

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ ОБЕСФТОРЕННОГО МОНОКАЛЬЦИЙФОСФАТА ИЗ ФОСФОРИТОВ ЦЕНТРАЛЬНЫХ КЫЗЫЛКУМОВ

Мирзакулов Холтура Чориевич

профессор Ташкентского химико-технологического института
 100011, Республика Узбекистан, г. Ташкент, ул. Навои, 32
 E-mail: khchmirzakulov@mail.ru

Шаймарданова Мохичехра Алмардановна

ассистент Термезского государственного университета
 190100, Республика Узбекистан, г. Термез, улица Ф. Хужаев, 43

Меликулова Гавхар Эшбоевна

старший преподаватель Ташкентского химико-технологического института
 100011, Республика Узбекистан, г. Ташкент, ул. Навои, 32

Хужамкулов Сахомиддин Зоирович

доцент Термезского государственного университета
 190100, Республика Узбекистан, г. Термез, улица Ф.Хужаев, 43

RESEARCH OF PROCESS OF RECEPTION DEFLUORINATION MONOCALCIUMPHOSPHATE FROM PHOSPHORITES OF CENTRAL KYZYLKUM

Kholtura Mirzakulov

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

Mohichehra Shaymardanova

teacher of Termez state of university
 190100, Republic of Uzbekistan, Termez, F.Khodjaev st., 43

Gavkhar Melikulova

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

Sakhomiddin Khujamkulov

associate professor of Termez state of university
 190100, Republic of Uzbekistan, Termez, F. Khodjaev st., 43

АННОТАЦИЯ

Приведены результаты по получению обесфторенного монокальцийфосфата из обесфторенной и обессульфаченной экстракционной фосфорной кислоты на основе фосфоритов Центральных Кызылкумов и известняка.

Приведены данные по составу и обесфторенных, обессульфаченных и упаренных экстракционных фосфорных кислот из фосфоритов Центральных Кызылкумов, их плотности и вязкости при температурах 20-80°C. Плотности фосфорных кислот с концентрацией 17-45% P₂O₅ изменяются с 1,184 г/см³ до 1,613 г/см³, вязкости с 2,252 мПа·с до 31,112 мПа·с.

Показано, что независимо от исходной концентрации кислоты (17-45% P₂O₅) монокальцийфосфат содержит не менее 53,00% P₂O₅ общ. и 27,11% CaO. С повышением концентрации исходной фосфорной кислоты с 17% до 40-45% P₂O₅ содержание фтора снижается с 1,02% до 0,24-0,28%.

ABSTRACT

Results on reception monocalciumphosphate from defluorination and desulfonation extraction phosphoric acid on the basis of phosphorites Central Kyzylkum and limestone are resulted.

Data on structure desulfonated, defluorinated and evaporated extraction phosphoric acids from phosphorites Central Kyzylkum, their density and viscosity are cited at temperatures 20-80°C. Density of phosphoric acids with concentration of 17-45% P₂O₅ change about 1,184 g/sm³ to 1,613 g/sm³, viscosity with 2,252 mPa·s to 31,112 mPa·s.

It is shown, that irrespective of initial concentration of acid (17-45% P_2O_5) monocalciumphosphate contains not less than 53,00% P_2O_5 общ., 27,11% CaO. With increase of concentration of initial phosphoric acid from 17% to 40-45% P_2O_5 the fluorine maintenance decreases 1,02% to 0,24-0,28%.

Ключевые слова: экстракционная фосфорная кислота, плотность, вязкость, известняк, обесфторенный монокальцийфосфат, пульпа, сушка.

Keywords: extraction phosphoric acid, density, viscosity, limestone, defluorination monocalciumphosphate, pulp, calcination.

