

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования

«Южно-Уральский государственный университет
(национальный исследовательский университет)»

Институт естественных и точных наук

Факультет «Химический»

Кафедра «Экология и химическая технология»

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ

Заведующий кафедрой, д.х.н.

_____ В.В. Авдин

_____ 2020 г.

Гранулирование графитовой пыли в процессе синтеза связующего

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА
К ВЫПУСКНОЙ КВАЛИФИКАЦИОННОЙ РАБОТЕ
ЮУрГУ–18.03.01.2020.044.02.00 ПЗ ВКР

Руководитель работы, профессор
кафедры, д.т.н., с.н.с.

_____ Б.Ш. Дыскина

_____ 2020 г.

Автор работы,
студент группы ЕТ-433

_____ Д.М. Алибекова

_____ 2020 г.

Нормоконтролер, доцент кафедры,
к.х.н.

_____ К.Р. Смолякова

_____ 2020 г.

Челябинск 2020

АННОТАЦИЯ

Алибекова Д.М. Гранулирование графитовой пыли в процессе синтеза связующего. – Челябинск: ЮУрГУ, ЕТ-433, 2020. – 49 с., 5 ил., 16 табл., – библиогр. список – 14 наим.

Развитие металлургических процессов предусматривает доводку содержания углерода в металле с помощью науглероживателя (карбюризатора). Учитывая, что в электродном производстве образуется значительное количество невозвратной электрофильной пыли, проблема разработки способов гранулирования графитированных пылевых отходов с получением карбюризаторов, актуальны.

Цель данной работы – разработать способ гранулирования графитовой пыли в процессе синтеза фенолформальдегидного связующего.

Для выполнения поставленной цели решены следующие задачи:

- изучить литературу о гранулировании углеродных пылей, - методах синтеза фенол формальдегидной смолы;
- освоить методику и синтезировать фенол формальдегидную смолу (ФФС);
- разработать методику синтеза ФФС с введением графитовой пыли;
- определить гранулометрический состав и качество опытных гранул;
- рассчитать затраты на проведение исследований.
- произвести анализ вредных и опасных факторов, разработать ряд мероприятий для защиты от этих факторов.

Разработана технология гранулирования графитированных отходов электродного производства, в процессе синтеза связующего – фенол формальдегидной смолы. Получены гранулы размерами 25–35 мм. Оптимальное количество ФФС при гранулировании 25%.

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	8
1 ГРАНУЛИРОВАНИЕ УГЛЕРОДНЫХ ПЫЛЕЙ И МЕТОДЫ СИНТЕЗА ФЕНОЛ ФОРМАЛЬДЕГИДНОЙ СМОЛЫ (Литературный обзор)	9
1.1 Процесс гранулирования.....	9
1.2 Способы гранулирования.....	10
1.2.1 Прессование.....	10
1.2.2 Влажное гранулирование	10
1.2.3 Сухое гранулирование.....	11
1.3 Использование графитовой пыли.....	12
1.4 Связующее для гранулировании - фенолформальдегидная смола	14
1.5 Синтез фенолформальдегидной смолы	15
1.5.1 Новолачные смолы.....	15
1.5.2 Резольные смолы.....	19
2. ОБЪЕКТ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	24
2.1 Объект исследования.....	24
2.2 Методы исследования.....	25
2.2.1 Методика определения гранулометрического состава гранулята	25
2.2.2 Методика определения механической прочности.....	25
2.2.3 Методика определения кажущейся плотности	26
2.2.4 Методика определения зольности.....	26
3. СИНТЕЗ ФЕНОЛФОРМАЛЬДЕГИДНОЙ СМОЛЫ БЕЗ И.....	28
С ВВЕДЕНИЕМ ГРАФИТОВОЙ ПЫЛИ	28
3.1 Синтез новолачной фенолформальдегидной (ФФС) без введения графитовой пыли.....	28
3.2 Синтез новолачной фенолформальдегидной смолы с введение графитовой пыли.....	29
3.3 Определение гранулометрического состава полученных гранул.....	32
3.5 Определение механической прочности гранул.....	33
3.6 Определение кажущейся плотности образцов.....	34

4. РАСЧЕТ ЗАТРАТ НА ПРОВЕДЕНИЕ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЫ.....	37
5. БЕЗОПАСНОСТЬ ЖИЗНЕДЕЯТЕЛЬНОСТИ.....	40
5.1 Общая характеристика научно-исследовательской лаборатории.....	40
5.2 Состав вредных и опасных факторов.....	41
5.3 Мероприятия по обеспечению безопасных условий труда	41
5.3.1 Охрана труда при работе в химической лаборатории.....	41
5.3.2 Вредные вещества	43
5.3.3 Вентиляция	43
5.3.4 Освещенность	43
5.3.5 Шум.....	46
5.3.6 Электробезопасность	46
5.3.7 Пожарная безопасность	47
ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ И РЕКОМЕНДАЦИИ.....	49
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК	50

ВВЕДЕНИЕ

Развитие металлургических процессов предусматривает доводку содержания углерода в металле с помощью науглероживателя (карбюризатора). Учитывая, что в электродном производстве образуется значительное количество невозвратной электрофильтовой пыли, проблема разработки способов гранулирования графитированных пылевых отходов с получением карбюризаторов, актуальны.

Цель данной работы – разработать способ гранулирования графитовой пыли в процессе синтеза фенолформальдегидного связующего.

Для выполнения поставленной цели решены следующие задачи:

- изучить литературу о гранулировании углеродных пылей, - методах синтеза фенол формальдегидной смолы;
- освоить методику и синтезировать фенол формальдегидную смолу (ФФС);
- разработать методику синтеза ФФС с введением графитовой пыли;
- выполнить синтез ФФС с разным соотношением графитовой пыли и смолы;
- определить гранулометрический состав и качественные показатели опытных гранул;
- рассчитать затраты на проведение исследований.
- произвести анализ вредных и опасных факторов, разработать ряд мероприятий для защиты от этих факторов;

Разработана технология гранулирования графитированных отходов электродного производства, в процессе синтеза связующего – фенол формальдегидной смолы. Получены гранулы размерами 25–35 мм. Оптимальное количество ФФС при гранулировании 25%.

1 ГРАНУЛИРОВАНИЕ УГЛЕРОДНЫХ ПЫЛЕЙ И МЕТОДЫ СИНТЕЗА ФЕНОЛ ФОРМАЛЬДЕГИДНОЙ СМОЛЫ (Литературный обзор)

В электродной и углеграфитовой промышленности образуется значительное количество углеродсодержащих пылей. В зависимости от точки сбора различают пыли сырого и прокалённого кокса, механической обработки графитированных материалов. Известны [1] способы применения углеродсодержащей пыли:

- в качестве составляющей угольной шихты;
- в качестве окускованного твердого топлива;
- путем изготовления нудель-графита с дальнейшим использованием его как технологического сырья для производства угольной продукции.

Однако эти способы не получили промышленного применения.

В различных отраслях промышленности: химической, нефтехимической, фармацевтической, металлургической и пищевой широко применяется гранулирование пылевых продуктов [2].

1.1 Процесс гранулирования

Грануляция (гранулирование) — это процесс формирования гранул нужной формы и размера, которые обладают заданными свойствами. Размеры гранул зависят от исходного материала (мм):

- минеральные удобрения — до 4;
- реактопласты — 0,2-1;
- термопласты — 2-3;
- лекарственные препараты (в виде таблеток) — 2-5;
- резиновые смеси и каучуки — 15-25. Гранулирование – физический процесс, обратный распылению, уплотнение материалов в порошкообразном виде. При этом могут использоваться связующие вещества. Гранулирование обеспечивает улучшение условий хранения различных веществ и упрощает процесс их транспортировки[3].

1.2 Способы гранулирования

1.2.1 Прессование

При прессования гранулы получают в форме: таблеток; плиток; брикетов. Гранулирование происходит посредством уплотнения сухих порошков с влажностью до 15 %. Иногда спрессованный материал дробят. Прессование осуществляется в таблеточных машинах, вальцевых либо валковых прессах.

Прессование проходит под высоким давлением в специальных формах. В процессе прессования частицы деформируются и смещаются в поры, что вызывает появление отдельных гранул. Чем выше давление, тем более плотными получаются гранулы. Чем площадь контакта больше, тем более прочная связь образуется между отдельными частицами [2].

1.2.2 Влажное гранулирование

Влажной грануляции подвергают порошки, имеющие плохую сыпучесть и недостаточную способность к сцеплению между частицами. В массу добавляют связующие растворы, улучшающие сцепление между частицами. Грануляция, или протирание влажной массы, производится с целью уплотнения порошка и получения равномерных зерен — гранул, обладающих хорошей сыпучестью [2].

Влажная грануляция включает последовательные стадии:

1. измельчение веществ в тонкий порошок и смешивание сухого лекарственного вещества со вспомогательными веществами;
2. перемешивание порошков с гранулирующими жидкостями;
3. грануляция;
4. сушка влажных гранул;
5. опудривание сухих гранул.

Измельчение и смешивание проводят в мельницах и смесителях различных конструкций [2]. Полученный порошок просеивают через сита. Для гранулирования порошка, он должен быть увлажнен до определенной степени. Для этого проводят перемешивание порошков с гранулирующими жидкостями. Оптимальное количество увлажнителя определяется экспериментально, исходя из

физико-химических свойств порошков. Если увлажнителя мало, то гранулы после сушки будут рассыпаться, если много – масса вязкая, липкая, плохо гранулируемая. Масса с оптимальной влажностью – влажная, плотная смесь, не прилипающая к руке, но рассыпающаяся на отдельные комочки при сдавливании. Связующие вещества необходимы для связывания частиц порошка и повышения прочности таблеток и устойчивости к разрушениям. Связующая (гранулирующая) жидкость попадает на твердые частицы порошка, смачивает и образует жидкие «мостики». При обезвоживании жидкие «мостики» постепенно превращаются в твердые «мостики», в результате образуются агломераты (конечные гранулы, имеющие структуру «снежного кома»). Соединение частиц происходит за счет молекулярных, электростатических и капиллярных сил, а также за счет химической реакции [3].

1.2.3 Сухое гранулирование

Сухая технология предусматривает применение окатывания. Порошкообразную массу помещают в специальные барабаны и запускают вращение. В порошок добавляют «зародыши», представляющие собой маленькие, плотные комки инородного вещества (кристаллы сахара, зерна различных растений и пр.) либо того же самого, что и сам порошок. При этом масса зерен не должен намного превышать массу самого порошка. В процессе окатывания порошок прилипает к поверхности зародышей, в ходе чего происходит образование гранул сферической формы, количество которых равняется числу использованных зародышей. Изменяя соотношение между числом зародышей и количеством использованного порошка, можно получать гранулы нужного размера. С увеличением размера образуемых частиц их прочность уменьшается.

Наиболее эффективен данный процесс при проведении на средней скорости. Если скорость сделать очень большой, порошок в результате воздействия на него центробежной силы приклеится к стенкам барабана и обкатываться не станет. На очень маленьких скоростях процесс гранулирования тоже не происходит из-за того, что трение частиц друг о друга происходит недостаточно эффективно.

