

微波法制备甘蔗渣活性炭及表征^{*}



蒙冕武, 蒋治良

(广西师范大学新技术新材料研究所, 广西 桂林 541004)

MENG M. W.

摘 要: 采用正交试验方法对影响活性炭性能的因素如活化剂、添加剂、微波功率及处理时间等进行了系统研究,并用热分析方法对样品进行了表征。得到了磷酸微波法新工艺制备甘蔗渣活性炭的最佳工艺:将甘蔗渣浸渍于添加有 2%~4% 硫酸及 1%~2% 盐酸等添加剂、浓度为 15%~25% 的磷酸溶液中,浸泡 48 h 后,在微波功率为 720 W 条件下处理 15~20 min。用典型工艺条件制得的活性炭的产率为 47.5%,亚甲基蓝脱色力为 15.5 mL/0.1 g,干燥减量为 3.1%。

关键词: 甘蔗渣;活性炭;磷酸-微波法

中图分类号:O 532.23;TQ 351.2

文献标识码:A

文章编号:0253-2417(2000)03-0022-05

我国是一个农业大国,农林副产品非常丰富,特别是甘蔗渣,它是我国南方各省制糖厂的主要副产品,资源非常丰富,目前主要用于造纸,但至今还有许多糖厂的甘蔗渣用作燃料。如果用甘蔗渣制备活性炭,并将此活性炭用于制糖厂的脱色处理,则可以提高甘蔗渣的利用率,增加企业效益,这将是综合利用甘蔗渣的有效途径,还可缓和活性炭的需求矛盾。

用磷酸作活化剂生产活性炭具有对环境污染程度轻等优点,从而成为活性炭的一种主要生产工艺,但该工艺存在能源利用率低、产品质量不易控制等缺点。目前对提高能源利用率的研究大都集中在对传统工艺中炉型的改进以提高热利用率,但由于传统炭化、活化炉必须对炉体材料进行加热和保温,因此这种改造对热利用率的提高极为有限。微波加热则不需对炉体加热、保温^[1],没有额外热量消耗,可最大限度地提高能源利用率,因此本文将比较先进的磷酸活化法和微波加热相结合,采用了正交试验方法系统地研究以甘蔗渣为原料制备活性炭的工艺因素。

1 实验材料及试剂

试验所用原料为广西某糖厂的甘蔗渣,其外观洁白、纤维长短粗细不均,经干燥、筛选除

* 收稿日期:1999-10-10

基金项目:广西师范大学青年基金资助项目(师科 98-6)。

作者简介:蒙冕武(1965-),男,广西全州人,高级工程师,硕士。

去杂质备用;制备活性炭样品所用药品如磷酸、硫酸、盐酸等均采用化学纯;测定活性炭性能的试剂均采用分析纯;用721型分光光度计测试亚甲基蓝脱色力;用日本岛津DF-40热分析系统进行热分析测试。

2 实验方法

试验采用正交试验法^[2]。经过初步试验研究,选择了对活性炭影响较大的5种工艺因素作为正交试验的研究对象:1.活化剂(磷酸等,%);2.添加剂1(硫酸等,%);3.添加剂2(盐酸等,%);4.微波处理功率(W);5.微波处理时间(min)。

将每个工艺因素选取4个水平,即选用 $L_{16}(4^5)$ 正交设计表,每一批试验共需完成16种工艺条件,每一种工艺条件安排3次试验,取平均值作为试验结果,典型的正交试验的因素水平表见表1。

表1 正交试验的因素水平表
Table 1 Factors and level of orthogonal test

水平 level	因 素 factor				
	1 活化剂(%) activator	2 添加剂 1(%) additive	3 添加剂 2(%) additive	4 微波功率(W) microwave power	5 处理时间(min) treatment time
I	16.0	0.0	3.0	560	18
II	15.0	2.0	2.0	640	20
III	14.0	3.0	1.0	720	22
IV	13.0	4.0	0.0	800	24

首先称取10.00g甘蔗渣放入浸渍池中,按表1配制浸渍液,加入到甘蔗渣中,静置48h,使甘蔗渣充分浸透后捞起、沥干,放入微波炉中,按表1所示的微波处理工艺进行处理,然后用热水充分清洗,回收磷酸,再用清水充分洗涤使样品的pH值达到5~6后,放入120℃左右的烘箱,烘干,最后粉碎至250目,筛选后即得活性炭样品。

