Министерство общего и профессионального образования РФ

Ярославский государственный технический университет

Кафедра охраны труда и природы

Курсовой проект защищён

с оценкой\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Руководитель

Асс. Т.Ю. Дроздова.

Расчётно-пояснительная записка

к курсовой работе по дисциплине

«Технология основных производств и

промышленная экология»

Получение феррита бария из отходов

производства машиностроительных предприятий.

ОТП 09.26.32.07.022 КП

|  |  |
| --- | --- |
| *Нормоконтролёр**Асс. Т.Ю. дроздова* *“\_\_\_”\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_2001 г.* | *Проект выполнил* *студент гр. ХТОС-52*  *С.Р. Хайрулин**“\_\_\_”\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_2001 г.* |

2001

**Реферат.**

Бария гексаферрит, бария карбонат, отход термического производства, утилизация, бария хлорид, гальваношлам.

 В курсовой работе предложены методы получения феррита бария, который является основной составляющей частью магнитно-твердых материалов. Методы позволяют использовать железо из следующих источников: гальваношламов, отходов металлургического производства. Показана возможность использовать в качестве барий содержащего компонента промышленного отхода, образующихся при регенерации щелочных электролитов аккумуляторных батарей. В предложенном методе используется хлорид бария – отход закалочных ванн термического производства.

 В результате реализации предложенных технологических решений получается феррит бария - магнитно-твердый материал, который является менее токсичным за счет процессов ферритизирования с участием тяжелых металлов при температурной обработке.

**Введение.**

 В курсовой работе предпринята попытка решения проблемы утилизации гальваношламов и содержащегося в них железа, а также отходов машиностроительной, автомобильной, металлургической промышленности.

 Гидрооксиды тяжёлых металлов (хром, никель, цинк, медь, железо), входящие в состав гальваношламов, обладают токсичным, концерогенным и мутагенным влиянием на живые организмы. Ионы тяжёлых металлов являются одними из основных и наиболее опасных загрязнителей окружающей среды.

 Проблема утилизации гальваношламов является межотраслевой, поскольку гальванические цехи или участки имеются на большинстве крупных предприятий, но наиболее она выражена в машиностроении, где широко используются гальванические операции. При промывке деталей после гальванических операций ион тяжёлых металлов попадают в воду, которая очищается на станции нейтрализации. В результате очистки эти металлы выпадают в осадок в виде гидрооксидов, которые накапливаются на шламонакопителях.

 Этот вид отходов является крупнотонажным, и его накопление на территории предприятия представляет угрозу экологической безопасности, поэтому поиск технологии переработки гальваношламов является чрезвычайно важным.

 В процессе эксплуатации щелочных батарей железнодорожного подвижного состава электролит поглощает из воздуха углекислый газ, который образует углекислые соли этих металлов (карбонаты). Наличие карбонатов в электролите снижает ёмкость аккумулятора и ускоряет его саморазряд. Отработанный электролит собирается в ёмкости и подвергается регенерации, которая заключается в обработке электролита гидрооксидом бария (Ba(OH)2), в результате чего образуется белый осадок карбоната бария (ВаСО3). Отход углекислого бария собирается в емкости и свозится в отвал, т.к. его дальнейшее применение и утилизация еще не найдены.

 Крупнотоннажным является отход закалочных ванн термического производства, образующийся на машиностроительных заводах при смене очистке от окалины и других загрязнений ванн закалки стальных изделий. Данный отход относится ко второму опасности; методов его утилизации не предложено, и он продолжает накапливаться на предприятиях.

 Целью данной работы является разработка эксперементальных методов получения феррита бария-магнитно-твердого материала из отходов содержащих карбонат бария (аккумуляторного хозяйства), хлорид бария (термическое производство), гальваношламы (металлургия). Проведение термического анализа получения феррита бария.

**1. Литературный обзор.**

**1.1 Получение магнитных материалов из чистых компонентов.**

 В системе ВаО-6Fe2О3 наряду с ферритом бария ВаО 6Fe2O3 образуются и другие соединения. Установлено, что синтез гексаферрита бария , в основном ,протекает через промежуточную стадию образования моноферрита ВаFe2O4, кристаллизующегося в семи модификациях, образование которого по реакции:

BaCO3

начинается при температуре около 700 ºС. Образование гексаферрита бария:

BaFe2O4+5Fe2O3=BaFe12O19

происходит при температурах превышающих 900 ºС, и полностью заканчивается лишь при температурах 1150-1200 ºС.

