

С учетом роста добычи полезных ископаемых объемы образующихся и накапливаемых промышленных твердых отходов (ПТО) в России достигли такого высокого уровня, что принимаемые Правительством РФ меры по увеличению количества перерабатываемых отходов представляются более чем необходимыми, хотя и несколько запаздывающими и не вполне достаточными. Деятельность Правительства РФ, направленная на более интенсивную переработку ПТО и вообще отходов, в некоторой степени инициирована все большим вовлечением России в процесс глобализации мировой экономики, а также международными обязательствами России [1]. После серной кислоты, фосфорная кислота одна из важнейших минеральных кислот. Тем не менее, в течение последних двух десятилетий роста ее производства не происходит, что связано с рядом проблем, в основном, экологического характера. Промышленные отходы от производства фосфорной кислоты составляют ядро проблемы охраны окружающей среды на заводах - изготовителях в России, Казахстане, Европе, и Америке [2]. Одним из основных отходов от производства фосфорной кислоты является фосфорный шлам. Необходимо создание замкнутого цикла технологического процесса, при котором фосфорный шлам будет вновь направляться на обработку для максимального извлечения полезных продуктов из его состава. Работы в данном направлении проводились по гранту Европейского Сообщества ECOPHOS № INCO-CT-2005-013359 «Утилизация отходов в промышленности фосфорной кислоты через разработку экологически устойчивых и экологически безопасных процессов для широкого класса фосфорсодержащих продуктов» [3]. На первом этапе рассмотрена номенклатура фосфорсодержащих соединений, входящих в комплексную схему переработки фосфорного шлама. В схеме рассмотрены четыре целевых продукта: гипофосфит натрия, фосфит натрия и получаемые при его дальнейшей переработке - гидрофосфит свинца и фосфористая кислота (рис. 1). Рис. 1 - Продуктовая номенклатура переработки фосфорного шлама

Разработка производств для утилизации фосфорного шлама проводилась в рамках наиболее современной и перспективной системы компьютерной поддержки - CALS-технологии (Continuous Acquisition and Life cycle Support — непрерывная информационная поддержка жизненного цикла продукта). В основе концепции CALS лежит комплекс единых информационных моделей, стандартизация способов доступа к информации и ее корректной интерпретации по международным стандартам. При этом обеспечиваются единообразные способы управления процессами и взаимодействия всех участников разработки. Основой концепции CALS является повышение эффективности процессов жизненного цикла (ЖЦ) изделия за счет повышения эффективности управления информацией об изделии. Задачей CALS является преобразование ЖЦ изделия в высокоавтоматизированный процесс путем реструктуризации (реинжиниринга) входящих в него бизнес-процессов [4]. При разработке перспективных

химических производств показано, что CALS-технологии и основной CALS-стандарт ISO 10303 STEP предлагают способ решения проблемы электронного представления проектно-конструкторской информации при помощи использования стандартизованного интегрированного описания изделия. Конструкторское электронное описание в соответствии со стандартом ISO 10303 STEP содержит структуру категорий, документы, статусы, группы изделий с их версиями, свойствами, классификациями и др. [5]. Отечественная наукоемкая продукция, не имеющая современного компьютерного обеспечения ее жизненного цикла (CALS-технология) существенно отстает и экономически и качественно от аналогичной продукции, изготовленной на западе в системе новых электронных технологий. Кроме того, Российская Федерация является полноправным членом Международной организации по стандартизации (ИСО), вследствие чего вся используемая нормативная база должна соответствовать принятым международным соглашениям. Реализация CALS-технологий в отечественной промышленности — это внедрение современных средств обеспечения качества и конкурентоспособности производимой наукоемкой продукции, что является главным условием достижения стабильных успехов предприятия в условиях рыночной экономики [6]. В рамках концепции CALS были рассмотрены две основные схемы переработки фосфорного шлама: фосфита [7] и гипофосфита натрия [8]. Данные схемы производства были воплощены в CALS-проекте. В CALS-проект занесена типовая компьютерная структура (протокол применения) исходных данных на проектирование (ИДП), которая включает следующие подкатегории [5]: общие сведения о технологии (01); характеристики выполненных научно-исследовательских и опытных работ (02); Техничко-экономическое обоснование рекомендуемого метода производства (03); патентный формуляр (04); техническая характеристика исходного сырья, вспомогательных материалов (05); физико-химические константы и свойства исходных, промежуточных и конечного продукта (06); химизм, физико-химические основы и принципиальная технологическая схема производства (07); рабочие технологические параметры производства (08); материальный баланс производства (09); техническая характеристика побочных продуктов и реализуемых отходов (10); математическое описание технологических процессов и аппаратов (11); данные для расчета, конструирования, выбора основного промышленного оборудования (12); рекомендации для проектирования автоматизации производства (13); аналитический контроль производства (14); методы и технологические параметры очистки химических и технологических загрязнений (15); мероприятия по технике безопасности промсанитарии и противопожарной безопасности (16); указатель отчетов и рекомендуемой литературы по рассматриваемой технологии (17). На основании предложенной типовой структуры был разработан CALS-проект исходных данных на проектирование (ИДП) для технологии получения фосфита натрия.

