



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108793308 A

(43)申请公布日 2018.11.13

(21)申请号 201810710866.X

(22)申请日 2018.07.03

(71)申请人 苏州佰锐生物科技有限公司

地址 215000 江苏省苏州市吴江区黎里镇
汾湖大道558号

(72)发明人 舒黎幼 邵明

(51)Int. Cl.

C02F 1/28(2006.01)

B01J 20/20(2006.01)

B01J 20/28(2006.01)

B01J 20/30(2006.01)

C02F 101/20(2006.01)

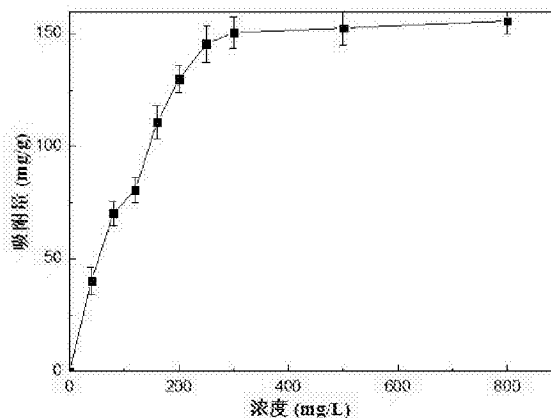
权利要求书1页 说明书3页 附图2页

(54)发明名称

一种高效去除废水中重金属镍离子的方法

(57)摘要

本发明涉及一种高效去除废水中重金属镍离子的方法,步骤包括:(1)石墨烯微球的制备;(2)利用石墨烯微球从废水中吸附镍离子,吸附后镍离子的洗脱;(3)测试吸附前后,镍离子的吸附量。该方法简单、高效、可反复使用,适用于规模化检测和高效去除废水中的重金属镍离子。



1. 一种高效去除废水中重金属镍离子的方法,包括下列步骤:

(1) 将氧化石墨烯溶解于水中,用超声雾化器将溶液雾化,然后通过管式炉,并用聚四氟乙烯滤膜收集,干燥,即得石墨烯微球吸附剂;

(2) 将一定量的步骤(1)中制备的石墨烯微球加入到一定浓度的含镍废水中,在室温及一定pH值的条件下,反应一定时间,然后离心,测试吸附前后镍离子的浓度,计算吸附量。

2. 根据权利要求1所述的一种高效去除废水中重金属镍离子的方法,其特征在于,所述步骤(1)中所述的氧化石墨烯溶液质量浓度为7-10 wt.%。

3. 根据权利要求1所述的一种高效去除废水中重金属镍离子的方法,其特征在于,所述步骤(2)中石墨烯微球的质量为5-15 mg。

4. 根据权利要求1所述的一种高效去除废水中重金属镍离子的方法,其特征在于,所述步骤(2)中镍离子溶液浓度为10~1000 mg/L。

5. 根据权利要求1所述的一种高效去除废水中重金属镍离子的方法,其特征在于,所述步骤(2)中溶液的pH值为2~10,反应时间为0~300 min。

6. 根据权利要求1所述的一种高效去除废水中重金属镍离子的方法,其特征在于,所述步骤(2)中离心转速为8000~12000 rpm,离心时间为3~10 min。

一种高效去除废水中重金属镍离子的方法

技术领域

[0001] 本发明属于环境化学的应用领域,特别涉及废水中重金属离子的高效去除方法。

背景技术

[0002] 石墨烯作为一种碳质新材料,自从被发现以来,由于其独特的二维单原子层结构,受到了人们的广泛关注。由于石墨烯具有大的比表面积和大的 π 共轭结构,使其有作为高吸附容量吸附剂的潜力,可应用于吸附废水中的重金属离子。但是片层石墨烯在固态时容易发生堆叠,且在溶液中易于团聚,这不仅使其溶液稳定性降低,同时也减小了其有效比表面积,降低了其吸附容量。同时,由于片层石墨烯大小不一,尽管在高速离心下,小片层的石墨烯也很难从溶液中分离出来,这样就造成了其作为吸附剂的应用障碍。与之相比,石墨烯微球具有更好的抗压性和抗团聚性,但是仍然保留了其比表面积大的优势,更适合作为吸附剂的使用。

