(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 102000541 B
(45)授权公告日 2013.04.10

(21)申请号 201010553328.8

(22)申请日 2010.11.22

(73)专利权人 广西大学
地址 530004 广西壮族自治区南宁市西乡塘区大学路100号

(72)发明人 马少健 莫伟 唐丽群 苏秀娟 廖芳艳 林美群 杨金林 胡治流 王桂芳 杨梅金

(74)专利代理机构 广西南宁公平专利事务所有限责任公司 45104
代理人 黄永校

(51)Int.Cl.
B01J 20/12(2006.01)
B01J 20/30(2006.01)
C02F 1/28(2006.01)

(56)对比文件
US 5292908 A,1994.03.08, 实施例.
EP 0523041 B1,1995.07.19, 实施例.
JP 特开平8-198617 A,1996.08.06, 实施例.
CN 1769191 A,2006.05.10, 实施例.

审查员 曾文锋

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54)发明名称

一种海绵状膨润土基复合吸附材料及其制备方法

(57)摘要

一种海绵状膨润土基复合吸附材料及其制备方法，通过配料、混料、塑化挤出得到直径2～5mm细条状的膨润土基复合材料挤出物，将所述挤出物导入室温水中冷却，同时采用剪刀将细条状产物切成短柱状或细条状，然后将所述产物放入25～100℃的水中浸泡5～20分钟，使材料吸水润湿，再放入气流膨化机的罐体内，转动并加热罐体，当罐体内气压达到0.5～1.0MPa时，打开罐体料口，释放罐体内的气体，即得所述复合吸附材料。采用本发明扩大了膨润土与塑料复合挤出的造粒产品的孔隙尺寸和连通程度，从而显著提高造粒产品的吸附能力和吸附速率。本发明的产品适用于含重金属离子的废水处理。

CN 102000541 B

1. 一种海绵状膨润土基复合吸附材料的制备方法，其特征在于，该方法包括以下步骤：

取天然膨润土 70wt％，接着加入热塑性高分子聚合物聚乙烯 30wt％，搅拌 30 分钟，然后将混合好的试样加入双螺杆塑料挤出机的喂料漏斗中，待双螺杆塑料挤出机各区段达到所设定的输送段 190℃，塑化段 200℃，熔融段 210℃，压缩挤出段 220℃的加热温度，启动主机进行挤出，得到细条状产物，其直接进入水槽冷却、切割，最后得到短柱状吸附剂，

将短柱状吸附剂放入 25℃水中浸泡 10 分钟，捞出放入膨化设备内，盖上密封盖，加热并转动膨化罐体，使其迅速升温，当罐内压力值达到 0.5MPa 时，停止加温，打开机盖即得海绵状膨润土基复合吸附材料。

2. 一种海绵状膨润土基复合吸附材料的制备方法，其特征在于，该方法包括以下步骤：

取天然膨润土 70wt％，接着加入热塑性高分子聚合物聚乙烯 30wt％，搅拌 30 分钟，然后将混合好的试样加入双螺杆塑料挤出机的喂料漏斗中，待双螺杆塑料挤出机各区段达到所设定的加热温度，即输送段 190℃，塑化段 200℃，熔融段 210℃，压缩挤出段 220℃，启动主机进行挤出，得到细条状产物，其直接进入水槽冷却、切割，最后得到短柱状吸附剂，

将短柱状吸附剂放入 25℃水中浸泡 12 分钟，捞出放入膨化设备内，盖上密封盖，加热并转动膨化罐体，使其迅速升温，当罐内压力值达到 0.8MPa 时，停止加温，打开机盖即得海绵状膨润土基复合吸附材料。

3. 一种海绵状膨润土基复合吸附材料的制备方法，其特征在于，该方法包括以下步骤：

取天然膨润土 60wt％，加入辅助选择性吸附原料 10wt％，搅拌 15 分钟，再加入热塑性高分子聚合物聚丙烯 25wt％和聚乙烯 5wt％，搅拌 15 分钟，然后将混合好的试样加入双螺杆塑料挤出机的喂料漏斗中，待双螺杆塑料挤出机各区段达到所设定的加热温度，即输送段 190℃，塑化段 200℃，熔融段 210℃，压缩挤出段 220℃，启动主机进行挤出，得到细条状产物，将所得到的细条状产物放入水槽冷却、切割，最后得到短柱状吸附剂，

