

**ПОЛУЧЕНИЕ ЭКСТРАКЦИОННОЙ ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ ИЗ СГУЩЕННОГО
ОСАДКА ФОСФОРНОКИСЛОТНОГО ОБОГАЩЕНИЯ ФОСКОНЦЕНТРАТА
ЦЕНТРАЛЬНЫХ КЫЗЫЛКУМОВ**

Умаров Шавкат Исомиддинович

докторант

Ташкентского химико-технологического института,
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: shumarov1981@mail.ru

Волынскова Надежда Владимировна

начальник технического отдела АО "Аммофос-Махам",
Республика Узбекистан, г. Алмалык

Содыков Баходир Багирович

директор по производству АО "Аммофос-Махам",
Республика Узбекистан, г. Алмалык

Мирзакулов Холтура Чориевич

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

Усманов Ильхам Икрамович

старший научный сотрудник

Ташкентского химико-технологического института,
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: ift2015@mail.ru

**OBTAINING EXTRACTION PHOSPHORIC ACID FROM THE THICKENED SEDIMENT
OF PHOSPHORIC ACID ENRICHMENT OF THE PHOSCONCENTRATE
OF CENTRAL KYZYLKUM**

Shavkat Umarov

Doctoral student,

Tashkent institute of chemical technology,
Republic of Uzbekistan, Tashkent

Nadejda Volinskova

Head of technical department JC "Ammofos-Maxam"
Uzbekistan, Almalik

Bakhodir Sodikov

Director for manufacturing JC "Ammofos-Maxam"
Uzbekistan, Almalik

Kholtura Mirzakulov

Professor

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

Ilham Usmanov

Senior scientific employee

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

АННОТАЦИЯ

В статье приведены результаты исследований получения экстракционной фосфорной кислоты из сгущенного осадка, полученного после обработки мытого обожженного фосконцентрата Центральных Кызылкумов экстракционной фосфорной кислотой. Показана возможность улучшения технологических показателей производства. Предварительная обработка мытого обожженного фосконцентрата позволяет снизить кальциевый модуль сырья и, соответственно, норму расхода серной кислоты и выход фосфогипса. Уменьшение содержания свободного оксида кальция в сгущенном осадке мытого обожженного фосконцентрата снижает температуру в экстракторе и коррозионную активность фосфорной кислоты, увеличиваются коэффициенты извлечения отмывки и выхода P_2O_5 .

ABSTRACT

The article presents the results of researcher of obtaining extraction phosphoric acid from a thickened sludge obtained after processing the washed burnt phosconcentrate of Central Kyzylykum with extraction phosphoric acid. The possibility of improving the technological indicators of production is shown. Pretreatment of the washed burnt phosconcentrate reduces the calcium modulus of the raw material and, accordingly, the rate of consumption of sulfuric acid and the yield of phosphogypsum. A decrease in the content of free calcium oxide in the thickened sludge of the washed burnt phosconcentrate reduces the temperature in the extractor and the corrosiveness of phosphoric acid, and the coefficients of the extraction of washing and the yield of P_2O_5 increase.

Ключевые слова: мытый обожженный фосконцентрат, экстракционная фосфорная, серная кислоты, технологические показатели экстракции.

Keywords: washed burnt phosconcentrate, extraction phosphoric acid, sulfuric acid, technological parameters of extraction.

Введение. Сельское хозяйство Узбекистана было односторонним и направлено на выращивание хлопка-сырца. Почвенно-климатические условия большей части орошаемой территории Республики требуют особого внимания к повышению плодородия почв и, прежде всего, усилению подкормки их полноценным питанием - минеральными и органическими удобрениями.

Если азотными и калийными удобрениями республика обеспечивает свои потребности, то в фосфорсодержащих удобрениях осуществляется резкая их нехватка, что объясняется дефицитом фосфатного сырья и низким его качеством. Химическая промышленность производит фосфорсодержащие удобрения, кормовые фосфаты аммония, соли фосфорной кислоты, используя фосфориты Центральных Кызылкумов (ЦК) – единственное фосфатное сырье, добываемое в промышленном масштабе [1, 2, 6, 10]. По своим физико-химическим характеристикам оно относится к высококарбонатным и бедным по P_2O_5 . Для обогащения руды, кроме сухих методов, применяют водную промывку от хлора и термохимическое удаление диоксида углерода. Получаемое сырье – мытый обожженный фосконцентрат (МОФК) содержит 26% P_2O_5 , хлора не более 0,04% и имеет кальциевый модуль $2,0 \pm 0,15$ [4, 12].

