

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ОБОГАЩЕНИЯ МЫТОГО ОБОЖЖЕННОГО ФОСКОЦЕНТРАТА ЦЕНТРАЛЬНЫХ КЫЗЫЛКУМОВ ЭКСТРАКЦИОННОЙ ФОСФОРНОЙ КИСЛОТОЙ

Умаров Шавкат Исомиддинович

*ст. преподаватель Джизакского государственного педагогического института,
Республика Узбекистан, г. Джизак
E-mail: <mailto:sherzod0108@mail.ru>*

Нуриддинов Уктам Бахриддинович

*преподаватель Джизакского государственного педагогического института,
Республика Узбекистан, г. Джизак*

Усманов Илхам Икрамович

*ст. науч. сотр. Ташкентского химико-технологического института,
Республика Узбекистан, г. Ташкент*

Мирзакулов Холтура Чориевич

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

RESEARCH OF THE PROCESS OF ENRICHMENT WASHED BURNED PHOSCONCENTRATE OF CENTRAL KYZYLKUM EXTRACTION PHOSPHORIC ACID

Shavkat Umarov

*senior teacher of Jizak State pedagogical institute,
Republic of Uzbekistan, Jizak*

Uktam Nuriddinov

*teacher of Jizak State pedagogical institute,
Republic of Uzbekistan, Jizak*

Ilham Usmanov

*senior scientific employee of Tashkent institute of chemical technology
Republic of Uzbekistan, Tashkent*

Kholtura Mirzakulov

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

АННОТАЦИЯ

Приведены результаты исследований по обогащению мытого обожженного фоскоцентра Центральных Кызылкумов экстракционной фосфорной кислотой. Исследовано влияние соотношения фоссырья – ЭФК – от 1:3 до 1:8 на состав сгущенного осадка и суспензии и показано, что с увеличением доли ЭФК при обогащении в сгущенном осадке снижается содержание $P_2O_{5\text{общ}}$ и CaO. Кальциевый модуль при этом повышается с 1,51 до 1,98. Оптимальным соотношением является 1:6, при котором не наблюдается извлечение P_2O_5 в раствор обогащения, а содержание CaO максимально. Разработана технологическая схема обогащения фосфорита ЭФК и переработки растворов обогащения.

ABSTRACT

Results of researches on enrichment washed burnt phosconcentrate of the Central Kyzylkum with extraction phosphoric acid are presented. Parity influence phosraw materials is investigated: EPA ratio from 1:3 to 1:8 on the composition of the condensed deposit and suspension was studied, and it was shown that with an increase in the proportion of EPA during enrichment in the condensed precipitate, the $P_2O_{5\text{total}}$ and CaO content decreases. The calcium module increases from 1.51 to 1.98. The optimum ratio is 1:6, at which P_2O_5 extraction into the enrichment solution is not observed, and

the CaO content is maximum. Development technological scheme of enrichment of phosphorite EPA and processing of enrichment solutions.

Ключевые слова: мытый обожженный фосконцентрат, экстракционная фосфорная кислота, сгущенный осадок, декантация, кальциевый модуль.

Keywords: washed burnt phosphonate, extraction phosphoric acid, the condensed deposit, decantation, calcium module.

Фосфорная промышленность Узбекистана базируется на переработке местных фосфоритов Центральных Кызылкумов [2; 9]. На предприятия поступает мытый обожженный фосконцентрат (МОФК) Центральных Кызылкумов (ЦК) с содержанием P_2O_5 не менее 26,0% P_2O_5 [13]. Отличительной особенностью МОФК от других видов фосфатного сырья является высокий кальциевый модуль (1,9-2,1) и наличие в его составе до 17% свободного оксида кальция. При производстве экстракционной фосфорной кислоты свободный оксид кальция способствует повышению температуры процесса разложения в экстракторе до 95-100°C и выше, что активизирует коррозионную способность фосфорной кислоты и приводит к образованию агломератов полугидрата сульфата кальция, забивающих экстрактор [3].

Исследованиям процессов обогащения фосфоритов ЦК посвящено множество публикаций [1; 8; 11; 12]. Все работы в основном проводились с фосфатной рудой, использованием минеральных и органических кислот, образованием многоатомных растворов обогащения и не нашли применения в промышленных условиях. Поэтому наши исследования направлены на обогащение МОФК, поставляемые объемы которого в несколько раз меньше добываемой руды.

