

**УМУМИЙ ВА НООРГАНИК КИМЁ ИНСТИТУТИ ВА
ТОШКЕНТ КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ ҲУЗУРИДАГИ
ИЛМИЙ ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ
DSc 27.06.2017.К/Т.35.01 РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ**

УМУМИЙ ВА НООРГАНИК КИМЁ ИНСТИТУТИ

АЛИМОВ УМАРБЕК КАДЫРБЕРГЕНОВИЧ

**МАРКАЗИЙ ҚИЗИЛҚУМ ФОСФОРИТЛАРИ АСОСИДА ЮҚОРИ
КОНЦЕНТРАЦИЯЛИ ФОСФОРЛИ ЎҒИТЛАР ОЛИШНИНГ
РЕСУРСТЕЖАМКОР ТЕХНОЛОГИЯСИНИ ИШЛАБ ЧИҚИШ**

02.00.13 – Ноорганик моддалар ва улар асосидаги материаллар технологияси

**ТЕХНИКА ФАНЛАРИ ДОКТОРИ (DSc) ДИССЕРТАЦИЯСИ
АВТОРЕФЕРАТИ**

Тошкент – 2019

Фан доктори (DSc) диссертацияси автореферати мундарижаси

Оглавление автореферата диссертации доктора наук (DSc)

Contents of dissertation abstract of doctor of science (DSc)

Алимов Умарбек Кадырбергенович

Марказий Қизилқум фосфоритлари асосида юқори концентрацияли
фосфорли ўғитлар олишнинг ресурстежамкор технологиясини ишлаб
чиқиш..... 3

Алимов Умарбек Кадырбергенович

Разработка ресурсосберегающей технологии
высококонцентрированных фосфорсодержащих удобрений на основе
фосфоритов Центральных Кызылкумов..... 29

Alimov Umarbek Kadyrbergenovich

Development of resource saving technology of high-concentrated
phosphate fertilizers based on phosphorites from Central Kyzylkum..... 55

Эълон қилинган ишлар рўйхати

Список опубликованных работ
List of published works..... 59

**УМУМИЙ ВА НООРГАНИК КИМЁ ИНСТИТУТИ ВА
ТОШКЕНТ КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ ҲУЗУРИДАГИ
ИЛМИЙ ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ**

DSc 27.06.2017.К/Т.35.01 РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ

УМУМИЙ ВА НООРГАНИК КИМЁ ИНСТИТУТИ

АЛИМОВ УМАРБЕК КАДЫРБЕРГЕНОВИЧ

**МАРКАЗИЙ ҚИЗИЛҚУМ ФОСФОРИТЛАРИ АСОСИДА ЮҚОРИ
КОНЦЕНТРАЦИЯЛИ ФОСФОРЛИ ЎҒИТЛАР ОЛИШНИНГ
РЕСУРСТЕЖАМКОР ТЕХНОЛОГИЯСИНИ ИШЛАБ ЧИҚИШ**

02.00.13 – Ноорганик моддалар ва улар асосидаги материаллар технологияси

**ТЕХНИКА ФАНЛАРИ ДОКТОРИ (DSc) ДИССЕРТАЦИЯСИ
АВТОРЕФЕРАТИ**

Тошкент – 2019

Фан доктори (DSc) диссертацияси мавзуси Ўзбекистон Республикаси Вазирлар Маҳкамаси ҳузуридаги Олий аттестация комиссиясида В2017.2.DSc/T81 рақам билан рўйхатга олинган.

Докторлик диссертацияси Умумий ва ноорганик кимё институтида бажарилган.
Диссертация автореферати уч тилда (ўзбек, рус, инглиз (резюме)) Илмий кенгаш веб-саҳифаси ахборот-таълим порталида жойлаштирилган.

Илмий раҳбар:

Намазов Шафоат Саттарович
техника фанлари доктори, профессор,
академик

Расмий оponentлар:

Усманов Султан Усманович
техника фанлари доктори, профессор

Эркаев Ақтам Улашевич
техника фанлари доктори, профессор

Нурмуродов Тулқин Исамуродович
техника фанлари доктори

Етакчи ташкилот:

Фарғона политехника институти

Диссертация ҳимояси Умумий ва ноорганик кимё институти ва Тошкент кимё-технология институти ҳузуридаги DSc 27.06.2017.К/Т.35.01 рақамли Илмий кенгашнинг «27» июль 2019 йил соат 10⁰⁰ даги мажлисида бўлиб ўтади (Манзил: 100170, Тошкент шаҳри, Мирзо Улуғбек кўчаси, 77-а. Тел.: (99871) 262-56-60; факс: (99871) 262-79-90; e-mail:

Диссертация билан Умумий ва ноорганик кимё институтининг Ахборот-ресурс марказида танишиш мумкин (8- рақам билан рўйхатга олинган). (Манзил: 100170, Тошкент шаҳри, Мирзо-Улуғбек кўчаси, 77-а. Тел.: (99871) 262-56-60.

Диссертация автореферати 2019 йил «13» июль куни тарқатилди.
(2019 йил «13» июлдаги 8- рақамли реестр баённомаси).

Б.С. Закиров

Илмий даражалар берувчи
илмий кенгаш раиси, к.ф.д., профессор

Д.С. Салиханова

Илмий даражалар берувчи илмий кенгаш
котиби, т.ф.д.

С.А. Абдурахимов

Илмий даражалар берувчи илмий кенгаш
қошидаги илмий семинар раиси,
т.ф.д., профессор

КИРИШ (фан доктори (DSc) диссертацияси аннотацияси)

Диссертация мавзусининг долзарблиги ва зарурати. Ҳозирги кунда дунё аҳолисининг йилдан йилга юқори суратларда ўсиши ва экинга яроқли ерлар, чучук сув захиралари, энергия манбалари каби ресурсларнинг кескин қисқариши шароитида қишлоқ хўжалик маҳсулотлари муаммоси ортиб бормоқда. Айни пайтда озиқ-овқат муаммосини ҳал қилувчи қишлоқ хўжалиги экинларидан юқори, сифатли, ҳамда арзон ҳосил олиш учун агрокимёвий қўллаш даврига қараб турлича бўлган минерал ўғитлардан оқилона фойдаланишга катта эътибор берилмоқда. Бу ўринда таркиби ўсимлик вегетацион ўсиш даврига монанд ва концентрацияси юқори бўлган, айниқса фосфорли ўғитлар ишлаб чиқариш катта аҳамият касб этади.

Жаҳон миқёсида дунё захирасининг учдан икки қисмини ташкил этувчи бойитилмаган карбонатли фосфорит рудаларини (15-20% P_2O_5) кимёвий фаоллаштириш ёки парчалаш эътиборга моликдир. Бунинг учун қуйидаги илмий-техник ечимларини асослаш зарур, жумладан: паст навли Марказий Қизилқум (МҚ) фосфоритларини қисман аммиак билан нейтралланган экстракцион фосфор кислотаси (ЭФК) билан таъсирлаштириб аммофосфат олиш; буғлатиш усули билан ЭФКни концентрлашнинг мақбул режимини ўрнатиш; циклик усулда паст навли фосфоритларни буғлатилган ЭФК билан парчалаб қўш суперфосфат ва концентрланган азотфосфорли ўғитлар олишнинг мақбул шароитларини топиш; концентрланган фосфор кислотасини буғлатиш жараёнисиз олишни илмий асослаш ва ресуртежамкор технологиясини ишлаб чиқиш.

Республикамизда МҚ фосфоритларини қайта ишлаш асосида бирламчи фосфорли (оддий ва бойитилган суперфосфатлар) ва мураккаб ўғитлар (аммофос, PS-Agro, аммоний сульфатфосфат, супрефос-NS, нитрокальцийфосфат, фосфатлатирилган селитра, фосфоролтингугуртли селитра, NPK-ўғитлар) ишлаб чиқариш соҳасида илмий ва амалий натижаларга эришилган. Ўзбекистон Республикасининг 2017-2021 йилларга мўлжалланган ҳаракатлар стратегиясининг учинчи йўналишида «...саноатни юқори технологияли қайта ишлаш тармоқларини, энг аввало, маҳаллий хом ашё ресурсларини чуқур қайта ишлаш асосида юқори қўшимча қийматли тайёр маҳсулот ишлаб чиқариш...»¹ каби муҳим вазифалар белгилаб берилган. Бу борада, жумладан кузги шудгор ҳамда ўсимликларни экиш ва озиқлантиришда солиш учун зарур бўладиган концентрланган фосфорли ва азотфосфорли ўғитлар технологиясини ишлаб чиқиш муҳим аҳамият касб этади.

Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2017 йил 23 августдаги ПҚ-3236 сон «2017-2021 йилларда кимё саноатини ривожлантириш дастури тўғрисида»ги ва 2018 йил 25 октябрдаги ПҚ-3983 сон «Ўзбекистон Республикаси кимё саноатини кескин ривожлантириш чора-тадбирлари тўғрисида»ги, 2019 йил 3 апрелдаги ПҚ-4265-сон «Кимё саноатини янада

¹ Ўзбекистон Республикаси Президентининг «2017-2021 йилларда Ўзбекистон Республикасини ривожлантиришнинг бешта устувор йўналиши бўйича Ҳаракатлар стратегияси» тўғрисидаги Фармони

ислоҳ қилиш ва унинг инвестициявий жозибадорлигини ошириш чоратadbирлари тўғрисида»ги Қарорлари, 2017 йил 7 февралдаги ПФ-4947 сон «2017-2021 йилларда Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантириш бўйича бешта йўналишдаги Ҳаракатлар стратегияси» тўғрисидаги Фармони, шунингдек мазкур фаолиятга тегишли меъёрий-ҳуқуқий ҳужжатларда белгиланган вазифаларни бажаришга ушбу диссертация тадқиқоти муайян даражада хизмат қилади.

Тадқиқотнинг республика фан ва технологияларини ривожлантиришнинг устувор йўналишларига мослиги. Мазкур тадқиқот республика фан ва технологиялар ривожланишининг VII «Кимёвий технологиялар ва нанотехнологиялар» устувор йўналишига мувофиқ бажарилган.

Диссертация мавзуси бўйича хорижий илмий-тадқиқотлар шарҳи².

Фосфат хом ашёсини бирламчи ва мураккаб ўғитларга қайта ишлашга йўналтирилган илмий изланишлар жаҳоннинг етакчи илмий марказлари ҳамда олий таълим муассасалари, жумладан Florida Industrial and Phosphate Research Institute (АҚШ), BRGM – Water, Environment and Ecotechnology Direction, Research and Development Department of the Industrial Pole of of OCP Group (Франция), Vale Fertilizantes, Uberaba/Patrocínio (Бразилия), Shunkar Resources Plc (Англия), Institute of Inorganic Chemistry and Technology (Польша), Д.И.Менделеев номидаги Россия кимё-технология университети (РКТУ, Россия), М.Ауезов номидаги Жанубий-Қозоғистон Давлат университети (ЖҚДУ, Қозоғистон) ҳамда Умумий ва ноорганик кимё институтида (Ўзбекистон) олиб борилмоқда.

Фосфат хом ашёсини фосфор кислотали қайта ишлаш усуларини ишлаб чиқиш ҳамда уларни такомиллаштиришга оид жаҳонда олиб борилган тадқиқотлар натижасида қатор, жумладан, қўйидаги илмий натижалар олинган: Dorr Oliver усулида Флорида фосфоритидан учламчи суперфосфат олинган (Florida Industrial and Phosphate Research Institute, АҚШ); зарралар ўлчами 160 мкм гача майдаланган Марокаш фосфорити концентратидан оддий ва учламчи суперфосфат олиш технологиялари яратилган (Research and Development Department of the Industrial Pole of of OCP Group, Франция); апатит концентратидан қўш суперфосфат технологиялари ишлаб чиқилган (Vale Fertilizantes, Uberaba/Patrocínio, Бразилия); темир тутган Чилисой желвакли паст навли фосфоритлари асосида 52:11 ва 48:16 маркадаги МАФ ва ДАФ олиш технологияси ишлаб чиқилган (Shunkar Resources Plc Англия); тоза фосфатли тузлар олиш учун экстракцион фосфор кислотасини қўшимчалардан тозалаш усули яратилган (Institute of Inorganic Chemistry and Technology, Польша); паст навли Полпин фосфоритини фосфор- ва фосфор-хлорид кислотали (РХТУ, Россия) ҳамда Қоратоғ фосфоритини термик

² Диссертация мавзуси бўйича хорижий илмий-тадқиқотлар шарҳи: <http://www.fipr.state.fl.us/>, <https://www.dobersek.com/en/>, <https://www.gfar.net/organizations/fertilizers-research-institute-pulawy>, http://park.itc.u-tokyo.ac.jp/syokuei/index_e.html, http://park.itc.u-tokyo.ac.jp/syokuei/index_e.html, <http://en.ustc.edu.cn/>, <https://www.kdais.gov.tw/eng/view.php?catid=5565>, <http://www.niuiif.ru/>

фосфор кислотаси билан парчалаш асосида қўш суперфосфат олишнинг циклик усуллари ишлаб чиқилган (ЖҚДУ, Қозоғистон).

Дунёда фосфорит ва апатит маъданларини турли усулларда рационал қайта ишлаш бўйича қатор, жумладан қўйидаги устувор йўналишларда тадқиқотлар олиб борилмоқда: карбонатли, аммо реакция қобилияти юқори фосфоритларни кислотали фаоллаштириш; нейтраллаш босқичини четлаб ўтган ҳолда қўп ретурли усул билан бирламчи фосфорли ўғитлар технологиясини янада такомиллаштириш; янги усул - суюқ фазали режимда, ягона циклда паст навли фосфоритларни термик фосфор ва унинг хлорид ёки нитрат кислотали парчалаш ёрдамида стандарт ўғитлар олиш жараёнини технологик асосларини яратиш; мураккаб фосфорли ўғитларни донаторлашнинг буғ-оқимли технологиясини ишлаб чиқиш.

Муаммонинг ўрганилганлик даражаси. Жаҳон илмий-техник адабиётларда ҳар хил кон – Хибин, Қоратоғ и Чилисой фосфатларини ҳам ЭФК нинг ўзи, ҳам унинг аммонийлашган эритмаси билан ўзаро таъсирлаштириш йўли билан аммофосфат олиш технологиясини ишлаб чиқиш бўйича кенг материаллар мавжуд (Сёмкин В.И., Дмитриевский Б.А., Ярош Б.Е. Ирецкая С.Н., Суетинов А.А., Стародубцев В.С.). МҚ паст навли фосфоритларини аммофосфатли ўғитларга қайта ишлаш бўйича Сагтаров Т.А. шуғулланган. Аммо карбонатли фосфоритларни парчалаш учун ЭФК ни қўллаш ортиқча кўпикланишга олиб келиб, бу нормал технологик жараёни олиб боришга тўсқинлик қилади.

Адабий манбаларда ҳар хил турдаги МҚ фосфоритларини буғлатилмаган ва буғлатилган ЭФК ни қўллаш билан парчалаш асосида қўш суперфосфат олиш бўйича маълумотлар келтирилган (Намазов Ш.С., Абдуллаев Б.Д., Беглов Б.М., Жураев М.Т., Мирзакулов Х.Ч., Шамаев Б.Э., Волынскова Н.В.). Уларда фақатгина анъанавий турдаги ва оқимли усуллари қўллаш орқали қўш суперфосфат олиш мумкинлиги кўрсатилган. Гарчанд, сифатли Хибин ва Ковдор апатит концентрати ҳамда паст навли Қоратоғ ва Чилисой фосфат хом ашёсини қўллаш билан ягона технологик циклда қўш суперфосфат олишнинг циклик усули ишлаб чиқилган бўлсада, (Позин М.Е., Зинюк Р.Ю., Кузнецов А.А., Завертеева Т.И., Смирнов А.А., Шапкин М.А., Гуллер Б.Д., Мырзахметова Б.Б., Ахметова С.О), аммо МҚ фосфоритлари каби юқори карбонатли хом ашёлар тадқиқ этилмаган.

Шундай қилиб, санаб ўтилган ишларда МҚ фосфоритларини ушбу фосфат хом ашёдан олинган қисман аммонийлашган ЭФК билан ўзаро таъсирлаштириш йўли билан аммофосфатли ўғитлар олиш масаласи кўрилмаган. Юқори кальций модулига эга МҚ карбонатли фосфоритлар асосида қўш суперфосфат олишнинг циклик усули эса мавжуд эмас.

Диссертация мавзусининг диссертация бажарилаётган илмий-тадқиқот муассасининг илмий-тадқиқот ишлари билан боғлиқлиги.

Диссертация тадқиқоти Умумий ва ноорганик кимё институтининг илмий-тадқиқот ишлари режасининг А-6-120 «Маҳаллий Марказий Қизилқум фосфоритлари асосида концентранган мураккаб азотфосфорли ва бирламчи фосфорли ўғитлар олишнинг чиқиндисиз технологиясини ишлаб

чиқиш» (2006-2008 йй.), ФА-6-ТО50 «Паст навли Марказий Қизилқум фосфоритларини амалдаги технологияга жалб қилиш орқали фосфор тутувчи ўғитлар олишнинг ресурстежамкор технологиясини ишлаб чиқариш» (2009-2011 йй.), ФА-А12-137 «Марказий Қизилқум фосфоритларининг чиқиндисини фосфорли ўғитларга қайта ишлаш технологиясини ишлаб чиқиш» (2015-2017 йй.) амалий лойиҳалари ва «Аммофос-Максам» АЖ билан тузилган ИД-8-8/1 «Маҳаллий хом ашё асосида фосфорли ўғитлар ишлаб чиқариш технологиясини «Аммофос» ОАЖ да қўллаш» хўжалик шартномаси доирасида бажарилган.

Тадқиқотнинг мақсади Марказий Қизилқум паст навли фосфоритларини фосфоркислотали қайта ишлаш йўли билан концентрланган фосфорли ва азотфосфорли ўғитлар олишнинг ресурстежамкор технологиясини ишлаб чиқишдан иборат.

Тадқиқотнинг вазифалари:

ҳар хил турдаги бойитилмаган ва бойитилган Қизилқум фосфоритларининг қисман аммонийлашган ЭФК билан ўзаро таъсирлашиш жараёнини ўрганиш орқали аммофосфат олиш;

МҚ паст навли фосфоритларидан олинган аммофосфатли ўғитларнинг сувда эримайдиган қисмини тадқиқ этиш ҳамда тайёр маҳсулотларнинг физик-кимёвий ва товар хоссаларини тадқиқ этиш;

ЭФК ни буғлатиш усули билан концентрлаш, кейинчалик буғлатилган ЭФК меъери ва концентрацияси, ҳарорат ва вақтга боғлиқ равишда МҚ фосфоритларинининг парчаланиш кинетикасини ўрганиш;

МҚ фосфоритларини циклик ишлов беришда ЭФК нинг мақбул топилган меъери ва концентрациясида олинган монокальцийфосфат кристалланишига ҳарорат ҳамда вақтнинг таъсирини тадқиқ қилиш;

циклик усулда олинган оралик ва маҳсулот бўтқаларнинг реологик хоссалари ўрганиш. Фосфоритнинг янги порциясини парчалош цикли жараёнига қайтариш мақсадида концентрланган ЭФК ни тўйинган эритмадан қайта тиклаш жараёнини тадқиқ этиш;

МҚ фосфоритларини буғлатилган ЭФК билан циклик усулда парчалош йўли билан кўш суперфосфат ва концентрланган азотфосфорли ўғитларни олишнинг мақбул шароитларини топиш;

лаборатория модел ва йириклашган қурилмаларда таклиф этилаётган фосфорли ўғитларнинг технологик параметрларини синовдан ўтказиш, шунингдек маҳсулотларнинг агрокимёвий самарадорлигини баҳолаш;

концентрланган бирламчи ва мураккаб фосфорли ўғитлар ишлаб чиқаришнинг технологик тизимини, материал балансини ишлаб чиқиш ва техник-иқтисодий кўрсаткичларини ҳисоблаш.

Тадқиқотнинг объекти МҚ паст навли фосфоритлари, ЭФК, сульфат кислотаси, тўлиқ парчаланмаган фосфорит (кек), монокальцийфосфат, аммиак, тўйинган эритма, фосфогипс, аммофосфат, кўш суперфосфат ва концентрланган азотфосфорли ўғитлардан фойдаланилган.

Тадқиқотнинг предмети. МҚ фосфоритларини қисман аммонийлашган ва концентранган ЭФК билан қайта ишлаш асосида аммофосфат, қўш суперфосфат ва азотфосфорли ўғитлар олиш ҳисобланади.

Тадқиқотнинг усуллари. Тадқиқотнинг кимёвий ва физик-кимёвий усуллари: рентгенфазовий, ИҚ-спектроскопик, электрон-микроскопик ва индукцион боғланган плазмали оптик-эмиссион спектроскопия (ИБП билан ОЭС) қўлланилган.

Тадқиқотнинг илмий янгилиги қуйидагилардан иборат:

таркибида максимал миқдорда ўзлашувчан ва сувда эрувчан шаклдаги P_2O_5 тутган, яхши физик-кимёвий ва товар хоссаларга эга аммофосфатли ўғит олишнинг мақбул бўлган ЭФК : ФХ оғирлик нисбати ва кислота рН муҳити аниқланган;

кинетик қонуниятларни аниқлаш орқали ҳар хил турдаги МҚ фосфоритларини юқори меъёрлардаги буғлатилган ЭФК билан парчалашнинг асосий кўрсаткичлари исботланган;

электрон микроскоп ҳамда ИБП билан ОЭС қўллаш йўли билан асосан кальций дигидрофосфатдан ташкил топган монокальцийфосфатнинг мақбул кристалланиш вақти ва туз таркиби аниқланган;

концентранган фосфор кислота билан фосфат хом ашёни парчалаш маҳсулотларидан монокальцийфосфатни кристаллаш ва ягона циклда ЭФК ни қайтариш ҳамда юқори сифатли қўш суперфосфат олиш мумкинлиги асосланган;

циклик усулда олинган нордон монокальцийфосфатни аммонийлаштириш асосида юқори концентрацияга эга азотфосфорли ўғит олиш мумкинлиги аниқланган;

паст навли фосфоритларни жалб қилиш йўли билан янги турдаги бирламчи ва мураккаб ўғитлар олиш технологияси ишлаб чиқилган.

Тадқиқотнинг амалий натижалари қуйидагилардан иборат:

Аммофос ишлаб чиқариш қурилмаларида аммонийлашган ЭФКнинг кучсиз эритмаси ва паст навли фосфоритларни парчалаш йўли орқали аммофосфатли бўтқани буғлатиш босқичсиз аммофосфатли ўғит олиш технологияси ишлаб чиқилган;

МҚ фосфоритларини концентранган ЭФК нинг юқори меъёри билан МҚ фосфоритларини парчалаш, кейинчалик кальцийфосфатли суспензияни суюқ ва қаттиқ фазаларга ажратиш, нордон монокальцийфосфатни турли хил реагентлар (бўр, сўндирилмаган оҳак, фосфорит ва аммиак) билан нейтраллаш йўли билан қўш суперфосфат ва концентранган азотфосфорли ўғит олишнинг циклик усули ишлаб чиқилган;

таркиб ва хоссалари жиҳатидан ГОСТ талабларига жавоб берадиган аммофосфат, қўш суперфосфат, концентранган азотфосфорли ўғит олишнинг мақбул параметрлари ва технологик тизими ишлаб чиқилган.

Тадқиқот натижаларининг ишончилиги. Кимёвий (аналитик кимё) ва физик-кимёвий (рентгенфазали, ИҚ-спектроскопик, ИБП билан ОЭС) таҳлил натижалари «Электрокимёзавад» ҚК-АЖ нинг синов далолатномалари билан тасдиқланган.

Тадқиқот натижаларининг илмий ва амалий аҳамияти.

Тадқиқот натижаларининг илмий аҳамияти МК фосфоритларини қисман аммонийлаштирилган ЭФК ва юқори меъёрдаги фосфор кислотаси билан фаоллаштириш ва парчалашнинг илмий асосларини ўғитларнинг сувда эримайдиган қисмидаги ўзлашувчан фосфорни ҳамда кинетик константаларни аниқлаш орқали яратиш, оралиқ ва маҳсулот бўтқаларнинг реологик хоссаларини ўрганиш, фосфоритларни циклик қайта ишлаш шароитида ҳарорат чегараларини ўрнатиш, шунингдек концентрланган ЭФКни буғлатмасдан қайтариб олишнинг мақбул шароитларини топиш, концентрланган бирламчи ва мураккаб фосфорли ўғитлар ишлаб чиқаришга паст навли МК фосфоритларини жалб қилиш билан изоҳланади.

Тадқиқот натижаларининг амалий аҳамияти паст навли Қизилқум фосфоритларини бойитиш босқичсиз янги турдаги юқори концентрацияли фосфорли ўғитлар олиш технологиясини ишлаб чиқиш, ундан ташқари ЭФК ёки бўтқани энергия талаб этувчи буғлатиш жараёнини истисно қилиш билан белгиланади. Ишлаб чиқилган технология тайёр маҳсулотда бир тонна P_2O_5 олиш учун аммиак, сульфат кислотаси ва иссиқлик энергияси сарфлари ҳаражатларини камайтириш имконини беради. Ушбу маҳсулотларни ишлаб чиқаришини ташкиллаштириш қишлоқ хўжалиги кузги шудгорга солиш учун бирламчи фосфорли ҳамда экиш ва озиқлантиришда азотфосфорли каби ўғитлар билан таъминланади, бу эса юқори агрокимёвий самарадорликка эришишга хизмат қилади.

Тадқиқот натижаларининг жорий қилиниши. МК паст навли фосфоритлари асосида концентрланган бирламчи фосфорли ва азотфосфорли ўғитлар олиш технологияларини ишлаб чиқиш бўйича олинган илмий натижалар асосида:

аммофосфат ишлаб чиқариш технологияси «Электрокимёзавод» ҚК-АЖ да амалиётга жорий этилган («Узкимёсаноат» АЖ нинг 2019 йил 13 июндаги 01/3-3453-сонли маълумотномаси). Натижада карбонатли фосфоритларни қисман аммонийлашган ЭФК билан фаоллаштириш йўли билан ишлаб чиқаришга жалб қилиш имкони яратилган;

циклик усулда паст навли фосфоритларни фосфоркислотали қайта ишлаш асосида «Б» маркали кўш суперфосфат олиш технологияси «Электрокимёзавод» ҚК-АЖ да амалиётга жорий этилган («Узкимёсаноат» АЖ нинг 2019 йил 13 июндаги 01/3-3453-сонли маълумотномаси). Натижада кузги шудгорда қўллашда самарали бўлган концентрланган бирламчи фосфорли ўғитлар ассортиментини кенгайтириш имконини берган;

циклик усулда олинган нордон монокальцийфосфатни аммонийлаштириш йўли билан юқори концентрланган азотфосфорли ўғит олиш технологияси «Электрокимёзавод» ҚК-АЖ да амалиётга жорий этилган («Узкимёсаноат» АЖ нинг 2019 йил 13 июндаги 01/3-3453-сонли маълумотномаси). Натижада экспортга мўлжалланган маҳсулотлар ишлаб чиқаришнинг альтернатив вариантини ишлаб чиқишга имкон берган;

Қизилқум фосфорит мажмуасининг ММ самарали фойдаланиш орқали қайта ишлаш технологиясини ишлаб чиқиш бўйича Х-Республика

инновацион ғоялар, технологиялар ва лойиҳалар ярмаркасида Навоий кон - металлургия комбинати Давлат корхонаси билан хўжалик шартномаси тузилган (2017 йил 11 майда №661 рақам билан рўйхатга олинган). Натижада Қизилқум фосфорит мажмуасининг йирик тоннажли чиқиндисидан минераллашган массани фосфорли ўғитлар ишлаб чиқаришига тўғридан-тўғри жалб қилиш имконияти яратилди.

