ISSN 1561-8331 (Print)
ISSN 2524-2342 (Online)
УДК 661.832.532.2
https://doi.org/10.29235/1561-8331-2023-59-4-334-340

Поступила в редакцию 01.11.2022
Received 01.11.2022

М. А. Самадий, Б. У. Абдуллаев, И. И. Усманов

Янгиерский филиал Ташкентского химико-технологического института, Янгиер, Узбекистан

ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ СУЛЬФАТА КАЛИЯ ИЗ МИРАБИЛИТА И ХЛОРИДА КАЛИЯ ТЮБЕГАТАНСКОГО МЕСТОРОЖДЕНИЯ

Аннотация. Приведены результаты изучения состава и реологических свойств растворов после отделения глазерита, а также влияния технологических параметров на процесс выпарки маточных растворов при получении сульфата калия конверсией флотационного хлорида калия мирабилитом Тумрюкского месторождения. Наиболее интенсивно процесс выпарки протекает при 120 °С. При этом через 60 мин объем упариваемого раствора снижается на 50 %. Увеличение объема выпариваемой влаги от 20 до 40 % способствует повышению выхода осадка от 11,8 до 22,9 %. Плотность растворов с увеличением объема выпаренной жидкости повышается, а вязкость незначительно снижается. При выпарке плотность повышается до 1,298 г/см^3 при удалении 20 % влаги и до 1,358 г/см^3 при испарении 40 % влаги при температуре 20 °С. При этом вязкость снижается с 2,072 до 2,007 мПа·с. Показано, что при соотношении сульфата натрия глазерита к хлориду калия 1 : 1, температуре 30 °С и продолжительности процесса 40 мин степень конверсии достигает 86,65 % в пересчете на калий.

Ключевые слова: хлорид и сульфат калия, конверсия, мирабилит, сульфат натрия, нерастворимый в воде остаток

Для цитирования: Самадий, М. А. Технология получения сульфата калия из мирабилита и хлорида калия Тюбегатанского месторождения / М. А. Самадий, Б. У. Абдуллаев, И. И. Усманов // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. хім. навук. – 2023. – Т. 59, № 4. – С. 334–340. https://doi.org/10.29235/1561-8331-2023-59-4-334-340

M. A. Samadiy, B. U. Abdullaev, I. I. Usmanov

Yangiyer Branch of the Tashkent Chemical Technological Institute, Yangiyer, Uzbekistan

TECHNOLOGY FOR THE PRODUCTION OF POTASSIUM SULPHATE FROM MIRABILITE AND POTASSIUM CHLORIDE OF THE TYUBEGATAN DEPOSIT

Abstract. The results of studying the composition and rheological properties of solutions after separation of glaserite, as well as the influence of technological parameters on the process of evaporation of mother liquors in the production of potassium sulfate by conversion of flotation potassium chloride with mirabilite of the Tumryuk deposit, are presented. The evaporation process proceeds most intensively at 120 °C. In this case, after 60 minutes, the volume of the evaporated solution is reduced by 50 %. An increase in the volume of evaporated moisture from 20 to 40 % contributes to an increase in the sludge yield from 11.8 to 22.9 %. The density of solutions increases with an increase in the volume of evaporated liquid, and the viscosity slightly decreases. During evaporation, the density increases from 1.298 g/cm^3 when 20 % moisture is removed to 1.358 g/cm^3 when 40 % moisture is evaporated at a temperature of 20 °C. In this case, the viscosity decreases from 2.072 to 2.007 mPa·s. It is shown that at a ratio of glaserite sodium sulfate to potassium chloride equal to 1 : 1, a temperature of 30 °C and process duration of 40 minutes, the degree of conversion reaches 86.65 % in terms of potassium.

