DOI - 10.32743/UniChem.2021.88.10.12312

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ АЗОТНОКИСЛОГО КАЛИЯ ПУТЕМ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ АЗОТНОКИСЛОГО МАГНИЯ И ХЛОРИСТОГО КАЛИЯ

Эркаев Актам Улашевич
профессор
Ташкентского химико-технологического института,
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: kafedranmkt@mail.ru

Кучаров Бахром Хайриевич
доцент
Ташкентского химико-технологического института,
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Алламуратова Айжамол
доцент
Ташкентского химико-технологического института,
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Усербаева Дильфуза Куралбаевна
магистр, ведущий инженер – технолог,
АО "MAXAM – CHIRCHIQ",
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Тоиров Зокир Каландарович
доцент
Ташкентского химико-технологического института,
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Миллабаев Умидилло Исматиллаевич
Первый Заместитель Председателя Правления по локализации,
расширению кооперационных связей и информационных технологий
Акционерного Общества "Farg'onaazot,
Республика Узбекистан, г. Ташкент"

Зокирова Нигорахон Рустамовна
магистр,
Ташкентского химико-технологического института,
Республика Узбекистан, г. Ташкент

RESEARCH OF THE PROCESS OF OBTAINING POTASSIUM NITROGEN BY THE INTERACTION OF MAGNESIUM NITROGEN AND POTASSIUM CHLORIDE

Aktam Erkayev
Professor
of Tashkent Chemical Technology Institute
Republic of Uzbekistan, Tashkent

Bakhrom Kucharov
Assistant professor
of Tashkent Chemical Technology Institute
Republic of Uzbekistan, Tashkent

Библиографическое описание: ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ АЗОТНОКИСЛОГО КАЛИЯ ПУТЕМ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ АЗОТНОКИСЛОГО МАГНИЯ И ХЛОРИСТОГО КАЛИЯ // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. Эркаев А.У. [и др.]. 2021. 10(88). URL: *https://7universum.com/ru/nature/archive/item/12312*

Ayjamal Allamuratova
Assistant professor
of Tashkent Chemical Technology Institute
Republic of Uzbekistan, Tashkent

Dilfuza Userbayeva
Master Student, leading engineer technologist
AO "MAXAM – CHIRCHIQ",
Republic of Uzbekistan, Tashkent

Zokir Toirov
Assistant professor
of Tashkent Chemical Technology Institute
Republic of Uzbekistan, Tashkent

Umidillo Millabaev
First Deputy Chairman of the Management Board for localization,
expansion of cooperation ties and information technologies
of the Joint Stock Company "Farg'onaazot",
Republic of Uzbekistan, Tashkent

Nigoraxon Zokirova
Master Student,
Tashkent Chemical Technology Institute,
Republic of Uzbekistan, Tashkent

АННОТАЦИЯ

Изучено влияние массовых соотношений ионов Cl/Mg; K/Mg и содержания воды на сумму 1 моль солей и выход нитрата калия относительно хлорида калия. Установлено, что со снижением соотношения Cl/Mg более 2,58 и при содержании H2O 1,8-2 моль на 1 моль суммы солей выход нитрата калия снижается от 98,85 до 25,0%. Также установлено, что на выход нитрата калия влияет содержание воды в реакционной массе, снижение количества воды на сумму солей от 2,065 до 1,906 приводит к снижению выхода нитрата калия от 98,85 до 85,84%, при соотношение Cl/Mg =2,58. А при соотношении 2,56 13,10 – от 96,5 до 83,4%.

ABSTRACT

The influence of the mass ratios of Cl / Mg ions has been studied; K / Mg and water content in the amount of 1 mol of salts and the yield of potassium nitrate relative to potassium chloride. It was found that with a decrease in the Cl / Mg ratio over 2.58 and with an H2O content of 1.8-2 mol per 1 mol of the total salt, the yield of potassium nitrate decreases from 98.85 to 25.0%. It was also found that the yield of potassium nitrate is affected by the water content in the reaction mass, a decrease in the amount of water by the amount of salts from 2.065 to 1.906 leads to a decrease in the yield of potassium nitrate from 98.85 to 85.84%, with a Cl / Mg ratio of 2.58 ... And with a ratio of 2.56 13.10 - from 96.5 to 83.4%.