Отмывка фосфорита от хлора существенно снижает коррозионную активность фосфорной кислоты, но не решает проблему снижения температуры в экстракторе.

Термодинамическими расчетами установлено, что тепловой эффект взаимодействия МОФК с серной кислотой составляет 938 кДж/кг, из которых на фторкарбонат апатит приходится 47,71% и свободный оксид кальция 45,01% [2].

Установлено также, что свободный оксид кальция легко вступает во взаимодействие с водой, азотной и фосфорной кислотами [8].

Избавившись, даже частично, от свободного оксида кальция в МОФК можно снизить кальциевый модуль и температуру разложения в экстракторе. Исследования по обогащению МОФК экстракционной фосфорной кислотой показали возможность снижения кальциевого модуля с 2,02 до 1,56 и получения сгущенного осадка, пригодного для получения ЭФК [7, 9].

Методы и материалы. Для получения экстракционной фосфорной кислоты (ЭФК) из обогащенного МОФК использовали сгущенный осадок, после отделения жидкой фазы, состава (масс. %): $P_2O_{5\text{общ}}$ – 24,14; $P_2O_{5\text{водн}}$ – 2,96; $CaO_{\text{общ}}$ – 34,44; $CaO_{\text{водн}}$ – 0,47 с кальциевым модулем 1,61, серную кислоту с концентрацией 93%, в качестве оборотной использовали ЭФК.

Важнейшими характеристиками производственного процесса получения ЭФК являются химический состав, скорости фильтрации фосфогипса, а также коэффициенты разложения фоссырья, отмывки фосфогипса и выхода P_2O_5 . Поэтому проведены исследования влияния технологических параметров - температуры, Ж:Т и содержания свободной серной кислоты на технологические показатели производства ЭФК путем разложения сгущенного осадка, полученного при фосфорнокислотном обогащении МОФК ЦК.

Разложение сгущенного осадка обогащения МОФК проводили на лабораторной установке непрерывного действия при температурах 85 и 90°C, соотношении жидкой и твердой фаз 2,5; 3,0; 3,5 и содержании свободной серной кислоты 1,5; 2,5 и 3,5% в пересчет на SO_3 .

Продолжительность процесса разложения составляла 30 минут с учетом получения кислоты концентрации 18% P_2O_5 .

После завершения процесса разложения сгущенного осадка, полученную в дигидратном режиме пульпу фильтровали на вакуум фильтре.

Химический анализ исходных, промежуточных и конечных продуктов проводили известными методами химического анализа [3, 5, 11].

На основе химического анализа твердой и жидкой фаз и полученным результатам рассчитывали коэффициенты разложения, отмывки, извлечения.

Результаты и обсуждения. Результаты исследования по получению ЭФК с содержанием 18% P_2O_5 из сгущенного осадка обогащения МОФК и влияния технологических параметров на химический состав

кислоты приведены в таблице 1. Из таблицы видно, что с увеличением Т:Ж с 2,5 до 3,5 и содержания свободной серной кислоты от 1,5 до 3,5% наблюдается тенденция некоторого роста содержания P_2O_5 .

В кислоте, с расчетной концентрацией 18% P_2O_5 , наибольшее количество P_2O_5 содержится, в основном, при содержании в пульпе 3,5% SO_3 . При Ж:Т = 3,0 и температуре 85°C оптимальным является содержание свободной серной кислоты 2,5% в пересчете на SO_3 , а при Т:Ж = 3,5 - 3,5% SO_3 .

Таблица 1.

Влияние технологических параметров на химический состав ЭФК с содержанием 18% P_2O_5 при температуре 85°C

	Ж:Т	$SO_{3св.}$	Химический состав, масс. %					
			P_2O_5	CaO	MgO	Al_2O_3	Fe_2O_3	F
1	2,5	1,5	18,24	0,21	0,76	1,19	0,57	1,32
2	2,5	2,5	18,31	0,24	0,72	1,28	0,55	1,39
3	2,5	3,5	18,43	0,28	0,81	1,26	0,57	1,42
4	3,0	1,5	18,45	0,22	0,72	1,24	0,53	1,39
5	3,0	2,5	18,56	0,27	0,74	1,29	0,59	1,42
6	3,0	3,5	18,54	0,29	0,75	1,26	0,68	1,39
7	3,5	1,5	18,55	0,21	0,75	1,32	0,56	1,49
8	3,5	2,5	18,68	0,27	0,78	1,28	0,66	1,38
9	3,5	3,5	18,81	0,31	0,80	1,36	0,71	1,31

Повышение температуры с 85°C до 90°C также способствует увеличению концентрации получаемой кислоты (табл. 2).

