

## ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ МИРАБИЛИТА ИЗ СУХИХ СМЕШАННЫХ СОЛЕЙ ОЗЕРА КАРАУМБЕТ

**Бобокулова Ойгул Соатовна**

*старший преподаватель Ташкентского химико-технологического института,  
100011, Республика Узбекистан, г. Ташкент, улица Навои, 32  
E-mail: [samadiy@inbox.ru](mailto:samadiy@inbox.ru)*

**Адинаев Хидир Абдуллаевич**

*доцент Ташкентского химико-технологического института  
100011, Республика Узбекистан, г. Ташкент, улица. Навои, 32*

**Зулярова Нигора Шарафиддиновна**

*ассистент Ташкентского химико-технологического института  
100011, Республика Узбекистан, г. Ташкент, улица. Навои, 32*

**Мирзакулов Холтура Чориевич**

*профессор Ташкентского химико-технологического института  
100011, Республика Узбекистан, г. Ташкент, улица. Навои, 32*

## PROCESS INVESTIGATION OF OBTAINING MIRABILITE FROM DRY MIXED SALTS OF KARAU MBET LAKE

**Oygu l Bobokulova**

*senior teacher of Tashkent institute of chemical technology,  
100011, Republic of Uzbekistan, Tashkent, Navoi st., 32*

**Khidir Adinaev**

*associate professor of Tashkent institute of chemical technology,  
100011, Republic of Uzbekistan, Tashkent, Navoi st., 32*

**Nigora Zulyarova**

*assistant of Tashkent institute of chemical technology,  
100011, Republic of Uzbekistan, Tashkent, Navoi st., 32*

**Kholtura Mirzakulov**

*professor of Tashkent institute of chemical technology,  
100011, Republic of Uzbekistan, Tashkent, Navoi st., 32*

### АННОТАЦИЯ

Приведены результаты по переработке сухих смешанных солей озера Караумбет и выделению мирабилита. Показано, что максимальная растворимость сухих смешанных солей в воде при 25°C наблюдается при Т:Ж=1:(2,5-3) и составляет 91,08-93,02% от общей массы. Степень растворения основных компонентов соли при Т:Ж=1:3 через 5 минут достигает 89,25%, а через 15 минут 93,02% при температуре 25°C и 92,5% через 5 минут, 91,61% через 10 минут и 93,02% через 15 минут при температуре 50°C.

При отстаивании осветление суспензии протекает наиболее интенсивно в первые 15 минут и через 30 минут степень осветления при 20°C достигает 94,59%. При температуре 40, 60 и 80°C степень осветления составляет 95,51%.

При охлаждении осветленного раствора до температуры - 5°C содержание сульфата натрия в растворе снижается с 15,31% до 2,23%. Содержание остальных компонентов раствора увеличивается. Содержание хлорида магния повышается с 3,97% до 5,64%, хлорида натрия с 4,74% до 6,74%. Содержание сульфата кальция составляет 0,11%.

Максимальный выход сульфата натрия составляет 85,43% от исходного содержания в растворе сухих смешанных солей. Скорость фильтрации сгущенного осадка по мирабилиту достигает 2743 кг/м<sup>2</sup> ч. и сильно зависит от толщины слоя осадка, образующегося на фильтре.

## ABSTRACT

Results on processing dry mixed salts of Karaumbet Lake and allocation of mirabilite are presented. It is shown that the maximum solubility of dry mixed salts in 25 ° C water is observed at T: J = 1: (2,5-3) and amounts to 91,08-93,02% of the total mass. The dissolution degree of main salt components at T: J = 1: 3 after 5 minutes reaches 89,25%, and after 15 minutes 93,02% at temperature of 25 ° C and 92,5% after 5 minutes, 91,61% after 10 minutes and 93,02% in 15 minutes at temperature of 50 ° C.

