

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C02F 1/52

B01D 21/01 C01B 33/26



[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 00113030.7

[43] 授权公告日 2003 年 7 月 30 日

[11] 授权公告号 CN 1116233C

[22] 申请日 2000.6.15 [21] 申请号 00113030.7

[71] 专利权人 中国科学院地球化学研究所

地址 550002 贵州省贵阳市观水路 46 号

共同专利权人 中国科学院环境地球化学国家重点实验室

[72] 发明人 程鸿德 梁宁 汤顺林 彭绍松

林剑 袁芷云 李鹏翔

审查员 孟俊娥

[74] 专利代理机构 贵阳中新专利事务所

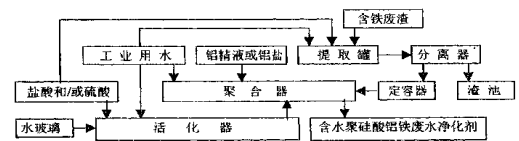
代理人 李大刚

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

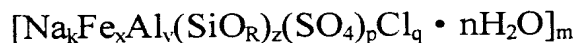
[54] 发明名称 含水聚硅酸铝铁废水净化剂及其生产方法

[57] 摘要

含水聚硅酸铝铁废水净化剂，其特征在于具有以下的化学式组成： $[\text{Na}_k\text{Fe}_x\text{Al}_y(\text{SiO}_R)_z(\text{SO}_4)_p\text{Cl}_q \cdot n\text{H}_2\text{O}]_m$ 式中各下标的摩尔数分别为： $0.02 \leq k \leq 1.20$ ， $0.03 \leq x \leq 0.40$ ， $0.03 \leq y \leq 0.50$ ， $0.05 \leq z \leq 0.50$ ， $0 \leq p \leq 2.50$ ， $0 \leq q \leq 1.70$ ， $47 \leq n \leq 55$ ， $1 \leq m$ ， $2 \leq R \leq 4$ 。它以含铁废渣，铝盐或铝精液，盐酸、硫酸、或者是盐酸与硫酸的混合酸，工业水玻璃和水为原料。采用提取、分离、活化和聚合等工艺生产而得。具有生产成本低、处理废水效果好的特点。特别适合于处理造纸废水、印染废水等碱性废水。



1、含水聚硅酸铝铁废水净化剂，其特征在于具有以下的化学组成式：



式中各下标的摩尔数分别为：

$$0.02 \leq k \leq 1.20, \quad 0.03 \leq x \leq 0.40, \quad 0.03 \leq y \leq 0.50, \quad 0.05 \leq z \leq 0.50,$$

$$0 \leq p \leq 2.50, \quad 0 \leq q \leq 1.70, \quad 47 \leq n \leq 55, \quad 1 \leq m, \quad 2 \leq R \leq 4.$$

2、根据权利要求1所述的含水聚硅酸铝铁废水净化剂的生产方法，其特征在于，该生产方法包括以下步骤：

a、取含铁废渣，过60目筛，按渣水重量比1：20—1：40加入水，得A品；

b、将A品置于提取罐中，按铁和氢离子摩尔比1：3—1：5加入盐酸、硫酸、或者是按盐酸与硫酸氢离子的摩尔比为1：0.5—1：2制成的盐酸与硫酸的混合酸，在不断搅拌下加热煮沸提取1-2小时后，静置、沉清，进行渣液分离，所得滤液为B品；

c、将B品置于聚合器中，按铁铝摩尔比1：0.1—1：10加入铝盐或铝精液，控制 $\text{pH} < 5$ ，在不断搅拌下，使之完全活化成 Fe^{3+} 与 Al^{3+} 共聚物，得C品；

d、取 SiO_2 含量为3-8%的工业用水玻璃溶液置于活化器中，边搅拌，边加入盐酸、硫酸、或者是按盐酸与硫酸的氢离子摩尔比为1：0.5—1：2制成的盐酸与硫酸的混合酸，控制 $\text{pH} < 5$ ，活化20-30小时后，得D品；