Оптимальными параметрами получения кислоты при Т:Ж = 3,0 является содержание SO_3 3,5%, тогда как это концентрация P_2O_5 в кислоте достигается при Т:Ж = 3,5 при содержании свободной SO_3 2,5-3,5%.

Содержания в кислоте оксида кальция независимо от технологических параметров процесса составляет 0,21-0,31% при температуре 85°C и 0,23-0,39% при температуре 90°C, оксида магния 0,72-0,81% и 0,78-0,91%, фтора 1,42-2,03% и 1,53-2,04%, соответственно.

Таблица 2.

Влияние технологических параметров на химический состав ЭФК с содержанием 18% P_2O_5 при температуре 90°C

	Ж:Т	$SO_{3св.}$	Химический состав, масс. %					
			P_2O_5	CaO	MgO	Al_2O_3	Fe_2O_3	F
1	2,5	1,5	18,28	0,23	0,83	1,33	0,66	1,42
2	2,5	2,5	18,39	0,38	0,78	1,31	0,54	1,48
3	2,5	3,5	18,73	0,31	0,85	1,34	0,61	1,46
4	3,0	1,5	18,36	0,23	0,89	1,24	0,57	1,39
5	3,0	2,5	18,43	0,33	0,85	1,27	0,64	1,44
6	3,0	3,5	18,79	0,28	0,90	1,37	0,65	1,41
7	3,5	1,5	18,44	0,26	0,83	1,26	0,61	1,37
8	3,5	2,5	18,66	0,39	0,85	1,40	0,70	1,41
9	3,5	3,5	18,85	0,33	0,91	1,40	0,56	1,36

В таблице 3 приведены результаты влияния Ж:Т и SO_3 свободной при температуре 85°C на технологические показатели производства ЭФК. Повышенные Ж:Т с 2,5 до 3,5 и $SO_{3св.}$ с 1,5 до 3,5 способствуют

повышению $K_{разл.}$ и тем больше, чем выше содержание $SO_{3св.}$.

Так при содержании $SO_{3св.}$ 1,5 K_p составляет 95,96 96,64, тогда как при $SO_{3св.}$ 3,5% эти показатели равны 97,26-98,41%.

Таблица 3.

**Влияния технологических параметров на технологические показатели получения ЭФК
с содержанием 18% P₂O₅ при температуре 85°C**

№	Ж:Т	SO _{3св.}	K _{разл.}	K _{отм.}	K _{вых.}	Скорость фильтрации, кг/м ² ·ч	
						р-р	с.о.
1	2,5	1,5	95,96	96,19	92,48	2169	538
2	3,0	1,5	96,12	96,46	93,23	2216	660
3	3,5	1,5	96,64	96,64	93,44	2357	736
4	2,5	2,5	96,42	97,81	94,28	1199	327
5	3,0	2,5	96,64	97,77	93,31	2341	497
6	3,5	2,5	97,89	98,45	96,39	3421	708
7	2,5	3,5	97,26	97,64	95,34	1890	457
8	3,0	3,5	97,71	98,01	96,51	1981	561
9	3,5	3,5	98,41	99,95	97,41	2108	725

Повышенно Ж:Т с 2,5 до 3,5 при содержание SO_{3св.} 1,5% приводит к увеличению K_{отм.} с 96,19% до 96,64% и K_{вых.} с 92,48% до 93,23%. Увеличение содержания свободной кислоты в пересчете на SO₃ до 3,5% повышает K_{отм.} до 97,64 – 99,95% и K_{вых.} до 95,34 – 97,41%.

Скорости фильтрации с увеличением Т:Ж и свободной серной кислоты повышаются и максимальные их значения составляют при 1792 – 1292 кг/м²·ч по сухому остатку и 1981-2351 кг/м²·ч по раствору.

