

基于废酸处理的聚硫氯化铝净水剂的合成研究

汤泉*, 胡彩霞, 谢微, 梁琼芳, 陈政
(贺州学院化学与生物工程学院, 广西贺州 542899)

摘要:以工业废酸为主要原料,采用凝胶酸溶法合成聚硫氯化铝净水剂,并对实验室配制的模拟废水进行净水效果试验。结果表明,当凝胶 pH 为 7,反应时间为 2 h,反应温度为 90℃,熟化时间为 6 h,熟化温度为 60℃时,净水效果最优。在此工艺条件下,合成的聚硫氯化铝呈五面体形,对废水浊度去除率可达到 96.85%,净水具有絮凝迅速,矾花体积大,易沉降的特点。聚硫氯化铝净水剂的合成可解决企业废酸处理的问题。

关键词:废酸;聚硫氯化铝;净水剂;浊度

中图分类号:TQ111.19

文献标志码:A

文章编号:0253-4320(2016)02-0077-03

DOI:10.16606/j.cnki.issn 0253-4320.2016.02.019

Synthesis of polysulfide aluminium chloride water purifying agent for waste acid treatment

TANG Quan*, HU Cai-xia, XIE Wei, LIANG Qiong-fang, CHEN Zheng
(School of Chemical and Biological Engineering, Hezhou University, Hezhou 542899, China)

Abstract: Polysulfide aluminium chloride water purifying agent is synthesized by sol-gel method with industrial waste acid as raw material. Its purification effect of simulated waste water is evaluated. The optimal water purification effect can be achieved under the following conditions: 7 of pH, 2 hours of reaction time, 90℃ of reaction temperature, 6 hours of curing time and 60℃ of curing temperature. Under these conditions, the as-prepared polysulfide aluminium chloride has pentahedron structure. Its turbidity removal rate reaches up to 96.85%. Polysulfide aluminium chloride has the advantages such as rapid flocculation, alum large volume and easy settlement, which can solve the problem related treatment of waste acid.

Key words: waste-acid; polysulfide aluminium chloride; water purifying agent; turbidity

工业废酸一般采用酸碱中和法进行处理,但此法处理中消耗大量的石灰和碳酸钙,并产生大量含水率 99% 的泥渣需干化处理,废酸中的有用资源全部废弃造成资源浪费和对环境的高污染,对人们的健康造成了威胁。

目前常用的净水剂有聚合氯化铝^[1]、聚合氯化铝铁^[2]、聚硫氯化铝^[3]、聚丙烯酰胺^[4]、辣木天然净水剂^[5]、微生物絮凝剂^[6]、高分子絮凝剂^[7]等。聚硫氯化铝(简称 PACS)净水剂是一种具有广阔发展前景的无机高分子高效水处理剂,在自来水和废水处理中已得到了广泛的应用^[8]。因其净水混凝性能好,絮凝体大,用量少,效率高,沉降快,适用范围广,成为国际上公认的优良净水剂。笔者对贺州某公司需要处理的废酸成分进行分析,发现其中含有制备聚硫氯化铝所需的 Al^{3+} 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 等

成分,因此,通过工艺设计,以废酸液为主要原料,采用凝胶酸溶法合成 PACS 净水剂,考察了 PACS 净水剂合成的影响因素,并对产品进行形貌分析和性能检测。

1 实验部分

1.1 试剂与仪器

主要试剂:废酸,由贺州桂东电子责任有限公司提供;氨水、盐酸、硝酸银、氟化钾、EDTA、氢氧化钠均为分析纯。

主要仪器:Hitachi S-4800 扫描电镜;WGZ-1B 浊度计;JB-3A 恒温定时磁力搅拌器;AR224CN 电子天平。

1.2 实验过程

取废酸 100 mL 于烧杯中,加入 4 mol/L 氨水调

节 pH, 形成氢氧化铝凝胶, 抽滤, 转入三颈瓶中, 加入 50 mL 废酸, 磁力搅拌, 在一定的温度反应一段时间, 进行熟化, 冷却重结晶, 抽滤, 烘干, 得 PACS 净水剂。

