provided by Xiamen University Institutional Repositor

# 学 位 论 文

# 活性炭的电化学再生技术研究

# 傅 志 鸿

指导教师姓名_	张会平				
	(厦门大学化学工程系)				
申请学位级别	硕士 专业名称 物理化学				
论文提交日期_	论文答辩日期				
学位授于单位和日期					
答辩委员会主席					
X	论文评阅人				

1999 年 6 月 日

# 摘要

本文在研究颗粒状活性炭对苯酚的吸附性能的基础上,应用正交试验 方法对电化学再生活性炭工艺进行最优化设计并讨论了电化学再生活性 炭的机理。分别从搅拌槽再生和固定床再生两个方面研究了活性炭电化学 再生技术。结合活性炭吸附与活性炭电化学再生特点,应用固定床填充电 极反应器处理含酚废水。

三参数 Redlich-Petersen 等温线方程能够最好描述苯酚 25℃时在活性炭上的吸附行为。pH 值对苯酚在活性炭上的吸附影响较大。温度对活性炭吸附苯酚能力的影响不大。添加氯化钠会促进活性炭吸附酚类化合物。由于氯取代基的引入,对氯苯酚在活性炭上的吸附能力明显要好于苯酚

应用  $L_8(2^7)$  正交表设计实验,研究再生电流、再生时间、氯化钠浓度、以及再生位置对活性炭电化学再生的影响。对实验结果进行级差分析,结果表明,再生位置是重要因素,而氯化钠浓度、再生时间与再生电流的交互作用是次重要作用。电化学再生活性炭的最优工艺条件为:再生电流30mA,再生时间 5h,氯化钠浓度为 2%的阴极再生。

采用氯化钠为辅助电解质电化学再生活性炭,氯化钠可以增加溶液的导电性,也可以间接氧化有机物。活性炭上吸附的苯酚在电场的作用下先脱附至再生液中,再被溶液中强氧化物质所降解。综合再生液成分、活性炭再生位置的再生效果差异以及再生过程中苯酚降解情况,活性炭电化学再生方法综合了碱再生、化学氧化再生等过程的优点。

通过对再生槽强制搅拌,一定程度上消除了苯酚的传质扩散影响,提高了再生效率。增加再生电流只有利于再生溶液中苯酚的降解,而对再生效率几乎没有影响。多次搅拌槽再生活性炭的再生效率随再生次数的增加下降很少。

固定床电化学再生活性炭效果还可以。结合了电化学再生活性炭和活性炭吸附的活性炭固定床填充电极反应器处理含酚废水效果要好于单独活性炭吸附法。活性炭富集了溶液中的苯酚,可以加快苯酚的降解,同时一定程度上可以延长活性炭的使用寿命。

对电化学再生活性炭过程进行初步的经济核算。废炭的电化学再生有很好的经济效益;另外废炭的二次利用减少了环境污染,节约了活性炭资源,具有社会效益。活性炭电化学再生技术工业应用前景看好。

关键词:活性炭,电化学再生,吸附

# ELECTROCHEMICAL REGENERATION OF GRANULAR ACTIVATED CARBON

(Dept. Of Chemical Engineering, Xiamen University)

## Fu Zhihong

#### **ABSTRACT**

Activated carbon has been widely used as an adsorbent to remove organic compounds in food, beverage and chemical industries as well as used in municipal water supply and environmental control. Due to the high production cost and consumption of woods, the regeneration technology of spent activated carbon was widely researched. Based on the effectiveness and ease in operation, the electrochemical oxidation process has been shown to be promising for wastewater treatment. Thus, the electrochemical regeneration of granular activated carbon loaded with phenol was discussed in this paper.

Based on the study of adsorption for phenol on activated carbon, the experiments on operative parameters and mechanisms of electrochemical regeneration were conducted at batch electrolytic cell. The regeneration of activated carbon in batch electrolysis cell equipped with a magnetic stirrer and the regeneration in fixed bed were discussed too. The electrochemical regeneration process was evaluated in batch tests involving the desorption of a representative organic adsorbate (phenol) from activated carbon using the percent regeneration efficiency, RE.

