



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102717092 A

(43) 申请公布日 2012.10.10

(21) 申请号 201210167256.2

(22) 申请日 2012.05.25

(71) 申请人 北京化工大学

地址 100029 北京市朝阳区北三环东路 15  
号

(72) 发明人 卫建军 刘文娟 王陆涛

(74) 专利代理机构 北京思海天达知识产权代理  
有限公司 11203

代理人 张慧

(51) Int. Cl.

*B22F 9/24* (2006.01)

*B22F 1/02* (2006.01)

*C02F 1/46* (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 4 页

(54) 发明名称

一种纳米铁基双金属颗粒及制备方法

(57) 摘要

一种纳米铁基双金属颗粒及制备方法,属于金属纳米颗粒技术领域。零价铜沉积于纳米级零价铁颗粒表面,零价铜和零价铁的质量比为(1~11):100。在室温、搅拌及通氮气条件下使纳米级零价铁颗粒和二水合氯化铜以质量比 37:1~3.7:1 在水中反应 0.5 小时,然后将生成的固体用脱氧去离子水洗涤 3~4 次,得到纳米铜/铁双金属颗粒。本发明提供的纳米铜/铁双金属颗粒的脱氯能力与纳米级零价铁相比得到显著提高,合成工艺简单,易于操作,重复性强。

1. 一种纳米铁基双金属颗粒,其特征在于,零价铜沉积置换于纳米级零价铁颗粒表面,零价铜和零价铁的质量比为(1 ~ 11):100。

2. 权利要求 1 所述的一种纳米铁基双金属颗粒,其特征在于,零价铜沉积于纳米级零价铁颗粒表面,零价铜和零价铁的质量比为(1.5-11):100。

3. 权利要求 1 所述的一种纳米铁基双金属颗粒,其特征在于,零价铜沉积于纳米级零价铁颗粒表面,零价铜和零价铁的质量比为(5.8-11):100。

4. 一种纳米铁基双金属颗粒的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:在室温、搅拌及通氮气条件下使纳米级零价铁颗粒和二水合氯化铜以质量比 37:1 ~ 3.7:1 在水中反应 0.5 小时,然后将生成的固体用脱氧去离子水洗涤 3 ~ 4 次,得到纳米铜 / 铁双金属颗粒。

5. 权利要求 4 所述的一种纳米铁基双金属颗粒的制备方法,其特征在于,制备过程中采用纳米级零价铁颗粒质量浓度为 3.5 ~ 12 克 / 升。

## 一种纳米铁基双金属颗粒及制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于金属纳米颗粒技术领域,涉及一种纳米铁基双金属颗粒及其合成方法,应用于环境污染治理。

### 背景技术

[0002] 以纳米级零价铁对地下水或工业废水中的氯代烃污染物进行脱氯处理是一项环境友好的技术。但因纳米级零价铁颗粒与氯代烃反应速率低而影响其对氯代烃的脱氯效率。为此有必要对其进行结构改性以提高其脱氯能力。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的是提高纳米级零价铁对氯代烃污染物的脱氯能力,提供一种纳米铁基双金属颗粒及其制备方法。

[0004] 本发明提供一种纳米铁基双金属颗粒,其特征在于,零价铜沉积置换于纳米级零价铁颗粒表面,零价铜和零价铁的质量比为(1~11):100,优选(1.5-11):100,更优选(5.8-11):100。

[0005] 本发明提供一种纳米铁基双金属颗粒的制备方法:

[0006] 在室温、搅拌及通氮气条件下使纳米级零价铁颗粒和二水合氯化铜以质量比37:1~3.7:1在水中反应0.5小时,然后将生成的固体用脱氧去离子水洗涤3~4次,得到纳米铜/铁双金属颗粒。

[0007] 制备过程中纳米级零价铁颗粒的质量浓度优选采用3.5~12克/升,制备得到的纳米铜/铁双金属颗粒中铜:铁质量比范围为(1~11):100。

[0008] 本发明具有以下有益效果:

[0009] 1) 本发明所提供的纳米铜/铁双金属颗粒中,铜既是氯代烃脱氯反应的催化剂,又可以与铁形成原电池。在用纳米铜/铁双金属处理水中的氯代烃污染物时,铁被水腐蚀放出的电子传递给铜,使水中的质子在铜表面上被还原为吸附态氢和分子氢;同时氯代烃分子被吸附在催化剂铜表面上,碳-氯键发生断裂,氯原子被氢取代,氯代烃发生脱氯反应。与纳米级零价铁颗粒相比,纳米铜/铁双金属颗粒的脱氯能力得到显著提高,可应用于地下水修复和工业废水处理等领域。

[0010] 2) 本发明所提供的纳米铜/铁双金属颗粒的合成工艺简单,易于操作,重复性强。

### 附图说明

[0011] 图1、实施例1制备的纳米铜/铁双金属颗粒的透射电子显微镜照片

[0012] 图2、实施例1制备的纳米铜/铁双金属颗粒的扫描电子显微镜照片

[0013] 图3、实施例1制备的纳米铜/铁双金属颗粒的扫描电子显微镜-X射线能谱分析结果。

[0014] 图4、实施例1制备的纳米铜/铁双金属颗粒对三氯乙烯的脱氯效果

- [0015] 图 5、实施例 2 制备的纳米铜 / 铁双金属颗粒对三氯乙烯的脱氯效果
- [0016] 图 6、实施例 3 制备的纳米铜 / 铁双金属颗粒对三氯乙烯的脱氯效果
- [0017] 图 4、图 5 和图 6 中纵坐标浓度数值为对三氯乙烯初始浓度的摩尔百分比。
- [0018] 以下结合附图和具体实施方式对本发明作进一步说明。

### 具体实施方式

#### [0019] 实施例 1

[0020] 1) 在室温下将 1.86 克七水合硫酸亚铁溶解于 25 毫升脱氧去离子水中,然后在搅拌过程中于 15 分钟内加入 0.54 克  $\text{NaBH}_4$ ,将生成的固体用脱氧去离子水洗涤 3 次,得到纳米级零价铁颗粒。

[0021] 2) 将 0.05 克二水合氯化铜用 15 毫升脱氧去离子水溶解并加入 25 毫升上述纳米铁浆液中,在室温及通氮气条件下搅拌 30 分钟,然后将生成的固体用脱氧去离子水洗涤 3 ~ 4 次,得到纳米铜 / 铁双金属颗粒。

[0022] 由图 1 和图 2 可以看出,实施例 1 制备的纳米铜 / 铁双金属颗粒的粒径约为 50 纳米,颗粒之间连接成树枝状。由图 3 可以看出,该纳米铜 / 铁双金属颗粒中铜的质量百分比为 5.5%。

[0023] 取实施例 1 制备的纳米铜 / 铁双金属颗粒(投加量为 1.85g/L)与初始浓度为 23.8 毫克 / 升的三氯乙烯在水中 25℃下反应,从反应瓶顶空(顶空和反应混合液体积比为 21:29)取样分析,结果如图 4 所示。可以看出,33 小时后三氯乙烯的去除率以及乙烷和乙烯总产率分别达到 93.0% 和 39.9%。而相同条件下纳米级零价铁与三氯乙烯反应 8 小时后转化率仅为 0.08%。由此说明铜的加入可提高纳米级零价铁的脱氯能力。

#### [0024] 实施例 2

[0025] 1) 在室温下将 1.86 克七水合硫酸亚铁溶解于 25 毫升脱氧去离子水中,然后在搅拌过程中于 15 分钟内加入 0.54 克  $\text{NaBH}_4$ ,将生成的固体用脱氧去离子水洗涤 3 次,得到纳米级零价铁颗粒。

[0026] 2) 将 0.10 克二水合氯化铜用 15 毫升脱氧去离子水溶解并加入 25 毫升上述纳米铁浆液中,在室温及通氮气条件下搅拌 30 分钟,然后将生成的固体用脱氧去离子水洗涤 3 ~ 4 次,得到纳米铜 / 铁双金属颗粒,其中铜 : 铁质量比为 11:100。