Keywords: potassium chloride, potassium sulfate, conversion, mirabilite, sodium sulfate, insoluble residue in water

For citation. Samadiy M. A., Abdullaev B. U., Usmanov I. I. Technology for the production of potassium sulphate from mirabilite and potassium chloride of the Tyubegatan deposit. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya khimichnyh navuk = Proceedings of the National Academy of Science of Belarus. Chemical series,* 2023, vol. 59, no. 4, pp. 334–340 (in Russian). https://doi.org/10.29235/1561-8331-2023-59-4-334-340

Введение. Современный прогресс сельского хозяйства наряду с внедрением новых высокоурожайных сортов, повышением уровня механизации полевых работ и ирригации в значительной степени определяется степенью его химизации и прежде всего применением минеральных удобрений, стимуляторов роста и развития растений, химических средств защиты.

Производство минеральных удобрений в республике развивается ускоренными темпами. Это развитие имеет не только количественную, но и качественную сторону: расширяется сырьевая база, совершенствуется технология и аппаратура, увеличивается ассортимент и повышается каче-

© Самадий М. А., Абдуллаев Б. У., Усманов И. И., 2023

ство минеральных удобрений. За годы независимости решена проблема обеспечения фосфорных заводов собственными фосфоритами месторождения Центральных Кызылкумов. С пуском второй очереди завода калийных удобрений Узбекистан полностью обеспечивает сельское хозяйство собственными калийными удобрениями. Однако интенсивное внедрение передовых технологий выращивания сельскохозяйственных культур, использование капиллярных систем внесения удобрений увеличили спрос на бесхлорные калийные удобрения, и в частности на сульфат калия одного из компонентов NPK-удобрений. Сульфат калия применяется для различных культур и типов почв, и в первую очередь под культуры, чувствительные к хлору. Производство сульфата калия путем конверсии хлорида калия сульфатом натрия – наиболее приемлемый способ. Ранее проведены исследования по конверсии хлорида калия мирабилитом Тумрюкского месторождения, определены реологические свойства растворов и установлены основные параметры технологического процесса [1–3].

Объекты и методы исследования. В работе приводятся результаты изучения реологических свойств растворов после выделения глазерита, а также влияние технологических параметров на выделение хлорида натрия при их выпарке. Для исследований использовали флотационный хлорид калия следующего состава (мас.%): KCl – 95,3; NaCl – 2,97; н. о. – 1,1; H_2O – 0,43 и мирабилит состава (мас.%): Na_2SO_4 – 44,8; $MgSO_4$ – 0,72; $CaSO_4$ – 2,50; NaCl – 0,3; н. о. – 7,0; вода – остальное.

Химический анализ растворов и выделенных осадков, реологические свойства растворов определяли согласно методикам [4], а также ГОСТ 20851.3-93 «Удобрения минеральные. Методы определения массовой доли калия»; ГОСТ 24024.12-81 «Фосфор и неорганические соединения фосфора. Методы определения сульфатов»; ГОСТ 20851.4-75 «Удобрения минеральные. Метод определения воды»; ГОСТ 18995.1-73 «Продукты химические жидкие. Методы определения плотности»; ГОСТ 10028-81 «Вискозиметры капиллярные стеклянные».

Экспериментальная часть. Сульфат калия получали конверсией хлорида калия сульфатом натрия при температуре 50 °С, Т : Ж = 1 : 1, продолжительности процесса 60 мин и мольном соотношении KCl : Na_2SO_4 = 1 : 1. Полученный на первой стадии глазерит растворяли в воде с добавлением хлорида калия. Разделение твердой и жидкой фаз проводили на фильтровальной установке при давлении 300 мм рт. ст. Площадь фильтрующей поверхности воронки – 0,005 м^2. Исследование реологических свойств глазеритового раствора осуществляли при различных температурах и различной степени упарки раствора.

Результаты и их обсуждение. При конверсии хлорида калия сульфатом натрия после отделения глазерита образуются маточные растворы, обогащенные хлоридом натрия. С целью дальнейшего повторного использования маточных растворов проведены исследования по их выпарке при температуре 60, 80 и 100 °С в зависимости от продолжительности процесса. На рис. 1 представлены данные по уменьшению объема маточного раствора в зависимости от времени выпарки.

