



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 107362780 B

(45)授权公告日 2020.01.14

(21)申请号 201710598525.3

(56)对比文件

(22)申请日 2017.07.21

CN 107570119 A,2018.01.12,

(65)同一申请的已公布的文献号

审查员 程远梅

申请公布号 CN 107362780 A

(43)申请公布日 2017.11.21

(73)专利权人 成都理工大学

地址 610059 四川省成都市成华区二仙桥  
东三路1号

(72)发明人 万涛 李蕊香 邹矗张 徐敏

程文忠 苏军 陈玉莲

(51)Int.Cl.

*B01J 20/26*(2006.01)

*B01J 20/30*(2006.01)

*C02F 1/28*(2006.01)

*C02F 101/30*(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种具有半互穿网络结构的秸秆染料吸附剂制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种具有半互穿网络结构的秸秆染料吸附剂制备方法,首先采用超声预处理秸秆,然后对其进行丙烯酸的接枝改性,最后将丙烯酸改性秸秆和功能性单体进行接枝共聚,制备具有半互穿网络结构和多种染料吸附基团的秸秆染料吸附剂,对于初始浓度为500~3000mg/L染料水溶液,具有半互穿网络结构的秸秆染料吸附剂染料吸附容量达到200~2000mg/g,80~120min达到吸附平衡,可广泛应用于染料吸附分离以及染料废水污染治理等。

1. 一种具有半互穿网络结构的秸秆染料吸附剂在染料吸附方面的应用,其特征就在于有如下工艺步骤:

将秸秆用去离子水洗涤、烘干后粉碎,筛取100~200目秸秆粉末,将秸秆粉末加入到N,N-二甲基甲酰胺,置于超声波清洗槽超声预处理1~6小时,将超声预处理的秸秆悬浮液转移到三口烧瓶,加入丙烯酸、N,N'-二环己基碳化二亚胺和4-二甲氨基吡啶,升温到25~50℃反应2~6h,冷却至室温,过滤,乙醇洗涤3~5次,烘干,粉碎,得到丙烯酸改性秸秆;N,N-二甲基甲酰胺、秸秆、丙烯酸的质量比为100:5~20:2~10,丙烯酸、N,N'-二环己基碳化二亚胺和4-二甲氨基吡啶的摩尔比:1:0.5~1:0.1~0.5;

将NaOH溶解于200mL去离子水,冰浴中将丙烯酸缓慢滴加到NaOH水溶液,搅拌反应0.5~2h,得到部分中和丙烯酸水溶液;将丙烯酸改性秸秆、丙烯酰胺、聚乙烯吡咯烷酮和交联剂加入到部分中和丙烯酸水溶液,搅拌均匀,升温至50~60℃,加入氧化还原引发剂,引发聚合反应3~5小时,将产物用无水乙醇洗涤3~5次,80℃烘干,粉碎,得到具有半互穿网络结构的秸秆染料吸附剂;丙烯酸和NaOH的摩尔比为1:0.5~0.8;丙烯酸与丙烯酰胺的质量比为1~5:1~5;交联剂占丙烯酸和丙烯酰胺单体质量总量的0.1~0.8%;氧化还原引发剂占丙烯酸和丙烯酰胺单体质量总量的0.1%~2.0%;所述的氧化还原引发剂包括氧化剂和还原剂,氧化剂和还原剂的摩尔比为1~2:1;氧化剂选自过硫酸铵、过硫酸钾和过硫酸钠,还原剂选自亚硫酸氢钠、亚硫酸钠、硫代硫酸钠和硫酸亚铁;聚乙烯吡咯烷酮占丙烯酸和丙烯酰胺单体质量总量的5~20%,丙烯酸改性秸秆占丙烯酸和丙烯酰胺单体质量总量的5~30%;

对于初始浓度为500~3000mg/L染料水溶液,具有半互穿网络结构的秸秆染料吸附剂染料吸附容量达到200~2000mg/g,80~120min达到吸附平衡。

2. 根据权利要求1所述的一种具有半互穿网络结构的秸秆染料吸附剂在染料吸附方面的应用,其特征就在于:所述的秸秆选自玉米秸秆、小麦秸秆、大豆秸秆、稻草秸秆、高粱秸秆和棉花秸秆。

3. 根据权利要求1所述的一种具有半互穿网络结构的秸秆染料吸附剂在染料吸附方面的应用,其特征就在于:所述的超声波清洗槽频率为20~80kHz、功率为300~3000W。

