

KOH 活化法制备煤基活性炭

吴霞¹ 张立忠¹ 李建辉² 赵秀峰^{*1}

(1、昌吉学院 化学与应用化学系 新疆 昌吉 831100 2、厦门大学 化学化工学院 福建 厦门 361005)

摘要 新疆煤炭资源丰富,约占全国总储量的40%。活性炭是一种优良的吸附剂,原料来源广泛,其中以新疆煤炭为原料制备高性能的煤基活性炭可以增加煤炭的高效利用,提高其经济价值。但由于煤炭的灰分含量普遍较高且组成复杂,以物理活化法制得的煤基活性炭性能较低,因此本文采用KOH为活化剂,研究碱碳比、终温和升温速率对活性炭比表面积和孔结构的影响,最终确定煤基活性炭的最佳制备工艺条件为:碱碳比2:1、活化终温800℃、升温速率5℃/min,在此实验条件下制得比表面积为1560 m² g⁻¹,孔容为0.622 cm³ g⁻¹的煤基活性炭。

关键词 新疆煤炭 KOH 活化 煤基活性炭

新疆煤炭储量丰富,但多作为燃料煤被利用,同时传统煤炭行业中一直存在过度开采低效利用的现象,不能很好的将新疆的资源优势转化为经济效益。以煤炭制备高性能的活性炭可以提升煤炭资源综合利用效益^[1]。活性炭是一种优良的吸附剂,不仅具有独特的孔隙结构,其表面还含有较多的活性官能团,化学稳定性强,有较高的机械强度,耐酸、耐碱、耐热,不溶于水及有机溶剂,失效后可再生等优点,使得活性炭有着非常广泛的应用领域^[2-4]。随着活性炭应用领域的不断扩大,活性炭的需求量也逐步增长,综合考虑以煤炭为原料制备活性炭已成为趋势,目前煤质活性炭的产量已超过活性炭总产量的三分之二^[5-7]。

活化剂的种类对活性炭的比表面积孔结构产生影响,氢氧化钾活化法制备活性炭是目前制备高比表面积最常用的方法之一,它是由Wennerberg在1971年首先提出^[8]。含碳物质与熔融的氢氧化钾发生激烈的氧化还原反应,从而将其表面的一些碳原子烧蚀掉,使碳具有多孔性^[9];同时采用KOH为活化剂可以降低煤炭的灰分^[10],因此我们采用KOH作为活化剂。KOH的用量以及温度也会对样品的比表面积及孔容产生影响。因此,本论文主要研究活化剂的用量以及温度制度对样品比表面积及孔容的影响。

1 实验部分

称取一定量的煤粉与KOH,置于研钵中研细混匀,转移至磁舟中。将磁舟置于管式炉内在氮气保护下活化,热处理后待样品降至

室温后取出。将团聚的产物碾磨后倒入蒸馏水中加热至沸,待冷却后除去上清液,然后加入10mL 8%的盐酸进行脱灰处理。将样品静置10min后抽滤水洗至中性,于110℃干燥6h即得产品。

2 结果与讨论

2.1 终温对样品的影响

将活化条件固定为碱碳比为2.0、升温速率为5℃/min、恒温时间为60min,终温分别为600℃、700℃、800℃和900℃。样品比表面积及孔分析结果如表1所示。

表1 终温对活性炭的比表面积和孔结构的影响

终温 (℃)	比表面积 (m ² /g)	总孔容 (cm ³ /g)	微孔孔容 (cm ³ /g)
600	1073	0.425	0.385
700	1104	0.460	0.414
800	1560	0.622	0.484
900	1402	0.577	0.421

从表中可以看出终温在600℃至900℃时所得样品的孔结构均以微孔为主,随着活化温度的升高比表面积和孔容呈现先上升后

(转下页)

