

文章编号:1673-9469(2008)02-0048-04

正交试验法优选对苯二甲酸回收条件

李海红

(邯郸市职业技术学院,河北 邯郸 056001)

摘要:通过酸析正交试验对回收TA的工艺条件进行了试验研究,在正交试验和方差分析中,发现酸析时废水的温度、加酸的浓度、加酸时的搅拌速度、加酸速度均对试验结果有的影响。对回收TA的主要性能进行了系统的测定。分别对两种不同浓度的废水进行酸析试验,考察了废水水质的变化对酸析的影响。

关键词:海岛纤维废水;回收;TA;酸析;正交试验法
中图分类号: X52 **文献标识码:** A

Orthogonal test for optimization of recycling conditions

LI Hai-hong

(Handan Polytechnic College, Handan 056001, China)

Abstract: The paper has researched the influences that crystal conditions of acid eduction from sea - island fiber wastewater have on the quality of recovered TA. The orthogonal test and analysis of variance show that the temperature of the wastewater, the concentration of the acid added, the mixing speed of acid - adding, and the speed of acid - adding, have effects on the results of the experiments when acid is precipitating. This research also probes into the mechanism of crystal in acid eduction through the system mensuration and analyses of the main performances of recovered TA. The paper has also researched some experiments of acid eduction of two kinds of wastewater with different concentration, and surveyed the influence that the chang-ing of the wastewater quality has on the experiments of acid eduction.

Key words: sea - island fiber wastewater; recover; TA; acid eduction; orthogonal test

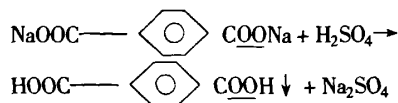
废水来源于江苏盛泽某印染厂的海岛纤维加工所生产的废水。废水的COD在32000mg/L左右, pH值在12-13之间,废水中含有对苯二甲酸钠盐、间苯二甲酸二甲酯-5-磺酸钠(SIPM)(或间苯二甲酸双羟乙酯-5-磺酸钠(SIPE)等。

本研究拟探讨海岛纤维废水酸析条件对回收TA质量的影响。由于结晶是一个复杂的过程,影响因素主要有废水水质,酸析时的温度、搅拌速度、加酸速度、酸浓度等。通过正交试验就这些因素对回收TA的性能影响进行了分析研究,为今后海岛纤维废水回收的工业化生产提供技术参考。

1 TA 废水酸析机理^[1,2]

酸析法是目前常用的处理方法。TA废水中的对苯二甲酸钠在碱性溶液中呈溶解性,而在酸性溶液中析出难溶解性的沉淀物对苯二甲酸(TA)。其反应如下:

酸析反应式



在资源回收方面,回收的资源要满足两个要求,第一,要使回收产品的质量高,纯度高;第二,

收稿日期:2008-03-25

基金项目:上海市科委重点科技攻关项目(02DZ12096)

作者简介:李海红(1973-),女,河北昌黎人,讲师,硕士,从事水处理研究。

要使产品的性能有利于回收的进行,回收效率高。

2 试验方案

结合结晶沉淀形成过程及影响因素,首先对1号的海岛纤维废水(COD为32 000mg/L,TA钠含量为20.16g/L,浊度为98度)进行了初步的酸析试验。根据试验结果,对1号废水采用正交设计的方法进行试验^[3-5]。

1)确定正交试验的影响因素个数及内容,本试验的影响因素有:温度A、加酸速度B、搅拌速度C、酸浓度D。

2)确定每个影响因素的水平。本试验为等水平正交设计,各影响因素的水平数为4。

3)根据初步试验,正交试验中各因素水平规定见表1。

4)确定正交试验的考核指标为保水率和抽TA泥饼的比阻。在回收过程中,由于保水率是回收的对苯二甲酸颗粒大小的一个衡量指标,比阻是泥饼脱水性能好坏的一个重要指标,因此正交试验中以保水率和比阻为衡量回收对苯二甲酸的考核指标。

