

研究简报

PAN 基活性碳纤维的研制及吸附性能*

贾磊 陈赛璐 王秀岗
(中国科学院化学研究所)

活性炭纤维(ACF)是在碳纤维的基础上发展起来的又一新品种,它是纤维经碳化后,再用氧化性气体进行活化而制得.它具有比表面积大、微孔发达吸附性能好、吸脱附速度快等优点.作为吸附剂可用于环境保护、喷漆、医疗用品、水的纯化、溶剂回收等方面.

本文采用的原纤是 PAN 纤维,其单体克分子组成为:丙烯腈:丙烯酸甲酯:衣康酸 = 96.30:3.64:0.06,单丝强度 $\geq 5g/d$,模量 $88g/d$,纤度 $1.3 \pm 10\%$ 袋,直径 13.0μ .将 PAN 纤维在 $200-290^\circ C$ 预氧化,然后在 $700^\circ C$ 以上碳化而成碳纤维.将 $10g$ 碳纤维放入活化炉中,以 CO_2 气体进行活化,本文着重研究了温度、活化时间及 CO_2 流量等对产物的影响.

1. 活化条件与失重、吸附量、比表面积的关系

活化条件是制备吸附性能好的活性炭纤维的关键.活化条件包括温度、活化时间及氧化性气体流量.一般文献中给出的活化条件范围很广^[1].图1是活化时间为2小时, CO_2 流量为 $4l/min$ 时,改变活化温度所得的结果.随活化温度的增加,失重、比表面积、吸附量随之增大,失重增加较快.当比表面积达到 $1000m^2/g$ 以后,随温度变化不大.

图2是活化温度为 $850^\circ C$, CO_2 流量为 $4l/min$ 时改变活化时间所得到的结果.活化

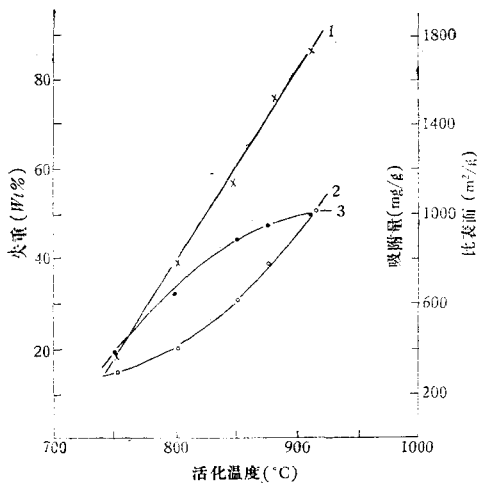


图1 活化温度与失重、吸附量、比表面积的关系
1. 失重; 2. 吸附量; 3. 比表面积

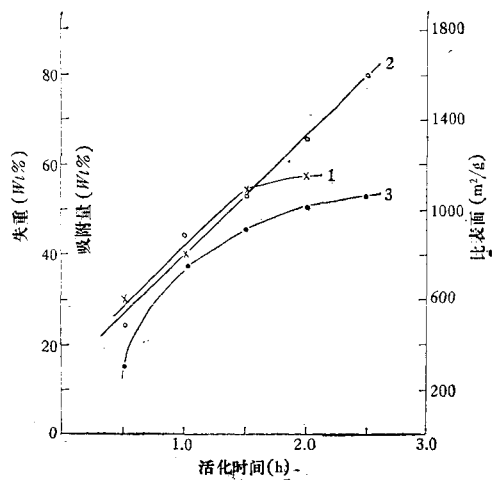


图2 活化时间与失重、吸附量、比表面积的关系
1. 失重; 2. 吸附量; 3. 比表面积

* 1983年12月20日收到.

时间延长,吸附量增加。比表面积和失重在 0.5—1.5 小时之间变化明显,2 小时以后曲线趋向水平,适当延长活化时间对产品吸附量增加较为有利。活化时,氧化性气体使碳氧化。由于碳纤维与 CO_2 作用是吸热反应,因此反应的速度不宜太快,但是为了提高活化率,可适当提高活化温度,但时间不宜太长,否则纤维容易烧毁。

图 3 是活化温度为 850°C ,反应时间为 2 小时,改变 CO_2 流量所得的结果。 CO_2 流量范围在 2—8 l/min, 所得产品对 CCl_4 的吸附量基本相同,失重在流量为 4—6 l/min 之间显著增加。当 CO_2 浓度达到一定时,浓度增加对提高吸附量没有效果,反而产率降低。

