



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)  
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0049866

(51)<sup>2021.01</sup> C01G 49/14; B01D 21/01

(13) B

(21) 1-2022-06575

(22) 18/03/2021

(86) PCT/JP2021/011030 18/03/2021

(87) WO 2021/187553 23/09/2021

(30) 2020-049386 19/03/2020 JP; 2020-136891 14/08/2020 JP

(45) 25/08/2025 449

(43) 26/12/2022 417A

(73) NITTETSU MINING CO., LTD. (JP)

3-2, Marunouchi 2-chome Chiyoda-ku, Tokyo 1008377 Japan

(72) BAN Masahiro (JP); KOMAI Miho (JP); TOSHIMA Tatsuro (JP); NAKAJIMA Masataka (JP).

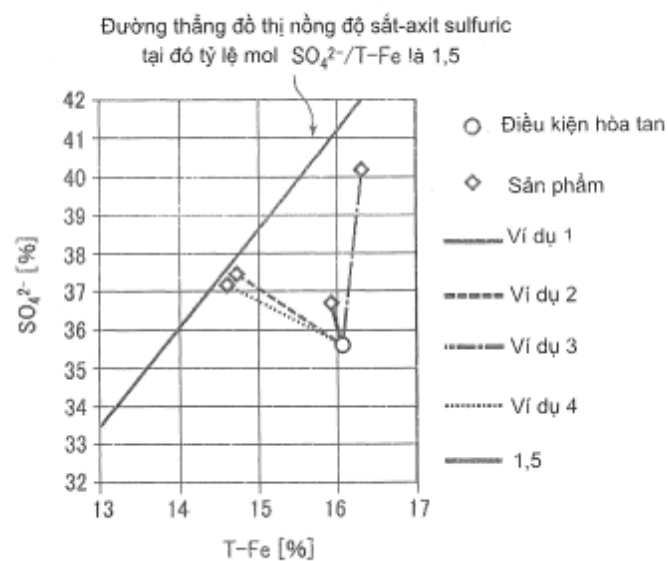
(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT POLYME SẮT (III) SULFAT

(21) 1-2022-06575

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất polyme sắt (III) sulfat, bao gồm các bước đưa bột sắt oxit và dung dịch axit sulfuric vào bình kín, thay thế pha kín trong bình kín bởi oxy, và sau đó tiến hành phản ứng oxy hóa dưới các điều kiện nhiệt độ cao và áp suất cao. Phương pháp theo sáng chế sản xuất một cách hiệu quả polyme sắt (III) sulfat có nồng độ sắt tổng cộng cao và có khả năng keo tụ bùn cao trong thời gian ngắn dưới các điều kiện nhiệt độ cao và áp suất cao sử dụng sắt oxit làm nguyên liệu gốc sắt.

FIG. 2



### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến chất keo tụ gốc sắt nồng độ cao được sử dụng khi xử lý nước thải và phương pháp sản xuất chất keo tụ này.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Bùn trong nước thải được đưa đi xử lý keo tụ sử dụng các chất keo tụ, sau đó được đưa đi làm khô và bị vớt bỏ ra bãi rác, và polyme sắt (III) sulfat là chất keo tụ vô cơ điển hình được sử dụng để xử lý keo tụ bùn trong nước thải. Polyme sắt (III) sulfat có đặc điểm để hầu như không làm hỏng thiết bị xử lý nước thải do tính ăn mòn thấp và hiệu quả tái sinh như ủ phân bánh bùn nước thải vì nó không chứa clo, và do đó, được sử dụng rộng rãi cả trong nước và quốc tế.

Khi sản xuất polyme sắt (III) sulfat làm chất keo tụ vô cơ gốc sắt, thông thường, sắt (II) sulfat ( $\text{Fe}(\text{SO}_4) \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) thường được sử dụng làm nguyên liệu gốc sắt để sản xuất. Tuy nhiên, sắt (II) sulfat là sản phẩm phụ thu được trong quá trình sản xuất titan oxit, và nguồn cung cấp của nó không ổn định, vì thế, nguyên liệu thay thế cho sắt (II) sulfat làm nguyên liệu để sản xuất polyme sắt (III) sulfat được mong đợi.

Mặt khác, sắt oxit như quặng sắt từ hay wustite không chỉ là sản phẩm phụ được tạo ra trong quá trình tinh luyện đồng mà còn được sản xuất trong tự nhiên dưới dạng khoáng vật. Do đó, sắt oxit có thể dễ dàng thu được so với sắt (II) sulfat, và do đó, kỹ thuật sản xuất polyme sắt (III) sulfat sử dụng sắt oxit được phát triển.

Về các phương pháp để sản xuất dung dịch sắt (III) sulfat trong nồi hấp sử dụng sắt oxit làm nguyên liệu gốc sắt, hai kỹ thuật sau được mô tả.

Phương pháp sản xuất chất keo tụ vô cơ gốc sắt được mô tả trong tài liệu sáng chế 1 là phương pháp trong đó sắt oxit (quặng sắt từ) được sử dụng làm nguyên liệu gốc sắt, tỷ lệ mol giữa các ion sulfat và các ion sắt được điều chỉnh, và sau đó, chúng được phép phản ứng ở nhiệt độ 120 đến 180°C trong bình kín để hòa tan sắt oxit. Sau đó, chất oxy hóa được bổ sung để thu được dung dịch sắt sulfat. Phương pháp này là phương pháp sản xuất nhằm làm giảm thời gian phản ứng bằng cách xúc tiến phản ứng ở nhiệt độ cao và áp suất cao, nhưng không thu được polyme sắt (III) sulfat có nồng độ sắt tổng cộng cao.

