

紫外光激活过一硫酸氢盐 处理焦化废水生化出水的研究

华 佳, 宋秀兰*

(太原理工大学环境科学与工程学院, 山西 太原 030024)

摘要:采用紫外光(UV)激活过一硫酸氢盐(PMS)处理焦化废水生化出水,考察了初始 pH、PMS 浓度、紫外光强度和温度对焦化废水生化出水中总有机碳(TOC)、色度和 UV₂₅₄ 去除效果的影响。结果表明,在反应时间为 60 min、PMS 浓度为 11 mmol/L、初始 pH 为 3、紫外光强度为 9.94 mW/cm² 和温度为 25℃ 的最佳条件下,TOC、色度和 UV₂₅₄ 的去除率分别为 65.7%、99.5% 和 93.9%。三维荧光光谱分析结果表明,焦化废水生化出水中类富里酸和类腐殖酸被有效分解。

关键词:紫外光;过一硫酸氢盐;焦化废水生化出水;三维荧光光谱

中图分类号:X703.1

文献标志码:A

文章编号:0253-4320(2020)09-0100-06

DOI:10.16606/j.cnki.issn 0253-4320.2020.09.021

Treatment of bio-treated coking wastewater by UV-activated peroxydisulfate

HUA Jia, SONG Xiu-lan*

(College of Environmental Science and Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

Abstract: Bio-treated coking wastewater is treated again by UV activated peroxydisulfate (PMS). The effects of initial pH, PMS concentration, UV light intensity and temperature on the removal efficiencies of total organic carbon (TOC), chroma and UV₂₅₄ in bio-treated coking wastewater are studied. The results indicate that the removal rates of TOC, chroma and UV₂₅₄ are 65.7%, 99.5%, and 93.9%, respectively under the optimal conditions that the reaction lasts for 60 min, PMS concentration is 11 mmol·L⁻¹, initial pH is 3, UV light intensity 9.94 mW·cm⁻² and the temperature maintains at 25℃. Analysis results from three-dimensional fluorescence spectra indicate that fulvic acid-like substances and humic acid-like substances in bio-treated coking wastewater has effectively been decomposed.

Key words: UV; peroxydisulfate; bio-treated coking wastewater; three-dimensional fluorescence spectra

焦化废水是煤炭等化工企业在进行煤的干馏、净化以及粗苯、焦油的生产过程中产生的废水,是一种典型的有毒有害难处理的有机废水,主要污染物为氰化物、硫化物、酚类、杂环化合物等^[1-2]。目前国内常用的焦化废水处理工艺主要是以 A/O 和 A²/O 为代表的生物处理工艺,而焦化废水经生化处理后的 COD 通常在 150~300 mg/L 之间,无法达到炼焦化学工业污染物排放标准(COD ≤ 80 mg/L)^[3]。焦化废水的生化出水中仍含有大量难降解的有机物,已不适合再进行生物处理^[4]。因此,有必要开发一种有效的深度处理技术对焦化废水生化出水进行进一步处理。

基于过一硫酸氢盐(PMS)的高级氧化技术近年来引起人们的关注。与 Fenton 技术相比,激活 PMS 产生的硫酸根自由基(SO₄⁻)具有比羟基自由基(·OH)更高的氧化还原电位和更长的半衰期,并

且 SO₄⁻ 在 pH 2~8 的范围内具有更强的氧化性^[5]。常用的激活 PMS 方法包括紫外光(UV)、热和过渡金属等,其中 UV 激活 PMS 氧化技术不会产生二次污染,在常温下可快速激活 PMS 产生 SO₄⁻ 和 ·OH,降解有机物^[6-7]。

笔者采用 UV 激活 PMS 氧化法(UV/PMS)对焦化废水生化出水进行处理。以总有机碳(TOC)、色度和 UV₂₅₄ 为衡量指标,考察了 PMS 浓度、初始 pH、紫外光强度和温度对焦化废水生化出水中难降解有机物去除的影响,利用三维荧光光谱分析了 UV/PMS 体系处理前后焦化废水生化出水中溶解性有机物的成分的变化。

1 材料与方 法

1.1 焦化废水生化出水水质

实验水样为山西省太原市某焦化厂经过 A²/O

收稿日期:2019-11-27;修回日期:2020-07-03

基金项目:山西省重点研发计划(201803D421098)

