



УДК: 661.961.

Шахзод ТАБАШОВ,

Каршинский инженерно-экономический институт

Доцент кафедры химической технологии

E-mail: t_shahzod@mail.ru

на основе отзыва доцент КИЭИ, PhD Росилов М.С.

STUDYING THE PROCESS OF OBTAINING ZINC NITRATE FROM SECONDARY ZINC RAW MATERIALS

Annotation

The results of studies on the production of zinc nitrate from waste zinc catalysts are presented. The waste zinc catalysts contains 74.55% ZnO. The influence of technological factors on the degree of zinc extraction from the waste zinc catalysts by nitric acid has been investigated. The optimal parameters of the process have been determined. The maximum degree of zinc extraction is observed at an acid rate of 120%, and a nitric acid concentration of 30%. At the same time, the degree of zinc extraction reaches 91.18%. An increase in the duration of the process from 1 to 3 hours increases the degree of zinc extraction from 25.47% to 91.18% with other constant parameters. An increase in temperature from 55 to 95 °C contributes to an increase in the degree of zinc extraction to 91.18%.

Keywords: Waste zinc catalysts, temperature, nitric acid, degree of extraction, time, zinc oxide.

IKKILAMCHI RUXLI XOMASHYOLARDAN RUX NITRAT OLISH JARAYONINI O'RGANISH

Annotatsiya

Tadqiqotlar natijalari ko'ra, rux nitrati chiqindi ruxli katalizatorlardan olingan. Chiqindi ruxli katalizatorlar tarkibida ZnO 74,55% ni tashkil etadi. Chiqindi ruxli katalizatorlardan ruxni nitrat kislota bilan ajratib olish darajasiga texnologik omillarni ta'siri o'rganildi. Jarayonning optimal parametrlari aniqlandi. Rux ajralishining maksimal darajasi nitrat kislota normasi 120% va konsentratsiyasi 30% bo'lganda kuzatildi. Shu bilan birga ruxni ajralish darajasi 91,18% ga etdi. Jarayonning davomiyligini 1 soatdan 3 soatgacha oshirilganda qolgan doimiy ko'rsatkichlari bilan birga ruxni ajralish darajasini 25,47% dan 91,18% gacha oshirdi. Haroratni 55 dan 95°C gacha ko'tarilishi rux ajralish darajasini 91,18% gacha oshirishga yordam berdi.

Kalit so'zlar: Ishlatilgan ruxli katalizator, harorat, nitrat kislota, ajralish darajasi, vaqt, rux oksidi.

ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ НИТРАТА ЦИНКА ИЗ ВТОРИЧНЫХ ЦИНКОВЫХ СЫРЬЯ

Аннотация

Приведены результаты исследований по получению нитрата цинка из отходов цинковых катализаторов. Отходы цинковых катализаторов содержат 74,55% ZnO. Исследовано влияние технологических факторов на степень извлечения цинка из отходов цинковых катализаторов азотной кислотой. Определены оптимальные параметры процесса. Максимальная степень извлечения цинка наблюдается при содержании нормы кислоты 120% и концентрации азотной кислоты 30%. При этом степень извлечения цинка достигает 91,18%. Увеличение продолжительности процесса с 1 до 3 часов увеличивает степень извлечения цинка с 25,47% до 91,18% при остальных постоянных показателях. Повышение температуры с 55 до 95 °C способствует увеличению степени извлечения цинка до 91,18%.

Ключевые слова: Отработанные цинковые катализаторы, температура, азотная кислота, степень извлечения, время, оксид цинка.

Введение. Концепция развития Республики Узбекистан предусматривает подъем промышленности на качественно новый уровень, дальнейшую интенсификацию производства на базе глубокой переработки использованных сырьевых ресурсов, освоение выпуска новых видов продукции.

Одним из таких сырьевых ресурсов являются отработанный цинковый адсорбент, переработка которых позволит получать широкую гамму ликвидных, экспортоориентированных и импортозамещающих продуктов. К таким видам продукции относятся нитрат цинка, оксид цинк, цинковые белила, адсорбенты.

