

$m, n_c$  – стехіометричні коефіцієнти;  
 $V$  – об'єм рідкої фази, м<sup>3</sup>;  
 $t$  – час взаємодії, с;  
 $\beta$  – коефіцієнт масовіддачі, м/с;  
 $\rho$  – густина фосфату, кг/м<sup>3</sup>.

1. Копылев В.А. *Технология экстракционной фосфорной кислоты*. Л.: – Химия, 1981. – 224с. 2. Винников А.Я. *Массообмен при кислотном разложении фосфатов и разработка трехфазного реактора в производстве фосфорной кислоты*. – Автореферат диссертации кандидата технических наук. – М., 1986. – 21с. 3. Аксельруд Г.А., Гумницкий Я.М., Маллик С. *Исследование химического кипения в области пузырькового режима // Инж.-физ.журн.* – 1987. – Т.52. – №2. – С.205.

УДК 661.832 (088.8)

Л.М. Кропивницька  
 Національний університет “Львівська політехніка”,  
 кафедра хімії і технології неорганічних речовин

## РЕГЕНЕРАЦІЯ ВІДПРАЦЬОВАНОГО РОЗЧИНУ МОНОЕТАНОЛАМІНУ ПІСЛЯ ЕКСТРАГУВАННЯ ГАЛІТУ З ГАЛІТО-ЛАНГБЕЙНІТОВОГО ЗАЛИШКУ КАЛІЙНИХ ВИРОБНИЦТВ

© Кропивницька Л.М., 2002

Досліджено регенерацію відпрацьованого розчину хлориду моноетаноламонію, одержаного після екстракції галіту з галіто-лангбейнітового залишку вакуумною відгонкою води з нього. Визначено склад твердої і рідкої фаз при різних ступенях відгонки. Показано доцільність двоступеневого випарювання з метою одержання товарних твердих продуктів і регенованого екстрагенту.

The regeneration process of monoethanolamine chloride waste solution, which was obtained after extraction of halite from halite- and langbeinite-contained waste by vacuum evaporation of water was investigated. Composition of solid and liquid phases for different degrees of evaporation was established. The expedient of two-degree evaporation for obtaining of trade solid products and regenerate extragent was shown.

Ця робота є продовженням досліджень, спрямованих на створення технології одержання безхлоридного продукту з галіто-лангбейнітового залишку (ГЛЗ) калійних виробництв Прикарпаття [1 – 5]. За визначених нами оптимальних умов екстракції галіту з ГЛЗ водними розчинами хлориду моноетаноламонію, а саме: вміст хлориду моноетаноламонію у вихідному екстрагенті (мас. %) – 32, температура – 293 К, тривалість процесу 7 – 10 хв, масове співвідношення розчинника до ГЛЗ – 3:1, інтенсивність перемішування  $Re_{відц} = 1500$  (100 об/хв), отримується практично безхлоридний калійно-магнієвий концентрат такого складу (мас. %):  $K^+$ - 8,98;  $Mg^{2+}$ -8,82;  $Ca^{2+}$ -1,31;  $Na^+$ -1,07;  $Cl^-$ - 3,01;  $SO_4^{2-}$ -49,47;  $RNH_3^+$ -3,07; н.з-1,2;  $H_2O$ -23,07 і відпрацьований маточний розчин, який містить (мас %):  $K^+$ - 0,77;  $Mg^{2+}$ -0,8;  $Na^+$ -4,07;  $Cl^-$ -14,49;  $SO_4^{2-}$ -3,54;  $RNH_3^+$ -12,94;  $H_2O$ -63,39. Оскільки після екстракції розчинник вже насичений хлоридами і повторно використання

його неможливе, метою досліджень, результати яких наводяться в цій роботі, була регенерація відпрацьованого розчину хлориду моноетаноламонію, тобто звільнення його від розчинених солей і повернення на початок процесу.

Відомо, що розчинені солі випадають в тверду фазу внаслідок рективікації водних сольових розчинів МЕА під атмосферним тиском чи у вакуумі або вакуумної відгонки води з них. Однак реалізація сольової ректифікації пов'язана з певними технологічними труднощами, що полягають у забиванні насадки або тарілок ректифікаційної колони солями. Тому для звільнення відпрацьованих водних розчинів хлориду моноетаноламонію від екстрагованих солей нами був обраний метод відгонки під вакуумом, що давало змогу значно знизити температуру кипіння та унеможливити окиснення та осмолювання органічного компонента.

