

**УМУМИЙ ВА НООРГАНИК КИМЁ ИНСТИТУТИ
ХУЗУРИДАГИ
ИЛМИЙ ДАРАЖАСИНИ БЕРУВЧИ
DSc.02/30.12.2019.К/Т.35.01 РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ**

ТОШКЕНТ КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ

ХУЖАМБЕРДИЕВ ШЕРЗОД МУСУРМАНОВИЧ

**МАРКАЗИЙ ҚИЗИЛҚУМ ЭКСТРАКЦИОН ФОСФОР КИСЛОТАСИ
АСОСИДА НАТРИЙ ПОЛИФОСФАТЛАР ОЛИШ
ТЕХНОЛОГИЯСИНИ ЯРАТИШ**

02.00.13 – Ноорганик моддалар ва улар асосидаги материаллар технологияси

**ТЕХНИКА ФАНЛАРИ БЎЙИЧА ФАЛСАФА ДОКТОРИ (PhD)
ДИССЕРТАЦИЯСИ АВТОРЕФЕРАТИ**

Тошкент – 2020 йил

Фалсафа доктори (PhD) диссертацияси автореферати мундарижаси

Оглавление автореферата диссертации доктора философии (PhD)

Content of the dissertation abstract of doctor of Philosophy (PhD)

Хужамбердиев Шерзод Мусурманович

Марказий Қизилқум экстракцион фосфор кислотаси асосида натрий полифосфатлар олиш технологиясини яратиш..... 3

Хужамбердиев Шерзод Мусурманович

Разработка технологии получения полифосфатов натрия из экстракционной фосфорной кислоты Центральных Кызылкумов..... 21

Khujamberdiev Sherzod Musurmanovich

Working out of technology obtaining sodium polyphosphate from extraction phosphoric acid of Central Kyzylkum..... 39

Эълон қилинган ишлар рўйхати

Список опубликованных работ
List of published works..... 42

**УМУМИЙ ВА НООРГАНИК КИМЁ ИНСТИТУТИ ҲУЗУРИДАГИ
ИЛМИЙ ДАРАЖАСИНИ БЕРУВЧИ
DSc.02/30.12.2019.К/Т.35.01 РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ**

ТОШКЕНТ КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ

ХУЖАМБЕРДИЕВ ШЕРЗОД МУСУРМАНОВИЧ

**МАРКАЗИЙ ҚИЗИЛҚУМ ЭКСТРАКЦИОН ФОСФОР КИСЛОТАСИ
АСОСИДА НАТРИЙ ПОЛИФОСФАТЛАР ОЛИШ
ТЕХНОЛОГИЯСИНИ ЯРАТИШ**

02.00.13 – Ноорганик моддалар ва улар асосидаги материаллар технологияси

**ТЕХНИКА ФАНЛАРИ БЎЙИЧА ФАЛСАФА ДОКТОРИ (PhD)
ДИССЕРТАЦИЯСИ АВТОРЕФЕРАТИ**

Тошкент – 2020 йил

Фалсафа доктори (PhD) диссертацияси мавзуси Ўзбекистон Республикаси Вазирлар Маҳкамаси хузуридаги Олий аттестация комиссиясида B2018.4.PhD/T869 рақам билан рўйхатга олинган.

Диссертация иши Тошкент кимё-технология институтида бажарилган.

Диссертация автореферати уч тилда (ўзбек, рус, инглиз (резюме)) Илмий кенгаш веб-саҳифасида www.ionx.uz ва «Ziyonet» ахборот таълим порталида (www.ziyonet.uz) жойлаштирилган.

Илмий раҳбар:

Мирзакулов Холтура Чориевич
техника фанлари доктори, профессор

Расмий оппонентлар:

Сейтназаров Атаназар Рейпназарович
техника фанлари доктори, бош илмий ходим

Нурмуродов Тўлқин Исамуродович
техника фанлари доктори, доцент

Етакчи ташкилот:

Фарғона политехника институти

Диссертация ҳимояси Умумий ва ноорганик кимё институти хузуридаги DSc.02/30.12.2019.K/T.35.01 рақамли Илмий кенгашнинг 2020 йил «25» сентябрь соат 14⁰⁰ - даги мажлисида бўлиб ўтади. (Манзил: 100170, Тошкент шаҳри, Мирзо Улугбек кўчаси, 77-а. Тел.: (+99 871) 262 -79-90, факс: (+99871) 262-79-90; e-mail: ionxanruz@mail.ru)

Диссертация билан Умумий ва ноорганик кимё институтининг Ахборот-ресурс марказида танишиш мумкин. (12 рақам билан рўйхатга олинган). (Манзил: 100170, Тошкент шаҳри, Мирзо Улугбек кўчаси, 77-а. Тел.: (+99 871) 262-56-60).

Диссертация автореферати 2020 йил «12» 05 куни тарқатилди.
(2020 йил «11» сентябрдаги № 12 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., профессор

С.А. Абдурахимов

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



КИРИШ (фалсафа доктори (PhD) диссертацияси аннотацияси)

Диссертация мавзусининг долзарблиги ва зарурати. Дунёда фан ва нанотехнологиялар ривожланиши билан турли хил кимёвий бирикмаларга эҳтиёж ўсиб бормоқда. Бу жиҳатдан натрий полифосфатлар алоҳида ўрин эгаллайди. Натрий триполифосфат энг кўп истеъмол қилинадиган полифосфатдир. Шу муносабат билан кимё, энергетика саноатини таъминлаш, таркибида натрий полифосфатлар тутган синтетик ювиш воситаларини ишлаб чиқариш устувор вазифа ҳисобланади. Юқори сифатли фосфорли хом ашёнинг кескин танқислиги ва термик фосфор кислотасининг етишмаслиги шароитида таркибидаги аралашмалар билан экстракцион фосфор кислотаси(ЭФК)дан тоза натрий полифосфатлар ишлаб чиқаришни жорий қилиш катта аҳамият касб этади.

Жаҳон амалиётида паст сифатли фосфат рудаларини қайта ишлаш асосида тозаланган ЭФКдан натрий полифосфат тоза тузларини олиш технологиясини ишлаб чиқиш бўйича, қуйидаги йўналишларда ечимларни илмий асослаш: яъни натрий фосфат эритмаларини сульфат ва магний ионларидан чуқур тозалаш жараёнини аниқлаш; натрий фосфатни натрий полифосфатларга сувсизлантириш жараёнининг мақбул технологик параметрларини ишлаб чиқиш; моноаммонийфосфат эритмаларини кальциницияланган сода билан нейтраллаш жараёнини тадқиқ этиш; фильтрация жараёнини ва оралиқ эритмаларнинг реологик хусусиятларини аниқлаш зарур.

Бугунги кунда республикамызда инновацион ишланмаларни амалга ошириш натижасида кальциницияланган сода, ювиш воситалари, минерал ўғитлар ва тузларни ишлаб чиқариши соҳасида илмий – амалий натижаларга эришилмоқда. 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. Шу нуқтаи назардан Марказий Қизилқум паст навли фосфоритлари асосида ЭФК ва тозаланган моноаммонийфосфатни қайта ишлаш орқали натрий пирофосфат, триполифосфат ва натрий-аммоний фосфатларини олишнинг мақбул технологиясини ишлаб чиқиш муҳим аҳамият касб этади.

Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2017 йил 7 февралдаги ПФ 4947-сонли «2017-2021 йилларда Ўзбекистон Республикасини ривожлантиришнинг бешта устувор йўналиши бўйича Ҳаракатлар стратегияси» тўғрисидаги Фармони ҳамда ва 2017 йил 23 августдаги ПҚ-3236-сонли «2017-2021 йилларда кимё саноатни ривожлантириш дастури тўғрисида»ги, 2018 йил 25 октябрдаги ПҚ-3983-сонли «Ўзбекистон Республикасида кимё саноатини жадал ривожлантириш чора-тадбирлари тўғрисида»ги ва 2019 йил 3 апрелдаги ПҚ-4265 сонли «Кимё саноатини янада

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

ислоҳ қилиш ва унинг инвестициявий жозибадорлигини ошириш чора тадбирлари тўғрисида»ги Қарорлари ҳамда мазкур фаолиятга тегишли бошқа меъёрий-ҳуқуқий ҳужжатларда белгиланган вазифаларни амалга оширишга мазкур диссертация тадқиқоти муайян даражада хизмат қилади.

Тадқиқотнинг республика фан ва технологияларини ривожлантиришнинг устувор йўналишларига боғлиқлиги. Мазкур тадқиқот Республика фан ва технологиялар ривожланишини VII. «Кимёвий технологиялар ва нанотехнологиялар» устувор йўналишига мувофиқ ҳолда бажарилган.

Муаммонинг ўрганилганлик даражаси. Илмий-техник ва патент адабиётларида Хибин апатит концентратларидан ва Қоратоғ уни қаторидаги фосфоритларидан термик ва тозаланган ЭФК ёрдамида натрий полифосфатлар ишлаб чиқариш бўйича ишлар кенг ёритилган. Бунда, М.Е.Позин, Б.А.Дмитревский, Ю.Ф.Жданов, И.А.Петропавловский, Б.М.Гришин, К.Горазда, М.Банач, А.Макара, З.Взорек, А.Б.Бектуров, Д.Серазиддинов, Б.М.Беглов, Ш.С.Намазов, А.Здуκος, Х.Ч.Мирзакулов, И.И.Усманов ва бошқалар фосфор тузларини сувсизлантириш масалари билан шуғулланишган.

Гарчи, фосфат хом ашёсининг ҳар бир кони ноёб ва ўзига хос хусусиятларга, кимёвий ва минералогик таркибга эга. ЭФКни тозалаш бўйича илмий-техник адабиётларда мавжуд бўлган маълумотларни органик экстрагентлар, самарали катионитлар ва анионит алмашинувчилар ишлаб чиқарилмагани сабабли амалга ошириш мураккаб. Марказий Қизилқум фосфоритларидан олинган фосфор кислоталарни чўктириш усуллари билан тозалаш учун кенг миқёсли илмий ва технологик ёндашишларни талаб қилади.

Шуни ҳам таъкидлаш керакки, адабиётларда натрий полифосфатлар ишлаб чиқариш учун мўлжалланган натрий ортофосфатларнинг тозаланиши тўғрисида маълумотлар йўқ, бундан ташқари, натрий дигидро-, гидрофосфатлар ва уларнинг аралашмаларини магнийсизлантириш масалалари кўриб чиқилмаган.

Диссертация мавзусининг диссертация бажарилаётган олий ўқув юртининг илмий-тадқиқот ишлари билан боғлиқлиги. Диссертация тадқиқотлари Тошкент кимё-технология институти илмий-тадқиқот ишлари режасининг ЁА-7-5 «Марказий Қизилқум экстракцион фосфор кислотаси асосида натрий полифосфат тоза тузларини олиш технологиясини яратиш» (2015-2017 йй.) ва ИЗ-20170930300 «Марказий Қизилқум фосфоритларидан олинган экстракцион фосфор кислотаси асосида натрий полифосфат олиш технологиясини ўзлаштириш» (2018-2019 йй.) мавзуларидаги амалий ва инновацион лойиҳалар доирасида бажарилган.

Тадқиқотнинг мақсади Марказий Қизилқум фосфоритлари асосидаги ЭФК ва тозаланган моноаммонийфосфатдан юқори тозаликдаги натрий пирофосфат ва триполифосфат олиш технологиясини ишлаб чиқишдан иборат.

Тадқиқотнинг вазифалари:

натрий дигидро-, гидрофосфат ва уларнинг аралашмаларини сувсизлантириш жараёнини тадқиқ қилиш;

натрий полифосфатлар аралашмасидан тоза натрий пирофосфат олиш жараёнини тадқиқ қилиш;

натрий ортофосфатлар ва уларнинг аралашмаларини магний ионларидан аммиак иштирокида тозалаш жараёнини тадқиқ этиш;

моноаммонийфосфат эритмаларини кальциницияланган сода билан нейтраллаш жараёнини тадқиқ этиш. Фильтрация жараёнини ва оралик эритмаларнинг реологик хусусиятларини ўрганиш;

натрий-аммонийфосфат эритмаларини буғлатиш, қуритиш ва сувсизлантиришнинг мақбул технологик параметрларини ўрнатиш;

ЭФКдан натрий пирофосфат ва триполифосфат олишнинг мақбул технологик параметрларини аниқлаш;

натрий полифосфатлар ишлаб чиқариш учун технологик схемаларни, моддий балансини ҳисоблаш, дастлабки техник-иқтисодий ҳисобларини ишлаб чиқиш;

тажриба-саноат шароитида юқори тозаликдаги натрий пирофосфат ва триполифосфат олиш бўйича ишлаб чиқилган технологияларни синовдан ўтказиш.

Тадқиқотнинг объекти фторсизлантирилган ва чуқур сульфатсизлантирилган ЭФК, натрий гидро- ва дигидрофосфатлари, моноаммонийфосфат ва натрий-аммонийфосфат тозаланган эритмалари, натрий пирофосфат ва триполифосфатдан фойдаланилган.

Тадқиқотнинг предмети ЭФК ва моноаммонийфосфатни сульфат ва магнийдан тозалаш технологияси, натрий пирофосфат ва триполифосфат олиш технологияларини ишлаб чиқиш ҳисобланади.

Тадқиқотнинг усуллари. Диссертация ишида кимёвий ва физик-кимёвий (рентгенографик, ИҚ-спектроскопик, термогравиметрик, сканерловчи электрон микроскопия) таҳлил усуллари қўлланилган.

Тадқиқотнинг илмий янгилиги қуйидагилардан иборат:

натрий карбонат, барий карбонат ва газсимон аммиакнинг ёрдами билан ёнаки аралашмалардан мононатрийфосфат эритмаларини кальций, оғир оксидлар, фтор, сульфат ва магнийни тўлиқ йўқотишга эришиш орқали чуқур тозалаш мумкинлиги асосланган;

ЭФК ва моноаммонийфосфатнинг тозаланган эритмаларидан натрий пирофосфат ва триполифосфат олиш жараёнининг мақбул технологик параметрлари ва технологик режим меъёрлари аниқланган;

натрий ва аммоний фосфат эритмаларини буғлатиш, қуритиш ва куйдириш орқали натрий пирофосфат ва триполифосфатнинг унумдорлиги ва тозаллиги ошиши исботланган;

тозаланган натрий фосфатлар ва моноаммонийфосфатни қайта ишлаш орқали натрий пирофосфат ва триполифосфат олиш технологияси ишлаб чиқилган.