将一定量的 PACS 净水剂加入到实验室用硅藻土配制的废水中, 磁力搅拌, 静置一段时间, 测定原废水浊度和余浊度, 计算去除率。

1.3 分析方法

利用 PACS 净水剂将废水中的胶体、悬浮微粒通过净水剂的电荷中和作用使其脱稳形成细小的絮体沉降, 使废水外观呈现清澈透明状。通过去除率对废水净化指标进行表征, 去除率越高, 废水净化效果越好, 越能达到水质标准要求。去除率的计算公式:

$$\text{去除率} = [(\text{原废水浊度} - \text{余浊度}) / \text{原废水浊度}] \times 100\%$$

2 结果与讨论

2.1 废酸成分分析

利用化学分析方法对实验用废酸进行成分浓度测定, 结果如表 1 所示。

表 1 废酸成分分析

成分	Al^{3+}	Cl^-	SO_4^{2-}
浓度/($\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)	0.1613	3.2700	1.8163

由表 1 可知, 废酸中含有合成聚硫氯化铝的 Al^{3+} 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} , 因此, 可以废酸为原料, 通过工艺设计探究合成聚硫氯化铝净水剂的最优工艺条件。

2.2 凝胶 pH 对净水效果的影响

在反应温度为 90°C , 反应时间为 4 h, 熟化温度为 60°C , 熟化时间为 6 h, PACS 投入量为 40 mg/L , 静置时间为 0.5 h 时, 凝胶 pH 对净水效果的影响如图 1 所示。

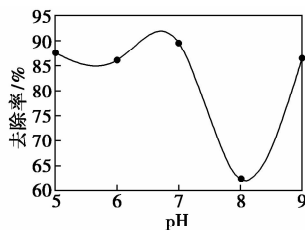


图 1 凝胶 pH 对净水效果的影响

由图 1 可以看出, 随着 pH 的升高, 聚硫氯化铝对废水的去除率先呈逐渐增大的趋势, 当凝胶 pH = 7 时达到最大值, pH 继续升高, 而净水能力反而降低。通过控制凝胶 pH 控制 PACS 中 Al^{3+} 和 OH^- 的

浓度, Al^{3+} 和 OH^- 的浓度直接影响着净水效果。 OH^- 在聚合反应过程中通过架桥作用与 Al^{3+} 进行聚合形成高聚合度的氢氧化铝, 在净水过程中, Al^{3+} 通过水解作用生成具有吸附能力的 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 胶体, 胶体具有絮凝特性, 对废水中的杂质起到吸附絮凝作用, 使絮凝体长大并在重力作用下迅速沉降下来, 从而达到水体的净化。因此, 选择最适宜 pH 为 7。

2.3 反应温度对净水效果的影响

在反应时间为 4 h, 熟化温度为 60°C , 熟化时间为 6 h, PACS 投入量为 40 mg/L , 静置时间为 0.5 h 时, 反应温度对净水效果的影响如图 2 所示。

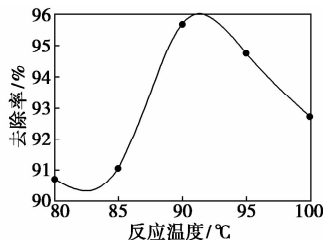


图 2 反应温度对净水效果的影响

由图 2 可以看出, 随着反应温度的升高, PACS 对废水浊度去除率逐渐增大, 当反应温度达到 90°C 时达到最大值, 温度继续升高去除率反而下降。反应温度会对聚合过程产生影响, 从而对净水剂的浊度去除率产生影响, 反应温度过低, 化学反应速率较慢, PACS 的形成过程中配位键形成受阻, 聚合度不高则废水去除率不高。反应温度过高, 化学反应速率过快, 聚合反应过程所形成的配位键会迅速断裂而导致净水剂的净水效果有所下降。所以最佳反应温度为 90°C 。

2.4 反应时间对净水效果的影响

在反应温度为 90°C , 熟化温度为 60°C , 熟化时间为 6 h, PACS 投入量为 40 mg/L , 静置时间为 0.5 h 时, 反应时间对净水效果的影响如图 3 所示。

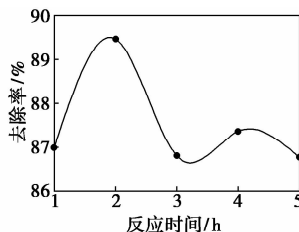


图 3 反应时间对净水效果的影响

由图 3 可以看出, 当反应时间为 2 h 时, PACS 的净水去除率最高, 反应时间大于 2 h 后, PACS 的净水去除率反而有所下降, 此反应可以在较短时间内完成。这是因为时间过长, 反应会产生一系列各