e、按铁与二氧化硅摩尔比1：0.1—1：10将D品加入盛有C品的聚合器中，搅拌均匀，聚合20-30小时后，得成品。

含水聚硅酸铝铁废水净化剂及其生产方法

本发明涉及一种处理废水用的净化剂，特别是一种无机高分子废水净化剂及其生产方法。

絮凝沉淀法是目前应用最广的水处理方法之一。絮凝沉淀法中使用的絮凝剂主要有无机絮凝剂与有机絮凝剂两大类。

市场上使用最广的无机絮凝剂有铝盐和铁盐两类无机高分子絮凝剂，近年来还出现了锌盐和镁盐絮凝剂，以及几种盐类的复合絮凝剂。现将有代表性的无机高分子絮凝剂分述如下：

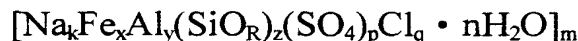
碱式氯化铝（PAC）：碱式氯化铝是一种将铝盐预先控制在适宜条件下而制成的带有适量电荷和较大聚合度的无机高分子聚合物。它的最大优点是：一旦投入水中，可立即发挥作用。它的缺点是，成本高，污泥疏松，体积大。

活化硅酸：活化硅酸是一种阴离子型无机高分子聚合物，也是一种很好的水质净化剂。它是以前水玻璃即 $\text{Na}_2\text{O} \cdot 3\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 为原料，加入活化剂，将其中以 Na_2O 为代表的碱度加以中和，得到的活化硅酸。它的缺点是，由于废水中的大部分胶粒是带负电的，所以活化硅酸为阴离子型的絮凝剂，主要表现为桥连作用，而不是电中和作用；另外，由于活化硅酸存在着缩聚反应，使用它必须在现场配置，所以，推广使用受到一定的限制。而且价格较高。

目前应用最广的有机高分子絮凝剂是聚丙烯酰胺絮凝剂的系列产品。它的缺点是，絮凝体强度较小，易破碎；絮凝体含水率高，体积大；药剂调制较麻烦；价格较高；存在一定毒性。

本发明的目的在于，提供一种价格低，混凝效果好的含水聚硅酸铝铁废水净化剂。本发明还提供了这种净化剂的生产方法。

本发明提供的含水聚硅酸铝铁废水净化剂，具有以下化学组成式：



式中各下标的摩尔数分别为：

$$0.02 \leq k \leq 1.20, \quad 0.03 \leq x \leq 0.40, \quad 0.03 \leq y \leq 0.50, \quad 0.05 \leq z \leq 0.50,$$

$0 \leq p \leq 2.50$, $0 \leq q \leq 1.70$, $47 \leq n \leq 55$, $1 \leq m$, $2 \leq R \leq 4$ 。

上述的含水聚硅酸铝铁废水净化剂的生产方法包括以下步骤:

- a、取含铁废渣, 过60目筛, 按渣水重量比1: 20—1: 40加入水, 得A品;
- b、将A品至于提取罐中, 按铁和氢离子摩尔比1: 3—1: 5加入盐酸、硫酸、或者是按盐酸与硫酸氢离子的摩尔比为1: 0.5—1: 2制成的盐酸与硫酸的混合酸, 在不断搅拌下加热煮沸提取1-2小时后, 静置、沉清, 进行渣液分离, 所得滤液为B品;
- c、将B品置于聚合器中, 按铁铝摩尔比1: 0.1—1: 10加入铝盐或铝精液, 在不断搅拌下, 使之完全活化成 Fe^{3+} 与 Al^{3+} 共聚物, 控制 $pH < 5$, 得C品;
- d、取 SiO_2 含量为3-8%的工业用水玻璃溶液置于活水器中, 边搅拌, 边加入盐酸、硫酸、或者是按盐酸与硫酸氢离子的摩尔比为1: 0.5—1: 2制成的盐酸与硫酸的混合酸, 控制 $pH < 5$, 活化20-30小时后, 得D品;
- e、按铁与二氧化硅摩尔比1: 0.1—1: 10将D品加入盛有C品的聚合器中, 搅拌均匀后, 聚合20-30小时后, 得成品。

