

Заводская лаборатория. Диагностика материалов. №1. 2014. Том 80, p.90-94

9. H. Sid Kalal; H. Ahmad Panahi; N. Framarzi; E. Moniri; A. Naeemy; H. Hoveidi; A. Abhari. New chelating resin for preconcentration and determination of molybdenum by inductive couple plasma atomic emission spectroscopy // Int. J. Environ. Sci. Tech., 8 (3) p.501-512, 2011

10. Коростелев П.П. Приготовление растворов для химико-аналитических работ. М.: Наука, 1964. 261 с

11. Первова И.Г., Юшкова О.Г., Липунова Г.Н., Моргалюк В.П., Мельник Т.А., Липунов И.Н. // Сорбционные и хроматографические процессы. 2003. Т.2. № 5-6. С.616

12. Hüseyinli A., Marov I., Belyayeva E., Synthesis of complex compounds constituted Molybdenum(VI) and Tungsten(VI) with monoazo reagents and investigation of them, J. Neorg. Chem., 1985, No 10, p. 1642-1647

13. Мельник Т.А. Дисс. канд. хим. наук. Воронеж: УГЛТУ, 2005. С.90

ТЕХНОЛОГИЯ ПЕРЕРАБОТКИ СУХИХ СМЕШАННЫХ СОЛЕЙ ОЗЕРА КАРАУМБЕТ НА СУЛЬФАТА НАТРИЯ

¹*Тожиев Рустам Расулович*

¹*доктор философии (PhD), начальник отдела внутреннего контроля и мониторинга, Ферганский политехнический институт, г. Фергана*

²*Бобокулова Ойгул Соатовна*

доктор философии (PhD),

доц. кафедры «Аналитическая, физическая и коллоидная химия»,

ТХТИ, г.Ташкент

²*Мирзакулов Холтура Чориевич*

доктор технических наук,

профессор кафедры «Химическая технология неорганических веществ»

ТХТИ, г.Ташкент

²*Суванов Фаррух Равшанович*

инженер программист отраслевого центра

«Переподготовки и повышение квалификации педагогических кадров»

при Ташкентском химико-технологическом институте, г.Ташкент

DOI: [10.31618/ESU.2413-9335.2020.6.75.865](https://doi.org/10.31618/ESU.2413-9335.2020.6.75.865)

АННОТАЦИЯ

Приведены результаты по переработки сухих смешанных солей озера Караумбет с выделением мирабилита и переработки его на сульфат натрия высокого качества. Разработана принципиальная технологическая схема и установлены нормы расхода и технологического режима производства сульфата натрия из сухих смешанных солей озера Караумбет.

ABSTRACT

Results on processing of the dry mixed salts of Lake Karaumbet and extraction of myrabilit are resulted and processing it into high quality sodium sulfate and processing of its high-quality sodium sulfate. The basic technological scheme has been developed and the norms of the technological mode of production of sodium sulfate from the dry mixed salts of Lake Karaumbet have been established.

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

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

Введение. Сульфата натрия используется во многих отраслях промышленности. Но основными потребителями являются целлюлозно-бумажная, стекольная, текстильная, химическая, кожевенная промышленности, производства синтетических моющих средств. Узбекистан располагает громадными запасами сырья для получения сульфата натрия. Одним из таких видов сырья являются мирабилит Тумрюкского месторождения, сухие смешанные соли (ССС) Караумбета, Аккалы и Кушканатау [1,2].

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. СССР соли озера Караумбет, кроме сульфата натрия, также в

большом количестве (от 15 до 30%) содержат хлорид магния. При комплексной переработке СССР можно получить сульфата натрия и гексагидрат хлорида магния (бишофит) с высокими технико-экономическими показателями [3,4].

Поэтому исследования, направленные на разработку технологии переработки СССР озера Караумбет с выделением из них мирабилита являются очень актуальными.

Методы и материалы. Для исследований использовали СССР озера Караумбет состава (масс. %): Na₂SO₄ – 58,13; NaCl – 18,81; MgCl₂ – 15,30; MgSO₄ – 0,42; CaCl₂ – 0,31; н.о. – 6,98 в пересчете на сухое вещество. Химический анализ на содержание основных компонентов в исходном сырье, маточных растворах и твердой фазе, разделение фаз проводили по известным методикам [5-8].

