

¹Эшметова Д. З., ¹Джандуллаева М. С.,
¹Бобокулов А. Н., ¹Тоиров З. К., ¹Эркаев А. У., ²Шатило В. И.
(¹Ташкентский химико-технологический институт, г.Ташкент
²Белорусский государственный технологический университет, г.Минск)

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ СУЛЬФАТА КАЛИЯ СЕРНОКИСЛОТНОЙ КОНВЕРСИЕЙ ХЛОРИДА КАЛИЯ В ПРИСУТСТВИИ ДИЭТИЛАМИНА

При получения неорганических солей широкое применение нашли амины [1-5], одним из которых является диэтиламин. Он не образует азеотропные смеси с водой и имеет четвертый класс опасности по воздействию на организм человека [6], имеет значительные технологические преимущества, что обуславливает актуальность исследования путей его применения в технологиях получения неорганических солей [7].

Использование диэтиламина для создания условий высаливания получаемых неорганических солей позволяет создавать энергосберегающие технологии получения некоторых удобрений. Потери диэтиламина из-за растворения в маточных растворах хлоридов кальция, натрия и калия малы. Все эти факты позволяют разработать рентабельные, малоотходные и энергосберегающие технологии. Однотипность реакций позволяет использовать одно и то же оборудование для получения различных солей [8].

Однако в литературе отсутствуют данные о влиянии технологических параметров на отдельные стадии процесса получения сульфата калия сернокислотной конверсией хлорида калия в присутствии диэтиламина.

В экспериментах в качестве исходных компонентов использовали белый кристаллический хлорид калия, полученный из флотационного хлорида калия АО «Дехканабадский калийный завод» серную кислоту с концентрацией 93.5% и диэтиламин Российского производства.

Опыты по изучению влияния последовательности подачи исходных компонентов в процесс получения сульфата калия конверсией хлорида калия серной кислотой проводили при температуре 60 °С и продолжительности 40 минут (таблица 1-3).

Таблица 1 Влияние порядок подачи исходных реагентов на параметры процесса получения гидросульфата калия

Вариан- ты	Порядок подачи исходных компонентов				Соотношения Ж:Т	Влажность осадка	Скорость фильтрации, кг/м ² *ч		Выход, %
	(C ₂ H ₅) ₂ NH	H ₂ SO ₄	KCl	H ₂ O			По твердой фаза	По жидкой фаза	
1	4	3	2	1	4.83:1	14,13	1355.3	6546.6	46,09
2	3	2	4	1	7.41:1	19,40	931.3	6898.7	29,79
3	2	3	4	1	3.39:1	27,88	2039.7	6911.3	54,65
4	3	4	2	1	3.69:1	17,24	1929.8	7486.9	59,52

*-температура процесса -60⁰C, продолжительность процесса – 30 мин.

*-количество исходных компонентов по стехиометрии на образования K₂SO₄ (по реакции).

*-количество H₂O – 39,93% от суммы исходных компонентов.

Таблица 2 - Химический состав продукта и фильтрата

№	Содержание компонентов в про- дукте, масс. %			Содержание компонентов в фильтрате, масс. %		
	K ⁺	Cl	SO ₄ ⁻²	K ⁺	Cl	SO ₄ ⁻²
1	53.09	2.12	73.28	3.07	11.76	7.92
2	43.86	2.29	72.45	3.37	11.43	8.52
3	49.78	9.53	48.93	1.63	11.73	5.03
4	43.26	0.7	104.6	2.28	12.21	5.1

*- номера образцов соответствуют номерами таблицы 1

Таблица 3 - Реологический свойства фильтрата

№	Плотность (г/см ³) при температуре, °С				Вязкость (сПз) при температуре, °С				Светопреломление n ²⁰
	20	40	60	80	20	40	60	80	
1	1095	1090	1085	1080	13.05	8.01	4.10	2.80	1.397
2	1105	1100	1095	1085	12.84	8.03	4.27	3.171	1.398
3	1055	1050	1045	1040	13.92	8.47	4.41	3.30	1.401
4	1071	1061	1053	1040	13.59	8.61	4.46	3.70	1.403

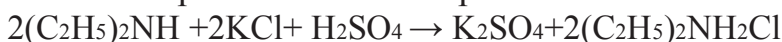
*- номера образцов соответствуют номерами таблицы 1

Таблица 4 - Элементный состав образцов сульфата калия по EDS.

