

байерита (рис. 2, б). Нечеткие рефлексы бемита на всех рентгенограммах, простирающиеся на 4–6 2 θ , свидетельствуют о высокой дисперсности и дефектной структуре данного соединения.

Хорошая седиментация продукта электролиза в растворе карбоната натрия позволяет значительно сократить и упростить процесс выделения целевого продукта из раствора. Однако, высокая энергоемкость процесса, экстремально низкая скорость окисления меди и формирование гидроксида меди байеритной структуры существенно ограничивают его применение.

Литература

1. Зырянов В.В. Механохимический синтез сложных оксидов // Успехи химии. – Москва, 2008. – Т. 77. – № 2. – С. 107 – 137.
2. Коробочкин В.В. Процессы получения нанодисперсных оксидов с использованием электрохимического окисления металлов при действии переменного тока: Дис. ... докт. техн. наук. – Томск, 2004. – 273 с.
3. Коробочкин В.В., Ханова Е.А. Определение количества окисленных титана, кадмия и меди при электролизе на переменном токе // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – Москва, 2005. – Т. 71. – № 6. – С. 20–23.
4. Коробочкин В.В., Усольцева Н.В., Балмашнов М.А. Фазовый состав наноразмерных продуктов неравновесного электрохимического окисления меди и алюминия // Известия Томского политехнического университета. Химия. – Томск, 2012. – Т. 321. – № 3. – С. 59–63.
5. Назаренко О.Б. Электровзрывные нанопорошки: получение, свойства, применение. – Томск: Изд-во ТПУ, 2005. – 148 с.
6. Сычев А.Е., Мержанов А.Г. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез наноматериалов // Успехи химии. – Москва, 2004. – № 2. – С. 157 – 170.
7. Тренихин М. В., Козлов А. Г., Низовский А. И., Дроздов В. А., Лавренов, А. В. Бубнов А. В., Финевич В. П., Дуплякин В. К. Активированный алюминий: особенности получения и применения в синтезе катализаторов нефтехимии и нефтепереработки // Российский химический журнал. – Москва, 2007. – Т. 51. – № 4. – С. 126 – 132.
8. Троицкий И.А., Железнов В. А. Металлургия алюминия. – М.: Металлургия, 1984. – 400 с.
9. Усольцева Н.В., Коробочкин В.В., Балмашнов М.А., Долинина А.С. Карбонизация продукта неравновесного электрохимического окисления меди и алюминия // Известия Томского политехнического университета. Химия. – Томск, 2014. – Т. 324. – № 3. – С. 116–124.

ПОЛУЧЕНИЕ ГРАНУЛИРОВАННОГО СОРБЕНТА МЕТОДОМ ЭКСТРУЗИИ

А.А. Шевченко

Научный руководитель доцент О.К. Семакина

Национальный исследовательский Томский политехнический университет, г. Томск, Россия

Проблема комплексной утилизации осадков промывных вод, образующихся в больших количествах на Томском водозаборе, является одной из актуальных. Осадок оксида-гидроксида железа, выделенный в процессе деферризации подземной воды, по своим классификационным признакам относится к природно-техногенным материалам и является вторичным минеральным сырьем. Возможности применения осадков промывных вод различны. Железосодержащий осадок может быть использован, например, при создании строительных материалов различного технического назначения, при получении пигментов, красок и т.д.

Нами предложена возможность получения из него сорбента для очистки отработанных минеральных масел, которые представляют собой сырьевую базу для получения ценных нефтепродуктов при надлежащей переработке, а также для очистки сточных вод от фенола.

Действие сорбента основано на процессах адсорбции, т.е. поглощение вещества (адсорбата) поверхностью сорбента. Молекулы адсорбата испытывают притяжение со стороны поверхности сорбента и оседают на ней, покрывая эту поверхность слоем адсорбируемых молекул. При этом химической реакции не происходит, и адсорбированные молекулы сохраняют свою индивидуальность. Адсорбционные силы имеют ту же природу, что и силы межмолекулярного взаимодействия, и начинают проявляться при приближении молекул адсорбата к поверхности сорбента на расстояние, соизмеримое с размерами молекул. Поэтому наибольшей эффективностью обладают сорбенты, имеющие пористую структуру с размерами пор соизмеримыми с размерами молекул адсорбата.