 В технологии ферритов широко используется метод получения поликристаллических ферритовых порошков из химически соосаждённых смесей гидрооксидов, оксалатов, сульфатов и других солей. Выделяют три различных способа синтеза ферритов из соосаждённых смесей:

* совместное соосаждение гидрооксидов соответствующих металлов с последующим термическим разложением и ферритизацией при 800-1000 ºС;
* получение водных смесей солей соответствующих металлов с последующей дегидратизацией, термическим разложением и ферритизацией при 800-1000 ºС;
* получение твёрдых растворов изоморфных солей с последующим термическим разложением и ферритизацией при 800-1000 ºС.

 При этом отмечается, что синтез ферритов из совместно соосаждённых гидрооксидов и солей позволяет избежать стадии диффузионного переноса через слой продуктов реакции, то есть проводить синтез при более низких температурах. При этом образуются ферриты несовершенной структуры, с большим числом дефектов, для устранения которых необходимо прокаливание продуктов при 800-1000 ºС – при температурах их синтеза из механических смесей оксидов. Однако синтезированные из соосаждённых смесей ферриты получаются более однородными по составу и структуре.

 В отечественной и зарубежной практике изготовления магнитов из гексаферритов наиболее широко используют обычную керамическую технологию. В качестве исходных компонентов применяют Fe2O3 и BaCO3, который при температуре 1200 ºС разлагается на ВаО и СО2. Реакция ферритизации протекает при 1100-1200 ºС.

**1.2. Способы повышения магнитных свойств ферритов.**

 Для протекания химических реакций необходим непосредственный контакт между реагирующими частицами – молекулами, атомами, ионами. В случае реакции между твёрдыми телами непосредственный контакт возможен только в начальный момент времени, затем реагирующие компоненты разделяются прослойкой продукта реакции и дальнейшее течение процесса возможно только путём массопереноса через этот слой.

 Свойства магнитных материалов зависят от их химического состава, способа изготовления и термической обработки. При этом намагниченность насыщения относится к группе структурно-нечувствительных магнитных свойств, и её значение лишь незначительно меняется при изменении химического состава и обычно не зависит от условий изготовления и термообработки.

 Наиболее важные факторы, влияющие на формирование микроструктуры ферритов.

 Чистота сырья. В зависимости от способа синтеза применяют различное сырьё, но наиболее часто чистые оксиды и соли (сульфаты, нитраты, карбонаты). Независимо от вида сырья в конечном счёте образуются оксиды, которые вступают между собой в реакцию ферритизации. Однако химическая реакционная способность оксидов и смеси существенным образом зависит от метода её получения.

 С точки зрения получения стабильных и наилучших свойств ферритов желательно применять наиболее чистое сырьё с минимальным количеством примесей, независимо от их вида, однако с увеличением чистоты сырья значительно возрастает его стоимость. Для технологии также большое значение имеет физико-химическое состояние сырья, характеризующее его реакционную способность.

 Активность исходной смеси для получения ферритов. Наиболее доступным способом повышения активности является увеличение дисперсностишихты. Оно достигается повышением длительности, а также интенсивности помола, путём применения более совершенных помольных агрегатов, использование жидких сред или ПАВ, способствующих уменьшению работы разрушения частиц порошка и предотвращающих вторичное агрегирование его тонких фракций.

 Механические воздействия на твёрдофазные реагенты весьма разнообразны: измельчение под влиянием трения и ударов, прессование порошка, холодная обработка металлических и неметаллических материалов, действие взрывной волны и т.д.

 Самым распространённым видом механического активирования является измельчение или диспергирование твёрдых фаз. Важной особенностью механических реакций является непрерывное обновление поверхности твёрдых веществ, в результате чего эти реакции мало чувствительны к отравлению. За счёт постоянного возобновления контактов между твёрдофазными реагентами диффузионные затруднения, связанные с тормозным действием продуктов реакции, устраняются, а реакция протекает постоянно в кинетической области.

 Режим обжига, включает в себя скорость нагрева, температуру и длительность изотермической выдержки, условия охлаждения, а также состав газовой фазы, используемой на различных этапах обжига. Температура и длительность изотермической выдержки при обжиге ферритов определяются экспериментально. При этом для каждой марки ферритов определяется свой температурно-временной режим, обеспечивающий оптимум их электромагнитных параметров.

