



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 116199378 A

(43) 申请公布日 2023. 06. 02

(21) 申请号 202310204485.5
(22) 申请日 2023.03.06
(71) 申请人 国中创业(北京)环保科技有限公司
地址 100020 北京市朝阳区望京东园四区
13号楼-4至33层101内17层17B9972室
(72) 发明人 詹志明
(74) 专利代理机构 北京博识智信专利代理事务
所(普通合伙) 16067
专利代理师 魏文密

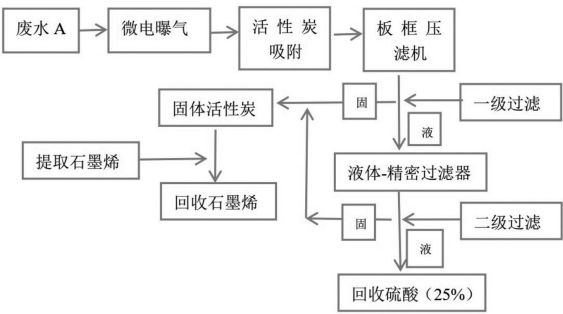
C02F 1/00 (2023.01)
C02F 1/66 (2023.01)
C02F 1/30 (2023.01)
C02F 1/463 (2023.01)
C02F 103/34 (2006.01)

(51) Int.Cl.
C02F 9/00 (2023.01)
C01B 32/182 (2017.01)
C01B 17/90 (2006.01)
C02F 1/28 (2023.01)
C02F 7/00 (2006.01)

权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称
一种石墨烯制备工艺中废水资源化处理方法

(57) 摘要
本发明涉及一种石墨烯制备工艺中废水资源化处理方法,具体包括以下步骤:处理生产石墨烯通过膜过滤后得到石墨烯,排出的浓酸性废水A;处理把得到的石墨烯进行洗酸工艺后排出的强酸性废水B。本发明优点在于:解决了氧化还原法制备石墨烯的工艺流程中的浓(强)酸性废水难处理的问题,减少工业废水的排放,绿色环保。本方法不仅解决墨烯废水处理问题,废酸和石墨烯回收重新利用,降低成本,节约水资源,实现了低成本、低消耗、节能减排、资源回收利用的环境友好资源化“双碳”目标。



1. 一种石墨烯制备工艺中废水资源化处理方法,其特征在于,具体包括以下步骤:

1) 处理生产石墨烯通过膜过滤后得到石墨烯,排出的浓酸性废水A:活性炭吸附过滤,活性炭吸附过滤的吸附材料是活性炭或炭黑以及少量的活性氧化铝、硅藻土,直接将浓酸性废水A注入容器装置,通过搅拌、循环微纳米负电荷曝气,水力停留时间60分钟,溶液与吸附材料充分接触,将废水中的纳米级石墨烯微粒以及盐类和微量金属吸附在以活性炭为主的填料多级微孔里;再通过板框压滤机的5微米精度的一级过滤和精细微孔过滤器的1微米精度二级过滤,得到目视清澈透明的可以回收利用的25%硫酸液体,色度值小于30mg/L;石墨烯回收,填料吸附的固体,不能成为固废,被吸附的固体中有占该浓缩废水的0.1%的石墨烯,根据石墨烯微粒在酸性环境集聚,在碱性环境分散的特征,加适量去离子水,通过调整PH值,浸出石墨烯微粒,得到可以回收利用的含有石墨烯的溶液。

2) 处理把得到的石墨烯进行洗酸工艺后排出的强酸性废水B:强酸性废水B处理调节池,通过对原强酸性废水B进行稀释3-4倍,调节PH=4-5左右,通过强酸性废水B处理调节池的调节后,通过半导体强电离、光催化作用产生电化学反应,经电絮凝、羟基自由基等作用,降解和分解矿化,将废水中的石墨烯沉淀于容器底部,处理后,液体从原酱色转化为目视清澈透明,色度值小于30mg/L,可以达标排放的废水;石墨烯回收:沉淀于容器底部的石墨烯,不能成为固废,可回收利用。

2. 根据权利要求1所述的一种石墨烯制备工艺中废水资源化处理方法,其特征在于:所述步骤1)中活性炭为粉体200目,亚兰16,碘值1000,灰分6.5,水分9。

3. 根据权利要求1所述的一种石墨烯制备工艺中废水资源化处理方法,其特征在于:所述步骤1)中搅拌100R/min;曝气微孔100纳米,曝气量50L/min。

4. 根据权利要求1所述的一种石墨烯制备工艺中废水资源化处理方法,其特征在于:所述步骤1)中一级过滤、二级过滤的滤布为PP或PE材质。

5. 根据权利要求1所述的一种石墨烯制备工艺中废水资源化处理方法,其特征在于:所述步骤1)中提取石墨烯,是用去离子水冲洗含有石墨烯的活性炭,加适量的NaOH搅拌再精密过滤。

