

Міністерство освіти і науки, молоді та спорту України
Головне управління освіти і науки Черкаської облдержадміністрації
Черкаське територіальне відділення МАН України

Відділення: хімія і біологія

Секція: хімія

ПЕРЕРОБКА ЦИНКОВМІСНИХ ШЛАМІВ ВАТ «ХІМВОЛОКНО» В СУЛЬФАТ ЦИНКУ

Роботу виконала:

Коваленко Анастасія Ігорівна
учениця 10-А класу Черкаської школи
I-III ступенів №15

Науковий керівник:

Столяренко Геннадій Степанович, завідувач
кафедри хімії та хімічної технології
неорганічних речовин Черкаського
державного технологічного університету,
д.т.н., професор.

Керівник роботи:

Стеценко Ірина Володимирівна, вчитель хімії
вищої категорії, вчитель-методист Черкаської
школи I-III ступенів №15

Черкаси - 2011

ТЕЗИ

ВСТУП

В наш час актуальним є створення безвідходних технологій та створення технологій, які б дозволили переробляти в корисні продукти вже накопичені відходи, оскільки утворені за багато попередніх років відходи вилучають із землекористування великі території і забруднюють навколишнє середовище, що значно погіршує екологічну ситуацію на південному сході міста Черкаси і негативно впливає на наше здоров'я.

Утилізація солей цинку з шламовідстійників колишнього Черкаського ВАТ «Хімволокно» має важливе значення в зв'язку з тим, що є розповсюджувачем зараження солями цинку не тільки підземних вод але і води річки Дніпра. На мал.1, який взятий з періодичного видання, показано поширення забруднення підземних вод. Забруднення вже в 300-500 метрах від берега Дніпра.

Для утилізації солей цинку із відпрацьованих розчинів розроблені і використовується в промисловому масштабі реагентний, електрохімічний, флотаційний та ін. способи.

В технології виробництва синтетичного віскозного волокна використовують кислі розчини цинку сульфату, які з відпрацьованими стічними водами надходять на очисні споруди. Реагентний метод обробки стічних вод (нейтралізація вапняним молоком) призводить до утворення цинковмісних шламів. Концентрація цинку в багатотоннажних відходах непостійна і складає від 0,6 до 8,5% мас., що в декілька разів перевищує вміст його в природних рудних копалинах.

Проведені аналізи шламу, проби якого відбиралися із різних глибин і точок із шламонакоплювача. Встановлено, що початковий цинковмісний шлам пастоподібний, в'язкий матеріал сіро-жовтого кольору, має вологість 84-92% і рН від 8,2 до 11,7. Хімічний склад шламу (в % мас.): Цинк - $6,5 \pm 3,0\%$; Залізо - 0,8 $\pm 0,21$; Марганець від 0,0034 до 0,07; Свинець - від 0,005 до 0,01; Кальцій - від 4,5

до 17,98; Магній від 0,52 до 1,86; Алюміній - від 0,03 до 0,31%, Калій - від 0,08 до 0,15%; Натрій - від 0,6 до 2,1%; Мідь - від 0,003 до 0,006; Нікель - сліди.

Вуглецю загального містить до 11 %, вуглецю вуглекислотного - до 4,6%, силіцію оксиду - $4,2 \pm 0,6\%$, сульфатів - до 2,82%, сірки загальної до 3,64%.

За даними хімічного і спектрального аналізів проб сухого шламу, він містить такі сполуки цинку: $Zn(OH)_2$ - до 1,7%, $Zn_3CO_3(OH)_4$ - до 12,6%, ZnO - 0,6%. Вміст кальцій карбонату - до 42%, кальцій гідроксиду до 9,5%, силіцій оксиду до 8,6%, органічних речовин до 8%.

Поставлено задачу розробити ефективну технологію утилізацію цинку з повернення його у виробництво у вигляді цинк сульфату з паралельним осушенням і складуванням залишкового шламу.

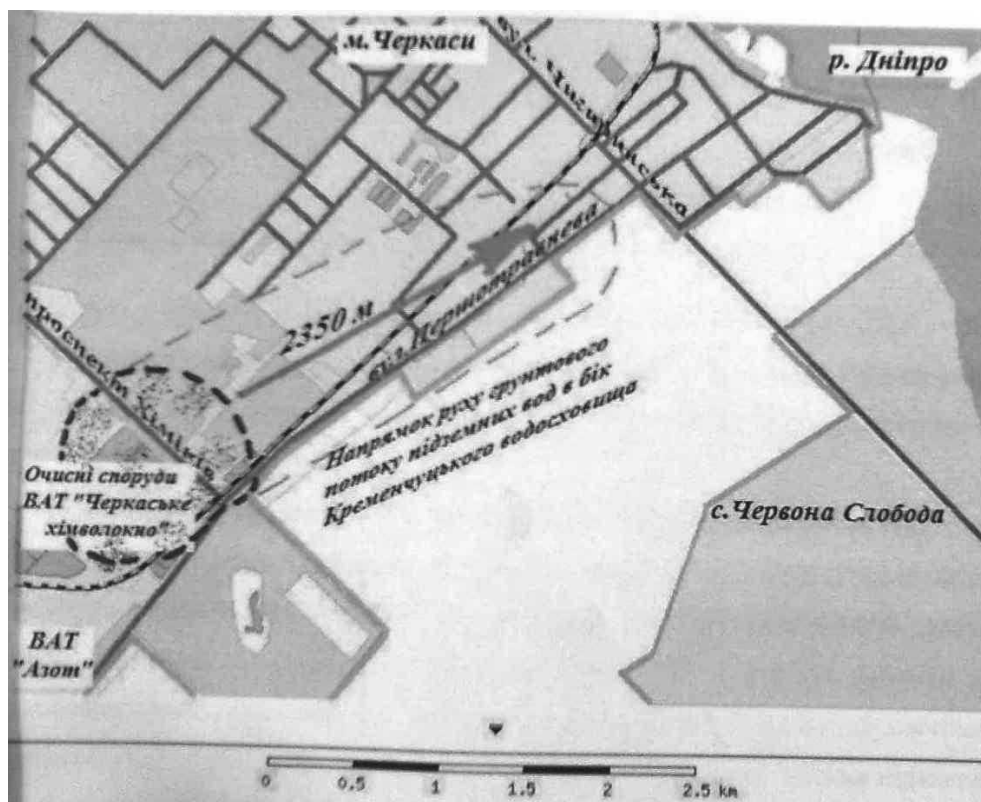


Рисунок 1 Карта дрейфу забруднень з шламонакопичувача (БАТ «Хімволокно»)

ВИСНОВКИ до розділу ВСТУП:

Існує проблема забруднення води річки Дніпро іонами цинку. Потрібно розробити технологію переробки шламів з утилізацією цинку у вигляді готового продукту – цинкового купоросу.

