

# 大型分析测试技术助力支撑废弃物粉煤灰“变废为宝”

王林霞, 徐鑫涛, 陶菲菲

(1.绍兴文理学院化学化工学院, 浙江绍兴 321000)

**摘要:** 现代大型分析测试技术是科学研究顺利开展的保证。粉煤灰是发电厂在燃煤过程中形成的废弃物。以粉煤灰为原料制备 NaA-X 型沸石分子筛, 以现代测试手段为依托进行表征, 并将其用于含氮废水的处理, 是一种将粉煤灰变废为宝、高价值化、高资源化、环境效益化利用的有效途径。

**关键词:** 大型分析测试技术; 粉煤灰; 分子筛; 氨氮吸附

**中图分类号:** O642.1

**文献标识码:** A

## 1 引言

燃煤发电一直是我国主要电力来源, 燃煤过程中产生大量的粉煤灰<sup>[1]</sup>, 它的主要成分是  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{SiO}_2$ 。而粉煤灰的大量排放带来一系列的环境和健康问题, 将直接导致土壤、大气和水体等环境污染问题<sup>[2-5]</sup>。但粉煤灰虽然作为燃煤电厂的固体废弃物, 因化学成分含有大量的硅酸铝盐, 具有较大的利用价值。近年来相继应用于建筑材料<sup>[6]</sup>、废水、废气处理<sup>[7, 8]</sup>和合成分子筛<sup>[9]</sup>等领域。

沸石分子筛是一种具有催化、吸附、离子交换等分子筛功能的一系列天然及人工合成的铝硅酸盐材料<sup>[10, 11]</sup>。其基本分子式  $\text{M}_n\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{XSiO}_2 \cdot \text{YH}_2\text{O}$ , 其中 M 代表阳离子, n 代表阳离子价态, Y 代表水化程度, 由于硅铝比最小为 1 的情况下才可形成分子筛, 因此 X 最小值为 2<sup>[12]</sup>。目前制备粉煤灰基沸石分子筛方法主要将粉煤灰中  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{SiO}_2$  溶出至溶液中再采用其他合成方法进行合成。碱熔融-水热法是目前最有应用前景的制备方法。

废水中的氨氮是影响水体富营养化和环境污染的重要原因。Zhang 等<sup>[13]</sup>利用硫酸改性沸石处理模拟含氮废水, 研究表明, 当氮含量在 10-40 mg/L, pH 在 5.5-10.5 时, 氮去除率达 60%。由此可见, 粉煤灰沸石具有较好的脱氮效果, 这不仅为粉煤灰的综合利用开辟了一条新路径, 也为氨氮废水的处理提供了一种新方法。

现代大型的分析测试技术 (XRD

TEM、SEM-EDS、SAP 等) 是保证本研究课题顺利开展的前提。本论文在分子筛制备过程中采用 XRD、SEM、TEM、BET、FT-IR 等表征分子筛的物化性质、微观结构特征, 并研究所合成的 NaA-X 分子筛对氨氮废水的吸附行为。

## 2 实验部分

### 2.1 实验材料和仪器

实验原料为绍兴热电厂提供的粉煤灰。

本实验所涉及仪器:

X-射线衍射仪 (Empyrean XRD-6000, BRUKER AXS);

扫描电子显微镜-X 射线能谱仪(SEM-EDS, JSM-6360LV, JEOL, X-Act, Oxford)透射电子显微镜(TEM, JEM-1011, JEOL);

比表面和空隙分析仪 (TriStar 3020 (Micromeritics));

红外光谱仪 (Nexus, Nicolet);

紫外分光光度计 (UV-2550, SHIMADZU)。

### 2.2 水热合成

a. 粉煤灰的酸化: 90℃下, 液固比(mL/g)为 3:1, 用 6 mol/L 的 HCl 溶解粉煤灰, 加热 1 h, 过滤洗涤至中性, 干燥备用。

b. 分子筛制备: 一定量 NaOH 和酸化后的粉煤灰在 750 °C 焙烧 2 h, 研磨, 加一定量的去离子水搅拌 12 h, 90℃下水热反应 8 h, 冷却, 抽滤洗涤至 pH 9-10, 干燥备用。

### 2.3 沸石吸附水中氨氮的研究

纳氏试剂分光光度法<sup>[4]</sup>测定沸石对氨氮的吸附量: NH<sub>4</sub>Cl 3.819 g, 溶解转移至 1L 容量瓶中, 定容得 1 g·L<sup>-1</sup> 氨氮标准液为母液。将母液稀释到所需的浓度, 一定量的分子筛在 30℃ 下与 50 mL NH<sub>4</sub>Cl 溶液混合振荡, 吸取上层清液, 过滤, 加入显色剂, 定容, 混合均匀后, 使用紫外分光光度计在 420 nm 下测溶液吸光度, 公式如下:

$$E = \frac{C_0 - C_e}{C_0} \times 100\% \quad (1)$$

$$q = \frac{C_0 - C_e}{m} \times V \quad (2)$$

式中:  $E$  为氨氮去除率, %;  $C_0$ 、 $C_e$  和  $C_0$  分别为吸附前和吸附平衡后氨氮溶液浓度, mg·L<sup>-1</sup>。  $q$  为吸附量, mg · g<sup>-1</sup>;  $V$  为溶液体积, L;  $m$  为沸石质量, g。

## 3 实验结果