



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107442062 A

(43)申请公布日 2017.12.08

(21)申请号 201710804791.7

(22)申请日 2017.09.08

(71)申请人 安徽玄同工业设计有限公司

地址 246620 安徽省安庆市岳西县温泉镇
长宁工业区内

(72)发明人 王丽 李彦

(51)Int.Cl.

B01J 20/00(2006.01)

B01J 20/20(2006.01)

B01J 20/28(2006.01)

B01J 20/30(2006.01)

C02F 1/28(2006.01)

C02F 101/30(2006.01)

C02F 101/36(2006.01)

C02F 101/38(2006.01)

C02F 103/30(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种亚甲基蓝吸附剂的制备方法

(57)摘要

本发明属于废水处理技术领域,具体涉及了一种亚甲基蓝吸附剂的制备方法,步骤如下:将果壳粉碎,过筛,加入盐酸熟化,然后用水冲洗至中性,烘干,得干燥物备用;将干燥物投入氧化石墨烯分散液中,搅拌均匀,然后加入氯化锌,水热反应,冷却,加入葡萄糖,搅拌均匀,然后冷冻干燥;在氮气环境下进行阶梯温度加热,然后冷却,即得吸附剂。本发明所述的吸附剂原料及制备过程对环境友好,制得的吸附剂性能稳定、比表面积大,对印染废水中亚甲基蓝的去除率高。

1. 一种亚甲基蓝吸附剂的制备方法, 步骤如下:

1) 将果壳粉碎, 过筛, 加入浓度为10%-12%的盐酸熟化, 然后用水冲洗至中性, 烘干, 得干燥物备用, 所述果壳为杏仁壳、桂圆壳、荔枝壳中的一种或多种, 果壳与盐酸的配比为4~5g:20ml;

2) 向氧化石墨烯中加入去离子水, 配制成8-10g/L的氧化石墨烯水溶液, 然后加入聚乙二醇, 超声分散2-4h, 得氧化石墨烯分散液, 聚乙二醇与氧化石墨烯的质量比为1:5-10;

3) 将干燥物投入氧化石墨烯分散液中, 搅拌均匀, 然后加入氯化锌, 置于反应釜中在120~140℃温度下进行水热反应7-10h, 冷却, 加入葡萄糖, 搅拌均匀, 然后冷冻干燥10-20h, 得气凝胶, 氧化石墨烯分散液中的氧化石墨烯与果壳、氯化锌、葡萄糖这四者的质量比为2:5-10:0.5-1:0.5-1;

4) 将气凝胶置于管式炉中, 在氮气环境下, 先升温至150-200℃, 保温预烧2-3h, 然后再升温至450-550℃, 保温7-10h, 然后待炉温冷却至90-100℃时, 取出, 再自然冷却, 即得吸附剂。

2. 根据权利要求1所述的亚甲基蓝吸附剂的制备方法, 其特征在于: 步骤1) 中烘干的温度为70-80℃, 烘干的时间为12-24h。

3. 根据权利要求2所述的亚甲基蓝吸附剂的制备方法, 其特征在于: 氧化石墨烯分散液中的氧化石墨烯与果壳、氯化锌、葡萄糖这四者的质量比为2:8:1:1。

4. 根据权利要求3所述的亚甲基蓝吸附剂的制备方法, 其特征在于: 步骤4) 是将气凝胶置于氮气环境中, 先升温至180℃, 保温预烧2.5h, 然后再升温至500℃, 保温9h。

5. 根据权利要求4所述的亚甲基蓝吸附剂的制备方法, 其特征在于: 步骤3) 中冷冻干燥是在-30℃下冷冻干燥18-20h。

6. 根据权利要求5所述的亚甲基蓝吸附剂的制备方法, 其特征在于: 步骤1) 中果壳过80或100目筛。

7. 根据权利要求6所述的亚甲基蓝吸附剂的制备方法, 其特征在于: 步骤3) 中超声分散的条件是: 在300W的功率、30℃的温度条件下超声分散2-3h。

一种亚甲基蓝吸附剂的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于废水处理技术领域,具体涉及一种用于处理印染废水中亚甲基蓝的吸附剂的制备方法。

