

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО**(12) Описание изобретения**
К МАЛОМУ ПАТЕНТУ

1

(21) 2401992

(22) 06.09.2024

(46) Бюл. 223, 2025

(71) Агентство по химической, биологической, радиационной и ядерной безопасности национальной академии наук таджикистана (tj)

(72) Мирсаидов У. (TJ); Курбонов А.С. (TJ); Ёрмадов Р.С. (TJ); Тагоев М.М. (TJ); Рахимов И.М. (TJ); Изатуллозода К.И. (TJ); Пулатов Х.Э. (TJ); Давлатов А.С. (TJ); Досаев С.М. (TJ)

(73) АГЕНТСТВО ПО ХИМИЧЕСКОЙ, БИОЛОГИЧЕСКОЙ, РАДИАЦИОННОЙ И ЯДЕРНОЙ БЕЗОПАСНОСТИ НАЦИОНАЛЬНОЙ АКАДЕМИИ НАУК ТАДЖИКИСТАНА (TJ)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ БОРНОГО АНГИДРИДА

(56)

1. Берлин Л.Е. Производство борной кислоты, буры и борных удобрений. - М.: Госхимиздат, 1950. - С.3.

2. Патент № 1579016 (RU). Способ получения борной кислоты / В.П. [Алексеев, В.М. Архипова, Г.И. Гапченко, А.А. Гурский, Е.К. Каверзин, Г.Г. Копылов, Б.А. Никольский, Ю.С. Плышевский, Г.Л. Полушкин, С.И. Попов, О.А. Юрченко](#). - Номер и год публикации бюллетеня: 10-2002.3. Патент № 1471482⁽¹¹⁾(RU) ⁽¹³⁾С. Способ получения борной кислоты / С.И. Попов, В.М. Архипова, Н.К. Саломатин, Ю.В. Морозов, В.Г. Гринченко. -

2

Заявка:4104133/26, 1986.08.12. Опубликовано: 1994.10.30.

4. Маматов Э.Дж. Способ получения борной кислоты. - Малый патент РТ TJ 1031.

(57) Изобретение относится к получению борного ангидрида из боросиликатного сырья месторождения Ак-Архар Таджикистана, содержащего борные продукты, которые применяются в различных областях химической промышленности, медицине и сельского хозяйства.

Сущность изобретения заключается в том, что исходную боросиликатную руду в количестве 100 г измельчают до размера частиц 0.1 мм, и к ней добавляют 200 мл концентрированной серной кислоты или олеума при соотношении Т:Ж = 1:1.5-2, затем полученную пульпу спекают в диапазоне температуры от 180 до 200°C в течение 60 минут. После термической обработки полученный спёк обрабатывают водой в течение 30 мин при температуре 80°C. Водную часть пульпы фильтруют и отделяют сульфат кальция $\text{CaSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, затем из жидкой части фильтрата кристаллизацией осаждают борную кислоту. После промывки и сушки полученный продукт подвергают термической обработке и получают ангидрид борной кислоты.

Изобретение относится к получению борного ангидрида из боросиликатного сырья месторождения Ак-Архар Таджикистана, содержащего борные продукты, которые применяются в различных областях химической промышленности, медицине и сельского хозяйства.

Известен также способ [1] переработки датолитового концентрата путём его вскрытия кислым реагентом с последующим выщелачиванием борной кислоты. В качестве кислого реагента используют концентрированную серную кислоту. Полученная в результате вскрытия (выщелачивания) концентрата пульпа поступает на фильтрацию, где происходит отделение раствора борной кислоты от шламов, которые направляют на противоточную многостадийную отмывку от растворённой борной кислоты. Раствор перед подачей на вакуум-кристаллизационные установки проходит три стадии контрольной очистки от шлама, содержащего кальций и железо в виде сульфатов. Суспензию борной кислоты обезвоживают на центрифугах и сушат в барабанных сушилках. В качестве отхода производства по этому способу образуется борогипс, который не находит применения и поступает в отвалы или в хвостохранилища.

К недостаткам описанного способа относятся необходимость использования концентрированных растворов серной кислоты и, как следствие, необходимость в дорогостоящей кислотостойкой аппаратуре, а также образование отходов в объёмах, превышающих объёмы исходного датолитового концентрата, и необходимость организации их хранения. Использование серной кислоты предполагает транспортировку серы и организацию на месте переработки датолитового концентрата сернокислотного производства, что значительно усложняет и удорожает процесс. Кроме того, способ предусматривает получение только одного товарного продукта - борной кислоты.

