



# (12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108176362 A

(43)申请公布日 2018.06.19

(21)申请号 201810163193.0

C02F 1/28(2006.01)

(22)申请日 2018.02.26

C02F 101/30(2006.01)

(66)本国优先权数据

201711117709.X 2017.11.13 CN

(71)申请人 汝城县三鑫电化有限公司

地址 424100 湖南省郴州市汝城县三星工业园

(72)发明人 张福彪

(74)专利代理机构 长沙明新专利代理事务所

(普通合伙) 43222

代理人 叶舟

(51) Int. Cl.

B01J 20/20(2006.01)

B01J 20/06(2006.01)

B01J 20/32(2006.01)

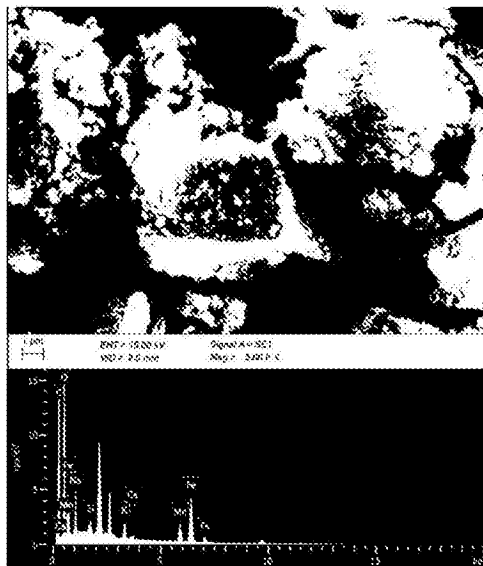
权利要求书1页 说明书3页 附图2页

(54)发明名称

一种稳定的铁锰氧化物制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种稳定的铁锰氧化物制备方法,包括以下步骤:步骤一、制备FeCl<sub>2</sub>溶液和KMnO<sub>4</sub>溶液,混合得到混合溶液,然后在混合溶液中加入活性炭搅拌;步骤二、将混合溶液的pH调节到7-7.5,然后通入交流电5-10min;步骤三、过滤混合溶液得到固体产物,干燥碾碎后即得成品。本发明的制备方法简易,环境友好,易于工业化生产,制得的生物炭稳定化铁锰氧化物与生物炭或铁锰氧化物吸附剂相比,对有机污染物的吸附性能得到提高。



1. 一种稳定的铁锰氧化物制备方法,包括以下步骤:

步骤一、制备 $\text{FeCl}_2$ 溶液和 $\text{KMnO}_4$ 溶液,混合得到混合溶液,然后在混合溶液中加入活性炭搅拌;

步骤二、将混合溶液的pH调节到7-7.5,然后通入交流电5-10min;

步骤三、过滤混合溶液得到固体产物,干燥碾碎后即得成品。

2. 如权利要求1所述的稳定的铁锰氧化物制备方法,其特征在于,所述步骤一中, $\text{FeCl}_2$ 溶液浓度为1.785毫摩尔/L; $\text{KMnO}_4$ 溶液浓度为0.85毫摩尔/L。

3. 如权利要求2所述的稳定的铁锰氧化物制备方法,其特征在于,所述 $\text{FeCl}_2$ 溶液与 $\text{KMnO}_4$ 溶液的体积比为100:70。

4. 如权利要求3所述的稳定的铁锰氧化物制备方法,其特征在于,所述活性炭与混合溶液的固液比为100:170mg/ml。

5. 如权利要求1所述的稳定的铁锰氧化物制备方法,其特征在于,所述交流电的频率为50Hz,交流电电流为0.1-0.3A。

6. 如权利要求1所述的稳定的铁锰氧化物制备方法,其特征在于,所述固体产物在80℃温度下烘干。

7. 如权利要求1所述的稳定的铁锰氧化物制备方法,其特征在于,所述活性炭通过稻壳和/或秸秆制成。

## 一种稳定的铁锰氧化物制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及环境功能材料领域,特别涉及一种稳定的铁锰氧化物制备方法。

### 背景技术

[0002] 铁锰氧化物是一种绿色和经济的氧化剂,可用于去除多种环境污染物。由于其相对较大的表面积和高活性,近年来铁锰氧化物已广泛应用于控制水和土壤污染,已成为一项重要的环境修复技术。然而,由于其较大的表面能量和强烈的磁场吸引力,铁锰氧化物易于聚集。此外,当在水中分散成纳米颗粒时,将铁锰氧化物从悬浮液中回收是相当困难的。这些缺点限制它进一步的环境应用。因此,通过适当的方法将铁锰氧化物负载在活性炭的表面,使其不易聚集,提高稳定性和吸附性能。

