

7-4-2020

STUDY OF RHEOLOGICAL PROPERTIES OF SOLUTIONS AND PULP DURING DICALCIUM PHOSPHATE FORMATION PROCESS

Navruzбек Ibrahimovich Khurramov

PhD student, Navoi Branch of the Academy of sciences of the Republic Uzbekistan, 210100, Uzbekistan, Navoi, E-mail: nava2121@mail.ru, Phone: +99891-438-21-21; nava2121@mail.ru

Tulkin Isamurodovich Nurmurodov

Navoi State Mining institute, 210100, Republic of Uzbekistan, Navoi, E-mail: t.nurmurodov@gmail.com, Phone: +99898-778-82-45; t.nurmurodov@gmail.com

Nilufar Negboevna Bozorova

Navoi Branch of the Academy of sciences of the Republic Uzbekistan, 210100, Uzbekistan, Navoi, nilufarbozorova1407@gmail.com

Zarifa Umarovna Karimova

Navoi State Pedagogical Institute, 210100, Uzbekistan, Navoi, Ibn Sino 45., zarifa_karimova_90@mail.ru

Follow this and additional works at: <https://uzjournals.edu.uz/ijctcm>



Part of the [Complex Fluids Commons](#), [Controls and Control Theory Commons](#), [Industrial Technology Commons](#), and the [Process Control and Systems Commons](#)

Recommended Citation

Khurramov, Navruzбек Ibrahimovich; Nurmurodov, Tulkin Isamurodovich; Bozorova, Nilufar Negboevna; and Karimova, Zarifa Umarovna (2020) "STUDY OF RHEOLOGICAL PROPERTIES OF SOLUTIONS AND PULP DURING DICALCIUM PHOSPHATE FORMATION PROCESS," *Chemical Technology, Control and Management*: Vol. 2020 : Iss. 3 , Article 1.

Available at: <https://uzjournals.edu.uz/ijctcm/vol2020/iss3/1>

This Article is brought to you for free and open access by 2030 Uzbekistan Research Online. It has been accepted for inclusion in Chemical Technology, Control and Management by an authorized editor of 2030 Uzbekistan Research Online. For more information, please contact sh.erkinov@edu.uz.



ISSN 1815-4840

Himičeskaâ tehnologiâ. Kontrol' i upravlenie

CHEMICAL TECHNOLOGY. CONTROL AND MANAGEMENT

2020, №3 (93) pp.05-10

International scientific and technical journal
journal homepage: <https://uzjournals.edu.uz/ijctcm/>

Since 2005

UDC 631.85.661

STUDY OF RHEOLOGICAL PROPERTIES OF SOLUTIONS AND PULP DURING DICALCIUM PHOSPHATE FORMATION PROCESS

Khurramov Navruzбек Ibrahimovich¹, Nurmurodov Tulkin Isamurodovich²,
Bozorova Nilufar Negboevna³, Karimova Zarifa Umarovna⁴

¹Navoi Branch of the Academy of sciences of the Republic Uzbekistan, 210100, Uzbekistan, Navoi, Galaba Avenue.
E-mail: nava2121@mail.ru, Phone: +99891-438-21-21;

²Navoi State Mining institute, 210100, Republic of Uzbekistan, Navoi, Galaba Avenue.
E-mail: t.nurmurodov@gmail.com, Phone: +99898-778-82-45;

³Navoi Branch of the Academy of sciences of the Republic Uzbekistan, 210100, Uzbekistan, Navoi, Galaba Avenue.
E-mail: nilufarbozorova1407@gmail.com;

⁴Navoi State Pedagogical Institute, 210100, Uzbekistan, Navoi, Ibn Sino 45.
E-mail: zarifa_karimova_90@mail.ru.

Abstract: This article presents the rheological properties of suspensions obtained on the basis of nitric acid decomposition of unfired phosphorites of the Central Kyzylkum, as well as the chemical compositions of dicalcium phosphate and solid residues after the filtration process. The mass-spectral analysis of the pure dicalcium phosphate salt obtained by ammonization of the liquid part separated from the solid residue and subjected to filtration was studied.

Keywords: unburnt phosphorite, nitric acid, enrichment, chemical and fractional composition, dicalcium phosphate, filtration, rheological properties, viscosity, density, chemical elements, rare earth elements.

Аннотация: Куйдирилмаган Марказий Қизилқум фосфоритларини азот кислотали парчалаш асосида олинган суспензияни реологик хоссалари келтирилган, шунингдек фильтрлаш жараёнидан кейинги қоладиган қаттиқ қолдиқлар ва дикальций фосфатнинг кимёвий таркиби ўрганилган. Қаттиқ қолдиқдан ажратилган ва фильтрланган суюқ қисмни аммонийлаштириши натижасида олинган тоза дикальций фосфат тузини масс-спектрал таҳлили амалга оширилган.