Под воздействием молекулярных сил частицы порошка начинают взаимодействовать, что приводит к образованию агрегатов в результате контакта частиц между собой и их взаимного соприкосновения плоскими гранями. При перемешивании порошка со средней скоростью со временем накапливаются агрегаты частиц. Их поверхность имеет небольшую кривизну, поэтому частицы к ним прилипают особенно прочно, в результате весь порошок превращается в гранулы, форма которых близка к сферической. С увеличением продолжительности окатывания гранулы становятся более прочными и плотными.

Сухое гранулирование наблюдается при механических воздействиях не слишком высокой интенсивности. Например, когда муку просеивают через сито, в результате взаимодействия гранул и перекачивания частичек на поверхности образуется много не слишком плотных гранул [2].

1.3 Использование графитовой пыли

Графит — серо-черное кристаллическое вещество с металлическим блеском, жирное на ощупь, по твердости уступает даже бумаге.

Структура графита слоистая, внутри слоя атомы связаны смешанными ионно-ковалентными связями, а между слоями — металлическими связями.

Атомы углерода в кристаллах графита находятся в sp^2 -гибридизации. Углы между направлениями связей равны 120° . В результате образуется сетка, состоящая из правильных шестиугольников [4].

При нагревании без доступа воздуха графит не претерпевает никакого изменения до 3700°C . При указанной температуре он возгоняется, не плавясь.

Кристаллы графита — это, как правило, тонкие пластинки.

В связи с низкой твердостью и спайностью графит легко оставляет след на бумаге, жирный на ощупь. Эти свойства графита обусловлены слабыми связями между атомными слоями. Прочностные характеристики этих связей характеризуют низкая удельная теплоемкость графита и его высокая температура плавления. Благодаря этому, графит обладает чрезвычайно высокой огнеупорностью. Графит хорошо проводит электричество и тепло, устойчив при

воздействии многих кислот и других химических реагентов, легко смешивается с другими веществами, отличается малым коэффициентом трения, высокой смазывающей и кроющей способностью. Уникальное сочетание в графите важных свойств способствует широкому применению в промышленности.

Из-за физико-химических свойств активно закупают предприятия промышленности. Чаще всего графитовый порошок можно встретить в нескольких областях:

- в электротехнике и приборостроении графитовый порошок применяется при производстве электроприборов и батарей,
- в металлургии графитовый порошок востребован при металлообработке, производстве чугуна и стали. Сырье снижает количество бракованного материала и положительно влияет на физико-химические свойства готовых изделий,
- в строительстве добавляют в цемент, чтобы добиться нужного оттенка,
- также графитовый порошок используется в лакокрасочной промышленности и при изготовлении пластмасс.

Содержание углерода в минеральном агрегате и структура графита являются главными признаками, определяющими качество. Графитом часто называют материал, который, как правило, не является не только монокристаллическим, но и мономинеральным. В основном имеют в виду агрегатные формы графитового вещества, графитовые и графитсодержащие породы и продукты обогащения. В них, кроме графита, всегда присутствуют примеси (силикаты, кварц, пирит и др.). Свойства таких графитовых материалов зависят не только от содержания графитового углерода, но и от величины, формы и взаимных отношений кристаллов графита т.е. от текстурно-структурных признаков используемого материала. Поэтому для оценки свойств графитовых материалов необходимо учитывать, как особенности кристаллической структуры графита, так и текстурно-структурные особенности других их составляющих [5].

1.4 Связующее для гранулирования - фенолформальдегидная смола

Фенолформальдегидная смола – продукт, полученный при нагреве смеси формальдегида (формалина) и фенола [7].

Фенолформальдегидная смола производится промышленностью с 1912 г. Под названием бакелит.

Когда немецкий химик Адольф фон Байер, в 1872 г. смешал формальдегид и «карболовую кислоту» (раствор фенола), он получил смолообразную, вязкую массу. При нагревании она превращалась в твердое, нерастворимое вещество, которое далее уже не плавилось. В то время Байер еще не мог предвидеть, какое огромное значение приобретает впоследствии полученный им продукт. Чуть позже американский химик Бакеланд Лео Хендрик, проведя реакцию конденсации формальдегида и фенола, получил полимер, для которого не мог найти растворителя. Это навело на мысль, что такой практически нерастворимый и, как выяснилось, не проводящий электричества полимер может оказаться очень ценным. В 1909 Бакеланд сообщил о полученном им материале, который он назвал бакелитом. Эта фенолформальдегидная смола была первым синтетическим реактопластом - пластиком, не размягчавшимся при высокой температуре. По целому ряду свойств бакелит остается непревзойденным материалом. Работа Бакеланда стимулировала исследования в области органического синтеза и создание новых пластмасс [9].

Бакелит – электроизоляционным материал, обладающий высокой прочностью. Бакелит и родственные пластмассы заняли почетное место в машиностроении, автомобилестроении и других отраслях промышленности.

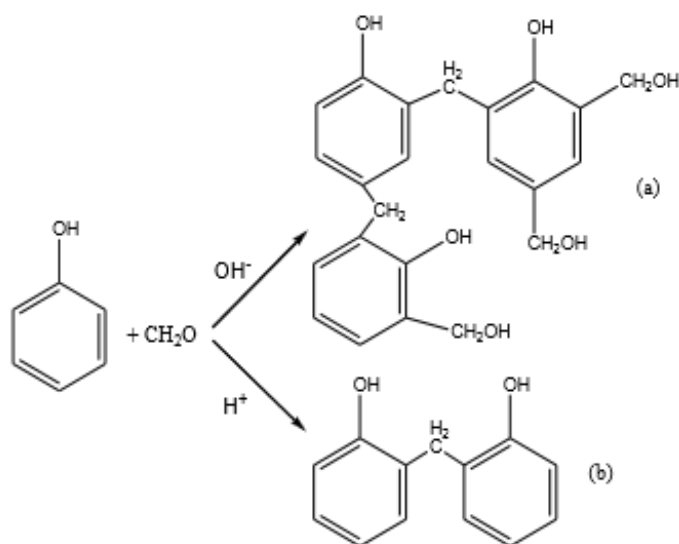
Исходное сырье для получения фенолформальдегидных смол – фенолы и формальдегид. Формальдегид (CH_2O) получается путем окисления метилового спирта кислородом воздуха и представляет собой бесцветный газ с резким неприятным запахом. Выпускается он в виде 40%-ного водного раствора формалина. Фенолами называются соединения типа $\text{R-C}_6\text{H}_5\text{OH}$, где R — органический радикал или водород. Эти соединения представляют собой

бесцветные игольчатые кристаллы с характерным запахом карболовой кислоты [8].

1.5 Синтез фенолформальдегидной смолы

Фенолформальдегидные смолы (ФФС) – продукт поликонденсации фенола с карбонилсодержащим соединением – формальдегидом, в кислой или щелочной среде. На начальных стадиях взаимодействия образуются олигомерные соединения с линейным или разветвленным строением, способные плавиться или размягчаться и хорошо растворяться в органических растворителях. Полученные олигомерные смолы могут в дальнейшем отверждаться или использоваться в жидком состоянии [8].

В зависимости от условий синтеза полимеров, мольных соотношений фенола и формальдегида различают новолачные и резольные смолы (1).



(1)

- a) образование резолы при избытке формальдегида в щелочной среде;
- b) образование новолака при избытке фенола в кислой среде

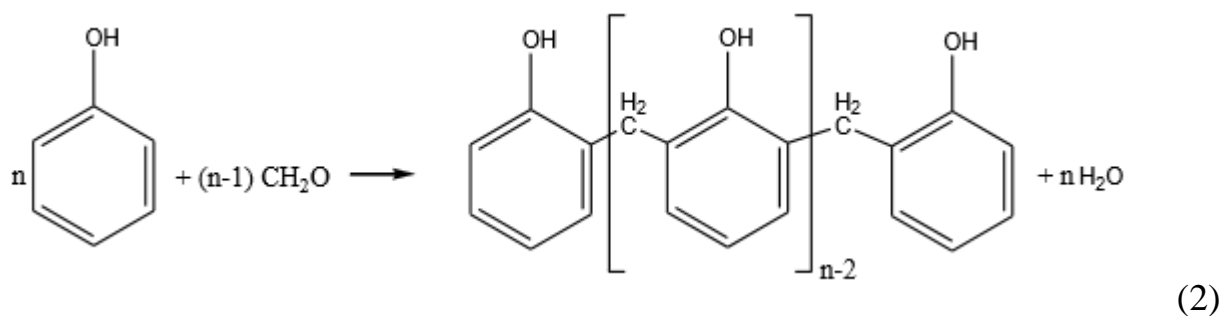
1.5.1 Новолачные смолы

Новолачные смолы, или новолак, – термопластичные, т. е. растворимые и плавкие, линейные или слаборазветвленные олигомеры. Они образуются в тех случаях, когда:

1. В смеси находится избыток фенола (мольные соотношения фенол: формальдегид = 1:0,78–0,86) и кислотный катализатор;

2. При большом избытке формальдегида (мольные соотношения фенол: формальдегид = 1:2–2,5) в присутствии сильных кислот в качестве катализатора.

В формуле (2) приведена общая схема поликонденсации фенола с формальдегидом в кислой среде с образованием новолачной ФФС; где $n = 5–10$.



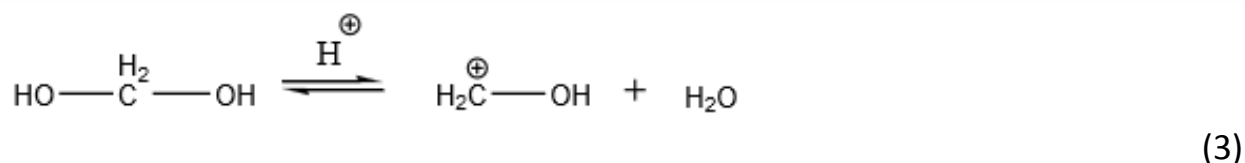
Смола данного типа имеет полупрозрачный вид, цвет от светло-коричневого до темно-коричневого. Ее молекулярная масса составляет 500–1300 г/моль, а плотность около 1,2 г/см³. Смола способна многократно плавиться и вновь затвердевать, хорошо растворяется в спирте и во многих органических растворителях [10].

Переход жидкой смолы при температуре 150–200 °С, в неплавкое и нерастворимое состояние в отсутствие отвердителя происходит очень медленно. Это связано с тем, что у новолачных полимеров отсутствуют функциональные группы (–CH₂OH), способствующие связыванию мономеров. Температура плавления, вязкость и скорость отверждения новолачных смол тоже изменяются медленно. Поэтому такие смолы можно хранить в течение нескольких месяцев, при любой температуре. Окончательное отверждение новолачных смол производится только при добавлении специальных отверждающих веществ - отвердителей. Обычно для этой цели используется уротропин. Реже для отверждения используют параформ при T=150–180 °С, изоцианаты, которые взаимодействуют с гидроксильными группами. Так же для процесса отверждения необходимо использовать активные растворители (фурфурол, фурфуроловый спирт), которые способствуют сшиванию олигомеров [10].