Приведенная в подкатегории № 12 технологическая блок-схема (рис. 2.) включает подготовительный этап и 4 основные производственные стадии: разложение фосфорсодержащего шлама в реакторе, фильтрование минеральной части, корректировка плотности раствора, нейтрализация избытка щелочи в растворе: Рис. 2 - Элемент CALS-проекта «ИДП» (подкатегория №12 «Технологическая схема производства фосфит натрия») 1. Подготовительный этап. Измельчают фосфорсодержащий шлам в дробилках до размера частиц оптимальных для взаимодействия с натриевой щелочью (NaOH) и затем готовят раствор. Параллельно происходит процесс приготовления щелочи. Разбавляя раствор щелочи до концентрации NaOH (31 %) используя в качестве растворителя воду. Все этапы данного технологического узла, а так же характеристика оборудования и дополнительная информация занесены в CALS-проект и используется как разработчиками технологии, так и соисполнителями (аналитики, автоматчики и др.). 2. Разложение фосфорного шлама в реакторе. В реактор (1) поступает раствор NaOH и параллельно идет загрузка в реактор фосфорного шлама. Так же в реактор осуществляется подача воздуха. После взаимодействия фосфорного шлама с натриевой щелочью из реактора удаляется Фосфино-водородная смесь. А полученный раствор направляется на следующую стадию (2). Данный технологический блок так же занесен в CALS-проект, где приведены необходимые характеристики производственного оборудования, входящего в данную стадию. 3. Фильтрование минеральной части. Раствор, поступивший из реактора (1) в емкость (2), отфильтровывается. Остающийся на фильтре осадок является минеральной частью фосфорного шлама и используется в качестве минерального удобрения, а также в качестве подкормки для скота. Пропущенный через фильтры (2) раствор, поступает на следующую стадию (3). Чертежи фильтра, входные и выходные параметры и другие важнейшие характеристики занесены в CALS-проект. 4. Корректировка плотности фосфита натрия. Полученный раствор фосфита натрия разбавляется (используя воду в качестве растворителя) до необходимой консистенции. Соотношение компонентов, температурный режим, характеристики оборудования так же занесены в CALS-проект. 5. Нейтрализация избытка щелочи. После стадии (3) фосфит натрия поступает на стадию (4), где осуществляется нейтрализация избытка натриевой щелочи (NaOH) раствором фосфористой кислотой (H₃PO₃). В завершении технологического цикла фосфит натрия идет на упаковку. Виды упаковки и ее качественные характеристики занесены в CALS-проект. База данных CALS-проекта также содержит основные документы по производству фосфита натрия: сертификаты, технологический регламент производства, качественные характеристики конечного продукта, эксплуатационные характеристики технологического оборудования и др. Аналогично производству фосфита натрия была разработана типовая структура CALS-проекта для технологии получения гипофосфита натрия. Приведенная в