Таянч сўзлар: куйдирилмаган фосфорит, азот кислотаси, бойитиши, кимёвий ва фракцияли таркиби, дикальций фосфат, фильтрлаш, реологик хосса, қовушқоқлик, зичлик, кимёвий элементлар, камёб ер элементлари.

Аннотация: Представлены реологические свойства суспензий, полученных на основе азотнокислого разложения необожжённых фосфоритов Центральных Кызылкумов, а также изучены химические составы дикальций фосфата и твердых остатков после процесса фильтрации. Выполнен масс-спектральный анализ чистой соли дикальций фосфата, полученной в результате аммонизации жидкой части, отделенной от твердого остатка и подвергнутой фильтрации.

Ключевые слова: необожжённый фосфорит, азотная кислота, обогащение, химический и фракционный состав, дикальций фосфат, фильтрование, реологические свойства, вязкость, плотность, химические элементы, редкоземельные элементы.

Введение: Мировой опыт многих стран свидетельствует о том, что подъем в национальной экономике начинается с сельского хозяйства. Только систематическое внесение минеральных удобрений, и, в первую очередь, фосфорсодержащих, позволяет повысить продуктивность сельскохозяйственных растений более чем в два раза.

Анализ мирового рынка удобрений показывает, что в настоящее время на долю сложных фосфорсодержащих удобрений приходится около 70% мирового производства, которое составляет

более 23 млн. т. в пересчёте на P_2O_5 ; в том числе на основе экстракционной фосфорной кислоты [1-8] выпускается более 21 млн. т. P_2O_5 .

Основным сырьём при производстве фосфорсодержащих удобрений в Узбекистане являются фосфориты Центральных Кызылкумов (ЦК). По содержанию основного компонента – фосфора – эти фосфориты относятся к бедным. Они практически не пригодны для получения экстракционной фосфорной кислоты (ЭФК). Получение удобрений из этих фосфоритов весьма актуально, но затруднительно. В настоящее время обогащение фосфоритовых руд и их переработка играют большую роль в производстве различных фосфорных удобрений [2-6]. Для получения фосфорных удобрений используется мытый обожжённый концентрат или мытый сушёный фосфоконцентрат.

Для достижения поставленной цели и выполнения задач научного исследования, в Навоийском государственном горном институте были выполнены лабораторные исследования по выщелачиванию различных элементов из низкосортных фосфоритов Ташкуринского месторождения путем, использования серной (H_2SO_4) и азотной (HNO_3) кислот, которые применяются при получении минеральных удобрений; проведено изучение состава фосфоритов. На производстве в Кызылкумском фосфоритном комбинате, основным способом обогащения является термический способ для избавления от карбонатов. Главный фосфатный минерал - франколит (фторкарбонатапатит) и кальцит слагают фосфориты на 80-90% (табл. 1), в состав которых входят и карбонаты.

Таблица 1.

Средний минералогический состав фосфоритов Центральных Кызылкумов

Наименование минералов	Химическая формула	Содержание, %	Наименование минералов	Химическая формула	Содержание, %
Франколит	$Ca_5(PO_4,CO_3)_3(F,O)$	56,0	Гипс	$Ca_2SO_4*2H_2O$	3,5
Кальцит	$CaCO_3$	22,5	Гетит	$Fe_2O_3*H_2O$	1,0
Фторапатиты, Гидроксилапатиты	$Ca_4(CaF)(PO_4)_3$ $Ca_4(CaOH)(PO_4)_3$	4,0	Цеолиты	Тетраэдр. фрагменты SiO_4 и AlO_4	меньше 1,0
Кварц	SiO_2	7,5-8,0	Органич. вещество	Оксалаты	Около 0,5
Гидрослюдистые минералы и полевые шпаты	$K_2O*Al_2O_3*6SiO_2$ (Na, Ca, Ba)	4,0-4,5	Сумма редких элементов	РЗЭ	0,03

При переработке фосфоритов неполной нормой азотной кислоты получается азотно-кислотная вытяжка. При фильтровании пульпы образуется жидкая часть (кислотная фаза) и твердая часть (шлам). Жидкая фаза используется для получения дикальцийфосфата. А твердую часть удаляют на хвостовое хранилище.

Объект и методика исследований.

Объектом исследований послужила фосфоритовая руда первого пласта и Кек - концентрат. В таблице 2 представлен химический состав фосфоритовой руды, добытой из различных пластов на месторождении.

