

Н. И. Гаврилюк, Р. Я. Мельникова

ВЛИЯНИЕ СТЕПЕНИ НЕЙТРАЛИЗАЦИИ ЭКСТРАКЦИОННОЙ ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ НА ФИЛЬТРУЕМОСТЬ АММОФОСНОЙ СУСПЕНЗИИ

Экстракционная фосфорная кислота (ЭФК), полученная из рядовых фосфоритов Каратау и содержащая в качестве одной из примесей оксид магния, может быть упарена только до массовой доли P_2O_5 38—40 % [1]. Дальнейшее упаривание ведет к ее загустеванию вследствие образования структурированного геля, основной составляющей которого является фторид магния, что не позволяет добиться высокой степени обесфторивания ЭФК в процессе ее концентрирования. Один из путей удаления фтора из ЭФК — его осаждение в виде кремнефторидов щелочных металлов [2—4]. Однако он еще не нашел широкого применения в промышленности. Предложен и другой способ обесфторивания ЭФК, исключаящий использование дефицитных солей щелочных металлов и основанный на частичной аммонизации исходной кислоты [5—7] и отделении фторсодержащего шлама. Для реализации этого способа важно достичь оптимальной степени обесфторивания при хорошей фильтруемости аммофосной суспензии.

В данной работе исследована возможность отделения аммофосного шлама путем фильтрации из суспензии при нейтрализации ЭФК до различных значений рН.

Состав используемой в опытах ЭФК был следующим (массовая доля, %): P_2O_5 — 21,55; F — 1,54; Fe_2O_3 — 0,79; Al_2O_3 — 1,38; MgO — 1,52 и SO_3 — 2,70. Нейтрали-

