

CHEMISTRY AND CHEMICAL ENGINEERING

Volume 2022 | Number 1

Article 3

May 2022

RESEARCH OF THE PROCESS OF OBTAINING CRYSTALLINE MONOCALCIUM PHOSPHATE BASED ON EXTRACTION PHOSPHORIC ACID FROM PHOSPHORITES OF CENTRAL KYZYLKUMS

Kholtura MIRZAKULOV

Tashkent Chemical-Technological Institute, Tashkent, Uzbekistan, khchmirzakulov@mail.ru

Gavkhar MELIKULOVA

Tashkent Chemical-Technological Institute, Tashkent, Uzbekistan, melikulova@mail.ru

Mohichehra SHAYMARDANOVA

Termez Engineering-Technological Institute, Termez, Uzbekistan, mohichehra@mail.ru

Sherzod KHUJAMBERDIEV

Tashkent Chemical-Technological Institute, Tashkent, Uzbekistan, sherzod0108@mail.ru

Follow this and additional works at: <https://cce.researchcommons.org/journal>



Part of the Materials Science and Engineering Commons

Recommended Citation

MIRZAKULOV, Kholtura; MELIKULOVA, Gavkhar; SHAYMARDANOVA, Mohichehra; and KHUJAMBERDIEV, Sherzod (2022) "RESEARCH OF THE PROCESS OF OBTAINING CRYSTALLINE MONOCALCIUM PHOSPHATE BASED ON EXTRACTION PHOSPHORIC ACID FROM PHOSPHORITES OF CENTRAL KYZYLKUMS," *CHEMISTRY AND CHEMICAL ENGINEERING*: Vol. 2022: No. 1, Article 3.

DOI: 10.34920/cce202213

Available at: <https://cce.researchcommons.org/journal/vol2022/iss1/3>

This Article is brought to you for free and open access by Chemistry and Chemical Engineering. It has been accepted for inclusion in CHEMISTRY AND CHEMICAL ENGINEERING by an authorized editor of Chemistry and Chemical Engineering.

RESEARCH OF THE PROCESS OF OBTAINING CRYSTALLINE MONOCALCIUM PHOSPHATE BASED ON EXTRACTION PHOSPHORIC ACID FROM PHOSPHORITES OF CENTRAL KYZYLKUMS

*Kholitura MIRZAKULOV¹ (khchmirzakulov@mail.ru), Gavkhar MELIKULOVA¹ (melikulova@mail.ru),
Mohichehra SHAYMARANOVA² (mohichehra@mail.ru), Sherzod KHUJAMBERDIEV¹ (sherzod0108@mail.ru),
¹Tashkent Chemical-Technological Institute, Tashkent, Uzbekistan
²Termez Engineering-Technological Institute, Termez, Uzbekistan*

The aim of the research is to establish the optimal parameters of the technological process for the production of feed, crystalline monocalcium phosphate based on defluorinated and desulphated extraction phosphoric acid obtained from phosphorites of the Central Kyzylkum and limestone.

The influence of technological parameters, such as the norms and concentration of phosphoric acid, the process temperature on the filtration rate indicators, the rheological properties of the suspension and the mother liquor, as well as the dependence of the change in the commercial property of crystalline feed monocalcium phosphate, were studied.

It is shown that, regardless of the initial acid concentration (45-55% P₂O₅), monocalcium phosphate contains 53.2-54.8% P₂O₅ total and 0.009-0.02% fluorine.

Keywords: limestone, evaporation, crystallization, drying, crystalline monocalcium phosphate

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ КРИСТАЛЛИЧЕСКОГО МОНОКАЛЬЦИЙФОСФАТА НА ОСНОВЕ ЭКСТРАКЦИОННОЙ ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ ИЗ ФОСФОРИТОВ ЦЕНТРАЛЬНЫХ КЫЗЫЛКУМОВ

*Холтура МИРЗАКУЛОВ¹ (khchmirzakulov@mail.ru), Гавхар МЕЛИКУЛОВА¹ (melikulova@mail.ru),
Мохичехра ШАЙМАРДАНОВА² (mohichehra@mail.ru), Шерзод ХУЖАМБЕРДИЕВ¹ (sherzod0108@mail.ru),
¹Ташкентский химико-технологический институт, Ташкент, Узбекистан
²Термезский инженерно-технологический институт, Термез, Узбекистан*

Целью исследований является установление оптимальных параметров технологического процесса производства кормово-го, кристаллического монокальцийфосфата на основе обесфторенной и обессульфаченной экстракционной фосфорной кислоты полученный из фосфоритов Центральных Кызылкумов и известняка.

Изучено влияние технологических параметров, таких как нормы и концентрация фосфорной кислоты, температура процесса на показатели скорости фильтрации, реологические свойства суспензии и маточного раствора, а также зависимость изменения товарного свойства кристаллического кормового монокальцийфосфата.

Показано, что в зависимости от исходной концентрации кислоты (45-55% P₂O₅) кристаллический монокальцийфосфат содержит 53,2-54,8% P₂O₅общ. и 0,009-0,018% фтора.