6. 根据权利要求1所述的一种石墨烯制备工艺中废水资源化处理方法,其特征在于:所述步骤2)中半导体强电离、光催化处理60min;曝气微孔100纳米,曝气量50L/min。

一种石墨烯制备工艺中废水资源化处理方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种石墨烯制备工艺中废水资源化处理方法。

背景技术

[0002] 石墨烯(Graphene)是一种以 sp^2 杂化连接的碳原子紧密堆积成单层二维蜂窝状晶格结构的新材料。石墨烯具有优异的光学、电学、力学特性,在材料学、微纳加工、能源、生物医学和药物传递等方面具有重要的应用前景,被认为是一种未来革命性的材料。

[0003] 国内大部分企业制作石墨烯时,主要是以石墨粉为原料,采用常规氧化还原法的技术路线。该技术路线装置简单、易于流程化规模化,设备易于维护,且制备得到的石墨烯可通过简单的工艺沉积在任何基底上,易于组装,是目前最可能实现石墨烯规模化制备的方法之一。

[0004] 这种路线的缺点是废酸处理的成本极高,国家规定,废酸必须交由有危废处理资质的公司处理,废酸处理费用400元/吨,由此测算每生产1吨石墨烯花在废酸处理上的费用就有32000元~40000元,这个费用是相当高的,石墨烯生产过程中三废处理成本占到总成本10%左右,1990年,美国经济学家托比将污染消减成本占生产总成本1.85%以上的产业归为污染密集型产业,可以想见10%的治污成本是有多恐怖。

[0005] 从单位产品排污强度和水资源消耗强度角度看,氧化还原法有点类似钛白粉行业,采用传统硫酸法工艺,生产一吨钛白粉消耗新鲜水100至150吨,同时产生浓度为20%的废硫酸8吨、酸性废水100吨,钛白粉已经列入“高污染、高环境风险”产品名录。

[0006] 我国目前从事石墨烯生产业务的企业不可避免面临污染排放问题,做好三废处理,通过相关部门检测固然重要,但是从资源综合利用出发,开发一套更绿色环保的石墨烯废水资源化处理技术系统,既能解决石墨烯生产环境污染问题,又能节约能源和资源,污染零排放,实现工业废物处理的吃干榨尽、资源再利用,服务“双碳”目标,彻底解决石墨烯生产的环境资源问题。

发明内容

[0007] 本发明的目的在于提供一种石墨烯制备工艺中废水资源化处理方法,以解决上述背景技术中提出的问题。

[0008] 为解决上述技术问题,本发明提供的技术方案为:一种石墨烯制备工艺中废水资源化处理方法,具体包括以下步骤:

[0009] 1)处理生产石墨烯通过膜过滤后得到石墨烯,排出的浓酸性废水A:活性炭吸附过滤,活性炭吸附过滤的吸附材料是活性炭或炭黑以及少量的活性氧化铝、硅藻土,直接将浓酸性废水A注入容器装置,通过搅拌、循环微纳米负电荷曝气,水力停留时间60分钟,溶液与吸附材料充分接触,将废水中的纳米级石墨烯微粒以及盐类和微量金属吸附在以活性炭为主的填料多级微孔里;再通过板框压滤机的5微米精度的一级过滤和精细微孔过滤器的1微米精度二级过滤,得到目视清澈透明的可以回收利用的25%硫酸液体,色度值小于30mg/L;

石墨烯回收,填料吸附的固体,不能成为固废,被吸附的固体中有占该浓缩废水的0.1%的石墨烯,根据石墨烯微粒在酸性环境集聚,在碱性环境分散的特征,加适量去离子水,通过调整PH值,浸出石墨烯微粒,得到可以回收利用的含有石墨烯的溶液。

[0010] 2)处理把得到的石墨烯进行洗酸工艺后排出的强酸性废水B:强酸性废水B处理调节池,通过对原强酸性废水B进行稀释3-4倍,调节PH=4-5左右,通过强酸性废水B处理调节池的调节后,通过半导体强电离、光催化作用产生电化学反应,经电絮凝、羟基自由基等作用,降解和分解矿化,将废水中的石墨烯沉淀于容器底部,处理后,液体从原酱色转化为目视清澈透明,色度值小于30mg/L,可以达标排放的废水;石墨烯回收:沉淀于容器底部的石墨烯,不能成为固废,可回收利用。