The Redlich-Petersen isotherm was suggested as the most appropriate type for phenol by comparing three different equations. When pH values ranged from 6 to 7, the adsorption ability of phenol on activated carbon reached the peak. Adding sodium chloride could help activated carbon adsorb phenol.

The design matrix of the  $L_8(2^7)$  orthogonal array was used to assemble the experiment.

The analysis results of the orthogonal array experimental design in this study showed that the location of activated carbon is the most important factor to RE. The optimum operating conditions of the electrochemical regeneration is the combination of 2% sodium chloride concentration, 30-mA current and 5-hour time, as well as cathodic regeneration.

In the electrochemical regeneration process, the indirect oxidation effect of sodium chloride played an important role in the destruction of phenol desorbed from activated carbon. Phenol first desorbed from the activated carbon then was abated by the strong oxidants produced in the electrolysis. Under the condition tested, cathodic regeneration had higher REs, but anodic regeneration was superior in destroying residual phenol in the electrolyte.

By the addition of mixing, apparent mass transfer limitations may be avoided and the regeneration time could be shortened. Increasing current could increase the destruction of residual

phenol in the solution. Multiple adsorption and regeneration cycles were conducted to establish the long - term feasibility of this process. The adsorptive capacity of granular activated carbon for phenol decreased little after a number of adsorption - regeneration cycles.

The experimental result of electrochemical regeneration of Activated carbon in fixed bed showed that this technology is suitable for industrial use. Combination the activated carbon adsorption and electrochemical regeneration, a new technology occur. Better efficiency and longer use time of activated carbon can be obtained in this new reactor.

The laboratory study shows that electrochemical regeneration is technically feasible. It offers several advantages such as no apparent carbon loss and occurring in *situ*. Preliminary cost calculations have shown that the electrochemical regeneration is economical. Further optimization of the reactor design is expected to reduce the cost and energy requirement.

In a word, the electrochemical regeneration of activated carbon was a good method. It is promising for industrial use and can be a definite alternative to thermal regeneration.

Keyword: Activated carbon, Electrochemical Regeneration, Adsorption

# 目 录

摘 妛	
第一章 前言。	1
第二章 实验。	10
2.1 实	验材料与仪器10
2.2 溶	液中酚的浓度测定方法10
2.3 实	验方法13
2.4 实	验的计算方法17
第三章 苯酚石	在活性炭上的吸附与脱附特性
3.1 活	性炭吸附苯酚的理论基础20
•	酚的吸附曲线
3.3 苯	酚的吸附等温线23
3.3.	1 吸附等温线的线性回归23
3.3.	2 吸附等温线的非线性回归25
3.4 各	因素对酚吸附的影响27
3.4.	1 pH 值对苯酚吸附的影响27
3.4.	2 温度对苯酚吸附平衡的影响28
3.4.	3 氯化钠对苯酚吸附的影响
3.4.	4 酚类化合物的吸附等温线29
3.5 苯	酚的脱附实验30
3.6 小	结31
第四章 活性》	炭电化学再生的工艺研究32
4.1 IE	交实验设计的基本原理32
4.2 电	化学再生活性炭的正交实验设计32
4.3 <b>E</b>	交实验的结果分析33
4.4 小	结36
第五章 活性流	炭电化学再生的机理研究37
5.1 辅	助电解质的成分分析37
5.2 氯	化钠的间接氧化作用38
5.3 再	生位置的影响39
5.4 再	生过程苯酚的降解41
5.5 小	结44
第六章 活性	炭的搅拌槽电化学再生45
6.1 苯	酚的传质过程45
6.2 搅	拌槽再生的再生效果46