无棱镜全站仪来获取规则的建筑物或构筑物特征点数据时,应尽可能采用十字丝对准目标的上部,并以天空为背景,同时还可以提高视野,避开地物遮挡,不易错测目标。

3.3 测量目标最佳状态为表面处于白色或棕色,并垂直于视准线。目标与背景间的对比度也是个主要因素,反差越小,反射信号就越弱,测量误差也会越大。比如墙体目标,其拐点特征点往往不是很明显,无棱镜测量模式时并不需要跑“杆”立镜,但内业成图要绘制草图,这就要求绘草图员不要漏跑、漏绘地物特征点,同时还要提醒仪器观测员,保证测量数据的完整性。

3.4 全站仪无棱镜模式测距激光束在反射物体表面形成的测距光斑的大小影响测距的精度。目标较多时,其测量距离根据测视场内距离不同的反射物体的反射激光束按距离加权取均值。比如测量墙体或房屋等地物的边界拐角,其测距结果往往会有一半为背景光束反射值,背景物的易反光性能影响着测距精度,背景越易反光,对测距精度影响越大。当然测量距离较短,光线入射角度较好,则可以先用十字丝卡住边缘点,再稍向内微调水平微动螺旋,使大部分测距光束落在界址点特征点上,这样更利于界址点测量精度的保证;反之,不可利用。因为入射角度不好时,容易偏出(大体几厘米)并超限。为减少误差,可以使用白纸板等物体紧贴拐点,用十字丝对准紧贴部位,再采用无棱镜模式进行观测。当然也可以切换到有棱镜测距模式,采用棱镜配合的方式进行观测来弥补不足。在穿越障碍物测量时,应保证视线空间的充足,同时应避免照准透明物体诸如玻璃材质的界址点测量。

结束语

无反射棱镜技术测距性能可靠,其精度能满足界址点的精度要求。观测人员可以直接瞄准观测目标的棱角进行观测,避免了因放置棱镜位置不准确而产生的偏心误差。使用无反射棱镜技术进行

界址点测量,不需要专人跑“杆”,观测人员无须等待就可以直接观测下一个目标,能减轻劳动强度,节省观测时间,大大提高了劳动效率,同时有利于测量到测绘人员难以到达的特征点,能避开危险性场所可能对人员造成的伤害,劳动强度和危险性都大大降低,大大减少了界址点钢尺丈量工作量,提高了生产效率。在入射角度不好、观测条件较差、有较多遮挡的情况下(如尖角建筑物、太阳直射下的建筑物、玻璃材质的建筑物、视线不时有遮挡的建筑物等),选择无反射棱镜测量技术时,应慎重考虑应用环境所带来的影响。

参考文献

- [1]鞠长宏,凌祥安.江苏省测绘学会2007年学术年会论文集[C].中国会议,2008(1).
- [2]范百兴,夏治国.全站仪无棱镜测距及精度分析[J].北京测绘,2004(1).
- [3]詹长根.地籍测量学[M].武汉:武汉大学出版社,2001(3).

下降的趋势,当活化温度为 800 °C 时样品的比表面积和孔容达最大,分别为 1560m²/g 和 0.622 cm³/g。因此,选择活化终温为 800 °C。

2.2 升温速率对样品的影响

原料煤中含有挥发性的物质,升温速率的快慢会对挥发性物质溢出速度产生影响,从而影响活性炭的孔结构和比表面积^[12]。本组实验固定碱碳比为 2.0,终温为 800 °C,恒温时间为 60 min,升温速率从 2 °C / min、5 °C / min 和 10 °C / min,结果如表 2 所示。

表 2 升温速率对活性炭的比表面积和孔结构的影响

升温速率 (°C / min)	比表面积 (m ² /g)	总孔容 (cm ³ /g)	微孔孔容 (cm ³ /g)
2	1502	0.588	0.501
5	1560	0.627	0.484
10	1425	0.523	0.441

