

При изучении ингибирующего действия неозона Д в резинах, содержащих тиурам Д (рис. 2), показано, что введение 0,5 массовой доли неозона Д приводит к повышению термоокислительной стойкости резин. При увеличении количества неозона Д в резинах от 0,5 до 3,0 массовых долей термоокислительная стойкость резин в процессе теплового старения практически не возрастает. Такое изменение прочностных свойств резин, содержащих тиурам Д и неозон Д, в процессе теплового старения наблюдается при всех сроках старения (72, 120 и 168 ч).

Таким образом, эффект совместного ингибирующего действия неозона Д и тиурама Д в процессе термоокисления каучука СКИ-3 определяется их молярным соотношением. Оптимальное содержание неозона Д в резинах, включающих в свой состав тиурам Д, при котором проявляется его максимальный ингибирующий эффект, составляет 0,5 массовых долей.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ангерт Л. Г., Кузьминский А. С. Роль и применение антиоксидантов в каучуках и резинах.— М., 1957.— 95 с.
2. Пиотровский К. Б., Тарасова З. Н. Старение и стабилизация синтетических каучуков и вулканизатов.— М., 1980.— 264 с.
3. Кудинова Г. Д., Борзенкова А. Я. Влияние 2-меркаптобензотиазола и цинковой соли 2-меркаптобензотиазола на ингибирующую способность фенил-β-нафтиламина в процессе термоокисления *цис*-1,4-полиизопрена // Химия и хим. технология.— Минск, 1983.— Вып. 18.— С. 86—89.
4. Кузьминский А. С., Лежнев Н. Н., Зуев Ю. С. Окисление каучуков и резин.— М., 1957.— 320 с.

УДК 661.634.2+661.521+661.48 +631.853.13

Н. И. Гаврилюк, Р. Я. Мельникова, К. Г. Гафуров

УТИЛИЗАЦИЯ ФТОРА ИЗ ШЛАМА АММОФОСНОЙ ПУЛЬПЫ

Одним из путей выделения фтора из экстракционной фосфорной кислоты (ЭФК) может быть осаждение фтора в виде нерастворимых соединений на стадии аммонизации при производстве аммофоса [1, 2]. Это позволит, с одной стороны, получить обесфторенный аммофос, что важно с экологической точки зрения, с другой — утилизировать фтор из получаемого шлама.

В данной статье приводятся результаты исследования

Химический состав исходной ЭФК и продуктов, полученных при ее аммонизации до pH 5,0

ЭФК и продукты ее аммонизации	Массовая доля компонентов, %									
	P ₂ O ₅			SO ₃	MgO	CaO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	N	F
	общий	усвояемый	водорастворимый							
ЭФК	20,64	20,64	20,64	2,10	1,19	0,41	0,74	0,51	отс.	1,90
Аммофосная пульпа	19,60	19,80	16,80	4,39	1,35	2,16	0,67	0,49	4,90	2,07
Шлам, не промытый водой	40,54	40,45	29,88	4,21	5,72	6,58	2,40	1,96	8,18	7,35
Шлам, промытый водой*	30,81	28,75	3,10	1,03	9,69	8,49	5,13	0,70	7,38	18,62

* Условия промывки: шлам:вода=1:1, T=343 К, τ=10 мин.

по определению оптимальных условий утилизации фтора из шлама аммофосной пульпы, а также изучения состава исходного шлама и продуктов его термообработки.

Для проведения опытов использовали ЭФК Алмалыкского химического завода. Нейтрализацию кислоты аммиаком проводили в полиэтиленовом реакторе в условиях, близких к производственным. Анализ исходной кислоты, образующейся пульпы и шлама на содержание основных компонентов проведен согласно методикам, изложенным в работе [3].

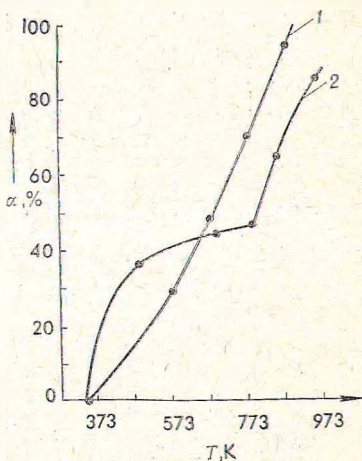
Как видно из таблицы, промывка аммофосного шлама водой приводит к возрастанию содержания фтора и магния в осадке и уменьшению содержания фосфора и азота вследствие перехода в промывной раствор водорастворимых дигидрофосфата и сульфата аммония.

Непромытый водой шлам высушивали при температуре T=343 К, а затем подвергали термической обработке. Прокаливание осадка проводили в трубчатой печи при различных температурах в течение 1 ч [4]. Полученные результаты представлены на рис. 1 (кривая 1), который свидетельствует, что степень обесфторивания шлама возрастает с повышением температуры.