Ключевые слова: известняк, упарка, кристаллизация, сушка, кристаллический монокальцийфосфат

MARKAZIY QIZILQUM FOSFORITLARIDAN OLINGAN EKSTRAKSION FOSFOR KISLOTA ASOSIDA KRISTALLANGAN MONOKALSIYFOSFAT OLİSH JARAYONINI TADQIQOTI

*Xolto'ra MIRZAKULOV¹ (khchmirzakulov@mail.ru), Gavhar MELIKULOVA¹ (melikulova@mail.ru),
Moxichehra SHAYMARANOVA² (mohichehra@mail.ru), Sherzod XUJAMBERDIYEV¹ (sherzod0108@mail.ru),
¹Toshkent kimyo-tehnologiya instituti, Toshkent, O'zbekiston
²Termiz muhandislik-tehnologiya instituti, Termiz, O'zbekiston*

Tadqiqot maqsadi Markaziy Qizilqum fosforitlaridan olingan fitorsizlantirilgan va sulfatsizlantirilgan ekstraksion fosfor kislotasi va ohaktosh asosida ozuqabop, kristallagan monokalsiyfosit ishlab chiqarish jarayonlarining maqbul texnologik parametrlarini o'rnatishdan iborat.

Fosfor kislotasi me'yorlari va konsentratsiyasi, jarayon haroratlaringin filtratsiya tezligi ko'sratkichlariga, suspenziya va aylanma eritmaning reologik xossalariiga, shuningdek, kristallangan ozuqabop monokalsiyfositning tovar xossalardagi o'zgarishlarga bog'liqligi kabi texnologik parametrlarning ta'siri o'rGANILGAN.

Kristall monokalsiyfosit tarkibi bug'lataligan kislotasi konsentratsiyasiga (45-55% P₂O₅) bog'liq ravishda 53,2-54,8% P₂O₅sumum. va 0,009-0,018% fordan iborat.

Kalit so'zlar: ohaktosh, bug'laniш, kristallanish, quritish, kristall monokalsiyfosit

DOI: 10.34920/cce202213

Введение

В мире в настоящее время из-за быстро растущего населения планеты, с сокращением пахотных и поливных земель, обеспечение населения продовольствием и питьевой водой приобретает все большую остроту. Несмотря на громадные достижения в земледелии, животноводстве это проблема до сих пор остается нерешенной. Одним из наиболее эффективных способов решения этой проблемы является дальнейшее повышение урожайности сельскохозяйственных культур и производительности животноводства, птицеводства, рыбоводства.

Фосфор занимает особое место среди химических элементов. Он входит в состав многих минералов, прежде всего, фосфатов кальция [1, 2]. Мировое потребление кормовых фосфатов кальция превысило шесть миллионов тонн в год и продолжает ежегодно увеличиваться [3, 4]. Фосфор является важнейшей составляющей кормовых рационов домашнего скота, птицы, рыб. Он входит в состав нукleinовых кислот, фосфатов, фосфопротеинов и других соединений, является необходимым компонентом для построения костной ткани. Недостаток фосфора в рационах сельскохозяйственных животных снижает мясную и молоч-

ную продуктивность, приводит к возникновению костных заболеваний и нарушению функции воспроизведения. Для устранения дефицита фосфора в организме животных применяют минеральные кормовые добавки, которые вводят для улучшения качества рационов в кормах [5-8].

Фосфор и кальций участвуют в обменных процессах организма, обуславливают высокую эффективность кормовых минеральных добавок. Качество кормовых фосфатов кальция оценивается по содержанию в них усвояемых форм питательных элементов при минимальной концентрации вредных примесей, таких как фтор, свинец мышьяк, кадмий, ртуть. Биологическая усвояемость фосфора из кормовых фосфатов кальция – монокальцийфосфата, дикальцийфосфата, трикальцийфосфата составляет не менее 80% [9-11].

Мировой ассортимент основных минеральных подкормок насчитывает более 10 наименований. Широкое применение в животноводстве, птицеводстве, рыбоводстве получили фосфорсодержащие минеральные подкормки на основе фосфатов кальция, натрия, аммония и других химических компонентов [12, 13].

Среднегодовой рост потребления кормовых фосфатов в мире составляет 6%, что примерно в 2,5 раза выше, чем для фосфорсодержащих удобрений. Больше всего кормовых фосфатов потребляет Американский континент – 50%, Азия – 18%, 21% приходится на Западную Европу и только 9% на Центральную и Восточную Европу. Самый большой среднегодовой рост потребления кормовых фосфатов наблюдается в Латинской Америке (Бразилия +14%) и Азии (Китай +10%). Ожидается рост потребления кормовых фосфатов и в Центральной Азии. Здесь следует отметить, что крупнейший производитель кормовых фосфатов в Азии компания Lomon (Китай), имеющая развернутый ассортимент продукции и выпускающая до 600 тыс. тонн в год кормовых фосфатов кальция полностью ориентирована на внутренний рынок. Практически полностью реализуют свою продукцию на внутреннем рынке и бразильские производители кормовых фосфатов [4, 14].

В последние годы получили распространение способы получения монокальцийфосфата жидкофазным циркуляционным методом. Суть метода заключается в разложении Полипинского фосфатного сырья [15-17] и фосфоритов Центральных Кызылкумов (ЦК) [18, 19] 3-5 кратным избытком концентрированной 40-65% по P_2O_5 фосфорной кислотой при температурах 60-90 °C, кристаллизации монокальцийфосфата при охлаждении и отделении от маточного раствора [15-19]. Преимуществом цик-

лического способа является возможность получения монокальцийфосфата практически из любых видов фосфатного сырья.

С использованием диаграмм растворимости в системах $CaO-P_2O_5-H_2O$ и $CaO-P_2O_5-HCl-H_2O$ проведены графические расчеты процесса получения моногидрата монокальцийфосфата из фосфоритов Карагату [20-23] и ЦК [24, 25] в условиях рецикла маточного раствора для температуры 40 °C.

В связи с этим, наши исследования были направлены на получение обесфторенного монокальцийфосфата кормовой и более высокой чистоты из экстракционной фосфорной кислоты (ЭФК) на основе фосфоритов ЦК, которая сильно загрязнена полуторными окислами и фтором [26, 27].

