

直接黄 11 染料电渗析脱盐

诸爱士,成 忠

(浙江科技学院 生物与化学工程学院,杭州 310023)

摘要: 采用电渗析法对直接黄 11 染料进行脱盐纯化,考察了电流密度、染料液室流量、染料质量浓度、盐的质量分数及 pH 值等对直接黄 11 染料电渗析脱盐过程的脱盐率与染料损失率的影响。实验表明,电渗析可有效脱除染料中的无机盐,在实验的电流密度 $1.5\sim 5.0\text{ mA/cm}^2$ 、染料室流量 $0.12\sim 0.21\text{ L/min}$ 、染料质量浓度 $4\sim 16\text{ g/L}$ 、盐的质量分数 $5\%\sim 20\%$ 及 pH $3.8\sim 12$ 范围内,直接黄 11 染料液的脱盐率均达到 99% 以上,染料损失率小于 2%。

关键词: 染料;直接黄 11;电渗析;脱盐

中图分类号: TQ028.8

文献标识码: A

文章编号: 1671-8798(2010)03-0178-05

Desalination of direct yellow 11 dye with electro dialysis

ZHU Ai-shi, CHENG Zhong

(School of Biological and Chemical Engineering, Zhejiang University of Science and Technology, Hangzhou 310023, China)

Abstract: The electro dialysis desalination of direct yellow 11 dye was investigated. The effects of current density, dye solution room flow rate, dye concentration, salt contents of the solution and pH on desalination rate and dye loss rate of the electro dialysis desalination process of direct yellow 11 dye were also studied. The experiment results showed that the inorganic salts existing in direct yellow 11 dye solution can be removed effectively. Under operating condition, current density $1.5\sim 5.0\text{ mA/cm}^2$, dye solution room flow rate $0.12\sim 0.21\text{ L/min}$, dye concentration $4\sim 16\text{ g/L}$, salt contents $5\%\sim 20\%$ and pH $3.8\sim 12$, the desalination efficiency is all reached more than 99% and the loss rate of dye is less than 2%.

Key words: dye; direct yellow 11; electro dialysis; desalination

在染料生产过程中,纯化浓缩工艺通常采用盐析、压滤方法,所得产品为含有大量盐分和部分未反应小分子杂质的粗制染料。无机盐的存在既影响染料的染色强度又影响染料的品质,以致这种染料不能用

收稿日期: 2010-01-10

基金项目: 浙江省自然科学基金资助项目(Y406053)

作者简介: 诸爱士(1966—),男,浙江湖州人,副教授,主要从事传递与分离应用研究。

于许多高档的场合与高技术领域;同时排出大量高色度、高COD的含盐废水还会污染环境。纳滤膜技术为染料的精制提供了便捷的方法,有多人报道了纳滤膜分离的性能与工艺^[1-3]。纳滤脱盐浓缩过程分两步:先恒容纳滤脱盐,处理过程中不断地向染料水溶液中加水,保持染料溶液的体积不变,染料的浓度基本不变,盐含量逐渐减少,待盐含量达到要求后,停止加水;再进行浓缩以降低后续喷雾干燥的能耗。但此法脱盐精制,所需时间长,耗水及含盐废水量大,脱盐率低于95%、染料中盐的质量分数仍在1%~3%^[1,3-4]。目前,电渗析脱盐技术已应用于化工生产^[5]和废水处理^[6-7],对非电解质和两性分子的电渗析脱盐纯化也引起关注^[8-9],但用于染料脱盐的研究报道还很少。本研究以直接黄11染料为对象,采用电渗析法对其实施脱盐纯化,考察电流密度、流量、染料质量浓度、盐的质量分数、pH值等因素的影响。

1 实验部分

1.1 实验原料

直接黄11染料为工业品;硫酸钠、氯化钠均为AR。

1.2 实验设备

电渗析器(自制),200 mm×150 mm×70 mm,单张膜的有效面积为125 mm×80 mm,10对膜,采用钛板涂二氧化钨电极,磺酸型苯乙烯系异相阳离子交换膜和季胺型苯乙烯系异相阴离子交换膜(浙江千秋环保水处理有限公司);WYL305×2S型双路直流稳压稳流电源(杭州余杭四岭电子设备有限公司);DDS-11A型电导率仪(上海雷磁仪器厂);WFJ722E型可见光度计(上海光谱仪器有限公司)。实验装置见图1。

