

Презентация по химико-технологической практике на тему: "Рассмотрение продуктов цинкового производства при помощи аналитических методов анализа"

Выполнил работу: студент 4 курса хим.
факультета группы хб-401 Воцила Артем
Место прохождения практики: ОФХМА ПАО
"ЧЦЗ"

Краткая характеристика ПАО "Челябинский цинковый завод"

- ПАО «Челя́бинский цинко́вый заво́д» (ЧЦЗ) — российское предприятие цветной металлургии, расположенное в городе Челябинске. Структурно ЧЦЗ входил в «цинковый дивизион» группы ЧТПЗ, с 29 сентября 2009 года — контрольный пакет акций был приобретен консорциумом независимых инвесторов, в составе которых РМК и УГМК. В октябре 2016 года ФАС разрешило УГМК консолидировать 100% акций ЧЦЗ.



21 мая 1929 года жители областного центра впервые узнали о строительстве цинкового завода из газеты «Челябинский рабочий».

10 сентября того же года было основано управление по строительству завода «Уралцинкострой». Именно с этого дня началась история Челябинского цинкового завода.

Осенью 1930 года строители приступили к возведению зданий и сооружений Челябинского цинкового завода. Первыми были построены заводоуправление, деревообрабатывающая и механическая мастерские, пожарное и паровозное депо, лаборатория железнодорожные



6 ноября 1934 года на опытной установке из калатинского концентрата был получен первый катодный цинк. Летом 1934 года завод посетил нарком тяжелой промышленности СССР Григорий Орджоникидзе.

5 апреля 1935 сдается в эксплуатацию фидерная подстанция. Включение проходит нормально, оборудование работает исправно. 9 апреля с катодов снимают первый уральский металлический цинк.



Технология производства предприятия и список выпускаемой продукции

В настоящее время завод выпускает следующую товарную
продукцию:

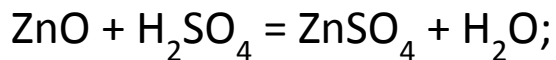
- 1. Цинк, ГОСТ 3640-94, марки SHG, ЦОА, ЦО, Ц1;
- 2. Сплавы на его основе ТУ-647 РК-00200928-96-2000;
- 3. Кадмий, ГОСТ 1467-93, марки КдОА, КдО;
- 4. Индий, ГОСТ 10297-94, марки ИН-000, ИН-00;
- 5. Серная кислота техническая, ГОСТ 2184-77, улучшенная 1 и 2 сорта

На ПАО «ЧЦЗ» используется схема гидрометаллургического извлечения цинка. Модернизация производственных мощностей, внедрение современных технических решений в технологический процесс позволили обеспечить высочайшее качество продукции, один из самых низких в аналогичном производстве показателей расхода электроэнергии на тонну металла и соответствие предприятия самым жестким российским и международным экологическим требованиям.

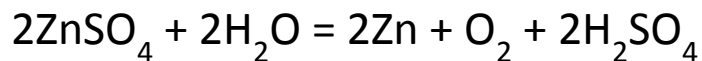
Гидрометаллургический процесс

Сущность гидрометаллургического способа производства цинка заключается в обработке обожженных цинковых концентратов слабым раствором серной кислоты с переводом цинка в раствор в виде сернокислой соли и электролитическом выделении металлического цинка из очищенных сульфатных растворов. Затем катодный цинк переплавляют в электропечах в чушковый цинк.

Оксид цинка растворяют в серной кислоте:



полученный раствор сульфата цинка подвергают электролизу, на катоде выделяется цинк:



Производственный процесс получения цинка гидрометаллургическим методом складывается из следующих основных стадий:

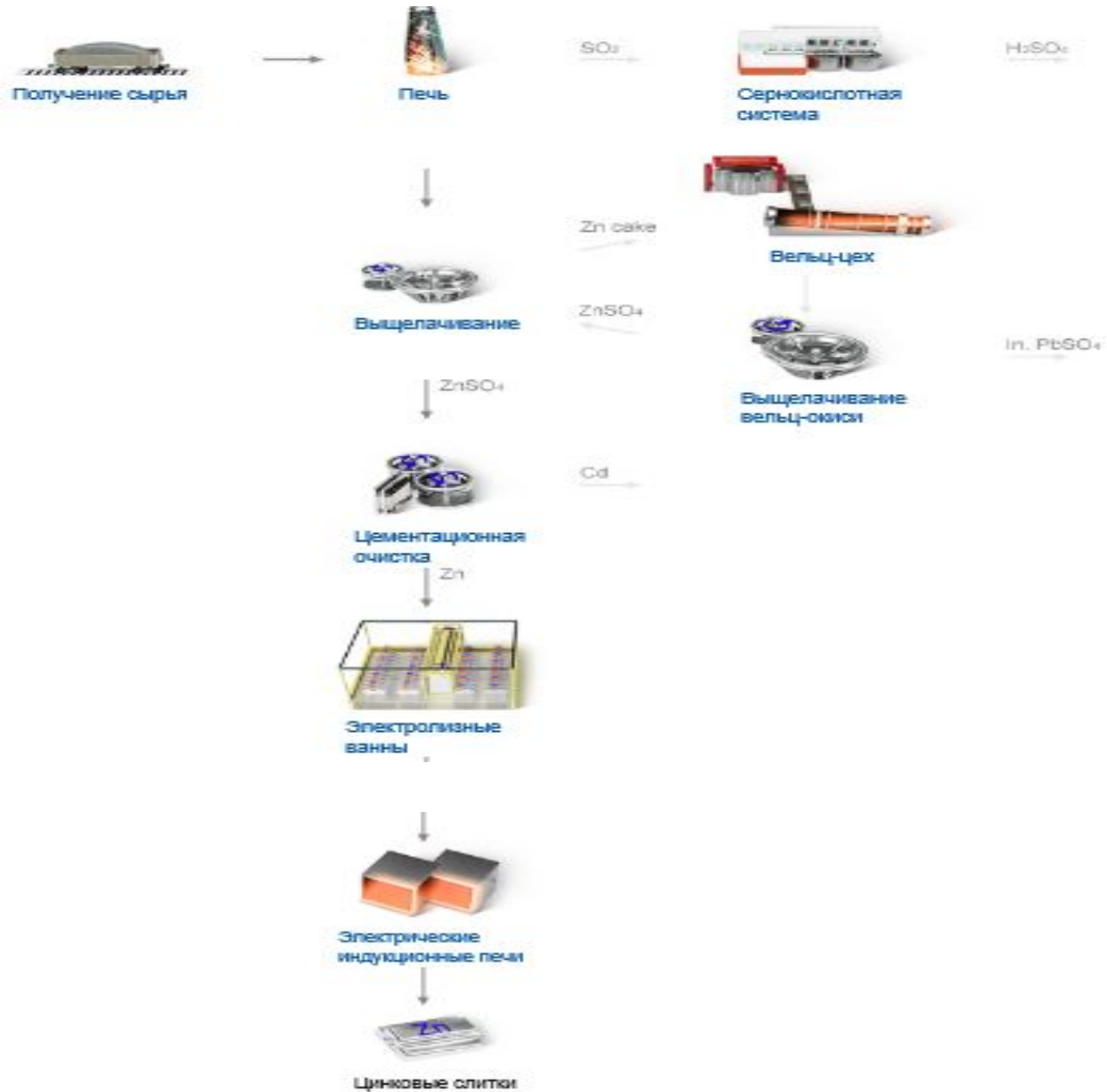
1. Обжиг цинковых концентратов;
2. Выщелачивание цинксодержащих материалов;
3. Очистка цинковых растворов от примесей;
4. Электролитическое осаждение цинка;
5. Плавка катодного цинка;
6. Вельцевание цинковых кеков (остатков от выщелачивания продуктов обжига);
7. Переработка вельц-окислов;
8. Производство серной кислоты.

По сравнению с дистилляционным методом гидрометаллургический способ имеет много преимуществ.

Основные из них:

- комплексное извлечение металлов,
- механизация трудоемких процессов,
- оздоровление условий труда,
- высокое извлечение и высокая чистота металла.

