



ISSN 1815-4840

# CHEMICAL TECHNOLOGY. CONTROL AND MANAGEMENT

2018, №1-2 (79-80) pp.65-70

International scientific and technical journal  
journal homepage: [ijctcm.com](http://ijctcm.com)

Since 2005

УДК 631.85.661

T.I.NURMURODOV, A.U.ERKAEV, B.KH.KUCHAROV

## DEVELOPMENT OF TECHNOLOGY ON THE HYDROCHLORIC-, NITRIC- AND SULFURIC ACID PROCESSING OF LOW-GRADE PHOSPHORITES OF CENTRAL KYZYLKUM

*Ишда аммонийлашган асосий эритманинг реологик хоссалари тадқиқ қилинган ва паст сифатли Марказий Қизилқум фосфоритларини хлорид, нитрат, сульфат кислотали қайта ишлаш технологияси ишлаб чиқилган ва ҳосил бўлган суспензиядан мураккаб фосфорли ўғит ва тозаланган преципитат олиш учун технологик фойдаланиш мумкинлиги кўрсатилган.*

**Таянч сўзлар:** *фосфорли ўғитлар, фосфорит, парчалаш, аммонийлаштириш, хлорид кислотали қайта ишлаш, кон, суспензия, филтрат, эритма.*

*В работе исследованы реологические свойства аммонизированных маточных растворов и разработана технология переработки низкосортных фосфоритов Центральных Кызылкумов соляно- и азотносернокислотными способами и показано, что образующиеся суспензии технологичны для получения сложных фосфорных удобрений и очищенного преципитата.*

**Ключевые слова:** *Фосфорные удобрения, фосфорит, разложение, аммонизация, соляно кислотная переработка, месторождение, суспензия, филтрат, раствор.*

*The rheological properties of ammoniated mother liquors have been studied and the technology of processing low-grade phosphorites of the Central Kyzylkum with salt and nitrogen-sulfuric acid methods has been developed and it has been shown that the suspensions formed are processability for obtaining complex phosphorus fertilizers and purified precipitate.*

**Key words:** *nitrogen, phosphorus, decomposition, ammoniate, by means of hydrochloric acid processing, Deposit, suspension, filtrate, solution.*

Целью данной работы является разработка технологии производства преципитата путем соляно-, азотно- и сернокислотного разложения низкосортных фосфоритов с установлением оптимальных параметров производства. Нами был исследован процесс солянокислотной обработки низкосортных фосфоритов Центральных Кызылкумов, химический состав которого приведен в работе.

Солянокислотной обработке подвергались низкосортные фосфориты Центральных Кызылкумов, химический состав которых приведен в работах [1-4]. Разложение проводили 5%-ной соляной кислотой, приготовленной разбавлением 32%-ной кислоты. Норма кислоты составляла 100% от стехиометрии относительно содержания диоксида углерода в исходном фосфорите. Эксперименты проводили на лабораторной установке, состоящей из трубчатого стеклянного реактора, снабженного лопастной мешалкой, приводимой в движение мотором. Необходимое количество соляной кислоты помещали в реактор и добавляли расчетное количество низкосортного фосфатного сырья при интенсивном перемешивании (скорость вращения мешалки - 250-300 об/мин). Температуру реакционной массы поддерживали на уровне 40-45°C с помощью контактного термометра. Загрузку фосфорита осуществляли в течение 5-7 мин.

Разделение хлоркальцийфосфатной пульпы осуществляли декантацией с дальнейшей фильтрацией сгущенной части и промывкой осадка исходной водой. Выделенный осадок разлагали смесью азотной и серной кислот при соотношении  $H_2SO_4-HNO_3 = 9-18:91-82$ .

Суммарная норма кислот составляла 100% от стехиометрии относительно содержания оксида кальция в осадке. Азотно-сернокислотную вытяжку стадийно аммонизировали до  $pH=1,5, 2,5$  и  $4,5$ . Влияние параметров на химический состав данных реакционных систем отражено в работах [1-4].

Целью наших исследований явилось определение реологических свойств промежуточных и конечных реакционных пульп.

Плотность образующихся пульп определяли пикнометрическим методом ( $V=25\pm 0,015$  мм), а вязкость – с помощью стеклянного капиллярного вискозиметра ВПЖ-1 с  $\phi = 1,52$  мм при температурах 20, 40, 60 и  $80^\circ C$  [5-7].

