

ЭКСТРАКЦИОННАЯ ФОСФОРНАЯ КИСЛОТА ИЗ МЫТОГО, ОБОЖЖЕННОГО ФОСКОЦЕНТРАТА ЦЕНТРАЛЬНЫХ КЫЗЫЛКУМОВ

Волынскова Надежда Владимировна

*начальник технического отдела АО "Аммофос-Махат"
Узбекистан, г. Алмалык*

Меликулова Гавхар Эшбоевна

*старший преподаватель Ташкентского химико-технологического института
Узбекистан, г. Ташкент*

Усманов Илхам Икрамович

*ведущий научный сотрудник Ташкентского химико-технологического института
Узбекистан, г. Ташкент*

Мирзакулов Холтура Чориевич

*профессор Ташкентского химико-технологического института
Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: khchmirzakulov@mail.ru*

EXTRACTION PHOSPHORIC ACID FROM WASHED, BURNED PHOSCONCENTRATE OF CENTRAL KYZYLKUMOV

Nadejda Volinskova

*head of technical department JC "Amofos-Maxam"
Uzbekistan, Almalik*

Gavkhar Melikulova

*senior teacher of Tashkent institute of chemical technology
Uzbekistan, Tashkent*

Ilkham Usmanov

*leading researcher of Tashkent institute of chemical technology,
Uzbekistan, Tashkent*

Kholtura Mirzakulov

*professor of Tashkent institute of chemical technology,
Uzbekistan, Tashkent*

АННОТАЦИЯ

Приведены результаты сравнительных анализов химического состава и технологических показателей производства экстракционной фосфорной кислоты. Показано, что оптимальными условиями получения экстракционной фосфорной кислоты с содержанием 18,5-20% P₂O₅ являются температура 85-90°C, соотношение Ж:Т = 2,5-3,5 и содержание свободной SO₃ 1,5-2,5%.

ABSTRACT

Results of comparative analyses of a chemical compound and technological exponents of manufacture extraction phosphoric acid are resulted. It is shown, that optimum conditions of reception extraction phosphoric acid with the content of 18,5-20% P₂O₅ are temperature 85-90°C, ratio L:H = 2,5-3,5 and the content free SO₃ 1,5-2,5%.

Ключевые слова: апатит, фосфориты Каратау, мытый, обожженный фоскоконцентрат, технологические параметры, серная кислота, концентрация, температура, фильтрация.

Keywords: apatite, Karatau phosphorites, washed, calcined phosphate concentrate, technological parameters, sulfuric acid, concentration, temperature, filtration.

Введение. Узбекистан является агропромышленной страной с развитым сельским хозяйством. Для обеспечения сельхозпроизводителей в республике действует ряд крупных предприятий, производящих азотные, калийные и фосфорные удобрения. Если азотными и калийными удобрениями потребители обеспечены полностью, то обеспеченность фосфорными удобрениями не превышает 35%. Основная причина - недостаток качественного фосфатного сырья. Поставляемый на заводы мытый обожженный фосконцентрат (МОФК) Центральных Кызылкумов (ЦК) отличается высоким кальциевым модулем $2 \pm 0,1$, содержит до 17% свободного оксида кальция, что требует большого расхода серной кислоты и способствует повышению на 10-20°C температуры в экстракторе и коррозионной активности фосфорной кислоты [2-4].

Для получения фосфорных и фосфорсодержащих удобрений необходима экстракционная фосфорная кислота (ЭФК) [1]. АО «Аммофос-Максам» является самым крупным потребителем МОФК ЦК. В ходе освоения производства ЭФК из МОФК выяснилось, что это сырье как и термоконцентрат является весьма проблематичным. В связи с этим были проведены промышленные испытания по переработке МОФК ЦК на ЭФК дигидратным способом.

Одними из важнейших характеристик производства ЭФК являются химический состав кислоты, $K_{разл.}$, $K_{отм.}$, $K_{вых.}$, скорости фильтрации пульпы по раствору и сухому осадку, показывающие степень извлечения фосфора из фосфатного сырья и

распределение других элементов в различных фазах производственного процесса. В связи с этим изучено влияние основных технологических параметров на производство ЭФК, получаемой при сернокислотной переработке МОФК ЦК.

