶液的浓度为0.05-0.1g/L。

[0015] 更进一步的,所述泵机为注射泵、柱塞泵、隔膜泵或蠕动泵。

[0016] 更进一步的,步骤3)中利用泵机将炭黑浆料与钡盐溶液分别以2.5-20mL/min注入到微反应器中,步骤4)中利用泵机将沉淀剂溶液以5-40mL/min注入到微反应器中。

[0017] 更进一步的,步骤3)、步骤4)和步骤5)中利用恒温油浴锅控制微反应器的温度为50-100℃。

[0018] 更进一步的,步骤3)中利用泵机将炭黑浆料与沉淀剂溶液分别以2.5-20mL/min注入到微反应器中。

[0019] 更进一步的,步骤4)中利用泵机将钡盐溶液以5-40mL/min注入到微反应器中。

[0020] 更进一步的,所述微反应器包括泵机、微混合器、微通道、恒温油浴锅和产物接收容器,所述泵机包括第一泵和第二泵,所述微混合器设置在所述恒温油浴锅中,所述微混合器包括第一T-混合器和第二T-混合器,所述第一泵和第二泵分别连通所述第一T-混合器和第二T-混合器,所述第一T-混合器和第二T-混合器连通并通过所述微通道连接所述产物接收容器。其中,第一T-混合器和第二T-混合器内均设置有T型通道。

[0021] 有益效果:本发明的基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法制备得到的催化剂颗粒均匀,催化活性高,解决传统方法试验放大时的传质传热问题,适用于该催化剂的批量生产。

附图说明

[0022] 图1为微反应器的系统示意图;

[0023] 图2为微混合器的结构示意图;

[0024] 图3为实施例得到的氢氧化钡碳催化剂的TEM。

具体实施方式

[0025] 下面结合附图和具体实施例,进一步阐明本发明,应理解这些实施例仅是本发明的优选实施方式,在阅读了本发明之后,本领域技术人员对本发明的各种不脱离本发明原理的修改均落于本申请所附权利要求所限定的范围。

[0026] 实施例1

[0027] 一种基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法,采用微反应器,包括以下步骤:

[0028] (1)将5.0g炭黑颗粒粉碎得到炭黑粉末,加入500mL去离子水,然后对其进行超声分散,得到炭黑浆料;

[0029] (2)将沉淀剂碳酸钠溶解于水中,得到沉淀剂溶液;将钡盐超声溶解于水中,得到钡盐溶液;

[0030] (3)利用注射泵、柱塞泵、隔膜泵以及蠕动泵中的一种,将炭黑浆料与沉淀剂溶液溶液分别以2.5mL/min注入到微反应器中,利用恒温油浴锅控制温度在50-100℃范围内;

[0031] (4)利用注射泵、柱塞泵、隔膜泵以及蠕动泵中的一种,将钡盐溶液以5mL/min注入到微反应器中,利用恒温油浴锅控制温度在50℃;

[0032] (5)以上反应物在微反应器中经过充分混合、反应后,即得到产物,经过滤、洗涤、烘干、研磨后,即得到该催化剂样品。

[0033] 微反应器包括泵机、微混合器、微通道、恒温油浴锅和产物接收容器,泵机包括第一泵和第二泵,微混合器设置在恒温油浴锅中,微混合器包括第一T-混合器和第二T-混合器,第一泵和第二泵分别连通第一T-混合器和第二T-混合器,第一T-混合器和第二T-混合器连通并通过微通道连接产物接收容器。

[0034] 实施例2

[0035] 一种基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法,采用微反应器,包括以下步骤:

[0036] (1) 将5.5g炭黑颗粒粉碎得到炭黑粉末,加入1000mL去离子水,然后对其进行超声分散,得到炭黑浆料;

[0037] (2) 将沉淀剂氢氧化钠溶解于水中,得到中间溶液;将钡盐超声溶解于水中,得到钡盐溶液;

[0038] (3) 利用注射泵、柱塞泵、隔膜泵以及蠕动泵中的一种,将炭黑浆料与钡盐溶液分别以20mL/min注入到微反应器中,利用恒温油浴锅控制温度在100℃;

[0039] (4) 利用注射泵、柱塞泵、隔膜泵以及蠕动泵中的一种,将沉淀剂以40mL/min注入到微反应器中,利用恒温油浴锅控制温度在100℃;

[0040] (5) 以上反应物在微反应器中经过充分混合、反应后,即得到产物,经过滤、洗涤、烘干、研磨后,即得到该催化剂样品。

[0041] 微反应器包括泵机、微混合器、微通道、恒温油浴锅和产物接收容器,泵机包括第一泵和第二泵,微混合器设置在恒温油浴锅中,微混合器包括第一T-混合器和第二T-混合器,第一泵和第二泵分别连通第一T-混合器和第二T-混合器,第一T-混合器和第二T-混合器连通并通过微通道连接产物接收容器。

[0042] 实施例3

[0043] 一种基于微反应器的高活性氢氧化钡碳的制备方法,采用微反应器,包括以下步骤:

[0044] (1) 将5.2g炭黑颗粒粉碎得到炭黑粉末,加入800mL去离子水,然后对其进行超声分散,得到炭黑浆料;

