



ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ

ВЕДОМСТВО

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

1

(21) 2201748
(22) 03.11.2022
(46) Бюл. 200, 2023
(71) (73) Худжандский государственный университет имени академика Б. Гафурова
(72) Азизов Р.О., Тиллобоев Х.И., Муротова Д.А., Ёкубова Д.М.
(54) **СПОСОБ АДСОРБЦИОННОЙ ОЧИСТКЕ ЗАГРЯЗНЕННЫХ ВОД С ПОМОЩЬЮ КОАГУЛЯНТА ИЗ ГЛИНЫ КАОЛИНА**
(56) Источники информации:
Патент РФ RU 2133637, МПК A61N1C/14. Оpubл. 09.10.1999
Патент РФ RU 2184095, МПК C04B18/30. Оpubл. 27.06.2002
Патент РФ RU 2108301, МПК C02F1/62. Оpubл. 10.04.1998.
Патент РФ RU 2265072, МПК C22B 60/02. Оpubл. 11.01.2006.
Патент РФ RU 2485193, МПК C1. Оpubл. 20.03.2012.
Патент РФ RU 2520902, МПК C22B11/00. Оpubл. 27.06.2014.
Малый патент Республики Таджикистан TJ 835. МПК C02F1/28. Оpubл.03.05.2017. Бюл.№127.

2

(57) Изобретение относится к технологиям очистки загрязненных вод, а именно коагуляционной очистки вод от ионов тяжелых металлов.
Цель изобретения является разработка технологии адсорбционной коагуляции и очистка загрязненных от тяжелых металлов вод с применением коагулянта из глины каолина.
Сущность изобретения заключается в том, что в загрязненную воду добавляется 20%-ый раствор сульфата алюминия из расчёта дозы 200мг/л и производится перемешивание с помощью электрической мешалки для протекания процесса гидролиза, также обработанную воду подвергают фильтрации при температуре +250С. Причем фильтрация осуществляется при комнатной температуре с помощью специального фильтра определенного диаметра (d=0,5мм). Далее отделяется очищенная вода, а осадок отправляется на переработку.
Таким образом, предложенный способ является простым и не требует дорогих реагентов и не очень трудоемким процессом. При таких условиях независимо от природы загрязнения (естественная или техногенная) коагуляционная очистка способен полностью извлекать загрязнителей в любой форме тяжелых металлов в воде, а очищенная вода можно использовать для хозяйств.

Изобретение относится к использованию адсорбционной очистке загрязненных вод с помощью коагулянта из глины каолина в зависимости от форм нахождения тяжелых металлов природного и техногенного происхождения. Данный способ может быть использован в металлургическом производстве для водоподготовки, химической технологии и по направлению охраны окружающей среды.

Известен способ очистки сточных вод коагулянтам на основе осадков алюминийсодержащих шламов [1]. Алюминийсодержащий шлам, содержащий гидроксид алюминия, образуется при очистке сока сахарной свеклы коагулянтами на основе солей алюминия. Получение сорбента заключается в карбонизации и активации, предварительно подсушенной до влажности 30% в смеси из алюминийсодержащих шламов и сока. Карбонизацию проводят в неокислительной атмосфере при температуре 600-650°C в течении 1 часа, а активацию проводят с водяным паром при температуре 600-650°C в течении 10-15 минут. Сорбент используют для осветления сахарного сока.

Недостатком применения данного сорбента является то, что для получения сорбента обычно используют смесь, что не может обеспечить однородность получаемого сорбента и эффективной очистке воды. Известный способ имеет ограниченное использование только для определенного источника сырья. Данный сорбент применим в основном для обеспивания сахарного сока. Кроме того, полученный сорбент имеет достаточно низкую сорбционную емкость. Способ требует большие энергозатраты.

Известен способ очистки сточных вод сорбентами получаемые путем приготовления смесей природного сырья, например, сапропеля с алюмосиликатной породой и известью и портландцементом [2].

К недостаткам использования данных сорбентов для очистки сточных вод можно отнести то, что такие материалы содержат значительное количество водорастворимых веществ, находящихся в исходном растворе, что ухудшает качество очистки воды. При контакте раствора с водой с разными значениями pH могут вымываться гуминовые и легкогидролизуемые вещества. Именно поэтому, более эффективно использование термообработанного раствора в качестве сорбента, что исключает вторичное загрязнение воды и вымыванием из сорбента полезного вещества.