Для исследования использовали два вида азотно-сернокислотной вытяжки АСКВ: АСКВ-1 ( $H_2SO_4:HNO_3=9:91$ , АСКВ-2 ( $H_2SO_4:HNO_3=18:82$ ; Аммонизацию на первой стадии проводили до  $pH=1,5; 2,5; 4,5$  и на второй стадии от  $2,5$  до  $4,5$ . Зависимость реологических свойств фильтратов от технологических параметров наглядно изображена в виде номограмм (рисунки 1 и 2). Из номограммы 1 видно, что с повышением температуры и  $pH$  системы вязкость фильтратов снижается. С ростом температуры до  $40-45^\circ C$  плотность резко снижается прямолинейно, а при более  $45^\circ C$  - незначительно.

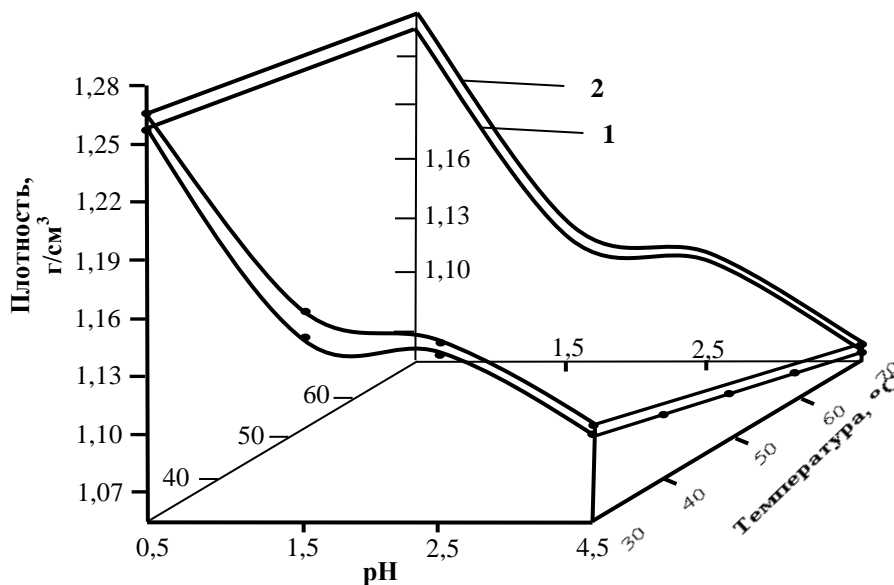


Рис.1. Номограмма изменения плотности растворов в зависимости от  $pH$  и температуры системы. 1- при применении АСКВ-1; 2- при применении АСКВ-2.

Влияние  $pH$  на реологические свойства пульп имеет более сложный характер. Из номограммы 1 и 2 видно, что при значениях  $pH=1,5-2,5$  на кривой зависимости имеются минимум и максимум, которые характеризуют образование растворимых и малорастворимых гидро- и дигидрофосфатов щелочноземельных металлов и аммонийных фосфатных комплексов полторных оксидов.

Установлено, что при  $pH=1,5$  степень осаждения полторных оксидов составляет 77,40-90,3 % с образованием гелеобразной массы растворимых соединений  $NH_4(Fe,Al)_3 \cdot H_8(PO_4)_6 \cdot 6H_2O$  и  $NH_4(Fe,Al)_3 \cdot H_{14}(PO_4)_8 \cdot 4H_2O$ , после разделения которой получена более легкотекучая жидкая фаза.

Поэтому, при  $\text{pH}=1,5$  плотность и вязкость жидкой фазы снижаются на 93-99, 93-101  $\text{кг/м}^3$  и 0,08-0,63; 0,23-0,85  $\text{сПз}$  соответственно при применении АСКВ-1 и АСКВ-2. При повышении  $\text{pH}$  более 2 в интервалах  $\text{pH}=1,5-2,5$  образуются  $(\text{NH}_4)_2(\text{Fe,Al})\text{Mg}(\text{HPO}_4)_2\text{F}$  и дигидрофосфаты кальция, которые на номограмме проявляются минимумами, нивелирующимися с повышением температуры.