Известен способ [2] получения борной кислоты сернокислотным методом из боросиликатного сырья с содержанием железа более 2%. Датолитовый концентрат, содержащий 2.0-5.51% Fe_2O_3 , смешивают с оборотными растворами и серной кислотой. После перемешивания и выдержки пульпы при 105-107°C в течение 90 мин в неё добавляют оборотные растворы и нейтрализуют пульпу введением прокаленной датолитовой руды и бората кальция. Пульпу выщелачивают при 65°C в течение 45 мин, затем отфильтровывают с получением продукционного раствора и шлама. Шлам промывают водой и одновременно с промывкой ведут обработку газом, содержащим углекислоту до pH 6.15-6.40. Пульпу отфильтровывают. Изобретение позволяет снизить потери борной кислоты за счет недоотмывки при переработке сырья с содержанием железа более 2.0% с 5.94-7.09% до 4.73-5.49%.

Недостатком указанного способа является применение плазмы и неэффективность плазменной технологии для получения водорастворимого бора, низкое содержание водорастворимой формы бора в

продукте, приводящее к необходимости применять кислотное выщелачивание.

Известен способ [3] получения борной кислоты путём обработки пульпы датолитового концентрата, содержащей 60% твёрдого остатка (содержание B_2O_3 в твёрдом остатке 17,5%), разложение серной кислотой (моногидратом) проводят в камере разложения и получают продукт разложения. Этот продукт направляют в смеситель на предварительное выщелачивание оборотными растворами, содержащими 2,7% B_2O_3 , при Т:Ж = 1:0.5-1.0, там осуществляют интенсивное перемешивание и измельчение продукта разложения в течение 2-6 мин, после этого пульпу передают в первый по ходу выщелачиватель, где осуществляют смешение пульпы с оборотным раствором до Т:Ж = 1:2.1-5.5. Сюда же для нейтрализации остаточной кислотности дозируют прокалённое датолитовое сырьё до pH 5,0. Выщелачивание осуществляют в четырёх последовательно соединённых ёмкостях, снабжённых мешалками (время выщелачивания 54-83 мин). Пульпу подают на основную фильтрацию. Фильтрат - раствор борной кислоты с содержанием 7,95% B_2O_3 - поступает на кристаллизацию. Изобретение позволяет снизить потери водорастворимого бора со шламом с 4.0-4.2 до 2.9-3.6% и сократить продолжительность выщелачивания с 90-160 до 54-89 мин.

Недостатком способа является большой расход воды и продолжительность выщелачивания до 89 мин. Шлам промывают в четыре стадии. Оборотные растворы - после кристаллизации и промывные растворы - подают на выщелачивание без очистки.

Наиболее близким к предлагаемому по технической сущности и достигаемому результату является способ получения борной кислоты [4], включающий спекание борсодержащих руд и кислотную обработку спека с последующим выделением борной кислоты, причем в качестве сырья используют борсодержащую руду - данбурит, которая после измельчения до размера 0.1 мм и менее подвергается сульфатизации, когда концентрированную серную кислоту перемешивают в массовом соотношении 0.725:1 с исходным сырьём и спекают при температуре 250-270°C в течении 50-60 мин, полученный сульфатированный саморассыпающийся спёк измельчают до порошка и выщелачивают подкисленной водой при соотношении Т:Ж=1:5, 40-50°C в течение 30 мин до достижения конечной величины pH = 3,5-4,0, затем пульпу промывают несколько раз до удаления растворимой части, водную часть пульпы фильтруют и отделяют сульфат кальция $\text{CaSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, затем из жидкой части фильтрата кристаллизацией осаждают борную кислоту, отфильтровывают и, подвергая её кальцинации, получают чистую борную кислоту.

Недостатками наиболее близкого аналога являются многостадийность процесса, низкий выход конечного продукта, длительность процесса получения продукта, а также содержание примесей в конечном продукте.

Целью изобретения является разработка технологии получения борной кислоты из данбуритовых руд способом сульфатизации.

Поставленная цель достигается предлагаемым способом - сульфатизацией боросиликатной руды с последующей водной обработкой саморассыпающегося спёка данбурита.

Данный способ направлен на получение борного ангидрида путём сульфатизации данбуритовых руд спеканием при температурах 180-200°C.

Принципиальная технологическая схема переработки данбуритовых руд способом сульфатизации приведена на Фиг.

Сущность изобретения заключается в том, что исходную боросиликатную руду в количестве 100 г измельчают до размера частиц 0.1 мм, и к ней добавляют 200 мл концентрированной серной кислоты или олеума при соотношении Т:Ж = 1: 1,5-2, а затем полученную пульпу спекают в диапазоне температуры от 180 до 200°C в течение 60 минут. После термической обработки полученный спёк обрабатывают водой в течение 30 мин при температуре 80°C. Водную часть пульпы фильтруют и отделяют сульфат кальция $\text{CaSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, затем из жидкой части фильтрата кристаллизацией осаждают борную кислоту. После промывки и сушки

полученный продукт подвергают термической обработке и получают ангидрид борной кислоты. В таблице 1 приведён состав боросиликатного сырья Ак-Архарского месторождения Таджикистана.