Tài liệu sáng chế 2 mô tả là nước, axit sulfuric, oxy, và sắt oxit (quặng sắt từ, hematit) được đưa vào bình cao áp, và dung dịch sắt (III) sulfat được sản xuất dưới các điều kiện nhiệt độ cao và áp suất cao. Theo phương pháp sản xuất này, sắt oxit được hòa tan sử dụng lượng lớn axit sulfuric, để dung dịch sắt sulfat được sản xuất, và polyme sắt (III) sulfat là mục tiêu của sáng chế không thể đạt được.

Theo các kỹ thuật trong các tài liệu trước đây, kỹ thuật sau có thể được gọi là kỹ thuật được biết đến với người có hiểu biết thông thường trong lĩnh vực kỹ thuật này. Điều đó có nghĩa là sắt oxit được hòa tan trong axit sulfuric để tạo ra các ion sắt hóa trị hai hoặc ba, sau đó, chúng được oxy hóa sử dụng chất oxy hóa để sản xuất dung dịch sắt sulfat, và nó được sử dụng làm chất keo tụ gốc sắt, và để xúc tiến việc hòa tan sắt oxit trong axit sulfuric, phản ứng được xúc tiến trong bình kín có áp suất cao nhiệt độ cao. Tuy nhiên, sắt oxit tan kém trong axit sulfuric, và sự hòa tan cần có thời gian dài, vì thế trong kỹ thuật trước đây, sắt oxit được hòa tan sử dụng lượng lớn axit sulfuric ngay ở các điều kiện nhiệt độ cao và áp suất cao. Vì lý do này, sản phẩm phản ứng là dung dịch nước sắt (III) sulfat.

Sắt (III) sulfat được sản xuất ở kỹ thuật trước đây có công thức hóa học là  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ , và khi nó được sử dụng làm chất keo tụ, 3 mol ion sulfat sinh ra tính

theo 2 mol ion sắt. Tuy nhiên, do các ion sulfat tham gia vào sự keo tụ của bùn, nên chúng vẫn còn trong nước thải. Chi phí để xử lý các ion sulfat còn lại là vấn đề quan trọng. Lý do là việc trung hòa chúng đòi hỏi rất nhiều tiền bạc.

Tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản số 3379204

Tài liệu sáng chế 2: Bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 8658124

### **Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Vấn đề được giải quyết bởi sáng chế

Mặt khác, polyme sắt (III) sulfat được sản xuất theo sáng chế có công thức hóa học được thể hiện dưới đây. Việc ít sinh ra các ion sulfat là một trong các đặc điểm lý tưởng có được nhờ polyme sắt (III) sulfat làm chất keo tụ vô cơ. Do bùn trong nước thải cần được xử lý theo lượng lớn, nên giá trị trở nên lớn khi xử lý nước thải mà chi phí để xử lý các ion sulfat còn lại thấp.

$[\text{Fe}_2(\text{OH})_n(\text{SO}_4)_{3-n/2}]_m$  ( $0 < n \leq 2$ ,  $m$  là số tự nhiên) Công thức (1)

Mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất hiệu quả polyme sắt (III) sulfat có nồng độ sắt tổng cộng cao và có khả năng keo tụ bùn cao trong thời gian ngắn dưới các điều kiện nhiệt độ cao và áp suất cao sử dụng sắt oxit mà có thể thu được một cách dễ dàng và đỡ tốn kém so với sắt (II) sulfat làm nguyên liệu gốc sắt.

Phương pháp giải quyết vấn đề

Để giải quyết các vấn đề này, phương pháp sản xuất polyme sắt (III) sulfat theo sáng chế bao gồm các phương án dưới đây.

(1) Phương pháp sản xuất polyme sắt (III) sulfat sử dụng sắt oxit làm nguyên liệu gốc sắt, bao gồm bước đưa bột sắt oxit và dung dịch axit sulfuric được điều chỉnh theo cách sao cho tỷ lệ mol của các ion sulfat so với tổng số sắt trở nên nhỏ hơn 1,5 vào bình kín, thay thế pha khí trong bình kín bởi oxy, và sau đó tiến hành phản ứng oxy hóa dưới các điều kiện nhiệt độ cao và áp suất cao.

(2) Phương pháp sản xuất polyme sắt (III) sulfat theo mục (1), trong đó quặng sắt từ hay wustite được sử dụng làm nguyên liệu gốc sắt.

(3) Phương pháp sản xuất polyme sắt (III) sulfat theo mục (1) hoặc (2), trong đó chất xúc tác được bổ sung thêm.

(4) Phương pháp sản xuất polyme sắt (III) sulfat theo mục (3), trong đó chất xúc tác là axit nitric.

(5) Phương pháp sản xuất polyme sắt (III) sulfat theo mục bất kỳ trong số các mục từ mục (1) đến (4), trong đó các điều kiện nhiệt độ cao và áp suất cao là áp suất 0,3 MPa hoặc lớn hơn và nhiệt độ 100°C hoặc lớn hơn.

(6) Phương pháp sản xuất polyme sắt (III) sulfat theo mục bất kỳ trong số các mục từ mục (1) đến (5), trong đó polyme sắt (III) sulfat nồng độ cao có nồng độ sắt tổng cộng là 14,5% hoặc lớn hơn được sản xuất.

(7) Phương pháp sản xuất polyme sắt (III) sulfat theo mục (6), trong đó việc sản xuất polyme sắt (III) sulfat được hoàn thành trong 4 giờ.

