



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 107162152 B

(45) 授权公告日 2020.11.24

(21) 申请号 201710467010.X

审查员 臧静

(22) 申请日 2017.06.19

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 107162152 A

(43) 申请公布日 2017.09.15

(73) 专利权人 扬州工业职业技术学院

地址 225127 江苏省扬州市华扬西路199号

(72) 发明人 王芳 徐忠娟 周寅飞

(74) 专利代理机构 北京中济纬天专利代理有限

公司 11429

代理人 杨乐

(51) Int. Cl.

C02F 1/62 (2006.01)

C02F 101/22 (2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐污水处理剂

(57) 摘要

本发明涉及一种二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐污水处理剂。本发明所述的二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐,其特征在于其制备方法包括如下步骤:向乙醚中加入300-400目硅胶、浓硫酸和黄原酸盐,室温下搅拌0.5-1h,用旋转蒸发仪蒸除乙醚,剩下的混合物于真空下加热到100-105℃,保持真空加热24-36h,得到黄色粉末,即为二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐,其中乙醚、硅胶、浓硫酸、黄原酸盐的用量为每5mL乙醚加1g硅胶、3mmol浓硫酸、3mmol黄原酸盐;所述黄原酸盐优选乙基黄原酸钠、乙基黄原酸钾、丁基黄原酸钠、戊基黄原酸钠。

1. 一种二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐,其特征在于其制备方法包括如下步骤:向乙醚中加入300-400目硅胶、浓硫酸和黄原酸盐,室温下搅拌0.5-1h,用旋转蒸发仪蒸除乙醚,剩下的混合物于真空下加热到100-105℃,保持真空加热24-36h,得到黄色粉末,即为二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐。

2. 权利要求1所述的二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐,其特征在于乙醚、硅胶、浓硫酸、黄原酸盐的用量为每5mL乙醚加1g硅胶、3mmol浓硫酸、3mmol黄原酸盐。

3. 权利要求1-2任一项所述的二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐,其特征在于所述黄原酸盐优选乙基黄原酸钠、乙基黄原酸钾、丁基黄原酸钠、戊基黄原酸钠。

4. 权利要求1所述的二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐的制备方法,其特征在于包括如下步骤:向乙醚中加入300-400目硅胶、浓硫酸和黄原酸盐,室温下搅拌0.5-1h,用旋转蒸发仪蒸除乙醚,剩下的混合物于真空下加热到100-105℃,保持真空加热24-36h,得到黄色粉末,即为二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐。

5. 权利要求4所述的方法,其特征在于乙醚、硅胶、浓硫酸、黄原酸盐的用量为每5mL乙醚加1g硅胶、3mmol浓硫酸、3mmol黄原酸盐。

6. 权利要求4-5任一项所述的方法,其特征在于所述黄原酸盐优选乙基黄原酸钠、乙基黄原酸钾、丁基黄原酸钠、戊基黄原酸钠。

7. 权利要求1-3任一项所述的二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐在除去污水中重金属的应用,所述重金属优选铬、铜、镍。

8. 权利要求1-3任一项所述的二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐在除去铝合金加工产生的污水中重金属的应用,所述重金属优选铬、铜、镍。

一种二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐污水处理剂

技术领域

[0001] 本发明属于污水处理领域,具体涉及一种二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐污水处理剂。

背景技术

[0002] 铝合金本身含有铝、锌、镁、铜等金属,通过表面碱洗和酸洗工艺,以及生产铝合金过程中要对铝合金使用含有铬和镍的材料进行表面氧化处理,从而会产生大量废水,废水中含有大量的铝离子和少量的锌、镁离子以及重金属离子镍、铬、铜等。

[0003] 铬是人体和动物必需的微量元素之一,对人体的新陈代谢起着重要的作用。但是过量的铬会对人体、动物、环境带来严重的影响。国家对总铬和 Cr^{6+} 的排放标准作出了明确的规定:现有企业,总铬的排放浓度不得超过 1.5mg/L , Cr^{6+} 的排放浓度不得超过 0.5mg/L ;新建企业,总铬的排放浓度不得超过 1mg/L , Cr^{6+} 的排放浓度不得超过 0.1mg/L 。铝合金生产加工产生的废水中 Cr^{6+} 和 Cr^{3+} 是废水中铬的主要来源之一。因此,开发一种高效的污水处理剂,尤其是针对污水中的重金属铬等,成为研究的重点。