Результаты и обсуждение

Для выделения мирабилита CCC растворяли при Т:Ж=1:3, отделяли нерастворимые в воде остатки отстаиванием, а жидкую, осветленную фазу охлаждали до температуры -5°C. Химический

и солевой составы растворов из CCC, полученных при Т:Ж=1:3, выход сульфата натрия и изменение соотношения твердой и жидкой фаз до и после вымораживания мирабилита в зависимости от температуры приведены в таблице 1.

Таблица 1.

Влияние температуры охлаждения на химический состав растворов сухих смешанных солей после отделения мирабилита и выход сульфата натрия

t, °C.	Химический состав жидкой фазы, масс. %					Солевой состав жидкой фазы, масс. %				Выход Na ₂ SO ₄ , %	Т:Ж
	Na ⁺	Mg ²⁺	Ca ²⁺	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻	Na ₂ SO ₄	MgCl ₂	NaCl	CaSO ₄		
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

Из полученных данных следует, что при охлаждении до температуры -5°C содержание сульфата натрия в растворе CCC снижается с 15,31% до 2,23%. Содержание остальных компонентов раствора повышается. 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 CCC

озера Караумбет выход сульфата натрия, в виде мирабилита, составляет 81,58 - 85,43% от исходного содержания в растворе.

Результаты опытов по изучению скорости фильтрации мирабилита при охлаждении раствора CCC до температуры +5 ÷ -5°C и остаточном давлении 84 кПа на воронке площадью 63,59·10⁻⁴ м² показали хорошую фильтруемость осадков (табл.2).

Таблица 2.

Фильтруемость пульпы с осадком мирабилита

№	t, °C.	Количество пульпы, г	Время (τ), сек	Толщина твердого осадка (h), мм	Фильтруемость (Ф·10 ⁻⁵), м ⁴ /Н·ч	Скорость фильтрации, кг/м ² ·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, а 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/м²·ч до 9492 кг/м²·ч. С каждого квадратного метра поверхности фильтра снимается с 2117 кг до 2743 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.

Основываясь на результатах лабораторных экспериментов разработана принципиальная технологическая схема (рис. 1), составлен материальный баланс и установлены нормы технологического режима (табл. 3) переработки CCC озера Караумбет на сульфат натрия высокого качества.

Сущность предлагаемого способа получения сульфата натрия заключается в растворении CCC в воде, отделении нерастворимых в воде остатков, охлаждении осветленного раствора, фильтрации мирабилита, растворении выделенного мирабилита в воде (соковых парах) в присутствии маточного раствора, очистке и выпарке раствора, фильтрации сульфата натрия, его сушке и возврате маточного раствора на стадию растворения мирабилита.

