

(19) **KG** (11) **1238** (13) **C1** (46) **31.03.2010**

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СЛУЖБА
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ

(51) **C01D 3/08** (2009.01)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

к патенту Кыргызской Республики под ответственность заявителя (владельца)

(21) 20080129.1

(22) 25.12.2008

(46) 31.03.2010, Бюл. №3

(71)(73) Институт химии и химической технологии НАН Кыргызской Республики (KG)

(72) Сулайманкулов К.С., Сатывалдиев А.С., Кочкорова З.Б., Калчаева Б.Ш., Марazyкова Б.Б. (KG)

(56) Пред. патент KG №147, кл. C01D 3/08, 1997

(54) **Способ извлечения хлорида натрия из соляных пород**

(57) Изобретение относится к области химии и химической технологии и может быть использовано при производстве хлорида натрия. Задача предлагаемого изобретения – ускорение, упрощение и удешевление технологического процесса производства хлорида натрия, расширение ассортимента используемого сырья. Поставленная задача решается в способе извлечения хлорида натрия из соляных пород, включающем измельчение породы, растворение в воде, нагревание в присутствии хлористого бария в кислой среде, введение растворов гидроокиси натрия и карбоната натрия, нейтрализацию, упаривание, где выщелоченный солевой раствор с нерастворимым в воде остатком обрабатывают соляной кислотой при pH 2,9-3,3 в течение 10 мин., осаждают сульфат-ионы хлористым барием при соотношении иона бария к сульфат-иону 1,2÷1,3÷1 в присутствии ионов железа, извлеченных из глинистой части соляной породы, в качестве коагулянта.

(21) 20080129.1

(22) 25.12.2008

(46) 31.03.2010, Bull. №3

(71)(73) Institute of chemistry and chemical technology of National Academy of Sciences of the Kyrgyz Republic (KG)

(72) Sulajmankulov K.S., Satyvaldiev A.S., Kochkorova Z.B., Kalchaeva B.S., Marazykova B.B. (KG)

(56) Patent under owner's responsibility KG №147, cl. C01D 3/08, 1997

(54) **Method of sodium chloride extraction from hydrochloric rocks**

(57) Invention relates to the area of chemistry and chemical technology and can be applied in the sodium chloride manufacture. The problem of the offered invention is acceleration, simplification and reduction in price of technological process of sodium chloride manufacture and diversification of used raw materials. The assigned task is solved by the method of sodium chloride extraction from hydrochloric rocks, including rocks' crushing, dissolution in water, heating in the presence of barium chloride in acidic environment, introduction of sodium hydroxide and sodium carbonate solutions, neutralisation, evaporation, where leached salt solution with insoluble in water residue is processed by hydrochloric acid at the 2,9-3,3 pH level within 10 minutes. Sulphate-ions are precipitate with barium chloride in the proportion

(19) **KG** (11) **1238** (13) **C1** (46) **30.01.2010**

1,2÷1,3÷1 of barium ion to sulphate-ion, with the presence of the iron ions, taken from the clay part of hydrochloric rock, as a coagulant.

Изобретение относится к области химии и химической технологии и может быть использовано при производстве хлорида натрия.

Известен способ извлечения хлорида натрия из галитовых пород, включающий измельчение породы, растворение в воде, отстаивание, отделение рассола от нерастворимого в воде остатка, осаждение ионов кальция и магния кальцинированной содой и щелочью при температуре 40-50°C с добавлением коагулянтов (хлорное железо), осветление рассола при добавлении флокулянтов (крахмал, полиакрил амид), фильтрование рассола (Якименко Л.М. Производство хлора, каустической соды и неорганических хлорпродуктов. – М: Химия, 1974. – С. 206-219).

Недостатком указанного способа является его многостадийность и использование дорогостоящих реагентов.

Прототипом предлагаемого изобретения является способ извлечения хлорида натрия из галитовой породы, заключающийся в измельчении породы до размера $2 \pm 0,5$ мм, выщелачивании в воде (Т:Ж = 1:10), отстаивании в течение суток, фильтровании рассола от нерастворимого в воде остатка, осаждении ионов сульфата из соляного раствора и отделении образовавшегося осадка сульфата бария от раствора фильтрованием, осаждении ионов кальция и магния карбонатом и гидроксидом натрия, удалении осадков карбоната натрия и гидроксида магния, упаривании очищенного рассола и высушивании при 105°C. (Пред. патент KG №147, кл. C01D 3/08, 1997).

