



(21) 申请号 202410988696.7

(22) 申请日 2024.07.23

(71) 申请人 江苏复祯环保科技有限公司

地址 215625 江苏省苏州市张家港市锦丰
镇锦兴路27号16幢501室

(72) 发明人 王奇 白云志 韩智捷 黄金峰
高方需 陈子夜

(74) 专利代理机构 南京聚匠知识产权代理有限
公司 32339

专利代理师 沈菊

(51) Int. Cl.

C02F 1/52 (2023.01)

C02F 101/30 (2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

一种用于处理污水的混凝剂及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及混凝剂制备技术领域,具体涉及一种用于处理污水的混凝剂及其制备方法。本发明提供的一种用于处理污水的混凝剂的制备方法,包括S1混凝剂反应液制备和S2混凝剂制备两个步骤。次混凝剂是由氯化钛、氯化镁和甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵(DMC)按照一定比例混合,在低温下反应生成的无机-有机复合型混凝剂。此混凝剂具有高的絮凝去污能力,且性质稳定,可用于不同pH和不同温度的污水中。

1. 一种用于处理污水的混凝剂的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

S1混凝剂反应液制备:在反应器中加入无水乙醇和丙酮得到混合溶液,然后降温,随后将四氯化钛缓慢滴加至降温后的混合溶液中,搅拌反应得到反应液;随后将氯化镁溶液和甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵依次滴加入反应液中,继续搅拌反应,待反应结束得到混凝剂反应液;

S2混凝剂制备:将S1步骤中得到的混凝剂反应液依次进行旋蒸、干燥、研磨后得到混凝剂。

2. 根据权利要求1所述的一种用于处理污水的混凝剂的制备方法,其特征在于,在S1混凝剂反应液制备步骤中,所述无水乙醇和丙酮的质量比为(18~22):1。

3. 根据权利要求1所述的一种用于处理污水的混凝剂的制备方法,其特征在于,在S1混凝剂反应液制备步骤中,所述降温要降至-10~0℃。

4. 根据权利要求1所述的一种用于处理污水的混凝剂的制备方法,其特征在于,在S1混凝剂反应液制备步骤中,所述四氯化钛与无水乙醇的质量比为1:(30~50)。

5. 根据权利要求1所述的一种用于处理污水的混凝剂的制备方法,其特征在于,在S1混凝剂反应液制备步骤中,所述氯化镁溶液的质量分数为1~5%;四氯化钛与氯化镁的质量比为1:(0.05~0.3)。

6. 根据权利要求1所述的一种用于处理污水的混凝剂的制备方法,其特征在于,在S1混凝剂反应液制备步骤中,所述四氯化钛与甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵的质量比为1:(0.1~0.15)。

7. 根据权利要求1所述的一种用于处理污水的混凝剂的制备方法,其特征在于,在S1混凝剂反应液制备步骤中,反应总时长为3~5h。

8. 根据权利要求1所述的一种用于处理污水的混凝剂的制备方法,其特征在于,在S2混凝剂制备步骤中,所述旋蒸方法为减压旋蒸;所述干燥方式为冻干。

9. 根据权利要求8所述的一种用于处理污水的混凝剂的制备方法,其特征在于,所述冻干过程中的冻干温度为-50~-70℃;冻干时长为10~12h。

10. 如权利要求1~9任一所述的一种用于处理污水的混凝剂的制备方法制备的混凝剂。

一种用于处理污水的混凝剂及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及混凝剂制备技术领域,具体涉及一种用于处理污水的混凝剂及其制备方法。

背景技术

[0002] 混凝剂通常是一种化学物质,是指一种能够破坏液体中细小颗粒的稳定性,使其相互接触而凝聚在一起,形成絮状物,并下沉分离,达到污水净化的目的。

[0003] 污水治理中常用的混凝剂大致可以分为有机高分子混凝剂、无机混凝剂、微生物混凝剂和活性混凝剂。其中无机混凝剂环保无毒、经济实用、使用方便、处理效果好、应用范围广等优点,在水处理领域得到了广泛应用。但是无机混凝剂絮凝体稳定性差,对水质适应性差,处理效果受水温影响较大;其中一些无机混凝剂具有较强的腐蚀性,在使用过程中,可能会对设备和管道造成腐蚀。

