

УДК 66.01
МРНТИ 61.31.41

МИКРОСКОПИЧЕСКИЙ И РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ ФОСФОГИПСА

ШОЛАК А.А., НУРЛЫБАЕВА А.Н., АБДУЛЛАЕВА Ж.А., АЛИБАЕВА А.М.

Таразский государственный университет им. М.Х. Дулати

Аннотация: В статье приведены результаты микроскопических и рентгеноструктурных анализов фосфогипса, являющегося отходом производства экстракционной фосфорной кислоты. Микроскопический анализ проведен с помощью растрового электронного микроскопа JSM-7500F и результаты микроструктуры кристаллов фосфогипса, увеличенные в десять и двадцать тысяч раз.

Ключевые слова: фосфогипс, экстракционная фосфорная кислота, микроструктура, рентгеноструктурный анализ

ФОСФОГИПСТІҢ МИКРОСКОПИЯЛЫҚ ЖӘНЕ РЕНТГЕН ҚҰРЫЛЫМДЫ ТАЛДАУЫ

Аңдатпа: Мақалада экстракциялық фосфор қышқылы өндірісінің қалдығы болып табылатын фосфогипстің микроскопиялық және рентгенқұрылымды талдауларының нәтижелері келтірілген. Микроскопиялық талдау JSM-7500F растрлық электрондық микроскоптың көмегімен, он және жиырма мың есе үлкейтілген фосфогипс кристалдарының микроқұрылымының нәтижелері жүргізілді.

Түйінді сөздер: фосфогипс, экстракциялық фосфор қышқылы, микроқұрылым, рентгенқұрылымды талдау

MICROSCOPIC AND X-RAY DIFFRACTION ANALYSIS OF PHOSPHOGYPSUM

Abstract: The article presents the results mikroskopicheskikh and x-ray diffraction analyses of phosphogypsum, which is a waste product of wet-process phosphoric acid. Microscopic analysis was performed using a scanning electron microscope JSM-7500F and the results of the microstructure of phosphogypsum crystals increased ten - and twenty-thousand times.

Key words: phosphogypsum, extraction phosphoric acid, microstructure, x-ray diffraction analysis

В производстве фосфорных минеральных удобрений крупнотоннажным продуктом является экстракционная фосфорная кислота, которая используется в качестве исходного сырья для получения аммофоса, диаммонийфосфата, двойного суперфосфата и других фосфорсодержащих продуктов. При получении экстракционной фосфорной кислоты

методом сернокислотного разложения наряду с фосфорной кислотой образуется сульфат кальция. Из-за содержания в своем составе фосфора сульфат кальция называется фосфогипсом. Фосфогипс является отходом производства экстракционной фосфорной кислоты сернокислотным способом. При переработке фосфорита Каратау серной кислотой на

1 т фосфата получается 6,43 т сухого фосфогипса. В настоящее время в отвалах производства накопилось свыше 6 млн.т фосфогипса и это количество ежегодно растет. Это приведет к нарушению экологического равновесия и потери ценных компонентов. Для разработки эффективных методов его переработки необходимо знать условия образования кристаллов, формы кристаллов, рентгеновскую структуру и химический состав.

В системе $\text{CaSO}_4\text{-H}_3\text{PO}_4\text{-H}_2\text{O}$ в зависимости от температуры и концентрации фосфорной кислоты сульфат кальция осаждается в виде дигидрата (гипса), полугидрата или ангидрита. В реальных условиях осадок загрязнен P_2O_5 в виде неразложенных фосфатов, недоотмытой H_3PO_4 сокристаллизованных фосфатов металлов. Условия гидратации сульфата кальция в системе $\text{CaO-P}_2\text{O}_5\text{-H}_2\text{O}$ в зависимости от температуры и фосфорной концентрации кислоты приведены на рисунке 1.

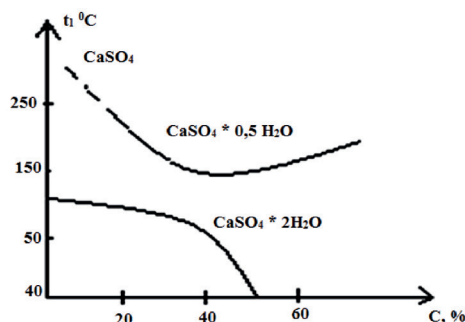


Рис. 1 – Изменение степени гидратации сульфата кальция в зависимости от температуры и концентрации кислоты

Как видно из графика сульфат кальция образуется при более низкой температуре и кон-