Для исследований использовали МОФК состава (масс. %): 26,20 P_2O_5 , 57,70 $CaO_{\text{общ.}}$, 17,02 $CaO_{\text{св.}}$, кальциевый модуль 2,202 и экстракционную фосфорную кислоту состава (масс. %): P_2O_5 – 17,98; CaO – 0,31; MgO – 1,12; Fe_2O_3 – 0,93; Al_2O_3 – 1,36; SO_3 – 2,32; F – 1,25. Процесс обогащения проводили при 25°C и продолжительности выщелачивания 30 минут. Химический анализ исходных, промежуточных и конечных продуктов проводили известными методами [7; 8; 14].

Проведенные ранее исследования показали возможность обогащения МОФК растворами ЭФК при соотношении МОФК:ЭФК = 1:(5-8) и получении обогащенного фосконцентрата с кальциевым модулем 1,6 [5; 6; 10]. Для разделения жидкой и твердой фаз использована фильтрация. Процесс фильтрации больших объемов пульпы обогащения весьма затруднительный. Поэтому дальнейшие исследования проводили в условиях, близких к промышленным, с использованием для разделения фаз метода декантации. Исследовано влияние соотношения МОФК:ЭФК от 1:3 до 1:8 на процесс обогащения с разделением пульпы обогащения на сгущенный осадок крупной фракции МОФК и суспензию ЭФК и мелких частиц методом декантации. Полученные результаты приведены в таблице 1.

Таблица 1.

Влияние соотношения МОФК:ЭФК на химический состав сгущенного осадка

| № | МОФК:ЭФК | Состав сгущенного осадка, масс. % | | | | | |
|---|----------|-----------------------------------|-------------------------|-------|------|------------------|---------------|
| | | $P_2O_5_{\text{общ.}}$ | $P_2O_5_{\text{водн.}}$ | CaO | MgO | H ₂ O | CaO/ P_2O_5 |
| 1 | 1:3,0 | 26,22 | 7,60 | 28,12 | 0,61 | 29,88 | 1,51 |
| 2 | 1:4,0 | 25,27 | 8,84 | 24,91 | 0,66 | 32,85 | 1,52 |
| 3 | 1:5,0 | 24,79 | 9,62 | 23,51 | 0,72 | 34,37 | 1,55 |
| 4 | 1:6,0 | 24,75 | 9,86 | 23,97 | 0,80 | 34,90 | 1,61 |
| 5 | 1:7,0 | 24,20 | 9,91 | 25,01 | 0,90 | 37,61 | 1,75 |
| 6 | 1:8,0 | 22,70 | 9,95 | 25,25 | 1,02 | 43,30 | 1,98 |

Увеличение доли экстракционной фосфорной кислоты приводит к снижению P_2O_5 с 26,22% до 22,70% в сгущенном осадке. При этом водная форма P_2O_5 повышается с 7,60% до 9,95%, а содержание CaO с 28,12% снижается до 23,51-23,97% при соотношении МОФК:ЭФК 1:(5-6) и затем повышается до 25,25% при соотношении 1:8.

В таблице 2 приведены данные изменения состава суспензии в зависимости от изменения соотношения МОФК:ЭФК.

Содержание общей формы P_2O_5 повышается с 17,69% при соотношении МОФК:ЭФК = 1:3 до 18,62% при соотношении МОФК:ЭФК = 1:6 и затем снижается до 17,81% соотношении МОФК:ЭФК = 1:8. При этом содержание $CaO_{\text{общ.}}$ снижается с 9,15% до 4,96%. Причем при соотношении

Таблица 2.