Разложение МОФК серной и оборотной ЭФК проводили при температурах 85, 90 и 95°C, соотношении жидкой и твердой фазы (Ж:Т) 2,5, 3,0 и 3,5 и содержании свободного SO_3 1,5, 2,5 и 3,5%. Продолжительность контактирования компонентов реакционной массы 30 минут. Изучено влияние технологических параметров на химический состав и технологические показатели ЭФК с концентрацией 18,5; 20,0% P_2O_5 . Обработка полученных экспериментальных данных показала, что в случае постоянства двух параметров из трех при получении ЭФК из МОФК с концентрациями 18,5-20,0% P_2O_5 с увеличением Ж:Т от 1,5 до 3,5 температуры от 85 до 95°C и количества свободного SO_3 от 1,5 до 3,5 % наблюдается тенденция некоторого роста содержания P_2O_5 в кислоте.

В ЭФК с расчетной концентрацией 18,5% P_2O_5 из МОФК наибольшее количество P_2O_5 содержится, в основном при содержании в пульпе 1,5% свободного SO_3 при любых значениях остальных двух параметров (табл. 1).

При Ж:Т 3,0 и температуре 85-90°C оптимальным является содержание 3,5% свободного SO_3 , а для Ж:Т=3,5 и температуре 95°C содержание P_2O_5 в пульпе практически одинаково.

Таблица 1.

Влияние технологических параметров на химический состав ЭФК с концентрацией 18,5% P_2O_5

Ж:Т	Т, °С	$SO_{3\text{своб.}}$, %	Химический состав ЭФК, масс. %						
			P_2O_5	SO_3	CaO	MgO	Al_2O_3	Fe_2O_3	F
2,5	85	1,5	18,38	4,54	0,22	0,78	1,19	0,54	1,45
2,5	85	2,5	17,69	2,50	0,23	0,73	1,15	0,61	1,51
2,5	85	3,5	18,11	3,52	0,27	0,83	1,14	0,62	2,12
2,5	90	1,5	18,47	4,78	0,22	0,72	1,15	0,58	1,87
2,5	90	2,5	18,30	2,55	0,40	0,73	1,19	0,55	1,51
2,5	90	3,5	18,33	3,62	0,32	0,71	1,14	0,53	1,74
2,5	95	1,5	18,79	4,67	0,23	0,76	1,24	0,51	2,18
2,5	95	2,5	18,88	2,63	0,23	0,77	1,19	0,51	1,89
2,5	95	3,5	18,68	3,72	0,23	0,80	1,16	0,61	1,53
3,0	85	1,5	18,58	4,46	0,23	0,73	1,23	0,64	2,07
3,0	85	2,5	18,55	2,63	0,29	0,75	1,26	0,63	1,82
3,0	85	3,5	18,17	3,46	0,30	0,76	1,16	0,54	1,82
3,0	90	1,5	18,03	4,54	0,22	0,74	1,20	0,59	2,11
3,0	90	2,5	18,83	2,61	0,25	0,83	1,17	0,51	2,08
3,0	90	3,5	18,35	3,68	0,23	0,74	1,24	0,54	1,99
3,0	95	1,5	18,29	4,47	0,22	0,75	1,23	0,58	1,90
3,0	95	2,5	18,30	2,53	0,30	0,74	1,17	0,54	1,59
3,0	95	3,5	19,00	3,77	0,32	0,74	1,23	0,64	1,97
3,5	85	1,5	18,36	4,59	0,22	0,79	1,15	0,61	2,05
3,5	85	2,5	18,70	2,63	0,36	0,82	1,21	0,65	1,91
3,5	85	3,5	18,07	3,79	0,31	0,80	1,13	0,54	2,09
3,5	90	1,5	18,32	4,60	0,22	0,77	1,17	0,58	1,53