Under infusing, suspension clarifying proceeds most intensively at the first 15 minutes and after 30 minutes the degree of clarifying reaches 94,59% at 20 ° C. The degree of clarifying is 95,51% at temperature of 40, 60 and 80 ° C.

When the clarified solution is cooled to temperature of -5 ° C, the sodium sulfate content in the solution decreases from 15,31% to 2,23%. The content of remaining components of the solution is increased. Magnesium chloride content increases from 3,97% to 5,64%, sodium chloride from 4,74% to 6,74%. The content of calcium sulphate is 0,11%.

The maximum yield of sodium sulphate is 85,43% from the initial content in the solution of dry mixed salts. The filtration rate of the condensed sediment on mirabilite reaches 2743 kg / m<sup>2</sup> h and depends on thickness of the sediment layer formed on the filter.

**Ключевые слова:** сухие смешанные соли, растворение, отстаивание, мирабилит, фильтрация, сульфат натрия.

**Keywords:** dry mixed salts, dissolution, sedimentation, myrabilite, filtration, sodium sulfate.

Сульфата натрия используется во многих отраслях промышленности. Но основными потребителями являются целлюлозно-бумажная, стекольная, текстильная, кожевенная промышленности и производство синтетических моющих средств. Узбекистан располагает громадными запасами сырья для получения сульфата натрия. Одним из таких видов сырья являются мирабилит Тумрюкского месторождения и сухие смешанные соли озера Караумбет [1, 6]. Несмотря на большой спрос в сульфате натрия высшего сорта, наличие сырьевой базы он в республике производится в недостаточном количестве и только из мирабилита Тумрюкского месторождения из-за малых мощностей предприятий его производящих. По существующей технологии – двухступенчатой выпарке растворов сульфата натрия, полученных растворением природного мирабилита в воде при температуре выше 50°C, выход сульфата натрия высшего сорта не превышает 64 % [4, 6, 7].

Поэтому исследования, направленные на разработку технологии переработки сухих смешанных солей (ССС) озера Караумбет и выделение из них мирабилита являются очень актуальными.

Для исследований использовали СССР состава (масс. %): Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> – 58,13; NaCl – 18,81; MgCl<sub>2</sub> – 15,30; MgSO<sub>4</sub> – 0,42; CaCl<sub>2</sub> – 0,31; н.о. 6,98 в перчете на су-

хое вещество. Химический анализ на содержание основных компонентов в маточных растворах и твердой фазе проводили по известным методикам [2, 3, 5].

Для установления оптимальных технологических параметров приготовления растворов из СССР изучена их растворимость в воде в зависимости от соотношения Т:Ж, при температуре 25°C, постоянной скорости перемешивания и продолжительности процесса 30 минут. Полученные результаты приведены в таблице 1.

Из приведенных данных видно, что максимальная растворимость СССР в воде наблюдается при Т:Ж=1:(2,5-3) и составляет 91,08-93,02% от исходной общей массы. Следовательно для получения растворов с максимальной растворимостью СССР необходимо поддерживать Т:Ж=1:(2,5-3) при температуре 25°C и продолжительности процесса 30 минут.

Исследования влияния продолжительности процесса при Ж:Т=3:1 показали, что через 5 минут степень растворения достигает 89,25 %, а через 15 минут – 93,02 % при температуре 25°C и 92,5-% через 5 минут и 91,61 % через 10 минут при температуре 50°C, что указывает на то, что для растворения СССР в воде достаточно 15 минут.

Для разделения жидкой и твердой фаз растворов СССР были проведены исследования по изучению процесса осветления пульпы методом отстаивания.

Таблица 1.