Sự biểu thị nồng độ được chấp nhận theo sáng chế đều có nghĩa là % trọng lượng ngoại trừ trường hợp nồng độ được chỉ rõ là nồng độ mol. [T-Fe] là nồng độ theo trọng lượng của tổng số sắt, và  $[SO_4^{2-}]$  là nồng độ theo trọng lượng của các ion sulfat.

Ở đây, nồng độ sắt tổng cộng có nghĩa là nồng độ của sắt bao gồm không chỉ sắt được hòa tan trong nguyên liệu mà cả sắt không được hòa tan và tồn tại dưới dạng chất rắn (bột hoặc tương tự) trong chất lỏng nguyên liệu. Ngay cả bột gốc sắt có trong chất lỏng nguyên liệu góp phần vào phản ứng sản xuất polyme sắt (III) sulfat, vì thế việc trong nồng độ của sắt còn bao gồm thành phần gốc sắt mà không được hòa tan trong chất lỏng nguyên liệu là điều hợp lý.

Trong phần ví dụ thực hiện sáng chế, đối với các polyme sắt (III) sulfat được sản xuất, mỗi nồng độ được biểu thị bởi nồng độ sắt tổng cộng, chứ không phải tổng số sắt được hòa tan.

#### Hiệu quả của sáng chế

Bằng cách làm theo phương pháp sản xuất of sáng chế, việc sản xuất hiệu quả polyme sắt (III) sulfat có nồng độ sắt tổng cộng cao và có khả năng keo tụ bùn cao trong thời gian ngắn dưới các điều kiện nhiệt độ cao và áp suất cao sử dụng sắt oxit có thể thu được dễ dàng làm nguyên liệu gốc sắt trở nên khả thi.

#### Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 là đồ thị dòng chảy của nôi hấp mà là thiết bị sản xuất.

Fig. 2 thể hiện mối tương quan giữa nồng độ của các nguyên liệu được đưa vào và nồng độ của bùn sệt được sản xuất. Dấu o chỉ hợp phần nguyên liệu được đưa vào, và dấu  $\diamond$  chỉ hợp phần của polyme sắt (III) sulfat được sản xuất ở một trong các ví dụ 1 đến 4.

#### Mô tả chi tiết sáng chế

(Các bước sản xuất)

Phương pháp sản xuất polyme sắt (III) sulfat của sáng chế là phương pháp sản xuất sử dụng thiết bị sản xuất mà bản vẽ phác thảo của nó được thể hiện ở Fig. 1 và bao gồm các bước sản xuất sau đây.

- (1) Axit sulfuric, nước, và sắt oxit được đưa vào bình kín.
- (2) Không khí trong bình kín được thay thế bằng oxy, và axit nitric được bổ sung làm chất xúc tác nếu cần.
- (3) Giữ nhiệt độ trong bình kín ở  $100^{\circ}\text{C}$  hoặc lớn hơn và áp suất trong đó ở 0,3 MPa hoặc lớn hơn, tiến hành khuấy trong 1 đến 4 giờ.
- (4) Dung dịch thu được sau khi hoàn thành phản ứng được làm nguội và được lọc để loại bỏ phần cặn không tan. Phần cặn không tan này được xác nhận chủ yếu là sắt oxit được đưa vào làm nguyên liệu.

(Sắt oxit)

Theo sáng chế, sắt oxit được sử dụng làm nguyên liệu gốc sắt. Ở đây, sắt oxit là thuật ngữ chung của các oxit của sắt, và theo chỉ số oxy hóa, sắt (II) oxit, sắt (III) oxit và triiron tetraoxide được biết đến là những chất có thành phần khác nhau.

Sắt (II) oxit là sắt(II) oxit ( $\text{FeO}$ ) và được biết đến là wustite, sắt (III) oxit là sắt(III) oxit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) và được biết đến là hematit hay maghemit, và triiron tetraoxide là sắt(II, III) oxit và được biết đến là quặng sắt từ.

Quặng sắt từ được chứa, theo lượng lớn, trong xỉ trong quá trình tinh luyện đồng, và được chứa trong các khoáng vật tự nhiên theo lượng lớn, để nó là hợp chất sắt có thể thu được dễ dàng làm nguyên liệu. Hơn nữa, do nó có các đặc tính từ, nên nó có đặc tính mà phần cô đặc của nó dễ dàng thu được bằng cách tách bằng từ tính. Wustite là chất rắn dễ cháy màu đen ở nhiệt độ thường và áp suất

thường, và hematit hay maghemit là thành phần chính của gỉ. Bất kỳ chất nào trong số đó được thu thập dưới dạng các khoáng vật.

Theo sáng chế, đối với quặng sắt từ và wustite, các ví dụ làm việc được đưa ra, nhưng đối với hematit hay maghemit, các ví dụ làm việc không được đưa ra. Tuy nhiên, trong tài liệu sáng chế 2 được mô tả trước đây, dung dịch sắt (III) sulfat được sản xuất bằng cách hòa tan quặng sắt từ hay hematit trong axit sulfuric ở nhiệt độ cao và áp suất cao,

Vì lý do này, rõ ràng về mặt kỹ thuật thì phương pháp sản xuất polyme sắt (III) sulfat của sáng chế có thể áp dụng cho sắt oxit chung đóng vai trò làm nguyên liệu sắt.