РОЗДІЛ 1 ПАТЕНТНИЙ ОГЛЯД

1.1. Способи утилізації цинковмісних шламів.

1) Спосіб отримання цинк оксиду з промислових відходів [1].

Винахід відноситься до способу переробки відходів з отриманням товарних продуктів і може бути використано у галузях промисловості, що мають цинковмісні відходи у вигляді сольових розчинів.

Відомий спосіб переробки цинковмісних відходів шляхом обпалення попередньо гранульованої сировини у шахтній печі при 1200°C з наступним окисленням утворившихся парів цинку повітрям, що подається зі швидкістю 30-50м/с і при температурі 65-700°C.

2) Спосіб отримання цинк оксиду з виробничих відходів, що включає попередню обробку відходів, відділення осаду домішок, осадження з розчину содою основного цинк карбонату [2].

Його пропалювання при температурі 600-700°C відрізняється тим, що з метою покращення умов праці і спрощення технології, попередню обробку відходів здійснюють їдким лугом до рН 10-12 з одночасною подачею повітря, і перед осадженням основного цинк карбонату розчин підкислюють до рН 5,5-6,0.

3) Спосіб витягнення цинку з матеріалів, що містять оксиди заліза та цинку [3].

Спосіб витягнення цинку з матеріалів, що містять оксиди заліза і цинку, що включає змішування сировини з твердим відновником, завантаження шихти зверху, нагрівання стовпа шихти у вертикальній печі до температури 900-1100°C, відновлення, сублимацію цинку, відвід продуктивних газів, охолодження газу і уловлювання з нього цинку, який відрізняється тим, що

твердий відновник вводять у шахту в кількості, що дорівнює стехіометрично необхідній для відновлення вищих оксидів заліза до монооксиду. Нагрівання стовпа шихти здійснюють знизу за рахунок тепла, що генерується шаром кускового відновника теплогенератора, розігрітого до температури 1377-1527°C, а полошкинові гази і сублимації цинку відводять з печі роздільно, при цьому сублимації цинку відводять нижче верхнього рівня шару теплогенератора.

4) Спосіб видалення цинку з залізовмісних шламів [4].

Спосіб видалення цинку з залізовмісних шламів, що включає послідовно чередуючі і зв'язані між собою в зворотному циклі процеси шлакоутворення, перекачці шламових вод і пульпи, скальпування з частити шламу поверхневого цинковмісного шару, освітлення шламових вод, освітлення освітленої води і подачі її у виробництво, згущення пульпи, зневоднення і транспортування шламу, що відрізняється тим, що у зворотному циклі додатково здійснюють класифікацію у гідроциклонах згущеного, пройшовшого скальпування шламу, коагулювання дрібнодисперсних цинковмісних часток шламу верхнього зливу гідроциклонів освітленої води від згущувачів першого ступеню і фільтрату від зневоднюючих приладів, а також згущення цинковмісного шламу від верхнього зливу гідроциклонів, освітленої води від згущувачів першого ступеню і фільтрату від зневоднюючих приладів, роздільне зневоднення і вивід залізовмісних і цинковмісних шламів.

5) Спосіб переробки цинковмісних відходів металургійного виробництва [5].

Спосіб переробки цинковмісних продуктів металургійного виробництва, що включає змішування відходів металургійного виробництва з вуглецевим відновником, грануляцію отриманої шихти, сушіння і високотемпературну обробку гранул у випалювальній печі, уловлювання перегонів цинку шляхом відводу основного обсягу пилогазової суміші з холодного кінця випалювальної печі, який відрізняється тим, що відведена з холодного кінця

випалювальної печі пилогазову суміш просмоктують через шар вуглецевого відновника, нагрітого до температури 910-1100°C, і направляють у газоочистку на уловлювання перегонів цинку.

6) Спосіб перероблення відходів мідно-цинкових сплавів [6].

Спосіб перероблення відходів мідно-цинкових сплавів, що включає електроліз у кислому сульфатному електроліті з анодним розчиненням сплаву і катодним осадженням міді, який відрізняється тим, що електроліз проводять у режимі імпульсного струму.

7) Спосіб селективного вилучення цинку і міді з піритного огарку [7].

Спосіб селективного вилучення цинку і міді з піритного огарку відноситься до металургії кольорових металів і може бути використано для селективного вилучення цинку і міді з піритного огарку. Цинк і мідь вилучають з піритного огарку двостадійним вилуговуванням водоаміачним розчином у присутності на 1-ій стадії речовин, що містять сульфід-іон. В якості речовини, що містить сульфід-іон, використовують сірчаний колчедан, який вводять у кількості 1,0-4,0% від маси огарку. На першій стадії вилуговування цинку ведуть розчином амоній хлоридом у аміачній воді при відношенні аміаку до амоній хлориду 6,7-10,0%. На другій стадії вилуговування ведуть 10,0-13,0%-ним розчином аміак хлориду з вмістом 1,0-1,7% амоній хлориду.

8) Спосіб отримання цинк оксиду з виробничих відходів [8].

Спосіб включає вилуговування цинковмісних матеріалів розчинами гідроксидів лужних металів, фільтрування, розкладання цинкатного розчину, відділення осаду цинк оксиду з наступною його сушкою, відрізняється ти, що з метою зменшення витрат, спрощення процесу і ліквідацію втрат цинку з фільтратом після осадження, розкладання цинкатного розчину ведуть соляною чи сірчаною кислотою до рН 7,5-9,0.

9) Технологія, яка була запропонована для переробки шламів „Хімволокно”, відрізняється простотою апаратурного оформлення технологічного процесу, забезпечує достатній економічний ефект від запровадження даної технології у виробництві [9].