Исследовалась возможность получения из осадка порошкообразного сорбента, но, не смотря на то, что осадок обладает высокой сорбционной емкостью и удельной поверхностью, использование его в порошкообразном виде достаточно проблематично: происходит пыление при засыпке в сорбционную колонку, вымывание тонкодисперсных частиц, уплотнение осадка и т.п.

Эффективная работа сорбентов в промышленных установках зависит не только от физико-химических свойств, но во многом она определяется их геометрической формой. Это становится понятным, если учесть, что геометрическая форма сорбентов существенно влияет на характер процессов массообмена в слое, а также на гидродинамическое сопротивление. Поэтому желательно использовать сорбент в виде гранул размером порядка 2–5 мм (таблетки, черенки, сфера) [1].

Гранулированные сорбенты должны обладать как высокой прочностью, необходимой для сохранения исходной формы гранул в процессах транспортировки и работы контактов, так и высокой пористостью и удельной поверхностью для обеспечения высокой активности.

Целью работы является возможность получения гранулированного сорбента из отходов производства методом экструзии и определение физико-механических свойств полученных гранул. Изучить общие закономерности и специфические особенности предложенных процессов агломерации техногенных железосодержащих осадков с разработкой практических рекомендаций по организации способов их утилизации с получением гранулированной продукции.

Исследованиями было установлено, что осадок представлен аморфной формой оксигидрата железа $FeOON \cdot nH_2O$ с примесью карбонатов [3]. Так как исходный осадок представляет собой пластичную массу темно-коричневого цвета влажностью 40–45 %, то был выбран экструзионный метод получения гранул путем продавливания пасты через фильеру с диаметром отверстий 3 мм. Образующиеся длинные цилиндрические черенки разрезаются вручную на гранулы размером 5–9 мм и высушиваются при комнатной температуре.

Для придания прочности получаемых гранул добавляли связующую жидкость, в качестве которой использовали метилцеллюлозу (МЦ), поливиниловый спирт (ПВС) и глиоксаль (ГЛ). Концентрация связующей жидкости варьировалась от 0,1 до 1,0 % мас. Верхний предел концентрации 1,0 % мас. обусловлен вязкостью растворов. Увеличение концентрации более 1,0 % мас. приводит к резкому повышению вязкости растворов, которые сложно дозировать к осадку.

Глиоксаль является представителем класса бифункциональных органических соединений – диальдегидов. Химическая формула $C_2H_2O_2$, молекулярный вес 58 а.е.м., температура кипения 56 °С, для 40 % раствора – 107 °С. Глиоксаль разлагается при температуре более 150 °С, при обезвоживании переходит в димер и тример [2].

В процессе гранулирования варьировалось массовое соотношение осадок: СЖ. На 1 г осадка (в пересчете на сухое вещество) добавлялось 0,7–1,0 мл связующей жидкости различной концентрации. Было выбрано оптимальное соотношение твердой фазы и связующей жидкости, Т:СЖ= 1: 0,25–1.

Полученная паста перед формованием выдерживалась в течение 0–5 суток, после чего продавливалась через фильеру. Полученные гранулы после сушки при 20, 105 и 250 °С исследовались на прочность на раздавливание в статических условиях на приборе МП-9С и суммарный объем пор по адсорбции паров бензола.

Из полученных данных видно, что после сушки при 20 °С более прочными являются гранулы, полученные с использованием МЦ и ПВС. Для гранул с МЦ прочность увеличивается после выдержки в течение 3 суток. Прочностные характеристики гранул, полученных с глиоксалем и ПВС после термообработки при 250 °С, возрастают. Причем для ГЛ наибольшей прочностью обладают гранулы, полученные после выдерживания исходной пасты в течение 1 суток. Для ПВС более прочными являются гранулы, сформированные сразу после введения связующей жидкости. Дальнейшее увеличение времени выдержки к повышению прочности не приводит.

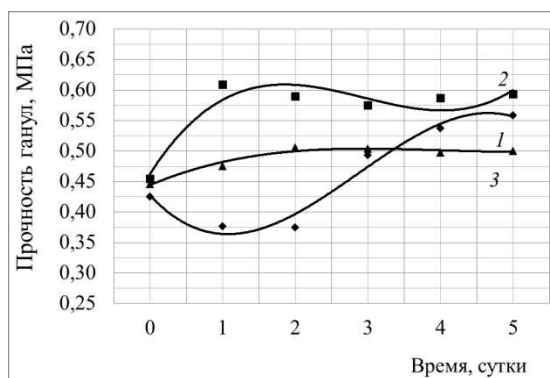


Рис. 1 Зависимость прочности гранул от времени выдержки формуемой массы со связующим МЦ и от температуры сушки: 1 – 20 °С; 2 – 105 °С; 3 – 250 °С