(Tỷ lệ mol của các ion sulfat đối với tổng số sắt)

Theo sáng chế, tỷ lệ mol của các ion sulfat đối với tổng số sắt (các ion sulfat/tổng số sắt) trong sắt oxit và dung dịch axit sulfuric mà được đưa vào trong bình kín làm nguyên liệu tốt hơn là đặt là nhỏ hơn 1,5.

Khi lượng lớn của axit sulfuric được đưa vào để ưu tiên hòa tan sắt oxit như được tiến hành ở các tài liệu trước đây, polyme sắt (III) sulfat không thể được sản xuất. Theo kinh nghiệm, các tác giả của sáng chế đã biết là trừ khi tỷ lệ mol được đặt nhỏ hơn 1,5, polyme sắt (III) sulfat mong muốn không thể được sản xuất.

(Nhiệt độ và áp suất phản ứng)

Nhiệt độ trong bình tốt hơn là được điều chỉnh ở 100°C hoặc lớn hơn.

Nếu nhiệt độ phản ứng nhỏ hơn 100°C, sự hòa tan của sắt oxit và phản ứng oxy hóa không diễn ra đầy đủ.

Về áp suất phản ứng của sáng chế, điều kiện thực tế tốt hơn là được thiết lập có tính đến chi phí sản xuất, v.v., và nhìn chung, áp suất phản ứng có thể là

0,3 MPa hoặc lớn hơn. Khi phản ứng được tiến hành ở 0,2 MPa, phần cặn gồm có hợp chất của sắt và axit sulfuric được sinh ra theo lượng tương đối lớn, và do đó, hệ số thu hồi của polyme sắt (III) sulfat được sản xuất hoặc nồng độ của tổng số sắt chứa trong polyme sắt (III) sulfat bị giảm, vì thế áp suất này nằm ngoài mong đợi.

(Chất xúc tác oxy hóa)

Theo sáng chế, chất xúc tác oxy hóa có thể được đưa vào trong bình kín cùng với nguyên liệu phản ứng.

Theo sáng chế, phản ứng oxy hóa được xúc tiến nhờ oxy, mà thay thế cho pha khí, để làm tăng tốc độ phản ứng khi phản ứng trong bình kín, bằng cách đó sản xuất polyme sắt (III) sulfat có nồng độ sắt tổng cộng cao. Sự có mặt của chất xúc tác oxy hóa trong bình kín đưa đến sự thay thế oxy được ưu tiên vì sự oxy hóa của các ion sắt hóa trị hai được hòa tan trong axit sulfuric được xúc tiến thêm, và hiệu quả sản xuất polyme sắt (III) sulfat có thể tăng lên.

Chất xúc tác oxy hóa có thể là chất xúc tác bất kỳ miễn là nó có tác dụng oxy hóa các ion sắt hóa trị hai được hòa tan. Các ví dụ của nó bao gồm natri nitrit và kali nitrat, nhưng tốt nhất là sử dụng axit nitric làm chất xúc tác theo quan điểm axit nitric được cho là có chức năng như chất oxy hóa ngoài tác dụng như chất xúc tác oxy hóa.

(Sự hòa tan và phản ứng oxy hóa)

Khi quá trình hòa tan nguyên liệu gốc sắt và phản ứng oxy hóa của các ion sắt hóa trị hai bắt đầu trong bình kín dưới các điều kiện nhiệt độ cao và áp suất cao, oxy của phần pha khí có tác dụng như chất oxy hóa. Nếu chất xúc tác oxy hóa có mặt trong chất lỏng nguyên liệu, nó có tác dụng như chất xúc tác, và nếu chất xúc tác oxy hóa là axit nitric, nó cũng có tác dụng như chất oxy hóa.

Khi kết hợp thay thế oxy và bổ sung chất xúc tác, polyme sắt (III) sulfat có nồng độ cao mà không thể mong đợi từ hiểu biết kỹ thuật thông thường có thể được tạo ra do hiệu quả hiệp đồng giữa oxy và chất xúc tác ở các điều kiện nhiệt độ cao và áp suất cao.

Các tác giả của sáng chế đã giả định là lý do polyme sắt (III) sulfat có nồng độ cao mà không thể đạt được bởi các kỹ thuật trước đây có thể được sản xuất một cách hiệu quả trong thời gian ngắn theo sáng chế là như dưới đây. Tuy nhiên, giải thích của sáng chế thì chẳng cách nào ràng buộc với giả định này.

Theo phương pháp sản xuất sắt (III) sulfat trong tài liệu trước đây, nguyên liệu sắt oxit được hòa tan trong dung dịch axit sulfuric ở nhiệt độ cao và áp suất cao trong bình cao áp để tạo ra dung dịch chứa các ion sắt hóa trị hai và hóa trị ba, dung dịch này được lấy ra khỏi bình cao áp, và sau đó chất oxy hóa được bổ sung để oxy hóa các ion sắt hóa trị hai còn lại, bằng cách đó sản xuất polyme sắt (III) sulfat (tài liệu sáng chế 1). Tuy nhiên, theo phương pháp này, một phần các ion sắt hóa trị hai được tạo ra trong bình cao áp phản ứng với axit sulfuric để tạo ra hợp chất sắt-axit sulfuric, và hợp chất này bị kết tủa từ dung dịch phản ứng.

Theo sáng chế, khí oxy có mặt trong bình kín lập tức có tác dụng như chất oxy hóa đối với các ion sắt hóa trị hai được rửa giải trong bình kín, vì thế các ion sắt hóa trị hai bị ngăn không kết tủa dưới dạng hợp chất sắt-axit sulfuric, và trở thành khả thi để tạo ra polyme sắt (III) sulfat nồng độ cao một cách hiệu quả.

