

**ТОРАЙҒЫРОВ УНИВЕРСИТЕТІНІҢ
ҒЫЛЫМИ ЖУРНАЛЫ**

**НАУЧНЫЙ ЖУРНАЛ
ТОРАЙҒЫРОВ УНИВЕРСИТЕТА**

**ҚАЗАҚСТАН ҒЫЛЫМЫ
МЕН ТЕХНИКАСЫ**

2001 ЖЫЛДАН БАСТАП ШЫҒАДЫ



**НАУКА И ТЕХНИКА
КАЗАХСТАНА**

ИЗДАЕТСЯ С 2001 ГОДА

ISSN 1680-9165

№ 4 (2020)

ПАВЛОДАР

**НАУЧНЫЙ ЖУРНАЛ
ТОРАЙГЫРОВ УНИВЕРСИТЕТ**
выходит 1 раз в квартал

СВИДЕТЕЛЬСТВО

о постановке на переучет периодического печатного издания,
информационного агентства и сетевого издания
№ KZ63VPY00028965

выдано
Министерством информации и общественного развития
Республики Казахстан

Тематическая направленность

публикация результатов фундаментальных и прикладных научных исследований
по широкому спектру проблем в области металлургии, машиностроения, транспорта,
строительства и естественных наук

Подписной индекс – 76129

Импакт-фактор РИНЦ – 0,344

Абишев Кайратолла Кайроллинович – к.т.н., профессор (главный редактор);
Касенов Асылбек Жумабекович – к.т.н., профессор (заместитель главного редактора);
Мусина Жанара Керейовна – к.т.н., профессор (ответственный секретарь);
Шокубаева Зауреш Жанатовна – технический редактор.

Члены редакционной коллегии:

Гумаров Гали Сагингалиевич – д.т.н., профессор (Уральск, Казахстан);
Калиакпаров Алтай Гиндуллинович – д.т.н., профессор (Нур-Султан, Казахстан);
Клецель Марк Яковлевич – д.т.н., профессор (Павлодар, Казахстан);
Украинец Виталий Николаевич – д.т.н., профессор (Павлодар, Казахстан);
Шеров Карибек Тагаевич – д.т.н., профессор (Караганда, Казахстан);
Богомоллов Алексей Витальевич - к.т.н., ассоц. профессор (Павлодар, Казахстан);
Жажибаева Галия Тулеуевна - к.т.н., профессор (Павлодар, Казахстан);

Зарубежные члены редакционной коллегии:

Baigang Sun – профессор (Пекин, Китай);
Gabriele Comodi – PhD, профессор (Анкона, Италия);
Jianhui Zhao – профессор (Харбин, Китай);
Khamid Mahkamov – д.т.н., профессор (Ньюкасл, Великобритания);
Magin Lapuerta – д.т.н., профессор (СьюДад Исаева КуралайСметкановна Реал, Испания);
Mareks Mezitis – д.т.н., профессор (Рига, Латвия);
Petr Bouchner – PhD, профессор (Прага, Чехия);
Ronny Berndtsson – профессор (Лунд, Швеция);
Барзов Александр Александрович – д.т.н., профессор (Москва, Россия);
Бочкарев Петр Юрьевич – д.т.н., профессор (Саратов, Россия);
Витвицкий Евгений Евгеньевич – д.т.н., профессор (Омск, Россия);
Иванчина Эмилия Дмитриевна – д.т.н., профессор (Томск, Россия);
Лазарев Владислав Евгеньевич – д.т.н., профессор (Челябинск, Россия);
Мягков, Леонид Львович – д.т.н., профессор (Москва, Россия);
Чайкин Владимир Андреевич – д.т.н., профессор (Магнитогорск, Россия);
Янюшкин Александр Сергеевич – д.т.н., профессор (Чебоксары, Россия);
Ребезов Максим Борисович – д.с/х.н., профессор (Москва, Россия).