Пример 1. Смесь, состоящую из 100 г измельчённого до размера частиц 0.1 мм боросиликатного сырья и 200 мл 100% серной кислоты, спекали при температурах 180-200°C течение 60 минут. Полученный спёк обрабатывали водой в течение 30 минут при температуре 80°C и фильтровали. Из фильтрата выкристаллизовывали борную кислоту и после высушивания получили 10 г борной кислоты 80% от стехиометрического расчёта.

Пример 2. Процесс проводят аналогично примеру 1, только для разложения используется 30% олеум. При этом получают 11,25 г борной кислоты, выход продукта составляет 90%.

Преимущество предложенного способа от других в том, что, во-первых, процесс является малостадийным, во-вторых, проводится относительно в мягких условиях, в-третьих, помимо целевого продукта в качестве побочного продукта также получают и другие ценные продукты, как сульфаты алюминия и железа, который широко используются как коагулянты для очистки вод.

Формула изобретения

1. Способ получения борного ангидрида, включающий измельчение боросиликатной руды, обработку, фильтрование и получение продукта, **отличающийся тем, что** сульфатизацию проводят 100% серной кислотой при соотношении Т:Ж = 1:1.5-2, полученную смесь спекают в диапазоне температуры от 180 до 200°C, спёк обрабатывают водой в течение 30 мин при температуре 80°C, полученную пульпу фильтруют и из фильтрата

методом перекристаллизации выкристаллизовывают борную кислоту, после промывки и сушки полученный продукт подвергают термической обработке при температуре 150°C и получают ангидрид борной кислоты.

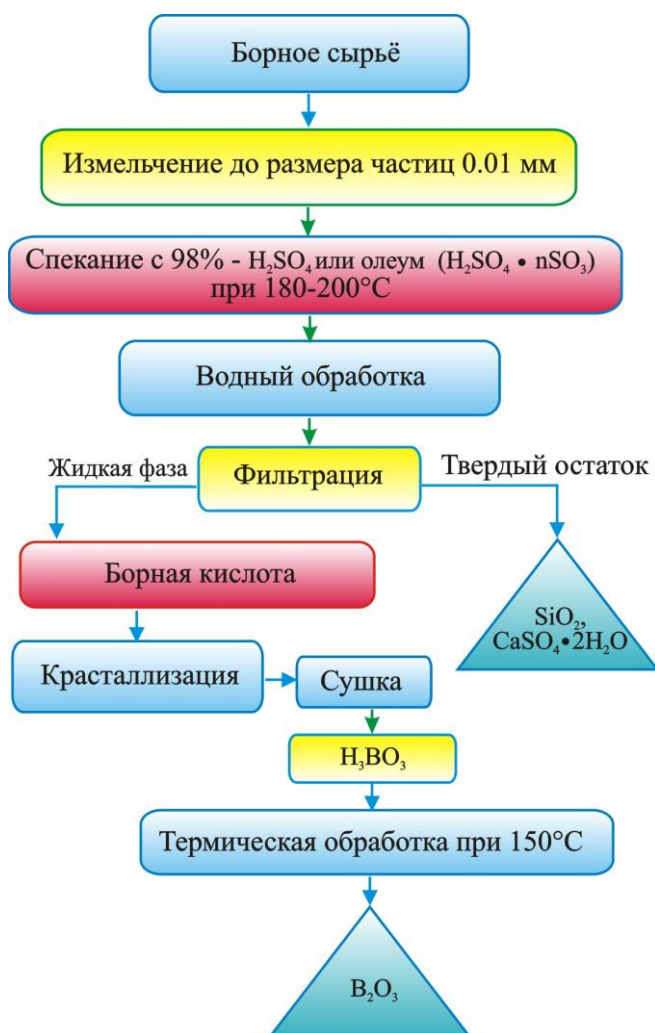
2. Способ по пункту 1, **отличающийся тем, что** процесс сульфатизации осуществляют с помощью олеума - $\text{SO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Таблица 1

Химический состав борной руды Ак-Архарского месторождения

Наименование	Компоненты												
Исходная руда	B_2O_3	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	FeO	CaO	MgO	TiO_2	MnO	K_2O	Na_2O	P_2O_5	П.п.п
	12,5	39,5	1,58	2,2	0,85	32,4	0,75	0,15	0,29	0,1	0,03	0,11	9,08

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ БОРНОГО АНГИДРИДА



Фигура. 1

Компьютерный набор: Газиев М.