Ключевые слова: нитрат калия, нитрата магния, конверсия, гидроксида магния, доломит, дифрактограмма.
Keywords: potassium nitrate, magnesium nitrate, conversion, magnesium hydroxide, dolomite, diffractogram.

Введение

Нитрат калия имеет широкое сельскохозяйственное и промышленное применение. Также используется в технических ваннах при повышенных температурах. Большая часть нитрата калия на рынке производится промышленным способом.

В работе [1-3] с целью получения нитрата калия изучена конверсия на основе хлорида калия и нитрата аммония. Установлены следующие оптимальные технологические параметры процесса: соотношение $KCl:NH_4NO_3$=1:1÷1,1:1, продолжительность конверсии 2-3 мин, температура процесса конверсии 95-100 ºС, а температура и продолжительность кристаллизации 5-10 ^{0}С и 30-40мин, соответственно.

Так же определено, что с изменением вышеуказанных параметров выход нитрата калия колеблется от 46,44 до 54,53%, аЖ: Т– в интервале 3,75-4,70, скорость фильтрация составляет 1066,24-2213,85 кг/м^2 час. Выявлено, что продолжительность конверсии практически не влияет на процесс.

Нитрат калия используют для производства порохов, в пиротехнике пищевой и стекольной промышленности и как удобрение [4]. К преимуществам нитрата калия по сравнению со многими другими удобрениями относятся: отсутствие балласта, что особенно важно при дальних перевозках и малая гигроскопичность. В технике известны следующие способы получения калиевой селитры [1-13]:

Существует три основных маршрута производства нитрата калия:

1) путем конверсии $NH_4 NO_3$ хлористым калием;
2) путем конверсии $Na NO_3$ хлористым калием;

3) поглощением окислов азота едким калием или поташем.

Кроме этих способов, нашедших заводское применение, также имеются ряд патентов, предлагающих получение калиевой селитры:

1) конверсией $Mg(N0_3)_2$хлористым калием;

2) разложение хлористого калия азотной кислотой;

3) конверсией. $Ca(NO_3)_2$ сернокислым калием;

4) конверсией $Ca(NO_3)_2$ хлористым калием.

В данной работе рассмотрена возможность получения нитрата калия из нитратов магия и хлорида калия.

В химической промышленности для производства нитрата калия раствор нитрата магния, выделенного из азотнокислотной вытяжки магний содержаших материалов (карбоната магния, оксида магния (брускит), гидроксида магния и доломита pH 6-8, осадок отделяют от примесей, а концентрацию нитрата магния в очищенном растворе поддерживают в пределах 38-45 мас.%. Нейтрализацию раствора нитрата магния можно проводить карбонатом магния или последовательно, сначала карбонатом магния, потом оксидом или гидроксидоммагния. Полученный раствор нитрата магния обрабатывают белым кристаллом галлургического хлорида калия или отфильтрованным раствором, полученным из флотационного хлорида калия с соотношением хлорида к нитрату 0,7:0,95. Исходную смесь нейтрализуют до pH 6-8 растворами гидроксида калия или натрия, предпочтительно при температуре 78-115°C; процесс продолжается до достижения плотности реакционной массы до 1,41- 1,44 г/см^3. Продукты обработки охлаждают при температуре в пределах от 0 до 20°C, осадок отделяют и промывают насыщенным раствором нитрата калия. Получают нитрат калия с содержанием основного вещества 98,2-99,8% с выходом 85-98%. Оставшийся фильтрат, состоящий, в основном, из хлоридов и нитратов магния и около 1-2% калиевых солей перерабатывают на магний содержашие дефолианты и / или после упарки выделяют смесь гидратов хлорида магния и циркулируюший раствор, направляемых на стадию конверсии.