表1 酸析试验影响因素水平列表

Tab.1 Acid analyzes the experimental influence factor level to tabulate

水浴温度 (°C)	加酸速度 (ml/min)	搅拌速度 (×130转/min)	酸浓度 (%)
A ₁ = 40	B ₁ = 1	C ₁ = 1	D ₁ = 5
A ₂ = 55	B ₂ = 3	C ₂ = 2	D ₂ = 10
A ₃ = 70	B ₃ = 5	C ₃ = 3	D ₃ = 15
A ₄ = 85	B ₄ = 7	C ₄ = 4	D ₄ = 20

5)设计正交试验表L₁₆(4⁴),按此试验表进行试验,并对试验结果进行分析。因为试验的两个考核指标是成正比的关系,即保水率越小,比阻也越小,试验结果越好。因此令:综合指标=保水率×比阻作为正交试验结果考核的考核指标,综合指标越小,试验结果越好。

6)通过正交试验,确定酸析时的最佳工艺条件,并确定各因素对回收的对苯二甲酸的性能的影响顺序,目的是找到最重要的影响因素并通过

单因素分析,确定单因素对回收的对苯二甲酸性能的影响。

7)在最佳工艺条件下,回收TA。回收流程为

加H₂SO₄

↓

海岛纤维废水→过滤→酸析→过滤→自来水洗涤→干燥→粗对苯二甲酸→提纯→精对苯二甲酸

3 正交设计试验结果及分析

3.1 正交试验的极差分析

用极差法分析正交试验结果应引出以下几个结论:

1)在试验范围内,各列对试验指标的影响从大到小的排队。某列的极差最大,表示该列的数值在试验范围内变化时,使试验指标数值的变化最大。所以各列对试验指标的影响从大到小的排队,就是各列极差D的数值从大到小的排队。

2)试验指标随各因素的变化趋势。

3)使试验指标最好的适宜的操作条件(适宜的因素水平搭配)。

4)对所得结论和进一步研究方向的讨论。

正交试验结果见表2。

通过酸析正交试验,可以得出以下结论:

1)以保水率和比阻为考核指标时,最佳的试验条件是A₄B₁C₃D₁。

2)因素对回收的对苯二甲酸考核指标的影响大小顺序为:温度>加酸速度>酸浓度、搅拌速度,酸浓度和搅拌速度影响相当。

3.2 正交试验的方差分析

正交试验的方差分析属于多因素方差分析,基本方法是将试验结果总的偏差平方和S_总(S_T),分解为由于因素水平变化引起的偏差平方和S_因及由试验误差引起的偏差平方和S_误(S_e),构成统计量F,计算F值。在给定的显著水平α下从F分布表查出临界值F_α,将F与F_α进行比较,作出显著性判断。分析表见表3。

通过方差分析可以看出,试验中的四个因素(温度、加酸速度)对试验结果有影响,其中温度影响特别显著,搅拌、酸浓度有影响。这一结果与3.1结论一致。

表2 酸析正交试验结果
Tab.2 Acids analyze the orthogonal test result

序号	A	B	C	D	考核指标		综合指标
	酸析温度 (℃)	加酸速度 (mL/min)	搅拌速度 (130n/min)	酸浓度 (%)	保水率 (%)	比阻 10 ¹¹ cm/g	保水率 × 比阻(10 ¹⁴)
1	1	1	1	1	502	5.79	2.91
2	1	2	2	2	583	6.04	3.52
3	1	3	3	3	577	6.05	3.49
4	1	4	4	4	591	6.40	3.78
5	2	1	2	4	513	4.27	2.19
6	2	2	1	3	534	5.26	2.81
7	2	3	4	2	528	5.17	2.73
8	2	4	3	1	527	5.07	2.67
9	3	1	3	2	511	4.03	2.02
10	3	2	4	1	515	4.57	2.35
11	3	3	1	4	523	5.11	2.67
12	3	4	2	3	520	4.83	2.51
13	4	1	4	3	497	4.08	2.03
14	4	2	3	4	467	4.45	2.08
15	4	3	2	1	476	4.54	2.16
16	4	4	1	2	487	4.87	2.37
I _j	13.70	9.14	10.76	10.23			
II _j	10.40	10.76	10.38	10.89			
III _j	9.55	11.05	10.26	10.40			
IV _j	8.64	11.33	10.89	10.72			
k _j	4	4	4	4			
I _j /k _j	3.425	2.285	2.690	2.5575			
II _j /k _j	2.600	2.690	2.595	2.7225			
III _j /k _j	2.388	2.7625	2.565	2.6000			
IV _j /k _j	2.160	2.8325	2.7225	2.6800			
D _j	1.265	0.5475	0.158	0.165			

