

проведении потенциметрических определений осуществлялось перемешивание исследуемых растворов с помощью магнитной мешалки.

Нами были определены нижний (НПрО) и верхний (ВПрО) пределы обнаружения, рассчитаны коэффициенты потенциметрической селективности и крутизна электродной функции при концентрации фонового электролита NaF в диапазоне 0,1–0,5 моль/дм³, NaCl – 0,1–1 моль/дм³ и Na₂SO₄ – 0,1–0,5 моль/дм³. Определение параметров градуировочных зависимостей осуществлялось при рI от 1 до 7.

Установлено, что диапазон выполнения линейной функции находится в интервале рI 2–6, при этом величина коэффициента смешанной корреляции находится в пределах 0,96–0,99, а погрешность градуировочного графика, рассчитанная на основании дисперсий коэффициентов регрессионного уравнения, составляет до 5%. Проверка значимости коэффициентов регрессионных уравнений на основании t-критерия Стьюдента свидетельствует о том, что при доверительном уровне вероятности 95% коэффициенты являются значимыми.

В изученном диапазоне концентраций фонового раствора коэффициент потенциметрической селективности наибольшее значение составлял в 0,5 моль/дм³ растворе Na₂SO₄, а наименьшее – в 0,25 моль/дм³ NaF. Значение НПрО минимально в 0,1 моль/дм³ растворе NaCl и 0,25 моль/дм³ NaF и максимально для 0,5 моль/дм³ раствора Na₂SO₄. Значение ВПрО имело наибольшую величину для 0,25 моль/дм³ NaCl, для всех остальных растворов находилось примерно на одинаковом уровне. Крутизна наклона линейного участка зависимости потенциала от рI имела величину до 100 мВ/рI.

На основании полученных данных оценена возможность селективного определения йодидов в растворах, содержащих значительный избыток фторид-, хлорид- и сульфат-ионов и предложена методика потенциметрического определения йодидов. В указанных условиях определение йодидов методом прямой потенциметрии возможно при концентрациях до 10⁻⁶ моль/дм³ с достаточно высокой точностью и экспрессностью.

УДК 541.138:669.691

Гидрометаллургический способ переработки отработанного ванадиевого катализатора

Студент гр.14 Осирко О.В.

Научные руководители – Орехова С.Е., Курило И.И.

Белорусский государственный технологический университет
г. Минск

Ванадий и его соединения находят широкое применение в металлургии, в химической, радиоэлектронной, лакокрасочной, текстильной, керамической промышленности. В Республике Беларусь собственных месторождений ванадийсодержащих руд нет, а спрос на ванадиевую продукцию постоянно растёт. Поэтому перспективным и доступным ванадиевым сырьем являются вторичные ресурсы, в частности отходы сжигания мазутов на теплоэлектростанциях и отработанные ванадиевые катализаторы (ОВК) сернокислотного производства. Содержание ванадия в ОВК в пересчете на V₂O₅ в среднем составляет 5–10 %. Для этого вида сырья не требуются затраты на добычу и обогащение, что необходимо при переработке минерального сырья.

Состав ОВК зависит от многих факторов: типа использованного катализатора; состава перерабатываемого сырья; качества газоочистки; места и длительности пребывания в контактном аппарате; длительности и условий хранения после выгрузки

из контактного аппарата. В промышленной практике извлечение редких металлов из ОВК осуществляют как пирометаллургическими (обжиг, хлорирование), так и гидрометаллургическими способами (выщелачивание, химическое осаждение, экстракция) в различных сочетаниях.

Пирометаллургические методы имеют ряд недостатков, таких как энерго- и материалоемкость процессов, использование высоких температур и давлений, сложность аппаратного оформления, однократное использование крайне агрессивных реагентов-окислителей (например, Cl_2), выброс в атмосферу значительного количества токсичных обжиговых газов.

Более перспективными являются гидрометаллургические методы, сущность которых состоит в обработке дезактивированной контактной массы водными растворами кислот, щелочей и солей. Дальнейшая обработка растворов выщелачивания различными химическими и физико-химическими методами имеет своей целью выделение основных компонентов ОВК, либо получение сырья для синтеза ОВК. Применение гидрометаллургического метода позволяет предотвратить образование токсичных газообразных веществ и многократно использовать доступные, экологически безопасные рабочие растворы.

Целью работы было исследование возможности использования гидролитического метода для переработки ОВК типа сульфованадата на силикагеле, применяемых на предприятиях Республики Беларусь.

Методом электронной сканирующей микроскопии установлено, что в пересчете на оксиды усредненный химический состав ОВК, используемого на ОАО «Гродно Азот», выражается следующим образом, масс. %: SiO_2 – 40,43; SO_3 – 25,47; K_2O – 10,95; V_2O_5 – 7,49; Na_2O – 2,71; FeO – 0,74; ZnO – 0,68; Al_2O_3 – 0,64; CuO – 0,41; CaO – 0,17; остальное – С. Рентгенофазовый анализ показал, что в состав ОВК входят: α -кварц, а также сульфаты, полисульфататы и ванадаты металлов. Частично восстановленный ванадий находится в виде сульфата ванадила VOSO_4 . Проведенные исследования показали, что в состав ОВК входят соединения, сильно различающиеся по своей растворимости в воде. Это позволяет считать целесообразным использование на стадии выщелачивания ванадийсодержащих компонентов из ОВК водных растворов.

