



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103115874 A

(43) 申请公布日 2013.05.22

(21) 申请号 201310026332.2

(22) 申请日 2013.01.24

(71) 申请人 昆明理工大学

地址 650093 云南省昆明市五华区学府路  
253号

(72) 发明人 马丽萍 毛宇 陈建涛 张杭  
戴取秀 谢龙贵 资泽城

(51) Int. Cl.

G01N 21/25(2006.01)

G01N 21/64(2006.01)

权利要求书1页 说明书7页 附图1页

### (54) 发明名称

一种用巯基棉检测吸附剂吸附效果的方法

### (57) 摘要

本发明公开了一种用巯基棉检测吸附剂吸附效果的方法,该方法是垃圾焚烧烟气中重金属(汞、铅、镉)吸附实验的后续分析方法,将含有巯基棉的管子连接在吸附重金属的烟气实验装置的尾部进行后续吸附分析,使用的巯基棉对重金属有很强的吸附能力并且易洗脱,吸附效果明显,对通过吸附剂的烟气中的重金属几乎可以完全吸附,不仅可以准确检测出吸附剂的吸附效果,且金属脱附后的巯基棉还可以再次利用,本方法简单易行,可以对各种吸附剂的吸附剂性能进行有效的评价,进而筛选出价格低廉、反应条件温和、吸附性能比较好的优质吸附剂,同时有效地控制了二次污染,安全环保。

1. 一种用巯基棉检测吸附剂吸附效果的方法,其特征在于其步骤如下:

(1)巯基棉的制备:依次在烧杯中加入硫代乙醇酸,2-甲基-四氢呋喃、氢硫酸和水,混合均匀,混合液冷却至室温移入装有脱脂棉的棕色广口瓶中,盖上瓶盖,置于恒温水浴锅中于30-50℃下放置3-8个昼夜后取出,将棉花平铺在有2层中速滤纸的抽滤瓶中,用去离子水洗至洗涤水为中性之后,置于30-50℃下烘干,即得到巯基棉,存于棕色瓶中保存备用,其中每5克脱脂棉添加硫代乙醇酸18-30ml,2-甲基-四氢呋喃15-25ml,氢硫酸2-4ml,去离子水3-5ml;

(2)将步骤(1)中制备的巯基棉放置于内径为8-10mm的管道中,然后将管子接到重金属烟气吸附装置的后面;

(3)将不通过吸附剂的重金属烟气通过巯基棉,5-10min后从管子中取出巯基棉,对其进行重金属的洗脱,洗脱液标号为I;

(4)将通过吸附剂处理的重金属烟气通过巯基棉,5-10min后从管子中取出巯基棉,对其进行重金属的洗脱,洗脱液标号为II;

(5)将I号和II号洗脱溶液进行相同倍数的稀释,用液相-原子荧光联用仪和原子吸收光谱仪检测出洗脱液中重金属的含量,未通过吸附剂和通过吸附剂得到的洗脱液中重金属的含量的差值就是吸附剂吸附的重金属含量,进而就可以评价各种吸附剂的吸附性能。

2. 根据权利要求1所述的用巯基棉检测吸附剂吸附效果的方法,其特征在于:采用的硫代乙醇酸、2-甲基-四氢呋喃为分析纯,氢硫酸为优级纯,水为蒸馏水。

3. 根据权利要求1所述的用巯基棉检测吸附剂吸附效果的方法,其特征在于:每次检测使用的巯基棉量为0.05-0.2g。

4. 根据权利要求1所述的用巯基棉检测吸附剂吸附效果的方法,其特征在于:巯基棉采用盐酸-氯化钠饱和溶液、硝酸-过氧化氢溶液、盐酸溶液中的一种进行洗脱,洗脱时间为5-10min。

5. 根据权利要求4所述的用巯基棉检测吸附剂吸附效果的方法,其特征在于:盐酸-氯化钠饱和溶液浓度为2-4mol/L,硝酸-过氧化氢溶液是浓度5-7mol/L的硝酸和质量百分比浓度10-30%的过氧化氢按体积比1:1-1:2的比例混合制得,盐酸溶液浓度为0.01-2mol/L。

