



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105540729 A

(43) 申请公布日 2016. 05. 04

(21) 申请号 201510989366. 0

C02F 101/38(2006. 01)

(22) 申请日 2015. 12. 28

(71) 申请人 沈阳理工大学

地址 110159 辽宁省沈阳市浑南新区南屏中路6号

(72) 发明人 苏会东 孙志伟 孙福佳 董钰莹
李良玉 郑春杰

(74) 专利代理机构 沈阳利泰专利商标代理有限公司 21209

代理人 李枢

(51) Int. Cl.

C02F 1/30(2006. 01)

C02F 1/32(2006. 01)

C02F 1/46(2006. 01)

C02F 1/72(2006. 01)

G23C 18/12(2006. 01)

C02F 101/30(2006. 01)

C02F 101/36(2006. 01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种三维电极光电催化处理高盐高浓度有机废水的方法

(57) 摘要

一种三维电极光电催化处理高盐高浓度有机废水的方法,是在 150ml 反应容器内,以 HDV-7C 晶体管恒电位仪为电源,与钛网光电极为主电极相连接,并充填粒子复合电极;即 TiO₂/蛭石 0.2-0.5 和石墨 0.5-0.8g 混合物,再在容器内充填高盐有机水,用紫外光照 60min,即可。用本发明的方法处理高盐有机水,设备投资少,废水处理效果好,速度快,具有良好的社会和经济效益。

1. 一种三维电极光电催化处理高盐高浓度有机废水的方法,其特征在于,包括下述工艺步骤:

(1)、粒子电极的预处理:

蛭石和石墨分别粉碎,选择40-60目粒子,分别将蛭石超声清洗30 min,石墨超声清洗90 min后,冲洗干净,分别在80℃下烘干,冷却后,密封保存备用;

(2)、钛网预处理:

将钛网切割成面积30 mm×60 mm的小片,浸泡在质量分数为5%的Na₂CO₃溶液中,超声清洗30 min后取出用蒸馏水清洗,放入10%的冰醋酸溶液中,超声清洗30 min后,冲洗干净,烘干后密封保存备用;

(3)、粒子电极的制备:采用溶胶凝-胶法制备 TiO₂负载型粒子电极,制备过程如下:首先将4-6 ml钛酸丁酯缓慢滴入到含10 -12ml无水乙醇和0.2 -0.4ml浓度1:3浓盐酸的小烧杯中,磁力搅拌器下搅拌20 min;同时在另一烧杯中,将0.2 -0.4 ml浓度1:3浓盐酸缓慢滴入到含有10 -12ml无水乙醇和0.2 -0.4ml蒸馏水的小烧杯中,磁力搅拌器下搅拌10 min;然后将两个烧杯中的溶液混合,均匀搅拌60min形成无色透明液体;再将1-3g预处理后的蛭石均匀平铺在培养皿中,将制备的透明液体缓慢均匀的倒进培养皿中,搅拌混合均匀,超声波震荡60min,然后自然干燥48小时,450-550℃煅烧2h,既得TiO₂/蛭石粒子电极;

(4)、钛网光电极的制备:

采用溶胶凝胶法制备TiO₂光电极:取4-6 ml酞酸丁酯、0.5-0.7 g氯化锡,加入30-35ml异丙醇和20-22ml正丁醇,混合后不断搅拌,再加入0.01-0.02 g十六烷基三甲基溴化铵,1 ml浓度65%的浓硝酸,搅拌60 min,制备成涂液,涂覆到经过预处理的钛片上,100 °C下干燥15 min,重复该过程,涂覆3次,450-550℃煅烧2h,得到钛网光电极;

(5)、在150ml的容器内,以HDV-7C晶体管恒电位仪为电源,与钛网光电极为主电极相连接,并填充TiO₂/蛭石0.2-0.5g和石墨0.5-0.8g,再在反应容器中注入高盐有机废水,采用λ=253.7nm的20w紫外灯照射60min,即完成高盐有机废水的处理。

