



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112201465 A

(43) 申请公布日 2021.01.08

(21) 申请号 202011078692.3

(22) 申请日 2020.10.10

(71) 申请人 河北冀研能源科学技术研究院有限公司

地址 050000 河北省石家庄市桥西区南小街129号盈伴商住大厦2层

(72) 发明人 杨传 樊孝华 牟法海 龙潇 靳雅泽

(51) Int. Cl.

H01F 41/02 (2006.01)

H01F 1/44 (2006.01)

C02F 1/48 (2006.01)

C02F 1/52 (2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种脱硫废水处理改性生物磁流体的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种脱硫废水处理改性生物磁流体的制备方法,通过使高分子生物材料、陶瓷胶质材料及抗氧化剂相结合的方式,进行改性制备,包括甲烷还原制备 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁体、制备 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁粉、高温制备改性生物磁粉体、高磁分离与球磨、制备水基改性生物磁流体的步骤。本发明制备的改性生物磁流体在脱硫废水中保留了更佳的高磁性与高密度性能,分布更均匀、絮凝分离能力更强,从而为脱硫废水降低盐分、重金属、悬浮物等污染物浓度及提升石膏品质提供了基本保障,为全厂废水零排放的实施奠定了基础,具有良好的环境效益和社会效益。

1. 一种脱硫废水处理改性生物磁流体的制备方法,其特征在于,具体包括以下步骤:

S1、甲烷还原制备 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁体

将高纯微粉状 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 在陶瓷盘中平铺,将陶瓷盘放入还原反应器内,并通入气体一将反应器内空气完全置换出去,再慢慢送入甲烷气体并进行恒温加热,1-2h后停止,再用气体一置换反应器内甲烷气体,最后取出 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁体并冷却至室温;

S2、制备 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁粉

将步骤S1中制备的 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁体经中小型球磨机打磨成 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁粉状;

S3、高温制备改性生物磁粉体

取步骤S2中制备的 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁粉40-50份,与高分子生物材料25-30份、聚谷氨酸20-25份、纳米陶瓷胶质5-10份、抗氧化剂3-5份进行充分混合,转移至高温炉内密闭式恒温燃烧1-2小时后,取出并冷却至室温;

S4、高磁分离与球磨

将步骤S3中制备好的改性生物磁粉体,在外加磁场作用下将大颗粒粉体分离,将分离后的大颗粒粉体经中小型球磨机打磨成100-200目粉体,并充分混合;

S5、制备水基改性生物磁流体

将改性生物磁粉体分散在二级去离子水中,并将此水基磁粉体在超声粉碎机进行超声粉碎后,即可得到稳定分散的水基改性生物磁流体。

2. 根据权利要求1所述的一种脱硫废水处理改性生物磁流体的制备方法,其特征在于:所述步骤S1中高纯微粉状 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 的厚度为2-3mm。

3. 根据权利要求1所述的一种脱硫废水处理改性生物磁流体的制备方法,其特征在于:所述步骤S1中的气体一为99.99%的高纯二氧化碳气体。

4. 根据权利要求1所述的一种脱硫废水处理改性生物磁流体的制备方法,其特征在于:所述步骤S1中的甲烷为经洗气处理的甲烷气体,甲烷气体的进气流速为0.5-1.0mL/min,且加热温度控制在350℃。

5. 根据权利要求1所述的一种脱硫废水处理改性生物磁流体的制备方法,其特征在于:所述步骤S2中球磨机转速为3-5r/min、磁粉细度为100-200目。

6. 根据权利要求1所述的一种脱硫废水处理改性生物磁流体的制备方法,其特征在于:所述步骤S3中的高分子生物材料包括聚丁二酸丁二醇酯,抗氧化剂包括硫代二丙酸二月桂酯;所述高温炉内温度控制为500℃,并每20min将混合物进行摇动一次。

7. 根据权利要求1所述的一种脱硫废水处理改性生物磁流体的制备方法,其特征在于:所述步骤S4中的外加磁场为2000-2200高斯的外加磁场,所述大颗粒粉体为直径大于0.5mm的粉体,所述中小型球磨机的转速控制为5-8r/min。

8. 根据权利要求1所述的一种脱硫废水处理改性生物磁流体的制备方法,其特征在于:所述步骤S5中二级去离子水的液位控制在磁粉体上方10cm,所述超声粉碎机为1000W功率的超声粉碎机,且粉碎时间为10-15min。