## 一种用巯基棉检测吸附剂吸附效果的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种用巯基棉检测吸附剂吸附效果的方法,主要针对垃圾焚烧烟气中重金属(汞、铅、镉)的吸附实验进行后续分析,进而对烟气吸附实验中各种吸附剂的效果进行评价,并且可以有效地控制二次污染,属于大气污染控制领域。

### 背景技术

[0002] 城市生活垃圾中有很多有毒重金属,如汞、镉、铅、锌、铜、镍、铬等,其中,每吨垃圾中镉的含量高达 10 ~ 40g。垃圾中的重金属在焚烧过程中会部分挥发或者全部挥发气化,然后随着高温烟气的冷却发生冷凝作用。根据挥发——冷凝的机理,挥发性较高的汞、镉和铅等少数重金属会富集在亚微米颗粒上,而现有的除尘装置只能截获烟尘中较大的飞灰颗粒,粒径为 0.01-10 μm 的微粒很难被普通除尘装置捕获,将会被排入大气中,形成气溶胶,不易沉降,最终给环境造成很大的危害。因此,国内外对焚烧烟气中重金属污染物的排放量都会进行控制(见表 1)。随着日益严格的垃圾焚烧烟气排放标准,研究垃圾焚烧烟气中重金属的控制技术有着重要的现实意义。

[0003] 表 1:国内外生活垃圾焚烧过程中重金属污染物的排放浓度限值 (mg/m<sup>3</sup>)

国家 重金属	德国 (11% O <sub>2</sub> )	美国 (7% O <sub>2</sub> )	瑞典 (10% O <sub>2</sub> )	英国 (11% O <sub>2</sub> )	中国 (11% O <sub>2</sub> )
Hg	0.05	0.1	0.05	0.21-0.39	0.2
Cd	0.026	0.01	0.002	<(0.1-3.5)	0.1
Pb	0.358	0.1	0.06	0.1-50	1.6

目前去除垃圾烟气中重金属的其中一种方法是吸附法,利用过渡金属负载在天然矿石上制成吸附剂,该方法成本低,效果好,且不会产生二次污染,应用前景非常广泛。但是如何评价一种吸附剂吸附效果的好坏,进而筛选出优质的吸附剂又称为困扰研究者的棘手问题。普遍采用的方法有两种如下:

(1)直接对吸附完重金属的吸附剂进行表征(例如 XRD, SEM-EDS),可以检测出吸附的重金属含量,进而评价吸附剂的吸附效果。

[0004] (2)采用配制的吸收液,分别对通过吸附剂和未通过吸附剂的含重金属的垃圾烟气进行吸收,然后用原子荧光光谱仪和原子吸收光谱仪检测出吸收液中重金属的含量,一般吸收汞采用的吸收液是饱和盐酸-氯化钠溶液,吸收铅的吸收液是硝酸-过氧化氢溶液,吸收镉的是氢氟酸-硝酸溶液。

[0005] 第一种方法检测效果很好,准确,直接,但是成本太高,不适合用于筛选吸附剂。第二种方法效果不是很好,且配置吸收液比较麻烦,不同重金属采用的吸收液也不同。

[0006] 所以寻找一种能很好的检测吸收剂吸附效果且简单易行的方法非常需要。

[0007] 传统制备巯基棉采用的试剂是硫代乙醇酸,乙酸酐,乙酸,浓硫酸和去离子水,硫代乙醇酸和脱脂棉的反应是脂化反应,而配方中的乙酸酐和乙酸均能与脱脂棉发生脂化反