За достоверность материалов и рекламы ответственность несут авторы и рекламодатели
Редакция оставляет за собой право на отклонение материалов
При использовании материалов журнала ссылка на журнал «Наука и техника Казахстана» обязательна

Т. И. Мызовская, С. Р. Масакбаева

Торайгыров университет,
Республика Казахстан, г. Павлодар

ПОВЫШЕНИЕ КАЧЕСТВА ФТОРСИЛИКАТА НАТРИЯ

В данной статье рассмотрен фторсиликат натрия, полученный содовым способом из фторокремниевой кислоты, являющейся побочным продуктом производства экстракционной фосфорной кислоты. Выяснено, что на выходе фторсиликат натрия загрязнён нерастворимым остатком и инородными включениями. Рассмотрен и предложен метод разделения продукта на фракции, как возможность повысить его качество.

Разделение продукта на фракции в лабораторных условиях позволило повысить содержание основного вещества, а также уменьшить количество водорастворимых примесей и инородных включений в готовом продукте. Чтобы добиться этого качества предлагается использовать сита с размером ячеек 0,1 мм или циклоны. Готовый продукт будет соответствовать требованиям ТУ 113-08-857-86.

Ключевые слова: фторсиликат натрия, разделение на фракции, классификация, фракционный состав, фторокремниевая кислота, экстракционная фосфорная кислота.

ВВЕДЕНИЕ

При переработке фосфатного сырья, на предприятиях по производству минеральных удобрений, для получения экстракционной фосфорной кислоты выделяется H_2SiF_6 , как побочный продукт [1]. Данную кислоту используют, как сырьё в производстве фторсиликата натрия содовым способом [2–4]. Основными стадиями, которого являются:

- нейтрализация кислоты раствором кальцинированной соды;
- отстаивание и сгущение пульпы с образованием кристаллов Na_2SiF_6 ;
- сушка сгущённой пульпы;
- абсорбционная очистка отходящих газов.

На выходе фторсиликат натрия загрязнён примесями и нерастворимым остатком [5]. Данный факт говорит о снижении качества готового продукта, т.е. об уменьшении содержания основного вещества.

Целью данной статьи является изучение возможности повышения качества фторсиликата натрия за счёт разделения продукта на фракции. Разделение на фракции позволит повысить содержание основного вещества, а также уменьшить количество примесей в готовом продукте.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Для данной работы был проведён ряд химических опытов для определения массовых долей основного вещества, а также примесей в готовом продукте [6].

Чтобы определить массовую долю SiO₂ было взято 2 навески. Одну из которых титровали раствором щелочи, а вторую сначала перевели в кремнефтористоводородную кислоту, обрабатывая раствором HF (в избытке), а потом уже титровали раствором щелочи. Массовую долю свободного SiO₂ находили через разность затраченных объёмов щелочи на титрование навесок [7].

Для определения количества примесей был использован метод визуального подсчёта инородных частиц в 10–100 г готового продукта [8].

Для определения массовой доли фторокремниевой кислоты в КФВК проводили опыты по пп. 4.3 и 4.7 ТУ 2122-555-00209438-01.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Все технические характеристики выпускаемого фторосиликата натрия соответствуют ТУ 113-08-857-86 (таблица 1).

Таблица 1 – Технические характеристики фторосиликата натрия по ТУ 113-08-857-86

	Высший сорт	Первый сорт
Массовая доля кремнефтористого натрия, %, не менее	98	95
Массовая доля свободной кислоты, в пересчёте на HCl, %, не более	0,10	0,10
Массовая доля железа в пересчёте на Fe ₂ O ₃ , %, не более	0,10	Не нормируется
Массовая доля воды, %, не более	0,5	1,0
Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,003	0,003
Массовая доля нерастворимого в воде остатка, %, не более	1,0	2,0
Массовая доля остатка на сите с сеткой 0063 по ГОСТ 6613–86, %, не более	40	40

В готовом продукте существует нерастворимый в воде остаток, большей частью которого является диоксид кремния. Данный остаток определяет основное содержание Na₂SiF₆ в продукте. Существует несколько основных причин, из-за которых повышено содержание данного остатка:

- качественный состав исходной кремнефтористоводородной кислоты;
- нарушение условий нейтрализации H₂SiF₆ раствором соды.