Окисноцинковые адсорбенты предназначены для тонкой очистки природного газа от сернистых соединений. Отработанные адсорбенты заменяются свежими после насыщения серой. На одновременную загрузку аппаратов сероочистки в химической промышленности потребуется сотни тонн окисноцинковых адсорбенте. Адсорбенты выгруженные из аппаратов являются отходами производства [1, с. 152].

На предприятиях азотной промышленности Узбекистана из-за отсутствие переработки накопилось более 1000 тонн отработанных цинковых адсорбентов марки ГИАП-10.

Обзор литературы. Из литературного обзора испытания по растворению отработанного поглотителя в азотной кислоте проведены на установке, состоящей: из реактора, обратного холодильника, эжектора и делительной воронки. В реактор встроена решетка, разделяющая его на две зоны. В верхнюю зону на решетку загружали заданное количество отработанного гранулированного поглотителя ГИАП-10 и до верхнего уровня поглотителя заливали водой. Подачу азотной кислоты с массовой долей 56% осуществляли из делительной воронки. Циркуляцию осуществляли с помощью эжектора. Расчетное количество кислоты подавали медленно в течении 2 час. За счет подачи воздуха в эжектор, жидкость из нижней части реактора поднималась в верхнюю часть и разбрызгивалась над слоем поглотителя. В реакторе поддерживали температуру 80-90°C. По окончанию растворения сливали из реактора раствор азотнокислого цинка и

выгружали нерастворимый остаток. В растворе азотнокислого цинка, предварительно отфильтрованного от графита, определяли содержание азотнокислого цинка, сульфата цинка и азотной кислоты. Сера из отработанного поглотителя при растворении в 30% ной HNO_3 при 70-80°C полностью остается в растворе и нерастворенном осадке. Растворение циркулирующем потоке жидкости интенсифицирует процесс извлечения ZnO при этом достигается 80% ный степень перехода ZnO в раствор.

Извлечение цинка из отработанных поглотителей проводили 35% азотной кислотой кипячением при температуре 100°C, при соотношении Т:Ж = 1:5, в течение 1 часа. После охлаждения и отделения нерастворимого остатка получены растворы нитрата цинка с содержанием 531,0 g/dm³ и 461,0 g/dm³, соответственно, для поглотителей с АО «Максам-Чирчик» и с АО «Ферганаазот» [2, с. 89].

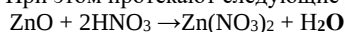
Методы исследований. Изучения состава отхода показалось что, основными окислами, входящими в состав отработанного поглотителя ГИАП-10, являются: ZnO , S, C, MgO , в небольшого количества примеси Al_2O_3 , CaO и другие (табл. 1)

Таблица-1

Химический состав исходного использованного поглотителя ГИАП-10

№	Химический состав, масс. %					
	ZnO	S	C	MgO	Al_2O_3	CaO
1	74,55	11,83	6,37	5,78	0,61	0,43
2	76,71	11,23	5,91	5,02	0,55	0,41
3	78,83	10,07	4,88	4,94	0,57	0,49

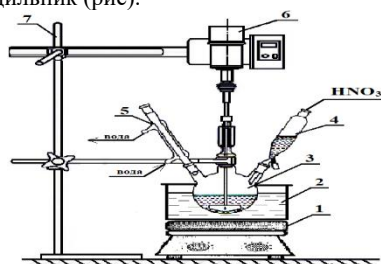
Из существующих способов получения нитрата цинка для условий нашей Республики наиболее приемлемым является кислотный метод. Поэтому наши исследования направлены на получение нитрата цинка из использованного цинкового сырья кислотным выщелачиванием. При этом протекают следующие реакции:



Для исследований в лабораторных условиях были проведены испытания по растворению отработанного поглотителя ГИАП-10 состава (масс. %): ZnO – 74,55; S – 11,83; C – 6,37; MgO – 5,78; Al_2O_3 – 0,61; CaO – 0,43; пп – 0,14 в азотной кислоте на установке, состоящей: из реактора (трехгорлая колба), электрического мешалка, обратного холодильника, делительной воронки и электрическая плитка с водяном баням.

