

УДК 541.182:546.623

ПОЛУЧЕНИЕ ТВЁРДОГО ГИДРОКСОХЛОРИДА АЛЮМИНИЯ ПУТЁМ ЗАМЕНЫ РАСТВОРИТЕЛЯ

Быкадоров Н.У., Жохова О.К., Кейбал Н.А., Каблов В.Ф.

Волжский политехнический институт, филиал ФГБОУ ВПО «Волгоградский государственный технический университет», Волжский, e-mail: Olga_VPI@mail.ru

Предложен способ перевода водного раствора гидроксохлорида алюминия (ГОХА) в твёрдое состояние методом замены растворителя (воды) на ацетон. Найдены оптимальные соотношения ацетон: вода для выделения твёрдого ГОХА. Исследована возможность регенерации системы ГОХА – ацетон – вода с целью повторного использования ацетона.

Ключевые слова: гидроксохлорид алюминия, растворитель, ацетон, водно-ацетоновая фракция

OBTAINING OF SOLID ALUMINUM HYDROXOCHLORIDE BY CHANGING A SOLVENT

Bykadorov N.U., Zhokhova O.K., Keibal N.A., Kablov V.F.

Volzhsky Polytechnical Institute, branch of Volgograd State Technical University, Volzhsky, e-mail: Olga_VPI@mail.ru

A method of transferring an hydroxyaluminum chloride (HOAC) water solution into the solid state by changing a solvent (water) for acetone has been proposed. There have been found optimal acetone: water ratios for separation of the solid HOAC. A possibility of the HOAC – acetone – water system regeneration with a purpose of acetone re-using has been investigated.

Keywords: hydroxyaluminum chloride, a solvent, acetone, a water- acetone fraction

Гидроксохлорид алюминия (ГОХА) широко используется в качестве коагулянта для целей водоподготовки и водоочистки [1], для получения других коагулянтов на его основе [2-4], для снижения водопроницаемости нефтяных скважин [5] и в других областях.

Существует несколько способов перевода гидроксохлорида алюминия из жидкого состояния в твёрдое. Это, например, осушение путём термического нагрева [6], добавление различных солей (NaCl, Al₂(SO₄)₃, MgCl₂ и т.д.) [7-9], введением в систему аминоксодержащих веществ, например, гексаметилентетраамина [10]. Однако, в первом случае требуются значительные энергозатраты, поскольку в исходно жидком гидроксохлориде алюминия содержится 54–70% влаги. Добавки же различных солей увеличивают стоимость твёрдого продукта. Кроме того, вся имеющаяся влага (54–70%) в связанном состоянии остаётся в готовом продукте, что увеличивает транспортные расходы по доставке ГОХА к месту его применения.

В данной работе для получения твёрдого ГОХА был использован метод замены растворителя. В качестве растворителя был выбран ацетон, который неограниченно растворяется в воде, а ГОХА в нём практически не растворяется.

Объектом исследования был высокоосновный ГОХА, полученный взаимодействием металлического алюминия с хлороводородной кислотой [11]. В каче-

стве растворителя использовался ацетон марки ч.д.а.

ГОХА имеет гелеобразную консистенцию с высокой вязкостью, с содержанием основного вещества (полимер Al₂(OH)₅Cl) 54%, что составляет 10,6% по алюминию и 5,5% по хлорид-ионам. Процентное соотношение в основном продукте оказалось равным Al³⁺:Cl⁻ = 1:0,519.

Для определения оптимального режима перевода ГОХА из раствора в твёрдое состояние были проведены исследования с различным количественным соотношением ГОХА:ацетон. Так, например, к 20 г раствора ГОХА, содержащему 10,8 г основного вещества, добавили 20 мл (15,8 г) ацетона. Выпавший осадок отделили и высушили. Масса твёрдой фазы составила 4,2 г, т.е. в осадок перешло только 38,9% ГОХА, остальная часть его осталась в растворе. Такое неполное выделение ГОХА связано с тем, что массовое соотношение ацетон:вода в растворе составило 1:0,58. В данном случае действие воды превалирует. Вода является более полярным веществом и в этой системе растворимость ГОХА достаточно высока.

При увеличении количества введённого ацетона до 50 мл (39,5 г) к прежней навеске раствора ГОХА (20 г), масса образовавшегося осадка составила 9,6 г или 88,9%, что значительно больше, чем в предыдущем опыте. В этом случае соотношение ацетон:вода составило по массе 1:0,233. Таким образом, на степень перевода ГОХА из

жидкого состояния в твёрдое сильно влияет количество добавляемого ацетона.