背景技术

[0002] 印染废水是加工棉、麻、化学纤维及其混纺产品为主的印染厂排出的废水,纺织印染废水具有水量大、有机污染物含量高、碱性大、水质变化大等特点,属难处理的工业废水之一,废水中含有染料、浆料、助剂、油剂、酸碱、纤维杂质、砂类物质、无机盐等。亚甲基蓝是一种常见的有机染料,传统处理亚甲基蓝的吸附剂主要是碳材料,但其比表面积相对较小,使其吸附能力受到限制。

发明内容

[0003] 本发明的目的是提供一种原料成本低、使用效果好的亚甲基蓝吸附剂的制备方法。

[0004] 为实现上述目的,本发明采用的技术方案为:

[0005] 一种亚甲基蓝吸附剂的制备方法,步骤如下:

[0006] 1) 将果壳粉碎,过筛,加入浓度为10%~12%的盐酸熟化,然后用水冲洗至中性,烘干,得干燥物备用,所述果壳为杏仁壳、桂圆壳、荔枝壳中的一种或多种,果壳与盐酸的配比为4~5g:20ml;

[0007] 2) 向氧化石墨烯中加入去离子水,配制成8~10g/L的氧化石墨烯水溶液,然后加入聚乙二醇,超声分散2~4h,得氧化石墨烯分散液,聚乙二醇与氧化石墨烯的质量比为1:5~10;

[0008] 3) 将干燥物投入氧化石墨烯分散液中,搅拌均匀,然后加入氯化锌,置于反应釜中在120~140℃温度下进行水热反应7~10h,冷却,加入葡萄糖,搅拌均匀,然后冷冻干燥10~20h,得气凝胶,氧化石墨烯分散液中的氧化石墨烯与果壳、氯化锌、葡萄糖这四者的质量比为2:5~10:0.5~1:0.5~1;

[0009] 4) 将气凝胶置于管式炉中,在氮气环境下,先升温至150~200℃,保温预烧2~3h,然后再升温至450~550℃,保温7~10h,然后待炉温冷却至90~100℃时,取出,再自然冷却,即得吸附剂。

[0010] 上述技术方案产生的有益效果在于:本发明采用废弃的杏仁壳、桂圆壳、荔枝壳作为原料,经预处理后与氧化石墨烯分散液进行混合,然后在少量氯化锌的存在下进行水热反应,这样可以有效地活化碳材料,之后再加入适量的葡萄糖,经冷冻处理后在氮环境中进行阶梯温度加热,从而增加吸附剂的比表面积,提升吸附剂对亚甲基蓝的吸附能力。本发明所述的吸附剂原料及制备过程对环境友好,制得的吸附剂性能稳定、比表面积大,对印染废水中亚甲基蓝的去除率可高达98%以上。

[0011] 具体的,步骤2)中烘干的温度为70~80℃,烘干的时间为12~24h。

[0012] 优选的,氧化石墨烯分散液中的氧化石墨烯与果壳、氯化锌、葡萄糖这四者的质量比为2:8:1:1;步骤4)是将气凝胶置于管式炉中,在氮气环境下,先升温至180℃,保温预烧2.5h,然后再升温至500℃,保温9h。选用上述参数条件进行吸附剂的制备,经验证,制得的吸附剂的比表面积最大,达921.9m²/g,对印染废水中亚甲基蓝的去除率为99.3%。

[0013] 进一步的,筛步骤3)中冷冻干燥是在-30℃下冷冻干燥18-20h。

[0014] 进一步的,步骤2)中果壳过80或100目。

[0015] 具体的方案为,步骤3)中超声分散的条件是:在300W的功率、30℃的温度条件下超声分散2-3h。

具体实施方式

[0016] 以下通过实施例1-8和对比例1-2对本发明公开的技术方案作进一步的说明。

[0017] 实施例1:

[0018] 1)取10g杏仁壳、10g桂圆壳,混合粉碎,过80目筛,加入80ml浓度为10%的盐酸熟化,然后用水冲洗至中性,在75℃下烘20h,得干燥物;

[0019] 2)向5g氧化石墨烯中加入去离子水,配制成10g/L的氧化石墨烯水溶液,然后加入1g聚乙二醇,在300W的功率、30℃的温度条件下超声分散2h,得氧化石墨烯分散液;

[0020] 3)将干燥物投入氧化石墨烯分散液中,搅拌均匀,然后加入2.5g氯化锌,置于反应釜中在130℃温度下进行水热反应8h,冷却,加入2.5g葡萄糖,搅拌均匀,然后在-30℃下冷冻干燥19h,得气凝胶;

[0021] 4)将气凝胶置于管式炉中,在氮气环境下,先升温至180℃,保温预烧2.5h,然后再升温至500℃,保温9h,然后待炉温冷却至95℃时,取出,再自然冷却,即得吸附剂。经检测,该吸附剂的比表面积为921.9m²/g,对印染废水中亚甲基蓝的去除率为99.3%。

[0022] 实施例2:

[0023] 1)取10g杏仁壳、5g桂圆壳、5g荔枝壳,混合粉碎,过100目

[0024] 筛,加入80ml浓度为10%的盐酸熟化,然后用水冲洗至中性,在80℃下烘12h,得干燥物;

[0025] 2)向10g氧化石墨烯中加入去离子水,配制成10g/L的氧化石墨烯水溶液,然后加入1g聚乙二醇,在300W的功率、30℃的温度条件下超声分散2h,得氧化石墨烯分散液;

[0026] 3)将干燥物投入氧化石墨烯分散液中,搅拌均匀,然后加入2g氯化锌,置于反应釜中在135℃温度下进行水热反应8h,冷却,加入2g葡萄糖,搅拌均匀,然后在-30℃下冷冻干燥20h,得气凝胶;

[0027] 4)将气凝胶置于管式炉中,在氮气环境下,先升温至160℃,保温预烧3h,然后再升温至470℃,保温10h,然后待炉温冷却至100℃时,取出,再自然冷却,即得吸附剂。经检测,该吸附剂的比表面积为911.1m²/g,对印染废水中亚甲基蓝的去除率为98.9%。

[0028] 实施例3:

[0029] 1)取10g荔枝壳、10g桂圆壳,混合粉碎,过80目筛,加入100ml浓度为10%的盐酸熟化,然后用水冲洗至中性,在70℃下烘24h,得干燥物;

[0030] 2)向8g氧化石墨烯中加入去离子水,配制成8g/L的氧化石墨烯水溶液,然后加入1g聚乙二醇,在300W的功率、30℃的温度条件下超声分散3h,得氧化石墨烯分散液;

[0031] 3) 将干燥物投入氧化石墨烯分散液中,搅拌均匀,然后加入4g氯化锌,置于反应釜中在130℃温度下进行水热反应8h,冷却,加入4g葡萄糖,搅拌均匀,然后在-30℃下冷冻干燥19h,得气凝胶;

[0032] 4) 将气凝胶置于管式炉中,在氮气环境下,先升温至140℃,保温预烧3h,然后再升温至550℃,保温7h,然后待炉温冷却至100℃时,取出,再自然冷却,即得吸附剂。经检测,该吸附剂的比表面积为908.3m²/g,对印染废水中亚甲基蓝的去除率为98.1%。

[0033] 实施例4:

[0034] 1) 取8g杏仁壳、8g桂圆壳、8g荔枝壳,混合粉碎,过100目筛,加入100ml浓度为12%的盐酸熟化,然后用水冲洗至中性,在80℃下烘16h,得干燥物;