Химический анализ продуктов термообработки показал, что вместе с соединениями фтора в газовую фазу удаляется почти весь азот, содержащийся в исходном

шламе. Присутствие последнего в образце в составе иона аммония благоприятствует удалению фтора в виде фторида аммония. В связи с этим уже при 873 К достигается 95%-ная степень обесфторивания шлама. Вместе с тем совместное присутствие соединений фтора и азота в газовой фазе создает значительные трудности для их улавливания и получения дефицитных фтористых соединений, не содержащих ионы аммония, которые находят широкое применение в народном хозяйстве. Поэтому было проведено изучение условий обесфторивания отмытого водой шлама с минимальными количествами аммиака и водорастворимого фосфорного ангидрида.

Рис. 1. Зависимость степени обесфторивания α аммофосного шлама от температуры: 1—непромытый шлам; 2—промытый водой шлам



При проведении отмывки установлено, что в жидкую фазу переходит примерно 70% P_2O_5 и N, содержащихся в исходном осадке, и после отделения водонерастворимой части в промывной воде присутствует около 21% P_2O_5 и N, что позволяет использовать данный раствор для производства обесфторенного аммофоса. Фтор переходит в промывной раствор в незначительном количестве (до 10%), так как он находится в твердой фазе, главным образом в водонерастворимой форме. По данным рентгенофазового анализа, основной кристаллической фазой промытого осадка является фосфат-фторид магния — $(Fe, Al)Mg(NH_4)_2(HPO_4)_2F_3$ (рис. 2, кривая 2), что хорошо согласуется с данными работ [5, 6]. Кроме того, в незначительных количествах присутствуют дигидрофосфат аммония и гидрофосфат кальция.

При нагревании промытого осадка со средней скоростью нагрева около 10 К/мин (см. рис. 1, кривая 2) было установлено, что до 40% содержащегося в осадке

фтора удаляется в узком интервале температур (353—523 К), и дальнейшее нагревание — до 773 К — увеличивает степень обесфторивания лишь на 10%. Одновременно с фтором удаляется и азот, о чем свидетельствует изменение интенсивности полос поглощения, отвечающих колебаниям иона NH_4^+ в ИК спектрах (рис. 3, кривые 1—4). Так, эти полосы поглощения практически отсутствуют в спектре образца, прогретого до 783 К (рис. 3,

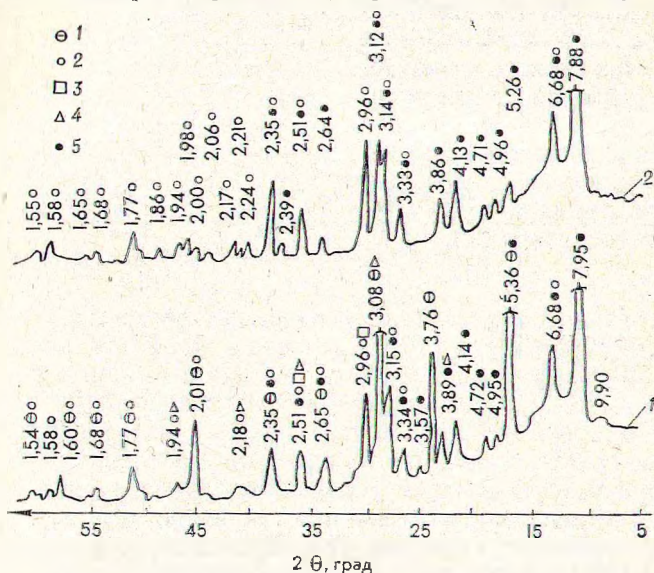


Рис. 2. Рентгенограммы аммофосного шлама:

1 — непромытый шлам; 2 — промытый водой шлам; межплоскостные расстояния ($d \cdot 10^{10}$ м) следующих соединений:

1— $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$; 2— CaHPO_4 ; 3— $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$; 4— $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$; 5— $(\text{Fe, Al})\text{Mg} \times (\text{NH}_4)_2(\text{HPO}_4)_2\text{F}_3$

кривая 4). Резкое возрастание степени обесфторивания при нагревании до 773—953 К может быть объяснено разложением комплексного фосфат-фторида. Согласно данным рентгенофазового анализа, в прокаленном до 953 К образце основными кристаллическими фазами являются полифосфаты магния и кальция. Железо и алюминий присутствуют, вероятно, в виде аморфных ортофосфатов, так как в ИК спектре этого продукта (рис. 3, кривая б) наблюдаются интенсивные полосы поглощения в области валентных колебаний иона PO_4^{3-}

(1120 и 1045 см^{-1}). А наличие полосы поглощения 720 см^{-1} в области частот, отвечающих колебаниям $\nu_s\text{PO}_4$, указывает на возможное присутствие пирофосфатного аниона.