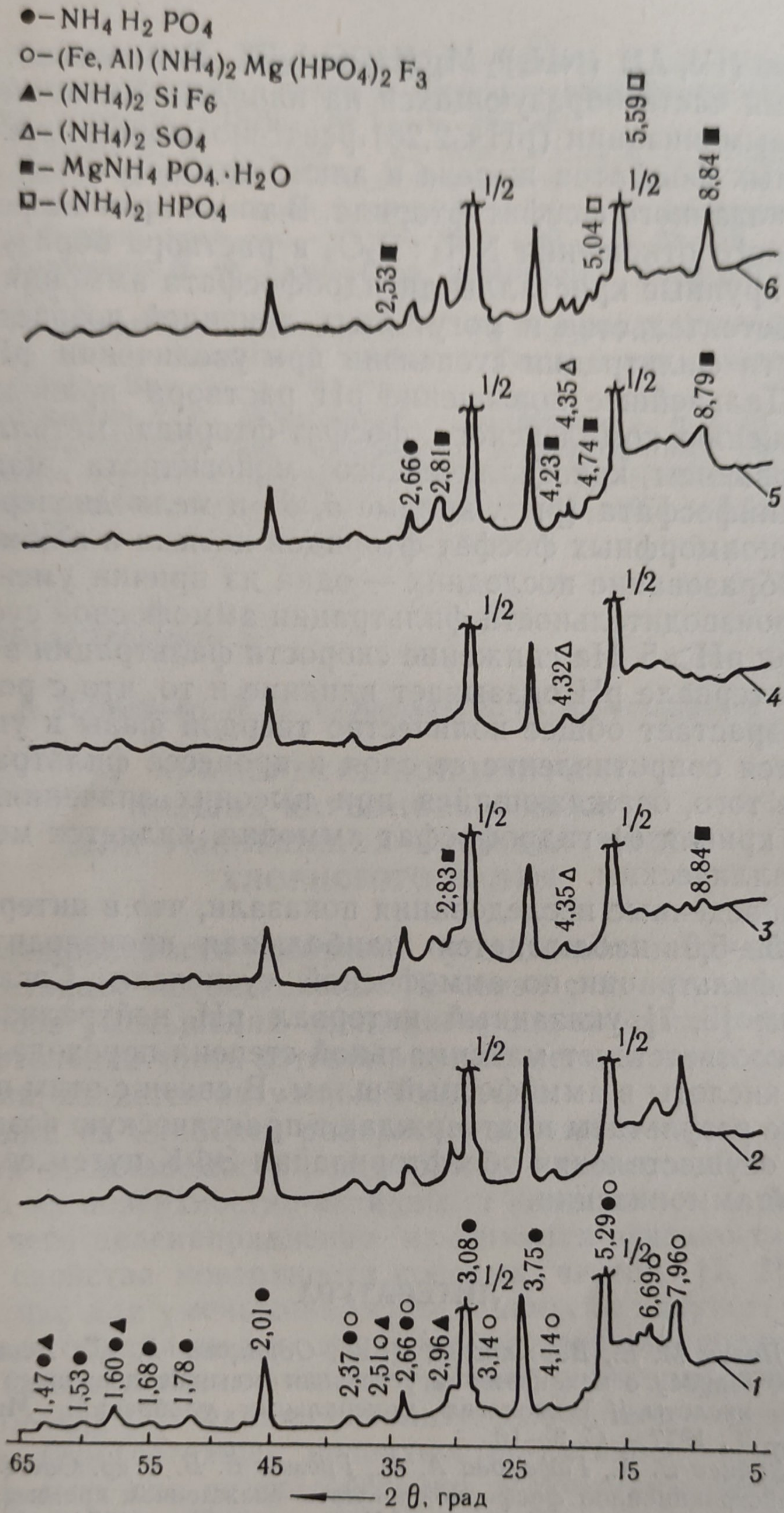
зацию ЭФК аммиаком осуществляли при температуре 80 °С в интервале рН от 2,28 до 7,45. По достижении необходимого значения рН подачу аммиака прекращали и аммофосную суспензию перемешивали еще в течение 20 мин, чтобы исключить местные пересыщения. Затем образующийся осадок отделяли фильтрацией. Фильтрации подвергали аммофосные суспензии, полученные при аммонизации 100 г ЭФК приведенного выше состава в указанном интервале рН. Фильтрование проводили с помощью воронки Бюхнера диаметром 0,09 м. В качестве фильтра применяли лавсановую фильтровальную ткань. Разрежение в системе фильтрации было равным $0,2 \cdot 10^5$ Па, толщина фильтруемого слоя — 0,010—0,012 м; температура суспензии при фильтрации — 65—70 °С.

Т а б л и ц а

Зависимость производительности фильтрации аммофосной суспензии от рН аммонизации

| рН аммофосной суспензии | Производительность фильтрации, кг/м ² ·ч | | |
|-------------------------|---|-------------------------------|-----------------------------|
| | по аммофосной суспензии | по влажному аммофосному шламу | по сухому аммофосному шламу |
| 2,28 | 1016 | 299 | 159 |
| 3,80 | 1387 | 466 | 243 |
| 4,57 | 1445 | 504 | 266 |
| 5,02 | 1423 | 504 | 260 |
| 5,87 | 1193 | 472 | 245 |
| 6,16 | 1038 | 431 | 226 |
| 7,45 | 788 | 334 | 174 |

Из данных таблицы видно, что производительность фильтрации по суспензии ЭФК высока при рН 4,0—5,5. При этом максимальные значения производительности фильтрации отвечают более узкому интервалу рН—4,5—5,0. Такая зависимость процесса фильтрации от рН нейтрализации кислоты может быть объяснена следующим. Согласно данным рентгенофазового анализа сухой твердой фазы (см. рисунок) с возрастанием рН среды до 4,57 в ней увеличивается количество кристаллического комплексного фосфат-фторида



Рентгенограммы аммофосного шлама, полученного аммонизацией ЭФК до различных значений pH:
 1 - 2,28; 2 - 3,80; 3 - 4,57; 4 - 5,02; 5 - 6,16; 6 - 7,45. Межплоскостные расстояния даны в нанометрах