4. 根据权利要求1所述的一种具有半互穿网络结构的秸秆染料吸附剂在染料吸附方面的应用,其特征就在于:所述的交联剂选自N,N'-亚甲基双丙烯酰胺、乙二醇双丙烯酸酯、一缩乙二醇双丙烯酸酯、二缩乙二醇双丙烯酸酯、1,3-丙二醇双丙烯酸酯、三羟甲基丙烷三丙烯酸酯、季戊四醇三丙烯酸酯、甲基丙烯酸缩水甘油酯和聚乙二醇双丙烯酸酯。

5. 根据权利要求1所述的一种具有半互穿网络结构的秸秆染料吸附剂在染料吸附方面的应用,其特征就在于:所述的染料选自亚甲基蓝、阳离子蓝FGL、阳离子橙R、阳离子嫩黄7GL、阳离子桃红FG、甲基绿、结晶紫、甲基橙、活性黑RB5、刚果红、茜素红、日落黄、茜素绿、酸性铬蓝 K和曙红 Y。

## 一种具有半互穿网络结构的秸秆染料吸附剂制备方法

### 一、技术领域

[0001] 本发明涉及一种具有半互穿网络结构的秸秆染料吸附剂制备方法,本发明制备的具有半互穿网络结构的秸秆染料吸附剂适用于染料的吸附分离,可广泛应用于染料吸附、分离提纯以及染料环境污染治理等。

### 二、背景技术

[0002] 染料废水是含有染料的有色废水,主要来源于染料及染料中间体生产行业和纺织,皮革,造纸,橡胶,塑料,化妆品,制药和食品等不同行业,具有组成复杂、水量和水质变化大、色度高、COD和BOD浓度高、悬浮物多、难生物降解物质多等特点,是较难处理的工业废水之一。另外,染料废水不仅有明显的色度,影响感官,并且废水中含对水体或人体有毒有害的污染物,染料废水若不经处理直接排放,会引起水体生态环境的破坏,有毒有害物质进入食物链,会影响人体的健康。因此有效处理染料废水已成为当今社会亟需解决的问题。

[0003] 目前处理染料废水的方法主要有化学、生物、物理法等。沉淀絮凝法操作简单,成本低,但产生的大量污泥增加运营成本。电解法处理废水时耗电和金属电极量大。光催化氧化只对低浓度染料废水效果好。生物法选择性较单一、且微生物对环境敏感。吸附法操作简单,成本低、效果好,吸附剂易于回收利用。常用的吸附剂有活性炭、矿物、树脂类吸附剂等。活性炭吸附力强,去除率高,但成本高,一般只用于浓度较低的印染废水处理或深度处理。矿物包括天然沸石、膨润土等,其离子交换能力和吸附性能较好,但活性低,再生困难。而树脂类吸附剂处理效率高,可在一定条件下再生,再生后仍可保持高效,适用于染料废水的处理。

[0004] 高吸水树脂具有吸附容量大、吸附速率快、良好的循环吸附性以及环境友好性等优点。此外,高吸水树脂的三维交联网络结构和功能性官能团使它具有高渗透性及较好的离子吸附性,因此高吸水树脂作为染料吸附树脂的研究逐渐引起人们的关注。王永生等用改性凹凸棒与聚(丙烯酸-丙烯酰胺)接枝共聚得到复合高吸水树脂用于亚甲基蓝染料的吸附,60℃时吸附量达到1273mg/g。李胜芳将直链淀粉复合聚(丙烯酸-丙烯酰胺-甲基丙烯酸酯)树脂用于结晶紫染料的吸附,得出其吸附过程符合Langmuir模型及准二级动力学方程。Paulino等研究了改性阿拉伯糖与聚丙烯酸-丙烯酰胺接枝共聚复合高吸水树脂对亚甲基蓝染料的吸附性能,最大吸附容量为48mg/g,脱色率为98%。余响林等采用丙烯酸高吸水树脂对3种阳离子染料-孔雀石绿、亚甲基蓝和中性红的吸附效果进行了研究,发现含羧基和磺酸基较多的高吸水树脂对三种染料吸附较好,吸附率均超过90%。

[0005] 为了降低高吸水树脂的成本以及更好的构建多孔三维网络结构,近年来的研究主要由改性后的植物纤维素与各种聚合物单体进行接枝共聚合成复合高吸水树脂,因此秸秆复合高吸水树脂逐渐成为国内外的研究热点。Xie等将小麦秸秆进行碱预处理,然后与丙烯酸和凹凸棒石接枝共聚合成了含氮和硼的高吸水性树脂,并研究了氮和硼的释放特性。冯志鑫等用葵花秸秆髓与丙烯酸和丙烯酰胺接枝共聚得到的高吸水树脂吸蒸馏水的倍率为293倍,吸自来水的倍率为154倍,吸生理盐水的倍率为31倍,谭凤芝等将玉米秸秆预处理后