Недостатком указанного способа является то, что процесс включает трудоёмкую операцию – фильтрование после выщелачивания галитовой породы, сложность и длительность технологического процесса.

Задача предлагаемого изобретения – ускорение, упрощение и удешевление технологического процесса производства хлорида натрия, расширение ассортимента используемого сырья.

Поставленная задача решается в способе извлечения хлорида натрия из соляных пород, включающем измельчение породы, растворение в воде, нагревание в присутствии хлористого бария в кислой среде, введение растворов гидроксида натрия и карбоната натрия, нейтрализацию, упаривание, где выщелоченный солевой раствор с нерастворимым в воде остатком обрабатывают соляной кислотой при pH 2,9-3,3 в течение 10 мин., осаждают сульфат-ионы хлористым барием при соотношении иона бария к сульфат-иону 1,2÷1,3:1 в присутствии ионов железа, извлеченных из глинистой части соляной породы, в качестве коагулянта.

Сущность предлагаемого способа заключается в измельчении соляной породы до размера частиц 1 мм, растворении в воде при Т:Ж = 1:3, обработке соляной кислотой при pH 2,9-3,3 в течение 10 мин., осаждении сульфат-ионов хлористым барием при соотношении иона бария к сульфат-иону 1,2÷1,3:1, с последующим отделением нерастворимого в воде остатка и осадка сульфата бария от раствора, осаждении ионов магния и кальция растворами гидроксида и карбонатом натрия при pH = 10,5-11 из солянокислого раствора, удалении образовавшихся осадков гидроксида магния и карбоната кальция из раствора, нейтрализации соляной кислотой до pH 6-7, упаривании и сушке хлорида натрия.

Пример 1. 100 г соляной породы измельчают до размера частиц 1 мм и растворяют в 300 мл воды, обрабатывают 7,5 мл 10 % раствора соляной кислоты (pH 2,9) в течение 10 мин. при температуре 60-70°C. При этом в раствор переходит некоторое количество ионов железа из железосодержащего минерала глинистой части соляной породы. В дальнейшем ионы железа играют роль коагулянта, ускоряющего процесс фильтрации при отделении образовавшихся осадков сульфата бария, гидроксида магния и карбоната натрия. После обработки соляной кислотой к смеси раствора и нерастворимого в воде остатка приливают 24-25 мл раствора хлористого бария (соотношение иона бария к сульфат-иону в растворе должно быть 1,2÷1,3:1). Отделяют образовавшийся осадок сульфата бария и нерастворимый в воде остаток фильтрованием. Затем к горячему солянокислому раствору для осаждения ионов магния добавляют 12 мл раствора, содержащего 1,2 г гидроксида натрия, выдерживают раствор с осадком при температуре 50-60°C в течение 10-15 минут, к суспензии приливают 25,8 мл раствора, содержащего 2,5 г карбоната натрия и перемешивают, после 10-15 минутного стояния фильтруют. Затем очищенный соляной раствор нейтрализуют соляной кислотой до pH 6-7, упаривают раствор с последующим высушиванием хлорида натрия при 105°C.

Выход хлорида натрия 79 г.

Пример 2. 100 г соляной породы измельчают до размера частиц 1 мм растворяют в 300 мл воды, обрабатывают 8,2 мл 10 % раствора соляной кислоты (рН 3,1) в течение 10 мин. при температуре 60-70°C. При этом в раствор переходит некоторое количество ионов железа, находящегося в железосодержащем минерале в глинистой части соляной породы. В дальнейшем ионы железа играют роль коагулянта, ускоряющего процесс фильтрации при отделении образовавшихся осадков сульфата бария, гидроксида магния и карбоната натрия. После обработки соляной кислотой к смеси раствора и нерастворимого в воде остатка приливают 24-25 мл раствора хлористого бария (соотношение иона бария к сульфат-иону в растворе должно быть $1,2 \div 1,3:1$), отделяют образовавшийся осадок сульфата бария и нерастворимый в воде остаток фильтрованием. Затем к горячему солянокислому раствору для осаждения ионов магния добавляют 12 мл раствора, содержащего 1,2 г гидроксида натрия, выдерживают раствор с осадком при температуре 50-60°C в течение 10-15 минут, к суспензии приливают 25,8 мл раствора, содержащего 2,5 г карбоната натрия и перемешивают, после 10-15 минутного стояния фильтруют. Затем очищенный соляной раствор нейтрализуют соляной кислотой до рН 6-7, упаривают раствор с последующим высушиванием хлорида натрия при 105°C.