### 发明内容

[0003] 有鉴于此,本发明的目的在于提供一种吸附性能良好、稳定性高的稳定的铁锰氧化物制备方法。本发明制备方法简易,环境友好,制作快速,易于工业化生产,制得的生物炭稳定化铁锰氧化物与生物炭或铁锰氧化物吸附剂相比,对有机污染物的吸附性能得到提高。

[0004] 本发明的目的可以通过以下技术方案来实现:

[0005] 一种稳定的铁锰氧化物制备方法,包括以下步骤:

[0006] 步骤一、制备 $\text{FeCl}_2$ 溶液和 $\text{KMnO}_4$ 溶液,混合得到混合溶液,然后在混合溶液中加入活性炭搅拌;

[0007] 步骤二、将混合溶液的pH调节到7-7.5,然后通入交流电5-10min;

[0008] 步骤三、过滤混合溶液得到固体产物,干燥碾碎后即得成品。

[0009] 进一步的改进,所述步骤一中, $\text{FeCl}_2$ 溶液浓度为1.785毫摩尔/L; $\text{KMnO}_4$ 溶液浓度为0.85毫摩尔/L。

[0010] 进一步的改进,所述 $\text{FeCl}_2$ 溶液与 $\text{KMnO}_4$ 溶液的体积比为100:70。

[0011] 进一步的改进,所述活性炭与混合溶液的固液比为100:170mg/ml。

[0012] 进一步的改进,所述交流电的频率为50Hz,交流电电流为0.1-0.3A。

[0013] 进一步的改进,所述固体产物在80℃温度下烘干。

[0014] 进一步的改进,所述活性炭通过稻壳和/或秸秆制成。

[0015] 所述的活性炭是以农业废弃物稻壳和秸秆为原料,粉碎至粒径小于0.147mm并过100目筛,经在氮气环境下限氧热解方法制得;

[0016] 活性炭的表面积为 $176\text{m}^2/\text{g}$ ,孔容为 $0.17\text{cm}^3/\text{g}$ ;

[0017] 所述的使用磁力搅拌器搅拌,磁力搅拌速度为160rpm。

[0018] 本发明制备的活性炭稳定化铁锰氧化物材料直接以农业废弃物稻壳和秸秆为原料,在 $\text{FeCl}_2$ 和 $\text{KMnO}_4$ 溶液中,将铁锰氧化物沉降在活性炭上。

[0019] 与现有技术相比,本发明具有以下特点:

[0020] 1. 本发明以农业废弃物稻壳和秸秆为原料,制备方法简单,成本低廉;

[0021] 2. 本发明制得的活性炭稳定化铁锰氧化物在水溶液中不易聚集, 作为吸附剂, 容易集中回收再利用;

[0022]

[0023] 3. 制备方法简单可行, 生产速度快周期短, 不需要复杂的化工设备, 能够实现工业化生产。

[0024]

### 附图说明

[0025] 图1是本发明实施例1的活性炭稳定化铁锰氧化物的扫描电镜示意图和能谱分析图;

[0026] 图2是本发明实施例1的活性炭稳定化铁锰氧化物在不同初始浓度下处理有机污染物雌二醇;

[0027] 图3是本发明实施例1的活性炭稳定化铁锰氧化物在不同时间下处理有机污染物雌二醇;

### 具体实施方式

[0028] 以下将结合说明书附图和具体实施例对本发明做进一步详细说明。

[0029] 实施例1:

[0030] 一种本发明所述的活性炭稳定化铁锰氧化物的具体制备方法如下:

[0031] 首先制备两种储备溶液, 即100mL 1.785mM  $\text{FeCl}_2$ 和70mL 0.85mM  $\text{KMnO}_4$ 混合。再将100mg活性炭加入到混合溶液中, 磁力搅拌20min., 接着用1M NaOH慢慢调节pH值到7.0~7.5, 并继续磁力搅拌30分钟。之后, 通入交流电5-10min, 交流电的频率为50Hz, 交流电电流为0.1-0.3A, 然后过滤。在将固体从水中分离出来后, 用去离子水反复清洗材料直到pH为中性, 并在80°C温度中干燥24h, 之后用碾钵捣碎干燥材料。