## 一种脱硫废水处理改性生物磁流体的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及纳米材料技术领域,更具体涉及一种脱硫废水处理改性生物磁流体的制备方法。

### 背景技术

[0002] 生物磁流体具有高磁性、高密度、比表面积大、分布均匀等基础属性,在各分离领域中被广泛的研究与应用。随着生物磁流体在废水处理领域中持续发展,发现生物磁流体废水处理絮凝技术具有分离效率高、沉降速度快、比表面积大、产水浊度低等优点,已经在发电厂脱硫废水高效絮凝处理领域中得到初步地研究与示范。目前已有研究的生物磁流体一般为含铁量较高的植物体烧结组成。目前,中国专利——CN106504844A《一种生物磁流体的制备方法》研发了一种生物磁流体的制备方法,该方法主要利用黑木耳等含铁量高的植物体进行制备,但该方法制备的生物磁流体在火电厂脱硫废水经过度氧化后的接触反应后,植物体中大量铁离子因被氧化生成三氧化二铁而失去磁性,从而失去了絮凝分离的功能。因此,亟待研发一种新型、抗氧化、改性的生物磁流体制备方法,从而适用于脱硫废水高效絮凝处理的应用。

### 发明内容

[0003] 本发明需要解决的技术问题是提供一种脱硫废水处理改性生物磁流体的制备方法,以解决目前植物体制备的生物磁流体中大量铁离子容易被氧化而失去絮凝分离能力的问题,以提供一种抗氧化、改性的生物磁流体。

[0004] 为解决上述技术问题,本发明所采取的技术方案如下。

[0005] 一种脱硫废水处理改性生物磁流体的制备方法,包括具体包括以下步骤:

[0006] S1、甲烷还原制备 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁体

[0007] 将高纯微粉状 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 在陶瓷盘中平铺,将陶瓷盘放入还原反应器内,并通入气体一将反应器内空气完全置换出去,再慢慢送入甲烷气体并进行恒温加热,1-2h后停止,再用气体一置换反应器内甲烷气体,最后取出 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁体并冷却至室温;

[0008] S2、制备 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁粉

[0009] 将步骤S1中制备的 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁体经中小型球磨机打磨成 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁粉状;

[0010] S3、高温制备改性生物磁粉体

[0011] 取步骤S2中制备的 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁粉40-50份,与高分子生物材料25-30份、聚谷氨酸20-25份、纳米陶瓷胶质5-10份、抗氧化剂3-5份进行充分混合,转移至高温炉内密闭式恒温燃烧1-2小时后,取出并冷却至室温;

[0012] S4、高磁分离与球磨

[0013] 将步骤S3中制备好的改性生物磁粉体,在外加磁场作用下将大颗粒粉体分离,将分离后的大颗粒粉体经中小型球磨机打磨成100-200目粉体,并充分混合;

[0014] S5、制备水基改性生物磁流体

[0015] 将改性生物磁粉体分散在二级去离子水中,并将此水基磁粉体在超声粉碎机进行超声粉碎后,即可得到稳定分散的水基改性生物磁流体。

[0016] 进一步优化技术方案,所述步骤S1中高纯微粉状 $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 的厚度为2-3mm。

[0017] 进一步优化技术方案,所述步骤S1中的气体一为99.99%的高纯二氧化碳气体。

[0018] 进一步优化技术方案,所述步骤S1中的甲烷为经洗气处理的甲烷气体,甲烷气体的进气流速为0.5-1.0mL/min,且加热温度控制在350℃。

[0019] 进一步优化技术方案,所述步骤S2中球磨机转速为3-5r/min、磁粉细度为100-200目。

[0020] 进一步优化技术方案,所述步骤S3中的高分子生物材料包括聚丁二酸丁二醇酯,抗氧化剂包括硫代二丙酸二月桂酯;所述高温炉内温度控制为500℃,并每20min将混合物进行摇动一次。

[0021] 进一步优化技术方案,所述步骤S4中的外加磁场为2000-2200高斯的外加磁场,所述大颗粒粉体为直径大于0.5mm的粉体,所述中小型球磨机的转速控制为5-8r/min。

