



ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА КОНВЕРСИИ ХЛОРИСТОГО КАЛИЯ РАСТВОРОМ СУЛЬФАТА АММОНИЯ

Махмаёров Жасур Бозорович, Туйчиев Афруз Акмалович

Университет экономико-педагогический, г. Карши,

ул. Ислама Каримова, Республика Узбекистан.

E-mail: jasurinbox@mail.ru

Анотация. По истечению заданного времени разделяли жидкую и твердую фазу путем фильтрования. Среди существующих способов получения сульфата калия для условий Узбекистана наиболее оптимальным является конверсионный способ, основанный на взаимодействии хлорида калия и различных сульфатсодержащих продуктов. Технология получения сульфата калия состоит из двух стадий. На первой стадии проводили конверсию хлорида калия сульфатом аммония с получением двойной соли и на второй стадии растворением двойной соли в воде и введением хлористого калия получали сульфат калия.

Ключевые слова: калий хлорид, сульфат калия, конверсия, мирабилит, натрий сульфат, нерастворимый в воде остаток.

Введение. В последние годы проблема обеспечения планеты продуктами питания и пресной водой приобретают все большую остроту. Это связано, в первую очередь, с тем, что на фоне значительного роста количество пахотных земель практически не увеличивается. Решение этой проблемы возможно только за счет обеспечения агропромышленного комплекса эффективными минеральными органоминеральными удобрениями, средствами защиты растений, микроудобрениями наряду с внедрением в сельскохозяйственную практику систем новых технологий, представляющих новых требований к ассортименту и качеству минеральных удобрений. К таким технологиям относится производство сельскохозяйственных культур в закрытом грунте по интенсивным технологиям с использованием капельного орошения. Одной из причин, сдерживающих развитие капельного орошения является отсутствие полностью водорастворимых, бесхлорных удобрений, так как существующие традиционные минеральные удобрения содержат в своем составе нерастворимые в воде соединения и хлор.



Из всего достаточно большого ассортимента минеральных удобрений, произведенных химической промышленностью, за исключением азотных удобрений. Более того, весь объем комплексных NPK-удобрений для капельного орошения завозятся из за рубежа, удорожая продукцию.

Однако, к настоящему времени накоплен большой опыт в области разработки технологических процессов получения различных видов бесхлорных, водорастворимых комплексных удобрений. Из известных способов особый интерес представляют методы получения калийных удобрений – нитрата, сульфата, фосфата калия, так как все компоненты сырье для организации этих видов удобрений производятся на химических предприятиях Республики.

В связи с учётом большого значения бесхлорных калийных удобрений, в частности сульфата калия, для организации выпуска комплексных, водорастворимых NPK- удобрений проведены исследования по получению сульфата калия конверситским методом используя хлористый калий, на основе сильвинитов Тюбегатанского месторождения, и сульфат аммония.

Объекты и методы исследования. Конверсию хлористого калия сульфатом аммония приводим в стеклянном реакторе, помещенном в термостат и снабженным механической мешалкой. Для этого использовали флотационный хлористый калий состава (масс.%): и сульфат аммония, состава (масс.%):

Химический анализ исходных, промежуточных и конечных процентов проводили известными методами [1].

Среди существующих способов получения сульфата калия для условий Узбекистана наиболее приемлемым является конверсионный способ, основанный на взаимодействии хлористого калия и различных сульфатсодержащих продуктов. Химизм процесса заключается в обменной реакции хлористого калия и сульфата аммония с образованием двойной соли $2KCl + 2(NH_4)_2SO_4 = K_2SO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 + 2NH_4Cl$ и взаимодействием раствора двойной соли с хлористым калием $K_2SO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 + 2KCl = 2K_2SO_4 + 2NH_4Cl$

Мы определили реологические свойства и химический анализ растворов и осадков, используя соответствующие методы в этих исследовательских процессах. [4-9].

Экспериментальная часть. Для получения сульфата калия из флотационного хлорида калия Тюбегатанского месторождения и сульфата



аммония методом конверсии использовали насыщенный (39,1%) раствор сульфата аммония, насыщенный раствор хлорида калия (26,8%) и раствор, содержащий 10% хлорида калия. Процесс конверсии проводили при 25°C и продолжительности процесса 60 минут путем введения в насыщенный раствор хлорида калия насыщенный раствор сульфата аммония до мольного соотношения компонентов равного 1:1. Т:Ж на стадии конверсии поддерживали введением дополнительного количества хлорида калия или насыщенного раствора. По истечению заданного времени разделяли жидкую и твердую фазу путем фильтрования. Технология получения сульфата калия состоит из двух стадий. На первой стадии проводили конверсию хлорида калия сульфатом аммония с получением двойной соли и на второй стадии растворением двойной соли в воде и введением хлористого калия получали сульфат калия.