Тадқиқот натижаларининг апробацияси. Мазкур тадқиқот натижалари 7 та халқаро ва 16 та республика илмий-амалий анжуманларда маъруза қилинган ва муҳокамадан ўтган.

Тадқиқот натижаларининг эълон қилиниши. Диссертация мавзуси бўйича жами 43 та илмий иш чоп этилган. Шулардан 17 та илмий мақола, жумладан Ўзбекистон Республикаси Олий Аттестация комиссияси томонидан чоп этиш тавсия этилган журналларда 5 таси республика ва 12 таси хорижий журналларда нашр этилган.

Диссертациянинг тузилиши ва ҳажми. Диссертация таркиби кириш, бешта боб, хулоса, фойдаланилган адабиётлар рўйхати ва иловалардан иборат. Диссертация ҳажми 200 бетни ташкил этган.

ДИССЕРТАЦИЯНИНГ АСОСИЙ МАЗМУНИ

Кириш қисмида ўтказилган ишнинг долзарблиги ва зарурати асосланган, тадқиқотнинг мақсад ва вазифалари шакллантирилган, тадқиқотнинг объект ва предметлари тавсифланган, тадқиқотнинг республика фан ва технологиялар тараққиёти устувор йўналишларига мослиги, тадқиқотнинг илмий янгилиги ва амалий натижалари, уларнинг амалиётга жорий этилиши баён қилинган, чоп этилган илмий ишлар ва диссертация тузилиши бўйича маълумотлар келтирилган.

Биринчи бобда «**Фосфоритларни бирламчи ва мураккаб фосфорли ўғитларга қайта ишлашнинг замонавий ҳолати ва муаммоларини ечиш йўллари**» МҚ фосфат хом ашёси тавсифи ва уни Қизилқум фосфорит комплексида амалдаги термик бойитиш усулининг, шунингдек термик усулга муқобил бўлган усулларни қўллашга бўлган уринишлар тавсифланган. Хорижий ва республика олимларининг сифатли ҳамда пастнавли фосфат хом ашёсини бирламчи ва мураккаб ўғитларга қайта ишлаш соҳасидаги тадқиқот ишлари шарҳлаб ўтилган. Циклик усулда қўш суперфосфат олиш масалалари муҳокама қилинган. Чоп этилган ишларнинг танқидий таҳлили мазкур ишнинг мақсад ва вазифаларини шакллантиришга хизмат қилди.

Диссертациянинг иккинчи бобида «**Қизилқум фосфоритларини қисман аммонийлашган экстракцион фосфор кислотаси билан фаоллаштириш асосида аммофосфат ўғитлар**» ҳар хил турдаги МҚ фосфоритлари таркиби келтирилган (1-жадвал), дастлабки хом ашё ҳамда тайёр маҳсулотларнинг кимёвий ва физик-кимёвий таҳлил ўтказиш услублари келтирилган. Ушбу бобда оддий фосфорит уни (ОФУ), бойитилган фосфат хом ашёси (ФХ): ювиб қуритилган концентрат (ЮКК), ювиб куйдирилган концентрат (ЮКК) ва кимёвий бойитилган концентрат (КБК) ва

чикиндилар: чангли фракция (ЧФ) ва минераллашган масса (ММ) ларни қисман аммонийлаштирилган (рН = 1,2; 1,5; 1,7; 1,8; 2,0; 2,2 ва 2,5) ЭФК билан ўзаро таъсирлаштириш йўли орқали аммофосфат ўғитини олиш жараёни ўрганилган.

Фаолланиш жараёни ЭФК : ФХ = 100 : (15-50) оғирлик нисбатлари оралиқларида 65°Сда 30 мин давомида олиб борилди. Кейин аммофосфат бўтқалари 105°С да доимий оғирликгача қуритилди. Нам фосфат массани донадорлаш қуритиш жараёнида юмалаш усули ёрдамида бажарилди. ОФУ мисолида олинган маҳсулотлар таркиби 2 жадвалда келтирилган.

1- жадвал

Марказий Қизилқум фосфоритларининг кимёвий таркиби

Фосфат хом ашёси турлари	Компонентлар миқдори, оғир. %								$\frac{P_2O_{5\text{ўзл.}}}{P_2O_{5\text{умум.}}} \times 100, \%$	СаО : Р ₂ О ₅
	P ₂ O ₅	СаО	MgO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	F	СО ₂	э.қ.		
ОФУ	17,20	46,22	1,75	1,05	1,24	2,00	16,00	7,69	18,50	2,69
ЮКК	27,26	53,36	0,61	0,51	1,30	2,91	2,41	5,95	12,24	1,96
КБК	26,55	41,62	1,36	0,93	1,86	2,37	2,89	9,45	44,71	1,57
ЮҚК	18,22	47,28	0,99	0,60	1,18	2,29	14,90	6,81	17,80	2,60
ЧФ	18,54	44,72	0,80	0,80	0,95	2,22	14,80	8,54	20,71	2,41
ММ	14,68	40,80	0,53	1,37	1,17	1,85	12,80	11,89	16,41	2,78

2- жадвал

Фосфорит уни ва қисман аммонийлаштирилган фосфор кислотаси асосида олинган аммофосфат ўғитининг кимёвий таркиби

ЭФК : ФХ оғирлик нисбати	Маҳсулот рН	Қуритилган маҳсулотларнинг кимёвий таркиби, оғир. %						
		P ₂ O ₅ умум.	P ₂ O ₅ ўзл.	P ₂ O ₅ сув.эр.	СаОумум.	СаОўзл.	СаОсув.эр.	N
Қисман аммонийлаштирилган ЭФКрН = 1,2 ЭФК (P ₂ O ₅ – 17,35 %, N – 1,86 %)								
100 : 15	2,80	41,36	40,78	31,76	14,50	11,60	6,88	3,69
100 : 20	2,91	39,85	38,36	29,09	17,95	14,07	7,66	3,41
100 : 30	3,50	36,40	33,21	23,68	22,61	16,80	7,22	2,94
100 : 40	4,01	34,36	29,82	18,07	26,60	18,11	4,48	2,52
100 : 50	4,46	33,05	26,44	11,53	29,43	18,26	3,44	2,27
Қисман аммонийлаштирилган рН = 1,5 ЭФК (P ₂ O ₅ – 16,74 %, N – 2,13 %)								
100 : 15	3,16	41,01	40,13	31,27	31,27	14,41	11,37	4,55
100 : 20	3,25	39,01	37,06	27,85	27,85	17,70	13,55	4,10
100 : 30	3,75	35,63	32,25	22,77	22,77	22,41	16,22	3,47
100 : 40	4,40	34,03	28,91	17,56	17,56	26,39	17,40	3,07
100 : 50	4,75	32,50	25,38	10,77	10,77	29,25	17,51	2,70
Қисман аммонийлаштирилган рН = 2,5 ЭФК (P ₂ O ₅ – 15,60 %, N – 2,77 %)								
100 : 15	3,91	35,10	32,23	23,68	13,79	8,94	4,56	5,60
100 : 20	4,40	34,50	30,19	21,87	17,10	10,51	4,75	5,44
100 : 30	4,84	33,60	27,33	18,40	21,64	11,87	4,33	4,53
100 : 40	5,30	32,07	23,69	13,15	25,68	12,20	2,44	4,19
100 : 50	5,70	30,70	19,96	7,61	28,5	12,52	2,45	3,54

Барча турдаги фосфат хом ашёлари учун қуйидаги қонуният кузатилади: кислота рН ва фосфат хом ашёси миқдори аммонийлаштирилган ЭФКга нисбатан қанчалик кичик бўлса, хом ашё декарбонизацияси шунчалик катта

бўлади, шунчалик равишда маҳсулот концентранган умумий, ўзлашувчан ва сувда эрувчан фосфор шаклига эга бўлади.

Шундай қилиб, ЭФК $pH = 1,2$ ва ЭФК : ФХ = 100 : 50 нисбатда ОФУнинг декарбонизация даражаси 82,8% га, $pH = 2,5$ да ва ушбу ЭФК : ФХ да эса у атиги 68,77% ни ташкил этади. ОФУ масса улушининг ЭФК : ФХ = 100 : 20 гача камайишида бу кўрсаткич $pH = 1,2$ да 95,11% га, $pH = 2,5$ да эса 83,03% га тенгдир. Ўхшаш кўриниш бошқа турдаги фосфат хом ашёларида ҳам кузатилади. Шунингдек, бу ерда ҳам хом ашёнинг юқори декарбонизация даражасига эришилиб, биринчи набатда карбонатлар парчаланишини билдиради.

Худди шунга ўхшаш қонуният ўғитдаги ўзлашувчан P_2O_5 шакли учун ҳам аниқланган. ОФУ учун кислота $pH = 1,2$ ва ЭФК : ФХ = 100 : 15 да маҳсулот $P_2O_{5\text{ўзл.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ = 98,6% бўлади, ЭФК : ФХ = 100 : 50 да эса 80,01%. ЭФК $pH = 1,2$ га тенг бўлган кўрсаткичда ФХ ни 100г ЭФК га нисбатан 15 дан 50г гача ортиши ўғит таркибидаги P_2O_5 нинг мос равишда нисбий сувда эрувчан ва ўзлашувчан шакллари 76,79 дан 34,89% гача ва 98,60 дан 80,01% гача камайишига олиб келди. Умумий фаолланиш жараёни ЮКК, ЮКК, КБК, ЧФ ва ММлар учун ҳам ўхшаш бўлиши кузатилди. Фақатгина маҳсулот таркибидаги компонентлар абсолют миқдорлари ўзаро фарқ қилди.

Қишлоқ хўжалигида фосфортутувчи ўғитлар таркибида, $P_2O_{5\text{суб.эр.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ 50 ва ундан ортиқ фоизга эга бўлган ўғитлар энг юқори баҳоланади. Бундай турдаги ўғит олиш учун мақбул шароит сифатида биз: ОФУ учун кислота $pH = 1,2-2,0$ ва ЭФК : ФХ = 100 : (15-35) ни ҳисоблаймиз. Бунда ўғит таркиби қуйидаги ораликларда ўзгаради (оғир. %): $P_2O_{5\text{умум.}}$ – 33,58-41,36; $P_2O_{5\text{ўзл.}}$ – 28,44-40,78; $P_2O_{5\text{суб.эр.}}$ – 18,31-31,76; $CaO_{\text{умум.}}$ – 14,11-24,78; $CaO_{\text{ўзл.}}$ – 10,32-17,35; $CaO_{\text{суб.эр.}}$ – 5,18-7,69; $P_2O_{5\text{ўзл.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ = 84,69-98,60; $P_2O_{5\text{суб.эр.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ = 54,53-76,79; N – 2,73-5,16. Рудани саралашдаги чиқинди – ММ учун мақбули $pH = 1,2-1,5$ ва ЭФК : ФХ = 100 : (15-30) бўлиб, таркиби (оғир. %): $P_2O_{5\text{умум.}}$ – 34,43-40,06; $P_2O_{5\text{ўзл.}}$ – 28,11-36,34; $P_2O_{5\text{суб.эр.}}$ – 18,50-27,98; $CaO_{\text{умум.}}$ – 12,76-19,96; $CaO_{\text{ўзл.}}$ – 9,74-14,22; $CaO_{\text{суб.эр.}}$ – 3,78-5,51; $P_2O_{5\text{ўзл.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ = 81,64-90,71; $P_2O_{5\text{суб.эр.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ = 53,73-69,84; N – 2,97-4,48 бўлган ўғитлар олинади. Ушбу pH кўрсаткичида ЮКК ва ЧФ учун мақбул ЭФК : ФС оғирлик нисбати 100 : (15-30) бўлиб, $P_2O_{5\text{водн.}}$: $P_2O_{5\text{общ.}}$ 50% дан юқори бўлган ўғит олишга эришилади.

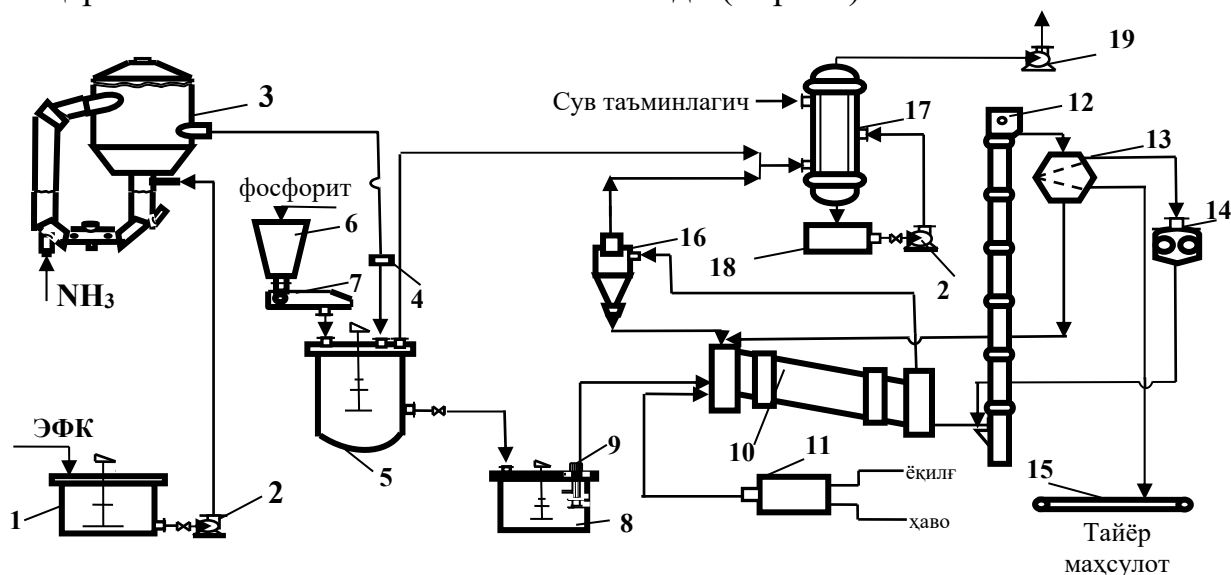
Фосфорит концентратларни қўллаш, шунингдек нисбатан концентранган аммофосфат ўғитларини олишга имкон беради. Шундай қилиб, ЮКК учун мақбул шароит pH ЭФК = 1,5 ва ЭФК : ФХ = 100 : 40 саналади. Бунда $P_2O_{5\text{умум.}}$ 35,73%, $P_2O_{5\text{ўзл.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ = 79,35%, $P_2O_{5\text{суб.эр.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ = 53,74%, N 3,14% таркибли ўғит олинди. КБК учун эса мақбули pH ЭФК = 1,2 ва ЭФК : ФХ = 100 : 30 бўлди. Ўғит ўз таркибида $P_2O_{5\text{умум.}}$ 39,83%, $P_2O_{5\text{ўзл.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ = 87,55%, $P_2O_{5\text{суб.эр.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ = 60,36% ва N 5,84% бўлади.

Аммофосфат ўғитларининг рентгенфаза ва ИҚ-спектроскопия тадқиқоти натижалари ўғит таркиби асосан моноаммонийфосфат, моно ва дикальцийфосфат, фаоллаштирилган фторкарбонатапатитлардан ташкил топганини кўрсатди. Шунинг учун уларни «қисман парчаланган фосфатлар»

деб номлаш қабул қилинган. Ўғитлар сувда эримайдиган қисмини ўрганишда, биринчи навбатда ҳар қандай фосфорли ўғитнинг асосий кўрсаткичи ҳисобланадиган P_2O_5 нинг ўзлашувчан шаклига эътибор қаратилади. рН ва ЭФК : ФХ нисбатига боғлиқ равишда ўғитнинг сувда эримайдиган қисмида P_2O_5 ўзл. : P_2O_5 умум. ОФУ, ЮҚК, ЧФ ва ММ лар учун 52,83-59,23; 44,29-55,17; 49,79-56,79 ва 44,30-56,15% га тенг бўлиб, айти пайтда бу кўрсаткич дастлабки хом ашёларда мос равишда 18,5; 17,80; 20,71; 16,41% га тенг. Бу эса хом ашёни аммонийлаштирилган ЭФК билан ишлов беришда фосфат минералининг фаоллашишидан дарак беради, яъни минерал тўлиқ парчаланмасада, бироқ ундаги фосфор ўсимлик учун ўзлашадиган шаклга ўтган бўлади.

Ишлаб чиқилган ўғитларнинг мустаҳкамликлари 3 МПа дан кам эмас, гигроскопик нуқталари 72-78% бўлиб, 20% гача бўлган намликда ўзларининг дастлабки кўринишларини сақлайдилар. Кучсиз гигроскопик нуқтага ва шундай нам сақлаш хусусиятига эга бўлган маҳсулотлар қадоксиз ташиш ва сақлашда тўла яроқлидирлар.

Аммофосфат ўғитларини материал баланси ҳисоблаб чиқилди ва ишлаб чиқариш технологик схемаси тавсия этилди (1- расм).



1-расм. Аммофосфат ўғити олишнинг принципиал технологик схемаси:

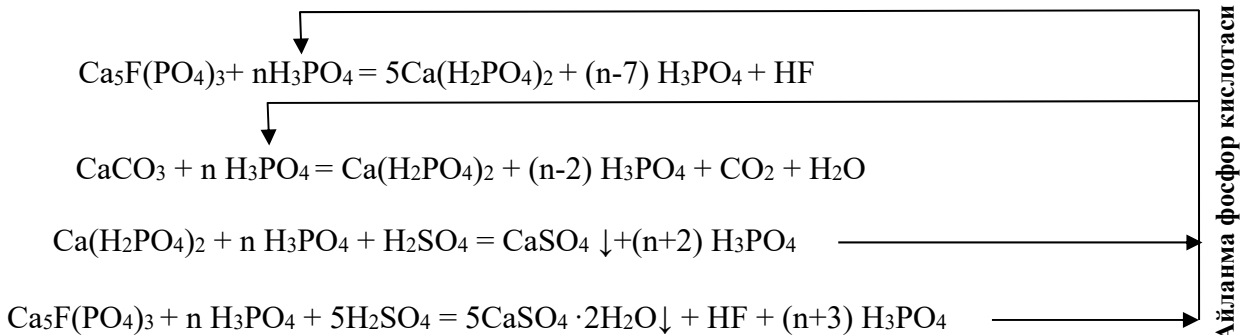
1-ЭФК учун сиғим идиш; 2-марказдан қочма насос; 3-ТАБ; 4-оралиқ тақсимлагич; 5-реактор; 6-бункер; 7-таъминлагич; 8-бўтқа учун йиғгич идиш; 9-ботма насос; 10-ДҚБ аппарати; 11-ўчок; 12-тасмали конвейер; 13-ғалвир; 14-майдалагич; 15-тасмали транспортер; 16-циклон; 17-абсорбер; 18-айланма эритма учун сиғимли идиш; 19-вентилятор.

Технология куйидаги босқичлардан иборат: 1) карбонатли хом ашёни кўпикланишини бартараф этадиган ЭФК қисман аммонийлаштириш жараёни; 2) фосфоритларни аммонийлашган ЭФК билан ўзаро таъсирлашуви; 3) Куритиш, донадорлаш, майдалаш ва саралаш.

Учинчи боб «Циклик усулда юқори концентрланган фосфорли ўғитлар олиш учун Қизилқум фосфоритларини буғлатилган фосфор кислотаси билан парчалашнинг кинетик асослари» ОФУ ва ЮҚК ни

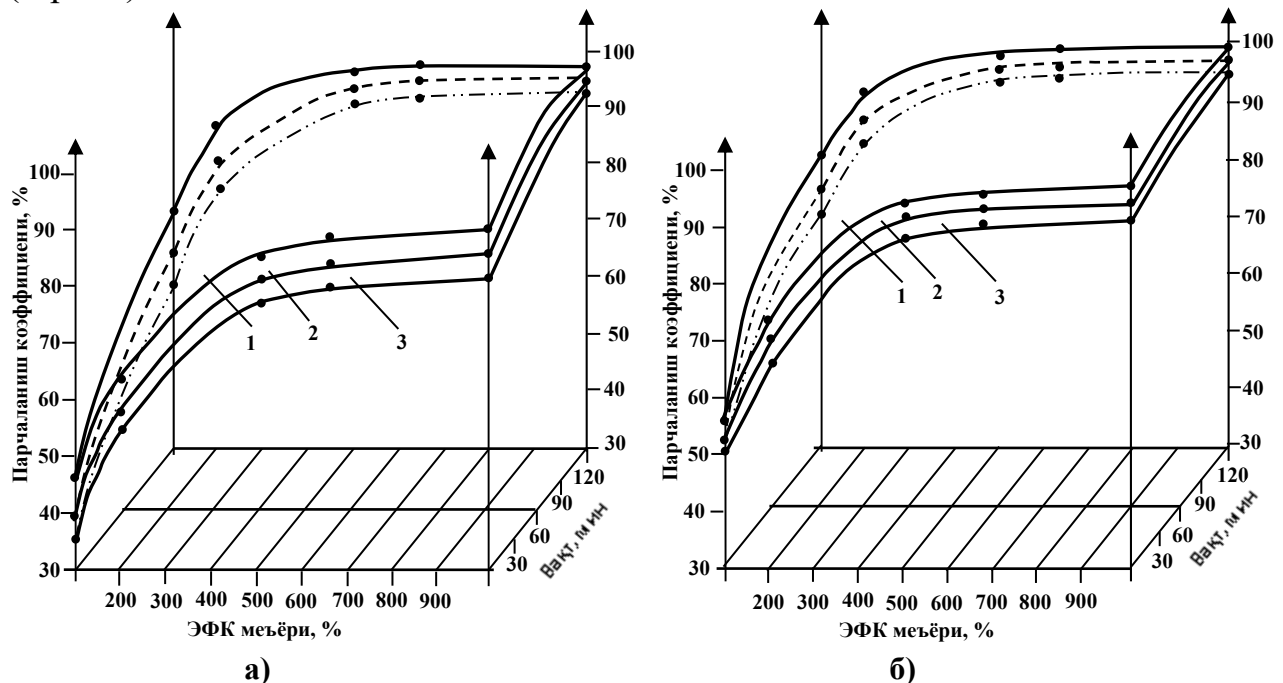
буғлатилган ЭФКнинг (35,69; 41,20; 44,98% P₂O₅) юқори меъёрларида 70-100°C да парчаланиш кинетикасини ўрганишга бағишланган.

МҚ фосфоритларини циклик усулда парчалаш, шунингдек фосфор кислотасини тиклаш ва циклга қайтаришдаги кимёвий жараён қуйидаги тенгламалар кўринишида келтирилган:



ЮКК ва ОФУни парчалаш пайтида реакция массада ҳарорат ўрача мос равишда 25-30 ва 15-20°C ташкил этиб, бу фторатапатит (-8417,35 кДж/моль), кальцит (-278,35 кДж/моль) ва ЮКК эркин СаО (-219,50 кДж/моль) ларнинг фосфоркислотали парчаланишидан ҳосил бўлган маҳсулотдан ажралиб чиққан иссиқликка боғлиқдир.

Фосфат хом ашёнинг парчаланиш коэффициенти (K_{пар.}) кинетик константасининг асосий кўрсаткичи ҳисобланади. ОФУнинг парчаланиш жараёнини шартли равишда 2 та босқичга бўлиш мумкин: «тез» ва «секин» (2-расм).



2-расм. Оддий фосфорит унини 343 К (а) ва 373 К (б) ҳароратлардаги парчаланиш коэффициентининг вақт, фосфор кислота меъёри ва концентрациясига боғлиқлиги P₂O₅ (1-35,69%; 2-41,20%; 3-44,98%).

Биринчи босқич иккинчи босқичга қараганда максимал парчаланиш даражаси билан тавсифланиб амалда 15-30 мин атрофида тугайди. Фосфат

хом ашёсининг 5-60 мин оралиқларидаги парчаланиши кинетик соҳада ва 60-120 минутлардагиси эса диффузион соҳада кечади. Расмдан кўриниб турибдики, ҳарорат, меъёр ва парчаланиш вақти қанча катта бўлса, $K_{\text{пар}}$ шунчалик катта бўлади. Айни вақтда фосфор кислотаси концентрацияси ортиб бориши, аксинча $K_{\text{пар}}$ ни камайишига олиб келади.

ЮКК карбонатли ОФУдан фарқли фосфор кислотасида нисбатан секинроқ парчаланаяди. ЮКК нинг юқори $K_{\text{пар}}$ 96,67; 93,56 ва 91,65% кўрсаткичи 373Кда, 120 мин вақтда ва фосфор кислотанинг 1000 % ли меъёри ва мос равишда 35,69; 41,20 ва 44,98% P_2O_5 концентрацияларида эришилади. ОФУ учун $K_{\text{пар}}$ 99,95% юқори қиймати 35,69% фосфор кислотанинг мақбул 950 % ли меъёрида етишади. Шу пайтда 41,20 ва 44,98% P_2O_5 ЭФК учун $K_{\text{пар}}$ мос равишда 98,96 и 97,87% ни ташкил этади.

Тажиба маълумотларидаги $K_{\text{пар}}$ бўйича олинган қиймати фосфат хом ашёнинг парчаланиш константасини ҳисоблашга имкон берди. Реакция тартибини аниқлаш кинетик тенгламанинг биринчи тартибда ҳисобланди:

$$K = 2,303 / \tau \cdot \ln(1 / (1 - K_{\text{раз}})) \quad (1)$$

ЮКК ва ОФУ нинг парчаланиш константа тезлиги ЭФК нинг 35,69; 41,20 ва 44,98% P_2O_5 концентрациялари ва 200-300%; 300-400%; 300-500% ва 15-120 мин ва 70-100°C оралиқларида мос равишда 0,011527-0,061150; 0,011749-0,064206; 0,010098-0,065778 ва 0,018365-0,172324; 0,020783-0,206880; 0,109840-0,187332 τ^{-1} (c^{-1}) ни ташкил этади.