№	Содержание элементов, %			
	K	S	O	Cl
1	46.12	18.32	35.57	-
2	44.11	18.41	36.40	1.08
3	44.91	18.75	32.46	3.87
4	47.27	17.33	35.39	-

*- номера образцов соответствуют номерами таблицы 1

При изучении ниже приведенной реакции норма исходных компонентов была принята стехиометрической:



Полученные данные показали, что наилучшие показатели по выходу продукта и скорости фильтрации были достигнуты в третьем и четвертом вариантах (таблица 1). Во втором, третьем и четвертом вариантах подачи исходных компонентов скорость фильтрации по твердой фазе и выход продукта составил 931,3; 2039,7; 1929,8 кг/м²*час и 29,79; 54,65 и 59,52% соответственно.

Влажность осадков и соотношения Ж:Т в зависимости от варианта подачи исходных компонентов колеблются в интервалах 14,13-27,88% и 3,39-7,41:1 соответственно. Из таблицы 2 видно, что содержание остаточного хлора в продуктах колеблется в интервале 0,7-9,53%, а самое низкое содержание хлора наблюдается в четвертом варианте.

С изменением порядка подачи исходных компонентов в процесс при температуре от 20 до 80 °С плотность и вязкость фильтратов колеблются в интервалах 1,040-1,095 г/см³ и 2,80-13,59 сПз соответственно.

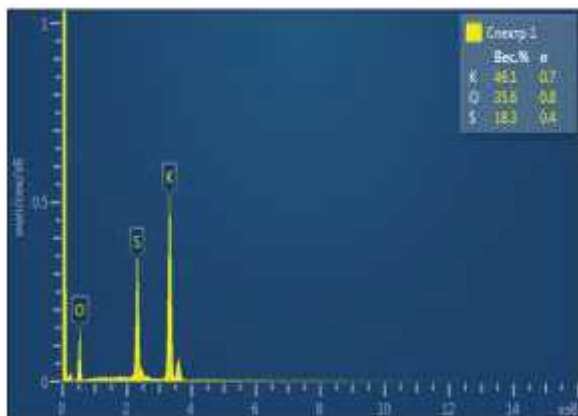


Рисунок 1.

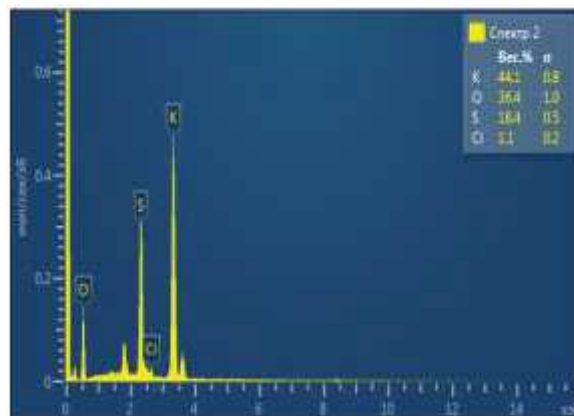


Рисунок 2.

