

基于微波加热-水蒸汽法制备碱激发活性炭 及其脱硝效果的研究

顾恒星¹ 陈 华¹ 张 浩^{2*} 刘秀玉²

(1.中冶宝钢技术服务有限公司,上海 201900;2.安徽工业大学建筑工程学院,马鞍山 243032)

摘 要 以活性炭为研究对象,采用微波加热-水蒸汽法和碱激发提高活性炭的脱硝效果。通过正交设计与多元非线性回归结合获得最优碱激发活性炭的制备工艺参数。采用扫描电镜、全自动比表面和孔隙分析仪及红外光谱测试最优碱激发活性炭的微观结构、孔结构和表面官能团。结果表明:当微波功率为 676W、活化时间为 5min 和氢氧化钾浓度为 48%时,碱激发活性炭具有最佳的脱硝效果,即脱硝穿透时间为 343min;最优碱激发活性炭具有良好的孔结构,孔容积与比表面积均大幅提高,平均孔径减小,同时表面官能团减少,吸收峰的强度降低。

关键词 微波加热-水蒸汽法,碱激发,活性炭,脱硝,最优碱激发活性炭

Preparation alkali-activated carbon by microwave heating-steam and its denitrification

Gu Hengxing¹ Chen Hua¹ Zhang Hao² Liu Xiuyu²

(1.MCC Baosteel Technology Services Co.,Ltd.,Shanghai 201900;2.School of Civil Engineering & Architecture,Anhui University of Technology,Ma'anshan 243032)

Abstract With activated carbon as research object,the denitrification effect of activated carbon was improved by microwave heating-steam and alkali-activated method.The preparation parameters of optimal alkali-activated activated carbon were got based on orthogonal design and multivariate nonlinear regression.The micro structure,pore structure and surface functional groups of optimal alkali-activated activated carbon were tested by SEM,BET and FT-IR.The results showed that when microwave power was 676W,activation time was 5 min and potassium hydroxide concentration was 48%,alkali-activated activated carbon had the best denitration effect,such as denitrification penetration time was 343min.The activated carbon had good pore structure and pore volume,the specific surface area increased,the average pore diameter was reduced,at the same time surface functional groups decreased,the strength of absorption peak decreased.

Key words microwave heating-steam method,alkali-activating,activated carbon,denitrification,optimal alkali-activated activated carbon

发展烟气脱硝技术是目前环境污染治理领域研究的重点问题^[1-4],NO_x的脱除技术是研究的一个难点。

目前传统的烟气脱硝技术存在的问题是项目投资大、设备运行费用高,但是脱硝效率有限^[5-6]。所以科研工作者寻求利用微波加热法制备活性炭进行脱硝,此方法综合了活性炭的高吸附、强还原特性和微波加热均匀快速的特点,具有较高的脱硝效率,引起了广泛关注^[7-8]。Cha 等^[9-10]在关于微波增强炭

基吸附剂的吸附能力和反应性研究工作中找到了 NO_x还原的另一种方法。Chang 等^[11-12]采用 ZSM-5 催化剂对 NO 和甲烷还原的研究表明,微波辐射能显著增加 NO 的还原,转化率约为 35%。上述研究表明微波加热法制备活性炭脱硝具有很高的应用价值和广泛的应用前景,但是如何进一步提高微波加热法制备活性炭脱硝的效率,可以从改进微波加热法与激发活性炭的角度探索。

因此,本研究以中冶宝钢技术服务有限公司正

基金项目:高等学校优秀青年人才基金(2010SQRL034)

作者简介:顾恒星(1984-),男,博士研究生,主要从事固体废弃物资源化利用研究工作。

联系人:张浩(1982-),男,博士,讲师,主要从事环保型建筑节能材料的研究。

在使用的活性炭作为研究对象。首先改进微波加热法,即微波加热-水蒸汽法;然后利用碱激发技术,制备碱激发活性炭。同时利用优化模型,获得具有最佳脱硝效果的碱激发活性炭,旨在探讨高效碱激发活性炭作为低温脱硝材料的可能性。

1 实验部分

1.1 原料

活性炭(尺寸 50mm×500mm),中冶宝钢技术服务有限公 司;氢氧化钾(KOH,分析纯),华东医药股份有限公司;盐酸(HCl,分析纯),华东医药股份有限公司;实验用水均为去离子水。