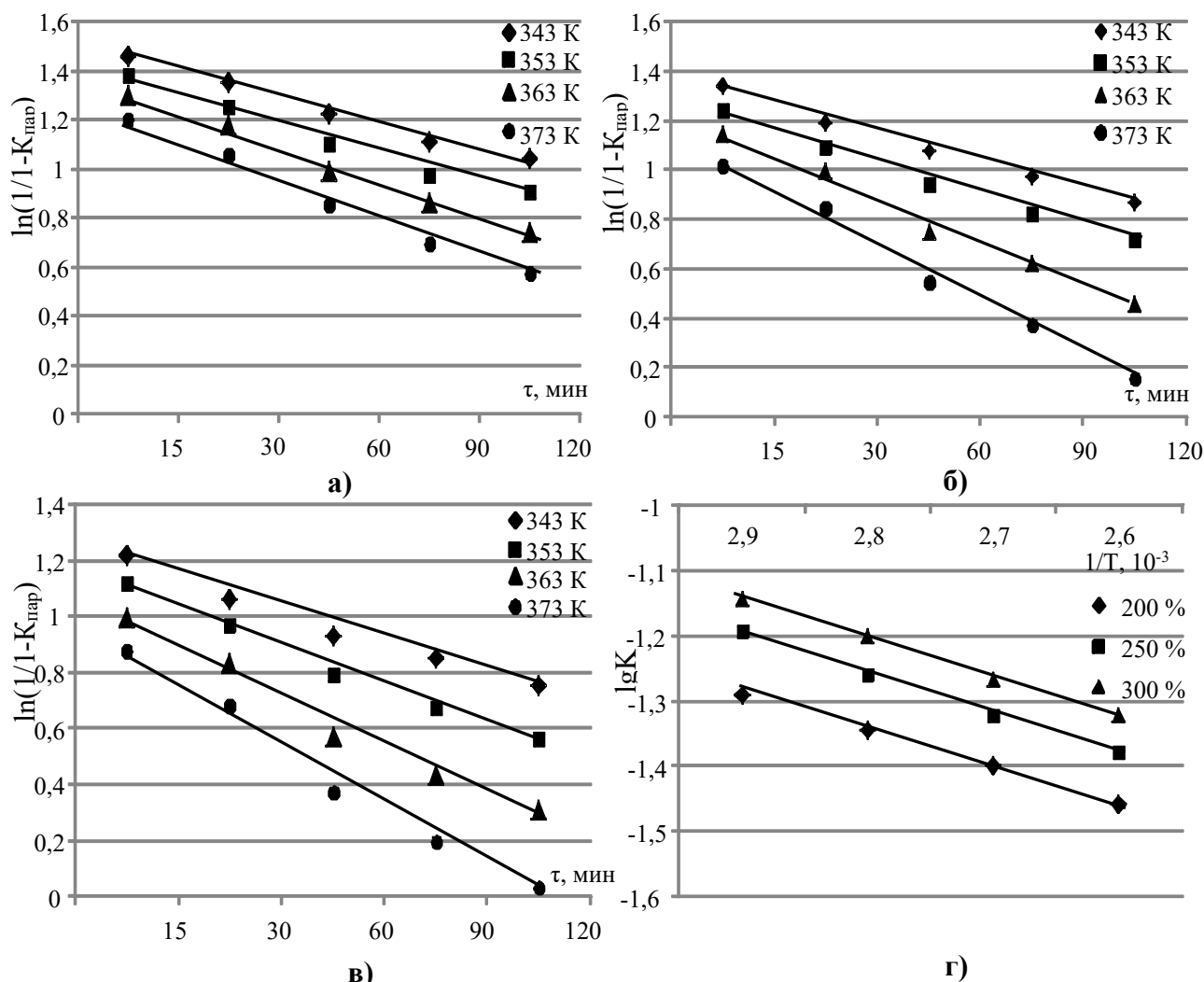
$\ln(1/1-K_{\text{раз}})$ нинг τ га тўғри чизиқли боғлиқлиги ОФУнинг (35,69% P_2O_5) парчаланиш реакцияси 1-чи тартиб бўйича кечишини намоён қилади (3-расм). Реакция тезлик константаси температура ошиши билан ортиб боради ва бу Аррениус қонунига бўйсунаяди:

$$K = K_0 e^{-E/RT} \quad (2)$$

Реакция тезлигини аниқлаш мазкур қонунга асосан K_0 доимийси ҳисобланди ва $\lg K$ $1/T$ ва ЭФК меъёрига боғлиқлик тенгламаси қўйилди.

3-расмда ОФУ учун 343-373 Кдаги $\lg K$ қийматлари тенгламалар бўйича ҳисобланган ва реакция тезлик константаси ҳароратга тўғри чизиқли боғлиқлиги ифодаланган. Буғлатилган ЭФК меъёри ва концентрациясига боғлиқ 343-373 К ҳароратларда ЮКК ва ОФУ учун кутилаётган фаолланиш энергияси E_f мос равишда 1,87 дан 3,27 ккал/мол гача ёки 7,82 дан 13,67 кЖ/мол гача ва 2,11 дан 4,10 ккал/мол гача ёки 8,85 дан 17,15 кЖ/мол гача, ўртача қиймати эса 9,25-12,93 ва 11,62-15,23 кЖ/мол ни ташкил қилади. Бу кўрсаткичларнинг барчаси МК фосфоритларининг етарлича реакционқобилияга эга эканлиги ҳақида гувоҳлик беради.

Юқорида олинган мақбул шароитдаги фильтратнинг совушига ҳарорат ва вақтнинг таъсири ўрганилди. Бунда фильтрат 20, 30 ва 40°C 30, 60, 120 ва 240 мин вақтларда совутилди. Белгиланган вақтдан кейин ҳосил бўлган МКФ кристаллари тўйинган эритмадан центрифуга ёрдамида ажратилди. МКФ кристалланиш майдони асосан кинетик ва диффузион соҳа чегараларида ҳосил бўлиши топилди.



3-расм. ОФУнинг 35,69% P_2O_5 ЭФК билан 200% (а), 250% (б), 300% (в), стехиометрик меъёрларда парчаланиш жараёнининг $\ln(1/1-K_{\text{пар}})$ нинг τ га, шунингдек (г) $\lg K$ нинг $1/T$ га боғлиқлиги.

Фосфоркислотали экстрактадаги P_2O_5 нинг 44,60 дан 50,26% гача бўлган юқори қийматлари 40°C кристалланиш ҳароратида эришилади. Сўнгра нордон МКФ ундаги туз таркибини аниқлаш мақсадида ацетон билан тўла ювилди ва ИБП билан ОЭС га элементли таҳлил қилинди. Кристаллар асосан кальций дигидрофосфат (62,47-79,31%) дан ташкил топганлиги кўрсатилди. МКФ кристалларининг микроскопик тадқиқот таҳлиллари кристалланиш вақти 30 мин да кристал заррачаларининг узунлиги ва энининг ўлчамлари $1,14 \times 1,14$ мкм дан $2,86 \times 1,14$ мкм гача, 120 мин да $2,58 \times 1,43$ мкм дан $8,58 \times 7,15$ мкм гача бўлишини кўрсатди.

Шундай қилиб, ЭФК 35,69; 41,20; 44,98% P_2O_5 концентрациялари учун маҳсулотларнинг парчаланишидан ҳосил бўладиган МКФнинг кристалланишининг мақбул шароитлари бўлиб 200-300%; 300-500% и 300-600% меъёр, ҳарорат – $90-95^\circ\text{C}$ ва вақт 60 мин деб топилди.

Тўртинчи бобда «Марказий Қизилкум фосфоритларини буғлатилган фосфор кислотаси билан парчалаш асосида қўш суперфосфат олишининг циклик усули» ОФУ ва ЮКК ни буғлатилган ЭФКнинг юқори меъёрларида парчалаб қўш суперфосфат олиш жараёни ўрганилган.

Лаборатория тажрибалари термостатлашган шароитда электродвигателга уланган винтли аралаштиргич билан жиҳозланган трубкали шишали реакторда олиб борилди. Термостатдаги ҳарорат терморосталгич ёрдамида бошқарилиб турилди. Парчалаш жараёни 35,69% P_2O_5 ЭФК нинг 200-300%, 41,20% P_2O_5 ЭФК нинг 300-500%; 44,98% P_2O_5 нинг ЭФК 300-600 % меъёрлари учун 95°Сда 60 мин давомида ўтказилди.

Жараён тугагач тўлиқ парчаланмаган фосфат қолдиғи ва МКФнинг тўйинган эритмасидан ташкил топган кальцийфосфат бўтқаси қаттиқ ва суюқ фазаларга ажратилди. Кейин эса суюқ фазадан МКФ изогидрик шароитларда мақбул ҳарорат 40°Сда 2 соат давомида кристалланди. Ҳосил бўлган МКФ кристаллари тўйинган эритмадан центрифугалаш усулида ажратиб олинди.

Қаттиқ ва суюқ фазаларнинг кимёвий таҳлили ЭФК концентрацияси ва меъёри компонентларнинг фазалар бўйича (тўлиқ парчаланмаган фосфорит қолдиғи, МКФ ва тўйинган эритма) тақсимланиш даражасига сезиларли таъсир кўрсатиши аниқланди. Кўрсатилдики, қанчалик фосфор кислота меъёри кам ва концентрацияси кўп бўлса, шунча кўпроқ компонентлар миқдори тўлиқ парчаланмаган қолдиқда бўлади. ЭФКнинг ҳар қандай меъёрларида P_2O_5 бўйича концентрацияси камайиши компонентларнинг МКФ ва тўйинган эритмага тақсимланишини таъминлайди.

Шундай қилиб, ЮКК ва ОФУни 41,20% ли фосфор кислотасининг мос равишдаги стехиометрия бўйича 300-400 ва 400-500%ларда парчалашда компонентларнинг қаттиқ ва суюқ фазалар бўйича тақсимланиши, қолдиққа 23,15 дан 37,34% гача; 65,37 дан 69,86% гача; 29,20 дан 39,55% гача; 35,63 дан 42,70% гача; 29,84 дан 38,66% гача ва 22,72 дан 24,13% гача; 62,55 дан 66,74% гача; 45,76 дан 49,17% гача; 25,56 дан 28,57% гача; 23,94 дан 26,22% гача P_2O_5 ; CaO; MgO; Fe_2O_3 ва Al_2O_3 ўтади.

Суюқ фазанинг кристалланишидан кейин МКФга 22,75 дан 25,74% гача P_2O_5 ; 18,53 дан 20,21% гача CaO; 15,04 дан 32,20% гача MgO; 18,39 дан 26,97% гача Fe_2O_3 ; 14,14 дан 22,16% гача Al_2O_3 ва 23,37 дан 24,48% гача P_2O_5 ; 16,97 дан 20,04% гача CaO; 18,08 дан 20,44% гача MgO; 21,80 дан 22,56% гача Fe_2O_3 ; 18,31 дан 19,23% гача Al_2O_3 ўтади, қолган миқдорлар эса тўйинган эритма таркибида қолади. Ўхшаш ҳолат 35,69 ва 44,98% P_2O_5 кислота концентрациялари учун ҳам кузатилди. Барча ўрганилган ЭФКнинг меъёрлари ва концентрациялари учун сульфат ионлари деярли $CaSO_4$ кўринишида тўлиқ парчаланмаган фосфат қолдиғига ўтади.

Шундай қилиб, кўш суперфосфатни циклик усулда олишда уч хил фосфат ташкил қилувчилари ажратиб олинди: тўлиқ парчаланмаган қолдиқ, нордон МКФ ва тўйинган эритма. Уларнинг таркиби 3-жадвалда келтирилган.

Жадвалдан кўриниб турибдики, ЮКК ва ОФУни парчалашда тўлиқ парчаланмаган қисмда P_2O_5 сумум. мос равишда 32,45 ва 32,04% ташкил этади. Бунда P_2O_5 нинг сувда эрувчан ва эркин шакли мос равишда – 30,32; 22,17% ва 31,97; 22,87% бўлади. Қолганлари – SO_3 ; CaO; MgO; Fe_2O_3 ва Al_2O_3 9,56; 10,91 ва 13,37; 12,54 ва 0,99; 1,79 ва 0,89; 0,75 ва 1,64; 1,49% тартибида бўлади. Асосий маҳсулот – нордон МКФ таркиби кўйидагича кўринишда

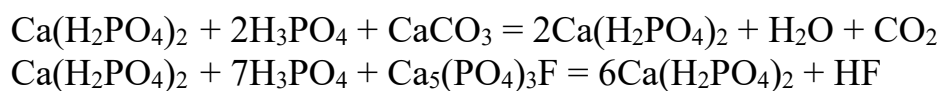
ЮКК ва ОФУни буглатилган 41,20% концентрацияли фосфор кислотаси билан парчалашда ҳосил бўлган фосфат ташкил қилувчиларининг таркиби

Фосфат ташкил қилувчиларининг номланиши	Кимёвий таркиб, %							
	P ₂ O ₅ ум.	P ₂ O ₅ суб.эр.	P ₂ O ₅ эркин	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SO ₃
ЮККни ЭФКнинг 350% стехиометрик меъёрида парчалаш								
Фосфат қолдиқ	32,45	30,32	22,17	13,37	0,99	0,89	1,64	9,56
нордон МКФ	45,40	44,20	24,72	6,26	1,13	0,83	1,46	0,15
Тўйинган эритма	42,46	-	-	2,02	0,98	0,68	1,87	0,008
ОФУни ЭФКнинг 450% стехиометрик меъёрида парчалаш								
Фосфат қолдиқ	32,04	31,97	22,87	12,54	1,79	0,75	1,49	10,91
нордон МКФ	44,79	43,83	25,71	5,15	1,02	0,86	1,55	0,064
Тўйинган эритма	42,04	-	-	1,93	0,71	0,82	1,95	0,097

бўлади: ЮКК учун – 45,40% P₂O₅; 6,26% CaO; 1,13% MgO; 0,83% Fe₂O₃; 1,46% Al₂O₃ ва 0,15% SO₃, ОФУ учун – 44,79% P₂O₅; 5,15% CaO; 1,02% MgO; 0,86% Fe₂O₃; 1,55% Al₂O₃ ва 0,097% SO₃. ОФУ ва ЮККдан олинган нордон МКФда мос равишда 24,72 ва 25,71% P₂O₅эркин қолади. Тўйинган эритма эса таркибида мос равишда 42,04-42,46% ва 1,93 -2,02% P₂O₅ ва CaO тутати.

МКФ ўз таркибида етарлича миқдорда Н₃РО₄ кўринишидаги эркин P₂O₅ тутгани учун ушбу нордон маҳсулот юқорикарбонатли ОФУ, ММ, шунингдек ЮККлар билан нейтралланди.

Ҳар хил турдаги фосфат хом ашёларининг эркин фосфор кислотаси билан ўзаро таъсирлашув натижалари манзараси ўхшашдир. Биринчи навбатда карбонатлар ёки ЮККдаги эркин кальций оксиди парчаланиши ҳамда бир вақтни ўзида кам миқдорда фосфат минерали парчаланишидан МКФ ҳосил бўлиши қуйидаги реакция мисолида кўриш мумкин:



Эркин Н₃РО₄ ни нейтраллаш учун фосфат хом ашёси меъёри стехиометрик 70-100% атрофида Ca(H₂PO₄)₂ ҳосил бўлишига олинди. Нордон МКФни нейтраллаш жараёни 75-80°Сда 30 мин давомида олиб борилди ва навбатдаги юмалаш усули ёрдамида донадорланди. Кейин ҳосил бўлган доналар 90-95°Сда қуритилди. Бунда тайёр маҳсулот рН 3,0 P₂O₅эркин 1,15-3,0% оралиғида бўлади. Нейтралловчи қўшимча сифатида ММ қўллаб олинган қўш суперфосфат таркиби 4-жадвалда келтирилган.

Кузатилдики, ОФУни ЭФКнинг юқори меъёр ва концентрацияларида парчалаш гарчи донадорланган маҳсулот таркибига таъсир кўрсатмасида, бироқ нейтралловчи қўшимча турига ва меъёрига боғлиқдир. N_{ЭФК} – 200% ва C_{ЭФК} – 35,69% P₂O₅ да ММ меъёрининг 70 дан 100% гача ошиши P₂O₅умум. 43,37 дан 46,69% гача, P₂O₅ўзл. 93,33 дан 96,47% гача ва P₂O₅суб.эр. 81,63 дан 89,44% гача ортишини таъминлайди. Ўхшаш қонуният ЭФК бошқа меъёр ва концентрацияларида ҳам кузатилди.

**Минераллашган масса ёрдамида монокальцийфосфатни нейтраллаш
асосида олинган кўш суперфосфат таркиби**

ММ нинг Са(Н ₂ РО ₄) ₂ , ҳосил бўлишидаги меъёри, %	Тайёр маҳсулот рН	Р ₂ О ₅ умум.	СаО _{умум.}	Р ₂ О ₅ ўзл. : Р ₂ О ₅ умум. %	Р ₂ О ₅ сув.эр. : Р ₂ О ₅ умум, %	СаОўзл. : СаО _{умум.} %	СаОсув.эр. : СаО _{умум.} %
ОФУдан олинган нордон МКФ асосида (N _{ЭФК} – 200% ва С _{ЭФК} – 35,69% Р ₂ О ₅)							
100	2,84	46,69	18,73	96,47	89,16	95,78	74,85
90	2,91	46,12	19,57	95,03	87,79	94,84	70,67
80	2,95	45,54	20,61	94,16	84,91	93,50	67,05
70	3,01	43,37	21,15	93,41	82,18	92,72	60,33
ОФУдан олинган нордон МКФ асосида (N _{ЭФК} – 400% ва С _{ЭФК} – 41,20% Р ₂ О ₅)							
100	2,90	46,60	16,22	96,82	89,44	95,81	74,91
90	2,92	46,18	17,10	95,21	87,79	94,91	70,70
80	2,96	45,71	18,23	94,36	85,08	93,53	67,53
70	3,05	44,17	19,16	93,28	82,29	92,74	61,48
ОФУдан олинган нордон МКФ асосида (N _{ЭФК} – 500% ва С _{ЭФК} – 41,20% Р ₂ О ₅)							
100	2,86	46,56	16,35	96,61	89,26	95,53	74,68
90	2,94	46,00	17,31	95,72	87,52	94,63	70,59
80	2,97	45,59	18,54	94,45	85,00	93,15	67,04
70	3,03	43,65	19,42	93,26	82,11	92,38	60,14
ОФУдан олинган нордон МКФ асосида (N _{ЭФК} – 400% ва С _{ЭФК} – 44,98% Р ₂ О ₅)							
100	2,92	46,59	16,69	96,37	89,20	95,45	74,66
90	2,96	45,96	17,55	95,50	87,51	94,53	70,48
80	2,98	45,51	18,71	94,40	84,90	93,00	66,97
70	3,07	43,74	19,63	93,19	82,01	92,26	60,11
ОФУдан олинган нордон МКФ асосида МКФ (N _{ЭФК} – 600% ва С _{ЭФК} – 44,98% Р ₂ О ₅)							
100	2,82	46,52	16,84	96,17	88,80	95,19	74,17
90	2,89	45,89	17,75	95,12	87,97	94,42	69,86
80	2,93	45,53	19,01	94,05	84,70	93,90	67,28
70	3,00	43,72	19,92	92,86	81,63	91,01	60,64

Тажриба шароитларига боғлиқ равишда кўш суперфосфат мустаҳкамлиги 2,11-4,86 МПа оралиғида бўлади. 4-жадвални таҳлил қилиб шуни хулоса қилиш мумкинки, ЭФК ўрганилган меъёр ва концентрацияларида (N_{ЭФК} – 200-600% ва С_{ЭФК} – 35,69-44,98% Р₂О₅) МКФнинг эркин фосфор кислотасини нейтраллаш учун кўшимчалар (ОФУ, ММ ва ЮКК)нинг мақбул меъёри стехиометрик 70-80% ҳисобланади.

ЮКК ни парчалашни мақбул шароитларда (N_{ЭФК} – 350% ва С_{ЭФК} – 41,20% Р₂О₅) нейтралловчи ЮКК қўллаш билан Р₂О₅умум. 47,74 дан 50,54% гача; Р₂О₅ўзл. : Р₂О₅умум. = 92,23-94,38%; Р₂О₅сув.эр. : Р₂О₅умум. = 88,19-89,97% тутувчи маҳсулот ҳосил бўлади. ОФУдан фойдаланилганда маҳсулот Р₂О₅умум. 45,59 дан 48,76% гача; Р₂О₅ўзл. : Р₂О₅ўзл. = 95,26-98,26%; Р₂О₅сув.эр. : Р₂О₅умум. = 86,07-92,76%, ММ дан фойдаланилганда эса Р₂О₅умум. 44,43 дан 47,09% гача; Р₂О₅ўзл. лим. к-та бўйича : Р₂О₅умум. = 94,24-97,86%; Р₂О₅ўзл. трил. Б ўйича : Р₂О₅умум. = 91,45-94,75%; Р₂О₅сув.эр. : Р₂О₅умум. = 83,46-90,83%

таркибга эга. Улар таркиб ва сифат жиҳатидан ГОСТ 16306-80 талаблари бўйича кўш суперфосфат «Б» навига жавоб беради.

Кўш суперфосфат навини ошириш, яъни ундаги умумий ва сувда эрувчан фосфор миқдорини кўпайтириш мақсадида нейтралловчи кўшимча сифатида кальцийтутувчи моддалар – табиий охактош ва сўндирилмаган оҳакдан фойдаланилди. Тадқиқот учун ЮККни $N_{ЭФК} - 350\%$; $C_{ЭФК} - 40,74\%$ P_2O_5 да $85^\circ C$ ҳароратда ва 60 минда парчалаб олинган ва таркиби (оғир.%): 44,22 $P_2O_{5умум.}$; 26,51 $P_2O_{5эркин.}$; 6,74 CaO; 28,94 H_2O бўлган нордон МКФ ишлатилди. Кальцийтутувчи реагентлар меъёри стехиоетрик 70 дан 100% гача ўзгартирилди. Яхшиланган маҳсулотлар таркиби 5-жадвалда келтирилган.

5-жадвал

Кальцийтутувчи моддалар ёрдамида нордон монокальцийфосфатни нейтраллаш асосида олинган кўш суперфосфат таркиби

Реагентларнинг $Ca(H_2PO_4)_2$, ҳосил қилиш меъёри,%	Тайёр маҳсу лот рН	Кимёвий таркиб, %						$\frac{P_2O_{5ўзл.}}{P_2O_{5умум.}}$,	$\frac{P_2O_{5св.эр.}}{P_2O_{5умум.}}$,
		$P_2O_{5ум.}$	$P_2O_{5ўзл.}$	$P_2O_{5св.}$	CaO _{умум.}	CaO _{ўзл.}	CaO _{св.}	%	%
Нордон МКФни табиий оҳак ($CaCO_3$) билан нейтраллаш асосида									
100	2,93	53,38	53,16	48,14	20,75	20,18	18,22	99,59	90,18
90	3,12	52,46	51,49	45,85	21,74	21,07	17,31	98,15	87,40
80	3,17	51,84	50,71	44,16	23,22	22,41	16,02	97,82	85,18
70	3,29	50,05	48,59	42,06	25,02	23,96	15,95	97,08	84,04
Нордон МКФни сўндирилмаган оҳак (CaO) билан нейтраллаш асосида									
100	3,09	54,28	53,62	50,39	21,07	20,72	18,77	98,78	92,83
90	3,16	53,85	52,79	49,35	22,29	21,74	19,20	98,03	91,64
80	3,32	53,14	51,90	47,78	23,80	22,96	19,68	97,67	89,91
70	3,60	52,76	51,02	46,30	25,84	24,69	19,42	96,71	87,76

Ундан кўриниб турибдики, табиий охактошдан фойдаланилганида олинган маҳсулот ўз таркибида $P_2O_{5умум.}$ 50,05 дан 53,38 % гача; $P_2O_{5ўзл.} : P_2O_{5умум.} = 97,08-99,59\%$; $P_2O_{5св.эр.} : P_2O_{5умум.} = 84,04-90,18\%$ тутади.

Сўндирилмаган оҳакдан фойдаланилганда $P_2O_{5умум.}$ 52,76 дан 54,28% гача; $P_2O_{5ўзл.} : P_2O_{5умум.} = 96,71-98,78\%$; $P_2O_{5св.эр.} : P_2O_{5умум.} = 87,76-92,83\%$ таркибли маҳсулот олинади. Таркиб бўйича бундай ўғитлар кўш суперфосфат «А» навига (ГОСТ 16306-80) ёки учламчи суперфосфатга тўғри келади ва улар экспортбоп маҳсулотлар саналади.

Таклиф этилаётган циклик технология бўйича фосфат хом ашёнинг эримайдиган қисми фосфоркислотали парчалашдан кейин ва МКФ кристалланишидан ҳосил бўлган тўйинган эритма билан бирга сульфат кислотали экстракцияга, фосфор кислотасини қайтариб, янги фосфат хом ашёси партиясини парчалаш учун технологик циклга, жўнатиш кўзланган. Маҳсулот МКФ ва фосфогипс билан сарфланадиган P_2O_5 ни компенсациялаш учун экстракциялаш жараёнига кўшимча равишда ЮККдан фойдаланилди. Мазкур усул буғлатиш жараёнисиз концентранган ЭФК олишга, яъни дастлабки парчалаш жараёнида бир марталик буғлатилган ЭФК қўлланилади,

кейинчалик эса тўлиқ парчаланмаган фосфат колдиғи, тўйинган эритма ва кўшимча ЮКК миқдори сульфат кислотали экстракцияга, буғлатиш жараёни босқичисиз, концентрланган фосфор кислотаси олишга йўналтирилади. Бундай схема такрорий буғлатиш жараёнини, 1 т P_2O_5 олиш учун 3,0-3,5 т сув буғи кўринишидаги иссиқлик сарфини, истисно қилади.

ЮКК, тўлиқ парчаланмаган фосфорит ва тўйинган эритмалардан ташкил топган аралашмадан ЭФК олиш жараёни 4 соат давомида сульфат кислота меъёри (100; 103; 106%), айланма ЭФК концентрацияси (36,5% P_2O_5), С : Қ оғирлик нисбати ва ҳарорат (75, 80, 85, 90°C) га боғлиқ равишда ўрганилди. Фосфоркислотали гипсли бўтқа фильтрацияси Бюхнер воронкасида Бунзен колбасидан 0,62 мм. сим.устунида бир қатламли фильтр қоғозининг «оқ» тасмасидан ўтказилиб ўрганилди. Фосфогипс сув билан ювилганидан кейин 100°Cда қуритилди. Кейин маҳсулот кислота ва фосфогипс компонентларга таҳлилга берилди. ЭФК намуналари таркиби 6-жадвалда келтирилган.

6-жадвал

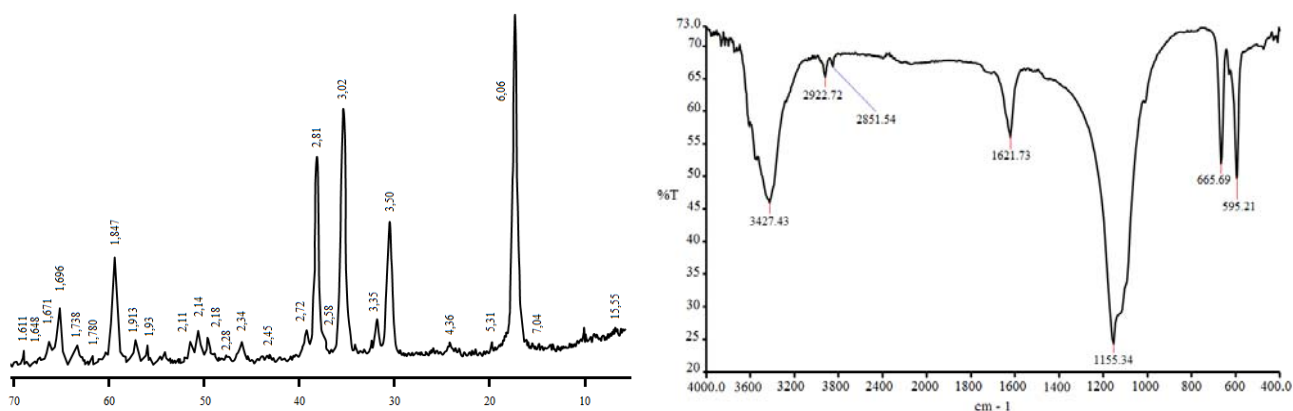
С : Қ = 6 : 1 да олинган концентрланган ЭФК таркибига сульфат кислота меъёри ва ҳароратнинг таъсири

Жараён харорати, °С	ЭФКдаги компонентлар миқдори, %					
	P_2O_5	CaO	MgO	Fe_2O_3	Al_2O_3	SO_3
H_2SO_4 меъёри – 100%						
75	40,99	0,39	0,87	0,72	1,29	2,13
80	41,67	0,27	0,82	0,79	1,36	2,78
85	42,14	0,26	0,45	0,93	1,16	2,72
90	42,05	0,28	0,36	1,05	1,25	2,65
H_2SO_4 меъёри – 103%						
75	40,54	0,42	0,83	0,77	1,34	3,22
80	41,23	0,33	0,79	0,65	1,22	3,31
85	42,06	0,66	0,34	0,98	0,85	3,03
90	40,80	0,54	0,46	0,73	1,37	4,15
H_2SO_4 меъёри – 106%						
75	42,48	0,41	0,59	0,86	0,95	5,54
80	41,74	0,68	0,35	0,71	1,43	4,60
85	41,17	0,25	0,65	0,76	1,34	4,48
90	40,08	0,18	0,72	1,09	1,42	5,31

Жадвалдан кўриниб турибдики, ўрганилган параметрларда маҳсулот ЭФКдаги P_2O_5 40,08-42,48% оралиқларда ўзгариб туради. ЭФК олиш жараёнининг асосий кўрсаткичи бўлиб, хом ашёни парчаланиш коэффиценти ($K_{пар.}$), P_2O_5 ни ЭФКга ажралиб чиқиш коэффиценти ($K_{ажр.}$), фосфогипсни ювиш коэффиценти ($K_{ювиш.}$), чиқиш коэффиценти ($K_{чик.}$) ва гипстутувчи бўтқанинг филтрланиш тезлиги саналади. Кўрсатилдики, сульфат кислота меъёрининг 100 дан 106% гача ошиши $K_{пар.}$, $K_{ажр.}$, $K_{ювиш.}$, $K_{чик.}$ ва бўтқанинг филтрлаш тезлигининг ортишини таъминлайди. Масалан, 75°C да H_2SO_4 нинг 100 дан 106% гача ортиши билан $K_{пар.}$ 95,42 дан 97,92% гача, $K_{ажр.}$ 96,23 дан 99,48% гача, $K_{ювиш.}$ 94,45 дан 97,28% гача, $K_{чик.}$ 92,89 дан 96,48% гача, фосфогипснинг нам колдиқ бўйича филтрация тезлиги эса 311,62 дан 529,31 кг/м²·соат гача ошади.