[0004] 因此,发明一种稳定性好,适用多种水质且受水温影响不大的混凝剂是很有必要的。

发明内容

[0005] 针对上述现有的技术问题,本发明旨在提供一种用于污水处理的混凝剂及其制备方法,通过此方法制备的混凝剂,稳定性好,适用多种水质且受水温影响不大。

[0006] 本发明公开了一种用于处理污水的混凝剂的制备方法,包括如下步骤:

[0007] S1混凝剂反应液制备:在反应器中加入无水乙醇和丙酮得到混合溶液,然后降温,随后将四氯化钛缓慢滴加至降温后的混合溶液中,搅拌反应得到反应液;随后将氯化镁溶液和甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵(DMC)依次滴加入反应液中,继续搅拌反应,待反应结束得到混凝剂反应液;

[0008] S2混凝剂制备:将S1步骤中得到的混凝剂反应液依次进行旋蒸、干燥、研磨后得到混凝剂。

[0009] 优选地,在S1混凝剂反应液制备步骤中,所述无水乙醇和丙酮的质量比为(18~22):1。

[0010] 优选地,在S1混凝剂反应液制备步骤中,所述降温要降至-10~0℃。

[0011] 优选地,在S1混凝剂反应液制备步骤中,所述四氯化钛与无水乙醇的质量比为1:(30~50)。

[0012] 优选地,在S1混凝剂反应液制备步骤中,所述氯化镁溶液的质量分数为1~5%;四氯化钛与氯化镁的质量比为1:(0.05~0.3)。

[0013] 优选地,在S1混凝剂反应液制备步骤中,所述四氯化钛与甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵(DMC)的质量比为1:(0.1~0.15)。

[0014] 优选地,在S1混凝剂反应液制备步骤中,反应总时长为3~5h。

[0015] 优选地,在S2混凝剂制备步骤中,所述旋蒸方法为减压旋蒸;所述干燥方式为冻

干。

[0016] 优选地,所述冻干过程中的冻干温度为 $-50\sim-70^{\circ}\text{C}$;冻干时长为 $10\sim 12\text{h}$ 。

[0017] 一种用于处理污水的混凝剂,通过上述的任一种用于处理污水的混凝剂的制备方法制得的混凝剂。

[0018] 与现有技术相比,本发明的有益效果是:

[0019] 本发明所提供的一种用于处理污水的混凝剂是一种钛镁复合混凝剂,是由四氯化钛和氯化镁、甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵(DMC)按照一定比例混合,在低温下,由无水乙醇与丙酮按照一定比例混合而成的混合液作溶剂反应生成的。由此生成的钛镁复合混凝剂具有更高的混凝性能、更大的絮体尺寸以及更低的沉降时间;镁离子可以提高钛凝胶混凝剂的电中和能力和吸附能力,提高了混凝剂对有机物的络合能力。由于此混凝剂中还添加了DMC,使得钛镁复合混凝剂的性质更加稳定,可以在不同pH和不同温度的水质中均有良好的絮凝能力,且在添加了DMC之后,在处理相同体量的污水所使用的混凝剂的用量更小。

具体实施方式

[0020] 提供下述实施例是为了更好地进一步理解本发明,并不局限于所述最佳实施方式,不对本发明的内容和保护范围构成限制,任何人在本发明的启示下或是将本发明与其他现有技术的特征进行组合而得出的任何与本发明相同或相近似的产品,均落在本发明的保护范围之内。

[0021] 实施例中未注明具体实验步骤或条件者,按照本领域内的文献所描述的常规实验步骤的操作或条件即可进行。所用试剂或仪器未注明生产厂商者,均为可以通过市购获得的常规试剂产品。

[0022] 实施例1:一种用于处理污水的混凝剂的制备方法,包括以下步骤:

[0023] S1混凝剂反应液制备:在反应器中加入 30kg 无水乙醇和 1.7kg 丙酮搅拌得到混合溶液,然后将混合液的温度降至 -10°C ,待混合液温度稳定在 -10°C 时,将 1kg 四氯化钛缓慢滴加至降温后的混合溶液中,在滴加的过程中需一直保持混合液温度为 -4°C ;待四氯化钛滴加完全后,搅拌反应 0.5h ,得到呈透明色的反应液;随后将 50g 质量分数为 1% 的氯化镁溶液和 100g 甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵(DMC)依次滴加入反应液中,继续搅拌反应 2.5h ,待反应结束得到混凝剂反应液。