Тадқиқотнинг амалий натижалари қуйидагилардан иборат:

натрий-аммоний фосфат, натрий пирофосфат ва триполифосфат олиш технологияларининг мақбул шароитлари тавсия этилган;

ЭФК ва тозаланган моноаммонийфосфатни қайта ишлаш усули билан натрий пирофосфат ва триполифосфатга комплекс қайта ишлаш технологияси ва илмий-асослари ишлаб чиқилган;

юқори тозаликдаги натрий триполифосфат олиш бўйича ишлаб чиқилган технологияси «Аmmofos-Махам» АЖда синовдан ўтказилган.

Тадқиқот натижаларининг ишончлилиги. Кимёвий ва физик-кимёвий таҳлил натижалари «Аmmofos-Махам» АЖнинг илмий-тадқиқот техник лабораториясида натрий триполифосфат технологиясининг синовлари билан тасдиқланган.

Тадқиқот натижаларининг илмий ва амалий аҳамияти.

Тадқиқот натижаларининг илмий аҳамияти шундан иборатки, мамлакат иқтисодиёти учун муҳим бўлган импорт ўрнини босувчи кимёвий маҳсулотлари –ЭФК ва тозаланган моноаммонийфосфат эритмаларидан натрий пирофосфат ва триполифосфат олиш учун илмий асос бўлган. ЭФКни натрий карбонат билан нейтраллаб олинган натрий триполифосфатни қайта кристаллаш орқали тоза натрий пирофосфат олишга асос бўлди.

Тадқиқот натижаларининг амалий аҳамияти шундан иборатки, ЭФК ва моноаммонийфосфатнинг тозаланган эритмасини натрий пирофосфат ва триполифосфатга қайта ишлаш технологиясини ишлаб чиқиш ва мамлакатни импорт ўрнини босадиган кимёвий маҳсулотларга бўлган эҳтиёжини таъминлашга хизмат қилади.

Тадқиқот натижаларининг жорий қилиниши. ЭФК ва тозаланган моноаммонийфосфат эритмаларини техник натрий полифосфатларга қайта ишлаш технологиясини ишлаб чиқиш бўйича олинган илмий маълумотлар асосида:

ЭФК ва тозаланган моноаммонийфосфат эритмасини натрий триполифосфатга қайта ишлаш технологияси «Аmmofos-Махам» АЖнинг истиқболли ишланмалар рўйхатига киритилган («Аmmofos-Махам» АЖнинг 2020 йил 14 майдаги № 830/С сонли маълумотномаси). Натижада, халқ хўжалиги учун ювувчи восита сифатида ишлатиладиган, таркибида 99,5% кам бўлмаган натрий триполифосфат олиш имконини берган.

натрий ва натрий-аммоний фосфатларнинг тозаланган эритмалари ёрдамида юқори тозаликдаги натрий триполифосфат олиш технологияси «Аmmofos-Махам» АЖнинг истиқболли ишланмалар рўйхатига киритилган («Аmmofos-Махам» АЖнинг 2020 йил 14 майдаги № 830/С сонли маълумотномаси). Натижада, моноаммонийфосфатнинг тозаланган эритмаларидан юқори тозаликдаги натрий триполифосфат олиш имконини берган.

Тадқиқот натижаларининг апробацияси. Мазкур тадқиқот натижалари, жумладан 2 та халқаро ва 4 та республика илмий-амалий анжуманларда маъруза қилинган ва муҳокамадан ўтказилган.

Тадқиқот натижаларининг эълон қилиниши. Диссертация мавзуси бўйича жами 20 та илмий иш чоп этилган, Ўзбекистон Республикаси Олий Аттестацияси комиссиясининг докторлик диссертация(PhD)лари

натижаларини чоп этишга тавсия этилган илмий нашрларда 5 та мақола, жумладан, 2 таси республика ва 3 таси хорижий журналларда нашр этилган.

Диссертация тузилиши ва ҳажми. Диссертация таркиби кириш, тўртта боб, хулоса, фойдаланилган адабиётлар рўйхати ва иловалардан иборат. Диссертация ҳажми 120 бетни ташкил этган.

ДИССЕРТАЦИЯНИНГ АСОСИЙ МАЗМУНИ

Кириш қисмида тадқиқотнинг долзарблиги, мақсади ва қўйилган вазифалар Ўзбекистон Республикасининг фан ва технологияларни ривожлаништириш истиқболларига мос равишда бўлиб, тадқиқот ишининг объекти, предмети, олинган натижаларнинг ҳаққонийлиги асосланган, тадқиқот натижаларининг илмий янгилиги ва амалий аҳамияти ҳамда олинган натижалар чоп қилинган ишларда, диссертациянинг структурасида ўз аксини топган.

Диссертациянинг «**Натрий полифосфатлар ишлаб чиқаришнинг ҳозирги ҳолати**» деб номланган биринчи бобида натрий полифосфатлардан фойдаланиш, ишлаб чиқаришнинг талаб ва кўлами, таркиби, хусусиятлари, физик-кимёвий асослари ва ишлаб чиқариш усуллари тўғрисидаги адабиётлар таҳлили берилган. Чоп этилган материалларни чуқур, танқидий таҳлил қилиш асосида тадқиқотнинг мақсади ва вазифалари шакллантирилган.

Диссертациянинг «**Бошланғич, оралиқ ва тайёр маҳсулотлар тавсифи**» деб номланган иккинчи боби ишда фойдаланиладиган бошланғич хом ашё материалларининг хусусиятлари, тасдиқланган тадқиқот усуллари, кимёвий таҳлил ва физик-кимёвий тадқиқот усуллари бағишланган.

Диссертациянинг «**Марказий Қизилқум фосфоритлари асосида тоза натрий пирофосфат ва триполифосфат олиш**» деб номланган учинчи бобида МҚ фосфоритларидан натрий дигидро-, гидрофосфатларини сувсизлантириб, олдиндан тозаланган ЭФК, натрий карбонат билан нейтраллашиб, ортофосфатлар ажратилиб, қуритилиб ва куйдирилиб натрий полифосфатлар олишга бағишланган.

Натрий дигидро-, гидрофосфат ва 1:2 моль нисбатдаги дигидро-, гидрофосфатларнинг аралашмаларидан натрий полифосфатлар олинишига куйдириш ҳароратлари, жараён давомийлигининг таъсири тадқиқ этилди.

Сувсизлантиришнинг мақбул технологик параметрлари аниқланди – куйдириш ҳарорати 400°C, термик ишлов бериш вақти 2 соат. Бунда полимерланиш даражаси дигидрофосфат учун 50,73%, гидрофосфат учун 94,42% ва натрий триполифосфат учун 97,38%ни ташкил қилади.

pH 4,5 ва pH 6,3-6,8 гача нейтраллангандан кейинги тозаланган эритмаларидан натрий полифосфатлар олиш бўйича тадқиқотлар ўтказилган, чўкмалар ажратилган, буғлатилиб, қуритилиб ва сувсизлантириб мақбул шароитларда таркибида 40,53-42,74% Na₂O, 54,03-52,13% P₂O₅, 2,81-2,88% SO₃ ва 0,50-0,55% MgO бўлган натрий триполифосфат олиш мумкинлиги кўрсатилган. Полимерланиш даражаси 96,21-96,94% ни ташкил этади. Таркибида қолган аралашмаларнинг миқдори 0,011% дан кам.

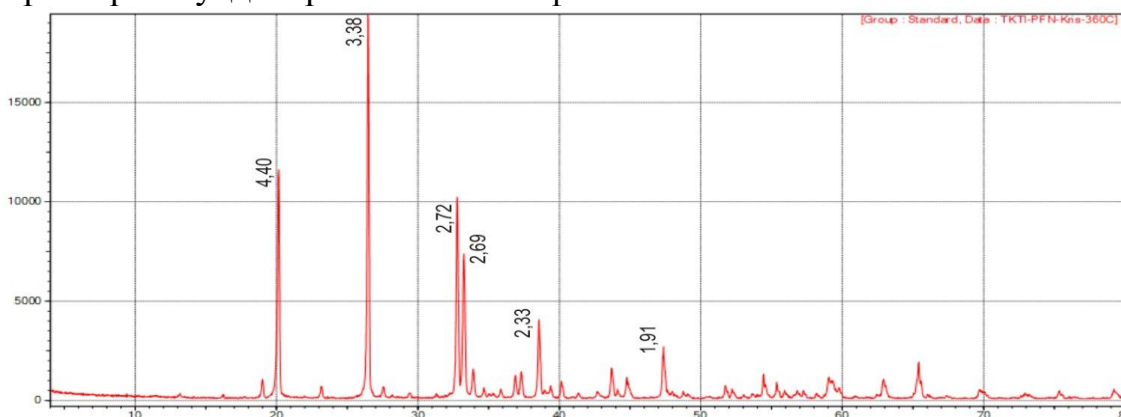
Натрий триполифосфатнинг кимёвий таркибига $\text{Na}_2\text{O}:\text{P}_2\text{O}_5$ нисбати ва рН таъсири ($t, ^\circ\text{C}=400^\circ\text{C}$; $\tau=2$ соат)

рН	$\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$	Кимёвий таркиби, масс. %								Полимер. даражаси %
		Na_2O	P_2O_5	SO_3	CaO	MgO	Al_2O_3	Fe_2O_3	F	
6,3	0,75	40,53	54,03	2,88	0,011	0,55	0,0096	0,0087	0,0022	96,21
6,5	0,77	41,29	53,62	2,86	0,0098	0,54	0,0088	0,0075	0,0021	96,32
6,6	0,79	41,97	53,13	2,85	0,0076	0,52	0,0076	0,0060	0,0019	96,46
6,7	0,81	42,63	52,63	2,83	0,0054	0,51	0,0062	0,0048	0,0017	96,68
6,8	0,82	42,74	52,13	2,81	0,0032	0,50	0,0056	0,0043	0,0015	96,94

рН 6,7 да олинган натрий триполифосфат намунаси таркибида сульфат ва магний оксидларининг миқдори юқорилиги туфайли қайта кристаллантирилди. Бунинг учун натрий триполифосфат 80°C даги сувда эритилиб $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 21-22%ли эритмаси олинди ва 70°C дан кам бўлмаган ҳароратда филтрланди. Олинган кристаллар тоза натрий пирофосфатга тўғри келади.

Натрий пирофосфатнинг масспектрал элементар таҳлили (т/гр): Са-175; Mg-150; Al-106; Fe-119; Pb-0,759, As-1,70, Cd-0,02 мавжудлигини кўрсатди.

Унинг таркибини аниқлаш учун рентгенографик тадқиқот ўтказилди. Натрий пирофосфат рентгенограммасида $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ учун 4,40; 3,38; 2,72; 2,33 Å характерли чўққилари билан тавсифланган.

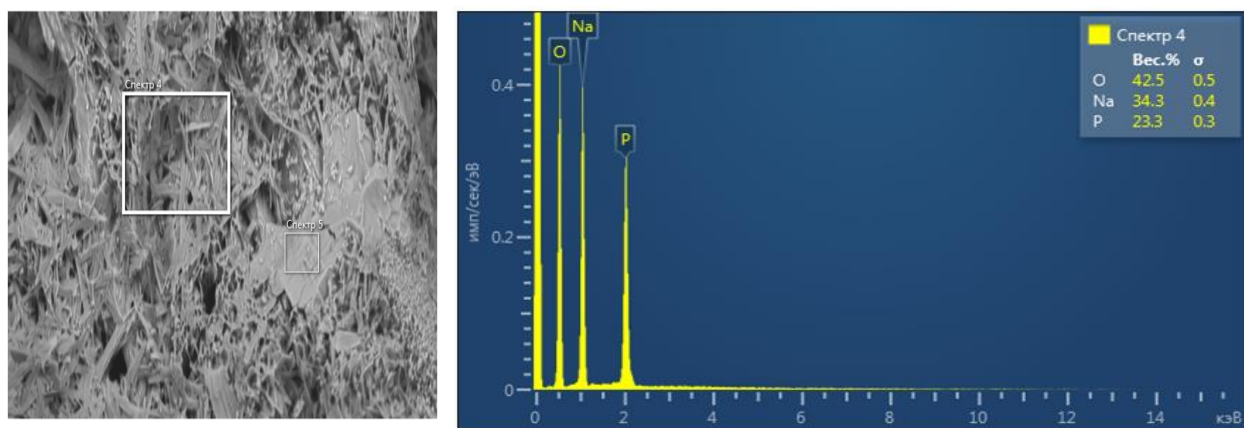


1-расм. 360°C температурада олинган натрий пирофосфат рентгенограммаси

$\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ нинг ИҚ-спектри $570\text{--}750$, $890\text{--}1030$ ва $1095\text{--}1215\text{ см}^{-1}$ оралиғида ютилиш чизиғининг учта гуруҳларини кўрсатади, улар анион бирикмаларининг узун занжирли тузилишини кўрсатади. $1095\text{--}1215\text{ см}^{-1}$ чизиқларидаги симметрик тебраниш майдонида PO_4 гуруҳи устунлик қилади.

Ажралиб чиққан бирикманинг ИҚ-спектри идентификациялаш вақтида тўртта тетраэдрли PO_4 занжирли полифосфатларга хос. Буни PO_4 гуруҳларининг симметрик тебраниш чизиқларининг сезиларли кенгайиши билан тасдиқланган.

2-расмда натрий полифосфатлардан кристаллантирилиб олинган натрий пирофосфатнинг сканерловчи электрон микроскопия маълумотлари кўрсатилган. Элементар таркиби тоза натрий пирофосфатга мос келади.