一种三维电极光电催化处理高盐高浓度有机废水的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种三维电极光电催化处理高盐高浓度有机废水的方法,主要针对高盐高浓度有机废水的处理,属于有机废水处理技术领域。

背景技术

[0002] 我国石油和化工行业的高盐难生物降解有机废水往往具有浓度高、毒性大、成分杂、难降解等特点,由于长期以来缺乏技术可行、经济合理的处理办法,造成企业投入高、治理难度大、水污染严重等一系列突出问题,特别是近期发生的高浓度含盐母液有机废水污染水体的事件,对企业的生存和发展造成了严重的负面影响,也成为社会、公众和政府部门高度关注的问题。

发明内容

[0003] 本发明的目的,是提供一种三维电极光电催化处理高盐高浓度有机废水的方法,采用本发明污水处理方法,企业投入少,对高盐高浓度有机废水的处理速度快,水污染物去除率高,具有明显的经济和社会效益。

[0004] 采用的技术方案是:

一种三维电极光电催化处理高盐高浓度有机废水的方法,包括下述工艺步骤:

1、石墨粒子的处理:

将石墨块粉碎,选择40-60目粒子,超声清洗90 min,冲洗干净,在80°C下烘干,冷却后,密封保存备用。

[0005] 上述处理好的石墨粒子用作粒子电极。

[0006] 2、蛭石粒子的处理:

蛭石粒子预处理:将蛭石粉碎,选择40-60目粒子,超声清洗30 min后,冲洗干净,在80°C下烘干,冷却后,密封保存备用。

[0007] 上述处理过的蛭石粒子作光催化剂载体。

[0008] 3、制备TiO₂/蛭石粒子电极:

采用溶胶凝-胶法制备 TiO₂负载型粒子电极,制备过程如下:首先将4-6 ml钛酸丁酯缓慢滴入到含有10-12ml无水乙醇和0.2-0.4ml浓度1:3盐酸的小烧杯中,磁力搅拌器下搅拌20 min;同时在另一烧杯中,将0.2-0.4 ml浓度1:3浓盐酸缓慢滴入到含有10-12ml无水乙醇和0.2-0.4ml蒸馏水的小烧杯中,磁力搅拌器下搅拌10 min;然后将两个烧杯中的溶液混合,均匀搅拌60min形成无色透明液体。再将1-3g预处理后的蛭石均匀平铺在培养皿中,将制备的透明液体缓慢均匀的倒进培养皿中,搅拌混合均匀,超声波震荡60min,然后自然干燥48小时,450-550°C煅烧2h,既得TiO₂/蛭石粒子电极。

[0009] 4、制备钛网光电极:

1)、对钛网进行预处理:

将钛网切割成面积(30 mm×60 mm)的小片,浸泡到质量分数为5%的Na₂CO₃溶液中,超

声清洗30 min后取出用蒸馏水清洗,放入10%的冰醋酸溶液中,超声清洗30 min后,冲洗干净,烘干后密封保存备用。

[0010] 2)、采用溶胶凝胶法制备TiO₂光电极:取4-6 ml酞酸丁酯、0.5-0.7 g氯化锡,加入30-35ml异丙醇和20-22ml正丁醇,混合后不断搅拌,再加入0.01-0.02 g十六烷基三甲基溴化铵,1 ml浓度65%的浓硝酸,搅拌60 min,制备成涂液,涂覆到经过预处理的钛网片上,100 °C下干燥15 min,重复该过程,涂覆3次,450-550°C煅烧2h,得到钛网光电极。

[0011] 5、对高盐高浓度有机废水的处理:

以HDV-7C晶体管恒电位仪为反应装置提供2-3V稳定的电压,与制备好的一个钛网光电极为主电极相连接,设置在反应器内,然后充填TiO₂/蛭石0.2-0.5g和经步骤1处理的石墨粒子0.5-0.8g,将有机废水装满反应器,用20w紫外灯($\lambda=253.7\text{nm}$)为固定光源,照射60分钟,即可对有机废水进行处理。