Обсуждение результатов. Для получения двойной соли в раствор сульфата аммония вводили кристаллический хлорид калия до заданного мольного соотношения $KCl:Na_2SO_4$. Разделение твердой и жидкой фаз проводили на фильтровальной установке при разряжении 300 мм рт. ст. Площадь фильтрующей поверхности воронки 0,005 м². Полученные данные приведены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1. Влияние Т:Ж на химический состав твердой фазы процесса конверсии флотационного хлорида калия сульфатом аммония

Т:Ж	Состав твердой фазы, масс. %			
	K ₂ O	NH ₄ ⁺	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻
1:1,2	40,91	7,37	7,78	50,91
1:1,5	44,93	4,24	6,68	50,12
1:1,7	50,96	2,16	5,94	49,60
1:2,0	51,20	1,95	5,80	49,65

Как видно из таблицы 1 с повышением доли жидкой фазы с 1:1,2 до 1:2 в твердой фазе повышается содержание K₂O с 40,91 до 51,20%, а остальных компонентов снижается. Так, содержание NH₄⁺ снижается с 7,37 до 1,95%, хлора с 7,78 до 5,80%, SO₄²⁻ с 50,91 до 49,65%.



Полученная двойной соль $K_2SO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4$ загрязнена исходными компонентами, о чем свидетельствует наличие в твердой фазе ионов аммония и хлора.

Состав жидкой фазы с повышением Ж:Т с 1,2 до 2:1 изменяется не так существенно (табл. 2). Так, содержание K_2O повышается с 12,93 до 15,20%, содержание остальных компонентов снижается. Полученные результаты свидетельствуют, что технологически приемлемым соотношением Т:Ж является 1:(1,7-2). Полученная двойная соль при этом содержит (масс %): K_2O – 50,90-51,20; SO_4^{2-} – 49,60-49,65; NH_4^+ – 1,95-2,16; Cl^- – 5,80-5,94.

Таблица 2. Влияние Т:Ж на химический состав жидкой фазы процесса конверсии флотационного хлорида калия сульфатом аммония

Т:Ж	Химический состав жидкой фазы, масс. %			
	K_2O	NH_4^+	Cl^-	SO_4^{2-}
1:1,20	12,93	3,722	15,998	1,50
1:1,5	13,32	2,970	15,110	1,28
1:1,70	13,90	2,473	14,516	1,14
1:2,00	15,20	1,522	13,795	0,93

Исследования показали, что хлористый калий взаимодействует с сульфатом аммония с образованием двойной соли калий аммоний сульфата. Оптимальными условиями получения двойной соли являются Т:Ж = 1:(1,7-2), температура 25 °С и продолжительность процесса 60 минут.

Для получения сульфата калия двойную соль растворяли в воде и в раствор двойной соли вводили 10%-ный раствор флотационного хлористого калия, взятый в количестве, обеспечивающим Ж:Т в исходной суспензии (0,7-2):1, выдерживали при температуре 25 °С в течение 1 часа. Суспензию разделяли на фильтре и осадок промывали водой. Результаты исследований приведены в таблицах 3 и 4.

Таблица 3. Влияние Т:Ж на химический состав сульфата калия при конверсии двойной соли



Т:Ж	Химический состав, масс. %			
	K ₂ O	NH ₄ ⁺	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻
1:0,7	50,51	1,82	1,0	55,08
1:1	51,03	1,61	0,68	55,50
1:2	51,06	1,58	0,583	55,57

Как видно из таблицы 3 составы сульфата калия, полученные при Ж:Т 1:1 и 2:1, имеют практически одинаковый состав. Это говорит о том, что повышение Ж:Т более 1:1 практически не влияет на состав получаемого сульфата калия. Полученный продукт после сушки имеет состав (масс. %): K₂O – 51,03; SO₄²⁻ – 55,50; NH₄⁺ – 1,61; Cl⁻ – 0,68.

