

ЭКСТРАКЦИОННАЯ ФОСФОРНАЯ КИСЛОТА ИЗ МЫТОГО, ОБОЖЖЕННОГО ФОСКОЦЕНТРАТА ЦЕНТРАЛЬНЫХ КЫЗЫЛКУМОВ

Волынскова Надежда Владимировна

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

Меликулова Гавхар Эшбоевна

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

Буриева Сарвиноз Алламуродовна

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

Усманов Илхам Икрамович

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

Мирзакулов Холтура Чориевич

*профессор Ташкентского химико-технологического института
Республика 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 "Ammofos-Maxam"
Republic of Uzbekistan, Almalik*

Gavkhar Melikulova

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

Sarvinoz Burieva

*junior scientific researcher, LLC "Ilm-fan texnologiyalar"
Republic of Uzbekistan, Tashkent*

Ilkham Usmanov

*leading researcher 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 сравнительных анализов химического состава и технологических показателей производства экстракционной фосфорной кислоты. Показано, что оптимальными условиями получения экстракционной фосфорной кислоты с содержанием 21,5-23% 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 21,5-23% P_2O_5 are temperature 85-90°C, ratio L:H = 2,5-3,5 and the content free SO_3 1,5-2,5%.

Ключевые слова: мытый обожженный фосконцентрат, технологические параметры, серная кислота, экстракционная фосфорная кислота, концентрация, температура, фильтрация.

Keywords: washed burnt phosconcentrate, technological parameters, sulfuric acid, extraction phosphoric acid, concentration, temperature, filtration.

Для обеспечения всевозрастающего населения планеты продуктами питания необходима интенсификация сельскохозяйственного производства, в частности, за счет химизации, агротехнических новшеств, применения капельного орошения и других приемов [3].

В республике в результате модернизации, диверсификации и строительства новых производств агропромышленный комплекс полностью обеспечен азотными и калийными удобрениями, тогда как фосфорными только на 30-35%. Это связано с недостаточной мощностью Кызылкумского фосфоритного комбината, поставляющего 716 тыс. тонн мытого обожженного фосконцентрата (МОФК) Центральных Кызылкумов. Фосфатное сырье не только очень дорогое, но и по качественным и технологическим показателям уступает не только апатитам, но и фосфоритам Каратау. Ввиду отсутствия в республике другого фоссырья предприятия вынуждены перерабатывать данное сырье. МОФК содержит не менее 26,0% P_2O_5 , 15-17% свободного оксида кальция и имеет кальциевый модуль 1,9-2,1 [2]. При переработке такого сырья на экстракционную фосфорную кислоту (ЭФК) наблюдается повышенный расход серной кислоты, увеличение температуры в экстракторе до 95-100°C, что приводит к забивке экстрактора и повышению коррозионной активности фосфорной кислоты [4-6, 9].

Для освоения производства ЭФК из МОФК проведены промышленные испытания технологии на имеющемся оборудовании АО "Аммофос-Максам".

Одним из важнейших характеристик производства ЭФК являются химический состав кислоты,

$K_{\text{разл.}}$, $K_{\text{отм.}}$, $K_{\text{вых.}}$, 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 Центральных Кызылкумов [1].

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 21,5% и 23% P_2O_5 . Химические анализы проводили известными методами [7, 8, 10].

Обработка полученных экспериментальных данных показала, что в случае постоянства двух параметров из трех при получении ЭФК из МОФК с концентрациями 21,5-23% 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 21,5% P_2O_5 из МОФК наибольшее количество P_2O_5 при Ж:Т=3,0 и температуре 90°C содержится при свободном SO_3 равном 1,5 (табл. 1). При Т:Ж=3,5, температуре 95°C и содержании SO_3 от 1,5 до 3,5 содержание P_2O_5 практически одинаково 21,79-21,99%.

Таблица 1.

