

Висновки. На основі проведених експериментів встановлено, що на розклад 1 моля іонів Цинку із комплексної сполуки необхідно затратити 10 моль натрію гідроксиду, тобто на 7,7 моль більше ніж за стехіометрією. При цьому рН середовища становить 13,53, а ступінь вилугування іонів Цинку сягає 100 % (99,81 %).

1. Самсонов Г.В., Дроздова С.В. Сульфиды. — М.: Металлургия, 1972. — 187 с. 2. Чальый В.П. Гидроокиси металлов. — М.: Химия, 1972. — 141 с. 3. Тананаев И.В., Мзареулишвили Н.В. Изучение реакции образования гидроокиси цинка // Журнал неорганической химии. — 1956. — Т. I. — № 10. — С. 2216—2224. 4. Пономарева Е.И., Соловьева В.Д., Свирчевская Е.Г. и др. О старении гидроокисей некоторых металлов и растворении их в едком натре // Тр. ин-та металлургии и обогащения Академии наук Казахской ССР. — 1973. — Т. 49. — С. 59—65.

УДК 661.832.2(088.8)

І.Є. Максимович, Т.В. Перекупко,
К.І. Блажівський, Л.М. Кропивницька
Національний університет “Львівська політехніка”,
кафедра хімії та технології неорганічних речовин

ДОСЛІДЖЕННЯ РЕГЕНЕРАЦІЇ ВІДПРАЦЬОВАНОГО РОЗЧИНУ МОНОЕТАНОЛАМІНУ НАТРІЮ ГІДРОКСИДОМ

© Максимович І.Є., Перекупко Т.В., Блажівський К.І., Кропивницька Л.М., 2003

Експериментально визначені оптимальні умови регенерації відпрацьованого розчину моноетаноламіну виробництва магнію оксиду 32 %-м розчином NaOH.

The optimal parameters of process regeneration solution of monoethanolamine of production of magnium oxide by 32 % solution NaOH were selicted by experimental way.

Постановка проблеми. Рентабельність виробництва високоякісного магнію оксиду моноетаноламіновим способом [1] визначається, насамперед, можливістю регенерації відпрацьованих маточних розчинів — розчинів моноетаноламоній хлориду (МЕА · HCl) з виділенням моноетаноламіну (МЕА) у чистому вигляді та поверненням його у цикл виробництва.

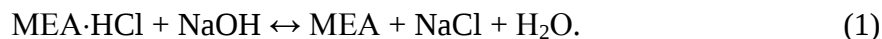
Аналіз останніх досліджень і публікацій. Запропонований раніше спосіб регенерації МЕА·HCl кальцію гідроксидом [2] має суттєві недоліки: необхідність значного надлишку реагенту (50 % від стехіометрії) для досягнення повного ступеня регенерації, утворення багатотоннажного відходу — дрібнокристалічного кальцію хлориду, забрудненого калію та натрію хлоридами. Тому актуальним завданням є пошук кращого способу регенерації відпрацьованих розчинів МЕА у виробництві магнію оксиду.

Можливим варіантом вирішення цієї проблеми є використання сильнішого лужного реагенту — водних розчинів натрію гідроксиду, який використовується для регенерації МЕА в процесах очищення газів [3].

Мета роботи. Вивчення взаємодії відпрацьованого розчину МЕА з водним розчином натрію гідроксиду та визначення оптимальних параметрів цього процесу, а також розроблення методики аналізу МЕА та МЕА · HCl у дослідженій сольовій системі.

У досліджах використали відпрацьований розчин усередненого складу, мас. % : MEA — 22,48; MEA·HCl — 17,05; MgCl₂ — 0,36; CaCl₂ — 0,46; NaCl — 0,52; KCl — 1,05; H₂O — 58,08 і 32 %-й розчин NaOH (продукт електролізу натрію хлориду в мембранному електролізері), який готували з реактиву кваліфікації “хч”.

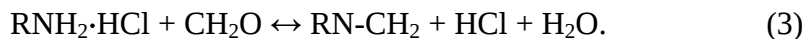
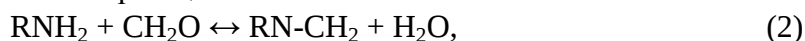
Вивчали вплив кількості натрію гідроксиду на ступінь регенерації MEA · HCl та склад одержаної системи. Кількість натрію гідроксиду змінювали в межах 25—125 % від стехіометричної норми, розрахованої за рівнянням:



Закінчення реакції регенерації констатували за двома — трьома послідовними пробами рідкої фази, в яких визначали вміст MEA, Na⁺ та K⁺ за відомими методиками [4, 5]; сумарний вміст йонів кальцію і магнію, та окремо йонів кальцію — за методикою [6].

Складність ідентифікації хімічних сполук, зокрема MEA та MEA·HCl, при надлишку NaOH у дослідженій системі зумовлювалась наявністю однойменних йонів, які входять до складу різних сполук. Так, лужність була зумовлена одночасною присутністю NaOH і MEA, вміст хлорид-йонів — NaCl і MEA · HCl, вміст Na⁺ — NaOH та NaCl.

