



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102941065 A

(43) 申请公布日 2013.02.27

(21) 申请号 201210436782.4

(22) 申请日 2012.11.06

(71) 申请人 中国科学院山西煤炭化学研究所  
地址 030001 山西省太原市桃园南路 27 号

(72) 发明人 黄张根 仲凯凯 韩小金 张晓航  
张昌鸣

(74) 专利代理机构 太原市科瑞达专利代理有限  
公司 14101

代理人 刘宝贤

(51) Int. Cl.

*B01J 20/22* (2006.01)

*B01J 20/30* (2006.01)

*C02F 1/28* (2006.01)

*C02F 1/62* (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 4 页

(54) 发明名称

用于脱除废水中重金属的炭基材料吸附剂及制法和应用

(57) 摘要

一种用于脱除废水中重金属的炭基材料吸附剂,其特征在于炭基材料吸附剂是由炭基材料和柠檬酸钠改性组分组成,其重量百分比组成为:炭基材料 98.2-99.8%,柠檬酸钠 0.2-1.8%,其中炭基材料的比表面积为 800-1200m<sup>2</sup>/g、总孔容为 0.5-0.7cm<sup>3</sup>/g、平均孔径为和 2-4nm。本发明具有制备过程简单、不会造成二次污染且能够高效脱除废水中重金属的优点。

1. 一种用于脱除废水中重金属的炭基材料吸附剂,其特征在於炭基材料吸附剂是由炭基材料和柠檬酸钠改性组分组成,其重量百分比组成为:炭基材料 98.2-99.8%,柠檬酸钠 0.2-1.8%,其中炭基材料的比表面积为  $800-1200\text{m}^2/\text{g}$ 、总孔容为  $0.5-0.7\text{cm}^3/\text{g}$ 、平均孔径为和 2-4nm。

2. 如权利要求 1 所述的一种用于脱除废水中重金属的炭基材料吸附剂的制备方法,其特征在於包括如下步骤:

(1) 将市售炭基材料研磨或剪切,筛分,取粒径范围在 30-60 目的炭基材料,用去离子水冲洗,干燥得到炭基材料载体;

(2) 将柠檬酸钠配制成溶液,采用等体积法浸渍步骤(1)制得的炭基材料载体,然后用去离子水洗涤至中性,  $100-120^\circ\text{C}$  下干燥 12-24h 得到炭基材料吸附剂。

3. 如权利要求 2 所述的一种用于脱除废水中重金属的炭基材料吸附剂的制备方法,其特征在於所述的市售炭基材料为活性炭、活性焦或活性炭纤维,比表面积为  $800-1200\text{m}^2/\text{g}$ 、总孔容为  $0.5-0.7\text{cm}^3/\text{g}$ 、平均孔径为 2-4nm。

4. 如权利要求 3 所述的一种用于脱除废水中重金属的炭基材料吸附剂的制备方法,其特征在於所述的活性炭为煤基活性炭或椰壳活性炭。

5. 如权利要求 1 所述的一种用于脱除废水中重金属的炭基材料吸附剂的应用,其特征在於将该炭基材料吸附剂装入吸附池中,含重金属废水通入反应池,温度控制在  $20-40^\circ\text{C}$  左右,搅拌速率为 100-200rpm,吸附时间 1.5-3h。

6. 如权利要求 1 所述的一种用于脱除废水中重金属的炭基材料吸附剂的应用,其特征在於所述的重金属为  $\text{Cu}^{2+}$  或  $\text{Pb}^{2+}$ 。

## 用于脱除废水中重金属的炭基材料吸附剂及制法和应用

### 技术领域

[0001] 本发明属于一种用于脱除废水中重金属的炭基材料吸附剂及制备方法和应用,具体涉及一种用于脱除废水中重金属的炭基材料吸附剂及制备方法和应用。

### 背景技术

[0002] 近年来随着工业的迅猛发展,水污染问题逐渐成为社会各界关注的焦点。工业废水中含有大量的重金属离子,直接排入水域后,通过食物链的富集,对生命健康等造成不可逆转的伤害。目前重金属废水的处理方法有多种,炭基材料吸附法以其操作简单、处理高效等优势,在这一领域的应用最为广泛。然而,该方法虽简单高效,但须消耗大量的炭基材料,使得污水处理的经济成本巨大。我国是世界上活性炭年生产量最大的国家,其中 35% 以上被用于污水处理。表面改性是改善炭基材料吸附性能的有效方法,目前国内外对炭基材料表面改性的传统方法是将其进行硝酸氧化处理,然而这一改性方法存在着明显的缺点:处理过程复杂、硝酸氧化炭的反应生成 NO 和 NO<sub>2</sub>,造成二次污染,且处理过程本身所需要的成本较高。为降低重金属废水的处理成本,寻找一种制备过程简单、成本较低且不会造成二次污染的新型水处理剂是很有必要的。经检索,未发现柠檬酸钠担载的炭基材料用于脱除废水中重金属离子的文献报道。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种制备过程简单、不会造成二次污染且能够高效脱除废水中重金属的炭基材料吸附剂及制法和应用。