[0035] 2) 向5g氧化石墨烯中加入去离子水,配制成10g/L的氧化石墨烯水溶液,然后加入1g聚乙二醇,在300W的功率、30℃的温度条件下超声分散3h,得氧化石墨烯分散液;

[0036] 3) 将干燥物投入氧化石墨烯分散液中,搅拌均匀,然后加入3g氯化锌,置于反应釜中在140℃温度下进行水热反应8h,冷却,加入3g葡萄糖,搅拌均匀,然后在-30℃下冷冻干燥18h,得气凝胶;

[0037] 4) 将气凝胶置于管式炉中,在氮气环境下,先升温至200℃,保温预烧2h,然后再升温至550℃,保温7h,然后待炉温冷却至90℃时,取出,再自然冷却,即得吸附剂。经检测,该吸附剂的比表面积为917.2m²/g,对印染废水中亚甲基蓝的去除率为99.1%。

[0038] 实施例5:

[0039] 1) 取8g杏仁壳、10g荔枝壳,混合粉碎,过80目筛,加入90ml浓度为10%的盐酸熟化,然后用水冲洗至中性,在70℃下烘20h,得干燥物;

[0040] 2) 向6g氧化石墨烯中加入去离子水,配制成10g/L的氧化石墨烯水溶液,然后加入1g聚乙二醇,在300W的功率、30℃的温度条件下超声分散4h,得氧化石墨烯分散液;

[0041] 3) 将干燥物投入氧化石墨烯分散液中,搅拌均匀,然后加入2g氯化锌,置于反应釜中在137℃温度下进行水热反应8h,冷却,加入2g葡萄糖,搅拌均匀,然后在-30℃下冷冻干燥20h,得气凝胶;

[0042] 4) 将气凝胶置于管式炉中,在氮气环境下,先升温至190℃,保温预烧2.5h,然后再升温至480℃,保温10h,然后待炉温冷却至95℃时,取出,再自然冷却,即得吸附剂。经检测,该吸附剂的比表面积为907.8m²/g,对印染废水中亚甲基蓝的去除率为98.2%。

[0043] 实施例6:

[0044] 1) 取10g杏仁壳、10g桂圆壳,混合粉碎,过100目筛,加入100ml浓度为10%的盐酸熟化,然后用水冲洗至中性,在80℃下烘12h,得干燥物;

[0045] 2) 向5g氧化石墨烯中加入去离子水,配制成10g/L的氧化石墨烯水溶液,然后加入1g聚乙二醇,在300W的功率、30℃的温度条件下超声分散2h,得氧化石墨烯分散液;

[0046] 3) 将干燥物投入氧化石墨烯分散液中,搅拌均匀,然后加入2.5g氯化锌,置于反应釜中在120℃温度下进行水热反应10h,冷却,加入2.5g葡萄糖,搅拌均匀,然后在-30℃下冷冻干燥19h,得气凝胶;

[0047] 4) 将气凝胶置于管式炉中,在氮气环境下,先升温至170℃,保温预烧2.5h,然后再升温至510℃,保温10h,然后待炉温冷却至100℃时,取出,再自然冷却,即得吸附剂。经检测,该吸附剂的比表面积为919.6m²/g,对印染废水中亚甲基蓝的去除率为99.0%。

[0048] 实施例7:

[0049] 1) 取5g杏仁壳、5g桂圆壳、10g荔枝壳,混合粉碎,过80目筛,加入80ml浓度为10%的盐酸熟化,然后用水冲洗至中性,在75℃下烘20h,得干燥物;

[0050] 2) 向4g氧化石墨烯中加入去离子水,配制成10g/L的氧化石墨烯水溶液,然后加入0.5g聚乙二醇,在300W的功率、30℃的温度条件下超声分散4h,得氧化石墨烯分散液;