Đây là hiểu biết kỹ thuật mới được phát hiện bởi các tác giả sáng chế, và sáng chế đã được hoàn thành trên cơ sở các hiểu biết này.

### **Ví dụ thực hiện sáng chế**

[Ví dụ 1]

Trong bình kín có thể tích bên trong là 1 L, 221 g quặng sắt từ và axit sulfuric được đưa vào theo cách sao cho tỷ lệ mol của các ion  $\text{SO}_4^{2-}$  /các ion sắt là 1,3, và 2,7 g axit nitric được đưa vào làm chất xúc tác. Bình kín được đóng lại, phần pha khí trong bình kín được thế bởi oxy, sau đó sử dụng sợi nung và xy lanh oxy được lắp đặt trong bình kín, nhiệt độ của bunn sệt được tăng lên  $130^\circ\text{C}$  và áp suất của phần pha khí trong bình kín được tăng lên 1,0 MPa, và phản ứng được tiến hành trong 1 giờ. Trong quá trình phản ứng, nhiệt độ và áp suất của phần pha khí trong bình kín được duy trì lần lượt là  $130^\circ\text{C}$  và 1,0 MPa. Sau khi thời gian phản ứng trôi qua 1 giờ, bunn sệt được phân phối từ bình kín, và bunn sệt được làm nguội.

Bằng cách đo nồng độ của sắt hóa trị hai chứa trong bunn sệt đã làm nguội, điểm kết thúc của phản ứng được đánh giá. Sau đó, tiến hành lọc bunn sệt, bằng cách đó thu được sản phẩm của polyme sắt (III) sulfat.

Polyme sắt (III) sulfat thu được là polyme sắt (III) sulfat nồng độ cao có nồng độ sắt tổng cộng (T-Fe) là 15,9%. Nồng độ ion sắt hóa trị hai ( $\text{Fe}^{2+}$ ) nhỏ hơn 0,01%, và các ion sắt đều bị oxy hóa trong các ion hóa trị ba. Nồng độ ion sulfat là 36,7%, và tỷ lệ mol  $\text{SO}_4^{2-}$ /T-Fe là 1,34. Tỷ lệ (tỷ lệ hòa tan sắt) của sắt phân bổ vào sản phẩm từ nguyên liệu là 91,9%. Phần cặn là quặng sắt từ.

Nồng độ ion sắt hóa trị hai ( $\text{Fe}^{2+}$ ) nhỏ hơn 0,01%, và do đó, có thể thấy là phản ứng tạo ra polyme sắt (III) sulfat được hoàn thành trong 1 giờ. Tỷ lệ mol  $\text{SO}_4^{2-}$ /T-Fe là 1,34 và là trị số nhỏ hơn 1,5, và do đó, có thể thấy là polyme sắt (III) sulfat được tạo ra.

[Ví dụ 2] (Áp suất pha khí bình phản ứng: 0,3 MPa)

Phản ứng được tiến hành ở điều kiện giống như ở ví dụ 1, ngoại trừ áp suất của phần pha khí trong bình kín được thay đổi là 0,3 MPa, và thời gian phản ứng được thay đổi là 2 giờ, và bùn sệt thu được được làm nguội.

Bằng cách đo nồng độ của sắt hóa trị hai chứa trong bùn sệt đã làm nguội, điểm kết thúc của phản ứng được đánh giá. Sau đó, tiến hành lọc bùn sệt, bằng cách đó thu được sản phẩm của polyme sắt (III) sulfat.

Polyme sắt (III) sulfat thu được là polyme sắt (III) sulfat có nồng độ cao có nồng độ sắt tổng cộng (T-Fe) là 14,7%. Nồng độ ion sắt hóa trị hai ( $\text{Fe}^{2+}$ ) nhỏ hơn 0,01%, và các ion sắt đều bị oxy hóa thành các ion hóa trị ba. Nồng độ ion sulfat là 37,5%, và tỷ lệ mol  $\text{SO}_4^{2-}$ /T-Fe là 1,48. Tỷ lệ (tỷ lệ hòa tan sắt) của sắt phân bổ vào sản phẩm từ nguyên liệu là 84,5%. Phần cặn là quặng sắt từ.

Nồng độ ion sắt hóa trị hai ( $\text{Fe}^{2+}$ ) nhỏ hơn 0,01%, và do đó, có thể thấy là phản ứng tạo rpolyme sắt (III) sulfat được hoàn thành trong 2 giờ. Tỷ lệ mol  $\text{SO}_4^{2-}$ /T-Fe là 1,48 và là trị số nhỏ hơn 1,5, và do đó, có thể thấy là polyme sắt (III) sulfat được tạo ra.

#### [Ví dụ 3] (Nguyên liệu nồng độ sắt thấp)

Phản ứng được tiến hành ở điều kiện giống như ở ví dụ 1, ngoại trừ 298 g quặng sắt từ có nồng độ sắt là 52,1% và axit sulfuric được đưa vào trong bình kín có thể tích bên trong là 1 L theo cách sao cho tỷ lệ mol của các ion  $\text{SO}_4^{2-}$  /các ion sắt là 1,3, và thời gian phản ứng được thay đổi là 4 giờ, và bùn sệt thu được được làm nguội.

Bằng cách đo nồng độ của sắt hóa trị hai chứa trong bùn sệt đã làm nguội, điểm kết thúc của phản ứng được đánh giá. Sau đó, tiến hành lọc bùn sệt, bằng cách đó thu được sản phẩm của polyme sắt (III) sulfat.