2-расм. Натрий пирофосфат элементар таҳлили

Натрий триполифосфат таркибида 2,88% гача сульфатлар мавжуд. Шунинг учун мавжуд эритмаларни тозалаш зарур. Кислотадаги қолган SO_3 миқдорини боғлашга 80-100% ҳисобида барий карбонат билан фторсизлантирилган ва сульфатсизлантирилган ЭФКни нейтраллаш босқичидан олдин тозалаш ишлари олиб борилади.

Барий карбонат меъерининг 80%дан 100% га ошиши билан сульфат миқдори 0,5%дан 0,001%гача пасаяди, дастлабки кислота таркибида эса 0,74% SO_3 бўлади. Бунда сульфатсизланиш даражаси 79,96-99,80%ни ташкил этади.

Мононатрийфосфат эритмаларининг кимёвий таркибини аниқлаш учун чуқур сульфатсизлантирилган кислота натрий карбонат билан рН 3,5-5,0 гача нейтралланади, бунда $Na_2O:P_2O_5$ нисбати 0,335-0,492 га тенг бўлади.

$Na_2O:P_2O_5$ нисбати 0,355 дан 0,492 гача кўтарилганда рН муҳити 3,5 дан 5,0 гача ошади. Шу билан бирга, суюқ фазада 4,77% дан 6,78% гача Na_2O , 14,24-13,78% P_2O_5 ва кальций, магний бирикмаларининг аралашмалари мавжуд бўлади. Алюминий, темир, сульфатлар ва фтор аралашмалари фоизнинг юздан бирига тенг, шу билан бирга кальций оксиди 0,15-0,34%, магний оксиди 0,75-0,80%.

Чуқур сульфатсизлантирилган мононатрийфосфат эритмасини натрий карбонат билан рН 6,3-6,8 гача нейтраллаб натрий триполифосфат эритмалари олинган. Бунда Na_2O нинг P_2O_5 га нисбати 0,72 дан 0,82 гача ўзгаради ва натрий триполифосфат таркибида 54,55-56,91 P_2O_5 , 41,15-44,73% Na_2O ва 0,50-0,54% MgO мавжуд.

Натрий триполифосфат олиш учун эритмадаги магний оксидини камайтириш учун эритма $NH_3:MgO$ нисбатини 1,0 дан 2,5 гача сақланиб, газсимон аммиак билан рН 8,4 гача кўшимча равишда нейтралланади. рНнинг 7,5-8,4 гача кўтарилиши $MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$ кристаллогидратлари шаклида магнийнинг чўкишига ва шунга мос равишда магний оксиди миқдорининг камайишига олиб келади.

Эритмадаги магний оксидининг миқдори $NH_3:MgO$ нисбати ёки рН 7,5-8,4 га қараб 0,51%дан 0,0035-0,0011% гача камаяди. Эритмадаги P_2O_5 миқдори 13,50-13,60%, Na_2O 9,85-9,93%. Бошқа аралашмаларнинг таркиби аҳамиятсиз ўзгаради.

pH 7,5-8,4 гача аммонизацияланган эритмалар жуда яхши филтрланади. Бўтқанинг филтрланиш тезлиги pH ва филтрланиш ҳароратининг 20-80°C га боғлиқ равишда 6670-10258 кг/м²·с дан 7587-11668 кг/м²·с гача ўзгариб туради.

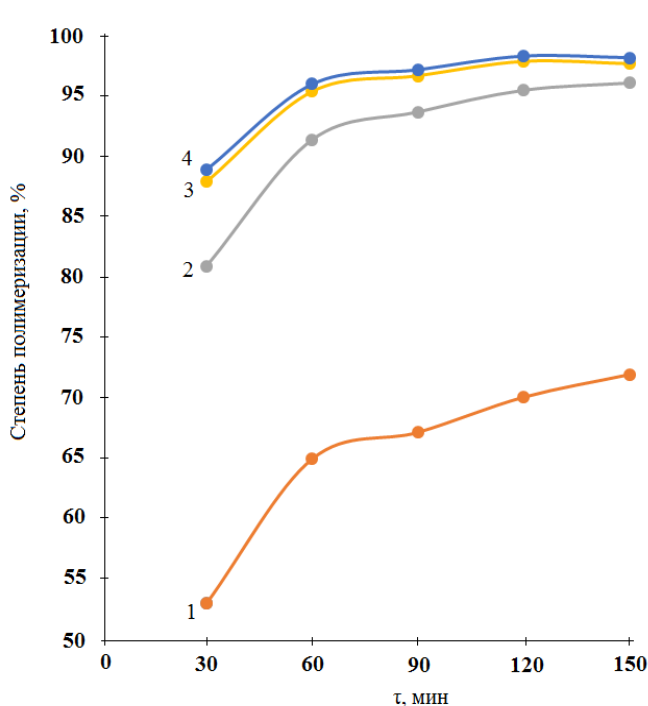
Магний-аммоний фосфат ажралгандан кейин эритмаларнинг зичлиги 1,231-,263 г/см³ ни ташкил қилади, қовушқоқлик эса pH ва 20-80°C ҳароратга қараб 2,15 сПа дан 6,06 сПа гача ўзгариб туради.

Чуқур сульфатсизлантирилган ЭФК натрий карбонат билан pH 6,2 гача, Na₂O:P₂O₅ = 0,73 нисбатда нейтралланиб, pH 8,1 гача аммонизациялангандан кейин буғлатиш ва сувсизлантириш 400°C ҳароратда куйдириш жараёни давомийлигига боғлиқ ҳолда олинган натрий триполифосфатнинг таркиби 2-жадвалда кўрсатилган.

2-жадвал

Натрий триполифосфат кимёвий таркибига сувсизлантириш жараёни давомийлигининг таъсири

№	τ, мин	Кимёвий таркиби, масс. %								Полимер. даражаси. %
		Na ₂ O	P ₂ O ₅	SO ₃	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	F	
1	30	40,43	55,38	0,0041	0,0087	0,0091	0,0062	0,0056	0,0022	93,51
2	60	40,78	55,86	0,0045	0,0090	0,0094	0,0069	0,0063	0,0020	95,17
3	90	41,02	56,19	0,0048	0,0093	0,0096	0,0075	0,0069	0,0019	97,96
4	120	41,18	56,41	0,0050	0,0095	0,0098	0,0080	0,0073	0,0019	98,14
5	150	41,20	56,43	0,0051	0,0096	0,0099	0,0082	0,0075	0,0018	98,21



3-рассм. Сувсизлантириш жараёнида полимерланиш даражаси(% P₂O₅)нинг ҳароратларга боғлиқлиги:

1 – 300°C; 2 – 350°C; 3 – 400°C; 4 – 450°C.

Куйдириш давомийлиги ошган сари барча таркибий қисмларнинг миқдори ошади. Куйдириш давомийлиги 30 минутда P₂O₅нинг миқдори 55,38%, 120 минутдан кейин эса 56,41% ни ташкил қилади, ушбу шароитда Na₂O миқдори 40,43% дан 41,18%гача кўтарилади. Полимерланиш даражаси 93,51-98,21%ни ташкил этади. Қолган таркибий қисмлар биров кўпаяди.

Натрий полифосфатнинг полимерланиш даражасига ҳароратлар ва сувсизлантириш жараёнининг давомийлиги таъсири ҳақида 3-рассмда маълумот берилган. Рассмдан кўринадики, полимерланишнинг энг юқори даражаси 400-450°C ҳароратда кузатилади ва

сувсизлантириш давомийлиги 60 минутдан кам эмас.

$pH = 6,2$, нисбат $Na_2O : P_2O_5 = 0,73$ ва жараён давомийлиги 2 соатда олинган натрий триполифосфатнинг кимёвий таркибига ҳароратларнинг таъсири тўғрисидаги маълумотлар 3-жадвалда кўрсатилган.

3-жадвал

Натрий триполифосфат кимёвий таркибига ҳароратларнинг таъсири

№	t, °C	Кимёвий таркиби, масс. %										Полимер. даражаси %
		Na ₂ O	P ₂ O ₅ общ	P ₂ O ₅ поли	P ₂ O ₅ водн	SO ₃	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	F	
1	350	40,85	55,96	54,74	1,22	0,0046	0,0089	0,0093	0,0078	0,0070	0,0021	97,85
2	400	41,18	56,41	55,36	1,05	0,0050	0,0095	0,0098	0,0080	0,0073	0,0019	98,15
3	450	41,25	56,51	55,63	0,88	0,0053	0,0098	0,0100	0,0082	0,0075	0,0018	98,45
4	500	41,27	56,55	55,89	0,66	0,0055	0,0100	0,0102	0,0083	0,0076	0,0016	98,84
5	550	41,30	56,58	55,97	0,61	0,0056	0,0101	0,0103	0,0084	0,0078	0,0015	99,10
6	600	41,32	56,60	56,05	0,55	0,0056	0,0102	0,0104	0,0084	0,0078	0,0015	99,16

Ҳароратларнинг 350°Сдан 600°Сгача кўтарилиши полимеризация даражасини 97,85%дан 99,16%гача оширади. P₂O₅ миқдори 55,96% 56,60%гача, Na₂O 40,85% дан 41,32% гача кўтарилади. Сувсизлантиришнинг мақбул ҳарорати 400-450°С ҳарорат ва жараён давомийлиги 2 соатни ташкил этади, бунда полимерланиш даражаси 98,15 – 98,45% ни ташкил қилади.

Тоза натрий триполифосфатнинг микротузилиш хусусиятлари ва элементар таҳлилни ўрганиш қуйидаги элементар миқдорини кўрсатди: сульфатсизлантирилган ва фторсизлантирилган ЭФК асосидаги натрий триполифосфат учун Na-29,8%, P-25,1%, Ca-0,1%, Mg-0,4%, Al-0,1%, Fe-0,1%, S-0,7%, чуқур сульфатсизлантирилган ЭФК асосида Na-30,7%, P-25,1%, Ca-0,1%, Mg-0,4%, Al-0,1%, Fe-0,1%, сульфат ва магний ионларидан чуқур тозаланган ЭФК асосида Na-30,7%, P-25,4%, Ca-0,1%, Mg-0,1%, Al-0,1%, Fe-0,1%, натрий триполифосфат таркибига мос келади.

360 ва 560°С ҳароратда олинган натрий триполифосфатларнинг турли хил катталиклардаги микрорасмлари кўрсатилган. Расмлардан кўринадики, ҳарорат ошиши билан кристалларнинг тўкма зичлиги ошади ва уларнинг тузилиши ўзгаради.

360°С ҳароратда сувсизлантиришдан сўнг намунада фақат форма II ҳосил бўлади, 4,6911, 4,5091, 2,6898, 2,6215, 2,5843, 4,4572, 4,4181, 3,0612 Å интенсив чўққилари билан тавсифланади. Шунга ўхшаш чўққилар натрий триполифосфатларнинг форма I учун характерлидир. Рентгенограмманинг 4,6911 ва 2,6898 Å чўққилари билан фарқланади. Форма II максимал қийматдаги чўққиси 4,6911 Å, форма I максимал қийматдаги чўққиси эса 2,6902 Å.

Ютилган бирикмаларнинг тебраниш спектрлари полифосфатларнинг ИҚ-спектрларига хос хусусиятларини тавсифлайди. Na₅P₃O₁₀ нинг ИҚ-спектрида 570–750, 890–1015, 1095–1215 ва 1255–1285 см⁻¹ оралиғида ютилиш чизиқларининг тўртта гуруҳларини ажратиш мумкин, бу анион бирикмаларининг узун занжирли тузилишини кўрсатади. Бирикмаларнинг ассиметрик тебранишли ютилиш спектрлари соҳасида полифосфатларнинг ИҚ-спектрларига хос бўлган хусусиятларни тавсифлайди. Na₅P₃O₁₀ нинг ИҚ-спектрида 570–750, 890–1015, 1095–1215 ва 1255–1285 см⁻¹ оралиғида

ютилиш чизикларининг тўртта гуруҳларини ажратиш мумкин, бу анион бирикмаларининг узун занжирли тузилишини кўрсатади. Ажралиб чиққан $1275\text{--}1285\text{ см}^{-1}$ интенсив чизигида ассиметрик валентли тебраниш соҳасида PO_2 гуруҳи, $1095\text{--}1215\text{ см}^{-1}$ чизигида симметрик тебраниш майдон соҳасида PO_2 гуруҳи устунлик қилади. Узун занжирли соҳадаги PO_2 ва PO_2 гуруҳларининг аралаш муҳитдаги энг юқори ютилиш чизикларини, шунингдек интенсив ютилиш чизикларининг ўзгариши катионлар табиати ва анионларнинг полимерланиш даражасини акс эттиради.

Бирикмаларнинг ИҚ-спектрлар таҳлили шуни кўрсатадики, анион бирикмаларидаги такрорланувчи структуравий боғланиш тетраэдрик фосфор атомининг тўртта кислород атоми билан мувофиқлаштирилган гуруҳдир.

Тадқиқотлар шуни кўрсатдики, 400°C гача бўлган ҳароратларда натрий триполифосфатнинг II формаси ва 600°C гача бўлган ҳароратларда I формаси ҳосил бўлади.