6.3 再生电流对再生效果的影响40	6		
6.4 多次搅拌槽电化学再生4	7		
6.5 小结4	8		
第七章 活性炭的固定床吸附与再生49	9		
7.1 苯酚的活性炭固定床吸附	9		
7.1.1 进料浓度对透过曲线的影响50	0		
7.1.2 流速对透过曲线的影响50	0		
7.2 活性炭的固定床电化学再生5	1		
7.3 固定床填充电极反应器5	3		
7.3.1 处理含酚废水5	3		
7.3.2 固定床填充电极反应器的工作原理54	4		
7.4 小结55	5		
第八章 讨论56	6		
结论66	0		
符号表	2		
参考文献69			
附录(实验数据)			
致谢	9		

# 第一章前言

### 一. 发展活性炭再生技术的重要性

活性炭是一种优良的吸附材料,具有极为发达的内部孔隙结构和巨大的比表面积,有着优异的物理化学性质与吸附性能。自本世纪诞生以来,经过近百年的发展,在水处理、溶剂回收、空气净化、脱硫等方面都得到了广泛的应用。而且随着科技的发展,它的用途越来越广,目前活性炭的应用已渗透到国民经济的各部门,并且已经进入家庭,成为人们生活必不可少的物品。特别是在世界环境日益恶化的今天,活性炭在水处理方面的重要作用与大量使用,再次引起各国研究人员的关注。

由于活性炭本身价格较高,活性炭若只使用一次就丢弃,是极不经济的。这必然会浪费活性炭资源、增加操作费用。如何高效再生吸附饱和炭以达到经济合理利用活性炭,成为活性炭水处理中必须重点解决的问题。同时也是降低活性炭成本,扩大活性炭应用范围的瓶颈问题,已引起世界各国的高度重视,成为当今世界各国研究和发展的热点之一。

自七十年代以来,西方工业发达国家活性炭产业发展迅速,产量增加近一倍。以美国为例,1987年活性炭产量 9.87万吨,其中用于水处理的活性炭为 3.7万吨。到 1993年,美国共使用活性炭 11.34万吨,其中 60%左右用于水处理。在大幅度提高活性炭产量的同时,西方各发达工业国家非常重视活性炭的再生利用。以美国为例,活性炭的再生是活性炭工业的一个重要组成部分。目前,美国提供再生活性炭服务的公司 15.61 比较多。Calgon 活性炭公司利用其多加热炉再生装置为用户提供再生服务。Union Carbide 公司拥有的再生器可以再生气相吸附炭。而 Aquatics 公司提供的再生器可以再生液相吸附炭。

随着我国国民经济的高速发展和人民生活水平的提高,人们对环境污染的控制指标以及对水质要求的不断提高,借鉴西方发达国家在水处理等方面取得的经验,我国活性炭的需求量逐年增加。虽然我国活性炭工业起步较晚,但是经过近几年的发展,目前我国活性炭工业得到了长足的发展<sup>171</sup>。活性炭产品以中低档为主,高档品则极少。1994年我国活性炭产量超过6万吨,1996年达到7万吨。活性炭处理技术作为一种高效的有机物脱除技术,在我国的应用领域还是比较广泛。只是国内活性炭消耗量仅为4万吨,且局限于医药、食品、制糖、味精、环保等行业。

因此,大力发展活性炭的再生技术与产业就显得十分重要。可以实现活性炭的 二次利用,避免浪费活性炭资源,社会效益良好。

## 二. 活性炭再生技术的研究进展

活性炭再生,就是将失去吸附能力的饱和活性炭经过特殊处理后,使其重具活性,恢复大部分吸附能力,以便重新利用的过程和方法。随着活性炭应用领域的不断扩大,活性炭的再生技术也在不断发展提高。多种经济、安全、可靠与得到高质量的再生炭的再生技术日趋成熟。活性炭再生方法按其再生原理可以分为两类。(1)设法使吸附质脱附,从而使活性炭表面得到更新,如药品再生等。这种方法比较适用于吸附了可逆物质的活性炭的再生处理。(2)依靠热分解或氧化还原反应破坏吸附质的结构而使活性炭表面得到更新,如高温热再生、臭氧再生、生物再生、电化学再生等。这种方法适用于吸附了不可逆物质的活性炭进行再生。