В реактор (трехгорную колбу) на 500 мл помещали отработанной поглотитель ГИАП-10, за тем устанавливали электрической мешалки, обратной холодильник, делительной воронки и поставили устройству на водяной бани. Из капельной воронки при интенсивном перемешивании постепенно добавляли HNO_3 пересчеты на вещество, таким образом, чтобы температура реакционной смеси не превышала. Реакционный смесь интенсивно перемешивали и нагревали счет нагрева водяной бани.

Для уменьшения потерь влаги заглушали отверстие в реакторе, куда подавалась азотная кислота. Во второе отверстие устанавливали обратный холодильник (рис).

**Рис. Схема лабораторной установки**

1-электрическая плитка; 2- водяная баня; 3- стеклянный реактор; 4- делительная воронка; 5-обратный холодильник; 6- электрическая мешалка; 7-штатив.

Полученные растворы выщелачивания анализировали на содержание цинка известными методами химического анализа [8, с. 6].

Результаты и обсуждение. Изучено влияние концентрации и нормы азотной кислоты, температуры и продолжительности процесса на степень извлечения цинка в растворы азотной кислоты. В таблице 2 приведены данные влияния концентрации азотной кислоты на степень извлечения цинка из отработанного адсорбента.

Исследовано влияние концентрации кислоты 20-56% при постоянных других параметрах - нормы азотной кислоты 120% от стехиометрии, температуры 95°C и продолжительности процесса выщелачивания 3 час. Выявлено, что максимальная степень извлечения цинка в раствор 91,18% достигается при концентрации азотной кислоты 30%.

Таблица-2

Влияние концентрации азотной кислоты на степень извлечения цинка из отработанных цинковых адсорбентов

№	CHNO_3 , %	Химический состав, масс. %					Степень извлечения ZnO , %
		ZnO	MgO	Al_2O_3	CaO	SO_3	
1	20	6,64	0,78	0,08	0,06	0,62	65,58
2	30	13,14	1,11	0,12	0,08	1,22	91,18
3	40	10,09	1,34	0,14	0,10	0,94	58,39
4	50	11,30	1,59	0,17	0,12	1,05	54,87
5	56	11,45	1,74	0,18	0,13	1,07	51,02

В таблице 3 приведены данные влияния нормы азотной кислоты на степень извлечения цинка в 30% раствор азотной кислоты. Установлено, что максимальная степень извлечения цинка достигается при норме 120% и более.

Таблица-3

Влияние нормы азотной кислоты на степень извлечения цинка

№	Норма, %	Химический состав, масс. %					Степень извлечения ZnO, %
		ZnO	MgO	Al ₂ O ₃	CaO	SO ₃	
1	80	8,25	1,55	0,16	0,12	0,77	41,12
2	90	11,03	1,41	0,15	0,11	1,03	60,39
3	100	12,31	1,30	0,14	0,10	1,15	73,40
4	110	12,78	1,20	0,13	0,09	1,19	82,49
5	120	13,14	1,11	0,12	0,08	1,22	91,18
6	130	12,32	1,04	0,11	0,08	1,15	91,62

Так, если при норме 120% и постоянстве других параметров степень извлечения составляет 91,18%, то при норме 130% от стехиометрии она составляет 91,62%. Увеличение нормы кислотного реагента свыше 120% приводит к повышению степени извлечения цинка повышается на 0,34%, что нежелательно. Оптимальной нормой кислоты является 120%.

Исследования продолжительности процесса выщелачивания показали, что увеличение времени выщелачивания с 1 до 5 часов 30% азотной кислотой при норме кислоты 120%, температуре 95°C повышает степень извлечения цинка из отработанных цинковых адсорбентов с 25,57% до 91,47% (табл. 4).