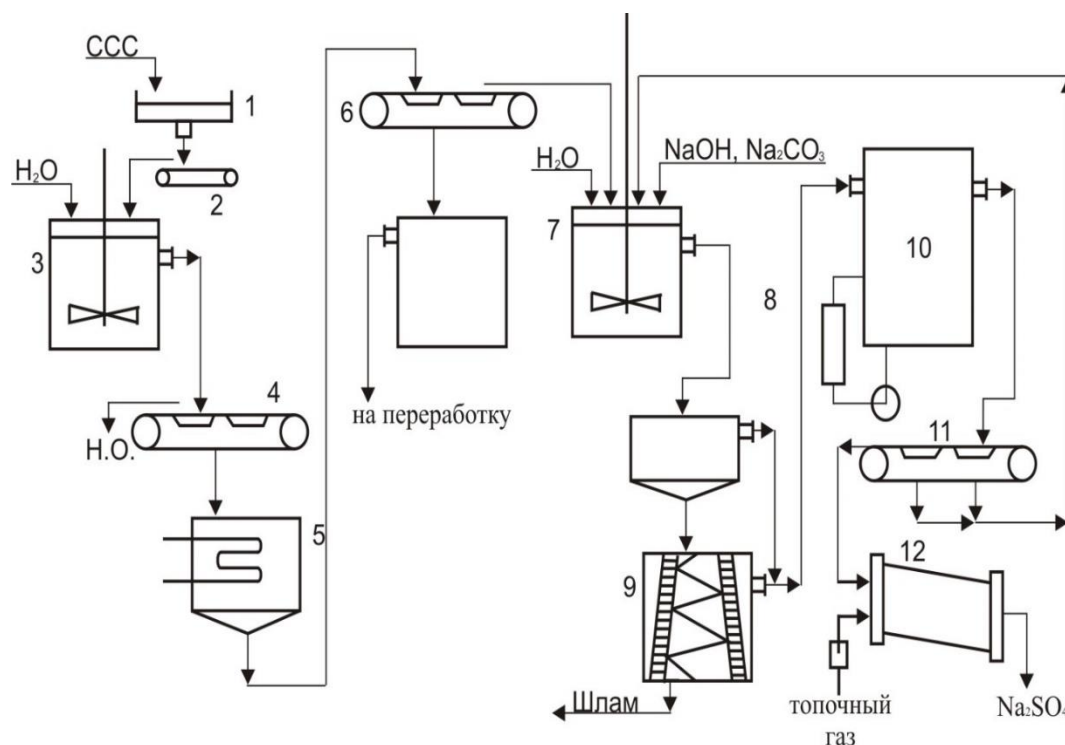


Рис. 1. Технологическая схема получения сульфата натрия из сухих смешанных солей Караумбета

Согласно схеме CCC с озера Караумбет из приемного бункера (поз.1), через дозатор (поз.2) подаются в реактор растворения (поз.3). Сюда же подается техническая вода для поддержания Т:Ж. Из реактора продукты растворения поступают на ленточный вакуум-фильтр (поз.4), где происходит разделения на жидкую и твердую фазы. Твердая фаза представляет собой нерастворимые в воде остатки, фильтрат – раствор хлоридов натрия, магния и сульфата натрия. Далее фильтрат охлаждается в кристаллизаторе (поз.5) и подается на ленточный вакуум-фильтр (поз.6). Жидкая фаза направляется на получение соединений магния и поваренной соли, твердая фаза в реакторе (поз.7) растворяется в соковых парах маточном растворе со стадии выпарки раствора сульфата натрия. В реактор (поз.7) одновременно подают растворы

кальцинированной соды и гидроксида натрия. Из реактора суспензия стекает в отстойник (поз.8).

Сгущенная часть из отстойника подается на центрифугу (поз.9) для отделения выпавших осадков, а жидкая фаза вместе с осветленной частью из отстойника направляются на выпарку (поз.10). С выпарки пульпа сульфата натрия подается на фильтр (поз.11). Маточный раствор направляется на стадию растворения и очистки раствора мирабилита, твердая фаза поступает на сушку в барабанный сушильный аппарат (поз.12) и далее на охлаждение и склад готовой продукции.

В табл.3 приведены расходные нормы исходного сырья и полупродуктов на получения одной тонны сульфата натрия высшего сорта из CCC озера Караумбет и нормы технологического режима.

Таблица 3

Нормы технологического режима производства сульфата натрия из сухих смешанных солей озера Караумбет

№ п/п	Наименование стадии и потоков реагентов	Наименование технологических показателей		
		Расход, т/т	Температура, °С	Прочие показатели
Растворение CCC озер Караумбет				
1.	Расход CCC озера Караумбет	2,029		
2.	Расход воды	2,824	20-25	
3.	Расход соковых паров продукции	2,181	90-95	
4.	Соотношение Ж:Т			1:(2,5-3,5)
5.	Температура растворения		50-70	
6.	Продолжительность растворения			20-30 мин.
Отстаивание и фильтрация суспензии				
7.	Расход суспензии	7,034	50-60	
8.	Процесс отстаивания		40-50	15-20 мин.
9.	Скорость фильтрации н.о. по т.ф.		40-50	150-230 кг/м ² *ч
10.	Выход н.о	0,135		

