

3 结果与讨论

3.1 单因素实验

3.1.1 时间对合成的影响 在不同的时间下进行絮凝剂的合成，然后测定除浊率。用 10% 的氢氧化钠溶胀 2 g 花椒残渣，加入阳离子 2 g，240 W 微波功率作用分别为 30、40、50、60、70 s 的除浊率分别为 82.2%、83.6%、89.6%、90.3% 和 90.5%。可见合成絮凝剂的处理效果随作用时间的增加而增加，但在 50、60、70 s 的时候增加的不明显，故选择 60 s 进行以后的研究。

阳离子的用量对合成的影响：用 10% 的氢氧化

钠溶胀 2 g 花椒残渣，加入 0.6、1.2、1.8、2.4、3.0 g 阳离子，在 240 W 微波功率作用 60 s，其除浊率分别为 81.4%、85.7%、87.7%、90.8% 和 96.0%。可见合成絮凝剂的处理效果随阳离子用量的增加而增加，阳离子加入量为 3.0 g 时，絮凝效果达到最好，除浊率最高，因此阳离子用量选为 3.0 g。

3.2 用正交实验确定合成的最佳条件

做 3 因子 3 水平的正交试验，以反应时间、反应功率以及花椒与阳离子醚化剂的摩尔比为三因素，实验所得的数据如表 1 所示。

Table 1 Perpendicularity test with different parameters of the microwave synthesis experiment

No.	Reaction time / s	Microwave power / W	Ratio ⁽¹⁾	Nephelometer reading / %
1	50	240	2:1	84.1
2	50	280	1:1	86.5
3	50	320	1:2	91.5
4	60	240	1:1	93.2
5	60	280	1:2	91.9
6	60	320	2:1	91.2
7	70	240	1:2	91.0
8	70	280	2:1	93.2
9	70	320	1:1	90.9
M ₁	268.3	262.1	268.5	—
M ₂	271.6	271.6	270.6	—
M ₃	273.6	275.1	274.4	—
m ₁	89.43	87.37	89.50	—
m ₂	90.5	90.53	90.20	—
m ₃	91.2	91.70	91.43	—
R	5.3	13.00	5.9	—
S	1.6987	10.8561	1.9098	—

⁽¹⁾ Ratio of zamthoxylum to cation

从正交实验数据可以看出，阳离子醚化剂的量最重要。从而也得出了絮凝剂制作工艺的最佳条件，考虑到实际应用和成本的问题，选择最短时间和最小的功率选择条件是：微波时间为 70 s、微波功率为 280 W、花椒与阳离子醚化剂的质量比为 1:1。

3.3 絮凝试验

为了了解絮凝剂的使用条件及絮凝效果，故需要做几组絮凝试验。

3.3.1 不同 pH 值对废水处理的影响 取 5 杯 200 mL 废水，调节 pH 值分别为 7、8、9、10、11，

放入 0.3 g 絮凝剂,以 3 r/s 的速率快速搅拌 3 min,在以 0.2 r/s 的速率搅拌 3 min,静置 1 h,然后取距离液面 8 mm 处的水进行浊度测定,与上述 pH 值相应的除浊率分别为 78.7%、84.8%、88.7%、91.3% 和 90.8%。可见随着酸度的增加,絮凝效果先升高后下降,但为使处理污水可以进行回用,故选择 pH 值为 8 进行絮凝。

3.3.2 不同温度对废水处理的影响 取 0.4 g 絮凝剂放入 200 mL 污水中,搅拌,调节 pH 值为 8,放入温度分别为 10、20、30、40 的水浴中,静置 2 h 后测得的除浊率分别为 91.0%、94.1%、99.1% 和 98.4%。可见 30 的除浊率最好。

3.4 重现性试验

3.4.1 做重现性试验以证明正交实验得出的最佳条件是否最好 取 2 g 花椒用 10% 的氢氧化钠溶胀 30 min,在加入阳离子醚化剂 2 g,在微波 280 W 下反应 70 s。取 200 mL 废水加入絮凝剂调节 pH 值为 10,搅拌,放置 2 h 后测定透光率及除浊率。透光率分别为 95%、86% 和 90%,除浊率分别为 93.14%、91.08% 和 93.50%。数据证明正交实验得出的条件为最佳条件。

4 结论

(1) 利用废弃的花椒残渣通过接枝共聚可以制得天然高分子絮凝剂;(2) 通过实验,可以得到絮凝剂的最佳合成条件以及最佳絮凝条件,最佳合成

条件是 70 s、280 W、阳离子与花椒的比例为 1:1;(3) 合成的絮凝剂的使用条件为:在 pH 为 8 左右,即碱性条件下使用效果最佳。

参考文献

- 1 刘雄. 食品与发酵工业, 2002, 6(29): 62-66
LIU Xiong. Extract Ingredient Zanthoxylum, 2002, 6(29): 62-66
- 2 张卯均, 余兴远, 邓左卿, 等. 三废治理与利用. 北京: 冶金工业出版社, 1995. 109-111
ZHANG Maojun, YU Xingyuan, DENG Zuoqing, *et al.* Govern and utilize of trashes. Beijing: Metallurgical Publishing House, 1995. 109-111
- 3 McCormick C L, Lee Soon Park. J Polym Sci, 1981, 10(19): 2229-2241
- 4 Burr R C, Fanta G F, Doane W M. J Appl Polym Sci, 1979, 11(24): 1387-1389
- 5 Hebeish A. J Appl Polym Sci, 1997, 6(66): 1029-1037
- 6 Jahngen E G E, Lentz R R, Pesheck P S, *et al.* J Org Chem, 1999, 8(55): 2406-2408
- 7 乔晓光, 李耀先, 刘福安. 第一届微波化学学术讨论会论文集. 长春: 1996.10, 63
QIAO Xiaoguang, LI Yaoxian, LIU Fuan. Proceedings of First National Conference on Microwave Chemistry, Changchun, 1996. 10, 63
- 8 Lewis D A, Summers J D. J Polym Sci, Part A: Polym Chem, 1992, 3(30): 1647-1650

A study on microwave synthesis of flocculant from zanthoxylum remnant

LI Lanqingzi DENG Yu FENG Jianmin

(Tianjin University of Science and Technology, College of Chemistry and Industry, Tianjin University of Science and Technology, Tianjin Pulp and Paper Lab, Tianjin 300222)

ABSTRACT Zanthoxylum remnant was synthesized into flocculant, under microwaves, which can be used in wastewater treatment. The study shows that the best way to synthesize the flocculant is as follows. The ratio of cation and Zanthoxylum remnant is 1:1 with microwaves of 280 W in power for 70 s, and the best flocculation parameters is 30 and pH 8.

KEYWORDS Zanthoxylum, Flocculant, Microwave

CLC TQ314.253, TQ432.12, TQ432.434