与丙烯酸接枝共聚制备高吸水性树脂,吸水率最高达到291g/g,吸盐水率达到49g/g。王丹等利用麦秸秆、丙烯酸、丙烯酰胺和甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵(DMC)为原料,通过接枝共聚合成两性高吸水性树脂,吸蒸馏水达853g/g、吸生理盐水为118g/g。郭焱等将小麦秸秆进行碱蒸煮预处理,与丙烯酸、丙烯酰胺接枝共聚合成农用高吸水性树脂,吸收去离子水达412g/g,吸收 $w(\text{复混肥})=0.1\%$ 的水溶液达到126g/g。刘维等用麦秸秆和玉米秆与丙烯酸接枝共聚制备高吸水性树脂,其中麦秸秆制备的吸水性树脂的吸水倍率接近200,而玉米秆制备的吸水性树脂的吸水倍率接近150。付忠实等将玉米秸秆与丙烯酸及其钠盐进行接枝共聚,初步摸索出了聚合反应的最佳条件,制得了性能较好、价格低廉的产品。万涛等将玉米秸秆预处理后与丙烯酸、丙烯酰胺和苯乙烯磺酸钠进行水溶液接枝共聚制备玉米秸秆复合高吸水性树脂,发现当秸秆含量为10%时,秸秆复合高吸水树脂吸水10min吸水率达到平衡吸水率的58%,吸水50min秸秆复合高吸水树脂吸水达到平衡,平衡吸水率近350g/g。万涛等将马来酸酐改性秸秆与丙烯酸和丙烯酰胺接枝共聚制备的秸秆复合高吸水树脂平衡吸水率和平衡吸盐率可分别达到400~1000倍和30~80倍,吸水凝胶的凝胶强度达5~25Pa·s,吸水凝胶80~90℃干燥200min后的保水率为15~40%。

[0006] 秸秆复合高吸水树脂的制备方法主要是先对秸秆进行糊化、无机酸、无机碱或酸酐处理,再与相应功能单体反应,目前国内外还未见报道具有半互穿网络结构的丙烯酸改性秸秆染料吸附剂的制备及其染料吸附性能研究。

### 三、发明内容

[0007] 有鉴于此,本发明的目的就是在提供一种具有半互穿网络结构的秸秆染料吸附剂制备方法。首先采用超声预处理秸秆,然后对其进行丙烯酸的接枝改性,将丙烯酸改性秸秆和功能性单体进行接枝共聚,制备具有半互穿网络结构和多种染料吸附基团的秸秆染料吸附剂,通过半互穿网络结构调节聚合物网络的弹性和可伸展性,通过丙烯酸改性秸秆,实现秸秆与功能性单体的接枝共聚,改善秸秆和聚合物基体的相容性,提高秸秆在聚合物基体中的分散均匀性。

[0008] 根据本发明的目的,提出了一种具有半互穿网络结构的秸秆染料吸附剂制备方法,其特征有如下工艺步骤:

[0009] a) 将秸秆用去离子水洗涤、烘干后粉碎,筛取100~200目秸秆粉末,将秸秆粉末加入到N,N-二甲基甲酰胺,置于超声波清洗槽超声预处理1~6小时,将超声预处理的秸秆悬浮液转移到三口烧瓶,加入丙烯酸、N,N'-二环己基碳化二亚胺和4-二甲氨基吡啶,升温到25~50℃反应2~6h,冷却至室温,过滤,乙醇洗涤3~5次,烘干,粉碎,得到丙烯酸改性秸秆;N,N-二甲基甲酰胺、秸秆、丙烯酸的质量比为100:5~20:2~10,丙烯酸、N,N'-二环己基碳化二亚胺和4-二甲氨基吡啶的摩尔比:1:0.5~1:0.1~0.5;