Выход хлорида натрия 84 г.

Пример 3. 100 г соляной породы измельчают до размера частиц 1мм и растворяют в 300 мл воды, обрабатывают 3,5 мл 10 % раствора соляной кислоты (рН 3,3) в течение 10 мин. при температуре 60-70°C. При этом в раствор переходит некоторое количество ионов железа, находящегося в железосодержащем минерале в глинистой части соляной породы.

В дальнейшем ионы железа играют роль коагулянта, ускоряющего процесс фильтрации при отделении образовавшихся осадков сульфата бария, гидроксида магния и карбоната натрия. После обработки соляной кислотой к смеси раствора и нерастворимого в воде остатка приливают 24-25 мл раствора хлористого бария (соотношение иона бария к сульфат-иону в растворе должно быть $1,2 \div 1,3:1$), отделяют образовавшийся осадок сульфата бария и нерастворимый в воде остаток фильтрованием. Затем к горячему солянокислому раствору для осаждения ионов магния добавляют 12 мл раствора, содержащего 1,2 г гидроксида натрия, выдерживают раствор с осадком при температуре 50-60°C в течение 10-15 минут, к суспензии приливают 25,8 мл раствора, содержащего 2,5 г карбоната натрия, и перемешивают, после 10-15 минутного стояния фильтруют. Затем очищенный соляной раствор нейтрализуют соляной кислотой до рН 6-7, упаривают раствор с последующим высушиванием хлорида натрия при 105°C.

Выход хлорида натрия 90 г.

Соляную породу обрабатывают соляной кислотой при рН 2,9-3,3. Если рН раствора будет меньше 2,9, то в раствор извлекаются соли железа в большом количестве, и остаточное содержание иона железа не будет соответствовать ГОСТу. Если рН больше 3,3, то в раствор извлекаются соли железа в недостаточном количестве, не способствующему коагуляции образовавшихся осадков (табл.1).

Таблица 1

рН среды	2,6	2,9	3,1	3,3	3,5
Содержание ионов Fe^{3+} , в %	0,0201	0,0185	0,0187	0,0175	не обнаружено

Оптимальным соотношением иона бария к сульфат-иону является $1,2 \div 1,3:1$. Если берут соотношение иона бария к сульфат-иону меньше $1,2:1$, то сульфат-ионы полностью не осаждаются. Если берут соотношение более $1,4:1$, то в соляном растворе будут присутствовать ионы бария.

Результаты экспериментальных данных по очистке соляной породы приведены в таблице 2.

Как следует из табл. 2 целевой продукт – хлорид натрия соответствует требованиям ГОСТ Р 51574-2000 для пищевой соли высшего сорта (ион магния 0,05 %, ион кальция – 0,35 % ион железа – 0,005 % и сульфат-ион – 0,8 %) (пример 2-3) и для первого сорта пример 1.

Таблица 2

Пример	рН раствора	Остаточное содержание ионов в растворе, в %			
		Mg ²⁺	Ca ²⁺	SO ²⁻	Fe ³⁺
1	2,9	0,012	0,089	0,27	0,0110
2	3,1	0,009	0,077	0,23	0,0059
3	3,3	0,005	0,064	0,25	0,0052

Преимуществом предлагаемого способа по сравнению с известным способом является:

- ускорение, упрощение и удешевление технологического процесса за счет исключения трудоемкой стадии фильтрации после растворения соляной породы в воде и сокращение времени выдерживания;
- присутствие соли железа в рассоле, играющей роль коагулянта при осаждении ионов сульфата, магния и кальция;
- расширение ассортимента исходного сырья.

Формула изобретения

Способ извлечения хлорида натрия из соляной породы, включающий измельчение породы, растворение в воде, нагревание в присутствии хлористого бария в кислой среде, введение растворов гидроокиси натрия и карбоната натрия, нейтрализацию, упаривание, отличающийся тем, что выщелоченный солевой раствор с нерастворимым в воде остатком обрабатывают соляной кислотой при рН 2,9-3,3 в течение 10 мин., осаждают сульфат-ионы хлористым барием при соотношении иона бария к сульфат-иону 1,2 ÷ 1,3 : 1 в присутствии ионов железа, извлеченных из глинистой части соляной породы, в качестве коагулянта.

Выпущено отделом подготовки материалов

Государственная служба ИС КР, 720021, г. Бишкек, ул. Московская, 62, тел.: (312) 68 08 19, 68 16 41; факс: (312) 68 17 03