 Спекание под давлением (горячее прессование) представляет широкие возможности для регулирования среднего размера зерна и плотности ферритов. В общем случае увеличение давления всестороннего сжатия интенсифицирует рост зёрен, однако благодаря низкой температуре и длительности цикла обычно получают весьма мелкое зерно и высокую плотность материала.

 Управление гранулометрическим составом шихты (метод затравок). Экспериментальные и теоретические исследования показывают возможность регулирования роста зёрен введением специально изготовленных искусственных центров рекристаллизации. Сущность этого метода заключается во введении в предварительно ферритизированную шихту определённого количества более крупных частиц того же химического состава. Эти частицы, являясь центрами кристаллизации спекаемой массы, в конечном счёте будут определять средний размер зерна, дисперсию, плотность изделий.

**1.3. Применение ферритовых магнитных материалов.**

 Область применения магнитного материала зависит, прежде всего, от его характеристик: магнитно-твёрдые или магнитно-мягкие..

 Ферриты нашли широкое применение в качестве магнитных наполнителей для полимерных композиционных материалов. В том числе магнитно-мягкие порошки никель-цинковых, марганец-цинковых, цинковых; магнитно-твёрдые порошки гексаферрита бария, стронция. Основным преимуществом полимерных магнитов, по сравнению с металлическими или керамическими, является их лёгкая формуемость, стабильность размеров и низкая стоимость.

 Ферриты широко используются в промышленности бытовых электроприборов, производстве игрушек, дверных амортизаторов, автоматических дверных переключателей, таймеров.важное применение магнитные эластомеры нашли в медицине в качестве магнитотерапевтических средств, а также нетоксичных магнитных элементов при биопротезировании и создании искуственного сердца. В качестве магнитного материала в таких элементах используется феррит бария. Ферромагнитные порошки также нашли применение в дефектоскопии в качестве обнаружителя магнитного поля дефекта. Магнитная порошковая дефектоскопия относится к неразрушающим методам контроля качества материалов. Магнитно-твёрдые ферриты, в частности гексаферрит бария, используются в аппаратах с магнитно-вихревым током. Такие аппараты предназначены для измельчения различных материалов с высокой степенью однофазности, эмульгирования и другого. Также ферриты, полученные как из чистых компонентов так и из отходов производства, могут применяться в качестве адсорбентов для очистки сточных вод.

**2.** **Методы эксперимента и анализа.**

**2.1. Физико-химические характеристики**

**сырья и материалов.**

2.1.1. Гальваношламы.

 Электрохимические методы находят широкое применение в промышленности: машиностроении, приборостроении, радиотехнике, лёгкой промышленности. С их помощью наносят защитные, декоративные покрытия, придают поверхности металлов необходимые свойства, изготавливают детали сложной формы и осуществляют многие другие технологические операции.

 Большинство гальванических операций сопровождается промывкой, во многом определяющей качество покрытия. Именно промывка является одним из двух главных источников загрязнения природной среды токсичными компонентами гальванических производств. Второй главный источник связан с ликвидацией или частичной регенерацией отработанных технологических растворов.

 При работе гальванических цехов образуются сточные воды, содержащие, в зависимости от качества очистки, в той или иной концентрации ионные примеси катионов (меди, никеля, цинка, кадмия, хрома, железа, кобальта и других тяжёлых металлов) и их гидрооксиды (в виде суспензии и коллоидных частиц); анионов (хлоридов, сульфатов, фторидов, цианидов и других); ПАВ и другие токсичные вещества. Все эти соединения содержатся в отходах обезвреживания сточных вод – шламах, которые обычно захороняются (в лучшем случае – на специальных полигонах) и являются источниками эмиссии указанных токсинов в почвенные воды. Большинство токсинов не подвергается в природе каким-либо изменениям, устраняющим их вредное воздействие.

 Известно, что загрязнение природной среды ионами тяжелых металлов представляет большую опасность для биосферы. Помимо непосредственно токсичного действия на живые организмы, тяжелые металлы имеют тенденцию к накапливанию в пищевых цепочках, что усиливает их опасность для человека. При попадании в организм человека тяжелые металлы вызывают различные заболевания: от функциональных нарушений центральной нервной системы до тяжелых заболеваний желудочно-кишечного тракта, печени и почек.

