

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА РАЗЛОЖЕНИЯ ХЛОРИДНЫХ СОЕДИНЕНИЙ
ФОСФОРНОЙ КИСЛОТОЙ

Южно-Казахстанский государственный университет им. М. Ауезова, РК, г. Шымкент

Определено, что с увеличением температуры и продолжительности взаимодействия степень превращения хлоридов цинка и железа в фосфаты металлов возрастает и одновременно снижается остаточное содержание хлора в продукте. Контроль качества полученных продуктов осуществлялся с помощью химического и кристаллооптического методов анализа.

Введение

Фосфаты металлов широко используются в химической, нефтехимической отрасли промышленности как антикоррозионные покрытия оборудования, трубопроводов и других изделий [1,2].

Получение фосфатов металлов из отходов производства, в частности, из хлоридных солей является актуальной проблемой.

Одним из перспективных направлений является получение концентратов из отходов производства в виде комплексных хлоридных соединений металлов. Переработка шлаков свинцовых производств методом хлоридных возгонов позволяет получить соединения в виде хлоридов металлов — $ZnCl_2$, $PbCl_2$, $FeCl_2$ и других соединений. Путем разложения хлоридов металлов фосфорной кислотой можно получить фосфаты металлов.

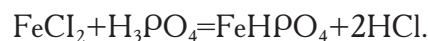
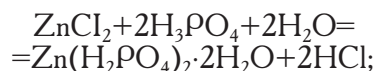
Определенный научный интерес представляет получение фосфата цинка из хлоридных возгонов, содержащих Zn — 18,3%, Cl — 28,9%, прочие — 62,8%. После разделения нерастворимых примесей и хлоридных соединений ($FeCl_2$, $PbCl_2$ и др.) раствор, содержащий хлорид цинка обрабатывают фосфорной кислотой. Из выделяющегося при этом хлористого водорода можно получить другой не менее ценный продукт — соляную кислоту.

При переработке хлоридных возгонов, содержащих $ZnCl_2$, $PbCl_2$, $CuCl_2$, $FeCl_2$, гидрометаллургическим способом получают соли цветных металлов, которые используются для получения оксидов, хлоридов, сульфатов и фосфатов металлов. Переработка хлорида цинка фосфорной кислотой позволяет получить особо чистый фосфат цинка, а из солей свинца и железа в дальнейшем могут быть получены более ценные продукты. Фосфаты цинка используются при фосфатировании металлов, получении минерального удобрения, в качестве ингибиторов коррозии. Поэтому переработка хлорида цинка в фосфаты цинка представ-

ляет как научный, так и практический интерес. Присутствие в составе фосфата цинка и фосфата железа повышает качество фосфатных покрытий.

Экспериментальная часть

Для получения хлоридов цинка и железа хлоридный возгон в количестве 100 г растворяли при температуре 25°C, при этом в осадок выпадает $PbCl_2$ и нерастворимые составляющие. После фильтрации раствор, содержащий $ZnCl_2$ и $FeCl_2$, обрабатывали стехиометрическим количеством 73% H_3PO_4 . Образование фосфата цинка и железа происходит по реакциям:



Протекание процесса происходит при интенсивном перемешивании в интервале температур 60–120°C и продолжительности 40–60 мин. При этом в газовую фазу выделяется хлористый водород, а в осадок выпадают $Zn(H_2PO_4)_2$ и $FeHPO_4$.

Контроль качества и исследование полученных продуктов осуществляли с помощью химического и кристаллооптического методов анализа. Рентгенофазовый анализ проводили на установке УРС-50 ИМ, дифференциально-термический — на дериватографе (системы Паулик-Паулик-Эрдея Q-1500 Д) в интервале температур 20–1000°C со скоростью нагрева 10 град/мин.