[0010] b) 将NaOH溶解于200mL去离子水,冰浴中将丙烯酸缓慢滴加到NaOH水溶液,搅拌反应0.5~2h,得到部分中和丙烯酸水溶液;将丙烯酸改性秸秆、丙烯酰胺、聚乙烯吡咯烷酮和交联剂加入到部分中和丙烯酸水溶液,搅拌均匀,升温至50~60℃,加入氧化还原引发剂,引发聚合反应3~5小时,将产物用无水乙醇洗涤3~5次,80℃烘干,粉碎,得到具有半互穿网络结构的秸秆染料吸附剂;丙烯酸和NaOH的摩尔比为1:0.5~0.8;丙烯酸与丙烯酰胺的质量比为1~5:1~5;交联剂占丙烯酸和丙烯酰胺单体质量总量的0.1~0.8%;氧化还原引

发剂占丙烯酸和丙烯酰胺单体质量总量的0.1%~2.0%；氧化剂和还原剂的摩尔比为1~2:1；聚乙烯吡咯烷酮占丙烯酸和丙烯酰胺单体质量总量的5~20%；丙烯酸改性秸秆占丙烯酸和丙烯酰胺单体质量总量的5~30%；

[0011] c) 对于初始浓度为500~3000mg/L染料水溶液,具有半互穿网络结构的秸秆染料吸附剂染料吸附容量达到200~2000mg/g,80~120min达到吸附平衡。

[0012] 本发明所使用的秸秆选自玉米秸秆、小麦秸秆、大豆秸秆、稻草秸秆、高粱秸秆和棉花秸秆。

[0013] 本发明所使用的超声波清洗槽频率为20~80kHz、功率为300~3000W。

[0014] 本发明所使用的交联剂选自N,N'-亚甲基双丙烯酰胺、乙二醇双丙烯酸酯、一缩乙二醇双丙烯酸酯、二缩乙二醇双丙烯酸酯、1,3-丙二醇双丙烯酸酯、三羟甲基丙烷三丙烯酸酯、季戊四醇三丙烯酸酯、甲基丙烯酸缩水甘油酯和聚乙二醇双丙烯酸酯。

[0015] 本发明所使用的氧化还原引发剂包括氧化剂和还原剂,氧化剂选自过硫酸铵、过硫酸钾和过硫酸钠,还原剂选自亚硫酸氢钠、亚硫酸钠、硫代硫酸钠和硫酸亚铁。

[0016] 本发明所使用的染料选自亚甲基蓝、阳离子蓝FGL、阳离子橙R、阳离子嫩黄7GL、阳离子桃红FG、甲基绿、结晶紫、甲基橙、活性黑RB5、刚果红、茜素红、日落黄、茜素绿、酸性铬蓝K和曙红Y。

[0017] 本发明的优点和效果是:

[0018] 1) 聚合反应直接在水溶液中进行,无环境污染,方法简便易行,无需氮气保护,因此省去了氮气装置,降低了设备的投入费用。

[0019] 2) 通过丙烯酸改性秸秆,实现秸秆与功能性单体的接枝共聚,改善秸秆和聚合物基体的相容性,提高秸秆在聚合物基体中的分散均匀性。

[0020] 3) 将丙烯酸改性秸秆和功能性单体进行接枝共聚,制备具有半互穿网络结构和多种染料吸附基团的秸秆染料吸附剂,通过半互穿网络结构调节聚合物网络的弹性和可伸展性,通过多种吸附基团的协同效应,进一步提高秸秆染料吸附剂的染料吸附性能;

[0021] 4) 以农作物秸秆这一天然材料制备农作物秸秆染料吸附剂,具有生命周期链短、废弃后可自然降解等绿色环保优点,即充分利用了取之不尽的再生资源,又解决了秸秆焚烧的环境污染源,对治理目前我国秸秆焚烧以及染料废水带来的环境污染,实现农作物秸秆的综合利用和农业可持续发展具有重要,具有巨大的社会效益、环境效益和经济效益。

[0022] 本发明所述的秸秆染料吸附剂的染料吸附速率和吸附容量测定方法如下。

[0023] 将浓度为500~3000mg/L的染料溶液和0.2g干燥、研细的秸秆染料吸附剂放入250mL锥形瓶中,然后置于振荡器中振荡吸附,振荡一定时间后取样,采用紫外/可见分光光度计在染料最大吸收波长处测定样品的吸光度,每个样品测量3次取平均值,染料吸附量 $q_t$ 、吸附容量 $q_e$ 分别按下式计算:

$$[0024] \quad q_t (\text{mg/g}) = \{ (C_0 - C_t) V \} / m \quad (1)$$

$$[0025] \quad q_e (\text{mg/g}) = \{ (C_0 - C_e) V \} / m \quad (2)$$

[0026] 其中 $C_0$ 、 $C_t$ 、和 $C_e$ 分别为染料初始浓度、振荡吸附一定时间染料浓度、染料吸附平衡浓度(mg.L<sup>-1</sup>),V为溶液体积(L),m为秸秆染料吸附剂的质量(g)。