Методы исследований

ЭФК предварительно очищали от сульфатов и фтора, используя фосконцентрат и соли натрия – карбонат и метасиликат [28-31]. Очищенная кислота имела состав (масс. %): P_2O_5 - 17,02; SO_4 - 0,23; CaO - 1,58; MgO - 0,49; Fe_2O_3 - 0,25; Al_2O_3 - 0,38; F - 0,30. В качестве кальцийсодержащего сырья использовали природный известняк Кутарминского месторождения, содержащий (масс. %): CaO - 54,88; MgO - 0,47; SiO_2 - 0,49; Fe_2O_3 - 0,10; Al_2O_3 - 0,21; п.п.п. - 43,76.

Исследования процесса проводили на модельной экспериментальной установке, имитирующей производственные условия – процесс состоящий из реактора, механической мешалки и термостата при температуре 95-100 °C и продолжительности процесса 3 часа. После достижения заданного времени фосфатную массу – суспензии фильтровали при температуре опыта для отделения нерастворимого остатка, фильтрат охлаждали до температуры 60-80 °C и отделяли кристаллический монокальцийфосфат, промывали водой или насыщенным раствором монокальцийфосфата и сушили при температуре 100-110 °C. Анализ исходных, промежуточных и конечных продуктов проводили известными методами химического и физико-химического анализа [32-35].

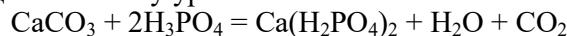
Исследование микроструктуры образцов осуществляли с помощью сканирующего электронного микроскопа SEM-EVO MA 10 (Carl Zeiss) с рентгеновским спектрометром Aztec Energy Advanced X-Act-Oxford Instruments, ускоряющее напряжение 12 кВ [36].

Результаты и обсуждение

С целью получения обесфторенного монокальцийфосфата в кристаллическом виде, без посторонних примесей был исследован процесс разложения известняка обесфторенной

и обессульфаченной ЭФК из фосфоритов ЦК, предварительно упаренной до содержания 40-55% P_2O_5 при ее норме 300-500% от стехиометрии на образование монокальцийфосфата.

Процесс получения монокальцийфосфата, путем разложения известняка концентрированной фосфорной кислотой, протекает по общезвестному уравнению:



Маточный раствор, после отделения кристаллов монокальцийфосфата, содержит растворенную в фосфорной кислоте соль кальция, а нерастворимый остаток содержит неразложившийся известняк.

Блок-схема циркуляционного способа получения кристаллического, обесфторенного монокальцийфосфата представлена на рисунке 1.

Результаты исследования процессов кристаллизации и получения кристаллического монокальцийфосфата при нормах 300-500% упаренной ЭФК с содержанием 45, 50 и 55% P_2O_5 приведены в таблице 1.

Фосфорнокислотная масса разложения известняка по 45% P_2O_5 фосфорной кислотой

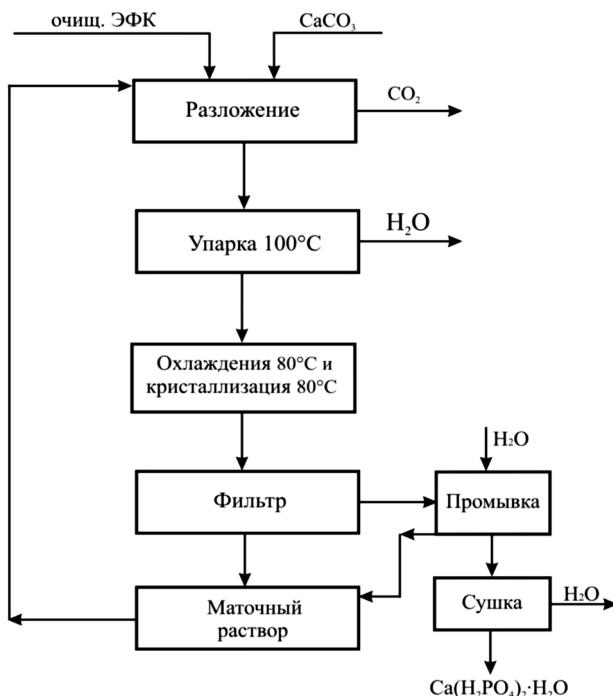


Рисунок 1. Блок-схема получения кристаллического монокальцийфосфата на основе упаренной экстракционной фосфорной кислоты Центральных Кызылкумов и известняка при норме 400%.

Таблица 1
Влияние нормы и концентрации упаренной экстракционной фосфорной кислоты на химический состав и технологические показатели производства кормового монокальцийфосфата (при температуре 60 °C)

Норма H_3PO_4 , % от стехиометрии	H_3PO_4 , % P_2O_5	Содержание, %				Показатель фильтрации				
		P_2O_5		CaO	F	Продолжительность, сек	Масса осадка, г	Съем осадка, кг/м ² ·ч		
		Общ.	Своб.							
300	45	52,6	16,1	16,7	0,018	не фильтруется				
400		52,8	12,0	18,9	0,016	не фильтруется				
300	50	53,6	14,5	16,7	0,012	240	17,5	330		
400		53,9	13,7	17,3	0,010	240	17,5	330		
500		54,3	11,3	17,5	0,009	250	17,9	380		
300	55	53,8	15,9	14,6	0,012	не фильтруется				
400		55,7	12,0	15,3	0,009	280	17,2	180		
500		54,8	11,2	16,6	0,008	130	17,8	450		

при нормах 300 и 400% от стехиометрии практически не фильтруется. Аналогичная картина наблюдается и при норме 55% фосфорной кислоты 300%.