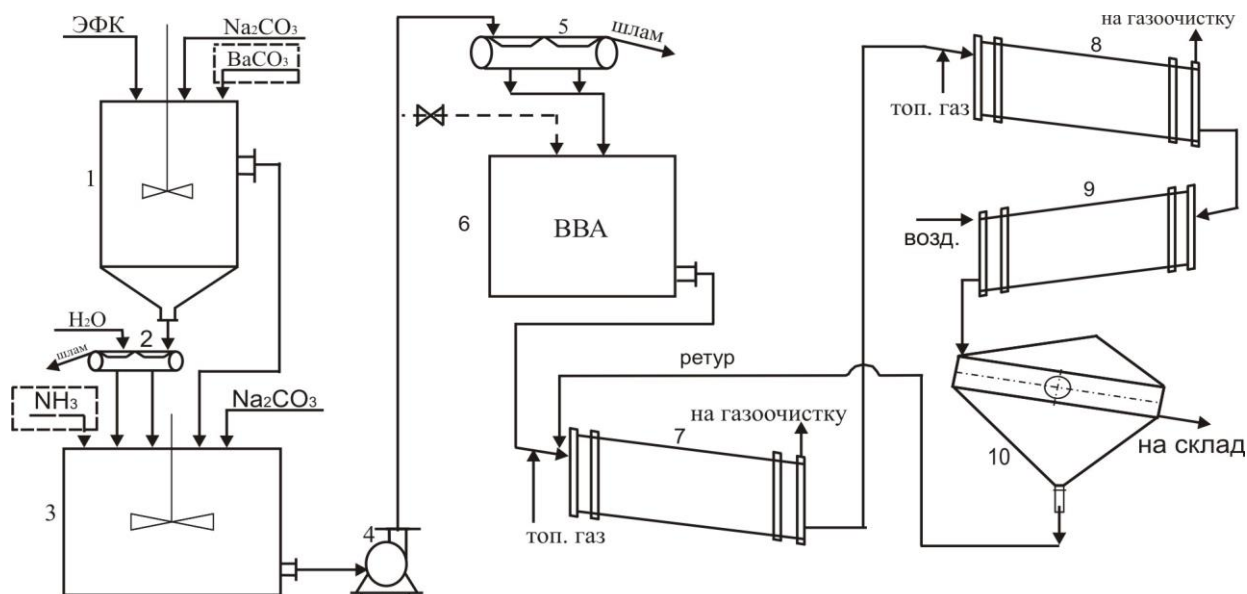
Натрий дигидро- ва гидрофосфат аралаш эритмалари таркибидаги қолдиқ сульфат ва магнийдан чуқур тозалаш бўйича келтирилган тадқиқотлар МК фосфоритлари асосидаги ЭФКдан натрий пирофосфат ва триполифосфат олишнинг технологик схемалари, моддий баланс схемаларини ишлаб чиқиш ва технологик режим меъёрларини аниқлашга асос бўлди.

Биринчи вариант бўйича олдиндан фторсизлантирилган ва сульфатсизлантирилган ЭФК натрий карбонат билан кальций, оғир оксидлар ва фтордан тозаланади, қолдиқ чўкмалардан ажратилади, буғлатилади, қуритилади ва куйдирилади.

Иккинчи вариант бўйича, олдиндан фторсизлантирилган ва барий карбонат билан сульфатсизлантирилган ЭФК натрий карбонат билан нейтралланади, газсимон аммиак билан аммонизацияланади, тозаланган эритма буғлатилади, қуритилади ва сувсизлантирилади. Натрий триполифосфат олишнинг принципиал технологик схемаси 4-расмда келтирилган.

Реакторга(поз.1) олдиндан фторсизлантирилган ва сульфатсизлантирилган ЭФК, қолган сульфат миқдори барий карбонат билан тозаланади ва натрий карбонат билан нейтралланади, ҳосил бўлган суспензия филтрга(поз. 2) ўтказилади. Суюқ фаза реакторда(поз. 3) натрий карбонат ва газсимон аммиак билан нейтралланади, филтрга(поз. 5) келади, вакуумли-буғлатиш қурилмасида(поз. 6) буғлатилади, барабан қурилмасида(поз. 7) қуритилади, куйдириш печида(поз. 8) сувсизлантирилади, барабанда(поз. 9) совутилади ва сақлашга(поз. 10) узатилади.

МК фосфоритлари асосидаги ЭФКдан натрий триполифосфат ишлаб чиқариш самарадорлигининг дастлабки техник-иқтисодий ҳисоблари шуни кўрсатдики, 1 тонна натрий триполифосфатнинг нархи 7452,48 минг сўмни ташкил этади. Импорт қилинган натрий триполифосфатнинг улгуржи нархи Республикамизда 11149,50 минг сўмни ташкил этади. Ҳар бир тонна натрий триполифосфатдан 5122,019 минг сўм тежаланилади. Йилига 10 минг тонна маҳсулот ишлаб чиқарилганда, импортга нисбатан 51,22 млрд. сўм иқтисодий самарадорликга эришилади.



4-расм. Экстракцион фосфор кислотасидан натрий триполифосфат олишнинг мослашувчан принципиал технологик схемаси: 1, 3 – реакторлар, 2, 5 – фильтрлар, 4 – насос, 6 – вакуумли-буғлатиш қурилмаси (ВБК), 7 – қуритиш барабани (БС, БГС), 8 – куйдириш барабани, 9 – совутиш барабани, 10 – классификация

«Моноаммонийфосфатдан натрий полифосфатлар олиш жараёнининг тадқиқоти» деб номланган тўртинчи бобида МҚ фосфоритларидан олинган ЭФК асосидаги тозаланган моноаммонийфосфат эритмасидан натрий триполифосфат олишга бағишланган. Тозаланган моноаммонийфосфат эритмасини олиш учун МҚ фосфоритларининг олдиндан фторсизлантирилган ва чуқур сульфатсизлантирилган ЭФК қўлланилди, газсимон аммиак билан рН 3,5-5,0 гача аммонизацияланди. Аммонизация P_2O_5 миқдорини 14,05 дан 13,37% гача биров камайтиради, аммо кальций оксиди миқдорини 0,49% дан 0,17% гача, алюминий 0,136% дан 0,019% гача, темир 0,41% дан 0,12% гача, фтора 0,096% дан 0,031% гача сезиларли камайтиради. Бундай шароитда магний миқдори 0,49% дан 0,39% гача камаяди.

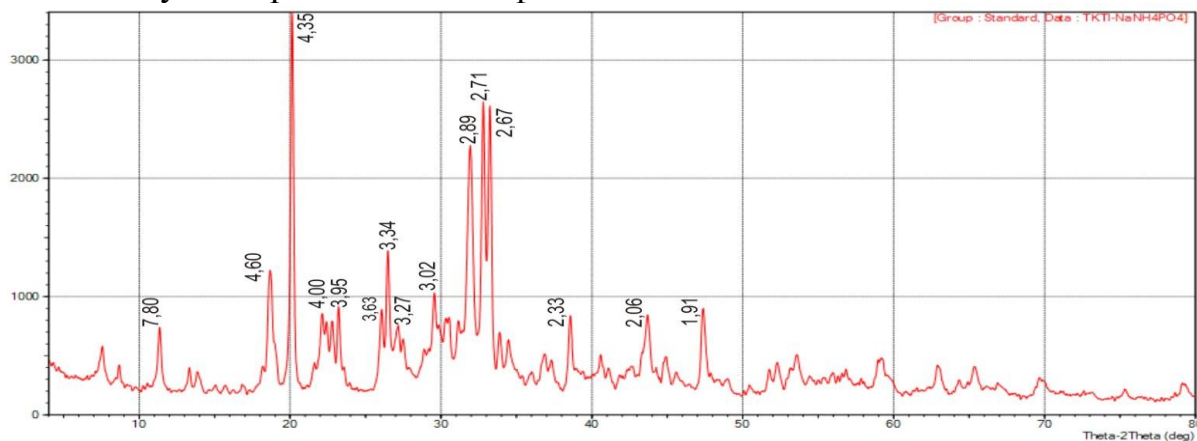
Натрий дигидро- ва гидрофосфатларининг $Na_2O:P_2O_5 = 0,72-0,78$ нисбатдаги аралашмасидан иборат эритмасини олиш учун фторсизлантирилган ва чуқур сульфатсизлантирилган ЭФКни газсимон аммиак билан рН 4,5-5,0 гача, сўнгра натрий карбонат билан рН 7,9-8,4 гача нейтралланди, чўкма ажратиб олинди. Чўкма ажратиб олингандан кейинги натрий-аммонийфосфат эритмаларининг таркиби 4-жадвалда келтирилган.

4-жадвал

Натрий-аммонийфосфат суюқ фазалари кимёвий таркибига натрий карбонатнинг таъсири

рН	Na ₂ O/ P ₂ O ₅	Химический состав, масс. %								
		Na ₂ O	P ₂ O ₅	N	SO ₃	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	F
7,9	0,72	9,58	13,31	2,64	0,0018	0,005	0,003	0,004	0,004	0,0006
8,1	0,73	9,63	13,19	2,60	0,0018	0,004	0,002	0,003	0,003	0,0005
8,2	0,74	9,65	13,04	2,56	0,0018	0,003	0,002	0,003	0,002	0,0005
8,3	0,75	9,67	12,89	2,53	0,0018	0,003	0,001	0,002	0,002	0,0004
8,4	0,76	9,70	12,76	2,51	0,0017	0,002	0,001	0,002	0,001	0,0004
8,6	0,78	9,85	12,63	2,48	0,0017	0,002	0,001	0,002	0,001	0,0003

50-60°C ҳароратда буғлатилган ва қуритиб олинган намунанинг физик-кимёвий тадқиқотлари натрий дигидрофосфатнинг турли гидрат шаклдаги тузлари ва натрийаммонийфосфатнинг тетрагидратининг аралашмасини ҳосил бўлишини кўрсатди (5-расм). Натрий аммоний фосфатлари 4,35; 4,00; 2,71; 2,33Å - $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, 3,95; 3,63; 3,34; 2,06Å - $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 4,60; 3,27; 3,02; 2,89; 2,67; 1,91Å - $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ва 7,80Å - $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ интенсив чўққилари билан тавсифланади.



5-расм. Натрий ва натрий-аммоний фосфатларнинг рентгенограммалари

Натрий-аммоний фосфатлар рН 7,9 – 8,6, ҳарорат 450°C ва 1,5 соат жараён давомийлигида буғлатиб, қуритиб ва сувсизлантириб олинган натрий триполифосфатнинг таркиби 5-жадвалда келтирилган.

5-жадвал

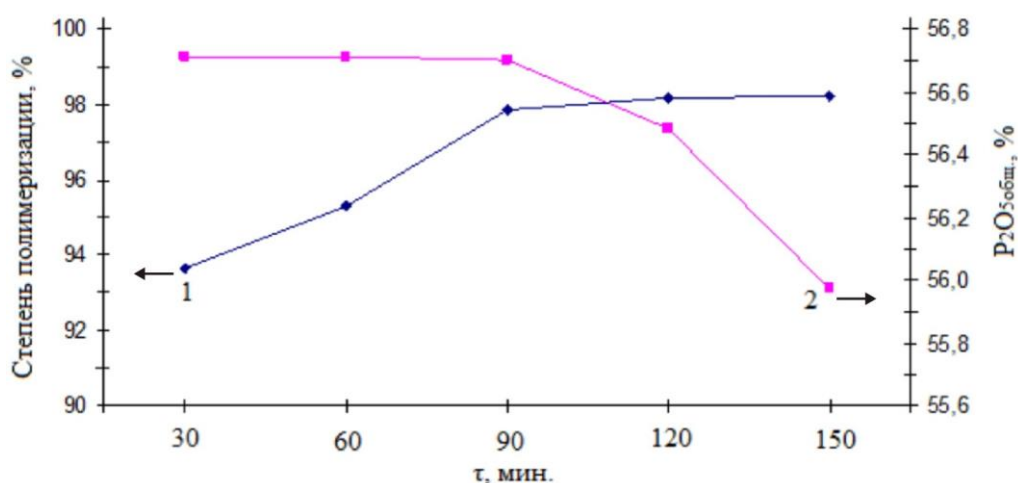
**Натрий триполифосфат кимёвий таркибига
 $\text{Na}_2\text{O}:\text{P}_2\text{O}_5$ нисбати ва рН таъсири**

рН	$\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$	Химический состав, масс. %							
		Na_2O	P_2O_5	SO_3	CaO	MgO	Al_2O_3	Fe_2O_3	F
7,9	0,72	40,97	56,9	0,0015	0,017	0,0081	0,0090	0,01	0,0022
8,1	0,73	41,38	56,7	0,0016	0,015	0,0075	0,0087	0,0098	0,0019
8,2	0,74	41,81	56,5	0,0018	0,012	0,0071	0,0083	0,0094	0,0017
8,3	0,75	42,07	56,1	0,0020	0,010	0,0066	0,0081	0,0091	0,0016
8,4	0,76	42,18	55,5	0,0021	0,009	0,0063	0,0079	0,0089	0,0015
8,6	0,78	42,37	54,32	0,0022	0,008	0,0059	0,0076	0,0086	0,0014

Натрий карбонат улушининг кўпайиши P_2O_5 нинг пасайишига олиб келади. Бошқа таркибий қисмларнинг миқдори аҳамиятсиз ўзгаради ва фоиз улушининг юздан, мингдан бирига тўғри келади.

Сувсизлантириш жараёнида ажралиб чиққан аммиак моноаммонийфосфат эритмасини олишда қўллаш учун экстракцион фосфор кислотага сўрилади.

Сувсизлантириш жараёни давомийлигининг 400°C ҳароратда натрий триполифосфатнинг P_2O_5 умум миқдори ва полимерланиш даражасига таъсири 6-расмда келтирилган. Расмда кўринадик, камида 90 дақиқадан кам бўлмаган оқимда сувсизлантиришни олиб бориш зарурлигини тасдиқлайди. Бундай ҳолда, полимерланиш даражаси ва P_2O_5 шаклдаги умумий миқдори максимал қийматларга етади.



6-расм. Полимерланиш даражаси ва P₂O₅ миқдорининг 400°C ҳароратда сувсизлантириш жараёнининг давомийлигига боғлиқлиги:

1 – полимерланиш даражаси, 2 – P₂O₅ умум.

pH = 8,1, нисбат Na₂O : P₂O₅ = 0,73 ва 2 соат жараён давомийлигида олинган натрий триполифосфатнинг кимёвий таркибига ҳароратлар таъсири б-жадвалдаги маълумотларда келтирилган.