Влияние технологических параметров на состав экстракционной фосфорной кислоты с концентрацией 21,5 % 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	21,33	4,51	0,26	0,92	1,39	0,67	1,71
2,5	85	2,5	20,66	2,63	0,39	0,94	1,37	0,65	1,67
2,5	85	3,5	22,06	3,59	0,36	0,98	1,39	0,68	2,26
2,5	90	1,5	21,27	4,44	0,26	0,90	1,37	0,62	2,07
2,5	90	2,5	20,99	2,59	0,28	0,83	1,32	0,73	2,42
2,5	90	3,5	21,26	3,47	0,36	0,89	1,33	0,59	1,81
2,5	95	1,5	21,52	4,37	0,26	0,87	1,36	0,72	2,01
2,5	95	2,5	21,65	2,47	0,44	0,96	1,46	0,59	1,98
2,5	95	3,5	21,48	3,59	0,35	0,83	1,39	0,68	1,91
3,0	85	1,5	21,35	4,73	0,26	0,89	1,44	0,66	2,06

3,0	85	2,5	21,56	2,49	0,26	0,85	1,40	0,65	2,34
3,0	85	3,5	21,23	3,46	0,35	0,85	1,43	0,71	2,41
3,0	90	1,5	21,58	4,47	0,26	0,97	1,39	0,71	2,23
3,0	90	2,5	21,40	2,49	0,37	0,97	1,44	0,73	2,47
3,0	90	3,5	21,07	3,45	0,34	0,85	1,34	0,61	2,10
3,0	95	1,5	21,90	4,47	0,27	0,90	1,45	0,68	2,29
3,0	95	2,5	21,69	2,53	0,52	0,90	1,44	0,61	1,79
3,0	95	3,5	20,98	3,63	0,34	0,86	1,30	0,67	2,20
3,5	85	1,5	21,66	4,70	0,26	0,92	1,47	0,68	2,03
3,5	85	2,5	21,37	2,67	0,49	0,89	1,32	0,67	1,74
3,5	85	3,5	21,58	3,46	0,29	0,89	1,37	0,64	1,81
3,5	90	1,5	21,59	4,75	0,26	0,84	1,45	0,75	2,21
3,5	90	2,5	22,09	2,47	0,28	0,88	1,43	0,71	1,79
3,5	90	3,5	20,92	3,65	0,27	0,90	1,29	0,58	2,25
3,5	95	1,5	21,85	4,83	0,26	0,85	1,44	0,73	1,80
3,5	95	2,5	21,79	2,56	0,28	0,86	1,38	0,75	2,35
3,5	95	3,5	21,85	3,41	0,38	0,86	1,40	0,73	2,04

При Ж:Т 3,0 и температуре 85-90°C оптимальным является содержание 3,5% свободного SO₃, а при Ж:Т=3,5 и температуре 95°C содержание P₂O₅ в пульпе практически одинаково.

В ЭФК из МОФК с расчетной концентрацией 23,0% 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 % свободной серной кислоты в пересчете на SO₃ (табл. 2).

Таблица 2.

Влияние технологических параметров на состав экстракционной фосфорной кислоты с концентрацией 23,0% 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	21,75	3,98	0,26	0,97	1,36	0,72	2,47
2,5	85	2,5	21,30	2,23	0,51	0,84	1,44	0,61	1,77
2,5	85	3,5	21,86	3,38	0,36	0,88	1,38	0,67	2,13
2,5	90	1,5	21,31	3,99	0,26	0,95	1,38	0,63	1,87
2,5	90	2,5	21,10	2,32	0,47	0,85	1,33	0,71	2,37
2,5	90	3,5	21,88	3,42	0,31	0,85	1,48	0,66	1,99
2,5	95	1,5	21,86	4,29	0,27	0,91	1,41	0,64	2,36
2,5	95	2,5	21,10	2,26	0,37	0,87	1,32	0,61	1,89
2,5	95	3,5	21,25	3,05	0,37	0,85	1,38	0,69	1,74
3,0	85	1,5	21,42	4,19	0,26	0,90	1,35	0,67	2,43
3,0	85	2,5	21,97	2,42	0,40	0,88	1,46	0,70	2,34
3,0	85	3,5	22,07	3,10	0,33	0,94	1,38	0,69	2,40
3,0	90	1,5	21,29	3,94	0,26	0,87	1,32	0,67	2,17
3,0	90	2,5	21,61	2,42	0,29	0,96	1,37	0,63	1,80
3,0	90	3,5	21,99	3,35	0,34	1,00	1,45	0,76	2,01
3,0	95	1,5	21,53	4,16	0,26	0,93	1,34	0,66	1,86
3,0	95	2,5	22,18	2,30	0,40	0,95	1,46	0,63	2,07
3,0	95	3,5	22,11	3,32	0,35	0,98	1,37	0,59	2,09
3,5	85	1,5	21,43	4,02	0,26	0,85	1,43	0,59	2,10
3,5	85	2,5	21,16	2,42	0,41	0,88	1,31	0,72	1,84
3,5	85	3,5	21,78	3,09	0,27	0,90	1,44	0,74	1,76
3,5	90	1,5	21,53	4,05	0,26	0,99	1,43	0,58	2,04
3,5	90	2,5	21,69	2,35	0,31	0,88	1,44	0,63	2,36
3,5	90	3,5	21,90	3,32	0,30	0,86	1,46	0,75	2,05
3,5	95	1,5	22,01	4,15	0,27	0,88	1,39	0,66	1,76