[0032] 制备得到的活性炭稳定化铁锰氧化物材料, 在扫描电镜下观察, 如图1所示, 可以看到表面有纳米颗粒负载在活性炭的表面。能谱定量分析, 可以看到活性炭稳定化铁锰氧化物材料上存在铁元素和锰元素。

[0033] 实施例2:

[0034] 本发明的活性炭稳定化铁锰氧化物材料处理水体中的有机污染物雌二醇, 包括以下步骤:

[0035] 分别取0.2~8mg/L有机污染物雌二醇溶液100mL于锥形瓶中, 每个锥形瓶中加入5mg该材料后, 置于水浴恒温振荡器中, 在25°C条件下反应。24h后, 每个锥形瓶分别取10mL溶液进行离心, 离心后通过0.45 $\mu\text{m}$ 滤膜过滤, 取滤液于离心管中。采用荧光分光光度计检测反应后的溶液浓度。结果如图2所示, 在不同有机污染物雌二醇初始浓度条件下, 该材料对水体中有机污染物雌二醇具有较高吸附能力。在初始浓度为0.2mg/L的条件下具有1.85mg/g的吸附量, 并随初始浓度增加而增加, 到8mg/L的条件下该吸附剂的吸附量达到52.22mg/g。

[0036] 实施例3:

[0037] 本发明的活性炭稳定化铁锰氧化物材料处理水体中有机污染物雌二醇, 包括以下

步骤:

[0038] 将0.01g该材料加入到100mL的6mg/L的有机污染物雌二醇溶液中,置于水浴恒温振荡器中,在25℃条件下反应。在不同的间隔时间点分别取10mL溶液进行离心,离心后通过0.45μm滤膜过滤,取滤液于离心管中。采用荧光分光光度计检测反应后的溶液浓度。不同时间下的吸附量结果以及和铁锰氧化物,原始活性炭的对比如附图3所示,活性炭稳定化铁锰氧化物对水体中有机污染物雌二醇的吸附量随着时间的增加不断增加。在10min到200min之间,吸附量快速增加,并在400min以后开始达到饱和。这说明活性炭稳定化铁锰氧化物材料能够快速吸附处理水体中有机污染物雌二醇。并且和铁锰氧化物,原始活性炭相比,活性炭稳定化铁锰氧化物的吸附容量得到提升。