H_2SO_4 нинг стехиометрик 100% меъёрида ҳароратнинг 75 дан 90°C гача ошиши $K_{пар.}$ 95,42 дан 97,23% гача, $K_{ажр.}$ 96,23 дан 97,55% гача, $K_{ювиш}$ 94,45 дан 96,75% гача, $K_{чик.}$ 92,89 дан 96,48% гача, фосфогипс фильтрация тезлиги эса 311,62 дан 420,53 кг/м²·соат гача бўлишини таъминлади. Ўхшаш манзара сульфат кислотанинг қолган меъёрларида ҳам кузатилади.

Олинган маълумотлардан келиб чиқиб, энг мақбул вариант сульфат кислота меъёри 103% ва жараён ҳарорати 75°C бўлиб қолди. Фосфогипс кимёвий таҳлиллари кальций сульфатининг асосан ярим гидратга тегишлилигини кўрсатди. Унинг фазовий таркибини аниқлаш мақсадида рентгенфазавий, ИҚ-спектроскопик ва электрон-микроскопик тадқиқотлари 75 ва 85°C да (4-расм) ўтказилди. Рентгенограммалардан кўриниб турганидек, 6,06; 4,36; 3,02 ва 2,11 Å дифракцион чизиқлар моноклин ва гексагонал сингонияли $CaSO_4 \cdot 0,5H_2O$ га тегишлидир.



4-расм. 75°C да ва сульфат кислотанинг (93%) 103% стехиометрик меъёрида олинган фосфогипс дифрактограммаси ва ИҚ-спектраграммаси.

Айни пайтда 3,50; 2,85 ва 1,648 Å дифракцион максимумлари ангидрит – $CaSO_4$ борлигини тасдиқлайди. Ясси чизиқ масофалари 3,35 ва 2,14 Å кварц борлигини тавсифлайди. Фосфогипс 87,7% ярим гидрат – бассанит минералидан, 9,1% ангидритдан ва 3,2% кварцдан ташкил топган.

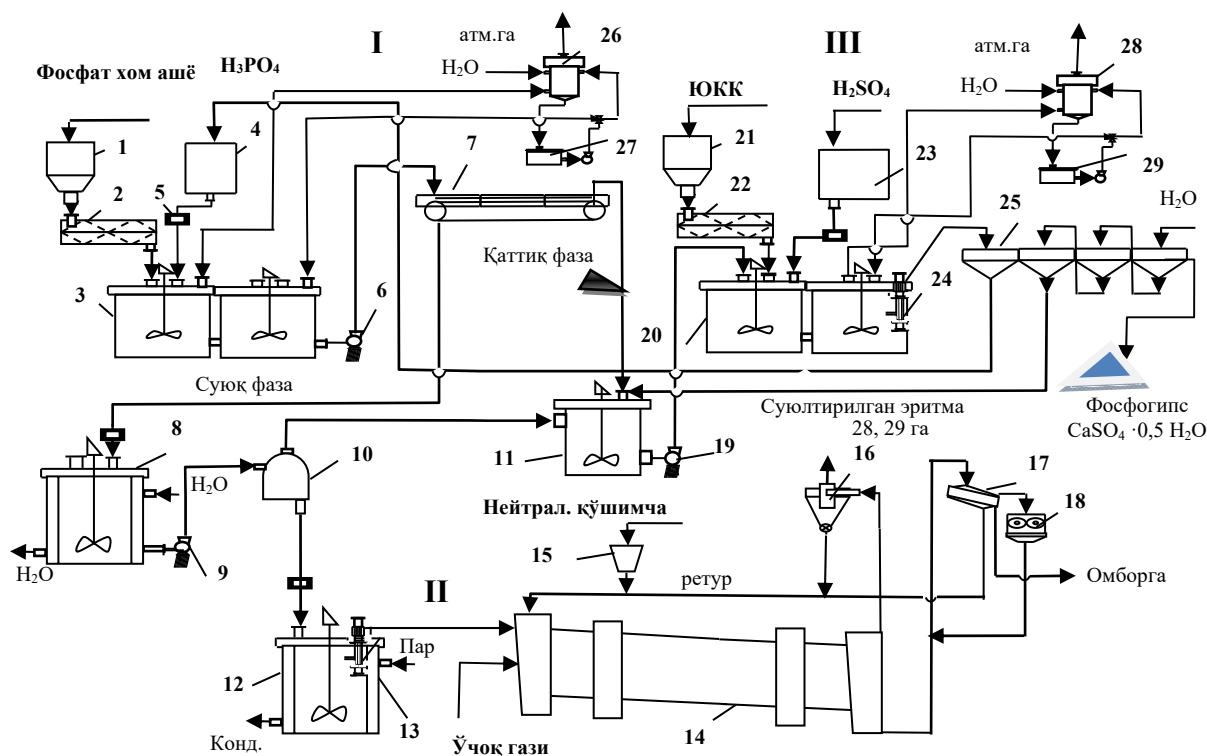
ИҚ-спектрдаги 1155,34; 1621,73; 3427,43 см⁻¹ чизиқлар ярим гидратга, 595,21 ва 11150 см⁻¹ ангидритга, қолганлари β-SiO₂ га тегишлидир.

Электрон-микроскопик тадқиқот натижаларига кўра ярим гидратдан ташкил топган гипс кристаллари таблеткали ва призматик габитус шаклга эга. Кристал ўлчамлари узунлиги ва энига кўра мос равишда 15 дан 20 мкмгача ва 6 дан 16 мкмгача ўзгаради.

Шундай қилиб, ярим гидрат йирик конгломератлар ҳолида йиғилган ва унча катта бўлмаган олтиқиррали призма шаклида, ангидрит эса кенг ва қалин пластинка кўринишда кристалланган.

Келтирилган маълумотлар асосида циклик усулда қўш суперфосфат ишлаб чиқаришнинг технологик схемаси тавсия этилди (5-расм) ва материал баланс ҳисоблаб чиқилди.

Циклик усулда қўш суперфосфат ишлаб чиқариш схемаси барабан-қуригич (БК) ва барабан-донадор-қуригич (БДК) аппаратлари қўлланиладиган икки хил вариантда тавсия этилди:



5-расм. Қўш суперфосфат олишнинг циклик усули технологик схемаси (2-вариант):

1, 15, 21 бункерлар, 2, 22- шнеклар, 3-реактор, 4,23-напор бак идишлар, 5-сарфлагич, 6, 9, 13, 19, 24-насослар, 7, 25- фильтрлар, 8-кристаллизатор, 10-центрифуга, 11-сиғимли идиш, 12-йиғгич, 14-БДҚ аппарати, 16-циклон, 17-ғалвир, 18-майдалагич, 20-экстрактор, 26, 28-абсорберлар, 27, 29-айланма бак идишлар.

Қўш суперфосфат олиш технологияси асосий 3 босқичдан иборат:

I – Фосфат хом ашёсини буғлатилган ЭФК билан парчалаш; тўлиқ парчаланмаган фосфат хом ашёни суюқ фазадан ажратиш;

II – Суюқ фазани совутиб монокальцийфосфатни кристаллизацияга учратиш ва уни тўйинган эритмадан ажратиш олиш; нордон монокальцийфосфатни нейтраллаш, донадорлаш ва қуритиш;

III – Тўлиқ парчаланмаган фосфат хом ашёни ва тўйинмаган эритмани ЮККга қўшиб сульфат кислотали қайта ишлаш ва ҳосил бўлган ЭФКни циклга қайтариш.

5-расмда иккинчи вариант кўрсатилган бўлиб, шнек-аралаштиргич ва БҚ ўрнига нейтралланиш, донадорлаш ва қуритиш жараёни мужассамлаштирилган БДҚ аппаратини қўллаш тавсия этилган.

Ушбу ечим намлиги кам бўлган бўтқа учун материал ва энергетик ресурсларни қисқаришига, бу эса буғлатишдаги ҳароратни пасайишига имкон беради.

Диссертациянинг бешинчи бобида «Марказий Қизилқум фосфоритларини циклик усулда парчалаб олинган қўш суперфосфат ярим маҳсулотини аммонийлаштириш асосида юқориконцентрланган азотфосфорли ўғит олиш» ЮКК ва ОФУларни фосфор кислотали парчаланмаган олинган кальцийфосфат ва нордон МКФ бўтқаларининг таркиби ва реологик хоссалари келтирилган. Юқориконцентрланган

азотфосфорли ўғит намуналари нордон МКФни аммонийлаштириб олинган. ЮКК ва ОФУларни концентрацияси 35,69-44,98% P_2O_5 бўлган фосфор кислотасида парчалаш меъёри СаОга нисбатан 200 дан 600% ни ташкил этди.

Фосфор кислотали парчаланиш маҳсулотларининг реологик хоссалари 30-100°C ораликларида ўрганилди. Кўрсатилдики, ЭФК концентрацияси қанча катта бўлса, кальцийфосфат бўтқасининг зичлиги ва қовушқоқлиги ҳам шунча катта бўлади. ЭФК меъёри ва ҳароратнинг ошиши кальцийфосфат бўтқасининг зичлиги ва қовушқоқлигини камайишига олиб келади. Ҳароратга, ЭФК концентрациясига ва меъёрига боғлиқ кальцийфосфат ҳамда МКФ бўтқаларнинг зичлик ва қовушқоқлиги ЮКК ва ОФУ учун мос равишда 1,4816-1,7485; 1,4945-1,7446 г/см³; 8,3-103,78; 7,14-174,24 сПз ва 1,5413-1,8066; 1,5539-1,7991 г/см³ ва 8,69-972,31; 13,22-926,41 сПз ўзгаради. ЭФКнинг ўрганилган концентрация ва меъёр ораликларида кальцийфосфат ва МКФ бўтқалари 60 ва 70°Cда оқувчан ҳолатда бўлади. Қовушқоқлик ва зичлик қийматлари бўтқаларни юқори оқувчанлиги уларни мавжуд транспорт қурилмалари билан ҳар қандай қийинчиликларсиз узатиш мумкинлигини билдиради.

Бўтқалар таркибини ўрганиш ЮКК ва ОФУни парчалашдаги ЭФКни меъёри ва концентрациясини ошириш бир томондан фосфорни 34,55 дан 43,90 гача ва 34,52 дан 43,33% гача P_2O_5 ошишини олиб келса, иккинчи томондан эса кальцийни 8,25 дан 5,84 гача ва 8,15 дан 5,22% гача СаО камайишига олиб келади. Қолган компонентлар: ЮКК учун MgO, Fe₂O₃, Al₂O₃ ва SO₃ 0,60 дан 1,10% гача; 0,77 дан 1,02% гача; 1,34 дан 1,73% гача; 2,00 дан 3,47% гача ва ОФУ учун 0,77 дан 1,17% гача; 0,88 дан 1,06% гача; 1,39 дан 1,77% гача; 1,89 дан 3,40% гача ўзгаради. ЮКК ва ОФУдан олинган нордон МКФ таркиби ЭФК меъёри ва концентрациясига боғлиқ қуйидаги тарзда бўлади: 37,52-47,78% $P_2O_{5\text{умум}}$; 18,94-30,48% $P_2O_{5\text{эркин}}$; 4,44-6,87% СаО; 0,50-1,46% MgO; 0,61-1,19% Fe₂O₃; 0,77-1,79% Al₂O₃; 0,003-0,16% SO₃.

Азотфосфорли ўғитларни олиш жараёни нордон МКФни аммиакнинг 25% ли сувли эритмасида нейтраллаш (до рН = 4,5-4,8) усули билан ўтказилди. Аммонийлаштириш жараёнида реакцион массанинг ҳарорати 90-95°C гача кўтарилди. Кейин аммонийлаштирилган масса донадорлаштирилди ва 100°C да қурилди. Тажриба шароитига ва фосфат хом ашёнинг турига боғлиқ ўғит таркибидаги компонентлар ОФУ ва ЮКК учун мос равишда (оғир. %): N 9,31 дан 11,41 гача; $P_2O_{5\text{умум}}$ 54,15 дан 57,40 гача; $P_2O_{5\text{ўзл}}$ 52,61 дан 57,04 гача; $P_2O_{5\text{сув.эр}}$ 43,34 дан 47,21 гача ва N 9,51 дан 10,85 гача; $P_2O_{5\text{умум}}$ 53,16 дан 57,12 гача; $P_2O_{5\text{ўзл}}$ 52,59 дан 56,83 гача; $P_2O_{5\text{сув.эр}}$ 42,61 дан 48,26 гача ўзгаради.

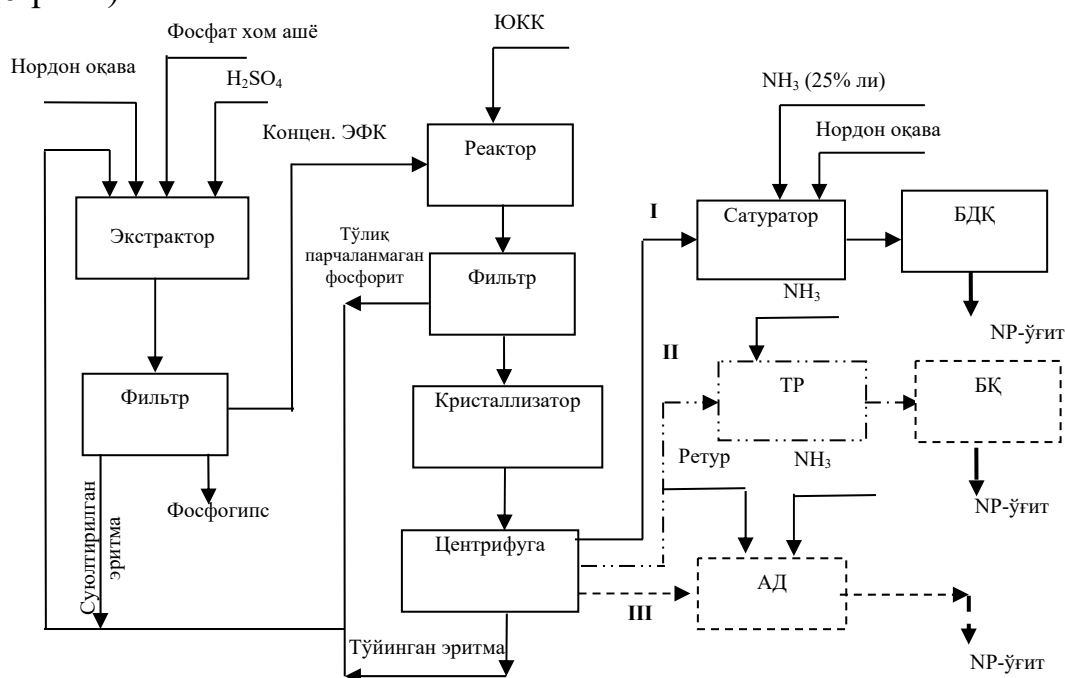
7-жадвалда ЮККни фосфоркислотали парчалашнинг мақбул шароитида (ЭФК концентрацияси 40,74% P_2O_5 ва ЭФК меъёри 350%, парчаланиш ҳарорати 85°C, вақти 60 мин, нейтралланиш рН 4,0; 4,5; 5,0 ва 5,5). Бунда маҳсулотлардаги компонентлар миқдори (оғир. %): N 8,97 дан 10,12 гача; $P_2O_{5\text{умум}}$ 55,18 дан 56,64 гача; $P_2O_{5\text{ўзл}}$ 53,89 дан 56,57 гача; $P_2O_{5\text{сув.эр}}$ 44,06 дан 48,66 гача ўзгаради. Нисбий ўзлашувчан ва сувдан эрувчан P_2O_5 шакли мос равишда 97,66 дан 99,88% гача ва 79,85 дан 85,91% гача ташкил этади.

Нордон монокальцийфосфатни аммонийлаштириб олинган азотфосфорли ўғит таркиби

Аммонийлаштириш рН	Маҳсулот рН	Кимёвий таркиб, %							$\frac{P_2O_{5\text{ўзл.}}}{P_2O_{5\text{умум.}}}$, %	$\frac{P_2O_{5\text{сув.эр.}}}{P_2O_{5\text{ўзл.}}}$, %
		$P_2O_{5\text{умум.}}$	$P_2O_{5\text{ўзл.}}$	$P_2O_{5\text{сув.эр.}}$	$CaO_{\text{умум}}$	$CaO_{\text{ўзлс}}$	$CaO_{\text{сув}}$	N		
4,0	4,45	56,64	56,57	48,66	8,63	8,61	2,14	8,97	99,88	85,91
4,5	4,68	56,06	55,46	46,95	8,54	8,46	1,91	9,62	98,93	83,75
5,0	5,32	55,72	55,00	45,26	8,47	8,35	1,82	9,89	98,71	81,23
5,5	5,71	55,18	53,89	44,06	8,33	8,14	1,71	10,12	97,66	79,85

Олинган маҳсулотлар таркибида азот ва фосфордан ташқари кальцийнинг ўсимлик ўзлаштирадиган шаклини ҳам тутати. Улардаги озукка компонентлари умумий йиғиндиси ($N + P_2O_5 + CaO$) 73,63-74,24%ни ташкил этади. Доналар мустаҳкамлиги 3,36-4,62 МПа га тенг. Бундай азотфосфорли ўғитлар юқориконцентрланганларга тегишли ва улар таркиби ҳамда хоссалари жиҳатидан аммофосдан афзалдир. Улардан озиклантириш ва экиш даврида фойдаланиш мумкин.

ЮККни буғлатилган ЭФК нинг 350% меъёрида парчалаш асосида 1 тонна P_2O_5 кўринишидаги азотфосфорли ўғитлар олишнинг материали баланси ҳисоблаб чиқарилди. Уларни ишлаб чиқаришнинг технологик схемаси тавсия этилди (6-расм).



6-расм. Циклик усулда юқори концентрланган азотфосфорли ўғит ишлаб чиқариш технологик схемаси.

Тавсия этилаётган усулларнинг афзалликлари шундаки, (I, II ва III) мажбурий ишловчи тўрткорпусли буғлатиш аппарати ва унга бириктирилган ёрдамчи жиҳозларнинг истисно бўлиши, бу эса технологияни сезиларли қисқартирилишига ҳамда паст таннархдаги маҳсулот олишга имкон беради.

Ишнинг хотима босқичида янги турдаги концентранган бирламчи ва азотфосфорли ўғитларнинг техник-иқтисодий кўрсаткичлари аммофосники билан солиштирилиб ҳисоблаб чиқилган.

Кўрсатдики, аммофосда 1 тонна 100 %-ли P_2O_5 таннархи 3 563 041 сўмни, аммофосфатда, «А», «Б» навли кўш суперфосфатда ва азотфосфорли ўғитларда 3 028 937, 3 184 868, 3 072 377 ва 3 415 478 сўмни ташкил этади, бу эса мос равишда 534 104, 378 173, 490 664 ва 147 563 сўмга арзон тушади. Агарда 1 тонна аммофос натура ҳолида 1 638 999 сўмни ташкил қилса, у ҳолда аммофосфатда, «А», «Б» навли кўш суперфосфатда ва азотфосфорли ўғитда мос равишда – 1 140 843, 1 463 630, 1 407 763 ва 1 571 119 сўм бўлиб, анъанавий аммофосга қараганда 498 156, 175 369, 231 236 ва 67 880 сўмга, яъни 30,41; 10,70; 14,10 ва 4,14% иқтисод қилинади.

ХУЛОСА

Диссертация бажарилишида олинган асосий илмий ва амалий натижалар кўйидагича:

1. МК фосфоритларини аммонийлаштирилган ($pH=1,2-2,5$) ЭФК билан ўзаро таъсирлашув жараёни ЭФК : ФХ = 100 : (15-50) оғирлик нисбатларда кўриб чиқилган. Аммофосфат ўғитининг таркиби, фосфат хом ашёнинг карбонатсизланиши ва ундаги P_2O_5 нинг ўзлашувчан шаклга ўтиш даражалари аниқланган. Фосфоритга аммонийлашган ЭФК эритмаси билан ишлов берилганда унинг фаоллашиши, яъни ундаги P_2O_5 ўзлашмайдиган шаклининг ўсимлик ўзлашадиган шаклга ўтиши содир бўлади. Ўғит ва унинг сувда эримайдиган қисмидаги P_2O_5 ва СаО секин таъсир этувчан хоссага эга бўлади. Маҳсулотлар моноаммонийфосфат, моно- ва дикальцийфосфат, фаоллашган фторкарбонатапатитдан ташкил топган.

2. ОФУ ва ЮККларни парчалаш жараёнининг кинетик константаси ҳарорат, таъсирлашиш вақти, ЭФК меъёри ва концентрациясига боғлиқ равишда аниқланди. Юқори карбонатли ОФУ парчаланиши кинетик ва диффузион соҳаларда кечади. Икки турдаги хом ашё – ОФУ ва ЮКК учун ҳам юқори $K_{пар}$ (~99%) таъминланиши орқали монокальцийфосфатнинг тўйинган эритмаси ҳосил бўлади. ОФУ ва ЮКК парчалаш учун сарф бўлган ЭФК нинг 200-600% меъёрларида уларнинг фаолланиш энергияси $E_f = 11,62-15,23$ ва $9,25-12,93$ кЖ/мол кўрсаткичларини ташкил этади.

3. Тўлиқ парчаланмаган фосфат қолдиғи, нордон МКФ ва тўйинган эритмадаги P_2O_5 , СаО, MgO, Fe_2O_3 , Al_2O_3 , SO_3 миқдорлари аниқланди ва уларнинг тақсимланиш даражалари ҳарорат, ЭФК меъёри ва концентрациясига боғлиқ равишда ҳисобланди. Ўрганилган параметрларда тўлиқ парчаланмаган қолдиқ таркибида SO_4^{2-} иони гипс кўринишида бўлади.

4. ИБП билан ОЭС элемент таҳлили асосида МКФнинг туз таркиби $Ca(H_2PO_4)_2$ ни ташкил қилиши аниқланди. Электрон-микроскопик тадқиқотлар ёрдамида тасдиқландики, МКФ кристалланишининг мақбул вақти ва ҳарорати мос равишда 120 дақиқа ва $40^\circ C$.

5. МК фосфоритларидан циклик усулда кўш суперфосфат олиш жараёни ЭФК меъёри ва концентрациясига боғлиқ равишда ўрганилди. Нордон суперфосфат бўтқасининг реологик хоссалари етарли оқувчанликка эга бўлади. ЮКК ни парчалаш ва нордон МКФ ни филтрлашнинг мақбул шароитлари (ҳарорат 95°C, ЭФК меъёри 350% ва концентрацияси 41,20% P_2O_5) таклиф этилди.

6. Тайёр кўш суперфосфат олишда мақбул шароитда ҳосил қилинган МКФ эркин фосфор кислотасини нейтраллаш жараёни табиий оҳактош, сўндирилмаган оҳак, МК фосфоритлари билан 70 дан 100% гача бўлган стехиометрик меъёрларида амалга оширилди. Бунда «А» маркали кўш суперфосфат (54% P_2O_5), ММ асосида эса «Б» маркали кўш суперфосфат (46% P_2O_5) ўғитлари олиш мумкинлиги кўрсатилди.

7. ЮКК, тўлиқ парчаланмаган фосфорит қолдиғи ва тўйинган эритма аралашмаси асосида ЭФК олиш жараёни, сульфат кислота меъёри, айланма ЭФК концентрацияси, С : Қ фазаларнинг оғирлик нисбати ва ҳароратга боғлиқ равишда ўрганилди. Фосфат хом ашёсини парчалаш жараёнига қайтариладиган концентрланган фосфор кислотаси олиш имконияти таклиф этилди. Рентгенфазали, ИҚ-спектроскопик ва электрон-микроскопик тадқиқот усуллари ёрдамида аниқландики, фосфогипс таркибида 88% $CaSO_4 \cdot 0,5H_2O$ тутган бассанит типигаги гипс мавжуд.

8. Концентрланган азотфосфорли ўғитлар олиш жараёни нордон МКФни 25% ли NH_3 эритмасида аммонийлаштириш орқали амалга оширилди. Топилган мақбул шароитларда ўғитлар таркиб ва хоссаси жихатидан аммофос ва «А» маркадаги аммофосфат ўғитларидан устун туриши тасдиқланди.

9. Олинган натижалар асосида 1 т P_2O_5 кўринишда аммофосфат, кўш суперфосфат ва азотфосфорли ўғитлар олишнинг моддий баланси ҳисобланди ва технологик тизими ишлаб чиқилди. Кўш суперфосфат технологиясида БҚ ва БДҚ қурилмаларини қўллаш тавсия этилди. «Электрокимё завод» ҚК-АЖ да аммофосфат, кўш суперфосфат ва концентрланган азотфосфорли ўғитлар олиш жараёнларининг асосий технологик кўрсаткичлари синовдан ўтказилди ва маҳсулотларнинг мос равишда 1300, 1200 и 1100 кг тажриба партиялари ишлаб чиқарилди. Ғўза ўсимлигида ўтказилган агрокимёвий синовлар натижасида аммофосфат, «Б» маркали кўш суперфосфат ва концентрланган NP-ўғитнинг ҳосилдорликни назоратга нисбатан мос равишда 1,4; 2,5 ва 2,1% ошириши исботланган. Ўтказилган техник-иқтисодий кўрсаткичлар асосида 1 т 100 % ли P_2O_5 ҳисобида аммофос таннархи 3 563 041 сўм, аммофосфат, «Б» маркали кўш суперфосфат ва NP-ўғитларнинг таннархи эса мос равишда 3 028 937, 3 072 377 ва 3 415 478 сўмни ташкил этади, яъни 534 104, 490 664 ва 147 563 сўм иқтисодий самарадорликка эришилади.

**НАУЧНЫЙ СОВЕТ DSc 27.06.2017.К/Т.35.01 ПО ПРИСУЖДЕНИЮ
УЧЕНЫХ СТЕПЕНЕЙ ПРИ ИНСТИТУТЕ ОБЩЕЙ И
НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ И ТАШКЕНТСКОМ ХИМИКО-
ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМ ИНСТИТУТЕ**

ИНСТИТУТ ОБЩЕЙ И НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

АЛИМОВ УМАРБЕК КАДЫРБЕРГЕНОВИЧ

**РАЗРАБОТКА РЕСУРСОСБЕРЕГАЮЩЕЙ ТЕХНОЛОГИИ
ВЫСОКОКОНЦЕНТРИРОВАННЫХ ФОСФОРСОДЕРЖАЩИХ
УДОБРЕНИЙ НА ОСНОВЕ ФОСФОРИТОВ ЦЕНТРАЛЬНЫХ
КЫЗЫЛКУМОВ**

02.00.13 – Технология неорганических веществ и материалов на их основе

**АВТОРЕФЕРАТ
диссертации доктора технических наук (DSc)**

Ташкент – 2019

Тема диссертации доктора философии (DSc) зарегистрирована под номером В2017.3.DSc/T81. Высшей аттестационной комиссии при Кабинете Министров Республики Узбекистан.

