



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114377647 A

(43) 申请公布日 2022.04.22

(21) 申请号 202210083673.2

C02F 103/06 (2006.01)

(22) 申请日 2022.01.20

(71) 申请人 安徽工业大学

地址 243002 安徽省马鞍山市湖东中路59号

(72) 发明人 练建军 郭洪艳 陈波 钱付平  
刘小芳 楚化强

(74) 专利代理机构 北京君泊知识产权代理有限公司 11496

代理人 王程远

(51) Int. Cl.

B01J 20/12 (2006.01)

B01J 20/30 (2006.01)

C02F 1/28 (2006.01)

C02F 101/10 (2006.01)

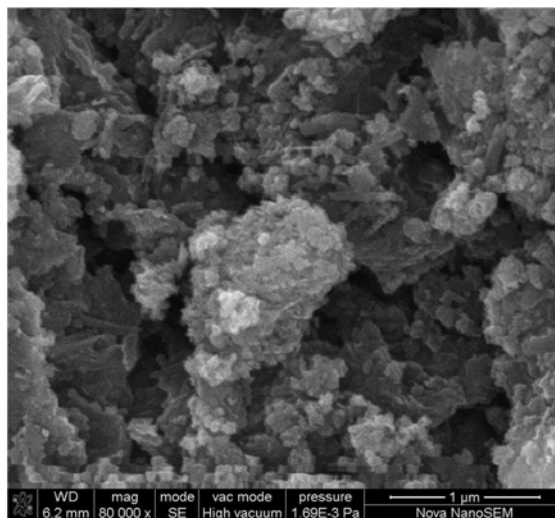
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54) 发明名称

一种改性凹凸棒负载硫化亚铁的制备方法及应用

(57) 摘要

本发明公开了一种改性凹凸棒负载硫化亚铁的制备方法及应用,属于环境功能性复合材料技术领域。本发明制备方法包括如下步骤:先将凹凸棒置于马弗炉中加热,然后将热活化后的凹凸棒浸泡于稀酸中震荡混合再离心、洗涤、烘干,得到热加酸改性凹凸棒;之后在氮气保护下将氯化亚铁水溶液加入上述改性凹凸棒土中,搅拌均匀再逐滴加入硫化钠水溶液反应,反应完全后静置分层、润洗、烘干得到改性凹凸棒负载硫化亚铁。本发明采用均相沉淀法合成材料,制备流程简单,原材料成本低,通过凹凸棒负载,有效分散了硫化亚铁纳米颗粒,增强了对水体钼酸盐的去除效果,具有良好的市场应用前景。



1. 一种改性凹凸棒负载硫化亚铁的制备方法,其特征在于包括如下步骤:

(1) 凹凸棒热化处理:将凹凸棒石放入石英坩埚中,在马弗炉中300℃加热2~3h,然后冷却至室温取出,混合均匀,得到热化处理凹凸棒;

(2) 凹凸棒酸化处理:将步骤(1)中热化处理后的凹凸棒与酸液混合,以去除伴随的碳酸盐;放入恒温摇床中震荡,然后将含有悬浮颗粒的液体进行离心操作,以将固体从溶液中分离出来;之后用去离子水充分洗涤,以除去 $\text{Cl}^-$ ,直到漂洗液的pH达到中性;然后烘干,得到热加酸活化的改性凹凸棒,置于干燥密闭容器中保存;

(3) 改性凹凸棒土负载硫化亚铁:在氮气保护下,将用除氧水配制的亚铁盐溶液倒入盛有步骤(2)制备的改性凹凸棒的螺旋口瓶中,持续通入氮气并磁力搅拌30min,搅拌均匀后通过分液漏斗逐滴加入除氧水配制的 $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 水溶液,滴加完成后继续搅拌混合液20~30min,密封后静置24~48h,使纳米颗粒充分生长;

所述亚铁盐和硫化钠加入的摩尔比为1~1.2:1;所述硫化亚铁与改性凹凸棒的质量比为1:0.5~6;

(4) 润洗:静置分层后去掉上清液,用等量无水乙醇清洗,然后在磁力搅拌器上慢速搅拌均匀;以上操作重复清洗至少三次,并且在高纯 $\text{N}_2$ 保护下进行;最后真空干燥,得到目标产物:一种改性凹凸棒负载硫化亚铁。

2. 如权利要求1所述的一种改性凹凸棒负载硫化亚铁的制备方法,其特征在于:在步骤2中,所述酸液为盐酸、硝酸和硫酸中的一种;所述酸液浓度为1~2mol/L。

3. 如权利要求1所述的一种改性凹凸棒负载硫化亚铁的制备方法,其特征在于:在步骤3中,所述亚铁盐和硫化钠的摩尔比为1:1;所述硫化亚铁与改性凹凸棒的质量比为1:2。