Polyme sắt (III) sulfat thu được là polyme sắt (III) sulfat nồng độ cao có nồng độ sắt tổng cộng (T-Fe) là 16,3%. Nồng độ ion sắt hóa trị hai ( $\text{Fe}^{2+}$ ) nhỏ hơn 0,01%, và các ion sắt đều bị oxy hóa thành các ion hóa trị ba. Nồng độ ion sulfat là 40,3%, và tỷ lệ mol  $\text{SO}_4^{2-}$ /T-Fe là 1,44. Tỷ lệ (tỷ lệ hòa tan sắt) của sắt phân bố vào sản phẩm từ nguyên liệu là 83,6%. Phần cặn là quặng sắt từ.

Nồng độ ion sắt hóa trị hai ( $\text{Fe}^{2+}$ ) nhỏ hơn 0,01%, và do đó, có thể thấy là phản ứng tạo ra polyme sắt (III) sulfat được hoàn thành trong 4 giờ. Tỷ lệ mol  $\text{SO}_4^{2-}$ /T-Fe là 1,44 và là trị số nhỏ hơn 1,5, và do đó, có thể thấy là polyme sắt (III) sulfat được tạo ra.

[Ví dụ 4] (Wustite)

Phản ứng được tiến hành ở điều kiện giống như ở ví dụ 1, ngoại trừ 210 g wustite (nồng độ sắt: 74,2%) và axit sulfuric được đưa vào trong bình kín có thể tích bên trong là 1 L theo cách sao cho tỷ lệ mol của các ion  $\text{SO}_4^{2-}$  /các ion sắt là 1,3, và bùn sệt thu được được làm nguội.

Bằng cách đo nồng độ of sắt hóa trị hai chứa trong bùn sệt đã làm nguội, điểm kết thúc của phản ứng được đánh giá. Sau đó, tiến hành lọc bùn sệt, bằng cách đó thu được sản phẩm của polyme sắt (III) sulfat.

Polyme sắt (III) sulfat thu được là polyme sắt (III) sulfat nồng độ cao có nồng độ sắt tổng cộng (T-Fe) là 14,6%. Nồng độ ion sắt hóa trị hai ( $\text{Fe}^{2+}$ ) nhỏ hơn 0,01%, và các ion sắt đều bị oxy hóa thành các ion hóa trị ba. Nồng độ ion sulfat là 37,2%, và tỷ lệ mol  $\text{SO}_4^{2-}$ /T-Fe là 1,48. Tỷ lệ (tỷ lệ hòa tan sắt) của sắt phân bố vào sản phẩm từ nguyên liệu là 84,1%. Phần cặn là wustite, quặng sắt từ, và hematit.

Nồng độ ion sắt hóa trị hai ( $\text{Fe}^{2+}$ ) nhỏ hơn 0,01%, và do đó, có thể thấy là phản ứng tạo ra polyme sắt (III) sulfat được hoàn thành trong 1 giờ. Tỷ lệ mol

$\text{SO}_4^{2-}/\text{T-Fe}$  là 1,48 và là trị số nhỏ hơn 1,5, và do đó, có thể thấy là polyme sắt (III) sulfat được tạo ra.

[Ví dụ so sánh 1]

Trong bình kín có thể tích bên trong là 1 L, 221 g quặng sắt từ và axit sulfuric được đưa vào theo cách sao cho tỷ lệ mol của các ion  $\text{SO}_4^{2-}$  /các ion sắt là 1,3. Trong khi không khí của pha khí trong bình kín được giữ nguyên như thế mà không thay thế pha khí bằng oxy, bình kín được đóng, sau đó sử dụng sợi nung được lắp đặt trong bình kín, nhiệt độ của bunn sệt được tăng lên đến  $130^\circ\text{C}$ , và phản ứng được tiến hành trong 4 giờ. Trong quá trình phản ứng, nhiệt độ trong bình kín được giữ ở  $130^\circ\text{C}$ , và áp suất được giữ khoảng áp suất hơi (khoảng 0,2 MPa).

Sau khi thời gian phản ứng trôi qua 4 giờ, bunn sệt được phân phối từ bình kín, và bunn sệt được làm nguội.

Khi nồng độ của sắt hóa trị hai chứa trong bunn sệt đã làm nguội được đo, sắt hóa trị hai được xác nhận vẫn còn. Vì lý do này, phản ứng được tiếp tục trong 4 giờ, nhưng tuy nhiên, phản ứng tạo ra polyme sắt (III) sulfat không hoàn thành. Để hoàn thành phản ứng, bunn sệt được lọc, và sau đó, 41,7 g hydro peroxit được bổ sung vào phần lọc để hoàn thành sự oxy hóa sắt hóa trị hai, bằng cách đó thu được sản phẩm của polyme sắt (III) sulfat.

Ở polyme sắt (III) sulfat thu được, nồng độ sắt tổng cộng (T-Fe) là 14,2%, nồng độ ion sắt hóa trị hai ( $\text{Fe}^{2+}$ ) nhỏ hơn 0,01%, nồng độ ion sulfat là 33,3%, và tỷ lệ mol  $\text{SO}_4^{2-}/\text{T-Fe}$  là 1,36. Tỷ lệ (tỷ lệ hòa tan sắt) của sắt phân bổ vào sản phẩm từ nguyên liệu là 76,1%. Phần cặn là szomolnokite ( $\text{Fe}(\text{SO}_4)(\text{H}_2\text{O})$ ).