作者简介:华佳(1995-),女,硕士研究生,研究方向为水处理与能源资源化,1625095580@qq.com;宋秀兰(1967-),女,博士,副教授,主要从事水污染控制和污泥处理的研究工作,通讯联系人,xlsong123@163.com。

工艺处理的焦化废水生化出水,主要的水质指标如表1所示。

表1 焦化废水生化出水的水质指标

TOC/ ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	色度/ 倍数	UV ₂₅₄ / cm^{-1}	COD/ ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	pH	$\rho(\text{Cl}^-)/$ ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)
63±5	482±8	2.998±0.1	216±9	7.6±0.3	1850±28

1.2 实验仪器与试剂

仪器:紫外线灯架,ZXJ-T30 W型,功率为30 W;恒温磁力加热搅拌器,HJ-1型;9 cm的培养皿。

试剂:过硫酸氢钾复合盐[$2\text{KHSO}_4\cdot\text{K}_2\text{SO}_4\cdot\text{KHSO}_5$, KHSO_5 (PMS)质量分数 $\geq 47\%$],上海一基实业有限公司生产;氢氧化钠、硫酸、硝酸银和铬酸钾,均为分析纯,中国天津光复化学试剂公司生产。

1.3 实验分析方法

TOC采用TOC-V_{CPH}型分析仪进行测定;色度采用稀释倍数法进行测定;UV₂₅₄采用分光光度计法进行测定(254 nm波长处的吸光度)^[8];溶液pH采用精密pH计进行测定;紫外光强度采用LH-126C紫外线辐照计功率计进行测定;氯离子采用硝酸银滴定法进行测定。

1.4 实验方法

将50 mL焦化废水生化出水置于培养皿中,用2 mol/L硫酸和氢氧化钠调节水样的pH,加入所需浓度的PMS,调节磁力搅拌器的温度并将培养皿置于紫外灯源下反应60 min,过滤出培养皿中的水样并测量TOC、色度和UV₂₅₄。考察初始pH(3~11)、PMS浓度(5~11 mmol/L)、紫外灯光强度(2.36、3.46、5.32、9.94 mW/cm^2)和温度(25~45℃)对UV/PMS体系处理焦化废水生化出水的影响。

1.5 三维荧光光谱分析

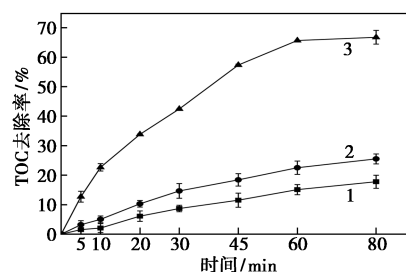
将反应后的水样经过0.22 μm 的针筒式滤膜过滤,调节水样的pH至7,然后用去离子水将水样稀释至TOC为1 mg/L ,进行三维荧光光谱分析。利用荧光分光光度计(RF-6000型)测定三维荧光光谱。激发光谱波长(E_x)为200~450 nm,间隔为5 nm;发射光谱波长(E_m)为250~550 nm,间隔为1 nm;扫描速度为1 200 nm/min 。得到的三维荧光光谱数据用Origin 8.0进行处理。

2 结果与讨论

2.1 UV/PMS体系去除焦化废水生化出水中TOC性能的研究

UV和PMS的氧化作用均会降解废水中的某些

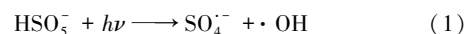
污染物。因此,首先探究了UV、PMS和UV/PMS 3种体系对焦化废水生化出水中TOC的去除性能,在PMS浓度为11 mmol/L、紫外光强度为9.94 mW/cm^2 、温度为25℃、初始pH为3的条件下,考察TOC去除率随时间的变化规律,结果如图1所示。



