



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110327904 A

(43)申请公布日 2019.10.15

(21)申请号 201910656709.X

(22)申请日 2019.07.19

(71)申请人 四川正祥环保技术有限公司

地址 625399 四川省成都市汉源县富林镇
文化路257号

(72)发明人 巫文嵩 曹继仁

(74)专利代理机构 成都创新引擎知识产权代理
有限公司 51249

代理人 罗丽

(51) Int. Cl.

B01J 20/26(2006.01)

C02F 1/28(2006.01)

B01J 20/30(2006.01)

C02F 101/20(2006.01)

权利要求书1页 说明书6页

(54)发明名称

一种去除含铅废水的废水处理材料及其制备方法

(57)摘要

本发明属于铅离子处理技术领域,尤其涉及一种去除含铅废水的废水处理材料及其制备方法,该废水处理材料由以下重量份的原料制成:聚丙烯酸40-50份、壳聚糖10-20份、半纤维素5-10份、水滑石10-15份、石墨烯5-10份、乙二胺四乙酸5-10份、二氧化锰5-18份、交联剂3-8份、引发剂0.2-0.6份、偶联剂0.3-1份、相容剂0.5-2份、发泡剂10-15份与分散剂1-2份;本发明废水处理材料,其吸附容量大,可有效的去除废水中的铅离子,同时制备方法简单易行。

1. 一种去除含铅废水的废水处理材料,其特征在于,由以下重量份的原料制成:聚丙烯酸40-50份、壳聚糖10-20份、半纤维素5-10份、水滑石10-15份、石墨烯5-10份、乙二胺四乙酸5-10份、二氧化锰5-18份、交联剂3-8份、引发剂0.2-0.6份、偶联剂0.3-1份、相容剂0.5-2份、发泡剂10-15份与分散剂1-2份。

2. 根据权利要求1所述一种去除含铅废水的废水处理材料,其特征在于,所述交联剂为二羟甲基二羟乙基脲、戊二醛、硼酸、环氧氯丙烷与N,N'-亚甲基丙烯酰胺中的一种或几种的混合物。

3. 根据权利要求1所述一种去除含铅废水的废水处理材料,其特征在于,所述引发剂为硫酸亚铁、过氧化苯甲酰、过硫酸钾与偶氮二异丁氰中的一种或几种的混合物。

4. 根据权利要求1所述一种去除含铅废水的废水处理材料,其特征在于,所述偶联剂为 γ -氨丙基三乙氧基硅烷或3-缩水甘油醚氧丙基三甲氧基硅烷。

5. 根据权利要求1所述一种去除含铅废水的废水处理材料,其特征在于,所述相容剂为马来酸酐接枝苯乙烯或马来酸酐接枝丙烯腈-丁二烯苯乙烯共聚物。

6. 根据权利要求1所述一种去除含铅废水的废水处理材料,其特征在于,所述发泡剂为偶氮二甲酰胺、4,4'-氧代双苯磺酰肼、对甲苯磺酰肼、4,4'-二磺酰肼与二亚硝基五亚甲基四胺中的一种或几种的混合物。

7. 根据权利要求1所述一种去除含铅废水的废水处理材料,其特征在于,所述分散剂为氧化聚乙烯蜡或氧化聚丙烯蜡。

8. 一种去除含铅废水的废水处理材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

A、以重量份计,在氮气保护条件下,将聚丙烯酸40-50份、壳聚糖10-20份、半纤维素5-10份、乙二胺四乙酸5-10份与水400-500份水混匀,得到混合物,备用;

B、以重量份计,将水滑石10-15份置于酸液中超声振动,然后用水冲洗至中性,并在600-800℃煅烧3-4h,接着将水滑石置于发泡剂10-15份与水100-200份的混合物中,最后在300-400℃温度条件下,保温1-2h,得到预处理水滑石;

C、以重量份计,将步骤B得到的预处理水滑石与分散剂1-2份、二氧化锰5-18份混匀进行超声分散,分散后取出,并加入反应器内,然后向反应器内加入步骤A得到混合物以及石墨烯5-10份、交联剂3-8份、引发剂0.2-0.6份、偶联剂0.3-1份与相容剂0.5-2份混匀,在80-100℃条件下,搅拌反应0.8-1.5h,得到预处理废水处理材料;