Охлаждение отфильтрованного раствора и выделение мирабилита				
11.	Расход раствора	6,899	50-60	
12.	Процесс охлаждения (мирабилита)		0-5	30 -40 мин.
13.	Выход мирабилита	2,270	0-5	
14.	Скорость фильтрации по мирабилиту			4234-5486кг/м ² *ч
15.	Маточный раствор	4,629	0-5	
Растворение мирабилита, очистка раствора и отделение шлама				
16.	Расход воды	0,910		
17.	Расход Na ₂ CO ₃	0,039		
18.	Расход NaOH	0,0061		
19.	Расход мирабилита	2,270		
20.	Мольное соотношение Ca ²⁺ /CO ₃ ²⁻			1,00-1,02
21.	Процесс растворение и очистки		40-50	40-60 мин.
22.	Скорость фильтрация карбоната кальция		40-50	350-450 кг/м ² *ч
23.	Выход карбоната кальция	0,045		
Выпарка раствора, отделение и сушка сульфата натрия				
24.	Расход очищенного раствора NaSO ₄	3,9541		
25.	Выпарка и сушка (H ₂ O)	2,181	95-110	
26.	Маточный раствор (циркулир. раствор)	0,773	90-95	
27.	Скорость фильтрации NaSO ₄			650-800 кг/м ² *ч
28.	Выход NaSO ₄	1,000		

Как видно из табл.3, для получения 1 т сульфата натрия необходимо 2,028 т ССС, растворить в 5,014 т H₂O. При этом образуется 7,034 т раствора, содержащего хлориды натрия, магния и сульфата натрия. После охлаждения и фильтрации образуется 2,270 т мирабилита, который растворяют в 0,910 т соковых паров с выпарки в присутствии 0,773 т маточного раствора. Затем для очистки от остаточных примесей кальция и магния в раствор вводят 0,039 т кальцинированной соды и 0,0061 т гидроксида натрия, осаждают в виде карбоната кальция и гидроксида магния. Отделяют фильтрацией образующийся осадок и на выпарку подают 3,998 т очищенного раствора. После удаления 1,889 т воды с и 0,124 т при сушки получают 1 т сульфата натрия высшего сорта.

Выводы. Таким образом, проведенные исследования показали принципиальную возможность переработки ССС озера Караумбет на сульфат натрия высшего сорта. Для этого необходимо ССС растворить при Т:Ж = 1:(3-4) в течение 15 минут, отделить нерастворимые в воде остатки, выделить при температуре 0-5°C мирабилит. Переработка выделенного мирабилита по разработанной технологии позволяет повысить выход сульфата натрия и получить продукт высшего сорта с наилучшими технико-экономическими и технологическими показателями.

Список литературы

1. Мирзакулов Х.Ч., Джураева Г.Х. Производство сульфата натрия. Ташкент, 2014. 224 с.
2. Джураева Г.Х. Разработка технологии получения сульфата натрия на основе местных сырьевых ресурсов / Дисс. канд. техн. наук. Ташкент. 2006. С.131.
3. Бобокулова О.С., Тожиев Р.Р., Усманов И.И., Мирзакулов Х.Ч. Разработка технологии производства гидроксида и оксида магния из рапы озер Караумбет и Барсакельмес // Химическая промышленность. 2015. №6. С. 272-279.
4. Тожиев Р.Р. Разработка технологии получения бишофита из рапы озер Караумбет и Барсакельмес: Дисс. доктора философии (PhD). – ИОНХ АН РУз, Ташкент. 2017. С.109.
5. Бурриель – Марти Ф., Рамирес – Муньос Х. Фотометрия пламени. М., «Мир», 1972. 520 с.
6. ГОСТ 7759-73. Магний хлористый технический (Бишофит). Технические условия. Изд-во стандартов, М. 1986. 10 с.
7. Винник М.М., Ербанова Л.Н., Зайцев П.И. и др. Методы анализа фосфатного сырья, фосфорных и комплексных удобрений, кормовых фосфатов. – М.: Химия. 1975. 215 с.
8. Жужиков В.А. Фильтрование. Теория и практике разделения суспензий. -М.: Химия. 1971. 440 с.