Наиболее интенсивно процесс выпарки маточного раствора после отделения глазерита протекает при температуре 100 °С. При этом через 60 мин объем раствора уменьшается более чем на 50 %, в то время как при 80 и 60 °С эти показатели равны 20 и 5 % соответственно. В табл. 1 приведены данные изменения состава маточного раствора и количество выпавшего хлорида натрия от изменения объема маточного раствора при выпарке. С увеличением объема упаренной жидкости от 5 до 40 % количество выпавшего в осадок хлорида натрия повышается от 3,1 до 22,9 % от массы исходного маточного раствора, содержащего (мас.%): K_2O – 6,86, Na_2O – 11,67, SO_4^{2-} – 3,46, Cl^- – 16,02, H_2O – 66,26. Из приведенных данных видно, что упаренный раствор обогащается незначительно ионами натрия и хлора при малом снижении в маточном растворе ионов калия и SO_4^{2-}. Выпавший осадок в основном содержит хлорид натрия с примесями калия и сульфат-ионов.

При выпарке 40 % объема исходного маточного раствора содержание K_2O снижается с 6,86 до 5,20 %, сульфат-ионов – с 3,46 до 2,00 %. Содержание Na_2O повышается от 11,67 до 12,25 %, а хлора – с 16,02 до 16,48 %.

В табл. 2 приведены результаты изменения реологических свойств маточных растворов в зависимости от уменьшения объема упаренного раствора и температуры. Плотность маточных

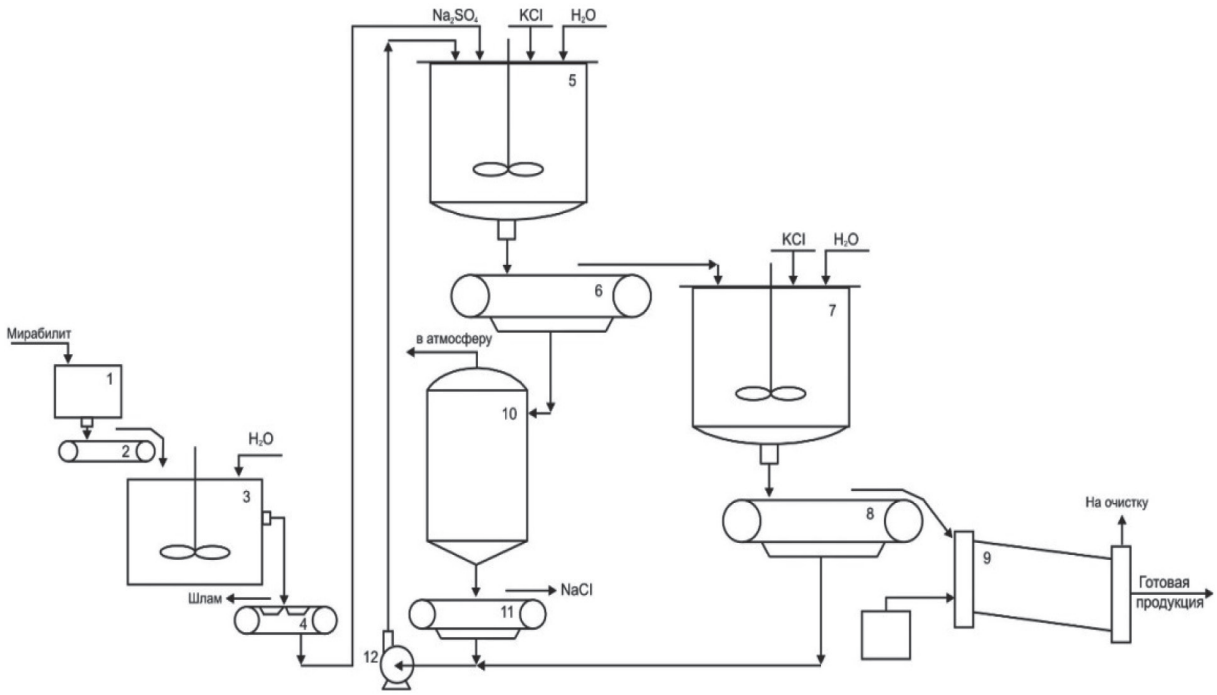

Рис. 2. Принципиальная аппаратурно-технологическая схема получения сульфата калия из хлорида калия и мирабилита