1.3 实验方法

染料液、盐水和极水各自独立循环,计量流量,采用批量循环式脱盐的方式。电渗析器为三室式即染料液室、盐水和极室。实验操作流程:配制相关溶液,置于相应储罐,设置条件通电分离,计时并测定吸光度和电导率,控制各室流量,保持各室体积基本不变,实验结束计量相应体积。

1.4 实验分析与效果表示

用去离子水配制染料溶液,测定其最大吸收波长为535 nm,建立质量浓度与吸光度的工作曲线;测定电导率,扣除去离子水电导率,建立染料质量浓度与电导率工作曲线;建立盐质量浓度与电导率工作曲线;实验证明盐的存在不影响溶液吸光度测定。由溶液吸光度确定染料浓度,计算得染料对应电导率,再由溶液电导率扣除染料电导率得到盐对应的电导率,计算得盐浓度。

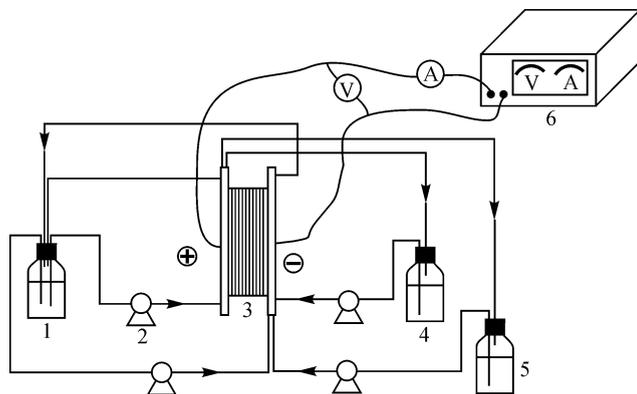
脱盐效果用脱盐率与染料损失率表示:

$$\text{脱盐率 } Y = \frac{c_2 v_0}{c_1 v_1} \times 100\%$$

式中: c_1 、 c_2 —脱盐起始染料液和终了盐水中盐的质量浓度, g/L; v_1 、 v_0 —脱盐起始染料液和终了盐水的体积, L。

$$\text{染料损失率 } R = \frac{c_0 v_0}{c_a v_1} \times 100\%$$

式中: c_a 、 c_0 —脱盐起始染料液和终了盐水中染料质量浓度, g/L。



1—电极液储罐;2—泵;3—电渗析器;4—染料液室储罐;5—盐水池储罐;6—电源

图1 实验装置图磁链发生器结构

Fig.1 Schematic diagram of the experimental apparatus

脱盐率、染料损失率均会随脱盐时间的延长而增大,直至基本不变。实验结果用脱盐率与时间的关系曲线和脱盐过程最终的染料损失率来表达。

2 实验结果与讨论

2.1 电流密度的影响

配制 6 g/L 的染料溶液,盐(以 NaCl 计,下同)的质量分数为 10% (相对染料量,下同),染料室流量 0.21 L/min,分别在电流密度 1.5, 2.0, 2.5, 3.5, 5.0 mA/cm² 下进行脱盐,考察对脱盐的影响,结果见图 2 与表 1。

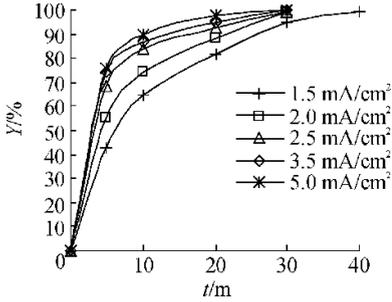


图 2 电流密度对脱盐影响

Fig.2 Effects of current density on desalination

起始阶段,由于染料溶液电阻小而电流大,使盐离子迁移速度快;随着离子的迁移,染料室电阻增大而电流减小,脱盐速率逐渐变慢。在同一时间间隔内,脱盐速率随电流密度的增加而增大,脱盐率均能达到 99% 以上,染料中盐的质量分数均低于 0.5%;但电流密度 1.5 mA/cm² 时脱盐率达不到 100%,这是由于电渗析的最低工作电流用于补偿浓差扩散的反向电流,此时电渗析过程不再具有除盐作用。染料损失率随电流密度增加有所增大,据分析这可能是在较高的电流密度下有机膜微孔的选择通透性发生变化,从而使染料离子在电流的作用下进入膜的微孔并通过膜,使染料损失率有所增大。由于溶液电导率的限制,2.5 mA/cm² 后,再增大设置电流密度对脱盐率几乎没有影响。