1—UV;2—PMS;3—UV/PMS

图1 不同体系中TOC去除率随时间的变化

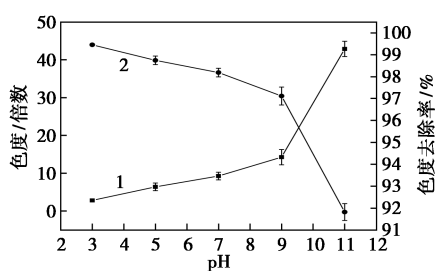
从图1中可以看出,单独的UV体系和PMS体系对废水中的有机物仅有轻微地降解作用,在反应60 min,UV体系和PMS体系中TOC的去除率分别为15.1%和22.5%;当反应时间延长到80 min时,TOC的去除率分别提升到17.8%和25.5%,说明单独的紫外灯光照和PMS氧化仅能去除废水中少量的有机物。而在UV/PMS体系中反应60 min后TOC的去除率可达65.7%,优于UV体系和PMS体系。这是因为在UV/PMS体系中UV能激活PMS产生 $\text{SO}_4^{\cdot-}$ 和 $\cdot\text{OH}$ [见式(1)],能够降解废水中大部分难降解有机物^[9-10]。然而,随着反应时间延长到80 min,TOC的去除率仅提升至66.8%,相比于反应60 min,仅提高了1.1%。因此,UV/PMS体系的反应时间确定为60 min。



2.2 初始pH的影响

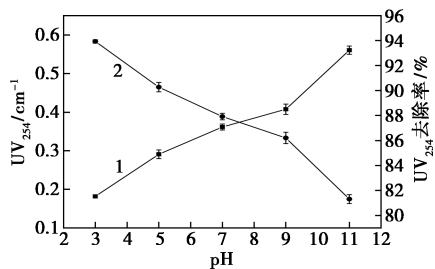
溶液的pH是影响活性自由基的形态和协同作用的重要因素。在初始PMS浓度为11 mmol/L、紫外光强度为9.94 mW/cm^2 、温度为25℃、反应时间为60 min的条件下,考察初始pH对焦化废水生化出水处理效果的影响,结果如图2所示。

由图2中可以看出,随着初始pH的增加,色度的去除率逐渐降低,当pH为3时达到最大值99.5%,当pH增加到11时去除率降低到91.6%;UV₂₅₄的去除率和TOC的去除率呈现相同的趋势,当pH为3时分别可以达到93.9%和65.7%,当pH增加到11时分别降低到81.3%和37.2%。由此可见酸性条件有利于UV/PMS体系处理焦化废水生化出水。这是因为 HSO_5^- 会在紫外光的激活下产生活性自由基($\text{SO}_4^{\cdot-}$ 和 $\cdot\text{OH}$),当pH高于7时,体系中



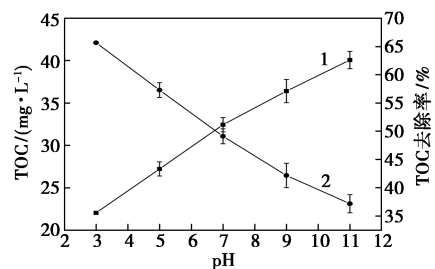
1—色度;2—色度去除率

(a) 色度的去除效果



1—UV₂₅₄;2—UV₂₅₄去除率

(b) UV₂₅₄ 的去除效果

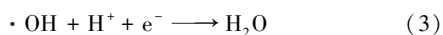
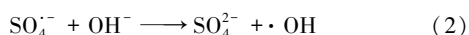


1—TOC;2—TOC 去除率

(c) TOC 的去除效果

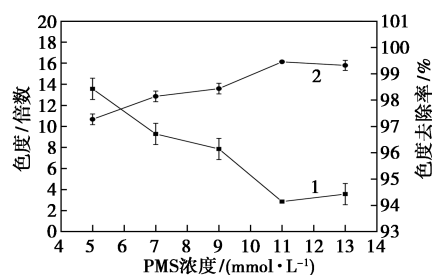
图 2 初始 pH 对焦化废水生化出水处理效果的影响

的 $\text{SO}_4^{\cdot-}$ 会与 OH^- 反应形成 $\cdot\text{OH}$ [见式(2)], 削弱了 $\text{SO}_4^{\cdot-}$ 与有机物之间的高选择性电子转移反应; 当 pH 低于 7 时, H^+ 会对溶液中的 $\cdot\text{OH}$ 产生清除作用 [见式(3)]^[11], 所以在 UV/PMS 体系中占主导地位的活性自由基主要是硫酸根自由基 ($\text{SO}_4^{\cdot-}$), 相比于 $\cdot\text{OH}$, $\text{SO}_4^{\cdot-}$ 更稳定且具有更强的氧化性, 能降解大部分难降解的污染物。此外, 在酸性条件下 $\text{SO}_4^{\cdot-}$ 的氧化还原电位要比碱性条件下高, 并且 PMS 在酸性条件下具有最佳的氧化性能^[12-13]。因此, 后续实验的初始 pH 为 3。



