

ПОЛУЧЕНИЕ МОНОКАЛИЙФОСФАТА НА ОСНОВЕ ЭКСТРАКЦИОННОЙ ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ

Холод А.А., Симончик А.А., студенты 4 курса

Научный руководитель: канд. техн. наук, доцент Шатило В.И.
*Белорусский государственный технологический университет,
г. Минск, Республика Беларусь*

Соли ортофосфорной кислоты получили широкое применение в ряде отраслей промышленности и в быту. В отличие от фосфатов, применяемых в качестве удобрений, эти соли обычно называют техническими.

Основной областью применения технических фосфатов калия является сельское хозяйство, где данные соединения выступают в качестве водорастворимых бесхлорных минеральных удобрений и кормовых добавок в рацион животных. В химической промышленности технические фосфаты калия находят применение в качестве реагента для синтеза метафосфата и пирофосфата калия, а также в качестве основного компонента при приготовлении фосфатных буферных растворов. Благодаря способности умягчать жесткую воду фосфаты калия используются в производстве жидких моющих средств и косметических средств. Соли ортофосфорной кислоты входят в состав электролитов в производстве каучука, являются компонентами растворов для бурения, составов против коррозии и красителей.

Наибольший интерес представляет дигидрофосфат калия (монокальций-фосфат), так как, наряду с высокой растворимостью в воде, он обладает хорошими физико-механическими свойствами. Гидрофосфаты и фосфаты калия кристаллизуются в виде кристаллогидратов, являются весьма гигроскопичными солями и, как следствие, слеживаются.

Известные способы получения дигидрофосфата калия можно подразделить на три основные группы:

- способы, основанные на применении ионообменных смол;
- конверсионные способы, основанные на реакциях обмена в водных растворах солей;
- способы, в основе которых лежат реакции нейтрализации ортофосфорной кислоты калийсодержащими реагентами.

Основными промышленными способами получения дигидрофосфата калия является способы, включающий нейтрализацию термической фосфорной кислоты гидроксидом или карбонатом калия [5].

Применение термической фосфорной кислоты и карбоната калия (поташа) для получения технических фосфатов в Республике Беларусь экономически нецелесообразно из-за высокой стоимости и отсутствия промышленного производства.

Наиболее приемлемым для условий Республики Беларусь является использование экстракционной фосфорной кислоты (ЭФК) и гидроксида калия, ввиду наличия крупнотоннажных производств этих продуктов на ОАО «Гомельский химический завод» и ОАО «Беларуськалий».

Целью данного исследования является изучение способа получения технического дигидрофосфата калия на основе ЭФК, получаемой из фосфатов Марокко, и гидроксида калия.

Для этого необходимо изучить процесс нейтрализации кислоты и кристаллизации продукта, определить выход целевых и побочных продуктов, а также установить состав получаемых продуктов для оценки возможности использования их в качестве водорастворимых удобрений и технических фосфатов.

Состав применяемой кислоты (мас. %): P_2O_5 общ – 50,5; CaO – 0,47; MgO – 0,30; SO_4^{2-} – 3,45; F^- – 0,263; Fe_2O_3 – 1,10; Al_2O_3 – 0,24.

Нейтрализация экстракционной фосфорной кислоты раствором гидроксида калия проводилась в термостатируемой закрытой трехгорлой колбе с перемешивающим устройством. Экстракционная фосфорная кислота непрерывно дозировалась в раствор щелочи. Величина pH в ходе процесса (с точностью $\pm 0,05$) контролировалась с помощью pH-метра HANNA HI 221. Нейтрализацию проводили до pH = 4,5, т.к. именно при этом pH, согласно литературным данным [4], можно практически полностью перевести все примеси в нерастворимый осадок, после отделения которого, образуются чистые растворы фосфатов. Получаемые нейтрализованные суспензии выдерживались при температуре $70 \div 80$ °C (температура, которая развивалась в условиях опыта за счет теплового эффекта реакции) в течение $60 \div 70$ мин. Выдержка проводилась для того, чтобы комплексные фторфосфаты железа и алюминия, образующие устойчивые пересыщенные растворы, находящиеся в метастабильном состоянии, перешли в более стабильное состояние, что сопровождается выделением дополнительного количества твердой фазы. При совместном присутствии в кислоте фосфатов железа и алюминия фосфат алюминия практически осаждается полностью за 1 ч при pH 4,2–5,0 [3].

Нейтрализация проводилась с получением насыщенного при температуре 30°C раствора дигидрофосфата калия с концентрацией 22,0%. После завершения процесса фторфосфатный осадок отделялся от раствора путем фильтрации суспензии и анализировался на содержание общей и водорастворимой форм фосфора, оксида калия, фторид-иона, полуторных оксидов, оксидов кальция и магния, сульфат-иона по стандартным методикам [1].

Полученный насыщенный раствор упаривался при медленном нагревании до концентрации 41% (насыщенный при 80°C). Кристаллизация проводилась политермическим методом при охлаждении упаренного раствора дигидрофосфата калия до 20°C. Пересыщение составило 19%.