б-жадвал

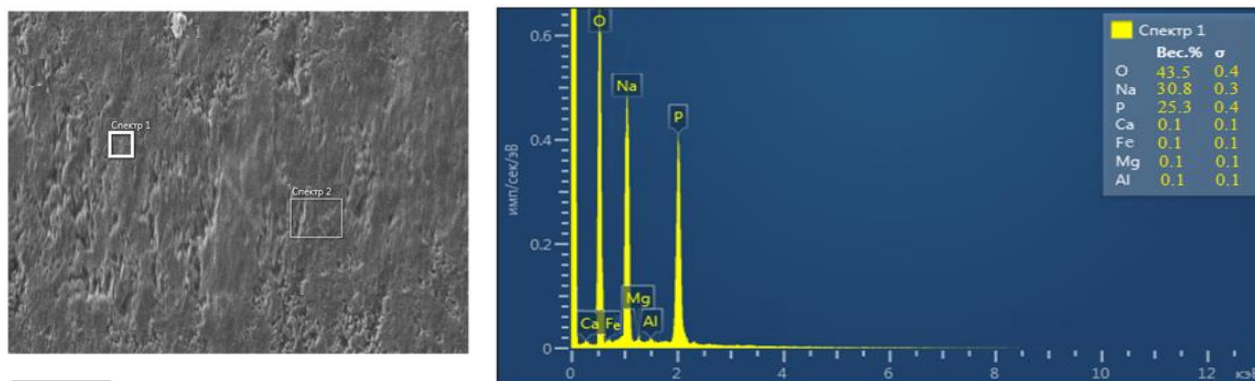
Жараён давомийлиги 2 соатда натрий триполифосфат кимёвий таркибига ҳароратларнинг таъсири

№	t, °C	Кимёвий таркиби, масс. %										Полим. дараж %
		Na ₂ O	P ₂ O ₅ умум	P ₂ O ₅ поли.	P ₂ O ₅ сув.	SO ₃	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	F	
1	350	40,94	56,08	54,90	1,18	0,0072	0,0085	0,0071	0,0084	0,0094	0,0021	97,89
2	400	41,38	56,70	55,67	1,03	0,0076	0,0090	0,0075	0,0087	0,0098	0,0019	98,18
3	450	41,40	56,72	55,87	0,85	0,0078	0,0092	0,0077	0,0089	0,0102	0,0017	98,50
4	500	41,41	56,73	56,08	0,65	0,0080	0,0093	0,0079	0,0090	0,0103	0,0016	98,85
5	550	41,43	56,75	56,15	0,60	0,0081	0,0093	0,0080	0,0091	0,0104	0,0015	98,94
6	600	41,43	56,75	56,20	0,55	0,0081	0,0094	0,0080	0,0091	0,0104	0,0015	99,03

Ҳароратларнинг 350°C дан 600°C гача кўтарилиши полимерланиш даражасини 97,89% дан 99,03% гача оширади. Шу билан бирга, P₂O₅ миқдори 56,08% дан 56,75% гача, Na₂O 40,94% дан 41,43% гача кўтарилади. Сувсизлантириш мақбул ҳарорати 400-450°C ва жараённинг давомийлиги 2 соатни ташкил этади, бунда полимерланиш даражаси 98,18 – 98,50% ни ташкил қилади.

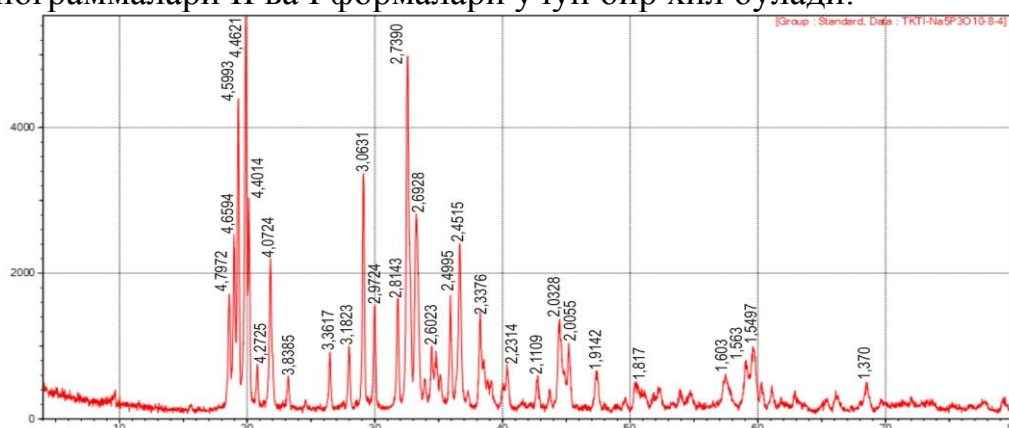
Масспектрал таҳлилига кўра, натрий триполифосфат таркиби: Ca – 117; Mg – 115; Al – 57; Fe – 61; As – 14; Pb – 0,299. г/т ни фоизга ҳисоблаганда As - 1,4*10⁻⁵ ни ташкил этади.

МҚ фосфоритларидан олинган чуқур сульфатсизлантирилган моноаммонийфосфат эритмаси ва кальцинацияланган сода асосидаги натрий триполифосфатнинг асосий таркиблари 7-расмда кўрсатилган. Натрий триполифосфатнинг элемент таҳлили куйидаги элементар таркибини кўрсатади: Na-30,8%, P-25,3%, Ca-0,1%, Mg-0,1%, Al-0,1%, Fe-0,1%, бу натрий триполифосфат таркибига тўғри келади.

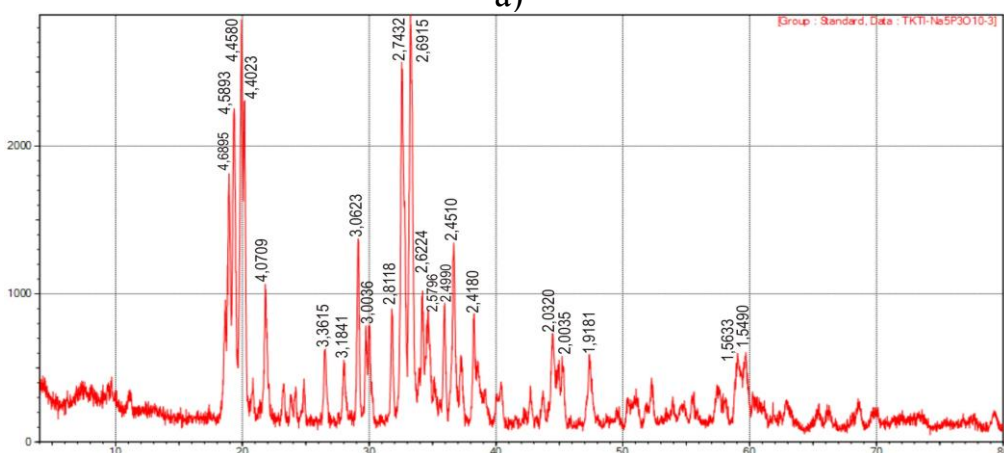


7-расм. Марказий Қизилқум фосфоритларидан олинган чуқур сульфатсизлантирилган моноаммонийфосфат эритмаси ва кальцинацияланган сода асосидаги натрий триполифосфатнинг элемент таҳлили

8-расмда 360-560°C ҳароратда олинган натрий триполифосфатнинг рентгенограммалари кўрсатилган. 360°C ҳароратда сувсизлантирилганда фақат II форма ҳосил бўлади, 4,5993, 4,4621, 3,0631, 2,7390 Å интенсив чўққилари билан тавсифланади. 560°C ҳароратда сувсизлантирилганда эса фақат I форма ҳосил бўлади, 4,6895, 4,5893, 4,4580, 4,4023, 2,7432, 2,6915 Å интенсив чўққилари билан тавсифланади. Рентгенограмма 4,4621 ва 2,6915 Å чўққилари билан фарқланади. II форманинг максимал чўққиси 4,4621 Å, I форманинг максимал чўққиси эса 2,6915 Å. Натрий триполифосфатниг рентгенограммалари II ва I формалари учун бир хил бўлади.



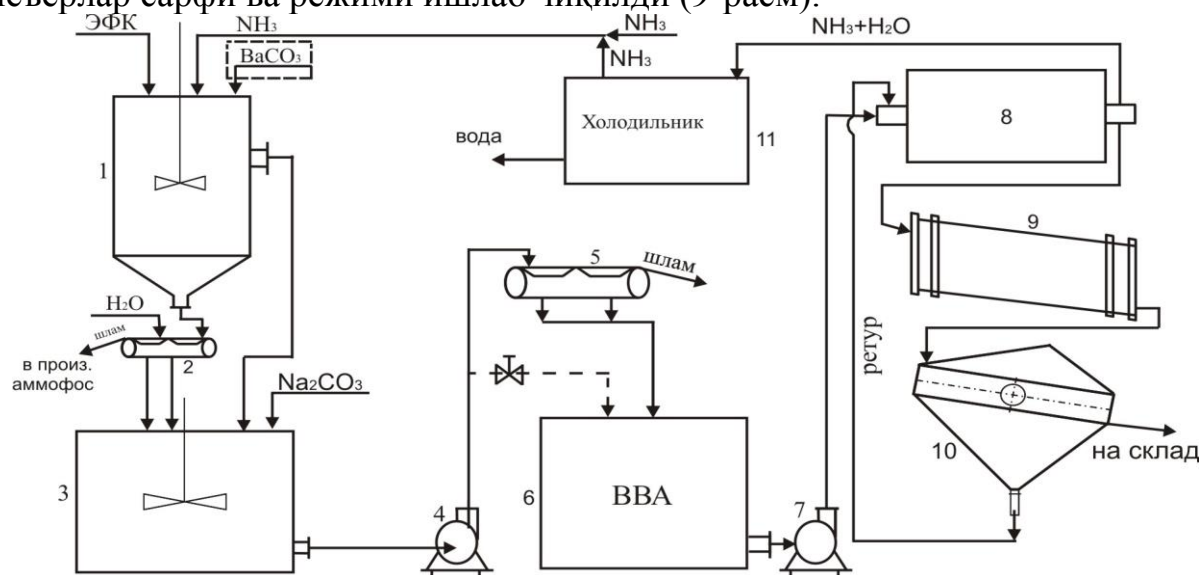
а)



б)

8-расм. 360°C – а ва 560°C – б ҳароратларда олинган натрий триполифосфатнинг рентгенограммалари

Олиб борилган тадқиқотлар натижасида натрий триполифосфат олишнинг технологик схемаси, моддий баланси, тузилган технологик меъёрлар сарфи ва режими ишлаб чиқилди (9-расм).



9-расм. Моноаммонийфосфатдан натрий триполифосфат олишнинг мослашувчан принципиал технологик схемаси: 1, 3 – реакторлар, 2, 5 – фильтрлар, 4, 7 – насослар, 6 – вакуумли-буғлатиш қурилмаси (ВВА), 8 – куйдириш печи, 9 – совутиш барабани, 10 – классификация, 11 - совутгич

Реакторга (поз. 1) барий карбонат ва газсимон аммиак берилади, ҳосил бўлган суспензия филтрга (поз. 2) филтрланади. Тиндирилган эритма реакторда (поз. 3) натрий карбонат билан нейтралланади, насос (поз. 4) филтрга (поз. 5) беради. Суюқ фаза вакуумли-буғлатиш қурилмаси (поз. 6) да буғлатилади, куйдириш печида (поз. 8) қуритилади ва куйдирилади, барабанда (поз. 9) совутилади, аммиак фосфор кислотага (поз. 1) сўрилади.

МҚ фосфоритлари асосидаги моноаммонийфосфатдан натрий триполифосфат ишлаб чиқариш самарадорлигининг дастлабки техник-иктисодий ҳисоблари шуни кўрсатдики, натрий триполифосфатнинг нархи 8022,693 минг сўмни ташкил этади. Йилига 10 минг тонна маҳсулот ишлаб чиқарилганда, импортга нисбатан иқтисодий самарадорлиги 45,51 млрд. сўмни ташкил этади.

ХУЛОСА

1. Фторсизлантирилган, сульфатсизлантирилган ЭФКни натрий карбонат билан нейтралланиб, буғлатилиб, кристаллогидратлар ажратилиб ва қуришиб олинган натрий дигидрофосфат, гидрофосфат ва уларнинг 1:2 моль нисбатдаги аралашмаларининг сувсизлантириш жараёнлари тадқиқ этилди. Натрий полифосфатни сувсизлантириш жараёнининг мақбул ҳарорати 400°Сни ташкил этади.

2. Олдиндан фторсизлантирилган ва сульфатсизлантирилган ЭФКни барий карбонат ёрдамида таркибидаги қолдиқ сульфатлардан чуқур сульфатсизлантириш жараёни тадқиқ қилинди. Қолдиқ сульфат миқдори учун барий карбонатнинг 98% меъёрида сульфатлар миқдори 0,001% дан ошмаслиги аниқланди. Сульфатсизлантириш учун барий карбонат ёрдамида сульфатсизлантириш олиб борилади.

3. Олдиндан фторсизлантирилган ва сульфатсизлантирилган ЭФКдан олинган натрий триполифосфатни кристалланиш жараёни ўрганилди. Жараён 70-80°C ҳароратда натрий пирофосфатнинг 21-22%ли эритмаси олиниши кўрсатилган. Совутилганда натрий пирофосфатнинг тоза кристаллари чўкмага тушади.

4. Натрий дигидро- ва гидрофосфат аралаш эритмаларини магний тузларидан рН 7,9-8,4 гача газсимон аммиак билан аммонизациялаб тозалаш жараёни ўрганилди, магний оксиди миқдори 0,50-0,53 дан 0,002% гача камайтиришга имкон беради.

5. Фторсизлантирилган ва сульфатсизлантирилган ЭФКни натрий карбонат билан нейтраллаш, буғлатиш, қуритиш ва сувсизлантириш, натрий дигидро- ва гидрофосфат аралаш эритмаларини аммонизациялаш ёрдами билан магнийсизлантириш, тиндирилган эритмани буғлатиш, қуритиш ва куйдириш орқали ЭФКни натрий триполифосфатга қайта ишлашнинг иккита варианты ишлаб чиқилган. Улар ЭФКни тозалашни асослаш учун дастлабки маълумотлар ҳисобланади.