[Ví dụ so sánh 2]

Phản ứng được tiến hành ở các điều kiện giống như ở ví dụ so sánh 1, ngoại trừ 2,7 g axit nitric được đưa vào bùn sệt làm chất xúc tác trước khi tăng nhiệt độ, và bùn sệt thu được được làm nguội.

Khi nồng độ của sắt hóa trị hai chứa trong bùn sệt đã làm nguội được đo, sắt hóa trị hai được xác nhận vẫn còn, vì thế bùn sệt được lọc, và sau đó, 33,5 g hydro peroxit được bổ sung vào phần lọc để hoàn thành sự oxy hóa sắt hóa trị hai, bằng cách đó thu được sản phẩm của polyme sắt (III) sulfat.

Ở polyme sắt (III) sulfat thu được, nồng độ sắt tổng cộng (T-Fe) là 13,7%, nồng độ ion sắt hóa trị hai ( $\text{Fe}^{2+}$ ) nhỏ hơn 0,01%, nồng độ ion sulfat là 34,7%, và tỷ lệ mol  $\text{SO}_4^{2-}$ /T-Fe là 1,47. Tỷ lệ (tỷ lệ hòa tan sắt) của sắt phân bổ vào sản phẩm từ nguyên liệu là 72,4%. Phần cặn là sắt hydroxit sulfate ( $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2\text{H}$ ).

Đối với các ví dụ 1 đến 4 và các ví dụ so sánh 1 và 2, các nguyên liệu sắt, các điều kiện phản ứng, và các đặc điểm của các polyme sắt (III) sulfat thu được được kết hợp với nhau ở bảng 1.

Ở các ví dụ 1 đến 4, phản ứng được hoàn thành trong 1 đến 4 giờ, nhưng ở các ví dụ so sánh 1 và 2, ngay cả khi nhiệt độ cao và áp suất cao được duy trì trong 4 giờ, phản ứng oxy hóa không được hoàn thành, và sắt hóa trị hai vẫn còn mà không bị oxy hóa. Sau đó, để oxy hóa tất cả sắt hóa trị hai còn lại trong bùn sệt thành sắt hóa trị ba, dung dịch hydro peroxit được bổ sung.

Vì lý do này, các đặc điểm của sản phẩm ở một trong các ví dụ so sánh 1 và 2 cho thấy các đặc điểm của sản phẩm sau khi phản ứng oxy hóa được hoàn thành bằng cách bổ sung thêm  $\text{H}_2\text{O}_2$ .

[Bảng 1]

|                 | Nguyên liệu sắt | Các điều kiện phản ứng |           |               |               |               | Các đặc điểm của sản phẩm |                                   |
|-----------------|-----------------|------------------------|-----------|---------------|---------------|---------------|---------------------------|-----------------------------------|
|                 |                 | Chất xúc tác           | Khí quyển | Áp suất (MPa) | Nhiệt độ (°C) | Thời gian (h) | Nồng độ sắt tổng cộng     | SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> /Fe |
| Ví dụ 1         | Mt              | Axit nitric            | Oxy       | 1,0           | 130           | 1             | 15,9                      | 1,34                              |
| Ví dụ 2         | Mt              | Axit nitric            | Oxy       | 0,3           | 130           | 2             | 14,7                      | 1,48                              |
| Ví dụ 3         | Mt nồng độ thấp | Axit nitric            | Oxy       | 1,0           | 130           | 4             | 16,3                      | 1,44                              |
| Ví dụ 4         | Ut              | Axit nitric            | Oxy       | 1,0           | 130           | 1             | 14,6                      | 1,48                              |
| Ví dụ so sánh 1 | Mt              | Không được sử dụng     | Hơi nước  | 0,2           | 130           | -             | (14,2)                    | (1,36)                            |
| Ví dụ so sánh 2 | Mt              | Axit nitric            | Hơi nước  | 0,2           | 130           | -             | (13,7)                    | (1,47)                            |

Mt: quặng sắt từ, Ut: wustite

Ngoài ra ở một trong các bùn được sản xuất ở các ví dụ 1 đến 4 và các ví dụ so sánh 1 và 2, tỷ lệ SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>/Fe nhỏ hơn 1,5, và do đó, có thể thấy là polyme sắt (III) sulfat được tạo ra.

Tuy nhiên, bùn ở các ví dụ 1 đến 4 chịu tác dụng của khí oxy trong bình kín và có thể sản xuất polyme sắt (III) sulfat có nồng độ cao có nồng độ sắt tổng cộng là 14,6 đến 16,3%. Đặc điểm này là đặc điểm vượt trội của chất keo tụ vô cơ mà không thu được ở tài liệu trước, không cần phải so sánh các bùn này với các bùn của các ví dụ so sánh 1 và 2.

Giá mà sự tạo ra polyme sắt (III) sulfat được tiến hành hiệu quả có thể được xác nhận từ thực tế là ở các ví dụ 1 và 4, phản ứng được hoàn thành trong 1 giờ,

ở ví dụ 2 trong đó áp suất trong bình kín được đặt là 0,3 MPa, phản ứng được hoàn thành trong 2 giờ, và ngay cả ở ví dụ 3 trong đó nguyên liệu của nồng độ sắt thấp được sử dụng, phản ứng được hoàn thành trong 4 giờ.

Trái với điều đó, rõ ràng là ở các điều kiện sản xuất of các ví dụ so sánh 1 và 2, việc sản xuất hiệu quả polyme sắt (III) sulfat trong thời gian ngắn mà là dấu hiệu của sáng chế không thể đạt được.