表3 正交试验方差分析表

Tab.3 Orthogonals experiments variance analytical table

序号	A	B	C	D	E	结果
	酸析温度 (℃)	加酸速度 (mL/min)	搅拌速度 (130n/min)	酸浓度 (%)	e	
I _j	13.70	9.14	10.76	10.23	i	
II _j	10.40	10.76	10.38	10.89		
III _j	9.55	11.05	10.26	10.40		
IV _j	8.64	11.33	10.89	10.72		
k _j	4	4	4	4		$\sum_{i=1}^{16} y_i = 42.29$
I _j /k _j	3.425	2.285	2.690	2.5575		$\bar{y} = 2.643$
II _j /k _j	2.600	2.690	2.595	2.7225		
III _j /k _j	2.388	2.7625	2.565	2.6000		
IV _j /k _j	2.160	2.8325	2.7225	2.6800		
极差 D _j	1.265	0.5475	0.158	0.165		
偏差平方和 S _j	3.648	0.72	0.1512	0.375	S _e = 0.095	S _总 = $\sum_{i=1}^{16} (y_i - \bar{y})^2 = 4.598$
自由度 f _j	3	3	3	3	16 - 3 - 3 - 3 - 3 = 4	
方差 V _j	1.216	0.24	0.0504	0.125	V _e = 0.024	
方差比 F _j	50.67	10	2.10	5.212		
F _{0.25} (3,4)	2.05	2.05	2.05	2.05		
F _{0.10} (3,4)	4.19	4.19	4.19	4.19		
F _{0.05} (3,4)	6.59	6.59	6.59	6.59		
F _{0.01} (3,4)	16.69	16.69	16.69	16.69		
显著性	**	*	(*)	[*]		

3.3 正交试验结果

酸析的最佳试验条件是 $A_4B_1C_3D_1$, 即: 酸析温度为 85°C , 加酸速度为 $1\text{mL}/\text{min}$, 搅拌速度为 $130 \times 3\text{n}/\text{min}$, 酸浓度为 5% 。

根据方差分析中 F 值的大小, 可以得出酸析试验中四个因素对回收的对苯二甲酸的性能影响顺序为: 温度 > 加酸速度 > 酸浓度 > 搅拌速度。

根据酸析试验的方差分析, 发现四个因素对回收的对苯二甲酸性能均有显著的影响。其中温度、加酸速度影响特别显著。

4 影响趋势分析

加酸速度为 4 次, 第一次为 $1\text{mL}/\text{min}$, 每次递增 $1\text{mL}/\text{min}$ 。搅拌速度为 $2 \times 130\text{n}/\text{min}$, 搅拌 5 次, 每次递增 $1 \times 130\text{n}/\text{min}$ 。加酸浓度为 5 次, 第一次 5% , 每次递增 5% 。进行回归分析, 得到最佳条件见表 4。

表 4 最佳实验条件

Tab.4 Best experimental conditions

温度 ($^\circ\text{C}$)	加酸速度 (mL/min)	搅拌速度 ($130 \times \text{Cn}/\text{min}$)	酸浓度 (%)
$A_1 = 85$	$B_2 = 2$	$C_3 = 3$	$D_4 = 5$

在最佳的条件下回收的 TA 性能如下: 回收产品的灰分为 0.04% , 总酸含量为 98.87% 、酸值为 $675\text{mgKOH}/\text{g}$ 和光密度为 91.20% 。

5 不同浓度的废水酸析试验

本试验是对 2 号废水 (COD 分别为 $17\ 000\text{mg}/\text{L}$, TA 含量为 $10.60\text{g}/\text{L}$) 进行酸析试验。通过试验希望能找到废水水质与酸析试验时影响因素之间的关系。酸析试验影响因素、因素水平及取值, 与 1 号废水 (COD 为 $36\ 218\text{mg}/\text{L}$, TA 为 22.62) 相同。