将短柱状吸附剂放入 25℃水中浸泡 16 分钟，捞出放入膨化设备内，盖上密封盖，加热并转动膨化罐体，使其迅速升温，当罐内压力值达到 1MPa 时，停止加温，打开机盖即得海绵状膨润土基复合吸附材料，

所述的辅助选择性吸附原料为粉煤灰、木屑、活性炭、玉米秆、高炉渣、盐花、淀粉、沸石、煤矸石中的一种或几种组合。

一种海绵状膨润土基复合吸附材料及其制备方法

一、技术领域

[0001] 本发明涉及一种处理水和废水的吸附剂，特别是一种海绵状膨润土基复合吸附材料及其制备方法。

二、背景技术

[0002] 膨润土是以蒙脱石为主要成份的黏土岩，具有天然的吸附和阳离子交换性能，可作为吸附材料用于水和废水处理。但是，由于膨润土的粘土矿物特性，颗粒微细，在水环境中使用时易于分散浆化，形成悬浮液，导致固液分离困难，并且难以回收再用，影响膨润土在水和废水处理中的实际应用。为解决这一问题，马少健等在实验室制备了一种塑料骨架型膨润土复合吸附剂（专利号 200710035221.2）。该专利技术采用螺杆塑料挤出机将塑料原料与膨润土进行混匀复合，挤出成条，最后切粒得到挤出造粒型膨润土基复合吸附材料产品。具体实施步骤是：(1) 配料：将干燥后的天然膨润土或改性膨润土 40 ～ 70wt％，热塑性高分子聚合物 30 ～ 60wt％，辅助选择性吸附原料 0 ～ 10wt％的比例进行配料。(2) 混料：按所述比例先将干燥后的天然膨润土和辅助选择性吸附原料在高速混合机内混合 15 ～ 30 分钟，然后再加入热塑性高分子聚合物混合 15 ～ 20 分钟。(3) 塑化挤出：将所述混料加入到双螺杆塑料挤出机进行塑化挤出，塑化挤出温度控制在 240℃以下，主机螺杆与喂料螺杆的转速比设定为 2 ： 1，得到直径为 2 ～ 5mm 细条状产物，将该产物放入水槽快速冷却，之后取出。(4) 干燥：将冷却后的细条状产物自然干燥或用热风干燥，干燥温度控制在热塑性高分子聚合物软化温度以下。(5) 切粒：将干燥后的细条状产物采用自动切粒机切粒，得到粒状产物。按照这一专利技术生产的吸附剂产品解决了膨润土固液分离困难的问题，同时也实现了吸附剂的再生。但是，由于在生产过程中，塑料原料与膨润土复合后经过挤出机的小孔出口时要经受较大的压力，导致复合产品比较致密，孔隙小，孔隙的连通度低，因此，复合产品的吸附速率较低。本申请专利是在专利号 200710035221.2 的专利技术基础上，为提高膨润土基复合吸附剂材料在水和废水处理中的吸附能力和吸附速率而发明的一种新的吸附剂产品及其制备方法。

三、发明内容

[0003] 本发明的目的是提供一种海绵状膨润土基复合吸附材料及其制备方法，主要解决膨润土在水和废水处理中难于固液分离的问题以及采用膨润土与塑料复合挤出造粒产品致密，孔隙小，孔隙连通度低，吸附速率低的问题。

[0004] 本发明通过以下技术方案实现上述目的，一种海绵状膨润土基复合吸附材料及其制备方法，包括以下步骤：

[0005] (1) 按照中国专利号 200710035221.2 的实施步骤经过配料、混料、塑化挤出得到直径 2 ～ 5mm 细条状的膨润土基复合材料挤出物。

[0006] (2) 冷却和切料：将所述挤出物导入室温水中冷却，同时采用剪刀将其切成短柱状或细条状产物。

[0007] (3) 浸润吸水：将所述短柱状或细条状产物放入 25 ～ 100℃的水中浸泡 5 ～ 20 分钟，使材料吸水润湿。

[0008] (4) 扩孔膨化：将浸润吸水后的短柱状或细条状产物放入预热好的气流膨化机的罐体内，转动并加热罐体，当罐体内气压达到 0.5 ～ 1.0MPa 时，停止加热和转动罐体，打开罐体料口，释放罐体内的气体，即得到海绵状膨润土基复合吸附材料。