应,与硫代乙醇酸形成竞争,由此降低巯基棉的巯基含量并破坏棉纤维的机械性能。且乙酸酐与水反应生成乙酸,放出大量的热,使反应体系的温度迅速升高,不利于实验控制,反应体系的酸度明显变高,增加了后期洗涤的用水量 and 时间。发明申请 CN1546778A 公开了一种制备巯基棉的方法,其特征在于采用了硫代乙醇酸、四氢呋喃、浓硫酸作为反应试剂,各种试剂的体积比为:硫代乙醇酸:四氢呋喃:浓硫酸=1:1:0.002。用四氢呋喃代替了乙酸酐和乙酸,有效的解决了传统方法存在的一部分问题。但是也不够完美,本发明采用了 2-甲基-四氢呋喃(2-MeTHF)代替四氢呋喃(THF),氢硫酸代替浓硫酸,2-MeTHF 的沸点比 THF 更高,挥发损失少,回收只需要通过简单的精馏操作就可以,相对于 THF 和其他试剂的混合液,唯一的方法是焚烧。目前 2-MeTHF 价格虽略高于 THF,但 THF 因沸点低,水溶性极好,损耗大,回收率低且回收成本高,三废处理费用高,所以使用 2-MeTHF 的综合成本比使用 THF 低。由于 2-MeTHF 沸点比较高,容易冷凝回收,挥发损失少,所以大气污染也小,且在水中溶解度有限,通过共沸精馏后回收率高,进入废水中的 2-MeTHF 含量低,容易处理,环境影响小。符合绿色化学的概念。硫酸是氧化性强酸,对巯基棉纤维有明显的破坏性,本发明采用的是酸性相对比较弱的氢硫酸,这样对巯基棉纤维的破坏性明显降低,巯基棉纤维的强度更高,纤维不易断裂,为洗脱、再生、多次使用提供了保障。

### 发明内容

[0008] 本发明公开了一种用巯基棉检测吸附剂吸附效果的方法,目的在于针对垃圾焚烧烟气中重金属(汞、铅、镉)的吸附实验的效果进行后续分析,进而对烟气吸附实验中各种吸附剂的效果进行评价。

[0009] 本发明中的方法按以下步骤实施:

(1)巯基棉的制备:依次在烧杯中加入硫代乙醇酸,2-甲基-四氢呋喃、氢硫酸和水,混合均匀,混合时会放热,待冷却至室温移入装有脱脂棉的棕色广口瓶中,盖上瓶盖,置于恒温水浴中于 30-50°C 下放置 3-8 个昼夜(24h)后取出,将棉花平铺在有 2 层中速滤纸的抽滤瓶中用去离子水,洗至洗涤水为中性,之后置于 30-50°C 下烘干,即得到巯基棉,存于棕色瓶中保存备用,其中每 5 克脱脂棉添加硫代乙醇 18-30ml,2-甲基-四氢呋喃 15-25ml,氢硫酸 2-4ml,去离子水 3-5ml;

(2)将步骤(1)中制备的巯基棉放置于内径为 8-10mm 的管道中,然后将管子接到重金属烟气吸附装置的后面;

(3)将不通过吸附剂的重金属烟气通过巯基棉,5-10min 后从管子中取出巯基棉,对其进行重金属的洗脱,洗脱液标号为 I;

(4)将通过吸附剂处理的重金属烟气通过巯基棉,5-10min 后从管子中取出巯基棉,对其进行重金属的洗脱,洗脱液标号为 II;

(5)将 I 号和 II 号洗脱溶液进行相同倍数的稀释,用液相-原子荧光联用仪和原子吸收光谱仪检测出洗脱液中重金属的含量,原子吸收光谱仪测铅和镉的含量,液相-原子荧光联用仪测汞的含量;未通过吸附剂和通过吸附剂得到的洗脱液中重金属的含量的差值就是吸附剂吸附的重金属含量,进而就可以评价各种吸附剂的吸附性能。