4. 如权利要求3所述的一种改性凹凸棒负载硫化亚铁的制备方法,其特征在于:所述亚铁盐为 $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 。

5. 如权利要求1~4任一所述制备方法得到的改性凹凸棒负载硫化亚铁材料。

6. 如权利要求5所述改性凹凸棒负载硫化亚铁材料在含钼废水处理中的应用。

## 一种改性凹凸棒负载硫化亚铁的制备方法及应用

### 技术领域

[0001] 本发明属于环境功能材料制备技术领域,具体涉及改性凹凸棒负载硫化亚铁的制备方法及应用,主要应用于含钼废水处理。

### 背景技术

[0002] 随着工业化和城市化的快速发展,重金属钼的开采和应用量逐年增大,由此导致的含有较高钼浓度的尾矿排水对周边环境带来一定危害。如加拿大布伦达矿、美国圣华金谷钼污染事件,我国辽宁省葫芦岛市乌金塘水库钼污染以及2020年黑龙江伊春鹿鸣矿业钼矿尾矿沙泄露等,都对水环境造成了不同程度的污染。人体摄入过多的钼会导致贫血、甲状腺功能减退、痛风症、骨骼和关节畸形、肾脏受损、生长迟缓等健康问题。因此,寻找高效经济的除钼技术具有重要的现实意义。

[0003] 目前含钼废水的处理方法有离子交换法、化学沉淀法、吸附法及人工湿地等。其中吸附法因具有高效经济、操作可行等特点而被广泛应用。FeS广泛存在于土壤、河流沉积物、地下水和沿海水域中,其独特的分子结构和表面化学性质,使其对地下水和土壤中的重金属、含氧阴离子、放射性核素、氯代有机化合物具有优良的吸附性能和长期反应性。已有研究表明在缺氧环境中,纳米FeS可以有效去除溶液中的Mo(VI)。然而,通过传统方法合成的FeS纳米粒子不仅由于颗粒间的相互作用而快速凝聚成大颗粒,而且容易被氧化而降低反应活性,从而限制了其在环境修复中的大规模应用。因此,对其进行改性减少它的团聚现象、提升它的实际应用性很有必要。

[0004] 相关研究表明,一些载体材料(如生物炭、石灰石、黏土矿物、氧化铝、纳米碳管等)因其具有多孔结构、比表面积大、吸附性能好等优点可以有效改善FeS的团聚现象,增强材料的吸附性能。凹凸棒土(ATP)作为一种晶质水合镁铝硅酸盐矿物,具有独特的层链状结构,纳米级孔穴通道微观构造、比表面积大、孔道发育的介孔材料等特征,是一种较为理想的载体材料。同时,凹凸棒土表面富含硅羟基等活性基团,在废水处理领域具备良好的吸附性能。通过对凹凸棒土进行表面改性(如酸改性、热改性)可以去除碳酸盐杂质,疏通孔道,增大孔容积和比表面积,提高其分散力学性能从而提高对污染物的吸附性能。基于此,用改性凹凸棒土来负载纳米FeS有望改善其聚集程度、提高反应活性。

[0005] 现有技术中,相关改性材料的制备方法已有部分成果,如,中国专利申请号:202110836677.9,申请公布日2021年09月24日,公开了一份名称为“一种改性凹凸棒石及改性凹凸棒石基复合相变材料的制备方法”的专利文件,该专利先后通过碱活化改性、煅烧、酸活化改性步骤制得改性凹凸棒石,然后作为载体吸附相变材料,但该方法步骤较多,同时采用碱液和酸液改性凹凸棒石在实际生产应用中并不经济,还会带来环境问题;中国专利申请号:201711336958.8,授权公告日2019年06月11日,公开了一份名称为“硫化亚铁/凹凸棒石复合材料的制备方法”的专利文件,该专利采用水热法以硝酸铁、硫代乙酰胺和凹凸棒土为原料合成分散均匀、对氮氧化物具有良好低温转化效果的催化剂,然而该产品只是基于低温脱硝下的催化活性进行了针对性的制备,并不适用于水体重金属的污染治理;中国