Содержание основных компонентов во фторфосфатном осадке и в растворе фосфата калия, полученных нейтрализацией экстракционной фос-

формной кислоты водным раствором гидроксида калия до pH=4,5 представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Распределение основных компонентов при нейтрализации экстракционной фосфорной кислоты раствором гидроксида калия

Компоненты	Содержание, мас.%	
	Фторфосфатный осадок	Раствор фосфата калия
P ₂ O ₅ общ.	38,76	10,83
P ₂ O ₅ вод.	27,87	10,83
K ₂ O	5,64	7,5
CaO	1,84	0,33
MgO	2,28	0,23
Fe ₂ O ₃	5,19	не более 0,0025
Al ₂ O ₃	1,36	не более 0,0025
SO ₄ ²⁻	3,63	0,66
F ⁻	1,31	0,009
Влага	58,00	-

Влажность осадка составила 58%, выход сухого осадка на 100 г кислоты – 16%. Степень перехода фосфора в осадок составляет 11,7%. Причем, до 72% фосфора находится в водорастворимой форме. Это обусловлено высокой влажностью образующейся твердой фазы. Суммарное содержание питательных элементов (K₂O, P₂O₅вод.) в осадке составляет 33,5% и он может быть использован для удобрительных целей. Степень перехода калия (2,52%) и водорастворимого фосфора (9,2%) в состав осадка существенно различаются. Это говорит о том, что ион калия практически не входит в состав комплексных фосфат-фторидов железа и алюминия и его присутствие обусловлено остаточной влажностью. Степень осаждения сульфат-иона составила 4,28%, соединения кальция осаждаются на 21,12% в виде фосфата и сульфата кальция, степень осаждения соединений магния – 25,9%. Это свидетельствует о том, что значительная часть кальция и магния в виде растворимых солей остаются в растворе фосфата калия. Кроме того, в процессе нейтрализации, входящей в состав ЭФК гексафторкремниевой кислоты, раствором гидроксида калия образуется малорастворимое соединение – гексафторсиликат калия, который будет переходить в состав осадка (степень перехода фторид-иона – 78,57%). Отсутствие соединений железа и алюминия в составе раствора фосфатов калия подтверждалось путем проведения соответствующих качественных реакций.

Мольное соотношение K₂O:P₂O₅ в фильтрате после нейтрализации кислоты – 1,05:1,0, что свидетельствует о присутствии основной части фосфора в виде дигидрофосфата калия. Состав раствора представлен водорастворимыми соединениями – KH₂PO₄, K₂HPO₄, K₂SO₄, MgSO₄, Ca(H₂PO₄)₂.

Изучение фазового состава образующихся при нейтрализации осадков затруднено и требует постановки отдельных серий экспериментов, так как все образующиеся соединения образуют аморфный гелеобразный осадок сложной структуры.

Из очищенного от нерастворимых примесей и упаренного раствора дигидрофосфата калия путем политермической кристаллизации получен кристаллический осадок следующего состава (мас.%): P_2O_5 – 51,3; K_2O – 34,4; SO_4^{2-} – 2,33; F^- – 0,045; MgO – 0,47; CaO – 1,98; н.о. – 0,064. Выход по P_2O_5 составил 51,18 %, по K_2O – 50,67%. В образующемся после фильтрации маточном растворе определялось содержание основных компонентов: P_2O_5 – 13,5 мас.%; K_2O – 9,93 мас.%.

Суммарное содержание питательных элементов в кристаллическом осадке составляет 85,7%, в маточном растворе – 23,43%. Для исключения потерь питательных веществ с маточным раствором при разработке технологии необходимо предусмотреть его полный возврат в технологический процесс на стадию нейтрализации.

Содержание в полученном продукте фосфора в пересчете на P_2O_5 и калия в пересчете на K_2O свидетельствует о том, что получен практически чистый монокалийфосфат. Содержание нерастворимых в воде веществ (н.о.) удовлетворяет требованиям, предъявляемым к водорастворимым удобрениям (не более 0,1%). По содержанию фторид-иона продукт удовлетворяет требованиям к кормовым фосфатам (не более 0,2%).

Выполненные исследования процесса нейтрализации позволили установить возможность получения монокалийфосфата на основе экстракционной фосфорной кислоты, полученной из фосфатного сырья Марокко, который может найти применение в качестве технической соли, а также кормового фосфата и водорастворимого удобрения.

Список использованных источников:

1. Винник М.М. Методы анализа фосфатного сырья, фосфорных и комплексных удобрений, кормовых фосфатов. М.: Химия, 1975. 218с.
3. Кармышов В.Ф. Химическая переработка фосфоритов. М.: Химия, 1983. 304 с.
4. Кононов А.В., Стерлин В.Н., Евдокимова Л.И. Основы технологии комплексных удобрений. М.: Химия, 1988. 320 с.
5. Термическая фосфорная кислота, соли и удобрения на ее основе / Под. ред. Н.Н.Постникова. – М.: Химия, 1976. 336 с.

УДК 53.044

ИЗУЧЕНИЕ ОЗОНОВЫХ ДЫР И ИХ ПОЯВЛЕНИЕ В ПРИРОДЕ

Черных Д.А., студент 1 курса

Титова Т.Н., ст. преподаватель

ГФ БГТУ им. В.Г. Шухова, г. Губкин, Россия

Озоновые дыры - это локальное утончение озонового слоя. Этот слой важен для Земли, потому что его действия составляют действия солнцезащитного крема. И благодаря защите от солнечного излучения спасает жи-