Влияние соотношения МОФК:ЭФК на химический состав суспензии

| № | МОФК:ЭФК | Состав суспензии, масс. % | | | | |
|---|----------|------------------------------------|--------------------------------------|------|------|------------------|
| | | P ₂ O ₅ общ. | P ₂ O ₅ сводн. | CaO | MgO | H ₂ O |
| 1 | 1:3,0 | 17,69 | 14,23 | 9,15 | 0,68 | 54,50 |
| 2 | 1:4,0 | 18,17 | 15,36 | 7,96 | 0,49 | 61,47 |
| 3 | 1:5,0 | 18,28 | 15,91 | 6,87 | 0,37 | 62,10 |
| 4 | 1:6,0 | 18,62 | 16,08 | 7,81 | 0,28 | 56,95 |
| 5 | 1:7,0 | 18,07 | 16,39 | 6,07 | 0,23 | 57,49 |
| 6 | 1:8,0 | 17,81 | 17,23 | 4,96 | 0,20 | 61,17 |

МОФК:ЭФК от 1:4 до 1:6 содержание CaO практически не изменяется и составляет 6,73-7,96%. Снижение CaO при соотношениях 1:7 и меньше объясняется разубоживанием раствора. Это подтверждается и снижением CaO в составе жидкой фазы, полученной после фильтрации суспензии (табл. 3).

Увеличение содержания P₂O₅ общ. в жидкой фазе при соотношениях МОФК:ЭФК свыше 1:6 объясняется разложением МОФК с выделением в раствор фосфорной кислоты. Оптимальным параметром обогащения МОФК экстракционной фосфорной кислотой является соотношение МОФК:ЭФК =1:6. При этом не наблюдается извлечения P₂O₅ в растворы обогащения, а содержание CaO максимальное.

Таблица 3.

Влияние соотношения МОФК:ЭФК на химический состав осветленной жидкой фазы суспензии

| № | МОФК:ЭФК | Состав осветленной жидкой фазы, масс. % | | | |
|---|----------|---|--------------------------------------|------|------|
| | | P ₂ O ₅ общ. | P ₂ O ₅ сводн. | CaO | MgO |
| 1 | 1:6,0 | 17,67 | 17,30 | 2,44 | 0,30 |
| 2 | 1:7,0 | 18,31 | 17,59 | 1,88 | 0,21 |
| 3 | 1:8,0 | 19,00 | 17,88 | 1,35 | 0,12 |

Изучены реологические свойства суспензии и осветленной части суспензии после обогащения МОФК экстракционной фосфорной кислотой и де-

кантации. Для исследования использовали суспензию, полученную при соотношении МОФК:ЭФК = 1:6. Полученные результаты приведены в таблице 4.

Таблица 4.

Влияние температуры на изменения плотности и вязкости суспензии и осветленной части суспензии при обогащении МОФК экстракционной фосфорной кислотой

| № | Раствор обогащения | Плотность, г/см ³ | | | | Вязкость, сПа | | | |
|---|-----------------------------|------------------------------|-------|-------|-------|---------------|-------|-------|-------|
| | | 20°C | 40°C | 60°C | 80°C | 20°C | 40°C | 60°C | 80°C |
| 1 | Суспензия | 1,322 | 1,308 | 1,295 | 1,283 | 5,072 | 3,190 | 2,020 | 1,540 |
| 2 | Осветленная часть суспензии | 1,240 | 1,232 | 1,225 | 1,218 | 3,010 | 1,980 | 1,490 | 1,210 |

Из таблицы видно, что плотность осветленной части с повышением температуры снижается с 1,240 г/см³ при 20°C до 1,218 г/см³ при 80°C. Зависимость изменения плотности от температуры имеет прямолинейный характер. Аналогичная закономерность наблюдаются и для суспензии. Плотность суспензии в интервале температур 20-80°C изменяется от 1,322 г/см³ до 1,283 г/см³.

Вязкости осветленной жидкой фазы и суспензии изменяются от 3,010

сПа до 1,210 сПа и от 5,072 сПа и от 5,072 сПа до 1,540 сПа соответственно.

Таким образом, полученные результаты показывают принципиальную возможность обогащения МОФК растворами экстракционной фосфорной кислоты до кальциевого модуля 1,610 в сгущенной части обогащения и разделение жидкой и твердой фаз декантацией.