Чтобы проверить можно ли улучшить качество продукта были проведены лабораторные опыты. В данных опытах проверялась возможность улучшения качества за счёт изменения фракций.

Важнейшим фактором, определяющим качество H_2SiF_6 , является молярное соотношение HF/SiF_4 .

Теоретически, по уравнению молярное соотношение должно быть равно 2. Однако, на практике кислота, получаемая при производстве ЭФК, имеет молярное соотношение, которое находится в пределах от 1,5 до 1,8. Что соответственно влияет на состав конечного продукта. Такая кислота содержит в себе два вида диоксида кремния:

- нерастворимый SiO_2 (твёрдая фаза) – меньше 0,1 %;
- растворимый SiO_2 – 1,0–1,5 %.

Если подвергать нейтрализации кислоту, с молярным соотношением меньше 2, раствором соды, то растворимый SiO_2 переходит в кремнегель. Что в свою очередь, увеличивает содержание нерастворимого осадка в готовом продукте, снижая количество основного вещества Na_2SiF_6 .

Производство фторсиликата натрия содовым методом протекает по реакции:



Так же фторсиликат натрия может разложиться, в местах пересыщенных избытком соды, до SiO_2 (2).



Данная побочная реакция не желательна, так как загрязняет производственный Na_2SiF_6 [9].

Помимо диоксида кремния в готовом продукте содержатся такие частицы, как корунд или речной песок, уносимые вместе с пульпой из аппаратов кипящего слоя.

В лабораторных опытах исследовалась возможность повышения качества Na_2SiF_6 за счёт разделения его по фракциям. Для разделения использовались сита с различными размерами ячеек: 0,16, 0,1, 0,063 мм. Далее в каждой фракции определялось содержание основного вещества, нерастворимого осадка и инородных включений.

В таблице 2 приведены экспериментальные данные по содержанию основных компонентов. Было рассмотрено 4 фракции: исходный размер, больше 0,16 мм, 0,063–0,16 мм и меньше 0,063 мм.

Таблица 2 – Результаты лабораторных опытов

№ пробы	Исходный размер		Фракция с размером частиц > 0,16 мм		Фракция с размером частиц 0,063–0,16 мм		Фракция с размером частиц < 0,063 мм	
	Na_2SiF_6 , %	Нераств. остаток, %	Na_2SiF_6 , %	Нераств. остаток, %	Na_2SiF_6 , %	Нераств. остаток, %	Na_2SiF_6 , %	Нераств. остаток, %
1	99,06	0,73	99,02	0,63	99,50	0,29	99,51	0,37
2	99,00	1,00	96,10	2,49	99,34	0,41	99,85	0,12
3	98,70	0,99	82,75	16,61	97,13	2,00	99,63	0,33

4	99,43	0,41	87,3	11,63	97,58	1,99	99,45	0,42
5	98,81	0,87	95,33	4,85	96,45	3,81	99,56	0,26
Среднее	99,00	0,8	92,10	7,20	98,00	1,70	99,6	0,30

Исходя из приведённых данных видно, что уменьшая размер фракций можно добиться увеличения качества фторсиликата натрия. Чтобы достигнуть этого качества можно использовать либо сита с размером ячеек 0,1 мм или циклоны.

Состав крупной фракции (больше 0,1 мм): продукт – 10–20 %; нерастворимый остаток – 80–95 %. Данная фракция может быть использована в производстве жидкого стекла в качестве отвердителя.

ВЫВОДЫ

Таким образом, разделяя продукт на фракции, и удаляя фракции больше 0,1 мм, мы обеспечиваем более высокое качество фторсиликата натрия с повышенным содержанием основного компонента и минимальным количеством водорастворимых примесей и включений инородного происхождения, что позволяет получить продукт соответствия ТУ 113-08-857-86 [10].