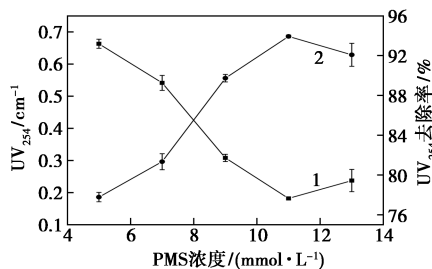
2.3 PMS 浓度的影响

在初始 pH 为 3、紫外光强度为 9.94 mW/cm^2 、温度为 25°C 、反应时间为 60 min 的条件下, 考察氧化剂 PMS 浓度对焦化废水生化出水处理效果的影响, 结果如图 3 所示。



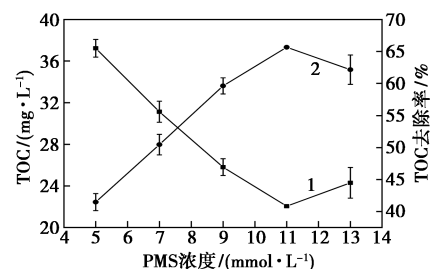
1—色度;2—色度去除率

(a) 色度的去除效果



1—UV₂₅₄;2—UV₂₅₄去除率

(b) UV₂₅₄ 的去除效果

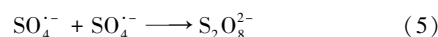
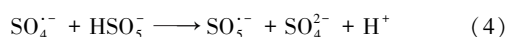


1—TOC;2—TOC 去除率

(c) TOC 的去除效果

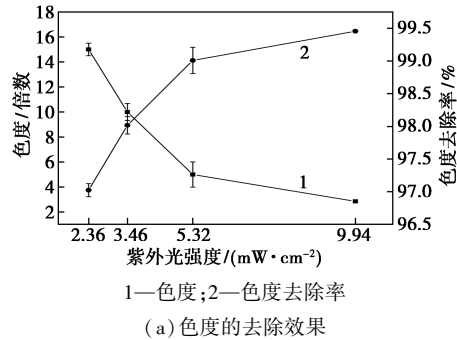
图 3 PMS 浓度对焦化废水生化出水处理效果的影响

从图 3 可以看出, 随着 PMS 浓度的增加, 色度、UV₂₅₄ 和 TOC 的去除率均呈现先增加后降低的趋势。当 PMS 浓度从 5 mmol/L 增加到 11 mmol/L 时, 色度、UV₂₅₄ 和 TOC 的去除率分别从 97.3%、77.8%、41.5% 增加到 99.5%、93.9%、65.7%。这是由于氧化剂 PMS 是产生硫酸根自由基 ($\text{SO}_4^{\cdot-}$) 的主要来源, 适当增加 PMS 的浓度有助于 UV 激活 PMS 产生更多的 $\text{SO}_4^{\cdot-}$, 从而提高了有机物的去除率。当 PMS 的浓度继续增大到 13 mmol/L 时, 色度、UV₂₅₄ 和 TOC 的去除被抑制, 去除率分别降低到 99.3%、92.1%、62.2%。这是因为过量的 PMS 会捕获溶液中已产生的 $\text{SO}_4^{\cdot-}$, 并且溶液中过量的 $\text{SO}_4^{\cdot-}$ 会发生淬灭反应 [如式(4)和式(5)所示], 产生一些低活性的物质, 导致有机物的降解效果变差^[14]。因此, 后续实验选用 PMS 的浓度为 11 mmol/L。

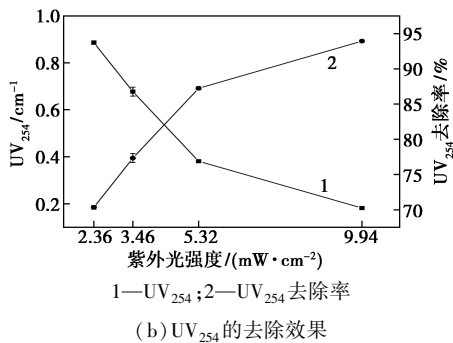


2.4 紫外光强度的影响

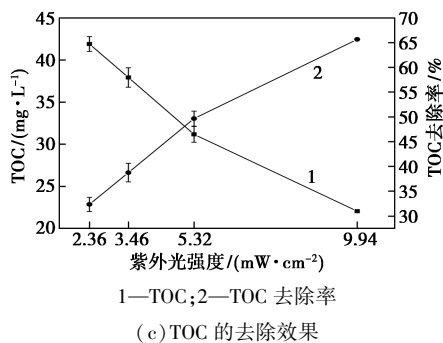
在初始 pH 为 3、PMS 浓度为 11 mmol/L、温度为 25℃、反应时间为 60 min 的条件下,考察紫外光强度对焦化废水生化出水处理效果的影响,结果如图 4 所示。