通过正交试验可以得出如下结论:

1) 以保水率和污泥比阻为考核指标, 最佳的

试验条件是 $A_4B_1C_3D_2$ 。

2) 四个因素对产品考核指标的影响大小顺序为温度 > 加酸速度 > 酸浓度 > 搅拌速度。

3) 从试验数据看出, 2 号废水酸析回收 TA 的保水率比阻比 1 号废水回收 TA 的要小, 这是因为沉淀颗粒的大小与沉淀时反应物的浓度有关, 由冯·韦曼经验公式, 沉淀时反应物的浓度较低 (即 Q 值较小), 则生成的晶核数目也较小, 沉淀颗粒较大; 反之, 则易生成大量晶核, 得到小颗粒的晶体。2 号废水比 1 号废水的浓度低, 所以回收 TA 的晶体颗粒较大, 保水率比阻较小, 由此可以判定, 1 号废水回收的 TA 质量也较好。

4) 温度的影响仍然是最大, 其次是加酸速度, 温度和加酸速度的影响趋势和 1 号废水一样。在最佳条件下, 1 号废水和 2 号废水回收对苯二甲酸后, 废水的 COD_{Cr} 的去除率分别为 87% 和 79% , TA 的回收率分别为 81% 和 76% 。

6 结束语

海岛纤维废水回收对苯二甲酸具有明显的环境效益、社会效益和经济效益。海岛纤维企业遍布全国, 在一些地区还比较密集, 它的污染日益严重, 它的处理已成为人们关注的焦点。本文为海岛纤维废水的处理提供了一个良好的方法, 不仅解决了处理的难点和重点, 而且还回收了有用的资源, 变废为宝。

参考文献:

- [1] 韩洪军, 刘立凡. UASB - AF 处理高浓度涤纶聚酯废水试验研究[J]. 中国沼气, 1999, 17(3): 13 - 16.
- [2] 郑荣惠. 美国 AMOCO 公司对苯二甲酸废水处理技术浅析[J]. 化工环保, 1991, 11(3): 152 - 156.
- [3] 陆经委. 正交法在 PTA 生产中粒径控制上的应用[J]. 聚酯工业, 2002, 15(1): 6 - 8.
- [4] 俭济斌. 多因素试验正交优选法[M]. 北京: 科学出版社, 1976.
- [5] 关颖男, 施大德. 试验设计方法入门[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1985.

(责任编辑 刘存英)

正交试验法优选对苯二甲酸回收条件

作者: [李海红](#), [LI Hai-hong](#)
作者单位: [邯郸市职业技术学院, 河北, 邯郸, 056001](#)
刊名: [河北工程大学学报\(自然科学版\)](#) 
英文刊名: [JOURNAL OF HEBEI UNIVERSITY OF ENGINEERING \(NATURAL SCIENCE EDITION\)](#)
年, 卷(期): 2008, 25 (2)
被引用次数: 2次

参考文献(5条)

1. 韩洪军; 刘立凡 [UASB-AF处理高浓度涤纶聚酯废水试验研究](#) [期刊论文] - [中国沼气](#) 1999 (03)
2. 郑荣惠 [美国AMOCO公司对苯二甲酸废水处理技术浅析](#) 1991 (03)
3. 陆经委 [正交法在PTA生产中粒径控制上的应用](#) [期刊论文] - [聚酯工业](#) 2002 (01)
4. 俭济斌 [多因素试验正交优选法](#) 1976
5. 关颖男; 施大德 [试验设计方法入门](#) 1985

引证文献(2条)

1. 董健, 林福贵, 黄立仁, 肖江, 韦文 [SQ36型切梗机电控柜降温装置的研制](#) [期刊论文] - [广西轻工业](#) 2011 (9)
2. 魏效玲, 薛冰军, 赵强 [基于正交试验设计的多指标优化方法研究](#) [期刊论文] - [河北工程大学学报\(自然科学版\)](#) 2010 (3)

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_hbjzkjxyxb200802013.aspx