

**РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЕ ТРИНАТРИЙФОСФАТА  
ИЗ ЭКСТРАКЦИОННОЙ ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ НА ОСНОВЕ ФОСФОРИТОВ  
ЦЕНТРАЛЬНЫХ КЫЗЫЛКУМОВ**

**Арифжанова Камола Сайфуллаевна**

докторант  
Ташкентского химико-технологического института  
Республика Узбекистан, г. Ташкент  
E-mail: [mkskamola@mail.ru](mailto:mkskamola@mail.ru)

**Хужамбердиев Шерзод Мусурманович**

стар. препод.  
Ташкентского химико-технологического института  
Республика Узбекистан, г. Ташкент  
E-mail: [sherzod0108@mail.ru](mailto:sherzod0108@mail.ru)

**Мирзакулов Холтура Чориевич**

профессор  
Ташкентского химико-технологического института  
Республика Узбекистан, г. Ташкент  
E-mail: [khchmirzakulov@mail.ru](mailto:khchmirzakulov@mail.ru)

**Усманов Ильхам Икрамович**

ст. науч. сотр.  
Ташкентского химико-технологического института,  
Республика Узбекистан, г. Ташкент  
E-mail: [ift2015@mail.ru](mailto:ift2015@mail.ru)

**DEVELOPMENT OF A TECHNOLOGY FOR OBTAINING TRISODIUM PHOSPHATE FROM  
EXTRACTION PHOSPHORIC ACID BASED ON PHOSPHORITES OF CENTRAL KYZYLKUM**

**Kamola Arifdjanova**

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

**Sherzod Khujamberdiev**

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

**Kholtura Mirzakulov**

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

**Ilkham Usmanov**

Senior scientific employee  
of Tashkent institute of chemical technology  
Republic of Uzbekistan, Tashkent

**АННОТАЦИЯ**

Приведены результаты исследований по получению тринатрийфосфата из экстракционной фосфорной кислотой на основе фосфоритов Центральных Кызылкумов. Показано, что очищенные растворы тринатрийфосфата получаются только при нейтрализации растворов гидрофосфата натрия каустической содой до pH 10-12. Установлены оптимальные технологические параметры выделения кристаллов дуодекагидрата и декагидрата фосфатов натрия.

Библиографическое описание: РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЕ ТРИНАТРИЙФОСФАТА ИЗ ЭКСТРАКЦИОННОЙ ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ НА ОСНОВЕ ФОСФОРИТОВ ЦЕНТРАЛЬНЫХ КЫЗЫЛКУМОВ // Universum: технические науки : электрон. научн. журн. Арифжанова К.С. [и др.]. 2021. 8(89). URL: <https://7universum.com/ru/tech/archive/item/12227>

## ABSTRACT

The results of studies on the production of trisodium phosphate from extraction phosphoric acid based on phosphorites of the Central Kyzylkum are presented. It is shown that purified solutions of trisodium phosphate are obtained only by neutralizing solutions of sodium hydrogen phosphate with caustic soda to pH 10-12. The optimal technological parameters for the separation of crystals of duodecahydrate and decahydrate sodium phosphate have been established. Выделенные кристаллогидраты и безводные образцы тринатрийфосфата содержат меньше примесей, чем тринатрийфосфат, полученный выпаркой и последующей сушкой очищенного раствора тринатрийфосфата. The isolated crystal hydrates and anhydrous trisodium phosphate samples contain less impurities than trisodium phosphate obtained by evaporation and subsequent drying of a purified trisodium phosphate solution.

**Ключевые слова:** экстракционная фосфорная кислота, карбонат, гидроксид натрия, дуодекагидрат, декагидрат тринатрийфосфат, нейтрализация, кристаллизация.

**Keywords:** extraction phosphoric acid, sodium carbonate, hydroxide, trisodium phosphate duodecahydrate, decahydrate, neutralization, crystallization.