(a) 色度的去除效果



(b) UV₂₅₄ 的去除效果



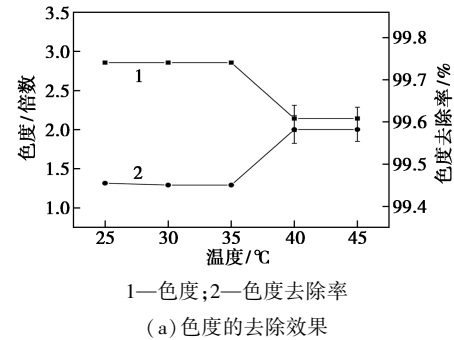
(c) TOC 的去除效果

图 4 紫外光强度对焦化废水生化出水处理效果的影响

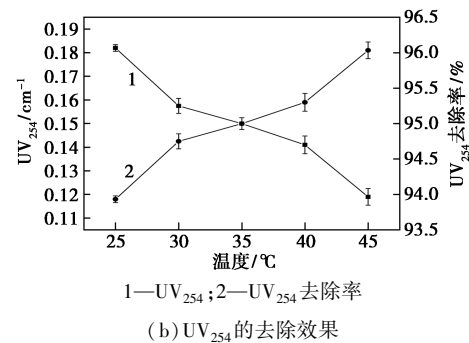
从图 4 可知,色度、UV₂₅₄ 和 TOC 的去除率随着紫外光强度的增加而增加。在紫外光强度为 2.36 mW/cm² 时,色度、UV₂₅₄ 和 TOC 的去除率分别为 97.0%、70.3% 和 32.4%;当紫外光强度增加至 9.94 mW/cm² 时,对应的去除率分别提升至 99.5%、93.9% 和 65.7%,表明更高光强度的紫外光源将加速污染物的降解, Izadifard 等^[15] 和 Wang 等^[16] 的研究均证实了此观点。这是因为增加光强度会更快、更多地提供可用于降解有机物的 SO₄⁻。所以选作最佳的光照强度为 9.94 mW/cm², 此时反应液面与紫外光源之间的距离为 4 cm。

2.5 温度的影响

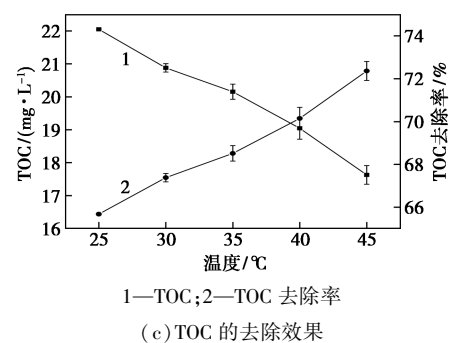
在初始 pH 为 3、PMS 浓度为 11 mmol/L、紫外光强度为 9.94 mW/cm²、反应时间为 60 min 的条件下,考察温度对焦化废水生化出水处理效果的影响,结果如图 5 所示。



(a) 色度的去除效果



(b) UV₂₅₄ 的去除效果



(c) TOC 的去除效果

图 5 温度对焦化废水生化出水处理效果的影响

从图 5 可知,温度对色度的去除几乎无影响,在温度为 25~45℃ 时色度去除率在 99.4%~99.6% 之间。UV₂₅₄ 的去除率随着温度的增加呈现略微增加的趋势,温度 25℃ 时 UV₂₅₄ 的去除率为 93.9%, 温度 45℃ 时 UV₂₅₄ 的去除率为 96.0%。TOC 的去除率也随着温度的增加而增加,当温度从 25℃ 上升至 45℃ 时,TOC 的去除率从 65.7% 增加至 72.3%,这是因为热激活 PMS 也是产生 SO₄⁻ 的方法之一^[17]。然而,45℃ 时的 TOC 去除率仅比 25℃ 时提高 6.6%,说明尽管 PMS 可以被高温活化,但提高温度并不能对有机物的去除起较大的促进作用,反而会造成能源的浪费。因此从经济上考虑,实验的适宜温度