Таблица 2.

Химический состав исходных фосфоритов различных добываемых пластов

№ проб.	Наименование фосфатного сырья	Химический состав исходных материалов, масс. %:				
		CaO	P_2O_5	CO_2	F	CaO/ P_2O_5
1	I-пласт фосфоритного сырья (ПФС-I)	48,86	17,50	17,04	1,2	2,80
2	II-пласт фосфоритного сырья (ПФС-II)	48,60	19,03	13,15	2,3	2,56
3	Минерализованная масса (ММ)	41,30	12,93	17,69	2,3	3,20
4	Шламовый отход (ШО)	35,42	8,95	14,9	0,9	3,96
5	Пылевая фракция (ПФ)	46,72	18,8	15,30	8,7	2,48

Для оценки технологического показателя процесса обогащения, а также установления вещественного состава исходного сырья и полученных на их основе растворов, а также нерастворимые в азотной кислоте осадки были проанализированы полностью на содержание следующих компонентов: P_2O_5 , CaO, CO_2 , SO_3 , MgO, Al_2O_3 , SiO_2 , F, Fe_2O_3 , органическое вещество. Для количественного определения фосфора использовали основные методики, получившие широкое применение в анализе фосфоритных руд – фотоколориметрический и метод осаждения в виде магнийаммонийфосфатов. Содержание оксидов в виде CaO и MgO определяли комплексонометрическим методом. Диоксид углерода определяли обработкой навески соляной кислотой с последующим поглощением CO_2 раствором едкого калия. Сульфатную серу определяли осаждением в виде $BaSO_4$; полоторные оксиды – осаждением в виде фосфатов. Содержание железа (I-III) и алюминия определяли комплексонометрическим и фотоколориметрическим методами. Количество фтора в фоссырье и фосфоконцентрате находили путем отгонки и анализом раствора с помощью ионоселективного электрода на иономере ЭВ-74.

Реологические свойства изучены методом определения динамической вязкости с помощью капиллярного стеклянного вискозиметра марки ВПЖ-2 по ГОСТу 33768-2015.

Масс-спектрометрический метод анализа выполнен на приборе ICP-MS Agilent 7700 в ГП «Центральная лаборатория» при Госкомгеологии Республики Узбекистан.

Полученные результаты и их обсуждение.

В лабораторных условиях проведена азотнокислотная переработка фосфоритовой руды из Ташкуринского месторождения. Для получения фосфатов кальция в полученную азотнокислотную вытяжку были добавлены два селективных реагента – сульфат калия и жидкое стекло для осаждения соединений фтора [4].

Полученную азотнокислотную вытяжку отфильтровали с разделением на две части - жидкую и твердую. Жидкую фазу (называемая кислотная фаза) обработали жидким аммиаком. Процесс аммонизации выполнен с целью получения дикальций фосфата. В составе твердой фазы (называемая шлам) (табл. 3) количество P_2O_5 было минимальным (1,39%), и поэтому эта фаза была отправлена в хвостохранилище. В составе жидкой фазы количество P_2O_5 составило 26,35%. Целью проведения нейтрализации раствора аммиачной водой является получение чистого дикальцийфосфата. Процесс аммонизации осуществляется в четыре стадии. Представленный в таблице 2 химический состав шлама и чистого дикальцийфосфата показал наличие форм дикальцийфосфата с присутствием вредных примесей в виде фтора в количестве 0,11% и хлора – 0,029%.

Таблица 3.

Химический состав шлама и дикальций фосфата (%)

Наименование	P_2O_5	CaO	MgO	Fe_2O_3	Al_2O_3	SO_3	F	H_2O	CO_2	Cl _{общ.}
Шлам	1,39	14,45	0,83	1,09	1,09	11,15	0,14	8,32	отс.	0,024
Дикальций фосфат	26,35	24,86	отс	0,033	0,12	отс	0,11	19,25	отс	0,029

Оптимальными реологическими свойствами азотнокислотных пульп в зависимости от соотношения Ж:Т и температуры среды (табл. 4) было разложение фосфорита азотной кислотой при 20-60⁰С.

Таблица 4.