[0010] 本发明中自制巯基棉时采用的硫代乙醇酸、2-甲基-四氢呋喃为分析纯,氢硫酸为优级纯,水为蒸馏水。



浓硫酸,酸性相对比较弱,这样对巯基棉纤维的破坏性明显降低,巯基棉纤维的强度更高,纤维不易断裂,为洗脱、再生、多次使用提供了保障。

[0016] (6)相对于常规的用吸收液来吸收,吸收更充分,吸附量是吸收液的1-4倍;且相对于传统的巯基棉,吸附量也更大;吸收液需现用现配,而制备好的巯基棉一般可以保存3个月;本方法更简单易行,对于烟气吸附实验中的各种吸附剂能够进行有效的评价,进而筛选出价格低廉、反应条件温和、吸附性能比较好的优质吸附剂。

## 附图说明

[0017] 图1是本发明工艺流程示意图;

图中:1是载气 $N_2$ ;2-6是截止阀;7是流量计I;8是流量计II;9是热电偶;10是石英舟;11是砂芯石英管;12是U型石英管;13是巯基棉;14是活性炭;15是处理后尾气,16是温度控制仪I;17是温度控制仪II。

## 具体实施方式

[0018] 下面通过附图和实施例对本发明作进一步详细说明,但本发明保护范围不局限于所述内容。

[0019] 实施例1:用巯基棉检测吸附剂吸附效果的方法,具体操作如下:

(1)依次在150ml烧杯中加入25ml硫代乙醇酸,25ml 2-甲基-四氢呋喃、3ml氢硫酸和5ml蒸馏水,混合均匀,待冷却至室温移入装有5g脱脂棉的棕色广口瓶中,棉花均匀浸润盖上瓶盖,置于恒温水浴中,于40℃放置4昼夜后取出,将棉花平铺在有2层中速滤纸的抽滤瓶中用去离子水洗涤,洗至洗涤水为中性,之后任置于40℃下烘干,即得到巯基棉,存于棕色瓶中保存备用;

(2)取制备好的巯基棉0.1g,长度约3cm塞入内径为8mm的U型石英管12中,并接入重金属烟气吸附装置中,吸附装置气路分为两路,一路气体通过吸附剂,另一路气体不通过吸附剂,由截止阀控制;本实施例中含重金属烟气由带有热电偶9(温度由温度控制仪I 16控制)和石英舟10(其上放置重金属)的重金属蒸发装置产生,待检测吸附剂置于砂芯石英管11(温度由温度控制仪II 17控制)中,U型石英管12(装有巯基棉13)与砂芯石英管11连接,以 $N_2$ 为载气,通过流量计I 7的为平衡气体 $N_2$ ,流量为200mL/min,通过流量计II 8的为 $N_2$ 和重金属蒸气的混合气体,流量为300mL/min;

(3)打开未通过吸附剂的气路(即打开截止阀2、3、4),关闭通过吸附剂的气路(即关闭截止阀5和6),5min后从石英管中取出巯基棉,采用2 mol/L的盐酸-氯化钠饱和溶液对其进行重金属的洗脱5min,洗脱液标号为I;

(4)打开通过吸附剂a的气路(即打开截止阀2、4、5和6),关闭未通过吸附剂的气路(即关闭截止阀3),5min后从石英管中取出巯基棉,采用2 mol/L的盐酸-氯化钠饱和溶液对其进行重金属的洗脱5min,洗脱液标号为II;

(5)洗脱后巯基棉循环使用;将I号和II号洗脱液稀释10倍,用液相-原子荧光联用仪和原子吸附光谱仪检测出洗脱液中重金属的含量,测得I号洗脱液中金属含量为Cd 1250  $\mu$ g/g, Pb 113  $\mu$ g/g, Hg 1.39  $\mu$ g/g, II号洗脱液中金属含量为Cd 336  $\mu$ g/g, Pb 20  $\mu$ g/g, Hg 0.33  $\mu$ g/g,将上述步骤中自制巯基棉换成传统巯基棉进行同样的实验,测出