Для вирішення цього завдання на підставі існуючих методик [7, 8] нами була розроблена методика визначення MEA · HCl у водних розчинах ізопропілового спирту. Аналіз здійснювали у такій послідовності. Спочатку надлишковий натрію гідроксид відтитровували 0,1 н розчином хлоридної кислоти в присутності індикатора тимолфталейну. Після цього в пробу додавали 30 %-й розчин формальдегіду, який попередньо нейтралізували у присутності індикатора фенолфталейну. При цьому в розчині відбуваються реакції:



Утворену за реакцією (3) хлоридну кислоту відтитровували 0,5 н розчином натрію гідроксиду до появи блакитного відтінку розчину.

Одержані склади розчинів після регенерації наведені в таблиці.

Залежність складу регенованого розчину MEA від кількості 32 %-го натрію гідроксиду на регенерацію

Кількість NaOH, % від стехіометрії	Концентрація в розчині, мас. %							
	MEA	MEA·HCl	CaCl ₂	MgCl ₂	NaCl	KCl	NaOH	H ₂ O
25	21,54	16,07	0	0	1,49	1,00	0,99	58,92
50	23,38	10,63	0	0	4,20	0,95	0,62	60,23
75	24,68	6,28	0	0	6,30	0,91	0,52	61,31
100	26,55	1,25	0	0	8,85	0,87	0	62,48
110	26,63	0,35	0	0	9,24	0,85	0,19	62,75
116	26,50	0,11	0	0	9,28	0,84	0,43	62,84
118	26,45	0,03	0	0	9,29	0,84	0,51	62,87
120	26,38	0	0	0	9,28	0,84	0,61	62,90
125	26,15	0	0	0	9,20	0,83	0,88	62,94

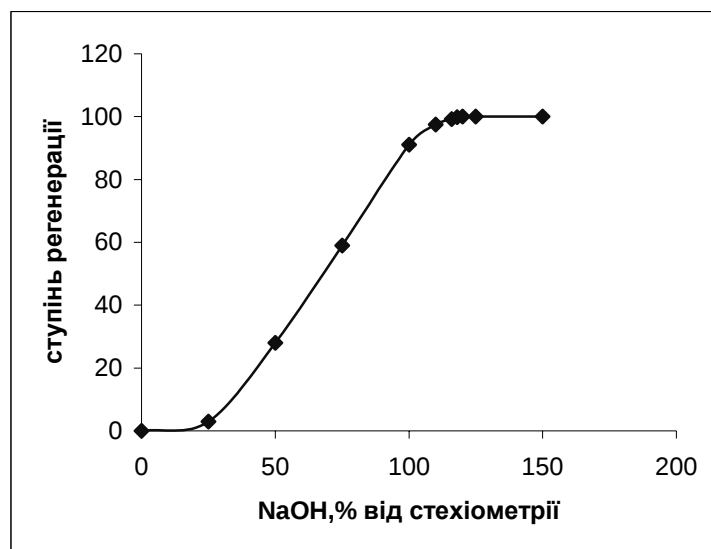
Як показують результати досліджень, для досягнення повної регенерації MEA·HCl також необхідний надлишок натрію гідроксиду (20 % від його стехіометричної норми). Ця надлишкова кількість NaOH витрачається на зміщення рівноваги реакції (1) праворуч, а також на

взаємодію з кальцієм та магнієм хлоридами. Унаслідок цього в регенованому розчині повністю відсутні йони кальцію і магнію, які випадають в осад за реакціями:



На підставі одержаних результатів визначали ступінь регенерації відпрацьованого розчину МЕА як відношення різниці між початковою і залишковою кількостями МЕА·НСІ в розчині до початкової у відсотках.

Розраховані значення ступеня регенерації показані на рисунку.



Залежність ступеня регенерації моноетаноламоній хлориду від кількості NaOH на регенерацію

Висновки. Виконані дослідження вказують на перспективність застосування розчинів NaOH для регенерації відпрацьованих розчинів МЕА. Це дасть змогу спростити технологію виробництва магнію оксиду, не вводити у систему, що переробляється, нового компонента — кальцію хлориду, використати одержані натрію та калію хлориди для виробництва відповідних гідроксидів, створити замкнутий цикл виробництва і уникнути утворення відходу кальцій хлориду. Одержані результати будуть використані для розроблення ресурсозберігаючої технології магнію оксиду.

1. Перекупко Т.В., Максимович И.Е., Блаживский Н.И. Новая технология получения оксида магния путем утилизации отбросных хлормagneйевых растворов // Тез. докл. Всесоюз. науч.-техн. конф. "Интенсивные и безотходные технологии и оборудование". — Волгоград, 1991. — Т. 2. — С. 55.
2. Богун О.В., Перекупко Т.В., Берт Э.С. Исследование процесса взаимодействия хлорида моноэтаноламмония с оксидом кальция // Вест. Львов. политехн. ин-та. — 1985. — № 211. — С. 64—67.
3. Очистка технологических газов / Под ред. Т.А. Семеновоу и И.Л. Лейтеса. — М.: Химия, 1977. — 488 с.
4. Алексеев В.Н. Количественный анализ. — М.: Химия, 1973. — 584 с.
5. Полуэктоу Н.С. Методы анализа по фотометрии пламени. — М.: Химия, 1983. — С. 101—103.
6. Унифицированные методы анализа вод / Под ред. д-ра хим. наук Ю.Ю. Лурье. — М.: Химия, 1973. — С. 240, 150.
7. Сиггиа С., Ханна Д.Г. Количественный органический анализ по функциональным группам: Пер. с англ. — М., 1983. — 672 с.
8. Шапиро С.А., Шапиро М.А. Аналитическая химия. — М.: Высшая школа, 1971. — С. 277—280.