[0011] 作为一种优选方案,所述步骤1)中活性炭为粉体200目,亚兰16,碘值1000,灰分6.5,水分9。

[0012] 作为一种优选方案,所述步骤1)中搅拌100R/min;曝气微孔100纳米,曝气量50L/min。

[0013] 作为一种优选方案,所述步骤1)中一级过滤、二级过滤的滤布为PP或PE材质。

[0014] 作为一种优选方案,所述步骤1)中提取石墨烯,是用去离子水冲洗含有石墨烯的活性炭,加适量的NaOH搅拌再精密过滤。

[0015] 作为一种优选方案,所述步骤2)中半导体强电离、光催化处理60min;曝气微孔100纳米,曝气量50L/min。

[0016] 本发明优点在于:解决了氧化还原法制备石墨烯的工艺流程中的浓(强)酸性废水难处理的问题,减少工业废水的排放,绿色环保。本方法不仅解决墨烯废水处理问题,废酸和石墨烯回收重复利用,降低成本,节约水资源,实现了低成本、低消耗、节能减排、资源回收利用的环境友好资源化“双碳”目标。

附图说明

[0017] 图1是本发明步骤1)处理浓酸性废水A的工艺流程图。

[0018] 图2是本发明步骤2)处理强酸性废水B的工艺流程图。

具体实施方式

[0019] 下面用具体实施例说明本发明,并不是对本发明的限制。

[0020] 实施例

[0021] 一种石墨烯制备工艺中废水资源化处理方法,具体包括以下步骤:

[0022] 1)处理生产石墨烯通过膜过滤后得到石墨烯,排出的浓酸性废水A:活性炭吸附过滤,活性炭吸附过滤的吸附材料是活性炭或炭黑以及少量的活性氧化铝、硅藻土,直接将浓酸性废水A注入容器装置,通过搅拌、循环微纳米负电荷曝气,水力停留时间60分钟,溶液与吸附材料充分接触,将废水中的纳米级石墨烯微粒以及盐类和微量金属吸附在以活性炭为主的填料多级微孔里;再通过板框压滤机的5微米精度的一级过滤和精细微孔过滤器的1微米精度二级过滤,得到目视清澈透明的可以回收利用的25%硫酸液体,色度值小于30mg/L;石墨烯回收,填料吸附的固体,不能成为固废,被吸附的固体中有占该浓缩废水的0.1%的石墨烯,根据石墨烯微粒在酸性环境集聚,在碱性环境分散的特征,加适量去离子水,通过

调整PH值,浸出石墨烯微粒,得到可以回收利用的含有石墨烯的溶液。

[0023] 2)处理把得到的石墨烯进行洗酸工艺后排出的强酸性废水B:强酸性废水B处理调节池,通过对原强酸性废水B进行稀释3-4倍,调节PH=4-5左右,通过强酸性废水B处理调节池的调节后,通过半导体强电离、光催化作用产生电化学反应,经电絮凝、羟基自由基等作用,降解和分解矿化,将废水中的石墨烯沉淀于容器底部,处理后,液体从原酱色转化为目视清澈透明,色度值小于30mg/L,可以达标排放的废水;石墨烯回收:沉淀于容器底部的石墨烯,不能成为固废,可回收利用。

[0024] 作为本实施例的优选实施方案,所述步骤1)中活性炭为粉体200目,亚兰16,碘值1000,灰分6.5,水分9。

[0025] 作为本实施例的优选实施方案,所述步骤1)中搅拌100R/min;曝气微孔100纳米,曝气量50L/min。

[0026] 作为本实施例的优选实施方案,所述步骤1)中一级过滤、二级过滤的滤布为PP或PE材质。

[0027] 作为本实施例的优选实施方案,所述步骤1)中提取石墨烯,是用去离子水冲洗含有石墨烯的活性炭,加适量的NaOH,搅拌再精密过滤。

[0028] 作为本实施例的优选实施方案,所述步骤2)中半导体强电离、光催化处理60min;曝气微孔100纳米,曝气量50L/min。

[0029] 本方法特点优势:

[0030] 1.物理法,不加药剂,没有二次污染。

[0031] 2.不加水,没有大量浪费水资源,减排,不增加排污量。

[0032] 3.耗能低,节约能源,减少排放,双碳。

[0033] 4.吃干榨净,资源回收利用。

[0034] 以上所述,仅为本发明较佳的具体实施方式,但本发明的保护范围并不局限于此,任何熟悉本技术领域的技术人员在本发明揭露的技术范围内,根据本发明的技术方案及其发明构思加以等同替换或改变,都应涵盖在本发明的保护范围之内。