[0027] 取实施例 2 制备的纳米铜 / 铁双金属颗粒(投加量为 1.85g/L)与初始浓度为 23.8 毫克 / 升的三氯乙烯在水中 25℃下反应,从反应瓶顶空(顶空和反应混合液体积比为 21:29)取样分析,结果如图 5 所示。可以看出,30 小时后三氯乙烯的去除率以及乙烷和乙烯总产率分别达到 93.2% 和 40.6%。

#### [0028] 实施例 3

[0029] 1) 在室温下将 1.86 克七水合硫酸亚铁溶解于 25 毫升脱氧去离子水中,然后在搅拌过程中于 15 分钟内加入 0.54 克  $\text{NaBH}_4$ ,将生成的固体用脱氧去离子水洗涤 3 次,得到纳米级零价铁颗粒。

[0030] 2) 将 0.01 克二水合氯化铜用 15 毫升脱氧去离子水溶解并加入 25 毫升上述纳米铁浆液中,在室温及通氮气条件下搅拌 30 分钟,然后将生成的固体用脱氧去离子水洗涤 3 ~ 4 次,得到纳米铜 / 铁双金属颗粒,其中铜 : 铁质量比为 1:100。

[0031] 取实施例 3 制备的纳米铜 / 铁双金属颗粒(投加量为 1.85g/L)与初始浓度为 23.8 毫克 / 升的三氯乙烯在水中 25℃下反应,从反应瓶顶空(顶空和反应混合液体积比为 21:29)取样分析,结果如图 6 所示。可以看出,33 小时后三氯乙烯的去除率以及乙烷和乙炔总产率分别达到 88.0% 和 36.0%。