为 25℃。

2.6 三维荧光光谱分析

三维荧光光谱广泛用于分析天然水和废水中的溶解性有机物。焦化废水生化出水和经 UV/PMS 系统处理 30 min 和 60 min 的出水的三维荧光光谱图如图 6 所示。

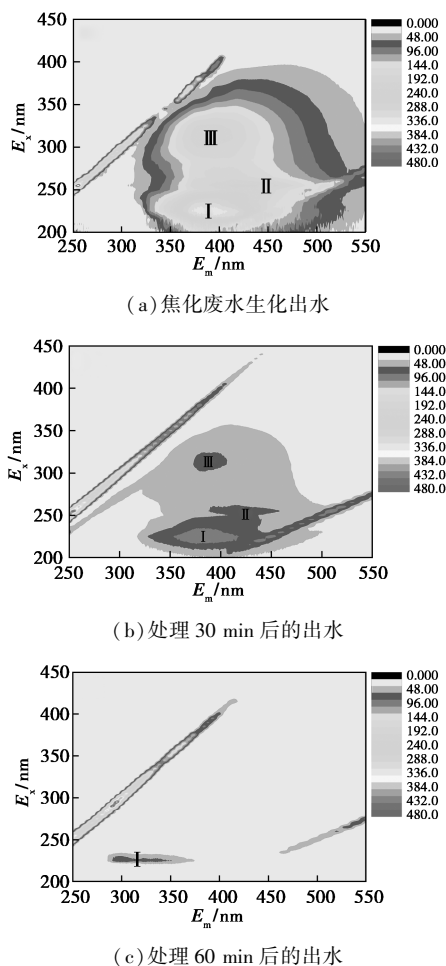


图 6 不同反应时间焦化废水生化出水的三维荧光光谱图

由图 6 可以看出,焦化废水生化出水的三维荧光光谱图中存在 3 个明显的荧光峰(峰 I、峰 II、峰 III)。荧光峰 I 的区域位于 $E_x/E_m = 220 \sim 230/375 \sim 410$ nm; 荧光峰 II 的区域位于 $E_x/E_m = 240 \sim 260/410 \sim 445$ nm; 荧光峰 III 的区域位于 $E_x/E_m = 300 \sim 320/375 \sim 400$ nm。荧光峰 I 和峰 II 区域代表类富里酸物质,并且峰 I 的荧光信号较强,峰 III 是类腐殖酸物质的荧光响应区域^[18-19]。经 UV/PMS 系统处理后,峰 I、峰 II 和峰 III 所在区域的荧光强度显著降低,说明 UV/PMS 系统产生的 SO_4^- 能有效降解废水中具有荧光性的有机物。三维荧光光谱中荧光峰的位置及荧光强度如表 2 所示。由表 2 中可以看出,

反应 30 min 后,峰 I、峰 II 和峰 III 的荧光强度分别降低了 73.7%、75.9% 和 75.8%; 在反应 60 min 后,在峰 III 类腐殖酸物质的区域中没有观察到荧光峰,表明在反应过程中焦化废水生化出水中的类腐殖酸物质被完全降解,转化为无机物和小分子有机物。研究表明,自由基有助于腐殖酸类物质的降解^[20-21]。此外,峰 I 出现了明显的蓝移现象,峰 II 消失,表明 UV/PMS 体系显著降低了有机物的缩合度和分子质量,类富里酸物质大部分被去除。

表 2 三维荧光光谱中荧光峰的位置及荧光强度

水样	峰 I		峰 II		峰 III	
	$E_x(E_m)/$ nm	强度	$E_x(E_m)/$ nm	强度	$E_x(E_m)/$ nm	强度
焦化废水生化出水	225/380	331	240/421	241	315/383	207
反应 30 min 出水	225/380	87	240/421	58	310/382	50
反应 60 min 出水	225/306	69				

3 结论

(1) 紫外光激活过一硫酸氢盐能有效处理焦化废水生化出水中的有机物。在设定的实验条件下,反应 60 min 内,TOC、色度和 UV_{254} 的去除率随 pH 的降低而增加;随着 PMS 浓度的增加,TOC、色度和 UV_{254} 的去除率先增加后降低;随着紫外光强度和温度的增加,TOC、色度和 UV_{254} 的去除率增加。