发明内容

[0004] 本发明提供一种二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐,其特征在于其制备方法包括如下步骤:向乙醚中加入300-400目硅胶、浓硫酸和黄原酸盐,室温下搅拌0.5-1h,用旋转蒸发仪蒸除乙醚,剩下的混合物于真空下加热到 $100-105^{\circ}\text{C}$,保持真空加热24-36h,得到黄色粉末,即为二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐,其中乙醚、硅胶、浓硫酸、黄原酸盐的用量为每5mL乙醚加1g硅胶、3mmol浓硫酸、3mmol黄原酸盐;所述黄原酸盐优选乙基黄原酸钠、乙基黄原酸钾、丁基黄原酸钠、戊基黄原酸钠。

[0005] 本发明提供一种用于除去污水中铬离子的二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐的制备方法,其特征在于包括如下步骤:向乙醚中加入300-400目硅胶、浓硫酸和黄原酸盐,室温下搅拌0.5-1h,用旋转蒸发仪蒸除乙醚,剩下的混合物于真空下加热到 $100-105^{\circ}\text{C}$,保持真空加热24-36h,得到黄色粉末,即为二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐,其中乙醚、硅胶、浓硫酸、黄原酸盐的用量为每5mL乙醚加1g硅胶、3mmol浓硫酸、3mmol黄原酸盐;所述黄原酸盐优选乙基黄原酸钠、乙基黄原酸钾、丁基黄原酸钠、戊基黄原酸钠。

[0006] 本发明提供上述二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐在除去污水中重金属的应用,所述重金属优选铬、铜、镍。

[0007] 本发明提供上述二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐在除去铝合金加工产生的污水中重金属的应用,所述重金属优选铬、铜、镍。

[0008] 与现有技术相比,本发明的优点在于:

[0009] (1) 本发明制备的二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐,应用范围广,在水中易分散,可与污水中重金属离子充分接触,更好地实现重金属的去除。

[0010] (2) 本发明二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐对污水中铬的去除效果明显,优于现有

技术中其它黄原酸盐高分子材料(例如高分子絮凝剂聚乙烯亚胺基黄原酸钠),而且制备工艺简便,制备过程无需使用高分子材料。本发明二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐对环境无污染,可通过过滤除去。

具体实施方式

[0011] 为了便于对本发明的进一步理解,下面提供的实施例对其做了更详细的说明。但是这些实施例仅供更好的理解发明而并非用来限定本发明的范围或实施原则,本发明的实施方式不限于以下内容。

[0012] 实施例1

[0013] 向10mL乙醚中加入2g硅胶(300-400目)、6mmol浓硫酸、6mmol乙基黄原酸钠,室温下搅拌0.5-1h,用旋转蒸发仪蒸除乙醚,剩下的混合物于真空下加热到100℃,保持100℃真空加热24h,得到黄色粉末,即为二氧化硅负载的硫酸-乙基黄原酸钠(以下简称产品A)。

[0014] 实施例2

[0015] 向10mL乙醚中加入2g硅胶(300-400目)、6mmol浓硫酸、6mmol丁基黄原酸钠,室温下搅拌0.5-1h,用旋转蒸发仪蒸除乙醚,剩下的混合物于真空下加热到105℃,保持105℃真空加热24h,得到黄色粉末,即为二氧化硅负载的硫酸-丁基黄原酸钠(以下简称产品B)。

[0016] 实施例3

[0017] 向10mL乙醚中加入2g硅胶(300-400目)、6mmol浓硫酸、6mmol戊基黄原酸钠,室温下搅拌0.5-1h,用旋转蒸发仪蒸除乙醚,剩下的混合物于真空下加热到105℃,保持105℃真空加热24h,得到黄色粉末,即为二氧化硅负载的硫酸-戊基黄原酸钠(以下简称产品C)。

[0018] 实施例4

[0019] 向10mL乙醚中加入2g硅胶(300-400目)、6mmol浓硫酸,室温下搅拌0.5-1h,用旋转蒸发仪蒸除乙醚,剩下的混合物于真空下加热到100℃,保持100℃真空加热24h,得到淡黄色粉末,即为二氧化硅负载的硫酸(以下简称产品D)。

[0020] 向10mL乙醚中加入2g硅胶(300-400目)、6mmol乙基黄原酸钠,室温下搅拌0.5-1h,用旋转蒸发仪蒸除乙醚,剩下的混合物于真空下加热到100℃,保持100℃真空加热24h,得到黄色粉末,即为二氧化硅负载的乙基黄原酸钠(以下简称产品E)。