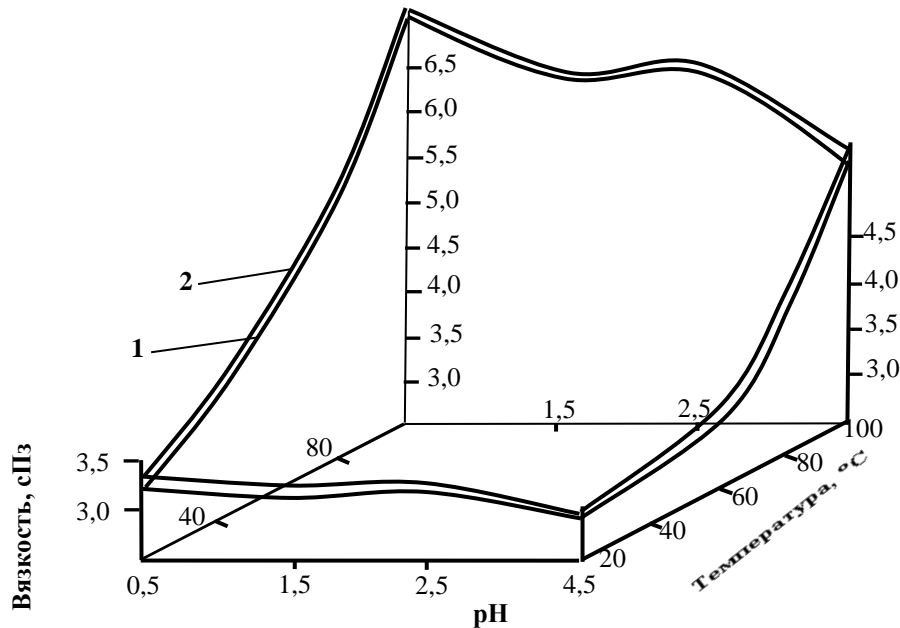


Рис.2. Номограмма изменения вязкости растворов в зависимости от  $\text{pH}$  и температуры системы. 1- при применении АСКВ-1; 2- при применении АСКВ-2.

Содержания  $\text{CaO}_{(\text{водн})}$  и  $\text{P}_2\text{O}_{5(\text{водн})}$  в жидкой фазе второй стадии на 1,5-2,0% ниже, чем в первой стадии. Ввиду этого значения плотности и вязкости во второй стадии в 1,03-1,10 и 1,08-1,16 раза ниже, чем в первой стадии. Например, с повышением температуры от 30 до 70  $^{\circ}\text{C}$  значения плотности и вязкости суспензии и растворов снижаются на 35-48  $\text{кг/м}^3$  и 2,99-3,62  $\text{сПз}$  соответственно. С повышением  $\text{pH}$  суспензии значения плотности и вязкости снижаются и колеблются в интервалах 1,060-1,265  $\text{г/см}^3$  и 2,86-7,65  $\text{сПз}$ .

На основе проведенных лабораторных исследований и опытов на модельной лабораторной установке предложена принципиальная технологическая схема (рис. 3). В реактор (5) шнековым питателем (4) подается фосфорит из бункера (3) и через напорный бак (2) соляная кислота концентрацией 5% из ёмкости (1). Перемешивание пульпы осуществляется механической лопастной мешалкой. Пульпа из реактора (5) насосом (7) через дозатор (8) подаётся на ленточный вакуум - фильтр (9), где продукционный раствор отделяется от обработанного фосфоконцентрата. Перелив из дозатора возвращается в реактор (5). Отфильтрованный хлоркальциевый раствор направляется в сборник (10) и используется по назначению (например, в технологии получения низкотемпературного цемента). Фосфоконцентрат после промывки на фильтре, транспортируется в реактор разложения (11) через бункер (15) и шнековый смеситель (4). Промывная вода от промывки фосфоконцентрата собирается в сборнике (12) и используется для разбавления соляной кислоты в реакторе (5). В реактор разложения (11) подаётся фосфоконцентрат через бункер (13) питателем (14). Так же в питатель подается азотная кислота (15), а серная кислота из напорного бака (16) подается в реактор (11). После разложения в течении 2-3 мин пульпа насосом (7<sup>1</sup>) перекачивается через дозатор (18) на ленточный фильтр (19). Перелив из дозатора возвращается в реактор разложения (11).