Fig. 2. The hardware-technological scheme for the production of potassium sulfate from potassium chloride and mirabilite

Вязкость растворов после отделения осадка хлорида натрия с увеличением объема упаренной жидкости и повышением температуры снижается. Так, при 20 °С вязкость с 2,126 снижается до 2,007 мПа·с при испарении 40 % влаги и до 0,914 мПа·с при повышении температуры от 20 до 80 °С. Полученные результаты свидетельствуют о приемлемых реологических свойствах маточных растворов после отделения глазерита и их выпарки.

Для получения сульфата калия глазерит растворяли в воде с добавлением хлорида калия до соотношения сульфата натрия глазерита к хлориду калия, равного 1 : 1, при температуре 30 °С и продолжительности процесса 40 мин. Соотношение Т : Ж раствора поддерживали 1 : 1 исходя из суммарной нормы глазерита и хлорида калия. При этом получен сульфат калия, содержащий (мас.%): K_2SO_4 – 98,44; Na_2SO_4 – 0,22; NaCl – 0,45; H_2O – 0,89. Степень конверсии – 86,65 % в пересчете на калий. Таким образом, проведенные исследования по конверсии флотационного хлорида калия Тюбегатанского месторождения мирабилитом Тумрюкского месторождения показали возможность получения сульфата калия и хлорида натрия.

На рис. 2 представлена технологическая схема получения сульфата калия. Сущность технологического процесса заключается в следующем: природный мирабилит конвейером подается в приемный бункер (*1*) и ленточным питателем (*2*) дозируется в реактор (*3*), куда одновременно подается вода для растворения. Полученный раствор фильтруется от механических и нерастворимых примесей (*4*). Фильтрат поступает в реактор (*5*), куда подается хлорид калия. Полученная пульпа идет на фильтрацию (*6*). Твердая фаза – глазерит с влажностью 6–8 % подается на II стадию конверсии (*7*), куда вводится расчетное количество хлорида калия и вода до массового соотношения Т : Ж = 1 : 1, пульпа перемешивается и фильтруется (*8*). Солевой осадок сульфата калия направляется в барабанную сушилку (*9*), а маточный раствор возвращается на растворение мирабилита. Маточный раствор после отделения глазерита упаривается (*10*), фильтруется (*11*) и также возвращается на I стадию конверсии (*12*).

На рис. 3 приведен материальный баланс получения сульфата калия из флотационного хлорида калия Тюбегатанского месторождения и мирабилита Тумрукского месторождения на 1 000 кг