подкатегории № 12 технологическая блок-схема (рис. 3) включает подготовительный этап и 9 основных производственных стадий. Для производства гипофосфита натрия (так же как и при производстве фосфита натрия) на подготовительном этапе измельчают фосфорсодержащий шлам в дробилках до размера частиц оптимальных для взаимодействия с натриевой щелочью (NaOH), а затем готовят раствор. Стадии основного технологического производства включают следующие этапы: 1. Приготовление раствора гидроокиси кальция. В емкости (3) параллельно процессу дробления фосфорного шлама происходит процесс приготовления гидроокиси кальция $\text{Ca}(\text{OH})_2$, путем растворения CaO в воде до концентрации 65%. 2. Приготовление раствора натриевой щелочи. Данная стадия (4) так же аналогична стадии приготовления натриевой щелочи при производстве фосфита натрия. Щелочь разбавляется до концентрации 45 %, используя в качестве растворителя воду. Затем смешивают полученные растворы NaOH и $\text{Ca}(\text{OH})_2$ в емкости (6). 3. Разложение фосфорного шлама в реакторе (1). Загружается фосфорный шлам в реактор из позиции (3), туда же поступает полученный раствор из емкости (6). По прошествии некоторого времени в реактор заливают раствор изопропилового спирта (7), необходимый для более полного извлечения фосфора из фосфорного шлама. При этом из ректора удаляется фосфин-водородная смесь. 4. Доразложение фосфорного шлама в дополнительном реакторе (2). Из ректора (1) полученную смесь направляют в ректор (2) при этом смешивая с маточным раствором после центрифугирования гипофосфита натрия. После завершения реакции, раствор из дополнительного реактора (2) поступает на вакуум-фильтры (11). 5. Фильтрация в барабанных вакуум-фильтрах. Полученный раствор из реактора (2) отфильтровывается в барабанных вакуум-фильтрах (11). Осадок, образовавшийся при фильтрации, удаляют и используют в качестве удобрений в аграрной промышленности. Раствор, пропущенный через вакуум-фильтры (11) поступает в нейтрализатор (12). 6. Нейтрализация избытка натриевой щелочи. После прохождения барабанных вакуум-фильтров раствор, состоящий из NaH_2PO_2 (8%), Na_2HPO_3 (9%) и CaHPO_3 (25%) поступает в нейтрализатор (12). Нейтрализация избытка натриевой щелочи производится разбавленной фосфорноватистой кислотой, находящейся в емкости (15). Рис. 3 - Элемент CALS-проекта «ИДП» (подкатегория №12 «Технологическая схема производства гипофосфита натрия») 7. Приготовление фосфорноватистой кислоты (H_3PO_2). Готовый продукт (гипофосфит кальция) с концентрацией 12% смешивают с щавелевой кислотой. Полученный раствор фильтруют (14) и образовавшуюся фосфорноватистую кислоту хранят в емкости (15). По мере необходимости, используя в стадии нейтрализации (12). 8. Концентрирование гипофосфита натрия. На стадии (16) концентрируют (путем выпаривания) гипофосфит натрия для дальнейшей тонкой фильтрации, которая осуществляется на стадии (17). При этом образовавшуюся натриевую щелочь и гипофосфит натрия направляют

в рецикл. 9. Кристаллизация гипофосфита натрия (17) и центрифугирование суспензии (18). После прохождения стадии кристаллизации (17) суспензия направляется на фильтрацию в центрифугу. Образовавшийся маточный раствор идет в рецикл через дополнительный реактор (2). После стадии центрифугирования (18) гипофосфит натрия направляется на сушку (19) для удаления из готового продукта излишней влаги. После осуществления основного технологического цикла производства готовый продукт поступает на упаковку (20). Основные режимные и конструкционные характеристики каждой стадии занесены в соответствующие подкатегории CALS-проекта. Так же в CALS-проект занесены результаты маркетингового анализа. Показано, что рассматриваемые продукты пользуются большим спросом. Фосфит натрия является одной из наиболее дефицитных фосфорных солей. Он широко используется: в гальванике, как реагент для синтеза двухосновного фосфита свинца - лучшего стабилизатора ПВХ-композиций, а также как восстановитель в неорганических синтезах [7]. Гипофосфит натрия используется в качестве восстановителя при нанесении покрытий из никеля, кобальта и олова на металлы и пластмассы; антиоксиданта, предотвращающего обесцвечивание алкидных смол при их получении, и др. [8]. Так как рассмотренные технологии обладают многими родственными признаками, то перед нами встала задача объединения их в единое производство фосфита и гипофосфита натрия. Для оптимальной разработки двухпродуктового производства используется разработанная нами [9, 10] теория синтеза гибких многоассортиментных химико-технологических систем (рис. 4). Рис. 4 - Иерархическая структура синтеза гибких химико-технологических систем. Для подобных многоассортиментных производств рассматриваются четыре уровня системного анализа: номенклатурный, производственно-технологический и организационно-технологический. Признак верхнего (4-го) организационно-производственного уровня отдельный цех, как сложная кибернетическая система. Задачи: стабилизация материальных и информационных потоков между объединенными отделениями; распределение сырьевых, энергетических и трудовых ресурсов. Признак (3-го) организационно-технологического уровня объединенное отделение. Задачи: оптимизация аппаратного оформления и минимизация производственного цикла. Нижним (1-м) уровнем является номенклатурный уровень. Его характерные признаки: продукт одного вида или одна технологическая стадия. Основные задачи: расширение набора марок одного химического продукта или варьирование мощности технологической стадии. Функционирование данного уровня обеспечивается технологической гибкостью, которая определяется способностью на имеющемся оборудовании выполнять несколько технологических задач за счет гибких технологических способов получения заданных веществ (по номенклатуре) или при незначительных затратах на переналадку оборудования (остановка на промывку, перекоммутация