[0004] 本发明的炭基材料吸附剂是由炭基材料和柠檬酸钠改性组分组成,其重量百分比组成为:炭基材料 98.2-99.8%,柠檬酸钠 0.2-1.8%,其中炭基材料的比表面积为 800-1200m<sup>2</sup>/g、总孔容为 0.5-0.7cm<sup>3</sup>/g、平均孔径为和 2-4nm。

[0005] 本发明的制备方法如下:

(1) 将市售炭基材料研磨或剪切,筛分,取粒径范围在 30-60 目的炭基材料,用去离子水冲洗,干燥得到炭基材料载体;

(2) 将柠檬酸钠配制成溶液,采用等体积法浸渍步骤(1)制得的炭基材料载体,然后用去离子水洗涤至中性,100-120℃下干燥 12-24h 得到炭基材料吸附剂。

[0006] 本发明的炭基材料吸附剂的应用方法是将该炭基材料吸附剂装入吸附池中,含重金属废水成批通入反应池,温度控制在 20-40℃左右,搅拌速率为 100-200rpm,吸附时间 1.5-3h。重金属的脱除率可达 70-98%。

[0007] 如上所述的市售炭基材料为活性炭、活性焦或活性炭纤维,其中活性炭包括煤基活性炭或椰壳活性炭,比表面积为 800-1200m<sup>2</sup>/g、总孔容为 0.5-0.7cm<sup>3</sup>/g、平均孔径为 2-4nm。

[0008] 如上所述的重金属为 Cu<sup>2+</sup> 或 Pb<sup>2+</sup>。

[0009] 本发明具有如下优点:

1. 对重金属离子的脱除率高。

[0010] 2. 制备过程简单,成本低,且不会造成二次污染。

[0011] 3. 可用于工业废水的深度处理,尤其适用于冶金、电镀和电池制造等工业废水的处理。

### 具体实施方式

[0012] 实施例 1:

1. 制备炭基材料载体

将市售煤基活性炭(比表面积为 800-1000m<sup>2</sup>/g、总孔容为 0.5-0.6cm<sup>3</sup>/g、平均孔径为和 2-3nm)研磨,筛分,取粒径范围在 30-60 目的颗粒活性炭,用去离子水冲洗,干燥。

[0013] 2. 制备炭基材料吸附剂及应用

配制质量分数为 5% 的柠檬酸钠溶液,采用等体积法浸渍上述炭基材料载体,搅拌 0.5h,室温静置 1d,冲洗,100℃干燥 12h,得到柠檬酸钠含量为 0.2% (重量百分比)的炭基材料吸附剂。

[0014] 取 0.6g 该炭基材料吸附剂放入吸附池(容积为 250ml)中,加入 Cu<sup>2+</sup> 浓度为 100ppm 的模拟废水 100ml,控制温度在 20℃,振荡速率为 100rpm,吸附 2h 后过滤,取上清液使用原子吸收分光光度计测定滤液中的 Cu<sup>2+</sup> 的浓度。在该操作条件下 Cu<sup>2+</sup> 的脱除率可达 76.1%。

[0015] 实施例 2:

配制质量分数为 10% 的柠檬酸钠溶液,采用等体积法浸渍上述炭基材料载体(炭基材料载体的制备同实施例 1),搅拌 0.5h,室温静置 1d,110℃干燥 18h,得到柠檬酸钠含量为 0.7wt% 的炭基材料吸附剂。取 0.6g 该炭基材料吸附剂放入吸附池(容积为 250ml)中,加入 Cu<sup>2+</sup> 浓度为 100ppm 的模拟废水 100ml,控制温度在 20℃,振荡速率为 150rpm,吸附 2.5h 后过滤,取上清液使用原子吸收分光光度计测定滤液中的 Cu<sup>2+</sup> 的浓度。在该操作条件下 Cu<sup>2+</sup> 的脱除率可达 89.6%。