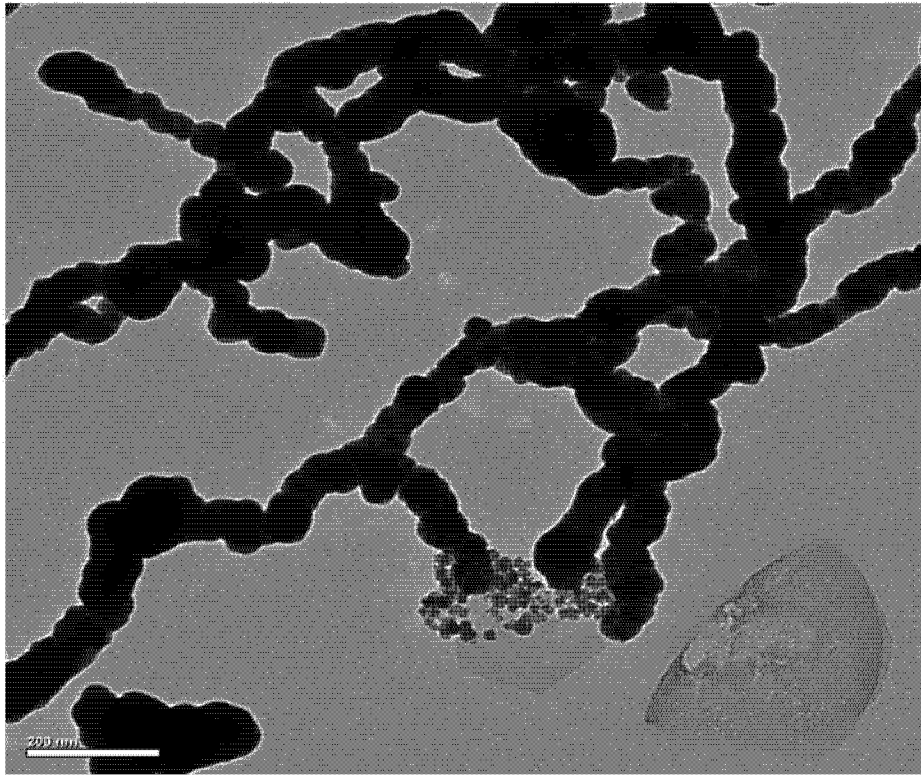


图 1

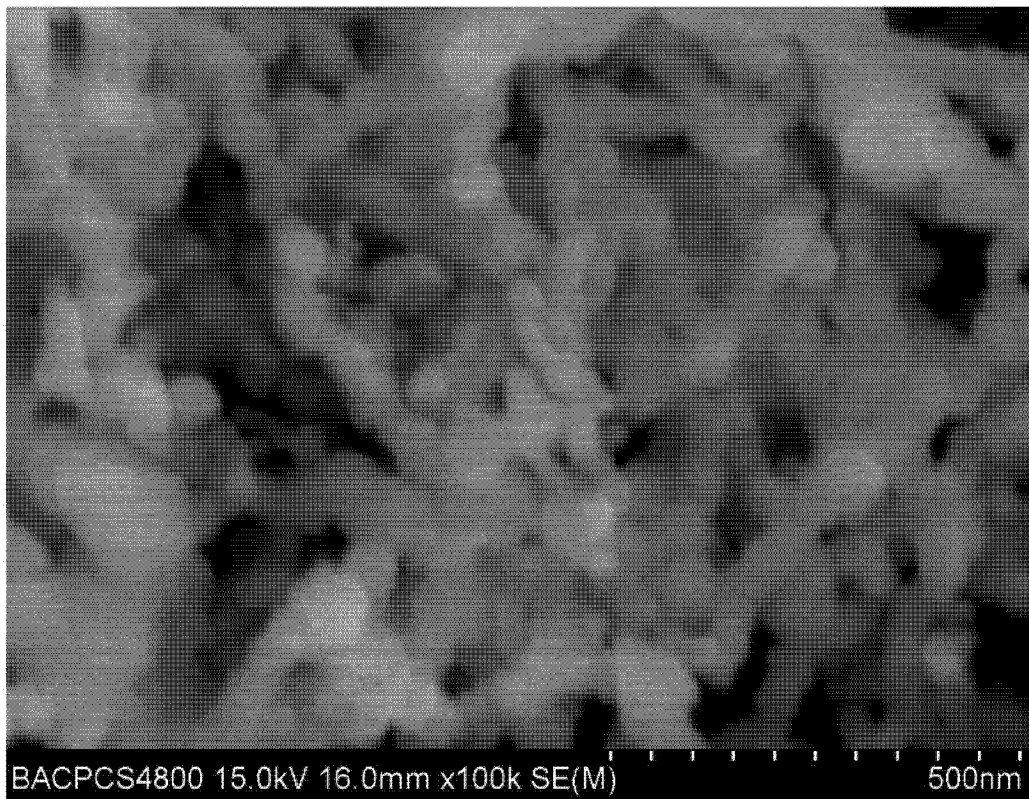
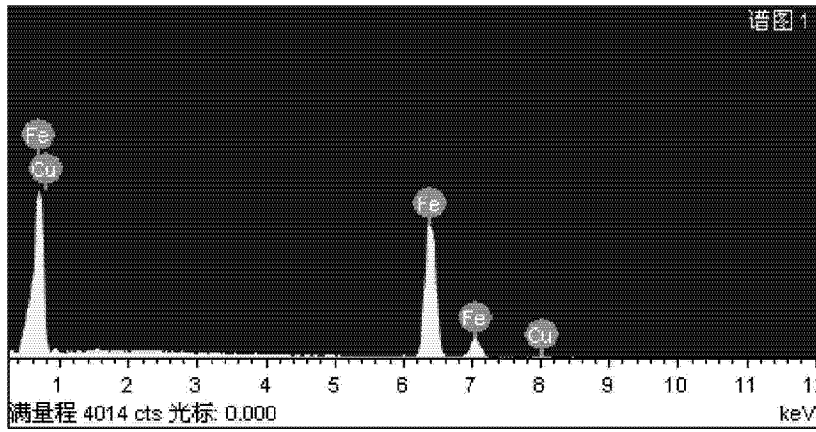