D、将步骤C得到的预处理废水处理材料入到密闭反应器中,温度控制在200-300℃,压强控制在5-10MPa条件下,8-15min后瞬间卸压降温,重复操作三次,最终得到用于去除含铅废水的废水处理材料。

一种去除含铅废水的废水处理材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于铅离子处理技术领域,尤其涉及一种去除含铅废水的废水处理材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 随着国家的经济发展以及政策的扶持,其大量的设备采用电池作为驱动力,如铅酸蓄电池大多应用在牵引车、三轮车、汽车起动车,而免维护铅酸蓄电池应用范围更广,包括不间断电源、电动车动力、电动自行车电池等。铅酸蓄电池根据应用需要分为恒流放电(如不间断电源)和瞬间放电(如汽车启动电池)。

[0003] 但目前在回收处理铅酸蓄电池过程中,需要前期的分选、破碎,同时进入工厂的废铅酸蓄电池一部分含有硫酸,一部分不含硫酸,废酸主要产生于废铅酸电池的预处理过程,废铅酸电池预处理的第一步就是将废硫酸倒出,并集中处理,综合在综合利用过程中产生大量含铅的废水,如直接排放污染环境以及损害人体健康。

[0004] 现有的含铅废水处理主要有:化学沉淀法、石灰石中和法、硫化-石灰中和法-电解法、膜分离法,以上方法处理含铅废水的效果不佳,难以满足需求。

发明内容

[0005] 本发明为了解决上述技术问题提供一种去除含铅废水的废水处理材料,其吸附容量大,可有效的去除废水中的铅离子,同时制备方法简单易行。

[0006] 本发明解决上述技术问题的技术方案如下:一种去除含铅废水的废水处理材料,由以下重量份的原料制成:聚丙烯酸40-50份、壳聚糖10-20份、半纤维素5-10份、水滑石10-15份、石墨烯5-10份、乙二胺四乙酸5-10份、二氧化锰5-18份、交联剂3-8份、引发剂0.2-0.6份、偶联剂0.3-1份、相容剂0.5-2份、发泡剂10-15份与分散剂1-2份。

[0007] 在上述技术方案的基础上,本发明还可以做如下改进。

[0008] 作为本发明进一步优选,所述交联剂为二羟甲基二羟乙基脲、戊二醛、硼酸、环氧氯丙烷与N,N'-亚甲基丙烯酰胺中的一种或几种的混合物。

[0009] 作为本发明进一步优选,所述引发剂为硫酸亚铁、过氧化苯甲酰、过硫酸钾与偶氮二异丁氰中的一种或几种的混合物。

[0010] 作为本发明进一步优选,所述偶联剂为 γ -氨丙基三乙氧基硅烷或3-缩水甘油醚氧丙基三甲氧基硅烷。

[0011] 作为本发明进一步优选,所述相容剂为马来酸酐接枝苯乙烯或马来酸酐接枝丙烯腈-丁二烯苯乙烯共聚物。

[0012] 作为本发明进一步优选,所述发泡剂为偶氮二甲酰胺、4,4'-氧代双苯磺酰肼、对甲苯磺酰肼、4,4'-二磺酰肼与二亚硝基五亚甲基四胺中的一种或几种的混合物。

[0013] 作为本发明进一步优选,所述分散剂为氧化聚乙烯蜡或氧化聚丙烯蜡。

[0014] 本发明还提供一种去除含铅废水的废水处理材料的制备方法,包括以下步骤:

[0015] A、以重量份计,在氮气保护条件下,将聚丙烯酸40-50份、壳聚糖10-20份、半纤维素5-10份、乙二胺四乙酸5-10份与水400-500份水混匀,得到混合物,备用;

[0016] B、以重量份计,将水滑石10-15份置于酸液中超声振动,然后用水冲洗至中性,并在600-800℃煅烧3-4h,接着将水滑石置于发泡剂10-15份与水100-200份的混合物中,最后在300-400℃温度条件下,保温1-2h,得到预处理水滑石;

[0017] C、以重量份计,将步骤B得到的预处理水滑石与分散剂1-2份、二氧化锰5-18份混匀进行超声分散,分散后取出,并加入反应器内,然后向反应器内加入步骤A得到混合物以及石墨烯5-10份、交联剂3-8份、引发剂0.2-0.6份、偶联剂0.3-1份与相容剂0.5-2份混匀,在80-100℃条件下,搅拌反应0.8-1.5h,得到预处理废水处理材料;

