

平均值: 1349.96 °C  
 标准差: 0.59 °C  
 最大值: 1351.00 °C  
 最小值: 1348.39 °C

结果表明,本系统的 PID 控温策略具有极高的稳定性,将高温阶段的温度波动控制在 ±1°C 的极窄范围内,远优于传统手动控温方式,为寿命测试提供了高度一致的温度条件。

### 5 寿命测试结果与行业意义

对国产首钢炉丝与进口 Kanthal A1 炉丝 中科院最新款 IMR 丝在同条件下进行对比测试,结果如下表所示:

序号	品牌	丝径	温度	累积时间 (小时)
1	kanthal A1	2.6	1350	38.07
2	kanthal A1	2.6	1350	34.07
3	kanthal A1	2.6	1350	35.2
4	kanthal A1	2.6	1350	37.13
5	kanthal A1	2.6	1350	36.13
	平均值			36.12
1	首钢 HYZ	2.6	1350	39.73
2	首钢 HYZ	2.6	1350	35.73
3	首钢 HYZ	2.6	1350	32.1
	平均值			35.85
1	中科院 IMR	2.5	1350	43.73
2	中科院 IMR	2.5	1350	41.2
3	中科院 IMR	2.5	1350	45.2
	平均值			43.38

测试结果表明,在 1350° C 的严苛条件下,进口 Kanthal 炉丝的快速寿命值在 34-38 个小时之间,平均 36.12 小时,首钢 32-39 之间,平均 35.85 小时,中科院最新款 IMT 丝则 41-45 之间,平均达到 43.38 小时,相比进口

Kanthal A1 丝,寿命提升 20%,各样本之间误差符合国标 10% 以内。更重要的是,本研究提供的方法首次实现了对该寿命值的高频、全自动、数字化记录与量化分析,采样数量超过 10 万点/每次试验,避免了传统人工记录的主观性和不完整性。重要意义还在于,中科院国产丝质量已超过了进口炉丝。首钢丝也不差,基本上可以替代进口丝 A1。

本研究的意义在于:

提供标准方法:为行业提供了可复现、高一一致性的标准测试方法。

打破数据黑箱:用客观、量化的数据替代“品牌效应”和“行业传言”,为评价国产与进口炉丝性能提供了坚实的数据基础。

推动行业进步:任何研究机构或企业均可根据本文所述原理及示意图,搭建自己的自动化测试平台,共同积累基础数据,从而推动国产电热材料的设计、工艺改进与质量提升,最终打破国外垄断。

### 6 结语

本文通过系统分析炉丝快速寿命测试中的误差来源,提出了一套综合性的测温与控温解决方案,并设计实现了自动化测试系统。实验结果表明,该方法能显著提高测试的准确性与重复性,适用于不同丝径的炉丝寿命评估,具有较高的工程应用价值和推广前景。

### 参考文献

- [1] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 高电阻电热合金:GB/T 1234-2012[S]. 2012.
- [2] 国家技术监督局. 高电阻电热合金快速寿命试验方法:GB/T 13300-1991[S]. 1991.
- [3] 电热丝及带的寿命试验方法:JIS C2524-1997[S].
- [4] 深圳市拉普拉斯能源股份有限公司. 一种电阻丝快速寿命测试方法:ZL202211740314.6[P].2023-06-23.

# Preparation of Ru/ Organic-modified Vermiculite and Its Catalytic Oxidation Performance of Toluene

Chen Shihong<sup>1</sup> Yang Danhong<sup>1\*</sup> Wang Lei<sup>2</sup> Liu Mingdeng<sup>1</sup> Wang Xing<sup>1</sup>

1. Jiangxi Environmental Engineering Vocational College, Ganzhou, Jiangxi, 341000, China;

2. Lingnan Normal University, Zhanjiang, Guangdong, 524048, China

## Abstract

The organic modified vermiculite supported ruthenium catalyst (Ru/O-V) was prepared by adsorption-precipitation method using organic modified vermiculite as the carrier. The structure was characterized by XRD, XPS and BET. The catalytic oxidation performance of the catalyst was investigated using toluene as the model VOCs. The results showed that Ru/O-V had excellent performance in the catalytic oxidation reaction of toluene. Under the optimal process conditions, the conversion rate of toluene reached 98.2%, and after being recycled and regenerated, the catalyst was reused for 10 times, and the conversion rate of catalytic oxidation of toluene still reached over 95%, demonstrating excellent stability.