 Таким образом, гальванические производства являются одним из основных поставщиков тяжелых металлов в окружающую среду, что способствует нарушению экологического равновесия в природе.

2.1.2. Карбонат бария (ВаСО3) – отход.

 Белый порошок углекислого бария образуется при эксплуатации щелочных батарей железнодорожного подвижного состава. Содержащийся в щелочных батареях электролит КОН (гидрооксид калия) поглощает из воздуха углекислый газ, в результате чего образуются углекислые соли. После регенерации щелочного электролита аккумуляторных батарей, из-за снижения емкости аккумулятора, образуется электролит и осадок углекислого бария (ВаСО3),которые отделяются друг от друга. Полученный электролит и осадок углекислого бария используют в дальнейшем лабораторном эксперименте.

 ВаСО3 широко используется в производстве керамики для предупреждения выцветания глиняных масс, является важнейшим химикатом в промышленности; используется в производстве телевизионного стекла.

 ВаСО3 используется в производстве магнитных ферритов, что и взято в данной работе за основу эксперементов

2.1.3. Хлорид бария (ВаСl2)- отход термического

производства.

 В металлургии для изменения внутреннего строения сплава и получения нужных свойств используется термическая обработка. Одним из видов термической обработки является закалка. Ее проводят для придания детали более высокой твердости.

 Закаливание проводят в специальных ваннах закаливания. Ванны заполняют расплавом соли, в которую погружают деталь. В зависимости от того, какие свойства необходимо придать детали, он может подвергаться низко-, средне-, или высокотемпературной обработке. Постепенно при обработке деталей в закалочных ваннах образуется пена и накапливается осадок, который снижает эффективность закаливания. Осадок из ванн удаляется и накапливается на предприятиях в больших количествах, так как способа утилизации и дальнейшего использования на данный момент не существует.

 Данный отход в основном содержит хлорид бария – соединение 2 класса опасности, он обладает токсичным действием. Малые дозы ВаCL2 стимулирует деятельность костного мозга; большие дозы вызываю дегенеративные изменения печени.

2.1.4. Порошкообразные отходы ОАО «Северсталь».

 Данные отходы собираются с помощью специального зонта после пропускания воздуха со взвешенными веществами через электрофильтр. Другой из отходов образуется в результате мокрой очистки воздуха на производстве; сушится при 1000º C в специальных печах.

 В данной работе отходы очистки воздуха от пыли и мелкодисперсных частиц тяжелых металлов используются как источник железа для получения феррита бария.

2.1.5. Химически чистые реактивы.

HCL ГОСТ 3118-77; Н2О2

BaCO3 ГОСТ 4158-80; BaCL2

F2O3 H2O (ТУ 4179-88)

**2.2. Методики эксперимента.**

2.2.1. Подготовка отхода карбоната бария для эксперимента.

 Отход карбоната бария отмывается от щелочи путем многократной промывки. Промывные воды собираются в емкость с целью определения концентрации в образовавшихся промывных водах щелочи. Отмывка осадка ведется до нейтральной реакции.

 Осадок сушится в течении 12 часов в печи при температуре 105ºС

2.2.2. подготовка отхода хлорида бария для эксперимента.

 Отход хлорида бария замачивается в большом количестве воды на несколько дней. Получившаяся смесь разделяется фильтрацией на растворимую и нерастворимую части. Нерастворимая часть термического отхода хлорида бария высушивается в печи при температуре 105ºС. растворимая часть отхода используется в ходе эксперементов получения феррита бария.

 Концентрация BaCl2 в растворимой части отхода составляет 67,96 г/л (методика 2.3.2.).

2.2.3. получение феррита бария механическим смешением

с последующей ферритизацией при 800-1000ºС.

 Гальваношлам ЛСО «Вымпел» содержит:

Fe – 33.36% Cr – 5.9% Zn – 1.49%

BaCO3 – белый порошок с содержанием Ва2+ определенным по методике, изложенной в п. 2.3.2.

 Берем 50 мл раствора гальваношлама, разбавленного в 2 раза в стакане с мешалкой. Добавляем 10мл перекиси водорода для перевода ионов металлов (Fe2+,Cr3+) в высшую валентность (Fe3+,Cr6+). Прибавляем раствор КОН (гидрооксида калия) с концентрацией 0,75н (от промывки отхода аккумуляторного хозяйства) по каплям, доводя рН до 5,5-6 (рН при котором в осадок выпадает Fe(OH)3, а остальные примеси остаются в фиольтрате) при постановке оборудования в соответствии со схемой 1.