2.2 流量的影响

配制 10 g/L 的染料溶液,其盐的质量分数为 10%,电流密度 2.5 mA/cm²,分别在染料室流量 0.12, 0.15, 0.18, 0.21 L/min 下进行脱盐,考察对脱盐的影响,结果见图 3 与表 2。

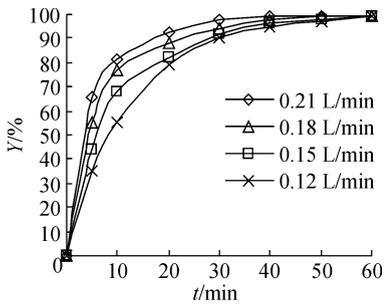


图 3 流量对脱盐的影响

Fig.3 Effects of flow rate on desalination

各条件下最终染料中盐的质量分数低于 0.4%,脱盐率均可达到 99% 以上。单位时间内脱盐速率随染料室流量增大而加快,据分析这可能缘于流量增加使溶液湍流程度加剧,膜表面的层流层变薄,阻力变小而使离子迁移加快。染料损失率随流量增大而减小,据分析这可能是在较大流量条件下离子交换膜边

表 1 电流密度对染料损失率影响

Table 1 Effects of current density on loss rate of dye

电流密度 / (mA · cm ⁻²)	R/%	电流密度 / (mA · cm ⁻²)	R/%
1.5	0.4	3.5	0.6
2.0	0.55	5.0	0.6
2.5	0.6		

表 2 流量对染料损失率的影响

Table 2 Effects of flow rate on loss rate of dye

染料室流量 / (L · min ⁻¹)	R/%	染料室流量 / (L · min ⁻¹)	R/%
0.12	1.6	0.18	1.3
0.15	1.5	0.21	1.3

界层离子传递速率加快,达到相同脱盐率(99%以上)时染料室料液脱盐时间缩短,从而使染料损失率减小。

2.3 染料质量浓度的影响

配制 4,6,8,10,16 g/L 的染料溶液,其盐的质量分数均为 10%,分别在电流密度 2.5 mA/cm²,染料室流量 0.21 L/min 下进行脱盐,考察对脱盐的影响,结果见图 4 与表 3。

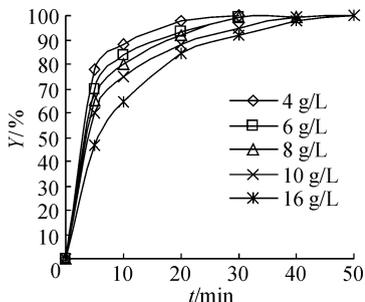


图 4 染料质量浓度对脱盐的影响

Fig.4 Effects of dye concentration on desalination

表 3 染料质量浓度对染料损失率的影响

染料质量浓度 / (g · L ⁻¹)	R/%	染料质量浓度 / (g · L ⁻¹)	R/%
4	0.4	10	1.3
6	0.6	16	1.9
8	0.7		

最终染料中盐的质量分数均低于 0.6%,脱盐率均达到 99% 以上。随着染料浓度的增加,脱盐率增幅降低,达到相同脱盐率所需时间增加,染料损失率增加。这主要是染料浓度大,浓差渗透增加,脱盐时间延长,使相应的染料损失率增大。

2.4 盐的质量分数的影响

配制 10 g/L 的染料溶液,电流密度 2.5 mA/cm²,染料室流量 0.21 L/min,考察其盐的质量分数分别为 5,10,15,20% 时的脱盐情况,结果见图 5 与表 4。