Реологические свойства азотнокислотных пульп

№	Соотношение Ж:Т	Плотность, кг/м ³			Вязкость, сПз		
		20°С	40°С	60°С	20°С	40°С	60°С
1	1:0	1431	1422	1410	8,553	7,329	6,491
2	2:1	1524	1506	1497	14,263	8,971	8,028
3	4:1	1455	1448	1437	8,345	7,894	7,444
4	6:1	1421	1412	1408	7,652	7,214	6,893

Результаты масс-спектрометрического (ICP-MS) анализа твёрдой фазы, полученной при разложении азотной кислотой низкосортных фосфоритов (мкг/г, г/т)

Таблица 5

Наименование	Цериевая группа										Иттриевая группа									
	La	Ce	Nd	Sm	Eu	Yb	Sc	Tb	Lu	Y	Pr	Gd	Dy	Ho	Er	Tm				
Шлам (из АКВ)	11,0	15,0	8,00	1,50	0,34	1,60	4,00	0,26	0,270	12,0	2,10	1,70	1,60	0,400	1,20	0,200				
Дикальций фосфат	1,40	0,950	0,990	0,160	0,048	0,170	0,390	0,037	0,032	1,30	0,190	0,230	0,230	0,049	0,170	0,024				

Таблица 6

Наименование	Щелочные металлы						Щелочноземельные металлы					
	Li	Na	K	Rb	Cs	Ba	Mg	Sr	Ba			
Шлам (из АКВ)	8,70	2400	7300	40,0	4,10	0,510	2000	290	170,0			
Дикальций фосфат	1,70	1800	1700	2,60	0,200	0,280	990	340	9,20			

Таблица 7

Наименование	Подгруппа азота, или пниктогены				Халькогены				Рассеянные элементы			
	As	Sb	Bi	Po	Se	Te	Pb	Sn	Tl	In	Ga	
Шлам (из АКВ)	24,0	3,60	0,180		6,50	0,081			0,350	0,032	4,50	
Дикальций фосфат	20,0	0,780	0,006		3,90	0,049			0,031	0,017	0,100	

Таблица 8

Наименование	Благородные металлы				Тяжёлые металлы				Подгруппа Актиния			
	Au	Ag	Pt	Hg	Fe	Co	Cu	Zn	Cd	Pb	Th	U
Шлам (из АКВ)	<0,05	0,190	0,003		13000	3,20	42,0	590	0,260	7,80	2,40	7,30
Дикальций фосфат	<0,05	0,110	0,001		690	1,10	34,0	840	1,20	4,00	0,03	20,0

Результаты экспериментов показали, что в суспензии, с увеличением массового соотношения Ж:Т от 1:0 до 2:1 при температуре 20 °С плотность увеличивается от 1431 до 1524 кг/м³. С увеличением температуры до 60 °С плотность суспензии уменьшается от 1431 при 20 °С до 1410 кг/м³. С повышением температуры отмечалось уменьшение плотности суспензии от 1524 до 1497 кг/м³ при массовом соотношении Ж:Т=2:1. Изучение вязкости этой суспензии при 20, 40 и 60 °С показало, что с повышением температуры вязкость суспензии уменьшается [4-6].

Полученные пробы, которые при фильтровании шлама и аммонизации дикальцийфосфата изучены масс-спектрометрическим методом (ICP-MS) ом в ГП «Центральная лаборатория».

В таблице 5 показано количество редкоземельных элементов в составе анализируемых проб. В составе полученной шламовой части самыми распространёнными редкоземельными элементами были: лантан (La - 11,0), церий (Ce - 15,0), иттрий (Y - 12,0) и неодим (Nd - 8,0). Редкими элементами были - тербий (Tb - 0,26) и тулий (Tm - 0,20). Основными элементами с максимальным присутствием в составе дикальций фосфата были лантан (La - 1,40) и иттрий (Y - 1,30), а минимальное количество было у лютеция (Lu - 0,032) и тулия (Tm - 0,024).

Содержание щелочных и щелочноземельных металлов в этих пробах показано в таблице 6. Из щелочных металлов калий оказался самым распространённым, его количество в шламе составляло 7300, а в дикальций фосфате - 1700 мкг/г.

Также было определено содержание мышьяка и селена в составе шлама, количество которых составляло соответственно As - 24,0 и Se - 6,50 мкг/г, в дикальций фосфате As - 20,0 и Se - 3,90 мкг/г. В таблице 8 приведены данные о количестве тяжёлых и благородных металлов и элементов подгруппы урана. В шламовой части содержание урана и тория составляло U - 7,30; Th - 2,40, в дикальций фосфате U - 20,0 и Th - 0,03 мкг/г. Из тяжёлых металлов количество железа, цинка и марганца было более высоким, чем по сравнению с остальными: Fe - 13000, Zn - 590 и Mn - 100 мкг/г, тогда как в дикальций фосфате соответственно – Fe - 690; Zn - 840 и Mn - 400 мкг/г.