来的数据是 I 号洗脱液中金属含量为 Cd 1212  $\mu\text{g/g}$ , Pb 109  $\mu\text{g/g}$ , Hg 1.29  $\mu\text{g/g}$ , II 号洗脱液中金属含量为 Cd 324  $\mu\text{g/g}$ , Pb 18  $\mu\text{g/g}$ , Hg 0.28  $\mu\text{g/g}$ , 将上述步骤中自制巯基棉换成 1mol/l 的盐酸溶液洗脱再次进行同样的实验, 测出来的数据是 I 号洗脱液中金属含量为 Cd 993  $\mu\text{g/g}$ , Pb 87  $\mu\text{g/g}$ , Hg 0.95  $\mu\text{g/g}$ , II 号洗脱液中金属含量为 Cd 468  $\mu\text{g/g}$ , Pb 25  $\mu\text{g/g}$ , Hg 0.39  $\mu\text{g/g}$ , 结果显示: 自制巯基棉吸附的重金属量最大, 更能还原烟气中重金属的含量, 所以其 I 号和 II 号洗脱液的差值更能准确的反应出吸附剂吸附重金属的量。计算得自制巯基棉测出的吸附剂 a 对重金属的吸附量为 Cd 914  $\mu\text{g/g}$ , Pb 93  $\mu\text{g/g}$ , Hg 1.06  $\mu\text{g/g}$  (见图 1)。

[0020] 实施例 2: 用巯基棉检测吸附剂吸附效果的方法, 具体操作如下:

(1) 依次在 150ml 烧杯中加入 30ml 硫代乙醇酸, 20ml 2-甲基-四氢呋喃、2ml 氢硫酸和 4ml 蒸馏水, 混合均匀, 待冷却至室温移入装有 5g 脱脂棉的棕色广口瓶中, 棉花均匀浸润盖上瓶盖, 置于恒温水浴中, 于 30 $^{\circ}\text{C}$  放置 8 昼夜后取出, 将棉花平铺在有 2 层中速滤纸的抽滤瓶中用去离子水洗涤, 洗至洗涤水为中性, 之后任置于 30 $^{\circ}\text{C}$  下烘干, 即得到巯基棉, 存于棕色瓶中保存备用;

(2) 取制备好的巯基棉 0.1g, 长度约 3cm 塞入内径为 8mm 的石英管中, 并接入重金属烟气吸附装置中, 吸附装置气路分为两路, 一路气体通过吸附剂, 另一路气体不通过吸附剂, 由截止阀控制; 本实施例中含重金属烟气由带有热电偶(温度由温度控制仪 I 控制) 和石英舟(其上放置重金属) 的重金属蒸发装置产生, 待检测吸附剂置于砂芯石英管(温度由温度控制仪 II 控制) 中, U 型石英管与砂芯石英管连接, 以  $\text{N}_2$  为载气, 通过流量计 I 的为平衡气体  $\text{N}_2$ , 流量为 200mL/min, 通过流量计 II 的为  $\text{N}_2$  和重金属蒸气的混合气体, 流量为 300mL/min;

(3) 打开未通过吸附剂的气路, 关闭通过吸附剂的气路, 7min 后从石英管中取出巯基棉, 对其进行重金属的洗脱, 洗脱液标号为 I;

(4) 打开通过吸附剂 b 的气路, 关闭未通过吸附剂的气路, 7min 后从石英管中取出巯基棉, 对其进行重金属的洗脱, 洗脱液标号为 II;