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 Технология фосфорных и комплексных удобрений [Текст] / под ред. С. Д. Эвенчика, А. А. Бродского. – М. : Химия, 1987. – 464 с.
- 2 **Винник, М. М.** Методы анализа фосфатного сырья, фосфорных и комплексных удобрений, кормовых фосфатов [Текст] / М. М. Винник, Л. Н. Ербанова, П. М. Зайцев и [др.]. – М. : Химия, 1975. – 218 с.
- 3 Способ получения кремнефтористого натрия [Текст] : пат. 2154607 Рос. Федерация : МПК С01В 33/10
- 4 Способ получения кремнефторида натрия [Текст] : пат. 2356933 Рос. Федерация : МПК С01В 33/10
- 5 **Кочетков, В. Н.** Фосфорсодержащие удобрения [Текст] / В. Н. Кочетков. – М. : Химия, 1982. – 340 с.
- 6 **Шарипов, Т. В.** Переработка фосфоритов Каратау в гексафторосиликат натрия : дис. канд. тех. наук : 05.17.01 / Башкирский государственный университет. – Уфа, 2014. – 178 с.
- 7 Руководство по анализу в производстве фосфора, фосфорной кислоты и удобрений [Текст] / Под. ред. И. Б. Мойжес. – Ленинград : Химия, 1973. – 212 с.
- 8 **Демин, В. С.** Производство фосфоритовой муки, суперфосфата и кремнефтористого натрия [Текст] / В. С. Демин. – М. : Гос. Науч. техн. изд. хим. лит., 1955. – 192 с.
- 9 **Киселева, Е. К.** Анализ фторсодержащих соединений [Текст] / Е. К. Киселева. – М. : Химия, 1966. – 218 с.
- 10 Способ получения кремнефторида натрия [Текст] : пат. 2356835 Рос. Федерация : МПК С01В 33/10

REFERENCES

1 Tehnologiya fosfornih i kompleksnih udobrenii [Tekst] / pod red. S. D. Evenchika, A. A. Brodskogo. [Technology of phosphoric and complex fertilizers [Text] / ed. S. D. Evenchik, A. A. Brodsky] – Moscow : Chemistry, 1987. – 464 p.

2 **Vinnik, M. M.** Metodi analiza fosfatnogo sirya_ fosfornih i kompleksnih udobrenii, kormovih fosfatov [Tekst] / M. M. Vinnik, L. N. Erbanova, P. M. Zaicev i [dr.]. [Vinnik, M. M. Methods of analysis of phosphate raw materials, phosphoric and complex fertilizers, forage phosphates [Text] / M. M. Vinnik, L. N. Erbanova, P. M. Zaitsev and others]. – Moscow : Chemistry, 1975. – 218 p.

3 Sposob polucheniya kremneftoristogo natriya [Tekst] : pat. 2154607 Ros. Federaciya MPK C01B 33/10 [Method for producing sodium fluorosilicate [Text] : Pat. 2154607 Rus. Federation: IPC C01B 33/10]

4 Sposob polucheniya kremneftorida natriya [Tekst] : pat. 2356933 Ros. Federaciya MPK C01B 33/10 [Method of obtaining sodium silicofluoride [Text] : Pat. 2356933 Rus. Federation : IPC C01B 33/10]

5 **Kochetkov, V. N.** Fosforsoderjaschie udobreniya [Tekst] / V. N. Kochetkov [Kochetkov, V. N. Phosphorus-containing fertilizers [Text] / V. N. Kochetkov]. – Moscow : Chemistry, 1982. – 340 p.

6 **Sharipov, T. V.** Pererabotka fosforitov Karatau v geksaftorosilikat natriya : dis. kand. teh. nauk: 05.17.01. [Sharipov, T.V., Processing of Karatau phosphorites into sodium hexafluorosilicate : Dis. Cand. tech. Sciences: 05.17.01] – Ufa : Bashkir State University, 2014. – 178 p.

7 Rukovodstvo po analizu v proizvodstve fosfora_ fosfornoj kisloti i udobrenii [Tekst] / pod. red. I. B. Moijes. [Guidance on analysis in the production of phosphorus, phosphoric acid and fertilizers [Text] / under. ed. I. B. Moyzhes]. – Leningrad : Chemistry, 1973. – 212 p.