Наилучшие результаты по фильтрации наблюдаются при использовании 50% по P_2O_5 фосфорной кислоты при нормах 300-500% и при использовании 55% по P_2O_5 фосфорной кислоты при норме 500%. При этом съем осадка монокальцийфосфата составляет 330-450 кг/

$m^2 \cdot \text{ч}$, а содержание P_2O_5 общ. составляет 53,6-54,8%, P_2O_5 своб. 11,2 – 14,5%, CaO 16,6 – 17,5% и фтора 0,008-0,018%.

В таблице 2 приведены результаты исследования влияния температуры на процесс кристаллизации монокальцийфосфата, его состав и скорость фильтрации при норме ЭФК 400%.

Из таблицы видно, что понижение температуры существенно влияет на процесс формирования кристаллов монокальцийфосфата. При

Таблица 2

Влияние температуры кристаллизации и концентрации упаренной экстракционной фосфорной кислоты на химический состав и технологические показатели производства кормового монокальцийфосфата

Температура кристаллизации, °C	H_3PO_4 , % P_2O_5	Содержание, %			Показатель фильтрации			
		P_2O_5		CaO	F	Продолжительность, сек	Масса осадка, г	
		Общ.	Своб.					
40	45	51,3	21,2	13,7	0,022	не фильтруется		
60		52,8	12,0	18,9	0,018	плохо фильтруется		
80		53,2	18,3	16,2	0,012	180	19,0	
100		53,8	19,0	17,2	0,009	120	18,6	
60	50	53,9	13,7	17,3	0,016	240	17,5	
80		54,2	12,0	18,5	0,011	45	28,0	
100		54,7	9,4	18,9	0,009	30	820	
60	55	53,8	15,9	14,6	0,016	не фильтруется		
80		55,1	15,4	16,9	0,010	30	30,0	
100		54,8	4,6	19,2	0,008	20	960	

понижение температуры фильтрата до 40 °C образуются мелкие кристаллы, которые плохо фильтруются или практически не фильтруются. Хорошие результаты по фильтрации монокальцийфосфата достигаются при охлаждении фильтрата до температуры 60-100 °C. Скорости фильтрации при этих условиях составляют для концентрации фосфорной кислоты 45% P_2O_5 470-550 кг/м²·ч, для 50% P_2O_5 680-820 кг/м²·ч, 55% P_2O_5 760-960 кг/м²·ч. Содержание P_2O_5 _{общ} изменяется от 53,2% до 55,1%, свободная форма P_2O_5 составляет 19,0-4,6%, а содержание CaO 16,2-19,2% и фтора 0,008-0,022%.

Высокое содержание свободной P_2O_5 не позволяет использовать монокальцийфосфат для получения комбикормов и в качестве фосфатно-кальциевой добавки к кормам животных, птиц, рыб. Для снижение кислотности монокальцийфосфата его нейтрализовали известняком (табл. 3).

При нейтрализации кристаллического монокальцийфосфата, полученного с использованием 45% по P_2O_5 ЭФК при норме 400% известняком в количестве 10, 15 и 20% от массы монокальцийфосфата содержание свободной P_2O_5 снижается с 18,3% до 2,7% при кристаллизации монокальцийфосфата при температуре 80°C и с 19,0% до 2,5% при кристаллизации монокальцийфосфата при температуре 100°C. pH 10% раствора нейтрализованного, кристаллического монокальцийфосфата при этом повышается с 2,6 до 3,3 и с 2,5 до 3,5.

При нейтрализации кристаллического монокальцийфосфата, полученного с использованием 50% по P_2O_5 ЭФК при норме 400% известняком в количестве 10 и 15% от массы монокальцийфосфата содержание свободной P_2O_5 снижается с 12,6% до 4,1% при кристаллизации монокальцийфосфата при температуре 60 °C и с 12,0% до 4,7% при кристаллизации монокальцийфосфата при температуре 80 °C. pH 10% раствора нейтрализованного, кристаллического монокальцийфосфата при этом повышается с 2,6 до 3,3 и с 2,5 до 3,5.

При нейтрализации кристаллического монокальцийфосфата полученного при норме кислоты 400% содержание P_2O_5 _{св} снижается с 15,4% до 2,5%, соответственно, для монокальцийфосфата, полученного при температуре кристаллизации 80 °C.

Исследованы реологические свойства продуктов при разложении карбоната кальция при повышенной норме ЭФК. Норму ЭФК изменили в пределах от 300 до 450%, а температуру от 40 до 100 °C. Экспериментальные данные представлены в таблицах 4 и 5.

В таблице 4 приведены данные описывающие реологические свойства суспензии монокальцийфосфата в зависимости от нормы кислоты и температуры процесса.

Со снижением нормы ЭФК суспензии, плотность и вязкость повышаются незначительно и составляют при температуре 40 °C 1,263-1,527 г/см³ и 3,234-17,753 мПа·с.