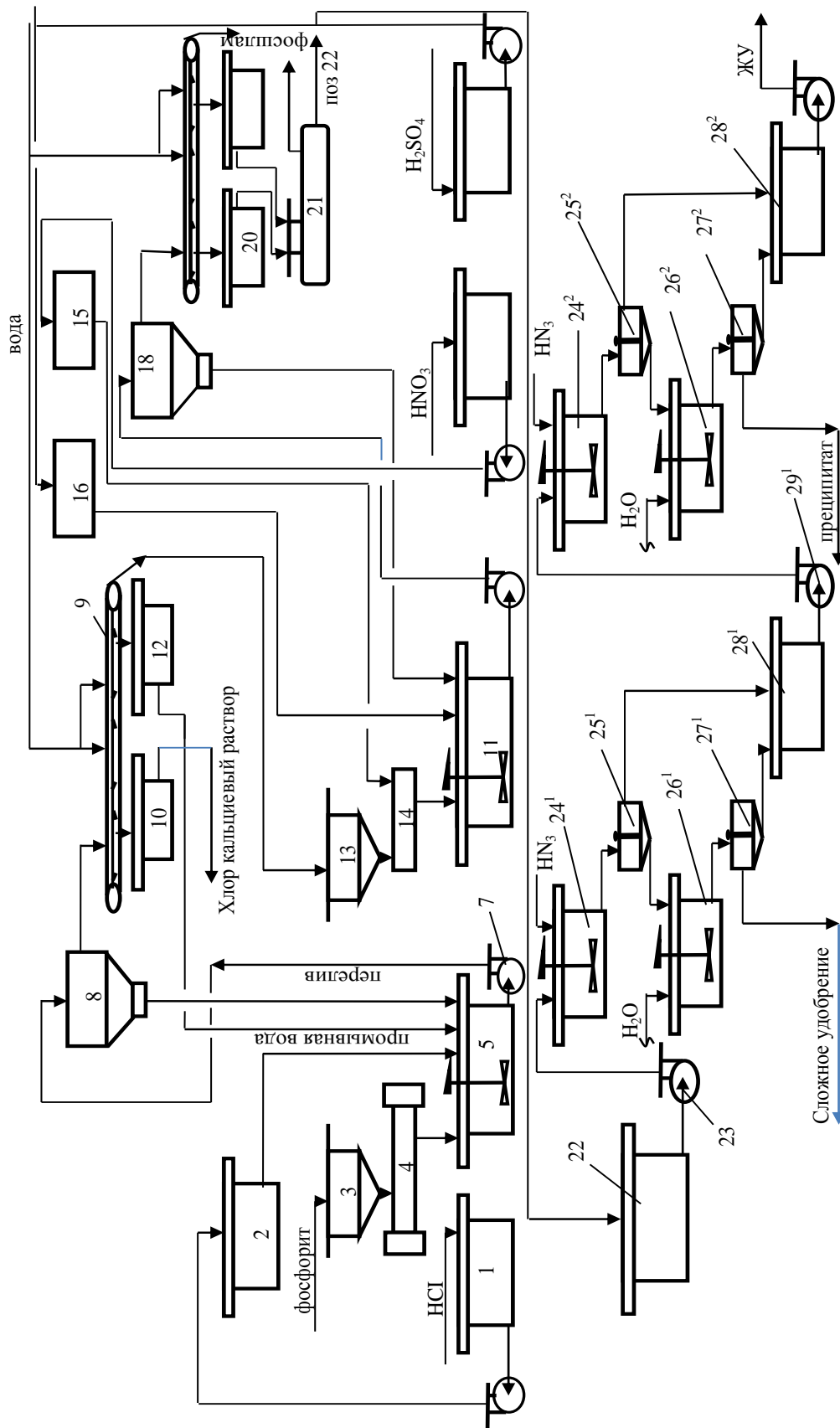


Рис. 3. Технологическая схема сыльно-, серно- и азотнокислотной переработки низкосортных фосфоритов Центральных Кызылкумов с двухстадийной аммонизацией вытязки.

1,6,17-сборники кислот; 2,15,16-напорные баки кислот; 3-бункер фосфатного сырья; 13- бункер фосфорита; 8,18-напорные баки кислот; 4,14-шнековые смесители; 5,11-реакторы; 7-кислотные центробежные насосы; 7<sup>1</sup>, 23,29-пульповые насосы; 9,19-ленточные фильтры; 10,20-сборники солянокислотной и азотнокислотной вытязки; 12-сборник промывных вод; 21<sup>1</sup>, 22-сборник азотнокислотной вытязки.