与现有技术比较, 本发明利用铝盐和铁盐与硅酸的聚合作用, 向活性硅酸中加入一定浓度的高价金属离子, 不仅能够有效减缓硅酸溶胶的缩聚过程, 同时, 由于金属离子的加入, 还能改变活性硅酸的 ξ 电位, 将使带负电的活性硅酸转化为带正电的阳离子型高分子聚合物, 不仅增强电中和作用, 而且压缩胶粒双电层, 增强活性硅酸的絮凝作用。从而大大改善了絮凝剂的絮凝特性。具有原料来源广泛、投资少、生产工艺简单、处理废水效果好、可简化废水处理工艺、处理成本低的特点。特别适合于处理造纸废水、印染废水等碱性废水。

下面结合实施例对本发明的具体实施方式作进一步详细描述。

附图1是本发明的生产工艺流程图。

实施例1, 制备1吨氯化物型 含水聚硅酸铝铁废水净化剂。

- a、取过60目筛的含铁50%的废铁渣21千克, 按渣水重量比1: 25加入525千克水, 得A品;
- b、将A品置于提取罐中, 按铁和氢离子摩尔比1: 5加入浓度33%的工业盐酸82千克, 在不断搅拌下加热煮沸提取1.5小时后, 静置、沉清, 进行渣液分离, 所得滤液为B品;

c、将B品置于聚合器中，按铁铝摩尔比1：1.7，加入97%的氯化铝64千克，在不断搅拌下，使之完全活化成 Fe^{3+} 与 Al^{3+} 共聚物，得C品；

d、取 SiO_2 含量为25%的工业用水玻璃溶液60千克，水240千克，制得 SiO_2 含量为5%的水玻璃溶液并置于活化器中。在搅拌条件下，加入盐酸，控制 $\text{pH}<5$ 即可，活化22小时后，得D品；

e、将D品加入盛有C品的聚合器中，加水稀释到1吨刻度，搅拌均匀，聚合24小时后，可得铁：铝：二氧化硅的摩尔比为1：1.7：0.67的氯化物型含水聚硅酸铝铁废水净化剂。用其处理还原型染料废水，可使废水中的COD从480mg / l降到144mg / l，去除率70%；浊度从13.9度降到0.57度，去除率95.9%；色度从256度降到4度，去除率98.4%； BOD_5 从53.3mg / l降到34.2mg / l，去除率35.9%。

实施例2，制备1吨复合型含水聚硅酸铝铁废水净化剂。

a、取过60目筛的含铁90%的废铁屑13千克，按渣水重量比1：23加入300千克水，得A品；

b、将A品置于提取罐中，按铁和氢离子摩尔比1：5加入混合酸59千克，混合酸由浓度33%的工业盐酸22千克和浓度98%的工业硫酸37千克混合制成。在不断搅拌下加热煮沸提取2小时后，静置、沉清，进行渣液分离，所得滤液为B品；

c、将B品置于聚合器中，按铁铝摩尔比1：0.78加入22.9克 / 升铝精液165升，在不断搅拌下，用混合酸调 $\text{pH}<5$ ，使之完全活化成 Fe^{3+} 与 Al^{3+} 共聚物，得C品；

d、取 SiO_2 含量为25%的工业用水玻璃溶液29千克，水175千克，制得 SiO_2 含量为5%的水玻璃溶液并置于活化器中。在搅拌条件下，加入盐酸，控制 $\text{pH}<5$ ，活化28小时后，得D品；

e、将D品加入盛有C品的聚合器中，同时加水到1吨刻度，搅拌均匀，聚合28小时后，可得铁：铝：二氧化硅的摩尔比为1：0.78：0.67的复合型含水聚硅酸铝铁废水净化剂。用其处理还原型染料废水，可使废水中的COD从480mg / l降到112mg / l，去除率76.7%；浊度从13.9度降到0.19度，去除率98.6%；色度从256度降到4度，去除率98.4%； BOD_5 从53.3mg / l降到29.4mg / l，去除率44.9%。

