

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ОБОГАЩЕНИЯ МЫТОГО ОБОЖЖЕННОГО
ФОСКОНЦЕНТРАТА ЦЕНТРАЛЬНЫХ КЫЗЫЛКУМОВ АЗОТНОЙ КИСЛОТОЙ
ПРИМЕНИТЕЛЬНО К ПРОИЗВОДСТВЕННЫМ УСЛОВИЯМ**

Умаров Шавкат Исомиддинович

*старший преподаватель Джиззакского государственного педагогического института
Республика Узбекистан, г. Джиззак
E-mail: khchmirzakulov@mail.ru*

Буриева Сарвиноз Алламуродовна

*мл. науч. сотр., НПП "IIm-fan texnologiyalar"
Республика Узбекистан, г. Ташкент*

Меликулова Гавхар Эшбоевна

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

Усманов Илхам Икрамович

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

Мирзакулов Холтура Чориевич

*профессор Ташкентского химико-технологического института
Республика Узбекистан, г. Ташкент*

**RESEARCH OF PROCESS OF ENRICHMENT WASHED BURNT PHOSCONCENTRATE
CENTRAL KYZYLKUM NITRIC ACID WITH REFERENCE TO INDUSTRIAL CONDITIONS**

Shavkat Umarov

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

Sarvinoz Burieva

junior scientific researcher, LLC "IIm-fan texnologiyalar"

Gavkhar Melikulova

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

Ilham Usmano

*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 фосконцентраата Центральных Кызылкумов растворами азотной кислоты применительно к производственным условиям разделения жидкой и твердой фаз декантацией. Исследовано влияние нормы 15% азотной кислоты на состав сгущенного, влажного осадков, осадка после промывки, состав жидкой фазы и промывных вод, суспензии обогащения после деканта-

ции. Установлена норма 15% азотной кислоты 25,51%, при которой не наблюдаются потери P_2O_5 мытого обожженного фосконцентрата в растворы обогащения. Повышение нормы кислоты до 30,61% приводит к переходу P_2O_5 мытого обожженного фосконцентрата в растворы обогащения и содержание в жидкой фазе составляет 0,31-0,40%. Содержание оксида кальция при этом снижается с 6,17% до 5,78%. Суспензия после обогащения содержит 4,58-5,13% $P_2O_{5\text{общ.}}$. Водная форма P_2O_5 составляет 0,25-1,02% при норме 15% азотной кислоты 26,79-30,61%.

ABSTRACT

The results of researches on the enrichment of washed burnt phosconcentrate of Central Kyzylkum with solutions of nitric acid as applied to the production conditions of separation of the liquid and solid phases by decantation are presented. The effect of the norm of 15% nitric acid on the composition of condensed, wet sediments, sediment after washing, the composition of the liquid phase and wash water, and the concentration of the enrichment after decantation were studied. The norm of 15% of nitric acid is 25.51%, at which no P_2O_5 loss of washed burnt phosconcentrate in the enrichment solutions is observed. An increase in the acid rate to 30.61% leads to the P_2O_5 transition of the washed burnt phosconcentrate to the enrichment solutions and the content in the liquid phase is 0.31-0.40%. The content of calcium oxide at the same time decreases from 6.17% to 5.78%. After enrichment, the suspension contains 4.58-5.13% P_2O_5 in total. The aqueous form of P_2O_5 is 0.25-1.02% at a rate of 15% nitric acid of 26.79-30.61%.

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

Keywords: washed burnt phosconcentrate, nitric acid, condensed sediment, decantation, calcium module.

Производство фосфорсодержащих удобрений в Узбекистане базируется на использовании местных фосфоритов в Центральных Кызылкумах. Основная масса пород сложена кальцитом, цементирующим фосфатные зерна. Фосфориты Центральных Кызылкумов наряду с высоким содержанием карбонатных минералов включают также ряд примесей, в том числе хлор, органические вещества. Традиционные методы обогащения (классификация, флотация и т.п.) для этих фосфоритов неэффективны. Поэтому применяют термический обжиг [5, 2]. К фосфоритам, используемым для кислотной переработки, предъявляются весьма жесткие требования. Критерием их пригодности служит не только содержание P_2O_5 , но и примесей. Мытый обожженный фосконцентрат (МОФК) содержит не менее 26,0 % P_2O_5 , имеет кальциевый модуль 1,9-2,1 и содержит до 15% свободной окиси кальция [1]. Присутствием свободного оксида

кальция обусловлены технологические трудности переработки МОФК на экстракционную фосфорную кислоту [3, 4, 6].