3,5	95	2,5	21,69	2,29	0,49	0,94	1,37	0,60	1,99
3,5	95	3,5	21,06	3,23	0,36	0,95	1,32	0,68	1,73

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 3,5% 22,06% P₂O₅. Для температуры 95°C и Ж:Т=3,0 максимальная концентрация кислоты достигается при содержании 1,5 % свободного SO₃. При Ж:Т=3,5 и температуре 90°C для получения кислоты максимальной концентрации количество свободного SO₃ должно быть 2,5%.

При получении ЭФК с расчетной концентрацией 23% P₂O₅ при Ж:Т=3,0 и температурах 85-90°C с повышением содержания свободного SO₃ с 1,5 до 3,5 содержание P₂O₅ также увеличивается с 21,42 до 22,07% и с 21,29 до 21,99%. При Ж:Т 3,0 и 3,5 при температурах 85-90°C при всех значениях свободного SO₃ получают практически равные концентрации кислоты с содержанием 21,29-22,07% и 21,16-21,90%, 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 21,5% и 23,0% P₂O₅ (масс. %): СаО – 0,26-0,51; MgO – 0,83-1,00; Al₂O₃ – 1,29-1,48; Fe₂O₃ – 0,58-0,75; F – 1,67-2,40.

Были также проведены исследования по изучению технологических параметров процесса получения ЭФК из МОФК с концентрацией 21,5% и 23,0% P₂O₅ (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 SO₃ от 1,5 до 2,5 при постоянстве любых двух параметров происходит некоторые возрастание K_{разл.}, K_{отм.}, K_{вых.} и скорости фильтрации по раствору и сухому осадку.

Таблица 3.

Влияние технологических параметров на процесс получения экстракционной фосфорной кислоты с концентрацией 21,5% P₂O₅

Ж:Т	Температура, °С	Свободные SO ₃ , %	K _{разл.}	K _{отм.}	K _{вых.}	Скорость филт. (р-р)	Скорость филт. (с.о.)
2,5	85	1,5	95,90	96,11	92,18	2083	955
2,5	85	2,5	94,08	97,06	91,31	1035	474
2,5	85	3,5	98,26	98,19	96,48	1769	645
2,5	90	1,5	96,87	96,40	93,38	1776	1086
2,5	90	2,5	96,19	98,20	94,46	878	472
2,5	90	3,5	96,24	98,23	94,54	1484	575
2,5	95	1,5	98,14	96,90	95,10	1303	698
2,5	95	2,5	95,16	97,92	93,18	566	289
2,5	95	3,5	97,65	96,71	94,44	1090	473
3,0	85	1,5	96,22	96,90	93,24	2257	1058
3,0	85	2,5	96,11	97,52	93,73	2343	706
3,0	85	3,5	97,72	96,64	94,44	2351	896
3,0	90	1,5	97,72	95,99	93,80	1862	1130
3,0	90	2,5	97,41	98,44	95,88	1729	752
3,0	90	3,5	96,69	97,35	94,12	1669	938
3,0	95	1,5	98,73	97,17	95,94	1217	1034
3,0	95	2,5	97,21	98,51	95,77	1065	514
3,0	95	3,5	96,55	98,22	94,84	1284	760
3,5	85	1,5	96,54	96,36	93,03	2116	1392
3,5	85	2,5	95,59	98,23	93,90	3048	1048
3,5	85	3,5	98,04	96,26	94,38	2461	1036
3,5	90	1,5	97,44	96,54	94,07	1778	882
3,5	90	2,5	98,86	98,28	97,16	2463	1107
3,5	90	3,5	96,42	98,02	94,51	1888	1327
3,5	95	1,5	98,68	98,35	97,05	1579	825
3,5	95	2,5	97,78	99,82	97,61	1517	746
3,5	95	3,5	97,71	97,00	94,77	1587	766