 По достижении рН 5,5-6 суспензию нагреваем до 70ºС.

Выпавший осадок отфильтровываем и высушиваем в сушильном шкафу. В чашке ступкой измельчаем высушенный осадок в порошок.

 Уравнение реакции эксперемента:

BaCO3+12Fe(OH)3→BaFe12O19+18H2O+CO2

В соответствии с уравнением реакции берем для смешения навеску барийсодержащего компонента и сухой Fe(OH)3 смешиваем в фарфоровой чашке и ступкой растираем до пылеобразного состояния. Образовавшуюся реакционную смесь высыпаем в герметичный сосуд и отдаем на процесс ферритизации при 800-1000ºС.

Схема экспериментальной установки.

Рис.1.

1. рН-метр
2. электроды
3. магнитная мешалка
4. стакан
5. бюретка
6. штатив

2.2.4. Получение феррита бария совместным осаждением соединений железа и бария из раствора их солей с

последующей ферритизацией при 800-1000ºС.

 Взято 43,7 г гальваношлама ЯСЗ влажностью 80%, состав которого следующий:

Fe-39%; Cr-3%; Zn-2.6%

Добавляем к гальваношламу 50 мл кислоты хлороводородной (HCl), разбавленной 1:1 с водой и оставляем раствор на ночь. После , отстоявшуюся смесь фильтруем в мерную колбу 250см3. В фильтрате определяем содержание железа по методике, описанной в п.2.3.1.

 Уравнение реакции эксперемента:

Ba2++12Fe3++38OH-=BaFe12O19+19H2O

 Ход эксперимента:

К 30мл раствора , содержащего FeCl3 (получен выше) прибавляем H2O2 в избытке 20% (для перевода оставшихся ионов Fe2+ в Fe3+). К полученному раствору бурого цвета добавляем КОН по каплям при постановке оборудования в соответствии со схемой 1. Доводим рН раствора до 5,5 , что является условием выпадения в осадок железа. Хром, содержащийся в гальваношламе, остаётся в растворе. Получившийся осадок растворяем хлороводородной кислотой 1:1. К полученному раствору бурого цвета прибавляем оаределённый по стехиометрическому расчёту объём барийсодержащего компонента (ВаСО3, ВаCl2). Рибавляем щёлочь по каплям, измеряя рН. Щёлочь – КОН (гидрооксид калия) 0,75 н после промывки отхода аккумуляторного хозяйства. Осаждённую смесь фильтруем, сушим в печи при температуре 105 ºС, измельчаем в фарфоровой чашке до пылеобразного состояния, отдаём на дальнейший процесс ферритизации при температуре 800-1000 ºС.

**2.3. Методы анализа.**

2.3.1. Методика выполнения измерений.

 Содержание железа с сульфосалициловой кислотой титриметрическим методом. Метод основан на способности комплексона lll при рН 1-1,5 образовывать с ионом Fe3+ малодиссоцированный комплекс:

Fe3++H2Ind2-=FeInd-+2H+

Эта реакция при 50-55 ºС протекает стехиометрически. В качестве индикатора используют сульфосалициловую кислоту, которая в сильнокислой среде образует с ионом Fe3+ растворимое соединение лилово-красного цвета. В точке эквивалентности окраска исчезает, поскольку коиплексон извлекает железо из его соединения с сульфосалициловой кислотой.

 Проведение анализа на общее содержание железа.

В коническую колбу вместимостью 250см3 помещают объём пробы в соответствии с ФМ 01.0003-97. Прибавляют 7 капль концентрированной азотной кислоты и нагревают до кипения, чтобы окислить двухвалентное железо. Окисление происходит по схеме:

3Fe2++HNO3+3H+=3Fe3++2H2O+NO

Нейтрализуют раствор раствором гидрооксида аммония 10% до появления устойчивой слабой мути, прибавляя аммиак по каплям. Прибавляют 10см3 раствора хлористоводородной кислоты 1,0н и доводят объём раствора до 100см3 дистилированной водой. При размешивании муть от полуторных оксидов растворяется и рН снижается до 1-1,5. Нагревают раствор до 60-70ºС, прибавляют 1см3 раствора сульфалициловой кислоты 20% и титруют горячий окрашенный в лилово-красный цвет раствор комплексоном lll 0,01н при тщательном перемешивании. В точке эквивалентности окраска переходит в лимонно-жёлтую, характерную для комплексоната железа. По формуле вычисляют концентрацию железа:

x=V1\*TFe\*V\*10/a

V1 – объём комплексона lll, пошедший на титрование, см3

TFe – титр раствора комплексона lll по железу (0,2792) 0,01н

V – вместимость колбы в которой растворена навеска гальваношлама.