[0018] D、将步骤C得到的预处理废水处理材料入到密闭反应器中,温度控制在200-300℃,压强控制在5-10MPa条件下,8-15min后瞬间卸压降温,重复操作三次,最终得到用于去除含铅废水的废水处理材料。

[0019] 本发明的有益效果是:本发明利用聚丙烯酸、壳聚糖、半纤维素与乙二胺四乙酸形成凝胶结构的骨架,同时石墨烯具有强吸附容量与吸附力以及高强度,可有效的提高骨架结构强度以及吸附铅离子,通过膨化使得骨架表面积增加,形成多网络孔道结构,具有高吸附容量,再者通过改性水滑石,使水滑石的层间距增大,提高吸附容量,二氧化锰置于水滑石层间距的空间内,使铅离子有效的附着于水滑石层间距空间内,乙二胺四乙酸与二氧化锰对铅离子具有还原螯合作用,使得铅离子回收处理效果更佳。

具体实施方式

[0020] 以下对本发明的原理和特征进行描述,所举实例只用于解释本发明,并非用于限定本发明的范围。

[0021] 实施例1

[0022] A、在氮气保护条件下,将聚丙烯酸40g、壳聚糖10g、半纤维素5g、乙二胺四乙酸5g与水400g水混匀,得到混合物,备用;

[0023] B、将水滑石10g置于酸液中超声振动,然后用水冲洗至中性,并在600℃煅烧3h,接着将水滑石置于发泡剂10g与水100g的混合物中,最后在300℃温度条件下,保温1h,得到预处理水滑石;

[0024] C、将步骤B得到的预处理水滑石与分散剂1g、二氧化锰5g混匀进行超声分散,分散后取出,并加入反应器内,然后向反应器内加入步骤A得到混合物以及石墨烯5g、交联剂3g、引发剂0.2g、偶联剂0.3g与相容剂0.5g混匀,在80℃条件下,搅拌反应0.8h,得到预处理废水处理材料;

[0025] D、将步骤C得到的预处理废水处理材料入到密闭反应器中,温度控制在200℃,压强控制在5MPa条件下,8min后瞬间卸压降温,重复操作三次,最终得到用于去除含铅废水的废水处理材料。

[0026] 所述交联剂为二羟甲基二羟乙基脲,所述引发剂为硫酸亚铁,所述偶联剂为 γ -氨基丙基三乙氧基硅烷,所述相容剂为马来酸酐接枝苯乙烯,所述发泡剂为偶氮二甲酰胺,所述分散剂为氧化聚乙烯蜡。

[0027] 实施例2

[0028] A、在氮气保护条件下,将聚丙烯酸42g、壳聚糖12g、半纤维素6g、乙二胺四乙酸6g与水420g水混匀,得到混合物,备用;

[0029] B、将水滑石11g置于酸液中超声振动,然后用水冲洗至中性,并在620℃煅烧3.2h,接着将水滑石置于发泡剂11g与水120g的混合物中,最后在320℃温度条件下,保温1.2h,得到预处理水滑石;

[0030] C、将步骤B得到的预处理水滑石与分散剂1.2g、二氧化锰6g混匀进行超声分散,分散后取出,并加入反应器内,然后向反应器内加入步骤A得到混合物以及石墨烯6g、交联剂4g、引发剂0.3g、偶联剂0.4g与相容剂0.6g混匀,在85℃条件下,搅拌反应0.9h,得到预处理废水处理材料;

[0031] D、将步骤C得到的预处理废水处理材料入到密闭反应器中,温度控制在220℃,压强控制在6MPa条件下,9min后瞬间卸压降温,重复操作三次,最终得到用于去除含铅废水的废水处理材料。

[0032] 所述交联剂为戊二醛,所述引发剂为过氧化苯甲酰,所述偶联剂为3-缩水甘油醚氧丙基三甲氧基硅烷,所述相容剂为马来酸酐接枝丙烯腈-丁二烯苯乙烯共聚物,所述发泡剂为4,4'-氧代双苯磺酰肼,所述分散剂为氧化聚丙烯蜡。