8 **Demin, V. S.** Proizvodstvo fosforitovoi muki_ superfosfata i kremneftoristogo natriya [Tekst] / V. S. Demin. [Demin, V. S. Production of phosphorite flour, superphosphate and sodium fluorosilicate [Text] / V. S. Demin]. – Moscow : State. Sci. tech. ed. chem. lit., 1955. – 192 p.

9 **Kiseleva, E. K.** Analiz ftorsoderjaschih soedinenii [Tekst] / E. K. Kiseleva. [Kiseleva, E. K. Analysis of fluorine-containing compounds [Text] / E. K. Kiseleva]. – Moscow : Chemistry, 1966. – 218 p.

10 Sposob polucheniya kremneftorida natriya [Tekst] : pat. 2356835 Ros. Federaciya MPK C01B 33/10 [Method of obtaining sodium silicofluoride [Text] : Pat. 2356835 Rus. Federation : IPC C01B 33/10].

Материал поступил в редакцию 29.12.20.

Т. И. Мызовская, С. Р. Масакбаева

Торайғыров университеті,
Қазақстан Республикасы, Павлодар қ.
Материал 29.12.20 баспаға түсті.

НАТРИЙ ФЛЮОРОСИЛИТАРЛЫҚ САПАСЫН ЖАҚСARTУ

Бұл мақалада экстракциялы фосфор қышқылын өндірудің жанама өнімі болып табылатын кремнийлі фторсиль қышқылынан сода әдісімен алынған натрий фторосиликаты қарастырылады. Натрий фторосиликатының шығу жолында ерімейтін қалдықпен және бөгде қоспалармен ластанғаны анықталды. Оның сапасын жақсарту мүмкіндігі ретінде өнімді фракцияларға бөлу әдісі қарастырылып, ұсынылады.

Лабораториялық жағдайда өнімді фракцияларға бөлу негізгі заттың құрамын жоғарылатуға, сонымен қатар суда еритін қоспалар мен дайын өнімге бөгде қоспаларды азайтуға мүмкіндік берді. Бұл сапаға қол жеткізу үшін 0,1 мм тор немесе циклоннан тұратын електерді пайдалану ұсынылады. Дайын өнім ТШ 113-08-857-86 талаптарына сәйкес келеді.

Кілтті сөздер: натрий фторосиликаты, фракция, жіктелуі, бөлшек құрамы, кремний фторсиль қышқылы, экстракция фосфор қышқылы

T. I. Myzovskaya, S. R. Massakbayeva

Toraighyrov University,
Republic of Kazakhstan, Pavlodar.
Material received on 29.12.20.

IMPROVEMENT OF SODIUM FLUOROSILICATE QUALITY

This article discusses sodium fluorosilicate, obtained by the soda method from silicon fluorosilicic acid, which is a by-product of the production of extraction phosphoric acid. It was found that sodium fluorosilicate at the outlet is contaminated with an insoluble residue and foreign inclusions. The method of dividing the product into fractions as an opportunity to improve its quality is considered and proposed.

The separation of the product into fractions under laboratory conditions allowed to increase the content of the basic substance, as well as reduce the amount of water-soluble impurities and foreign inclusions in the finished product. To achieve this quality, it is proposed to use sieves with a mesh size of 0.1 mm or cyclones. The finished product will meet the requirements of TC 113-08-857-86.

Keywords: sodium fluorosilicate, fractionation, classification, fractional composition, silicon fluorosilicic acid, extraction phosphoric acid.

Теруге 29.12.20. ж. жіберілді. Басуға 10.01.21. ж. қол қойылды.
Форматы 297*420/2. Кітап-журнал қағазы.
Шартты баспа табағы 6,04. Таралымы 300 дана. Бағасы келісім бойынша.
Компьютерде беттеген З. С. Искакова
Корректор: А. Р. Омарова

Тапсырыс № 3721

«Toraighyrov University» баспасынан басылып шығарылған
Торайғыров университеті
140008, Павлодар қ., Ломов көш., 64, 137 каб.

«Toraighyrov University» баспасы
Торайғыров университеті
140008, Павлодар қ., Ломов к., 64, 137 каб.
67-36-69

e-mail: kereku@psu.kz
www.vestnik.psu.kz
www.nitk.psu.kz