2.3.2. Методика проведения гравиметрического анализа.

 Осаждение.

Перед началом работы следует рассчитать примерный объём раствора осадителя. Для этого число миллимолей соединения, содержащегося в образце, делят на молярность осадителя и прибавляют 10% избытка. Затем уточняют объём, рН или температуру раствора осаждаемого вещества.

 Осаждение проводят в стаканах. В каждый стакан помещают стеклянную палочку и не вынимают её из него, пока не закончат осаждение. Осадитель медленно добавляют в раствор из пипетки, бюретки или стакана при хорошем перемешивании.

 После добавления рассчитанного количества осадителя осадку дают отстояться, а затем проверяют полноту осаждения. Для этого к раствору добавляют несколько капель осадителя и наблюдают, не появится ли муть в месте падения капель. Если муть не появилась, осаждение можно считать полным.

 Фильтрование.

Сложенный фильтрпомещают в воронку; заполнять его осадкомможно не более чем на треть или на половину. Фильтр складывают таким образом, что бы образовался конус и от угла отрывают около 0,5 см бумаги. Линии сгиба должны находиться на расстоянии3-4 мм друг от друга. Фильтр помещают в воронку, смачивают его его дистилированной водой и заполняют водой носик воронки. Мокрый фильтр осторожно прижимают к воронке. Если фильтр приложен правильно, то между ним и воронкой не попадают пузырьки воздуха и при фильтровании носик воронки целиком заполняется фильтруемой жидкостью, под действием массы которой фильтрование ускоряется. фильтрование начинают медленно, чтобы носик воронки оставался заполненным жидкостью; нельзя наполнять воронку раствором более чем на три четверти. Далее следуют указаниям, приведенным в разделе «Декантация, фильтрование и промывание.»

Декантация, фильтрование и промывание.

Прежде всего осторожно декантируют чистую жидкость над осадком, , стараясь его не взмучивать. Раствор следует сливать на фильтр по стеклянной палочке. Поскольку осадок промывается в стакане лучше, чем на фильтре, в стакан приливают несколько миллилитров промывной жидкости, смывая частицы осадка со стенок, дают осадку сесть и вновь сливают жидкость на фильтр. Промывание осадка декантацией повторяют 2-3 раза. .Носик воронки должен находиться внутри стакана с фильтром, а кончик его должен касаться стенки стакана, чтобы предотвратить разбрызгивание.

 После этого осадок с помощью струи из промывалки переносят на фильтр или тигель. Оставшиеся на стенках стакана частицы осадка снимают, оттирая стенки стакана и еге дно палочкой с резиновым наконечником, смоченным промывной жидкостью, сливая ее на фильтр. Установлено, что для эффективного удаления следов примесей с поверхности осадка, находящегося на фильтре, его нужно несколько раз промыть небольшими порциями промывной жилкости. Целью промывания является удаление примесей с промывной жидкостью, а не их разбавление. Последнюю порцию промывной жидкости анализируют на присутствие следов реагента-осадителя. Фильтр вместе с осадком высушивают в сушильном шкафу, затем взвешивают и находят массу осадка.

2.3.3. Методика осаждения и обработки осадка.

 Выбор условий осаждения определяется химическими свойствами образующегося при реакции соединения и коллоидно-химическими свойствами осадка.

 Выбираем щёлочь NaOH с концентрацией 0,75н. Количество вещества для анализа:

* величину навески берём не слишком маленькую, это обеспечивает достаточную точность взвешивания.
* устанавливаем содержание одного из компонентов реакции используя титриметрический метод, чтобы определить какое количество соединения бария нужно будет применить для сохранения закона стехиометрии для нашего уравнения.

 Количество и концентрация осадителя.

Количество взятого осадителя и его концентрация в растворе должны быть такими, чтобы обеспечить практически полное осаждение нужного соединения. Если известно приблизительное содержание определяемого компонента, то осадителя берут в 1,5 раза больше, чем требуется по расчёту.