Известен способ очистки сточных вод от урана и ионов тяжелых металлов [3], включающий двухстадийную обработку воды реагентами, с выделением продуктов осаждения на первой стадии и фланирование на второй стадии. При этом, на первой стадии очистки сточных вод, его обрабатывают известковым молоком до pH 4,8-5,4, а на второй стадии pH среда на осветленных стоков с остаточным содержанием примесей доводят до

уровня 7,5-8,0 путем добавления карбоната натрия.

Недостатком данного способа является то, что проведение этого процесса в периодическом режиме с большой длительностью времени для осветления воды, проводятся уплотнения осадков на дне сосуда после первой стадии обработки и значительные затруднения при обезвоживании осадка при переработке флотопенов.

Известен способ извлечения урана из рудных пульп [4], включающий сорбцию урана ионитом, вывод из пульпы насыщенного ионита, промывка его водой, десорбция урана, отмывка от десорбированного ионита от избыточной кислотности, обескремнивание и ввод ионита на сорбцию ионов урана.

Недостатком данного способа является сравнительно невысокая сорбционная емкость и механическая прочность десорбированного ионита, а также извлеченный уран по этому способу требует дополнительного процесса расходы воды для промывки избыточной кислоты и технология является достаточно трудоемким процессом.

Известен также способ выщелачивание урана и железа раствором серной кислоты с использованием в качестве окислителя трехвалентного железа, содержащегося в руде [5]. После выщелачивания производится извлечение урана из раствора с получением маточного раствора содержащее двухвалентное железо. Затем проводят подкисление маточного раствора серной кислотой и регенерация трехвалентного железа окислением двухвалентного железа с получением оборотного раствора и рециркуляции этого раствора на выщелачивание урана. Регенерация трехвалентного железа производится с воздействием на маточный раствор высоковольтными импульсными электроразрядами при амплитуде импульсов высокого напряжения не менее 10 кВ и при частоте следования импульсов в интервале 400÷1400 имп./с. Причем перед воздействием на маточный раствор высоковольтными импульсными электроразрядами его подвергают к диспергированию.

Однако, недостатком данного способа является высокая стоимость реагентов, которое дает необходимую потребность обеспечения защиты от излучения, что требует дополнительных затрат. Кроме того, этот способ предназначен для вскрытия упорного (трудновскрываемого) рудного сырья, при котором твердые частицы полезного ископаемого находятся в жидкой среде (пульпы).

Известен, также способ извлечения ионов тяжелых металлов в т.ч.: железа, золота и серебра [6]. Способ извлечения ионов железа, золота и серебра из сульфатного спека, которое включает выщелачивание, осаждение и фильтрацию, что выщелачивание осуществляют в 1Н. растворе HCl в течении 6 часов времени при температуре 70°C и соотношение жидкой (Ж) и твердой (Т) фазы Ж : Т = 2:1 в присутствии поваренной соли при концентрации не менее 120-140 г/дм³.

Недостатком данного способа извлечения является сравнительно низкое извлечение и недостаточное эффективное сорбции по золоту и серебру.

Прототипом предлагаемого изобретения является способ очистки загрязненных вод от урана [7], включающий сбор ураносодержащих вод по многостадийной обработке воды и сорбция урана с использованием каолинсодержащих минералов.

Недостатками выбранного прототипа является его длительность периода насыщения (90 дней) ураном и избирательная способность сорбента (только ураном).

Задача изобретения является создание эффективного способа коагуляции для более полного связывания в раствор тяжелых металлов из загрязненной и отработанной воды.

Цель изобретения является разработка технологии адсорбционной коагуляции и очистка загрязненных от тяжелых металлов вод с применением коагулянта из глины каолина.

Указанная цель достигается следующим образом. Наиболее одно из широко применяемых неорганических адсорбционных коагулянтов остается сульфат алюминия. В загрязненную воду добавляется 20%-ый раствор сульфата алюминия из расчёта дозы 200 мг/л, одновременно производится перемешивание раствора с помощью электрической мешалки для эффективного протекания процесса гидролиза, также обработанную воду подвергают фильтрации при температуре +250С. Причем, фильтрация осуществляется при комнатной температуре с помощью специального (фильтровальная бумага для кофейного порошка, и разделения воды AlExpress) фильтра определенного диаметра ($d=0,5\text{мкм}$). Далее отделяется очищенная вода, а осадок отправляется на переработку.

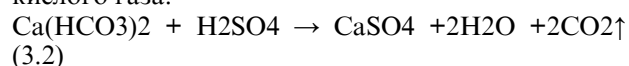
Оптимальные результаты могут быть получены при ионном обмене адсорбента-коагулянта с загрязненной водой с содержанием 20%-го раствора $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$. В технологии очистки воды с использованием коагуляции большое значение имеет рациональное использование и оптимальные дозы реагентов. Оптимальная величина зависит от свойств дисперсионной системы: температуры, количества взвешенных и коллоидно-дисперсных веществ, цветности, ионного состава дисперсионной среды, значения pH и других физико-химических свойств.