Материалы и метод. В данной работе был использован шестиводный нитрат магния марких.ч и 39% -ный раствор с плотностью 1,35 и pH=5,4 при комнатной температуре. Произведенный на ОА «Ферганаазот» из брускита белый кристаллический хлорид калия получали из флотационного хлорида калия, получаемого на ОА «Деханабадский калийный завод» по патенту [14]. Результаты опытов, проведенных в лабораторных условиях, приведены в таблицах 1 и 2.В жидких и твёрдых фазах, промежуточных и конечных продуктах реакции содержание NO_3^- определяли фотоколориметрическим [4],Mg^{+2} – комплексометрическим [5] и K^+-пламенно-фотометрическим методом [6], Cl^- – методом Мора [7].

Эксперименты проводили на лабораторной установке, состоящей из трубчатого стеклянного реактора, снабженного лопастной мешалкой, приводимой в движение мотором. Необходимое количество соляной кислоты помещали в реактор и добавляли расчетное количество низкосортного фосфатного сырья при интенсивном перемешивании (скорость вращения мешалки -250-300 об/мин). Температуру реакционной массы поддерживали на уровне 40-45°C. Загрузку фосфорита осуществляли в течение 5-7 мин. Высота пены достигала 4-7 см, но она быстро разрушалась.

Результаты и обсуждение. Нами было изучено влияние массовых соотношений ионов Cl/Mg; K/Mg и содержание воды на сумму одной моли солей на выход нитрата калия относительно хлорида калия. Как видно из таблицы 1, со снижением соотношения Cl/Mg более 2,58 и при содержанииH_2O 1,8-2 моль на 1 моль суммы солей выход нитрата калия снижается с 98,85 до 25,0%. Gри повышении (Cl/Mg) более 2,58, выход нитрата калия увеличивается. Также из таблицы видно, что на выход нитрата калия влияет содержание воды в реакционной массе. Например, снижение количества воды на сумму солей от 2,065 до 1,906 приводит к снижению выхода нитрата калия с 98,85 до 85,84%; при соотношенииCl/Mg -2,58, а при соотношении 2,56 : 13,10 –с 96,5 до 83,4%.

При применение флотационного хлорида калия и раствора нитрата магния, полученного из буркеита при соотношенииCl/Mg 2,58 и 3,0 , содержание воды достигало 3,56 и 4,27 моль на 1 моль суммы солей. Поэтому реакционную пульпу упаривали до плотности 1,43 и 4,47 г/см^3 и после охлаждения до 200^{o}C выпавшие кристаллы отделяли центрифугированием. Полученный нитрат калия промывали насыщенным растворам нитрата калия при соотношении Ж:Т= 1,5 – 2:1, и получили готовый продукт с содержанием 96,5-99,0% нитрата калия.

Как показывает дифрактограмма образцов полученного продукта, при условиях опыта №3 (таблица 1) соответствует 100%-ному содержанию нитрата калия (рис.)