**Введение.** Основным направлением экономического развития республики Узбекистан являются освоение природных ресурсов, их комплексное использование, создание новых, модернизация существующих производств, выпуск конкурентоспособной, импортозамещающей, экспорто-ориентированной продукции путем глубокой переработки сырьевых ресурсов.

Химическая промышленность была ориентирована, в основном, на выпуск азотных и фосфорсодержащих удобрений [2, 5]. Причем фосфатное сырье было привозным, из соседнего Казахстана. Имеющиеся производства обеспечивали потребности не только Узбекистана, но и поставлялись в соседние республики и на экспорт.

Быстрые сокращения поставок фосфатного сырья Каратау, а в последствии и полное их прекращение ускорили освоение своей фосфатной базы в Центральных Кызылкумах и выпуск на Кызылкумском фосфоритном комбинате мытого обожженного фосконцентрата Ташкура [1].

В связи с тем, что фосфориты Центральных Кызылкумов являются новым сырьем для предприятий химической промышленности и существенно отличаются по химическому составу от фосфоритов Каратау в Республике проводятся исследования по их переработке на различные фосфорсодержащие удобрения и соли фосфорной кислоты, так как существующие, разработанные технологии для других видов фоссырья не приемлемы для фосфоритов Центральных Кызылкумов [3, 10].

Одной из таких востребованных для страны химической продукцией являются ортофосфаты натрия и в частности, тринатрийфосфат, наиболее важным свойством которого является возможность смягчения воды [8].

Ввиду того, что основным сырьем для производства тринатрийфосфата являются фосфорная кислота и карбонат натрия проведены многочисленные исследования по обесфториванию, обессульфачиванию, очистке от полуторных окислов и получению очищенных от примесей растворов дигидро-, гидро- и фосфатов натрия из экстракционной фосфорной кислоты на основе фосфоритов Центральных Кызылкумов [4, 7, 9].

Для термодинамического обоснования процессов получения тринатрийфосфата взаимодействием фосфорной кислоты и карбоната натрия, а также гидрофосфата натрия, фосфорной кислоты с гидроксидом натрия рассчитаны изобарно-изотермические потенциалы реакции и по их значению судили о возможности протекания указанных реакций. Полученные результаты показали протекание всех реакций взаимодействия компонентов при атмосферном давлении и температуре 25°C. Значение изобарно-изотермических потенциалов изменялись от -5,54 кДж/моль до -104,8 кДж/моль. Самое низкое значение было у реакции, протекающей при взаимодействии фосфорной кислоты с карбонатом натрия до образования тринатрийфосфата, что указывает на сложность протекания этой реакции. Для получения тринатрийфосфата необходимы особые условия, как например, существенный избыток карбоната натрия или увеличение продолжительности взаимодействия или использование гидроксида натрия.

Для установления возможности получения тринатрийфосфата путем взаимодействия растворов гидрофосфата натрия с карбонатом натрия изучены поведения компонентов в разбавленных растворах методом изомольярных серий и растворимость в системе  $\text{Na}_2\text{HPO}_4\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-H}_2\text{O}$  визуальным политермическим методом.

При изучении взаимодействия 0,1 М растворов гидрофосфата натрия и гидроксида натрия при объемных соотношениях от 9:1 до 1:9 изменения плотности, вязкости, pH, температуры кристаллизации и светопропускания показали, что при объемном соотношении 50:50 или мольном соотношении компонентов 1:1 измеряемые показатели имеют экстремальные значения, что указывает на изменение состава растворов и протекание взаимодействия по реакции



Для подтверждения данных термодинамических расчетов и результатов изомольярных серий изучена растворимость в системе  $\text{Na}_2\text{HPO}_4\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-H}_2\text{O}$  от температуры полного замерзания -2,1°C до 40°C и построена политермическая диаграмма растворимости системы, на которой разграничены поля кристаллизации льда, семи-, двухводного динатрийфосфатов

и десятиводного и безводного карбоната натрия и соединения состава  $\text{Na}_3\text{PO}_4$ . Поля сходятся в трех узловых точках системы.