**Влияние Т:Ж на растворимость сухих смешанных солей и состав суспензии при температуре 25°C и продолжительности процесса 30 минут**

№	Т:Ж	Ионный состав, масс. %					Состав растворов, масс. %				Степень растворения СССР, %
		Na <sup>+</sup>	Mg <sup>2+</sup>	Ca <sup>2+</sup>	Cl <sup>-</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	MgCl <sub>2</sub>	NaCl	CaSO <sub>4</sub>	
1	1:2,0	9,41	1,40	0,022	3,97	14,35	21,15	5,48	6,55	0,07	73,96
2	1:2,5	7,83	1,16	0,023	3,30	11,93	17,57	4,55	5,44	0,08	91,08
3	1:3,0	6,82	1,01	0,024	2,88	10,40	15,31	3,97	4,74	0,08	93,02
4	1:4,0	5,45	0,81	0,025	2,30	8,32	12,23	3,17	3,79	0,09	93,02

Выбор метода отстаивания связан с достаточно большой скоростью осаждения нерастворимых частиц, а также с простотой оборудования отстойника.

Пульпа после разложения разливалась в мерные цилиндры и ставилась в термостат на определенную

температуру. Продолжительность отстаивания составляла 30 минут. Полученные результаты приведены в таблице 2.

Таблица 2.

**Влияние температуры и продолжительности процесса на степень осветления суспензии ССС при Т:Ж=1:3**

Т, °С	Степень осветления, %					
	5 мин	10 мин	15 мин	20 мин	25 мин	30 мин
20	66,12	87,55	92,04	93,06	93,87	94,59
40	67,65	89,89	93,57	94,18	94,79	95,51
60	71,73	90,08	94,38	95,10	95,51	95,51
80	76,12	91,22	94,59	95,20	95,51	95,51

Осветление идет наиболее интенсивно в первые 15 минут, затем скорость осветления замедляется и через 30 минут степень осветления достигает 94,59 % при температуре 20°С и 95,51 % для температур 40, 60 и 80°С. Это говорит о хорошей скорости осветления водной суспензии ССС. Влияние температуры сказывается в первые 20 минут и практически не влияет после 30 минут осветления.

ССС содержат до 60% сульфата натрия. Для выделения мирабилита ССС растворяли при Т:Ж=1:3, отделяли нерастворимые в воде остатки отстаиванием, а жидкую, осветленную фазу охлаждали до температуры -5°С. Химический анализ составов растворов из ССС, полученных при Т:Ж=1:3 до и после вымораживания мирабилита, приведен в таблице 3.

Из полученных данных следует, что при охлаждении до температуры -5°С содержание сульфата натрия в растворе ССС снижается с 15,31% до 2,23%. Содержание остальных компонентов раствора увеличивается. Содержание хлорида магния повышается с 3,97% до 5,64%, хлорида натрия с 4,74% до 6,74%. Содержание сульфата кальция составляет 0,11%. При вымораживании мирабилита из растворов сухих смешанных солей озера Караумбет выделяется до 200 кг мирабилита с каждой тонны раствора. Максимальный выход сульфата натрия в виде мирабилита составляет 81,58-85,43% от исходного содержания в растворе.

Таблица 3.

**Влияние температуры охлаждения на химический состав растворов ССС после отделения мирабилита и выход сульфата натрия**

t, °С.	Химический состав жидкой фазы, масс. %					Солевой состав жидкой фазы, масс. %				Выход Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , %	Т:Ж
	Na <sup>+</sup>	Mg <sup>2+</sup>	Ca <sup>2+</sup>	Cl <sup>-</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	MgCl <sub>2</sub>	NaCl	CaSO <sub>4</sub>		
25	7,92	1,01	0,023	5,83	10,41	15,31	3,97	4,74	0,08	-	-
20	6,32	1,06	0,024	6,08	9,19	13,52	4,14	4,94	0,08	11,69	24,69
15	5,49	1,16	0,026	6,62	7,14	10,51	4,55	5,32	0,09	31,35	9,19
10	4,22	1,30	0,029	7,46	3,89	5,68	5,08	6,06	0,10	62,90	4,58
5	3,51	1,41	0,032	8,14	1,96	2,82	5,54	6,61	0,11	81,58	3,53
0	3,44	1,43	0,032	8,22	1,75	2,51	5,52	6,68	0,11	83,61	3,45
-5	3,37	1,44	0,032	8,29	1,56	2,23	5,64	6,74	0,11	85,43	3,37

Результаты опытов по изучению скорости фильтрации мирабилита при охлаждении раствора ССС до температуры +5 - -5°С и остаточном давлении -84

кПа на воронке площадью  $63,59 \cdot 10^4 \text{ м}^2$  показали хорошую фильтруемость осадков (табл. 4).

