

Т.В. Перекупко, О.Б. Горностай\*

Національний університет "Львівська політехніка",

кафедра хімії і технології неорганічних речовин,

\* Львівський державний університет безпеки життєдіяльності

## ОДЕРЖАННЯ КОНДИЦІЙНОГО МАГНІЮ ОКСИДУ В ПРОЦЕСІ КОНТАКТНОГО ОСАДЖЕННЯ НІКЕЛЮ З РОЗЧИНІВ НІКОЛУ (ІІ) СУЛЬФАТУ МАГНІЄМ

© Перекупко Т.В., Горностай О.Б., 2010

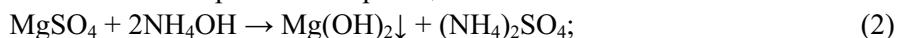
**Досліджено процес промивання осаду магнію гідроксиду, одержаного як побічний продукт контактного осадження нікелю з розчинів ніколу (ІІ) сульфату магнієм. Показано, що ефективність репульпаційного промивання осаду від амонію, магнію і ніколу (ІІ) сульфатів у слабкій 2 %-й аміачній воді значно підвищується порівняно з чистою водою. Для одержання магнію оксиду, який відповідає вимогам чинних стандартів, масове співвідношення між вологим осадом і промивним розчином повинно становити 1:3, а необхідна для цього кількість стадій промивання дорівнює трьом.**

**The process of washing operation of magnesium hydrate sediment, obtained as a by-product of the nickel contact precipitation from nickel sulfate solutions by magnesium, was investigated. It is shown that efficiency of the repulp washing of sediment from the ammonium, magnesium and nickel sulfates in weak two-perent ammoniac liquid considerably rises than it is in clean water. For the obtaining of magnesium oxide, which responds to demands of operating standards, mass correlation between wet sediment and washing solution equals 1:3, and the number of the stages of washing is needed for this purpose is three.**

У процесі контактного осадження нікелю з аміачних розчинів ніколу (ІІ) сульфату на магнії [1]



внаслідок перебігу побічних хімічних та електрохімічних реакцій:



в тверду фазу виділяється магнію гідроксид, прожарюванням якого можна одержати магнію оксид. Залежно від температури прожарювання одержують різні за фізико-хімічними властивостями продукти. Прожарювання за температури не вище 773 К дає змогу одержати легкі сорти магнію оксиду, який називають ще паленою магнезією або магнезією уста. Цей продукт має низьку насипну густину, високу активність і через це його використовують як наповнювач та посилювач властивостей гуми і каучуку в гумовотехнічній промисловості для виготовлення високоякісних теплоізоляційних матеріалів, у медицині, в нафтопереробній промисловості для відбілювання нафтопродуктів, для ізоляційного покриття електротехнічних сталей. Важкі сорти магнезії, які одержують прожарюванням сировини за температур понад 973...1073 К, використовують для виробництва цементу та інших будівельних матеріалів, вогнетривів і штучних каменів підвищеної твердості. Зазначені продукти, незважаючи на їх високу вартість, в Україні не виробляють, а потреба в них задовільняється лише за рахунок імпорту.

**Аналіз останніх досліджень і публікацій.** Осад магнію гідроксиду після його фільтрування має високу вологість (65,5...66,5 %) і захоплює з собою амонію, магнію і ніколу сульфати, які містяться у маточному розчині. Через те, що у відфільтрованому осаді магнію гідроксиду міститься

аміачна комплексна сіль Ніколу яскраво-синього кольору, він має голубуватий відтінок. Для одержання кінцевого продукту, який за чистотою відповідав би чинним стандартам, осад магнію гідроксиду слід відмити від домішок. Відомо, що ефективність промивання залежить від вибраного способу промивання, кількості стадій промивання, а також співвідношення між масами осаду і промивної води. У [2–5] доведено, що осад магнію гідроксиду найкраще відмивається від домішок методом репульпації. У цих же роботах встановлено, що ефективність відмивання дуже знижується після четвертої стадії промивання, а оптимальним масовим співвідношенням між вологим осадом магнію гідроксиду і промивною водою є 1:(2...3).