В ходе проведения эксперимента было отмечено замедление и даже прекращение процесса фильтрации. Это связано с тем, что ацетон, имея низкую температуру кипения (56,24 °С), в ходе фильтрования испаряется, относительная концентрация воды в дисперсионной среде повышается. Вследствие этого осадок начинает растворяться

и переходит в сильновязкий гель, который забивает поры фильтра и процесс прекращается.

Рассмотрено также влияние очередности введения компонентов в систему, поэтому в следующей серии экспериментов был изменён порядок смешивания реагентов: к 100 мл ацетона добавляли разные количества ГОХА. Результаты опытов представлены в табл. 1.

Таблица 1

Влияние соотношения в системе ацетон:вода на образование твёрдого ГОХА

№ п/п	Масса раствора ГОХА (г), добавляемого к 100 мл ацетона	Масса воды (г), введённой с ГОХА	Отношение ацетон:вода, масс.ч.	Примечание
1	19,2	8,8	1:0,11	Образуется 98,6% твёрдого ГОХА
2	29,6	13,6	1:0,17	Образуется 95,7% твёрдого ГОХА
3	46,1	21,2	1:0,27	Образуется 88,7% твёрдого ГОХА
4	62,6	28,8	1:0,36	Система разделилась на две фазы: 54% осадка и гель
5	76,9	35,4	1:0,45	Система разделилась на две фазы: 27% осадка и сильновязкий гель, обладающий большой адгезией к стеклу и фильтрующему материалу

Как видно из таблицы, при достижении соотношения ацетон : вода от 1:0,11 до 1:0,27 (опыты 1-3) выделяется твёрдый ГОХА, который хорошо фильтруется. Это определяет достаточно высокую степень перехода ГОХА из жидкого состояния в твёрдое.

При соотношении ацетон:вода от 1:0,36 до 1:0,45 резко уменьшается количество образуемого осадка, возрастает адгезия к стеклу и фильтрующему материалу. Это указывает на то, что концентрация воды в системе превысила концентрацию ацетона и растворимость ГОХА значительно уменьшилась, поэтому он остаётся в растворе, образуя сильновязкий гель ГОХА. Т.е. при соотношении ацетон – вода выше, чем 1:0,27 большое количество ГОХА (50–80%) остаётся

в растворе и выносится вместе с фильтратом. Это происходит из-за того, что ацетон испаряется быстрее воды и в данной гетерогенной системе концентрация воды возрастает, осадок ГОХА начинает растворяться и в итоге исчезает. В результате образуется сильновязкий гель ГОХА.

Таким образом, при достижении соотношения 1:0,30 возникает необходимость в регенерации системы ГОХА-ацетон-вода с целью повторного использования ацетона. Для этого проводилась фракционная разгонка фильтрата, содержащего ацетон, воду и частично ГОХА. В этой серии опытов был выбран фильтрат с соотношением ацетон:вода = 1:0,55. В табл. 2 приведены результаты по разгонке 60 мл надосадочной жидкости.

Таблица 2

Результаты фракционной разгонки водно-ацетонового фильтрата

№ п/п	Температура, °С	Количество отогнанной фракции, мл	Остаток, мл
1	58–59	35	25
2	61–62	20	5

При температуре кипения чистого ацетона (56,24 °С) отгонки нет. В области температур 58–59 °С (табл. 2) отгоняется ацетон с частичным содержанием воды (азиотроп), при этом количество водно-ацетоновой фракции составило 58,3% от исходного объёма. Согласно справочным

данным [12], в этом интервале отгоняется смесь ацетона с водой, содержащая 83,4% ацетона.

В области температур 61–62 °С отгоняется 33,3% водно-ацетоновой смеси с содержанием ацетона 53,7–58,0%. Остаток (вода и ГОХА) в объёме составил 8,4%.

Полученные водно-ацетоновые фракции были испытаны для определения возможности выделения ГОХА из раствора. Оказалось, что фракция № 1 выделяет ГОХА в виде осадка в количественном отношении несколько меньшим, чем при использовании чистого ацетона. Фракция № 2 хуже, чем фракция № 1 выделяет осадок, при этом наблюдается процесс гелеобразования из-за большого содержания воды в растворе. Фракция № 3 не выделяет ГОХА из раствора, поскольку в ней практически отсутствует ацетон.