## Keywords

Toluene; Organic modified vermiculite; Catalytic oxidation; Adsorption-precipitation method

## Ru/ 有机改性蛭石的制备及其催化氧化甲苯性能研究

陈世洪<sup>1</sup> 杨丹红<sup>1\*</sup> 王磊<sup>2</sup> 刘明灯<sup>1</sup> 王醒<sup>1</sup>

1. 江西环境工程职业学院, 中国·江西 赣州 341000

2. 岭南师范学院, 中国·广东 湛江 524048

## 摘要

以有机改性蛭石为载体, 采用吸附-沉淀法制备了有机改性蛭石负载钌催化剂 (Ru/O-V), 通过XRD、XPS和BET等手段进行了结构表征, 以甲苯为模型 VOCs, 考察了催化剂的催化氧化性能。结果表明: Ru/O-V催化剂在甲苯催化氧化反应中具有优良的性能, 适宜工艺条件下, 甲苯的转化率达98.2%, 催化剂再生效率大于90%, 催化剂回收再生后循环使用10次, 催化氧化甲苯的转化率仍达到95%以上, 具有很好的稳定性。

## 关键词

甲苯; 有机改性蛭石; 催化氧化; 吸附-沉淀法

## 1 引言

挥发性有机化合物 (VOCs) 作为光化学烟雾和二次有机气溶胶的重要前体, 对生态环境和人类健康造成了严重危害<sup>[1]</sup>。苯系 VOCs (如苯, 甲苯等) 作为一种特定类型的 VOCs, 会破坏大气中的臭氧层, 作为污染防治攻坚战的重要组成部分受到广泛关注<sup>[2]</sup>。

催化氧化技术可以在温和条件下将苯系 VOCs 完全降解为无害的 CO<sub>2</sub> 和 H<sub>2</sub>O, 并且不产生有害副产物。催化氧化 VOCs 的技术关键在于选择合适的催化剂, 贵金属催化剂

凭借其高活性、强抗中毒能力和良好的可再生性能, 被优先地应用于 VOCs 催化剂配方的开发中<sup>[1,3]</sup>。这些贵金属通常负载于 TiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub> 等常用载体上制成负载型贵金属催化剂, 可以提高活性组分的分散度, 促进反应物在催化剂表面的吸附并较大程度地降低贵金属的使用量, 成为目前研究的热点<sup>[4,5]</sup>。

本研究以有机改性蛭石 (O-V) 为负载载体, 通过吸附-沉淀法将 RuCl<sub>3</sub> · xH<sub>2</sub>O 中的 Ru 负载到有机改性蛭石上制得 Ru / O-V 催化剂, 利用 XRD、XPS 和 BET 对其进行表征。以甲苯作为模型 VOCs, 考察了温度、空速、甲苯浓度等对催化氧化性能的影响, 为苯系 VOCs 的治理提供一种可行的途径。

## 2 试剂与方法

### 2.1 试剂

甲苯, 分析纯, 国药集团化学试剂有限公司; 蛭石,

【基金项目】江西省教育厅科学技术研究项目 (项目编号: GJJ2205405)。

【作者简介】陈世洪 (1968-), 男, 中国江西于都人, 本科, 教授, 从事环境保护与治理研究。

工业级，新疆尉犁新隆蛭石有限责任公司；硝酸(以 HNO<sub>3</sub> 质量分数计)，65%；RuCl<sub>3</sub>·xH<sub>2</sub>O(以 Ru 质量分数计)，37%；其他试剂均为分析纯。

## 2.2 催化剂制备

催化剂的制备参考文献 [6] 进行。

## 2.3 催化剂表征

XRD 分析利用 D8-ADVANCE 型 X-射线衍射仪，1° -50° 扫描，扫描速度为 2°/min；XPS 分析采用 Thermo Scientific Escalab 250 型电子能谱仪；BET 通过北京国仪精测技术有限公司的 V-Sorb 2802 型比表面积及孔径分析仪测定，采用 horworth - kavazoc 法和 BJH 法测定样品的微孔和中孔体积。

## 2.4 催化剂评价

常压下以甲苯在固定床反应器中的催化氧化作为探针反应评价样品的 VOCs 催化氧化性能。将制得的催化剂放入石英管反应器中，通过反应器中段的热电偶控制反应温度，以空气作为载气，调节甲苯的浓度与空速。使用的原料气均为高纯级(99.99%)，流量通过质量流量控制器调节。采用日本岛津公司 GC-2014 型气相色谱仪分析甲苯以及催化产物的浓度。

