



ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО

(12) **Описание изобретения** К МАЛОМУ ПАТЕНТУ

1

(21) 2201655

(22) 30.03.2022

(46) Бюл. 191, 2023

(71)(73) Худжандский государственный университет
им. акад. Б. Гафурова (TJ)

(72) Азизов Р.О. (TJ); Тиллобоев Х.И. (TJ); Муротова
Д.А. (TJ)

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КОАГУЛЯНТА ИЗ
ГЛИНЫ КАОЛИНА ДЛЯ ОЧИСТКИ ЗАГРЯЗ-**
НЕННОЙ ВОДЫ

(56) 1. Патент РФ RU 524.71, МПК C02F30. Оpubл.
10.04.1976.

2. Патент РФ RU 284776, МПК C22B16.
Оpubл. 11.01.1976.

3. Патент РФ RU 327790, МПК C31. Оpubл.
20.03.1974.

4. Патент РФ RU 127923/12 МПК C02F1/52
Оpubл. 27.12.2002.

5. Патент РФ RU 2315715 МПК C01F/74
Оpubл. 27.01.2008

6. Патент UZB UZ 2355639 МПК C01F7/74
Оpubл. 20.05.2009

(57) Изобретение относится к технологии
очистки загрязненных вод с использованием глины
каолина и получения адсорбент-коагулянта для

2

сорбционной очистки воды от ионов урана и тяжелых
металлов.

Целью изобретения является получения адсор-
бента-коагулянта из глины каолина для очистки за-
грязненных вод ионами урана и тяжелых металлов.

Сущность изобретения является способ полу-
чения коагулянта из глины каолина для очистки за-
грязненной воды от тяжелых металлов, включающий
дробление глины каолина, активацию и обработку
раствором хлорида его обжиг и разложение, причем
активацию глины каолина осуществляют 1М рас-
твором хлорида калия при комнатной температуре в
течение 15 минут, затем подвергают его обжигу при
температуре 700°C в течении 3-х часов, обрабаты-
вают серной кислотой до разложения сульфата алюми-
ния при комнатной температуре, полученный про-
дукт помещают в автоклав для насыщения его водя-
ными парами под давлением 0,2 МПа при температу-
ре 120°C в течении 30 минут с последующей филь-
трацией и сушкой.

Изобретение относится к использованию коагулянта, а именно получение сульфата алюминия из глины каолина кислотным способом. Данный способ может быть использован в производстве материалов химической промышленности, гидрометаллургии, водоподготовки и по направлению охраны окружающей среды для очистки загрязненных вод от ионов урана и тяжелых металлов.

Известен способ очистки воды коагулянтами, получившие наиболее распространение для очистки природных и сточных вод. Следует отметить, что коагулянты, содержащие алюминий, в частности сульфат алюминия, оксихлорид алюминия и алюминат натрия, из которых сульфат алюминия используется наиболее часто [1]. Однако эти коагулянты не имеют высокую степень очистки природных и сточных вод. Их недостаток состоит в значительном количестве остатка алюминия в очищенной воде.

Известен способ получения коагулянта на основе алюминия [2]. Данный коагулянт представляет собой гидрокарбоалюминат кальция в виде порошка серого цвета. Гидрокарбоалюминат кальция получают как попутный продукт так при производстве глинозема способом гидрохимического синтеза кальция из карбоалюминатных растворов и извести получаемого при переработке нефелинов.

Недостатками данного коагулянта является его высокая стоимость и дефицитность, поскольку для его получения в качестве сырья используют нефелин, более редко встречающийся в природе, чем бокситы, что и сказывается на его дороговизне.

Известен способ получения коагулянта сульфата алюминия из гидроксида алюминия, которая основана на разложении гидроксида алюминия с серной кислотой образовавшегося продукта [3]. Однако этот способ требует дорогостоящего и дефицитного материала как гидроксида алюминия, являющегося продуктом при получении глинозема.

Известен способ получения коагулянта для очистки природных и сточных вод [4]. Сущность этого способа состоит в синтезе гидрокарбоалюмината натрия из раствора алюмината натрия и известкового молока, который подвергают охлаждению и смешивают с карбонатом натрия, после чего осадок высушивают и растирают до порошкового состояния.