Проведенные исследования показали возможность обогащения МОФК растворами азотной кислоты при норме 25-27% на общее содержание оксида кальция в фосфатном сырье и получения обогащенного фосконцентрата с кальциевым модулем 1,7 [7-9]. Для разделения твердой и жидкой фаз используется фильтрация. Процесс фильтрации больших объемов пульпы обогащения затруднительный процесс. Поэтому для снижения объемов поступающих на фильтрацию пульпы проведены исследования по отделению сгущенного осадка крупной фракции МОФК путем декантации.

В таблице 1 приведены результаты влияния нормы 15% азотной кислоты на состав сгущенного осадка.

Таблица 1.

Влияние нормы 15% азотной кислоты на химический состав сгущенного осадка

№	Т:Ж	HNO_3 , % на $CaO_{\text{общ.}}$	HNO_3 , % на $CaO_{\text{своб.}}$	Состав сгущенного осадка, масс. %					$CaO/$ P_2O_5
				P_2O_5 общ.	P_2O_5 водн.	CaO	MgO	N	
1	1:1,99	22,96	90	17,59	0,0	35,18	0,56	1,85	2,000
2	1:2,21	25,51	100	18,08	0,0	33,66	0,56	1,51	1,862
3	1:2,32	26,79	105	18,11	0,15	32,34	0,56	1,35	1,786
4	1:2,43	28,06	110	18,02	0,31	30,97	0,55	1,28	1,719
5	1:2,54	29,34	115	17,83	0,46	29,45	0,55	1,24	1,652
6	1:2,65	30,61	120	17,59	0,62	28,32	0,54	1,21	1,610

С увеличением нормы 15% азотной кислоты с 22,96% до 30,61% на содержание оксида кальция в составе МОФК содержание $P_2O_{5\text{общ.}}$ в сгущенном осадке повышается с 17,59% до 18,11% при норме 26,79% и снижается до 17,59% при норме 30,61%. При этом, водная форма P_2O_5 появляется только начиная с нормы кислоты 26,79% и составляет 0,15%, при норме 30,61% она составляет 0,62%. С увеличением нормы кислоты содержание оксида кальция в

сгущенной части снижаться с 35,18% до 28,32%, содержание оксида магния сохраняется на одном уровне. Содержание нитратного азота снижается с 1,85% до 1,21%. Кальциевый модуль сгущенного осадка изменяется с 2,000 до 1,610. Это указывает на то, что при норме азотной кислоты идет вскрытие фосфатной части МОФК и образовании мелких частиц фосфорита, которые удаляются с суспензией при декантации.

Для установления состава твердой фазы сгущенный осадок фильтровали, твердую фазу промывали и

анализировали. В таблице 2 проведены составы твердой фазы до промывки.

Таблица 2.

Химический состав твердой фазы сгущенного осадка обогащения МОФК после фильтрации до промывки

№	Норма HNO ₃ , % (100% CaO)	Норма HNO ₃ , % (CaO _{своб.})	Химический состав влажного сгущенного осадка до промывки, масс. %						CaO/P ₂ O ₅
			P ₂ O ₅ общ.	P ₂ O ₅ водн.	CaO	MgO	N	H ₂ O	
1	22,96	90	22,51	0,00	43,17	0,51	1,30	17,63	1,918
2	25,51	100	21,76	0,00	39,22	0,55	1,10	23,70	1,802
3	26,79	105	21,24	0,122	36,94	0,57	0,99	26,69	1,739
4	28,06	110	20,91	0,305	35,05	0,58	0,95	28,68	1,676
5	29,34	115	20,60	0,474	33,19	0,59	0,93	30,49	1,611
6	30,61	120	20,27	0,654	31,84	0,60	0,92	31,91	1,571