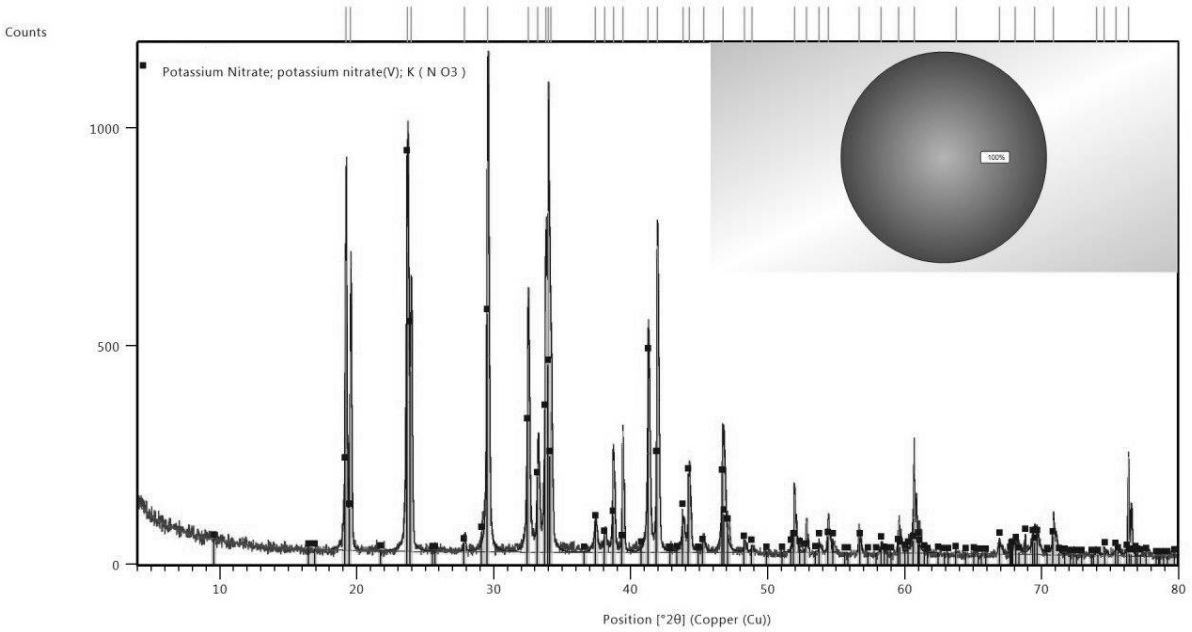

Рисунок 1. Дифрактограмма полученного нитрата калия

Таблица 1.

Влияние состава раствора на соотношение ионов

№опытов	Ионный состав исходного реакционного раствора, мас, %					Моль H_2O на один моль ∑соли	Соотношение ионов			Выход KNO_3, %	Плотность, г/см^3
	K^+	Mg^2	Cl^-	NO_3^-	H_2O		К/Mg	Cl/NO_3	Cl/Mg		
При применении реактивных реагентов											
1.	10,73	4,824	9,768	24,65	50,0	2,060	2,22	0,396	2,02	25,0	1,430
2.	12,07	4,74	10,99	24,25	48,0	1,906	2,546	0,45	2,32	91,2	1,500
3.	12,3	4,34	11,20	22,18	50,0	2,065	2,834	0,505	2,58	98,85	1,426
4.	12,79	4,516	11,65	23,06	48,3	1,906	2,834	0,505	2,58	85,84	1,500
5.	12,338	4,312	11,286	22,11	50,0	2,06	2,86	0,510	2,62	96,5	1,430
6.	13,02	4,527	11,85	23,12	47,5	1,855	2,87	0,511	2,62	83,4	1,540
При применении сырых материалов											
7	8,926	3,14	8,124	16,033	63,78	3,56	2,843	0,507	2,58	-	-
7[1]	12,322	4,33	11,21	22,14	50,0	2,38	2,845	0,506	2,58	98,8	1,430
8	9,402	2,85	8,558	14,567	64,63	4,27	3,296	0,589	3,0	-	-
8[1]	13,298	4,028	12,096	20,59	50,0	1,865	3,30	0,587	3,0	60,45	1,470

При контроле производства важно определить химический состав фильтрата после отделении кристаллов нитрата калия. С отделением нитрата калия в системе соотношение Cl/Mg практически не изменяется. В основном, соотношения NO_3/ Cl; К/Mg и NO_3/ Mg связаны с выходом нитрата калия, который снижается. Для контроля процесса с учетом возможности и точности определения соотношения можно выбирать одно из них.

Таблица 2.

Изучение состава фильтрата в зависимости от выхода нитрата калия

Номера проб соответ. номерам табл. 1	Выход KNO_3,%	Содержание ионов, масс.%					Соотношение K/Mg в фильтрате	Исходное соотношение K/Mg
		K^+	Mg^{2+}	Cl^-	NO_3^-	H_2O		
2	60	5,99	5,94	13,34	15,74	59,44	1,01	2,548
	70	4,62	6,13	14,08	13,79	61,36	0,74	
	80	3,22	6,384	14,66	11,81	63,92	0,50	
	90	1,675	6,67	15,30	9,65	66,70	0,25	
3	60	6,07	5,36	13,82	12,96	61,81	1,132	2,834
	70	4,763	5,64	14,38	10,86	64,26	0,845	
	80	3,297	5,82	15,00	8,82	67,87	0,588	
	90	1,718	6,07	15,63	6,475	69,99	0,294	

Из таблицы видно, что с увеличением выхода нитрата калия.