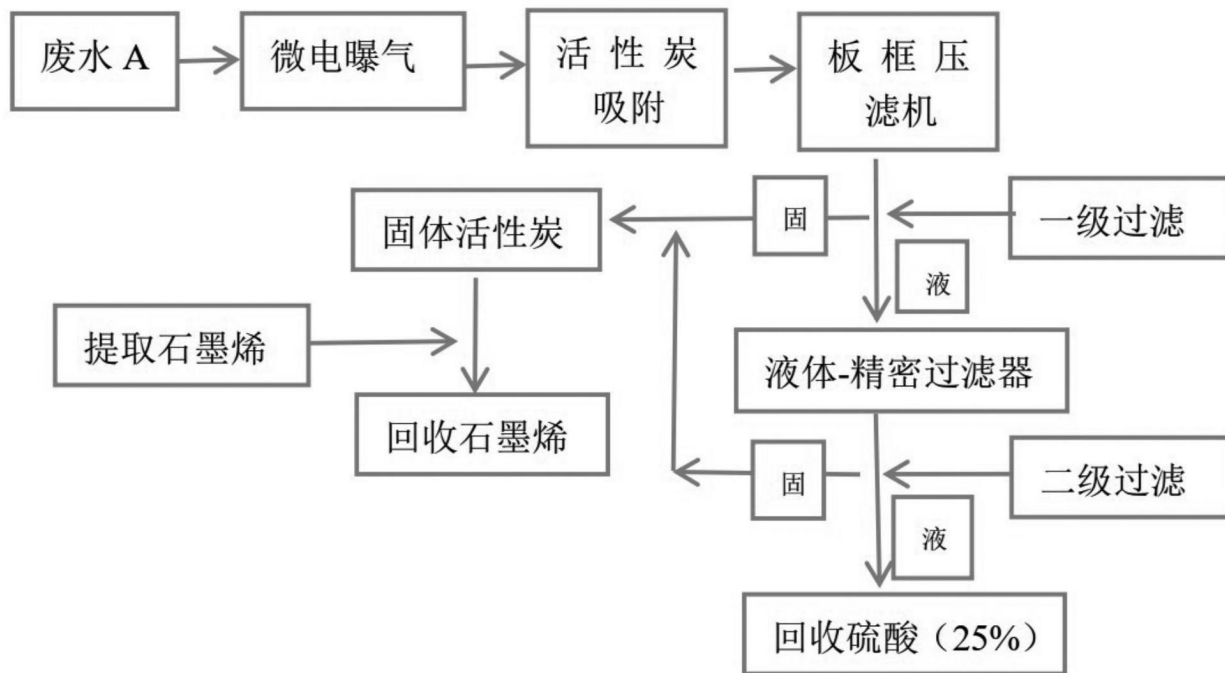


图1

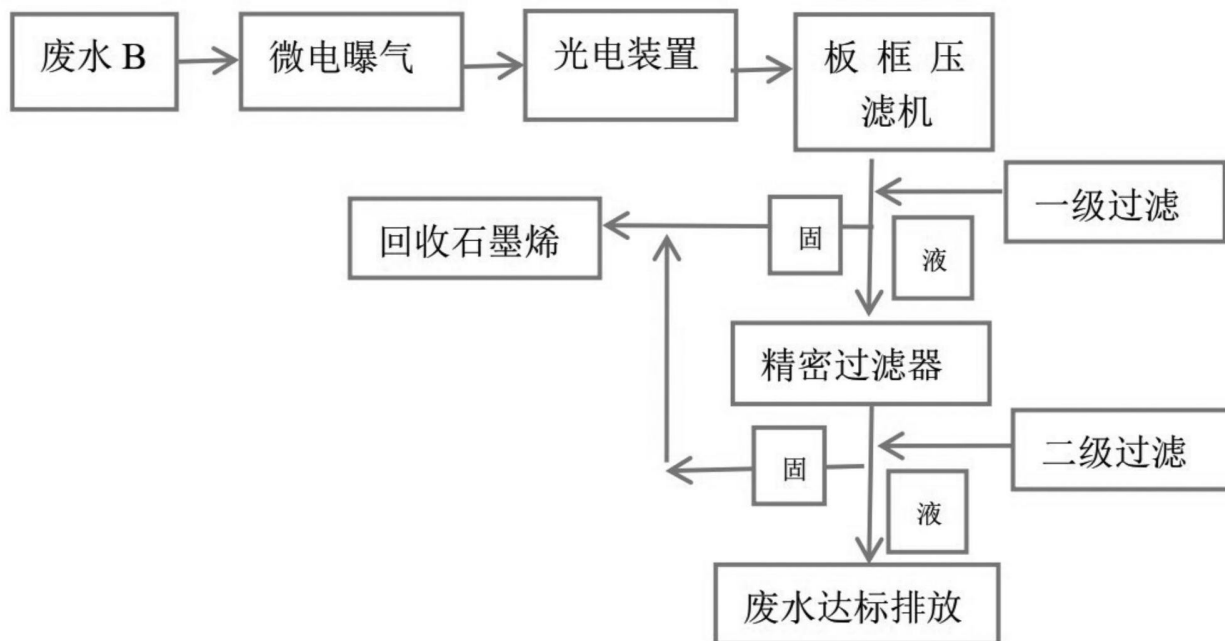


图2