В таблице 4 приведены данные влияния Ж:Т на технологические показатели процесса получения ЭФК при постоянных значениях SO_{3св.}. Увеличение Ж:Т при постоянных значениях SO_{3св.} приводит к повышению всех коэффициентов.

Также наблюдается повышение всех коэффициентов производства ЭФК с повышением содержания свободной кислоты.

Таблица 4.

**Влияния технологических параметров на технологические показатели получения ЭФК
с содержанием 18% P₂O₅ при температуре 90°C**

№	Ж:Т	SO _{3св.}	K _{разл.}	K _{отм.}	K _{вых.}	Скорость фильтрации, кг/м ² ·ч	
						р-р	с.о.
1	2,5	1,5	97,17	96,83	94,22	1568	522
2	3,0	1,5	98,18	97,41	96,88	1783	606
3	3,5	1,5	98,64	98,48	96,17	1981	747
4	2,5	2,5	97,73	98,59	94,28	1588	531
5	3,0	2,5	96,78	99,65	96,57	1794	509
6	3,5	2,5	98,84	99,41	97,32	2178	747
7	2,5	3,5	98,50	97,78	96,31	1327	564
8	3,0	3,5	98,38	98,01	96,42	1683	659
9	3,5	3,5	98,95	99,93	98,28	1841	729

Скорости фильтрации по раствору и сухому остатку повышаются с увеличением Ж:Т и снижаются с увеличением содержания SO_{3св.}

Выводы. Таким образом, проведенные исследование показали возможность повышения технологических показателей производства ЭФК из МОФК

путем использования сгущенного осадке после фосфорнокислотной обработки МОФК.

При этом снижаются температура в экстракторе до нужных 80-85°C, выход фосфогипса и нормы расхода серной кислоты.

Список литературы:

1. Беглов Б.М., Намазов Ш.С. Фосфориты Центральных Кызылкумов и их переработка. Ташкент. - 2013. – 460 с.
2. Волынскова Н.В. Разработка и усовершенствование технологии производства экстракционной фосфорной кислоты из фосфоритов Центральных Кызылкумов. Дисс. ... докт. техн. наук. Ташкент. - 2019. - 196 с.
3. Кельман Ф.Н., Бруцкус Е.Б., Ошерович Р.И. Методы анализа при контроле производства серной кислоты и фосфорных удобрений. –М: Госхимиздат, 1982. 352 с.
4. Кучерский Н.И., Толстов Е.А., Михин О.А., Мазуркевич А.П., Смирнов Ю.М. Комбинированная технология обогащения зернистых фосфоритов. Ж. «Горная промышленность», 2001, № 4. С. 1-4.
5. Методы анализа фосфатного сырья, фосфорных и комплексных удобрений, кормовых фосфатов // М.М. Винник, Л.Н. Урбанов и др. –М.: Химия. 1975. 218 с.
6. Мирзакулов Х.Ч. Физико-химические основы и технология переработки фосфоритов Центральных Кызылкумов. Ташкент. - 2019. – 416 с.
7. Насридинов А.У., Умаров Ш.И., Усманов И.И., Мирзакулов Х.Ч. Обогащение мытого обожженного фосконцентрата Центральных Кызылкумов растворами фосфорной кислоты. Узбекский химический журнал. – Ташкент, 2016. – № 3. – С. 62-65.
8. Умаров Ш.И. Разработка эффективной технологии обогащения фосфоритов Центральных Кызылкумов азотной и фосфорной кислотами. Дисс. ... д.ф.(PhD) по т.н. Ташкент. - 2018. 120 с.
9. Умаров Ш.И., Меликулова Г.Э., Усманов И.И., Мирзакулов Х.Ч. Исследование процесса переработки фосфорнокислых растворов обогащения фосконцентрата Центральных Кызылкумов. Universum: Технические науки: электрон. Научн. журн. 2018. № 6(51). URL: <http://7universum.com/ru/tech/archive/item/6088>.
10. Шамшидинов И.Т. Разработка усовершенствованной технологии производства экстракционной фосфорной кислоты и получения концентрированных фосфорсодержащих удобрений из фосфоритов Каратау и Центральных Кызылкумов. Дисс. ... докт. техн. наук, Ташкент, 2017. - 193 с.
11. Шварценбах Х.Г., Флашка Г. Комплексометрическое титрование. М.: Химия. 1970. 360 с.
12. O'z DSt 2825:2014. Фосфоритная продукция Ташкура. Общие технические условия.