[0022] 进一步优化技术方案,所述步骤S5中二级去离子水的液位控制在磁粉体上方10cm,所述超声粉碎机为1000W功率的超声粉碎机,且粉碎时间为10-15min。

[0023] 由于采用了以上技术方案,本发明所取得技术进步如下。

[0024] 本发明中的脱硫废水处理改性生物磁流体是通过高分子生物材料、陶瓷胶质材料及抗氧化剂进行改性制备的,使其在脱硫废水中分布更均匀、保留了更佳的高磁性与高密度性能、絮凝分离能力也更强。本发明方法制备的生物磁流体在接触脱硫废水后,可保持更佳的磁性与分离效果;适宜于烟气脱硫超低排放改造后的脱硫废水混凝澄清处理,有效解决了脱硫废水处理系统投入率低、产水浊度高、系统堵塞、沉积量过大等问题,从而为脱硫废水降低盐分、重金属、悬浮物等污染物浓度及提升石膏品质提供了基本保障,为全厂废水零排放的实施奠定基础,具有良好的环境效益和社会效益。

## 具体实施方式

[0025] 下面将结合具体实施例对本发明进行进一步详细说明。

[0026] 一种脱硫废水处理改性生物磁流体的制备方法,包括甲烷还原制备 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁体、制备 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁粉、高温制备改性生物磁粉体、高磁分离与球磨、制备水基改性生物磁流体的步骤,具体步骤如下:

[0027] S1、甲烷还原制备 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁体

[0028] 将高纯微粉状 $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 在陶瓷盘中平铺,控制高纯微粉状 $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 平铺的厚度为2-3mm;将陶瓷盘放入还原反应器内,并通入99.99%的高纯二氧化碳气体将反应器内空气完全置换出去,再慢慢送入经洗气处理的甲烷气体并进行恒温加热,控制甲烷气体的进气流速为0.5-1.0mL/min,控制加热温度在350℃;1-2h后停止送甲烷气体和加热,再用99.99%的高纯二氧化碳气体置换反应器内的甲烷气体,最后取出 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁体并冷却至室温。

[0029] S2、制备 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁粉

[0030] 将步骤S1中制备的 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁体经中小型球磨机打磨成磁粉细度为100-200目的 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁粉状,打磨时控制球磨机转速为3-5r/min。

[0031] S3、高温制备改性生物磁粉体

[0032] 取步骤S2中制备的 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 磁粉40-50份,与高分子生物材料25-30份、聚谷氨酸20-25份、纳米陶瓷胶质5-10份、抗氧化剂3-5份进行充分混合,转移至高温炉内密闭式恒温燃烧,控制高温炉内温度为 $500^\circ\text{C}$ ,并每20min将混合物进行摇动一次,1-2小时后,取出并冷却至室温。其中高分子生物材料为聚丁二酸丁二醇酯,抗氧化剂为硫代二丙酸二月桂酯。

[0033] S4、高磁分离与球磨

[0034] 将步骤S3中制备好的改性生物磁粉体,在2000-2200高斯的外加磁场作用下将直径大于0.5mm的大颗粒粉体分离,将分离后的大颗粒粉体经中小型球磨机打磨,控制中小型球磨机的转速为5-8r/min,打磨成100-200目粉体,并充分混合。

[0035] S5、制备水基改性生物磁流体

[0036] 将改性生物磁粉体分散在二级去离子水中,控制二级去离子水的液位在磁粉体上方10cm,并将此水基磁粉体在1000W功率的超声粉碎机内进行超声粉碎,粉碎时间为10-15min,即可得到稳定分散的水基改性生物磁流体。

[0037] 本发明中的脱硫废水处理改性生物磁流体是通过高分子生物材料、陶瓷胶质材料及抗氧化剂进行改性制备的,使其在脱硫废水中分布更均匀、保留了更佳的高磁性与高密度性能、絮凝分离能力也更强。本发明方法制备的生物磁流体在接触脱硫废水后,可保持更佳的磁性与分离效果;适宜于烟气脱硫超低排放改造后的脱硫废水混凝澄清处理,有效解决了脱硫废水处理系统投入率低、产水浊度高、系统堵塞、沉积量过大等问题,从而为脱硫废水降低盐分、重金属、悬浮物等污染物浓度及提升石膏品质提供了基本保障,为全厂废水零排放的实施奠定基础,具有良好的环境效益和社会效益。