#### 四、具体实施方式

[0027] 为了更好地理解本发明,下面结合实施例进一步阐述本发明的内容,但是本发明的内容不仅仅局限于下面的实施例。

[0028] 实施例1:

[0029] 将玉米秸秆用去离子水洗涤、烘干后粉碎,筛取200目玉米秸秆粉末,将15g玉米秸秆粉末加入到100mL N,N-二甲基甲酰胺,置于频率为50kHz、功率为800W超声波清洗槽超声预处理2小时,将超声预处理的玉米秸秆悬浮液转移到三口烧瓶,加入8g丙烯酸、18.34g N,N'-二环己基碳化二亚胺和4.07g 4-二甲氨基吡啶,升温到25℃反应6h,冷却至室温,过滤,乙醇洗涤5次,烘干,粉碎,得到丙烯酸改性玉米秸秆。

[0030] 将7.5g NaOH溶解于200mL去离子水中,冰浴中将22g丙烯酸缓慢滴加到NaOH水溶液,搅拌反应2h,得到部分中和丙烯酸水溶液;将4g丙烯酸改性玉米秸秆、18g丙烯酰胺、6g聚乙烯吡咯烷酮和0.10g N,N'-亚甲基双丙烯酰胺加入到部分中和丙烯酸水溶液,搅拌均匀,升温至50℃,加入0.62g过硫酸铵和0.21g亚硫酸氢钠,引发聚合反应5小时,将产物用无水乙醇洗涤3次,80℃烘干,粉碎,得到具有半互穿网络结构的玉米秸秆染料吸附剂,对于初始浓度为3000mg/L的结晶紫、阳离子嫩黄7GL、活性黑RB5和甲基橙水溶液,玉米秸秆染料吸附剂结晶紫、阳离子嫩黄7GL、活性黑RB5和甲基橙吸附容量分别达到2000mg/g、1682mg/g、1459mg/g和1386mg/g,80min达到吸附平衡。

[0031] 实施例2:

[0032] 将高粱秸秆用去离子水洗涤、烘干后粉碎,筛取200目高粱秸秆粉末,将20g高粱秸秆粉末加入到100mL N,N-二甲基甲酰胺,置于频率为50kHz、功率为600W超声波清洗槽超声预处理3小时,将超声预处理的高粱秸秆悬浮液转移到三口烧瓶,加入10g丙烯酸、28.66g N,N'-二环己基碳化二亚胺和8.48g 4-二甲氨基吡啶,升温到40℃反应3.5h,冷却至室温,过滤,乙醇洗涤3次,烘干,粉碎,得到丙烯酸改性高粱秸秆。

[0033] 将7.2g NaOH溶解于200mL去离子水中,冰浴中将20g丙烯酸缓慢滴加到NaOH水溶液,搅拌反应0.5h,得到部分中和丙烯酸水溶液;将10g丙烯酸改性高粱秸秆、20g丙烯酰胺、8g聚乙烯吡咯烷酮和0.08g一缩乙二醇双丙烯酸酯加入到部分中和丙烯酸水溶液,搅拌均匀,升温至60℃,加入0.36g过硫酸钠和0.12g亚硫酸氢钠,引发聚合反应3小时,将产物用无水乙醇洗涤5次,80℃烘干,粉碎,得到具有半互穿网络结构的高粱秸秆染料吸附剂,对于初始浓度为1000mg/L的亚甲基蓝、甲基绿、活性黑RB5和茜素红水溶液,高粱秸秆染料吸附剂亚甲基蓝、甲基绿、活性黑RB5和茜素红吸附容量分别达到994mg/g、845mg/g、786mg/g和646mg/g,110min达到吸附平衡。

[0034] 实施例3:

[0035] 将大豆秸秆用去离子水洗涤、烘干后粉碎,筛取200目大豆秸秆粉末,将10g大豆秸秆粉末加入到100mL N,N-二甲基甲酰胺,置于频率为30kHz、功率为300W超声波清洗槽超声预处理6小时,将超声预处理的大豆秸秆悬浮液转移到三口烧瓶,加入5g丙烯酸、10.03g N,N'-二环己基碳化二亚胺和2.12g 4-二甲氨基吡啶,升温到50℃反应2h,冷却至室温,过滤,乙醇洗涤5次,烘干,粉碎,得到丙烯酸改性大豆秸秆。