Таблица 4.

Влияние технологических параметров на процесс получения экстракционной фосфорной кислоты с концентрацией 23,0 % P₂O₅

Ж:Т	Т, °С	SO ₃ своб., %	К _{разл.}	К _{отм.}	К _{вых.}	Скорость фильтр. (р-р)	Скорость фильтр. (с.о.)
2,5	85	1,5	95,04	87,81	83,46	1795	818
2,5	85	2,5	93,02	87,56	81,45	955	411
2,5	85	3,5	98,75	89,79	88,67	1471	547
2,5	90	1,5	96,09	87,15	83,74	1493	852
2,5	90	2,5	94,22	88,91	83,77	808	391
2,5	90	3,5	94,96	89,66	85,14	1337	489
2,5	95	1,5	97,20	86,95	84,52	1229	614
2,5	95	2,5	91,88	88,42	81,24	512	251
2,5	95	3,5	96,28	86,41	83,19	983	418
3,0	85	1,5	95,08	88,54	84,18	1932	983
3,0	85	2,5	94,61	88,44	83,67	2021	643
3,0	85	3,5	97,01	86,64	84,05	2058	779
3,0	90	1,5	97,29	84,89	82,59	1500	875
3,0	90	2,5	96,06	88,25	84,78	1439	610
3,0	90	3,5	95,11	87,80	83,51	1498	801
3,0	95	1,5	98,49	88,20	86,87	1215	757
3,0	95	2,5	95,82	88,57	84,87	920	425
3,0	95	3,5	94,61	88,81	84,02	1156	653
3,5	85	1,5	95,75	86,73	83,04	1881	1168
3,5	85	2,5	93,54	89,12	83,36	2474	867
3,5	85	3,5	98,68	85,65	84,52	2208	914
3,5	90	1,5	96,51	86,99	83,95	1661	826
3,5	90	2,5	98,49	88,38	87,04	2066	915
3,5	90	3,5	94,49	87,33	82,52	1629	1089
3,5	95	1,5	98,44	89,03	87,64	1244	715
3,5	95	2,5	95,92	90,94	87,23	1288	652
3,5	95	3,5	96,10	85,50	82,16	1406	717

Для процесса получения ЭФК из МОФК с концентрацией 21,5% и 23,0% P₂O₅ получены следующие технологические показатели: К_{разл.}-94,08-98,86 %, К_{отм.}-86,41-98,23 %, К_{вых.}-81,24-96,48 %, скорость фильтрации по раствору -512-3048 кг/м²·ч, скорость фильтрации по сухому осадку - 391-1392 кг/м²·ч.

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 Центральных Кызылкумов получать ЭФК максимальной концентрации являются температура 85-90°С, 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°С 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. KSt 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. Беглов Б.М., Намазов Ш.Р. Фосфориты Центральных Кызылкумом и их переработка. – Ташкент, 2013, 460 с.
4. Волынскова Н.В. Разработка и внедрение технологии производства экстракционной фосфорной кислоты из фосфоритов Центральных Кызылкумов. Дисс. ... канд. техн. наук. Ташкент. 2010. 172 с.

5. 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. Ташкент, 2006. - Т.2. -С. 318-320.
6. 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. Труды Респ. науч.-техн. конф. 23-24 октября 2007. - Ташкент, 2007. - С. 183-184.
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 Центральных Кызылкумов. Ташкент, 2019, 412 с.
10. Шварценбах Х.Г., Флашка Г. Комплексометрическое титрование. М.: Химия. 1970. 360 с.