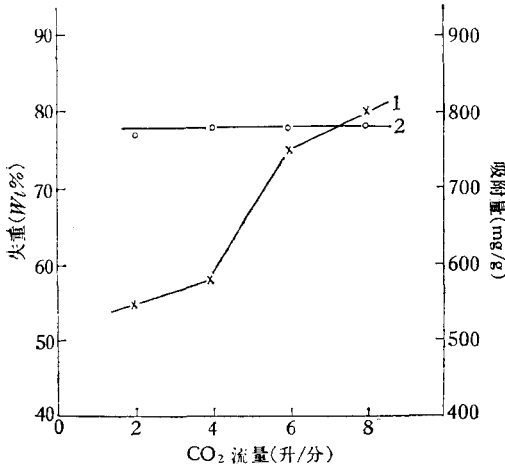


图 3 CO_2 流量与失重、吸附量的关系
1. 失重; 2. 吸附量

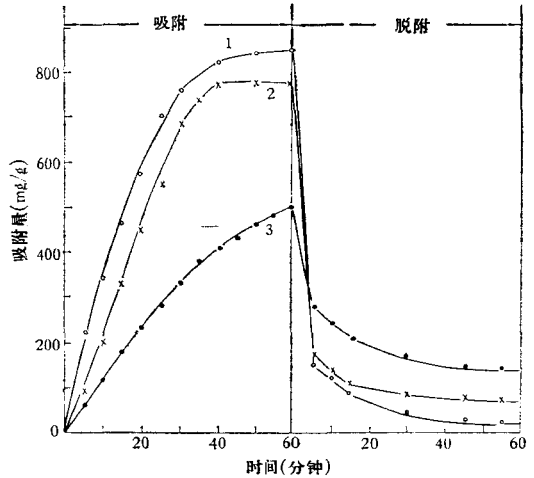


图 4 活性碳纤维与活性炭对 CCl_4 的吸脱附速度比较
1. 日本粘胶基活性碳纤维; 2. PAN 基活性炭纤维; 3. 柱状活性炭 吸附温度 25°C ; 脱附温度 120°C

2. 活性碳纤维的吸脱附速度

将活化条件为 850°C ,活化时间为 2 小时, CO_2 流量为 4 l/min 所得的活性碳纤维进行吸脱附实验,图 4 是活性碳纤维与活性炭对 CCl_4 吸脱附速度的比较。据文献报道^[1],粘胶基、酚醛、PAN 三种纤维制备的活性碳纤维,以前者的性能最好。本文样品与日本粘胶基活性碳纤维相比,吸脱附性能稍差,但与活性炭相比,其性能要好得多。

3. PAN 基活性碳纤维的孔径分布

活性碳纤维之所以吸附性能好,主要是由于其比表面积大,微孔发达(孔直径在 30 \AA 以下)。实验测得 PAN 基活性碳纤维的孔径分布见图 5。从图 5 可以看出,在孔半径为 15 \AA 附近有一高峰值,活性碳纤维的微孔占绝大部分,也包括少量的中孔和大孔。活性碳纤维的微孔发达是由于其内部结构所决定。PAN 预氧纤维在碳化时放出 CO 、 CO_2 、 NH_3 、 HCN 及含 COOH 、 OH 基等低分子有机物^[2],在放出上述低分子化合物同时,形成一定的微孔结构。另外原纤本身就含有一定量的孔洞,用 X 射线小角光散射研究其表面,可见到大部分针形孔存在原纤中,这些孔和缺陷在碳化过程中全部保留并有些扩大。活化时,氧化性气体通过这些微孔向内部扩散,形成更多的微孔。关于微孔形成过程,曾汉民等有详细的报道^[3]。

上述实验结果表明,以 PAN 纤维为原料制备活性碳纤维,适当控制活化条件可兼顾

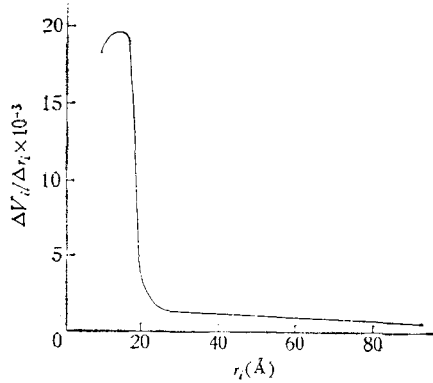


图5 PAN 基活性碳纤维的孔径分布

产品性能及收率。以活化温度为 850°C ，反应时间 2 小时， CO_2 流量 4 l/min 较为适宜。实验结果还表明 PAN 系活性碳纤维具有比表面积大、微孔发达及吸脱附速度快等优点，可作为一种新型的吸附材料。

参 考 文 献

- [1] 進藤昭男, 科学 & 工業, 1979, 53(7), 248.
 [2] Watt, W. and Green, J., "Carbon Fibers their Composites and Applications", London, 1971, p. 23.
 [3] 曾汉民等, 合成纤维工业, 1983, (4), 13.

PREPARATION OF ACTIVATED CARBON FIBER (ACF) CONTAINING NITROGEN ATOM AND IT'S ABSORPTION BEHAVIOR

Jia Lei, Chen Sailu and Wang Xiugang

(Institute of Chemistry, Academia Sinica)

ABSTRACT

Polyacrylonitrile (PAN) fiber was activated at various temperature for varying lengths of time in different flux of CO_2 . In this experiment, it is good for activation that the temperature is 850°C and periods of time 2 hrs, flux of CO_2 4 l/min . In this way the ACF which has a specific surface area $900\text{--}1000\text{ m}^2/\text{g}$ and absorbs CCl_4 $60\text{--}70\%$ (in weight) was obtained. It has been found that the PAN ACF posses same properties as viscose ACF made in Japan through the determination of absorption, desorption and pore diameter distribution. In addition, the pore diameter distribution is narrow and the peak of distribution is about 30 \AA . It has larger specific surface, enabling easy absorption and quick desorption as compared with the conventional activated carbon. It is being noticed as a new absorbent.