Таблица 3
Влияние количества карбоната кальция на кислотные показатели и товарные свойства кристаллического монокальцийфосфата

Кол-во Ca-CO ₃ , % от массы	H ₃ PO ₄ , % P ₂ O ₅	Норма H ₃ PO ₄ , % от стех.	°C	рН	Содержание, %		
					P ₂ O ₅		CaO
					Общ.	Своб.	
0	45	400	80	2,5	53,2	18,3	16,2
10				2,8	50,5	8,6	17,1
15				3,1	49,2	4,8	17,6
20				3,3	48,0	2,7	18,0
0	45	400	100	2,2	53,8	19,0	17,2
10				3,0	51,1	8,7	18,2
15				3,1	49,9	5,4	18,7
20				3,3	48,9	2,5	19,2
0	50	400	60	2,6	53,9	12,6	17,3
10				3,1	51,2	9,2	18,3
15				3,3	49,9	4,1	18,7
0	50	400	80	2,5	54,2	12,0	18,5
10				3,2	51,4	9,8	19,6
15				3,5	50,1	4,7	20,1
0	55	400	80	2,2	55,1	15,4	16,9
10				2,8	52,3	8,6	17,9
15				3,2	51,0	5,3	18,3
20				3,5	49,8	2,5	18,8

Повышение температуры суспензии приводит к снижению плотности и вязкости суспензии. При норме ЭФК 450% повышение температуры с 40 до 100 °C плотность снижается с 1,263 г/см³ до 1,239 г/см³, а вязкость при этих условиях снижается с 3,234 мПа·с до 1,245 мПа·с. Это указывает на приемлемые реологические свойства суспензии монокальцийфосфата.

В таблице 5 приведены реологические свойства маточных растворов, полученных по-

сле фильтрации суспензии кристаллического монокальцийфосфата при различных нормах кислоты и температуры процесса.

Со снижением нормы ЭФК суспензии плотность и вязкость повышаются и составляют при температуре 40 °C 1,175-1,420 г/см³ и 3,008-16,510 мПа·с.

Повышение температуры суспензии приводит к снижению плотности и вязкости суспензии. При норме ЭФК 450% повышении температуры с 40 до 100 °C плотность снижа-

Таблица 4
Влияние нормы экстракционной фосфорной кислоты и температуры процесса на плотность и вязкость суспензии, образующихся при разложении карбоната кальция при повышенной норме кислоты

Нормы ЭФК, %	Плотность, г/см ³					Вязкость, мПа·с				
	40 °C	60 °C	80 °C	90 °C	100 °C	40 °C	60 °C	80 °C	90 °C	100 °C
450	1,263	1,252	1,244	1,241	1,239	3,234	2,258	1,487	1,256	1,245
400	1,320	1,308	1,300	1,297	1,295	3,593	2,509	1,652	1,395	1,379
375	1,379	1,367	1,358	1,355	1,352	6,314	4,243	2,904	2,358	1,344
350	1,434	1,421	1,412	1,409	1,406	9,035	5,977	4,156	3,322	3,309
325	1,480	1,467	1,458	1,455	1,452	12,055	7,975	5,546	4,432	4,415
300	1,527	1,513	1,504	1,500	1,497	17,753	11,746	8,167	6,527	6,502

Таблица 5

Влияние нормы экстракционной фосфорной кислоты и температуры процесса на плотность и вязкость маточного раствора, образующихся после фильтрации супензии при разложении карбоната кальция

Нормы ЭФК, %	Плотность, г/см ³					Вязкость, мПа·с				
	40 °C	60 °C	80 °C	90 °C	100 °C	40 °C	60 °C	80 °C	90 °C	100 °C
450	1,175	1,164	1,157	1,154	1,151	3,008	2,099	1,383	1,268	1,206
400	1,228	1,217	1,209	1,206	1,203	3,341	2,333	1,536	1,397	1,327
375	1,282	1,271	1,263	1,260	1,257	5,872	3,946	2,701	2,193	2,084
350	1,334	1,322	1,313	1,310	1,307	8,402	5,559	3,865	3,089	2,935
325	1,376	1,364	1,356	1,353	1,349	11,211	7,417	5,158	4,122	3,875
300	1,420	1,407	1,399	1,395	1,392	16,510	10,924	7,595	6,069	5,644

ется с 1,175 г/см³ до 1,151 г/см³, а вязкость при этих условиях снижается с 3,008 мПа·с до 1,206 мПа·с. Это указывает на приемлемые реологические свойства супензии монокальцийфосфата.

По результатам проведенных исследований установлено, что в пределах всех изучен-

ных технологических параметров значения плотности и вязкости монокальцийфосфатных супензии и маточных растворов, полученных после фильтрации, имеют большую текучесть и позволяют транспортировать их перекачивающими устройствами без каких-либо ограничений.