[0051] 3) 将干燥物投入氧化石墨烯分散液中,搅拌均匀,然后加入1.5g氯化锌,置于反应釜中在135℃温度下进行水热反应8h,冷却,加入1.5g葡萄糖,搅拌均匀,然后在-30℃下冷冻干燥18h,得气凝胶;

[0052] 4) 将气凝胶置于管式炉中,在氮气环境下,先升温至190℃,保温预烧2.5h,然后再升温至530℃,保温8h,然后待炉温冷却至95℃时,取出,再自然冷却,即得吸附剂。经检测,该吸附剂的比表面积为909.6m²/g,对印染废水中亚甲基蓝的去除率为98.2%。

[0053] 实施例8:

[0054] 1) 取8g杏仁壳、10g荔枝壳,混合粉碎,过100目筛,加入90ml浓度为10%的盐酸熟化,然后用水冲洗至中性,在75℃下烘20h,得干燥物;

[0055] 2) 向6g氧化石墨烯中加入去离子水,配制成12g/L的氧化石墨烯水溶液,然后加入1g聚乙二醇,在300W的功率、30℃的温度条件下超声分散2h,得氧化石墨烯分散液;

[0056] 3) 将干燥物投入氧化石墨烯分散液中,搅拌均匀,然后加入3g氯化锌,置于反应釜中在140℃温度下进行水热反应7h,冷却,加入3g葡萄糖,搅拌均匀,然后在-30℃下冷冻干燥20h,得气凝胶;

[0057] 4) 将气凝胶置于管式炉中,在氮气环境下,先升温至150℃,保温预烧3h,然后再升温至450℃,保温7h,然后待炉温冷却至90℃时,取出,再自然冷却,即得吸附剂。经检测,该吸附剂的比表面积为899.3m²/g,对印染废水中亚甲基蓝的去除率为98.0%。

[0058] 对比例1:

[0059] 1) 取10g杏仁壳、10g桂圆壳,混合粉碎,过80目筛,加入80ml浓度为10%的盐酸熟化,然后用水冲洗至中性,在75℃下烘20h,得干燥物;

[0060] 2) 向5g氧化石墨烯中加入去离子水,配制成10g/L的氧化石墨烯水溶液,然后加入1g聚乙二醇,在300W的功率、30℃的温度条件下超声分散2h,得氧化石墨烯分散液;

[0061] 3) 将干燥物投入氧化石墨烯分散液中,搅拌均匀,然后置于反应釜中在130℃温度下进行水热反应8h,冷却,在-30℃下冷冻干燥19h,得气凝胶;

[0062] 4) 将气凝胶置于管式炉中,在氮气环境下,升温至500℃,保温9h,然后待炉温冷却至95℃时,取出,再自然冷却,即得吸附剂。经检测,该吸附剂的比表面积为97.1m²/g,对印染废水中亚甲基蓝的去除率为90.5%。

[0063] 对比例2:

[0064] 1) 取10g杏仁壳、10g桂圆壳,混合粉碎,过80目筛,加入80ml浓度为10%的盐酸熟化,然后用水冲洗至中性,在75℃下烘20h,得干燥物;

[0065] 2) 向5g氧化石墨烯中加入去离子水,配制成10g/L的氧化石墨烯水溶液,然后加入1g聚乙二醇,在300W的功率、30℃的温度条件下超声分散2h,得氧化石墨烯分散液;

[0066] 3) 将干燥物投入氧化石墨烯分散液中,搅拌均匀,然后加入2.5g氯化锌,置于反应釜中在130℃温度下进行水热反应8h,冷却,在-30℃下冷冻干燥19h,得气凝胶;

[0067] 4) 将气凝胶置于管式炉中,在氮气环境下,先升温至180℃,保温预烧2.5h,然后再升温至500℃,保温9h,然后待炉温冷却至95℃时,取出,再自然冷却,即得吸附剂。经检测,该吸附剂的比表面积为126.9m²/g,对印染废水中亚甲基蓝的去除率为96.1%。