



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102247829 A

(43) 申请公布日 2011. 11. 23

(21) 申请号 201110126859. 3 *C02F 1/62* (2006. 01)
(22) 申请日 2011. 05. 17 *A01N 59/16* (2006. 01)
(71) 申请人 东华大学 *A01P 1/00* (2006. 01)
地址 201620 上海市松江区松江新城人民北路 2999 号
(72) 发明人 何瑾馨 刘保江 李浩
(74) 专利代理机构 上海泰能知识产权代理事务所 31233
代理人 黄志达 谢文凯

(51) Int. Cl.
B01J 23/22 (2006. 01)
B01J 20/12 (2006. 01)
C02F 1/30 (2006. 01)
C02F 1/28 (2006. 01)
C02F 1/58 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称
一种累托石自组装钒酸铋水处理剂的制备方法

(57) 摘要
本发明涉及一种累托石自组装钒酸铋水处理剂的制备方法, 包括: (1) 将铋盐、稳定剂加入到磷酸盐缓冲液中, 搅拌 15 ~ 60min, 形成悬浊液; 将偏钒酸盐溶于磷酸盐缓冲液, 然后加入到悬浊液中, 形成透明溶液; (2) 用碱性溶液调节上述透明溶液的 pH 值至 4.5 ~ 9, 于 20 ~ 100 °C 加入与步骤 (1) 中铋盐质量比为 5 : 1 ~ 20 : 1 的累托石, 搅拌回流反应 6-24h, 过滤、焙烘产物, 即得。本发明成本低廉, 工艺简单; 制备的水处理剂适用于各种废水的深度处理, 环保无二次污染, 可以克服现有铋基水处理剂的不足, 水处理效果好, 可循环使用, 具有良好的应用前景。

1. 一种累托石自组装钒酸铋水处理剂的制备方法,包括:

(1) 将铋盐、稳定剂加入到磷酸盐缓冲液中,搅拌 15~60min,形成悬浊液;将偏钒酸盐溶于磷酸盐缓冲液,然后加入到悬浊液中,形成透明溶液;其中铋盐、稳定剂和偏钒酸盐的摩尔比为 0.01~0.15 : 0.01~0.05 : 0.01~0.15;

(2) 用碱性溶液调节上述透明溶液的 pH 值至 4.5~9,于 20~100℃加入与步骤(1)中铋盐质量比为 5 : 1~20 : 1 的累托石,搅拌回流反应 6-24h,过滤、焙烘产物,即得。

2. 根据权利要求 1 所述的一种累托石自组装钒酸铋水处理剂的制备方法,其特征在于:所述步骤(1)中的铋盐为硝酸铋、碳酸铋、氯化铋或醋酸铋。

3. 根据权利要求 1 所述的一种累托石自组装钒酸铋水处理剂的制备方法,其特征在于:所述步骤(1)中的稳定剂为乙二胺四乙酸二钠、乙二胺四乙酸四钠、葡萄糖酸钠或丁烷四羧酸。

4. 根据权利要求 1 所述的一种累托石自组装钒酸铋水处理剂的制备方法,其特征在于:所述步骤(1)中的偏钒酸盐为偏钒酸钠、偏钒酸钾或偏钒酸铵。

5. 根据权利要求 1 所述的一种累托石自组装钒酸铋水处理剂的制备方法,其特征在于:所述步骤(1)中的磷酸盐缓冲液由 0.025~0.05mol/L 磷酸二氢钠溶液和 0.05-0.1mol/L 磷酸氢钠溶液组成。

6. 根据权利要求 1 所述的一种累托石自组装钒酸铋水处理剂的制备方法,其特征在于:所述步骤(2)中的碱性溶液为 0.5~1.5mol/L 的氢氧化钠或氢氧化钾的水溶液。

7. 根据权利要求 1 所述的一种累托石自组装钒酸铋水处理剂的制备方法,其特征在于:所述步骤(2)中的焙烘温度为 150~280℃,焙烘时间为 2~4h。

一种累托石自组装钒酸铋水处理剂的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于水处理剂的制备领域,特别涉及一种累托石自组装钒酸铋水处理剂的制备方法。