Электронное изображение 89

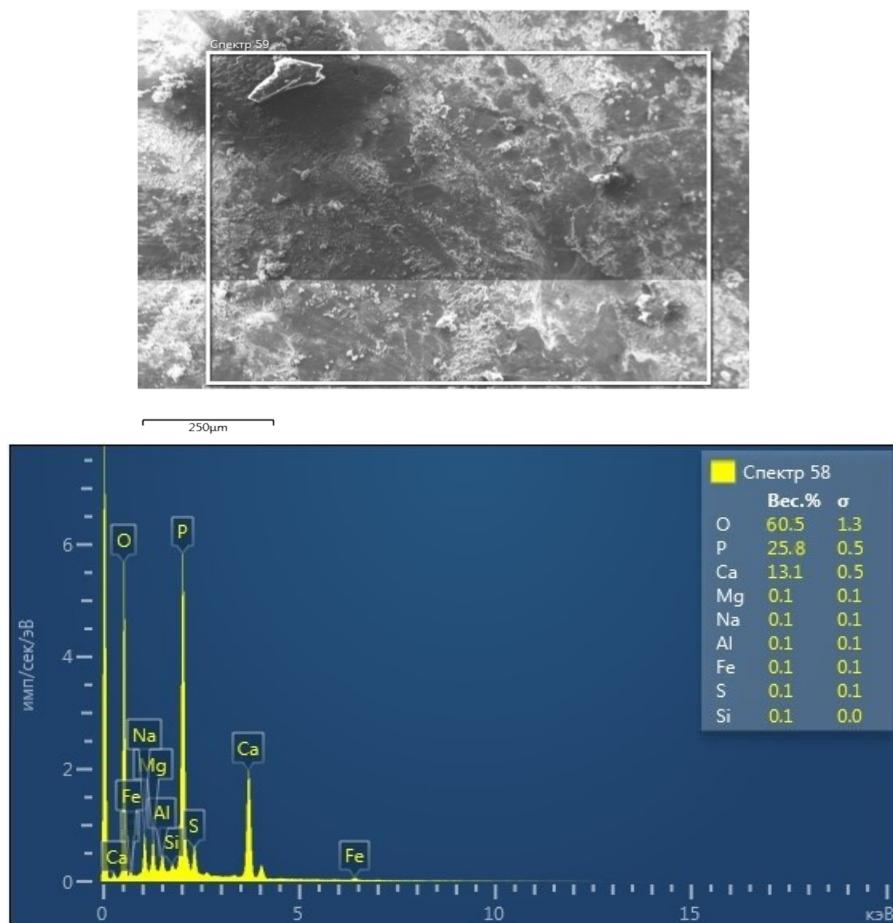


Рисунок 2. Сканирующего микроскопического анализа кормового монокальцийфосфата.

Таблица 6
Результаты элементного химического анализа монокальцийфосфата

Элемент	Масс. %	Сигма, масс. %
O	60.51	1.29
Na	0.09	0.03
Mg	0.06	0.03
Al	0.08	0.04
Si	0.06	0.02
P	25.8	0.22
S	0.09	0.04
Ca	13.08	0.35
Fe	0.07	0.04
Сумма:	100.00	

Электронно-микроскопический снимок кристаллов монокальцийфосфата, полученный после отделения от маточного раствора, а также результаты их элементного химического анализа, приведены на рисунке 2 и в таблице 6. Микроскопический анализ кристаллического монокальцийфосфата показывает следующее содержание элементов : O-51,28%; F-0,11%; Na -1,51%; Mg-1,89%; Al-0,92%; Si-0,11%; P-23,38%; S-0,31%, что соответствует их нормам

содержания в кормовом монокальцийфосфате.

Таким образом, экспериментальным путем установлена возможность получения кристаллического монокальцийфосфата кормового и более высокой чистоты, определены оптимальные параметры всех стадий процесса, определены основные физико-химические и товарные свойства.

Заключение

Таким образом, на модельной экспериментальной установке, имитирующей производственные условия, установлена возможность получения кормового, кристаллического монокальцийфосфата, определены оптимальные технологические параметры всех стадий процесса: концентрация ЭФК 45-55% P₂O₅, норма 350-500%, температура - 100°C, продолжительность процесса 180-300 мин.

Соответствие образованию кристаллического монокальцийфосфата подтверждено химическими анализами и физико-химическими методами исследования. Полученные соли кристаллического монокальцийфосфата имеют следующий химический состав: P₂O₅ - 50,1-55,2%; CaO - 18,5-20,1%; фтор - 0,009-0,018% и полностью соответствуют показателям предъявляемым требованиями ГОСТ-23999-80 к кормовым монокальцийфосфатам.