Нормальная жизнедеятельность животных и птицы, их рост, развитие и продуктивность обуславливаются полноценными кормовыми рационами, сбалансированными как по энергетической и протеиновой составляющим, так и по минеральному составу [2, 3]. Фосфор занимает особое место среди химических элементов. Он входит в состав многих минералов, прежде всего, фосфатов кальция [1]. Мировое потребление кормовых фосфатов кальция превысило шесть миллионов тонн в год и продолжает ежегодно увеличиваться [5]. В связи с этим наши исследования были направлены на получение обесфторенного монокальцийфосфата из экстракционной фосфорной кислоты на основе фосфоритов Центральных Кызылкумов, которая сильно загрязнена полутормными окислами и фтором [8, 4].

Исследования по получению обесфторенного монокальцийфосфата приводили в стеклянном реакторе, снабженном механической мешалкой и установленном в термостат. Экстракционную фосфорную кислоту предварительно очищали от сульфатов и фтора, используя фосконцентрат и соли натрия – карбонат и метасиликат [9, 6, 7]. Очищенная кислота имела состав (масс. %): P_2O_5 -16,98; SO_4 -0,23; CaO-1,58; Fe_2O_3 -0,25; Al_2O_3 -0,38; F - 0,32. В качестве кальцийсодержащего сырья использовали природный известняк Кутарминского месторождения, содержащий (масс. %): CaO -- 54,88; MgO – 0,47; SiO_2 – 0,49; Fe_2O_3 – 0,10; Al_2O_3 - 0,21; ппп – 43,76.

Концентрированные фосфорные кислоты с содержанием 25-45% P_2O_5 получены путем упарки обесфторенной и обессульфаченной экстракционной фосфорной кислоты. Составы упаренных кислот представлены в таблице 1.

Таблица 1.

Химический состав упаренных фосфорных кислот

№	Химический состав, масс. %						
	P_2O_5	CaO	MgO	Fe_2O_3	Al_2O_3	SO_4^{2-}	F
1	17	2,09	0,80	0,25	0,38	0,23	0,32
2	25	2,93	1,17	0,37	0,56	0,34	0,23
3	35	4,31	1,64	0,52	0,78	0,48	0,21
4	40	4,93	1,88	0,60	0,90	0,54	0,21
5	45	5,54	2,11	0,67	1,01	0,61	0,21
6	50	6,16	2,36	0,75	1,12	0,68	0,21
7	55	6,78	2,59	0,82	1,23	0,75	0,21
8	60	7,40	2,83	0,90	1,34	0,82	0,21

Из таблицы видно, что с повышением содержания P_2O_5 в упаренных кислотах пропорционально увеличиваются содержания и других компонентов. Так содержания оксида кальция повышается с 2,09% до 5,54% при содержании 45% P_2O_5 , магния с 0,80% до 2,11%, оксида железа с 0,25% до 0,67%, оксида алюминия с 0,38% до 1,00%, сульфат ионов с 0,23% до 0,61%. Содержание фтора снижается с 0,32% до 0,21%.

Упаренная до содержания 45% P_2O_5 и выше фосфорная кислота при охлаждении до 25-30°C превращается в малоподвижную массу. Для установления реологических свойств упаренных кислот опреде-

лены плотности и вязкости обесфторенных и обессульфаченных фосфорных кислот различных концентраций. Полученные данные по плотности и вязкости приведены в таблице 2.

С увеличением содержания P_2O_5 в упаренной фосфорной кислоте плотности и вязкости повышаются, а с повышением температуры снижаются. Если исходная 17% по P_2O_5 обесфторенная и обессульфаченная экстракционная фосфорная кислота имеет плотность 1,184 г/см³ при 20°C, то кислота с содержанием 45% P_2O_5 имеет плотность 1,613 г/см³. Повышение температуры с 20°C до 80°C приводит к снижению плотности кислоты с содержанием 45% P_2O_5 с 1,613 г/см³ до 1,584 г/см³.

Таблица 2.

