



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104888704 B

(45)授权公告日 2017.10.13

(21)申请号 201510262067.7

审查员 施露

(22)申请日 2015.05.21

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104888704 A

(43)申请公布日 2015.09.09

(73)专利权人 桂林理工大学

地址 541004 广西壮族自治区桂林市建干路12号

(72)发明人 梁美娜 秦艳敏 王敦球 唐沈

朱义年 朱宗强

(51)Int.Cl.

B01J 20/20(2006.01)

B01J 20/30(2006.01)

C02F 1/28(2006.01)

C02F 1/58(2006.01)

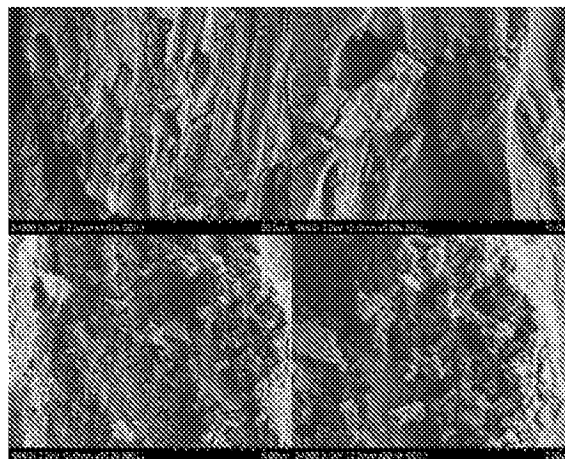
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

桑杆活性炭/铁锰氧化物复合吸附剂的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种桑杆活性炭/铁锰氧化物复合吸附剂的制备方法。将10g已经烘干破碎后过20目筛的桑杆,加入100mL20g/L~50g/L的高锰酸钾溶液,机械搅拌10分钟,浸渍12~48小时后过滤。滤渣放入烧杯中,加入100mL10g/L~40g/L的氯化亚铁溶液,搅拌10分钟,浸渍12~48小时后过滤。滤渣放入烧杯中,加入7%的氢氧化钠溶液50mL搅拌均匀,浸渍6小时后过滤,用超纯水充分洗涤。将得到的滤渣放在60℃~70℃下干燥12小时,将得到的干燥的混合物放入坩埚中,在400℃~550℃下煅烧1~4小时,冷却,研磨、过100目筛,得到桑杆活性炭/铁锰氧化物复合吸附剂。本发明方设备简单、成本低,所得到的复合吸附剂对含砷废水的处理具有较好的效果。



1. 一种桑杆活性炭/铁锰氧化物复合吸附剂的制备方法,其特征在于具体步骤为:

(1) 将桑杆去皮后用破碎机破碎,过20目筛,烘干备用;

(2) 取10g步骤(1)所得的已经破碎烘干的桑杆放置于500mL的烧杯中,加入100mL浓度为20g/L~50g/L的高锰酸钾溶液,机械搅拌10分钟,充分均匀,用玻璃表面皿盖住,浸渍12~48小时后过滤;

(3) 将步骤(2)过滤后的滤渣放入烧杯中,在快速搅拌下加入100mL浓度为10mg/L~40mg/L的氯化亚铁溶液,机械搅拌10分钟,充分均匀,用玻璃表面皿盖住,浸渍12~48小时后过滤;

(4) 将步骤(3)过滤后的滤渣放入烧杯中,加入50mL浓度为7%的氢氧化钠溶液,充分搅拌均匀,用玻璃表面皿盖住,浸渍6小时后过滤,再用超纯水充分洗涤;

(5) 将步骤(4)得到的滤渣放在磁盘中,在60℃~70℃下干燥12小时,得到干燥的桑杆/铁锰氧化物复合物;

(6) 将步骤(5)得到的干燥的桑杆/铁锰氧化物复合物放入坩埚中,在400℃~550℃下煅烧1~4小时,取出放入干燥器中,自然冷却,然后用研钵研磨,过100目筛,得到桑杆活性炭/铁锰氧化物复合吸附剂。

桑杆活性炭/铁锰氧化物复合吸附剂的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种桑杆活性炭/铁锰氧化物复合吸附剂的制备方法,利用农业废弃物桑杆为主要原材料制备活性炭/铁锰氧化物复合吸附剂。

背景技术

[0002] 经济迅速发展的今天,环境问题已经成为制约经济快速发展的主要因素,重金属污染问题日益突出。同时,各国已陆续的把饮用水中砷的最高允许浓度由0.05mg/L降低到0.01mg/L,这一数值的改变说明含砷水处理已经成为国内外环保工作者高度关注的问题。人和动物的组成元素中有砷元素,但是砷并不是人体所需的必要元素。砷导致人体中毒的剂量一般在0.010g到0.052g之间,致死的剂量在0.06g到0.2g之间。砷对生态系统和人体健康的危害非常严重,长期饮用被砷污染的生活饮用水,将会导致各种各样的疾病,如慢性砷中毒、呕吐、腹泻、肾、肝癌等。由于砷污染的危害性和严重性,解决砷污染问题已成为关系全世界人体健康的重大课题。当前处理含砷废水的方法主要有絮凝/共沉淀法、离子交换法、氧化/沉淀法、膜分离法、吸附法、微生物法、电化学法等,其中吸附法具有简便、经济、吸附剂可再生,除此之外吸附工艺完成后,一般不会给环境带来二次污染等特点而备受关注。常见的吸附剂有:活性炭、活性黏土、沸石、生物材料、纳米材料等,但由于资源的有限性,已有吸附材料的储备量是有限的,有待开发新的吸附材料来解决环境吸附材料问题。