(5) 采用硝酸-过氧化氢溶液(浓度 7mol/L 的硝酸和质量百分比浓度 20% 的过氧化氢按体积比 1:1 的比例混合制得) 对其进行重金属的洗脱 8min; 洗脱后巯基棉循环使用; 将 I 号和 II 号洗脱液稀释 10 倍, 用液相-原子荧光联用仪和原子吸附光谱仪检测出洗脱液中重金属的含量, 测得 I 号洗脱液中金属含量为 Cd 1248  $\mu\text{g/g}$ , Pb 115  $\mu\text{g/g}$ , Hg 1.38  $\mu\text{g/g}$ , II 号洗脱液中金属含量为 Cd 564  $\mu\text{g/g}$ , Pb 30  $\mu\text{g/g}$ , Hg 0.53  $\mu\text{g/g}$ , 将上述步骤中自制巯基棉换成传统巯基棉进行同样的实验, 测出来的数据是 I 号洗脱液中金属含量为 Cd 1220  $\mu\text{g/g}$ , Pb 108  $\mu\text{g/g}$ , Hg 1.32  $\mu\text{g/g}$ , II 号洗脱液中金属含量为 Cd 557  $\mu\text{g/g}$ , Pb 30  $\mu\text{g/g}$ , Hg 0.49  $\mu\text{g/g}$ , 将上述步骤中自制巯基棉换成 4mol/L 的盐酸-氯化钠饱和溶液洗脱再次进行同样的实验测出来的数据是 I 号洗脱液中金属含量为 Cd 1052  $\mu\text{g/g}$ , Pb 85  $\mu\text{g/g}$ , Hg 1.01  $\mu\text{g/g}$ , II 号洗脱液中金属含量为 Cd 303  $\mu\text{g/g}$ , Pb 13  $\mu\text{g/g}$ , Hg 0.23  $\mu\text{g/g}$ , 结果显示: 自制巯基棉吸附的重金属量最大, 更能还原烟气中重金属的含量, 所以其 I 号和 II 号洗脱液的差值更能准确的反应出吸附剂吸附重金属的量。计算得自制巯基棉测出的吸附剂 b 对重金属的吸附量为 Cd 684  $\mu\text{g/g}$ , Pb 85  $\mu\text{g/g}$ , Hg 0.85  $\mu\text{g/g}$ 。

[0021] 实施例 3: 用巯基棉检测吸附剂吸附效果的方法, 具体操作如下:

(1) 依次在 150ml 烧杯中加入 18ml 硫代乙醇酸, 15ml 2- 甲基 - 四氢呋喃、4ml 氢硫酸和 3ml 蒸馏水, 混合均匀, 待冷却至室温移入装有 5g 脱脂棉的棕色广口瓶中, 棉花均匀浸润盖上瓶盖, 置于恒温水浴中, 于 50℃ 放置 3 昼夜后取出, 将棉花平铺在有 2 层中速滤纸的抽滤瓶中用去离子水洗涤, 洗至洗涤水为中性, 之后任置于 50℃ 下烘干, 即得到巯基棉, 存于棕色瓶中保存备用;

(2) 取制备好的巯基棉 0.05g, 长度约 2cm 塞入内径为 8mm 的石英管中, 并接入重金属烟气吸附装置中, 吸附装置气路分为两路, 一路气体通过吸附剂, 另一路气体不通过吸附剂, 由截止阀控制; 本实施例中含重金属烟气由带有热电偶 (温度由温度控制仪 I 控制) 和石英舟 (其上放置重金属) 的重金属蒸发装置产生, 待检测吸附剂置于砂芯石英管 (温度由温度控制仪 II 控制) 中, U 型石英管与砂芯石英管连接, 以  $N_2$  为载气, 通过流量计 I 的为平衡气体  $N_2$ , 流量为 200mL/min, 通过流量计 II 的为  $N_2$  和重金属蒸气的混合气体, 流量为 300mL/min;

(3) 打开未通过吸附剂的气路, 关闭通过吸附剂的气路, 10min 后从石英管中取出巯基棉, 对其进行重金属的洗脱, 洗脱液标号为 I;

(4) 打开通过吸附剂 c 的气路, 关闭未通过吸附剂的气路, 10min 后从石英管中取出巯基棉, 对其进行重金属的洗脱, 洗脱液标号为 II;