Дана технологія полягає в попередній обробці шламу лужним розчином до підвищення рН > 13 і одержання пульпи з співвідношенням р:Т=10:1. Віджятий і осушений осад до вологості 15% надходить до місць зберігання, а із розчину регенерується цинковий купорос $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$.

ВИСНОВКИ до розділу 1

1. Існують технології переробки цинквмісних шламів, які не можуть бути використані для переробки шламів ЧНО «Хімволокно» через те, що на стадії осадження іона Zn^{2+} були використані в якості реагентів вапняні розчини.
2. Для утилізації цинка вирішено використовувати лужно-кислотний спосіб витягу цинку із шламів.

РОЗДІЛ 2

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

2.1 Методи аналізів.

2.1.1 Вилуговування цинковмісного шламу.

Для вилуговування цинковмісного шламу зважуємо наважку шламу. У конічну колбу на 250 см³ заливаємо натрій гідроксиду NaOH (C_{NaOH} = 20%) у кількості наважка шламу : гідроксид натрію = 1 : 3, і ставлять на водяну баню до досягнення температури 90°C. Потім натрій гідроксид переливають у колбу з шламом і ставиться на водяну баню, де проходить вилуговування протягом 10 хв. Після цього суспензія охолоджується.

2.1.2 Метод потенціометричного титрування.

Потенціометричне титрування застосовуємо для осадження цинк гідроксиду з розчину вилуговування. Для цього у розчин вилуговування занурюємо електроди рН метру, мішалку і титруємо сірчаною кислотою H₂SO₄ (C_{H₂SO₄} = 20%). Титрування проводимо до рН=9, оскільки при даному значенні рН відбувається найбільш повне осадження цинк гідроксиду.

2.1.3 Комплексометричний аналіз на Zn²⁺.

Берем 1 см³ досліджуваного розчину, переносимо у конічну колбу на 250 см³, доводимо H₂O (бід) до 100 см³, додаємо 5 мл аміачно-буферного розчину і індикатор еріохром чорний сухий. Титруємо сантинормальним розчином трилону Б (0,001н).

Розраховуємо концентрацію за формулою:

$$Zn^{2+} = \frac{V \cdot 0.0006538 \cdot K}{m}, \quad (2.1)$$

де V - об'єм трилону Б, що пішов на титрування, мг;

m - маса наважки, г;

K – коефіцієнт трилону Б.

Поправочний коефіцієнт трилону Б визначаємо за методикою. В конічну колбу вносимо $20 \text{ см}^3 0,01 \text{н ZnSO}_4$ доводять до $100 \text{ см}^3 \text{H}_2\text{O}$ (бід) і додають 10 см^3 аміачно-буферного розчину і сухий індикатор еріохром чорний. Титрують трилоном Б до переходу з винно червоного у синій. Коефіцієнт визначаємо по формулі:

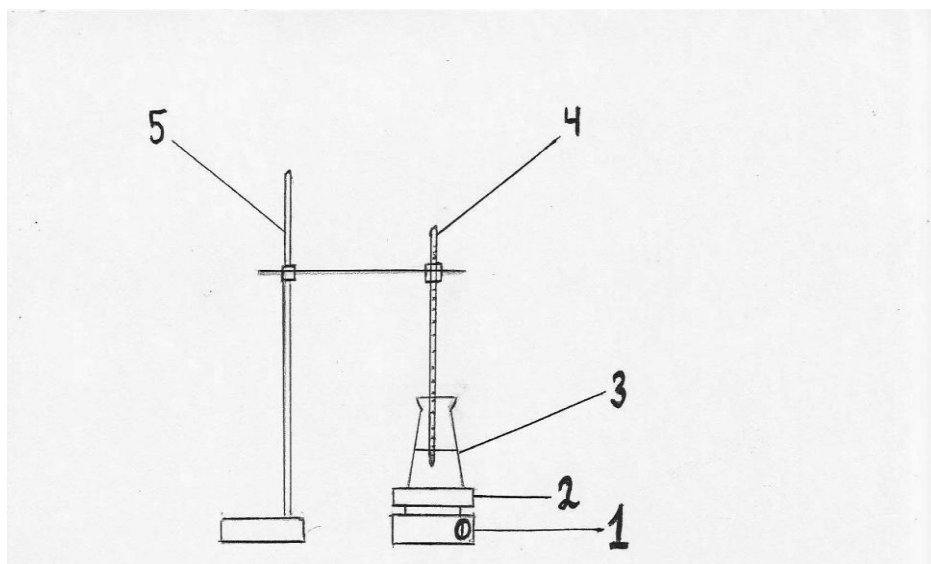
$$K = \frac{20}{V} \quad (2.2)$$

2.1.4 Метод одержання цинк сульфату ZnSO_4 .

Гідроксид цинку вносимо у фарфорову чашку і заливаємо сірчаною кислотою H_2SO_4 ($C_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 20\%$) до повного розчинення. Після розчинення одержаний розчин цинк сульфату ставимо на випарювання.

2.2 Опис експериментальної установки.

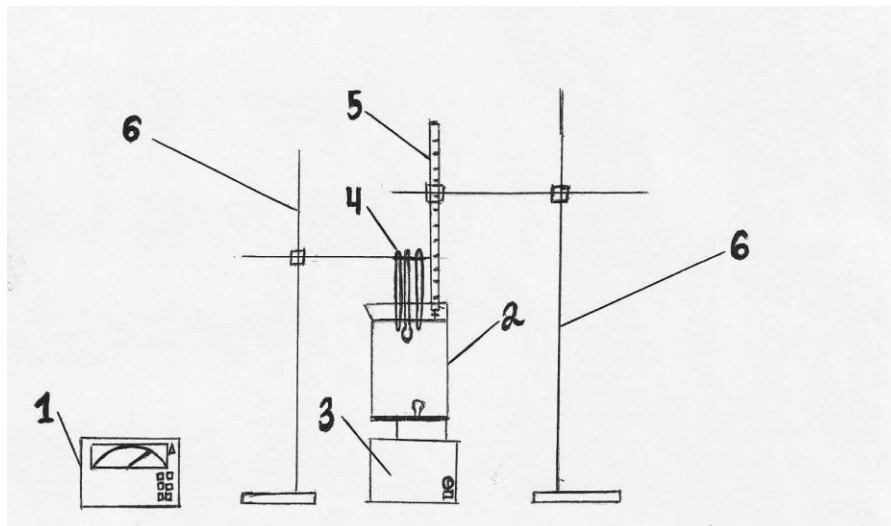
Для процесу вилуговування застосовуємо установку зображену на рисунку 2.1, яка складається з електроплитки (1), водяної бані (2), конічної колби (3), термометра (4) і штативу (5).