(2) 当焦化废水生化出水的 TOC 为 63 mg/L、色度为 482 倍、 UV_{254} 为 2.998 cm^{-1} 时,在 PMS 浓度为 11 mmol/L、紫外灯光强度为 9.94 mW/cm^2 、初始 pH 为 3、温度为 25℃、反应时间 60 min 的条件下,UV/PMS 体系对 TOC、色度和 UV_{254} 的去除率分别可达到 65.7%、99.5% 和 93.9%。

(3) 采用三维荧光光谱分析焦化废水生化出水以及经 UV/PMS 体系处理后出水中的溶解性有机物。结果表明,反应 60 min 后,类腐殖酸物质和类富里酸物质被大部分降解,转化为无机物和小分子有机物。

参考文献

- [1] 张继进. 焦化废水处理利用技术进展综述[J]. 节能与环保, 2019, (7): 28-29.
- [2] 余菊华, 马瑞平, 段正康. 焦化废水处理技术与进展[J]. 煤质技术, 2008, (5): 56-59.
- [3] Li J, Yuan X, Zhao G P, et al. Highly efficient one-step advanced treatment of biologically pretreated coking wastewater by an integration of coagulation and adsorption process[J]. Bioresource Technol-

- ogy, 2018, 247: 1206–1209.
- [4] Ou H S, Wei C H, Mo C H, *et al.* Novel insights into anoxic/aerobic¹/aerobic² biological fluidized-bed system for coke wastewater treatment by fluorescence excitation-emission matrix spectra coupled with parallel factor analysis [J]. *Chemosphere*, 2014, 113: 158–164.
- [5] Qi Y M, Qu R J, Liu J Q, *et al.* Oxidation of Tris (2-chloroethyl) phosphate in aqueous solution by UV-activated peroxymonosulfate: Kinetics, water matrix effects, degradation products and reaction pathways [J]. *Chemosphere*, 2017, 185: 833–843.
- [6] Xie R J, Ji J, Guo K H, *et al.* Wet scrubber coupled with UV/PMS process for efficient removal of gaseous VOCs: Roles of sulfate and hydroxyl radicals [J]. *Chemical Engineering Journal*, 2019, 356: 632–640.
- [7] Ahmed M M, Barbati S, Doumenq P, *et al.* Sulfate radical anion oxidation of diclofenac and sulfamethoxazole for water decontamination [J]. *Chemical Engineering Journal*, 2012, 197(14): 440–447.
- [8] Li J F, Liu X Y, Cheng F Q. Bio-refractory organics removal and flocculation characteristics of poly-silicic-cation coagulants in tertiary-treatment of coking wastewater [J]. *Chemical Engineering Journal*, 2017, 324: 10–18.
- [9] Cui C Z, Jin L, Jiang L, *et al.* Removal of trace level amounts of twelve sulfonamides from drinking water by UV-activated peroxymonosulfate [J]. *Science of the Total Environment*, 2016, 572: 244–251.
- [10] Guan Y H, Ma J, Li X C, *et al.* Influence of pH on the formation of sulfate and hydroxyl radicals in the UV/peroxymonosulfate system [J]. *Environmental Science and Technology*, 2011, 45(21): 9308–9314.
- [11] Chen W M, Zhang A P, Gu Z P, *et al.* Enhanced degradation of refractory organics in concentrated landfill leachate by Fe⁰/H₂O₂ coupled with microwave irradiation [J]. *Chemical Engineering Journal*, 2018, 354: 680–691.
- [12] Anipsitakis G P, Dionysiou D D. Degradation of organic contaminants in water with sulfate radicals generated by the conjunction of peroxymonosulfate with cobalt [J]. *Environmental Science and Technology*, 2003, 37(20): 4790–4797.
- [13] Jaafarzadeh N, Ghanbari F, Moradi M. Photo-electro-oxidation assisted peroxymonosulfate for decolorization of acid brown 14 from aqueous solution [J]. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 2015, 32(3): 458–464.
- [14] 韩东晖, 李瑛, 李开明, 等. UV 强化草酸络合 Fe³⁺ 活化过硫酸盐氧化降解苯胺 [J]. *环境科学*, 2018, 39(9): 4257–4264.
- [15] Izadifard M, Achari G, Langford C H. Degradation of sulfolane using activated persulfate with UV and UV-Ozone [J]. *Water Research*, 2017, 125: 325–331.
- [16] Wang C W, Liang C. Oxidative degradation of TMAH solution with UV persulfate activation [J]. *Chemical Engineering Journal*, 2014, 254: 472–478.
- [17] 林国峰, 任峰, 孙军益, 等. 热激活过硫酸盐降解水中双氯芬酸钠机理 [J]. *净水技术*, 2017, 36: 93–96.