**Постановка проблеми.** Для розроблення технології перероблення відхідних розчинів ніколу (ІІ) сульфату з одержанням кондиційних продуктів необхідно визначити оптимальні умови одержання кондиційного магнію оксиду з утвореного осаду магнію гідроксиду.

**Мета роботи** – вивчити вплив концентрації міді нітрату у початковому розчині на кінетичні показники процесу осадження малахіту та його фільтрувальні характеристики.

**Методика виконання досліджень.** Промивання відфільтрованого осаду магнію гідроксиду здійснювали репульпаційним способом у чотири послідовні стадії з проміжним фільтруванням післяожної стадії промивання. Масове співвідношення між вологим осадом і водою (Т:Р) становило 1:2 та 1:3, тривалістьожної стадії промивання – 40 хв. У відфільтрованому післяожної стадії промивання осаді визначали вміст  $Mg^{2+}$  комплексонометричним титруванням,  $Ni^{2+}$  – фотоколориметричним методом з індикатором диметилгліоксимом і  $SO_4^{2-}$  – гравіметричним методом [6].

**Результати досліджень та їх обговорення.** Промивання осаду у чистій воді за Т:Р = 1:2 показало, що осад магнію гідроксиду після третьої стадії промивання містить ще значну кількість сульфат-іонів (понад 1,3 мас.%) (рис. 1, крива 1). Тому масове співвідношення між промивною водою і вологим осадом підвищили до 3. Одержані результати (рис. 1, крива 2) засвідчили, що вміст сульфату в промитому осаді, хоча і зменшується, проте все ж залишається доволі високим і становить 1,25 мас. %, що не дає змоги після прожарювання осаду такого складу одержати якісний продукт, який відповідав би вимогам чинних стандартів. Тому осад магнію гідроксиду промивали у 2 %-му водному розчині амонію гідроксиду з тим, щоб зв'язати іони Ніколу в аміачну комплексну сполуку, яка, як очікували, перешкоджатиме адсорбції цих іонів і краще вимиватиметься з осаду магнію гідроксиду. Дійсно, як показують одержані результати (рис. 1, крива 3), ефективність промивання в слабкій аміачній воді значно підвищується. Вміст сульфат-іонів, які присутні у маточному розчині у вигляді амонію, магнію і ніколу сульфатів, у цьому разі різко зменшується і після трьох стадій промивання становить 0,77 % (крива 3).

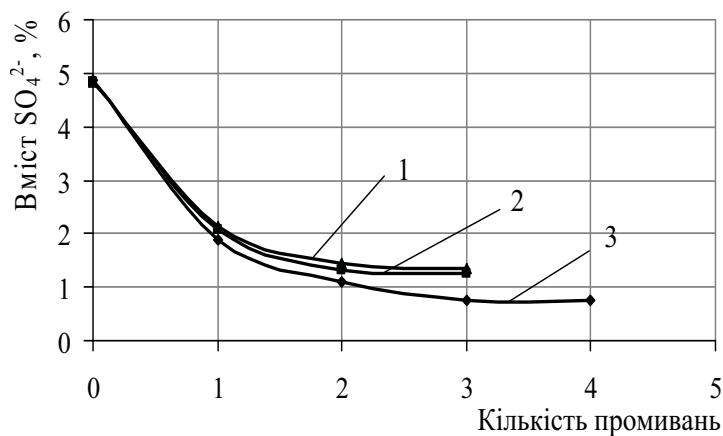


Рис. 1. Зміна вмісту  $SO_4^{2-}$  в осаді магнію гідроксиду (%) після окремих стадій промивання:  
1, 2 – у воді; 3 – у 2%-му водному розчині  $NH_4OH$ : 1 –  $P:T = 2$ ; 2, 3 –  $P:T = 3$

Вміст іонів Ніколу в осаді після окремих стадій промивання (рис. 2) підтверджують ефективність промивання у слабкій аміачній воді, оскільки ніколу (ІІ) сульфат, що адсорбувався осадом, зв'язується в аміачні комплексні катіони і вилучається разом з промивними водами. Після першої стадії промивання чистота водою вміст Ніколу в осаді становить 0,21 %, тоді як в аміачному середовищі він зменшується до 0,16 %.

