

**ПОЛУЧЕНИЕ ГИДРОКСИДА КАЛИЯ КОНВЕРСИОННО – ЭКСТРАКЦИОННЫМ СПОСОБОМ НА ОСНОВЕ МЕСТНЫХ МАТЕРИАЛОВ****Чавлиева Ф.Б****Мансуров Т.А****Туракулов Б.Б****Эркаев А.У****Кучаров Б.Х***Институт общей и неорганической химии АН РУз**\*Ташкентский химико-технологический институт**Кафедра «Химическая технология неорганических веществ»**E-mail: [nmktbehzod@mail.ru](mailto:nmktbehzod@mail.ru) тел: (97) 748 66 76*

**Аннотация.** Целью работы являлось исследование и разработка технологического процесса получения гидроксида калия конверсионно – экстракционным способом на основе местных материалов. Установлены оптимальные технологические параметры процесса. Исследован ряд физико-химических свойств получаемого продукта в зависимости от технологических параметров. Рекомендованы стадии принципиальной технологической схемы производства гидроксида калия на основе известкового молока и поташа.

**Ключевые слова:** известковое молоко, карбонат калия, карбонат кальция, гидроксид калия, каустификация, температура.

Среди выявленных известных [1-6] способов получения и очистки гидроксида калия наибольший интерес представляют способы его очистки методом соосаждения. В качестве реагентов, применяемых для осаждения примесей, так называемых коллекторов, в известных методах используют различные химические соединения. В качестве таковых, например, используют карбонат кальция в виде извести, мела или мрамора с размером частиц 0.1-5 мм [7], оксид магния [8], основной углекислый магний. Недостатками данных способов очистки, прежде всего, является недостаточно высокая степень очистки, а также невозможность в одном процессе очистить гидроксид калия от значительной группы примесей, а не только от железа, кальция и магния [9].

Известен способ очистки раствора щелочи от примесей железа, кальция и магния [10]. Очистку данным известным способом

осуществляют фильтрованием раствора щелочи при комнатной температуре через слой основного углекислого магния высотой 3-100 мм. Основным недостатком способа является невозможность в одном процессе очистить гидроксида калия сразу от нескольких примесей. Кроме того, известный способ не технологичен и не экономичен, поскольку использование колонок с обрабатывающим агентом приводит к быстрому их загрязнению и выходу из строя [10].

Для повышения качества гидроксида калия предложен способ очистки его раствора, который включает обработку исходного продукта основным углекислым магнием. Для очистки раствора гидроксида калия используют основной углекислый магний, содержащий 0,1 – 0,5 мас.% солей лантаноидов, которые добавляют при перемешивании к очищаемому раствору. После этого реакционную массу подвергают микрофильтрации. Изобретение позволяет повысить чистоту получаемого продукта. Основным отличием данного способа является использование в качестве обрабатывающего агента (коллектора) основного углекислого магния, содержащего определенные количества солей лантаноидов. Введение этой добавки в основной углекислый магний в комплексе с другими компонентами обеспечивает повышение степени чистоты конечного продукта по ряду примесей и позволяет расширить число удаляемых примесей катионов металлов.

Экспериментальные данные показали образование в продуктах двух слоев (нижний и верхний) при повышении содержания воды.

Таблица

Изотермы растворимости системы  $C_2H_5OH-KOH-H_2O$  при температурах

| №   | Соотношения $H_2O : C_2H_5OH$ | Температура, °C | Содержание $K_2O$ в жидкой фазе, % | $\eta$ , °C | $\rho$ , г/см <sup>3</sup> |
|-----|-------------------------------|-----------------|------------------------------------|-------------|----------------------------|
| 1.  | 100 : 0                       | - 3             | 39,55                              | 1,4607      | 1,504                      |
| 2.  |                               | 0               | 41,11                              | 1,4619      | 1,510                      |
| 3.  |                               | 20              | 44,35                              | 1,4634      | 1,518                      |
| 4.  |                               | 40              | 47,94                              | 1,4642      | 1,522                      |
| 5.  |                               | 60              | 50,10                              | 1,4718      | 1,560                      |
|     |                               | 80              | 52,14                              | 1,4747      | 1575                       |
| 7.  | 80 : 20                       | - 3             | 32,36                              | 1,4427      | 1,430                      |
| 8.  |                               | 0               | 34,69                              | 1,4391      | 1,410                      |
| 9.  |                               | 20              | 35,27                              | 1,4446      | 1,455                      |
| 10. |                               | 40              | 36,19                              | 1,4449      | 1,470                      |
| 11. |                               | 60              | 37,08                              | 1,4570      | 1,480                      |