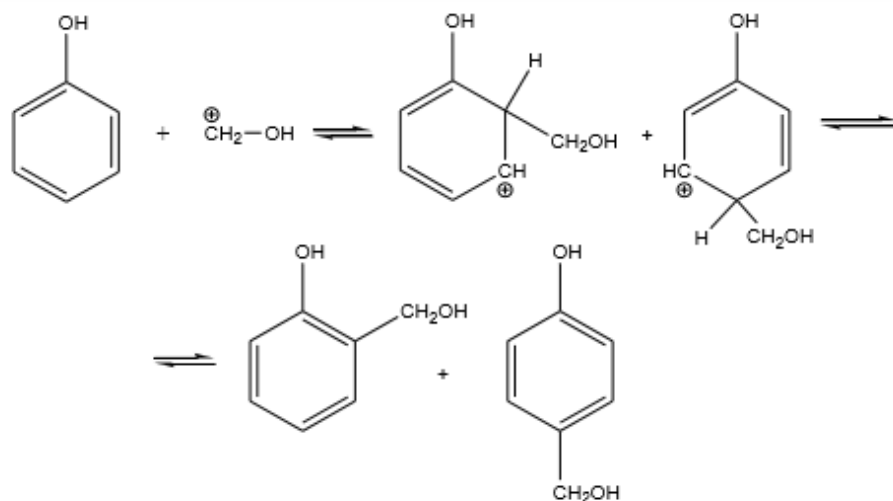
Обычно для получения новолачных смол устанавливают следующие параметры:

1. pH = 1–4;
2. Мольные соотношения фенола и формальдегида 1: 0,78–0,86;
3. T = 60–100°C.

Новолак получают в кислых средах при температуре 60–100 °C. Для создания среды используют кислоты: щавелевую, соляную, серную, п-толуольную и фосфорную. Реакция взаимодействия фенола с формальдегидом в таких условиях протекает по механизму электрофильного замещения [3–7]. В водной среде и в присутствии сильных кислот формальдегид гидратируется с образованием метиленглиоксаля, и на первой стадии реакции (3) из него образуется гидроксилалкилирующий агент – карбониевый гидроксиметилен-ион:

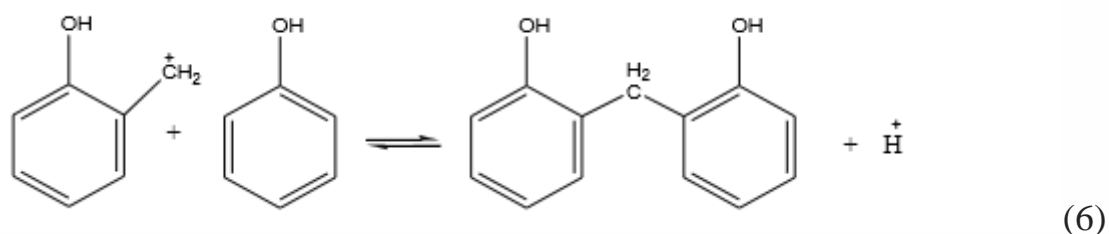
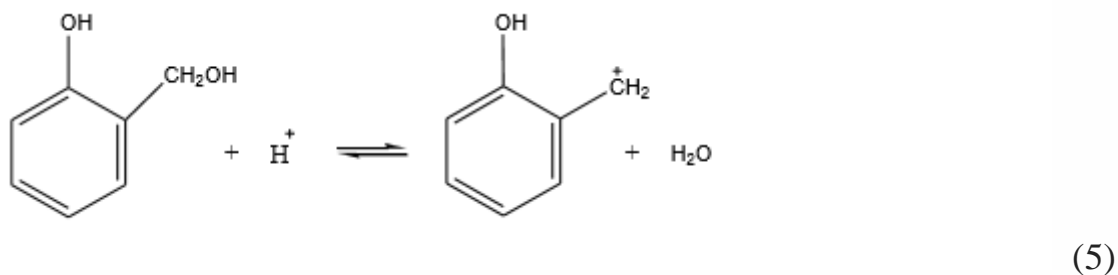


Далее происходит присоединение карбониевого гидроксиметилен-иона к фенолу в орто- и пара- положения (4):

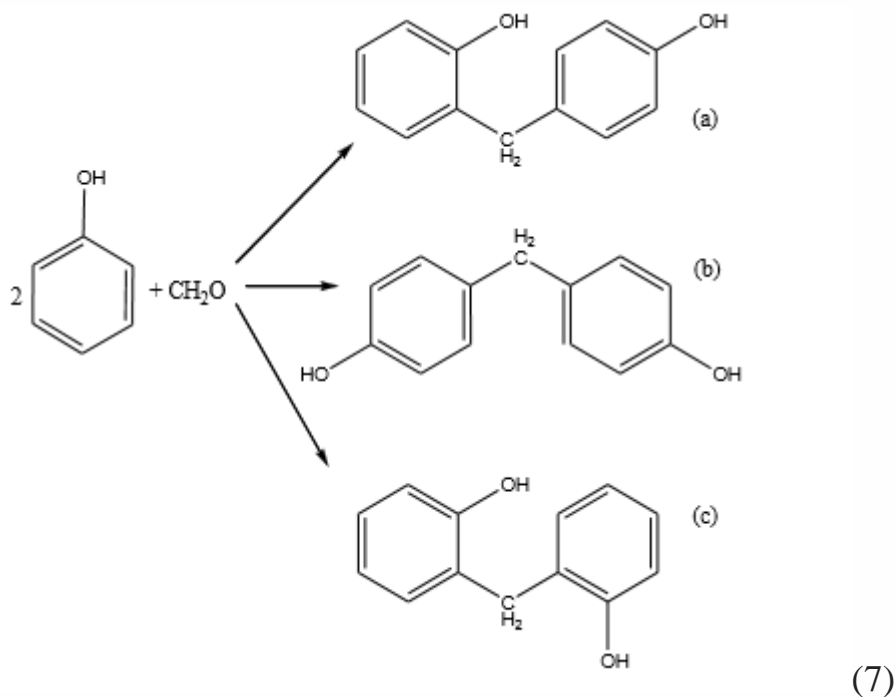


(4)

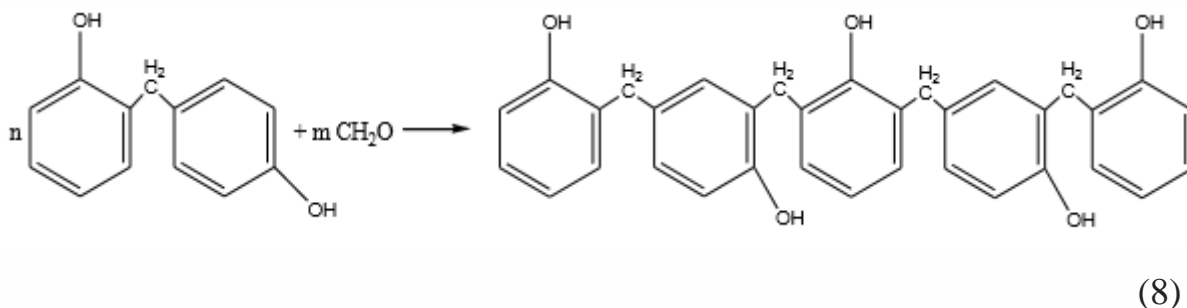
Образовавшаяся метиленовая CH_2OH -группа в кислой среде нестабильна и следовательно получившиеся о- и п-метиллолфенолы быстро превращаются в карбониевые бензил-ионы (5). Последние, в свою очередь, взаимодействуют с фенолом или с его метилольными производными по электрофильному механизму, в результате чего образуется дигидроксидифенилметан (6):



Простейшими мономерами новолака являются изомеры бисфенола F, среди которых преобладает орто-пара изомер (а), потом по количеству пара-пара изомер (b) и меньше всего в смеси находится орто-орто изомер (с) (7).



Дальнейшее взаимодействие метиленбисфенолов с молекулой формальдегида протекает медленно, при этом образуются полиядерные фенолы, длина цепи которых в среднем составляет 5–10 ароматических колец (8):



Поскольку в составе новолачного олигомера отсутствует группа – CH_2OH , то эти молекулы не способны образовывать пространственную структуру. При обычных условиях присоединение формальдегида к фенолу происходит в основном в пара-положении. Фенолформальдегидные олигомеры с присоединением только в орто-положения – ортоноволаки, образуются в определенных условиях. Эти олигомеры имеют регулярное строение и способны участвовать в получении сравнительно высокомолекулярных соединений [10].

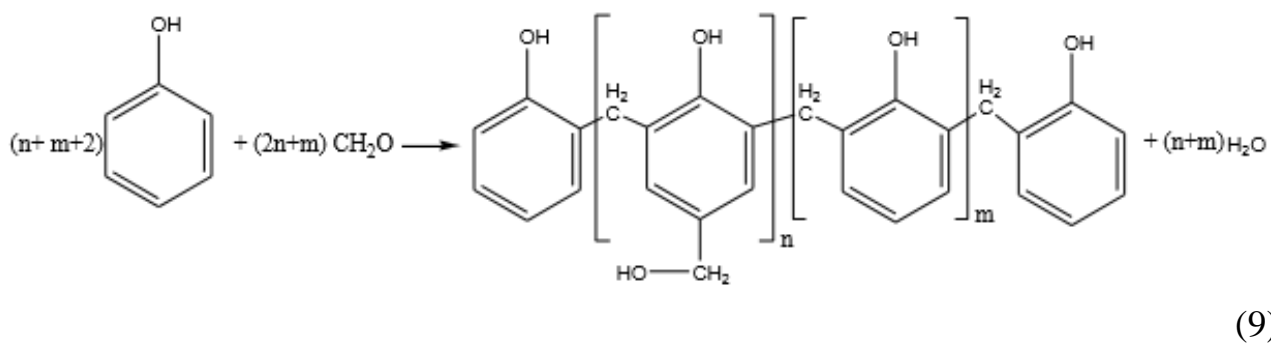
1.5.2 Резольные смолы

Резольные смолы (резол) - термореактивные олигомеры с сильноразветвленным строением из-за наличия в структуре CH_2OH -группы.

Условия получения:

- поликонденсация избытка фенола с формальдегидом в присутствии щелочного катализатора ($\text{pH} > 5$), $T = 60\text{--}100^\circ\text{C}$;
- При небольшом избытке формальдегида, как с основным, так и с кислотным катализатором.

В формуле (9) приведена общая реакция поликонденсации фенола с формальдегидом в щелочной среде с образованием резольной ФФС ($n = 2\text{--}5$, $m = 4\text{--}10$).



Резол по внешнему виду мало отличается от твердых новолачных смол, и также имеет полупрозрачный вид, и цвет от светло-коричневого до темно-коричневого. Молекулярная масса составляет 400–1000 г/моль, плотность около 1,28 г/.