6. Тозаланган моноаммонийфосфат эритмаларини қайта ишлаш жараёни ўрганилди. Бунда жараённинг мақбул технологик параметрлари ўрнатилди. Бунинг учун олдиндан фторсизлантирилган, чуқур сульфатсизлантирилган ЭФКни рН = 4,5-5,0 гача аммонизациялаш ва қолдиқ чўкмаларни ажратиш, рН = 7,9-8,6 гача нейтралланиши ва қолдиқ чўкмаларини ажратиш зарур. Тозаланган эритма таркибида 12,63-13,31% P_2O_5 , 9,58-9,85% Na_2O , 2,48-2,64% N бўлади.

7. Натрий-аммоний фосфатларнинг тозаланган эритмаларини буғлатиш, қуритиш ва сувсизлантириш жараёнлари ўрганилди, таркибида 54,3-56,9% P_2O_5 ва 40,37-40,97% Na_2O бўлган тоза натрий триполифосфат олишнинг мақбул технологик параметрлари таклиф этилади.

8. Натрий пирофосфат ва триполифосфатнинг физик-кимёвий хусусиятлари рентгенография, ИК – спектроскопия, дериватография, сканерловчи электрон микроскопия ёрдамида физик-кимёвий таҳлил усуллари ўрганилди, бунда I ёки II формадаги натрий триполифосфатни синтез қилиш имкониятлари кўрсатилган.

9. ЭФК асосида натрий пирофосфат ва триполифосфат, шунингдек, тозаланган моноаммонийфосфат эритмаларидан натрий триполифосфат олишнинг технологик схемалари ишлаб чиқилди, моддий оқим схемалари, ишлаб чиқаришнинг моддий баланслари тузилди. Натрий триполифосфат олиш технологиялари «Аmmofos-Махам» АЖ тажриба-саноат қурилмасида синовдан ўтказилди.

10. Дастлабки техник-иқтисодий ҳисоблар МК фосфоритлари асосида натрий триполифосфатлар ишлаб чиқаришни ташкил этишнинг юқори иқтисодий самарадорлигини ва мақсадга мувофиқлигини кўрсатади. ЭФК ва моноаммонийфосфатдан йилига 10 минг тонна натрий триполифосфат ишлаб чиқарилганда иқтисодий самарадорлик, мос равишда 51,22 ва 45,51 млрд. сўмни ташкил этади.

**НАУЧНЫЙ СОВЕТ DSc.02/30.12.2019.К/Т.35.01 ПО ПРИСУЖДЕНИЮ
УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ ПРИ ИНСТИТУТЕ ОБЩЕЙ И
НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ**

ТАШКЕНТСКИЙ ХИМИКО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

ХУЖАМБЕРДИЕВ ШЕРЗОД МУСУРМАНОВИЧ

**РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ПОЛИФОСФАТОВ
НАТРИЯ ИЗ ЭКСТРАКЦИОННОЙ ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ
ЦЕНТРАЛЬНЫХ КЫЗЫЛКУМОВ**

02.00.13 – Технология неорганических веществ и материалов на их основе

**АВТОРЕФЕРАТ ДИССЕРТАЦИИ ДОКТОРА ФИЛОСОФИИ (PhD)
ПО ТЕХНИЧЕСКИМ НАУКАМ**

Ташкент – 2020 год

Тема диссертации доктора философии (PhD) зарегистрирована в Высшей аттестационной комиссии при Кабинете Министров Республики Узбекистан за номером В2018.4.PhD/T869

Диссертация выполнена в Ташкентском химико-технологическом институте.

Автореферат диссертации на трех языках (узбекский, русский, английский (резюме)) размещен на веб-странице по адресу www.ionx.uz и Информационно-образовательном портале «Ziyonet» по адресу www.ziyonet.uz.

Научный руководитель:

Мирзакулов Холтура Чориевич
доктор технических наук, профессор

Официальные оппоненты:

Сейтназаров Атаназар Рейпназарович
доктор технических наук, главный научный сотрудник

Нурмуродов Тулкин Исамурадович
доктор технических наук, доцент

Ведущая организация:

Ферганский политехнический институт

Защита состоится «25» сентября 2020 г. в «14⁰⁰» часов на заседании разового Научного совета DSc.02/30.12.2019.K/T.35.01 при Институте общей и неорганической химии по адресу: 100170, г.Ташкент, ул. Мирзо Улугбека, 77-а.Тел.: (+99871) 262-56-60; факс: (+99871) 262-79-90; e-mail: ionxanuz@mail.ru

Диссертация зарегистрирована в Информационно-ресурсном центре Института общей и неорганической химии за № 12, с которой можно ознакомиться в информационно-ресурсном центре (100170, г. Ташкент, ул. Мирзо Улугбека, 77-а. Тел.: (+99871) 262-56-60).

Автореферат диссертации разослан «12» 09 2020 года.
(протокол рассылки № 12 от 11.09 2020 г).


Б.С. Закиров
Председатель разового научного совета по присуждению
учёной степени, д.х.н., профессор


Д.С. Салиханова
Учёный секретарь разового научного совета по присуждению
учёной степени, д.т.н., профессор


С.А. Абдурахимов
Председатель научного семинара при научном совете по присуждению
учёной степени, д.т.н., профессор



ВВЕДЕНИЕ (аннотация диссертации (PhD) доктора философии)

Актуальность и востребованность темы диссертации. В мире с развитием наукоемких и нанотехнологий растет потребность в различных чистых химических соединениях. В этом отношении полифосфаты натрия занимают особое положение. Триполифосфат натрия является наиболее потребляемым полифосфатом. В связи с этим обеспечение химической, энергетической промышленности, производства синтетических моющих средств в полифосфатах натрия является приоритетной задачей. В условиях острейшего дефицита качественного фосфатного сырья и отсутствия термической фосфорной кислоты организация производства чистых полифосфатов натрия из экстракционной фосфорной кислоты (ЭФК) с нежелательными примесями является одной из актуальных проблем.

В мировой практике необходимо обосновать следующие научные решения в области разработки технологий получения чистых солей полифосфата натрия из очищенных ЭФК на основе переработки низкокачественных фосфатных руд: необходимо определить условия процесса глубокой очистки растворов фосфата натрия от ионов сульфата и магния; разработка оптимальных технологических параметров процесса дегидратации фосфата натрия в полифосфатов натрия; исследовать процесс нейтрализации растворов моноаммонийфосфата кальцинированной содой; определить условия процесса фильтрации и реологические свойства промежуточных растворов.

На сегодняшний день в республике на основе реализации инновационных разработок достигнуты научно-практические результаты в области производства кальцинированной соды, моющих средств, минеральных удобрений и солей. В третьем направлении стратегии развития Республики Узбекистан на 2017-2021 годы отмечены важные задачи, направленные на опережающее «...развитие высокотехнологичных обрабатывающих отраслей, прежде всего по производству готовой продукции с высокой добавленной стоимостью на базе глубокой переработки местных сырьевых ресурсов...»¹. В этом аспекте важное значение имеет разработка рациональной технологии получения пирофосфата, триполифосфата натрия и натрийаммоний фосфата путем переработки ЭФК и очищенного моноаммонийфосфата на основе на основе низкосортных фосфоритов Центральных Кызылкумов.

Данное диссертационное исследование в определенной степени служит выполнению задач, предусмотренных в Указе Президента Республики Узбекистан № УП-4947 от 7 февраля 2017 года «Стратегия действий по пяти приоритетным направлениям Республики Узбекистан в 2017-2021 годах» и в Постановлениях Президента Республики Узбекистан № ПП-3236 от 23 августа 2017 года «О программе развития химической промышленности на 2017-2021 годы», № ПП-3983 от 25 октября 2018 года «О мерах по

¹ Указами Президента Республики Узбекистан № УП-4947 от 7 февраля 2017 года «Стратегия действий по пяти приоритетным направлениям Республики Узбекистан в 2017-2021 годах».

усиленному развитию химической промышленности в Республике Узбекистан», № ПП-4265 от 3 апреля 2019 года «О мерах по дальнейшему реформированию и повышению инвестиционной привлекательности химической промышленности», а также других нормативно-правовых документах, принятых в данной сфере.

Соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологии в республике. Настоящее исследование выполнено в соответствии с приоритетным направлением развития науки и технологий в республике: VII. «Химическая технология и нанотехнология».

Степень изученности проблемы. В научно-технической и патентной материалах широко освещены работы по получению полифосфатов натрия с использованием термической и очищенной ЭФК из Хибинского апатитового концентрата и рядовой фосфоритов муки Каратау. При этом вопросами дегидратации фосфорных солей занимались такие ученые, как М.Е.Позин, Б.А.Дмитревский, Ю.Ф.Жданов, И.А.Петропавловский, Б.М.Гришин, К.Горазда, М.Банач, А.Макара, З.Взорек, А.Б.Бектуров, Д.Серазиддинов, Б.М.Беглов, Ш.С.Намазов, А.Здукос, Х.Ч.Мирзакулов, И.И.Усманов и др.

Хотя, каждое месторождение фосфатного сырья является уникальным и имеет свойственные себя характеристики, химический и минералогический состав. Приведенные научно-технической литературе сведения по очистке ЭФК трудно осуществимы из-за отсутствия производств органических экстрагентов, эффективных катионитов и анионитов. Осадительные методы требуют широкомасштабные научные и технологические подходы для очистки фосфорной кислоты из фосфоритов Центральных Кызылкумов.

Следует также отметить, что в литературных источниках совершенно отсутствуют сведения по очистке ортофосфатов натрия, предназначенных для производства полифосфатов натрия, к тому же не рассмотрены вопросы обезмагниеваания дигидро- и гидрофосфатов натрия и их смеси.

Связь темы диссертации с планами научно-исследовательских работами высшего образовательного учреждения, где выполнена диссертация. Диссертационное исследование выполнено в рамках плана научно-исследовательских работ Ташкентского химико-технологического института, прикладного проектам ЁА-7-5 «Разработка технологии получения чистых солей полифосфатов натрия на основе экстракционной фосфорной кислоты Центральных Кызылкумов» (2015-2017 гг.) и инновационного проекта ИЗ-20170930300 «Освоение технологии получения полифосфатов натрия на основе экстракционной фосфорной кислоты из фосфоритов Центральных Кызылкумов» (2018-2019 гг.).

Целью исследование является разработка технологии получения пирофосфата и триполифосфата натрия высокой чистоты из ЭФК и очищенного моноаммонийфосфата на основе фосфоритов Центральных Кызылкумов.

Задачи исследования:

исследование процесса дегидратации дигидро-, гидрофосфата натрия и их смеси;

исследование процесса получения чистого пирофосфата натрия из смеси полифосфатов натрия;

исследование процессов глубокой очистки ортофосфатов натрия и их смеси в присутствии аммиака от ионов магния;

исследование процесса нейтрализации растворов моноаммонийфосфата кальцинированной содой. Изучение процесса фильтрации и реологических свойств промежуточных растворов;

установление оптимальных технологических параметров выпарки, сушки и дегидратации растворов натрий-аммонийфосфатов;

выявление оптимальных технологических параметров получения пирофосфата и триполифосфата натрия из ЭФК;

разработка технологических схем, расчет материального баланса, проведение предварительных технико-экономических расчетов производства полифосфатов натрия;

апробация разработанных технологий получения пирофосфата и триполифосфата натрия высокой чистоты в опытно-промышленных условиях.

Объектом исследования являются обесфторенная и глубоко обессульфаченная ЭФК, очищенные растворы гидро-, дигидрофосфатов натрия, моноаммонийфосфат и натрий-аммонийфосфат, пирофосфат, триполифосфат натрия.

Предметом исследования являются технология очистки ЭФК и моноаммонийфосфата от сульфатов и магния, технологии получения пирофосфата и триполифосфата натрия.

Методы исследования. В диссертационной работе использованы методы химического и физико-химического анализов (рентгенографический, ИК-спектроскопический, термогравиметрический, сканирующий электронный микроскоп).

Научная новизна диссертационного исследования заключается в следующем:

обоснована возможность глубокой очистки растворов моносодового фосфата от сопутствующих примесей с помощью карбоната натрия, карбонатом бария и газообразного аммиака, при которых достигается полное удаление полуторных оксидов, кальция, фтора, сульфатов и магния;

определены оптимальные технологические параметры и нормы технологического режима процессов получения пирофосфата и триполифосфата натрия из очищенных растворов ЭФК и моноаммонийфосфата;

установлены условия выпарки, сушки и прокалки растворов фосфатов натрия и аммония, доказано высокий выход и повышение чистоты пирофосфата и триполифосфата натрия;

разработана технология получения пирофосфата и триполифосфата натрия путем переработки очищенных фосфатов натрия и очищенного моноаммонийфосфата.

Практические результаты исследования заключается в следующем:

предложено оптимальные условия технологии получения натрий-аммонийфосфата, пирофосфата и триполифосфата натрия;

разработана научно-обоснованная и комплексная технология переработки ЭФК и способ переработки очищенного моноаммонийфосфата на пирофосфат и триполифосфат натрия;

разработанная технология получения триполифосфата натрия высокой чистоты апробирована на АО «Аmmofos-Махам».

Достоверность результатов исследования. Результаты химического и физико-химического анализа подтверждены испытаниями технологии триполифосфата натрия на научно-исследовательской технической лаборатории АО «Аmmofos-Махам».

Научная и практическая значимость результатов исследования.

Научная значимость результатов исследования заключается в том, что они заложили научную основу для получения важных для экономики страны импортозамещающих химических продуктов – пирофосфата и триполифосфата натрия из ЭФК и очищенных растворов моноаммонийфосфата. Установлена возможность получения чистого пирофосфата натрия путем перекристаллизации триполифосфата натрия, полученного нейтрализацией ЭФК карбонатом натрия;

Практическая значимость результатов исследования заключается в разработке технологии переработки ЭФК и очищенного раствора моноаммонийфосфата на пирофосфат и триполифосфат натрия и обеспечение потребностей страны в ценных импортозамещающих химических продуктах.