由表可知,升温速率对活性炭的比表面积和总孔容影响不大,因此使用 KOH 做活化剂时,升温速率选择范围较宽。由于升温速率较慢会增加能耗,综合考虑选择升温速率为 5 °C / min。综上所述确定最佳温度制度为:终温 800 °C,升温速率 5 °C / min,此条件下所得样品具有相对较大的比表面积和孔容。

2.3 碱碳比对样品的影响

将上述温度制度做出筛选,选定终温与恒温区间为 800 °C,升温速度为 6 °C / min,恒温时间 60 min,考察碱碳比对活性炭孔隙结构影响。在最佳温度制度下,选择碱碳比为 1.0、2.0 和 3.0,所得结果如表 3 所示。

表 3 碱碳比对活性炭的比表面积和孔结构的影响

碱碳比	比表面积 (m ² /g)	总孔容 (cm ³ /g)	微孔孔容 (cm ³ /g)
1.0	1230	0.544	0.441
2.0	1560	0.622	0.484
3.0	1603	0.689	0.384

从表中可以看出碱碳比对活性炭的孔隙结构影响较大,随着 KOH 用量的增加,所得活性炭的比表面积依次增大,孔容呈现先增大最后减小的趋势。在碱碳比为 3.0 时活性炭的比表面积达到最大值(1603 m²/g),但由于碱用量增大,会造成孔的进一步烧蚀,即微孔孔容减少,同时碱用量的增加也会造成设备的腐蚀以及对样品后处理的酸量和水量增加,因此,本实验确定最终碱碳比为 2.0。

3 结论

本文采取化学活化法,使用 KOH 为活化剂,通过实验对比得到最佳的制备煤基活性炭的工艺条件:碱碳比为 2.0,终温 800 °C,升温速率 5 °C / min,此条件下制备得到具有相对较大的比表面积和孔容的活性炭。结果表明,KOH 活化法可以制备得到比表面积相对较大的煤基活性炭。

参考文献

- [1]赵国浩. 煤炭资源综合利用对策研究[J]. 能源技术与管理, 2007, 5: 53-56.
- [2]K. Miura, H. Nakagawa, H. Okamoto. Production of High Density Activated Carbon by a Hot Briquetting Method [J]. Carbon, 2000, 38: 119-125.
- [3]G. C. Grunewald, R. S. Drago. Carbon Molecular Sieves as Catalysts and Catalyst Supports [J]. J Am Chem Soc, 1991, 113(5): 1636-1639.

[4]贺永德. 现代煤化工技术手册[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004, 85-88.

[5]F. Derbyshire, M. Jagtoyen, Y. Q. Fei, et al. The Production of Materials And Chemical From Coal [J]. ACS Div of Fuel Chem Preprints of Papers, 1994, 39 (1): 113-120.

[6]加璐, 程代云. 制备活性炭的资源开发[J]. 新型炭材料, 1994, 4: 15-20.

[7]孙仲超. 我国煤基活性炭生产现状与发展趋势 [J]. 煤质技术, 2010, 4: 49-52.

[8]A. Wennerberg, T. John. Process for increasing the surface area of active carbons[P].United States Patent Office, 3,817,874, 1974.

[9]蒋卉, 蒋文举, 金燕等. ZnCl₂ 微波法制备甘蔗渣活性炭工艺条件研究[J]. 资源开发与市场, 2005, 21(2): 93-94.

[10]何月德. 无烟煤基高比表面积活性炭的制备及其在双电层电容器中的应用研究[D]. 长沙:湖南大学, 2003.

[11]A. Wennerberg, O'Grady. Active carbon process and composition related application [P].United States Patent Office, 4,082,694, 1978.

[12]K. Zygourakis. Effect of Pyrolysis Conditions on the Macropore Structure of Coal-Derived Chars [J]. Energy & Fuels, 1993, 7: 33-41.

作者简介:吴霞(1987-),女,新疆哈密,昌吉学院化学与应用化学系,硕士,研究方向:碳材料。