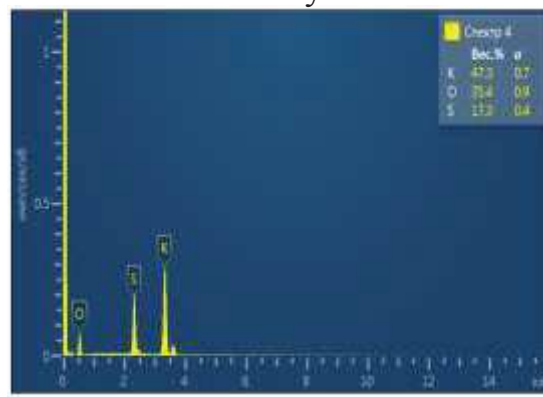
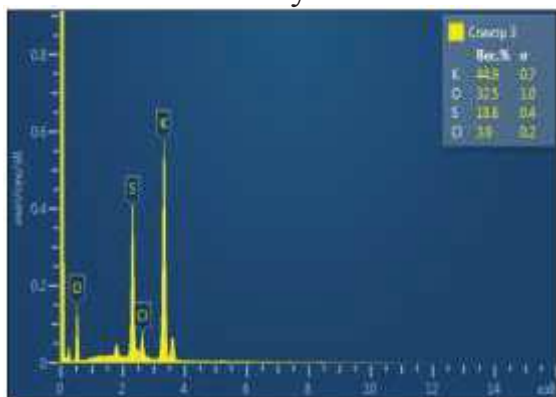


Рисунок 3.

Рисунок 1-4. Энергодисперсионный спектр образцов

Рисунки

Энергодисперсионный анализ (рисунки 1-4, таблицы 4) продуктов показал, что в первом и четвертом варианте полачи исходных компонентов получается продукт с наименьшим содержанием хлора, а образование кристаллов сульфата калия наблюдается во всех вариантах.

Таким образом, при изученных нормах исходных компонентов, наилучшие техноаналитические показатели достигаются при следующей последовательности подачи исходных компонентов: диэтиламин, серная кислота, хлорид калия и вода.

ЛИТЕРАТУРА

1. Бобокулов А.Н., Эркаев А.У., Тоиров З.К. Исследование процесса получения гидрокарбоната калия с применением диэтиламина. // UNIVERSUM: Химия и биология, № 10, Москва-2017г.

2. Bobokulov A.N., Erkaev A.U., Toirov Z.K., Kucharov B.X. Research on the Carbonization Process of Potassium Chloride Solutions in the Presence of Diethylamine // International Journal of Innovative Technology and Exploring Engineering (IJITEE), V-8 Issue-9S2, July 2019.

3. Панасенко В.В., Гринь Г.И., Мазунин С.А. Фазовые равновесия в тройной системе $KCl-(C_2H_5)_2NH_2Cl - H_2O$ при 30 °С. Вестник НТУ «ХПИ», Харьков, 2010. № 11. С. 103–107.

4. Панасенко В.В., Гринь Г.И., Панасенко В.А. и др. Изучение растворимости солей в системе $(C_2H_5)_2NH_2Cl - (C_2H_5)_2NH_2HCO_3 - H_2O$ при 30 °С // XVIII Украинская конференция из неорганической химии с участием зарубежных ученых: тезисы докладов, (27 июня – 1 июля 2011 г.). Харьков: ХНУ имени В. Н. Каразина, 2011. С. 278.

5. Панасенко В.В., Гринь Г.И., Панасенко В.А. и др. Зависимость между составом и свойствами системы $K^+, (C_2H_5)_2NH_2^+ // HCO_3^- - H_2O$ при 30 °С // Восточно-Европейский журнал передовых технологий. Харьков. 2011. № 4/6 (52). С. 38–41.

6. Вредные вещества в промышленности. Справочник. в 3 т. 7-е изд., перераб. и доп. Л., 1976. Т.2.— 624 с.

7. Wasag T., Kurzawa M. Study on regeneration of diethylamine in aminie method of soda production. Equilibrium liquid-vapour of the system $(C_2H_5)_2NH - CaCl_2 - NaCl - H_2O$ // Zastosowanie amin do produkcji weglanow alkalicznych. 1977. №86. p. 19–29.

8. Мазунин С. А., Чечулин В. Л. Высаливание как физико-химическая основа малоотходных способов получения фосфатов калия и аммония: монография / С. А. Мазунин, В. Л. Чечулин; Перм. гос. нац. исслед. ун-т. — Пермь, 2012.— 114 с.