1 – електроплитка; 2 – водяна баня; 3 – конічна колба;
4 – термометр; 5 – штатив

Рисунок 2.1 Установа для вилуговування.

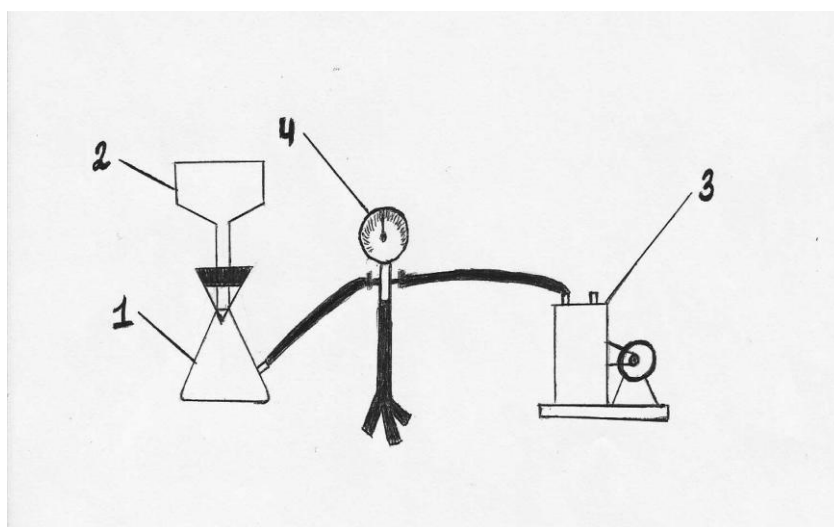
Для осадження цинк гідроксиду з розчину вилуговування застосовуємо установку зображену на рисунку 2.2, яка складається з рН метру (1), склянки з розчином (2), магнітної мішалки (3), електродів (4), бюретки (5) і штативу (6).



1 – рН метр; 2 – склянка з розчином; 3 – магнітна мішалка; 4 – електроди; 5 – бюретка; 6 – штатив.

Рисунок 2.2 Установа для осадження розчину вилуговування.

Для фільтрування осадженого цинк гідроксиду використовуємо установку зображену на рисунку 2.3, яка складається з колби Бюхнера (1) і воронки Бунзена (2), вакуум-насосу (3) і манометру (4).



1 – колба Бюхнера; 2 – воронка Бунзена; 3 – вакуум-насос; 4 – манометр.

Рисунок 2.3 Установа для фільтрування.

2.3 Результати експериментів

Визначення залежності ступеню розчинення цинковмісного шламу від температури.

Проведення аналізу здійснюємо за методикою вказаною у пункті 2.1.

Беремо цинковмісний шлам, усереднюємо його і перетираємо. Потім висушуємо. З висушеного шламу беремо наважку масою 10 г.

У колбу наливаємо 30 мл NaOH концентрацією 20%. Колбу ставимо на водяну баню і нагріваємо до необхідної температури. Потім засипаємо у колбу зважений шлам і проводимо вилуговування протягом 10 хв. Після цього отриману суспензію фільтруємо.

Проводимо дослідження ступеню вилуговування у межах температур 293°К - 363°К з кроком у 10К. Результати експериментів заносимо у таблицю 2.1.

Таблиця 2.1

Розрахунок ступеню розчинення цинковмісного шламу

Температура, К	Маса осаду			Ступінь розчинення			Середнє
	1	2	3	1	2	3	
293	8,5614	8,62345	8,6797	0,14386	0,137655	0,13203	0,138
303	8,7081	8,7383	8,50865	0,12916	0,12617	0,14914	0,135
313	8,51105	8,4086	8,381	0,1489	0,15914	0,1619	0,157
323	8,3619	8,476	8,3814	0,16381	0,1524	0,14564	0,154
333	8,7386	8,4428	8,5436	0,12614	0,15572	0,1268	0,136
343	8,34155	8,3235	8,732	0,16585	0,167465	0,1617	0,166
353	8,338	8,3491	8,33835	0,1662	0,16509	0,17582	0,169
363	8,15045	8,1464	8,33695	0,18496	0,18536	0,16631	0,179

Проводимо рентгеноструктурний аналіз шламу.

Для цього вибираємо 4 проби, розчиняємо їх у 40 мл 20%-ної азотної кислоти HNO_3 : 10 мл 65%-ної азотної кислоти HNO_3 .

Проба №1 – шлам початковий усереднений висушений $m_{\text{нав}} = 5,0243$ г.

Проба №2 – шлам після вилуговування при 20°C $m_{\text{нав}} = 5,0184$ г.

Проба №3 – шлам після вилуговування при 50°C $m_{\text{нав}} = 5,0168$ г.

Проба №4 – шлам після вилуговування при 90°C $m_{\text{нав}} = 5,0628$ г.