состава $(\text{Fe, Al}) (\text{NH}_4)_2 \text{Mg} (\text{HPO}_4)_2 \text{F}_3$. Вследствие этого большая часть образующихся на начальной стадии процесса аммонизации ($\text{pH} < 2,28$) рентгеноаморфных и гелеобразных фосфатов железа и алюминия переходит в состав указанного фосфат-фторида. В то же время с ростом молярного отношения $\text{NH}_3 : \text{P}_2\text{O}_5$ в растворе образуются более крупные кристаллы дигидрофосфата аммония. Эти два обстоятельства и могут быть причиной возрастания скорости фильтрации суспензии при увеличении pH до 4,57. Дальнейшее повышение pH раствора приводит к разложению комплексного фосфат-фторида металлов с образованием кристаллического моногидрата магний-аммонийфосфата (рис., кривые 5, 6) и мелкодисперсных рентгеноаморфных фосфат-фторидов железа и алюминия [8]. Образование последних — одна из причин уменьшения производительности фильтрации аммофосной суспензии при $\text{pH} > 5$. На снижение скорости фильтрации в данном интервале pH оказывает влияние и то, что с ростом pH возрастает общее количество твердой фазы и увеличивается сопротивление ее слоя в процессе фильтрации. Кроме того, осаждающийся при высоких значениях pH (рис., кривая 6) гидрофосфат аммония является мелкокристаллическим.

Проведенные исследования показали, что в интервале pH 4,5—5,0 наблюдается наибольшая производительность фильтрации по аммофосной суспензии. Согласно данным [5, 7] указанный интервал pH нейтрализации ЭФК соответствует максимальной степени перехода фтора из кислоты в аммофосный шлам. В связи с этим полученные результаты подтверждают практическую возможность осуществления обесфторивания ЭФК путем ее частичной аммонизации.

ЛИТЕРАТУРА

1. Позин М. Е., Варшавский В. Л., Одинцова Г. С., Вашкевич Н. Г. К вопросу о механизме загустевания магнийсодержащей фосфорной кислоты // *Технология минеральных удобрений*: Минвуз. сб. тр.— Л., 1977.— С. 3—10.
2. Зайцев В. А., Гафарова А. Ф., Громов Б. В. и др. Обесфторивание экстракционной фосфорной кислоты осаждением кремнефтористых солей натрия и калия // *Хим. пром-сть*.— 1974.— № 7.— С. 523—526.
3. Алексеева Л. И., Антонова Т. Г., Гирдасова Л. М. и др. Обесфторивание экстракционной фосфорной кислоты солями щелочных металлов // *Хим. пром-сть*.— 1976.— № 7.— С. 515—517.

4. Копылов В. А., Токмакова Т. В., Борисов В. М. Извлечение кремнефторидов натрия и калия из экстракционной фосфорной кислоты // Хим. пром-сть.— 1979.— № 1.— С. 26—28.

5. Хамидов В. А., Якубов Р. Я., Коростелева В. И., Гафуров К. Исследование возможности выделения фтористых солей на стадии аммонизации экстракционной фосфорной кислоты из фосфоритов Каратау // Фосфор. пром-сть.— 1974.— № 3 (15).— С. 28—35.

6. Кармышов В. Ф. Химическая переработка фосфоритов.— М., 1983.— 304 с.

7. Гаврилюк Н. И., Мельникова Р. Я., Гафуров К. Г. Утилизация фтора из шлама аммофосной пульпы // Химия и хим. технология.— Минск, 1987.— Вып. 1.— С. 81—86.

8. Шмультян Е. К., Портнова Н. Л., Дорошина Т. В. и др. Соединения, образующиеся при аммонизации нитрофосфатных растворов, полученных обработкой фосфорита Каратау // Тр. НИУИФ: Технология производства минеральных удобрений.— М., 1977.— Вып. 231.— С. 167—172.