[0036] 将5.4g NaOH溶解于200mL去离子水中,冰浴中将16g丙烯酸缓慢滴加到NaOH水溶液,搅拌反应1h,得到部分中和丙烯酸水溶液;将6g丙烯酸改性大豆秸秆、24g丙烯酰胺、6g

聚乙烯吡咯烷酮和0.10g二缩乙二醇双丙烯酸酯加入到部分中和丙烯酸水溶液,搅拌均匀,升温至50℃,加入0.54g过硫酸钾和0.18g硫代硫酸钠,引发聚合反应5小时,将产物用无水乙醇洗涤3次,80℃烘干,粉碎,得到具有半互穿网络结构的大豆秸秆染料吸附剂,对于初始浓度为1500mg/L的亚甲基蓝、甲基绿、活性黑RB5和茜素红水溶液,大豆秸秆染料吸附剂亚甲基蓝、甲基绿、活性黑RB5和茜素红吸附容量分别达到994mg/g、845mg/g、786mg/g和646mg/g,110min达到吸附平衡。

[0037] 实施例4:

[0038] 将小麦秸秆用去离子水洗涤、烘干后粉碎,筛取100目小麦秸秆粉末,将8g小麦秸秆粉末加入到100mL N,N-二甲基甲酰胺,置于频率为50kHz、功率为600W超声波清洗槽超声预处理3小时,将超声预处理的小麦秸秆悬浮液转移到三口烧瓶,加入4g丙烯酸、8.02g N,N'-二环己基碳化二亚胺和1.70g 4-二甲氨基吡啶,升温到30℃反应5h,冷却至室温,过滤,乙醇洗涤3次,烘干,粉碎,得到丙烯酸改性小麦秸秆。

[0039] 将9g NaOH溶解于200mL去离子水中,冰浴中将24g丙烯酸缓慢滴加到NaOH水溶液,搅拌反应2h,得到部分中和丙烯酸水溶液;将8g丙烯酸改性小麦秸秆、16g丙烯酰胺、8g聚乙烯吡咯烷酮和0.16g 1,3-丙二醇双丙烯酸酯加入到部分中和丙烯酸水溶液,搅拌均匀,升温至50℃,加入0.60g过硫酸钾和0.20g亚硫酸钠,引发聚合反应5小时,将产物用无水乙醇洗涤5次,80℃烘干,粉碎,得到具有半互穿网络结构的小麦秸秆染料吸附剂,对于初始浓度为2500mg/L的阳离子嫩黄7GL、活性黑RB5、茜素红和日落黄水溶液,小麦秸秆染料吸附剂阳离子嫩黄7GL、活性黑RB5、茜素红和日落黄吸附容量分别达到1569mg/g、1323mg/g、1258mg/g和1123mg/g,90min达到吸附平衡。

[0040] 实施例5:

[0041] 将棉花秸秆用去离子水洗涤、烘干后粉碎,筛取100目棉花秸秆粉末,将5g棉花秸秆粉末加入到100mL N,N-二甲基甲酰胺,置于频率为50kHz、功率为1000W超声波清洗槽超声预处理1小时,将超声预处理的棉花秸秆悬浮液转移到三口烧瓶,加入2g丙烯酸、2.87g N,N'-二环己基碳化二亚胺和0.34g 4-二甲氨基吡啶,升温到25℃反应6h,冷却至室温,过滤,乙醇洗涤5次,烘干,粉碎,得到丙烯酸改性棉花秸秆。

[0042] 将9g NaOH溶解于200mL去离子水中,冰浴中将24g丙烯酸缓慢滴加到NaOH水溶液,搅拌反应2h,得到部分中和丙烯酸水溶液;将12g丙烯酸改性棉花秸秆、16g丙烯酰胺、2g聚乙烯吡咯烷酮和0.12g乙二醇双丙烯酸酯加入到部分中和丙烯酸水溶液,搅拌均匀,升温至60℃,加入0.48g过硫酸铵和0.16g亚硫酸氢钠,引发聚合反应3小时,将产物用无水乙醇洗涤3次,80℃烘干,粉碎,得到具有半互穿网络结构的棉花秸秆染料吸附剂,对于初始浓度为500mg/L的结晶紫、阳离子嫩黄7GL、日落黄和茜素绿水溶液,棉花秸秆染料吸附剂结晶紫、阳离子嫩黄7GL、日落黄和茜素绿吸附容量分别达到495mg/g、386mg/g、287mg/g和200mg/g,120min达到吸附平衡。