各种实际应用和正在研究中的水处理活性炭再生方法主要有: 热再生法<sup>18-101</sup> (低温加热再生及高温加热再生)、药品再生法<sup>111-131</sup> (包括酸碱再生,溶剂再生,化学氧化再生)、湿式氧化再生法<sup>114-151</sup>、生物再生法<sup>116-181</sup>、超临界萃取再生<sup>119-201</sup> 以及电化学再生法<sup>121-231</sup> 等。这些活性炭再生技术的比较如表 1 所示。

表1 一些活性炭再生方法的比较

再生方法		再生原理	主要优缺点	
热再生	水蒸气(惰性气 体)再生		挥发	再生效果较好,可回收吸附质,能耗较 高,不能用于低挥发性物质的再生
	低温加热再生		挥发 热分解	再生效果一般,能耗大
	高温再生		热分解	再生效果好,炭损多,多次再生后,活
			氧化	性炭机械强度损失较大,能耗大
湿式氧化再生		氧化	再生能力较高,活性炭损失较少,设备 要求及能耗较高	
药品再生	无机药 品再生	酸碱再生	酸碱反应	可在线再生,应用范围窄,针对弱酸碱性物质再生能力强。再生剂用量大,再生设备多,后处理工序复杂
		化学氧 化再生	氧化	再生适用范围广,有选择性,存在不能 完全氧化的问题,有可能破坏活性炭结构
	有机药 品再生	表面活性剂	萃取	再生效果一般,炭损少,可在线再生。 设备投资大,吸附质可回收,可重复使用萃 取液
		其它有 机溶剂	萃取	再生效果好,活性炭损失少,可在线再生。 设备投资较多,吸附质可回收,萃取液可重复 使用
	活性炭一活性污泥法		生物分解	再生效果较好,设备简单,占地面积大,预 处理要求高,操作费用较高。
生物再生 活性炭一 生物膜法			生物分解	再生效果较好,污泥量较少,管理较方便, 维护费用较低,对污水构成及温度变化等适 应性较强,可直接用于废水处理
超临界萃取再生		超临界萃取	再生效率受物质吸附平衡影响大,再生时几乎无炭损失,可回收高纯度吸附质,设备要求高,能耗大且操作控制要求高	
电化学再生		电解氧化	氧化能力强,通用性强,再生效率高, 再生炭损少。再生设备简单,管理方便	

当前,活性炭再生技术正在不断发展更新,各种再生方法相互渗透组合。活性炭应用技术的研究工作者在实践中不断总结和创新更有效的活性炭再生技术。活性炭再生技术的发展已经出现了一些新动向。

#### 2.1 液相再生技术的兴起

由于目前工业上广泛应用的热再生方法能耗大,每次再生后活性炭的机械强度都有一定程度的下降,活性炭损失高达 5~10%,而且热再生设备投资高,操作麻

烦<sup>141</sup>。为了节能和防止粉末的飞扬,人们对活性炭再生的研究重点转为湿法氧化再生、药品再生和电化学方法再生等液相再生过程。这是因为活性炭在液相环境中进行再生具有如下优点,更能体现再生的优越性<sup>1241</sup>:

- 1)活性炭的再生可在原处进行,无需卸载、运输和再次装填活性炭、避免了过程中的炭损,同时缩短了吸附床停止运行的时间。
- 2) 再生条件比较温和,活性炭的表面结构不会因多次再生而受到影响,再生炭的吸附性能仅因为不可逆吸附的存在而略微降低。即理论上说活性炭可以无限次的重复再生使用。
  - 3) 吸附质、再生剂均处于液相、无需克服相间的传质阻力、再生效率高。