центрации фосфорной кислоты. Оптимальная форма и размеры кристаллов сульфата кальция обуславливают хорошую фильтруемость пульпы. Крупнокристаллические осадки эффективно отмываются от фосфорной кислоты минимальным количеством воды для получения концентрированной продукционной фосфорной кислоты. Такой процесс обеспечивается при использовании 75-93%-ной серной кислоты и оборотной фосфорной кислоты с соблюдением технологического режима: при переработке фосфорита Каратау температура процесса 72-75⁰С и продолжительность 4-6 ч. При переработке апатитового концентрата использование 93%-ной серной кислоты позволяет уменьшить подачу воды для промывки фосфогипса на вакуум-фильтре. Поступающая на фильтр фосфорная кислота отделяется от осадка фосфогипса, промывается на фильтре по противоточной схеме водой с возвратом образующейся слабой фосфорной кислоты в экстрактор как раствор разбавления.

Для разработки оптимальных методов переработки и использования ценных компонентов фосфогипса необходимы данные о структуре кристаллов и элементный анализ на компоненты. В связи с этим нами проведены микроскопический и рентгеноструктурный анализ фосфогипса.

Микроскопический анализ проведен с помощью растрового электронного микроскопа JSM-7500F и результаты микроструктуры кристаллов фосфогипса, увеличенные в десять и двадцать тысяч раз, представлены на рисунке 2.

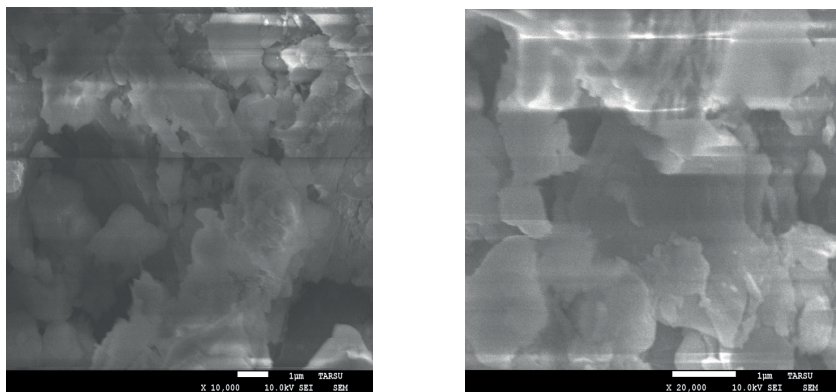


Рис. 2 – Микроструктура кристаллов фосфогипса, увеличенные а) 10000 раз, б) 20000 раз

Таблица 1 – Элементный состав фосфогипса по результатам рентгеноскопического анализа

Спектр	O	F	Al	Si	P	S	K	Ca	Ti	Fe	Mo	Итого
Спектр 1	51,40	0,84	0,24	4,46	0,37	13,98	0,03	20,96	0,14	0,96	6,64	100,00
Спектр 2	51,94	0,87	0,30	3,69	0,69	14,43	0,10	22,35	0,04	0,58	5,01	100,00
Спектр 3	51,54	1,87	0,30	2,97	0,71	15,13	0,09	23,75	0,10	0,63	2,92	100,00
Средний	51,63	1,19	0,28	3,71	0,59	14,51	0,07	22,35	0,09	0,72	4,85	100,00
Время	0,28	0,58	0,03	0,75	0,19	0,58	0,04	1,40	0,05	0,21	1,87	
Макс.	51,94	1,87	0,30	4,46	0,71	15,13	0,10	23,75	0,14	0,96	6,64	
Мин.	51,40	0,84	0,24	2,97	0,37	13,98	0,03	20,96	0,04	0,58	2,92	

