



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101811687 A

(43) 申请公布日 2010. 08. 25

(21) 申请号 201010168444. 8

(22) 申请日 2010. 05. 11

(71) 申请人 沈阳建筑大学

地址 110168 辽宁省沈阳市浑南新区浑南东路 9 号沈阳建筑大学

(72) 发明人 傅金祥 王智 唐玉兰 赵玉华
马兴冠 由昆 张荣新 周东旭

(74) 专利代理机构 沈阳技联专利代理有限公司

21205

代理人 王德荣

(51) Int. Cl.

C01B 25/45(2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

(54) 发明名称

磷酸铵镁结晶法回收、去除尿液中氮磷的方法

(57) 摘要

磷酸铵镁结晶法回收、去除尿液中氮磷的方法，涉及一种通过尿液源分离，回收及去除尿液中氮磷并回用其反应产物的方法，搅拌均匀的尿液，以质量分数为 10% 的 NaOH 溶液调节尿液的 pH 值后，投加反应沉淀剂，搅拌，沉淀后，过滤、烘干得到磷酸铵镁结晶体。既减少生活污水氮磷负荷，又可以将产物用于农业用肥，是一种可持续发展污水处理技术。

1. 磷酸铵镁结晶法回收、去除尿液中氮磷的方法，其特征在于该方法搅拌均匀的尿液，以质量分数为 10% 的 NaOH 溶液调节尿液的 pH 值后，投加反应沉淀剂，搅拌，沉淀后，过滤、烘干得到磷酸铵镁结晶体。
2. 根据权利要求 1 所述的磷酸铵镁结晶法回收、去除尿液中氮磷的方法，其特征在于，所述的 pH 值为 10。
3. 根据权利要求 1 所述的磷酸铵镁结晶法回收、去除尿液中氮磷的方法，其特征在于，反应温度为 25℃～30℃。
4. 根据权利要求 1 所述的磷酸铵镁结晶法回收、去除尿液中氮磷的方法，其特征在于，所述的投加配比为 $n(\text{Mg}^{2+}) : n(\text{NH}_4^+) : n(\text{PO}_4^{3-}) = 1.2 : 1 : 1.06$ 。
5. 根据权利要求 1 所述的磷酸铵镁结晶法回收、去除尿液中氮磷的方法，其特征在于，所述的搅拌转速为 50–200r/min，反应时间为 20–40min。
6. 根据权利要求 1 所述的磷酸铵镁结晶法回收、去除尿液中氮磷的方法，其特征在于，所述的沉淀时间为 20–40min。
7. 根据权利要求 1 所述的磷酸铵镁结晶法回收、去除尿液中氮磷的方法，其特征在于，所述的反应沉淀剂组合为 $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 。

磷酸铵镁结晶法回收、去除尿液中氮磷的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及生态卫生污水资源化技术领域,特别涉及一种磷酸铵镁结晶法回收、去除尿液中氮磷的方法。

背景技术

[0002] “生态卫生”是一种在生态和经济上均体现出可持续性特点的污水管理与卫生系统,旨在促进现有污水和废物的收集、处理系统向着可持续的“循环经济”方向发展的全新生态经济理念。传统的城市污水处理是将包含粪尿在内的各种生活污水混合处理,其结果是造成污水具有很高的氮磷负荷,很难通过常规活性污泥法等处理过程得到有效去除。氮磷去除不彻底的处理水排入水体后,会造成水体营养物超标,发生水体富营养化。另一方面,氮、磷等营养物质本来就是肥料的重要组分,具有回收利用的价值。然而,目前的排水系统将氮磷浓度高的尿液与其它污水混合排出,使营养成分得到稀释,已很难在污水处理过程中进行回收。本发明意在找出一种按照分散式处理和污水资源化理念,对尿液进行源头上处理的方法,回收尿液中氮磷等营养物质。

[0003] 尿液是一种复杂的混合溶液,含有高浓度的氨氮和磷酸盐,而氮磷等营养物质是肥料的重要组分,具有回收利用的价值。尿液中氮和磷分别占城市污水中氮、磷负荷的80%和50%左右,而其体积却不到生活污水总排放体积的1%。如果尿液直接和生活污水混合排放,会使氮磷营养物质流失且氮磷负荷增加,因此寻求一种回收去除尿液中氮磷营养物质的方法具有重要的意义。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提出一种磷酸铵镁结晶法回收、去除尿液中氮磷的方法,该方法根据生态卫生和污水资源化理念,通过尿液源分离,回收及去除尿液中氮磷并回用其反应产物,既减少生活污水氮磷负荷,又可以将产物用于农业用肥。

[0005] 本发明的目的是通过以下技术方案实现的:

[0006] 磷酸铵镁结晶法回收、去除尿液中氮磷的方法,该方法搅拌均匀的尿液,以质量分数为10%的NaOH溶液调节尿液的pH值后,投加反应沉淀剂,搅拌,沉淀后,过滤、烘干得到磷酸铵镁结晶体。

[0007] 根据权利要求1所述的磷酸铵镁结晶法回收、去除尿液中氮磷的方法,其特征在于,所述的pH值为10。

[0008] 所述的磷酸铵镁结晶法回收、去除尿液中氮磷的方法,反应温度为25℃~30℃。

[0009] 所述的磷酸铵镁结晶法回收、去除尿液中氮磷的方法,所述的投加配比为n(Mg²⁺) : n(NH₄⁺) : n(PO₄³⁻) = 1.2 : 1 : 1.06。

[0010] 所述的磷酸铵镁结晶法回收、去除尿液中氮磷的方法,所述的搅拌转速为50~200r/min,反应时间为20~40min。

[0011] 所述的磷酸铵镁结晶法回收、去除尿液中氮磷的方法,所述的沉淀时间为

20~40min。

[0012] 所述的磷酸铵镁结晶法回收、去除尿液中氮磷的方法，所述的反应沉淀剂组合为 $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ 和 $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ 。

[0013] 本发明的优点与效果是：

[0014] 本发明反应工艺简单，适用范围广，反应速度快，操作简单。反应产物磷酸铵镁结晶体具有与复合肥相似的氮磷成分，可以作为安全农用肥，还可以作饲料添加剂、阻垢剂、化学试剂等，实现了资源再生变废为宝，是一种可持续发展的水处理技术。

附图说明

[0015] 图 1 为本发明回收产物 MAP 结晶形态照片图 A；

[0016] 图 2 为本发明回收产物 MAP 结晶形态照片图 B；

[0017] 图 3 为本发明 MAP 沉淀物的扫描电镜图 A；

[0018] 图 4 为本发明 MAP 沉淀物的扫描电镜图 B；

[0019] 图 5 为本发明结晶反应简易流程图。

具体实施方式

[0020] 图 1~4 为本发明回收产物及沉淀物的状态照片，其清晰程度并不影响对本发明技术方案的理解。

[0021] 由于尿液中 C/N 很低， PO_4^{3-} 浓度远大于 10mg/L 且 NH_4^+ 高浓度会对微生物产生抑制作用，所以直接采用生物法不能达到良好的去除氮磷效果。磷酸铵镁结晶（MAP，又称为鸟粪石）法是一种有效的去除废水中高浓度氨氮和高浓度磷酸盐的技术，通过水中 NH_4^+ ， PO_4^{3-} 和 Mg^{2+} 反应生成 $MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$ 结晶，经过重力沉降从废水中分离的一种方法。尿液中同时含有高浓度氮磷决定了此方法的可行性。它可以同时将尿液中最主要的两种营养元素氮和磷转化为沉淀固定下来，其产物 MAP 结晶体，也就是鸟粪石，用途广泛，可以作为农业肥料等，实现了对营养物质的回收，达到污水资源化目的。

[0022] 定量量取经过预处理后的尿液，准确测出其原始氮磷含量、pH 等指标，由于尿液中氨氮值远高于磷含量，而理论反应 N/P 比值为 1 : 1，所以需要投加一定量的磷源（根据原始氮磷值准确计算出投加量）。通过单因素影响试验，考察 pH 值、反应温度、反应物配比、搅拌速度、反应时间以及沉化时间等因素对回收去除尿液中氮磷影响，得出最佳反应条件。

[0023] 搅拌混匀的尿液，以质量分数为 10% 的 NaOH 溶液为 pH 调节剂，用带有 pH 负荷电极的自动电位滴定仪调节尿液的 pH 值，按确定的物质的量配比依次投加反应沉淀剂 $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ （由于新鲜尿液氮磷摩尔比远大于 1，所以必须投加一定量磷源达到除氮目的）和 $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ ，搅拌，一定的反应时间和沉淀时间后，过滤、烘干得到结晶体，通过 SEM 和 XRD 分析沉淀物组成和尿液氮磷回收去除率和残留量。对反应条件单因素影响研究，得出 MAP 法最佳回收去除尿液中氮磷反应条件。