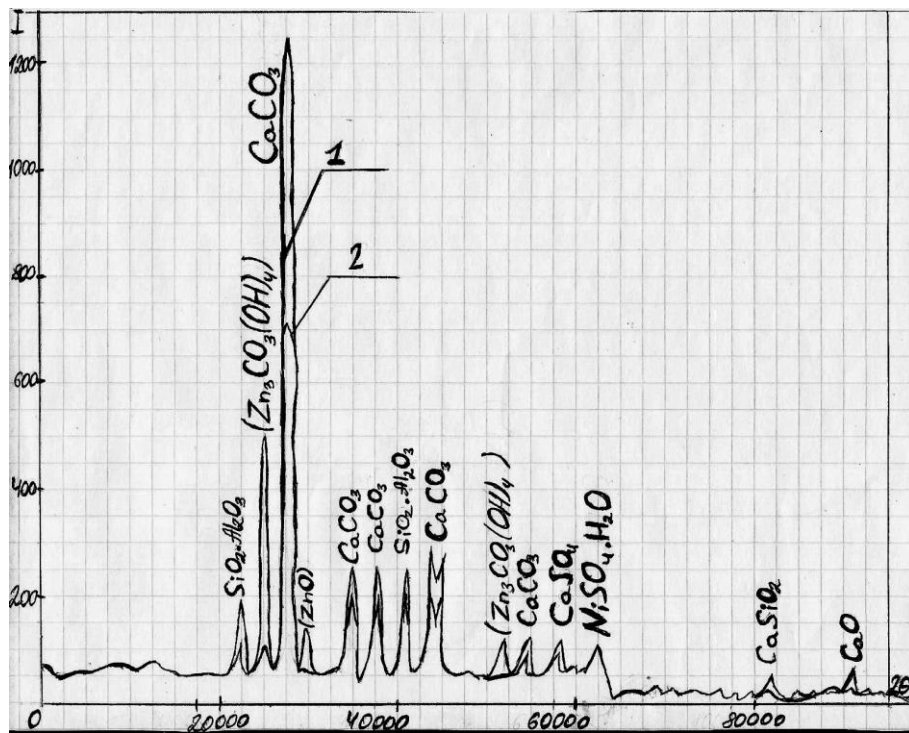
Результати аналізу заносимо у таблицю 2.2.

Таблиця 2.2

Результати рентгеноструктурного аналізу шламу на вміст цинку

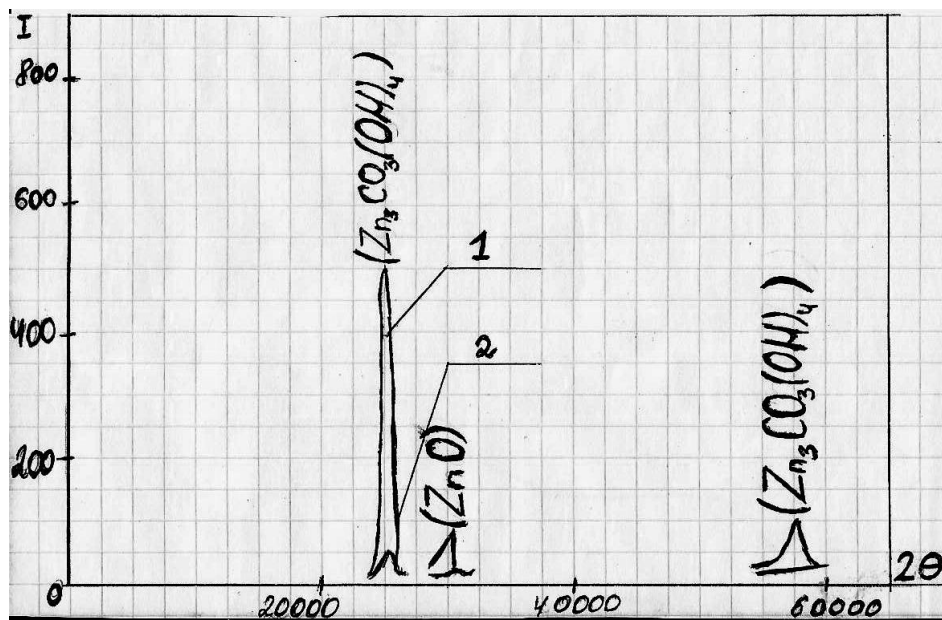
№ проби	Вміст хімічних елементів, мг/л	
	Zn^{2+}	Fe^{3+}
1	1,05	0,11
2	0,88	0,11
3	0,65	0,12
4	0,51	0,11

Для остаточного з'ясування впливу технологічних параметрів на ступінь вилучення цинку з відходів визначено фазовий склад зразку до і після вилуговування. Фазовий склад визначено методом дифрактометричного аналізу на приладі ДРОН-3М, для аналізу застосувалась трубка з мідним анодом, зйомка проводилась в інтервалі кутів $2\theta = 15\text{--}120^\circ$, швидкість обертання зразку $0,01$ град/с. Ідентифікацію зроблено за стандартними картками бази даних. Як видно з рис 2.4 піки, що ідентифіковано як сполуки ZnO та $\text{Zn}_3\text{CO}_3(\text{OH})_4$ після проведення процесу зникли, перейшовши в рідку фазу у вигляді розчинного цинковмісного комплексу.



1 – зразок шламу початкового складу, 2 – зразок шламу після однократного процесу оброблення розчином лугу NaOH.

Рисунок 2.4 Фрагмент дифрактограми шламу на основі сполук кальцію



1 – зразок початкового шламу, 2 – зразок після процесу оброблення лугом NaOH.

Рисунок 2.5 Фрагмент дифрактограми шламу

Отже, рис.2.5 підтверджує, що після процесу сполуки цинку перейшли в рідку фазу у вигляді розчинного цинковмісного комплексу.

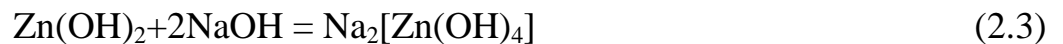
2.4 Матеріальний баланс стадій процесу

Для побудови матеріального балансу проводили ряд дослідів. За наступною схемою пропонується два матеріальних балансів переробки цинковмісного шламу.

Переробку цинковмісного шламу здійснюємо лужно-кислотним способом у 7 стадій.

Дослід №1

I стадія. Підвищення рН від 8-9 до 12.



Проведення вилуговування шламу (I стадія).

Для процесу вилуговування беремо наважку усередненого висушеного шламу масою 100 г і переносимо її у конічну колбу на 250 см³. У колбу наливаємо 300 мл NaOH концентрацією 20%. Колбу ставимо на водяну баню і нагріваємо до необхідної температури (90°C). Потім переливаємо луг у колбу з шламом, ставимо на водяну баню і проводимо процес вилуговування протягом 10 хв.

II стадія. Віджим і відмивка осаду.

Відмивка осаду (II стадія).

Отриманий розчин відділяємо від шламу декантацією. Об'єм декантованого розчину V=197мл. Відділений шлам промиваємо бідистилатом у кількості V=200 мл і знову проводимо декантацію. Об'єм декантованого розчину після промивання дорівнює 180 мл.