专利号201410097745.4,授权公告日2016年02月24日,公开了一份名称为“一种凹凸棒土负载纳米铁的制备方法”的专利文件,该专利是采用水蒸气对凹凸棒石活化处理后再通过焙烧法将纳米铁负载于凹凸棒土上得到一种应用到泡沫陶瓷材料中的功能性改性剂。由于该材料制备过程需要通过微量泵把水转化成水蒸气,因此能耗较高,且该功能材料适用于改善泡沫陶瓷材料的吸附性能,对重金属阴离子的处理能力尚未知;中国专利申请号:202010073989.4,申请公布日2020年06月05日,公开了一份名称为“一种同时固载硫化亚铁和零价铁的生物炭的制备方法及其应用”的专利文件,该专利是将玉米秸秆粉末与碳酸钠混合制得多孔生物炭,然后置于过硫酸铵-硫酸溶液浸泡、烘干,再置于七水硫酸亚铁溶液中加入绿茶、硫化钠溶液制得用于吸附工业废水中铅的同时固载硫化亚铁和零价铁的生物炭。该方法对铅的吸附量较高,但是钼酸根阴离子不同于铅离子,因此去除过程和机理也会不同。其他诸如,中国专利申请号:201811440382.4,申请公布日2019年03月08日,公开了一份名称为“一种巯基化壳聚糖纳米改性凹凸棒土土壤钝化剂的制备方法”的专利文件,该专利将壳聚糖、凹凸棒、表面活性剂混合后在反应釜中反应并经过离心、洗涤、干燥、研磨等过程制得土壤钝化剂;中国专利申请号:201911420411.5,授权公告日2021年11月05日,公开了一份名称为“一种凹凸棒石黏土的改性方法及其改性凹凸棒石黏土”的专利文件,该专利是针对提高金属铈和铈的吸附性能而对凹凸棒石进行的改性;中国专利申请号:202111109043.X,申请公布日2021年12月24日,公开了一份名称为“一种改性凹凸棒土的方法及凹凸棒土复合材料”的专利文件,该专利是为赋予凹凸棒土更高的阻燃性而做的改性;以上三种材料是在不同环境中进行的特定改性,制备过程较为复杂,且对水体钼酸盐去除作用不明。

## 发明内容

### [0006] 1、要解决的问题

[0007] 针对现有技术去除水体钼酸盐的缺陷和不足以及纳米硫化亚铁稳定性较差,容易发生团聚和氧化的缺陷,本发明的目的是提供一种去除水体钼酸盐的改性凹凸棒负载硫化亚铁材料的制备方法及应用,以期既丰富硫化亚铁在地表水污染治理中的实际应用,同时也为水体钼酸盐的污染治理提供技术参考。

### [0008] 2、技术方案

[0009] 为解决上述问题,本发明采用如下的技术方案。

[0010] 一种改性凹凸棒负载硫化亚铁材料的制备方法及应用,包括如下步骤:

[0011] (1)凹凸棒热化处理:将凹凸棒石放入石英坩埚中,在马弗炉中300℃加热2~3h,然后冷却至室温取出,混合均匀,得到热化处理凹凸棒。

[0012] (2)凹凸棒酸化处理:将步骤(1)中热化处理后的凹凸棒与酸液混合,以去除伴随的碳酸盐;放入恒温摇床中震荡,然后将含有悬浮颗粒的液体进行离心操作,以将固体从溶液中分离出来;之后用去离子水充分洗涤,以除去Cl<sup>-</sup>,直到漂洗液的pH达到中性;然后烘干,得到热加酸活化的改性凹凸棒,置于干燥密闭容器中保存。

[0013] (3)改性凹凸棒土负载硫化亚铁:在氮气保护下,将用除氧水配制的亚铁盐溶液倒入盛有步骤(2)制备的改性凹凸棒的螺旋口瓶中,持续通入氮气并磁力搅拌30min,搅拌均匀后通过分液漏斗逐滴加入除氧水配制的Na<sub>2</sub>S·9H<sub>2</sub>O水溶液,滴加完成后继续搅拌混合液

20~30min,密封后静置24~48h,使纳米颗粒充分生长。所述亚铁盐和硫化钠加入的摩尔比为1~1.2:1;所述硫化亚铁与改性凹凸棒的质量比为1:0.5~6。

[0014] (4) 润洗:静置分层后去掉上清液,用等量无水乙醇清洗,然后在磁力搅拌器上慢速搅拌均匀;以上操作重复清洗至少三次,并且在高纯N<sub>2</sub>保护下进行;最后真空干燥,得到目标产物:一种改性凹凸棒负载硫化亚铁。