В отличие от новолачных смол, отверждение резола можно проводить при повышенных температурах ($T=130\text{--}200^\circ\text{C}$). Также этот процесс происходит при длительном хранении смолы при комнатной температуре. Этот факт объясняется тем, что в структуре резола присутствуют группы ($-\text{CH}_2\text{OH}$), которые способствуют протеканию поликонденсации олигомеров. Термическое отверждение резольных смол состоит из нескольких стадий:

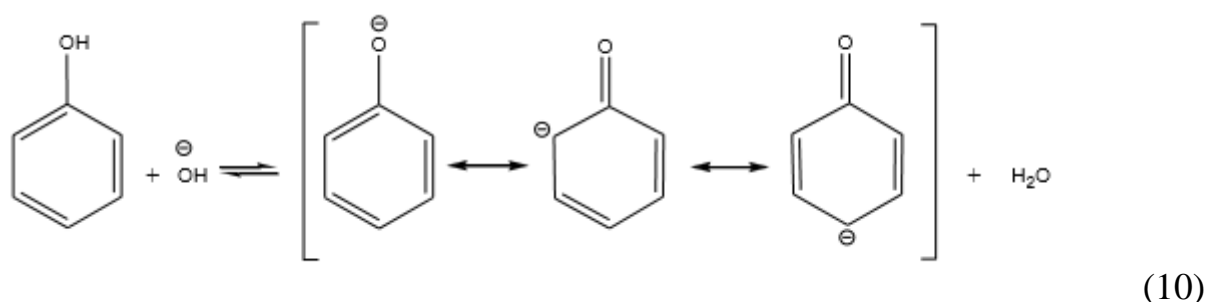
- Стадия А (резольная). Олигомеры по физическим свойствам похожи на новолачные смолы: сохраняют способность плавиться и растворяться в щелочах, спирте, ацетоне. Отличия резола от новолака на данной стадии заключается в том, что резол является неустойчивым продуктом и при нагревании переходит в неплавкое и нерастворимое состояние.

- Стадия В (резитол). Смола уже практически не плавится, частично растворяется в ацетоне и спирте, но еще способна набухать в органических растворителях.

- Стадия С (резит). Смола является неплавким полимером, не размягчающимся при нагревании и не набухающим в органических растворителях. На стадии резита смола имеет высокую разветвленность в строении.

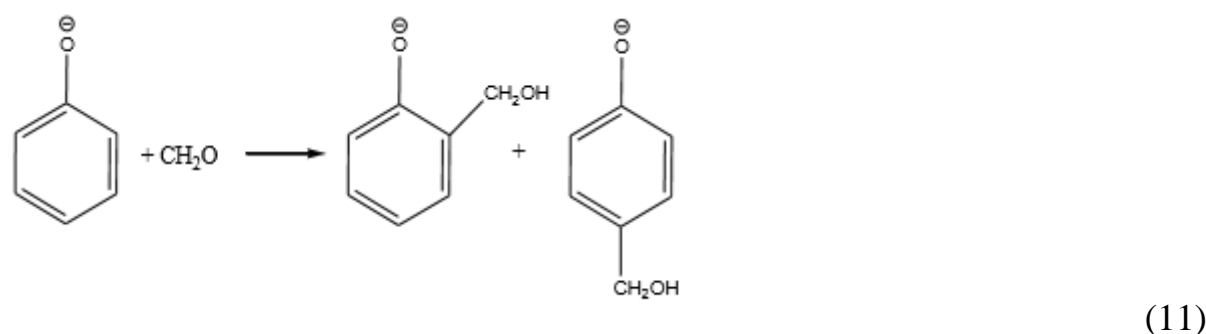
Отверждение резолы можно проводить с помощью кислотных реагентов. В качестве кислотных отвердителей используют: п-толуолсульфоновую, соляную, фосфорную, фенолсульфоновую кислоты. Плюс такого отверждения – это возможность проведения процесса при комнатной температуре. Но главным недостатком является большая коррозионная активность получаемых продуктов, из-за чего в промышленности этот способ применяется редко [10].

На первой стадии происходит взаимодействие фенола с катализатором (10). В качестве катализаторов применяют гидроксиды натрия, кальция, бария, магния, карбонаты натрия, аммиак и другие третичные амины.



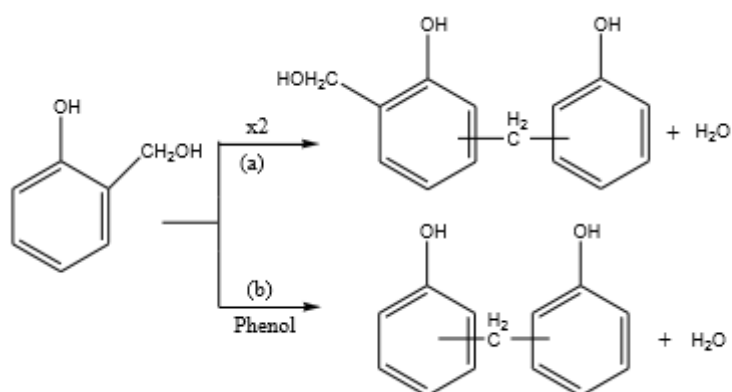
Эта реакция протекает быстро благодаря образованию фенолят-иона, стабилизированного за счет резонансных структур.

На второй стадии происходит С-алкилирование в орто- и пара-положения ароматического кольца молекулами формальдегида (11):



При этом образуются монозамещенные производные фенола. Данная реакция может проходить при температуре ниже 60 °С. Научные исследования показывают, что соотношения орто-изомеров к пара-изомерам изменяются в зависимости от рН среды. Так при изменении рН от 8,7 до 13 соотношение меняется от 1,1 до 0,38.

Для того чтобы пошла конденсация, необходимо, чтобы реакционная смесь находилась при $T = 60 - 100^\circ\text{C}$. В этих условиях существует два способа протекания реакции (12):



Путь (b) маловероятен, поскольку фенол менее реакционноспособен к формальдегиду и метилолам, по сравнению с метилольными производными (они более кислые, чем фенол).

После образовавшиеся монометилольные (b, c) соединения дальше взаимодействуют с формальдегидом (13):

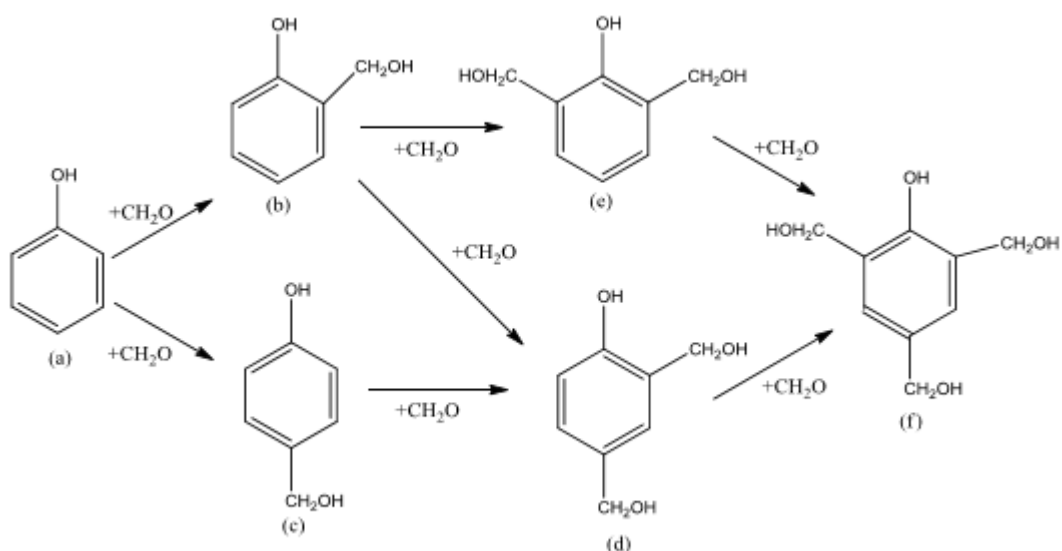
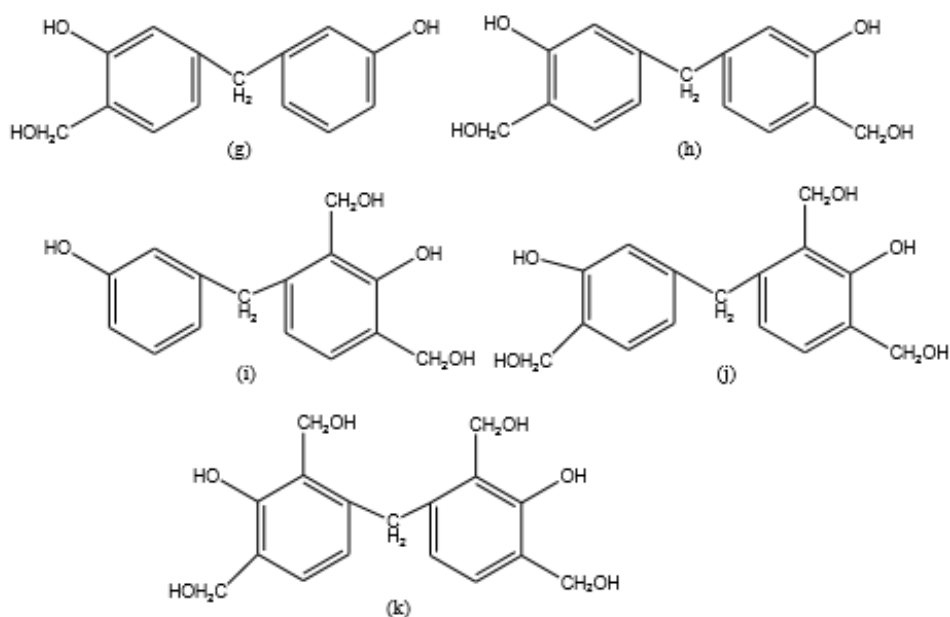


Схема (13) взаимодействия фенола с формальдегидом в щелочной среде

Эти моно- (b, c), ди- (e, d) и триметилол производные (f) фенола действуют как переходные промежуточные соединения и подвергаются олигомеризации в димерные (g–k, см.(14)), тримерные и высшие олигомеры в зависимости от содержания формальдегида, основности реакции и температуры во время

синтеза. Примеры димерных олигомеров при конденсации фенола с формальдегидом в основной среде (14).



Получаемые димеры, тримеры и т.д. образуют ФФС резольного типа. Оптимальные температуры для синтеза находятся в интервале 60–130°C.

Анализ литературных данных показал, что новолачные смолы имеют регулярное строение и способны участвовать в получении сравнительно высокомолекулярных соединений при нагревании от 60-100°C и дальнейшем затвердевании. А резольные смолы затвердевают при 60-130°C и имеют главный недостаток - большая коррозионная активность получаемых продуктов[10].

Это позволяет сделать вывод о том, что новолачные смолы более устойчивы и практичны для применения в качестве связующего для гранулирования углеродных материалов (графитовой пыли).

2. ОБЪЕКТ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Объект исследования

Для изготовления гранул в качестве наполнителя опробована электрофильтовая пыль механической обработки графитированных электродов на основе нефтяных и пековых коксах (далее по тексту – графитовая пыль).