Шлам знову промиваємо бідистилатом у кількості V=200мл і направляємо на фільтрування. Внаслідок фільтрування виділилось V=326мл фільтрату. Відфільтрований шлам висушуємо і зважуємо. Маса шламу $m_{\text{шл}} = 89,5$ г.

Визначення вмісту цинку у розчинах вилуговування. Цинк у розчинах вилуговування визначаємо за методикою, вказаною у п. 2.1.

Визначаємо вміст цинку у розчині вилуговування. На титрування розчину витратилось $V=9,4$ мл трилону Б, тоді:

$$\text{Zn}^{2+} = \frac{9,4 \cdot 0,0006538 \cdot 0,965}{1} = 0,00593 \text{ мг/мл.}$$

На титрування розчину після 1-го промивання було витрачено $V=5$ мл трилону Б. Тоді вміст цинку у цій пробі дорівнює:

$$\text{Zn}^{2+} = \frac{5 \cdot 0,0006538 \cdot 0,965}{1} = 0,003155 \text{ мг/мл.}$$

На титрування розчину після фільтрування пішло $V=2,9$ мл трилону Б, тоді вміст цинку у даній пробі складає:

$$\text{Zn}^{2+} = \frac{2,9 \cdot 0,0006538 \cdot 0,965}{1} = 0,0018296 \text{ мг/мл.}$$

Змішуємо розчини і визначаємо концентрацію утвореного розчину. На титрування розчину витрачено $V=5,4$ мл трилону Б, вміст цинку в даному розчині складає:

$$\text{Zn}^{2+} = \frac{5,4 \cdot 0,0006538 \cdot 0,965}{1} = 0,00341 \text{ мг/мл.}$$

III стадія. Транспортування суспензії $\text{Zn}(\text{OH})_2$ ($\text{pH}=12$).

IV стадія. Зниження pH від 12 до 9 – випадання осаду $\text{Zn}(\text{OH})_2$.



Осадження гідроксиду цинку (IV стадія).

Осадження гідроксиду цинку проводимо сульфатною кислотою. Для цього використовуємо потенціометричне титрування, методика проведення якого вказана у п.2.1. Одержані результати заносимо у таблицю 2.3.

Проведення осадження цинк гідроксиду сірчаною кислотою.

Об'єм H_2SO_4 ($C=20\%$), що пішов на титрування, мл	Час титрування, τ	pH розчину
0	0	12,05
40	16хв 10с	12,9
80	31хв 10с	13,05
120	45хв 30с	13,1
160	55хв 45с	13,1
200	65хв 40с	13,09
240	72хв 40с	12,75
250	74хв	11,15
260	82хв	9,25
261,1	85хв 30с	9

Одержані результати зображуємо у вигляді графіка на рисунку 2.4.

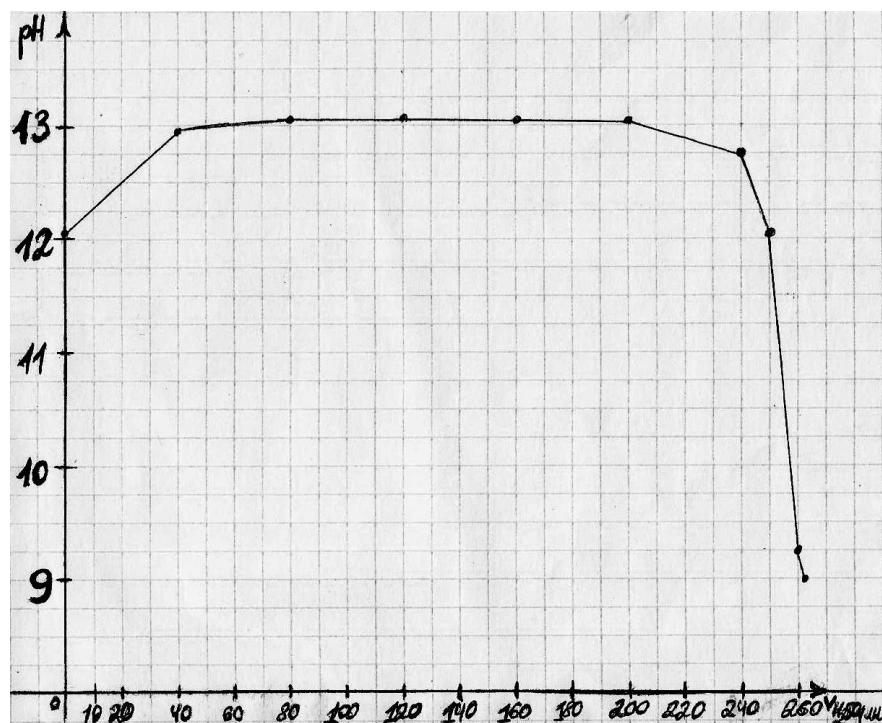


Рисунок 2.6 Залежність pH розчину від кількості осаджувача.

V стадія. Відмивка осаду бідистилатом на фільтрі.

Відмивка осаду на фільтрі (V стадія).

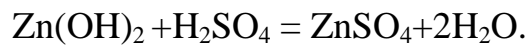
Осаджений цинк гідроксид відфільтровуємо від розчину.

Вимірюємо вміст цинку у розчині після осадження. На титрування пішло 0,7мл трилону Б. Тоді вміст цинку у розчині складає:

$$Zn^{2+} = \frac{0,7 \cdot 0,0006538 \cdot 0,965}{1} = 0,000442 \text{ мг/мл.}$$

Об'єм фільтрату дорівнює $V=840$ мл. Осаджений цинк гідроксид висушуємо. Маса висушеного осаду цинк гідроксиду дорівнює $m = 12,6109$ г.

VI стадія. Зниження рН від 9 до 6



VII стадія. Розчин $ZnSO_4$ на випарювання і перекристалізацію.

VI, VII стадії. Одержання цинк сульфату.

Одержаний цинк гідроксиду розчиняємо у сірчаній кислоті ($C_{H_2SO_4}=20\%$) для переведення його у сульфат. На розчинення $Zn(OH)_2$ було витрачено $V=50$ мл H_2SO_4 . Отриманий розчин випарюємо і висушуємо.