Для цього використовували стандартну установку, яка складалася з круглодонної перегонної колби, з'єднаної з холодильником, приймачем і вакуум-насосом. Необхідну температуру підтримували за допомогою електронагрівача. Інтенсивність нагрівання регулювали лабораторним автотрансформатором. Температуру парів і рідкої фази контролювали ртутними термометрами з точністю  $\pm 0,1^\circ$ ; а глибину вакууму – вакууметром з точністю  $\pm 0,01$  кгс/см<sup>2</sup>. За ступінь випарювання приймали масу випареної води, віднесену до маси розчину, взятого для випарювання. Після випарювання одержану суспензію охолоджували до температури доквілля і розділяли на лабораторному вакуум-фільтрі через фільтрувальний папір “синя стрічка”.

Таблиця 1

**Склад твердих і рідких фаз, одержаних під час відгонки води з відпрацьованого розчину хлориду моноетаноламонію**

Ступінь відгонки, %	Склад вологого осаду, мас. %						
	K <sup>+</sup>	Na <sup>+</sup>	Mg <sup>2+</sup>	Cl <sup>-</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	RNH <sub>3</sub> <sup>+</sup>	H <sub>2</sub> O
30	0,27	29,78	0,53	48,68	3,66	6,51	10,75
35	0,32	28,78	0,66	44,58	7,98	6,69	10,99
37	0,28	29,87	0,86	44,12	11,73	6,38	6,76
40	3,22	22,95	2,35	40,22	14,42	9,73	7,10
47	3,2	23,21	2,43	41,93	14,36	11,53	11,53
	Склад розчину, мас. %						
30	1,15	4,88	1,19	17,37	4,31	12,58	58,52
35	1,26	1,89	1,28	17,70	4,26	23,74	49,87
37	1,36	1,68	1,30	19,09	3,99	24,76	47,92
40	0,74	1,02	1,15	21,16	2,57	32,17	41,19
47	0,65	0,63	1,08	24,28	1,82	36,33	35,2

Одержані дані (табл. 1) свідчать, що внаслідок концентрування системи у тверду фазу виділяється, головним чином, хлорид натрію з домішками сульфатів калію і магнію. При

високих ступенях випарювання (вище ніж 40 %) рідка фаза достатньо повно звільняється від розчинених солей.

Отже, результати досліджень показали, що при невисоких ступенях випарювання (до 40 %) відпрацьованого екстрагенту в тверду фазу виділяється хлорид натрію, який з метою одержання додаткового товарного продукту слід відділити від розчину, а розчин продовжували випарювати для виділення сульфатних солей з нього.

Тому подальші дослідження здійснювали двостадійним вакуум-випарюванням, результати якого наведені в табл. 2. Як бачимо, на першій стадії при ступені випарювання 37 % в тверду фазу виділяли хлорид натрію з невеликими домішками сульфатів калію і магнію. Після відділення і промивання цього осаду насиченим розчином NaCl отримали товарний продукт із вмістом 99,64 % NaCl. На другій стадії при загальному ступені випарювання 47 % розчинник практично повністю звільняється від розчинених солей, які випадають в осад (табл. 2). Одержаний твердий продукт може використовуватися як хлоридвмісне калійно-азотне добриво або подаватись на повторне екстрагування для вилучення з нього Cl<sup>-</sup>.

Таблиця 2

**Склад вологих осадів і розчинів, мас. %, після окремих стадій двоступеневого випарювання**

Ступінь випар. йонний склад	K <sup>+</sup>	Mg <sup>2+</sup>	Na <sup>+</sup>	RNH <sub>3</sub> <sup>+</sup>	Cl <sup>-</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	H <sub>2</sub> O
37%	ОСАД						
	0,5	0,49	29,24	19,03	48,28	12,83	19,86
	РОЗЧИН						
	2,68	1,49	1,74	23,0	18,66	5,10	47,33
47%	ОСАД						
	8,34	5,62	10,85	9,92	22,68	32,67	9,83
	РОЗЧИН						
	0,55	1,09	0,8	0,55	22,82	1,96	72,23

Відфільтрований розчин хлориду моноетаноламонію після його розведення водою до потрібної концентрації (32 мас. % RNH<sub>3</sub>Cl) повертали на стадію екстракції хлориду натрію з ГЛЗ.