实施例3，制备1吨硫酸盐型含水聚硅酸铝铁废水净化剂。

a、取过60目筛的含铁50%的废铁渣15千克，按渣水重量比1：25加入375千克水，得A品；

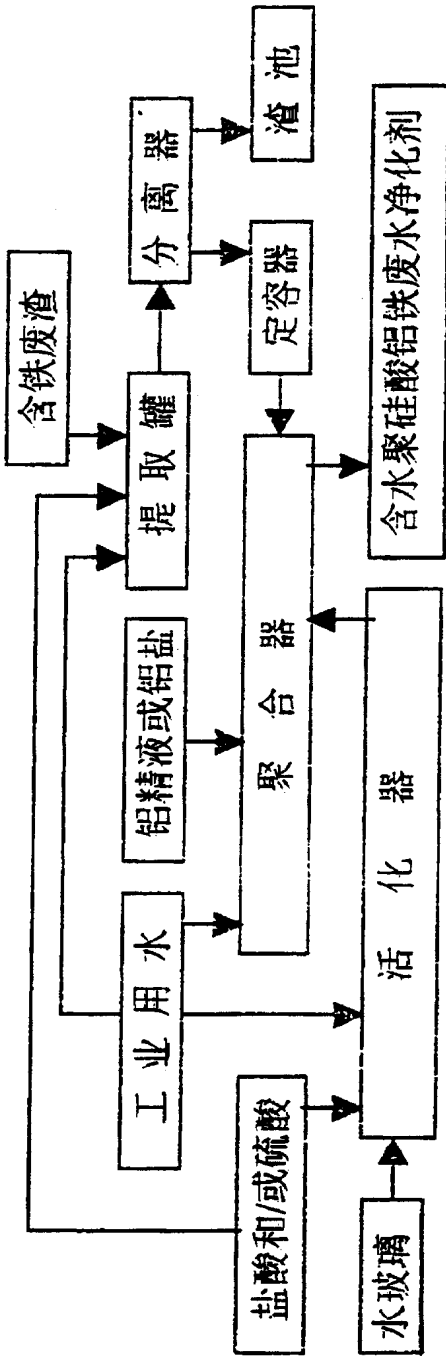
b、将A品置于提取罐中，按铁和氢离子摩尔比1：5加入浓度98%的工业硫酸27.5千克，在不断搅拌下加热煮沸提取1.5小时后，静置、沉清，进行渣液分离，所得滤液为B品；

c、将B品置于聚合器中，按铁铝摩尔比1：1.09，加入22.9克 / 升铝精液144升，在不断搅拌下，使之完全活化成 Fe^{3+} 与 Al^{3+} 共聚物，得C品；

d、取 SiO_2 含量为25%的工业用水玻璃溶液43千克，水173千克，制得 SiO_2 含量为5%的水玻璃溶液并置于活水器中。在搅拌条件下，加入硫酸，控制 $\text{pH}<5$ ，活化24小时后，得D品；

e、将D品加入盛有C品的聚合器中，加水稀释到1吨刻度，搅拌均匀，聚合24小时后，可得铁：铝：二氧化硅的摩尔比为1：1.09：1.64的硫酸盐型含水聚硅酸铝铁废水净化剂。用其处理硫化分散型染料废水，PH从12降到8.2，COD从512mg / l降到130mg / l，去除率74.6%；浊度从18.1度降到0.8度，去除率95.6%；色度从256度降到4度，去除率98.4%； BOD_5 从93.5mg / l降到28.4mg / l，去除率69.7%。

本发明采用含铁废渣作为原料，旨在废物利用，当然也可用铁盐作为B品，这样可以省略步骤a、b。



附图 1