[0015] 进一步的,在步骤2中,所述酸液为盐酸、硝酸和硫酸中的一种。所述酸液浓度为1~2mol/L。

[0016] 进一步的,在步骤3中,所述亚铁盐和硫化钠的摩尔比为1:1;所述硫化亚铁与改性凹凸棒的质量比为1:2。

[0017] 更进一步的,所述亚铁盐为FeCl<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O。

[0018] 上述均相沉淀法制备出的热加酸改性凹凸棒负载硫化亚铁材料。

[0019] 上述制备的改性凹凸棒负载硫化亚铁材料可应用于地表水体和地下水钼污染的去 除。

[0020] 3、有益效果

[0021] 相比于现有技术,本发明的有益效果为:

[0022] (1) 本发明制备流程简单,通过均相沉淀法合成改性材料,当改性材料硫化亚铁与凹凸棒的质量比为1:2时,对水体钼酸盐的去除效果最佳(钼浓度为20mg/L时,去除率相比硫化亚铁可提高53%左右)。

[0023] (2) 制备所用原材料成本较低,去除效率高,适用范围广。制备过程中通过优化铁土比、酸液浓度、温度等条件,有效分散了硫化亚铁纳米颗粒,制备的硫化亚铁呈固体粉末状,不易变质,易于保存和实际应用。

[0024] (3) 所述负载材料相对于硫化亚铁比表面积更大,显著增强了对水体钼酸盐的去除效果,具有良好的市场应用前景。

## 附图说明

[0025] 图1是根据本发明实施例3得到的改性凹凸棒负载硫化亚铁材料的扫描电镜图;

[0026] 如图1所示,所得材料分散均匀、比表面积大。

[0027] 图2是根据本发明实施例3得到的改性凹凸棒负载硫化亚铁材料的能谱分析图;

[0028] 由图2可见,改性材料的主要元素是Si和O,S和Fe峰的出现说明FeS已成功负载到凹凸棒表面。

[0029] 图3是根据本发明实施例1-5得到的不同铁土质量比的改性凹凸棒负载硫化亚铁材料及原始凹凸棒土、改性凹凸棒土、纯FeS对Mo(VI)的吸附效果对比图。

[0030] 图4是根据本发明实施例3得到的改性凹凸棒负载硫化亚铁材料及未改性纳米硫化亚铁材料的稳定性对比图。

## 具体实施方式

[0031] 以下结合具体实施例对本发明的技术方案作进一步详细描述,但不作为对本发明的具体限制。

[0032] 本发明所述的改性后的吸附材料粗糙多孔,比表面积大,纳米颗粒更加分散,减少

了团聚,从而对Mo(VI)具有更高的吸附容量。

[0033] 具体原理推测如下:

[0034] 有报道称,由于硅与铁之间的耦合作用,硅可以作为铁的吸附位和载体,从而促进硫化亚铁的形成。在合成阶段当氯化亚铁与凹凸棒石混合时, $\text{Fe}^{2+}$ 与 $\equiv\text{Si}-\text{OH}$ 基团可能发生络合,这些 $\equiv\text{Si}-\text{O}-\text{Fe}^{2+}$ 络合物被还原为 $\equiv\text{Si}-\text{O}-\text{FeS}$ ,并均匀地分布在凹凸棒石表面。而且由于HCl对凹凸棒的改性, $\equiv\text{Si}-\text{OH}$ 基团会更加富集,使得合成阶段吸附更多的铁离子,从而促进了硅与FeS之间的耦合作用。因此硫化亚铁分散在凹凸棒石表面,使得团聚现象得到改善,促进了对钼酸盐的吸附。

[0035] 具体的部分实验测试结果如具体的实施例中的描述。

[0036] 实施例1

[0037] 本实施例提供了一种改性凹凸棒负载硫化亚铁材料(硫化亚铁与改性凹凸棒土的质量比为1:6)的制备方法,所述方法包括以下步骤:

[0038] (1)凹凸棒热化处理:将10g凹凸棒粉放入石英坩埚中,在马弗炉中 $300^{\circ}\text{C}$ 加热2h,然后冷却至室温取出,混合均匀。

[0039] (2)凹凸棒酸化处理:将步骤(1)中热活化后的凹凸棒与 $1\text{mol/L}$ 盐酸以质量体积比为1:20(g/mL)的比例混合,以去除伴随的碳酸盐。放入 $150\text{rpm}$ 、 $25^{\circ}\text{C}$ 的恒温摇床中震荡3h,然后将含有悬浮颗粒的液体以 $5000\text{r/min}$ 的速度离心10min,以将固体从溶液中分离出来。之后用去离子水多次充分洗涤(除去 $\text{Cl}^{-}$ ),直到漂洗液的pH约为7左右。然后在 $100^{\circ}\text{C}$ 下烘干约10h,得到热加酸活化的改性凹凸棒土,置于干燥密闭容器中保存。