На основании полученных данных предложена принципиальная технологическая схема процесса соляно-азотно-сернокислотной переработки фосфатов (рис. 3) и рассчитан материальный баланс (рис. 4).

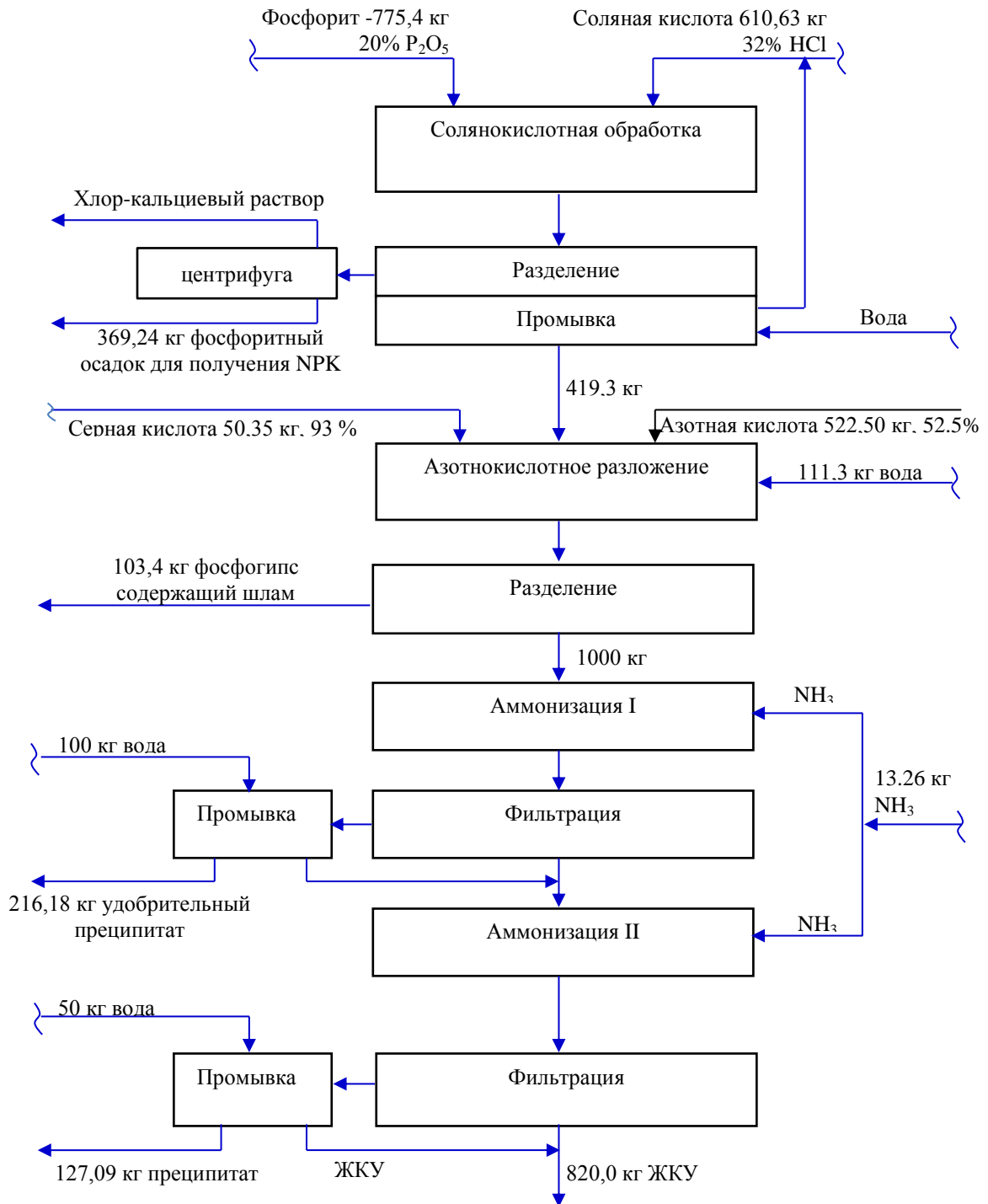


Рис. 4. Материальный баланс кислотной переработки низкосортных фосфоритов Центральных Кызылкумов

Отфильтрованный нитрофоссульфокальциевый раствор направляется через сборник (20) в хранилище (21). Промывная вода после промывки фосфогипсового шлама на фильтре (19) направляется в сборник (21), а затем в хранилище нитрофоссульфокальциевого раствора (21) или используется для разбавления соляной кислоты.