REFERENCES

1. Degtyarov V. Effektivnost' monokal'tsiyfosfata pri kormlenii zhivotnykh [Efficiency of monocalcium phosphate in animal feeding]. *Dairy and meat cattle breeding*, 2003, no. 2, pp. 7-10.
2. Vandysheva A.A. Resursosberegayushchiye tekhnologii v proizvodstve obesforennogo kormovogo fosfata [Resource-saving technologies in the production of fluorine-free feed phosphate]. *Young Scientist*, 2015, vol. 23, no. 1, pp. 16-19.
3. Litusova N.M. *Tekhnologiya polucheniya komovykh fosfatov kal'tsiya v granulirovannom vide na osnove mela i ekstraktionsnoy fosfornoj kislotoj. Diss. kand. texn. nauk* [Technology for obtaining feed calcium phosphates in granular form based on chalk and extractive phosphoric acid. PhD diss.]. Moscow, 2004. 136 p.
4. Melikulova G.E. *Razrabotka tekhnologii komovykh fosfatov amoniya i kal'tsiya iz fosforitov Tsentral'nykh Kyzylkumov. Diss. PhD* [Development of technology of ammonium and calcium feed phosphates from phosphorites of Central Kyzylkum. PhD diss.]. Tashkent, 2018. 122 p.
5. Kisilev V.G. *Poluchenije monokal'tsiyfosfata iz bednogo fosfatnogo syrya po retsirkulyatsionnoy skheme. Diss. kand. texn. nauk* [Obtaining monocalcium phosphate from poor phosphate raw materials according to the recycling scheme. PhD diss.]. Moscow, 2013. 165 p.
6. Klassen P.V., Zavertyayeva T.I., Adamov Ye.A., Mil'kov G.A., Razmakhnina G.S. Ispol'zovaniye bednogo fosfatnogo syrya dlya polucheniya fosformykh udobrenij [The use of poor phosphate raw materials for the production of phosphate fertilizers]. *Khimicheskaya promishlennost' segodnya*, 2003, no. 12, pp. 4-8.
7. Sharipov T.V., Mustafin A.G. *Sposob polucheniya dikal'tsiyfosfata* [Method for obtaining dicalcium phosphate]. Patent RU, no. 2411222, 2011.
8. Dmitrevskiy B.A., Treushchenko N.N., Lavrova T.V. *Sposob polucheniya kormovogo dikal'tsiyfosfata* [Method for obtaining feed dicalcium phosphate]. Patent RU, no. 2373144, 2009.
9. Ryadchikov V.G. *Osnovy pitaniya i komleniya sel'skokhozyaystvennykh zhivotnykh* [Fundamentals of nutrition and feeding of farm animals]. Krasnodar, 2012. 328 p.
10. Yegorov I.A., Andrianova Ye.N., Grigor'yeva Ye.N. Ispol'zovaniye deflorinirannogo fosfata i monokal'tsiyfosfata v kombikormakh dlya tsyplyat-broylerov i kur-nesushek [The use of defluorinated phosphate and monocalcium phosphate in feed for broiler chickens and laying hens]. *Uspekhi khimii i khimicheskoy tekhnologii*, 2010, no. 9, pp. 77-80. 12.
11. Sharipov T.V., Mustafin A.G. *Sposob polucheniya dikal'tsiyfosfata* [Method for obtaining dicalcium phosphate]. Patent RU, no. 2461517, 2012. 13.
12. Gorlov I.F., Randelin D.A., Struk A.N., Struk V.N., Struk M.V., Struk N.V. *Innovatsionnye tekhnologii razrabotki i ispol'zovaniya novykh komovykh i biologicheski aktivnykh doborov pri proizvodstve myasa sel'skokhozyaystvennykh zhivotnykh i pitsy* [Innovative technologies for the development and use of new feed and biologically active additives in the production of meat of farm animals and poultry]. Volgograd, 2012. 236 p.
13. Vinogradov V.N., Duborezov V.M., Kirilov M.P. *Komleniye i komoproizvodstvo v molochnom skotovodstve* [Feeding and fodder production in dairy cattle breeding]. Dostizheniya nauki i tekhniki v APK, 2009, no. 8, pp. 33-35. 10.
14. Melikulova G.E., Mirzakulov Kh.Ch., Usmanov I.I., Isakov A.F. *Issledovaniya protsesssa polucheniya kormovogo dikal'tsiyfosfata iz fosforitov Tsentral'nykh Kyzylkumov* [Study of the process of obtaining fodder dicalcium phosphate from phosphorites of the Central Kyzylkum]. *Universum: Tekhnicheskiye nauki*, 2018, no. 6(51). (In Russ.) Available at: <https://universum.com/ru/tech/archive/item/6037>. (accessed 25.06.2018) 25.
15. Kiselev V.G., Ryashko A.I., Pochitalkina I.A., Petropavlovskiy I.A. *Osobennosti kislotnoy pererabotki fosfatnogo syrya Polpinskogo mestorozhdeniya* [Features of acid processing of phosphate raw materials of the Polpinskoye deposit]. *Uspekhi khimii i khimicheskoy tekhnologii*, 2011, no. 8, pp. 65-69.
16. Petropavlovskiy I.A., Pochitalkina I.A., Kislov V.G., Akhnazarova S.L., Myrzakhmetova B.B. *Polucheniye monokal'tsiyfosfata iz bednogo fosfatnogo syrya zhidkofaznym tsirkulyatsionnym sposobom* [Obtaining monocalcium phosphate from poor phosphate raw materials by liquid-phase circulation method]. *Khimicheskaya tekhnologiya*, 2012, no. 8, pp. 453-456.
17. Alimov U.K. *Razrabotka resursosberegayushchey tekhnologii vysokokonseントrirovannykh fosforsoderžashchikh udobrenij na osnove fosforitov Tsentral'nykh Kyzylkumov* [Development of a resource-saving technology for high-concentration phosphate fertilizers based on phosphorites of Central Kyzylkum]. Tashkent, 2018. 122 p.

