

УДК 661:658.567.1

Мартинець О.В., Курилець О.Г., Яворський В.Т., Полюжин І.П.*
ДУ “Львівська політехніка”, кафедра ХТНР, *кафедра АХ

ДОСЛІДЖЕННЯ ОСНОВНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ ТА СКЛАДУ ШЛАМУ СОКАЛЬСЬКОГО ВИРОБНИЦТВА ШТУЧНОГО ВОЛОКНА

© Мартинець О.В., Курилець О.Г., Яворський В.Т., Полюжин І.П., 2000

Визначено основні властивості шламу. Наведені дані якісного елементного складу. Визначено концентрації основних компонентів шламу-цинку, сірки та заліза. Досліджено втрату маси шламу при нагріванні.

The main properties of sludge are determined. The data of the qualitative content of the wastes has been described. It was found concentrations of the slurry compound-zinc, sulphur, iron.

Сполуки цинку знаходять найрізноманітніше застосування в різних галузях промисловості: металургійній, лакофарбній, хімічній тощо. В основному, їх отримують із природних руд, в яких вміст цинку становить лише ~3 %. Обмеженість сировинної бази, труднощі відомих технологій одержання цинку та висока його вартість стримують виробництво цинковмісних сполук, а існуюча потреба в них покривається за рахунок імпорту. В цьому аспекті перспективним є використання як сировини для отримання цинку цинковмісних відходів різних галузей.

На підприємствах штучного волокна є такі відходи- цинковмісні шлами, зокрема, на території Сокальського заводу існує три шламонакопичувачі об'ємом 39 тис.м³ кожний. З відходів можна не тільки отримувати товарні цинковмісні продукти, але й уловлювати на цих же підприємствах сірководень згідно з запропонованою високоефективною технологією [1].

На шляху пошуків ефективного та економічно доцільного способу вилучення цинку із шламів Сокальського заводу хімічного волокна вивчали їх властивості та склад. Проби шламу відбирали в різних місцях і у різний час та досліджували їх із усередненим зразком за існуючими методиками. Дослідження проводили хімічними, рентгенофазовим, атомним емісійним спектральним та термографічним методами.

Основні характеристики шламу – вологість, зольність та насипна густина. Вологість визначали висушуванням наважки зразка – 10 г до постійної маси при температурі 378 К, зольність – поступовим нагріванням зневодненого шламу (10 г) для вигорання органічних речовин з подальшим прокалюванням його до постійної маси при температурі 1073 К. Відносна вологість шламу знаходиться в межах від 23,49 до 29,32 %; зольність – 61,48...71,21 %. Густина шламу визначали стандартним пікнометричним методом, вона становить ~1231 кг/м³.

Якісний склад шламу визначали атомним емісійним спектральним методом, використовуючи спектрограф кварцевий – ИСП 28 з діафрагмою Гартмана. Умови проведення процесу такі: електроди – порошок у кратері графітового електрода, графітовий конус; діаметр графітових стержнів 6 мм; струм дуги 4 А; діапазон спектра 3500-2300 А. Довжину хвиль спектральних ліній вимірювали за планшетами атласу спектральних ліній, використовуючи як стандарт спектр заліза. До того чи іншого елемента спектральні лінії відносили згідно з [2]. Дані спектрального аналізу показують наявність цинку (в найбільшій кількості), заліза, кремнію та натрію, а також сліди нікелю, міді та алюмінію.

Для підтвердження наявності даних елементів у шламі використали рентгенофазовий метод аналізу, який проводили на рентгенівському дифрактометрі ДРОН-3 при $\text{Cu K}\alpha$ -випромінюванні. Напруга на аноді трубки БСВ-28 $\text{Cu K}\alpha$ становила 45 кВт при силі струму 25 мА (довжина хвилі випромінювання $\lambda=1,5405$ нм). Дифрактограму записували в інтервалі кутів $2\Theta=20-60^\circ$.

Внаслідок проведених досліджень були отримані рентгенограми, розшифрування яких зводиться до обчислення міжплощинної віддалі за формулою Вульфа-Брегга [3]. Речовини ідентифікувались за картотекою ASTM за характерними піками та їх інтенсивністю.

Розшифрування отриманої рентгенограми шламу за характерними піками і їх інтенсивністю, значення яких наведені у таблиці, вказують на присутність у даному зразку двох речовин: β -ZnS та α -SiO₂.