[0003] 据统计数据显示:2014年广西生产蚕丝40644.64吨,而桑杆是生产蚕丝农业废弃物,如何充分利用桑杆,延伸桑蚕业的产业链,是一个迫切需要解决的问题。生物质活性炭的制备不仅可以缓解环境的压力,还可以在在一定程度上解决资源短缺的问题。我国生物质资源丰富,合理地利用这些资源是走可持续发展道路的重要途径。用废弃的生物质来制备生物质炭是资源化利用的一条重要途径。 MnO_2 有其独特的氧化和吸附性能,不仅能吸附As(V),还可将毒性较高的As(III)氧化成As(V),达到同时去除As(III)和As(V)的目的。氧化铁负载在活性炭上,利用氧化铁的强吸附性能增加活性炭的吸附能力。以桑杆为主要原料制备活性炭,再加以负载铁锰氧化物,来制备桑杆活性炭/铁锰氧化物复合吸附剂。目的是实现对农业废弃物的资源化利用,寻求更为实用的新型廉价、高选择性和高吸附容量的吸附剂。把具有优良吸附性能的吸附剂结合在一起,使其达到较高的吸附容量,是目前研究的一个热点问题。因此,以桑杆为主要原料,制备桑杆活性炭/铁锰氧化物复合吸附剂具有较为有利的发展前景及实用意义。

发明内容

[0004] 本发明的目的就是提供一种在常压下采用氧化、共沉淀和煅烧法,以桑杆为主要原料,以高锰酸钾和氯化亚铁为辅助材料,制备桑杆活性炭/铁锰氧化物复合吸附剂。

[0005] 目前,吸附砷的材料主要有:二氧化钛基的吸附材料、铁氧化物、锰氧化物、改性沸石、改性生物质、活性炭纤维等等,这些吸附材料中有的吸附材料的主要成分是铁氧化物和锰氧化物等,它们对含砷废水具有较好的吸附能力,而部分吸附材料中的主要成分是活性

炭。为了克服现有的活性炭吸附容量低,吸附能力有限,以及充分利用生物质资源—桑杆资源,本发明提供一种除砷的吸附材料——桑杆活性炭/铁锰氧化物复合吸附剂的制备方法。桑杆活性炭/铁锰氧化物复合吸附剂对五价砷的最大吸附量为9mg/g。当五价砷的浓度为2mg/L时,去除率达到99.5%以上。

[0006] 具体步骤为:

[0007] (1) 将桑杆去皮后用破碎机破碎,过20目筛,烘干备用。

[0008] (2) 取10g步骤(1)所得的已经破碎烘干的桑杆放置于500mL的烧杯中,加入100mL浓度为20g/L~50g/L的高锰酸钾溶液,机械搅拌10分钟,充分均匀,用玻璃表面皿盖住,浸渍12~48小时后过滤。

[0009] (3) 将步骤(2)过滤后的滤渣放入烧杯中,在快速搅拌下加入100mL浓度为10mg/L~40mg/L的氯化亚铁溶液,机械搅拌10分钟,充分均匀,用玻璃表面皿盖住,浸渍12~48小时后过滤。

[0010] (4) 将步骤(3)过滤后的滤渣放入烧杯中,加入50mL浓度为7%的氢氧化钠溶液,充分搅拌均匀,用玻璃表面皿盖住,浸渍6小时后过滤,再用超纯水充分洗涤。

[0011] (5) 将步骤(4)得到的滤渣放在磁盘中,在60℃~70℃下干燥12小时,得到干燥的桑杆/铁锰氧化物复合物。

[0012] (6) 将步骤(5)得到的干燥的桑杆/铁锰氧化物复合物放入坩埚中,在400℃~550℃下煅烧1~4小时,取出放入干燥器中,自然冷却,然后用研钵研磨,过100目筛,得到桑杆活性炭/铁锰氧化物复合吸附剂。

[0013] 本发明工艺简单易行,由于利用桑杆为主要原材料,大大降低生产成本,并提高了产品各项性能指标;所制得的复合吸附剂可应用于含砷废水的处理。

附图说明

[0014] 图1为本发明实施例制得的桑杆活性炭/铁锰氧化物复合吸附剂的扫描电镜图。

具体实施方式

[0015] 实施例:

[0016] (1) 将桑杆去皮后用破碎机破碎,过20目筛,烘干备用。

[0017] (2) 取10g步骤(1)所得的已经破碎烘干的桑杆放置于500mL的烧杯中,加入100mL浓度为40g/L的高锰酸钾溶液,机械搅拌10分钟,充分均匀,用玻璃表面皿盖住,浸渍24小时后过滤。

[0018] (3) 将步骤(2)过滤后的滤渣放入烧杯中,在快速搅拌下加入100mL浓度为40mg/L的氯化亚铁溶液,机械搅拌10分钟,充分均匀,用玻璃表面皿盖住,浸渍24小时后过滤。

[0019] (4) 将步骤(3)过滤后的滤渣放入烧杯中,加入50mL浓度为7%的氢氧化钠溶液,充分搅拌均匀,用玻璃表面皿盖住,浸渍6小时后过滤,再用超纯水充分洗涤。

[0020] (5) 将步骤(4)得到的滤渣放在磁盘中,在70℃下干燥12小时,得到干燥的桑杆/铁锰氧化物复合物。

[0021] (6) 将步骤(5)得到的干燥的桑杆/铁锰氧化物复合物放入坩埚中,在400℃下煅烧3小时,取出放入干燥器中,自然冷却,然后用研钵研磨,过100目筛,得到桑杆活性炭/铁锰

氧化物复合吸附剂。

[0022] 所制得的桑杆活性炭/铁锰氧化物复合吸附剂的物相与结构采用德国Bruker-axs D8ADVANCE 型X射线衍射仪进行测试,衍射角范围 $2\theta = 10-90^\circ$,衍射速率 $4^\circ/\text{分钟}$ 。样品的形貌与粒径采用扫描电镜来观测。采用日本高新技术公司/英国牛津公司S-4800场发射扫描电子显微镜,放大1000—20000倍进行形貌观察见图1。

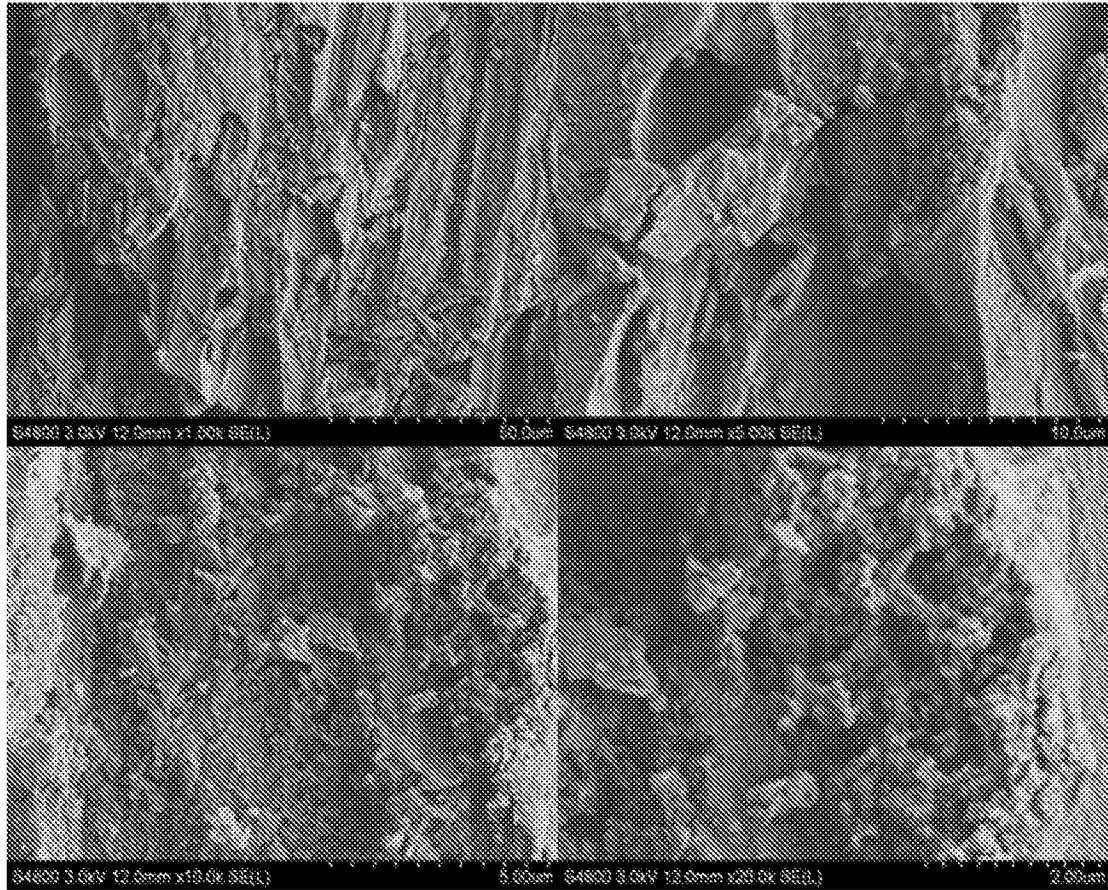


图1