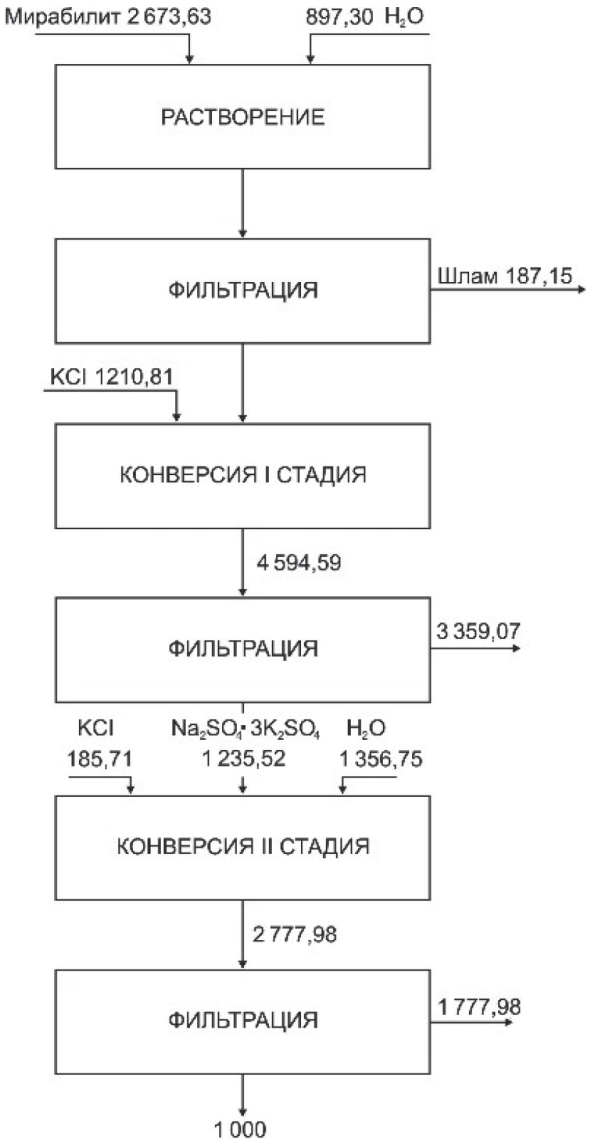

Рис. 3. Материальный баланс получения сульфата калия конверсионным методом из хлорида калия Тюбегатанского месторождения и мирабилита Тумрукского месторождения

Fig. 3. Material balance of obtaining potassium sulfate by the conversion method from potassium chloride of the Tyubegatan deposit and mirabilite of the Tumruk deposit

готового продукта. В табл. 3 представлены нормы технологического режима производства сульфата калия.

Таблица 3. **Нормы технологического режима производства сульфата калия конверсионным методом**

Table 3. **Norms of the technological regime for the production of potassium sulfate by the conversion method**

Наименование параметров	Значение
Растворение мирабилита	
Температура, °C	50–60
Соотношение Т : Ж	1 : 2
Конверсия хлорида калия и мирабилита	
Температура, °C	50–60
Продолжительность процесса, мин	50–60
Соотношение Т : Ж	1 : 1

Окончание табл. 3

Наименование параметров	Значение
Плотность пульпы, кг/м^3	1 338–1 426
Фильтрация глазерита	
Температура, °С	50–60
Влажность соли, %	6–8
Конверсия глазерита хлоридом калия	
Температура, °С	30–40
Соотношение Т : Ж в суспензии	1 : 1
Плотность пульпы, кг/м^3	1 450–1 500
Влажность соли, %	6–8
Сушка и охлаждение продукта	
Температура сушки: температура топочных газов на входе, °С температура топочных газов на выходе, °С	 300–350 90–100
влажность продукта, %	0,4–0,8
температура продукта, °С	50–60

Заключение. Установлены оптимальные технологические параметры процесса конверсии флотационного хлорида калия Тюбегатанского месторождения мирабилитом Тумрюкского месторождения, разработана технологическая схема производства и рассчитаны схемы материальных потоков. Проведенные исследования состава и свойств маточных растворов после отделения глазерита при конверсии хлорида калия сульфатом натрия показали принципиальную возможность получения хлорида натрия из маточных растворов. Маточные и упаренные растворы обладают приемлемыми реологическими свойствами и хорошо перекачиваются.

Список использованных источников

1. Реологические свойства и разделение фаз суспензий в процессе получения сульфата калия / М. А. Самадий [и др.] // Химия и хим. технология. – 2013. – № 1. – С. 2–5.

2. Получение сульфата калия из флотационного хлорида калия и мирабилита Тумрюкского месторождения / М. А. Самадий [и др.] // Химия и хим. технология. – 2013. – № 4. – С. 10–15.