В изученной системе в качестве новой фазы образуется дигидрат тринатрийфосфата. Поле кристаллизации  $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , занимает меньшую часть диаграммы, что объясняется наибольшей растворимостью его относительно других компонентов системы.

Предварительные исследование по получению тринатрийфосфата показали, что тринатрийфосфат легче всего получать с использованием гидроксида натрия при нейтрализации третьего водородного иона.

Для получения тринатрийфосфата использовали очищенные растворы гидрофосфата натрия, полученные из экстракционной фосфорной кислоты Центральных Кызылкумов, которые нейтрализовали гидроксидом натрия при норме 110% от стехиометрии на образование тринатрийфосфата, температуре  $80^\circ\text{C}$ , продолжительности процесса 30 минут. Кристаллизацию тринатрийфосфата различной гидратности проводили из растворов при скорости охлаждения 9,6, 6,4 и  $3,2^\circ\text{C}/\text{час}$  (табл. 1).

Таблица 1.

**Влияние концентрации раствора, температуры и скорости охлаждения на технологические показатели кристаллизации фосфатов натрия**

С, %	Температура, $^\circ\text{C}$	Скорость охлаждения, $^\circ\text{C}/\text{час}$	Соотношение Ж:Т	Время фильтри. 200 мл, мин	Съем осадка, $\text{кг}/\text{м}^2 \cdot \text{ч}$
Кристаллизация дуодекагидрата фосфата натрия					
18,0	33,4	9,6	2,89	1,17	431
		6,4	2,89	0,49	1024
		3,2	2,90	0,37	1362
	20,0	9,6	1,89	2,17	313
		6,4	1,90	0,91	744
		3,2	1,90	0,69	990
25,0	37,0	9,6	1,22	1,81	489
		6,4	1,23	0,76	1161
		3,2	1,23	0,57	1546
	20,0	9,6	0,84	3,35	320
		6,4	0,84	1,41	760
		3,2	0,84	1,06	1012
Кристаллизация декагидрата фосфата натрия					
34,0	66,4	9,6	2,07	2,03	531
		6,4	2,07	1,52	710
		3,2	2,06	1,15	921
	54,0	9,6	1,24	2,20	671
		6,4	1,24	1,65	895
		3,2	1,24	1,25	1155
39,6	69,5	9,6	0,62	2,62	778
		6,4	0,62	1,97	1037
		3,2	0,62	1,49	1340
	54,0	9,6	0,41	2,85	825
		6,4	0,41	2,14	1101
		3,2	0,41	1,62	1422

Оптимальным условием процесса кристаллизации дуодекагидрата и декагидрата фосфатов натрия является скорость охлаждения растворов тринатрийфосфата  $3,2^\circ\text{C}/\text{час}$  [6]. Для получения безводной соли кристаллогидраты тринатрийфосфата подвергали сушке.

В результате сушки получен безводный тринатрийфосфат из кристаллогидратов и высушиванием раствора тринатрийфосфата. Составы полученных продуктов приведены в таблице 2.

Таблица 2.

Состав безводного фосфата натрия, полученного из кристаллогидратов и маточного раствора

№, п/п	Образец	Химический состав, мас. %							
		Na <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>	CaO	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	F
1	Na <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> ·12H <sub>2</sub> O	54,80	42,36	0,230	0,106	0,495	0,0028	0,0032	0,0004
2	Na <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> ·10H <sub>2</sub> O	54,39	42,16	0,576	0,156	0,711	0,0071	0,0078	0,0006
3	Из раствора Na <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	55,39	41,33	0,567	0,123	0,545	0,0357	0,0121	0,0027

Из таблицы видно, что образцы безводного три-натрийфосфата, полученные из кристаллогидратов более чистые, чем из очищенного раствора и кроме того, имеют низкое содержание основного вещества. Наиболее чистым является фосфат натрия, полученный из 12-водного кристаллогидрата, что связано с условиями кристаллизации, обеспечивающими получение качественного продукта.

Выделенные кристаллы додекагидрата фосфата натрия исследованы рентгенофазовым и ИК-спектроскопическим методами.