[0003] 水环境中的重金属离子形态稳定、毒性大以及可以通过食物链在生物体内累积,严重危害生态环境和人类健康,重金属污染已成为人类面临的重要环境问题。化学镀镍废液传统的处理方法主要有离子交换法、沉淀法和电解法等,但是这些方法成本高,操作复杂且往往会引起二次污染,难以达到满意的效果。而吸附法相对于这些方法具有成本低、操作简单、可循环利用以及不易造成二次污染等优点,从而被广泛应用于含镍废水的处理。

发明内容

[0004]

本发明所要解决的技术问题是提供一种高效去除废水中重金属镍离子的方法,该方法以石墨烯微球作为吸附剂,采用静态吸附的方法,耗时较少,能够高效、高剂量的从废水中吸附重金属镍离子;本发明所使用的原材料价格低廉,所制得的石墨烯微球具有较好的抗压性和抗团聚性,且比表面积较大,具有后续相关应用的潜力。

[0005] 本发明的一种吸附剂吸附废水中重金属镍离子的方法,包括:

(1) 将氧化石墨烯溶解于水中,用超声雾化器将溶液雾化,然后通过管式炉,并用聚四氟乙烯PTFE滤膜收集,干燥,即得石墨烯微球吸附剂;

(2) 将石墨烯微球加入到一定浓度的含镍废水中,在室温,一定转速及一定pH值的条件下,反应一定时间,然后将溶液在室温、一定转速的条件下,进行离心,并用紫外分光光度计测试离心后的上清液的吸光度,用于计算吸附剂对镍离子的吸附容量。

[0006] 所述步骤(1)中氧化石墨烯溶液的质量浓度为7-10 wt.%。

[0007] 所述步骤(1)中超声雾化过程中超声波频率为1.0~2.0 MHz。

[0008] 所述步骤(1)中管式炉的温度为350~450 °C。

[0009] 所述步骤(1)中收集采用的PTFE滤膜的孔径为0.20~0.45 μm 。

[0010] 所述步骤(1)中室温下干燥时间为8~15 h。

[0011] 所述步骤(2)中镍离子溶液浓度为10~1000 mg/L。

[0012] 所述步骤(2)中转速为50~150 rpm。

[0013] 所述步骤(2)中溶液的pH值为2-10,反应时间为0~300 min。

[0014] 所述步骤(2)中离心转速为8000~12000 rpm,离心时间为3~10 min。

[0015] 有益效果

(1)本发明利用超声雾化法制备的石墨烯微球,操作简单,易于工业放大;

(2)本发明的石墨烯微球具有抗压性和抗团聚性,且具有较大的比表面积和较好的吸附性能,能够高效、高剂量的从废水中吸附重金属镍离子。

附图说明

[0016] 图1 为吸附时间对镍离子吸附量的影响。

[0017] 图2为石墨烯微球吸附剂对镍离子的吸附等温线。

具体实施方式

[0018] 下面结合具体实施例,进一步阐述本发明。应理解,这些实施例仅用于说明本发明而不适用于限制本发明的范围。此外应理解,在阅读了本发明讲授的内容之后,本领域技术人员可以对本发明作各种改动或修改,这些等价形式同样落于本申请所附权利要求书所限定的范围。

[0019] 实施例1

石墨烯微球吸附剂的制备,包括如下步骤:

向氧化石墨烯中加入超纯水,配制质量浓度为8 wt.%的氧化石墨烯溶液,将溶液置于连接有管式炉的超声雾化器内,超声波频率为1.5MHz。使其雾化成气溶胶液滴,在N₂和抽滤真空泵驱动下缓慢通过加热到400℃的管式炉,末端用0.22 μm PTFE滤膜收集。室温下干燥8 h,即得石墨烯微球吸附剂,本发明制备的石墨烯微球粒径在5 μm左右。

[0020]

实施例2

不同时间下石墨烯微球吸附剂对镍离子的吸附实验,包括如下步骤

用电子天平准确称取10 mg石墨烯微球吸附剂,加入到20 mL的浓度为400 mg/L的镍离子溶液中。在室温、100 rpm及pH=8.0的条件下,吸附不同的时间,然后10000 rpm离心8分钟,