Результати експериментальних досліджень, описані в цій роботі, лягли в основу створення технологічної схеми одержання безхлоридного концентрату з галіто-лангбейнітового залишку.

1. Перекупко Т.В., Кропивницька Л.М. Вплив температури та тривалості процесу на показники екстрагування хлориду натрію з галіто-лангбейнітового залишку калійних виробництв // Вісн. ДУ "Львівська політехніка". – 2000. – № 395. – С.14 – 16. 2. Перекупко Т.В., Кропивницька Л.М., Максимович І.Є., Блажівський К.І. К вопросу выбора экстрагента для извлечения хлорида натрия из галито-лангбейнитового отхода калийных производств Прикарпатья // Матер. Междун. научно-техн. конф. «Ресурсо- и энергосберегающие технологии в хим. пром. и производстве строит. материалов»: – Минск, 2000. – С.12 – 14. 3. Перекупко Т.В., Кропивницька Л.М., Максимович І.Є., Блажівський К.І. Кінетика розчинення галіто-лангбейнітового залишку калійних

*виробництв Прикарпаття у водному розчині хлориду моноетаноламонію//Сб. научн. трудов Междун. научн.-техн. конф. «Современные проблемы хим. технологии неорг. в-в»: В 2 т. Т.2. Одесса, 2001. С.159 – 161. 4. Перекупко Т.В., Кропивницька Л.М., Максимович І.Є. Створення нового технологічного процесу вилучення хлориду натрію з галіто-лангбейнітового залишку калійних виробництв. // Вісн. ДУ “Львівська політехніка”. – 2000. – № 426. – С.186 – 189. 5. Перекупко Т.В., Кропивницька Л.М. Перспективи утилізації галіто-лангбейнітового залишку калійних підприємств України. – К., 2001. 15 Українська конференція з неорганічної хімії за міжнародною участю. Тези доповідей. – С.105.*

**УДК 621.784:621.794.61**

**І.П. Мерцало**

Національний університет “Львівська політехніка”,  
кафедра хімії і технології неорганічних речовин

## **ВЛАСТИВОСТІ ЛОКАЛЬНОГО МІКРОПЛАЗМОВОГО АНОДНОГО ПОКРИТТЯ НА СПЛАВАХ АЛЮМІНІЮ І ТИТАНУ**

© Мерцало І.П., 2002

**Досліджені властивості локальних анодних покриттів, одержаних у режимі мікродугових розрядів.**

**The properties of the local anodic coatings, obtained in the conditions of the micro-arc discharges are investigated.**

Для покращання фізико-хімічних характеристик металевих виробів можна використовувати метод мікроплазмового (мікродугового, іскрового) анодування [1,2]. Особливості процесу (локальна температура в розрядному каналі до 5000<sup>0</sup> С [3], швидке охолодження в зоні розряду, навіть до температури електроліту [4], наявність градієнта тиску [5] та високої напруги) дають можливість електрохімічно одержувати на поверхні металу оксиди, що помітно відрізняються своїми властивостями від тих, що сформовані в доіскрових режимах [6, 7].

З літератури відомі характеристики оксидних покриттів, нанесених мікродуговим анодуванням усієї поверхні металу, нами ж досліджувались властивості анодних мікроплазмових покриттів, одержаних локально.

Локальне анодне покриття наносили на знежирені пластини з алюмінію та титану марки Амг3 та ВТ1-0, відповідно. Анодування здійснювали на установці, яка складалась з джерела струму, ємностей для робочого і відпрацьованого електролітів та з спеціально закріплених електродів-інструментів [8]. Оксидне покриття наносили у вигляді точок в гідростатичному та гідродинамічному режимах. За допомогою зміни електродів-інструментів, задавали діаметр нанесених точкових покриттів. Досліджували вплив складу електроліту, тривалості електролізу та електричних параметрів на товщину утвореної оксидної плівки, її рівномірності розподілення на поверхні, фазовий склад та опір ізоляції.

Для формування різнокольорових локальних мікродугових покриттів зразки з алюмінієвого та титанового сплавів обробляли в електролітах на основі натрію карбонату, натрію вальфрамату та сульфосаліцилатної кислоти [8]. Поруватість знаходили за допомогою катодної поляризації зразків в розчині, що містить мідь, за методикою [9].