背景技术

[0002] 全球仅约 10%的水是直接为人类所用。最大的份额,70%用于农业,剩余的 20%为工业用。中国的排污约为全球的 20%,而它只得到全球的 5%的新鲜水。因此,解决污染问题已列入议事日程。在纺织印染、皮革、造纸行业加工过程中,大量使用了污染环境和对人体有害的助剂,这些助剂大多以液体的形态排放而污染环境,生物降解性差,毒性大,游离甲醛含量高,重金属离子的含量超标。其中,印染湿整理更是无可争议地成为水污染大户。从上浆开始到退浆、水洗、练漂、丝光,然后染色印花、可能还需涂层,按此流程每道工序都涉及水洗,而每道工序每千克材料需 20L 耗水。结果是湿整理过程中每千克原棉的用水量加起来多达 200L。当一件标准的男式衬衣定制后在商店橱窗展示时,超过 2000L 水在生产加工它时被用掉了(布料:纯棉,125g/m)。

[0003] 目前使用的处理废水的方法主要有:物理分离法、生物降解法、化学分解法,但這些方法都存在一定的局限性,不利于可持续发展。因而,人们开始致力于开发高效、低能耗、适用范围广和有深度氧化能力的污染物清除技术。近年来,很多学者将 TiO_2 用于光催化降解水中有机污染物,但是由于其带隙较宽(3.2eV),仅在紫外光范围有响应,而 BiVO_4 在可见光区域具有光催化活性,可以降解有机污染物,以达到处理环境污染的目的。

发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题是提供一种累托石自组装钒酸铋水处理剂的制备方法,该方法成本低廉,工艺简单;制备的水处理剂适用于各种废水的深度处理,环保无二次污染。

[0005] 本发明的一种累托石自组装钒酸铋水处理剂的制备方法,包括:

[0006] (1) 将铋盐、稳定剂加入到磷酸盐缓冲液中,搅拌 15~60min,形成悬浊液;将偏钒酸盐溶于磷酸盐缓冲液,然后加入到悬浊液中,形成透明溶液;其中铋盐、稳定剂和偏钒酸盐的摩尔比为 0.01~0.15:0.01~0.05:0.01~0.15;

[0007] (2) 用碱性溶液调节上述透明溶液的 pH 值至 4.5~9,于 20~100℃加入与步骤(1)中铋盐质量比为 5:1~20:1 的累托石,搅拌回流反应 6-24h,过滤、焙烘产物,即得。

[0008] 所述步骤(1)中的铋盐为硝酸铋、碳酸铋、氯化铋或醋酸铋。

[0009] 所述步骤(1)中的稳定剂为乙二胺四乙酸二钠、乙二胺四乙酸四钠、葡萄糖酸钠或丁烷四羧酸。

[0010] 所述步骤(1)中的偏钒酸盐为偏钒酸钠、偏钒酸钾或偏钒酸铵。

[0011] 所述步骤(1)中的磷酸盐缓冲液由 0.025~0.05mol/L 磷酸二氢钠溶液和 0.05-0.1mol/L 磷酸氢钠溶液组成。

[0012] 所述步骤(2)中的碱性溶液为0.5~1.5mol/L的氢氧化钠或氢氧化钾的水溶液。

[0013] 所述步骤(2)中的焙烘温度为150~280℃,焙烘时间为2~4h。

[0014] 累托石作为一种矿物粘土,具有特殊的层间特性,与活性炭相比,通过层间离子交换,可在其层间自组装BiVO₄微粒,制备成负载型催化剂。这种负载型光催化剂可以提高光催化剂的分散性,利于回收重复利用。而且由于累托石的资源丰富、价格低廉。本发明利用累托石的多孔、吸附能力强、与水易分离等特点和BiVO₄的光催化活性结合起来,将纳米BiVO₄成功的负载到累托石上,制备成可以悬浮于废水中而又可以顺利与水分离的高催化活性的可见光光催化材料,并且将其应用于废水的深度处理,可以实现对水中高浓度有机污染物氧化去除,而不是转移到其他地方,是一个环保型的工艺技术。

