

文章编号:1007-6492(1999)04-0106-02

棉秆用磷酸法制取脱色粉状活性炭的初步研究

时懂宇, 庞捷

(中州大学化学食品系, 河南 郑州 450005)

摘 要: 我国是产棉大国, 大多棉秆没有得到进一步的开发利用. 本实验以棉秆为原料, 用磷酸法从棉秆中制取脱色活性炭, 并对炭化、活化等工艺条件进行了研究, 实验结果表明, 产品的收率及脱色性能较稳定, 且活化剂的消耗量较少, 为把棉秆转变为活性炭, 提供了比较理想的实验条件.

关键词: 棉秆; 磷酸; 活性炭

中图分类号: TQ 424.19 **文献标识码:** B

粉状活性炭由于具有较大的比表面积及优良的吸附性能, 在工业上的应用日益广泛. 目前, 由于农产品加工业的发展, 粉状脱色活性炭的用量在迅速扩大. 文献[1]曾研究过用氯化锌法活化制取粉状活性炭, 并取得了良好的效果. 但氯化锌法易污染环境, 近年来, 一些国家已不用氯化锌法生产活性炭, 本文改用磷酸法^[2]制取粉状活性炭.

1 实验方法

1.1 原料

将棉秆去皮后晒干、粉碎, 过 0.84×10^3 nm 筛, 其性质见表 1.

表 1 棉秆主要性质 %

水分	灰分	挥发份	铁	固定炭
10.7	5.8	61.0	0.006	22.5

1.2 主要仪器及药品

主要仪器有: 50 mL 瓷坩埚, 马弗炉, 72-1 型分光光度计, 康式电动振荡器. 所需药品有: 焦糖原液, 1.5 g/L 亚甲基兰溶液, H_3PO_4 , H_2SO_4 .

1.3 实验步骤

将棉秆粉与 H_3PO_4 溶液(密度为 1.26 ~ 1.33 kg/L)混合, 浸渍 10 h, 经炭化后送入马弗炉, 在一定温度下活化, 经水洗、干燥、粉碎, 过 0.098 mm 筛后制成粉状活性炭. 称取 0.4 g 粉状活性炭放入 100 mL 锥形瓶中, 加入 25 mL 焦糖液, 80 °C 加热 20 min, 过滤后, 与焦糖标准溶液进行比较, 确定焦糖液脱色率. 另外, 称取 0.1 g 活性炭放入

250 mL 锥形瓶中, 加蒸馏水 50 mL 及亚甲基兰溶液 20 mL, 振荡 15 min, 过滤, 用 1 cm 比色皿, 波长 680 nm, 测定活性炭脱色前后的消光值, 算出吸附亚甲基兰的能力.

2 实验结果

2.1 炭化的影响

棉秆粉与 H_3PO_4 溶液(质量分数为 45%, 密度为 1.293 kg/L)按固液比 1:4 混合, 在不同温度下炭化后, 在 400 °C 时活化 2 h, 对所得活性炭, 测定其对焦糖液及亚甲基兰的脱色率, 结果见表 2.

表 2 炭化对活性炭脱色性能的影响

炭化条件	炭化后棉秆颜色	焦糖液脱色率/%	亚甲基兰脱色率/(mg/g)
室温	未变化	98.0	150
150°C 炭化 2 h	部分变黑	98.0	149
200°C 炭化 2 h	基本变黑	98.5	151
250°C 炭化 2 h	变黑	98.5	152
300°C 炭化 2 h	变黑	98.5	151
350°C 炭化 2 h	变黑	98.4	150

由表 2 可知, 用磷酸法制备活性炭时, 炭化不是必需的条件, 只要棉秆粉与 H_3PO_4 的混合料在活化时能满足活化温度及活化时间的要求, 不论是否炭化或在不同温度下炭化, 所得活性炭对焦糖液及亚甲基兰的脱色性能基本相同.

2.2 活化温度及时间的影响

取棉秆粉与质量分数 45% 的 H_3PO_4 溶液(固液比 1:4)搅拌均匀后, 放置 10 h, 放入坩埚中. 分别在 300 °C, 400 °C, 500 °C 下活化不同时间, 制成

收稿日期: 1999-06-09; 修订日期: 1999-08-21

作者简介: 时懂宇(1963-), 男, 北京市人, 中州大学讲师, 主要从事分析化学方面的研究.