Составы жидкой фазы по содержанию основных компонентов отличаются незначительно, за исключением сульфатов (табл. 4). Содержание калия с увеличением Ж:Т повышается с 8,24% до 8,64%, аммония с 0,43% снижается до 0,36%, хлора с 6,58% до 5,65%. При этом содержание сульфатов повышается с 0,53% до 2,11%. Жидкая фаза в основном состоит из хлористого калия.

Таблица 4. Влияние Т:Ж на химический состав жидкой фазы при конверсии хлорида калия сульфатом аммония

Т:Ж	Состав жидкой фазы, масс. %			
	K ₂ O	NH ₄ ⁺	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻
1:0,7	8,24	0,43	6,58	0,53
1:1,0	8,56	0,45	6,10	1,59
1:2,0	8,68	0,36	5,65	2,11

Одной из лимитирующих стадий процесса конверсии, при получении сульфата калия, является разделение фаз. В связи с этим были проведены исследования по определению скорости их отстаивания и фильтрации.

Исследования по изучению степени осветления суспензий на I и II стадиях проводили в мерном цилиндре на 100 мл, имеющем деления по всей высоте в см. при температуре окружающей среды 25°C.

На рисунках 1 и 2 приведены полученные данные по степени осветления в зависимости от времени. Полученные данные указываются на хорошее разделение суспензий, образующихся в процессе конверсии хлорида калия. Так, степень осветления суспензии на основе хлорида калия и сульфата натрия через 95 секунд достигает 65,8%, при максимальной степени осветления 67,3%,



в то время как степень осветления на второй стадии за этот же промежуток времени достигла максимального значения - 66,25%.

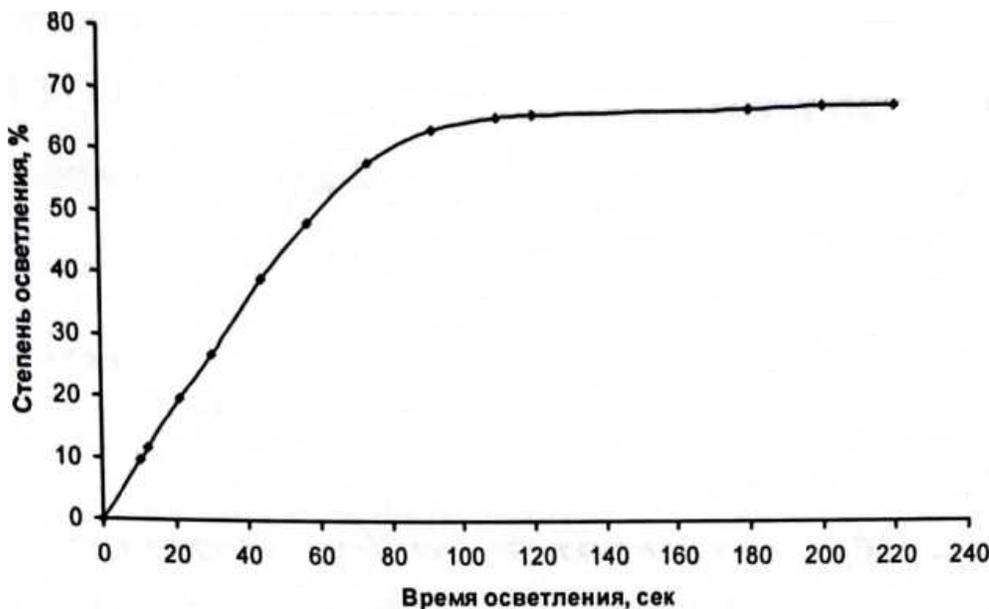


Рис. 1. Изменение степень осветления суспензии в зависимости от времени при получении глазерита для времени конверсии 60 мин.