[0012] 验证本发明对有机废水处理效果,采用在反应器中加入亚甲基蓝量为5-10mg/L,通过亚甲基蓝的脱色率来计算三维光电体系对废水的处理效果。

[0013] 本发明处理有机废水投资少,处理效果好,用紫外光照射60min后的脱色率达到59.6%以上。

具体实施方式

[0014] 实施例一

一种三维电极光电催化处理高盐高浓度有机废水的方法,包括下述步骤:

1、粒子电极的制备

蛭石和石墨分别粉碎,选择40-60目粒子,分别将蛭石超声清洗30 min,石墨超声清洗90 min后,冲洗干净,分别在80°C下烘干,冷却后,密封保存备用。

[0015] 将4 ml钛酸丁酯缓慢滴入到含10 ml无水乙醇和0.2 ml浓度1:3浓盐酸的小烧杯中,磁力搅拌器下搅拌20 min;同时在另一烧杯中,将0.2 ml浓度1:3浓盐酸缓慢滴入到含有10 ml无水乙醇和0.2 ml蒸馏水的小烧杯中,磁力搅拌器下搅拌10 min;然后将两个烧杯中的溶液混合,均匀搅拌60min形成无色透明液体。再将2g预处理后的蛭石均匀平铺在培养皿中,将制备的透明液体缓慢均匀的倒进培养皿中,搅拌混合均匀,超声波震荡60min,然后自然干燥48小时,500°C煅烧2h,既得TiO₂/蛭石粒子电极。

[0016] 2、钛网光电极的制备方法

将钛网切割成面积(30 mm×60 mm)的小片,浸泡到质量分数为5%的Na₂CO₃溶液中,超声清洗30 min后取出用蒸馏水清洗,放入10%的冰醋酸溶液中,超声清洗30 min后,冲洗干净,烘干后密封保存备用。取4.5ml酞酸丁酯、0.5 g氯化锡,加入30ml异丙醇和20ml正丁醇,混合后不断搅拌,再加入0.01 g十六烷基三甲基溴化铵,1 ml浓度65%的浓硝酸,搅拌60 min,制备成涂液,涂覆到经过预处理的钛片上,100 °C下干燥15 min,重复该过程,涂覆3次,450°C煅烧2h,得到钛网光电极。

[0017] 3、在150ml的容器内,以HDV-7C晶体管恒电位仪为电源,与制备好的一个钛网光电极为主电极相连接,充填量为TiO₂/蛭石0.2g和石墨0.8g为复合粒子电极,再在反应容器内充满高盐有机水,最后用20w紫外灯为光源,形成三维光电催化体系处理有机水,三维光电催化60min,即可。

[0018] 采用加入亚甲基蓝液验证,脱色率达到59.6%以上。

[0019] 验证实施例一

一种三维电极光电催化处理高盐高浓度有机废水的方法包括下述步骤:

按照实施例1的方法制备粒子电极和钛网光电极,在三维光电催化实验中,以150 ml的烧杯作为反应容器,以含有3 mol/L 的 Na_2SO_4 与10 mg/L的亚甲基蓝溶液为模拟高盐有机废水,以制备的钛网光电极为主电极,填充 TiO_2 /蛭石0.2 g与石墨0.8为复合粒子电极,20w紫外灯为光源,以HDV-7C晶体管恒电位仪保持2V电压,进行三维光电催化处理模拟废水。结果表明,三维光电催化60min的脱色率为59.6%。

[0020] 验证实施例二

一种三维电极光电催化处理高盐高浓度有机废水的方法,包括下述步骤:

按照实施例1的方法制备粒子电极和钛网光电极,在三维光电催化实验中,以150 ml的烧杯作为反应容器,以含有2 mol/L 的 Na_2SO_4 与5 mg/L的亚甲基蓝溶液为模拟高盐有机废水,以制备的钛网光电极为主电极,填充 TiO_2 /蛭石0.2 g与石墨0.8为复合粒子电极,20w紫外灯为光源,以HDV-7C晶体管恒电位仪保持2V电压,进行三维光电催化处理模拟废水。结果表明,三维光电催化60min的脱色率为65.2%。