трубопроводов и прочие операции). Наибольший интерес для нас представляет (2-й) производственно-технологический уровень. Его характерный признак - многоассортиментное производство. Задачи: оптимальное использование полупродуктов и общих исходных реагентов; использование элементов гибкости с целью расширения производственных групп по наименованиям; варьирование мощности всего технологического процесса. Этот подход применен нами для разработки блок-схемы гибкого двухпродуктового производства гипофосфита и фосфита натрия. Разрабатываемое производство является основным узлом для полного комплекса переработки фосфорного шлама (рис. 1). Входящие в этот комплекс индивидуальные химико-технологические производства двухосновный фосфит свинца и фосфористой кислоты используют в качестве сырья фосфит натрия, получаемый в гибком производстве. Для обоснования целесообразности объединения в гибкую схему необходимо провести анализ действующих индивидуальных производств с целью выделения групп технологий, которые целесообразно организовывать по гибкому принципу. Первым этапом этого анализа является декомпозиция рассматриваемого ассортимента на основе иерархического подхода по двум основным признакам: по технологическому и химическому сходству. Каждый из перечисленных признаков имеет свои уровни градации. Так, технологическое сходство подразделяется на сходство способов подготовки сырья (растворение, фильтрация, дробление и т.д.), способов производства (тип превращения сырья в целевой продукт, однотипность технологических операций и используемого оборудования), способов фасовки. Химическое сходство определяется, прежде всего, принадлежностью соединений к одному и тому же классу (кислота, основание, соль, эфир и т.д.), внутри которого выделяются подуровни на основании физико-химических свойств соединений данного класса. Например, соли группируются по характеру кислотного остатка (нитраты, сульфаты, фосфаты и т.д.). Рассматриваемые нами производства фосфита и гипофосфита натрия соответствуют обоим признакам теории гибких ХТС, то есть имеют технологическое и химическое сходство. Это позволило нам провести синтез гибкой двухпродуктовой схемы (рис. 5). Разработанная оптимальная схема включает 23 химико-технологических блока: 9 совмещенных блоков, в которых производятся операции связанные как с производством фосфита натрия, так и гипофосфита натрия (сплошная линия); 3 блока, относящихся только к производству фосфита натрия (точечная линия); 11 блоков, относящихся только к производству гипофосфита натрия (пунктирная линия). Для перехода с продукта на продукт в схему включены 2 гибких узла переключения (ГУП-1 и ГУП-2). В узле ГУП-1 возможно переключение потоков: либо направляя натриевую щелочь (заданной концентрации) со стадии (4) сразу в реактор (1) при производстве фосфита натрия, либо на стадию (6) для смешивания с гидроокисью кальция при производстве гипофосфита натрия. После реактора (1) в узле ГУП-2 осуществляется переключение на стадию (10)

для отфильтровывания полученной реакционной смеси в случае получения фосфита натрия, либо переключение осуществляется на стадию (2), где происходит доразложение фосфорного шлама и смешение с маточным раствором при получении гипофосфита натрия. Гибкие узлы переключения позволяют проводить выпуск целевых продуктов при минимальных управляющих воздействиях. Рис. 5 - Гибкая схема производства фосфита и гипофосфита кальция. Разработанная гибкая схема (рис. 5) занесена в CALS-проект (рис. 6) со всеми технологическими характеристиками, чертежами используемого оборудования и др. Каждый элемент оборудования, занесенный в информационную CALS-систему, имеет один из трех идентификационных признаков: аппарат, используемый только для получения фосфита натрия; аппарат для получения гипофосфита натрия; аппарат, который возможно использовать для получения фосфита и гипофосфита натрия. В пилотный CALS-проект занесены чертежи всех технологических аппаратов, входящих в блок-схему (рис.6). При необходимости можно отдельно рассмотреть чертеж, интересующего элемента в подкатегории №12 «Данные для расчета, конструирования и производственного применения». Например, в подкатегории №12.01 (Реактор) имеются чертежи реактора, инструкция по эксплуатации, сертификаты соответствия и др. Рис. 6 - Элемент CALS-проекта «Исходные данные на проектирование» (Гибкая схема производства фосфита и гипофосфита натрия). Разработка конструкторской документации проводилась с применением специализированного программного обеспечения для автоматизированного проектирования «AutoCAD». Для удобства хранения и сокращения времени поиска, некоторые крупные чертежи и блок-схемы были переведены в PDF-файлы (рис. 6). Этот же прием использовался для хранения крупных текстовых документов подготовленных в редакторе Word. Современный уровень разработки инновационной продукции тесно связан с CALS-технологиями, то есть с использованием единого информационного пространства на всех этапах жизненного цикла продукции – от проектирования и эксплуатации до утилизации. Внедрение информационных CALS-технологий для проектирования гибкого производства фосфита и гипофосфита натрия позволяет получить продукцию не только с высокими техническими характеристиками, но и обеспечить полное послепродажное сопровождение, включая документацию в электронном виде.