3,5	90	2,5	19,06	2,72	0,30	0,79	1,18	0,64	2,12
3,5	90	3,5	18,49	3,74	0,29	0,77	1,19	0,53	2,07
3,5	95	1,5	18,80	4,86	0,23	0,82	1,16	0,53	2,00
3,5	95	2,5	19,20	2,71	0,32	0,85	1,26	0,64	1,75
3,5	95	3,5	18,60	3,80	0,30	0,75	1,15	0,64	1,63

В ЭФК из МОФК с расчетной концентрацией 20,0% P₂O₅ отличие в том, что при 90°C и Ж:Т=3,0 при всех значениях свободного SO₃ количество P₂O₅

практически одинаково, а при Ж:Т=3,5 и температуре 95°C оптимальным является наличие 1,5 и 3,5% свободного SO₃ (табл. 2).

Таблица 2.

Влияние технологических параметров на химический состав ЭФК с концентрацией 20,0% P₂O₅

Ж:Т	Т, °С	SO ₃ своб., %	Химический состав ЭФК, масс. %						
			P ₂ O ₅	SO ₃	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	F
2,5	85	1,5	19,28	4,52	0,24	0,75	1,19	0,57	2,00
2,5	85	2,5	20,37	2,54	0,45	0,84	1,28	0,55	1,76
2,5	85	3,5	20,05	3,46	0,35	0,83	1,26	0,57	1,77
2,5	90	1,5	20,25	4,67	0,25	0,82	1,33	0,66	1,67
2,5	90	2,5	19,99	2,50	0,39	0,84	1,31	0,54	2,03
2,5	90	3,5	19,80	3,72	0,34	0,90	1,34	0,61	1,59
2,5	95	1,5	20,36	4,55	0,25	0,84	1,36	0,70	1,72
2,5	95	2,5	19,99	2,69	0,28	0,80	1,31	0,65	2,26
2,5	95	3,5	19,71	3,47	0,34	0,77	1,23	0,55	1,83
3,0	85	1,5	19,42	4,46	0,24	0,89	1,24	0,53	2,24
3,0	85	2,5	20,05	2,52	0,46	0,85	1,29	0,59	2,14
3,0	85	3,5	20,24	3,59	0,36	0,90	1,26	0,68	2,27
3,0	90	1,5	19,76	4,85	0,24	0,81	1,24	0,57	1,75
3,0	90	2,5	20,31	2,66	0,29	0,84	1,27	0,64	1,79
3,0	90	3,5	20,59	3,46	0,26	0,87	1,37	0,65	2,38
3,0	95	1,5	19,71	4,38	0,24	0,82	1,29	0,53	2,17
3,0	95	2,5	20,69	2,68	0,39	0,87	1,39	0,58	2,13
3,0	95	3,5	20,31	3,55	0,33	0,90	1,29	0,66	2,18
3,5	85	1,5	20,02	4,51	0,24	0,81	1,32	0,56	2,21
3,5	85	2,5	19,82	2,50	0,46	0,77	1,28	0,66	1,64
3,5	85	3,5	20,54	3,70	0,35	0,91	1,36	0,71	2,11
3,5	90	1,5	19,64	4,53	0,24	0,83	1,26	0,61	2,18
3,5	90	2,5	20,69	2,61	0,48	0,82	1,40	0,70	1,65
3,5	90	3,5	20,79	3,68	0,35	0,80	1,40	0,56	1,93
3,5	95	1,5	20,36	4,64	0,25	0,83	1,32	0,71	1,67
3,5	95	2,5	19,71	2,51	0,26	0,77	1,32	0,60	1,72
3,5	95	3,5	20,27	3,55	0,28	0,79	1,27	0,62	1,99

Для каждого из значений Ж:Т=2,5; 3,0 и 3,5 и температурах, соответственно, 90 и 95°C, 85 и 90°C и 85°C концентрации P₂O₅ в получаемой ЭФК практически не отличаются между собой. При Ж:Т=2,5, температуре 85°C максимальные концентрации кислоты достигаются при количествах свободного SO₃ 1,5 и 3,5% (18,38% и 18,11% P₂O₅, соответственно). Для температуры 95°C и Ж:Т=3,0 максимальная концентрация кислоты достигается при содержании 3,5% свободного SO₃. При Ж:Т=3,5 и температурах 90 и 95°C для получения кислоты максимальной концентрации количество свободного SO₃ должно быть 1,5%.