На основе результатов фосфорнокислотного обогащения МОФК Центральных Кызылкумов разработана принципиальная технологическая схема обогащения и переработки полученного фосконцентрата на экстракционную фосфорную кислоту. Сущность технологического процесса заключается в выщелачивании оксида кальция МОФК Центральных Кызылкумов растворами фосфорной кислоты с получением сгущенного влажного фосконцентрата и раствора обогащения в виде суспензии из экстракционной фосфорной кислоты, мелких частиц МОФК и образующегося дикальцийфосфата. Разделение проводят методом декантации, жидкую фазу перерабатывают на аммофосфат, одинарные фосфорные удобрения или соли фосфорной кислоты технического и кормового назначения. Твердую фазу разлагают серной кислотой в присутствии оборотной фосфорной кислоты с получением продукционной

экстракционной фосфорной кислоты, которую направляют на обогащение новой порции МОФК Центральных Кызылкумов.

Принципиальная технологическая схема фосфорнокислотного обогащения МОФК Центральных

Кызылкумов и переработки фосконцентрата на экстракционную фосфорную кислоту представлена на рисунке 1.

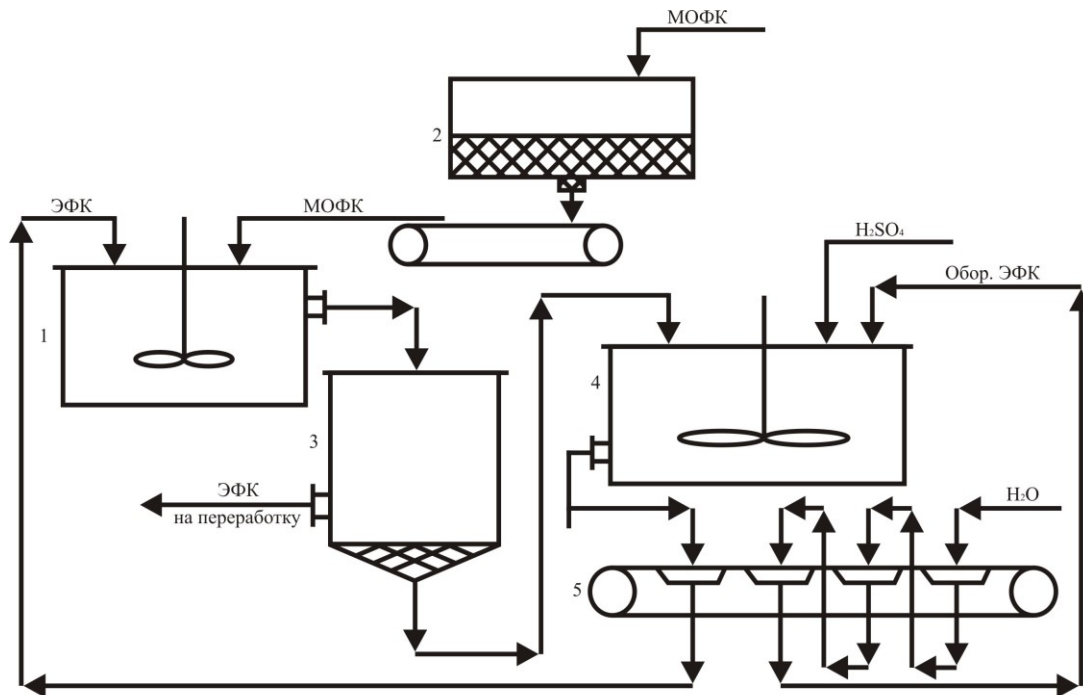


Рисунок 1. Технологическая схема фосфорнокислотного обогащения МОФК и переработки на экстракционную фосфорную кислоту

МОФК пневмотранспортом загружается в приемный бункер дозатора (поз. 2) и поступает в реактор-выщелачиватель (поз. 1), куда одновременно через расходомер поступает производственная экстракционная фосфорная кислота. Из реактора-выщелачивателя пульпа поступает в отстойник (поз. 3) и разделяется на жидкую фазу – суспензию, состоящую из экстракционной фосфорной кислоты, мелких частиц МОФК и дикальцийфосфата, и сгущенную влажную твердую фазу – обогащенный фосконцентрат. Жидкая фаза направляется на переработку, а твердая фаза поступает в экстрактор (поз. 4) на разложение смесью серной и оборотной фосфорной кислот. Образующаяся пульпа подается на вакуумно-фильтровальную установку, разделяется на жидкую – производственную экстракционную фосфорную кислоту – и твердую фазу. Твердая фаза – фосфогипс – промывается водой и выгружается в отвал.