#### 2.2 新型再生方法的提出

随着人们对有机废水处理技术的深入研究,根据活性炭上吸附污染物的性质不同,人们提出各种新型的活性炭再生方法。

Mourand 等  $^{1251}$  采用光氧化催化剂( $TiO_2$  等)替代一般的催化剂,利用光解作用来对吸附了低浓度易挥发物质的活性炭进行再生,可以降低再生过程的能耗。对于水处理应用的废炭也可以采用  $^{6}$  © 0 进行  $^{6}$ 

#### 2.3 再生与吸附过程的耦合

有机结合活性炭吸附与活性炭再生技术,将吸附与再生过程耦合起来,努力优化处理工艺。这就发展了一种新型低浓度有机废水的处理技术,可以简化工艺,降低水处理成本。

生物活性炭法<sup>1281</sup>是近年发展起来的去除水中有机污染物的一种新型水处理技术。在活性炭吸附有机物的同时,微生物分解活性炭上吸附的有机物而起到生物再生的作用。生物活性炭应用于水处理,可以除去活性炭与微生物单独作用时不能去除的污染物质,而且处理效果也比两者单独作用时要好。Zimpro公司<sup>1291</sup>的 AS—PACT—WAO 技术组合了生物活性炭法与活性炭的湿式氧化再生技术。在曝气池中加入粉末状活性炭处理有机废水,同时进行湿式氧化再生活性炭操作。这种技术增加了系统对温度变化的适应能力,同时提高了非生物降解有机物的去除率,使系统出水水质由二级提高到三级。该技术已经广泛应用于废水回收系统,取得良好的处理效果。

Matatovmeytal YI 等 <sup>301</sup> 将活性炭吸附操作与活性炭催化氧化再生技术结合起来处理低浓度有机废水。由于活性炭能富集低浓度有机物,从而加速了有机物的催化氧

化、降解。在整个操作过程中活性炭的吸附能力几乎没有下降。

#### 2.4 多种再生方法的组合

由于处理对象十分复杂,使用单一再生方法往往很难有效再生各种应用类型的饱和活性炭。利用多种再生方法的优点,将其组合起来进行再生处理,则可实现降低再生过程能耗、提高再生效率与活性炭回收率。多种再生方法的组合是当前水处理活性炭再生技术发展方向之一。

Salvador F 等  $^{1311}$  在温度为 300  $^{\circ}$ C,压力为 120atm 的亚临界条件下对处理酚类。染料等有机废水的活性炭进行低温热再生。经过 7 个再生循环后,再生效率仍然达到 100%。应用 TPD 技术研究该过程的机理,表明将超临界水再生与热再生的组合可以大大提高活性炭的再生效果。韦平  $^{1321}$  在再生液为 NaCl,NaOH, $^{\circ}$ H $_2$ O $_2$  的混合溶液,再生电压为 24—30V,再生电流密度为 50  $^{\circ}$ A/ $^{\circ}$  $^{\circ}$ 0 再生条件下对活性炭进行再生。由于该再生过程结合了 NaOH 碱再生, $^{\circ}$ H $_2$ O $_2$  化学氧化再生以及电化学再生等再生方法的优点,再生效果优异。再生 26—34 分钟,再生炭的亚甲基兰脱色力就可以达到新炭的 94%,碘值为新炭的 97%。Ferrogarcin MA 等  $^{1331}$  对饱和吸附对氯苯酚的活性炭进行多种方法再生。先进行有机溶剂再生,再进行高温热再生。在 1073K 高温下,组合了溶剂预再生的热再生可以脱附更多的有机物。再生效率明显比单独热再生要好。

# 三. 活性炭的电化学再生

#### 3.1 电化学再生方法的选择

目前各种主要活性炭再生方法一般都有一定的局限性。药品再生对吸附质有较大的选择性,若再生液不能回收,将造成二次污染。生物再生仅适用于再生吸附易被生物降解物质的部分炭。而工业上广泛应用的热再生法则能耗大,炭损失5~10%,每次再生后炭的机械强度都有一定下降,而且热再生法设备投资高,操作麻烦。因此研究更好的活性炭再生方法便有其重要性。活性炭的电化学再生技术作为一种新型的活性炭液相再生技术,就成为我们的研究对象。