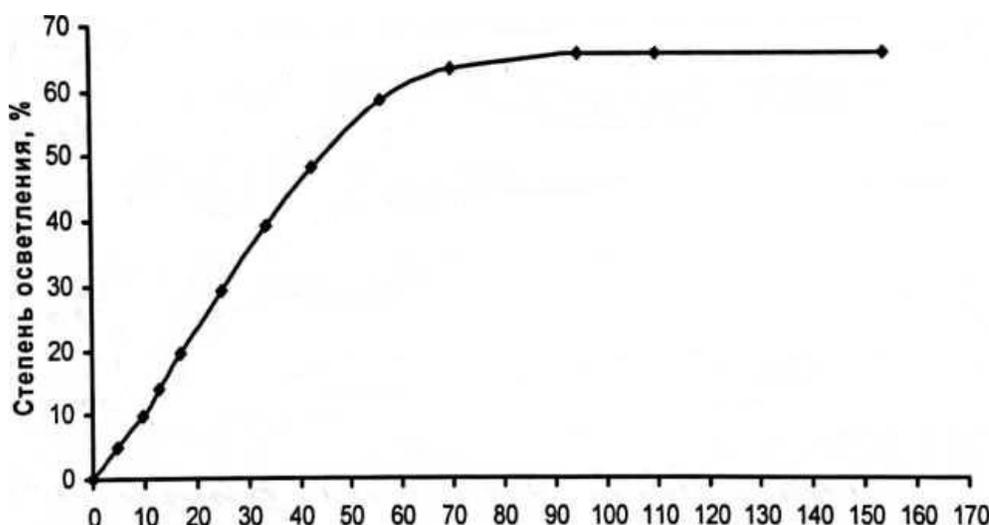


Рис. 1. Изменение степень осветления суспензии в зависимости от продолжительности процесса

Скорость осветления суспензии на стадии выделения сульфата калия в два раза быстрее. Это указывает на то, что полученные продукты калий аммоний сульфат и сульфат калия однородные, не содержат посторонних примесей и очень хорошо сгущаются.



Далее была изучена фильтруемость сгущенной части суспензий с I и II стадий на воронке Бюхнера при разряжении 400 мм рт. ст., фиксируя время фильтрации. Площадь фильтрующей поверхности 0,002 м².

Полученные результаты по фильтрации оказались идентичны степенны осветления суспензий. Скорость фильтрации на второй стадии примерно в два раза выше, чем на первой и составляют в среднем 1000-1200 кг/м²·ч и 2100-2300 кг/м²·ч, соответственно, для стадии конверсии хлорида калия сульфатом аммония и стадии выделения сульфата калия.

Заключение. Установлены оптимальные технологические параметры процесса конверсии флотационного хлорида калия Тюбегатанского месторождения мирабилитом Тумрюкского месторождения, разработана технологическая схема производства и рассчитаны схемы материальных потоков.

Проведенные исследования состава и свойств маточных растворов после отделения глазерита при конверсии хлорида калия сульфатом натрия показали принципиальную возможность получения хлорида натрия из маточных растворов. Маточные и упаренные растворы обладают приемлемыми реологическими свойствами и хорошо перекачиваются.

Список использованных источников

1. Рекомендации по применению калийных удобрений под хлопчатник на почвах, подверженных засолению. Ташкент: Изд-во Министерства сельского хозяйства, 1979, 7 с.

2. Самадий М.А., Ёрбобоев Р.Ч. Исследование процесса обогащения сильвинитовой руды на УП «Дехканабадский завод калийных удобрений» / «Умидли кимёгарлар»: Труды XXIII – научно – технической конференции молодых ученых, магистрантов и студентов бакалавриата. 1 том, 29 апреля – 2 мая 2014 г. Ташкент 2014. С – 141-142.

3. Самадий, М. А. Технология получения сульфата калия из мирабилита и хлорида калия Тюбегатанского месторождения / М. А. Самадий, Б. У. Абдуллаев, И. И. Усманов // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. хім. навук. – 2023. – Т. 59, No 4. – С. 334–340. <https://doi.org/10.29235/1561-8331-2023-59-4-334-340>

4. Методы анализа комплексных удобрений. // Винник М.М., Ербанова Л.Н. и др. – М.: Химия. 1975. – 218 с.



5. ГОСТ 20851.3-93. Удобрения минеральные. Методы определения массовой доли калия. - М.: ИПК Издательство стандартов, 1995.-41 с.

6. ГОСТ 24024.12-81. Фосфор и неорганические соединения фосфора. Методы определения сульфатов. – М.: Издательство стандартов, 1981. – 4 с.

7. ГОСТ 20851.4-75. Удобрения минеральные. Метод определения воды. - М.: ИПК Издательство стандартов, 2000.-5 с.

8. ГОСТ 18995.1-73. Продукты химические жидкие. Методы определения плотности. - М.: ИПК Издательство стандартов, 2004. – 4 с.

9. ГОСТ 10028-81. Вискозиметры капиллярные стеклянные. – М.: ИПК Издательство стандартов, 2005. – 13 с.