Диссертация выполнена в Институте общей и неорганической химии.

Автореферат диссертации на трёх языках (узбекский, русский, английский (резюме)) размещен на веб-странице по адресу информационно-образовательном портале «Ziynet»

Научный консультант:	Намазов Шафоат Саттарович доктор технических наук, профессор, академик
Официальные оппоненты:	Усманов Султан Усманович доктор технических наук, профессор Эркаев Ақтам Улашевич доктор технических наук, профессор Нурмуродов Тулкин Исамуродович доктор технических наук
Ведущая организация:	Ферганский политехнический институт

Защита состоится «27» июля 2019 г. в «10⁰⁰» часов на заседании Научного совета DSc 27.06.2017.К/Т.35.01 при Институте общей и неорганической химии и Ташкентском химико-технологическом институте по адресу: 100170, г.Ташкент, ул. Мирзо Улугбека, 77-а. Тел.: (+99871) 262-56-60; факс: (+99871) 262-79-90; e-mail:

Диссертация зарегистрирована в Информационно-ресурсном центре Института общей и неорганической химии за №8, с которой можно ознакомиться в информационно-ресурсном центре (100170, г.Ташкент, ул. Мирзо Улугбека, 77-а). Тел.: (+99871) 262-56-60; факс: (+99871) 262-79-90.

Автореферат диссертации разослан «13» _июля 2019 года
(реестр протокола рассылки №8 от «13» июля 2019 года.

Закиров Б.С.

Председатель научного совета по присуждению
ученых степеней, д.х.н., профессор

Салиханова Д.С.

Ученый секретарь научного совета по присуждению
ученых степеней, д.т.н.

Абдурахимов С.А.

Председатель Научного семинара при научном совете
по присуждению ученых степеней, д.т.н., профессор

ВВЕДЕНИЕ (аннотация диссертации (DSc) доктора наук)

Актуальность и востребованность темы диссертации. В условиях быстрого роста народонаселения мира и резкого сокращения таких ресурсов, как пахотно-пригодные земли, запасы пресной воды, источники энергии усиливается проблемы продуктов сельского хозяйства. В тоже время к решению продовольственной проблеме особое внимание уделяется на рациональное использование минеральных удобрений по их агрохимическим срокам внесения для получения из сельскохозяйственных культур высокого, качественного и дешевого урожая. В этом плане большое значение имеет совместимость состава удобрений, особенно высококонцентрированных фосфорных к вегетационному периоду роста растений.

В мировом масштабе представляет особое внимание химическая активация или разложение карбонатно-фосфоритовых руд (15-20% P_2O_5), объем которых составляет две трети мировых запасов. Для этого необходимо обосновать соответствующие научно-технические решения, в том числе: получение аммофосфатных удобрений путем взаимодействия низкосортных фосфоритов Центральных Кызылкумов (ЦК) частично аммонизированной экстракционной фосфорной кислотой (ЭФК); установление оптимального режима концентрирования ЭФК методом упаривания; нахождение оптимальных условий получения двойного суперфосфата и концентрированного азотнофосфорного удобрения на основе разложения низкосортных фосфоритов упаренной ЭФК с применением циклического метода; научное обоснование и разработка ресурсосберегающей технологии получения концентрированной фосфорной кислоты без стадии её упарки.

В республике достигнуты определенные научные и практические результаты в области производства односторонних фосфорных (простой и обогащенный суперфосфаты) и сложных удобрений (аммофос, PS-Agro, аммоний сульфатфосфат, супрефос-NS, нитрокальцийфосфат, фосфатизированная селитра, фосфорсеросодержащая селитра, NPK-удобрения) на основе переработки фосфоритов ЦК. В третьем направлении Стратегии действий Республики Узбекистан, предусмотренной в 2017-2021гг. отмечены важные задачи, направленные на «...развитие высокотехнологичных перерабатывающих отраслей, прежде всего по производству готовой продукции с высокой добавленной стоимостью на базе глубокой переработки местных сырьевых ресурсов...»¹. В этом аспекте приобретает важное значение разработка технологии концентрированных фосфорных и азотнофосфорных удобрений, как для внесения под зяблевую вспашку, так и для сева и подкормки растений.

Данное диссертационное исследование в определенной степени служит выполнению задач, предусмотренных в Постановлениях Президента Республики Узбекистан ПП-3236 от 23 августа 2017 года «О программе

¹Указ Президента Республики Узбекистан «Стратегия действий по пяти приоритетным направлениям развития Республики Узбекистан в 2017-2021 годах»

развития химической промышленности на 2017-2021 годы», ПП-3983 от 25 октября 2018 года «О мерах по ускоренному развитию химической промышленности Республики Узбекистан», ПП-4265 от 3 апреля 2019 года «О мерах по дальнейшему реформированию и повышению инвестиционной привлекательности химической промышленности», в Указе УП-4947 от 7 февраля 2017 года «Стратегия действий по пяти приоритетным направлениям Республики Узбекистан в 2017-2021 годах», а также других нормативно-правовых документах, принятых в данной сфере.

Соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологий в Республике. Данное исследование выполнено в соответствии с приоритетным направлением развития науки и технологий в республике VII «Химические технологии и нанотехнологии».

Обзор иностранных научных исследований по теме диссертации².

Научные исследования, направленные на переработку фосфатного сырья в односторонние и сложные удобрения осуществляются в ведущих научных центрах и высших образовательных учреждениях, в частности Florida Industrial and Phosphate Research Institute (США), BRGM – Water, Environment and Ecotechnology Direction, Research and Development Department of the Industrial Pole of of OCP Group (Франция), Vale Fertilizantes, Uberaba/Patrocínio (Бразилия), Shunkar Resources Plc (Англия), Institute of Inorganic Chemistry and Technology (Польша), в Российском химико-технологическом университете имени Д.И.Менделеева (РХТУ, Россия), в Южно-Казахстанском Государственном университете им. М.Ауезова (ЮКГУ, Казахстан) и в Институте общей и неорганической химии (Узбекистан).

В результате исследований, проведенных по разработке методов фосфорнокислотной переработки фосфатного сырья и их совершенствованию получен ряд научных результатов, в том числе: получен тройной суперфосфат из флоридского фосфорита по способу Dorr Oliver (Florida Industrial and Phosphate Research Institute, США), разработаны технологий получения простого и тройного суперфосфатов из Марроканского фосфоритного концентрата, измельченного до размер частиц 160 мкм (Research and Development Department of the Industrial Pole of of OCP Group, Франция), разработана технология двойного суперфосфата из апатитового концентрата (Vale Fertilizantes, Uberaba/Patrocínio, Бразилия), разработан состав МАФ и ДАФ марок 52:11 и 48:16 на основе бедных железистых фосфоритов Чилисия (Shunkar Resources Plc, Англия); создан способ очистки экстракционной фосфорной кислоты от примесей для получения фосфатных солей (Institute of Inorganic Chemistry and Technology, Польша), разработаны циклические способы получения двойного суперфосфата на основе фосфорно- и фосфорносолянокислотного

² Обзор иностранных научных исследований по теме диссертации: <http://www.fipr.state.fl.us/>, <https://www.dobersek.com/en/>, <https://www.gfar.net/organizations/fertilizers-research-institute-pulawy>, http://park.itc.u-tokyo.ac.jp/syokuei/index_e.html, http://park.itc.u-tokyo.ac.jp/syokuei/index_e.html, <http://en.ustc.edu.cn/>, <https://www.kdais.gov.tw/eng/view.php?catid=5565>, <http://www.niui.ru/>

разложения Польпинского фосфорита (РХТУ, Россия) и Каратауского фосфорита термической фосфорной кислотой (ЮКГУ, Казахстан).

В мире проводятся исследования по различным способам рациональной переработки фосфоритовых и апатитовых минералов по ряду приоритетных направлений, в том числе: по кислотной активации бедных, но реакционноспособных сортов фосфоритов; усовершенствованию технологии односторонних фосфорных удобрений многоретурным способом, минуя стадии нейтрализации; созданию технологических основ процесса получения стандартных удобрений путем разложения низкосортных фосфоритов термической фосфорной кислотой или её смесью с азотной и соляной кислот в едином цикле в новом жидкофазном режиме; разработке пароструйной технологии грануляции сложных фосфорсодержащих удобрений.

Степень изученности проблемы. В мировой научно-технической литературе имеется обширный материал по разработке технологии получения аммофосфата путем взаимодействия фосфоритов различных месторождений – Хибин, Каратау и Чилисай, как с самой ЭФК, так и её аммонизированным раствором (Сёмкин В.И., Дмитриевский Б.А., Ярош Б.Е. Ирецкая С.Н., Суетинов А.А., Стародубцев В.С.). Исследованиям по переработке низкосортных фосфоритов ЦК на аммофосфатные удобрения занимался Саттаров Т.А. Однако применение ЭФК для разложения карбонатных фосфоритов приводит к обильному пенообразованию, что препятствует ведению нормального технологического процесса.

В литературных источниках указаны сведения по получению двойного суперфосфата на основе разложения различных видов фосфоритов ЦК с применением неупаренной и упаренной ЭФК (Намазов Ш.С., Абдуллаев Б.Д., Беглов Б.М., Жураев М.Т., Мирзакулов Х.Ч., Шамаев Б.Э., Волынскова Н.В.) В них показана возможность получения двойного суперфосфата с применением только традиционного камерного и поточного методов. Циклический способ получения двойного суперфосфата в едином технологическом цикле, хотя разработан с применением, как качественного Хибинского и Ковдорского апатитового концентрата, так и низкосортного фосфатного сырья Каратау и Чилисай (Позин М.Е., Зинюк Р.Ю., Кузнецов А.А., Завертяева Т.И., Смирнов А.А., Шапкин М.А., Гуллер Б.Д., Мырзахметова Б.Б., Ахметова С.О), но в них не исследовано высококарбонатное сырьё, подобное фосфоритам ЦК.

Таким образом, в перечисленных работах не рассмотрен вопрос получения аммофосфатных удобрений путем взаимодействия фосфоритов ЦК с частично аммонизированной ЭФК из этого же вида фосфатного сырья. А циклический способ получения двойного суперфосфата на основе фосфоритов ЦК с высоким кальциевым модулем совершенно отсутствует.

Связь диссертационного исследования с тематическим планом научно-исследовательских работ. Диссертационное исследование выполнено в рамках плана научно-исследовательских работ Института общей и неорганической химии А-6-120 «Разработка безотходной технологии получения концентрированных сложного азотнофосфорного и

одностороннего фосфорного удобрений на базе местных фосфоритов Центральных Кызылкумов» (2006-2008 гг.), ФА-6-ТО50 «Разработка ресурсосберегающей технологии получения фосфорсодержащих удобрений с вовлечением в действующую технологию низкосортных фосфоритов Центральных Кызылкумов» (2009-2011 гг.), ФА-А12-137 «Разработка технологии переработки забалансовой руды фосфоритов Центральных Кызылкумов в фосфорсодержащие удобрения» (2015-2017 гг.) и хозяйственного договора ИД-8-8/1 «Применение на ОАО «Аммофос» технологии производства фосфорных удобрений на основе местного сырья».

Целью исследования является разработка ресурсосберегающей технологии получения концентрированных фосфорных и азотнофосфорных удобрений путем фосфорнокислотной переработки низкосортных фосфоритов Центральных Кызылкумов.

Задачи исследования:

изучение процесса взаимодействия различных видов необогащенных и обогащенных Кызылкумских фосфоритов частично аммонизированной ЭФК с получением аммофосфата;

исследование водонерастворимой части аммофосфатных удобрений из низкосортных фосфоритов ЦК и изучение физико-химических и товарных свойств готовых продуктов;

концентрирование ЭФК методом упарки с последующим изучением кинетики разложения фосфоритов ЦК в зависимости от нормы и концентрации упаренной ЭФК, температуры и времени процесса;

исследование влияния температуры и времени на кристаллизацию монокальцийфосфата, полученной при найденной оптимальной норме и концентрации ЭФК по циклической обработке фосфоритов ЦК;

изучение реологических свойств промежуточных и продукционных пульп, полученных по циклическому способу. Исследование процесса восстановления концентрированной ЭФК из маточного раствора с целью её возврата в цикл процесса разложения новой порции фосфорита;

нахождение оптимальных условий получения двойного суперфосфата и концентрированного азотнофосфорного удобрения путем разложения фосфоритов ЦК упаренной ЭФК по циклическому способу;

отработка технологических параметров процесса предлагаемых фосфорсодержащих удобрений на лабораторной модельной и укрупнённой установках, а также оценка агрохимической эффективности продуктов;

разработка технологических схем, расчёт материальных балансов и расчёт технико-экономических показателей производства концентрированных односторонних и сложных фосфорсодержащих удобрений.

Объектом исследования являются низкосортные фосфориты ЦК, ЭФК, серная кислота, недоразложенный фосфорит (кек), монокальцийфосфат, аммиак, маточный раствор, фосфогипс, аммофосфат, двойной суперфосфат и концентрированное азотнофосфорное удобрение.

Предметом исследования является процесс фосфорнокислотной переработки фосфоритов ЦК в аммофосфат, двойной суперфосфат и азотнофосфорное удобрение с применением частично аммонизированной и концентрированной ЭФК.

Методы исследования. Химические и физико-химические методы исследования: рентгенофазовый, ИК-спектроскопический, электронно-микроскопический и оптико-эмиссионная спектроскопия с индуктивно-связанной плазмой (ОЭС с ИСП).

Научная новизна диссертационного исследования заключается в следующем:

определено оптимальное массовое соотношение ЭФК : ФС и рН кислоты, при которых получено аммофосфатное удобрение с максимально высоким содержанием усвояемой и водорастворимой форм P_2O_5 , обладающее с хорошими физико-химическими и товарными свойствами;

доказаны основные показатели разложения различных фосфоритов ЦК при повышенных нормах упаренной ЭФК путем установления кинетических их закономерностей;

определено оптимальное время кристаллизации монокальцийфосфата и его солевой состав, содержащий в основном дигидрофосфат кальция путем применения электронной микроскопии и ОЭС с ИСП;

обосновано возможность кристаллизации монокальцийфосфата из продуктов разложения фосфатного сырья концентрированной фосфорной кислотой и восстановления ЭФК в едином цикле и получения двойного суперфосфата высокого качества;

определен возможность получения высококонцентрированного азотнофосфорного удобрения путем аммонизации кислого двойного суперфосфата, полученного циклическим способом;

разработаны технологии получения новых видов односторонних и сложных удобрений путем вовлечения низкосортных фосфоритов.

Практические результаты исследования заключаются в следующем:

разработана технология получения аммофосфатного удобрения путем вовлечения слабого раствора аммонизированной ЭФК и низкосортных фосфоритов без стадии упарки аммофосфатной пульпы на оборудовании аммофосного производства;

разработан циклический способ получения двойного суперфосфата и концентрированного азотнофосфорного удобрения путем разложения фосфоритов ЦК повышенной нормой концентрированной ЭФК с последующим разделением кальцийфосфатной суспензии на жидкую и твердую фазы, нейтрализацией кислого монокальцийфосфата различными реагентами (мел, негашеная известь, фосфорит и аммиак);

разработаны оптимальные параметры и технологические схемы получения аммофосфата, двойного суперфосфата, концентрированного азотнофосфорного удобрения, которые по составу и качеству удовлетворяют требованиям ГОСТ.

Достоверность результатов исследования. Результаты химического (аналитическая химия) и физико-химического (рентгенофазовый, ИК-спектроскопический, ОЭС с ИСП) методов анализа подтверждены актами испытаний в условиях СП-АО «Электрохимзавод».

Научная и практическая значимость результатов исследования.

Научная значимость результатов исследования заключается в создании научной основы активации и разложения фосфоритов ЦК частично аммонизированной ЭФК и повышенной нормой фосфорной кислоты путем установления усвояемого фосфора в водонерастворимой части и их кинетических констант, изучении реологических характеристик промежуточных и продукционных пульп, установлении температурных пределов при условиях циклической переработки фосфоритов, а также нахождении оптимальных параметров восстановления концентрированной ЭФК без последующей её упарки, вовлечении низкосортных фосфоритов ЦК в производство концентрированных односторонних и сложных фосфорных удобрений.

Практическая значимость работы заключается в разработке технологии получения новых видов высококонцентрированных фосфорсодержащих удобрений на базе низкосортных Кызылкумских фосфоритов без стадии их обогащения, к тому же исключении энергоемкого процесса упарки ЭФК либо пульпы. Разработанная технология позволит снизить расходные коэффициенты аммиака, серной кислоты и теплоэнергетические затраты на получение одной тонны P_2O_5 в готовом продукте. При организации производства данных продуктов сельское хозяйство обеспечивается такими удобрениями, как одинарные фосфорные для внесения под зябь и азотнофосфорные с севом и в подкормки, а это служит к достижению высокой агрохимической эффективности.

Внедрение результатов исследования. На основе полученных научных результатов по разработке технологий получения концентрированных одинарных фосфорных и азотнофосфорных удобрений на основе низкосортных фосфоритов ЦК:

технология производства аммофосфата внедрена в практику на СП-АО «Электрохимзавод» (справка АО «Uzkimyosanoat» № 01/3-3453 от 13 июня 2019 года). В результате создано возможность вовлечения в производство карбонатных фосфоритов путем их активации частично аммонизированной ЭФК;

технология получения двойного суперфосфата марки «Б» на основе фосфорнокислотной переработки низкосортных фосфоритов циклическим способом внедрена в практику на СП-АО «Электрохимзавод» (справка АО «Uzkimyosanoat» № 01/3-3453 от 13 июня 2019 года). В результате появляется возможность расширения ассортимента концентрированных одинарных фосфорных удобрений, эффективных для внесения под зяблевую вспашку;

технология получения высококонцентрированного азотно-фосфорного удобрения путем аммонизации кислого двойного суперфосфата, полученного

циклическим способом внедрена в практику на СП-АО «Электрохимзавод» (справка АО «Uzkiimyosanoat» № 01/3-3453 от 13 июня 2019 года). В результате появляется возможность производства экспортоориентированных продуктов альтернативного варианта;

заключен хозяйственный договор с Государственным предприятием «Навоийский горно-металлургический комбинат» на X республиканской ярмарке инновационных идей, технологий и проектов по разработке технологии по эффективному использованию минерализованной массы Кызылкумского фосфоритового комплекса (зарегистрировано 11 мая 2017 года под номером №661). В результате создано возможность прямой переработки крупнотоннажного отхода – минерализованной массы в фосфорные удобрения.

Апробация результатов исследования. Результаты данного исследования были доложены и обсуждены на 7 международных и 16 республиканских научно-практических конференциях.

Опубликованность результатов исследования. По теме диссертации опубликованы 43 научных работ. Из них 17 научных статей, в том числе 5 в республиканских и 12 в зарубежных журналах, рекомендованных Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан для публикации основных научных результатов диссертаций.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, списка использованной литературы и приложений. Объем диссертации составляет 200 страниц.

ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обоснована актуальность и востребованность проведенного исследования, сформулированы цель и задачи исследования, характеризуются объект и предмет исследования, показано соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологий республики, излагаются научная новизна и практические результаты исследования, внедрение их в практику, сведения по опубликованным работам и структуре диссертации.

В первой главе «**Современное состояние и пути решения проблемы переработки фосфоритов в односторонние и сложные фосфорсодержащие удобрения**» даётся характеристика фосфатного сырья ЦК и описание действующего термического его обогащения на Кызылкумском фосфоритном комплексе, а также сделанные попытки применения альтернативных методов термическому способу. Проанализированы работы зарубежных и отечественных ученых в области переработки как качественного, так и низкосортного фосфатного сырья в односторонние и комплексные удобрения. Обсуждены вопросы циклического способа получения двойного суперфосфата. Критический анализ опубликованных работ послужили сформулировать цель и задачи настоящего исследования.

Во второй главе диссертации «Аммофосфатные удобрения на основе активации Кызылкумских фосфоритов частично аммонизированной экстракционной фосфорной кислотой» приведены составы различных марок фосфоритов ЦК (табл. 1), методы проведения химического и физико-химического анализа исходного сырья и готовых продуктов. В этой главе изучен процесс получения аммофосфатных удобрений путем взаимодействия рядовой фосмуки (РФМ), обогащенного фосфатного сырья (ФС): мытого сушеного концентрата (МСК), мытого обожженного концентрата (МОК) и химически обогащенного концентрата (ХОК) и их отходов: пылевидной фракции (ПФ) и минерализованной массы (ММ) с частично аммонизированными (рН = 1,2; 1,5; 1,7; 1,8; 2,0; 2,2 и 2,5) растворами ЭФК.

Таблица 1

Химический состав фосфоритов Центральных Кызылкумов

Виды фосфатного сырья	Содержание компонентов, вес. %								$\frac{P_2O_{5\text{обн.}}}{P_2O_{5\text{изв.}}} \times 100, \%$	СаО : P ₂ O ₅
	P ₂ O ₅	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	F	CO ₂	н.о.		
РФМ	17,20	46,22	1,75	1,05	1,24	2,00	16,00	7,69	18,50	2,69
МОК	27,26	53,36	0,61	0,51	1,30	2,91	2,41	5,95	12,24	1,96
ХОК	26,55	41,62	1,36	0,93	1,86	2,37	2,89	9,45	44,71	1,57
МСК	18,22	47,28	0,99	0,60	1,18	2,29	14,90	6,81	17,80	2,60
ПФ	18,54	44,72	0,80	0,80	0,95	2,22	14,80	8,54	20,71	2,41
ММ	14,68	40,80	0,53	1,37	1,17	1,85	12,80	11,89	16,41	2,78

Процесс активации проводили в интервале массовых соотношений ЭФК : ФС = 100 : (15-50) при 65°С в течение 30 мин. После чего аммофосфатные пульпы подвергались сушке при 105°С до постоянного веса. Гранулирование влажной массы осуществляли в процессе сушки методом окатывания. Составы продуктов, полученных на примере РФМ, приведены в табл. 2.

Для всех марок фосфатного сырья наблюдаются следующие закономерности: чем ниже значение рН кислоты и меньше количества фосфатного сырья по отношению аммонизированной ЭФК, тем выше степень декарбонизации сырья, а следовательно тем концентрированнее продукт по общей, усвояемой и водной формам фосфора.

Так, в случае применения ЭФК с рН = 1,2 и соотношения ЭФК : ФС = 100 : 50 степень декарбонизации РФМ равняется 82,8%, тогда как при рН = 2,5 и том же соотношении ЭФК : ФС она составляет всего 68,77%. С уменьшением массовой доли РФМ до ЭФК : ФС = 100 : 20 этот показатель при рН = 1,2 равняется 95,11%, а при рН = 2,5 – 83,03%. Аналогичная картина наблюдается для остальных видов фосфатного сырья. Здесь также достигается высокая степень декарбонизации сырья, говорящая о том, что в первую очередь разлагаются карбонаты.

Точно такая закономерность установлена и в отношении усвояемой формы P₂O₅ в удобрениях. Для РФМ при рН кислоты 1,2 и ЭФК : ФС = 100 : 15 продукт имеет P₂O₅_{усв.} : P₂O₅_{общ.} = 98,6%, а при ЭФК : ФС = 100 : 50 – 80,01%. При одном и том же значении рН ЭФК, равным 1,2 увеличение количества ФС от 15 до 50г по отношению 100г ЭФК приводит к снижению в

Таблица 2

Химический состав аммофосфатных удобрений на основе частично аммонизированной фосфорной кислоты и рядовой фосмуки

Массовое соотношение ЭФК : ФС	рН продукта	Химический состав высушенных продуктов, масс. %						
		P ₂ O ₅ общ	P ₂ O ₅ усв.	P ₂ O ₅ водн.	CaO _{общ.}	CaO _{усв.}	CaO _{водн.}	N
Частично аммонизированная до рН = 1,2 ЭФК (P ₂ O ₅ – 17,35 %, N – 1,86 %)								
100 : 15	2,80	41,36	40,78	31,76	14,50	11,60	6,88	3,69
100 : 20	2,91	39,85	38,36	29,09	17,95	14,07	7,66	3,41
100 : 30	3,50	36,40	33,21	23,68	22,61	16,80	7,22	2,94
100 : 40	4,01	34,36	29,82	18,07	26,60	18,11	4,48	2,52
100 : 50	4,46	33,05	26,44	11,53	29,43	18,26	3,44	2,27
Частично аммонизированная до рН = 1,5 ЭФК (P ₂ O ₅ – 16,74 %, N – 2,13 %)								
100 : 15	3,16	41,01	40,13	31,27	31,27	14,41	11,37	4,55
100 : 20	3,25	39,01	37,06	27,85	27,85	17,70	13,55	4,10
100 : 30	3,75	35,63	32,25	22,77	22,77	22,41	16,22	3,47
100 : 40	4,40	34,03	28,91	17,56	17,56	26,39	17,40	3,07
100 : 50	4,75	32,50	25,38	10,77	10,77	29,25	17,51	2,70
Частично аммонизированная до рН = 2,5 ЭФК (P ₂ O ₅ – 15,60 %, N – 2,77 %)								
100 : 15	3,91	35,10	32,23	23,68	13,79	8,94	4,56	5,60
100 : 20	4,40	34,50	30,19	21,87	17,10	10,51	4,75	5,44
100 : 30	4,84	33,60	27,33	18,40	21,64	11,87	4,33	4,53
100 : 40	5,30	32,07	23,69	13,15	25,68	12,20	2,44	4,19
100 : 50	5,70	30,70	19,96	7,61	28,5	12,52	2,45	3,54

удобрениях относительного содержания водорастворимой и усвояемой формы P₂O₅ от 76,79 до 34,89% и от 98,60 до 80,01% соответственно. Общая картина активации для МОК, МСК, ХОК, ПФ и ММ аналогична. Различаются между собой только абсолютные значения содержания компонентов в продуктах.

В сельском хозяйстве наиболее ценными удобрениями считаются те, в которых P₂O₅водн. : P₂O₅общ. составляет 50 и более процентов. Для получения такого удобрения мы считаем оптимальными: для РФМ значение рН кислоты 1,2-2,0 и соотношение ЭФК : ФС = 100 : (15-35). При этом состав удобрений меняется в пределах (масс. %): P₂O₅общ. – 33,58-41,36; P₂O₅усв. – 28,44-40,78; P₂O₅водн. – 18,31-31,76; CaO_{общ.} – 14,11-24,78; CaO_{усв.} – 10,32-17,35; CaO_{водн.} – 5,18-7,69; P₂O₅усв. : P₂O₅общ. = 84,69-98,60; P₂O₅водн. : P₂O₅общ. = 54,53-76,79; N – 2,73-5,16. Для ММ – отхода сухой сортировки руды оптимальными можно считать рН = 1,2-1,5 и ЭФК : ФС = 100 : (15-30), при которых получают удобрения состава (масс. %): P₂O₅общ. – 34,43-40,06; P₂O₅усв. – 28,11-36,34; P₂O₅водн. – 18,50-27,98; CaO_{общ.} – 12,76-19,96; CaO_{усв.} – 9,74-14,22; CaO_{водн.} – 3,78-5,51; P₂O₅усв. : P₂O₅общ. = 81,64-90,71; P₂O₅водн. : P₂O₅общ. – 53,73-69,84; N – 2,97-4,48. При этих значениях рН кислоты для МСК и ПФ оптимальным соотношением ЭФК : ФС является 100 : (15-30), при котором получается удобрение с содержанием P₂O₅водн. : P₂O₅общ., превышающим 50%.