[0039] 以上仅是本发明的优选实施方式,本发明的保护范围并不仅局限于上述实施例,与本发明构思无实质性差异的各种工艺方案均在本发明的保护范围。

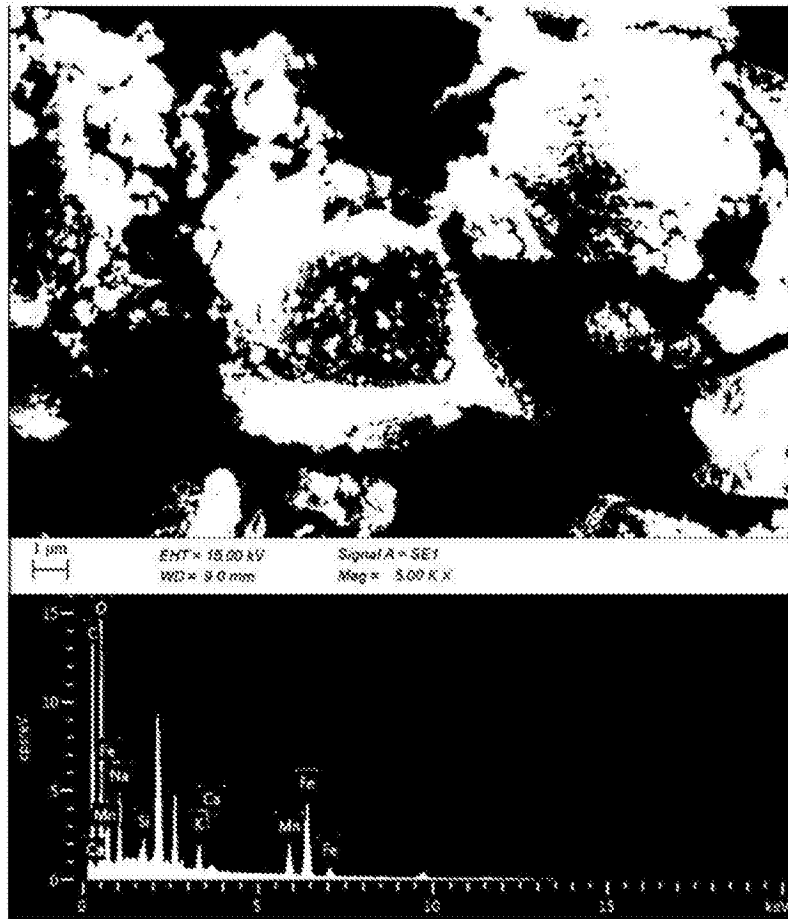


图1

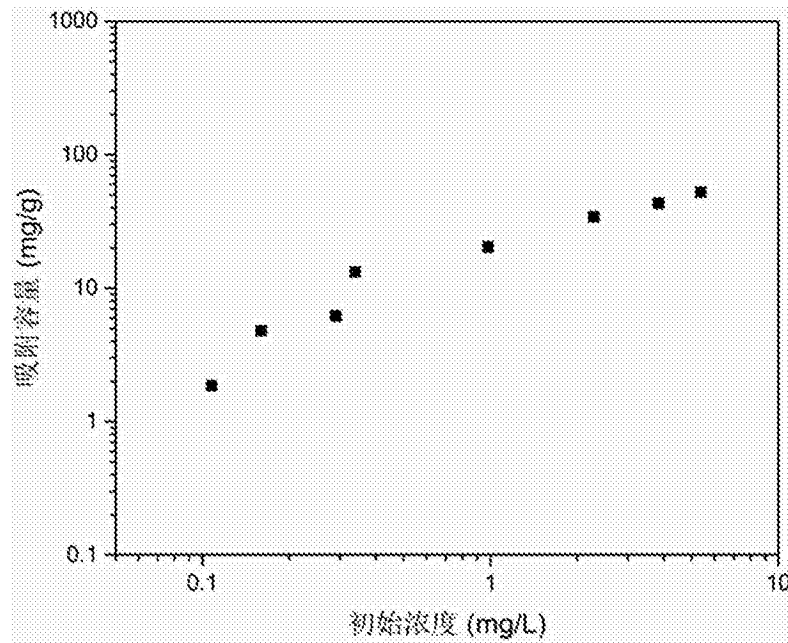


图2

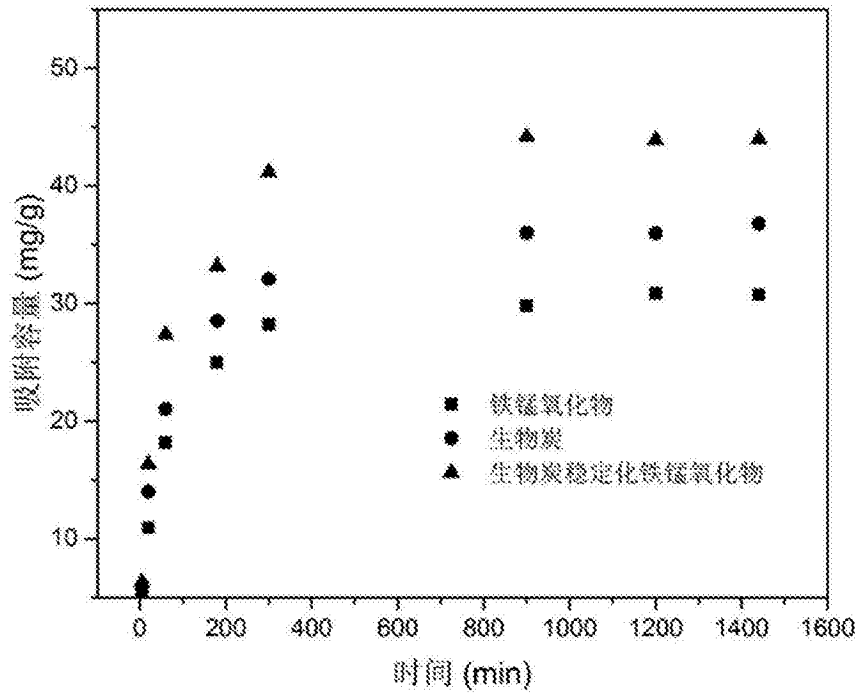


图3