Маса цинк сульфату після сушки складає $m = 18,5051$ г.

Одержані дані використовуємо для побудови матеріального балансу. Результати заносимо у таблицю 2.4.

Таблиця 2.4

Матеріальний баланс переробки цинковмісного шламу

Статті надходжень			Статті витрат		
речовина	маса, г	%	речовина	маса, г	%
1. Наважка шламу	100	7,93	1.Відпрацьований шлам	89,5	7,1
2. Цинк гідроксиду	365,7	29,02	2. Фільтрат розчину осадження	1015,5	80,57
3. Вода на I промивання	200	15,87	3. Цинк сульфат	18,5051	1,47
4. Вода на II промивання	200	15,87	4.Втрати при випаровуванні та сушці	136,849	10,86

Продовж. Табл. 2.4

5. Сірчана кислота на титрування	297,654	23,62			
6. Сірчана кислота на реакцію з $Zn(OH)_2$	57	4,52			
7. Пероксид водню	40	3,17			
Разом	1260,354	100	Разом	1260,354	100

2.5 Аналіз складу готового продукту на ЕМАЛ – 2

Аналіз складу готового продукту досліджували енергомасспектральними методом на приладі ЕМАЛ - 2 та порівнювали на вміст домішок та основних компонентів у цинковому купоросі за ГОСТ 8723–82. Результати ідентифікації компонентів наведено в табл. 2.5.

Таблиця 2.5

Склад готового продукту

Показник	Цинковий купорос, вищий сорт, ГОСТ 8723-82	Одержаний продукт (без перекристалізації)	Одержаний продукт (з перекристалізації)
Зовнішній вигляд	порошок білого кольору	порошок сірого відтінку	порошок білого кольору
Масова доля цинку, %, не менше	39	40,40	40,42
Масова доля хлору, %, не більше	0,3	–	–
Масова доля фтору, %, не більше	0,3	–	–
pH 5% р-ну, не нижче	4	4	4
Масова доля суми важких металів, в тому числі	Не нормується		
Масова доля пльомбуму, %, не більше	0,002	–	–

Продовж. Табл.2.5

Масова доля купруму, %, не більше	0,001	–	–
Масова доля нікелю, %, не більше	0,005	–	–
Масова доля феруму, %, не більше	0,02	0,035	0,03
Масова доля мангану, %, не більше	0,02	0,042	0,04

ВИСНОВКИ до розділу 2

Лужно-кислотний метод дає можливість випаровування продукту високої чистоти цинкового купоросу.

РОЗДІЛ 3

ТЕХНОЛОГІЯ, ЩО ПРОПОНУЄТЬСЯ

Відповідно зі стадіями процесу переробки шламів (див. п.2.4) пропонується наступна технологічна схема.

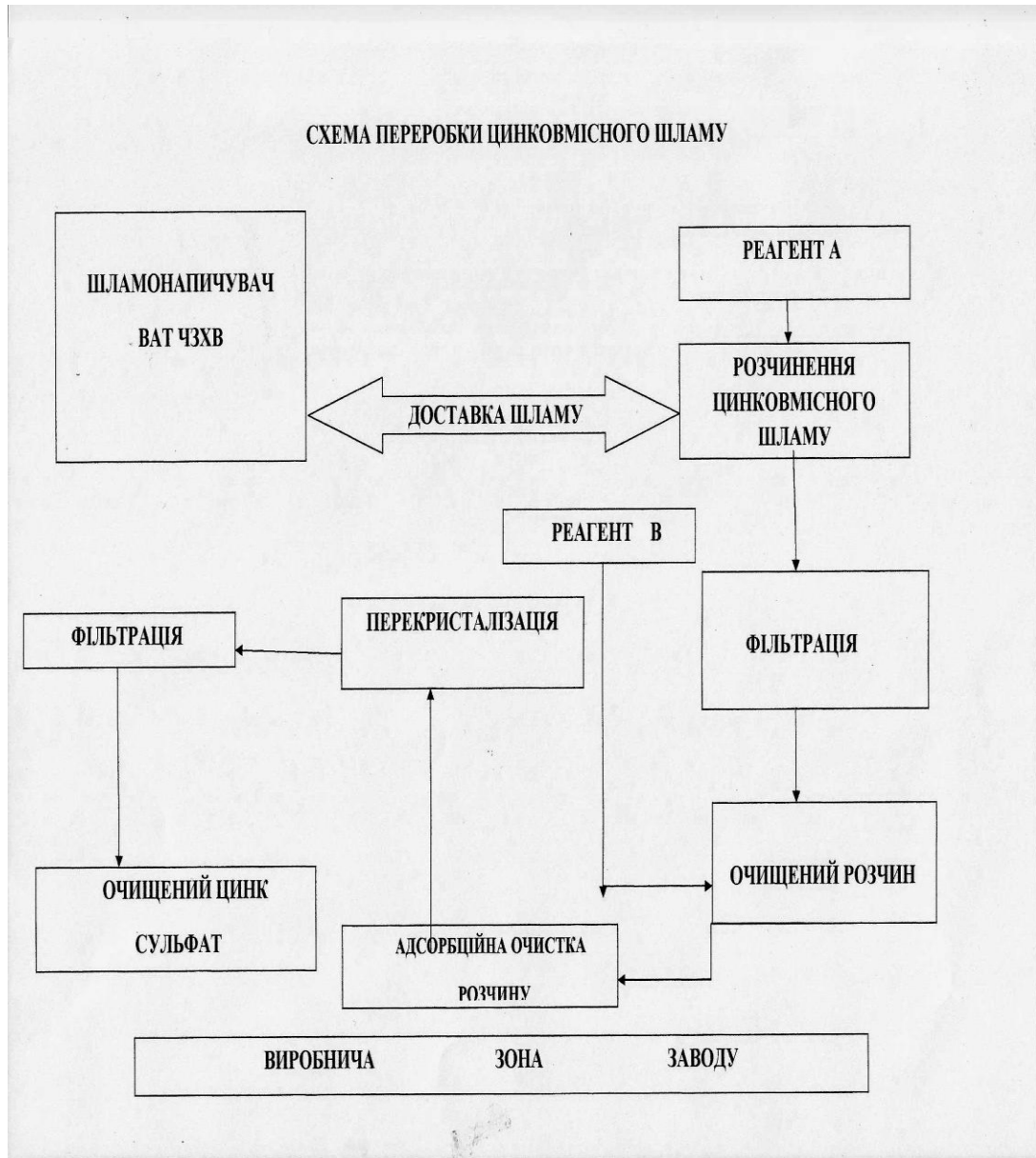


Рисунок 3.1 Схема процесу переробки цинковмісних шламів.