Из таблицы 3 видно, что осадок после фильтрации содержит меньше влаги и, соответственно, повышенное содержание основных компонентов за исключением азота. Содержание P₂O₅ общ. снижается с 21,76% при норме 25,51% до 20,27% при норме 30,61% 15% азотной кислоты. Пропорционально P₂O₅ общ. снижается и содержание оксида кальция с

39,22% до 31,84%. При этом кальциевый модуль с 1,802 снижается до 1,571. После промывки осадка водой содержание основных компонентов заметно повышается (табл. 3). Содержание P₂O₅ общ. составляет 23,25-20,92%, оксида кальция 32,17-39,65%, кальциевый модуль с 1,705 снижается до 1,538. Нитратный азот полностью отсутствует.

Таблица 3.

Химический состав твердой фазы сгущенного осадка обогащения МОФК после фильтрации и промывки

№	Норма HNO ₃ , % (100% CaO)	Норма HNO ₃ , % (CaO _{своб.})	Химический состав влажного сгущенного осадка после промывки, масс. %						CaO/P ₂ O ₅
			P ₂ O ₅ общ.	P ₂ O ₅ водн.	CaO	MgO	H ₂ O	CaO/P ₂ O ₅	
1	22,96	90	24,37	0,00	43,91	0,55	19,08	1,802	
2	25,51	100	23,25	0,00	39,65	0,52	25,33	1,705	
3	26,79	105	22,45	0,00	37,29	0,51	28,37	1,661	
4	28,06	110	21,91	0,00	35,39	0,51	30,49	1,615	
5	29,34	115	21,43	0,00	33,51	0,51	32,46	1,564	
6	30,61	120	20,92	0,00	32,17	0,51	34,03	1,538	

Анализ жидкой фазы после фильтрации сгущенного осадка приведен в таблице 4.

Таблица 4.

Химический состав жидкой фазы сгущенного осадка обогащения МОФК азотной кислотой после фильтрации

№	Норма HNO ₃ , % (100% CaO)	Норма HNO ₃ , % (CaO _{своб.})	Состав жидкой фазы сгущенного осадка после фильтрации, масс. %					
			P ₂ O ₅ общ.	P ₂ O ₅ водн.	CaO	MgO	H ₂ O	N
1	22,96	90	0,00	0,00	6,60	0,74	77,92	3,82
2	25,51	100	0,00	0,00	6,30	0,57	79,44	3,55
3	26,79	105	0,31	0,31	6,17	0,48	79,73	3,42
4	28,06	110	0,34	0,34	6,02	0,40	80,42	3,29
5	29,34	115	0,37	0,37	5,90	0,30	81,10	3,16
6	30,61	120	0,40	0,40	5,78	0,20	81,78	3,03

Жидкая фаза сгущенного осадка после фильтрации содержит 0,31-0,40% водной и общей формы P₂O₅ при нормах азотной кислоты 26,79-30,61%. Содержание оксида кальция составляет 6,17-5,78%, азота 3,03-3,42%. Содержание оксида магния с повышением нормы азотной кислоты с 26,79% до 30,61% снижается с 0,48% до 0,20%.

В промывных водах содержание оксида кальция изменяется от 2,42% до 1,57% (табл. 5). Содержание оксида магния составляет 0,002-0,12%, азота 0,87-1,21%, что указывает на присутствие нитрата кальция на поверхности твердой фазы сгущенного осадка после фильтрации.

Таблица 5.

Химический состав промывных вод

№	Норма HNO ₃ , % (100% CaO)	Норма HNO ₃ , % (CaO _{своб.})	Состав промывных вод, масс. %					
			P ₂ O ₅ общ.	P ₂ O ₅ водн.	CaO	MgO	H ₂ O	N
1	22,96	90	0,000	0,000	2,42	0,002	92,92	1,21
2	25,51	100	0,000	0,000	1,99	0,059	93,97	1,03
3	26,79	105	0,115	0,115	1,76	0,085	94,40	0,93
4	28,06	110	0,288	0,288	1,66	0,095	94,39	0,90
5	29,34	115	0,447	0,447	1,61	0,105	94,29	0,88
6	30,61	120	0,616	0,616	1,57	0,115	94,15	0,87

В таблице 6 приведены данные химического состава суспензии после обогащения МОФК 15% азотной кислотой при норме от 23% до 30% и декантации.