Недостатками данного способа являются его высокая стоимость, поскольку для его получения в качестве минерала используют нефелин, более редко встречающийся в природе чем, например, бокситы, что и сказывается на высокой стоимости получаемого конечного продукта, а также в целом способ является относительно трудоемким.

Известен способ очистки природных и сточных вод, основанный на использовании в качестве коагулянта водного раствора сульфата алюминия [5]. Сущность данного способа заключается в том, что готовый коагулянт подвергается гидролизу, и водный раствор сульфата алюминия осаждает некоторые тяжелые металлы. Получение этого коагулянта является достаточно дорогостоящим и трудоемким. Алюминийсодержащий коагулянт взаимодействует с гидроксидом алюминия и серной кислотой с выдержкой при температуре 104°C и последующим

кристаллизации движущее поверхности. При этом получают полиоксисульфат алюминия. Коагулянт способен к водообработке преимущественно в холодное время года. Однако, этот способ имеет некоторые недостатки, которые связаны с следующими отрицательными факторами при его использовании:

- низкая эффективность очистки воды при пониженных температурах;
- повышенное содержание сульфатов;
- снижение щелочности и водородного показателя;
- увеличение коррозионной активности воды.

Прототипом предлагаемого изобретения является способ получения коагулянта из каолина местного происхождения для очистки шахтных и дренажных вод от урана [6], включающий технологию дробления, обработка с активным раствором хлоридов, обжиг при температуре 400°C (карбонизация) в течение 50 минут и кислотная обработка 50%-ым раствором серной кислоты. Предложенный коагулянт состоит из активированного кальций-алюмината и содержит соединения алюминия, оксид кремния, оксид кальция, оксид железа, оксид натрия, оксид магния и диоксид серы. Его можно получают с обработкой шлама - промежуточного продукта производства глинозема, причем обработка ведется 2%-ым водным раствором бикарбоната натрия и сульфата натрия в соотношении 1:1 в течение 5 мин с последующим отделением, высушиванием и измельчением образовавшегося осадка. Очистку сточных и природных вод производится активированным кальций-алюминатом в виде водной суспензии в количестве не менее 3 мг/дм³ при перемешивании с оборотом не менее 50 мин. Данный коагулянт используется для очистки вод от токсичных соединений природного и техногенного происхождения.

Недостатком этого способа является то, что сложное у него аппаратное оформление, длительность периода насыщения (90 дней) ураном и избирательность сорбента (только ураном) и сравнительно низкой степени очистки природных и сточных вод.

Новый коагулянт из глины каолина фактически является в большей степени адсорбентом и при этом на поверхности частиц суспензии происходит адсорбция растворенных в воде, как ионов тяжелых металлов, так и их гидроксидов, и основных солей.

Целью изобретения является получения адсорбента-каолина из глины каолина природного местного сырья и разработка технологической схемы для очистки загрязненных вод ионами урана и тяжелых металлов.

Поставленная цель достигается способом получения коагулянта из глины каолина для очистки загрязненной воды от тяжелых металлов, включающий дробление глины каолина, активацию и обработку раствором хлорида его обжиг и разложение, причем активацию глины каолина осуществляют 1М раствором хлорида калия при комнатной температуре в течение 15 минут, затем подвергают его обжигу при температуре 700°C в течение 3-х часов, обрабатывают серной кислотой до разложения сульфата алюминия при комнатной температуре, полу

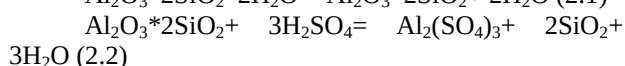
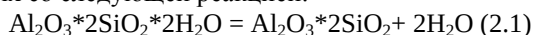
ченный продукт помещают в автоклав для насыщения его водяными парами под давлением 0,2 МПа при температуре 120⁰С в течении 30 минут с последующей фильтрацией и сушкой.

Наиболее дешевым материалом в качестве алюминиевого сырья являются глины каолина, которые характеризуются высоким содержанием оксидов алюминия и кремния и относительно небольшими примесями.

Способ позволяет получать реагент комплексного действия, обладающий коагулирующими, флокулирующими, и нейтрализующими свойствами, что обеспечивает повышенную эффективность его при очистке воды и тем самым решить ряд экономических и экологических проблем.