[0033] 实施例3

[0034] A、在氮气保护条件下,将聚丙烯酸44g、壳聚糖14g、半纤维素7g、乙二胺四乙酸7g与水440g水混匀,得到混合物,备用;

[0035] B、将水滑石12g置于酸液中超声振动,然后用水冲洗至中性,并在640℃煅烧3.4h,接着将水滑石置于发泡剂12g与水160g的混合物中,最后在360℃温度条件下,保温1.4h,得到预处理水滑石;

[0036] C、将步骤B得到的预处理水滑石与分散剂1.4g、二氧化锰7g混匀进行超声分散,分散后取出,并加入反应器内,然后向反应器内加入步骤A得到混合物以及石墨烯7g、交联剂5g、引发剂0.4g、偶联剂0.5g与相容剂0.8g混匀,在85℃条件下,搅拌反应1h,得到预处理废水处理材料;

[0037] D、将步骤C得到的预处理废水处理材料入到密闭反应器中,温度控制在240℃,压强控制在7MPa条件下,10min后瞬间卸压降温,重复操作三次,最终得到用于去除含铅废水的废水处理材料。

[0038] 所述交联剂为硼酸,所述引发剂为过硫酸钾,所述偶联剂为3-缩水甘油醚氧丙基三甲氧基硅烷,所述相容剂为马来酸酐接枝丙烯腈-丁二烯苯乙烯共聚物,所述发泡剂为对甲苯磺酰肼,所述分散剂为氧化聚丙烯蜡。

[0039] 实施例4

[0040] A、在氮气保护条件下,将聚丙烯酸48g、壳聚糖18g、半纤维素9g、乙二胺四乙酸9g与水480g水混匀,得到混合物,备用;

[0041] B、将水滑石14g置于酸液中超声振动,然后用水冲洗至中性,并在780℃煅烧3.8h,接着将水滑石置于发泡剂14g与水180g的混合物中,最后在380℃温度条件下,保温1.5h,得到预处理水滑石;

[0042] C、将步骤B得到的预处理水滑石与分散剂1.8g、二氧化锰15g混匀进行超声分散,分散后取出,并加入反应器内,然后向反应器内加入步骤A得到混合物以及石墨烯8g、交联

剂7g、引发剂0.5g、偶联剂0.8g与相容剂1.8g混匀,在98℃条件下,搅拌反应1.3h,得到预处理废水处理材料;

[0043] D、将步骤C得到的预处理废水处理材料入到密闭反应器中,温度控制在280℃,压强控制在8MPa条件下,13min后瞬间卸压降温,重复操作三次,最终得到用于去除含铅废水的废水处理材料。

[0044] 所述交联剂为环氧氯丙烷,所述引发剂为偶氮二异丁氰,所述偶联剂为 γ -氨丙基三乙氧基硅烷,所述相容剂为马来酸酐接枝丙烯腈-丁二烯苯乙烯共聚物,所述发泡剂为4,4'-二磺酰肼,所述分散剂为氧化聚丙烯蜡。

[0045] 实施例5

[0046] A、在氮气保护条件下,将聚丙烯酸50g、壳聚糖20g、半纤维素10g、乙二胺四乙酸10g与水500g水混匀,得到混合物,备用;

[0047] B、将水滑石15g置于酸液中超声振动,然后用水冲洗至中性,并在800℃煅烧4h,接着将水滑石置于发泡剂15g与水200g的混合物中,最后在400℃温度条件下,保温2h,得到预处理水滑石;

[0048] C、将步骤B得到的预处理水滑石与分散剂2g、二氧化锰18g混匀进行超声分散,分散后取出,并加入反应器内,然后向反应器内加入步骤A得到混合物以及石墨烯10g、交联剂8g、引发剂0.6g、偶联剂1g与相容剂2g混匀,在100℃条件下,搅拌反应1.5h,得到预处理废水处理材料;

[0049] D、将步骤C得到的预处理废水处理材料入到密闭反应器中,温度控制在300℃,压强控制在10MPa条件下,15min后瞬间卸压降温,重复操作三次,最终得到用于去除含铅废水的废水处理材料。