#### 3.2 电化学再生活性炭的可能性

活性炭再生技术与活性炭上吸附有机物的降解技术是密切相关的。对吸附苯酚的活性炭进行生物再生过程与苯酚的生物处理过程十分相似,而对吸附了有机物的活性炭进行电化学再生与电化学处理有机废水的技术也是密切相关。操作简单、高效率、高比表面积的三维电极的出现等特点使电化学处理有机废水方法正在成为科学研究的热点,这就为活性炭的电化学再生技术奠定基础。

在一定电解质溶液条件下,有机物可以在电极上被氧化,活性炭本身也是一种导电材料,这就使吸附了有机物的活性炭进行电化学再生的研究成为可能。另外,电化学处理含酚废水技术的日益成熟也为电化学再生活性炭技术的发展奠定了基础,提供了活性炭电化学再生的化学可能性。

近几年, 电化学研究与电化学工程研究取得相当的进展, 成功设计应用了直径近 30cm 的固定床电极和流化床电极, 这为将电化学理论以及电化学工程技术与化工吸附分离工程相结合的研究与应用奠定了基础。

### 3.3 电化学再生活性炭的研究现状

电化学再生活性炭(Regeneration of Activated Carbon by electrochemical method) 是一种新型的活性炭再生技术。具有高效、无二次污染、操作控制简单方便、运转成本相对较低等特点。目前,仍然没有对活性炭电化学再生技术进行系统的研究,电化学再生活性炭的工业化仍然没有实现。活性炭的电化学再生的主要研究领域包括再生工艺、再生机理、再生设备等。

#### 3.3.1 再生工艺

Sveshnikova D.A. 等  $^{134}$  对处理含 20g/L NaCl 与 10~20mg/L 苯酚溶液的饱和炭用电化学再生。再生液为 100g/L 的 NaCl 溶液,再生电流密度为 0.001~0.002A/cm², 再生时间为 1~1.5h。 Sawa Toshio 等  $^{1351}$  用 5%的 NaCl 溶液电再生含 0.53gCa 与 1.2g 有机物的废炭。再生 4 小时,除去 Ca90%,有机物 83%。对吸附处理 EtOH 与 EtOAC 的活性炭应用电化学方法进行再生  $^{1361}$ ,再生液为 $H_2SO_4 - H_2O_2$  的混合物。电化学再生器中的电极为:石墨、 $PbO_2$ 、 $TiO_2/Hg$  或其它能在  $H_2SO_4$  中稳定存在的电极。最佳再生条件为  $H_2SO_4$  4.4mol/l, $H_2SO_4/H_2O_2$  重量比为 3.5: (0.5-1.5),温度为 80°C,再生时间为 2 小时,电流密度为 4.5 A/m²,再生效率随吸附剂类型不同,范围为 88~100%。

汪群慧<sup>1211</sup>应用双极性颗粒床电极再生活性炭。在适当的再生条件下,再生率可高达92%以上,多次再生后的再生炭重新吸附阳离子艳蓝染料溶液,出水几乎仍是无色,炭损少,仅为 0.5%。应用这种再生方法对吸附既可氧化又可还原物质的活性炭效果良好,但是要求溶液电阻 R<sub>素</sub>大于粒子间电阻 R<sub>粒</sub>,高电压以及低电流的工作条件。周抗寒<sup>1371</sup> 对吸附 100ppm 阳离子艳蓝溶液的活性炭进行电化学再生。再生过程中周期性改变电极极性,再生 20 次,其再生效率每次再生都达到 95%以上。

#### 3.3.2 再生装置

Kudo 1381介绍了一种以 NaCl 为导电助剂,含多层交替的阴阳电解区的活性炭电化学再生固定床。J. McGuire 1381提出了一种应用电化学再生活性炭的固定床装置。为