粉状活性炭,测定对焦糖液的脱色率。300℃下活化4 h,脱色率达不到80%;400℃下活化1 h的活性炭脱色率便可接近100%,活化时间延长,脱色率基本不变。500℃活化时,活化1 h的脱色率可接近100%,但活化时间延长,脱色率略有下降,活化4 h,脱色率降低到95%。因此,棉秆用 H_3PO_4 活化时,最佳活化温度为400℃左右。

2.3 磷酸浓度的影响

棉秆粉与磷酸溶液固液比为1:4,400℃时,活化2 h, H_3PO_4 质量分数 w 不同时,结果见表3。

表3 磷酸质量分数对活性炭脱色性能的影响

$w/\%$	焦糖液脱色率/%	亚甲基兰脱色率/(mg/g)
45.0	98.5	165
37.5	87.5	129
30.0	75.5	101
22.5	60.0	93

由表3可知,随着磷酸质量分数的降低,活性炭的脱色性能明显降低。因此,为得到高质量活性炭,应采用 $w \geq 45\%$ 的 H_3PO_4 浓液。

2.4 固液比的影响

取质量分数45%的 H_3PO_4 浓液,按不同固液比与棉秆粉混合,400℃时活化2 h,结果见表4。

表4 固液比对活性炭脱色性能的影响

固液比	混和料干湿情况	焦糖液脱色率/%	亚甲基兰脱色率/(mg/g)
1:1	半干	42.0	75
1:2	未湿透	61.0	120
1:3	未湿透	89.0	150
1:4	湿透	98.5	180
1:5	湿透	99.5	187.5

由表4可知,当磷酸质量分数为45%时,棉秆粉与磷酸溶液的固液比为1:4较适宜。固液比为1:5时,混合料过湿,且对提高活性炭脱色性能不显著。随着混合料中磷酸溶液用量的减少,棉秆粉不充分吸收磷酸溶液,活化剂磷酸含量减少且不均匀,使活性炭脱色性能显著降低。

2.5 循环试验

取60 mL质量分数为85%的 H_3PO_4 加水配制成120 mL磷酸溶液,与棉秆粉30 g混匀后放置约10 h,在400℃下活化2 h,冷却后多次用水浸取,回收磷酸至浸取液的pH值 >3 为止,烘干、称重,计算活性炭的收率,粉碎后测定活性炭的脱色性能,然后在回收磷酸溶液中补充适量 H_3PO_4 后,与棉秆粉混合均匀,实验结果见表5。

表5 循环试验结果

编号	H_3PO_4 /mL	活性炭/g	活性炭收率/%	焦糖液脱色率/%	亚甲基兰脱色率/(mg/g)
1	60	12.25	40.8	99	180
2	30	12.90	43.0	98	180
3	18	12.50	41.7	98	187.5
4	9	12.70	42.3	99	180
5	3	13.10	43.7	99	180
6	0	13.20	44.0	99	187.5
7	0	13.00	43.3	99	180

由表5可知,用 H_3PO_4 法活化棉秆粉时,循环过程中,磷酸用量逐渐减少,一定次数循环后,就不再需补充磷酸。活性炭收率稳定在40%~43%之间,焦糖液及亚甲基兰的脱色性能均较稳定。

3 结论

(1)用磷酸法活化棉秆粉可以制取对焦糖液及亚甲基兰均有优良脱色性能的活性炭,且活性炭收率较高,一般在40%左右;(2)用磷酸法制取活性炭,浸取回收 H_3PO_4 时,无污水排放。另外,炭化及活化时用的燃料煤(含有一定量的硫)会生成少量二氧化硫气体,对环境污染较小;(3)产品的收率及脱色性能比较稳定,且活化剂的消耗量小。

参考文献:

- [1] 庞捷.用棉秆制备活性炭的初步研究[J].河南化工,1995(8):15-17.
- [2] 周兵.用磷酸法生产木屑活性炭[J].林产化工通讯,1994(1):36-38.

Using Phosphoric Acid Method to Make Decoloured Carbon Dust From Cotton Stalks

SHI Chong - Yu, PANG Jie

(Department of Chemistry & Food, Zhongzhou University, Zhengzhou 450005, China)

Abstract: this paper introduces the method of using the activating of phosphoric acid method to make activated carbon dust from cotton stalks. It is a research on the technological conditions of carbonizing and activating etc. Results show that the yield and the decoloured quality are stable. The products made in this way are of high quality.

Key words: cotton stalks; phosphoric acid; activated carbon