В таблице 2.1 приведены основные показатели качества, в таблице 2.2 – исходный гранулометрический состав графитовой пыли.

Таблица 2.1 – Качественные показатели графитовой пыли [11].

Наименование показателей	ГОСТ	Фактические значения
Зольность, %	не более 0,1	0,1
Размеры части, мм	Менее 0,2	-0,2+0

Таблица 2.2 – Гранулометрический состав графитовой пыли

Фракции, мм	+0,5	+0,315	+0,16	+0,09	+0,05	-0,05+0
Доля, г	1,175	0,890	2,645	4,510	0,545	0,065
%	11,7	8,8	26,3	44,9	5,4	0,6

В качестве связующего - продукт поликонденсации фенола и формальдегида – фенолформальдегидная смола.

Фенол – твердое бесцветное кристаллическое вещество, низкоплавкое, очень гигроскопичное, с характерным запахом. На воздухе фенол окисляется, поэтому его кристаллы приобретают вначале розоватый оттенок, а при длительном хранении темнеют и становятся более красными. Малорастворим в воде при комнатной температуре, но хорошо растворяется при 60 – 70°C. Фенол легкоплавок, его температура плавления 43°C. Ядовит.

Формалин представляет собой 40% водный раствор формальдегида, который в качестве стабилизатора содержит около 8% (6-15%) метилового (технического) спирта. Это прозрачная бесцветная жидкость, имеющая весьма характерный

удушливый запах. Используется в производстве: синтетических смол, синтетического каучука, поверхностно-активных веществ, многоатомных спиртов, формалей и других метиленовых производных.

Соляная кислота – сильная одноосновная – катализатор синтеза ФФС. ГОСТ 3118-77

2.2 Методы исследования

2.2.1 Методика определения гранулометрического состава гранулята

Для определения размера частиц материала применяют ситовой анализ – последовательный просев через набор сит с различными размерами ячеек [11].

Пробу анализируемого материала предварительно взвешивают на технических весах с точностью до 0,01г. Подготавливают комплект сит. Сухие сита укладывают по возрастающему размеру ячеек одно над другим, поддон помещают под нижним ситом. Навеску материала помещают на верхнее сито комплекта, закрывают и проводят рассев в течение 15 мин. По окончании отсева материал, оставшийся на каждом из сит, тщательно собирают и взвешивают на технических весах. Выход каждой фракции (X) вычисляют в процентах к массе всей пробы по формуле:

$$X = \frac{m_1}{m} * 100$$

m - масса анализируемой пробы, г;

m₁ - масса пробы определенного класса, г.

2.2.2 Методика определения механической прочности

Нелетучий остаток, предварительно взвешивают и помещают стальной барабан с двумя ребрами, приваренными к внутренней боковой стенке. Барабаны закрыть крышками и включить мотор. Частота вращения барабана 55 оборотов в минуту. Одна обработка в барабане должна составлять 3 минуты. После остановки барабана его содержимое помещают на сито с размером ячейки

1 мм и рассеивается. После сбора “надрешетного” продукта взвесить его с точностью до 0.01г.

Механическая прочность вычисляется по отношению массы “надрешётного” продукта к массе исходного продукта в процентах[13].

$$\text{Механическая прочность} = \frac{W_{\text{надреш}}}{W_{\text{исход}}} * 100\%$$

$W_{\text{надреш}}$ - вес надрешетного продукта, г;

$W_{\text{исход}}$ –вес исходного продукта, г.

2.2.3 Методика определения кажущейся плотности

Сущность метода – определении массы и объема цилиндрических образцов [12]. Кажущуюся плотность (D_k , г/см³) рассчитывали по формуле:

$$D_k = m/V,$$

где m – масса образца, г

V – объем образца, см³

$$V = \pi r^2 h$$

2.2.4 Методика определения зольности

Зольность циклонной пыли определяли по ГОСТ Р 55661-2013 (ИСО 1171:2010) Топливо твердое минеральное. Определение зольности [14].

Сущность метода определения зольности аналитической пробы – озоление навески топлива в муфеле и прокаливание зольного остатка до постоянной массы при температуре 800...830 °С. Предварительно взвешивают тигли, затем вносят навеску (примерно 1 г) топлива, распределяя её равномерно слоем по дну фарфорового тигля. Навески устанавливаем на муфель, предварительно нагретый в течение 30 мин до 500 °С. Закрывают дверцу и постепенно в течении 30–60 мин повышают температуру до 800–830 °С. При этой температуре выдерживают 1,5 часа в закрытом муфеле образовавшийся зольный остаток. Затем тигли с зольным остатком вынимают из муфеля, охлаждают на воздухе до

комнатной температуры и взвешивают. После этого прокаливают тигли с зольным остатком в течение 30 мин и определяют изменение массы.

Зольность аналитической пробы в %(А) определяют по формуле:

$$A = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} 100\%,$$

m_1 - масса прокаленного тигля;

m_2 - масса тигля с навеской испытуемого образца;

m_3 - масса тигля с зольным остатком после прокаливания навески испытуемого образца.

3. СИНТЕЗ ФЕНОЛФОРМАЛЬДЕГИДНОЙ СМОЛЫ БЕЗ И С ВВЕДЕНИЕМ ГРАФИТОВОЙ ПЫЛИ

3.1 Синтез новолачной фенолформальдегидной (ФФС) без введения графитовой пыли

Синтез ФФС новолачного типа проводили в пробирке. В пробирку поместили 2,140 г (табл.3.2) кристаллического фенола, пипеткой прилили 3 мл 35 % раствора формальдегида, перемешали, добавили несколько капель концентрированной соляной кислоты. Смесь нагревали на водяной бане, при температуре 60-80 °С в течение 10-15 минут. Наблюдается расслоение смеси: сверху надсмольная вода, снизу смолистый осадок. Через некоторое время нагревания происходит затвердевание в пластичную массу. Охлаждаем содержимое пробирки при комнатной температуре. Масса приобретает более твердое состояние, извлекли разбив пробирку. Получена смола темно желтого окраса, с характерным резким запахом массой 3,450 г. неправильной формы (рис. 3.1).

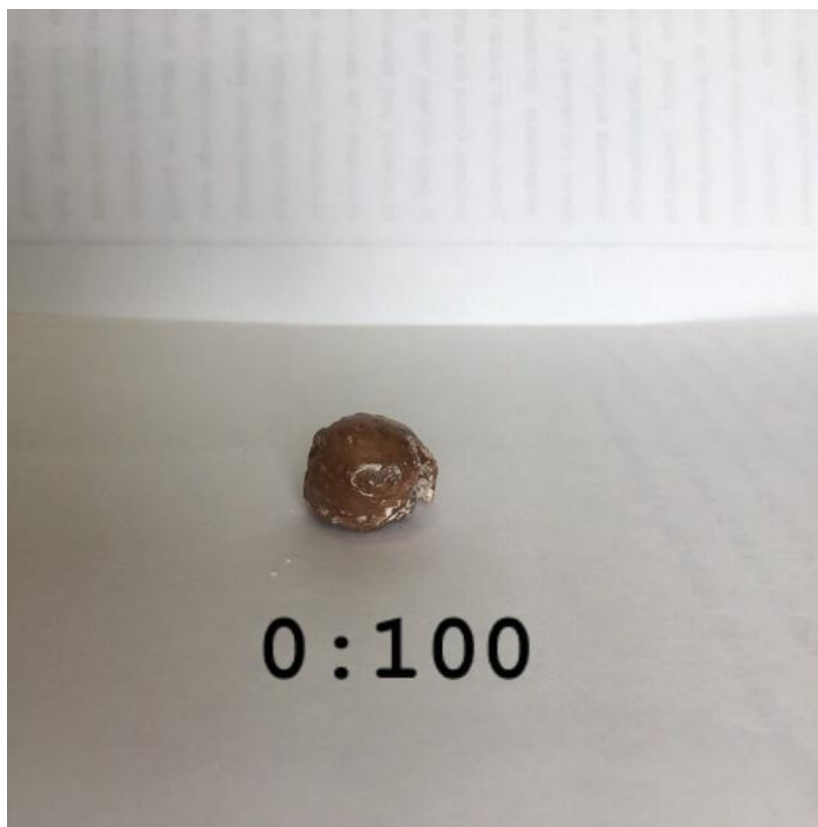


Рисунок 3.1 – Гранула новолачной фенолформальдегидной смолы

3.2 Синтез новолачной фенолформальдегидной смолы с введением графитовой пыли

Синтез ФФС новолачного типа проводили в пробирке. В экспериментах графитовую пыль вводили в количестве 50, 75 и 85 % от массы смолы.

А) Для данного опыта использовали навеску (%) графитовой пыли по отношению к смоле - 50:50.

Синтез ФФС новолачного типа проводили в пробирке. В пробирку поместили 2,115 г (табл.3.2) кристаллического фенола, пипеткой прилили 3 мл 35 % раствора формальдегида, перемешали. Во второй пробирке подготовили навеску графитовой пыли - 3,450 г. Навеску графитовой пыли брали как 50% результата продукта синтеза новолачной ФФС, масса которого составила 3,450 г. Затем к раствору добавили порционно навеску пыли, перемешивая после каждой порции, и несколько капель концентрированной соляной кислоты. Смесь компонентов тщательно перемешали, затем поместили на водяную баню. В процессе нагревания на температурном интервале 60-70 °С смесь начала вскипать - происходит выделение надсмольной воды. Графитовая пыль, образуя со связующим гранулу, выпадает в осадок. Охлаждаем содержимое пробирки при комнатной температуре. Масса приобретает более твердое состояние, извлекли разбив пробирку.

По окончании нагревания получили гранулу массой 6,165 г. Гранула приняла цилиндрическую форму, черного цвета (рис. 3.2.1 а).

Б) Для опыта использовали навеску (%) графитовой пыли по отношению к смоле - 75:25.

Синтез ФФС новолачного типа проводили в пробирке. В пробирку поместили 2,080 г (табл.3.2) кристаллического фенола, пипеткой прилили 3 мл 35 % раствора формальдегида, перемешали. Во второй пробирке подготовили навеску графитовой пыли – 10,35 г. Навеску графитовой пыли рассчитали исходя из результата продукта синтеза новолачной ФФС, масса которого составила 2,875 г. Затем к раствору порционно добавили навеску пыли и

несколько капель концентрированной соляной кислоты. При смешивании раствора и навески пыли, смесь немного нагрелась. Затем поместили на водяную баню. В процессе нагревания на температурном интервале 60-70 °С происходит затверждение смеси. Охлаждаем содержимое пробирки при комнатной температуре. Масса приобретает более твердое состояние, извлекли разбив пробирку. Получена гранула черного окраса, с характерным резким запахом массой 13,845 г. цилиндрической формы. (рис. 3.2.1 б).

В) Для опыта использовали навеску (%) графитовой пыли по отношению к смоле - 85:15.