(5) 采用 1mol/L 盐酸溶液对其进行重金属的洗脱 5min; 洗脱后巯基棉循环使用; 将 I 号和 II 号洗脱液稀释 10 倍, 用液相 - 原子荧光联用仪和原子吸附光谱仪检测出洗脱液中重金属的含量, 测得 I 号洗脱液中金属含量为 Cd 1252  $\mu$ g/g, Pb 114  $\mu$ g/g, Hg 1.40  $\mu$ g/g, II 号洗脱液中金属含量为 Cd 667  $\mu$ g/g, Pb 41  $\mu$ g/g, Hg 0.42  $\mu$ g/g, 将上述步骤中自制巯基棉换成传统巯基棉进行同样的实验, 测出来的数据是 I 号洗脱液中金属含量为 Cd 1214  $\mu$ g/g, Pb 105  $\mu$ g/g, Hg 1.30  $\mu$ g/g, II 号洗脱液中金属含量为 Cd 653  $\mu$ g/g, Pb 37  $\mu$ g/g, Hg 0.41  $\mu$ g/g, 将上述步骤中自制巯基棉换成 2mol/l 的盐酸 - 氯化钠饱和溶液洗脱再次进行同样的实验, 测出来的数据是 I 号洗脱液中金属含量为 Cd 1005  $\mu$ g/g, Pb 80  $\mu$ g/g, Hg 0.98  $\mu$ g/g, II 号洗脱液中金属含量为 Cd 523  $\mu$ g/g, Pb 29  $\mu$ g/g, Hg 0.32  $\mu$ g/g, 结果显示: 自制巯基棉吸附的重金属量最大, 更能还原烟气中重金属的含量, 所以其 I 号和 II 号洗脱液的差值更能准确的反应出吸附剂吸附重金属的量。计算得自制巯基棉测出的吸附剂 c 对重金属的吸附量为 Cd 585  $\mu$ g/g, Pb 73  $\mu$ g/g, Hg 0.98  $\mu$ g/g。

[0022] 实施例 4: 用巯基棉检测吸附剂吸附效果的方法, 具体操作如下:

(1) 依次在 150ml 烧杯中加入 20ml 硫代乙醇酸, 20ml 2- 甲基 - 四氢呋喃、3ml 氢硫酸和 4ml 蒸馏水, 混合均匀, 待冷却至室温移入装有 5g 脱脂棉的棕色广口瓶中, 棉花均匀浸润盖上瓶盖, 置于恒温水浴中, 于 45℃ 放置 4 昼夜后取出, 将棉花平铺在有 2 层中速滤纸的抽滤瓶中用去离子水洗涤, 洗至洗涤水为中性, 之后任置于 45℃ 下烘干, 即得到巯基棉, 存于棕色瓶中保存备用;

(2) 取制备好的巯基棉 0.2g, 长度约 3cm 塞入内径为 9mm 的石英管中, 并接入重金属烟气吸附装置中, 吸附装置气路分为两路, 一路气体通过吸附剂, 另一路气体不通过吸附剂, 由截止阀控制; 本实施例中含重金属烟气由带有热电偶 (温度由温度控制仪 I 控制) 和石英舟 (其上放置重金属) 的重金属蒸发装置产生, 待检测吸附剂置于砂芯石英管 (温度由温度控制仪 II 控制) 中, U 型石英管与砂芯石英管连接, 以  $N_2$  为载气, 通过流量计 I 的为平衡气



体  $N_2$ , 流量为 200mL/min, 通过流量计 II 的为  $N_2$  和重金属蒸气的混合气体, 流量为 300mL/min;

(3) 打开未通过吸附剂的气路, 关闭通过吸附剂的气路, 9min 后从石英管中取出巯基棉, 对其进行重金属的洗脱, 洗脱液标号为 I;

(4) 打开通过吸附剂 d 的气路, 关闭未通过吸附剂的气路, 9min 后从石英管中取出巯基棉, 对其进行重金属的洗脱, 洗脱液标号为 II;