降低能耗,设计开发了可变换电流强度的固定床反应器,高电流时将有机物分解为小分子,低电流时则利用电解生成的氧化剂进一步将有机物氧化为最终产物,高低电流区轮流交换。

Kureha 化学工业公司<sup>1401</sup> 用多水平电板的固定床来连续再生活性炭,改变电流密度会使吸附质有选择性脱附而使活性炭得到再生。

#### 3.3.3 再生机理的研究

对于活性炭的电化学再生机理, Narbaitz 和 Kudo 等人<sup>1221</sup> 进行了初步研究, 提出了电化学再生活性炭过程为有机物先从活性炭上脱附, 再在电场中降解。汪群慧<sup>1211</sup> 认为, 电场作用下的活性炭颗粒可由静电感应而极化, 从而形成一个个微型的电解槽, 将吸附在其上的污染物或氧化还原, 或因电场作用而解析。

对于活性炭在电化学再生过程中的状态有两种不同的机理描述。

- (1) 单极性机理 活性炭本身是一种良好的导体,当活性炭颗粒与电极直接或间接电联接时,它就成为主电极的外延部分,成为单极性粒子群电极,从而有效地增大了电极的表面积。
- (2) 复极性机理 在活性炭中加入绝缘性粒子使炭粒互相隔离不与主电极直接或间接电联接时,则它就会被静电感应而使炭粒两侧呈现正负两极,成为复极性粒子群电极而工作。这样,每个复极性粒子本身就成为一个微型电解槽,它有效地缩短了两极之间的距离,减少了反应物的迁移路程,增大了两极间的电位梯度,加大了溶液中带电粒子的迁移速度,从而有利于在浓度较低与电导较小的溶液中也能发生较强的电解作用。

## 四. 本文的研究内容

当前活性炭电化学再生的研究重点仍然只是再生工艺的研究,对于如何将活性炭吸附理论同电化学理论相结合,将固定床吸附床与电化学固定床合二为一,形成一套新型化工环保治理技术——活性炭固定床吸附与电化学再生同时进行的工艺过程,还有相当的基础理论与应用基础研究工作有待研究。国内外都没有这方面的研究报道。

综上所述,开展活性炭电化学再生工艺研究,探讨电化学再生活性炭的机理,是一项 具有理论意义和应用价值的前沿研究课题。本文通过深入研究电化学再生活性炭的机理和各 种工艺参数对电化学再生效果的影响,优化过程操作条件并对电化学再生进行模拟放大,探 讨其工业应用前景,力求在理论和实践结合的基础上取得新的突破。

本文的研究内容主要包括以下几个方面:

- 1) 基于含酚废水处理的重要性,以酚类的活性炭吸附处理为主,研究酚类在活性炭上吸附的一般规律。为进一步研究活性炭的电化学再生工艺过程打下基础。
- 2) 应用正交试验方法对电化学再生活性炭的工艺条件进行研究。找出影响活性炭再生的主要因素,以确定电化学再生活性炭的最佳工艺条件。其中涉及到活性炭所处的再生位置,再生电流的大小,再生液的浓度等因素。

- 3) 研究活性炭电化学再生过程的机理。通过研究再生炭的性质以及对再生过程的中间产物与最终产物的定性分析以确定再生过程的机理。
- 4) 将电化学理论以及电化学工程技术与化工吸附分离工程相结合,进行活性炭的电化学再生技术的研究与应用。分别进行搅拌槽再生与固定床再生。
- 5) 在对电化学再生活性炭的机理过程有了一定的了解后,综合活性炭吸附技术与活性炭的电化学再生技术的优点,应用固定床填充电极电化学反应器处理含酚 废水,将之与单纯活性炭吸附法相比较,以期更高效地处理含酚废水。