并用紫外分光光度计测试其吸光度在吸附前后的变化,根据下式计算吸附剂在不同时间下的吸附量。

[0021] $q(t) = (C_0 - C_t) V / m$

式中, $q(t)$ 表示t时刻的吸附量(mg/g); C_0 、 C_t 分别表示初始溶液中镍离子浓度(mg/L),在t时刻溶液中镍离子浓度(mg/L),以及吸附后溶液中镍离子浓度(mg/L); V 和 m 分别表示镍离子溶液的体积(L)和吸附剂的质量(g)。

[0022] 不同时间下石墨烯球对镍离子的吸附量的影响见图1。从图1可见,石墨烯微球吸附剂对镍离子的吸附速度非常快,5分钟就达到吸附量饱和值的70%以上,说明本发明的吸附剂是一种高效、高效的吸附剂。

[0023]

实施例3

吸附等温线的测试,包括如下步骤:

用电子天平准确称取10 mg石墨烯微球吸附剂,加入到20 mL的浓度范围为40-800 mg/L的镍离子溶液中。在室温、100 rpm及pH=8.0的条件下,吸附120 min,并用紫外分光光度计测试其吸光度在吸附前后的变化,以此计算各溶液中残留的镍离子的浓度,绘制吸附等温线,测试石墨烯微球的最大吸附量,见图2。从图中可以看出,吸附剂的吸附量随着溶液中镍离子浓度的增大而增大,直至吸附达到平衡。当镍离子浓度较低时,吸附剂的吸附量较少,这可能是因为在低浓度下,吸附剂上的吸附位点未被充分利用;而随着镍离子浓度的增加,吸附剂上非饱和状态的吸附位点继续和镍离子结合,从而使吸附量增大,直至吸附达到平衡。从图中我们还可以看出,吸附剂对镍离子的最大饱和吸附量为155.8 mg/g,说明本发明的吸附剂是这一种吸附容量大、高效的重金属离子吸附剂。