Технология получения адсорбента представлено на фиг.1.

Техническое решение осуществляется следующим образом. Дробление глины каолина производятся до размера 2 мм однородной массы, обрабатывают 1 молярным раствором хлорида калия в термостате при комнатной температуре в течении 15 минут. Термохимическая обработка и активация проводится при температуре 700⁰С в муфельной печи (Фиг. 1) Оксид алюминия, входящий в состав глины каолина, связанный с каолинитом, который ниже 700⁰С не претерпевает химических превращений. После охлаждения готовая масса подвергается кислотной обработке. Исследование показало, что обжиг глины каолина при более -высокой температуре 780⁰С продуцирует образованием высокоактивного метакаолинита, который легко разлагается серной кислотой [2]. Оптимальная температура обжига 700⁰С в течении 3-х часов. После обжига каолин превращается в безводный метакаолин, т.е. в виде порошка, коагулянт адсорбент (2.1.). Химизм процесса образования коагулянта из глины каолина путем воздействия серной кислотой представляется в двух стадиях со следующей реакцией:



Оптимальная температура обжига каолина 700⁰С в течении 3-х часов. Каолины трудно вскрываются серной кислотой. Это определено с тем, что при повышении температуры до 850 - 900⁰С что предопределяет образованием Al_2O_3 и $(\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2)$,

труднорастворимой массы в серной кислоте. Обработку обожженного каолина производят раствором серной кислоты при комнатной температуре, далее требуется применения автоклава путем насыщенным водяным паром под давлением 0,2 МПа при температуре 120⁰С в течении 30 минут. Оптимальная концентрация для обработки — это 70% -ый раствор серной кислоты от стехиометрической. Повышения или понижения концентрации до 95% приводит к уменьшению степени извлечения соединения алюминия в растворе. Последняя стадия процесса проходит при комнатной температуре, включающий фильтрацию и сушку образованием однородной масса и получения соединения сульфата алюминия до готового адсорбента.

Пример. Сырьем для получения коагулянта из глины каолина является дробленый глина каолина местного происхождения, которая предварительно активирована с 1 М раствором хлорида калия и высушена до содержания калия до 10-15 %. Обжиг производилась с помощью муфельной печи при температуре 700⁰С в течении до трех часов. После охлаждения полученная масса каолин подвергается действию серной кислотой до разложения сульфата алюминия. Полученный продукт подвергается действию насыщенного водяного пара под давление 0,2 МПа при температуре 120⁰С в течении 30 минут до готового адсорбента.

Таким образом, преимуществом данного способа получения коагулянта из местной глины каолина является то, что полученный адсорбент имеют высокую степень очистки природных и сточных вод, способен очистить воду от ионов урана и тяжелых металлов. Тем самым, загрязненная вода очищается от ионов урана и тяжелых металлов, которое можно использовать для производства и хозяйственно бытовые нужды. Также глина каолина является минералом горной породы местного происхождения пос. Адрасман, способ получения (измельчение, активация, обжиг, разложение до сульфата алюминия) по дороговизне является дешёвым, и не очень трудоемким процессом. При таких условиях достигается достаточно высокая степень очистки воды, и очищенная вода удовлетворяет требованиям воды для хозяйственно бытовых нужд.

Формула изобретения

Способ получения коагулянта из глины каолина для очистки загрязненной воды от тяжелых металлов, включающий обработку алюминийсодержащего сырья - каолина его обжиг и разложение, *отличающийся тем, что* глины каолина производят дробление до размера 2 мм однородной массы, полученную массу проводят активацию 1М раствором хлорида калия при комнатной температуре в

течение 15 минут, затем подвергают его обжигу при температуре 700⁰С в течении 3-х часов и обрабатывают серной кислотой до разложения сульфата алюминия при комнатной температуре, полученный продукт помещают в автоклав для насыщения его водяными парами под давлением 0,2 МПа при температуре 120⁰С в течении 30 минут с последующей фильтрацией и сушкой.

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КОАГУЛЯНТА ИЗ
КАОЛИНА ДЛЯ ОЧИСТКИ ЗАГРЯЗНЕННОЙ ВОДЫ

Природный каолин



Фиг.1

Компьютерный набор: Нигораи А.