

Перекупко А.В.

канд. техн. наук, ст. научн. сотрудник, Национальный университет «Львівська політехніка», Украина, г. Львов

ПОЛУЧЕНИЕ БЕЗХЛОРИДНОЙ КАЛИМАГНЕЗИИ ИЗ ПОЛУПРОДУКТА С ВЫСОКИМ СОДЕРЖАНИЕМ ХЛОРИДОВ С ПОМОЩЬЮ ВОДНО-АЦЕТОНОВОГО ЭКСТРАГЕНТА

В процессе переработки растворов хвостохранилищ калийных предприятий Прикарпатья после их выпаривания, отделения кристаллов хлорида натрия, охлаждения выпаренного раствора до комнатной температуры в твердую фазу выделяется осадок такого состава (мас. %): K^+ 12,06; Na^+ 9,19; Mg^{2+} 4,57; Cl^- 15,31; SO_4^{2-} 31,60 и H_2O 27,27, или в пересчете на соли: $NaCl$ 23,37; KCl 2,36; шенит $K_2SO_4 \cdot MgSO_4 \cdot 6H_2O$ 55,79; эпсомит $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ 12,70; $H_2O_{гирр}$ 5,78 [1, 2]. После сушки такого осадка при $120^\circ C$ получили продукт, содержащий в пересчете на сухое вещество (масс. %): K_2O 19,98; MgO 10,47; иона хлора 21,05. Такое удобрение не соответствует требованиям ТУ 6-05743160.002-94 [3] к калийно-магниевому удобрению (калимагнезии) по содержанию K_2O , кроме того, его только условно можно считать безхлоридным и невозможно применить под хлорофобные сельскохозяйственные культуры (картофель, томаты, табак и др.).

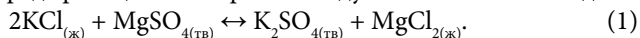
Целью настоящих исследований было определение условий селективной экстракции хлоридов натрия и калия из осадка вышеуказанного состава с помощью водно-органического экстрагента для получения кондиционного удобрения с необходимым содержанием калия и практически не содержащего хлоридов. Эффективным экстрагентом для избирательного извлечения хлоридов из твердой смеси солей может служить водно-ацетоновый растворитель [4], который имеет очень низкую удельную теплоту парообразования (525 кДж/кг), что обуславливает невысокие энергетические затраты для его отгонки из отработанного раствора.

Экстракцию проводили добавлением рассчитанного количества экстрагента к определенной массе исходного осадка в условиях интенсивного перемешивания смеси на лабораторном аппарате для встряхивания типа WU-2 в течение 30 минут, после чего фазы разделяли на лабораторном вакуум-фильтре. В отфильтрованных осадках определяли содержание ионов K^+ и Na^+ методом фотометрии пламени, Mg^{2+} - комплексометрическим титрованием в присутствии твердого индикатора хромогена черного, Cl^- - меркурометрическим и SO_4^{2-} - гравиметрическим методами.

Как показывают полученные результаты (таблица), низкое содержание Cl^- в полученных осадках (0,53-0,67 масс. %) наблюдается при концентрации ацетона в экстрагенте 20-50 масс. % и соотношении между массами твердой и жидкой фаз (Т:Ж) 1:3. При высокой концентрации ацетона в экстрагенте (50 масс. %) происходит расслоение отфильтрованной жидкой фазы на две: верхнюю, обогащенную органическим компонентом, и нижнюю с высоким содержанием воды в ней. Растворившиеся соли, извлеченные из исходного осадка, распределяются между этими фазами, что дополнительно будет усложнять процесс последующей регенерации ацетона и солей с каждой из этих фаз. С уменьшением количества

растворителя невозможно добиться необходимой полноты растворения хлоридов, поэтому содержание Cl^- в осадках после экстракции существенно повышается и составляет 0,84-0,97 масс. %. Выход осадков возрастает с увеличением содержания ацетона в жидкой фазе и в меньшей степени зависит от изменения величины Т:Ж. Наиболее высокий выход осадка по основным компонентам удобрения – сульфату калия (97,19 %) и сульфату магния (55,74 %), получен при использовании 40 % раствора и Т:Ж = 1:3.

Обращает на себя внимание то, что содержание K^+ в полученных после экстракции осадках значительно выше, чем в начальном осадке, а выход осадков по Mg^{2+} значительно ниже, чем по K^+ и SO_4^{2-} . Это можно объяснить протеканием в водно-ацетоновой среде реакции конверсии между компонентами осадка



Образованный по реакции (1) сульфат калия в водно-органической среде имеет невысокую растворимость и выделяется в твердую фазу. Частично конвертирует также и хлорид натрия, чем обусловлено появление в полученных осадках сульфата натрия по реакции



Таким образом, на основании полученных результатов исследований можно выбрать оптимальные условия осуществления процесса экстракции для получения безхлоридного калийно-магниевого удобрения с высоким его выходом и высоким содержанием K_2O , а именно: концентрация ацетона в экстрагенте 30-40 масс. % и Т:Ж = 1:3. Осуществление процесса в этих условиях позволяет получить осадок, после сушки которого полученное калийно-магниевого удобрение в расчете на сухое вещество содержит (масс. %): K_2O 32,2; MgO 9,7; Cl^- 0,6-0,7. По содержанию K_2O такое практически безхлоридное удобрение полностью соответствует требованиям ТУ 6-05743160.002-94 к калимагнезии марки А [3].

Результаты экстракции хлоридов из полупродукта при различных значениях содержания ацетона в экстрагенте и массового соотношения между твердой и жидкой фазами (Т:Ж)

Т:Ж	Содержание ацетона в экстрагенте, масс. %	Выход осадка, %				Состав осадка после экстракции, масс. %					
		по массе	по K ⁺	по Mg ²⁺	по SO ₄ ²⁻	K ⁺	Na ⁺	Mg ²⁺	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻	H ₂ O
1:3	20	45,0	87,09	36,83	74,66	23,34	4,62	3,74	0,67	52,43	15,20
	30	50,0	85,78	49,34	77,15	20,69	2,86	4,51	0,53	48,76	22,65
	40	55,5	97,19	55,74	87,45	21,12	2,97	4,59	0,56	49,79	20,97
	50	56,5	92,39	52,91	84,88	19,72	3,33	4,28	0,64	47,47	24,56
1:2	40	51,5	87,67	49,47	79,51	20,53	3,40	4,39	0,84	48,79	22,05
1:2,5		52,0	89,08	44,60	79,50	20,66	4,08	3,92	0,97	48,31	22,06

Список литературы:

1. Яворский В.Т., Перекупко Т.В., Блаживский К.И., Максимович И.Е., Перекупко А.В. Переработка растворов хвостохранилищ калийных производств Прикарпатья в кондиционные продукты // Энерготехнологии и ресурсосбережение. - №5. - 2012. - С.71-75.
2. Перекупко Т.В., Грухола Х.І. Дослідження процесу випарювання розчину хвостосховища калійного виробництва // Вісник НУ "Львівська політехніка". - №726. Хімія, технологія речовин та їх застосування. - 2012. - С.32-34.
3. Калімагnezія: ТУ У6-05743160.002-94 /