Внедрение результатов исследования. На основе полученных научных данных по разработке технологии переработки ЭФК и очищенных растворов моноаммонийфосфата на технический полифосфатов натрия:

технология переработки ЭФК и очищенных растворов моноаммонийфосфата на триполифосфат натрия включены в перечень перспективных разработок АО «Аmmofos-Махам» (Справка АО «Аmmofos-Махам» от 14 мая 2020 года № 830/С). В результате создана возможность получение триполифосфата натрия с содержанием не менее 99,5%, используемый в качестве моющего средства для народного хозяйства;

технология получения триполифосфата натрия высокой чистоты с использованием очищенных растворов натрия и натрий-аммоний фосфатов включены в перечень перспективных разработок АО «Аmmofos-Махам». (Справка АО «Аmmofos-Махам» от 14 мая 2020 года № 830/С). В результате создана возможность получения триполифосфата натрия высокой чистоты из очищенных растворов моноаммонийфосфата.

Апробация результатов исследования. Результаты данного исследования были доложены и обсуждены на 2 международных и 4 республиканских научно-практических конференциях.

Опубликованность результатов исследования. По теме диссертации опубликовано 20 научных работ, из них 5 научные статьи, в том числе 2 в республиканских журналах и 3 в зарубежных журналах, рекомендованных Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан для публикации основных научных результатов докторских диссертаций (PhD).

Структура и объем диссертации. Структура диссертации состоит из введения, четырех глав, заключения, списка использованной литературы и приложений. Объем диссертации составляет 120 страниц.

ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обоснована актуальность и востребованность исследований, сформулирована цель и поставлены задачи исследований, соответствующие приоритетным направлениям развития науки и технологий в Республике Узбекистан, приведены объекты и предметы исследования, обоснована достоверность научных результатов исследования, изложены научная новизна и практическая значимость полученных результатов исследования, приводятся сведения о опубликованных работах и структуре диссертации.

В первой главе диссертации **«Современное состояние производства полифосфатов натрия»** приводится анализ литературных источников, касающихся применению полифосфатов натрия, спросу и масштабам производства, строению, свойствам, физико-химическим основам и способам получения. На основе глубокого, критического анализа опубликованных материалов сформулированы цель и задачи исследования.

Вторая глава диссертации **«Характеристика исходных, промежуточных и готовых продуктов»** посвящена характеристике используемых в работе исходных сырьевых материалов, методам проведения исследований и методикам химических анализов и физико-химических исследований.

Третья глава диссертации **«Получение чистых пирофосфата и триполифосфата натрия на основе ЭФК из фосфоритов Центральные Кызылкумов»** посвящена получения полифосфатов натрия дегидратацией дигидро-, гидрофосфатов натрия из фосфоритов ЦК, полученных предварительной очисткой ЭФК, нейтрализацией карбонатом натрия, выделением ортофосфатов, сушкой и прокалкой.

Исследовано влияния температуры прокалки, продолжительности процесса на получение полифосфатов натрия из дигидро-, гидрофосфата и смеси дигидро-, гидрофосфатов в мольном соотношении 1:2.

Установлены оптимальные технологические параметры дегидратации – температура прокалки 400°C, время термообработки 2 часа. При этом степень полимеризации составляет 50,73% для дигидрофосфата, 94,42% для гидрофосфата и 97,38% для триполифосфата натрия.

Проведенные исследования по получению полифосфатов натрия из очищенных растворов с рН 4,5 и последующий донейтрализацией до рН 6,3-6,8, отделением осадка, выпариванием, сушкой и дегидратацией при оптимальных условиях показали возможность получения триполифосфата натрия с содержанием 40,53-42,74% Na₂O, 54,03-52,13% P₂O₅, 2,81-2,88% SO₃ и 0,50-0,55% MgO (таб. 1). Степень полимеризации составляет 96,21-96,94%. Содержание остальных компонентов примеси менее 0,011%.

Таблица 1

**Влияние соотношения $\text{Na}_2\text{O}:\text{P}_2\text{O}_5$ и pH на химический состав
триполифосфата натрия ($t, ^\circ\text{C}=400^\circ\text{C}$; $\tau=2$ час)**

pH	$\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$	Химический состав, масс. %								Степень полимер. %
		Na_2O	P_2O_5	SO_3	CaO	MgO	Al_2O_3	Fe_2O_3	F	
6,3	0,75	40,53	54,03	2,88	0,011	0,55	0,0096	0,0087	0,0022	96,21
6,5	0,77	41,29	53,62	2,86	0,0098	0,54	0,0088	0,0075	0,0021	96,32
6,6	0,79	41,97	53,13	2,85	0,0076	0,52	0,0076	0,0060	0,0019	96,46
6,7	0,81	42,63	52,63	2,83	0,0054	0,51	0,0062	0,0048	0,0017	96,68
6,8	0,82	42,74	52,13	2,81	0,0032	0,50	0,0056	0,0043	0,0015	96,94

В связи с высоким содержанием сульфатов и оксида магния полученный образец триполифосфата натрия при pH 6,7 подвергли перекристаллизации. Для этого триполифосфат натрия растворяли в воде при 80°C с получением 21-22% раствора $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ и фильтровали при температуре не ниже 70°C . Полученные кристаллы соответствовали чистому пирофосфату натрия.

Проведенный масспектральный элементный анализ пирофосфата натрия показал наличие (г/т): Ca-175; Mg-150; Al-106; Fe-119; Pb-0,759, As-1,70, Cd-0,02.

Для установления его состава были проведены рентгенографические исследования (рис. 1). На рентгенограмме пирофосфата натрия имеются характерные пики при 4,40; 3,38; 2,72; 2,33 Å для $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$.

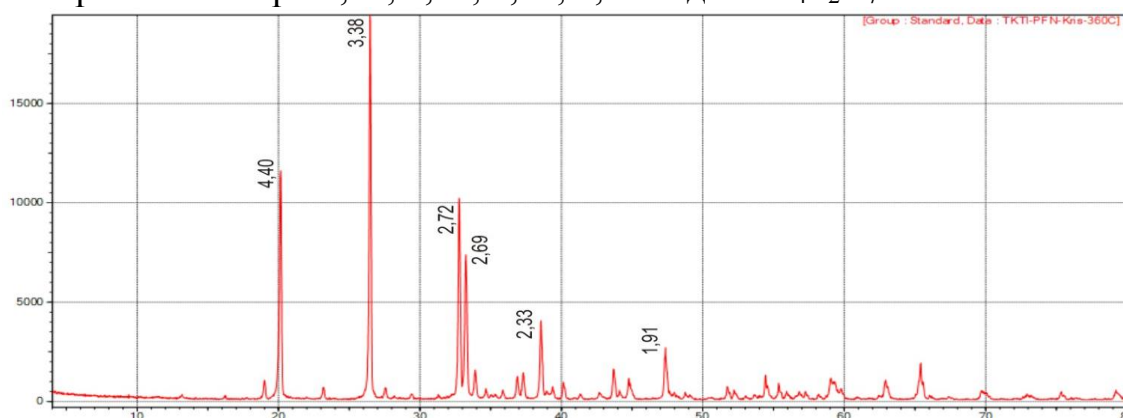


Рис. 1. Рентгенограмма пирофосфат натрия, полученного при температуре 360°C

На ИК-спектре $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ выделены три группы полос поглощения в интервалах $570\text{--}750$, $890\text{--}1030$ и $1095\text{--}1215\text{ см}^{-1}$, свидетельствующих о длинноцепочечном строении аниона соединения. В области частот симметричных колебаний групп PO_4 доминирует полоса при $1095\text{--}1215\text{ см}^{-1}$.

ИК-спектр выделенного соединения присущ цепочечным полифосфатам с четырьмя тетраэдрами PO_4 в периоде идентичности. Этот подтверждают и значительное уширение полосы симметричных колебаний групп PO_4 .

На рисунке 2 приведены данные, полученные на сканирующем электронном микроскопе, перекристаллизованного из полифосфатов натрия пирофосфата натрия. Элементный состав соответствует чистому пирофосфату натрия.

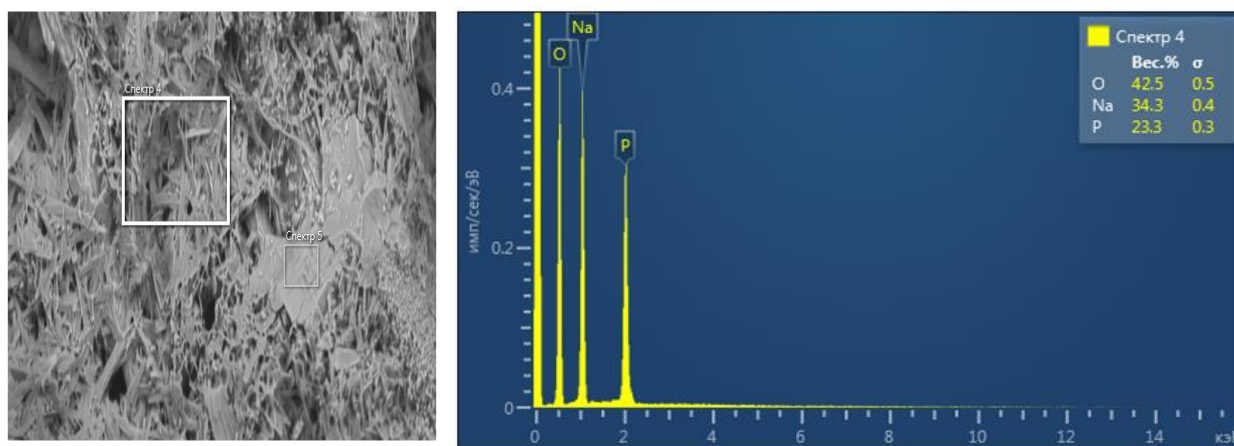


Рис. 2. Элементный анализ пирофосфата натрия

Триполифосфат натрия содержит до 2,88% сульфатов. Поэтому необходимо растворы очистить от их присутствия. Доочистку проводили до стадии нейтрализации обесфторенной и обессульфаченной ЭФК карбонатом бария из расчета 80-100% на связывание остаточного количества SO_3 в кислоте.

С увеличением нормы карбоната бария с 80% до 100% содержание сульфатов снижается с 0,5% до 0,001%, тогда как исходная кислота содержит 0,74% SO_3 . При этом степень обессульфачивания составляет 79,96-99,80%.

Для установления химической составе растворов моносодийфосфата глубоко обессульфаченную кислоту нейтрализовали карбонатом натрия до pH 3,5-5,0 при которых соблюдаются соотношения $Na_2O:P_2O_5$ равные 0,335-0,492.

С повышением соотношения $Na_2O:P_2O_5$ с 0,335 до 0,492 pH среды повышается с 3,5 до 5,0. При этом в жидкой фазе содержится от 4,77% до 6,78% Na_2O , 14,24-13,78% P_2O_5 и примеси соединений кальция, магния. Примеси алюминия, железа, сульфатов и фтора составляют сотые доли процента, тогда как содержание оксида кальция составляет 0,15-0,34%, оксида магния 0,75-0,80%.

Нейтрализацией глубоко обессульфаченного раствора моносодийфосфата карбонатом натрия до pH 6,3-6,8 получены растворы триполифосфата натрия. При этом отношение Na_2O к P_2O_5 изменяется от 0,72 до 0,82 и триполифосфата натрия содержит 54,55-56,91 P_2O_5 , 41,15-44,73% Na_2O и 0,50-0,54% MgO .

Для снижения оксида магния в растворе для получения триполифосфата натрия раствор дополнительно нейтрализовали газообразным аммиаком до pH 8,4 соблюдая соотношение $NH_3:MgO$ от 1,0 до 2,5. Увеличение pH до 7,5–8,4 приводит к осаждению магния в виде кристаллогидратов $MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$ и, соответственно, снижению содержания оксида магния.

Содержание оксида магния в растворе снижается с 0,51% до 0,0035-0,0011% в зависимости соотношения $NH_3:MgO$ или pH 7,5-8,4. При этом содержание P_2O_5 в растворе составляет 13,50-13,60%, Na_2O 9,85-9,93%. Содержание остальных примесей изменяется незначительно.

Аммонизированные до pH 7,5-8,4 растворы очень хорошо фильтруются. Скорости фильтрации по пульпе изменяются от 6670-10258 кг/м²·ч до 7587-11668 кг/м²·ч в зависимости от pH и температуры фильтрации 20-80°C.

Плотности растворов, после отделения магний-аммонийфосфата, составляют 1,231-,263 г/см³, а вязкости изменяются от 2,15 сПа до 6,06 сПа в зависимости от pH и температуры 20-80°C.

В таблице 2 приведены составы триполифосфата натрия из глубоко обессульфаченной, нейтрализованной карбонатом натрия до pH 6,2, соотношение Na₂O:P₂O₅ = 0,73, аммонизированной до pH 8,1 после сушки и дегидратации при температуре 400°C в зависимости от продолжительности процесса прокалки.