# 3 结果与讨论

## 3.1 催化剂表征

### 3.1.1 XRD 分析

催化剂的 XRD 谱图如下图所示。

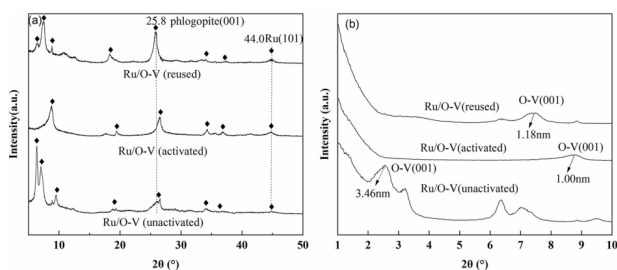


图 1 Ru / O-V 催化剂的 XRD 谱图

(a): 5° -50° (b): 1° -10°

图 1(a) 可以看出，催化剂经过活化处理后，谱图中并未出现新的衍射峰，说明无新的晶相在蛭石上形成，活化处理只改变了蛭石的层状结构，使其规整性变差，活化后蛭石的特征衍射峰向大角度方向漂移，峰形变宽的同时强度下降。结合图 1 (b) 中催化剂活化前在 2.5° 处蛭石的特征衍射峰，强度 d001 = 3.46 nm，说明蛭石经过有机改性后层间距加大，这有利于 Ru 的进入，活性组分 Ru 的特征衍射峰未出现在有机改性蛭石上，说明活性组分 Ru 在活化过程中较好的分散在蛭石表面，未发生聚集现象。由图 1(a) 还可以看出，重复使用的催化剂，由于使用过程中载体的部分剥离导致 25.8° 处衍射峰强度增强。

### 3.1.2 XPS 分析

为进一步了解催化剂表面活性组分的存在形态，利用 XPS 对催化剂进行了分析，结果见图 2。

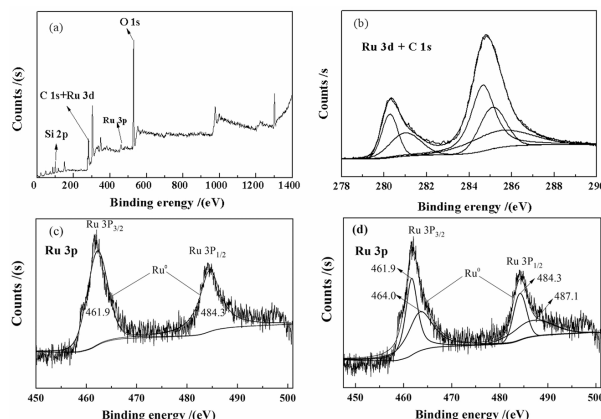


图 2 Ru / O-V 催化剂的 XPS 谱图

从图 2(a) 和 2(b) 可见，Ru 3d 谱图与 C 1s 谱图重叠，因此采用 Ru 3p 轨道进行分析。从图 2(c) 和 2(d) 可见，461.9 eV 和 484.3 eV 为金属 Ru 的特征结合能，在 464.0 eV 和 487.1 eV 处还出现了 RuO<sub>x</sub> 的特征结合能，说明催化剂表面有 RuO<sub>x</sub> 存在。从图 2(d) 还可以看出，金属 Ru 的特征峰强度明显高于 RuO<sub>x</sub> 特征峰强度，说明活性组分主要以金属形态存在。

### 3.1.3 BET 分析

样品的 BET 分析结果见表 1。

表 1 样品的 BET 分析结果

样品	比表面积 (m <sup>2</sup> /g)	孔径 (nm)	孔体积 (cm <sup>3</sup> /g)
蛭石	28.0513	4.6001	0.0709
有机改性蛭石 (O-V)	31.0109	4.2345	0.0702
Ru/O-V 催化剂	10.1522	6.2033	0.0364

由表 1 可以看出，蛭石和有机改性蛭石的比表面积没有明显变化。活性组分加入后，比表面积减小，平均孔径增大，这可能与微孔堵塞有关。

## 3.2 催化剂的性能评价结果

### 3.2.1 温度对催化氧化反应的影响

温度是催化氧化反应中一个重要的控制参数，它不仅影响反应的速率和催化剂的活性，还可能改变产物的选择性和反应的机理。保持其他反应条件不变，考察不同温度下，催化剂催化氧化甲苯的性能，结果如图 3 所示。

反应条件：空速 40000 mL/(g·h)、甲苯浓度 800 ppm

从上图可以看出，甲苯的转化率随着温度的升高而逐渐增大，当温度超过 220 °C 时，甲苯的转化率趋于平稳，综合考虑，选择反应温度为 220 °C 为宜。

### 3.2.2 空速对催化氧化反应的影响

工业生产过程中的废气的排放量并不是恒定不变的，因