种形态不一的聚合物,有些形态的聚合物净水效果不佳。因此,选择最佳反应时间为2 h。

2.5 熟化时间对净水效果的影响

在反应温度为90℃,反应时间为4 h,熟化温度为60℃,PACS投入量为40 mg/L,静置时间为0.5 h时,熟化时间对净水效果的影响如图4所示。

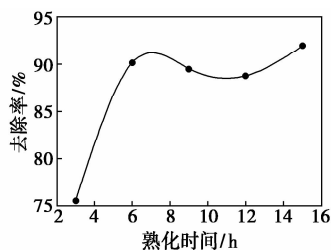


图4 熟化时间对净水效果的影响

由图4可以看出,熟化时间对PACS净水效果的影响是:熟化时间从3 h到6 h,去除率急剧提高,熟化时间大于6 h后,去除率有缓慢下降的趋势。这是因为PACS在6 h内可完成熟化聚合反应,此时,PACS中的 Al^{3+} 、 OH^- 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 能形成一定聚合度的高聚物并表现出优异的净水性能。因此,最佳的熟化时间选择为6 h。

2.6 熟化温度对净水效果的影响

在反应温度为90℃,反应时间为4 h,熟化时间为6 h,PACS投入量为40 mg/L,静置时间为0.5 h时,熟化温度对净水效果的影响如图5所示。

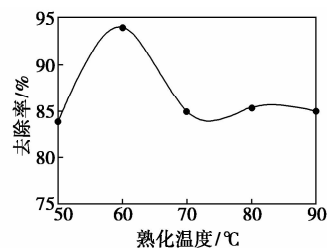


图5 熟化温度对净水效果的影响

由图5可以看出,随着熟化温度的升高,PACS净水去除率先升高后降低,当熟化温度为60℃时,去除率达到最大值。这是因为熟化是一个缓慢且温和的聚合过程,温度不宜过高,应在一定的温度下维持反应的持续进行。因此,PACS的最佳熟化温度选择为60℃。

2.7 形貌分析

最优条件下合成的PACS的SEM图如图6所示。从图6可看出,PACS呈五面体形,粒径大约在10 μm内,每面晶形发育比较完全,表面仍有少量未

发育的球形小颗粒,粒径大约为1 μm。由此可知,PACS的长大经历从球形到五面体形的过程。

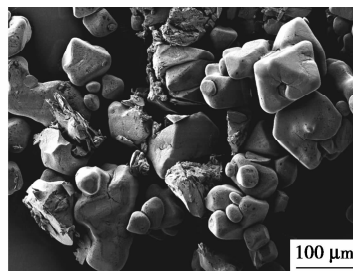


图6 PACS的SEM图

2.8 性能检测

将40 mg用废酸合成的PACS净水剂加入到实验室用硅藻土配制的1L废水中,磁力搅拌5 min,静置0.5 h,添加PACS净化剂后,废水中的废弃物基本上全部沉降下来,浊度去除率可达96.85%,并且PACS净水具有絮凝迅速,矾花体积大,易沉降的特点。

3 结论

(1)以废酸为原料合成PACS净水剂的最优工艺条件:凝胶pH为7,反应时间为2 h,反应温度为90℃,熟化时间为6 h,熟化温度为60℃。

(2)在PACS净水剂投药量为40 mg/L,静置时间为0.5 h,对模拟废水的浊度去除率可达96.85%。PACS呈五面体形,净水剂具有絮凝迅速,矾花体积大,易沉降的特点。

参考文献

- [1] 吴杰,马同森,张成丽.无机高分子絮凝剂的研究进展与应用[J].河南教育学院学报:自然科学版,2008,13(4):26-29.
- [2] 刘建兰,钱惠芬,张东明.聚铝絮凝剂的研究进展[J].化工纵横,2001,15(11):16-18.
- [3] 孙惠国.合成蒽醌BB酸母液生产高纯聚氯化铝及聚硫氯化铝的工艺[J].上海化工,2007,32(12):18-21.
- [4] 张重权,马李一,王有琼,等.辣木天然净水剂研究进展[J].水处理技术,2009,35(2):9-13.
- [5] 贾荣仙,聂容春,郡群.光引发聚合阴离子型聚丙烯酰胺对煤泥水的絮凝作用[J].安徽化工,2008,(5):75-77.
- [6] 张悦周,吴耀国,胡思海,等.微生物絮凝剂的研究与应用进展[J].化工进展,2008,27(3):340-347.
- [7] 高宝玉.水和废水处理用复合高分子絮凝剂的研究进展[J].环境化学,2011,30(1):337-345.
- [8] 任玉兰,耿子筠,尹泳一.净水剂的应用研究进展[J].油气田地面工程,2007,26(6):51-51. ■