# 第二章 实验

## 2.1 实验材料与仪器

#### 2.1.1 实验材料

活性炭是河北保定净化材料厂生产的GWB-3X型颗粒状活性炭,目数为10~20,比表面积为1205m²/g。为了避免活性炭上存在的无机盐及其他杂质对苯酚吸附实验的干扰,活性炭在使用前必须进行预处理。将活性炭首先放在去离子水中煮沸约1小时,然后滤去水及活性炭粉尘,再在105℃下烘干24h后,最后密封于储罐中以备后用。

所用试剂包括苯酚、对氯苯酚、盐酸、氢氧化钠、氯化钠等都是分析纯试 剂。

#### 2.1.2 实验仪器

仪器名称	仪器厂家				
721 型分光光度计	厦门分析仪器厂				
光电分析天平	上海天平仪器厂				
PHS-4C型pH计	厦门第二分析仪器厂				
水浴恒温振荡器	深圳天南海北实业有限公司				
1ZJT 型柱塞式计量泵	河北轻化工学院化工机械厂				
SHZ-C型真空泵	山东淄博新华仪器厂				
XHD-I型恒电位仪	厦门大学分析仪器厂				
78-1 型磁力加热搅拌器	杭州仪表电机厂				
CS101 型鼓风干燥箱	重庆试验设备厂				

# 2.2 溶液中酚的浓度测定方法

废水中酚的含量是环保,卫生部门重要的检测指标。目前,测定废水中酚的方法很多<sup>[41-44]</sup>。而我国最常用的水中酚类测定方法是4-氨基安替比林-铁氰化钾光度比色法<sup>[44]</sup>,已作为水中挥发酚的标准分析方法。鉴于实验室条件,我们选择了4-氨基安替比林-铁氰化钾光度比色法测量酚溶液浓度。

#### 2.2.1 测定原理

当酚溶液处于pH值为 $10.0\pm0.2$ 的介质中,在铁氰化钾存在的条件下, 会与4-氨基安替比林反应生成橙红色的安替比林染料。在波长为510nm 处,该安替比林染料的吸光度与溶液中酚的浓度呈线性关系。

#### 2.2.2 溶液配制

- 1) 酚标准溶液:精确称取1.0000g无色透明结晶苯酚,加蒸馏水溶解, 稀释至1升,此时浓度为1 q/I,继续稀释可得到各种浓度的苯酚标准液。
  - 2) 缓冲溶液: 准确称取20g氯化氨溶于100ml氨水中得到缓冲溶液。
- 3) 2%的4-氨基安替比林溶液: 称取2.000g 4-安基安替比林, 用蒸 馏水溶解, 定容至100ml。
- 4) 8%的铁氰化钾溶液: 称取8.000g 铁氰化钾(K3Fe(CN)6), 用蒸馏 水溶解后, 定容至100ml.

#### 2.2.3 标准曲线的测定

于18个50ml容量瓶中分别加入10ml水, 依次移取0、0.2、0.5、1.0、 2.0、3.0、5.0、8.0、10.0ml酚标准液(1g/I),各加水至25ml左右,加入 0.5ml缓冲液,混匀,加4-氨基安替比林1.0ml,混匀,再加1.0ml铁氰化 钾溶液充分混匀后,放置10分钟。将待测液放入20mm比色皿中,取波长<sup>入</sup> = 510nm, 以蒸馏水为参比, 测定溶液的吸光度, 经空白校正后得到吸光 度A对酚浓度的标准曲线图2-1, 2-2。

实验结果表明、苯酚溶液浓度C在实验测定范围内与吸光度呈良好线 性关系。经线性回归后结果为:

C(mg/l)=0.00646+3.67064A R=0.99984,SD=0.02713

Degree papers are in the "Xiamen University Electronic Theses and Dissertations Database". Full texts are available in the following ways:

- 1. If your library is a CALIS member libraries, please log on <a href="http://etd.calis.edu.cn/">http://etd.calis.edu.cn/</a> and submit requests online, or consult the interlibrary loan department in your library.
- 2. For users of non-CALIS member libraries, please mail to etd@xmu.edu.cn for delivery details.