[0024] S2混凝剂制备:将S1步骤中得到的混凝剂反应液进行减压旋蒸后得到胶状的混凝剂;将胶状的混凝剂放置在冻干机中在 -50°C 的温度下进行干燥,干燥时长为 10h ;将干燥后的块状的混凝剂从冻干机中取出,进行研磨后得到混凝剂。

[0025] 实施例2:一种用于处理污水的混凝剂的制备方法,包括以下步骤:

[0026] S1混凝剂反应液制备:在反应器中加入 35kg 无水乙醇和 1.84kg 丙酮搅拌得到混合溶液,然后将混合液的温度降至 -8°C ,待混合液温度稳定在 -8°C 时,将 1kg 四氯化钛缓慢滴加至降温后的混合溶液中,在滴加的过程中需一直保持混合液温度为 -8°C ;待四氯化钛滴加完全后,搅拌反应 0.6h ,得到呈透明色的反应液;随后将 100g 质量分数为 2% 的氯化镁溶液和 110g 甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵(DMC)依次滴加入反应液中,继续搅拌反应 2.9h ,待反应结束得到混凝剂反应液。

[0027] S2混凝剂制备:将S1步骤中得到的混凝剂反应液进行减压旋蒸后得到胶状的混凝

剂;将胶状的混凝剂放置在冻干机中在-55°C的温度下进行干燥,干燥时长为10.5h;将干燥后的块状的混凝剂从冻干机中取出,进行研磨后得到混凝剂。

[0028] 实施例3:一种用于处理污水的混凝剂的制备方法,包括以下步骤:

[0029] S1混凝剂反应液制备:在反应器中加入40kg无水乙醇和2.0kg丙酮搅拌得到混合溶液,然后将混合液的温度降至-6°C,待混合液温度稳定在-6°C时,将1kg四氯化钛缓慢滴加至降温后的混合溶液中,在滴加的过程中需一直保持混合液温度为-6°C;待四氯化钛滴加完全后,搅拌反应0.7h,得到呈透明色的反应液;随后将150g质量分数为3%的氯化镁溶液和120g甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵(DMC)依次滴加入反应液中,继续搅拌反应3.3h,待反应结束得到混凝剂反应液。

[0030] S2混凝剂制备:将S1步骤中得到的混凝剂反应液进行减压旋蒸后得到胶状的混凝剂;将胶状的混凝剂放置在冻干机中在-60°C的温度下进行干燥,干燥时长为11h;将干燥后的块状的混凝剂从冻干机中取出,进行研磨后得到混凝剂。

[0031] 实施例4:一种用于处理污水的混凝剂的制备方法,包括以下步骤:

[0032] SS1混凝剂反应液制备:在反应器中加入45kg无水乙醇和2.14kg丙酮搅拌得到混合溶液,然后将混合液的温度降至-4°C,待混合液温度稳定在-4°C时,将1kg四氯化钛缓慢滴加至降温后的混合溶液中,在滴加的过程中需一直保持混合液温度为-4°C;待四氯化钛滴加完全后,搅拌反应0.8h,得到呈透明色的反应液;随后将200g质量分数为4%的氯化镁溶液和130g甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵(DMC)依次滴加入反应液中,继续搅拌反应3.7h,待反应结束得到混凝剂反应液。

[0033] S2混凝剂制备:将S1步骤中得到的混凝剂反应液进行减压旋蒸后得到胶状的混凝剂;将胶状的混凝剂放置在冻干机中在-65°C的温度下进行干燥,干燥时长为11.5h;将干燥后的块状的混凝剂从冻干机中取出,进行研磨后得到混凝剂。

[0034] 实施例5:一种用于处理污水的混凝剂的制备方法,包括以下步骤:

[0035] S1混凝剂反应液制备:在反应器中加入50kg无水乙醇和2.27kg丙酮搅拌得到混合溶液,然后将混合液的温度降至0°C,待混合液温度稳定在0°C时,将1kg四氯化钛缓慢滴加至降温后的混合溶液中,在滴加的过程中需一直保持混合液温度为0°C;待四氯化钛滴加完全后,搅拌反应1.0h,得到呈透明色的反应液;随后将300g质量分数为5%的氯化镁溶液和150g甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵(DMC)依次滴加入反应液中,继续搅拌反应4.0h,待反应结束得到混凝剂反应液。