[0021] 实施例5

[0022] 向10mL乙醚中加入2g硅胶(300-400目)、3mmol浓硫酸、6mmol乙基黄原酸钠,室温下搅拌0.5-1h,用旋转蒸发仪蒸除乙醚,剩下的混合物于真空下加热到100℃,保持100℃真空加热24h,得到黄色粉末,即为二氧化硅负载的硫酸-乙基黄原酸钠(以下简称产品F)。

[0023] 实施例6

[0024] 向10mL乙醚中加入2g硅胶(300-400目)、6mmol浓硫酸、3mmol乙基黄原酸钠,室温下搅拌0.5-1h,用旋转蒸发仪蒸除乙醚,剩下的混合物于真空下加热到100℃,保持100℃真空加热24h,得到黄色粉末,即为二氧化硅负载的硫酸-乙基黄原酸钠(以下简称产品G)。

[0025] 实施例7

[0026] 自无锡某铝合金生产加工企业取工业废水(10L),分别测定 Cr^{6+} (二苯碳酰二肼分光光度法),和总铬的含量(高锰酸钾氧化-二苯碳酰二肼分光光度法),测试结果表明该工业废水中含 Cr^{6+} 的含量为32.6mg/L,总铬的含量为40.4mg/L。

[0027] 取100mL上述工业废水,加入实施例1制备的产品A(200mg),室温下搅拌40-60min后,转速为80-120r/min,静置半小时,过滤,检测滤液,结果表明该滤液中含 Cr^{6+} 的含量为0.13mg/L,总铬的含量为0.81mg/L, Cr^{6+} 的清除率达99.6%,总铬的清除率达98%。

[0028] 取1L上述工业废水,加入实施例2制备的产品B(1.5g),室温下搅拌40-60min后,转速为80-120r/min,静置半小时,过滤,检测滤液,结果表明该滤液中含 Cr^{6+} 的含量为0.14mg/L,总铬的含量为0.80mg/L。

[0029] 取500mL上述工业废水,加入实施例3制备的产品C(500mg),室温下搅拌40-60min后,转速为80-120r/min,静置半小时,过滤,检测滤液,结果表明该滤液中含 Cr^{6+} 的含量为0.16mg/L,总铬的含量为0.85mg/L。

[0030] 取100mL上述工业废水,加入实施例4制备的产品D(200mg),室温下搅拌40-60min后,转速为80-120r/min,静置半小时,过滤,检测滤液,结果表明该滤液中含 Cr^{6+} 的含量为32.5mg/L,总铬的含量为40.4mg/L,即产品D无除铬效果。

[0031] 取100mL上述工业废水,加入实施例4制备的产品E(200mg),室温下搅拌40-60min后,转速为80-120r/min,静置半小时,过滤,检测滤液,结果表明该滤液中含 Cr^{6+} 的含量为26.2mg/L,总铬的含量为36.2mg/L,即产品E除铬效果较差。

[0032] 取100mL上述工业废水,加入实施例5制备的产品F(200mg),室温下搅拌40-60min后,转速为80-120r/min,静置半小时,过滤,检测滤液,结果表明该滤液中含 Cr^{6+} 的含量为8.5mg/L,总铬的含量为30.4mg/L,即产品F对 Cr^{6+} 显示出一定的去除效果,但是对总铬的去除效果一般。

[0033] 取100mL上述工业废水,加入实施例6制备的产品G(200mg),室温下搅拌40-60min后,转速为80-120r/min,静置半小时,过滤,检测滤液,结果表明该滤液中含 Cr^{6+} 的含量为14.8mg/L,总铬的含量为23.2mg/L,即产品F对 Cr^{6+} 和总铬均显示出一定的去除效果。

[0034] 取100mL上述工业废水,加入CSAX(200mg,按文献制备“高分子重金属絮凝剂CSAX除铬性能研究”,张永智,等,净水技术,2008年,第27卷第2期,第36-38,77页),室温下搅拌40-60min后,转速为80-120r/min,静置半小时,取上清液检测,结果表明该滤液中含 Cr^{6+} 的含量为10.3mg/L,总铬的含量为17.5mg/L。

[0035] 由上述实施例可以看出,本发明提供的二氧化硅负载的硫酸-黄原酸盐能有效去除铝合金生产加工产生废水中的 Cr^{6+} 和总铬,操作简便易行。

[0036] 本发明所涉及的检测方法都是按照国家环保总局.水和废水监测分析方法(第三、四版),中国环境科学出版社.中记载的方法进行的。