[0016] 实施例 3:

配制质量分数为 15% 的柠檬酸钠溶液,采用等体积法浸渍上述炭基材料载体(炭基材料载体的制备同实施例 1),搅拌 0.5h,室温静置 1d,110℃干燥 24h,得到柠檬酸钠含量为 1.1wt% 的炭基材料吸附剂。取 0.6g 该炭基材料吸附剂放入吸附池(容积为 250ml)中,加入 Cu<sup>2+</sup> 浓度为 100ppm 的模拟废水 100ml,控制温度在 30℃,振荡速率为 150rpm,吸附 2.5h 后过滤,取上清液使用原子吸收分光光度计测定滤液中的 Cu<sup>2+</sup> 的浓度。在该操作条件下 Cu<sup>2+</sup> 的脱除率可达 97.9%。

[0017] 实施例 4:

配制质量分数为 20% 的柠檬酸钠溶液,采用等体积法浸渍上述炭基材料载体(炭基材料载体的制备同实施例 1),搅拌 0.5h,室温静置 1d,120℃干燥 24h,得到柠檬酸钠含量为 1.5 wt% 的炭基材料吸附剂。取 0.6g 该炭基材料吸附剂放入吸附池(容积为 250ml)中,加入 Cu<sup>2+</sup> 浓度为 100ppm 的模拟废水 100ml,控制温度在 30℃,振荡速率为 200rpm,吸附 2.5h 后过滤,取上清液使用原子吸收分光光度计测定滤液中的 Cu<sup>2+</sup> 的浓度。在该操作条件下 Cu<sup>2+</sup> 的脱除率可达 93.2%。

[0018] 实施例 5:

配制质量分数为 25% 的柠檬酸钠溶液,采用等体积法浸渍上述炭基材料载体(炭基材料载体的制备同实施例 1),搅拌 0.5h,室温静置 1d,110℃干燥 12h,得到柠檬酸钠含量为 1.8 wt% 的炭基材料吸附剂。取 0.6g 该炭基材料吸附剂放入吸附池(容积为 250ml)中,加入  $\text{Cu}^{2+}$  浓度为 100ppm 的模拟废水 100ml,控制温度在 40℃,振荡速率为 200rpm,吸附 3h 后过滤,取上清液使用原子吸收分光光度计测定滤液中的  $\text{Cu}^{2+}$  的浓度。在该操作条件下  $\text{Cu}^{2+}$  的脱除率可达 91.5%。

[0019] 实施例 6 :

配制质量分数为 5% 的柠檬酸钠溶液,采用等体积法浸渍上述炭基材料载体(炭基材料载体的制备同实施例 1),搅拌 0.5h,室温静置 1d,100℃干燥 12h,得到柠檬酸钠含量为 0.2 wt% 的炭基材料吸附剂。取 0.6g 该炭基材料吸附剂放入吸附池(容积为 250ml)中,加入  $\text{Pb}^{2+}$  浓度为 100ppm 的模拟废水 100ml,控制温度在 20℃,振荡速率为 100rpm,吸附 2h 后过滤,取上清液使用原子吸收分光光度计测定滤液中的铜离子的浓度。在该操作条件下  $\text{Pb}^{2+}$  的脱除率可达 70.5%。

[0020] 实施例 7 :

配制质量分数为 10% 的柠檬酸钠溶液,采用等体积法浸渍上述炭基材料载体(炭基材料载体的制备同实施例 1),搅拌 0.5h,室温静置 1d,110℃干燥 18h,得到柠檬酸钠含量为 0.7 wt% 的炭基材料吸附剂。取 0.6g 该炭基材料吸附剂放入吸附池(容积为 250ml)中,加入  $\text{Pb}^{2+}$  浓度为 100ppm 的模拟废水 100ml,控制温度在 20℃,振荡速率为 150rpm,吸附 2.5h 后过滤,取上清液使用原子吸收分光光度计测定滤液中的  $\text{Pb}^{2+}$  的浓度。在该操作条件下  $\text{Pb}^{2+}$  的脱除率可达 81.7%。

[0021] 实施例 8 :