Результаты и их обсуждение

Влияние температуры и продолжительности на степень превращения хлорида цинка и железа в фосфаты металлов ($\alpha_{\text{прев}}$) приведено в табл. 1 и 2, из которых следует, что с увеличением температуры и продолжительности взаимодействия степень превращения хлорида цинка и железа в фосфаты металлов возрастает и одновременно снижается

Влияние температуры и продолжительности взаимодействия реагентов на степень разложения хлорида цинка

№ опыта	Температура, °С	Время, мин	Содержание веществ, %			Степень превращения (α), %
			P ₂ O ₅	ZnO	Cl	
1	80	40	54,69	30,5	1,2	98,90
2	80	60	54,71	31,2	0,9	99,05
3	80	90	54,74	31,4	0,4	99,61
4	100	40	54,60	31,1	0,12	99,90
5	100	60	54,71	31,3	отс.	100,00
6	100	90	54,71	31,36	отс.	100,00
7	120	40	54,73	31,4	отс.	100,00
8	120	60	54,73	31,4	отс.	100,00

Таблица 2

Влияние температуры и продолжительности взаимодействия реагентов на степень разложения хлорида железа

№ опыта	Температура, °С	Время, мин	Состав продукта								Степень превращения (α), %
			FePO ₄		FeCl ₂		H ₃ PO ₄		H ₂ O		
			г	%	г	%	г	%	г	%	
1	80	30	3,54	11,80	2,02	6,71	1,07	3,56	23,450	77,94	74,0
2	80	60	3,98	15,40	1,65	6,39	1,88	4,96	18,780	73,19	79,0
3	80	90	4,18	15,50	1,48	4,23	1,14	4,23	20,440	74,50	81,0
4	80	150	4,28	21,40	1,39	6,55	1,08	5,41	13,230	66,30	82,0
5	120	30	3,64	11,40	1,89	5,71	1,47	4,44	26,070	78,70	76,0
6	120	60	4,59	17,87	1,30	5,29	1,02	4,15	17,600	71,50	83,0
7	120	90	4,96	22,91	0,82	3,80	0,13	2,91	15,200	70,40	84,0
8	120	150	5,01	26,11	0,78	4,06	0,60	3,14	12,790	66,70	90,0
9	170	30	1,77	6,29	1,49	5,30	2,09	7,44	20,800	73,80	55,0
10	170	60	2,60	16,91	2,80	18,26	2,17	14,11	7,800	50,70	69,0
11	170	90	4,49	48,20	1,21	12,94	0,94	10,12	2,670	28,70	84,0
12	170	150	5,94	99,80	–	–	–	–	0,015	0,92	100,0

остаточное содержание хлора в продукте. Это свидетельствует о том, что по мере возрастания температуры в жидкой фазе в большом количестве образуются фосфаты цинка и железа и снижается количество свободной фосфорной кислоты.

Полученная соляная кислота, содержащая 28–30% HCl, отвечает требованиям, предъявляемым к качеству технической соляной кислоты.

На основании проведенного исследования установлено, что оптимальными параметрами процесса являются температура 100–120°C, продолжительность взаимодействия реагентов 40–60 мин.

Наличие моноклинной формы Zn(H₂PO₄)₂ × 2H₂O подтверждена рентгенофазовым анализом при полном соответствии значений межплоскостных расстояний и относительных интенсивностей образца. Данные рентгенофазового анализа показывают, также образование фосфата железа, так как на дифрактограмме присутствуют рефлексы FeHPO₄ (3,02; 3,47 и 4,39 Å).

Дериватографические исследования показали возможность получения FeHPO₄ при температуре 170°C и времени 90 мин. В области температур 300–950°C фиксировали тепловые эффекты. Экзотермические эффекты при 368 и 410°C связаны с превращением FeHPO₄ в FePO₄, а при

810, 950°C обусловлены плавлением железа.

Выводы

Проведенные исследования показали возможность получения моноцинкфосфата из хлорида цинка, и фосфата железа из хлорида железа. Определено, что с увеличением температуры и продолжительности взаимодействия степень превращения хлоридов цинка и железа в фосфаты металлов возрастает и одновременно снижается остаточное содержание хлора в продукте.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Исследование технологии переработки хлор содержащих отходов на композиционные защитные материалы / Анарбаев А.А, Кабылбекова Б.Н и др. // Новости науки Казахстана. – 2005. – № 2. – С.100-102.
2. Кинетика процесса разложения хлоридных соединений шлама производства соды фосфорной кислотой Анарбаев А.А, Кабылбекова Б.Н и др. // Химия и химическая технология: Труды Междунар. науч.-практ. конф. – Санкт-Петербург. – 2006. – С.69-72.

Поступила в редакцию 12.01.2012