На рисунке 1 приведена рентгенограмма Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>·12H<sub>2</sub>O, которая характеризуется интенсивными пиками 5,9, 5,40, 3,30, 2,77, 2,69, 2,36, 2,21, 2,05, 1,60 Å. При этом в образцах присутствует Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>·10H<sub>2</sub>O, который характеризуется интенсивным пиком 2,46 Å.

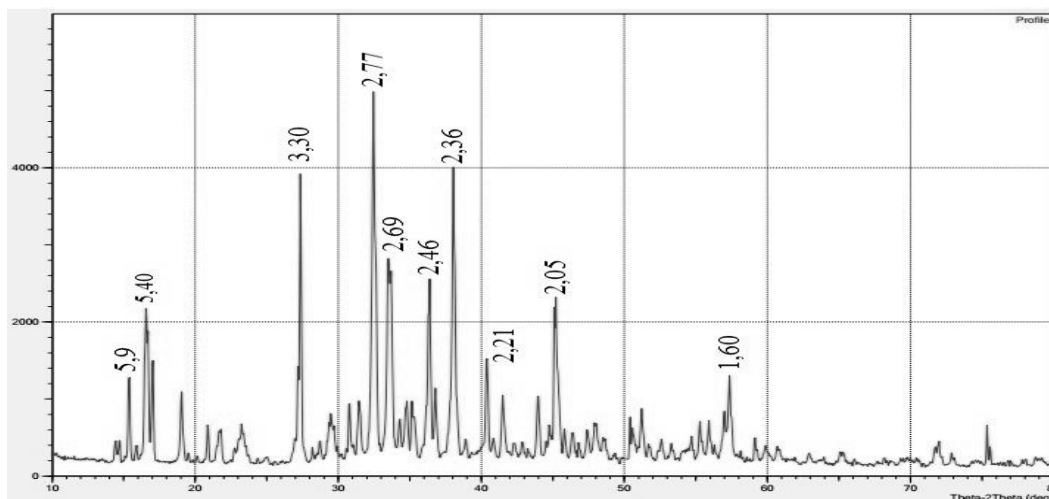


Рисунок 1. Рентгенограмма Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>·12H<sub>2</sub>O

На ИК – спектре (рис. 2) имеются частоты колебаний, характеризующие колебания относящиеся

к PO<sub>4</sub> 619,15-979,84 см<sup>-1</sup> и кристаллизационной воде 1394,53 и 1435,04 см<sup>-1</sup>.

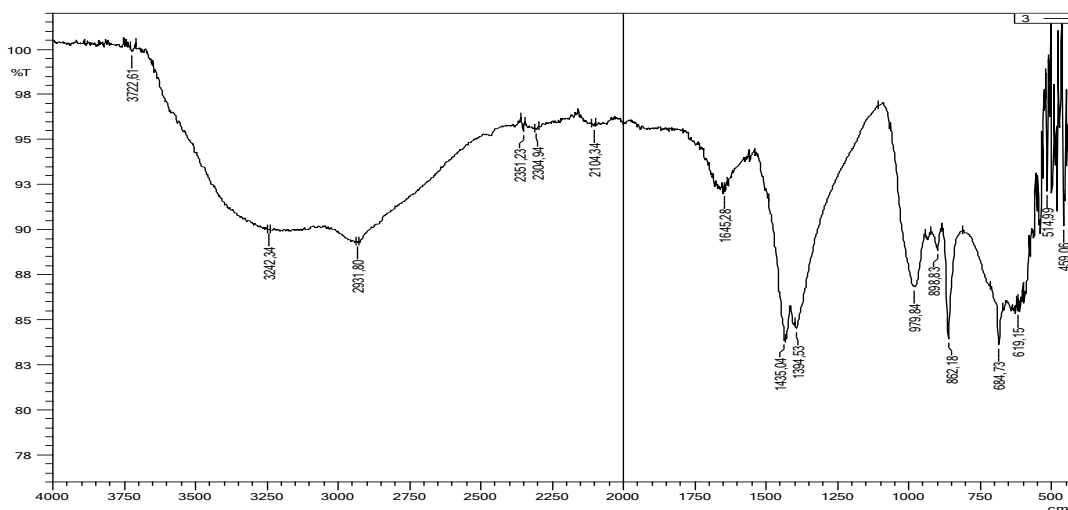


Рисунок 2. ИК спектр Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>·12H<sub>2</sub>O