[0040] (3)改性凹凸棒土负载硫化亚铁:在氮气保护下,称取高纯度的 $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$   $3.977\text{g}$ 溶解于曝过氮气的 $100\text{mL}$ 高纯水中,倒入盛有(2)中制备的 $5.275\text{g}$ 改性凹凸棒土的 $250\text{mL}$ 螺旋口瓶中,持续通入氮气并搅拌30min,得到均匀且无氧的混合溶液;再称取 $4.804\text{g}$   $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 溶解于 $100\text{mL}$ 除氧水中,然后通过分液漏斗以1滴/秒的速度加入到混合溶液中,滴加完后继续通入氮气并搅拌(转速 $300\text{rpm/min}$ )30min使反应完全,得到黑色悬浊液之后静置24h。

[0041] (4)润洗:静置分层后去掉上清液,加入等量无水乙醇清洗,密封后在磁力搅拌器上慢速( $150\text{rpm/min}$ )搅拌10min混合均匀。再次静置分层后重复上述步骤清洗三次,之后装入离心管,用离心机分离( $3000\text{rpm/min}$ )2~3次,以上操作均在高纯 $\text{N}_2$ 保护下进行。最后于 $50^{\circ}\text{C}$ 下真空干燥12h,干燥后研磨过100目筛网,从而得到一种改性凹凸棒负载硫化亚铁材料(理论硫化亚铁:凹凸棒土=1:6)。

[0042] 实施例2

[0043] 本实施例提供了一种改性凹凸棒负载硫化亚铁材料(硫化亚铁与改性凹凸棒土的质量比为1:4)的制备方法,所述方法包括以下步骤:

[0044] (1)凹凸棒热化处理同实例1中步骤(1)所述。

[0045] (2)凹凸棒酸化处理同实例1中步骤(2)所述。

[0046] (3)改性凹凸棒土负载硫化亚铁同实例1中步骤(3)所述。所不同的是称取改性凹凸棒土的质量为 $3.516\text{g}$ 。

[0047] (4)润洗过程同实例1中步骤(4)所述。(理论硫化亚铁:凹凸棒土=1:4)。

[0048] 实施例3

[0049] 本实施例提供了一种改性凹凸棒负载硫化亚铁材料(硫化亚铁与改性凹凸棒土的质量比为1:2)的制备方法,所述方法包括以下步骤:

[0050] (1)凹凸棒热化处理同实例1中步骤(1)所述。

[0051] (2)凹凸棒酸化处理同实例1中步骤(2)所述。

[0052] (3)改性凹凸棒土负载硫化亚铁同实例1中步骤(3)所述。所不同的是称取改性凹凸棒土的质量为1.758g。

[0053] (4)润洗过程同实例1中步骤(4)所述。(理论硫化亚铁:凹凸棒土=1:2)。

[0054] 实施例4

[0055] 本实施例提供了一种改性凹凸棒负载硫化亚铁材料(硫化亚铁与改性凹凸棒土的质量比为1:1)的制备方法,所述方法包括以下步骤:

[0056] (1)凹凸棒热化处理同实例1中步骤(1)所述。

[0057] (2)凹凸棒酸化处理同实例1中步骤(2)所述。

[0058] (3)改性凹凸棒土负载硫化亚铁同实例1中步骤(3)所述。所不同的是称取改性凹凸棒土的质量为0.879g。

[0059] (4)润洗过程同实例1中步骤(4)所述。(理论硫化亚铁:凹凸棒土=1:1)。

[0060] 实施例5

[0061] 本实施例提供了一种改性凹凸棒负载硫化亚铁材料(硫化亚铁与改性凹凸棒土的质量比为2:1)的制备方法,所述方法包括以下步骤:

[0062] (1)凹凸棒热化处理同实例1中步骤(1)所述。

[0063] (2)凹凸棒酸化处理同实例1中步骤(2)所述。

[0064] (3)改性凹凸棒土负载硫化亚铁同实例1中步骤(3)所述。所不同的是称取改性凹凸棒土的质量为0.440g。

[0065] (4)润洗过程同实例1中步骤(4)所述。(理论硫化亚铁:凹凸棒土=2:1)。

[0066] 对比例1

[0067] 本实施例提供了一种原始凹凸棒的制备方法,所述方法包括以下步骤:

[0068] 原始凹凸棒土取自安徽省明光市官山,为研磨、粉碎后能过100目筛的颗粒。

[0069] 对比例2

[0070] 本实施例提供了一种热加酸改性凹凸棒的制备方法,所述方法包括以下步骤:

[0071] (1)凹凸棒热化处理同实例1中步骤(1)所述。

[0072] (2)凹凸棒酸化处理同实例1中步骤(2)所述。

[0073] 对比例3

[0074] 本对比例提供了一种纳米硫化亚铁材料的制备方法,所述方法包括以下步骤:

[0075] (1)制备纳米硫化亚铁材料:称取高纯度的 $\text{FeCl}_2 \cdot 3.977\text{g}$ 溶解于曝过氮气的100mL高纯水中,转入提前放置于 $30^\circ\text{C}$ 恒温水浴锅的三口烧瓶中,持续通入氮气并搅拌(转速300rpm/min)15min;再称取 $4.804\text{g Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 溶解于100mL除氧水中,然后通过分液漏斗逐滴(1滴/秒)加入到混合溶液中,滴加完后继续通入氮气并搅拌30min使反应完全,得到黑色悬浊液之后在 $\text{N}_2$ 保护下迅速转移到棕色广口瓶密封。

[0076] (2)润洗:静置24h后在氮气保护下去掉上清液,加入等量无水乙醇清洗,密封后在磁力搅拌器上慢速(150rpm/min)搅拌10min混合均匀。再次静置分层后重复上述步骤清洗

三次,之后装入离心管,用离心机分离(3000rpm/min) 2~3次,,以上操作均在高纯 $N_2$ 保护下进行。最后于 $50^\circ C$ 下真空干燥12h,干燥后研磨过100目筛网,从而得到未改性纳米硫化亚铁材料。

[0077] 应用实例1-5中所示制备方法制备不同铁土质量比的改性凹凸棒负载硫化亚铁材料(理论铁土质量比分别为1:6、1:4、1:2、1:1、2:1)、对比例1-3中原始凹凸棒(ATP)、热加酸改性凹凸棒(MATP)以及没有添加凹凸棒土所制备的纳米硫化亚铁材料分别作为吸附剂处理实验室模拟的含Mo(VI)废水。实验结果如图3所示,适当铁土质量比的MATP-FeS对Mo(VI)的去除能力显然优于ATP及FeS。在 $pH=4.0$ 时,铁土比为1:2的MATP-FeS对Mo(VI)的去除率分别为76.96%和54.60%,远高于FeS(23.79%和13.28%)和MATP(6.83%和4.96%),这可能与FeS在MATP表面的聚集状态发生了改变有关;另外,当铁土比从1:6增加到2:1时,MATP-FeS对Mo(VI)的去除率呈现先增加后降低的趋势,且在1:2时达到最高,说明较高和较低的铁土比均不利于FeS团聚现象的改善。因此,选取改性凹凸棒负载硫化亚铁材料的最佳铁土质量比为1:2。

[0078] 应用实例3中所示制备方法制备的改性凹凸棒负载硫化亚铁材料及对比例中制备得到的纳米硫化亚铁材料进行稳定性对比实验。实验结果如图4所示,可以看出改性材料的去除能力和稳定性有所提高。随着老化时间的增加,FeS对Mo(VI)的去除率由29.55%降低到14.97%,而MATP-FeS在储存60天后对Mo(VI)仍然能维持70.53%的去除率。

[0079] 对上述实施例1-5及对比例1-3中的原始凹凸棒、热加酸改性凹凸棒和纳米硫化亚铁材料分别进行除钼吸附测试,吸附材料投加量为 $1g/L$ ,实验用 $Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$ 自配含钼废水,其钼酸盐浓度为 $20mg/L$ 。吸附时间为24小时,水温为 $25^\circ C$ ,振荡速度为 $180rpm$ 。

[0080] 测试数据表明,本发明实施例1-4中得到的吸附材料对废水中的钼酸盐具有较为显著的去除效率(如表1所示)。在初始 $pH$ 为4时,吸附材料1-4对钼的去除率明显高于3个对比例的相关材料。

[0081] 表1不同实例除钼实验结果

吸 附剂	实施 例 1	实施 例 2	实施 例 3	实施 例 4	实 施例 5	对 比例 1	对 比例 2	对比 例 3
[0082] 去 除率 (%)	44.4 2	57.7 3	76.9 6	35.2 9	4.7 8	2.2 8	6.8 3	23.7 9