[0036] S2混凝剂制备:将S1步骤中得到的混凝剂反应液进行减压旋蒸后得到胶状的混凝剂;将胶状的混凝剂放置在冻干机中在-70°C的温度下进行干燥,干燥时长为12h;将干燥后的块状的混凝剂从冻干机中取出,进行研磨后得到混凝剂。

[0037] 对比例1:在S1步骤中不添加DMC,其余用量及反应条件、反应步骤均与实施例4相同。

[0038] 对比例2:在S1步骤中不添加氯化镁溶液,其余用量及反应条件、反应步骤均与实施例4相同。

[0039] 对比例3:在S1步骤中不添加氯化镁溶液和DMC,其余用量及反应条件、反应步骤均与实施例4相同。

[0040] 将实施例1~5和对比例1~3所得到的混凝剂添加到在不同酸碱度的污水中,检测

其添加前后固体悬浮物含量,实验结果如下表所示:

	添加混凝剂的含量 (mg/L)	碱性污水固体悬浮物含量		酸性污水固体悬浮物含量		中性污水固体悬浮物含量	
		添加前 (mg/L)	添加后 (mg/L)	添加前 (mg/L)	添加后 (mg/L)	添加前 (mg/L)	添加后 (mg/L)
[0041] 实施例 1	25	500	150	500	145	500	140
实施例 2	25	500	133	500	136	500	124
实施例 3	25	500	124	500	120	500	115
实施例 4	25	500	95	500	99	500	90
实施例 5	25	500	102	500	108	500	96
对比例 1	25	500	310	500	330	500	280
对比例 2	25	500	350	500	354	500	338
对比例 3	25	500	400	500	410	500	386

[0042] 由上表可知,在添加了实施例1~6所制备的污水中的固体悬浮物明显减少,对比例1~3所制备的混凝剂虽然也有一定污水处理的能力,但是相较于实施例所制备的混凝剂其污水处理能力明显不足。由上表实验数据还可以表明,由本发明提供的方法制备出来的混凝剂在不同酸碱度的污水均有良好的絮凝能力。其中实施例4的制备条件和原料配比最优。

[0043] 将实施例1~5和对比例1~3所得到的混凝剂添加到在水温不同的污水中,检测其添加前后固体悬浮物含量,实验结果如下表所示:

	添加混凝剂的含量 (mg/L)	添加前污水 固体悬浮物 含量 (mg/L)	水温 10℃	25℃	40℃
			添加后 (mg/L)	添加后 (mg/L)	添加后 (mg/L)
[0044] 实施例 1	25	500	120	115	123

[0045]	实施例 2	25	500	117	110	120
	实施例 3	25	500	115	108	118
	实施例 4	25	500	105	93	106
	实施例 5	25	500	110	105	112
	对比例 1	25	500	400	320	450
	对比例 2	25	500	410	350	446
	对比例 3	25	500	430	380	480

[0046] 由上表可知,实施例1~6所制备的混凝剂的污水处理能力在受水温的影响不大,说明此混凝剂性质稳定。其中实施例4的制备条件和原料配比最优。

[0047] 将实施例1~5和对比例1~3所得到的混凝剂处理1L的固体悬浮物含量为500mg/L污水,当完全处理所需混凝剂的用量,实验结果如下表所示:

[0048]		实施例	实施例	实施例	实施例	实施例	对比例	对比例	对比例
		1	2	3	4	5	1	2	3
	所需混凝剂的用量 (mg)	40	38	35	30	33	80	75	150

[0049] 由上述表格可知,实施例1~6所制备的混凝剂在处理同等含量的污水时,所需混凝剂的用量更少。

[0050] 综上所述,本发明所提供的一种用于污水处理的混凝剂是一种稳定性好,可适用多种水质且受水温影响不大,用量较少的混凝剂。此混凝剂是一种无机-有机复合型混凝剂,制备方法简单,且絮凝能力很好,产生的污泥量小,后处理简单等优点。

[0051] 显然,上述实施例仅仅是为清楚地说明所作的举例,而并非对实施方式的限定。对于所属领域的普通技术人员来说,在上述说明的基础上还可以做出其它不同形式的变化或变动。这里无需也无法对所有的实施方式予以穷举。而由此所引申出的显而易见的变化或变动仍处于本发明创造的保护范围之内。