Схема гидрометаллургического извлечения цинка и извлечения попутных компонентов на ЧЦЗ:



Краткая характеристика ОФХМА и описание изученных в ходе производственной практики аналитических методов анализа

Физико-химическая лаборатория имеет три этажа, полезная площадь составляет 3240 м². В лаборатории предусмотрено всё для улучшения условий труда персонала (57 человек):

- просторные помещения для выполнения анализов и специальные помещения для хранения кислот и реактивов.
- аварийные души на каждом этаже;
- лифт-подъемник для доставки химических реактивов на рабочие места;
- система центрального кондиционирования приточной вентиляции.

В физико-химической лаборатории присутствуют следующие виды оборудования: последовательный рентгенофлуоресцентный спектрометр, установка автоматической нейтрализации и очистки отработанных растворов с системой обезвоживания шлама, ионный хроматограф Metrohm 850 Professional, система микроволнового разложения проб. Установка автоматической нейтрализации и очистки отработанных растворов с системой обезвоживания шлама Split-O-Mat® SOM 1500 является локальными очистными сооружениями лаборатории и позволяет снижать содержание загрязняющих веществ в сточных водах



Хроматограф предназначен для определения токсичных соединений, таких как сульфаты, нитриты, нитраты, хлориды, фосфаты и другие анионы в пробах сточных вод, что очень важно для мониторинга экологической ситуации.

Рентгенофлуоресцентный спектрометр предназначен для анализа готовой продукции и входного контроля сырья. Система микроволнового разложения проб позволяет осуществлять подготовку проб для анализа в течение нескольких минут без выпаривания.

Также относительно недавно парк оборудования физико-химической лаборатории ЧЦЗ пополнился прибором фирмы Agilent.

Атомно-абсорбционный спектрометр обеспечивает высокоточный анализ концентратов, клинкера, сточной воды, цинка и сплавов.

Этот прибор проводит измерение концентрации элементов в растворах. Под действием температуры атомы металлов поглощают свет определенной длины волны (так называемое «резонансное поглощение»). Чем больше света поглотится – тем больше элемента в пробе. В прибор устанавливается специальная лампа (своя для каждого элемента) и настраивается таким образом, чтоб свет, проходящий через приемник, был максимальным. В газовом блоке поджигается специальная ацетиленовая смесь. Через силиконовый капилляр необходимо подать раствор в распылительную камеру, где, пройдя через другой капилляр из иридия с очень узким отверстием, раствор превращается в туман. Этот «туман» попадает в пламя, где происходит поглощение света определенной длины волны атомами определяемого элемента. Лаборант заранее подает в пламя растворы с известным содержанием определяемого элемента, таким образом опытным путем получая зависимость количества поглощенного света от количества вещества. Через эту зависимость и рассчитывается содержание исследуемого компонента в пробе.

Преимуществами атомно-абсорбционного метода анализа является простота и малое влияние состава пробы на результаты анализа. В час можно проводить до 5

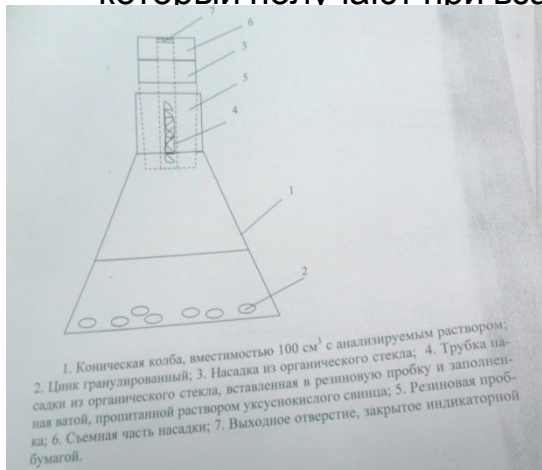


Измерение массовой доли (концентрации) мышьяка в твердых промпродуктах и технологических растворах цинкового производства арсиновым методом

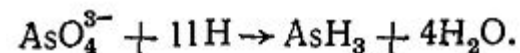
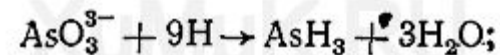
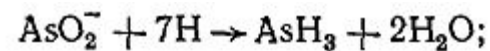
Метод позволяет определять массовую долю (концентрацию) мышьяка в твердых промпродуктах и технологических растворах цинкового производства в диапазоне измерений от 0,001 до 0,5 % (0,01 до 500 мг/дм³).