Таблица-4

Влияние время продолжительности процесса на степень извлечения цинка

№	время, мин	Химический состав жидкой фазы, масс %				Степень извлечения, %
		ZnO	MgO	Al ₂ O ₃	CaO	
1	60	3,17	0,95	0,09	0,06	25,57
2	120	8,78	1,02	0,10	0,06	60,95
3	180	13,14	1,10	0,11	0,07	91,18
4	240	13,17	1,12	0,11	0,08	91,39
5	300	13,66	1,16	0,12	0,09	91,47

Температура оказывает существенное влияние на степень извлечения цинка из отработанных адсорбентов (табл. 5). Таким образом, при температуре выщелачивания 55°C степень извлечения составляет 60,10%, при 85°C 83,67% и при 95°C достигает 91,18%. Для достижения максимального извлечения цинка из отработанных цинковых адсорбентов необходимо повысить температуру свыше 95°C.

Таблица-5

Влияние температуры на степень извлечения цинка

№	t, °C	Химический состав жидкой фазы, масс %				Степень извлечения, %
		ZnO	MgO	Al ₂ O ₃	CaO	
1	55	8,65	1,11	0,12	0,08	60,10
2	65	9,71	1,11	0,12	0,08	67,45
3	75	10,81	1,11	0,12	0,08	75,06
4	85	12,05	1,10	0,12	0,07	83,67
5	95	13,14	1,10	0,11	0,07	91,18

Выводы и рекомендации. Таким образом, проведенные исследования по выщелачиванию цинка из отработанных цинковых адсорбентов азотной кислотой показали возможность получения растворов нитрата цинка. Оптимальными параметрами являются концентрация азотной кислоты 30%, норма не менее 120% от стехиометрии и продолжительность процесса не менее 3 часа при температуре 90-95°C. При этом степень извлечения цинка составляет 91,18%.

ЛИТЕРАТУРА

1. Tavashov Sh.Kh., Dadakhodjaev A.T., Mirzakulov Kh.Ch., Recycling of zinc oxide scavengers // AJMR: asian journal of multidimensional research. – India - 2020. - № 9(3) – p. 152-159.
2. Тавашов Ш.Х., Мирзакулов Х.Ч., Дадаходжаев А.Т.. Поглотители сернистых соединений из отработанных катализаторов // Химическая технология и техника Материалы докладов 84-й научно-технической конференции, посвященной 90-летию юбилею БГТУ и Дню белорусской науки (с международным участием) 3-14 февраля. - Минск, Белоруссия - 2020. - С. 89-90.
3. Tavashov Sh.Kh., Dadakhodjaev A.T., Mirzakulov Kh.Ch.. Technology development production of a zinc oxide scavenger // ACADEMICIA: an international multidisciplinary research journal. – India - 2020. - №10(4) – p. 714-724.
4. Tavashov Sh.Kh., Farmanov B.I., Yorbobaev R., On the issue of intensifying the processing of spent zinc absorbers // Journal For Innovative Development in Pharmaceutical and Technical Science (JIDPTS). – India - 2021. - №4(4) – p. 5-8.
5. Tavashov Sh.Kh., Investigation of the Process of Obtaining Zinc Hydroxide Carbonate by Precipitation From a Solution of Zinc Nitric Acid with a Solution of Sodium Carbonate // Central asian journal of theoretical and applied sciences. – 2023. - №04(05) – p. 103-106.
6. Тавашов Ш.Х., Фарманов Б.И., Дадаходжаев А.Т. Исследование процесса получения нитрата цинка из отработанных цинковых катализаторов // Universum: Технические науки: электрон. научн. журнал. – Москва - 2021. – №10(91) - С. 28-31.
7. Tavashov Sh.X., Farmanov B.I. Research of the preparation of an absorber based on zinc oxide // International journal of advanced research in science, engineering and technology. – India - 2021. - № 7(52) - p. 18324-18327.
8. ГОСТ 202-84. Технические условия. Белила цинковые. ИПК Издательство стандартов, Москва 2001. 6-7 с.