 Объём и концентрацию растворов во время осаждения рассчитываем в соответствии с реакцией процесса и аналитических результатов.

 Температура.

Осаждение лучше вести из горячих растворов. При аморфных осадках нагревание способствует коагуляции коллоидных частиц и укреплению частиц осадка. При кристаллических осадках нагревание обычно увеличивает растворимость, и поэтому возникает меньше центров кристаллизации и улучшаются условия для роста отдельных кристаллов.

2.3.4. Методика измерения рН.

 Для определения рН раствора используется рН-метр или манометр с погрешностью измерения 0,05 рН;

Электрод стеклянный для определения активности ионов водорода;

Электрод сравнения хлорсеребрянный насыщенный образивный 2-го разряда по ГОСТ 17792-72.

Часть раствора гальваношлама объемом 50мл сливают в химический стакан вместимостью 100мл и используют для измерения рН. Настройку рН-метра по трем буферным растворам

с рН 4,01;6,86 и 9,18, приготовленным из стандарт-титров. Показания прибора считывают не реже чем через 1,5 мин после погружения электродов визмеряемую среду. Во время работы настройку прибора переодически проверяют по буферному раствору с рН 6,86.

2.3.5. Термический анализ.

 Термический метод – старейший и наиболее распространённый способ исследования химических реакций и физических превращений. Многие твёрдые вещества меняют свои свойства с изменением температуры, что открывает возможность анализа их химического состава, идентификацию соединений, измерения энтальпии фазовых переходов и химических реакций, изучение механизма и кинетики разложения.

 Термогравиметрия (TG) – метод, при котором масса вещества измеряется как функция температуры, когда образец подвергается её программированному воздействию. В ходе опыта химическое соединение с известной начальной массой нагревается в электропечи по программе , заданной исследователем. Обычно применяется линейная зависимость температуры от времени. Сигнал с термовесов непрерывно записывается с помощью потенциометра в виде кривой изменения массы вещества от времени, а при известном законе изменения температуры, от температуры.

 Величина исходной и конечной массы вещества и величина потери массы – основные экспериментально определяемые характеристики, которые используются для количественных расчётов. На основании кривой TG можно производить стехиометрические расчёты или вычисление процентного содержания исхсдного вещества.

 Дифференциальная термогравиметрия (ДTG). Этот метод основан на исследовании первой производной от термогравиметрической кривой либо по времени dm/dτ (скорость изменения массы от времени) либо по температуре dm/dT (скорость изменения массы от температуры). Совместное использование TG и ДTG формы кривых изменения массы облегчает кинетический анализ и интерпритацию экспериментальных данных, позволяя точно определить температурные границы процесса, а также оценить его максимальную скорость.

 Термические процессы будь то химические реакции, изменение состояния или превращение фазы сопровождаются тепловыми эффектами.

 Дифференциально-термический анализ (ДТА) – метод, при котором разность температур между веществом и эталоном измеряется как функция температуры, когда вещество и эталон подвергаются программированному нагреванию.

 Эталон – это термоинертное в исследуемом температурном интервале вещество. Эталон должен иметь такую жевеличину удельной теплоёмкости, теплопроводности и температуропроводности, как и исследуемый образец. Размер частиц инертного вещества должен быть таким же, как и исследуемого.

 Для термических измерений в химии широкое применение нашёл комплексный термоаналитический прибор – дериватограф.

**4. Охрана труда.**

4.1. Основные правила техники безопасности

при работе в лаборатории.

 К работе в лаборатории допускаются лица, прошедшие инструктаж о порядке работы, о мерах безопасности по данной работе и мерах безопасности на каждом рабочем месте. Каждое рабочее место должно быть оснащено инструментами по технике безопасности и пожарной безопасности. При выполнении лабораторных работ действие всех возможных опасных и вредных факторов должно быть устранено. Необходимо уметь пользоваться защитными средствами пожаротушения и оказывать первую помощь пострадавшим.

 Перед проведением испытаний необходимо проверить исправность оборудования, работу пусковых устройств, заземление. Оборудование должно быть оснащено аварийными выключателями. В ходе работы нельзя прикасаться к движущимся частям. Запрещено оставлять оборудование без присмотра. Должно быть полностью исключено образование взрывоопасных концентраций газо-, паро-,пылевоздушных смесей в объеме всего помещения и отдельных рабочих зон. Хранение материалов и веществ, используемых при проведении работ, должно обеспечивать требования пожарной безопасности и чистоты воздуха.