Применение обогащенных концентратов также позволяют получить более концентрированное аммофосфатное удобрение. Так, для МОК

оптимальными считаются рН ЭФК = 1,5 и ЭФК : ФС = 100 : 40. При этом получается продукт с содержанием $P_2O_{5\text{общ.}}$ 35,73%, P_2O_5 : $P_2O_{5\text{общ.}}$ = 79,35%, $P_2O_{5\text{водн.}}$: $P_2O_{5\text{общ.}}$ = 53,74%, N 3,14%. Для ХОК оптимальным рН ЭФК = 1,2 и соотношение ЭФК : ФС = 100 : 30. При этом продукт содержит $P_2O_{5\text{общ.}}$ 39,83%, $P_2O_{5\text{усв.}}$: $P_2O_{5\text{общ.}}$ = 87,55%, $P_2O_{5\text{водн.}}$: $P_2O_{5\text{общ.}}$ = 60,36% и N 5,84%.

Результаты рентгенофазовых и ИК-спектроскопических исследований аммофосфатных удобрений показывают, что они состоят в основном из моноаммонийфосфата, моно- и дикальцийфосфата, активированного фторкарбонатапатита. Поэтому их принято называть «частично разложенными фосфатами». При изучении водонерастворимой части удобрений в первую очередь обращается внимание на относительное содержание усвояемой формы P_2O_5 , являющегося основным показателем любых фосфорных удобрений. В зависимости от рН и соотношения ЭФК : ФС в водонерастворимой части удобрений отношение $P_2O_{5\text{усв.}}$: $P_2O_{5\text{общ.}}$ составляет 52,83-59,23; 44,29-55,17; 49,79-56,79 и 44,30-56,15% для РФМ, МСК, ПФ и ММ, тогда как этот показатель в исходном сырье 18,5; 17,80; 20,71; 16,41% соответственно. Это свидетельствует о том, что в процессе обработки сырья с аммонизированной ЭФК происходит активация фосфатного минерала, то есть последний хотя и остается недоразложенным, но его фосфор переходит в усвояемую для растений форму.

Прочность гранул удобрений имеют не менее 3 МПа, а гигроскопическая их точка составляет 72-78%, до 20% влажности сохраняют свой первоначальный вид. Продукты со слабой гигроскопической точкой и такой влагоемкостью вполне пригодны для бестарного хранения и перевозки.

Рассчитан материальный баланс и предложена технологическая схема производства аммофосфатных удобрений (рис. 1).

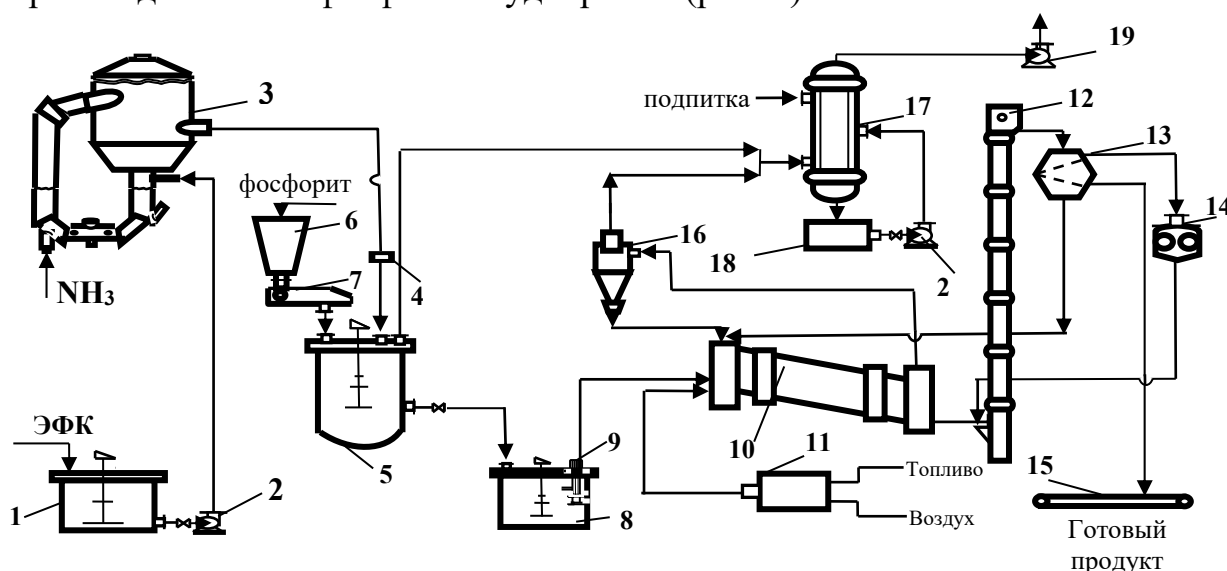


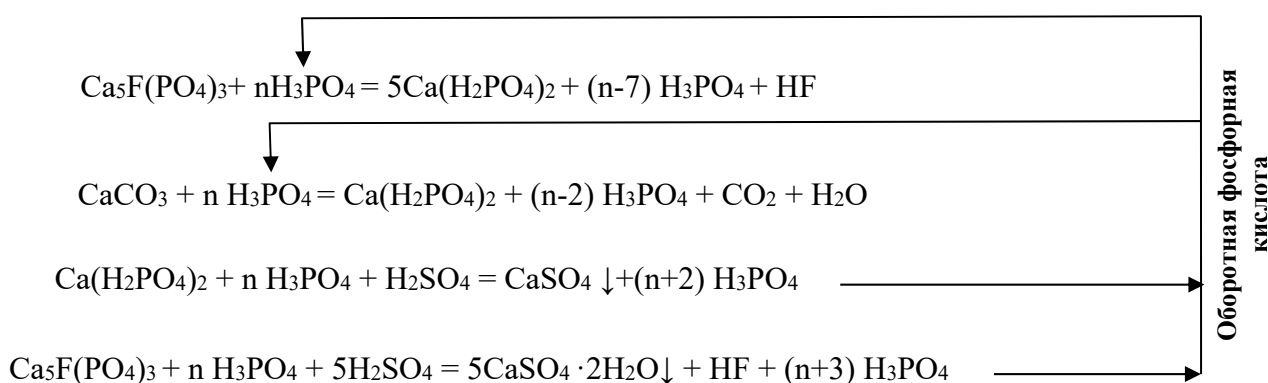
Рис. 1. Принципиальная технологическая схема получения аммофосфатных удобрений:

1-сборник ЭФК; 2-центробежный насос; 3-аппарат САИ; 4-щелевой дозатор; 5-реактор; 6-бункер; 7-питатель; 8-сборник пыли; 9-погружной насос; 10-аппарат БГС; 11-топка; 12-ленточный конвейер; 13-грохот; 14-дробилка; 15-транспортерная лента; 16-циклон; 17-абсорбер; 18-емкость для циркуляционного раствора; 19-вентилятор.

Технология состоит из следующих стадий: 1) частичная аммонизация ЭФК, исключая процесс пенообразования с карбонатным сырьем; 2) взаимодействие фосфоритов с аммонизированной ЭФК. 3) Сушка, грануляция, дробление и рассев.

Третья глава «Кинетические основы разложения Кызылкумских фосфоритов повышенной нормой упаренной фосфорной кислоты для получения высококонцентрированных фосфорсодержащих удобрений циклическим способом» посвящена изучению кинетики разложения РФМ и МОК повышенной нормой упаренной ЭФК с различной её концентрацией (35,69; 41,20; 44,98% P₂O₅) при температуре 70-100°C.

Химизм процесса циклического способа разложения фосфоритов ЦК, а также восстановление фосфорной кислоты и возврата её в цикл предусматривается по нижеприведённым уравнениям:



Повышение температуры в реакционной массе составляет в среднем на 25-30 и 15-20°C соответственно при разложении МОК и РФМ, что связано с выделением теплоты при образовании продуктов реакции фосфорнокислотного разложения фторатапатита (-8417,35 кДж/моль), кальцита (-278,35 кДж/моль) и свободного СаО в МОК (-219,50 кДж/моль).

Основным показателем кинетических констант является коэффициент разложения (K_{раз.}) фосфатного сырья. Процесс разложения РФМ может быть условно разделен на 2 стадии: «быструю» и «медленную» (рис. 2).

Первая стадия характеризуется с максимальной степенью разложения, чем вторая и практически заканчивается через 15-30 мин. В интервале 5-60 мин разложение сырья проходит в кинетической, а при 60-120 мин в диффузионной областях. Из иллюстраций видно, что чем выше температура, норма и время разложения, тем выше K_{раз.} В то же время, повышение концентрации фосфорной кислоты, наоборот, приводит к снижению K_{раз.}

МОК в отличие от карбонатсодержащей РФМ разлагается в фосфорной кислоте относительно медленно. Высокий показатель K_{раз.}. МОК достигает порядка 96,67; 93,56 и 91,65% при температуре – 373К, времени разложения 120 мин. и 1000 %-ной норме и концентрацией фосфорной кислоты 35,69; 41,20 и 44,98% P₂O₅ соответственно. А высокое значение K_{раз.} – 99,95% для РФМ достигается при оптимальной 950 %-ной норме и концентрации фосфорной кислоты 35,69% P₂O₅. В то же время для концентраций ЭФК

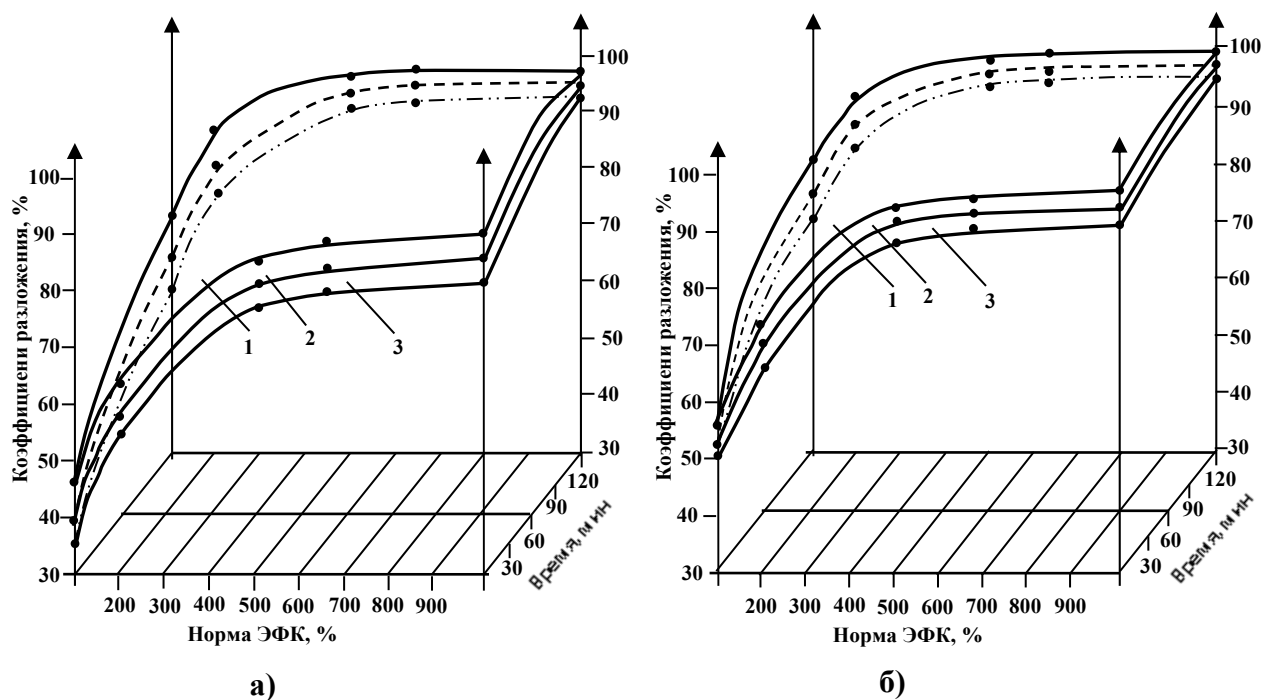


Рис. 2. Зависимость изменения коэффициента разложения рядовой фосмуки от времени, нормы и концентрации P_2O_5 (1-35,69%; 2-41,20%; 3-44,98%) фосфорной кислоты при температурах 343 К (а) и 373 К (б).

41,20 и 44,98% P_2O_5 $K_{раз}$ составляет 98,96 и 97,87% соответственно. Экспериментальные данные по $K_{раз}$ позволили рассчитать константу разложения фосфатного сырья. Определение порядка реакции разложения рассчитывали по кинетическому уравнению первого порядка согласно:

$$K = 2,303 / \tau \cdot \ln(1 / (1 - K_{раз})) \quad (1)$$

Константа скорости разложения МОК и РФМ при нормах ЭФК в диапазоне 200-300%; 300-400%; 300-500% и 200-300%; 400-500%; 400-600% от стехиометрии с концентрациями 35,69; 41,20 и 44,98% P_2O_5 , продолжительности взаимодействия 15-120 мин. и температуре 70-100°C составляет в пределах 0,011527-0,061150; 0,011749-0,064206; 0,010098-0,065778 и 0,018365-0,172324; 0,020783-0,206880; 0,109840-0,187332 τ^{-1} (c^{-1}) соответственно.

Прямолинейная зависимость $\ln(1/1-K_{раз})$ от τ , свидетельствующая о протекании реакции разложения РФМ (при 35,69% P_2O_5 кислоты) представлена по первому порядку (рис. 3).

Константа скорости реакции повышается с ростом температуры и эта зависимость подчиняется закону Аррениуса согласно:

$$K = K_0 e^{-E/RT} \quad (2)$$

С целью установления скорости разложения, согласно данному закону вычислены постоянные (K_0) и выведено уравнение зависимости среднего значения $\lg K$ от $1/T$ и нормы ЭФК.

На рис. 3 также представлены рассчитанные по уравнениям значения $\lg K$ при 343-373 К для РФМ, где зависимость константы скорости реакции от

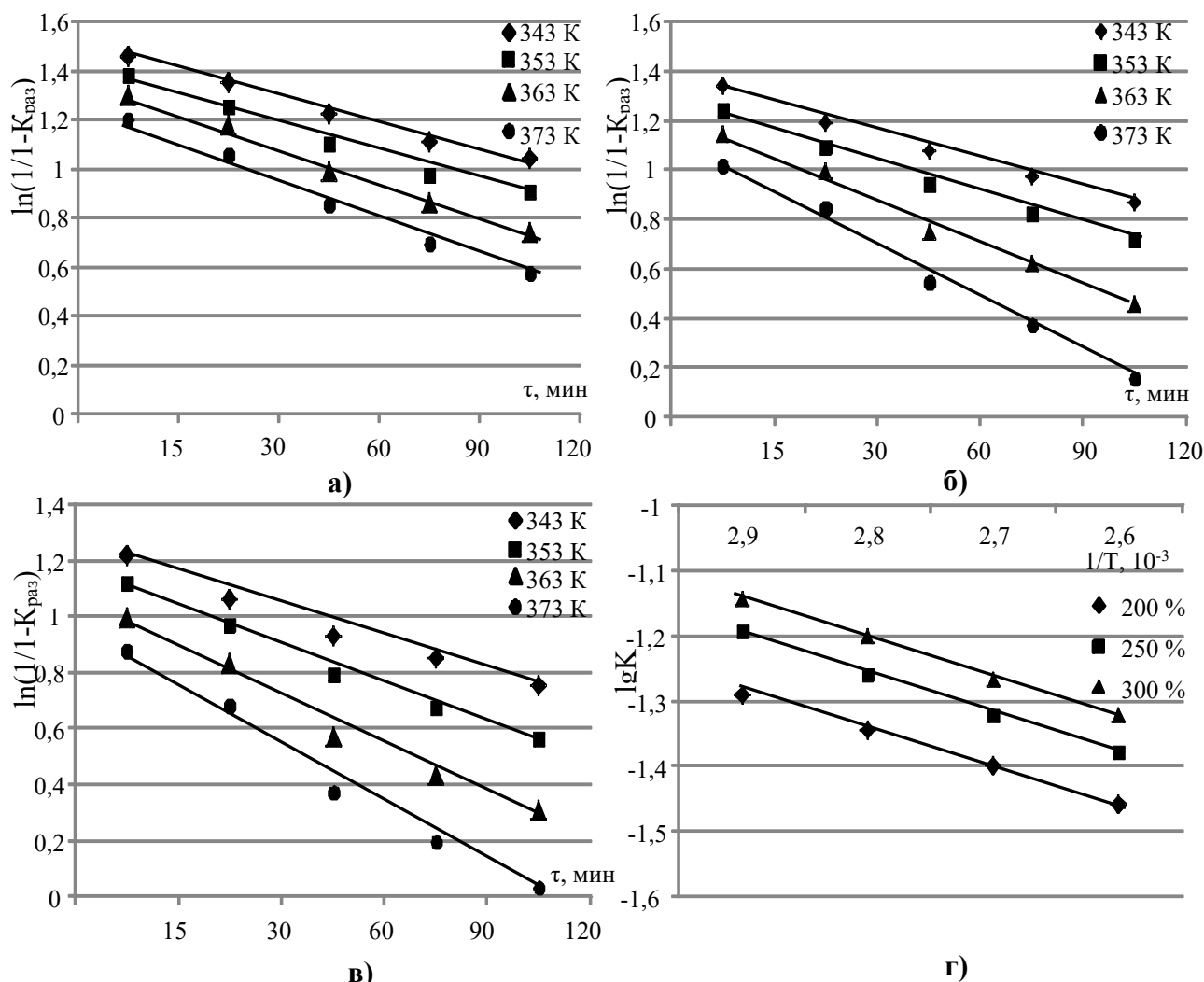


Рис. 3. Зависимость $\ln(1/1-K_{\text{раз}})$ от τ для процессов разложения РФМ ЭФК 35,69% P_2O_5 при стехиометрических нормах ЭФК 200% (а), 250% (б), 300% (в), а также (г) зависимость $\lg K$ от $1/T$ при нормах 200, 250 и 300%.

температуры выражается прямолинейно. В зависимости от нормы и концентрации упаренной ЭФК при температурах 343-373К значение кажущейся энергии активации E_a для МОК и РФМ лежит от 1,87 до 3,27 ккал/моль или от 7,82 до 13,67 кДж/моль и от 2,11 до 4,10 ккал/моль или от 8,85 до 17,15 кДж/моль, а среднее значение их составляет 9,25-12,93 и 11,62-15,23 кДж/моль соответственно. Всё это свидетельствуют о достаточной реакционной способности фосфоритов ЦК.

Изучено влияние температуры и времени охлаждения на фильтрат, выделенного, при оптимальной условия. Фильтрат подвергали охлаждению при температурах 20, 30 и 40°C в течение 30, 60, 120 и 240 мин. По истечению заданного времени образующиеся кристаллы МКФ отделены от маточного раствора методом центрифугирования. Выявлено, что поле кристаллизации МКФ в основном образуется между границами кинетических и диффузионных областей.

Высокое содержание P_2O_5 от 44,60 до 50,26% в фосфорнокислотном экстракте достигается при температуре кристаллизации 40°C. Затем кислый МКФ тщательно промывает ацетоном и подвергнут элементному анализу –ОЭС

с ИСП с целью установления солевого состава в кислом МКФ. Показано, что кристаллы в основном состоят из дигидрофосфата кальция (62,47-79,31%). Микроскопические исследования кристаллов МКФ показали, что при времени кристаллизации 30 мин они имеют размер от 1,14 x 1,14 мкм до 2,86 x 1,14 мкм частиц, а при 120 мин от 2,58 x 1,43 мкм до 8,58 x 7,15 мкм по длине и ширине.

Таким образом, установлен оптимальный режим кристаллизации МКФ из продуктов разложения для ЭФК 35,69; 41,20; 44,98% P_2O_5 соответственно при нормах 200-300%; 300-500% и 300-600%, температуре – 90-95°C и времени 60 мин.

В четвертой главе **«Циклический способ получения двойного суперфосфата на основе разложения фосфоритов Центральных Кызылкумов упаренной фосфорной кислотой»** изучен процесс получения двойного суперфосфата путем разложения РФМ и МОК упаренной ЭФК при повышенных нормах последней.

Лабораторные опыты проводились в условиях термостатирования с использованием трубчатого стеклянного реактора, снабженного винтовой мешалкой с электродвигателем. Температура в термостате поддерживалась с помощью терморегулятора. Разложение проводили при 95°C в течение 60 мин. при нормах 200-300% для ЭФК 35,69% P_2O_5 , 300-500% для ЭФК 41,20% P_2O_5 ; 300-600 % для ЭФК 44,98% P_2O_5 .

После завершения кальцийфосфатную пульпу, представленную из недоразложенного фосфатного осадка и насыщенного раствора МКФ разделяли на твердую и жидкую фазы. После чего из жидкой фазы кристаллизовали МКФ в изогидрических условиях при оптимальной температуре 40°C в течение 2 часов. Образующиеся кристаллы МКФ отделяли от маточного раствора методом центрифугирования.

Химическим анализом как твердого, так и жидкого фаз установлено, что концентрация и норма ЭФК ощутимо влияют на степень перехода компонентов по фазам (недоразложенный фосфорит, МКФ и маточный раствор). Показано, что чем меньше берётся нормы и больше концентрации фосфорной кислоты для разложения фосфатного сырья, тем выше содержания компонентов в недоразложенном осадке. В любых нормах ЭФК снижение её концентрации по P_2O_5 способствует повышению степени перехода компонентов в кислый МКФ и маточный раствор.

Так, при разложении МОК и РФМ с 41,20%-ной фосфорной кислотой и её нормах 300-400 и 400-500% от стехиометрии степень распределения компонентов по твердой и жидкой фазам показывают, что в осадок переходит от 23,15 до 37,34%; от 65,37 до 69,86%; от 29,20 до 39,55%; от 35,63 до 42,70%; от 29,84 до 38,66% и от 22,72 до 24,13%; от 62,55 до 66,74%; от 45,76 до 49,17%; от 25,56 до 28,57%; от 23,94 до 26,22% P_2O_5 ; CaO; MgO; Fe_2O_3 и Al_2O_3 соответственно. После кристаллизации жидкой фазы в МКФ переходит от 22,75 до 25,74% P_2O_5 ; от 18,53 до 20,21% CaO; от 15,04 до 32,20% MgO; от 18,39 до 26,97% Fe_2O_3 ; от 14,14 до 22,16% Al_2O_3 и от 23,37 до 24,48% P_2O_5 ; от 16,97 до 20,04% CaO; от 18,08 до 20,44% MgO; от 21,80 до

22,56% Fe₂O₃; от 18,31 до 19,23% Al₂O₃, а остальные количества этих компонентов остаются в составе маточного раствора. Такая картина наблюдается для концентраций 35,69 и 44,98% P₂O₅ кислоты. Во всех изучаемых нормах и концентрациях ЭФК сульфатные ионы полностью переходят в состав недоразложенного фосфатного осадка в виде CaSO₄.

Применяя циклический способ получения двойного суперфосфата были выделены три разных фосфатных составляющих: недоразложенный фосфатный осадок, кислые кристаллы МКФ и маточный раствор ЭФК. Их состав приведен в табл. 3.

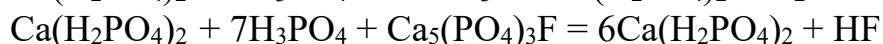
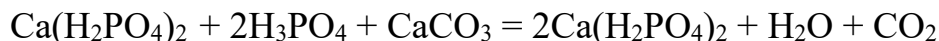
Таблица 3

Состав фосфатных составляющих, полученных путем разложения МОК и РФМ упаренной ЭФК с концентрацией 41,20% P₂O₅

Наименование фосфатных составляющих	Химический состав, %							
	P ₂ O ₅ общ	P ₂ O ₅ водн	P ₂ O ₅ своб.	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SO ₃
При разложении МОК и норме ЭФК - 350% от стехиометрии								
Фосфатный осадок	32,45	30,32	22,17	13,37	0,99	0,89	1,64	9,56
Кислый МКФ	45,40	44,20	24,72	6,26	1,13	0,83	1,46	0,15
Маточный раствор	42,46	-	-	2,02	0,98	0,68	1,87	0,008
При разложении РФМ и норме ЭФК - 450% от стехиометрии								
Фосфатный осадок	32,04	31,97	22,87	12,54	1,79	0,75	1,49	10,91
Кислый МКФ	44,79	43,83	25,71	5,15	1,02	0,86	1,55	0,064
Маточный раствор	42,04	-	-	1,93	0,71	0,82	1,95	0,097

Из неё видно, что при разложении МОК и РФМ в недоразложенной их части содержание P₂O₅общ. составляет 32,45 и 32,04% соответственно. При этом содержания водной и свободной форм P₂O₅ – 30,32; 22,17% и 31,97; 22,87% соответственно. А остальные – SO₃; CaO; MgO; Fe₂O₃ и Al₂O₃ содержатся в порядке 9,56; 10,91 и 13,37; 12,54 и 0,99; 1,79 и 0,89; 0,75 и 1,64; 1,49% соответственно. Состав основного продукта – кислого МКФ выглядит следующим образом: для МОК – 45,40% P₂O₅; 6,26% CaO; 1,13% MgO; 0,83% Fe₂O₃; 1,46% Al₂O₃ и 0,15% SO₃, а для РФМ – 44,79% P₂O₅; 5,15% CaO; 1,02% MgO; 0,86% Fe₂O₃; 1,55% Al₂O₃ и 0,097% SO₃. В кислом МКФ оставались до 24,72 и 25,71% P₂O₅своб. соответственно для МОК и РФМ. А маточный раствор содержит 42,04-42,46% и 1,93 -2,02% P₂O₅ и CaO, соответственно.

В виду того, что МКФ содержит значительное количество свободной P₂O₅ в виде H₃PO₄, кислый продукт нейтрализовали высококарбонатными РФМ, ММ, а также МОК. Общая картина результатов взаимодействия различных видов фосфатного сырья со свободной фосфорной кислотой аналогична. В первую очередь идет разложение карбонатов или свободного окиси кальция МОК и одновременно, но в меньшей степени разлагается фосфатный минерал с образованием МКФ по реакциям:



Норму фосфатного сырья брали для нейтрализации свободной H_3PO_4 в пределах 70-100% от стехиометрии на образование $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$. Процесс нейтрализации кислого МКФ проводили при 75-80°C в течение 30 мин с последующим гранулированием методом окатывания. Затем полученные гранулы высушивались при 90-95°C. При этом рН конечных продуктов составляет не менее 3,0, в них содержание $\text{P}_2\text{O}_{5\text{своб.}}$ колеблется в пределах 1,15-3,0%. Состав готовых образцов двойного суперфосфата с применением в качестве нейтрализующей добавки ММ приведены в табл. 4.