Синтез ФФС новолачного типа проводили в пробирке. В пробирку поместили 2,060 г кристаллического фенола, пипеткой прилили 3 мл 35 % раствора формальдегида, перемешали. Во второй пробирке подготовили навеску графитовой пыли – 19,55 г. Навеску графитовой пыли брали как 85 % и 15 % продукта синтеза новолачной ФФС, масса которого составила 3,450 г. Затем к раствору порционно добавили навеску пыли, тщательно перемешивая после каждой порции, и несколько капель концентрированной соляной кислоты. Количество связующего было недостаточно, чтобы пропитать весь сухой материала – графитовую пыль, поэтому добавили 2-3 мл дистиллированной воды. Тщательно перемешали. Затем поместили на водяную баню. В процессе нагревания смесь размешивали. На температурном интервале 70-80 °С смесь расслаивается на несколько черных слоев. При дальнейшем нагревании смесь полностью затвердевает и образуется гранулы. Охлаждаем содержимое пробирки при комнатной температуре. Масса приобретает более твердое состояние, извлекли разбив пробирку. Получены гранулы и пыли черного окраса, с характерным резким запахом массой 23,085 г. (рис. 3.2.1 в).

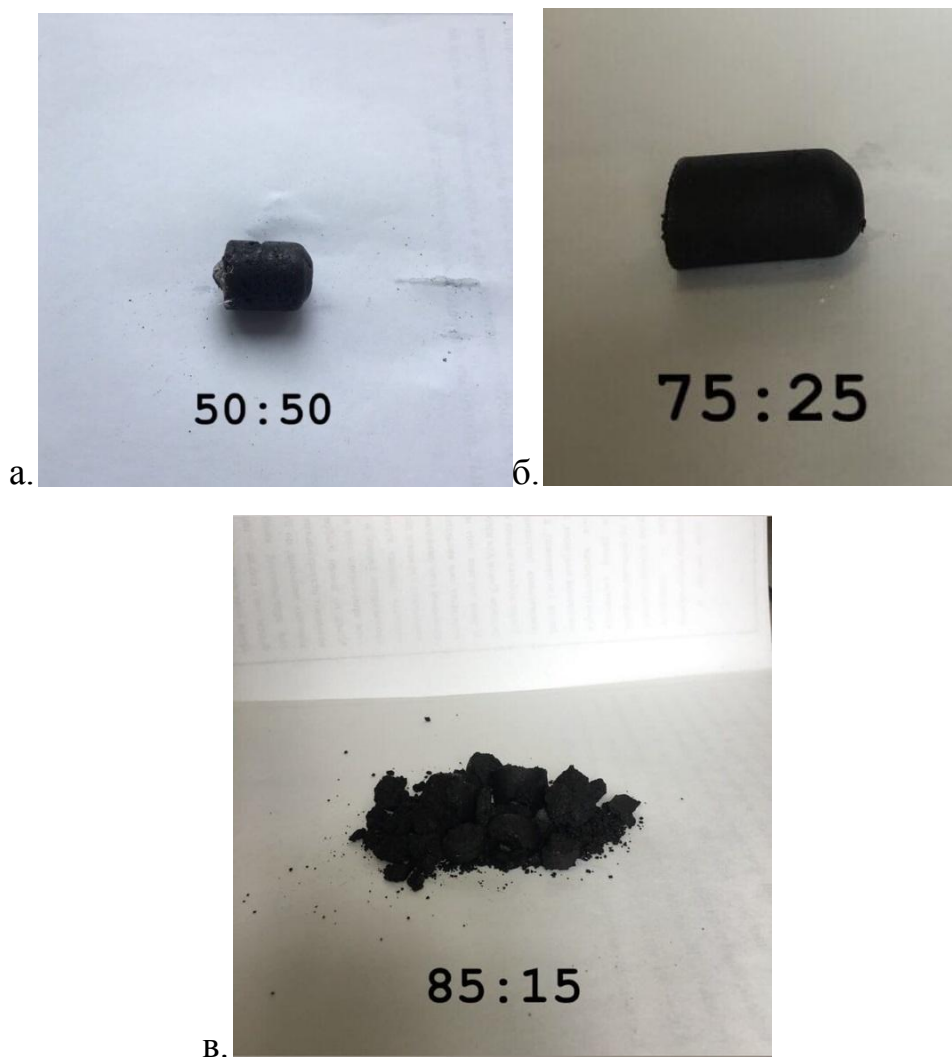


Рисунок 3.2.1 - Гранулы совместного синтезирования ФФС и графитовой пыли: а.50:50; б. 75:25; в. 85:15.

В таблице 3.2 представлено компонентное соотношение используемых реагентов и полученных продуктов синтеза.

Таблица 3.2 – Компонентный состав исходных реагентов синтеза фенолформальдегидной смолы

Проба, %	Фенол, г	Формалин, мл	Смола, г	Графит, г	Гранула, г
0:100	2,070	3	3,450	-	3,450
50:50	2,060	3	3,433	3,450	6,165
75:25	2,080	3	3,467	10,35	13,845
85:15	2,060	3	3,433	19,55	23,085

Стоит отметить, что даже незначительное отклонение от методики приводит к снижению качества гранулы. К примеру, взяли параллельную пробу навеской графитовой пыли 75% и раствора ФФС 25%. В случае отклонений от выше изложенной методики, получили гранулу недостаточно хорошего качества и плотности (рис. 3.2.2, сверху).



Рис. 3.2.2 – Сравнение гранул, приготовленных разной методикой

3.3 Определение гранулометрического состава полученных гранул
Гранулы 1 (0:100), 2(50:50), 3(75:25) проб имели цилиндрическую форму одной гранулой. Следовательно, ситевым способом определить гранулометрический состав не удастся. Запишем их параметры, измеряя миллиметровой линейкой. Диаметры гранул равны диаметру пробирке, в которой она гранулировалась. (табл. 3.3).

Таблица 3.3- Размеры, полученных цилиндрических гранул

Проба, %	Диаметр, мм	Длина, мм
0:100	15	20
50:50	17	25
75:25	20	35

При введении 85 % пыли получили продукт в виде смеси гранул и пыли с содержанием фракций +5 мм 83,23 % (табл. 3.4).

Таблица 3.4 Гранулометрический состав 4 пробы 85:15

Размер сит, мм	Масса фракции, г	Доля фракции, %
+5	18,63	83,23
+4	0,5	2,23
+3	0,590	2,64
+2,5	0,290	1,30
+1	0,750	3,35
+0,5	0,305	1,36
+0,25	0,370	1,65
-0,25	0,140	0,62
Потери	0,81	

3.5 Определение механической прочности гранул

Определение механической прочности проводили в соответствии с методикой, изложенной в главе 2 (п. 2.2.3).

Для определения механической прочности все образцы загружали в барабан Рога с двумя ребрами, приваренными к внутренней боковой стенке. Барабаны закрыли крышками, включают мотор. Частота вращения барабана 55 оборотов в минуту. Одна обработка в барабане – 3 минуты.

Механическая прочность вычисляется по отношению «надрешеточного» продукта к весу исходного продукта в процентах (табл. 3.5).

$$\text{Механическая прочность} = \frac{W_{\text{надреш.}}}{W_{\text{исход}}} * 100\%$$

$$X_1 = \frac{3,00}{3,450} * 100\% = 86,9 \%$$

$$X_2 = \frac{6,12}{6,165} * 100\% = 99,3 \%$$

$$X_3 = \frac{13,381}{13,845} * 100\% = 96,6 \%;$$

$$X_4 = \frac{(\frac{11,56}{2} + 16,60 + 13,54)}{3 * 23,085} * 100\% = 51,2 \%;$$

Таблица 3.5 Результаты определения механической прочности, полученных образцов.

Пробы, %	Масса исходной гранулы, г	Масса надрешетного продукта, г	Прочность гранул, %
0:100	3,450	3,00	86,9
50:50	6,165	6,12	99,3
75:25	23,085	13,935	96,6
85:15	23,085	1-16,60 2-13,54 3-11,56	51,2

3.6 Определение кажущейся плотности образцов

Определение кажущей плотности проводили в соответствии с методикой, изложенной в главе 2 (п. 2.2.4).

$$D_k = m/V,$$

где m – масса образца, г

V – объем образца, см³

$$V = \pi r^2 h$$

$$D_{k1} = \frac{3,450}{3,53} = 0,977 \text{ г/см}^3;$$

$$D_{k2} = \frac{6,165}{5,67} = 1,087 \text{ г/см}^3;$$

$$D_{k3} = \frac{13,845}{10,99} = 1,260 \text{ г/см}^3;$$

$$D_{k4} = \frac{16,245}{15} = 1,083 \text{ г/см}^3$$

Таблица 3.6 – Прочность и плотность полученных образцов

Состав гранулы %		Прочность, %	Кажущаяся плотность, г/см ³
Графит	ФФС		
0	100	86,9	0,977
50	50	99,3	1,087
75	25	96,6	1,260
85	15	51,2	1,083

Выход продукта каждой пробы можем рассчитать по формуле :

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

где m_1 - масса, полученных гранул, г;

m_2 - масса используемого сырья.

$$X(0:100) = \frac{3,450}{3,450} * 100\% = 100\%$$

$$X(50:50) = \frac{6,165}{3,433 + 3,450} * 100\% = 89,6\%$$

$$X(75:25) = \frac{13,845}{3,467 + 10,35} * 100\% = 99,5\%$$

$$X(0:100) = \frac{23,085}{3,433 + 19,35} * 100\% = 98,1\%$$

Из таблицы 3.6 видно, что с введением графитовой пыли 50 и 75 % при синтезе новолачной ФФС приводит к повышению прочности гранул (99,3% и 96,6%) и кажущейся плотности (1,087 г/см³, 1,260 г/см³) гранул. С 85% связующего получили смесь пыли и мелких гранул, имеющий наименьший показатель прочности 51,2 %

Наряду с повышением качества гранул к преимуществам разработанного метода гранулирования следует отнести снижение затрат на сырье, в сравнении с использованием товарной ФФС в качестве связующего (цена ФФС – от 900 руб./кг; кристаллического фенола 400 руб./кг, технического формалина 37% - 70 руб./кг). По нашим расчетам в экспериментах для синтеза расход реактивов на сумму 1,034 руб./г, против 2,7 руб./г – при использовании готового ФФС.

Выводы по главе 3:

Разработана технология гранулирования графитированных отходов электродного производства (графитовой пыли) в процессе синтеза ФФС из исходных реактивов (кристаллического фенола и технического формалина), связующего – ФФС.

Найдено оптимальное соотношение графитовой пыли и синтезированной смолы 50 и 75 % при температуре 60-80°C. Получены гранулы размерами от 2 до 35 мм, прочностью 99,3 и 96,6 %.

4. РАСЧЕТ ЗАТРАТ НА ПРОВЕДЕНИЕ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЫ

Научно-исследовательская работа – это один из видов экономической деятельности. Продукция этой деятельности – информация. Продукт данной дипломной научно-исследовательской работы – разработка способа гранулирования в процессе синтеза фенолформальдегидной смолы. Проведение научно-исследовательской работы требует затрат денежных средств, которые вычислены в ходе экономической части дипломной работы.