Проведенные исследования показали возможность получения додекагидрата, декагидрата и безводного тринатрийфосфата из ЭФК на основе фосфоритов Центральных Кызылкумов и послужили основой для разработки схемы материальных

потоков, материального баланса, технологической схемы и норм технологического режима.

На рисунке 3 приведена схема материальных потоков получения тринатрийфосфата.

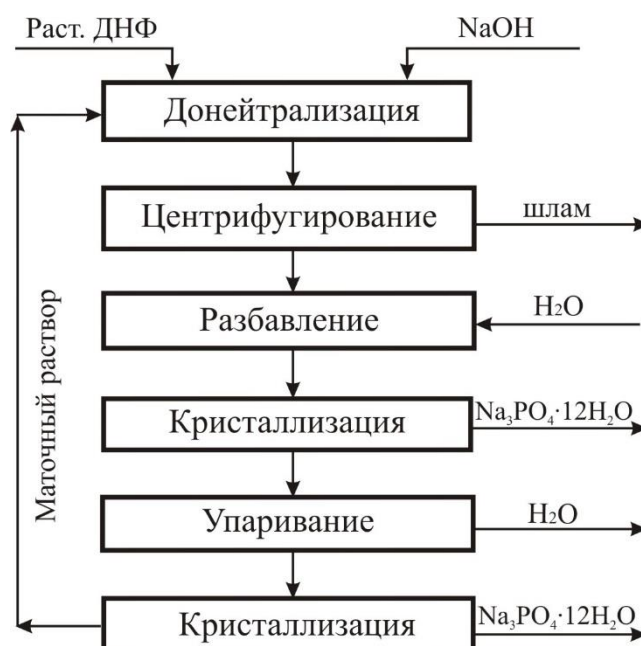


Рисунок 3. Схема материальных потоков производства додекагидрата натрия

Схема материальных потоков предусматривает донейтрализацию очищенных растворов гидрофосфата натрия гидроксидом натрия, отделение шлама, разбавление осветленного раствора, кристаллизацию, отделение тринатрийфосфата, выпарку маточного раствора с последующей кристаллизацией тринатрийфосфата и возврат маточного раствора на стадию донейтрализации.

В таблице 3 приведен материальный баланс производства кристаллогидратов тринатрийфосфата. Для этого необходимо 1,09383 т или 1,61879 т очищенного раствора гидрофосфата натрия нейтрализовать 0,122 т или 0,18057 т каустической соды. При этом образуется 1 т двенадцативодного или 1 т десятиводного тринатрийфосфата.

Таблица 3.

Материальный баланс производства фосфата натрия

Наименование потока	Кристаллогидрат, т.	
	12H <sub>2</sub> O	10H <sub>2</sub> O
Раствор на донейтрализацию	1,09383	1,61879
NaOH	0,122	0,18057
Пульпа	1,21585	1,79936
Шлам	0,0598	0,0885
Раствор на упарку	1,15605	1,71087
Добавлено H <sub>2</sub> O	1,34233	0,24703
Раствор в кристаллизатор	2,49836	1,95745
Na <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> ·xH <sub>2</sub> O	0,83283	0,65249
Раствор на упарку	1,66553	1,30494
Упарено H <sub>2</sub> O	1,16402	0,26238
Раствор в кристаллизатор	0,50151	1,042555
Na <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> ·xH <sub>2</sub> O	0,16717	0,34751
Маточный раствор	0,33434	0,69504