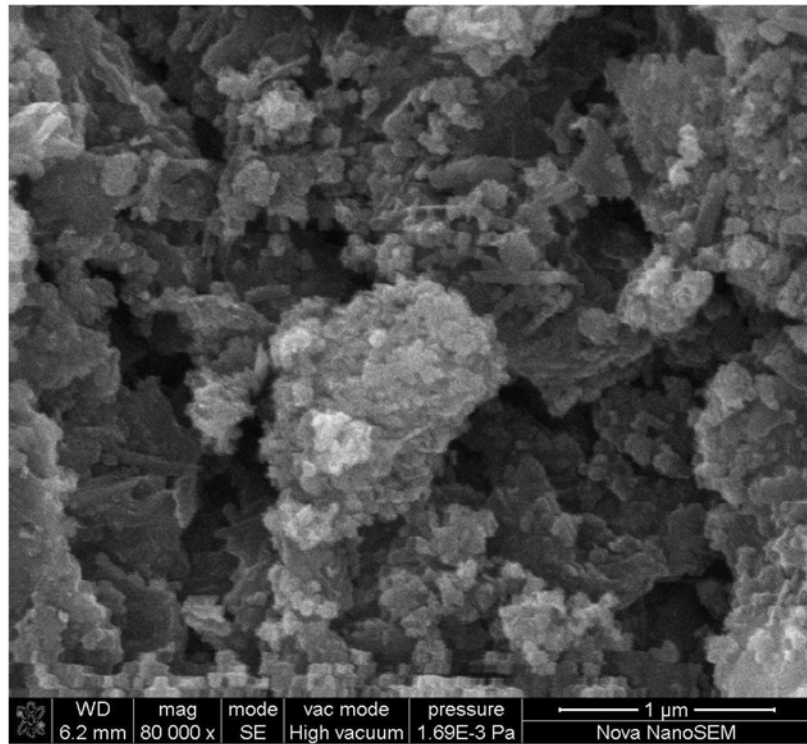


图1

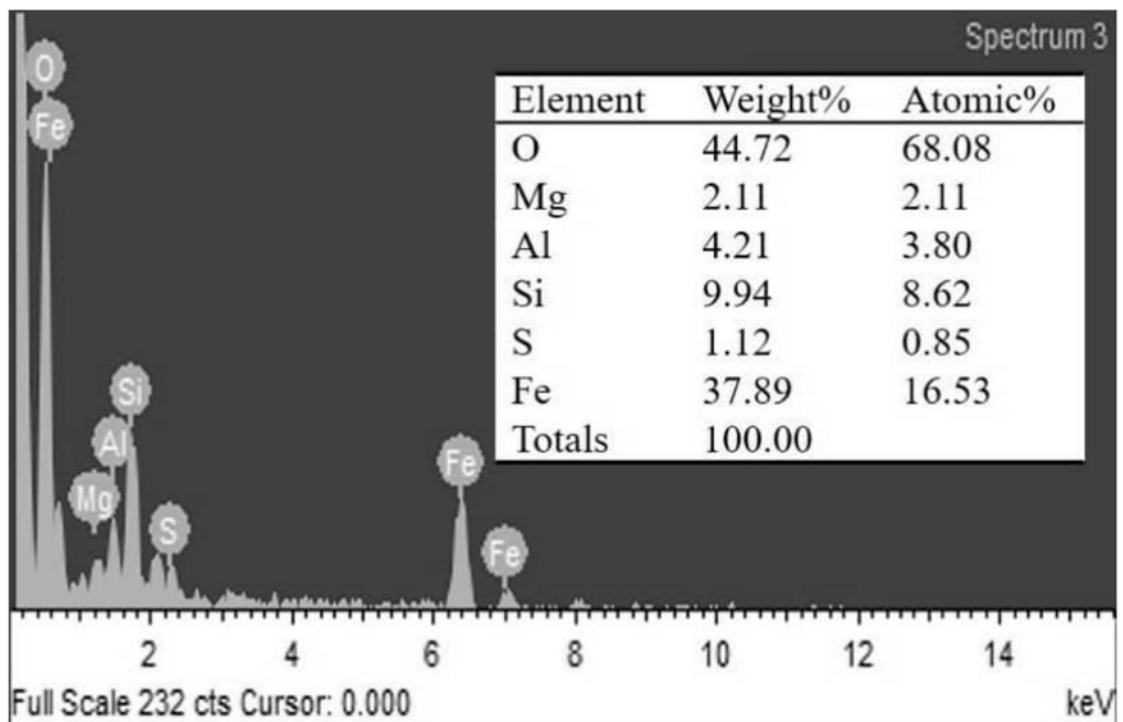


图2