**4.2. Токсикологическая характеристика**

**применяемых материалов.**

Таблица 2

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Наиме-нование вещества | Характер дейст-вия на организм человека | ПДК | Класс опас-ности | Средства индивиду-альной защиты |
| В воз духе, мг/м3 | В воде, мг/л |
| Соляная кислота  | Раздражение слизис-той носа, коньюк-тивит, помутнение роговицы, катаракта дыхательных путей | 5,0 | 300 | 3 | Противогаз марки Б, очки, спецодежда |
| Азотная кислота | При тяжёлых отрав-лениях–отёк лёгких, тошнота, кашель, кожа-ожёги, экзема. | 5,0 | 40 | 3 | Противогаз марки Б, очки, маска, спецодежда |
| Едкий натр | Ожоги, кожные за-болевания, поражает роговицу глаз. | 0,5 | – | 2 | Спецодежда, резиновые перчатки, очки |
| Бария карбонат | Отравления, острые желудочно-кишеч-ные заболевания,па-ралич мышц, умень-шение калия в крови | 0,5 | – | 2 | Респиратор, спецодежда, перчатки, очки |
| Бария хлорид | Раздражает слизис-тые носа, коньюкти-вит, экземы, дерма-титы. | 2 | – | 3 | Спецодежда, перчатки, защитные мази |
| Бария гексаферрит | Общее токсическое действие, раздражение кожи и дыхательных путей. | 2 | – | 3 | Респиратор, спецодежда, перчатки, очки |

**4.3. Работа со стеклянной посудой и приборами.**

 Одно из требований правил техники безопасности соответствие марки стекла характеру производимой работы.

 Нельзя нагревать нетермостойкие стаканы и колбы, а также резко охлаждать нагретые сосуды. Нужно помнить, что стеклянная посуда не предназначена для работы при повышенном давлении. Категорически запрещается использовать посуду, имеющую трещины или отбитые края. В рабочем шкафу следует держать только необходимую, часто используемую посуду.

**4.4. Поражение электрическим током.**

 Запрещается прикасаться голыми руками и обнажёнными частями тела пострадавшего до размыкания электрической цепи. После освобождения от действия тока пострадавшему немедленно оказать первую помощь и вызвать врача.

 Основными мерами предотвращения поражения электрическим током в лаборатории являются защита от прикосновения к находящимся под напряжением частям электрооборудования и применение заземления. Защите от случайного прикосновения подлежат все токоведущие части независимо от напряжения.

**4.5. Работа скислотами и щелочами.**

 Нужно помнить, что при составлении смеси кислоты с водой, нужно выливать кислоту в воду тонкой струйкой и перемешивать раствор. Случайно пролитую кислоту следует смыть холодной водой, остатки нейтрализовать содой; щёлочь достаточно смыть водой. Если на кожу попал щелочной раствор, то поражённое место сначала промывают водой 10-15 минут, а затем 1% раствором уксусной кислоты. При попадании кислоты на кожу – промывать 10-15 минут, а затем 3% раствором соды.

**Заключение.**

 В результате проведённых экспериментов получен феррит бария. Для синтеза материала были взяты отходы аккумуляторного хозяйства, термического производства, предприятий металлургии.

Удалось получить феррит бария различными методами: совместным осаждением соединений железа и бария из растворов и механическим смешиванием твёрдых железо- и барий- содержащих компонентов. Были проведены термический, гравиметрический, титриметрический анализы.

 Пояснительная записка к курсовой работе содержит описание методик анализов, описание экспериментов, обсуждение результатов работы и раздел охраны труда.

**Список использованных источников.**

1. Летюк Л.М., Журавлёв Г.И., Химия и технология ферритов. Учеб. Пособие для вузов.-Л.:Химия, 1970г.-256с.
2. Беспамятнов Г.Г., Кротов Ю.А. ПДК химических веществ в окружающей среде. Л.:Химия, 1985.-527с.
3. Фритц Дж. Количественный анализ-М.: Мир. 1978.-557с.
4. Василевский Ю.А. Получение порошка феррита бария. М.-1990.-с. 69-75.
5. Лурье Ю.Ю., Рыбникова Л.И. Химический анализ производственных сточных вод. М.:Химия, 1974г.-335с.