№	Наименование параметров	Значения
Корректировка концентрации раствора гидрофосфата натрия		
4	Концентрация раствора $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ до корректировки, масс. %	36-39
5	Концентрация раствора $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ после корректировки, масс. %	36-39
	при получении декагидрата $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ при получении додекагидрата $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	20-25
Отделение фосфатного шлама		
6	Разрежение при фильтрации, кгс/см <sup>2</sup>	0,45-0,65
Охлаждение и кристаллизация кристаллогидратов фосфата натрия		
7	Температура суспензии кристаллов, °С	55-60
	при получении декагидрата $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ при получении додекагидрата $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	20-25
8	Скорость охлаждения, °С/час	3-4
9	Соотношение Ж:Т в конечной суспензии	(1,0-1,5) : 1
Отделение кристаллогидратов фосфата натрия		
10	Разрежение при фильтрации, кгс/см <sup>2</sup>	0,45-0,65
Сушка и затаривание продукта		
11	Температура процесса, °С	30-40
12	Влажность продукта, масс. %	0,5-1,0

Таким образом, на основе проведенных термодинамических расчетов, результатов изучения поведения компонентов получения тринатрийфосфатов показано, что для получения тринатрийфосфата для нейтрализации третьего водородного иона лучше всего использовать гидроксид натрия.

Полученные результаты исследований позволили разработать технологию получения тринатрийфосфата из экстракционной фосфорной кислоты на основе фосфоритов Центральных Кызылкумов, которая

включает обесфторивания и обессульфачивания кислоты, нейтрализацию осветленного раствора кальцинированной содой до образования очищенного гидрофосфата натрия, нейтрализацию раствора каустической соды до 10-12, отделение фосфатного шлама и выпарку фильтрата, кристаллизацию тринатрийфосфата и сушку. Установлены оптимальные технологические параметры процесса и норм технологического режима производства тринатрийфосфата.

#### 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. Волинскова Н.В. Разработка и усовершенствование технологии производства фосфорной кислоты из фосфоритов Центральных Кызылкумов. Дисс. ... докт. техн. наук, Ташкент, 2019. 196 с.
4. Меликулова Г.Э., Арифджанова К.С., Юсупова Г.Х., Хужамкулов С.З., Мирзакулов Х.Ч. Влияние технологических параметров на процесс обессульфачивания экстракционной фосфорной кислоты из фосфоритов Центральных Кызылкумов. Химия и химическая технология, Ташкент. – 2017, № 2, - С. 11-15.
5. Мирзакулов Х.Ч. Физико-химические основы и технология переработки фосфоритов Центральных Кызылкумов. Ташкент, 2019, 412 с.
6. Мирмусаева К.С., Меликулова Г.Э., Асамов Д.Д., Мирзакулов Х.Ч. Исследование процессов кристаллизации фосфатов натрия // Химическая технология. Контроль и управления. Ташкент, 2013. - № 5. - С. 24-30.
7. Мирмусаева К.С., Мирзакулов Х.Ч., Бардин С.В., Усманов И.И., Шамаев Б.Э. Исследование процессов кристаллизации дигидрофосфатов натрия // «Химическая технология. Контроль и управления. – Ташкент, 2013. -№ 3. - С. 5-10.
8. Никандров М.И. Разработка технологии концентрированных динарий- и тринатрийфосфатов: Дисс. ... канд. тех. наук. – Нижний Новгород 2005. 144 с.
9. Патент UZ № IAP 04968, МПК8 С 01 В 25/00. Способ получения фосфата натрия / Мирзакулов Х.Ч., Асамов Д.Д., Усманов И.И., Садыков Б.Б., Волинскова Н.В., Бардин С.В., Мирмусаева К.С., Меликулова Г.Э. (UZ). - Заявл. 14.11.2012. – Оpubл. 28.11.2014г. - Бюл. № 11.
10. Шамшидинов И.Т. Разработка усовершенствованной технологии производства экстракционной фосфорной кислоты и получения концентрированных фосфорсодержащих удобрений из фосфоритов каратау и Центральных Кызылкумов: Дисс. ... док. техн. наук (Doctor of Science). – Ташкент, 2017. 193 с.