Часть производственной экстракционной фосфорной кислоты и промывные воды в виде оборотной экстракционной фосфорной кислоты возвращаются в экстрактор. Производственная экстракционная фосфорная кислота подается в реактор-выщелачиватель для обогащения МОФК Центральных Кызылкумов.

На рисунке 2 представлена блок-схема фосфорнокислотного обогащения МОФК Центральных Кызылкумов, получения из него экстракционной фосфорной кислоты и дальнейшей переработки растворов обогащения.

На рисунке 3 представлена схема материальных потоков обогащения МОФК экстракционной фосфорной кислотой и материальный баланс с применением фильтрации, а на рисунке 4 – схема материальных потоков и материальный баланс обогащения МОФК экстракционной фосфорной кислотой с концентрацией 18% P_2O_5 с применением для разделения жидкой и твердой фаз обогащения метода декантации.

Для обогащения 1000 кг МОФК необходимо 6000 кг ЭФК (Т:Ж = 1:6). В результате выщелачивания свободного оксида кальция и разделения жидкой и твердой фаз методом декантации образуется 5760 кг суспензии, содержащей 19,98% $P_2O_{5\text{общ}}$. В виде ЭФК, растворенного монокальцийфосфата и мелких частиц фосфорита и 1237 кг сгущенного осадка, содержащего 24,14% $P_2O_{5\text{общ}}$. В виде крупных частиц фосфорита, ЭФК и растворенного монокальцийфосфата. Влажная твердая фаза сгущенного осадка содержит 33,97% CaO и 33,97% $P_2O_{5\text{общ}}$ и имеет кальциевый модуль 1,6039.

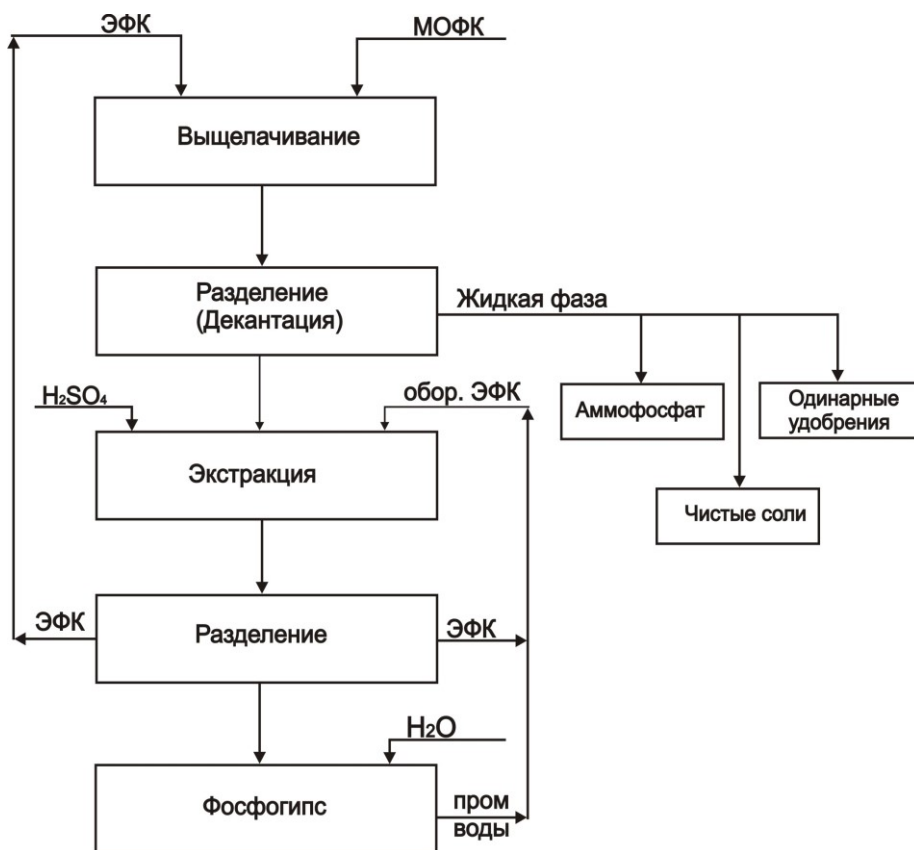


Рисунок 2. Блок-схема фосфорнокислотного обогащения МОФК, получения экстракционной фосфорной кислоты и переработки растворов обогащения