(5) 采用 0.01mol/L 盐酸溶液对其进行重金属的洗脱 10min; 洗脱后巯基棉循环使用; 将 I 号和 II 号洗脱液稀释 10 倍, 用液相 - 原子荧光联用仪和原子吸附光谱仪检测出洗脱液中重金属的含量, 测得 I 号洗脱液中金属含量为 Cd 1251  $\mu$ g/g, Pb 115  $\mu$ g/g, Hg 1.42  $\mu$ g/g, II 号洗脱液中金属含量为 Cd 586  $\mu$ g/g, Pb 35  $\mu$ g/g, Hg 0.55  $\mu$ g/g, 将上述步骤中自制巯基棉换成传统巯基棉进行同样的实验, 测出来的数据是 I 号洗脱液中金属含量为 Cd 1218  $\mu$ g/g, Pb 107  $\mu$ g/g, Hg 1.30  $\mu$ g/g, II 号洗脱液中金属含量为 Cd 572  $\mu$ g/g, Pb 32  $\mu$ g/g, Hg 0.45  $\mu$ g/g, 将上述步骤中自制巯基棉换成硝酸 - 过氧化氢溶液 (浓度 5mol/L 的硝酸和质量百分比浓度 30% 的过氧化氢按体积比 1:2 的比例混合制得) 洗脱再次进行同样的实验, 测出来的数据是 I 号洗脱液中金属含量为 Cd 1078  $\mu$ g/g, Pb 90  $\mu$ g/g, Hg 1.08  $\mu$ g/g, II 号洗脱液中金属含量为 Cd 554  $\mu$ g/g, Pb 29  $\mu$ g/g, Hg 1.08  $\mu$ g/g, 结果显示: 自制巯基棉吸附的重金属量最大, 更能还原烟气中重金属的含量, 所以其 I 号和 II 号洗脱液的差值更能准确的反应出吸附剂吸附重金属的量。计算得自制巯基棉测出的吸附剂对重金属的吸附量为 Cd 665  $\mu$ g/g, Pb 80  $\mu$ g/g, Hg 0.87  $\mu$ g/g。

[0023] 结合实施例 1、2、3、4 结果得, 吸附剂对重金属的吸附效果

Cd: 吸附剂 a > 吸附剂 b > 吸附剂 d > 吸附剂 c

Pb: 吸附剂 a > 吸附剂 b > 吸附剂 d > 吸附剂 c

Hg: 吸附剂 a > 吸附剂 c > 吸附剂 d > 吸附剂 b

综上所述, 吸附剂 a 对重金属烟气的吸附效果最好。

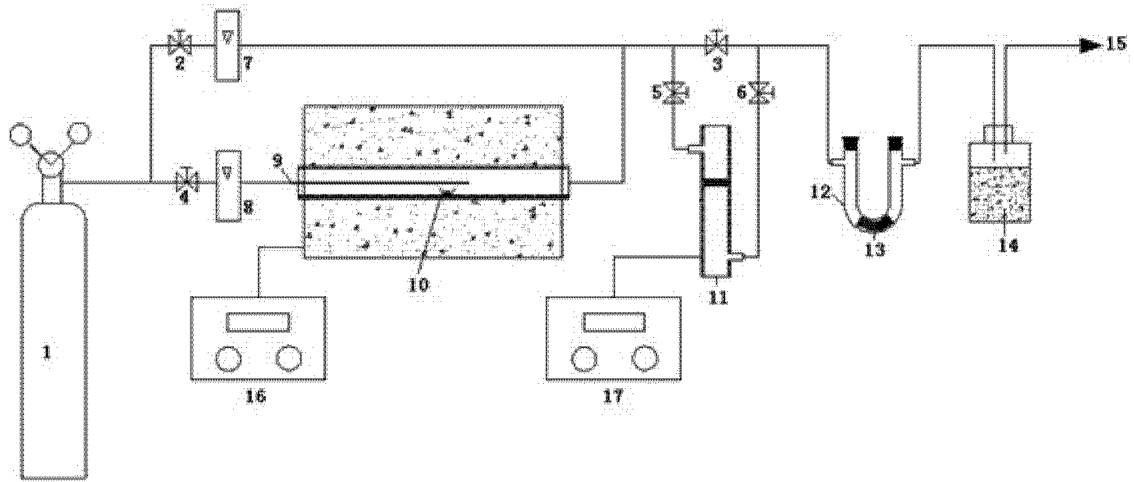


图 1