Экспериментально установлено, что при кипячении полученных растворов в течение 5 минут в осадок переходит практически весь ванадий, содержащийся в растворах выщелачивания. Дальнейшее увеличение содержания окислителя в растворе не приводит к росу степени выделения V_2O_5 , а, наоборот, затрудняет извлечение продуктов окисления из растворов.

Использование в качестве окислителя персульфата аммония позволяет снизить температуру выделения соединений ванадия из растворов выщелачивания ванадийсодержащих шламов ТЭС. Установлено, что при использовании $(NH_4)_2S_2O_8$ для полного выделения соединений ванадия окисленные растворы выщелачивания не обязательно кипятить, а можно выдержать при температуре $80-90\,^{\circ}\text{C}$ в термостате в течение 5 минут. Следовательно, поскольку стоимость персульфата аммония и пероксида водорода практически одинакова, то использование персульфата аммония в качестве окислителя является более целесообразным как с точки зрения ресурсосбережения и экологической безопасности, так и экономической эффективности.

Данные рентгенофазового анализа для выделенного термогидролитическим способом в присутствие окислителей осадка свидетельствуют о тома, что пик наибольшей интенсивности ($\Theta = 4,1$) соответствует V_2O_5 с орторомбической кристаллической решеткой и параметрами a = 11,519 A, b = 3,564 A, c = 4,373 A. Пик для $\Theta = 12,1$ соответствует α - модификации.

Из данных дифференциально-термического анализа выделенного V_2O_5 следует, что при его температурной обработке наблюдается несколько стадий разложения, сопровождаемых потерей массы и эндотермическими тепловыми эффектами. Первый эффект с максимумом при температуре 120 °C соответствует удалению физически связанной воды. Потеря массы составляет 9,36 %. Наличие эндоэффекта в области температур 294 – 438 °C связано с потерей кристаллически связанной воды (потеря массы – 10,69 \cdot 10⁻³ %). Наличие двойного эндоэффекта в области температур 438 – 552 °C связано с разложением сульфатов (потеря массы – 4,74 \cdot 10⁻⁵ %). При повышении температуры более 670 °C происходит разложение V_2O_5 .

Таким образом, проведенные исследования показали возможность использования гидрометаллургического способа для переработки ванадийсодержащих шламов ТЭС с использованием на стадии выщелачивания растворов соляной кислоты, содержащей окислители. Выделение ванадийсодержащих продуктов из растворов выщелачивания целесообразно проводить термогидролитическим способом после их предварительного окисления пероксидом водорода или персульфатом аммония. Степень выделения соединений ванадия из золы предложенным способом составляет более $60\,\%$. Содержание ванадия в выделенном из растворов выщелачивания продукте в пересчете на V_2O_5 составляет более $40\,\%$ (мас.).

УДК 621.357.7

Синтез ортованадата вимута в ультразвуковом поле

Студент 4 к. 2 гр. ф-та ИДиП Харитонов Д.С. Научный руководитель — Курило И.И. Белорусский государственный технологический университет г. Минск

В настоящее время активно развивается направление синтеза экологически безопасных антикоррозионных пигментов для лакокрасочной промышленности. Одним из таких пигментов является ортованадат висмута ($BiVO_4$), который может служить качественной заменой желтым пигментам на основе оксидов, хроматов и сульфатов свинца.

В основном безводные ванадаты металлов получают спеканием их оксидов, карбонатов или нитратов с V_2O_5 , что ограничивает возможности управления процессом синтеза, требует высоких энергетических затрат, приводит к образованию побочных токсичных газообразных

продуктов. Для устранения указанных недостатков перспективным является применение сольвотермического метода синтеза ортованадата висмута из водных растворов электролитов, что позволяет управлять свойствами получаемого пигмента за счет варьирования условий синтеза.

Целью данной работы было изучение возможности интенсификации сольвотермического метода синтеза ортованадата висмута в ультразвуковом поле. Синтез ортованадата висмута осуществляли сольвотермическим методом с использованием в качестве прекурсоров водных растворов ортованадата натрия ($pH \approx 13$) и нитрата висмута

 $(pH \approx 1)$ по реакции:

$$Bi(NO_3)_3 + Na_3VO_4 \rightarrow BiVO_4 + 3NaNO_3$$

В процессе синтеза рН поддерживался на уровне 6 и корректировался 1н. раствором гидроксида натрия. Общая продолжительность синтеза без учета времени сушки составила 9 часов.

По данным РФА полученный образец является однофазным и имеет структуру ванадата висмута. Данные сканирующей электронной микроскопии свидетельствуют о том, что сформированный предложенным методом пигмент характеризуется низкой степенью полидисперсности и состоит из сферических частиц. Исследование дисперсности полученного пигмента проводилось на лазерном микроанализаторе размеров частиц Analysette 22. Полученные данные показывают, что общий размер частиц составляет от 0,1 до 7 мкм. Основной фракцией являются частицы размером от 0,1 до 2 мкм (56,91 %). Изучение физико-химических свойств синтезированного пигмента показало, что значение рН 10 %-ной водной суспензии $\rm BiVO_4$ близко к нейтральной. Истинная плотность порошка $\rm BiVO_4$, установленная пикнометрическим методом, составляет 6720 кг/м³. Маслоёмкость полученного образца сравнима с маслоёмкостью высокоосновных хроматов цинка (30 – 35 г/100 г пигмента). Маслоёмкость II рода равна 56 г/100 г пигмента.

Для интенсификации процесса синтеза ортованадата висмута проводили ультразвуковую обработку водной суспензии ортованадата висмута, полученной при сливании прекурсоров, в ультразвуковой установке с пьезоэлектрическим излучателем ИЛ 100–6/1 при частоте колебаний 22 кГц. Время обработки составляло 7 минут. В результате был получен пигмент с размером частиц от 0,1 до 70 мкм. Основными фракциями являются частицы размером от 0,1 до 1 мкм (42,71 %) и от 20 до 50 мкм (48,44 %). Установлено, что маслоёмкость I и II рода на 73 – 40 %, а истинная плотность на 10 % меньше соответствующих характеристик для пигментов, полученных в отсутствии УЗ обработки. В полученном пигменте преобладает ярко-желтый цвет, он характеризуется высокой насыщенностью и красящей силой.

Таким образом, проведенные исследования показали, что использование ультразвука позволяет в пять раз интенсифицировать процесс сольвотермического синтеза ортованадата висмута. В результате синтеза получен желтый порошок с размерными и физико-химическими свойствами, отвечающими требованиям, предъявляемым к пигментам, применяемым в лакокрасочной промышленности.

УДК 628.349: 66. 081.3

Сорбенты на основе целюлозосодержащих материалов

Студент IV курса, ИДиП-2 Хваль А.С. Научный руководитель – Хмылко Л.И. Белорусский государственный технологический университет г.Минск