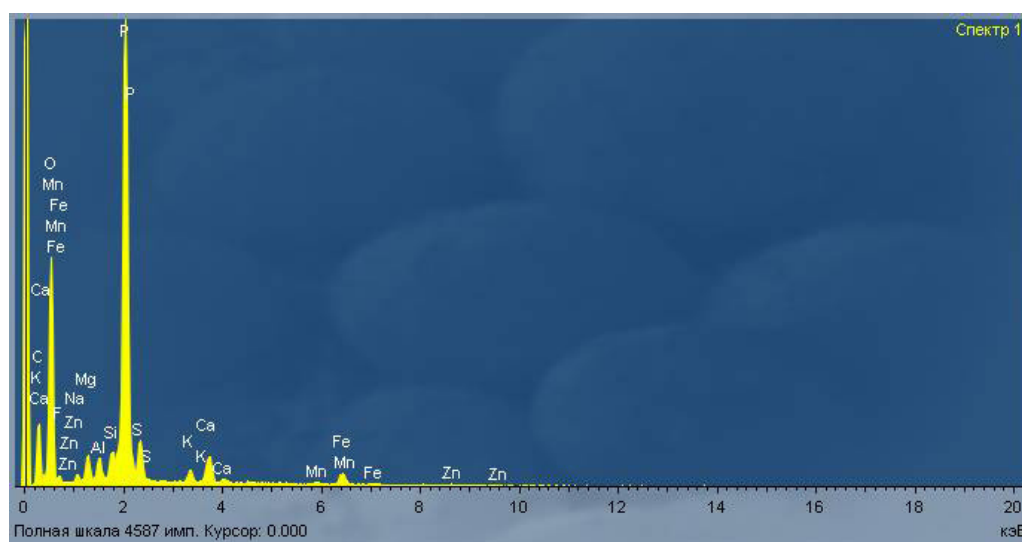


Рис. 4 – Рентгеноскопия образцов фосфогипса

Таблица 2 – Элементный состав фосфогипса по результатам рентгеноскопического анализа

Спектр	O	F	Al	Si	P	S	Ca	Sr	Итого
Спектр 1	49,09	1,10	0,17	0,60	0,64	20,88	24,05	3,49	100,00
Спектр 2	49,96	0,50	0,10	0,35	0,44	21,08	24,85	2,71	100,00
Спектр 3	49,16	1,51	0,16	0,64	0,48	20,80	24,44	2,82	100,00
Оргаша	49,40	1,04	0,14	0,53	0,52	20,92	24,45	3,01	100,00
Ауытқу	0,49	0,50	0,04	0,16	0,10	0,14	0,40	0,42	
Макс.	49,96	1,51	0,17	0,64	0,64	21,08	24,85	3,49	
Мин.	49,09	0,50	0,10	0,35	0,44	20,80	24,05	2,71	

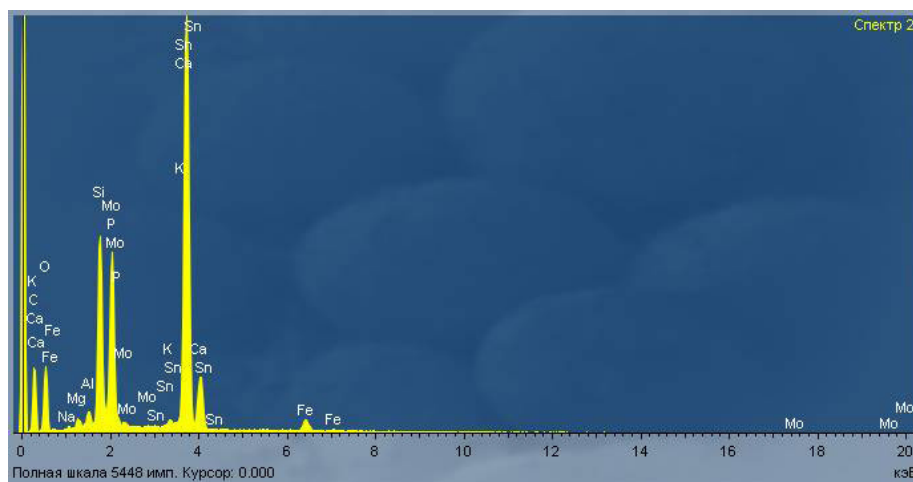


Рис. 5 – Рентгенофлуоресценция образцов фосфогипса

Как видно из полученных данных в фосфогипсе, кроме основных компонентов, обнаруженных химическим анализом, содержатся переходные металлы и редкоземельные элементы. Например, среднее содержание молибдена составляет 2,92% и стронция 2,92%.

Это свидетельствует о возможности комплексной переработки фосфогипса для получения концентратов редкоземельных элементов и из них металлического молибдена и стронция.

ЛИТЕРАТУРА

1. Копылев Б.А. Технология экстракционной фосфорной кислоты. – Ленинград, 1991 г. – С.45-62.
2. Алдашов Б.А., Лисица В.И. Утилизация отходов переработки фосфоритов Каратау – путь к конкурентоспособной экономике оздоровления экологии. – Алматы, 2000 г. – С.78-85.
3. Безпамятков О.К., Зазубин А.И., Романов Г.А. – Авт. сжу. 1070, Способ получения концентрата редкоземельных элементов из фосфогипса // 1993 г. – 846 с.
4. Исследования в области производства экстракционной фосфорной кислоты // Москва, 1992 г. – Вып. 241. – С 64-87.
5. Масленицкий Н.И., Петров М.А., Попрукайло В.М.– Сб.– Экстракция и сорбция в металлургии молибдена, вольфрама и рения // ЦНИИ цветмет. –1991 г. – 25 с.