[0050] 所述交联剂为N,N'-亚甲基丙烯酰胺,所述引发剂为偶氮二异丁氰,所述偶联剂为3-缩水甘油醚氧丙基三甲氧基硅烷,所述相容剂为马来酸酐接枝丙烯腈-丁二烯苯乙烯共聚物,所述发泡剂为二亚硝基五亚甲基四胺,所述分散剂为氧化聚丙烯蜡。

[0051] 对比例1

[0052] A、在氮气保护条件下,将聚丙烯酸30g、壳聚糖5g、半纤维素3g、乙二胺四乙酸3g与水200g水混匀,得到混合物,备用;

[0053] B、将水滑石5g置于酸液中超声振动,然后用水冲洗至中性,并在500℃煅烧1h,接着将水滑石置于发泡剂5g与水50g的混合物中,最后在200℃温度条件下,保温0.5h,得到预处理水滑石;

[0054] C、将步骤B得到的预处理水滑石与分散剂0.5g、二氧化锰4g混匀进行超声分散,分散后取出,并加入反应器内,然后向反应器内加入步骤A得到混合物以及石墨烯3g、交联剂1g、引发剂0.1g、偶联剂0.2g与相容剂0.3g混匀,在70℃条件下,搅拌反应0.5h,得到预处理废水处理材料;

[0055] D、将步骤C得到的预处理废水处理材料入到密闭反应器中,温度控制在100℃,压强控制在3MPa条件下,7min后瞬间卸压降温,重复操作三次,最终得到用于去除含铅废水的废水处理材料。

[0056] 所述交联剂为二羟甲基二羟乙基脲,所述引发剂为硫酸亚铁,所述偶联剂为 γ -氨丙基三乙氧基硅烷,所述相容剂为马来酸酐接枝苯乙烯,所述发泡剂为偶氮二甲酰胺,所述

分散剂为氧化聚乙烯蜡。

[0057] 对比例2

[0058] A、在氮气保护条件下,将聚丙烯酸55g、壳聚糖25g、半纤维素15g、乙二胺四乙酸15g与水550g水混匀,得到混合物,备用;

[0059] B、将水滑石20g置于酸液中超声振动,然后用水冲洗至中性,并在900℃煅烧6h,接着将水滑石置于发泡剂20g与水300g的混合物中,最后在500℃温度条件下,保温3h,得到预处理水滑石;

[0060] C、将步骤B得到的预处理水滑石与分散剂3g、二氧化锰20g混匀进行超声分散,分散后取出,并加入反应器内,然后向反应器内加入步骤A得到混合物以及石墨烯15g、交联剂10g、引发剂1g、偶联剂2g与相容剂3g混匀,在200℃条件下,搅拌反应2h,得到预处理废水处理材料;

[0061] D、将步骤C得到的预处理废水处理材料入到密闭反应器中,温度控制在400℃,压强控制在15MPa条件下,20min后瞬间卸压降温,重复操作三次,最终得到用于去除含铅废水的废水处理材料。

[0062] 所述交联剂为N,N-亚甲基丙烯酰胺,所述引发剂为偶氮二异丁氰,所述偶联剂为3-缩水甘油醚氧丙基三甲氧基硅烷,所述相容剂为马来酸酐接枝丙烯腈-丁二烯苯乙烯共聚物,所述发泡剂为二亚硝基五亚甲基四胺,所述分散剂为氧化聚丙烯蜡。

[0063] 将实施例1-5与对比例1-2制备得到的废水处理材料以及现有的聚乙烯醇凝胶吸附材料(对比例3),分别加入废水中铅离子浓度为100mg/L,温度为30℃,pH为7.3,其吸附容量与去除率如下表1所示:

[0064] 表1

[0065]

| 测试项目 | 对铅离子吸附容量 (mg/g) | 去除率 (%) |
|-------|--------------------|---------|
| 实施例 1 | 1490 | 98 |
| 实施例 2 | 1520 | 93 |
| 实施例 3 | 1630 | 95 |
| 实施例 4 | 1580 | 98 |
| 实施例 5 | 1470 | 96 |
| 对比例 1 | 680 | 48 |
| 对比例 2 | 540 | 52 |
| 对比例 3 | 150 | 31 |

[0066] 通过表1可知,本发明废水处理材料对铅离子的吸附容量大,去除效率高。

[0067] 以上所述仅为本发明的较佳实施例,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。