Материальные затраты представлены в таблице 4.1

Таблица 4.1 – Материальные затраты

№	Наименование материала	Единица измерения	Цена за единицу, руб.	Количество единиц	Стоимость материалов, руб.
1	Порошок графитовой пыли.	кг	300	1	10,005
2	Вода дистиллированная	л	30	1	30
3	Фенол	кг	400	1	3,6
4	Формалин	л	70	1	0,63
Итого					44,24

Итого: 44,24 рубля.

Затраты электроэнергии представлены в таблицах 4.2 и 4.3.

Таблица 4.2 – Расчет потребляемой электроэнергии на приборы

№	Наименование приборов	Мощность, кВт	Фактическое время работы, ч	Стоимость, руб
1	Весы аналитические	0,1	3	0,399
2	Муфельная печь	3,5	20	93,1
3	Компьютер	0,6	90	71,82
4	Плитка	0,6	5	3,99
5	Вытяжной шкаф	0,7	30	27,93

Итого: 197.239 рублей.

Таблица 4.3 – Расчет потребляемой электроэнергии на освещение

Расход в месяц, кВт·ч	Кол-во месяцев	Стоимость 1 кВт·ч, руб.	Полная стоимость, руб.
49,4	3	3,19	472,758

Стоимость 1 кВт·ч электроэнергии составляет 1 рубль 33 копейки.

Предусматривается 8 часовой рабочий день.

Всего затраты на электроэнергию (приборы + освещение) = 588 рублей.

Данные расчета амортизационных отчислений на проведение НИР представлены в таблице 4.4

$$A = \frac{C_b \cdot N_a \cdot T_f}{T_{год} \cdot 100}$$

Где:

A – амортизационные отчисления, руб.

C_b – балансовая стоимость, руб.

N_a – норма амортизационных отчислений, %.

T_f – фактическое время работы оборудования, дней.

$T_{год}$ – годовой фонд рабочего времени, 365 дней.

Таблица 4.4 – Амортизационные отчисления на проведение НИР

№	Наименование оборудования	Кол-во, шт	Балансовая стоимость	Годовая норма амортизации, %	Время использования, дн	Сумма амортизационных отчислений, руб
1	Муфельная печь	1	30 000	10	4	33
2	Компьютер	1	40 000	10	15	164
3	Весы аналитические	1	10 500	10	14	40
4	Вытяжка	1	14 000	10	4	15
Итого						252

На оборудование, стоимость которого не превышает 10000 руб. амортизационные отчисления не производятся.

Данные расчета фонда заработной платы представлены в Таблице 4.5.

Таблица 4.5 – Фонд заработной платы

№	Этапы работы	Состав исполнителей, чел	Установленный должн. оклад, руб	Доплата за поясн. коэффициент, %	Время работы, дн	Заработная плата, руб
1	Теоретическая часть	Профессор-1	12 000	15	15	10 350
		Инженер-1	9 000	15	15	7 760
2	Экспериментальная часть	Лаборант-1	7 000	15	35	14 090
Итого						32 200

Общая смета затрат на проведение научно-исследовательской работы

Подсчитав все затраты, составим общую смету затрат на проведение НИР.

Все данные сведем в таблицу 4.6.

Таблица 4.6 – Смета затрат на проведение НИР

№	Наименование статьи затрат	Сумма затрат, руб	Обоснование
1	Материальные затраты на проведение НИР	44,24	Таблица 4,1
2	Затраты на электроэнергию	472,758	Таблицы 4.2 и 3.3
3	Затраты на зарплату	32 200	Таблица 5.5
4	Единый социальный налог	8 372	26 % от ФЗП
5	Амортизационные отчисления	252	Таблица 6.4
6	Накладные расходы	3 220	10 % от ФЗП
Итого			44 789,338

Учтены все основные затраты на проведение исследовательской работы. Большую часть расходов составляют затраты на зарплату – 72 %. Материальные затраты составляют менее 1 %. Действительно, в данной работе предлагается метод получения гранулята из недорогого сырья.

5. БЕЗОПАСНОСТЬ ЖИЗНЕДЕЯТЕЛЬНОСТИ

Перед выполнением работ были проведены инструктажи, изучены правила по технике безопасности при работе с химическими реактивами и правила оказания первой медицинской помощи.

5.1 Общая характеристика научно-исследовательской лаборатории

Расположение учебного и лабораторного оборудования указано на рисунке 5.1.

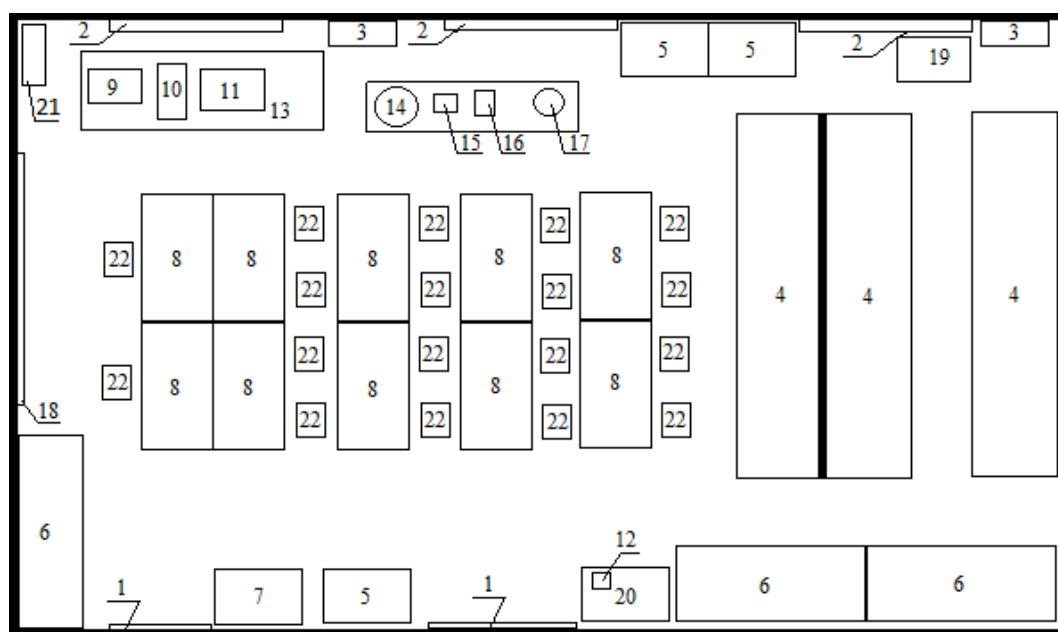


Рисунок 5.1 – Схема лаборатории

1 – дверь; 2 – окно; 3 – раковина; 4 – стол кафельный; 5 – шкафы для химических реактивов и химической посуды; 6 – вытяжной шкаф и вытяжка; 7 – сушильный шкаф; 8 – столы учебные; 9 – фотоэлектроколориметр; 10 – аналитические весы; 11 – мешалка; 12 – колбонагреватель; 13 – стол с приборами; 14 – лабораторные весы; 15 – плитка; 16 – весы технические электронные; 17 – эксикатор; 18 – доска; 19 – письменный стол; 20 – лабораторный стол; 21 – сейф; 22 – стулья

Размеры помещения – 5x10 метров. Имеется три окна 1,5x2 метра, 2 раковины, 15 розеток 220 В, 7 лабораторных столов, 11 письменных столов, 3 вытяжных шкафа и 2 вытяжки.

5.2 Состав вредных и опасных факторов

Согласно ГОСТ 12.0.003-74 (1999) ССБТ «Опасные и вредные производственные факторы. Классификация» обнаружены следующие вредные и опасные производственные факторы:

- физические: повышенная температура поверхностей оборудования, материалов; повышенная температура воздуха рабочей зоны; шум; вибрация; электромагнитное излучение; освещение;
- химические: вредные вещества и соединения;
- опасные факторы: пожароопасность; опасный уровень напряжения в электрической цепи.

5.3 Мероприятия по обеспечению безопасных условий труда

5.3.1 Охрана труда при работе в химической лаборатории

Оценка производственного микроклимата осуществляется в соответствии с СанПиН 2.2.4.548-96.

Санитарные правила и нормы предназначены для предотвращения неблагоприятного воздействия микроклимата рабочих мест, производственных помещений на самочувствие, функциональное состояние, работоспособность и здоровье человека.

Оптимальные микроклиматические условия установлены по критериям оптимального теплового и функционального состояния человека. Они обеспечивают общее и локальное ощущение теплового комфорта в течение 8-часовой рабочей смены при минимальном напряжении механизмов терморегуляции, не вызывают отклонений в состоянии здоровья, создают предпосылки для высокого уровня работоспособности и являются предпочтительными на рабочих местах.

Показателями, характеризующими микроклимат в производственных помещениях, являются:

- температура воздуха;

- температура поверхностей;
- относительная влажность воздуха;
- скорость движения воздуха;
- интенсивность теплового облучения.

Температура наружной поверхности стенки печи составляет 45°C , $I_{\text{max}} = 140 \text{ Вт/м}^2$, что удовлетворяет требованиям. Также выделение избыточного тепла при работе печи не происходит.

При работе с материалами и оборудованием соблюдаются следующие меры предосторожности:

- используются теплоизоляционные средства защиты рук (рукавицы х/б с брезент наладонником);
- используются металлические щипцы с прорезиненными ручками.

Оптимальные параметры микроклимата на рабочих местах должны соответствовать величинам, приведенным в таблице 5.1, применительно к выполнению работ различных категорий в холодный и теплый периоды года. При выполнении исследований, в теплый период, t воздуха составляла 22°C , влажность воздуха – 60%.

Данная НИР относится к категории тяжести трудового процесса 1б. К этой категории относятся работы, производимые сидя, стоя или связанные с ходьбой и сопровождающиеся некоторым физическим напряжением.

Таблица 5.1 – Оптимальные параметры микроклимата

Период года	Категория работ по уровню энергозатрат, Вт	Температура воздуха, $^{\circ}\text{C}$	Температура поверхностей, $^{\circ}\text{C}$	Относит. влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с
Холодный	1б (140...174)	21...23	20...24	60...40	0,1
Теплый	1б (140...174)	22...24	21...25	60...40	0,1

5.3.2 Вредные вещества

Согласно ГОСТ 12.1.005-88 (2001) «Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны», содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны при выполнении технологических процессов не должно превышать предельно допустимых значений (ПДК).

В ходе проведения НИР использовались химически опасные вещества.

Основными характеристиками вредных веществ являются: величина предельно допустимой концентрации вещества в воздухе рабочей зоны; преимущественное агрегатное состояние вещества; класс опасности вещества; особенности действия на организм человека.

5.3.3 Вентиляция

Необходимые характеристики микроклимата воздуха рабочей зоны обеспечиваются вентиляцией.

В лаборатории применяется вытяжная местная вентиляция – вытяжные шкафы. Местная вытяжная вентиляция используется для удаления вредных веществ. Она не только более экономична, но и наиболее эффективна.

Вытяжные шкафы позволяют производить работы при концентрациях вредных веществ внутри шкафа, во много раз превышающие предельно допустимые концентрации.