Содержание общей формы P₂O₅ повышается с 4,58% до 5,13%, водная форма присутствует только при нормах 26,79-30,61% и составляет 0,25-1,02%.

Таблица 6.

Химический состав суспензии обогащения МОФК

№	HNO ₃ , % на CaO _{общ.}	HNO ₃ , % на CaO _{своб.}	Химический состав суспензии, масс. %					
			P ₂ O ₅ общ.	P ₂ O ₅ водн.	CaO	MgO	H ₂ O	N
1	22,96	90	4,58	0,00	9,10	0,32	79,38	1,76
2	25,51	100	4,58	0,00	10,85	0,35	76,30	2,17
3	26,79	105	4,61	0,25	12,44	0,36	74,40	2,33
4	28,06	110	4,70	0,51	13,94	0,36	73,02	2,37
5	29,34	115	4,89	0,76	15,58	0,36	71,54	2,38
6	30,61	120	5,13	1,02	16,48	0,36	70,52	2,39

Содержание общей формы оксида кальция составляет 9,10-16,48%, азота 1,76-2,39%. Содержание оксида магния повышается с 0,32% до 0,36%.

Анализ осветленной части суспензии после обогащения МОФК показал резкое снижение общей нормы P₂O₅ до 0,012-0,75% и водной формы до 0,18-0,74%. Содержания общей и водной форм P₂O₅ при нормах 26,79% и 30,61% близки между собой, что указывает на содержание основного количества P₂O₅ в сгущенной части суспензии (мелкой фракции). В

растворе кальция и магний находятся в виде нитратных солей.

Таким образом проведенные исследования в условиях, приближенных к производственным показали возможность обогащения МОФК ЦК растворами азотной кислоты при норме не превышающей 25,51% на содержание общего оксида кальция и последующей декантацией растворов обогащения. При этом кальциевый модуль снижается с 2,202 до 1,802.

Список литературы:

1. O'z DSt 2825:2014. Фосфоритная продукция Ташкура. Общие технические условия. – Ташкент, 2014. 7 с.
2. Беглов Б.М., Намазов Ш.С. Фосфориты Центральных Кызылкумов и их переработка. – Ташкент, 2013, 460 с.
3. Волынскова Н.В. Разработка и внедрение технологии производства экстракционной фосфорной кислоты из фосфоритов Центральных Кызылкумов. Дисс. ... канд. техн. наук. Ташкент, 2010. 172 с.
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: Сборник трудов республиканской научно-технической конференции. - 23-24 октября, 2007. - Ташкент, 2007. - С. 183-184.
5. Кучерский Н.И., Толстов Е.А., Михин О.А., Мазуркевич А.П., Иноземцев С.Б., Соколов В.Д., Смирнов Ю.М. Комбинированная технология обогащения зернистых фосфоритов // Горная промышленность. – Москва, 2001. - № 4. - С. 48-51.
6. Мирзакулов Х.Ч. Физико-химические основы и технология переработки фосфоритов Центральных Кызылкумов. Ташкент, 2019, 412 с.
7. Мирзакулов Х.Ч., Насриддинов А.У., Умаров Ш.И., Адинаев Х.А., Усманов И.И. Обогащение мытого обожженного фосконцентрата Центральных Кызылкумов растворами азотной кислоты. Узб. хим. журн., 2016, № 2, -С. 63-66.
8. Умаров Ш.И., Меликулова Г.Э., Усманов И.И., Мирзакулов Х.Ч. Исследование процесса обогащения термоконцентрата из фосфоритов Центральных Кызылкумов растворами азотной кислоты. Журнал «Химия и химическая технология». – Ташкент, 2014. № 2. – с. 11-15.
9. Умаров Ш.И., Меликулова Г.Э., Усманов И.И., Мирзакулов Х.Ч. Экстракционная фосфорная кислота из обогатенного азотной кислотой мытого, обожженного фосконцентрата Центральных Кызылкумов. Universum: Технические науки: электрон научн. журн. № 8 (41) Год: 2017 <http://7universum.com/ru/tech/archive/item/3083> С 64-68.