С целью определения вероятности изменения состава ГОХА при выделении его из раствора ацетоном, был проведён химический анализ различных фракций, результаты которого представлены в табл. 3.

Таблица 3
Процентное соотношение ионов $Al^{3+}:Cl^-$ в различных фракциях

Фракция	Содержание компонентов, масс. %		Процентное соотношение $Al^{3+}:Cl^-$ во фракции
	Al^{3+}	Cl^-	
Исходный раствор ГОХА	10,60	5,50	1:0,519
Твёрдый ГОХА, выделенный ацетоном	22,10	11,50	1:0,520
Фильтрат	0,1	0,056	1:0,560

Как видно из табл. 3, процентное соотношение ионов $Al^{3+}:Cl^-$ в жидком и твёрдом состояниях ГОХА одинаково, т.е. обработка ацетоном не изменяет химический состав ГОХА. Анализ фильтрата показал некоторое увеличение в нём хлорид-ионов по сравнению с их исходной концентрацией и концентрацией в твёрдом продукте. Это может быть связано с тем, что часть хлорводородной кислоты из раствора ГОХА перешла в фильтрат.

Таким образом, результаты данных исследований показали возможность перевода жидкого ГОХА в твёрдое состояние без значительных энергозатрат.

Список литературы

1. Запольский А.П., Баран А.А. Коагулянты и флокулянты в процессах очистки воды. – Л.: Химия, 1987. – 208 с.
2. Способ очистки природных и сточных вод от взвешенных частиц: патент РФ № 2174104. / Новаков И.А., Быкадоров Н.У., Радченко С.С., Жохова О.К., Пархоменко А.И., Радченко Ф.С., Семёнов Ю.В., Отченашев О.П. – 2001. Бюл. № 27.
3. Быкадоров Н.У., Радченко С.С., Жохова О.К., Уткина Е.Е. // Научно-технические химические технологии: тез. докл. VI Междунар. конф. – М.: Изд-во МИТХТ, 1999. – С. 251.
4. Новаков И.А., Жохова О.К., Отченашев О.П., Радченко С.С., Быкадоров Н.У., Мирошниченко И.В. Совместное влияние коагулянта и флокулянта на седиментационные свойства водной суспензии каолина // Химия и технология элементоорганических мономеров и полимерных материалов: сб. науч. трудов. – Волгоград, 1998. – С. 184.
5. Быкадоров Н.У., Каблов В.Ф., Бондаренко С.Н., Кондруцкий Д.А., Жохова О.К. Исследование процесса водоотделения при обработке алюмосиликатов смесью полиакриламида и гидроксохлорида алюминия // Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований. – 2010. – № 2. – С. 32.
6. Патент № 49-43478, Япония, опубл. 21.11.1974.
7. Способ получения твёрдого хлоралюминийсодержащего коагулянта (варианты): патент РФ № 2122973 / Новаков И.А., Быкадоров Н.У., Радченко С.С., Жохова О.К., Уткина Е.Е. – 1998. Бюл. № 34.
8. Способ получения твёрдого хлоралюминийсодержащего коагулянта: патент РФ № 2210539 / Новаков И.А., Быкадоров Н.У., Радченко С.С. и др. – 2003. Бюл. № 23.
9. Радченко С.С., Быкадоров Н.У., Новаков И.А., Жохова О.К., Уткина Е.Е., Отченашев О.П., Радченко Ф.С. О структурообразовании в концентрированных растворах высокоосновного гидроксохлорида алюминия и новых композициях коагулянтов на его основе // ЖПХ. – 2002. – Т. 75, Вып. 4. – С. 529.
10. Способ получения твёрдого хлоралюминийсодержащего коагулянта: патент РФ № 2255898 / Быкадоров Н.У., Новаков И.А., Каблов В.Ф., Радченко С.С., Жохова О.К., Кондруцкий Д.А. – 2005. Бюл. № 19.
11. Жохова О.К., Романихин В.В., Уткина Е.Е. Получение гидроксохлорида алюминия из отходов химических и металлургических производств // Научный потенциал студенчества в XXI веке: IV Междунар. конф. – Ставрополь, 2010. – Т. 1. – С. 357.
12. Гордон А., Форд Р. Спутник химика. Физико-химические свойства, методики, библиография. – М.: Мир, 1976. – 541 с.