



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103934008 A

(43) 申请公布日 2014. 07. 23

(21) 申请号 201410156228. X

(22) 申请日 2014. 04. 17

(71) 申请人 常州大学

地址 213164 江苏省常州市武进区滆湖路 1
号

(72) 发明人 马建锋 邹静 李良银 姚超

(51) Int. Cl.

B01J 27/18 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种埃洛石负载磷酸银光催化剂的制备

(57) 摘要

本发明公开一种埃洛石负载磷酸银光催化剂的制备方法,具体步骤如下:将埃洛石加入到硝酸溶液中,得到酸处理的埃洛石,将4~8g酸处理的埃洛石置于真空抽滤瓶中,在真空状态下和硝酸银乙醇溶液混合,让硝酸银充分进入埃洛石管内,继续搅拌2~3h,固液分离,真空70~80℃烘干;将烘干得到的产品加入到50mL,浓度为0.5~1.5mol/L的磷酸二氢钠溶液中,搅拌4~5h,固液分离,洗涤,100~105℃烘干即得一种埃洛石负载磷酸银光催化剂。本发明的优点是:排空埃洛石管道中的空气和水汽,让硝酸银能进入到管道中;去除埃洛石内壁的铝氧化物,可以达到增加光透度和增加孔径的作用;得到的磷酸银颗粒存在于埃洛石管内部,避免团聚和脱落。

1. 一种埃洛石负载磷酸银光催化剂的制备,其特征是依次包括如下步骤:

1)将纯度不低于80wt%的埃洛石加入到1~5wt%的硝酸溶液中,反应体系固液比按质量百分比为5~10%,常温下搅拌4~8h,离心脱水并干燥,得到酸处理的埃洛石,处理后埃洛石内层的铝氧化物被溶解掉,管道内径变大,留下二氧化硅层,具有透明效果,催化剂可以有效接收光照;

2)将2g硝酸银溶解于80~100mL乙醇中,配制成硝酸银乙醇溶液;

3)将4~8g酸处理的埃洛石置于真空抽滤瓶中,真空抽滤瓶中放入磁力搅拌转子,真空抽滤瓶侧面细颈接真空泵,真空抽滤瓶瓶口通过橡皮塞连接分液漏斗,橡皮塞起封闭作用,使分液漏斗和真空抽滤瓶之间紧密连接,分液漏斗旋塞处于关闭状态;

4)将硝酸银乙醇溶液装入分液漏斗中,将连着分液漏斗的真空抽滤瓶置于磁力搅拌器上,打开真空泵,抽真空,打开磁力搅拌器,打开分液漏斗旋塞,让分液漏斗中的硝酸银乙醇溶液滴下,在真空状态下混合,在硝酸银快要滴加完成时,迅速完全打开分液漏斗旋塞,让空气完全进入,在空气的压力下,让硝酸银充分进入埃洛石管内,继续搅拌2~3h,固液分离,真空70~80℃烘干;

5)将烘干得到的产品加入到50mL,浓度为0.5~1.5mol/L的磷酸二氢钠溶液中,搅拌4~5h,固液分离,洗涤,100~105℃烘干即得一种埃洛石负载磷酸银光催化剂。

一种埃洛石负载磷酸银光催化剂的制备

技术领域

[0001] 本发明涉及环境污染控制新材料领域,尤其涉及一种埃洛石负载磷酸银光催化剂的制备。

背景技术

[0002] 随着科技的发展,来自工农业生产中产生的毒害有机污染物严重威胁着环境和人类的健康,寻求一种新型高效的环境治理技术具有重要的意义。光催化技术因其节能、高效、污染物降解彻底、无二次污染优点,目前已成为一种具有重要应用前景的新兴环境治理技术。近年来,新型高效的可见光光催化剂的研制成为光催化技术中的一个重要研究内容,其中具有表面等离子共振效应的光催化材料,因其独特的表面物理化学性质和高效的可见光光催化性能,成为研究的热点之一。但纳米颗粒物容易团聚,团聚后表面积大大减小,效果减弱。

[0003] 埃洛石又被称多水高岭石。化学组成与高岭石相同,具有相同的 1 : 1 的 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 比,片层结构卷曲成了 SiO_2 在外层, Al_2O_3 在内层,因此埃洛石纳米管具有与 SiO_2 非常相似的表面性质,和 Al_2O_3 相似的内层性质。一般来说埃洛石纳米管由多个高岭土片层卷曲而成,是天然的多壁型纳米管,管外径为 20-100nm,内径为 5-30nm,长度为 150nm-2 μm 。埃洛石与高岭土在晶体结构上的主要区别,一是管状构造,一是片状构造。埃洛石纳米管,由高岭土的片层在天然条件下卷曲而成,呈微管状结构。将纳米银颗粒负载到埃洛石的管内,可以有效的控制纳米银颗粒尺寸。但现有的技术仅仅是将纳米银颗粒负载到埃洛石的外表面,而内表面面积巨大,同时有很好的吸附效果,如果将内层充分利用,则可以有效的解决磷酸银颗粒团聚的问题。