Влияние концентрации и температуры на плотность и вязкость упаренных фосфорных кислот

№	Концентрация ЭФК	Плотность, г/см ³				Вязкость, мПа·с			
		20°C	40°C	60°C	80°C	20°C	40°C	60°C	80°C
1	17	1,184	1,173	1,166	1,163	2,252	1,490	1,036	0,828
2	25	1,320	1,308	1,300	1,297	3,992	2,641	1,836	1,468
3	35	1,434	1,421	1,412	1,409	9,510	6,292	4,375	3,497
4	40	1,527	1,513	1,504	1,500	18,687	12,364	8,597	6,871
5	45	1,613	1,598	1,588	1,584	31,112	20,585	14,313	11,439
6	50	1,687	1,671	1,661	1,657	65,767	43,514	30,256	24,181

Изменения вязкости упаренных кислот аналогичны изменениям плотности. Вязкость кислоты с содержанием 17% P₂O₅ составляет 2,252 мПа·с, а с содержанием 45% P₂O₅ 31,112 мПа·с при температуре 20 °С и снижаются до 0,828 мПа·с и 11,439 мПа·с, соответственно при температуре 80 °С.

Для разложения известняка использовали обесфторенные, обессульфаченные и упаренные до со-

держания 25-45% P₂O₅ кислоты. Исследовано влияние концентрации и нормы фосфорной кислоты на химический состав пульпы и обесфторенного монокальцийфосфата.

Влияние нормы фосфорной кислоты с концентрацией 17-45% P₂O₅ на состав пульп монокальцийфосфата приведены в таблице 3.

Таблица 3.

Влияние нормы и концентрации фосфорной кислоты на химический состав пульпы монокальцийфосфата

№	Норма кислоты, %	ЭФК, % P ₂ O ₅	Химический состав, масс. %						
			P ₂ O ₅	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SO ₄ ²⁻	F
1	95	17	15,76	8,48	0,94	0,23	0,35	0,21	0,30
	100		15,88	8,22	0,94	0,24	0,36	0,22	0,30
	110		15,98	7,65	0,93	0,24	0,38	0,22	0,30
2	95	25	22,45	11,95	1,35	0,34	0,50	0,31	0,20
	100		22,69	11,60	1,35	0,34	0,51	0,31	0,21
	110		22,88	10,88	1,33	0,34	0,51	0,31	0,21
3	95	35	30,19	16,25	1,82	0,45	0,68	0,41	0,18
	100		30,64	15,85	1,82	0,46	0,69	0,42	0,19
	110		31,06	14,96	1,81	0,46	0,70	0,42	0,19
4	95	40	33,85	18,22	2,04	0,51	0,76	0,46	0,18
	100		34,40	17,80	2,04	0,51	0,77	0,47	0,18
	110		34,85	16,78	2,03	0,52	0,78	0,47	0,18
5	95	45	37,36	20,10	2,26	0,56	0,84	0,51	0,17
	100		38,04	19,68	2,26	0,57	0,85	0,52	0,18
	110		38,58	18,58	2,24	0,58	0,86	0,53	0,18

С повышением нормы кислоты с 95% до 110% незначительно повышаются содержания P₂O₅ и CaO, содержания примесных компонентов повышаются на десятые доли процента, независимо от концентрации фосфорной кислоты. При концентрации кислоты 25% P₂O₅ содержание P₂O₅ повышается с 22,45% при

норме 95% до 22,88% при норме 110% на образование монокальцийфосфата. После сушки содержание P₂O₅ в монокальцийфосфате изменяется с 51,97% до 54,99% (табл. 4). При этом содержание CaO составляет 25,63-28,24%, фтора 0,25-1,02%.

Таблица 4.