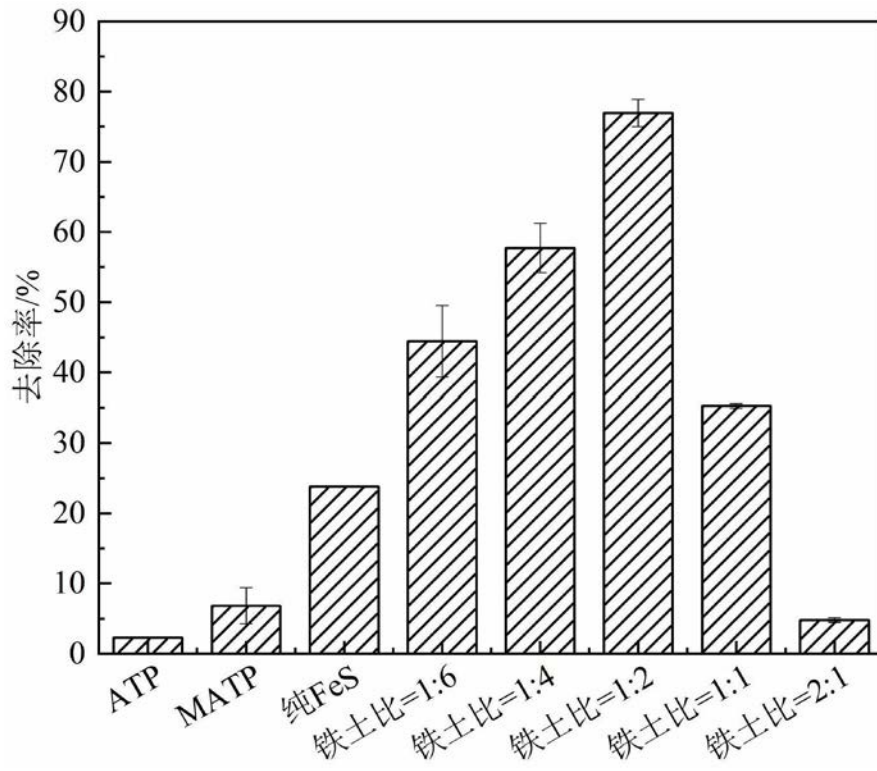


图3

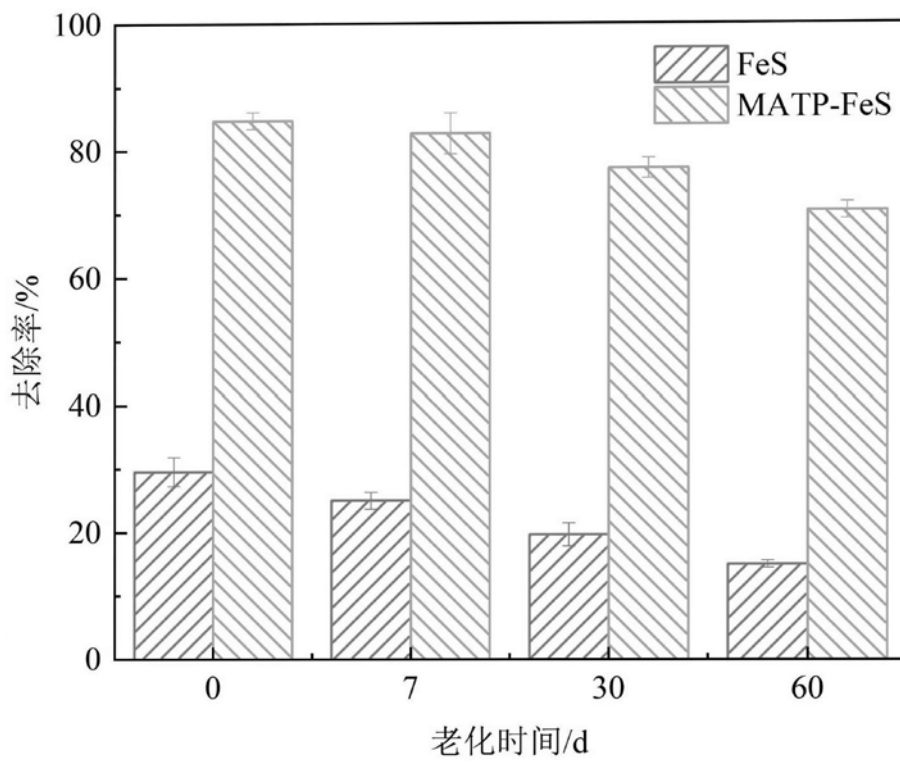


图4