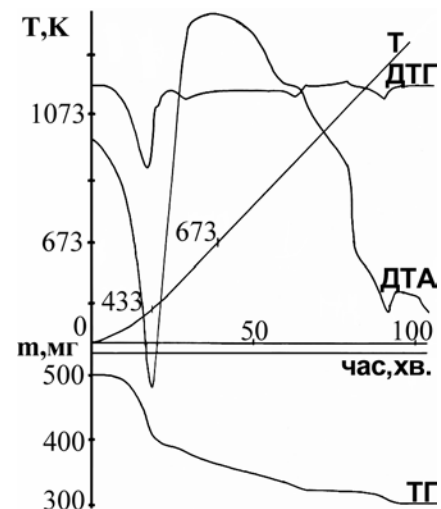
Ідентифікаційна таблиця

№ п/п	dÅ	I/I ₀	Назва сполук	№ п/п	dÅ	I/I ₀	Назва сполук
1	3,11	100	β -ZnS	1	4,27	100	α -SiO ₂
2	2,69	12		2	3,35	50	
3	1,904	51		3	2,45	9	
4	1,623	30		4	2,28	20	
5	1,351	6		5	1,82	40	

Кристалічна структура цих сполук характеризується на рентгенограмі наявністю чітких піків. Інших сполук рентгенофазовим методом не виявлено. Очевидно, це зумовлено аморфним складом шламу.

У Сокальські шламонакопичувачі, крім шламів заводу хімічного волокна, скидали і скидають відходи навколишніх підприємств, а також фекальні стоки із ближніх міст. І, як наслідок, шлами містять значну кількість органічних речовин. Тому наступним кроком було вивчення процесу розкладу органічної складової шламу при поступовому нагріванні від 273 до 1273 К. Термограму знімали на дериватографі ОД-102, швидкість нагрівання 10 град/хв (див. рисунок). Термічний розклад вивчали в атмосфері аргону.

На дериватограмі зразка в температурному інтервалі 273...523 К спостерігається ендотермічний ефект з максимумом при 433 К, який, ймовірно, відповідає процесу видалення води із шламу. При цьому втрата маси становить



Дериватограма цинковмісного шламу

$\Delta m=23$ %. На другому етапі розкладу в межах 523-1203 К спостерігається сильний екзотермічний ефект при 673 К, який, очевидно, відповідає розкладу органічної фази шламу. Втрата маси на цьому етапі становить $\Delta m=18$ %. Отже, загальна втрата маси шламу при прокалюванні становить 41 %.

Концентрацію основних корисних речовин шламу-цинку, сірки та заліза визначали хімічними методами, за стандартними методиками. Вміст цинку становить 31,7...34,4 % в перерахунку на суху речовину і 34,4...39,7 % в перерахунку на прокалений шлам; загальної сірки – $10,7 \div 11,6$ та $11,6 \div 13,4$, заліза – $2,7 \div 2,9$ та $2,9 \div 3,3,4$.

Тобто вміст цинку у шламах Сокальського заводу перевищує його концентрацію у природних рудах більше ніж в 10 разів, отже, дані відходи становлять значний інтерес як сировина для отримання цинку і його сполук.

Враховуючи перспективність застосування запропонованого методу очищення повітря від сірководню цинковмісними розчинами, найбільш простим методом переробки шламів є вилуговування із них цинку за допомогою сульфатної кислоти. Даний спосіб забезпечує достатній ступінь вилучення цинку (до 90 %), є нескладним у технологічному оформленні. Регенований таким способом цинк можна використати як для отримання товарних продуктів, так і для вловлення сірководню на цих же підприємствах згідно з вищезгаданою технологією. Крім того, дані шлами можна переробити одним із відомих методів [4]. Ми вважаємо найбільш доцільним вальцювання (відгонка цинку при нагріванні), ступінь вилучення цинку в якому становить 95 %

Пошуки ефективного та раціонального методів утилізації шламів виробництв віскозного волокна становлять предмет наших подальших досліджень.

1. Курилець О.Г., Яворський В.Т., Мартинець О.В. Дослідження впливу часу контактування між газовою і рідкою фазами на процес хемосорбції H_2S цинковмісними водами // Вісн. ДУ "Львівська політехніка". 1997. № 316. С.39-40. 2 Зайдель А.Н., Прокофьев В.К., Райский С.М. и др. Таблицы спектральных линий: изд. 2-е испр. и доп. М., 1962. 3. Миркин Л.И. Рентгеноструктурный анализ. Справочное руководство. М., 1976. 4. Шимко И.Г., Таллин В.И., Шматова В.В. и др. Переработка цинксодержащих шламов предприятий вискозных волокон // Химические волокна. 1984. № 4. С.48-50.