ВИСНОВКИ до розділу 3:

Технологічна схема, що пропонується конструктивна, проста і може бути реалізованою в Черкаському промисловому регіоні.

ВИСНОВКИ

1 В результаті проведеної роботи було досліджено ступінь вилуговування шламу в залежності від температури і визначено, що вилуговування проходить краще з підвищенням температури. Оптимальна температура вилуговування складає 90°C.

2 Було проведено ряд дослідів у відповідності з технологічною схемою переробки цинковмісного шламу, експериментально проведено кожну стадію схеми, що дало змогу побудувати матеріальні баланси процесу.

3 Отримані дані дають змогу продовжувати працю у даному напрямку.

ДОДАТОК А

Дослід №2

Проведення вилуговування шламу (I стадія)

Для проведення вилуговування беремо наважку усередненого висушеного шламу масою 100г і переносимо її у конічну колбу на 250 см³. У іншу колбу наливаємо 300 мл NaOH концентрацією 20%. Колбу ставимо на водяну баню і нагріваємо до необхідної температури (92°C). Потім переливаємо луг у колбу з шламом і ставимо на водяну баню і проводимо вилуговування протягом 10хв.

II стадія – відмивка осаду.

Отриманий розчин відділяємо від шламу декантацією. Об'єм декантованого розчину 181мл. Відділений шлам промиваємо бідистілатом у кількості V=200мл і знову проводимо декантацію.

Об'єм декантованого розчину після промивання дорівнює 144мл.

Шлам знову промиваємо бідистілатом у кількості V=250мл і направляємо на фільтрування.

Внаслідок фільтрування виділилось V = 373мл фільтрату.

Відфільтрований шлам висушуємо і зважуємо. Маса шламу 85г.

Визначення вмісту цинку у розчинах вилуговування.

На титрування розчину вилуговування витратилось V = 13,3мл трилону Б. Тоді вміст цинку у цій пробі дорівнює:

$$\text{Zn}^{2+} = \frac{13,3 \cdot 0,0006538 \cdot 0,965}{1} = 0,0084 \text{ мг/мл.}$$

На титрування розчину після 1-го промивання витратилось V = 6,4мл трилону Б. Тоді вміст цинку у цій пробі дорівнює:

$$\text{Zn}^{2+} = \frac{6,4 \cdot 0,0006538 \cdot 0,965}{1} = 0,00404 \text{ мг/мл.}$$

На титрування розчину після фільтрування пішло 2,3мл трилону Б, тоді вміст цинку у даній пробі складає:

$$\text{Zn}^{2+} = \frac{2,3 \cdot 0,0006538 \cdot 0,965}{1} = 0,00145 \text{ мг/мл.}$$

Змішуємо розчини і визначаємо концентрацію утвореного розчину витрачено $V = 6,5$ мл трилону Б, вміст цинку в даному розрахунку складає:

$$\text{Zn}^{2+} = \frac{6,5 \cdot 0,0006538 \cdot 0,965}{1} = 0,0041 \text{ мг/мл.}$$

Осадження цинк гідроксиду проводимо сірчаною кислотою. Для цього використовуємо потенціометричне титрування, методика проведення якого вказана у п. 2.1. Одержані результати заносимо у таблицю А.1.

Таблиця А.1

Проведення осадження цинк гідроксиду сірчаною кислотою.

Об'єм H_2SO_4 ($C=20\%$), що пішов на титрування, мл	Час титрування, τ	pH розчину
0	0	11,7
50	9хв 10с	12,45
100	19хв	12,8
150	32хв 10с	12,95
200	43хв 40с	13,05
250	55хв 5с	13,1
300	64хв 35с	12,95
310	66хв 40с	12,75
320	68хв 55с	11,45
330	71хв 5с	10,3
338	73хв	9

Одержані результати зображуємо у вигляді графіка.



Рисунок А.1 Залежність рН розчину від кількості осаджувача.

Відмивка осаду на фільтрі (V стадія).

Одержаний цинк гідроксид відфільтровуємо від розчину.

Вимірюємо вміст цинку у розчині після осадження. На титрування пішло 0,7мл трилону Б. Тоді вміст цинку у розчині складає:

$$\underline{Zn^{2+}} = \underline{0,7 \cdot 0,0006538 \cdot 0,965} = 0,000442 \text{ мг/мл.}$$

1

Об'єм фільтрату дорівнює 1150мл. Маса висушеного осаду цинк гідроксиду дорівнює $m = 48\text{г.}$

VI, VII стадії. Одержання цинк сульфату.

Одержаний цинк гідроксид розчиняємо у сірчаній кислоті ($C_{H_2SO_4} = 20\%$) для переведення його у сульфат. На розчинення $Zn(OH)_2$ було витрачено $V = 55$ мл H_2SO_4 . Отриманий розчин випарюємо і висушуємо.

Маса сульфату цинку після сушки складає $m = 20,766$ г.

Одержані дані використовуємо для побудови матеріального балансу. Результати заносимо у таблицю А.2.

Таблиця А.2

Матеріальний баланс переробки цинковмісного шламу.

Статті надходжень			Статті витрат		
речовина	маса, г	%	речовина	маса, г	%
1. Наважка шламу	100	7,32	1. Відпрацьований шлам	85	6,22
2. Цинк гідроксид	365,7	26,76	2. Фільтрат розчину осадження	1150,254	84,16
3. Вода на I промивання	200	14,63	3. Цинк сульфат	20,766	1,52

Продовж табл. 2.6

4. Вода на II промивання	250	18,29	4. Втрати при випаровуванні та сушці	110,7	8,1
5. Сірчана кислота на титрування	385,32	28,19			
6. Сірчана кислота на реакцію з $Zn(OH)_2$	62,7	4,59			
7. Пероксид водню	3	0,22			
Разом	1366,72	100	Разом	1366,72	100