Điều đó có nghĩa là ở các ví dụ so sánh 1 và 2, mặc dù phản ứng tạo ra polyme sắt (III) sulfat được tiếp tục trong 4 giờ dưới các điều kiện nhiệt độ cao và áp suất cao, sắt hóa trị hai không bị oxy hóa và vẫn còn, và do đó, để oxy hóa tất cả chúng thành sắt hóa trị ba, cần phải bổ sung dung dịch hydro peroxit.

Hơn nữa, lượng tương đối lớn của phần cặn không tan được sinh ra, và việc tạo ra có hiệu quả polyme sắt (III) sulfat không được tiến hành. Do nó được biểu thị bởi tỷ lệ hòa tan rất thấp ở các ví dụ so sánh 1 và 2, hầu hết sắt mà không hợp nhất thành polyme sắt (III) sulfat bị kết tủa dưới dạng phần cặn không tan. Cũng từ lẽ đó, ý nghĩa về mặt kỹ thuật về sự thể của pha khí trong bình kín bằng oxy theo sáng chế trở nên rõ ràng.

Từ các kết quả ở trên, có thể thấy là ở phương pháp sản xuất polyme sắt (III) sulfat của sáng chế, có thể đạt được hiệu quả đáng kể là khi không khí trong bình kín được thay thế bằng khí oxy, polyme sắt (III) sulfat có khả năng keo tụ bùn cao có thể được sản xuất một cách hiệu quả trong thời gian ngắn.

#### Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Sáng chế đề cập đến chất keo tụ được sử dụng trong xử lý nước thải đối với nước thải hoặc tương tự, và chất keo tụ có tính năng keo tụ cao có thể được sản xuất trong thời gian ngắn, để sáng chế có thể được sử dụng một cách rộng rãi trong lĩnh vực xử lý nước thải.

## YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất polyme sắt (III) sulfat sử dụng sắt oxit làm nguyên liệu gốc sắt, bao gồm:

đưa bột sắt oxit và dung dịch axit sulfuric được điều chỉnh theo cách sao cho tỷ lệ mol của các ion sulfat đối với tổng số sắt trở nên nhỏ hơn 1,5 vào bình kín,

thay thế pha kín trong bình kín bằng oxy, và sau đó tiến hành phản ứng oxy hóa dưới các điều kiện nhiệt độ cao và áp suất cao.

2. Phương pháp sản xuất polyme sắt (III) sulfat theo điểm 1, trong đó quặng sắt từ hay wustite được sử dụng làm nguyên liệu gốc sắt.

3. Phương pháp sản xuất polyme sắt (III) sulfat theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chất xúc tác được bổ sung thêm.

4. Phương pháp sản xuất polyme sắt (III) sulfat theo điểm 3, trong đó chất xúc tác là axit nitric.

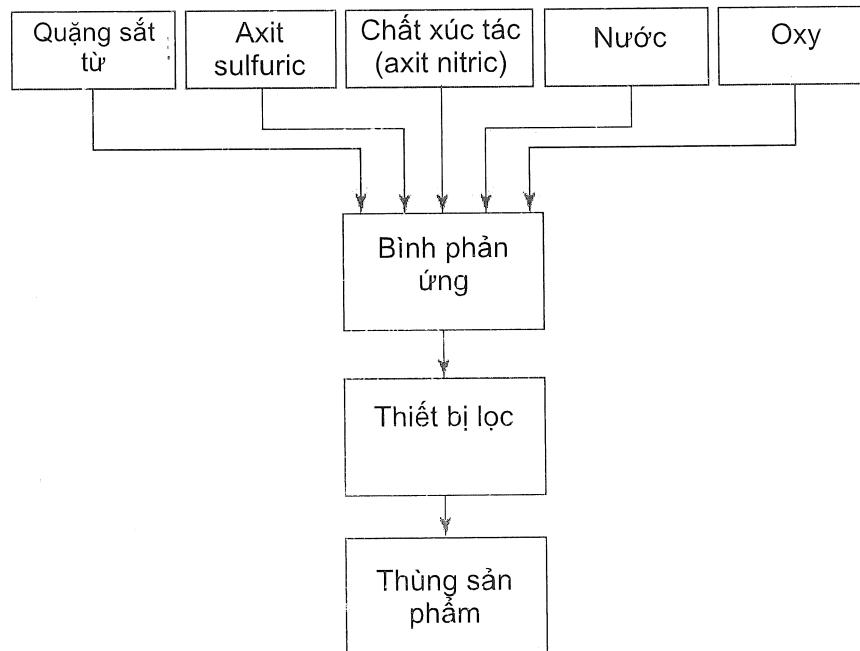
5. Phương pháp sản xuất polyme sắt (III) sulfat theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ điểm 1 đến 4, trong đó các điều kiện nhiệt độ cao và áp suất cao là áp suất 0,3 MPa hoặc lớn hơn và nhiệt độ là 100°C hoặc lớn hơn.

6. Phương pháp sản xuất polyme sắt (III) sulfat theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ điểm 1 đến 5, trong đó polyme sắt (III) sulfat có nồng độ cao có nồng độ sắt tổng cộng là 14,5% hoặc lớn hơn được sản xuất.

7. Phương pháp sản xuất polyme sắt (III) sulfat theo điểm 6, trong đó quá trình sản xuất polyme sắt (III) sulfat được hoàn thành trong 4 giờ.

1/2

FIG. 1



2/2

FIG. 2

Đường thẳng đồ thị nồng độ sắt-axit sulfuric  
tại đó tỷ lệ mol  $\text{SO}_4^{2-}/\text{T-Fe}$  là 1,5