Измерение массовой доли мышьяка в растворах и твердых промпродуктах цинкового производства основано на реакции мышьяковистого водорода с бромидом ртути. Мышьяк восстанавливают до мышьяковистого водорода металлическим цинком в солянокислой среде. Образующийся мышьяковистый водород проходит в приборе для улавливания через фильтровальную бумагу, пропитанную раствором бромида ртути, и окрашивает ее в желто-коричневый цвет. Интенсивность окрашивания зависит от количества мышьяка в пробе.

Восстановление соединений мышьяка производится водородом в момент его выделения, который получают при взаимодействии $Zn + H_2SO_4 \rightarrow ZnSO_4 + 2H_2$: серной кислотой:

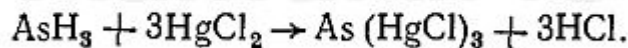
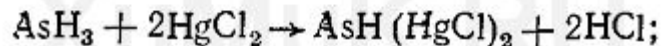
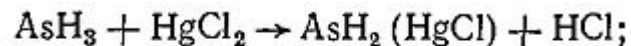


Водород, образовавшийся при взаимодействии серной кислоты и цинка, восстанавливает соединения мышьяка до AsH₃:



Прибор для определения массовой концентрации мышьяка арсиновым методом.

Образовавшийся мышьяковистый водород реагирует с хлоридом или бромидом ртути (II), которыми пропитана фильтровальная бумага. При реакции образуется ряд окрашенных соединений, которые располагаются на бумаге в виде желтых или коричневых пятен:



После обработки бумаги слабым раствором иодида калия вся бумага (кроме пятна, содержащего указанные соединения мышьяка) приобретает красноватую окраску, обусловленную переходом хлорида или бромида ртути в иодид этого металла:



При дальнейшей обработке бумаги концентрированным раствором иодида калия бумага обесцвечивается (образуется $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$), а пятно, содержащее соединения мышьяка $\text{AsH}_2(\text{HgCl})$, $\text{AsH}(\text{HgCl})_2$, $\text{As}(\text{HgCl})_3$, остается желтым или коричневым.

Массовую концентрацию мышьяка в пробе технологического раствора ($X_{\text{раств}}$), мг/дм³ вычисляют по формуле:

$$X_{\text{раств}} = \frac{m \cdot 1000}{V \cdot 1000}$$

где m -количество мышьяка в растворе пробы, найденное по шкале стандартов, мкг;

V -объем аликвотной части,
см³;

Измерение массовой доли водорастворимых солей в пробах цинковых концентратов, промпродуктов цинкового производства гравиметрическим методом

Данный метод анализа позволяет определять массовую долю водорастворимых солей в цинковых концентратах и промпродуктах цинкового производства в диапазоне измерений от 0,3 до 8,0 %.

Измерение массовой доли водорастворимых солей основано на взвешивании сухого остатка после выпаривания раствора, полученного в результате обработки пробы кипячением в воде.

Массовую долю водорастворимых солей, % рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m} * 100\%,$$

где m_1 – масса стакана без осадка, г;

m_2 – масса стакана с осадком, г;

m – масса навески, г ($m = 1,0000$ г)

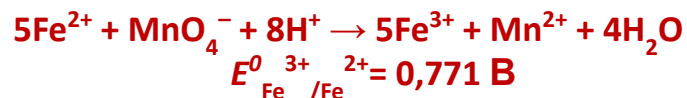
Название цинкового концентрата	Масса сухого чистого стакана г m_1	Масса стакана с осадком, полученного путем выпаривания раствора соли m_2 , г	Массовая доля водорастворимой соли, % $p.c. = (m_2 - m_1) * 100\%$
Александрийский к-т дек.пр.	51,7918	51,8104	1,86
Карбалихинский к-т дек. пр.	48,3799	48,3924	1,25
Акжальский к-т дек. пр.	56,0215	56,0283	0,68
Орский к-т дек.пр.	41,9753	41,9876	1,23
Сибайский к-т дек. пр.	51,3892	51,4159	2,67