Конструкция очистного сооружения состоит из двух $0,2\text{м}^3$ -х колонок (резервуаров) с электрической мешалкой и работает по технологии очистки воды с использованием возвратных вод в качестве замутнителя исходной загрязненной воды. При этом было обеспечено точное дозирование коагулянтов, флокулянтов и их эффективное смешивание. При оптимальной дозировке адсорбент-коагулянта происходит полное очищение загрязненной воды от радионуклидов и тяжелых металлов. Сульфат алюминия (III) является одним из эффективных коагулянтов для очистки загрязненных вод от ионов тяжёлых металлов. При добавлении в загрязненную воду тяжелыми металлами сульфата алюминия в течении 50 минут происхо-

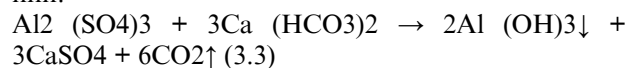
дит гидролиз и образуются гидроксиды алюминия ($\text{Al}(\text{OH})_3$) в виде коллоидов [3]. Эти гидроксиды обладают огромными активными поверхностями, которые адсорбируют коллоидные частицы и глинистые примеси. Химизм процесса коагуляции путем гидролиза сульфата алюминия представляет в трех стадиях со следующей реакцией:



Наличие в обрабатываемой воде бикарбонатов приводит к реакции нейтрализации серной кислоты с выделением коррозионно-агрессивного углекислого газа:



Объединяя выражения двух реакции суммарную реакцию можно выразить в следующем уравнении:



Оптимальная температура процесса гидролиза и образование осадков происходит при +250С в течении 50 минут. Эффективная очистка загрязненных вод от тяжелых металлов с применением полученного адсорбент-коагулянта из глины каолина разработана оптимальная технологическая схема (фиг.). Технологический процесс очистки загрязненных вод проводится следующим образом.

Сущность изобретение заключается в том, что предварительно готовят рабочий раствор коагулянта, которое состоит из 20%-ного раствора сульфата алюминия в дистиллированной воде. При этом используемая для очистки раствор отфильтровывается через фильтры с порами диаметром 0,2 мкм до достижения нулевой мутности. В колонну при помощи дозатора отбирается доза приготовленного адсорбент-коагулянта, которая составляет 200 мг/л для очищаемой воды и добавляется отмеренная доза коагулянта, затем происходит быстрое перемешивание результирующего раствора. Быстрое перемешивание происходит при следующих условиях: температура среды около +25°C; время перемешивания 5 мин; pH среды – 6,0-6,6; скорость перемешивания –100 об/мин. Затем происходит медленное перемешивание раствора в течении 15 минут со скоростью 75 об/мин. В процессе перемешивания происходит седиментация (отстаивание) раствора в течении 30 мин. Во время отстаивания происходит процесс коагуляции. Отмечается образования хлопьев, (вид хлопьев: очень мелкие, мелкие, крупные, рыхлые, плотные), а также их осаждение. Наименьшая доза коагулянта, при которой получены наилучшие хлопья, происходят через 15 минут и а, их более полное осаждение через 30 минут, которое считается оптимальной. Эта доза постоянно регулируется качественным и количественным контролем. Раствор с получившимся осадком, в который были коагулированы примеси очищаемой воды, проходят через фильтр с диаметром пор 0,5 мкм на вторую колонну разделяющим очищенную воду и осажденные загрязняющие вещества.

После завершения процесса адсорбционной коагуляции тяжелых металлов подачу воды в колонку прекращается с помощью вентиля. Затем производится разгрузка насыщенного адсорбент-коагулянта. Далее насыщенную тяжелыми металлами коагулянт отправляется на десорбцию, а новый адсорбент-коагулянт заново загружается в колонку.

При продолжительности процесса адсорбционной коагуляции загрязненной воды около 30 минут и дозе сульфата алюминия 100 мг/л, степень очистки воды составила от 63% до 77%, тогда как продолжительности процесса 50 минут и дозе адсорбент-коагулянта 200 мг/л степень очистки воды от ТМ составила 78-86%. Дальнейшее увеличение времени и дозы сорбента сульфата алюминия не дает эффективных результатов для очистки воды от тяжелых металлов. Оптимальная доза для очистки воды от тяжелых металлов с помощью адсорбент-коагулянта составляет 200 мг/л.