1.2 碱激发活性炭的制备

采用微波加热-水蒸汽法对活性炭进行碱激发,考虑到微波功率、碱激发时间、氢氧化钾浓度均可影响碱激发效果,因此,采取正交试验设计方案(见表 1)。考虑到在碱激发过程中,活性炭的孔内会产生一些不需要的物质,所以需用 3%盐酸溶液对产物进行酸洗,再进行水洗,使其 pH 接近中性并烘干,即获得碱激发活性炭。

水平	因素		
	A 微波功率/W	B 活化时间/min	C 氢氧化钾浓度/%
1	850	3	30
2	650	6	50
3	450	9	70

1.3 碱激发活性炭的表征

采用扫描电子显微镜(SEM,Quanta 200 型)测试碱激发活性炭的微观结构;采用全自动比表面和孔隙分析仪(BET,Tristar II 3020 型)测试碱激发活性炭的孔结构;采用傅里叶变换红外光谱仪(FT-IR,Bruker Uecior 22 型)测试碱激发活性炭的表面官能团。

1.4 碱激发活性炭的性能测试

在固定床流动反应装置(见图 1)上测定碱激发活性炭脱除 NO 的性能,反应温度为 25℃,模拟烟气成分为:NO 的初始浓度为 2400mg/m³,氧含量为 5%,水蒸汽含量为 12%,其余为平衡气 N₂。测试期间,空速为 5000h⁻¹,反应装置入口和出口处烟气中 NO 浓度由烟气分析仪进行测定,并在出口处设尾气吸收装置。气体去除率 η 的计算公式为: $\eta=(C_0-C_t)/C_0\times 100\%$,其中, C_0 为气体的初始浓度(mg/m³), C_t 为 t 时刻气体的浓度(mg/m³)。

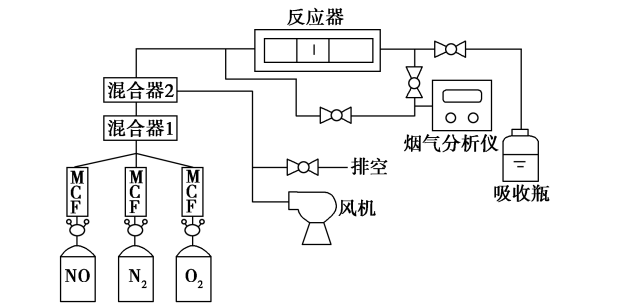


图 1 反应装置示意图

2 结果与讨论

2.1 正交试验结果分析

正交试验结果如表 2 所示。由表可知,不同改性条件下得到的碱激发活性炭,其脱硝穿透时间均大于 280min,具有较好的脱硝效果。同时建立脱硝穿透时间与微波功率、活化时间和氢氧化钾浓度之间的二次非线性回归方程,编写了 Gauss-Newton 算法^[13-14]求解该回归方程待定系数的 MATLAB 编程代码,依据表 2 中 9 组正交试验数据对二次非线性回归方程进行拟合^[15],获得最优碱激发活性炭的制备工艺参数,即微波功率为 676W、活化时间为 5min 和氢氧化钾浓度为 48%。以上述工艺参数制备最优碱激发活性炭,依据 1.4 碱激发活性炭的性能测试,获得其脱硝穿透时间为 343min。

表 2 正交试验结果				
No.	A/W	B/min	C/%	脱硝穿透时间/min
1 [#]	850	3	30	292
2 [#]	850	6	50	301
3 [#]	850	9	70	308
4 [#]	650	3	50	318
5 [#]	650	6	70	317
6 [#]	650	9	30	324
7 [#]	450	3	70	289
8 [#]	450	6	30	307
9 [#]	450	9	50	284

2.2 最优碱激发活性炭的表征

2.2.1 SEM 分析

试样的 SEM 图片如图 2 所示。从图 2(a)可以看出,活性炭的孔结构并不明显,能观测到的孔结构其孔隙也不够发达。从图 2(b)可以看出,最优碱激发活性炭具有良好的孔结构,其颗粒之间形成了大量不同形状的孔隙,说明利用碱激发活性炭,有利于