Измерение массовой концентрации железа общего и железа (II) в растворах цинкового производства титриметрическим методом

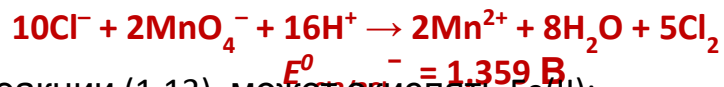
Данный метод позволяет определять массовую концентрацию железа общего и железа (II) в растворах цинкового производства в диапазоне измерений от 0,010 до 10,0 г/дм³

Измерение массовой концентрации железа основано на реакции окисления двухвалентного железа перманганатом калия. Точка эквивалентности определяется по собственной окраске KMnO_4 , не исчезающей в течение нескольких минут.

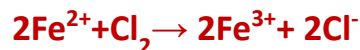
Железо растворяют в хлороводородной (серной) кислоте, количественно переводят в Fe(II) и титруют перманганатом в соответствии с уравнением реакции:



Известно, что реакция между Fe(II) и KMnO_4 в солянокислой среде дает завышенные результаты. Эта погрешность связана с индуцированным окислением хлорид-ионов по схеме:



Хлор, образующийся по реакции (1.13), может окислять Fe(II):



Если бы весь хлор оставался в растворе, количество окисленного им Fe(II) было бы строго эквивалентно количеству перманганата калия, затраченного на образование хлора. В действительности часть хлора успевает улетучиться, что и является причиной повышенного расхода титранта. Для устранения этого источника погрешности на практике используют два основных приема:

1) удаление хлороводородной кислоты перед титрованием выпариванием раствора с серной кислотой; 2) добавление смеси Рейнгарда – Циммермана с последующим титрованием в присутствии HCl.

Смесь Рейнгарда – Циммермана состоит из сульфата марганца (II), концентрированных серной и фосфорной кислот. Действие данной смеси сводится прежде всего к обеспечению необходимой концентрации катализатора Mn(II). Фосфорная кислота связывает в комплекс $([Fe(PO_4)_2]^{3-})$ образующиеся при титровании ионы Fe(III) и устраняет желтую окраску его хлоридных комплексов, мешающую установлению конечной точки титрования. При этом введение в раствор фосфорной кислоты (и в меньшей степени серной) также понижает потенциал пары Mn^{3+}/Mn^{2+} ($E^0_{Mn^{3+}/Mn^{2+}} = 1,51$ В) и Fe(III)/Fe(II), в результате чего интенсифицируется основная реакция между MnO_4^- и Fe(II) и ингибируется (в основном ионами Mn^{2+}) индуцированная реакция окисления хлорид-ионов.

Массовую концентрацию железа общего или железа (II), г/дм³, рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{T \cdot V \cdot 1000}{m},$$

где T- титр раствора $KMnO_4$, выраженный в граммах железа, г/см³;

V- объем раствора $KMnO_4$, пошедший на титрование, см³;

m- объем аликвотной части пробы, см³;

1000- коэффициент пересчета на дм³.

Технологический раствор	Объем аликвотной части пробы m, см ³	Объем раствора $KMnO_4$, пошедший на титрование V, см ³	Массовая концентрация Fe(II) в растворе X, г/дм ³
ВСНС	10,0	0,1	0,015
Очищенный	50,0	0,7	0,021
Гетит	10,0	2,2	0,330
Нейтральный	5,0	0,4	0,120
Возгоны	2,0	0,5	0,375

Определение гранулометрического состава дисперсных материалов методом ситового анализа

Сущность метода заключается в том, что порошок просеивают на вибрационном стенде через ситовой анализатор, в котором сита с разным размером ячейки установлены последовательно друг над другом, вверху сита с наибольшей ячейкой книзу размер ячейки сита уменьшается. Ситовый анализ позволяет определить размер частиц, отделить частицы разного размера друг от друга и вычислить количественное соотношение частиц различной дисперсности.