3. Технология получения сульфата калия конверсионным методом из мирабилита Тумрюкского месторождения и хлорида калия Тюбегатанского месторождения / М. А. Самадий [и др.] // Аналитик кимё фанининг долзарб муаммолари – 2010: III Респуб. науч.-техн. конф., Термиз, 31–23 апр. 2010 г. – Термиз, 2010. – С. 227–228.

4. Методы анализа фосфатного сырья, фосфорных и комплексных удобрений, кормовых фосфатов / М. М. Винник [и др.]. – М.: Химия, 1975. – 218 с.

References

1. Samadiy M. A., Mirzakulova I. B., Boinazarov B. T., Mirzakulov Kh. Ch. Rheological properties and phase separation of suspensions in the process of obtaining potassium sulfate. *Khimiya i khimicheskaya tekhnologiya = Chemistry and Chemical Engineering*, 2013, no. 1, pp. 2–5 (in Russian).

2. Samadiy M. A., Mirzakulova I. B., Melikulova G. E., Mirzakulov Kh. Ch. Obtaining potassium sulfate from flotation potassium chloride and mirabilite of the Tumryuk deposit. *Khimiya i khimicheskaya tekhnologiya = Chemistry and Chemical Engineering*, 2013, no. 4, pp. 10–15 (in Russian).

3. Samadiy M. A., Mirzakulov Kh. Ch., Kucharov B. Kh., Juraeva G. S. Technology for obtaining potassium sulfate by the conversion method from mirabilite of the Tumruk deposit and potassium chloride of the Tyubegatan deposit. Analyst kimyo fanining dolzarb muammolari – 2010: III Republican scientific and technical conference, Termiz, April 31–23, 2010. Termiz, 2010, pp. 227–228 (in Russian).

4. Vinnik M. M., Erbanova L. N., Zaitsev P. M., Ionova L. A., Krotova I. K., Kuvshinnikov I. M. [et al.]. Methods for analizing phosphate raw matherials, phosphate and complex fert, lizers, feed phosphates. Moscow: Khimiya Publ., 1975. 218 p. (in Russian).

Информация об авторах

Самадий Муроджон Абдусалимзода – кандидат технических наук, доцент, заместитель директора по научной работе и инновациям. Янгиерский филиал Ташкент-

Information about the authors

Samadiy Murodjon – Ph. D. (Engineering), Associate Professor, Deputy Director for Research and Innovation. Yangiyer branch of the Tashkent Chemical Technological In-

ского химико-технологического института (ул. Тинчлик, 1, 121000, Янгиер, Сырдарьинская область, Республика Узбекистан). E-mail: samadiy@inbox.ru

Абдуллаев Баходир Урал угли – ассистент. Янгиерский филиал Ташкентского химико-технологического института (ул. Тинчлик, 1, 121000, Янгиер, Сырдарьинская область, Республика Узбекистан). E-mail: bahodir.abdullayev.92@mail.ru

Усманов Илхам Икрамович – доктор технических наук, профессор. Янгиерский филиал Ташкентского химико-технологического института (ул. Тинчлик, 1, 121000, Янгиер, Сырдарьинская область, Республика Узбекистан). E-mail: ilkham_usmanov@inbox.ru

stitute (1, Tinchlik Str., 121000, Yangiyer, Syrdarya region, Republic of Uzbekistan). E-mail: samadiy@inbox.ru

Abdullaev Bakhodir – Assistant. Yangiyer branch of the Tashkent Chemical Technological Institute (1, Tinchlik Str., 121000, Yangiyer, Syrdarya region, Republic of Uzbekistan). E-mail: bahodir.abdullayev.92@mail.ru

Usmanov Ilkham I. – D. Sc. (Engineering), Professor. Yangiyer branch of the Tashkent Chemical Technological Institute (1, Tinchlik Str., 121000, Yangiyer, Syrdarya region, Republic of Uzbekistan). E-mail: ilkham_usmanov@inbox.ru