3 实验结果

对所有样品按林业部标准测试亚甲基蓝脱色力、干燥减量等性能,如表2。

表2 磷酸-微波法活性炭正交试验结果

Table 2 Results of orthogonal test of H_3PO_4 microwave process on activated carbon

序号 No.	产率(%) yield	亚甲基蓝脱色力(mL/0.1g) decolorizing ability to methylene blue	干燥减量(%) drying loss
1	50.0	12.5	2.5
2	52.3	14.0	2.7
3	55.6	14.5	2.9
4	40.5	14.0	2.7
5	47.5	15.5	3.1
6	48.7	14.0	2.0
7	51.2	10.6	2.4
8	42.6	8.0	2.7
9	45.5	13.0	3.2
10	41.0	14.0	3.0
11	45.5	11.0	2.6
12	52.1	8.0	2.2
13	45.3	11.0	2.9
14	53.1	13.0	2.3
15	53.3	14.0	2.9
16	52.2	12.0	2.6

由表2可以得出,用甘蔗渣为原料,采用磷酸-微波法制得的活性炭样品亚甲基蓝脱色力指标最佳值可以达到15.5mL/0.1g,产率为47.5%,干燥减量为3.1%,对应的工艺条件为:活化剂15%、添加剂1含量为2%、添加剂2含量为1%、微波处理功率为720W、微波处

理时间 20 min。另外,由表 1 还可以看出,用不同制备工艺条件制得的活性炭的性能相差很大,为了判断所选择的 5 个因素对活性炭性能所产生的影响的强弱程度,将同一因素同一水平的产率、脱色力等分别相加,取算术平均值,对正交试验所得到的产率、亚甲基蓝脱色力等结果进行分析,结果如表 3、表 4 所示。

表 3 微波处理活性炭产率结果分析表

Table 3 Analysis of yields of microwave process on activated carbon

水平 level	因素 factor				
	1	2	3	4	5
I	198.4	188.3	196.4	206.4	186.9
II	190.0	195.1	205.2	185.7	201.2
III	184.1	205.6	196.8	196.3	201.7
IV	203.9	187.4	178.0	188.0	186.6
\bar{K}_1	49.6	47.1	49.1	61.6	46.7
\bar{K}_2	47.5	48.8	51.3	46.4	50.3
\bar{K}_3	46.0	51.4	49.2	49.1	50.4
\bar{K}_4	51.0	46.9	44.5	47.0	46.6
R	5.0	4.5	6.8	5.2	3.8

表 4 微波处理活性炭脱色力实验结果表

Table 4 Analysis of decolorizing ability of microwave process on activated carbon

水平 level	因素 factor				
	1	2	3	4	5
I	55.0	52.0	49.5	44.1	48.5
II	48.1	55.0	51.5	44.0	49.6
III	46.0	50.1	48.5	56.0	47.5
IV	50.0	42.0	49.6	55.0	53.5
\bar{K}_1	13.8	13.0	12.4	11.0	12.1
\bar{K}_2	12.0	13.8	12.9	11.0	12.4
\bar{K}_3	11.5	12.5	12.1	14.0	11.9
\bar{K}_4	12.5	10.5	12.4	13.8	13.4
R	2.3	3.3	0.8	2.8	1.5

由表 3、表 4 可以看出,所选用的试验因素 3 即添加剂 2 的含量对活性炭的产率影响最大,因素 1 和 4 即活化剂和微波处理功率对活性炭产率的影响也较大,而因素 5 即微波处理时间对活性炭产率的影响稍弱些;因素 2 和 4 即添加剂 1 和微波功率对活性炭的亚甲基蓝脱色力影响最大,因素 1 和 5 即活化剂和微波处理时间对活性炭的吸附能力的影响也较大,而因素 3 即添加剂 2 的含量对活性炭的吸附能力的影响稍弱些。