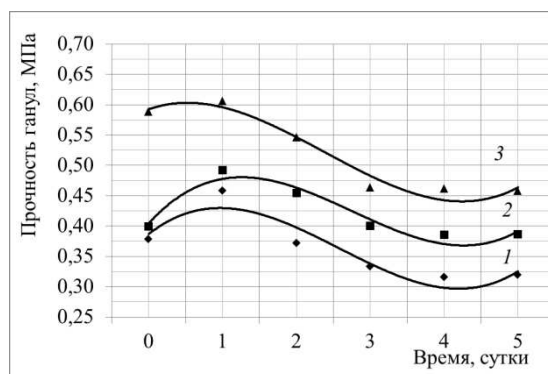


Рис. 2 Зависимость прочности гранул от времени выдержки формуемой массы со связующим глиоксалем и от температуры сушки: 1 – 20 °С; 2 – 105 °С; 3 – 250 °С

Кривые, представленные на рис. 1, показывают, что прочность гранул, полученных с МЦ и высушенных при 105 °С, возрастает по сравнению с гранулами, высушенными при 20 °С, а при 250 °С наблюдается (происходит) снижение прочности. Это объясняется тем, что при этой температуре происходит выгорание метилцеллюлозы, и гранулы становятся хрупкими. С увеличением времени выдерживание сформованной массы перед экструзией приводит к повышению прочности.

Как видно из рис. 2. гранулы, полученные с глиоксалем, с увеличением температуры сушки упрочняются почти в 1,6 раза. Это можно объяснить кристаллизационной структурой глиоксала, которая образуется при температуре свыше 150 °С. Однако при увеличении выдержки формуемой массы прочностные показатели снижаются. Поэтому процесс экструзии пластичной массы следует проводить сразу же после ее формования.

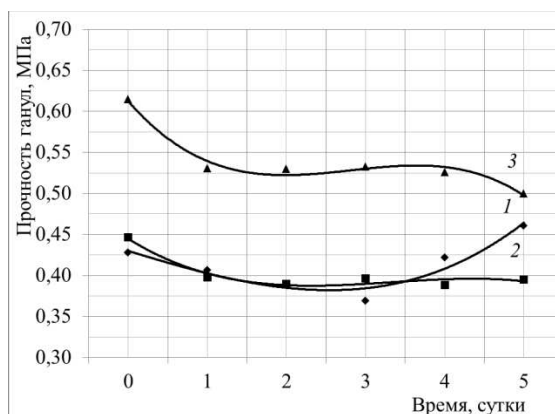


Рис. 3 Зависимость прочности гранул от времени выдержки формовой массы со связующим ПВС и от температуры сушки: 1 – 20 °C; 2 – 105 °C; 3 – 250 °C

Такая же картина наблюдается при формировании пластичной массы с поливиниловым спиртом (рис. 3), который также кристаллизуется при температуре выше 220 °C. При выдерживании сформованной массы в течение времени прочность гранул уменьшается.

Из полученных результатов были сделаны следующие выводы.

1. В результате экспериментов установлена принципиальная возможность получения методом экструзии гранул сорбента из отходов производства.

2. Подобран оптимальный режим гранулирования с различными связующими жидкостями: метилцеллюлозой, поливиниловым спиртом и глиоксальем. Оптимальное соотношение твердой фазы и связующей жидкости, Т: СЖ = 1: 0,25–1.

3. Выдержка во времени формованной массы с глиоксальем и поливиниловым спиртом нецелесообразна. Прокаливание гранул лучше осуществлять при 250 °C.

4. Формованную массу с МЦ желательно предварительно выдержать в течение одних суток перед экструзией, а затем полученные гранулы высушить при 105 °C.

5. Исследованы физико-механические свойства таблеток.

Литература

1. Бабенко С.А., Семакина О.К., Миронов В.М. и др. Гранулирование дисперсных материалов в жидких средах. – Томск: Изд. Института оптики атмосферы СО РАН, 2003. – 346 с.
2. Водянкина О.В., Курина Л.Н., Петров Л.А. и др. Глиоксаль. – М.: Academia, 2007. – 248 с.
3. Каменчук Я.А. Отработанные нефтяные масла и их регенерация: Автореф. дис. ... канд. хим. наук. – Томск, 2006. – 24 с.