При получении ЭФК с расчетной концентрацией 20% P₂O₅ при Ж:Т=2,5 и температурах 90-95°C, при всех значениях свободного SO₃ получаются практически равные концентрации кислоты (19,99-20,25 и 19,71-20,36% P₂O₅, соответственно).

Полученные ЭФК из МОФК были проанализированы также на содержание оксидов кальция, магния, алюминия, железа, а также фтора.

Результаты химического анализа показали, что содержание указанных оксидов колеблется в следующих небольших пределах для ЭФК из МОФК с концентрацией 18,5% и 20,0% P₂O₅ (масс. %): CaO – 0,22-0,48; MgO – 0,70-1,00; Al₂O₃ – 1,11-1,47; Fe₂O₃ – 0,49-0,75; F – 1,43-2,50.

Были также проведены исследования по изучению технологических параметров процесса получения ЭФК из МОФК с концентрацией 18,5% и 20,0% P_2O_5 (табл. 3 и 4). Обработка экспериментальных данных показала, что при получении ЭФК из МОФК с увеличением соотношения Ж:Т от 1,5 до 2,5 температуры от 85 до 95°C и количество свободного SO_3 от 1,5 до 2,5 при постоянстве любых двух параметров происходит некоторое возрастание

$K_{разл.}$, $K_{отм.}$, $K_{вых}$ и скорости фильтрации по раствору и сухому осадку.

Для процесса получения ЭФК из МОФК с концентрацией 18,5% и 20,0% P_2O_5 получены следующие технологические показатели: $K_{разл.}$ - 94,18-98,94%, $K_{отм.}$ - 87,56-99,84%, $K_{вых.}$ - 81,45-96,85%, скорость фильтрации по раствору - 808-2701 $кг/м^2 \cdot ч$, скорость фильтрации по сухому осадку - 411-1580 $кг/м^2 \cdot ч$.

Таблица 3.

Влияние технологических параметров на процесс получения ЭФК с концентрацией 18,5% P_2O_5

Ж:Т	Т, °С	$SO_{3\text{своб.}}$, %	$K_{разл.}$	$K_{отм.}$	$K_{вых.}$	Скорость фильтрации, $кг/м^2 \cdot ч$	
						(р-р)	(с.о.)
2,5	85	1,5	95,79	97,63	93,51	2080	1129
2,5	85	2,5	94,18	96,78	91,15	1185	575
2,5	85	3,5	96,79	97,45	94,32	1645	749
2,5	90	1,5	96,67	97,31	94,07	1687	1078
2,5	90	2,5	97,21	98,14	95,40	1000	522
2,5	90	3,5	96,54	98,44	95,04	1620	670
2,5	95	1,5	98,07	97,53	95,65	1558	872
2,5	95	2,5	97,56	99,16	96,73	623	351
2,5	95	3,5	98,03	98,04	96,11	1191	596
3,0	85	1,5	96,38	97,34	93,82	2224	1473
3,0	85	2,5	96,64	99,01	95,68	2343	944
3,0	85	3,5	97,43	97,22	94,72	2421	1091
3,0	90	1,5	97,14	96,99	94,21	1625	1092
3,0	90	2,5	97,76	98,45	96,25	1609	797
3,0	90	3,5	97,28	99,56	96,85	1807	1104
3,0	95	1,5	97,97	97,98	96,00	1630	894
3,0	95	2,5	97,62	99,04	96,68	1068	566
3,0	95	3,5	97,53	98,84	96,39	1399	906
3,5	85	1,5	96,34	96,31	92,79	2248	1580
3,5	85	2,5	96,70	98,50	95,25	2701	1157
3,5	85	3,5	96,42	98,93	95,39	2664	1301
3,5	90	1,5	97,38	97,72	95,16	2086	1248
3,5	90	2,5	98,22	99,84	98,07	2329	1218
3,5	90	3,5	97,39	99,56	96,96	1889	1440
3,5	95	1,5	97,91	98,42	96,36	1318	999
3,5	95	2,5	98,67	99,72	98,39	1469	920
3,5	95	3,5	98,33	99,34	97,68	1676	1082

Таблица 4.