|     |         |     |       |        |       |
|-----|---------|-----|-------|--------|-------|
| 12. |         | 80  | 38,77 | 1,4668 | 1,535 |
| 13. | 50 : 50 | - 3 | 23,50 | 1,4231 | 1,350 |
| 14. |         | 0   | 28,78 | 1,4087 | 1,240 |
| 15. |         | 20  | 32,07 | 1,4220 | 1,340 |
| 16. |         | 40  | 33,09 | 1,4391 | 1,410 |
| 17. |         | 60  | 34,23 | 1,4430 | 1,440 |
| 18. |         | 80  | 38,10 | 1,4510 | 1,475 |
| 19. | 20 : 80 | - 3 | 23,44 | 1,3840 | 1,100 |
| 20. |         | 0   | 23,93 | 1,3890 | 1,105 |
| 21. |         | 20  | 25,33 | 1,3970 | 1,070 |
| 22. |         | 40  | 26,47 | 1,4030 | 1,074 |
| 23. |         | 60  | 28,85 | 1,4070 | 1,077 |
| 24. |         | 80  | 30,96 | 1,4180 | 1,153 |
| 25. | 0 : 100 | - 3 | 30,25 | 1,3950 | 1,068 |
| 26. |         | 0   | 32,05 | 1,403  | 1,092 |
| 27. |         | 20  | 34,36 | 1,4007 | 1,097 |
| 28. |         | 40  | 35,97 | 1,4002 | 1,073 |
| 29. |         | 60  | 37,11 | 1,3930 | 1,064 |
| 30. |         | 80  | 38,28 | 1,3810 | 1,055 |

В наших исследованиях для получения гидроксида калия исходными материалами служили поташ ( $K_2CO_3$ ), синтезированный из хлорида калия АО “Дехканабадский калийный завод” и извести, полученной обжигом известняка Джамансайского месторождения Республики Каракалпакстан в ООО “Кунградский содовый завод”, а также этиловый спирт квалификации “ХЧ”.

После окончания процесса конверсии в пульпу добавляли спирт и образующаяся суспензия на лабораторной фильтровальной установке разделялась на жидкую (спиртовой раствор КОН) и твердую (осадок  $CaCO_3$ ) фазы. Соотношение пульпа : спирт было выбрано так, чтобы соотношение  $H_2O$  : спирт находилось в пределах 0,25.

По данным табл. светопреломление колеблется в пределах 1.3810-1.4747. С повышением температуры оно повышается на 0.0010-0.0020, а со снижением соотношения  $H_2O$  : спирт – уменьшается. Например, при соотношениях  $H_2O$ : спирт 50:50 и 20:80 и температуре 40 °С светопреломление составляет 1.4030 и 1.4070 соответственно (табл.).

Анализ химического состава верхнего (в.с) и нижнего (н.с) слоев показывает, что содержание  $CaO$  и  $CO_2$  в нижнем слое больше, чем в верхнем.

Поэтому желательно увеличить соотношение в.с : н.с., а это, достигается с поддержанием соотношения  $H_2O$  : спирт менее 0.25.

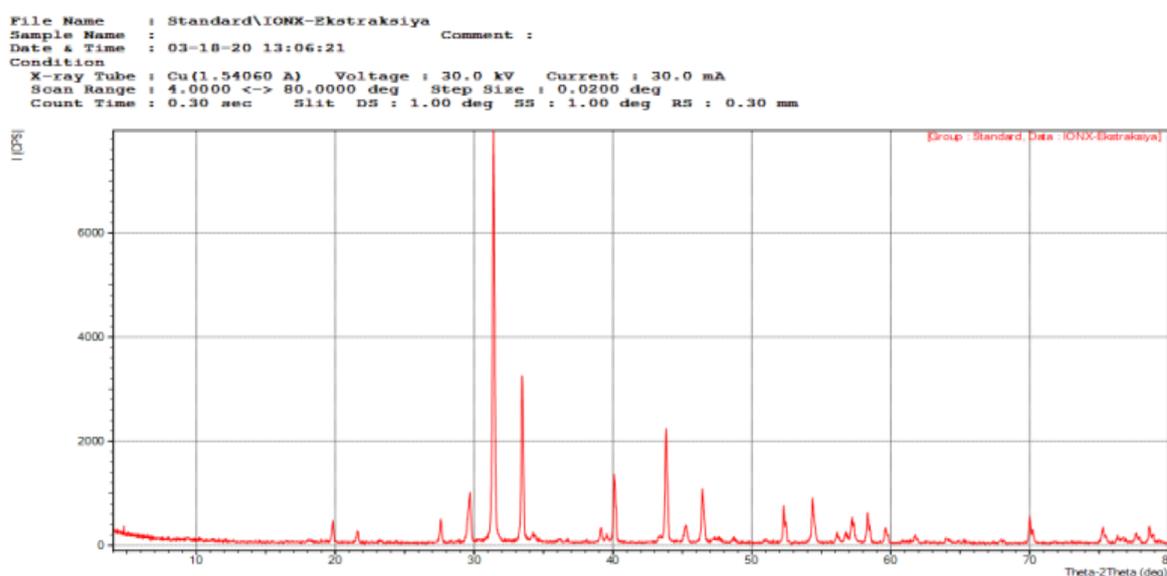
Таким образом, оптимальный состав верхнего слоя составляет, масс %:  $C_2H_5OH$ -59.5-61.0;  $KOH$ -27.5-33.0;  $H_2O$  – 6,0-13%.