[0009] 其中，所述的膨润土为天然膨润土或改性膨润土。

[0010] 所述的热塑性高分子聚合物为聚乙烯、聚丙烯的一种或两种不同比例的组合。

[0011] 所述的辅助选择性吸附原料为粉煤灰、木屑、活性碳、玉米秆、高炉渣、盐花、淀粉、沸石、煤矸石中的一种或几种组合。

[0012] 所述辅助选择性吸附原料经过 100 目筛筛分处理；热塑性高分子聚合物可为粒状或粉状。

[0013] 本发明的突出技术效果在于：

[0014] 通过气流膨化以及膨化过程的压力控制，扩大了膨润土与塑料复合挤出的造粒产品的孔隙尺寸和连通程度，从而显著提高造粒产品的吸附能力和吸附速率，改善其使用性能。

四、具体实施方式

[0015] 实施例 1

[0016] 取天然膨润土 70wt％，接着加入热塑性高分子聚合物聚乙烯 30wt％，搅拌 30 分钟。然后将混合好的试样加入双螺杆塑料挤出机的喂料漏斗中，待双螺杆塑料挤出机各区段达到所设定的输送段 190℃，塑化段 200℃，熔融段 210℃，压缩挤出段 220℃的加热温度，启动主机进行挤出，得到细条状产物，其直接进入水槽冷却、切割，最后得到短柱状吸附剂。

[0017] 将短柱状吸附剂放入 25℃水中浸泡 10 分钟，捞出放入膨化设备内，盖上密封盖，加热并转动膨化罐体，使其迅速升温，当罐内压力值达到 0.5MPa 时，停止加温，打开机盖即得海绵状膨润土基复合吸附材料。

[0018] 以吸附铅离子为例，复合吸附材料无膨化处理时吸附铅离子的平衡时间为 8h，吸附量为 10.4mg/g，经膨化处理后所得的海绵状膨润土基复合吸附材料吸附铅离子的平衡时间为 4h，吸附量为 18.0mg/g，即吸附时间缩短一半，吸附量提高 73％。

[0019] 实施例 2

[0020] 取天然膨润土 70wt％，接着加入热塑性高分子聚合物聚乙烯 30wt％，搅拌 30 分钟。然后将混合好的试样加入双螺杆塑料挤出机的喂料漏斗中，待双螺杆塑料挤出机各区段达到所设定的加热温度，即输送段 190℃，塑化段 200℃，熔融段 210℃，压缩挤出段 220℃，启动主机进行挤出，得到细条状产物，其直接进入水槽冷却、切割，最后得到短柱状吸附剂。

[0021] 将短柱状吸附剂放入 25℃水中浸泡 12 分钟，捞出放入膨化设备内，盖上密封盖，加热并转动膨化罐体，使其迅速升温，当罐内压力值达到 0.8MPa 时，停止加温，打开机盖即得海绵状膨润土基复合吸附材料。

[0022] 将制得的海绵状膨润土基复合吸附材料用于铅离子吸附试验，结果表明该吸附材料吸附铅离子的平衡时间为 1h，吸附量为 20.1mg/g。

[0023] 实施例 3

[0024] 取天然膨润土 60wt%，加入辅助选择性吸附原料 10wt%，搅拌 15 分钟，再加入热塑性高分子聚合物聚丙烯 25wt%和聚乙烯 5wt%，搅拌 15 分钟。然后将混合好的试样加入双螺杆塑料挤出机的喂料漏斗中，待双螺杆塑料挤出机各区段达到所设定的加热温度，即输送段 190℃，塑化段 200℃，熔融段 210℃，压缩挤出段 220℃，启动主机进行挤出，得到细条状产物，将所得到的细条状产物放入水槽冷却、切割，最后得到短柱状吸附剂。

[0025] 将短柱状吸附剂放入 25℃水中浸泡 16 分钟，捞出放入膨化设备内，盖上密封盖，加热并转动膨化罐体，使其迅速升温，当罐内压力值达到 1MPa 时，停止加温，打开机盖即得海绵状膨润土基复合吸附材料。

[0026] 将制得的海绵状膨润土基复合吸附材料用于铅离子吸附试验，结果表明该吸附剂吸附铅离子的平衡时间为 1h，吸附量为 26.0mg/g。