发明内容

[0004] 本发明的目的是为克服现有技术的不足,提供一种埃洛石负载磷酸银光催化剂的制备。

[0005] 本发明采用的技术方案是依次包括如下步骤:

[0006] 1)将纯度不低于 80wt% 的埃洛石加入到 1 ~ 5wt% 的硝酸溶液中,反应体系固液比按质量百分比为 5 ~ 10%,常温下搅拌 4 ~ 8h,离心脱水并干燥,得到酸处理的埃洛石,处理后埃洛石内层的铝氧化物被溶解掉,管道内径变大,留下二氧化硅层,具有透明效果,催化剂可以有效接收光照;

[0007] 2)将 2g 硝酸银溶解于 80 ~ 100mL 乙醇中,配制成硝酸银乙醇溶液;

[0008] 3)将 4 ~ 8g 酸处理的埃洛石置于真空抽滤瓶中,真空抽滤瓶中放入磁力搅拌转子,真空抽滤瓶侧面细颈接真空泵,真空抽滤瓶瓶口通过橡皮塞连接分液漏斗,橡皮塞起封闭作用,使分液漏斗和真空抽滤瓶之间紧密连接,分液漏斗旋塞处于关闭状态;

[0009] 4)将硝酸银乙醇溶液装入分液漏斗中,将连着分液漏斗的真空抽滤瓶置于磁力搅拌器上,打开真空泵,抽真空,打开磁力搅拌器,打开分液漏斗旋塞,让分液漏斗中的硝酸

银乙醇溶液滴下,在真空状态下混合,在硝酸银快要滴加完成时,迅速完全打开分液漏斗旋塞,让空气完全进入,在空气的压力下,让硝酸银充分进入埃洛石管内,继续搅拌 2 ~ 3h,固液分离,真空 70 ~ 80°C 烘干;

[0010] 5)将烘干得到的产品加入到 50mL,浓度为 0.5 ~ 1.5mol/L 的磷酸二氢钠溶液中,搅拌 4 ~ 5h,固液分离,洗涤,100 ~ 105°C 烘干即得一种埃洛石负载磷酸银光催化剂。

[0011] 本发明的优点是:1. 排空埃洛石管道中的空气和水汽,使埃洛石和硝酸银能够充分接触,特别是让硝酸银能进入到管道中。2. 去除埃洛石内壁的铝氧化物,可以达到增加光透度和增加孔径的作用。3. 得到的磷酸银颗粒存在于埃洛石管内部,避免团聚和脱落。

具体实施方式

[0012] 以下进一步提供本发明的 3 个实施例:

[0013] 实施例 1

[0014] 将纯度不低于 80wt% 的埃洛石加入到 5wt% 的硝酸溶液中,反应体系固液比按质量百分比为 10%,常温下搅拌 8h,离心脱水并干燥,得到酸处理的埃洛石;将 2g 硝酸银溶解于 100mL 乙醇中,配制成硝酸银乙醇溶液;将 8g 酸处理的埃洛石置于真空抽滤瓶中,真空抽滤瓶中放入磁力搅拌转子,真空抽滤瓶侧面细颈接真空泵,真空抽滤瓶瓶口通过橡皮塞连接分液漏斗,橡皮塞起封闭作用,使分液漏斗和真空抽滤瓶之间紧密连接,分液漏斗旋塞处于关闭状态;将硝酸银乙醇溶液装入分液漏斗中,将连着分液漏斗的真空抽滤瓶置于磁力搅拌器上,打开真空泵,抽真空,打开磁力搅拌器,打开分液漏斗旋塞,让分液漏斗中的硝酸银乙醇溶液滴下,在真空状态下混合,在硝酸银快要滴加完成时,迅速完全打开分液漏斗旋塞,让空气完全进入,在空气的压力下,让硝酸银充分进入埃洛石管内,继续搅拌 3h,固液分离,真空 80°C 烘干;将烘干得到的产品加入到 50mL,浓度为 1.5mol/L 的磷酸二氢钠溶液中,搅拌 5h,固液分离,洗涤,105°C 烘干即得一种埃洛石负载磷酸银光催化剂。