Химический анализ продуктов термообработки в данном случае показал, что соединения фтора и азота выделяются в газовую фазу одновременно. В связи с этим для получения в конечном итоге безаммонийных фтористых

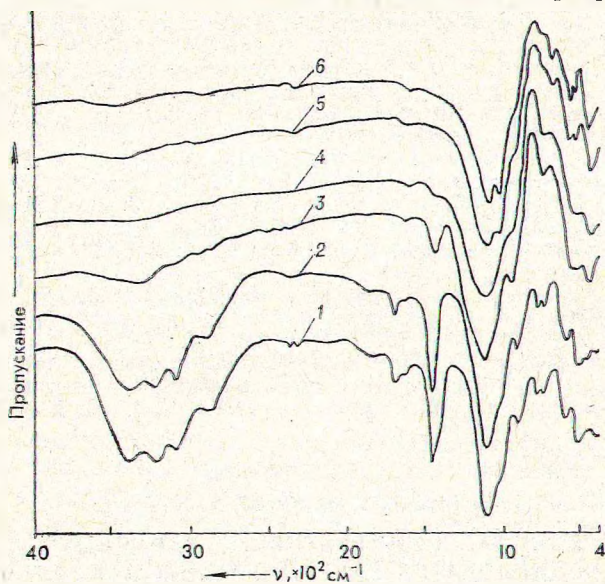


Рис. 3. ИК спектры промытого водой шлама аммофосной пульпы (1) и продуктов его термообработки, полученных нагреванием шлама до температур, К:

2—483; 3—688; 4—733, 783; 5—853; 6—953

соединений в результате переработки выделяемого аммофосного шлама необходимо предусмотреть отдельное выделение в газовую фазу соединений фтора и азота. Это может быть осуществлено путем внесения в шлам определенных добавок. Таким образом, можно предложить технологическую схему, позволяющую утилизировать фтор из ЭФК и включающую следующие стадии:

- 1) аммонизация ЭФК до определенной рН;
- 2) разделение фаз аммофосной пульпы фильтрованием;

- 3) промывка аммофосного шлама водой;
- 4) смещение промывного раствора с фильтратом и доаммонизация полученной смеси для получения обесфторенного аммофоса;
- 5) утилизация фтора из промытого водой аммофосного шлама путем термообработки.

ЛИТЕРАТУРА

1. Кармышов В. Ф. Химическая переработка фосфоритов.— М., 1983.— 304 с.
2. Хамидов В. А., Якубов Р. Я., Коростелева В. И., Гафуров К. Исследование возможности выделения фтористых солей на стадии аммонизации экстракционной фосфорной кислоты из фосфосристов Каратау // Фосфор. пром-сть.— 1974.— № 3 (15).— С. 28—35.
3. Методы анализа фосфатного сырья, фосфорных и комплексных удобрений, кормовых фосфатов.— М., 1975.— 218 с.
4. Гафуров К., Хамидов В. А., Мирходжаев М. М., Коростелева В. И. Способы обесфторивания твердой фазы аммофосной пульпы из ЭФК фосфоритов Каратау // Фосфор. пром-сть.— 1977.— Вып. 4.— С. 13—17.
5. Конюхова Е. Б., Мурашова С. К., Кармышов В. Ф. Исследование вязкости пульп аммофоса, полученных на основе фосфоритов Каратау // Тр. НИУИФ.— 1977.— Вып. 231.— С. 49—54.
6. Гаврилов Н. Б., Жданов Ю. Ф., Масленников Б. М. и др. Изменение фазового состава продуктов политермического упаривания аммофосной пульпы // Хим. пром-сть.— 1978.— № 4.— С. 281—282.

УДК 621.928.37

С. Л. Сулов, Г. М. Косой, А. И. Ершов

ВЛИЯНИЕ КОНСТРУКТИВНЫХ ПАРАМЕТРОВ ГИДРОЦИКЛОНА НА ГИДРОДИНАМИКУ ЦИКЛОННОГО ПОТОКА

В настоящей статье приводятся результаты исследования влияния конструкции подвода питания и длины цилиндрической части гидроциклона на структуру циклонного потока и основные технологические параметры.

В качестве экспериментальной модели использовался гидроциклон, изготовленный из органического стекла, диаметром 100 мм. Он имел сменные тангенциальный и спиральный подводы питания длиной $L_{\text{п}}=75$ мм и набор цилиндрических вставок, позволяющих менять общую длину гидроциклона $L/D=2,64 \div 5,64$ (L — длина гидроциклона, D — диаметр его цилиндрической части). Угол конусности α , диаметр сливного $d_{\text{сл}}$, пескovo-