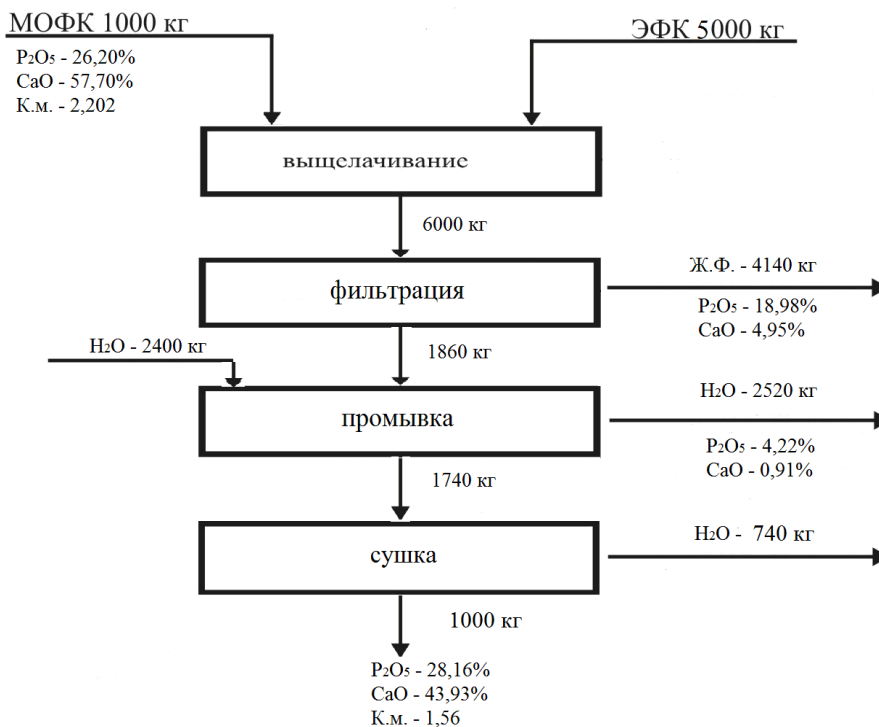


Рисунок 3. Схема потоков и материальный баланс обогащения МОФК экстракционной фосфорной кислотой с применением фильтрации

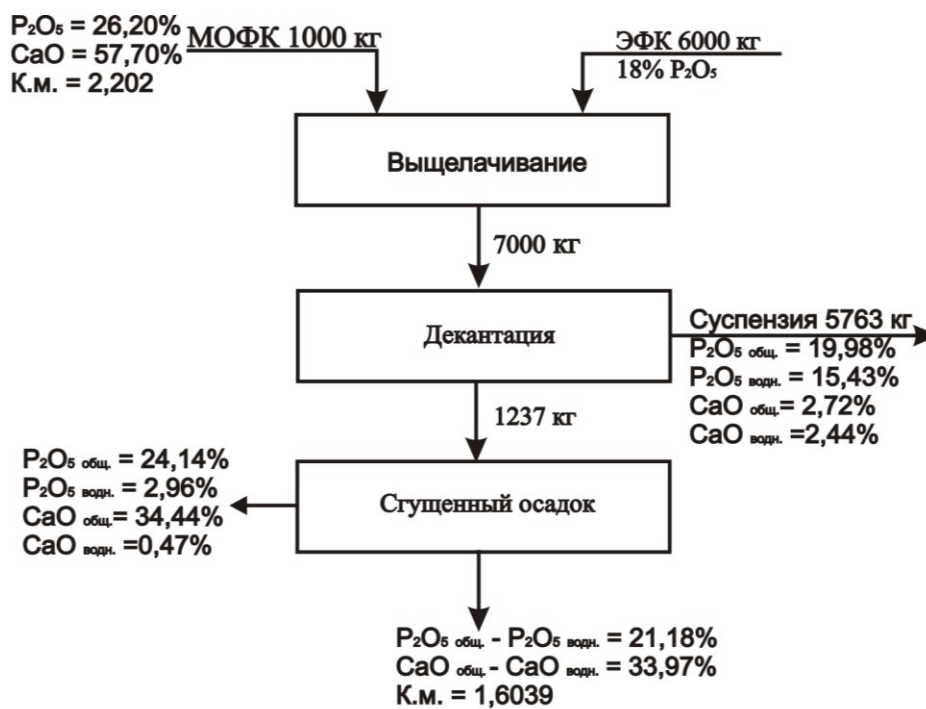


Рисунок 4. Схема потоков и материальный баланс обогащения МОФК экстракционной фосфорной кислотой с применением декантации