Влияние технологических параметров на процесс получения ЭФК с концентрацией 20,0% P_2O_5

Ж:Т	Т, °С	SO_3 своб., %	$K_{разл.}$	$K_{отм.}$	$K_{вых.}$	Скорость фильтрации, $кг/м^2 \cdot ч$	
						(р-р)	(с.о.)
2,5	85	1,5	97,00	95,62	92,76	2315	983
2,5	85	2,5	96,37	97,78	94,23	1080	565
2,5	85	3,5	97,65	97,59	95,30	1881	792
2,5	90	1,5	97,27	96,92	94,27	1574	927
2,5	90	2,5	95,64	98,60	94,30	1063	456
2,5	90	3,5	98,42	97,82	96,28	1308	704
2,5	95	1,5	98,36	98,15	96,54	1136	893
2,5	95	2,5	96,42	98,56	95,03	659	337

2,5	95	3,5	98,54	98,37	96,93	1131	503
3,0	85	1,5	97,47	96,40	93,96	2506	1253
3,0	85	2,5	95,58	97,75	93,43	2237	860
3,0	85	3,5	97,20	97,96	95,22	2024	974
3,0	90	1,5	98,29	98,59	96,91	1976	1060
3,0	90	2,5	96,82	99,78	96,61	1390	724
3,0	90	3,5	98,19	98,11	96,33	1706	1045
3,0	95	1,5	98,67	97,31	96,02	1296	942
3,0	95	2,5	98,56	99,58	98,15	910	584
3,0	95	3,5	98,63	98,75	97,40	1271	753
3,5	85	1,5	97,93	97,31	95,30	2205	1297
3,5	85	2,5	97,89	98,42	96,34	3217	1236
3,5	85	3,5	97,34	98,30	95,68	2432	1215
3,5	90	1,5	98,70	97,39	96,13	1776	964
3,5	90	2,5	97,89	99,34	97,24	2371	1340
3,5	90	3,5	98,37	99,96	98,32	1677	1263
3,5	95	1,5	98,94	98,75	97,70	1621	1081
3,5	95	2,5	97,42	99,60	97,03	1242	913
3,5	95	3,5	98,39	99,94	98,34	1352	849

Необходимо отметить, что полученные технологические показатели являются адекватными результатам экспериментов по влиянию технологических параметров на химический состав получаемых ЭФК.

Таким образом, проведенные исследования показали, что оптимальными технологическими параметрами, позволяющими из фосфатного сырья ЦК получать ЭФК максимальной концентрации

являются температура 85-90°C, соотношение Ж:Т=2,5-3,5 и содержание свободного SO₃ 1,5-2,5%.

Дальнейшее повышение соотношения жидкой и твердой фаз и температуры свыше 90°C является нецелесообразным, т.к. это требует больших энергетических затрат для достижения высокой температуры и упаривания влаги в процессе получения удобрений на основе ЭФК.

Список литературы:

1. КSt 6.6-043:2018. Кислота ортофосфорная экстракционная. –Алмалык: АО «Аммофос-Максам», 2018. 6 с.
2. O'z DSt 2825:2014. Фосфоритная продукция Ташкура. Общие технические условия. – Ташкент, 2014. 7 с.
3. Волынскова Н.В., Мирзакулов Х.Ч. Проблемы коррозии при производстве экстракционной фосфорной кислоты из термоконцентрата Центральных Кызылкумов. // Высокие технологии и перспективы интеграции образования, науки и производства: Тр. Межд. науч.-техн. конф. Т. 2. –Ташкент, 2006. - С. 318-320.
4. Волынскова Н.В., Садыков Б.Б., Мирзакулов Х.Ч. Снижение негативного влияния свободного оксида кальция в термоконцентрате Центральных Кызылкумов при производстве экстракционной фосфорной кислоты. // Современные технологии переработки местного сырья и продуктов. Тр. Респ. науч.-техн. конф. 23-24 октября 2007. -Ташкент, 2007. - С. 183-184.