- [18] Yang W L, Li X C, Pan B C, *et al.* Effective removal of effluent organic matter (EfOM) from bio-treated coking wastewater by a recyclable aminated hyper-cross-linked polymer [J]. *Water Research*, 2013, 47(13): 4730–4738.
- [19] Li J F, Wu J, Sun H F, *et al.* Advanced treatment of biologically treated coking wastewater by membrane distillation coupled with pre-coagulation [J]. *Desalination*, 2016, 380: 43–51.
- [20] Jiang F, Qiu B, Sun D Z. Advanced degradation of refractory pollutants in incineration leachate by UV/Peroxymonosulfate [J]. *Chemical Engineering Journal*, 2018, 349: 338–346.
- [21] Liu Z M, Li X, Rao Z W, *et al.* Treatment of landfill leachate biochemical effluent using the nano-Fe₃O₄/Na₂S₂O₈ system: Oxidation performance, wastewater spectral analysis, and activator characterization [J]. *Journal of Environmental Management*, 2018, 208: 159–168. ■
-
- (上接第 99 页)
- [4] Li Jihui, Da Huifang, Liu Qian, *et al.* Preparation of sulfur-free expanded graphite with 320 μm mesh of flake graphite [J]. *Materials Letters*, 2006, 60(29–30): 3927–3930.
- [5] Cao J, He P, Mohammed M A, *et al.* Two-step electrochemical intercalation and oxidation of graphite for the mass production of graphene oxide [J]. *J Am Chem Soc*, 2017, 139(48): 17446–17456.
- [6] Cooper A J, Wilson N R, Kinloch I A, *et al.* Single stage electrochemical exfoliation method for the production of few-layer graphene via intercalation of tetraalkylammonium cations [J]. *Carbon*, 2014, 66: 340–350.
- [7] Liu T, Zhang R, Zhang X, *et al.* One-step room-temperature preparation of expanded graphite [J]. *Carbon*, 2017, 119: 544–547.
- [8] Hansora D P, Shimpi N G, Mishra S. Graphite to graphene via graphene oxide: An overview on synthesis, properties, and applications [J]. *Jom*, 2015, 67(12): 2855–2868.
- [9] Fengshuang Z, Qi Z, Xu Y, *et al.* Rapid preparation of expanded graphite by microwave irradiation for the extraction of triazine herbicides in milk samples [J]. *Food Chemistry*, 2016, 197: 943–949.
- [10] Lin S, Dong L, Zhang J, *et al.* Room-temperature intercalation and ~1000-fold chemical expansion for scalable preparation of high-quality graphene [J]. *Chemistry of Materials*, 2016, 28(7): 2138–2146.
- [11] Sykam N, Kar K K. Rapid synthesis of exfoliated graphite by microwave irradiation and oil sorption studies [J]. *Materials Letters*, 2014, 117: 150–152.
- [12] Wang S, Wang H, Liu Y, *et al.* Effective degradation of sulfamethoxazole with Fe²⁺-zeolite/peracetic acid [J]. *Separation and Purification Technology*, 2020, 233: 115973.
- [13] Nicolau-Lapeña I, Abadías M, Bobo G, *et al.* Strawberry sanitization by peracetic acid washing and its effect on fruit quality [J]. *Food Microbiology*, 2019, 83: 159–166.
- [14] Kang F, Leng Y, Zhang T Y J J O P, *et al.* Influences of H₂O₂ on synthesis of H₂SO₄-GICs [J]. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 1996, 57(6–8): 889–892.
- [15] Szabó T, Berkesi O, Forgó P, *et al.* Evolution of surface functional groups in a series of progressively oxidized graphite oxides [J]. *Chemistry of Materials*, 2015, 18(11): 2740–2749.
- [16] Ferdousi B N, Islam M M, Okajima T, *et al.* Electroreduction of peroxycitric acid coexisting with hydrogen peroxide in aqueous solution [J]. *Electrochimica Acta*, 2008, 53(2): 968–974.
- [17] Ying Z, Lin X, Qi Y, *et al.* Preparation and characterization of low-temperature expandable graphite [J]. *Materials Research Bulletin*, 2008, 43(10): 2677–2686. ■