Таким образом, проведенные исследования показали принципиальную возможность обогащения МОФК Централных Кызылкумов экстракционной фосфорной кислотой в производственных условиях с получением частично обессульфаченной и обесфто-

ренной экстракционной фосфорной кислоты с улучшенными технологическими показателями, которую можно перерабатывать на концентрированные фосфорсодержащие удобрения и соли фосфорной кислоты технического назначения и кормовой чистоты.

Список литературы:

1. Азотнокислотное обогащение фосфоритов Централных Кызылкумов / З.К. Дехконов, Ш.С. Намазов, Б.Э. Султанов и др. // Химическая технология. Контроль и управление. – 2011. – № 4. – С. 5-11.
2. Беглов Б.М., Намазов Ш.С. Фосфориты Централных Кызылкумов и их переработка. – Ташкент: Ин-т общ. и неорг. химии АН РУз, 2013. – 460 с.
3. Волинскова Н.В. Разработка и усовершенствование технологии производства фосфорной кислоты из фосфоритов Централных Кызылкумов: Дисс. ... д-ра техн. наук. – Ташкент, 2019. – 196 с.
4. Дехканов З.К. Разработка технологии азотнокислотного обогащения фосфоритов Централных Кызылкумов с участием этанола: Дисс. ... канд. техн. наук. – Ташкент: Ин-т общ. и неорг. химии АН РУз, 2016. – 193 с.
5. Исследование процесса переработки фосфорнокислых растворов обогащения фосконцентрата Централных Кызылкумов / Ш.И. Умаров, Г.Э. Меликулова, И.И. Усманов, Х.Ч. Мирзакулов // Universum: Технические науки: электрон. научн. журн. – 2018. – № 6 (51) [Электронный ресурс] –Режим доступа: <http://7universum.com/ru/tech/archive/item/6088> (дата обращения: 12.06.2019).
6. Исследование процесса снижения кальциевого модуля в мытом обожженном фосконцентрате Централных Кызылкумов / Х.Ч. Мирзакулов, Ш.И. Умаров, А.У. Насриддинов, И.И. Усманов // Узбекский химический журнал. – 2015. – № 6. – С. 42-46.
7. Кельман Ф.Н., Бруцкус Е.Б., Ошерович Р.И. Методы анализа при контроле производства серной кислоты и фосфорных удобрений. – М.: Госхимиздат, 1982. – 352 с.
8. Методы анализа фосфатного сырья, фосфорных и комплексных удобрений, кормовых фосфатов / М.М. Винник, Л.Н. Урбанов и др. – М.: Химия, 1975. – 218 с.
9. Мирзакулов Х.Ч. Физико-химические основы и технология переработки фосфоритов Централных Кызылкумов. – Ташкент, 2019. – 416 с.
10. Обогащение мытого обожженного фосконцентрата Централных Кызылкумов растворами фосфорной кислоты / Х.Ч. Мирзакулов, А.У. Насриддинов, Ш.И. Умаров и др. // Узбекский химический журнал. – 2016. – № 2. – С. 62-65.
11. Обогащение фосфоритов Централных Кызылкумов концентрированной азотной кислотой / Б.Э. Султанов, З.М. Турсунова, А.У. Эркаев и др. // Узбекский химический журнал. – 2002. – № 3. – С. 3-7.

12. Обогащение фосфоритов Центральных Кызылкумов растворами уксусной кислоты / У.М. Турдалиев, А.Р. Сейтназаров, Ш.С. Намазов и др. // Химия и химическая технология. – 2012. – № 2. – С. 12-18.
13. O'z DSt 2825:2014. Фосфоритная продукция Ташкура. Общие технические условия. – Ташкент, 2014. – 7 с.
14. Шварценбах Х.Г., Флашка Г. Комплексометрическое титрование. – М.: Химия, 1970. – 360 с.