Для оптимизации стадии выщелачивания были изучены особенности процесса растворения V_2O_5 и ОВК в воде.

Определение растворимости V_2O_5 марки х.ч. в воде показало, что при температуре 20°C его содержание в насыщенном растворе составляет 0,2 г/л, $\text{pH} = 2,8$. При увеличении температуры от 20 до 90°C содержание оксида в растворе возрастает в 4 раза и составляет 0,81 г/л. Дальнейшее повышение температуры приводит к усилению процессов гидролиза, что приводит к снижению содержания V_2O_5 в растворе и образованию осадка.

Установлено, что растворимость ОВК в воде при соотношении твердой и жидкой фаз Т:Ж = 1:200 составляет 2,5–3,0 г/л при 20°C (pH раствора равен 1,37) и 2,8–3,1 г/л при 90°C . При изменении соотношения Т:Ж = 1:100 растворимость при 20°C соответственно увеличивается вдвое и составляет 4,03–4,20 г/л. При увеличении температуры общая растворимость ОВК менялась незначительно и находилась в интервале 45–60%. Степень извлечения ванадия при этом составляла 80–95% и соответствовала степени технологического вскрытия катализатора. Полученные закономерности можно объяснить тем, что при таком соотношении Т:Ж даже при 20°C в раствор переходят практически все растворимые компоненты ОВК. Основными компонентами твердого остатка после растворения является нерастворимый в воде и растворах серной кислоты SiO_2 .

Высокая растворимость ОВК в воде, по сравнению с V_2O_5 , объясняется, с одной стороны, наличием в составе ОВК хорошо растворимых соединений, в частности, сульфатов и полисульфатов натрия, калия, и других металлов, обнаруженных в составе

ОВК методом электронной сканирующей микроскопии. С другой стороны, наличие в катализаторе дисульфатов приводит к образованию в водном растворе серной кислоты, присутствие которой способствует переходу в раствор, как сульфата ванадила так и V_2O_5 . Увеличение растворимости соединений ванадия в водных растворах выщелачивания также можно объяснить наличием в составе ОВК значительных количеств SO_2 , адсорбированных на поверхности катализатора. Оксид серы (IV) является восстановителем и способствует образованию в растворах выщелачивания более низких валентных форм ванадия, обладающих значительно большей растворимостью в исследуемых средах.

С целью определения минимального объема растворителя, при котором достигается наиболее рациональное соотношение «водопотребление – извлечение V_2O_5 », была изучена растворимость и при различных соотношениях твердой и жидкой фаз (Т:Ж). Результаты исследований показали, что изменение соотношения Т:Ж значительно влияет на растворимость только в интервале 1:1 – 1:5. При дальнейшем увеличении объема воды растворимость возрастает незначительно. Так, с увеличением соотношения Т:Ж в 10 раз от 1:5 до 1:50 растворимость увеличивается только на 10%. То же наблюдается и при дальнейшем увеличении соотношения Т:Ж. При соотношениях от 1:200 до 1:1000 растворимость практически не меняется и находится в интервале $54,5 \pm 0,2\%$.

Таким образом, проведенные исследования показали перспективность использования гидрометаллургического метода переработки ОВК типа сульфованадата на силикагеле, которые используются на предприятиях Республики Беларусь. Процесс выщелачивания ванадийсодержащих компонентов из ОВК целесообразно проводить в воде при соотношении твердой и жидкой фаз 1:5 – 1:6 и температуре 20–60°C.

УДК 666.295.4: 666.75

Цветные полуфриттованные глазури для декорирования плиток для полов

Студентки гр. 5–9 Останина М.А., гр. 4–9 Шиманская А.Н.
Научный руководитель – Левицкий И.А.
Белорусский государственный технологический университет
г. Минск

Целью данной работы является синтез составов сырьевых композиций для получения полуфриттованных матовых цветных покрытий.

Задачей настоящего исследования являлось проведение структурно-управляемого синтеза износостойких покрытий, обеспечивающего в процессе обжига формирование максимального количества кристаллических фаз, высокую износоустойчивость, требуемую бархатисто-матовую фактуру. Одновременно решалась задача снижения количества фритты при рациональном сочетании ее с другими составляющими глазурной композиции. Обжиг проводился по температурно-временным режимам, существующим на производстве.

Синтез полуфриттованных глазурей осуществлялся на основе отходов магнитного обогащения железистых кварцитов Околовского месторождения Беларуси, которые по минералогическому составу представлены гнейсами, амфиболами, кварцитами и другими породами и минералами. Содержание основных оксидов в составе отходов составляет, мас. %: SiO_2 55,95–61,05; Al_2O_3 5,99–6,09; Fe_2O_3 2,41–3,99; FeO 14,72–18,22; MnO 0,25–0,40; CaO 6,34–7,12; MgO 4,28–5,12. Суммарное количество оксидов K_2O , Na_2O , TiO_2 , P_2O_5 и SO_3 – 2,5–3,5 мас. %.

Сырьевая композиция для получения цветных полуфриттованных глазурей включала, мас. %: отходы обогащения железистых кварцитов – 40–48, доломит марки А