**Также** установлено, что образующийся карбонат кальция быстро осаждается из суспензии и легко фильтруется, что позволяет рекомендовать применение существующих стандартных сгустителей и фильтрующих установок с минимальной рабочей поверхностью, после которых фильтрат легко упаривается под разрежением до 50-80% с дальнейшей экстракцией гидроксида калия этиловым спиртом. После дистилляции получен гидроксид калия, отвечающий требованиям на продукты реактивной квалификации и специального назначения.

Предлагается технологическая схема, состоящая из стадий: конверсия, отстаивание, фильтрация сгущенной части с трехкратной промывкой и возвращением промывной воды на стадию каустификации и упарка фильтрата с получением раствора  $KOH$  высокой концентрации (40-50 %) с дальнейшей ее переработкой на чешуйчатый или таблетированный гидроксид калия.

Исходя из вышеизложенного, можно заключить, что оптимальными параметрами процесса каустификации являются: температура не менее  $95^{\circ}C$ , соотношение  $H_2O:K_2CO_3:Ca(OH)_2$  - (1.8–3):2:1; продолжительность конверсии – не менее 120 мин.

Экстракцию необходимо проводить при соотношении пульпа : спирт 1.0 – 2.0. При этом выход  $K_2O$  в продукт составляет не менее 60%, а его концентрация достигает не менее 45%, в результате чего получается очищенный раствор гидроксида калия.



**Рис. Рентгенограмма осадков после экстракции.**

Рентгенофазовый анализ (рис.) показал, что осадок после экстракции содержит в основном следующие соединения:  $\text{CaCO}_3$  – 3.012, 2.28, 1.609 А°, моногидрат гидроксида калия ( $\text{KOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$ ) – 2.85; 1.96; 1.748; 1.04 А°, а также остатки исходных компонентов  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  – 2.67; 1.95; 1.68 А° и  $\text{K}_2\text{CO}_3$  – 2.85; 2.67; 2.06; 1.95; 1.68 А°.

Меньшая скорость фильтрации и пониженный выход  $\text{K}_2\text{O}$  в продукт связаны с низкими значениями Т:Ж и степени каустификации соответственно.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ:

1. Туракулов Б. Б., Кучаров Б. Х., Эркаев А. У., Тоиров З. К., Реймов А. М. Усовершенствование производства гидроксида калия известковым способом. UNIVERSUM: ТЕХНИЧЕСКИЕ НАУКИ. Г.МОСКВА – 2017. № 10(43).

2. Патент РФ 1562805 с 01D1/32. Способ очистки раствора гидроокиси калия. Филатова Л.Н., Волводов А.И., Вендило А.Г. и др. Заявлено 01.11. 2010. Опубликовано 27.03.2012.

3. Schmidl, W., Ball, A.R., Frederick Jr., W.J., DeMartini, N., Experimental Determination and Modeling of potassium hydroxide Solubilities in High Solids Kraft Black Liquor - Accepted for Presentation at the 2003 TAPPI Fall Technical Conference. p-5-13

4. Shi, B.; Euhus, D. D.; Rousseau, R. W., "Crystallization and Control of potassium hydroxide Scales in Black Liquor Concentrators," Tappi J. 3(6):7-13 (2004).

5. Патент RU1321565 с 01D1/32. Способ очистки раствора гидроокиси калия. Вендило А.Г., Ковалёва Н.Е. и др. Заявлено 03.12. 1969. Опубликовано 11.10.1972.

6. Патент US 2634102. 23 – 45. Method of purifying potassium hydroxide solution. B. Zhao, X. Wang, X. Qian. Заявлено 21.04. 1953. Опубликовано 18.11.1955.

7. Туракулов Б.Б., Эркаев А. У., Кучаров Б. Х., Тоиров З. К., Искендеров А.М. Исследование реологических свойств и фильтруемости суспензии при получении гидроксида калия известковым способом.// Кимёвий технология назорат ва бошқарув «Халқаро илмий-техникавий журнал 4-5/2019».-30-37 б.

8. Turakulov B. B., Erkayev A. U., Kucharov B. X., Toirov Z. K. Physical-chemical and Technological Bases of Producing Pure Potassium Hydroxide in Combined Method.// Vol. 29. -No. 6s (2020): Vol 29 No 6s (2020) (Special

Issue) | International Journal of Advanced Science and Technology <http://sersc.org/journals/index.php/IJAST/issue/view/275>. – С. 1126 – 1134.

9. Туракулов Б. Б., Кучаров Б. Х., Эркаев А. У., Тоиров З. К., Реймов А. М. Усовершенствование производства гидроксида калия известковым способом. UNIVERSUM: ТЕХНИЧЕСКИЕ НАУКИ. Г.МОСКВА – 2017. № 10(43).

10. Bobokulov A.N., Erkaev A.U., Toirov Z.K., Kucharov B.X. Research on the Carbonization Process of Potassium Chloride Solutions in the Presence of Diethylamine. International Journal of Innovative Technology and Exploring Engineering (IJITEE), Volume-8 Issue-9S2, 2019, ISSN: 2278-3075

<https://www.ijitee.org/wp-content/uploads/papers/v8i9S2/I10480789S219.pdf>