Таблица 4.

**Фильтруемость пульпы с осадком мирабилита**

№	t, °С.	Количество пульпы, г	Время (τ), сек	Толщина твердого осадка (h), мм	Фильтруемость (Ф·10 <sup>-5</sup> ), м <sup>4</sup> /Н·ч	Скорость фильтрации, кг/м <sup>2</sup> ·ч		
						по пульпе	по твердой фазе	по фильтрату
1	+5	450,0	13	14,35	1,066	9492	2117	7375
2	0	300,0	8	9,65	0,814	11050	2460	8590
3	-5	150,0	4	4,8	0,440	12384	2743	9641

Из таблицы видно, что с увеличением массы пульпы повышается толщина слоя осадка пропорционально массе фильтруемой пульпы, скорость фильтрации снижается по всем показателям. Увеличение фильтруемой массы в три раза повышает толщину слоя осадка с 4,8 мм до 14,35 мм, а скорость фильтрации при этом снижается по пульпе с 12384 кг/м<sup>2</sup>·ч до 9492 кг/м<sup>2</sup>·ч. С каждого квадратного метра поверхности фильтра снимается с 2743 кг до 2117 кг мирабилита каждый час.

Скорость фильтрации по твердой и жидкой фазам сильно зависит от толщины слоя осадка, сформированного на фильтрах. Чем меньше толщина осадка

на фильтре, тем больше производительность фильтрации по пульпе, твердой и жидкой фазам. Однако это не является лимитирующим фактором, так как скорости фильтрации мирабилита очень высокие.

Таким образом, проведенные исследования показали принципиальную возможность выделения мирабилита из ССС озера Караумбет. Для этого необходимо ССС растворять в воде в течение 15 минут, разделить сгущенный осадок путем отстаивания и осветленный раствор охладить до температуры +5 ÷ -5°C и выделить мирабилит фильтрованием. При этом выход сульфата натрия составляет 81,58-85,43% от его исходного содержания в растворе ССС.

#### Список литературы:

1. Бобокулова О.С., Усманов И.И., Мирзакулов Х.Ч. Соли озер Караумбет и Барсакельмес – сырье для получения солей магния. // Химия и химическая технология. 2014, № 1, с. 11-17.
2. Бурриель – Марти Ф., Рамирес – Муньос Х. Фотометрия пламени. М., «Мир», 1972, - 520 с.
3. ГОСТ 7759-73. Магний хлористый технический (Бишофит). Технические условия. Изд-во стандартов, М.-1986, 10 с.
4. Джураева Г.Х. Разработка технологии получения сульфата натрия на основе местных сырьевых ресурсов. Дисс. ... канд. техн. наук. Ташкент, 2006. 131 с.
5. Методы анализа фосфатного сырья, фосфорных и комплексных удобрений, кормовых фосфатов. / Винник М.М., Ербанова Л.Н., Зайцев П.И. и др. – М.: Химия. – 1975. – 215 с.
6. Мирзакулов Х.Ч., Джураева Г.Х. Производство сульфата натрия. Ташкент, 2014. – 224 с.
7. Патент № IAP 04470 UZ. МКИ C01D5/00. Способ получения сульфата натрия. С.М.Туробжонов, Х.Ч.Мирзакулов, Д.Д.Асамов, С.В.Бардин, Г.Х.Джураева, Р.Р.Тожиев. Оpubл. 29.02.2012. Бюл. № 2.