5.3.4 Освещенность

Безопасность и здоровье условия труда в большой степени зависят от освещенности рабочих мест. Пользуются естественным, искусственным и совмещенным освещением. Нормирование освещения внутри зданий производится по СНиП 23–05–95 «Естественное и искусственное освещение».

Освещение является одним из важнейших условий нормальной жизнедеятельности. Правильно устроенное освещение обеспечивает хорошую видимость и создает благоприятные условия труда ГОСТ 12.003–74 (1993). «ССБТ. Опасные и вредные производственные факторы. Классификация».

Существует раздельное нормирование естественного, искусственного и совмещенного освещения.

Естественное освещение нормируется коэффициентом естественного освещения, % в зависимости от характеристики зрительной работы, разряда зрительной работы и системы освещения. Данный разряд работы относится к четвертому.

Нормируемыми параметрами искусственного освещения являются: величина освещенности и сочетание показателя ослепленности и коэффициента пульсации.

Коэффициент естественного освещения:

$$КЕО = \frac{S_{ок} \cdot t_{общ} \cdot r}{S_{п} \cdot N_{о} \cdot K_{з} \cdot K_{зд}} \cdot 100\%$$

где $S_{ок}$ – суммарная площадь оконных проемов, m^2 ;

$t_{общ}$ – общий коэффициент светопропускания;

r – коэффициент, учитывающий повышение КЕО при боковом освещении благодаря свету, отраженному от поверхностей помещения и подстилающего слоя, прилегающего к зданию;

$S_{п}$ – площадь пола, m^2 ;

$N_{о}$ – коэффициент световой активности проема;

$K_{з}$ – коэффициент запаса, учитывающий эксплуатационное снижение освещенности вследствие загрязнения светильников и ламп, а также уменьшение светового потока ламп, в процессе их эксплуатации;

$K_{зд}$ – коэффициент, учитывающий затемнение окон противостоящими зданиями;

$K_{з}$ – коэффициент запаса, учитывающий эксплуатационное снижение освещенности вследствие загрязнения светильников и ламп, а также уменьшение светового потока ламп, в процессе их эксплуатации.

$$t_{\text{общ}} = t_1 \cdot t_2 \cdot t_3 \cdot t_4 \cdot t_5$$

где t_1 – коэффициент светопропускания материала (0,87);

t_2 – коэффициент, учитывающий потери света в световых проемах (0,5);

t_3 – коэффициент, учитывающий потери света в несущих конструкциях (1);

t_4 – коэффициент, учитывающий потери света в солнцезащитных приборах (1);

t_5 – коэффициент, учитывающий потери света в защитной сетке, установленной под фонарями (0,9).

Проведя расчёты, получаем КЕО = 2,1%. В светлое время суток КЕО на рабочем месте должен составлять 1,5%, получили 2,1 %, что удовлетворяет требуемым условиям.

Искусственное освещение вычисляется из формулы коэффициента использования светового потока:

$$E = \frac{\Phi \cdot N \cdot n}{K_3 \cdot S \cdot Z}$$

где Φ – световой поток светильника, лм;

N – число светильников;

S – освещаемая площадь, м²;

Z – коэффициент неравномерности освещения;

n – коэффициент использования системы освещения, зависящий от типа светильника, коэффициентов отражения потолка и стен, а также индекса помещения.

Проведя расчёты, получаем $E = 212,5$ лк. Норма искусственного освещения должна быть не меньше 200 лк. По результатам проделанного анализа освещения лаборатории можно сделать вывод, что и естественное и

искусственное освещение соответствует нормам освещения химических лабораторий.

5.3.5 Шум

При проведении научно-исследовательской работы возникают механические шумы источниками, которых являются: приточно-вытяжная вентиляция, сушильный шкаф, компрессор.

Допустимые шумовые характеристики рабочих зон регламентируются ГОСТ 12.1.003-83 (1999) ССБТ «Шум. Общие требования безопасности» и ГОСТ 12.1.012-90 (2001) ССБТ «Вибрационная безопасность. Общие требования».

Действие шума на организм человека вызывает утомление, резкое снижение работоспособности, головные боли.

В таблице 5.2 указаны предельно допустимые уровни звука для трудовой деятельности средней степени напряженности.

Таблица 5.2 – Предельно допустимый уровень звука для трудовой деятельности средней степени напряженности в дБ

Категория напряженности трудового процесса	Категория тяжести трудового процесса	
	Легкая физическая нагрузка	Средняя физическая нагрузка
I степени	60	60

В ходе проведения НИР уровень шума не превышал допустимого значения.

5.3.6 Электробезопасность

Химическая лаборатория попадает под класс помещений повышенной опасности, так как в ней находится электрооборудование, создающее потенциальную электроопасность: сушильный шкаф, муфельная печь, фотоэлектроколориметр, технические и аналитические весы, электрические плиты.

Электробезопасность в лаборатории достигается применением следующих мероприятий в соответствии с ГОСТ 12.019 - 79 (2001) «Электробезопасность.

Общие требования и номенклатура видов защиты»:

- размещение токоведущих частей на недоступной высоте;
- ограждение токоведущих частей;
- изоляция, которая обеспечивает защиту от поражения электрическим током в случае прикосновения;
- защитное заземление для устранения опасности поражения током при появлении напряжения на корпусе отпускной печи в соответствии с ГОСТ 12.030-81 (2001) «Электробезопасность. Защитное заземление, зануление».

Подсоединение приборов к сети должно соответствовать ГОСТ 12.11.038 (2001) «Электробезопасность. Предельно допустимые уровни напряжений и токов». Напряжения прикосновения и токи, протекающие через тело человека при нормальном (неаварийном) режиме электроустановки, не должны превышать значений, указанных в таблице 5.3.

Таблица 5.3 – Предельно допустимые значения воздействия тока

Род тока	Нормируемая величина	Предельно допустимые значения, не более, при продолжительности воздействия тока t, с											
		0,01 ... 0,08	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0	>1,0
Переменный 50 Гц	U, В	550	340	160	135	120	105	95	85	75	70	60	20
	I, mA	650	400	190	160	140	125	105	90	75	65	50	6

5.3.7 Пожарная безопасность

Исходя из пожарных свойств веществ и условий их применения, помещение лаборатории относится к пожароопасной категории «В4» в соответствии с федеральным законом №123 – ФЗ от 22.07.2008 «Технический регламент о требованиях пожарной безопасности» (принят 2009г). В4 – Пожароопасные

помещения (горючие и трудно-горючие жидкости, твердые и трудно-горючие вещества, способные только гореть при условии, что эти помещения не относятся к А и Б). Лаборатория снабжена медицинской аптечкой со средствами для оказания первой помощи при несчастных случаях. В лаборатории имеются следующие средства пожаротушения: огнетушитель ОП-5 – 1 шт; песок; асбестовое волокно.

Для обеспечения пожарной безопасности приняты следующие меры:

- ограничение массы и объема горючих веществ;
- применение оборудования, не образующего источник зажигания;
- поддержание в исправном состоянии оборудования, измерительных электроприборов, электропроводки, вытяжной вентиляции;
- пожарная сигнализация – 2 датчик, реагирующий на повышение температуры, 2 датчик, реагирующий на задымление;
- пожарный инвентарь (ящики с песком, огнетушитель, ведра);
- проведен инструктаж по технике пожарной безопасности.

Выводы по разделу пять:

С целью предотвращения травм работа с химическими реагентами требует осторожности и повышенного внимания. В связи с этим, прежде всего, необходимо при работе с едкими веществами надевать резиновые перчатки, исключать их попадание на кожу, в глаза (защитные очки), защитить органы дыхания (респиратор). Помещение лаборатории оборудовано в соответствии требованиями безопасности в области пожарной безопасности, охраны труда, электробезопасности.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ И РЕКОМЕНДАЦИИ

1. Выполнены литературный обзор и экспериментальные работы по разработке способа гранулирования графитовой пыли в процессе синтеза новолачной фенолформальдегидной смолы.

2. Проведены синтезы новолачной фенолформальдегидной смолы без графитовой пыли и с введением пыли в количестве 50, 75 и 85 %.

3. Выявлены оптимальные условия синтеза:

- температура синтеза 60–80°C;
- порционное введение исходных реагентов,
- количество графитовой пыли от 50 до 75 %.

Получены гранулы с высокой механической прочностью 50:50 – 99,3 %; 75:15 – 96,6% и размерами более 25 мм. Установлено, что снижение и превышение количества связующего, а также отклонения от методики приводят к снижению качества гранул.

4. Показано, что гранулирование графитовых отходов при синтезе из исходных реагентов приводит к снижению затрат на сырье, в сравнении с использованием товарной ФФС в 2,6 раза.

6. Расходы на проведение исследования составили затраты на зарплату – 72%, материальные затраты составляют менее 1 %. В данной работе, предлагается метод получения гранулята из недорогого сырья.

7. Учебная лаборатория оборудована в соответствии требованиями безопасности в области пожарной безопасности, охраны труда и электробезопасности.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. В.Г Зеленкин , Л.А. Шкатова и др. Классификация, учет и использование вторичных материалов ресурсов в электродном производстве / Тезисы докладов и сообщений всесоюзной научно-технической конференции электродного производства «Повышение качества и эксплуатационной стойкости углеродной продукции», Челябинск. 1983.
2. Классен, П.В. Основы техники гранулирования / П.В. Классен, И.Г. Гришаев // учебник. – М.: Химия, 1982. – С. 224–236.
3. Вилесов Н. Г. и др. Процессы гранулирования в промышленности. Киев, Техника, 1976. 192 с.
4. Островский, В.С. Искусственный графит / В.С. Островский, Ю.С. Виргильев, В.И. Костиков, Н.Н. Шипков. – М.: Metallurgia, 1986. – 272 с.
5. Чалых, Е.Ф. Технология углеграфитовых материалов / Е.Ф. Чалых. – М.: Metallurgizdat, 1963. – 374 с.
6. ГОСТ 17022-81 Графит. Типы, марки и общие технические требования.
7. Каргин, В.А. Краткие очерки физико-химии полимеров / В.А. Каргин, Г.Л. Слонимский. – М.: Химия, 1967. – 254 с.
8. ГОСТ 20907-75 Смолы фенолоформальдегидные жидкие.
9. https://revolution.allbest.ru/chemistry/00416819_0.html
10. https://dspace.tltsu.ru/bitstream/123456789/11199/1/Глухов%20П.А._ХТм-1702a.pdf
11. Свойства конструкционных материалов на основе углерода: справочник / под ред. В.П. Соседова. – М.: Metallurgia, 1975. – 87–97 с.
12. ГОСТ 22898-78. Коксы нефтяные малосернистые. П.4.4 Определение кажущей плотности
13. ГОСТ Р 55660—2013 Топливо твердое минеральное. Определение механической прочности. – М.: Стандартинформ, 2013
14. ГОСТ Р 55661-2013 (ИСО 1171:2010) Топливо твердое минеральное. Определение зольности (с Изменением N 1). – М.: Стандартинформ, 2013