Таким образом, на основе вышесказанного для очистки загрязненной воды от тяжелых металлов коагуляционным методом можно сделать вывод, что при продолжительности адсорбционного коагуляционного процесса очистки воды в течении 50 минут, при температуре 25°C и концентрации коагулянта 200 мг/л эффективность процесса гидролиза сульфата алюминия превосходит эффективность очистки воды от других неорганических коагулянтов.

Однако, сульфат алюминия имеет некоторые недостатки. Например, в высоких концентрациях адсорбент-коагулянта в воде наблюдается остаточный алюминий в очищенной воде, это происходит в результате замедленного хлопьеобразования в холодный сезон года.

Многочисленные опыты показали, что, при использовании сульфата алюминия в качестве адсорбент-коагулянта, концентрация тяжелых металлов в очищенной воде (по сравнению с показателями в исходной воде) сокращается в 4,5 раза.

Предложенный способ адсорбционной очистки вод представляет собой практический и народнохозяйственный интерес. Данный способ может быть использован в производстве химической промышленности, гидрометаллургии, водоподготовки и по направлению охраны окружающей среды для очистки загрязненных вод от ионов тяжелых металлов.

Положительные результаты экспериментов легли в основу предложения технологической схемы очистки загрязненных и сточных ураносодержащих вод от ионов урана, и тяжелых металлов.

Коагуляционная очистка загрязненных вод от ионов тяжелых металлов рассматривается ниже в следующем примере:

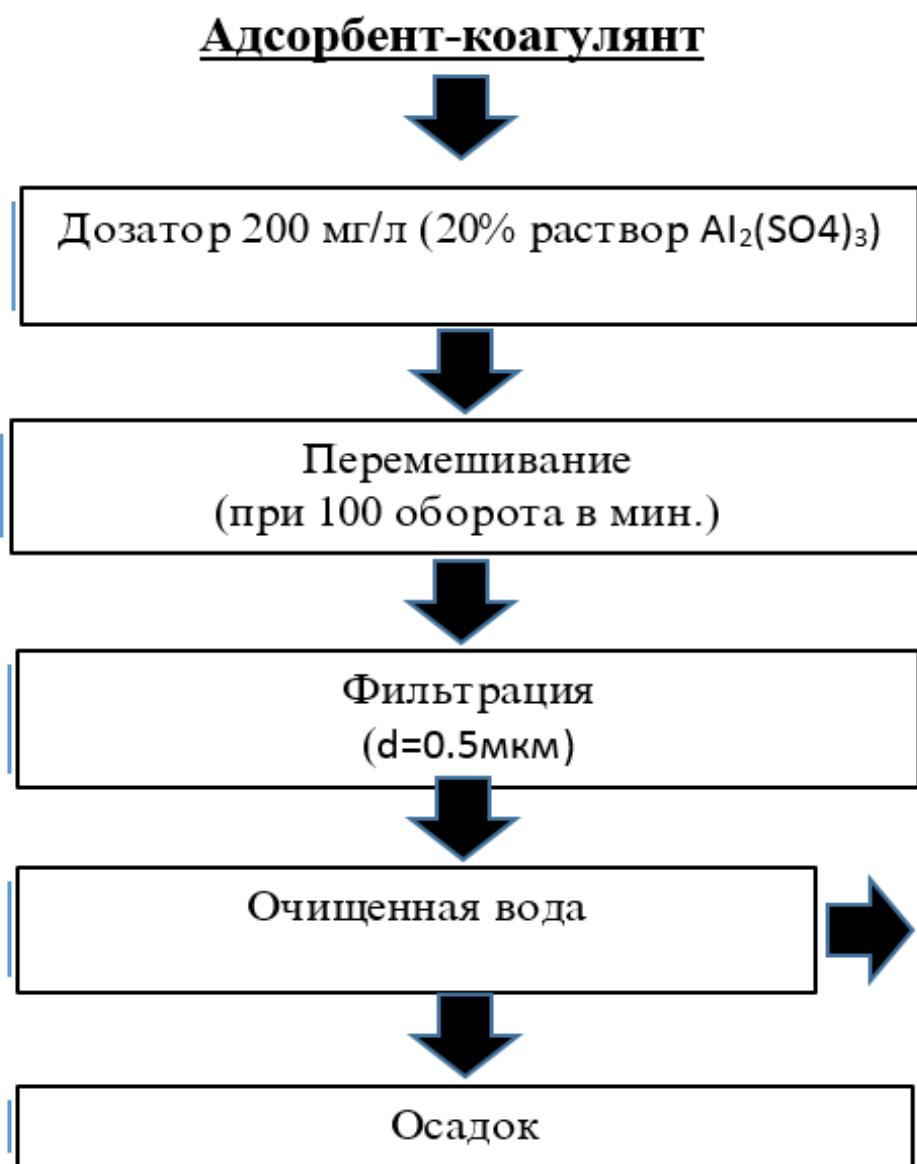
Пример

При очистке загрязненных тяжелыми металлами вод с применением адсорбент-коагулянта подготовка рабочего раствора коагулянта и 20%-ного раствора сульфата алюминия в дистиллированной воде, которое фильтруется через фильтры 0,2 мкм до достижения нулевой мутности. В загрязненную воду дозатором добавляем адсорбент-коагулянта с концентрацией 200 мг/л. После добавления дозы коагулянта происходит быстрое перемешивание раствора при температуре около +25 °C; время перемешивания 5 мин.; pH среды 6,0 - 6,6; скорость перемешивания –100 об/мин. Затем медленное перемешивание 15 мин. со скоростью 75 об/мин. седиментация (отстаивание) раствора происходит в течении 30 мин. Потом происходит завершение процесса коагуляции с образованием хлопьев (вид хлопьев очень мелкие, мелкие, крупные, рыхлые, плотные), а также, происходит их осаждение. Образование хлопья через 15 мин. а, полное осаждение через 30 мин. Оптимальная доза адсорбент-коагулянта постоянно регулируется количественным контролем. Далее коагулированные примеси пропускаются через фильтр с диаметром пор 0,5 мкм в вторую колонку. Оптимальная время контакта и продолжительность процесса не менее 50 мин. при температуре +25°C, концентрация адсорбент-коагулянта 200 мг/л и скорость перемешивания 100 об/мин. Когда завершается процесс коагуляции тяжелых металлов, и фильтрация в колонне подачу воды необходимо прикрыт и разгрузит адсорбент-коагулянта из колонны. Полученный десорбат направляется на дальнейшую переработку, а новый адсорбент-коагулянт заново загружается в колонку.

Постоянный аналитический контроль (хим. анализ) необходим для слежения за насыщенностью адсорбентов ионами урана и тяжёлых металлов до и после стадии очистки вод.

Таким образом, преимуществом данного способа является то что, после очистки загрязненной воды и извлечение тяжелых металлов происходит в какой бы форме оно не находилась, а данный способ остается эффективным. Тем самым, загрязненная вода очищается от ионов тяжелых металлов, которое можно использовать для химического производства и хозяйственно бытовых нужд. Также, способ очистки воды коагуляционным методом (дозировка, перемешивание, осаждение, фильтрация) по химизму является простым процессом, не требует дорогих реагентов и является не трудоемким. При таких условиях независимо от природы загрязнения (естественная или техногенная) коагуляционная очистка способен полностью извлекать загрязнителей в любой форме тяжелых металлов в воде, а очищенная вода можно использовать для хозяйств.

СПОСОБ АДСОРБЦИОННОЙ ОЧИСТКИ ЗАГРЯЗНЕННЫХ ВОД С ПОМОЩЬЮ КОАГУЛЯНТА ИЗ ГЛИНЫ КАОЛИНА



Фиг 1.

Формула изобретения

Способ адсорбционной очистки загрязненных вод, включающий сбор, добавление рабочего раствора, разделения очищенной воды, отличающийся тем, что предварительно готовят рабочий раствор адсорбент-коагулянта, состоящий из 20%-го раствора сульфата алюминия в дистиллированной воде, далее в колонну при помощи дозатора отбирают дозу адсорбент-коагулянта, составляющий 200 мг/л для очищаемой воды и добавляют отмеренную дозу коагулянта в загрязненную воду, далее проводят быстрое перемешивание раствора в течение 5 минут при температуре 25 °С в среде рН – 6,0-6,6, затем производят медленное

перемешивание раствора в течении 15 минут, причем в процессе перемешивания происходит седиментация (отстаивание) раствора в течении 30 минут, и проводя фильтрацию, разделяют очищенную воду от осадков, и новый адсорбент-коагулянта заново загружают в колонну. Способ по пункту 1, отличающийся тем, что рабочий раствор с дистиллированной воды предварительно фильтруют при диаметре пор 0,2 мкм для достижения нулевой мутности. Способ по пункту 1, отличающийся тем, что быстрое и медленное перемешивание раствора осуществляют в электрической мешалке при скорости 100 об/минут и 75 об/минут соответственно.

Компьютерный набор: Алиева Л..

Заказ

Тираж

Подписное

Национальный патентно-информационный центр РТ 734042, г. Душанбе, ул. Айни, 14а