Таблица 4

Состав двойного суперфосфата на основе нейтрализации кислого МКФ с помощью ММ

Норма ММ на образование $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$, %	рН готового продукта	$\text{P}_2\text{O}_{5\text{общ}}$	$\text{CaO}_{\text{общ.}}$	$\text{P}_2\text{O}_{5\text{усв.}}$: $\text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}}$ %	$\text{P}_2\text{O}_{5\text{водн.}}$: $\text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}}$ %	$\text{CaO}_{\text{усв.}}$: $\text{CaO}_{\text{общ.}}$ %	$\text{CaO}_{\text{водн.}}$: $\text{CaO}_{\text{общ.}}$ %
на основе кислого МКФ из РФМ (при $N_{\text{ЭФК}} - 200\%$ и $S_{\text{ЭФК}} - 35,69\%$ P_2O_5)							
100	2,84	46,69	18,73	96,47	89,16	95,78	74,85
90	2,91	46,12	19,57	95,03	87,79	94,84	70,67
80	2,95	45,54	20,61	94,16	84,91	93,50	67,05
70	3,01	43,37	21,15	93,41	82,18	92,72	60,33
на основе кислого МКФ из РФМ (при $N_{\text{ЭФК}} - 400\%$ и $S_{\text{ЭФК}} - 41,20\%$ P_2O_5)							
100	2,90	46,60	16,22	96,82	89,44	95,81	74,91
90	2,92	46,18	17,10	95,21	87,79	94,91	70,70
80	2,96	45,71	18,23	94,36	85,08	93,53	67,53
70	3,05	44,17	19,16	93,28	82,29	92,74	61,48
на основе кислого МКФ из РФМ (при $N_{\text{ЭФК}} - 500\%$ и $S_{\text{ЭФК}} - 41,20\%$ P_2O_5)							
100	2,86	46,56	16,35	96,61	89,26	95,53	74,68
90	2,94	46,00	17,31	95,72	87,52	94,63	70,59
80	2,97	45,59	18,54	94,45	85,00	93,15	67,04
70	3,03	43,65	19,42	93,26	82,11	92,38	60,14
на основе кислого МКФ из РФМ (при $N_{\text{ЭФК}} - 400\%$ и $S_{\text{ЭФК}} - 44,98\%$ P_2O_5)							
100	2,92	46,59	16,69	96,37	89,20	95,45	74,66
90	2,96	45,96	17,55	95,50	87,51	94,53	70,48
80	2,98	45,51	18,71	94,40	84,90	93,00	66,97
70	3,07	43,74	19,63	93,19	82,01	92,26	60,11
на основе кислого МКФ из РФМ (при $N_{\text{ЭФК}} - 600\%$ и $S_{\text{ЭФК}} - 44,98\%$ P_2O_5)							
100	2,82	46,52	16,84	96,17	88,80	95,19	74,17
90	2,89	45,89	17,75	95,12	87,97	94,42	69,86
80	2,93	45,53	19,01	94,05	84,70	93,90	67,28
70	3,00	43,72	19,92	92,86	81,63	91,01	60,64

Показано, что при разложении РФМ повышение нормы и концентрации ЭФК, хотя не влияет на состав гранулированного продукта, но она зависит от вида и нормы нейтрализующей добавки. Так, при $N_{\text{ЭФК}} - 200\%$ и $S_{\text{ЭФК}} - 35,69\%$ P_2O_5 увеличение нормы ММ от 70 до 100% способствует повышению содержания $\text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}}$ от 43,37 до 46,69%, $\text{P}_2\text{O}_{5\text{усв.}}$ от 93,33 до 96,47% и $\text{P}_2\text{O}_{5\text{водн.}}$ от 82,13 до 89,16%. Аналогичная картина наблюдается для остальных норм и концентраций ЭФК. В зависимости от условий опытов прочность гранул двойного суперфосфата колеблется в пределах 2,11-4,86 МПа. Анализируя

данные табл. 4 можно делать вывод о том, что при изучаемых нормах и концентраций ЭФК ($N_{\text{ЭФК}} - 200-600\%$; $C_{\text{ЭФК}} - 35,69-44,98\% P_2O_5$) для нейтрализации свободной фосфорной кислоты МКФ оптимальной нормой нейтрализаторов (РФМ, ММ и МОК) является 70-80% от стехиометрии.

При оптимальных условиях МОК ($N_{\text{ЭФК}} - 350\%$ и $C_{\text{ЭФК}} - 41,20\% P_2O_5$) с использованием нейтрализующей добавки – МОК получается продукт, имеющий $P_2O_{5\text{общ.}}$ от 47,74 до 50,54%; $P_2O_{5\text{усв.}} : P_2O_{5\text{общ.}} = 92,23-94,38\%$; $P_2O_{5\text{водн.}} : P_2O_{5\text{общ.}} = 88,19-89,97\%$. В случае применения РФМ продукт имеет $P_2O_{5\text{общ.}}$ от 45,59 до 48,76%; $P_2O_{5\text{усв.}} : P_2O_{5\text{общ.}} = 95,26-98,26\%$; $P_2O_{5\text{водн.}} : P_2O_{5\text{общ.}} = 86,07-92,76\%$, а в случае использования ММ $P_2O_{5\text{общ.}}$ от 44,43 до 47,09%; $P_2O_{5\text{усв.}}$ по лим. к-те : $P_2O_{5\text{общ.}} = 94,24-97,86\%$; $P_2O_{5\text{усв.}}$ по трил. Б : $P_2O_{5\text{общ.}} = 91,45-94,75\%$; $P_2O_{5\text{водн.}} : P_2O_{5\text{общ.}} = 83,46-90,83\%$. Они по составу и качеству отвечают требованиям ГОСТ 16306-80 на двойной суперфосфат марки «Б».

Для того чтобы повысить марочность двойного суперфосфата, то есть увеличить в нем содержание общего и воднорастворимого фосфора далее в качестве нейтрализующей добавки применяли кальцийсодержащие вещества – природный известняк и негашеную известь. Для исследования брали кислый МКФ состава (вес.%) 44,22 $P_2O_{5\text{общ.}}$; 26,51 $P_2O_{5\text{свод.}}$; 6,74 CaO; 28,94 H_2O , полученный при $N_{\text{ЭФК}} - 350\%$; $C_{\text{ЭФК}} - 40,74\% P_2O_5$, температуре и времени разложения МОК 85°C и 60 мин. соответственно. Норму кальцийсодержащих реагентов варьировали от 70 до 100% от стехиометрии. Составы улучшенных продуктов приведены в табл. 5.

Таблица 5

Состав двойного суперфосфата на основе нейтрализации кислого МКФ с помощью кальцийсодержащих веществ

Норма реагентов на образование $Ca(H_2PO_4)_2$, %	рН продукта	Химический состав, %						$\frac{P_2O_{5\text{усв.}}}{P_2O_{5\text{общ.}}}$, %	$\frac{P_2O_{5\text{водн.}}}{P_2O_{5\text{общ.}}}$, %
		$P_2O_{5\text{общ.}}$	$P_2O_{5\text{усв.}}$	$P_2O_{5\text{водн.}}$	CaO _{общ.}	CaO _{усв.}	CaO _{вод.}		
На основе нейтрализации кислого МКФ с природным мелом ($CaCO_3$)									
100	2,93	53,38	53,16	48,14	20,75	20,18	18,22	99,59	90,18
90	3,12	52,46	51,49	45,85	21,74	21,07	17,31	98,15	87,40
80	3,17	51,84	50,71	44,16	23,22	22,41	16,02	97,82	85,18
70	3,29	50,05	48,59	42,06	25,02	23,96	15,95	97,08	84,04
На основе нейтрализации кислого МКФ с негашеной известью (CaO)									
100	3,09	54,28	53,62	50,39	21,07	20,72	18,77	98,78	92,83
90	3,16	53,85	52,79	49,35	22,29	21,74	19,20	98,03	91,64
80	3,32	53,14	51,90	47,78	23,80	22,96	19,68	97,67	89,91
70	3,60	52,76	51,02	46,30	25,84	24,69	19,42	96,71	87,76

Из неё видно, что в случае применения природного известняка получаемый готовый продукт содержит $P_2O_{5\text{общ.}}$ от 50,05 до 53,38 %; $P_2O_{5\text{усв.}} : P_2O_{5\text{общ.}} = 97,08-99,59\%$; $P_2O_{5\text{водн.}} : P_2O_{5\text{общ.}} = 84,04-90,18\%$.

А при использовании негашеной извести получается продукт с содержанием $P_2O_{5\text{общ.}}$ от 52,76 до 54,28%; $P_2O_{5\text{усв.}} : P_2O_{5\text{общ.}} = 96,71-98,78\%$; $P_2O_{5\text{водн.}} : P_2O_{5\text{общ.}} = 87,76-92,83\%$. По составу эти удобрения можно отнести к

двойному суперфосфату марки «А» (ГОСТ 16306-80) или же к тройному суперфосфату и они являются экспортоориентированными продуктами.

По предлагаемой циклической технологии нерастворимую часть фосфатного сырья после фосфорнокислотного его разложения и маточный раствор после кристаллизации МКФ предусмотрено восстановление из них фосфорной кислоты путем сернокислотной экстракции и возврата в технологический цикл для разложения новой порции фосфатного сырья. А для компенсации P_2O_5 , ушедшего с производственным МКФ и фосфогипсом, в процесс экстракции, используется дополнительное количество МОК. Данный подход позволит получение концентрированной ЭФК без стадии её упарки, т.е. при начальном разложении применяется предварительно упаренная ЭФК, а далее недоразложенный фосфатный осадок, маточный раствор и дополнительное количество МОК подвергается сернокислотной экстракции с получением концентрированной фосфорной кислоты без стадии её упарки. Такая схема исключает повторный процесс упаривания, обеспечивая сокращение энергозатрат в виде 3,0-3,5 т паров воды для получения 1 т P_2O_5 .

Процесс получения ЭФК из смеси МОК, недоразложенного фосфорита и маточного раствора изучили при 4-х часовом их разложении в зависимости от нормы серной кислоты (100; 103; 106%), концентрации оборотной ЭФК (36,5% P_2O_5), массового соотношения Ж : Т (6 : 1) и температуры (75, 80, 85, 90°C). Процесс фильтрации фосфорнокислотной гипсовой пульпы проводили на воронке Бюхнера с использованием колбы Бунзена при разрежении 0,62 мм.рт.ст. через один слой фильтровальной бумаги «белая» лента. После промывки влажный фосфогипс высушивали при 100°C. Далее производственную кислоту и фосфогипс анализировали на содержание компонентов. Состав образцов ЭФК представлен в табл. 6.

Таблица 6

Влияние нормы серной кислоты и температуры процесса на состав концентрированной ЭФК, полученной при Ж : Т = 6 : 1

Температура процесса, °С	Содержание компонентов в ЭФК, %					
	P_2O_5	CaO	MgO	Fe_2O_3	Al_2O_3	SO_3
При норме H_2SO_4 – 100%						
75	40,99	0,39	0,87	0,72	1,29	2,13
80	41,67	0,27	0,82	0,79	1,36	2,78
85	42,14	0,26	0,45	0,93	1,16	2,72
90	42,05	0,28	0,36	1,05	1,25	2,65
При норме H_2SO_4 – 103%						
75	40,54	0,42	0,83	0,77	1,34	3,22
80	41,23	0,33	0,79	0,65	1,22	3,31
85	42,06	0,66	0,34	0,98	0,85	3,03
90	40,80	0,54	0,46	0,73	1,37	4,15
При норме H_2SO_4 – 106%						
75	42,48	0,41	0,59	0,86	0,95	5,54
80	41,74	0,68	0,35	0,71	1,43	4,60
85	41,17	0,25	0,65	0,76	1,34	4,48
90	40,08	0,18	0,72	1,09	1,42	5,31

Из неё видно, что при изучаемых параметрах в производственной ЭФК содержание P_2O_5 колеблется в пределах 40,08-42,48%. Важнейшими показателями процесса получения ЭФК являются коэффициент разложения сырья ($K_{разл.}$), коэффициент извлечения P_2O_5 в ЭФК ($K_{извл.}$), коэффициент отмывки фосфогипса ($K_{отм.}$), коэффициент выхода ($K_{вых.}$) и скорость фильтрации гипсосодержащей пульпы. Показано, что увеличение нормы серной кислоты от 100 до 106% способствует возрастанию $K_{раз.}$, $K_{извл.}$, $K_{отм.}$, $K_{вых.}$ и скорости фильтрации пульпы. Например, при 75°C с увеличением нормы H_2SO_4 от 100 до 106% $K_{раз.}$ повышается с 95,42 до 97,92%, $K_{извл.}$ с 96,23 до 99,48%, $K_{отм.}$ с 94,45 до 97,28%, $K_{вых.}$ с 92,89 до 96,48%, а скорость фильтрации фосфогипса по влажному осадку 311,62 до 529,31 кг/м²·ч.

При норме H_2SO_4 - 100% от стехиометрии повышение температуры с 75 до 90°C способствует $K_{раз.}$ от 95,42 до 97,23%, $K_{извл.}$ от 96,23 до 97,55%, $K_{отм.}$ с 94,45 до 96,75%, $K_{вых.}$ с 92,89 до 96,48%, а съём фосфогипса от 311,62 до 420,53 кг/м²·ч. Аналогичная картина наблюдается и для остальных норм серной кислоты.

Исходя из полученных данных, наиболее оптимальными условиями считаем норму серной кислоты 103% и температуру процесса 75°C. Данные химического анализа фосфогипса показывает, что сульфат кальция в основном относится к полугидрату. С целью идентификации фазового его состава провели рентгенографические, ИК-спектроскопические и электронно-микроскопические исследования на примере фосфогипса, полученного при 75 и 85°C (рис. 4). Из рентгенограммы видно, что дифракционные полосы 6,06; 4,36; 3,02 и 2,11Å принадлежат к $CaSO_4 \cdot 0,5H_2O$ с моноклинной и гексагональной сингонией.

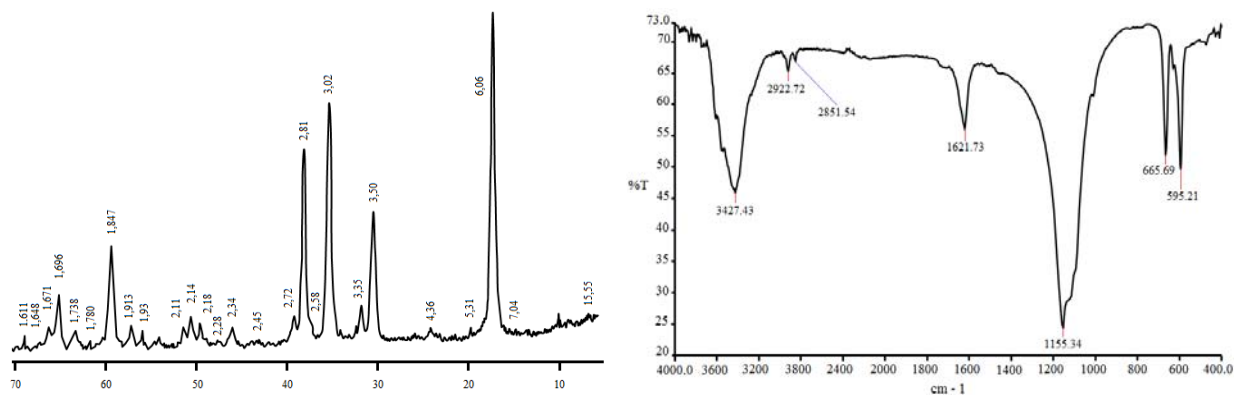


Рис. 4. Дифрактограмма и ИК-спектр фосфогипса, полученного при 75°C и норме серной кислоты (93%) 103% от стехиометрического.

В то же время дифракционные максимумы 3,50; 2,85 и 1,648Å подтверждают присутствие ангидрита – $CaSO_4$. А межплоскостные расстояния 3,35 и 2,14 Å характеризуют кварц. Фосфогипс состоит из 87,7% полугидрата – минерала бассанита, 9,1% ангидрита и 3,2% кварца.

В ИК-спектроскопии полосы 1155,34; 1621,73; 3427,43 см⁻¹ относятся к полугидрату, 595,21 и 11150 см⁻¹ к ангидриту, а остальные β-SiO₂.

Согласно электронно-микроскопическим исследованиям кристаллы гипса, состоящие из полугидрата имеют форму преимущественно таблетчатого и призматического габитуса. Размер кристаллов по длине и ширине меняются от 15 до 20 мкм и от 6 до 16 мкм соответственно. Таким образом, полугидрат кристаллизуется в форме небольших шестигранных призм, собранных в крупные конгломераты, а ангидрит в виде широких утолщенных пластинок.

На основе данных работ предложена технологическая схема (рис. 5) и рассчитан материальный баланс производства двойного суперфосфата циклическим способом.

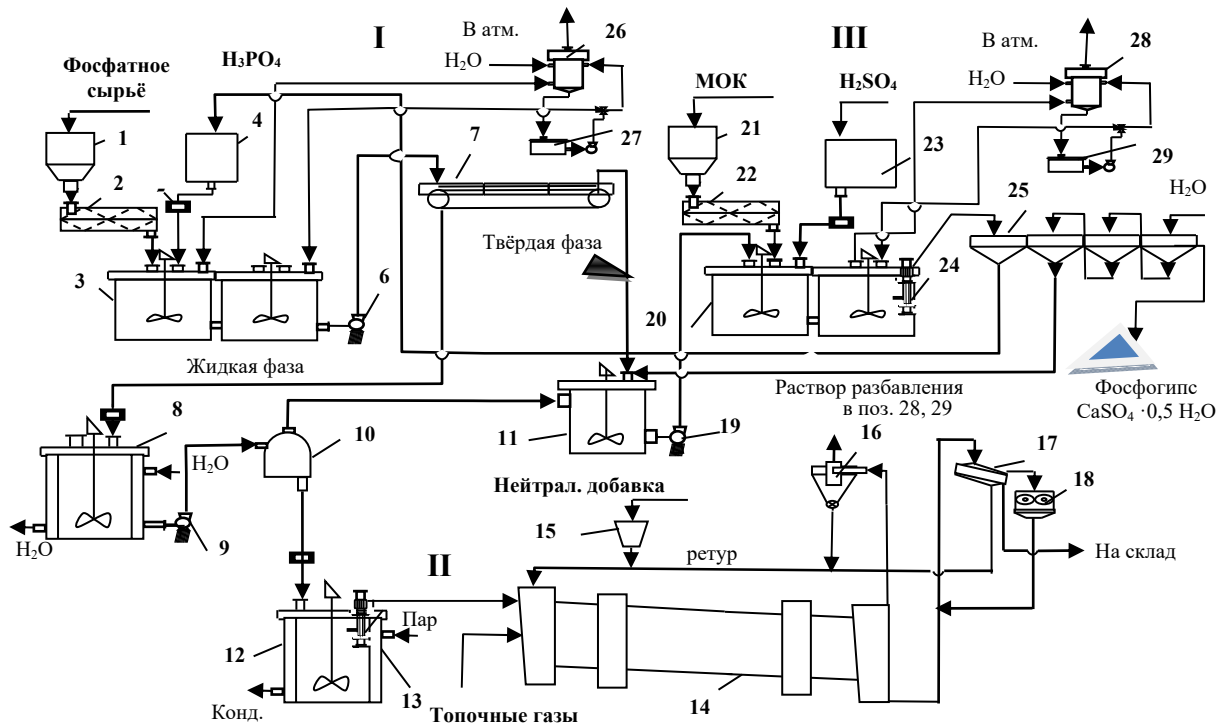


Рис. 5. Технологическая схема производства двойного суперфосфата циклическим способом (вариант 2):

1, 15, 21 бункера, 2, 22- шнеки, 3-реактор, 4,23-напорные баки, 5-расходомер, 6, 9, 13, 19, 24-насосы, 7, 25- фильтры, 8-кристаллизатор, 10-центрифуга, 11-емкость, 12-сборник, 14-аппарат БГС, 16-циклон, 17-грохот, 18-дробилка, 20-экстрактор, 26, 28-абсорберы, 27, 29-циркуляционные баки.

Разработанная схема циклического способа получения двойного суперфосфата предложена в двух вариантах с применением аппаратов: барабан-сушилки (БС) и барабан-гранулятор сушилки (БГС).

Технология производства двойного суперфосфата состоит из 3 стадий:

I – Разложение фосфатного сырья упаренной ЭФК; отделение недоразложенной части фосфатного сырья от жидкой фазы;

II – Охлаждение жидкой фазы с кристаллизацией монокальцийфосфата и его отделение от маточного раствора; нейтрализация, грануляция и сушка кислого монокальцийфосфата;

III – Серноокислотная обработка недоразложенной части фосфатного сырья и маточного раствора с добавкой МОК для получения ЭФК и возврата её в цикл.

На рис. 5 представлен второй вариант, который отличается от первого тем, что взамен шнека-смесителя и БС предлагается использовать БГС, в котором совмещены процесс нейтрализации, грануляции и сушки.

Данное решение позволяет сократить материальные и энергетические ресурсы при низком содержании влаги в пульпе, а это позволяет снизить температуру её упаривания.

В пятой главе диссертации **«Высококонцентрированное азотнофосфорное удобрение на основе аммонизации полупродукта двойного суперфосфата, полученного разложением фосфоритов Центральных Кызылкумов циклическим способом»** приведены составы и реологические свойства кальцийфосфатных и кислых МКФ пульп, продуктов фосфорнокислотного разложения МОК и РФМ. Получены образцы высококонцентрированного азотнофосфорного удобрения путем аммонизации кислого МКФ. При разложении норма фосфорной кислоты для концентраций 35,69-44,98% P_2O_5 составляла от 200 до 600% на CaO в МОК и РФМ.

Реологические свойства продуктов фосфорнокислотного разложения определялись в интервалах 30-100°C. Показано, что чем выше концентрация ЭФК, тем выше плотность и вязкость кальцийфосфатной пульпы. Увеличение нормы ЭФК и температуры приводит к снижению плотности и вязкости кальцийфосфатных пульп. В зависимости от температуры, концентрации и нормы ЭФК значения плотности и вязкости кальцийфосфатных и МКФ пульп варьируются в пределах 1,4816-1,7485; 1,4945-1,7446 г/см³; 8,3-103,78; 7,14-174,24 сПз и 1,5413-1,8066; 1,5539-1,7991 г/см³ и 8,69-972,31; 13,22-926,41 сПз соответственно для МОК и РФМ. В изучаемых интервалах концентраций и нормы ЭФК кальцийфосфатная и МКФ пульпы при 60 и 70°C находятся в подвижном состоянии. Значения вязкости и плотности говорят о высокой текучести пульп и возможности их транспортировки существующим устройством без каких-либо ограничений.

Изучение состава пульпы показывают, что увеличение как нормы, так и концентрации ЭФК приводит с одной стороны к повышению содержания фосфора от 34,55 до 43,90 и от 34,52 до 43,33% P_2O_5 , с другой снижению кальция от 8,25 до 5,84 и от 8,15 до 5,22% CaO соответственно для МОК и РФМ. Остальные компоненты: MgO, Fe₂O₃, Al₂O₃ и SO₃ меняются от 0,60 до 1,10%; от 0,77 до 1,02%; от 1,34 до 1,73%; от 2,00 до 3,47% для МОК и от 0,77 до 1,17%; от 0,88 до 1,06%; от 1,39 до 1,77% от 1,89 до 3,40% для РФМ. Состав кислого МКФ из МОК и РФМ в зависимости от нормы и концентрации ЭФК выглядит следующим образом: 37,52-47,78% $P_2O_{5\text{общ}}$; 18,94-30,48% $P_2O_{5\text{своб}}$; 4,44-6,87% CaO; 0,50-1,46% MgO; 0,61-1,19% Fe₂O₃; 0,77-1,79% Al₂O₃; 0,003-0,16% SO₃ соответственно.

Процесс получения азотнофосфорных удобрений путем аммонизации (до pH = 4,5-4,8) кислого МКФ проводился с использованием 25 %-ной аммиачной воды. В процессе аммонизации температура реакционной массы повышается до 90-95°C. Далее аммонизированную массу гранулировали и высушивали при 100°C. В зависимости от условий опытов и вида фосфатного сырья содержание компонентов в удобрениях меняется (масс. %): N от 9,31

до 11,41; $P_2O_{5\text{общ}}$ от 54,15 до 57,40; $P_2O_{5\text{усв}}$ от 52,61 до 57,04; $P_2O_{5\text{вод}}$ от 43,34 до 47,21 и N от 9,51 до 10,85; $P_2O_{5\text{общ}}$ от 53,16 до 57,12; $P_2O_{5\text{усв}}$ от 52,59 до 56,83; $P_2O_{5\text{вод}}$ от 42,61 до 48,26, соответственно для РФМ и МОК.

В табл. 7 приведен состав готовых азотнофосфорных удобрений, полученных при оптимальном режиме фосфорнокислотного разложения МОК ($N_{\text{ЭФК}} - 350\%$; $C_{\text{ЭФК}} - 40,74\% P_2O_5$, температуре и времени разложения МОК 85°C и 60 мин) при рН аммонизации 4,0; 4,5; 5,0 и 5,5.

Таблица 7

Состав азотнофосфорных удобрений, полученных путем аммонизации кислого монокальцийфосфата

рН аммонизации	рН продукта	Химический состав, %							$\frac{P_2O_{5\text{усв}}}{P_2O_{5\text{общ}}}$, %	$\frac{P_2O_{5\text{вод}}}{P_2O_{5\text{общ}}}$, %
		$P_2O_{5\text{общ}}$	$P_2O_{5\text{усв}}$	$P_2O_{5\text{вод}}$	CaO _{общ}	CaO _{усв}	CaO _{вод}	N		
4,0	4,45	56,64	56,57	48,66	8,63	8,61	2,14	8,97	99,88	85,91
4,5	4,68	56,06	55,46	46,95	8,54	8,46	1,91	9,62	98,93	83,75
5,0	5,32	55,72	55,00	45,26	8,47	8,35	1,82	9,89	98,71	81,23
5,5	5,71	55,18	53,89	44,06	8,33	8,14	1,71	10,12	97,66	79,85

При этом содержание компонентов в продуктах колеблется (вес. %): N от 8,97 до 10,12; $P_2O_{5\text{общ}}$ от 55,18 до 56,64; $P_2O_{5\text{усв}}$ от 53,89 до 56,57; $P_2O_{5\text{вод}}$ от 44,06 до 48,66. Относительные содержания усвояемой и водной форм P_2O_5 составляют соответственно от 97,66 до 99,88% и от 79,85 до 85,91%. Помимо азота и фосфора продукты содержат ещё кальций в усвояемой для растений форме. В них сумма питательных компонентов (N + P_2O_5 + CaO) оставляет 73,63-74,24%. Прочность их гранул составляет 3,36-4,62 МПа. Такие азотнофосфорные удобрения относятся к высококонцентрированным и они по составу и свойствам значительно превосходят аммофос. Их можно вносить в период подкормки и сева.

Рассчитан материальный баланс на получение 1 тонны P_2O_5 в азотнофосфорных удобрениях на основе разложения МОК упаренной ЭФК при её норме 350%. Предложена технологическая схема (рис. 6).

Преимуществом трёх предлагаемых способов (I, II и III) заключается в исключении четырёхкорпусного вакуум-выпарного аппарата с принудительной циркуляцией и способствующей ей вспомогательного оборудования, а это значительно упрощает технологию и позволяет получить продукт с низкой себестоимостью.

В последнем этапе произведен технико-экономический расчет производства новых видов концентрированных односторонних фосфорных и азотнофосфорных удобрений, сравнивая их экономические показатели с аммофосом. Показано, что себестоимость 1 тонны 100 %-ного P_2O_5 в аммофосе составляет 3 563 041 сум, а в аммофосфате, двойном суперфосфате марки «А», «Б» и азотнофосфорном удобрении 3 028 937, 3 184 868, 3 072 377 и 3 415 478 сум, которые соответственно дешевле на 534 104, 378 173, 490 664 и 147 563 сум. Если в натуральном выражении себестоимость 1 тонны аммофоса составляет 1 638 999 сум, а одной тонны аммофосфата, двойного суперфосфата марки «А», «Б» и азотнофосфорного

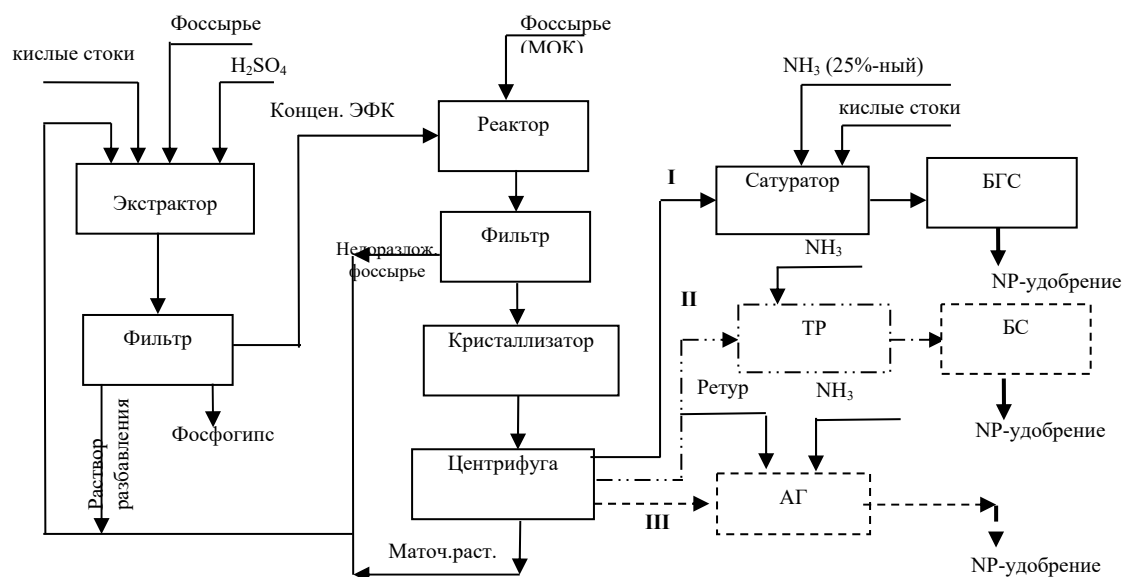


Рис. 6. Принципиальная технологическая схема производства высококонцентрированного азотнофосфорного удобрения.