Заключение. В результате проведённых исследований определены реологические свойства промежуточных суспензий и растворов. Также выполнен масс-спектральный анализ для определения элементов и функциональных групп редкоземельных, благородных и тяжёлых элементов в составе шлама и дикальцийфосфата.

References:

1. Chernenko Yu.D. Issledovanie i razrabotka gibkoy tehnologii fosfatov ammoniya na osnove Hibinskogo apatitovogo koncentrata // Avtoreferat kand. tehn. nauk. Nijniy Novgorod 2000g.
2. Hurramov N.I., Nurmurodov T.I. Izuchenie processa azotno-kislotnogo razlojeniya pri poluchenii dikal'ciya fosfata iz neobojjenny'h fosforitov Central'ny'h Ky'zy'l'kumov // Himicheskaya tehnologiya. Kontrol' i upravleniya. Nauchny'y jurnal. Tashkent, 2019, №4-5 (88-89) S. 67-70.
3. Hurramov N.I., Nurmurodov T.I. Polucheniya dikal'ciya fosfata iz neobojjenny'h fosforitov Central'ny'h Ky'zy'l'kumov // Sbornik nauchny'h trudov Mejdunarodnaya konferenciya molody'h ucheny'h. "NAUKA I INNOVACII". Tashkent, 1 noyabrya 2019 g. S 265-266.
4. Allamuratova A.J., E'rkaev A.U., Reymov A.M., Nurmurodov T.I., Hurramov N.I. Izuchenie teoreticheskikh osnov azotnokislotnoy pererabotki fosfatnogo sy'r'ya Central'ny'h Ky'zy'l'kumov // Mat. VIII-Mejd. nauchn.-tehn. konf.: «Gorno-metallurgicheskij kompleks: Dostijeniya, problemy' i sovremennye tendencii razvitiya». Navoi, 19-21 noyabrya 2015. - S. 400-401.
5. Allamuratova A.J. Razrabotka tehnologii polucheniya fosforny'h i azotnokal'cievy'h udobreniy na osnove azotnokislotnoy pererabotki Ky'zy'l'kumskikh fosforitov// Avtoreferat diss. PhD po teh. nauk. Tashkent 2018 g.
6. Sultanov B.E., E'rkaev A.U., Tursunova Z.M., Namazov Sh.S., Salimov Z.S. Obogasch'enie fosforitov Central'ny'h Ky'zy'l'kumov azotnoy kislotoy // Trudy' mejdunarodnoy nauchno-prakticheskoy konf. 28-30 oktyabrya 2002. - Chimkent, 2002. T.1. - S. 226-228.
7. Sobolev N.V. Pererabotka nizkosortnogo fosfatnogo sy'r'ya s polucheniem udobreniy, obogasch'enny'h seroy, kal'ciem i magniem: dissertaciya kandidata tehniceskikh nauk:- Moskva, 2007.- 157 s.
8. SHonazarova SH.I., Hurramov N.I., Nurmurodov T.I., Kucharov B.H., E'rkaev A.U. Issledovanie processa polucheniya e'kstrakcionnoy fosfornoj kisloty' iz neobojjennogo my'togo sushenogo fosfokonzentrata Central'nogo Ky'zy'l'kuma // Materialy' I Mejdunarodnoy nauchno-prakticheskoy konferencii "Aktual'nye problemy' vnedreniya

- innovacionnoy tehniki i tehnologiy na predpriyatiyah po proizvodstvu stroitel'ny'h materialov, himicheskoy promy'shlennosti i v smejny'h otraslyah". 24-25 maya 2019 goda. Fergana. Str. 288-291.
9. Nurmurodov T.I., Hurrarov N.I., Tursunova S.U. Utamurodov E`.A. Issledovanie ochistki e`kstrakcionnoy fosfornoj kisloty', poluchennoy iz fosforitov Central'ny'h Ky'zy'lkumov // Universum: Tehniceskie nauki: e`lektron nauchn. jurn. 2018 № 7(52)
 10. Nurmurodov T.I., Erkaev A.U., Khurramov N.I., Akhtamova M.Z., Bozorova N.N. Phosphor-Calcium Fertilizers on the basis of Phosphate Raw Material of the Central Kyzylkum // International journal of advanced research in science, engineering and technology / Volume 5, Issue 5, May 2018. p. 5841-5845
 11. SHamshidinov I.T., Mirzakulov H.CH., Mamurov B.A. Pererabotka magniysoderjasch'ih fosforitov na e`kstrakcionnuyu fosfornuyu kislotu // Universum: Tehniceskie nauki: e`lektron nauchn. jurn. 2017 № 2 (35).