4 结果讨论

4.1 微波处理工艺的影响

由表 3、表 4 可得:微波处理工艺对活性炭的产率和亚甲基蓝脱色力有很大影响。随着微波功率的增加,活性炭样品的产率逐渐下降,当微波功率增加到一定值时,产率几乎保持不变;微波功率在 560~640 W 之间变化时,活性炭的亚甲基蓝吸附力为 11.0 mL/0.1 g,当微波功率上升到 720 W 时,活性炭的脱色力为 14.0 mL/0.1 g,之后再提高微波功率对活性炭的脱色力影响不大,这主要是由于微波功率的大小直接决定样品的活化温度,而微波处理时间则直接决定样品的活化程度。当微波功率太小时,所产生的温度不能使甘蔗渣完全炭活化,炭的孔隙结构不够发达,因此亚甲基

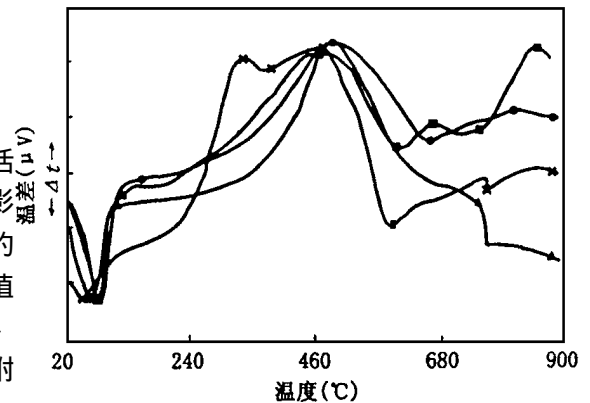


图 1 不同工艺条件下样品的热分析实验结果
Fig. 1 DTA curves of samples prepared by different technology

- 7# 样品 sample;
- 5# 样品 sample;
- ▲— 商品活性炭 marketed activated carbon;
- ×— 14# 样品 sample

蓝的脱色力较低; 当微波处理时间太短时, 没有足够的时间形成发达的孔隙, 其脱色力也较小; 当微波处理功率较低而且处理时间较短时则不能形成完整的活性炭(如图 1 中的 7 号样品), 图 1 中的 5 号样品为最佳微波处理工艺的热分析结果, 它与商品活性炭(化学纯)在相同试验条件下测得的热分析结果很相近。研究得出: 微波处理功率为 680~720 W, 微波处理时间为 18~20 min。

4.2 活化剂的影响

从表 3、表 4 中可以得出: 当活化剂的含量较低时, 样品的产率较高, 亚甲基蓝吸附力较低; 其它条件一定时, 随着活化剂含量的增加, 活性炭的产率减少到一定程度后保持不变, 而亚甲基蓝脱色力开始保持不变, 当活化剂含量增加到一定程度时, 活性炭的亚甲基蓝脱色力有一定增加。这主要是由于当活化剂磷酸含量较低时, 在微波处理过程中所达到的温度不足以使所有甘蔗渣完全炭活化(如图 1 中的 14 号样品), 故样品的产率高、亚甲基蓝脱色力较低; 随着磷酸含量的增加, 样品中炭的活化程度增加, 从而使样品的亚甲基蓝脱色力增加。本实验得出: 在甘蔗渣中添加浓度为 15%~20% 磷酸液较好。

4.3 添加剂的影响

从表 3、表 4 还可以得出: 随着添加剂 2 含量的增加, 样品的产率开始时增加较快, 之后保持不变, 而对样品亚甲基蓝脱色力影响不大; 随着添加剂 1 含量的增加, 样品的亚甲基蓝脱色力开始时有所增加, 之后逐渐下降。本实验得出: 在浸渍液中加入 2%~4% 硫酸和 1%~2% 盐酸较好。

5 结 论

5.1 通过磷酸-微波法可以将甘蔗渣制成性能较好的活性炭, 其亚甲基蓝脱色力指标最佳值可达 15.5 mL/0.1 g, 产率为 47.5%, 干燥减量为 3.1%。

5.2 磷酸-微波法制备甘蔗渣活性炭的最佳工艺条件: 将甘蔗渣浸渍于 15%~25% 的活化剂中, 并在浸渍液中添加 2%~4% 硫酸和 1%~2% 盐酸, 浸渍 48 h 后, 在微波功率 720 W 的条件下处理 20 min。

5.3 微波功率、处理时间及活化剂对磷酸-微波法制得的甘蔗渣活性炭的亚甲基蓝脱色力影响最大; 而添加剂 2 的含量对活性炭的产率影响最大, 微波处理功率对活性炭产率的影响也较大, 设计工艺时必须综合考虑。

参考文献:

- [1] 王绍林. 微波加热原理及其应用[J]. 物理, 1997, 26(4): 232.
- [2] 郑用熙. 分析化学中的数理统计方法[M]. 北京: 科学出版社, 1986: 213.