удобрения – 1 140 843, 1 463 630, 1 407 763 и 1 571 119, который обходится на 498 156, 175 369, 231 236, 67 880 сум, т.е. 30,41; 10,70; 14,10 и 4,14% экономичнее, чем традиционный аммофос.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Основные научные и практические результаты, полученные при выполнении диссертационной работы, следующие:

1. Рассмотрен процесс взаимодействия фосфоритов ЦК с частично аммонизированной ЭФК ($pH=1,2-2,5$) при весовых соотношениях ЭФК : ФС = 100 : (15-50). Определены состав аммофосфатного удобрения, степень декарбонизации фосфатного сырья и в нем перехода P_2O_5 в усвояемую форму. Установлено, что при обработке фосфорита раствором аммонизированной ЭФК происходит его активация, то есть в нём P_2O_5 переходит из неусвояемой формы в усвояемую для растений форму. Как в самом удобрении, так и её водонерастворимой части P_2O_5 и CaO обладают пролонгированным действием. Продукты состоят из моноаммонийфосфата, моно- и дикальцийфосфата, активированного фторкарбонатапатита.

2. Определены кинетические константы процесса разложения РФМ и МОК в зависимости от температуры, времени взаимодействия, нормы и концентрации ЭФК. Процесс разложения высококарбонатной РФМ протекает в кинетической и диффузионной областях. Для обоих видов сырья – РФМ и МОК обеспечивается максимальная $K_{раз}$ (~99%) с образованием насыщенного раствора монокальцийфосфата. Для разложения РФМ и МОК при нормах ЭФК - 200-600% показатели энергий их активации составляет E_a 11,62-15,23 и 9,25-12,93 кДж/моль.

3. В составе недоразложенного фосфатного осадка, кислого МФФ и маточного раствора определены количества P_2O_5 , CaO, MgO, Fe_2O_3 , Al_2O_3 , SO_3 и рассчитана степень их распределения в зависимости от температуры,

нормы и концентрации ЭФК. При изучаемых параметрах в составе недоразложенного осадка ионы SO_4^{2-} находятся в виде гипса.

4. На основе ОЭС с ИСП элементного анализа установлено, что солевой состав МКФ состоит из $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$. Электронно-микроскопическими исследованиями выявлено, что оптимальным временем и температурой кристаллизации МКФ является 120 минут и 40°C соответственно.

5. Процесс получения двойного суперфосфата из фосфоритов ЦК циклическим способом изучен в зависимости от нормы и концентрации ЭФК. Реологические свойства кислой суперфосфатной пульпы обладают хорошей текучестью. Предложена условия разложения МОК и фильтрации кислого МКФ (температура 95°C , норма 350% и концентрация 41,20% P_2O_5).

6. С целью получения готового двойного суперфосфата процесс нейтрализации свободной фосфорной кислоты МКФ, полученной при оптимальных условиях осуществляли мелом, негашеной известью и фосфоритами ЦК при их стехиометрических нормах от 70 до 100%. При этом показана возможность получения двойного суперфосфата марки «А» (54% P_2O_5), а основе ММ двойной суперфосфат марки «Б» (46% P_2O_5).

7. Процесс получения ЭФК на основе смеси из МОК, недоразложенного фосфорита и маточного раствора изучен в зависимости от нормы серной кислоты, концентрации оборотной ЭФК, весового соотношения Ж : Т и температуры. Предложена возможность получения концентрированной фосфорной кислоты, рециркулируемой в процессе разложения фоссырья. Методами рентгенографии, ИК-спектроскопии и электронно-микроскопии установлено, что в составе фосфогипса имеется гипс с содержанием 88% $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$, принадлежащей бассаниту.

8. Процесс получения концентрированных азотнофосфорных удобрений осуществлен путем аммонизации кислого МКФ с 25 %-ным раствором NH_3 . При найденных оптимальных условиях удобрения по составу и свойствам превосходят как аммофос, так и аммофосфат марки «А».

9. На основе результатов разработана технологическая схема и рассчитан материальный баланс получения аммофосфата, двойного суперфосфата и азотнофосфорного удобрения в виде 1 т P_2O_5 . В технологии двойного суперфосфата предложены аппараты как БС, так и БГС. На СП-АО «Электрохимзавод» отработаны основные технологические показатели процессов получения аммофосфата, двойного суперфосфата и концентрированных азотнофосфорных удобрений и наработаны соответственно 1300, 1200 и 1100 кг опытных партий продуктов. Агрохимическими испытаниями аммофосфата, двойного суперфосфата марки «Б» и концентрированного NP-удобрения на хлопчатнике доказаны 1,4; 2,5 и 2,1% прироста урожая по сравнению с контролем. На основе технико-экономических расчетов себестоимость 1 т 100% P_2O_5 в аммофосе составляет 3 563 041 сум, а в аммофосфате, двойном суперфосфате марки «Б» и NP-удобрении – 3 028 937, 3 072 377 и 3 415 478 сум, то есть достигается экономическая эффективность на 534 104, 490 664 и 147 563 сум соответственно.

**SCIENTIFIC COUNCIL 27.06.2017.T.04.01 ON AWARD
OF SCIENTIFIC DEGREE OF DOCTOR OF SCIENCES
AT INSTITUTE OF GENERAL AND INORGANIC CHEMISTRY AND
TASHKENT CHEMICAL-TECHNOLOGICAL INSTITUTE**

INSTITUTE OF GENERAL AND INORGANIC CHEMISTRY

ALIMOV UMARBEEK KADYRBERGENOVICH

**DEVELOPMENT OF RESOURCE SAVING TECHNOLOGY OF HIGH-
CONCENTRATED PHOSPHATE FERTILIZERS BASED ON
PHOSPHORITES FROM CENTRAL KYZYLKUM**

02.00.13 – Technology of inorganic substances and materials on their bases

**ABSTRACT OF DISSERTATION
DOCTOR OF TECHNICAL SCIENCES (DSc)**

Tashkent – 2019

Doctoral thesis theme has been registered under number B2017.2.DSc/T81 at the Higher Attestation Commission under the Cabinet of Ministers of the Republic of Uzbekistan.

Doctoral dissertation has been carried out at the Institute of General and Inorganic Chemistry.

The abstract of the dissertation in three languages (Uzbek, Russian and English (resume)) is placed on web-page to address www.tcti.uz and Information-educational portal of «ZiyoNet» to the address www.ziynet.uz.

Research consultant: **Namazov Shafolat Sattarovish**
doctor of technical science, professor, academician

Official opponents: **Usmanov Sultan Usmanovich**
Doctor of technical sciences, professor

Erkaev Aktam Ulashevich
The doctor of technical sciences, professor

Nurmurodov Tulkin Isamurodovich
Doctor of technical sciences

Leading organization: **Fergana Polytechnical Institute**

The defense will take place “27” July 2019 at 10⁰⁰ o'clock at the meeting of scientific council No. DSc.27.06.2017.K/T.35.01 at General and Inorganic Chemistry, Tashkent Chemical Technological Institute, (Address: 100170, Tashkent city, Mirzo Ulug'bek district, Mirzo Ulug'bek street, 77-a. Tel.: (+99871) 262-56-60, fax: (+99871) 262-79-90, e-mail: ionxanruz@mail.ru).

The dissertation can be reviewed at the Information Resource Centre of the General and Inorganic Chemistry, (is registered under №8). Address: 100170, Tashkent city, Mirzo Ulug'bek street, 77-a. Tel./fax: (+99871) 262-56-60, (+99871) 262-79-90).

Abstract of dissertation sent out on “13” July 2019 y.
(mailing report №8 from “13” July 2019 y.).

Zakirov B.S.
Chairman of the scientific council
awarding scientific degrees,
doctor of chemical sciences, professor

Salikhanova D.S.
Scientific secretary of the scientific council
awarding scientific degrees, doctor of technical sciences

Abdurakhimov S.A.
Chairman of scientific seminar at scientific council on
awarding of scientific degrees, d.ch.s., professor

INTRODUCTION (abstract of DSc dissertation)

The purpose of the research is to develop resource saving technology for concentrated phosphoric and nitrogen-phosphate fertilizers production by phosphoric acid processing low-grade phosphorites from Central Kyzyl-Kum.

The objects of research are low-grade phosphate raw materials of the Central Kyzyl-Kum (CK), wet-process phosphoric acid (WPA), sulfuric acid, non-decomposed phosphorite (phosphate cake), mono basic calcium phosphate, ammonia, mother solution, phosphogypsum, ammophosphate, triple superphosphate, and concentrated nitrogen-phosphate fertilizers.

Scientific novelty of research:

there were been found the optimal weight ratio of WPA : phosphorite and pH WPA, in which ammophosphate fertilizers were obtained with maximal acceptable and water soluble form of P_2O_5 possessing with good physicochemical and commodity properties;

there were proven the basic parameters of decomposition of various phosphorites of CK at high norms evaporated WPA with establishment of their kinetics patterns;

optimal time of mono basic calcium phosphate crystallization and its salt composition containing mainly calcium dihydrogenphosphate were found using electronic microscope and ICP;

the possibility of mono basic calcium phosphate crystallization from decomposition products by concentrated phosphoric acid and recovery of WPA in the same cycle and preparing triple superphosphate with high quality were justified;

there was been found the optimal condition of nitrogen-phosphate fertilizers production by ammonization of acid triple superphosphate obtained from recycled decomposition;

the technology of novel type of single containing and complex fertilizers by low-grade phosphorites were developed.

Introduction of research results.

On the basis of the obtained scientific results on the development of technology of concentrated single phosphoric and nitrogen-phosphate fertilizers using low-grade phosphorites of CK are as follows:

the technology of ammophosphate was introduced at JC «Electrohimpzavod» (a certificate No. 01/3-3453 from JSC «Uzkimyosanoat» dated 13 June 2019). As a result, the possibility of calcareous phosphorites implementation in manufacture by activation partial ammonization of WPA is appeared;

the technology of obtaining triple superphosphate grade “B” based on processing low-grade phosphorites by cyclic way had been implemented at JC «Electrohimpzavod» (a certificate No. 01/3-3453 from JSC «Uzkimyosanoat» dated 13 June 2019). As a result, it can be possible to expand the product range of single containing phosphate fertilizers are effective to be applied for fall plowing;

the technology of high concentrated nitrogen-phosphate fertilizers by ammonization of acid triple superphosphate obtained by cyclic way has been

introduced at JC «Electrohimpzavod» (a certificate No. 01/3-3453 from JSC «Uzkimyosanoat» dated 13 June 2019). As a result, alternative version has appeared for production of export-oriented products;

the business contract was concluded with the State Enterprise Navoi mining and metallurgical combine at the 10th Republican Fair of Innovative Ideas, Technologies and Projects for development of technology for effective use of the mineralized mass of the Kyzylkum phosphate complex (registered on May 11, 2017 under No 661). As a result, opportunity of direct processing large-capacity waste as mineralized mass from Kyzylkum phosphate complex in phosphate fertilizers had been created.

The structure and volume of dissertation. The structure of dissertation consists of an introduction, five chapters, conclusion, the list of references and appendixes. The volume of the dissertation is 200 pages.

ЭЪЛОН ҚИЛИНГАН ИШЛАРИ РЎЙХАТИ
СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ
LIST OF PUBLISHED WORKS

I бўлим (I часть; part I)

1. Алимов У.К. Физико-химическое исследование азотнофосфорных удобрений из фосфоритов Центральных Кызылкумов. // Узбекский химический журнал. –Ташкент, 2010. - №3. - С.87-91. (02.00.00 №6)

2. Alimov U.K., Reymov A.M., Namazov Sh.S., Beglov B.M. The Insoluble Part of Phosphorus Fertilizers, Obtained by Processing of Phosphorites of Central Kyzylkum with Partually Ammoniated Extraction Phosphoric Acid //Russian Journal of Applied Chemistry, 2010, Vol.83, No. 3, pp. 545-552. Scopus (3) IF-0,494

3. Алимов У.К., Режаббоев К.А., Намазов Ш.С., Сейтназаров А.Р., Бадалова О.А. Концентрированные азотнофосфорнокальциевые удобрения на основе химического обогащенного фосконцентрата из фосфоритов Центральных Кызылкумов Химическая технология. Контроль и управление. – Ташкент, 2013. - №2. - С. 6-10. (02.00.00 №10).

4. Алимов У.К., Намазов Ш.С., Беглов Б.М. Одинарные фосфорные удобрения на основе химически обогащенного фосфоконцентрата из фосфоритов Центральных Кызылкумов // Узбекский химический журнал. – Ташкент, 2013. - №2. - С. 36-41. (02.00.00 №6).

5. Алимов У.К., Намазов Ш.С., Сейтназаров А.Р., Реймов А.М. Исследование процесса получения двойного суперфосфата из низкосортных фосфоритов Центральных Кызылкумов //Химическая промышленность. – Санкт-Петербург, 2014. - т. 91. № 7. - С. 323-332. (02.00.00 №21).

6. Алимов У.К., Намазов Ш.С., Реймов А.М. Нетрадиционный способ переработки фосфоритов Центральных Кызылкумов в стандартные удобрения // Химическая промышленность. – Санкт-Петербург, 2014. - т. 91. № 8. - С. 377-387. (02.00.00 №21)

7. Alimov U.K., Shafoat S. Namazov, Ahmed R. Remov Specificities of recirculating method of central kyzyl kum phosphorites processing in qualified phosphoric fertilizers // Journal of Chemical technology and Metallurgy, 50, 2, 2015, pp. 163-170. (02.00.00 №1).

8. Алимов У.К., Намазов Ш.С., Реймов А.М., Каймакова Д.А. Циклический способ переработки мытого обожженного фосфоконцентрата фосфоритов Центральных Кызылкумов в двойной суперфосфат//Химическая промышленность. – Санкт-Петербург, 2015. –т. 92. № 1. - С. 1-10. (02.00.00 №21).

9. Алимов У.К., Намазов Ш.С., Реймов А.М., Каймакова Д.А. Поточно-циркуляционный способ получения двойного суперфосфата на основе фосфоритов Центральных Кызылкумов // Химическая промышленность. – Санкт-Петербург, 2015. - т. 92. № 3. - С. 109-118. (02.00.00 №21).

10. Алимов У.К., Намазов Ш.С., Реймов А.М., Кенжаева Т.Ю., Каймакова Д.А. Циклическая технология переработки мытого обожженного фосфоритного концентрата на двойной суперфосфат //Химическая промышленность. – Санкт-Петербург, 2016. - т. 93. № 1. - С. 22-28. (02.00.00 №21).

11. Ортикова С.С., Расулов А.А., Алимов У.К., Сейтназаров А.Р., Намазов Ш.С. Аммофосфат и его водонерастворимая часть, полученные на основе разложения забалансовой фосфоритной руды Центральных Кызылкумов частично аммонизированной экстракционной фосфорной кислотой // Химическая промышленность сегодня №8 – Москва -2016. С. 28-35. (02.00.00, №22).

12. Алимов У.К., Намазов Ш.С., Реймов А.М., Закиров Б.С. Циклический способ получения двойного и тройного суперфосфата на основе фосфоритов Центральных Кызылкумов // Узбекский химический журнал.– 2016. - №5. - С. 27-34. (02.00.00 №6).

13. Алимов У.К., Расулов А.А., Намазов Ш.С., Каймакова Д.А. Оптимальный режим процесса переработки фосфоритов Центральных Кызылкумов упаренной экстракционной фосфорной кислотой // Universum: Технические науки: электрон. научн. журн. 2016. № 8(29). -С. 48-56. URL: <http://7universum.com/ru/tech/archive/item/3572> . (02.00.00№1)

14. Алимов У.К., Намазов Ш.С., Реймов А.М. Реологические свойства кальцийфосфатных и монокальцийфосфатных пульп, являющихся промежуточными продуктами двойного суперфосфата // Узбекский химический журнал.– Ташкент, 2017. - №1. - С. 48-58. (02.00.00 №6).

15. Алимов У.К., Расулов А.А., Намазов Ш.С., Каймакова Д.А. Использование минерализованной массы фосфоритов Центральных Кызылкумов в процессе получения двойного суперфосфата циклическим способом // Химическая промышленность. – Санкт-Петербург, 2017. - т. 94. № 1. - С. 1-10. (02.00.00 №21)

16. Алимов У.К., Таджиев С.М., Намазов Ш.С. Кинетические константы фосфорнокислотного разложения фосфоритовой муки из фосфоритов Центральных Кызылкумов // Химическая промышленность сегодня №5 – Москва -2017. С. 30-43. (02.00.00, №22).

17. Umar Alimov, Shafoat Namazov, Akhmed Reymov. Composition and Rheological Properties of Decomposition Products of Low grade Phosphorite with Phosphoric Acid. Chemical Science International Journal, 24(1): 1-11, 2018; Article no. CSIJ. 25653. (02.00.00 №2)

II бўлим (II часть; part II)

18. Алимов У.К., Реймов А.М., Сатаров Т.А., Намазов Ш.С., Беглов Б.М. Оптимальный режим и технологическая схема получения азотнофосфорных удобрений из высококарбонизированных фосфоритов Центральных Кызылкумов // Химическая промышленность. – Санкт-Петербург, 2011. - т.88. - №6. - С.271-276.

19. Алимов У.К., Намазов Ш.С., Сейтназаров А.Р., Беглов Б.М. Циркуляционный способ получения двойного суперфосфата из фосфоритов Центральных Кызылкумов // Химическая промышленность. – Санкт-Петербург, 2013. – т.90. - №8. – С.375-381. (02.00.00 №21).

20. Ортикова С.С., Алимов У.К., Х.К. Абасов, Намазов Ш.С. Аммофосфат на основе частично аммонизированной экстракционной фосфорной кислоты и забалансовой руды фосфоритов Центральных Кызылкумов // Химический журнал Казахстана, 2015.-т. 51. №3. – С. 12-18.

21. Алимов У.К., Реймов А.М., Намазов Ш.С. Физико-химические и товарные свойства азотно-фосфорных удобрений // Материалы международной науч.-техн. конф. «Современные техника и технологии горно-металлургической отрасли и пути их развития». – Навои, 12-14 мая 2010. – С. 397-398.

22. Алимов У.К., Реймов А.М., Намазов Ш.С., Беглов Б.М. Ресурсосберегающая технология переработки высококарбонизированных фосфоритов на азотнофосфорные удобрения // Сборник материалов Респ. науч. - техн. конф. «Разработка эффективной технологии получения минеральных удобрений и агрохимикатов нового поколения и применения их на практике». – Ташкент, 25-26 ноября 2010. - С. 17-19.

23. Алимов У.К. Рентгенографические исследования азотнофосфорных удобрений // Тез. докл. XVII Международной научной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов», Москва, МГУ М.В. Ломоносова, 12–14 апреля 2010 г. – раздел неорганическая химия. - С.

24. Алимов У.К., Сейтназаров А.Р., Намазов Ш.С. Аммофосфат на основе взаимодействия химически обогащённого фосконцентрата и аммонизированной фосфорной кислоты из фосфоритов Центральных Кызылкумов // Материалы VI Международной научно-технической конференции «Современные техника и технологии горно-металлургической отрасли и пути их развития». 14-16 мая 2013. – Навои. - С. 155-156.

25. Алимов У.К., Намазов Ш.С., Реймов А.М. Концентрированные фосфорные удобрения из химически обогащенного фосфоцентрата фосфоритов Центральных Кызылкумов // Сборник материалов Республиканской научно-технической конференции «Состояние и перспективы инновационных разработок в области технологии неорганических веществ и химизации сельскохозяйственного производства». 16-17 мая 2013г. – Ташкент, 2013. - С. 41-43.

26. Алимов У.К., Режаббоев К.А. Получение двойного суперфосфата из низкосортных фосфоритов рециркуляционным способом // Сборник тезисов докладов Республиканской научно-практической конференции молодых ученых посвященной 70-летию Академии наук Республики Узбекистан. 26 декабря, 2013г. – Ташкент, 2013. - С .25.

27. Алимов У.К., Бадалова О.А., Намазов Ш.С. Циклический способ переработки низкосортных фосфоритов Центральных Кызылкумов в концентрированные фосфорные удобрения // Аналитик кимё фанининг

долзарб муаммолари IV Республика илмий – амалий анжумани илмий мақолалари тўплами. I қисм. 1-3 май 2014 йил. Термиз-2014. В. 172-173.

28. Алимов У.К., Махкамов Б.А., Намазов Ш.С., Сейтназаров А.Р. Аммофосфат на основе частично аммонизированной экстракционной фосфорной кислоты и фосфоритов Центральных Кызылкумов // Материалы XXIII-ой научно-технической конференции молодых ученых «Умидли кимёгарлар-2014».-29 апрель. 2 май. 2014г. 1 том. Ташкент, 2014. - С. 153-154.

29. Алимов У.К., Намазов Ш.С., Султонов Б.Э. Исследование разложения зернистых фосфоритов Центральных Кызылкумов с избыточной нормой фосфорной кислоты // Сборник материалов V Международная научно-практическая конференция «Актуальные проблемы современной науки в 21 веке», г. Махачкала, 29 августа, 2014, С. 29- 30.

30. Алимов У.К., Намазов Ш.С., Сейтназаров А.Р., Бадалова О.А., Реймов А.М. Исследование процесса получения фосфорсодержащих удобрений с использованием низкосортных Кызылкумских фосфоритов циркуляционным способом // V Міжнародна конференція студентів, аспірантів та молодих вчених хімії та хімічної технології, 9-11 квітня Збірка тез доповідей учасників, Київ. 2014. С. 22.

31. Алимов У.К. Химическая технология переработки фосфатов по циркуляционной схеме // Сборник материалов V Международной научно-практической конференции, «Достижения и перспективы естественных и технических наук» г. Ставрополь, 2014. - С. 3.

32. Алимов У.К. Technology of phosphoric fertilizers on the basis of phosphoric acid extraction of Kyzyl Kum phosphorites // Сборник тезисов докладов Республиканской научно-технической конференции молодых ученых 18 декабря 2014, Ташкент. - С. 79.

33. Alimov U.K., Namazov Sh.S., Reymov A.M. Development of technology of triply superphosphate based on phosphorite from Central Kyzyl Kum // The International conference. The development of science in the XXI century. Natural and Technical sciences. New York 2015. pp. 120-122.

34. Алимов У.К., Намазов Ш.С., Реймов А.М., Каймакова Д.А. Новая ресурсосберегающая технология двойного суперфосфата из местных природных фосфоритов // Материалы Республиканской научно-технической конференции. Горно-металлургический комплекс: проблемы и их решения. г. Алмалык 8 апреля 2015. - С. 172.

35. Алимов У.К., Намазов Ш.С., Реймов А.М., Кенжаева Т.Ю., Каймакова Д.А. Циклический двойной суперфосфат из фосфоритов Центральных Кызылкумов // Материалы VIII международной науч.-техн. Конф. «Горно-металлургический комплекс: Достижения, проблемы и современные тенденции развития». – Навои, 19-21 ноября 2015. - С. 353.

36. Алимов У.К., Абасов Х.К., Эркаев А.У., Намазов Ш.С. Концентрированные азотнофосфорные удобрения из низкосортных фосфоритов Центральных Кызылкумов // Труды XXIV-ой научно-технической конференции молодых учёных, магистрантов и студентов

бакалавриата «Умидли кимёгарлар-2015». 20-24 апрель. Ташкент, 2015. - С. 3-4.

37. Алимов У.К., Абасов Х.К., Эркаев А.У., Намазов Ш.С. Исследование водонерастворимой части кальцийфосфатных пульп, полученных разложением бедных фосфоритов частично аммонизированной экстракционной фосфорной кислотой // Труды XXIV-ой научно-технической конференции молодых ученых, магистрантов и студентов бакалавриата «Умидли кимёгарлар-2015».-20-24 апрель. Ташкент, 2015. - С. 128-129.

38. Алимов У.К., Шукируллаева М.Р., Намазов Ш.С., Реймов А.М., Каймакова Д.А. Реологические свойства кальцийфосфатной пульпы в циклической технологии двойного суперфосфата // Мат. тез. I-ой Междунар. конф. «Ресурсосберегающие технологии переработки фосфоритов Центральных Кызылкумов в фосфорсодержащие удобрения и фосфорные соли». 10-11 октября 2016 г. – Ташкент, 2016. - С. 51.

39. Алимов У.К., Расулов А.А., Намазов Ш.С. Оптимизация циклического способа получения двойного суперфосфата из Кызылкумского фосфорита // Республиканская науч.-техн. Конференция «Горно-металлургический комплекс: Достижения, проблемы и перспективы инновационного развития». – Навои, 15-16 ноября 2016. - С. 317.

40. Алимов У.К., Намазов Ш.С., Реймов А.М., Каймакова Д.А. Реологические характеристики промежуточных продуктов в циклической технологии двойного суперфосфата // Материалы V-Республиканской научно-практической конференции «Актуальные проблемы аналитической химии» посвященной 85-летию академика А.Г. Ганиева, Термез 26-28 апреля, 2017 г., - С. 89-90.

41. Алимов У.К., Намазов Ш.С., Шомуратова М.Р., Каймакова Д.А. Фосфорнокислотная переработка забалансовой руды Кызылкума в двойной суперфосфат // Материалы II Международной научно-технической конференции: «Достижения, проблемы и современные тенденции развития горно-металлургического комплекса», Навои 12-14 июня, 2017. - С. 341.

42. Alimov U.K., Namazov Sh.S., Reymov A.M. Kinetic pattern of phosphorite concentrate decomposition in cyclic technology double superphosphate // Proceedings of the international conference on integrated innovative development of Zarafshan region: achievements, challenges and prospects. Volume I. 26-27 October, 2017, Navoi, Uzbekistan.

43. Alimov U. K., Samadiy M.A., Namazov Sh.S., Reymov A.M. Investigation on neutralization of acid monobasic calcium phosphate based on Kuzylkum phosphorite// Сборник материалов Международной научно-технической конференции: «Современное состояние и перспективы развития производства фосфорсодержащих удобрений на основе фосфоритов Центральных Кызылкумов и Каратау». - Ташкент, 25-26 октября 2018 г. – С.48-49.

Автореферат «Ўзбекистон кимё журнали» таҳририятида таҳрирдан
ўтказилди.

Бичими 60x841/16.Рақамли босма усули. Times гарнитураси.
Шартли босма табағи: 4. Адади 100. Буюртма № 80.

Гувоҳнома reestr № 10-3719
“Тошкент кимё технология институти” босмаҳонасида чоп этилган.
Босмаҳона манзили: 100011, Тошкент ш., Навоий кўчаси, 32-уй.