[0015] 有益效果

[0016] (1) 本发明成本低廉,工艺简单,对设备的要求低,可操作性好;

[0017] (2) 本发明制备的水处理剂可以去除水中高浓度有机污染物,适用于各种废水的深度处理,环保无二次污染,且具有抗菌、除臭、可以吸附其他重金属离子等优点;可以克服现有铋基水处理剂的不足,水处理效果好,可循环使用,具有良好的应用前景。

具体实施方式

[0018] 下面结合具体实施例,进一步阐述本发明。应理解,这些实施例仅用于说明本发明而并不用于限制本发明的范围。此外应理解,在阅读了本发明讲授的内容之后,本领域技术人员可以对本发明作各种改动或修改,这些等价形式同样落于本申请所附权利要求书所限定的范围。

[0019] 实施例1

[0020] (1) 将硝酸铋、乙二胺四乙酸二钠加入到磷酸盐缓冲液中,搅拌15min,形成悬浊液;将偏钒酸盐钠溶于磷酸盐缓冲液中,逐滴加入到所述悬浊液中,形成透明溶液;其中铋盐、稳定剂和偏钒酸盐的摩尔比为0.01:0.01:0.01,磷酸盐缓冲液中是由0.025mol/L磷酸二氢钠溶液和0.05mol/L磷酸氢钠溶液组成;

[0021] (2) 用浓度为0.5mol/L的氢氧化钠水溶液调节上述透明溶液的pH值为4.5,然后在20℃下加入累托石,搅拌,回流6h,过滤,得黄色产物,最后将所得产物于150℃焙烘2h,即可;其中铋盐与累托石的重量比为1:5。

[0022] 实施例2

[0023] (1) 将碳酸铋、葡萄糖酸钠加入到磷酸盐缓冲液中,搅拌35min,形成悬浊液;将偏钒酸盐铵溶于磷酸盐缓冲液中,逐滴加入到所述悬浊液中,形成透明溶液;其中铋盐、稳定剂和偏钒酸盐的摩尔比为0.06:0.04:0.01,磷酸盐缓冲液中是由0.03mol/L磷酸二氢钠溶液和0.08mol/L磷酸氢钠溶液组成;

[0024] (2) 用浓度为1mol/L的氢氧化钾水溶液调节上述透明溶液的pH值为7,然后在80℃下加入累托石,搅拌,回流15h,过滤,得黄色产物,最后将所得产物于210℃焙烘3h,即可;其中铋盐与累托石的重量比为1:14。

[0025] 实施例3

[0026] (1) 将醋酸铋、丁烷四羧酸加入到磷酸盐缓冲液中,搅拌60min,形成悬浊液;将偏钒酸盐钠溶于磷酸盐缓冲液中,逐滴加入到所述悬浊液中,形成透明溶液;其中铋盐、稳定

剂和偏矾酸盐的摩尔比为 0.15 : 0.05 : 0.15, 磷酸盐缓冲液中是由 0.05mol/L 磷酸二氢钠溶液和 0.1mol/L 磷酸氢钠组成溶液;

[0027] (2) 用浓度为 1.5mol/L 的氢氧化钠水溶液调节上述透明溶液的 pH 值为 9, 然后在 100℃ 下加入累托石, 搅拌, 回流 24h, 过滤, 得黄色产物, 最后将所得产物于 280℃ 焙烘 4h, 即可; 其中铋盐与累托石的重量比为 1 : 20。

[0028] 以印染废水为处理对象, 在废水中分别加入不同的浓度量的实施例 1 ~ 3 所得的水处理剂, 经过 6 小时日光照射后, 水处理剂对印染废水的脱色率如下表所示:

[0029]

	脱色率	COD 去除率
实施例 1	98.7%	89.4%
实施例 2	95.8%	91.9%
实施例 3	99.6%	93.1%