Ход работы

1. Для проведения ситового анализа сита устанавливаются друг над другом. Наверху помещается сито с самыми крупными ячейками, а внизу – с самыми мелкими. Для анализа берется навеска железной окалины в 200 г, которая насыпается на верхнее сито и просеивается с помощью вибратора в течение 10 – 15 мин.
2. После просева каждая фракция порошка взвешивается.
3. Вычисляется процентное содержание каждой фракции по формуле

$$X = \frac{m_n}{M} * 100\%$$

где m_n -масса фракции
 M - масса навески

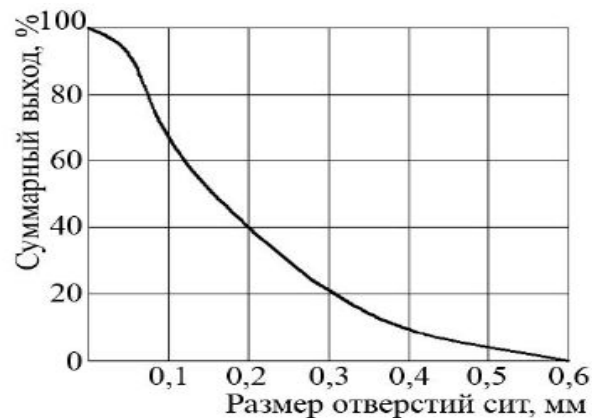
Результаты ситового анализа железной окалины

Размер отверстий сит,	Выход каждой фракции		Суммарный выход
мм	г	%	%
-0,59+0,42	15	7,32	7,32
-0,42+0,3	13	6,34	13,66
-0,3+0,21	21	10,25	23,91
-0,21+0,15	17	8,29	32,20
0,15+0,1	35	17,07	49,27
-0,1+0,074	41	20,00	69,27
-0,074+0	63	30,73	100,00



Анализатор (просеивающая машина) ситовой, AS 300 control

Данные ситового анализа можно изобразить графически, получим характеристику крупности материала. Обычно строят кривую суммарной характеристики «по плюсу», т.е. по суммарному остатку материала на ситах, начиная с самых крупных. При этом на оси абсцисс в масштабе откладывается размер отверстий сит, на которых производился ситовой анализ, в миллиметрах, а на оси ординат – суммарный остаток на ситах в процентах.



Из этого графика видно, что участок кривой для сит размера $-0,074$ и $+0,074$ мм имеет выпуклый характер, а для остальных сит-вогнутый характер. Это означает, что в железной окалине наблюдалось неравномерное распределение зерен: фракции содержали в основном мелкие зерна, но в них имеются также и зерна крупного размера, что говорит о недостаточной эффективности просеивающей машины и для ее повышения необходимо увеличить время просеивания образца, а также досеять пробу после пропускания через ситовой анализатор.

Заключен ие

В результате прохождения химико-технологической практики на ПАО "ЧЦЗ" в ОФХМА СТК были решены все поставленные задачи, а также приобретены некоторые профессиональные компетенции.

За время прохождения практики было освоено выполнение ряда физико-химических методов анализа технологических растворов и твердофазных продуктов цинкового производства, а именно: ситовой анализ огарков, цинковой пыли (мелкой и крупной), окиси цинка, коксовой мелочи, железного порошка, вельц-окиси; определение массовой доли мышьяка в твердых промпродуктах и технологических растворах цинкового производства арсиновым методом; определение массовой доли водорастворимых солей в пробах цинковых концентратов, шихте печей КС гравиметрическим методом; определение массовой концентрации взвешенных веществ (грубодисперсных примесей) в технологических растворах гравиметрическим методом; определение массовой концентрации железа общего и железа(II) в растворах цинкового производства титриметрическим методом.

Основной проблемой при выполнении работ в лаборатории являлось отсутствие точных методик по некоторым видам анализа и электронного архива документированных сведений, а также малое количество высокотехнологичного оборудования.

Выявленные недостатки позволяют предложить следующие рекомендации: внедрение полностью автоматизированной информационной системы с целью уменьшения количества бумажной информации, увеличение числа высокотехнологичного оборудования для сокращения времени выполнения анализов и увеличения производительности предприятия.

Знания, умения, навыки, полученные за время прохождения практики явились стимулом для активной работы в освоении будущей профессии, позволили получить первый профессиональный опыт работы на предприятии и получить общее представление о специфике работы ПАО "ЧЦЗ"