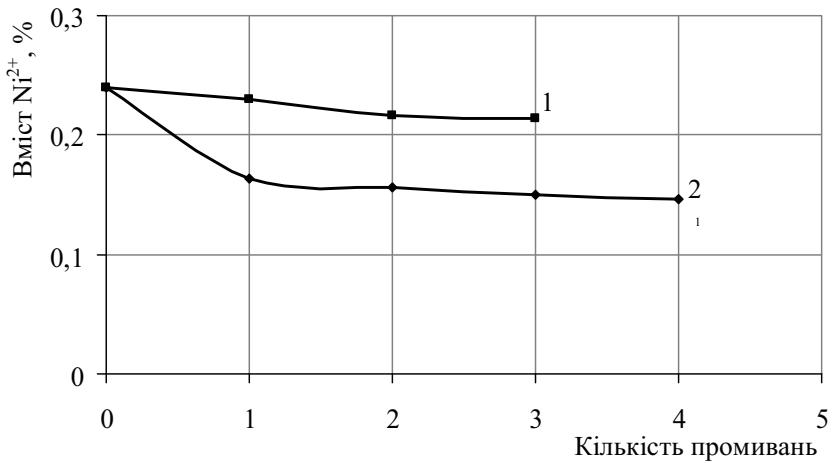


Рис. 2. Зміна вмісту  $Ni^{2+}$  в осаді магнію гідроксиду (%) після окремих стадій промивання: 1 – у воді; 2 – у 2%-му водному розчині  $NH_4OH$

Збільшення кількості стадій промивання до чотирьох до кращого результату не приводить. Після третього промивання навіть в аміачному середовищі вміст Ніколу в осаді залишається фактично таким самим, що може свідчити про певну залишкову його кількість, адсорбованого поверхнею магнію гідроксиду. Після четвертої стадії промивання, як і після третьої, осад магнію гідроксиду містить 0,15 %  $Ni^{2+}$  і 0,75 % сульфат-іонів. Вологість осаду магнію гідроксиду залишається фактично сталою, не залежить від промивного середовища і становить 65,5...66,5 %.

Отже, одержані результати досліджень дають змогу вибрати масове співвідношення між вологим осадом магнію гідроксиду і 2 %-м водним розчином амонію гідроксиду, яке повинно становити 1:3, та необхідну кількість стадій репульпаційного промивання, яке дорівнює 3.

Відміті осади магнію гідроксиду прожарювали за температур 773 і 1273 К. В одержаних продуктах визначали насипну густину, активність за лимонним числом, вміст основної речовини ( $MgO$ ) та домішок ( $Ni^{2+}$  і  $SO_4^{2-}$  в перерахунку на  $SO_3$ ), значення яких наведено у таблиці.

#### Деякі фізико-хімічні властивості магнію оксиду

Властивості	Температура прожарювання, К	
	773	1273
Колір	Світло-бежевий	Білий
Насипна густина, г/см <sup>3</sup>	0,224	0,304
Активність за лимонним числом, с	9,5	84
Масова частка сульфатів у перерахунку на $SO_3$ , %	1,12	0,26
Масова частка $Ni^{2+}$ , %	0,95	1,02
Масова частка $MgO$ , %	95,53	97,62

На підставі наведених даних можна констатувати, що магнію оксид, одержаний унаслідок прожарювання промитого магнію гідроксиду за температури 773 К, є легким та дуже активним, а за 1273 К, як і слід було очікувати, насипна густина одержаного продукту зростає, а активність різко зменшується.