В таблице 2 показана взаимосвязь выхода нитрата калия и соотношенияK/Mg.

Из полученных данных видно, что с повышением содержания нитрата калия более 90% количество ионов K^+иNO_3^- снижается до 1,68, 9,65 и 1,72, 6,48%, соответственно, при соотношениях Cl/Mg 2,32 и 2,58 т.е. содержание калийных солей не превышает 5-6% от общей массы раствора. Из этого вытекает, что из раствора можно выделить кристаллогидраты магния или их непосредственно можно перерабатывать на хлорид-магниевые дефолианты.

Заключение. Таким образом, установлено, что при оптимальных условиях конверсии нитрата магния с хлоридом калия можно получить продукт с выходом более 95%, а фильтрат перерабатывать на кристаллогидраты хлорида магния или хлорат – магниевый дефолиант.

Список литературы:

1. Нормаматов Ф.Х., Эркаев А.У., ДадаходжаевА.Т., Тоиров З.К., Кучаров Б.Х. Исследование процесса упарки маточных растворов образуюшихся при получения нитрата калия путем конверсии. //Universum: технические науки, 2019. - № 9(66).-С. 71-76.
2. Нормаматов Ф.Х., Эркаев А.У., Тоиров З.К., Кучаров Б.Х. Исследование основных стадий получения нитрата калия конверсионным способом./Узбекский химический журнал – Ташкент, 2021.- № 6. -С. 16.
3. Нормаматов Ф.Х., Кучаров Б.Х., Тоиров З.К., Эркаев А.У., Новик Д.М., Дормешкин О.Б. Изучение физико-химических свойств нитрата калия.// Международной научно-технической конференции молодых ученых «Инновационные материалы и технологии» IMT-2021. 19-21 января Белоруссия 2021 г.
4. Винник М.М., Ербанова Л.Н., Зайцев П.М и др. Методы анализа фосфатного сырья, фосфорных и комплексных удобрений, кормовых фосфатов. –Москва.: Химия.- 1975.- 218 с.
5. Шварценбах Г., Флашка Г. Комплексонометрическое титрование. – Москва.: Химия.- 1970.- 360 с.
6. Полуэктов Н.С. Методы анализа по фотометрии пламени.-Москва.: Химия. -1967.-307 с.
7. Пискарева С.К. изр. Аналитическая химия. – М.: Высшая школа, 1994. – 384 с. – IBSN 5-06-0021793
8. Производство нитрата калия из нитрата кальция: пат. US3433584A, USA / St Paul Ammonia Products Inc; заявл. 07.03.1966; опубл. 18.03.1969.
9. Приготовление нитрата калия: пат. GB1313926A, Рос.Федерация / МонтедисонСпа; заявл. 22.05.1969; опубл. 18.04.1973.
10. Процесс производства нитрата калия: пат. CN1144192A, КНР / КНР; заявл. 31.08.1995; опубл. 05.03.1997.
11. Способ получения азотнокислого калия путем взаимодействия азотнокислого кальция и хлористого калия: пат. SU31004A1, Рос.Федерация / Шойхет С.Н.; заявл. 31.07.1933; опубл. 20.08.1937.
12. Способ получения нитрата калия: пат. RU2261227C1, Рос.Федерация / Абрамов О.Б.; заявл. 31.07.1933; опубл. 27.09.2005.
13. Способ получения нитрата калия: пат. SU1495298A1, Рос.Федерация / Иванов Ю.А.; заявл. 31.07.1933; опубл. 23.07.1989.
14. Способ получения хлорида калия. Пат. IAP05424, РУз / Эркаев А.У., З.К.Тоиров и др. заявл. 14.12.2012; опубл. 30.06.2017.