图 2



元素	重量百分比
Fe	94.50
Cu	5.50
总量	100.00

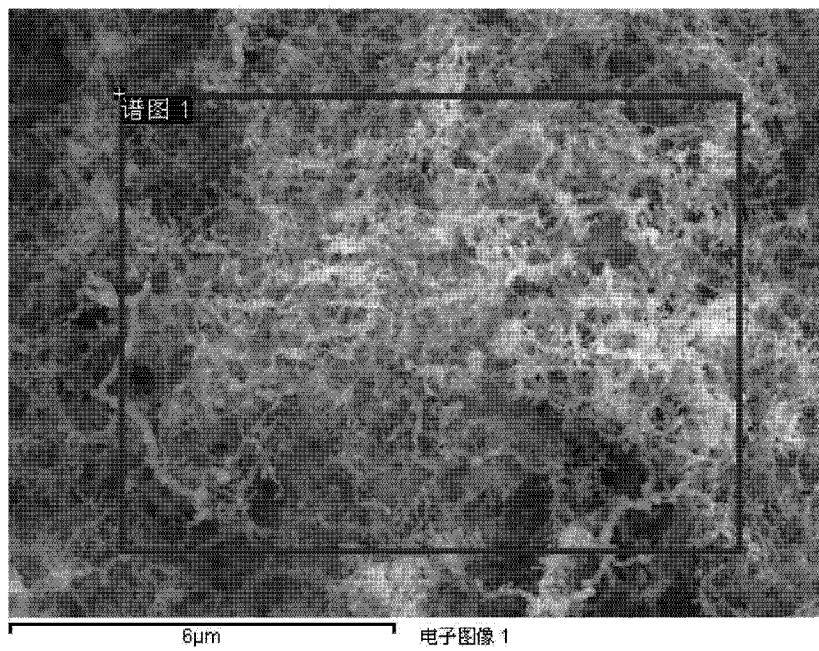


图 3

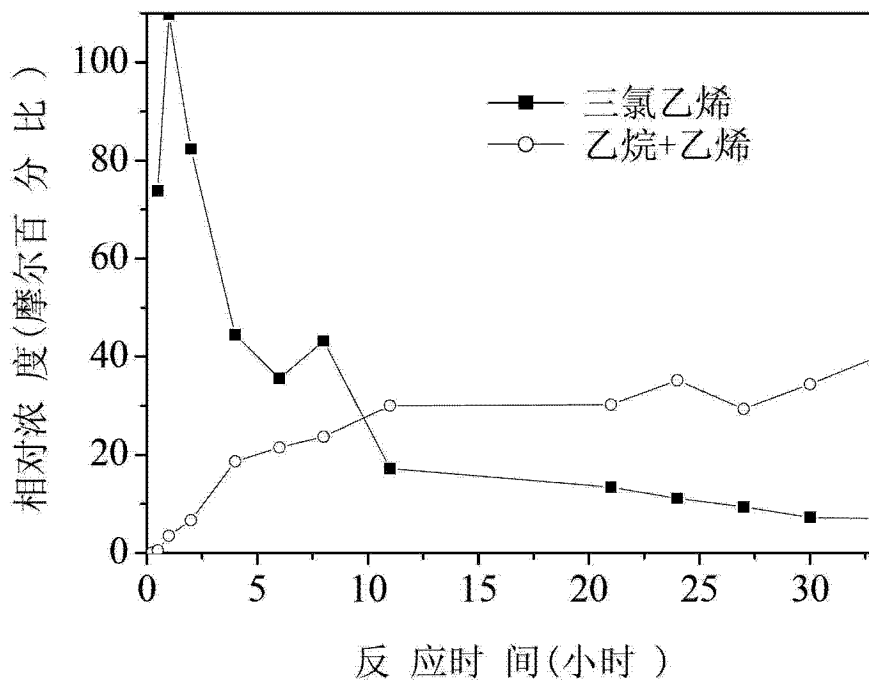