Прожарювання промитого осаду за температури 773 К, яка забезпечує одержання легкого і високоактивного продукту, водночас не дає можливості одержати якісний продукт щодо вмісту в

ньому сульфат-іонів, який за ГОСТ 844-79 «Магнезия жженая» не повинен перевищувати 0,4 мас. % для першого гатунку і 0,7 мас. % – для другого гатунку в перерахунку на  $\text{SO}_3$ . Підвищення температури прожарювання до 1273 К спричиняє зменшення вмісту сульфат-іонів у кінцевому продукті до 0,26 % унаслідок повного розкладу амонію сульфату (температура розкладу становить понад 623 К [7]) і часткового розкладу  $\text{NiSO}_4$  до  $\text{NiO}$  (температура розкладу – понад 1073 К [8]).

Отже, одержаний за 1273 К магнію оксид відповідає вимогам ГОСТ 844-79 «Магнезия жженая» за вмістом  $\text{MgO}$  і сульфат-іонів, а також повністю вимогам ГОСТ 1216-87 «Магнезит каустический», який можна використати для виробництва цементу та інших будівельних матеріалів, вогнетривів і штучних каменів підвищеної міцності.

**Висновки.** Для одержання магнію оксиду, який відповідає вимогам чинних стандартів, масове співвідношення між вологим осадом і промивним 2 %-м водним розчином амонію гідроксиду в процесі промивання магнію гідроксиду повинно становити 1:3. Промивання повинно здійснюватися у три стадії способом репульпації.

1. Горностай О.Б. Вплив концентрації нікелю сульфату в розчині на кінетику контактного осадження на магній порошкового нікелю // Вісник Національного університету "Львівська політехніка". – 2008. – №609.– С.7–9. 2. Перекупко Т.В. Інтенсифікація процесів комплексної переробки полімінеральних калійних руд Прикарпаття застосуванням органічних реагентів і розчинників: Дис. ... д-ра техн. наук: 05.17.01. – Львів, 1998. – 306 с. 3. Перекупко Т.В., Ковалський И.О., Максимович И.Е. Исследование процесса противоточной промывки гидроксида магния, осажденного диэтаноламином // Вестник Львов. политехн. ин-та. – 1986. – №191.– С.64–65. 4. Яворський В.Т., Перекупко Т.В., Макідо О.Ю. До вивчення фільтраційних характеристик гідроксиду магнію, осажденого моноетаноламіном з розчинів сульфату магнію // Вісник ДУ "Львівська політехніка". – 1998. – №339.– С.159–161. 5. Макідо О.Ю. Розроблення технологічного процесу одержання магнію оксиду з розчинів магнію сульфату і хлориду моноетаноламіновим способом: Автореф. ...канд. техн. наук: 05.17.01. – Львів, 2000. 6. Лурье Ю.Ю. Аналитическая химия промышленных сточных вод / Ю.Ю. Лурье – М.: Химия, 1984. – 448 с. 7. Краткий справочник по химии /И.Т. Гороновский, Ю.П. Назаренко, Е.Ф. Некряч. – К.: Наук. думка, 1987. – 829 с. 8. Позин М.Е. Технология минеральных солей (удобрений, пестицидов, промышленных солей, окислов и кислот): В 2-х ч. – Л.: Химия, 1974. — Ч.1. – 791 с.

УДК 628.1

З.О. Знак, Л.В. Савчук, Р.В. Мних

Національний університет "Львівська політехніка",  
Кафедра хімії і технології неорганічних речовин

## ДОСЛІДЖЕННЯ ПРОЦЕСУ ОЧИЩЕННЯ СТІЧНИХ ВОД М'ЯСОПЕРЕОБНОГО ПІДПРИЄМСТВА

© Знак З.О., Савчук Л.В., Мних Р.В., 2010

**Виконано дослідження очищення стічних вод м'ясопереробного підприємства флотацією та реагентними методами, зокрема в полі дії ультразвукових коливань**

**Are executed studies on the purification of waste water of the meat-processing enterprise by flotation and reagent methods, in particular in the field of the action of the ultrasonic fluctuations.**

**Огляд джерел літератури та постановка завдання.** Постійне погіршення якості природних вод в Україні зумовлене низкою причин, серед яких однією з найважливіших є недотримання нормативів під час скидання стічних вод у природні водойми. Чимала частка забруднювальних