- tral'nykh Kyzylkum. Diss. dokt. texn. nauk. [Development of a resource-saving technology for highly concentrated phosphorus-containing fertilizers based on phosphorites of the Central Kyzylkum. DSc diss.]. Tashkent, 2019. 229 p.
- 18. Alimov U.K., Namazov Sh.S., Reymov A.M., Kaymakova D.A. Potochno-tsirkulyatsionny sposob polucheniya dvoynogo superfosfata na osnove fosforitov Tsentral'nykh Kyzylkumov [Flow-circulation method for obtaining double superphosphate based on phosphorites of the Central Kyzylkum]. *Khimicheskaya promyshlennost'*, 2015, no. 3, pp. 109-118.
 - 19. Kiselev V.G., Pochitalkina I.A., Petropavlovskiy I.A. Poluchenije monokal'tsiyofosfata iz nizkosortnogo fosfatnogo syr'ya [Obtaining monocalcium phosphate from low-grade phosphate raw materials]. Uspekhi khimii i khimicheskoy tekhnologii, 2010, no. 9, pp. 77-80.
 - 20. Myrzakhmetov B.B., Besterekov U.B., Petropavlovskiy I.A. Poluchenije dvoynogo superfosfata iz fosforitov Kokdzhon i Koksu zhidkofaznym metodom [Obtaining double superphosphate from Kokjon and Koksu phosphorites by the liquid-phase method]. Ob'yedinenny nauchny zhurnal, 2012, no. 2, pp. 60-64.
 - 21. Myrzakhmetov B.B., Besterekov U.B., Petropavlovskiy I.A., Pochitalkina I.A., Kiselev B.G. Kineticheskiye zakonomernosti razlozheniya nizkosortnykh fosforitov zhidkofaznym metodom u usloviyah retsikla matochnogo rastvora [Kinetic regularities of decomposition of low-grade phosphorites by the liquid-phase method under the conditions of recycling the mother solution]. *Khimicheskaya promyshlennost' segodnya*, 2012, no. 5, pp. 6-9.
 - 22. Akhmetova S.O., Moldabekov Sh.M. Tekhnologiya pererabotki nizkosortnykh fosforitov Karatau na monokal'tsiyofosfat [Processing technology of low-grade Karatau phosphorites for monocalcium phosphate]. *Novosti nauki Kazakhstana*, 1999, no. 2, pp. 11-15.
 - 23. Moldabekov K.T., Zhantayev Zh.K., Zhamboldayeva Zh.M., Balabekov O. Kinetika razlozheniya nizkokachestvennykh fosforitov fosformoy kisloty i poluchenija dvoynogo superfosfata tsikalicheskim sposobom [Kinetics of decomposition of low-quality phosphorites of phosphoric acid and production of double superphosphate in a cyclic way]. *Sovremennye naukoyemkiye tekhnologii*, 2013, no. 11, pp. 107-112.
 - 24. Alimov U.K., Rasulov A.A., Namazov Sh.S., Reymov A.M., Kaymanova D.K. Optimal'nyy rezhim protsessy pererabotki fosforitov Tsentral'nykh Kyzylkum uparennoy ekstraktionsnoy fosformoy kisloty [Optimal mode of processing of phosphorites of the Central Kyzylkum by stripped off extractive phosphoric acid]. *Universum: Tekhnicheskiye nauki*, 2016, no. 8(29). (In Russ.) Available at: <http://7universum.com/fu/tech/archive/item/3572>. (accessed 25.08.2016) 23.
 - 25. Alimov U.K., Rasulov A.A., Namazov Sh.S., Kaymakova D.A. Ispol'zovaniye mineralizovannoy massy fosforitov Tsentral'nykh Kyzylkumov v protsesse poluchenija dvoynogo superfosfata tsikalicheskim sposobom [The use of the mineralized mass of phosphorites of the Central Kyzylkum in the process of obtaining double superphosphate in a cyclic way]. *Khimicheskaya promyshlennost'*, 2017, no. 1, pp. 4-10.
 - 26. Shaymardanova M.A., Melikulova G.E., Khuzamberdiyev Sh.M., Mirzakulov Kh.Ch. Tekhnologiya poluchenija kommovogo monokal'tsiyofosfata iz fosforitov Tsentral'nykh Kyzylkumov [Technology for obtaining feed monocalcium phosphate from phosphorites of the Central Kyzylkum]. *Universum: Tekhnicheskiye nauki*, 2021, no. 10(91). (In Russ.) Available at: <https://7universum.com/fu/tech/archive/item/12471>. (accessed 25.10.2021)
 - 27. Shaymardanova M., Usmanov I., Melikulova G., Mirzakulov K. Monokal'tsiyofosfat iz fosforitov Tsentral'nykh Kyzylkumov [Monocalcium phosphate from Central Cyzykum phosphorites]. *Chemistry and Chemical Engineering*, 2019, no. 2, pp. 12-15.
 - 28. Khodzhamkulov S.Z., Mirzakulov Kh.Ch., Melikulova G.E., Usmanov I.I. Issledovaniye protsesssa obesfitorivaniya ekstraktionsnoy fosformoy kisloty iz fosforitov Tsentral'nykh Kyzylkumov [Study of the process of defluorination of extractive phosphoric acid from phosphorites of the Central Kyzylkum]. *Chemistry and Chemical Engineering*, 2020, no. 2, pp. 37-39.
 - 29. Khodjamkulov S.Z., Khujamberdiev Sh.M., Melikulova G.E., Mirzakulov Kh.Ch., Shaymardanova M.A. Separation of phases formed during the process of desfluorization of extraction phosphoric acid with sodium phosphates. *International journal of advanced research in science, engineering and technology*, 2020, vol. 7, no. 10, pp. 15192-15196.
 - 30. Mirzakulov Kh.Ch., Usmanov I.I., Sadikov B.B., Volinskova N.V., Melikulova G.E., Umarov Sh.I. Sposob poluchenija kormovogo pretsipitata [The method of obtaining feed precipitate]. Patent UZ, no. 05054, 2015.
 - 31. Arifdhanova K.S., Mirzakulov Kh.Ch., Melikulova G.E., Khuzhamkulov S.Z., Usmanov I.I. Issledovaniye protressa obessul'fachivaniya ekstraktionsnoy fosformoy kisloty iz fosforitov Tsentral'nykh Kyzylkumov [Study of the desulfuration process of extractive phosphoric acid from phosphorites of the Central Kyzylkum]. *Khimicheskaya promyshlennost'*, 2017, no. 5, pp. 18-25.
 - 32. Kelman F.N., Brutskus E.B., Osherovich R.I. *Metody analiza pri kontrole proizvodstva semoy kisloty i fosfomykh udobreniy* [Analysis methods for controlling the production of sulfuric acid and phosphate fertilizers]. Moscow, Statchem Publ., 1982. 352 p.
 - 33. GOST 23999-80. Fodder calcium phosphate. Specifications. Moscow, Standartinform Publ., 1981. 10 p. (In Russ.)
 - 34. Vinnik M.M., Urbanov L.N. e.a. *Metody analiza fosfatnogo syr'ya, fosfomykh i kompleksnykh udobreniy, kormovykh fosfato* [Methods of analysis of phosphate raw materials, phosphate and complex fertilizers, feed phosphates]. Moscow, Chemistry Publ., 1975. 218 p.
 - 35. Shvartsenbach G., Flashka G. *Kompleksometricheskoye titrovaniye* [Complexometric titration]. Moscow, Chemistry Publ., 1970. 360 p.
 - 36. Kalmykov K.B., Dmitrieva N.Ye. *Skanningyushchaya elektronnaya mikroskopiya i rentgeno-spektral'nyy analiz neorganicheskikh materialov* [Scanning electron microscopy and X-ray spectral analysis of inorganic materials]. Moscow, 2017. 52 p.