图 4

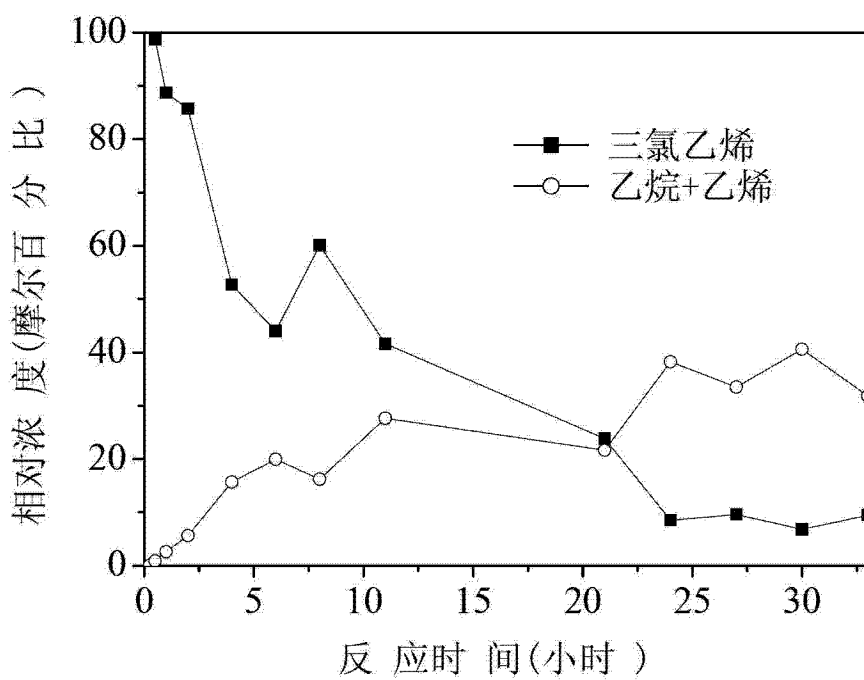


图 5

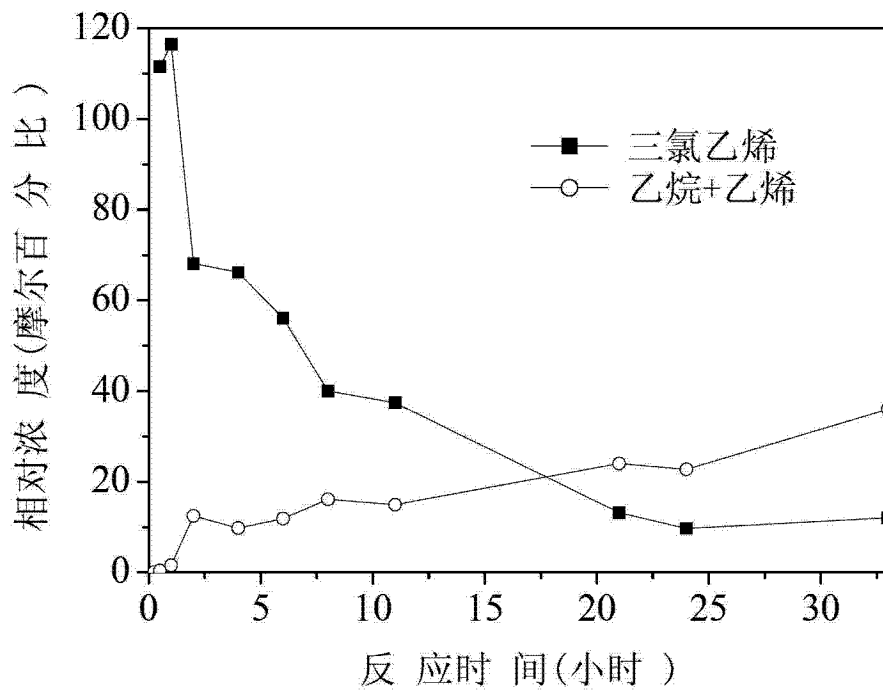


图 6