Влияние нормы и концентрации кислоты на состав монокальцийфосфата

№	Норма кислоты, %	ЭФК, % P ₂ O ₅	Химический состав монокальцийфосфата, масс. %						
			P ₂ O ₅	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SO ₄ ²⁻	F
1	95	17	52,32	28,16	3,14	0,78	1,17	0,71	0,98
	100		53,23	27,55	3,16	0,79	1,19	0,72	1,00
	110		54,53	26,27	3,18	0,82	1,22	0,74	1,02
2	95	25	52,18	27,77	3,13	0,78	1,17	0,71	0,47
	100		53,01	27,11	3,15	0,79	1,19	0,72	0,47
	110		53,88	25,63	3,14	0,81	1,20	0,73	0,48

3	95	35	51,97	27,98	3,12	0,77	1,16	0,70	0,31
	100		53,02	27,44	3,15	0,79	1,18	0,72	0,32
	110		54,94	26,46	3,20	0,82	1,22	0,74	0,33
4	95	40	52,22	28,11	3,14	0,78	1,16	0,71	0,27
	100		53,04	27,45	3,15	0,79	1,18	0,72	0,27
	110		54,86	26,43	3,20	0,82	1,22	0,74	0,28
5	95	45	52,47	28,24	3,15	0,78	1,17	0,71	0,24
	100		53,01	27,43	3,15	0,79	1,18	0,72	0,25
	110		54,99	26,49	3,20	0,82	1,23	0,74	0,26

Повышение концентрации фосфорной кислоты способствует снижению содержания фтора в готовом продукте. Однако, этого недостаточно для получения монокальцийфосфата кормовой чистоты.

Таким образом, проведенные исследования показали возможность получения монокальцийфосфата на основе обесфторенной и обессульфаченной экстракционной фосфорной кислоты из фосфоритов Центральных Кызылкумов. Монокальцийфосфат

независимо от исходной концентрации кислоты содержит 51,97-54,99% P_2O_5 , 25,63-28,24% CaO. Содержание фтора составляет 0,24-1,02%. Чем выше концентрация исходной фосфорной кислоты, тем ниже содержание фтора в монокальцийфосфате. Для получения монокальцийфосфата кормовой чистоты необходимо проводить более глубокую очистку экстракционной фосфорной кислоты из фосфоритов Центральных Кызылкумов от фтора.

Список литературы:

1. Дегтярёв В. Эффективность монокальцийфосфата при кормлении животных. //Молочное и мясное скотоводство. 2003. 2. с 7-10.
2. Кальницкий Б.Д. Минеральные вещества в кормлении животных. Л.: Агропромиздат, 1985.
3. Кармышов В.Ф., Соболев Б.П., Носов В.Н. Производства и применение кормовых фосфатов. М.: Химия, 1987.
4. Кочетков С.П., Смирнов Н.Н., Ильин А.П. Концентрирование и очистка экстракционной фосфорной кислоты. Иваново, 2007. 304 с.
5. Литусова Н.М. Технология получения кормовых фосфатов кальция в гранулированном виде на основе мела и экстракционной фосфорной кислоты. Дисс. ... канд. техн. наук. Москва, 2004. 136 с.
6. Мирмусаева К.С. Технология производства ортофосфатов натрия на основе экстракционной фосфорной кислоты из фосфоритов Центральных Кызылкумов. Дисс. ... канд. тахн. наук. Ташкент. 2011. 169 с.
7. Патент № IAP 05054 (UZ). C05B3/00. Способ получения кормового преципитата. Х.Ч.Мирзакулов, И.И.Усманов, Б.Б.Садыков, Н.В.Вольнскава, Г.Э.Меликулова, Ш.И.Умаров. Оpubл. 2015. Бюл. № 7.
8. Tsh 6.6-21:2013. Кислота ортофосфорная экстракционная. Технические условия. Ташкент, 2013. 5 с.
9. Хужамкулов С.З. Разработка технологии обесфторивания экстракционной фосфорной кислоты из термоконцентрата Центральных Кызылкумов с получением фторидов натрия и кальция. Дисс. ... канд. техн. наук. Ташкент, 2009. 135 с.