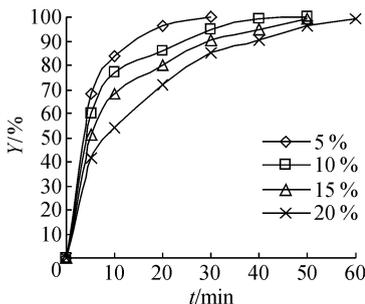


图 5 盐的质量分数对脱盐的影响

Fig.5 Effects of salt contents on desalination

表 4 盐的质量分数对染料损失率的影响

盐的质量分数 / %	R/%	盐的质量分数 / %	R/%
5	0.7	15	1.5
10	1.3	20	1.7

最终染料中最大盐的质量分数低于 0.7%,脱盐率均可以达到 99% 以上,但脱盐所需时间随盐的质量分数的增加而延长。不同的盐的质量分数下,起始阶段由于离子浓度大电阻小而电流大,离子迁移速度快,脱盐率增加速度差别不大,中、后阶段由于电阻增大电流减小,脱盐率增大速度差距明显。染料损失率亦随脱盐时间的延长而有增大。

2.5 pH 值的影响

配制 10 g/L 的染料溶液,电流密度 2.5 mA/cm²,染料室流量 0.21 L/min,盐的质量分数 10%,原始染料溶液 pH 值为 6.4,用 HCl 与 NaOH 分别调染料溶液的 pH 值为 3.8 与 12.0,考察染料溶液 pH 值对脱盐的影响,结果见图 6 与表 5。

结果表明,染料溶液的 pH 值对脱盐率几乎没有影响,均能达到 99% 以上。染料中盐的质量分数低于 0.5%,pH 值对脱盐速率及染料损失率有一定影响;染料溶液酸性与碱性条件下由于其电导率高致电

流大,因此脱盐速率比原始溶液大,达到相同脱盐率所需时间短,因而染料损失有所减少。

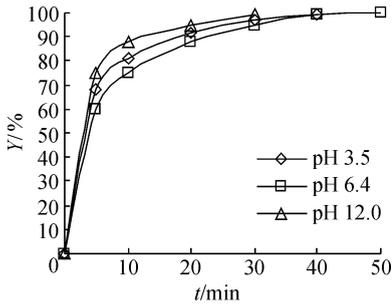


图 6 pH 值对脱盐的影响

Fig.6 Effects of pH on desalination

表 5 溶液 pH 对染料损失率的影响

Table 5 Effects of pH on loss rate of dye

pH	R/%	pH	R/%
3.8	1.1	12.0	0.9
6.4	1.3		

3 结 语

实验结果表明,采用电渗析法可以成功脱除直接黄 11 染料中的无机盐,且脱盐率可以达到 99% 以上;较高的操作电流密度和较大的染料室流量可以加快脱盐速率;染料损失率随电流密度提高而增大,随流量增大而减小,其值小于 2%;在实验范围内,染料质量浓度、盐的质量分数与溶液 pH 值对脱盐速率和染料损失率有影响,对脱盐率影响不大。此结果对工业生产具有一定的参考价值。

过程的电流效率、更高的染料质量浓度与盐的质量分数、膜的污染影响与防治等有待于进一步研究。

参考文献:

- [1] 柴红,周志军,陈欢林.纳滤膜脱盐浓缩染料的研究[J].高校化学工程学报,2000,14(5):461-464.
- [2] ISMAIL K, DINCER T. Effects of operating conditions on the salt rejection of nanofiltration membranes in reactive dye/salt mixtures[J]. Separation and Purification Technology,2003,33(3):283-294.
- [3] 沙文博,冯晖,吴沪宁,等.活性紫染料纳滤脱盐精制的研究[J].南京工业大学学报:自然科学版,2005,27(1):97-100.
- [4] 冯晖,吴沪宁,沙文博,等.活性黑染料纳滤脱盐浓缩的研究[J].化工时刊,2004,18(7):46-47.
- [5] 赵经纬,干建文,刘和德,等.IDA 法草甘膦废液电渗析脱盐的研究[J].农药,2008,47(2):103-105.
- [6] TORAJ M, ANITA K. Water shortage and seawater desalination by electrodialysis[J]. Desalination,2003,158(1/3):267-270.
- [7] MOHTADA S, AMIR R, TORAJ M. Separation of differentions from wastewater at various operating conditions using electrodialysis[J]. Separation and Purification Technology,2007,54(2):147-156.
- [8] 唐宇,龚燕,王晓林,等.1,3-丙二醇发酵液电渗析脱盐工艺的优化[J].水处理技术,2005,31(4):41-44.
- [9] ELISSEEVA T V, SHAPOSHNIK V A, LUSCHIK I G. Demineralization and separation of amino acids by electrodialysis with ion-exchange membranes[J]. Desalination,2002,149(1/3):405-409.