[0024] MAP 结晶沉淀法主要化学反应为：



[0026] 所述的最佳 pH 值为 10；

[0027] 所述的最佳反应温度为 25℃~30℃，可以采取室温；

- [0028] 所述的最佳反应物投配比 $n(\text{Mg}^{2+}) : n(\text{NH}_4^+) : n(\text{PO}_4^{3-}) = 1.2 : 1 : 1.06$ ；
- [0029] 所述的最佳反应转速为 50–200r/min；
- [0030] 所述的最佳反应时间为 20–40min；
- [0031] 所述的最佳沉化时间为 20–40min；
- [0032] 所述的最佳反应沉淀剂组合为 $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 $\text{Na}_2\text{HPo}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 。
- [0033] 在尿液排入下水道之前首先进行分离收集然后处理回用的技术，一方面可以有效提高目前污水处理厂的出水水质，并节省能耗和投资，另一方面还可以实现营养物质的循环利用。磷酸铵镁结晶法能有效去除回收尿液中氮磷，并且其产物可以作为农业用肥，有一定的市场价值，总体上减少了 MAP 结晶法处理尿液在药剂上的投入，经济上是可行的。

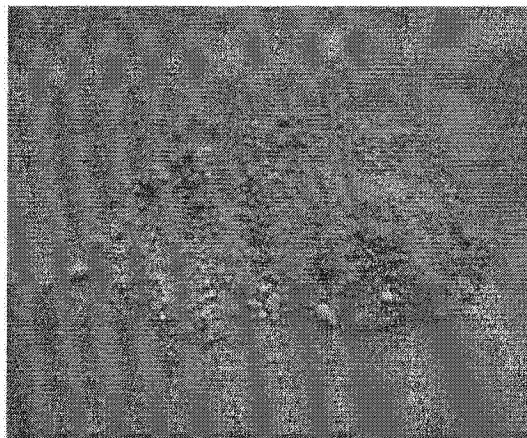


图 1

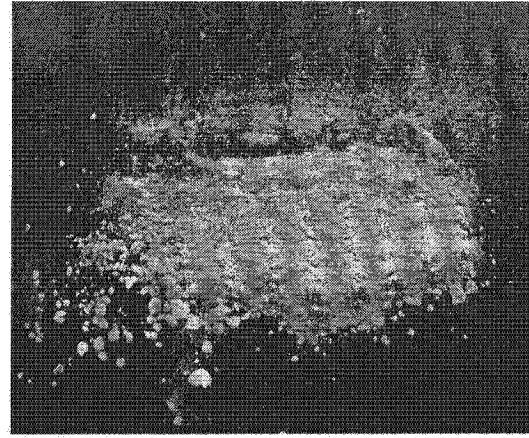


图 2



图 3

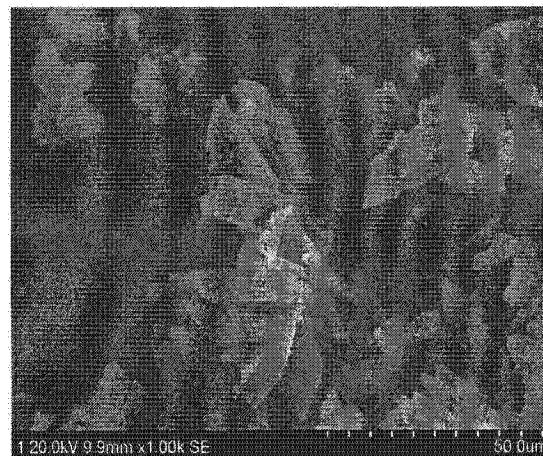


图 4

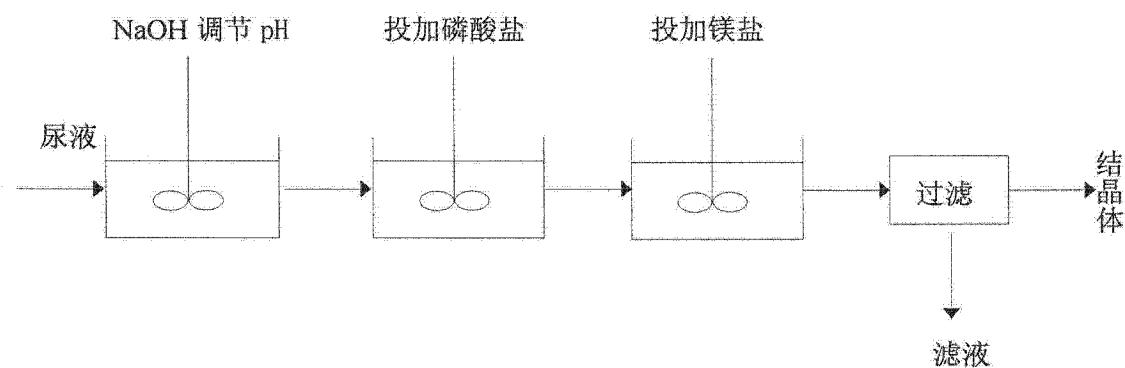


图 5