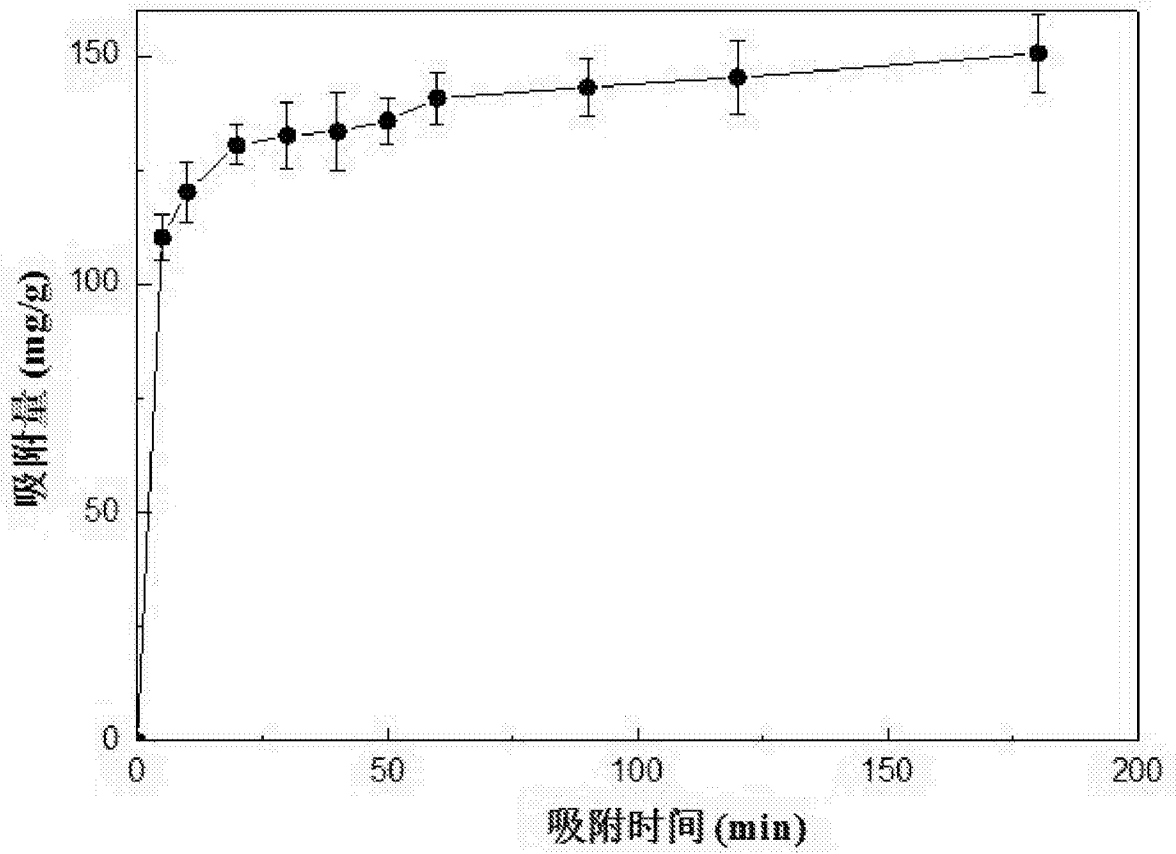


图1

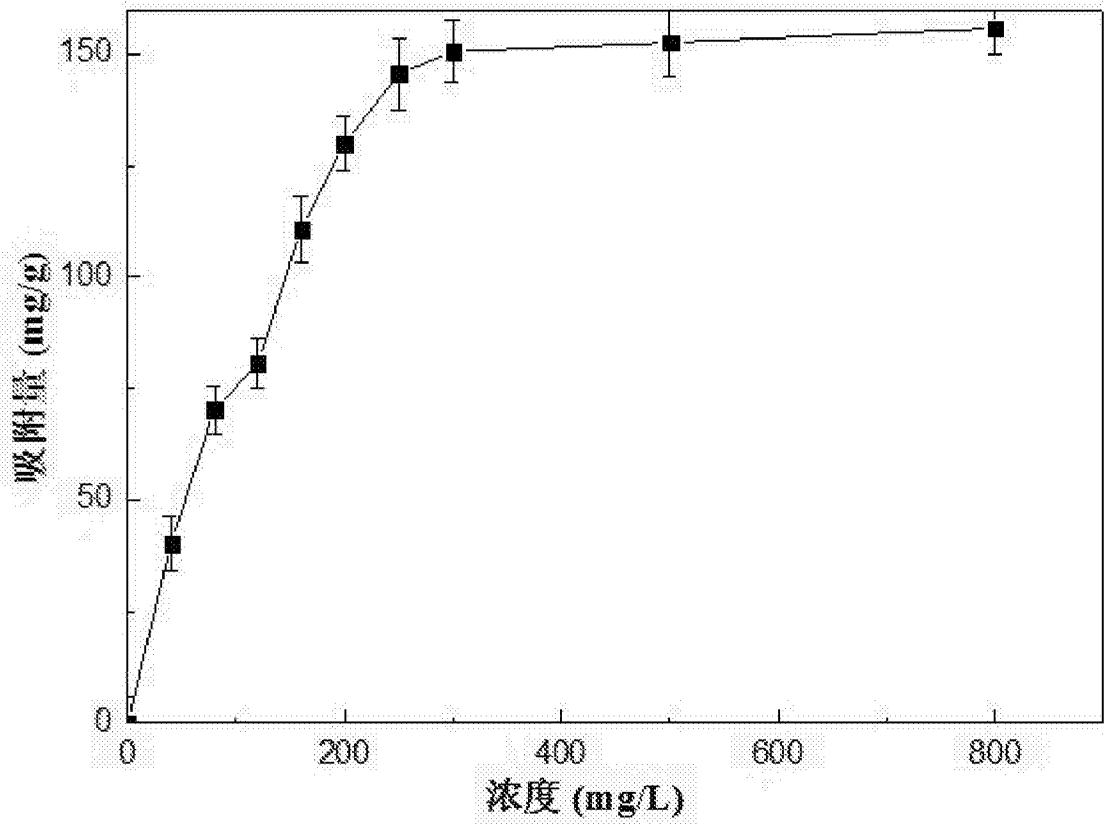


图2