MANUFACTURE OF ACTIVATED CARBON FROM BAGASSE BY MICROWAVE METHOD

MENG Mian-wu, JIANG Zhi-liang

(Institute of New Material and New Technology of Guangxi Normal University, Guilin 541004, China)

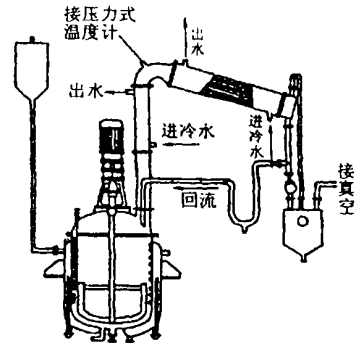
Abstract: The influencing factors on properties of activated carbon such as activating agent, additives, power of microwave and activating time were systematically studied by means of orthogonal test. The best technology on manufacture of activated carbon were obtained: Bagasse were infused 48 h in 15% ~ 25% phosphoric acid, in which 2% ~ 4% sulfuric acid and 1% ~ 2% hydrochloric acid were added, and radiated 15~ 20 min by microwave at 720 W. The experiment showed that yield of activated carbon was 47.5%, methylene blue decoloring ability reached 15.5 mL/0.1 g, and drying loss was 3.1%.

Key words: bagasse; activated carbon; phosphoric acid; microwave method

江苏锡山市雪达化工装备厂

专业生产

反应锅	竖式分馏柱		卧式冷凝器		贮水器		
规格 (L)	分馏柱规格 (mm)	填料容积 (m ³)	冷却面积 (m ²)	规格 (mm)	冷凝面积 (m ²)	规格 (mm)	容量 (m ³)
50	Ø76 × 460	0.002	0.10	Ø108 × 750	0.29	Ø200 × 250	0.108
100	Ø108 × 500	0.0046	0.19	Ø159 × 750	0.58	Ø300 × 320	0.33
300	Ø159 × 560	0.010	0.22	Ø220 × 1000	1.49	Ø400 × 420	0.53
500	Ø159 × 750	0.015	0.29	Ø220 × 1400	2.08	Ø410 × 450	0.60
1000	Ø198 × 800	0.025	0.62	Ø300 × 1500	3.17	Ø410 × 450	0.60
2000	Ø220 × 1000	0.035	1.00	Ø300 × 1800	5.00	Ø500 × 500	0.98



聚酯全套流程图

“不饱和聚酯树脂”生产的主要设备有：1. 反应锅；2. 竖式分馏柱；3. 冷凝器；4. 贮水器；5. 溢油槽

主要产品

- 50~ 10000 L 电加热、蒸汽加热、明火加热、油加热、远红外加热反应锅；
- 1~ 15t 不锈钢、碳钢、铝槽车；
- 1~ 100 m³ 不锈钢、碳钢、铝贮槽；
- 2~ 120 m² 不锈钢、碳钢、铝管、列管、螺管、冷凝器、螺旋板换热器；
- 100~ 3000 L 全套树脂设备；
- 全套造漆设备、球磨机、切片机；
- 酒精回收塔、蒸馏塔、种子罐、发酵罐、真空减压浓缩锅；
- 冷冻锅、多功能提取罐、双效薄膜蒸发器、精馏塔、塔用波纹填料、散装填料。

厂址：江苏省锡山市雪浪镇进溪桥向南 300 米(无锡火车站乘 8 路中巴车至雪浪进溪桥农贸市场下车即到)

厂长：朱大磊 厂电：(0510) 5182574 宅电：(0510) 5181677 传真：(0510) 5180745 手机：013706197892

邮政编码：214126