[0045] (2) 将沉淀剂氢氧化钠溶解于水中,得到中间溶液;将钡盐超声溶解于水中,得到钡盐溶液;

[0046] (3) 利用注射泵、柱塞泵、隔膜泵以及蠕动泵中的一种,将炭黑浆料与沉淀剂溶液或者炭黑浆料与钡盐溶液分别以10mL/min注入到微反应器中,利用恒温油浴锅控制温度在80℃范围内;

[0047] (4) 利用注射泵、柱塞泵、隔膜泵以及蠕动泵中的一种,将钡盐溶液或者沉淀剂分别以20mL/min注入到微反应器中,利用恒温油浴锅控制温度在80℃;

[0048] (5) 以上反应物在微反应器中经过充分混合、反应后,即得到产物,经过滤、洗涤、烘干、研磨后,即得到该催化剂样品。

[0049] 微反应器包括泵机、微混合器、微通道、恒温油浴锅和产物接收容器,泵机包括第一泵和第二泵,微混合器设置在恒温油浴锅中,微混合器包括第一T-混合器和第二T-混合器,第一泵和第二泵分别连通第一T-混合器和第二T-混合器,第一T-混合器和第二T-混合器连通并通过微通道连接产物接收容器。

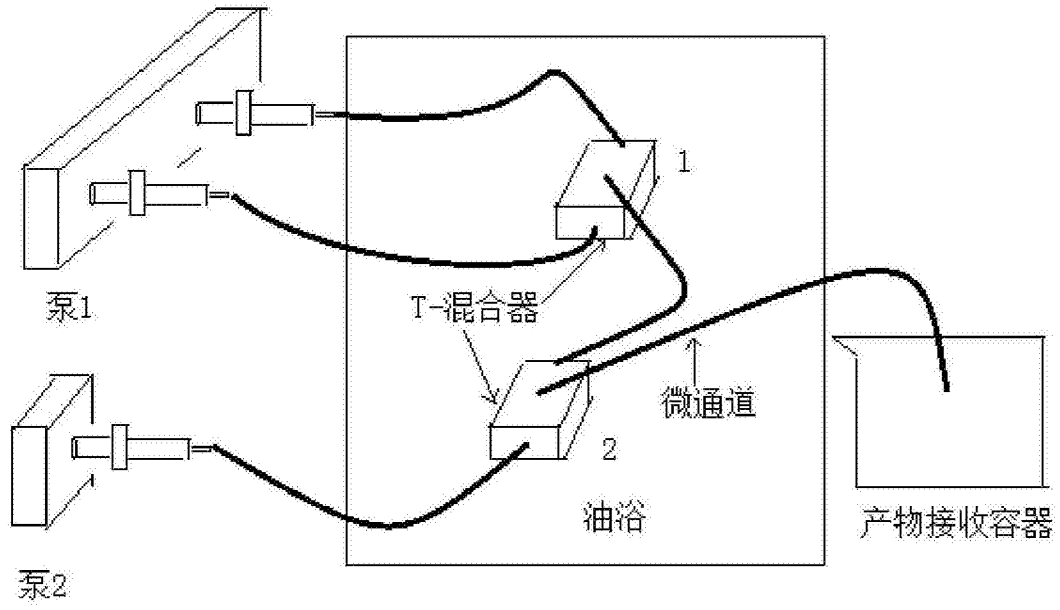


图1

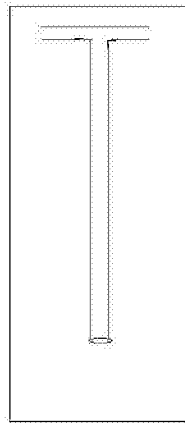


图2

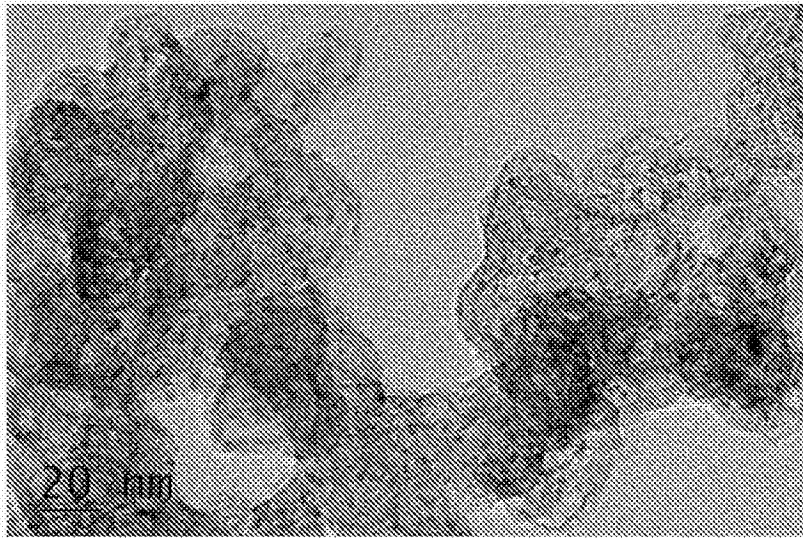


图3