配制质量分数为 15% 的柠檬酸钠溶液,采用等体积法浸渍上述炭基材料载体(炭基材料载体的制备同实施例 1),搅拌 0.5h,室温静置 1d,110℃干燥 24h,得到柠檬酸钠含量为 1.1 wt% 的炭基材料吸附剂。取 0.6g 该炭基材料吸附剂放入吸附池(容积为 250ml)中,加入  $\text{Pb}^{2+}$  浓度为 100ppm 的模拟废水 100ml,控制温度在 30℃,振荡速率为 150rpm,吸附 2.5h 后过滤,取上清液使用原子吸收分光光度计测定滤液中的  $\text{Pb}^{2+}$  的浓度。在该操作条件下  $\text{Pb}^{2+}$  的脱除率可达 90.4%。

[0022] 实施例 9 :

配制质量分数为 20% 的柠檬酸钠溶液,采用等体积法浸渍上述炭基材料载体(炭基材料载体的制备同实施例 1),搅拌 0.5h,室温静置 1d,120℃干燥 24h,得到柠檬酸钠含量为 1.5 wt% 的炭基材料吸附剂。取 0.6g 该炭基材料吸附剂放入吸附池(容积为 250ml)中,加入  $\text{Pb}^{2+}$  浓度为 100ppm 的模拟废水 100ml,控制温度在 30℃,振荡速率为 200rpm,吸附 2.5h 后过滤,取上清液使用原子吸收分光光度计测定滤液中的  $\text{Pb}^{2+}$  的浓度。在该操作条件下  $\text{Pb}^{2+}$  的脱除率可达 87.2%。

[0023] 实施例 10 :

配制质量分数为 25% 的柠檬酸钠溶液,采用等体积法浸渍上述炭基材料载体(炭基材料载体的制备同实施例 1),搅拌 0.5h,室温静置 1d,110℃干燥 12h,得到柠檬酸钠含量为 1.8 wt% 的炭基材料吸附剂。取 0.6g 该炭基材料吸附剂放入吸附池(容积为 250ml)中,加入  $\text{Pb}^{2+}$  浓度为 100ppm 的模拟废水 100ml,控制温度在 40℃,振荡速率为 200rpm,吸附 3h 后

过滤,取上清液使用原子吸收分光光度计测定滤液中的  $\text{Pb}^{2+}$  的浓度。在该操作条件下  $\text{Pb}^{2+}$  的脱除率分别可达 84.4%。

[0024] 实施例 11:

配制质量分数为 15% 的柠檬酸钠溶液,采用等体积法浸渍上述炭基材料载体(炭基材料载体的制备同实施例 1),搅拌 0.5h,室温静置 1d,110℃干燥 24h,得到柠檬酸钠含量为 1.1 wt% 的炭基材料吸附剂。取 0.6g 该炭基材料吸附剂放入吸附池(容积为 250ml)中,加入  $\text{Cu}^{2+}$  和  $\text{Pb}^{2+}$  的浓度均为 100ppm 的模拟废水 100ml,控制温度在 30℃,振荡速率为 150rpm,吸附 2.5h 后过滤,取上清液使用原子吸收分光光度计测定滤液中的  $\text{Cu}^{2+}$  和  $\text{Pb}^{2+}$  的浓度。在该操作条件下  $\text{Cu}^{2+}$  和  $\text{Pb}^{2+}$  的脱除率分别可达 97% 和 87.3%。

[0025] 实施例 12:

1. 制备炭基材料载体

将市售椰壳活性炭(比表面积为 900-1200 $\text{m}^2/\text{g}$ 、总孔容为 0.5-0.7 $\text{cm}^3/\text{g}$ 、平均孔径为和 3-4nm)研磨,筛分,取粒径范围在 30-60 目的颗粒活性炭,用去离子水冲洗,下干燥。

[0026] 1. 制备炭基材料吸附剂及应用

配制质量分数为 15% 的柠檬酸钠溶液,采用等体积法浸渍上述炭基材料载体,

搅拌 0.5h,室温静置 1d,110℃干燥 24h,得到柠檬酸钠含量为 1.1% (重量百分比)的炭基材料吸附剂。

[0027] 取 0.6g 该炭基材料吸附剂放入吸附池(容积为 250ml)中,加入  $\text{Cu}^{2+}$  和  $\text{Pb}^{2+}$  的浓度均为 100ppm 的模拟废水 100ml,控制温度在 30℃,振荡速率为 150rpm,吸附 2.5h 后过滤,取上清液使用原子吸收分光光度计测定滤液中的  $\text{Cu}^{2+}$  和  $\text{Pb}^{2+}$  的浓度。在该操作条件下  $\text{Cu}^{2+}$  和  $\text{Pb}^{2+}$  的脱除率分别可达 95.6% 和 88.2%。