[0015] 将制得的埃洛石负载磷酸银光催化剂用于处理含亚甲基蓝废水:0.5g 埃洛石负载磷酸银光催化剂加入到 300mL 浓度为 40mg/L 的亚甲基蓝废水中,在 300w 金卤灯照射下,反应 30min,脱色率为 96.4%,催化剂分离重复利用 7 次后,同样条件下,反应 30min,脱色率为 92.5%。同样质量的磷酸银颗粒在相同的条件下,30min 时脱色率为 92.6%,相比剥离型膨润土负载磷酸银催化剂,磷酸银颗粒所含的银量相对要大得多,因此本申请所得到的产品更经济,效果更好。

[0016] 实施例 2

[0017] 将纯度不低于 80wt% 的埃洛石加入到 1wt% 的硝酸溶液中,反应体系固液比按质量百分比为 5%,常温下搅拌 4h,离心脱水并干燥,得到酸处理的埃洛石;将 2g 硝酸银溶解于 80mL 乙醇中,配制成硝酸银乙醇溶液;将 4g 酸处理的埃洛石置于真空抽滤瓶中,真空抽滤瓶中放入磁力搅拌转子,真空抽滤瓶侧面细颈接真空泵,真空抽滤瓶瓶口通过橡皮塞连接分液漏斗,橡皮塞起封闭作用,使分液漏斗和真空抽滤瓶之间紧密连接,分液漏斗旋塞处于关闭状态;将硝酸银乙醇溶液装入分液漏斗中,将连着分液漏斗的真空抽滤瓶置于磁力搅拌器上,打开真空泵,抽真空,打开磁力搅拌器,打开分液漏斗旋塞,让分液漏斗中的硝酸银乙醇溶液滴下,在真空状态下混合,在硝酸银快要滴加完成时,迅速完全打开分液漏斗旋塞,让空气完全进入,在空气的压力下,让硝酸银充分进入埃洛石管内,继续搅拌 2h,固液分

离,真空 70℃烘干;将烘干得到的产品加入到 50mL,浓度为 0.5mol/L 的磷酸二氢钠溶液中,搅拌 4h,固液分离,洗涤,100℃烘干即得一种埃洛石负载磷酸银光催化剂。

[0018] 将制得的埃洛石负载磷酸银光催化剂用于处理含酸性大红废水:0.5g 埃洛石负载磷酸银光催化剂加入到 300mL 浓度为 40mg/L 的酸性大红废水中,在 300w 金卤灯照射下,反应 30min,脱色率为 96.3%,催化剂分离重复利用 7 次后,同样条件下,反应 30min,脱色率为 93.0%。同样质量的磷酸银颗粒在相同的条件下,30min 时脱色率为 91.1%。

[0019] 实施例 3

[0020] 将纯度不低于 80wt% 的埃洛石加入到 3wt% 的硝酸溶液中,反应体系固液比按质量百分比为 10%,常温下搅拌 8h,离心脱水并干燥,得到酸处理的埃洛石;将 2g 硝酸银溶解于 100mL 乙醇中,配制成硝酸银乙醇溶液;将 8g 酸处理的埃洛石置于真空抽滤瓶中,真空抽滤瓶中放入磁力搅拌转子,真空抽滤瓶侧面细颈接真空泵,真空抽滤瓶瓶口通过橡皮塞连接分液漏斗,橡皮塞起封闭作用,使分液漏斗和真空抽滤瓶之间紧密连接,分液漏斗旋塞处于关闭状态;将硝酸银乙醇溶液装入分液漏斗中,将连着分液漏斗的真空抽滤瓶置于磁力搅拌器上,打开真空泵,抽真空,打开磁力搅拌器,打开分液漏斗旋塞,让分液漏斗中的硝酸银乙醇溶液滴下,在真空状态下混合,在硝酸银快要滴加完成时,迅速完全打开分液漏斗旋塞,让空气完全进入,在空气的压力下,让硝酸银充分进入埃洛石管内,继续搅拌 3h,固液分离,真空 75℃烘干;将烘干得到的产品加入到 50mL,浓度为 1mol/L 的磷酸二氢钠溶液中,搅拌 4h,固液分离,洗涤,100℃烘干即得一种埃洛石负载磷酸银光催化剂。

[0021] 将制得的埃洛石负载磷酸银光催化剂用于处理含酸性大红废水:0.5g 埃洛石负载磷酸银光催化剂加入到 300mL 浓度为 40mg/L 的酸性大红废水中,在 300w 金卤灯照射下,反应 30min,脱色率为 96.8%,催化剂分离重复利用 7 次后,同样条件下,反应 30min,脱色率为 92.4%。同样质量的磷酸银颗粒在相同的条件下,30min 时脱色率为 93.3%。