Осветленный нитрофоссульфокальциевый раствор собирается в сборнике (22), откуда с помощью центробежного насоса (23) подаётся на I-ую стадию аммонизации на сатуратор (24<sup>1</sup>). Аммонизированная суспензия подается на центрифугу (25<sup>1</sup>), где отеляется осадок от жидкой фазы. Осадок подается на репульпатор (26<sup>1</sup>), куда одновременно подается подкисленная вода. Репульпированная суспензия подается на центрифугу (27<sup>1</sup>). Выделенный осадок состава, (вес. %): P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> – 16,88; CaO – 29,46; CO<sub>2</sub> – 3,65; N – 0,4; H<sub>2</sub>O – 36,93 отправляется на переработку в удобрение, а основной фильтрат и промывная вода I-ой стадии аммонизации собираются в сборнике (28<sup>1</sup>) и с помощью центробежного насоса (29<sup>1</sup>) подаются на вторую стадию аммонизации. Осадок первой стадии отправляется для получения сложного азот-, фосфор-, кальций-, магний-, железосодержащего удобрения. На второй стадии получается обесфторенный преципитат. Жидкая фаза направляется для получения жидких удобрений.

Таким образом, по результатам проведенных исследований составлены материальные балансы и разработана принципиальная технологическая схема соляно- и азотносернокислотной переработки фосфоритов Центральных Кызылкумов с получением сложного удобрения и преципитата двухстадийной аммонизацией азотносернокислотной вытяжки.

#### References:

1. A.U. Erkaev, A.M. Iskenderov, T.I.Nurmurodov, SH.U.Barotova, D.A. Tursunova. Foskoncentrat na osnove ky'zy'lkumskih fosforitov // Materialy' respublikanskoy nauchno-tehnicheskoy konferencii «Sovremennye tehnologii i innovacii gorno-metallurgicheskoy otrasli» / Navoi 2012 g.14-15 iyunya. -S. -89.
2. Norkulova Z.M., Nurmurodov T.I., Umirova F.E., Turaev M.P. / Udobreniya na osnove solyanokislotnoy pererabotki fosfatnogo syr'ya // Materialy' respublikanskoy nauchno-tehnicheskoy konferencii «Aktual'nye problemy' himicheskoy tehnologii» / Buhara 2014 g. 8-9 aprelya. -S.- 42.
3. Kurbanova A.M., Reymov A.M., Nurmurodov T.I., Ayy'mbetov M.J., Turaev M.P. / Fosfokoncentrat na osnove kislotnogo obogasch'eniya bedny'h fosforitov // Materialy' respublikanskoy nauchno-tehnicheskoy konferencii «Aktual'nye problemy' himicheskoy tehnologii» / Buhara 2014 g. 8-9 aprelya. -S.- 44.
4. Abdurahmonov E., Nurmurodov T.I., Hasanova YU.SH., YUsupova F.U., Turaev M.P. Izuchenie processa obesftorirovaniya iz azotnokislotny'h pul'p fosforitov // Materialy' respublikanskoy nauchno-tehnicheskoy konferencii «Perspektivy' nauki i proizvodstva himicheskoy tehnologii v Uzbekistane». / Navoi 2014 g 23-24 maya. -S.- 47.
5. Praktikum po fizicheskoy himii / Vorob'ev N.K., Gol'shmidt V.A., Karapet'yanc M.H., Kiseleva V.A., Himiya. -1964. -s. 384.
6. Praktikum po fizicheskoy himii / Burmistrova O.A., Karapet'yanc M.H., Karetnikov G.S. i dr. Pod red. Gorbacheva S.V. -M : Vy'sshaya shkola. -1974.- s. 496.
7. Kivilis S.S. Tehnika izmereniya plotnosti jidkostey i tverdy'h tel.- M. Standart . -1969. -s. 70.

*Нурмуродов Тулкин Исамуродович – кандидат технических наук, доцент  
кафедры «Химическая технология» НавГГИ;  
Эркаев Ақтам Улашевич – доктор технических наук, профессор кафедры  
«Химическая технология неорганических веществ» ТХТИ;  
Кучаров Бахром Хайриевич – кандидат технических наук, старший  
научный сотрудник ИОНХ АН РУз*