Таблица 2

Влияние продолжительности процесса дегидратации на химический состав триполифосфата натрия

№	τ, мин	Химический состав, масс. %								Степень полимер. %
		Na ₂ O	P ₂ O ₅	SO ₃	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	F	
1	30	40,43	55,38	0,0041	0,0087	0,0091	0,0062	0,0056	0,0022	93,51
2	60	40,78	55,86	0,0045	0,0090	0,0094	0,0069	0,0063	0,0020	95,17
3	90	41,02	56,19	0,0048	0,0093	0,0096	0,0075	0,0069	0,0019	97,96
4	120	41,18	56,41	0,0050	0,0095	0,0098	0,0080	0,0073	0,0019	98,14
5	150	41,20	56,43	0,0051	0,0096	0,0099	0,0082	0,0075	0,0018	98,21

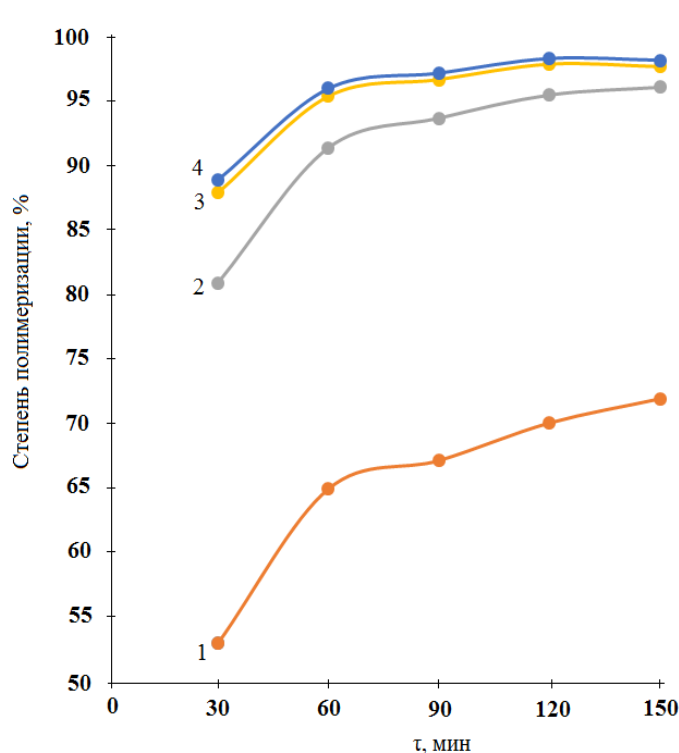


Рис. 3. Зависимость степени полимеризации (% P₂O₅) от температуры процесса дегидратации:
1 – 300°C; 2 – 350°C; 3 – 400°C; 4 – 450°C.

С увеличением продолжительности прокалки повышается содержание всех компонентов. Содержание P₂O₅ при продолжительности прокалки 30 мин. составляет 55,38%, а через 120 мин. 56,41 %, содержание Na₂O при этих условиях повышается с 40,43% до 41,18%. Степень полимеризации составляет 93,51-98,21%. Остальные компоненты повышаются незначительно.

На рисунке 3 приведены сведения о влиянии температуры и продолжительности процесса дегидратации на степень полимеризации триполифосфата натрия. Из рисунка видно, что наивысшая степень полимеризации наблюдается при температурах 400-450°C и продолжительности дегидратации не менее 60 минут.

В таблице 3 приведены данные влияния температуры на химический состав триполифосфатов натрия, полученных при pH = 6,2, соотношении $\text{Na}_2\text{O} : \text{P}_2\text{O}_5 = 0,73$ и продолжительности процесс 2 часа.

Таблица 3

Влияние температуры на химический состав триполифосфата натрия

№	t, °C	Химический состав, масс. %										Степень полим. %
		Na ₂ O	P ₂ O ₅ общ	P ₂ O ₅ поли	P ₂ O ₅ водн	SO ₃	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	F	
1	350	40,85	55,96	54,74	1,22	0,0046	0,0089	0,0093	0,0078	0,0070	0,0021	97,85
2	400	41,18	56,41	55,36	1,05	0,0050	0,0095	0,0098	0,0080	0,0073	0,0019	98,15
3	450	41,25	56,51	55,63	0,88	0,0053	0,0098	0,0100	0,0082	0,0075	0,0018	98,45
4	500	41,27	56,55	55,89	0,66	0,0055	0,0100	0,0102	0,0083	0,0076	0,0016	98,84
5	550	41,30	56,58	55,97	0,61	0,0056	0,0101	0,0103	0,0084	0,0078	0,0015	99,10
6	600	41,32	56,60	56,05	0,55	0,0056	0,0102	0,0104	0,0084	0,0078	0,0015	99,16

Повышение температуры с 350°C до 600°C способствует увеличению степени полимеризации с 97,85% до 99,16%. При этом содержание P₂O₅ повышается с 55,96% до 56,60%, Na₂O с 40,85% до 41,32%. Оптимальной температурой дегидратации является температура 400-450°C и продолжительность процесса 2 часа, при которой достигается степень полимеризации 98,15 – 98,45%.

Изучение микроструктурных особенностей и элементного анализа чистого триполифосфата натрия показал следующие содержания элементов: для триполифосфата натрия на основе обесфторенной и обессульфаченной ЭФК Na-29,8%, P-25,1%, Ca-0,1%, Mg-0,4%, Al-0,1%, Fe-0,1%, S-0,7%, на основе глубоко обессульфаченной ЭФК Na-30,7%, P-25,1%, Ca-0,1%, Mg-0,4%, Al-0,1%, Fe-0,1% и на основе глубоко очищенной ЭФК от сульфатов и магния Na-30,7%, P-25,4%, Ca-0,1%, Mg-0,1%, Al-0,1%, Fe-0,1%, что соответствует их содержанию в триполифосфате натрия.

Приведены микрофотографии триполифосфатов натрия полученных при температурах 360 и 560°C при различном увеличении. Из рисунков видно, что с повышением температуры насыпная плотность кристаллов повышается и изменяется их структура.

При дегидратации при температуре 360°C образуется только фаза II, которая характеризуется интенсивными пиками 4,6911, 4,5091, 2,6898, 2,6215, 2,5843, 4,4572, 4,4181, 3,0612 Å. Аналогичные пики характерны и для формы I триполифосфатов натрия. Отличие в рентгенограммах составляют пики 4,6911 и 2,6898 Å. Форма II имеет максимальные значения пиков при 4,6911 Å, а форме I имеет максимальные значения при 2,6902 Å.

Колебательные спектры поглощения соединений характеризуют особенности, присущие ИК-спектрам полифосфатов. На ИК-спектре Na₅P₃O₁₀ можно выделены четыре группы полос поглощения в интервалах 570–750, 890–1015, 1095–1215 и 1255–1285 см⁻¹, свидетельствующих о длинноцепочечном строении аниона соединения. В области асимметричных колебательные спектры поглощения соединений характеризуют особенности,

присущие ИК-спектрам полифосфатов. В ИК-спектре $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ можно выделить четыре группы полос поглощения в интервалах 570–750, 890–1015, 1095–1215 и 1255–1285 см^{-1} , свидетельствующих о длинноцепочечном строении аниона соединения. В области асимметричных валентных колебаний групп PO_2 выделяется интенсивная полоса при 1275–1285 см^{-1} , имеющая плечо, а в области частот симметричных колебаний групп PO_4 доминирует полоса при 1095–1215 см^{-1} . Смещение положения максимумов полос поглощения групп PO_2 и PO_4 в длинноволновую область, а также изменение интенсивности полос поглощения отражают влияние природы катионов и степень полимеризации аниона.

Анализ ИК спектров соединения указывает на то, что повторяющимся структурным звеном в анионе соединения является группа, в которой атом фосфора тетраэдрический координирован четырьмя атомами кислорода.

Проведенные исследования показали, что при температурах до 400°C образуется форма II триполифосфата натрия, а при температурах до 600°C образуется форма I.

Проведенные исследования по глубокой очистка растворов смеси дигидро- и гидрофосфата натрия от остаточных количеств сульфатов и магния послужили основой для разработки технологической схемы, материального баланса и установления норм технологического режима получения пирофосфата и триполифосфата натрия из ЭФК на основе фосфоритов ЦК.

По первому варианту предварительно обесфторенную и обессульфаченную ЭФК очищают от полуторных окислов, кальция и фтора карбонатом натрия, отделяют выпавшие осадки, выпаривают, сушат и прокаливают.

По второму варианту частично обесфторенную и обессульфаченную карбонатом бария ЭФК, нейтрализуют карбонатом натрия, аммонизируют газообразным аммиаком, а очищенный раствор выпаривают, сушат и дегидратируют. Принципиальная технологическая схема получения триполифосфата натрия приведена на рисунке 4.

В реакторе (поз. 1) ЭФК, предварительно обесфторенная и обессульфаченная, очищается от остаточного содержания сульфатов карбонатом бария и нейтрализуется карбонатом натрия, образующаяся суспензия подается на фильтр (поз. 2). Жидкая фаза нейтрализуется карбонатом натрия и газообразным аммиаком в реакторе (поз. 3), поступает на фильтр (поз. 5), выпаривается в вакуумно-выпарном аппарате (поз. 6), сушится в барабанном аппарате (7), дигидратируется в прокалочной печи (поз. 8), охлаждается в барабане (поз. 9) и поступает на склад (поз. 10).

Предварительные технико-экономические расчеты эффективности производства триполифосфата натрия из ЭФК на основе фосфоритов ЦК показали, а цена триполифосфата натрия составит 7452,48 тыс. сум. При оптовой цене триполифосфата натрия по импорту в Республике составляет 11149,50 тыс. сум. Экономия с каждой тонны триполифосфата натрия составит 5122,019 тыс. сум. При выпуске 10 тыс. тонн в год экономический эффект составит 51,22 млрд. сум по сравнению с импортируемым.

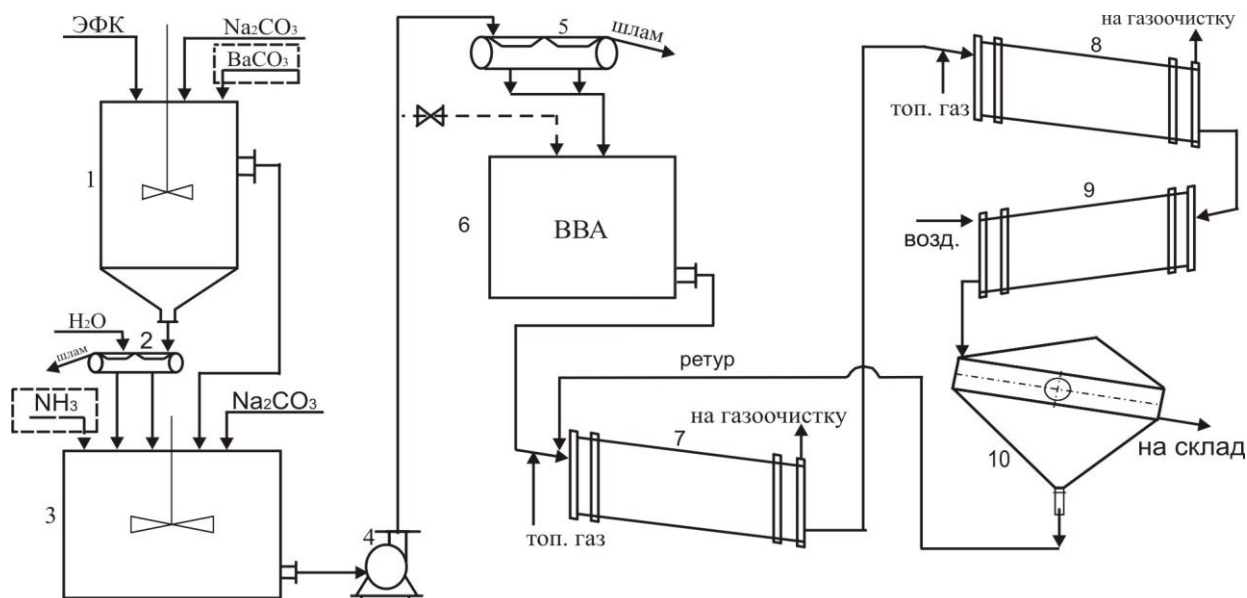


Рис. 4. Принципиальная гибкая технологическая схема получения триполифосфата натрия из экстракционной фосфорной кислоты: 1, 3 – реакторы, 2, 5 – фильтры, 4 – насос, 6 – вакуумно-выпарной аппарат (ВВА), 7 – сушильный барабан (БС, БГС), 8 – прокалочный барабан, 9 – охлаждающий барабан, 10 – классификация

Четвертая глава «Исследования процессов получения полифосфатов натрия из моноаммонийфосфата» посвящена получению триполифосфата натрия из очищенного раствора моноаммонийфосфата на основе ЭФК из фосфоритов ЦК. Для получения очищенных растворов моноаммонийфосфата использовали частично обесфторенную и глубоко обессульфаченную ЭФК из фосфоритов ЦК, которую аммонизировали газообразным аммиаком до pH 3,5-5,0. Аммонизация незначительно снижает содержание P_2O_5 с 14,05 до 13,37%, но значительно уменьшаются содержания оксидов кальция с 0,49% до 0,17%, алюминия с 0,136% до 0,019%, железа с 0,41% до 0,12%, фтора с 0,096% до 0,031%. Содержание магния при этих условиях снижается с 0,49% до 0,39%.

Для получения раствора, состоящего из смеси дигидро- и гидрофосфатов натрия с соотношением $Na_2O:P_2O_5 = 0,72-0,78$ обесфторенную и глубоко обессульфаченную ЭФК нейтрализуют газообразным аммиаком до pH 4,5-5,0, далее карбонатом натрия до pH 7,9-8,4, отделяют выпавшие осадки. В таблице 4 приведены составы растворов натрий-аммонийфосфатов после отделения осадков.

Таблица 4
Влияние карбоната натрия на химический состав жидкой фазы натрий-аммоний фосфатов

pH	Na ₂ O/ P ₂ O ₅	Химический состав, масс. %								
		Na ₂ O	P ₂ O ₅	N	SO ₃	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	F
7,9	0,72	9,58	13,31	2,64	0,0018	0,005	0,003	0,004	0,004	0,0006
8,1	0,73	9,63	13,19	2,60	0,0018	0,004	0,002	0,003	0,003	0,0005
8,2	0,74	9,65	13,04	2,56	0,0018	0,003	0,002	0,003	0,002	0,0005
8,3	0,75	9,67	12,89	2,53	0,0018	0,003	0,001	0,002	0,002	0,0004
8,4	0,76	9,70	12,76	2,51	0,0017	0,002	0,001	0,002	0,001	0,0004
8,6	0,78	9,85	12,63	2,48	0,0017	0,002	0,001	0,002	0,001	0,0003

Физико-химические исследования упаренных и высушенных при температуре 50-60°C растворов показали образование смеси солей дигидрофосфата натрия различной гидратности и тетрагидрата натрийаммонийфосфата (рис. 5). Фосфаты натрия-аммония характеризуются интенсивными пиками 4,35; 4,00; 2,71; 2,33Å - $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, 3,95; 3,63; 3,34; 2,06Å - $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 4,60; 3,27; 3,02; 2,89; 2,67; 1,91Å - $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ и 7,80Å - $\text{NaNH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

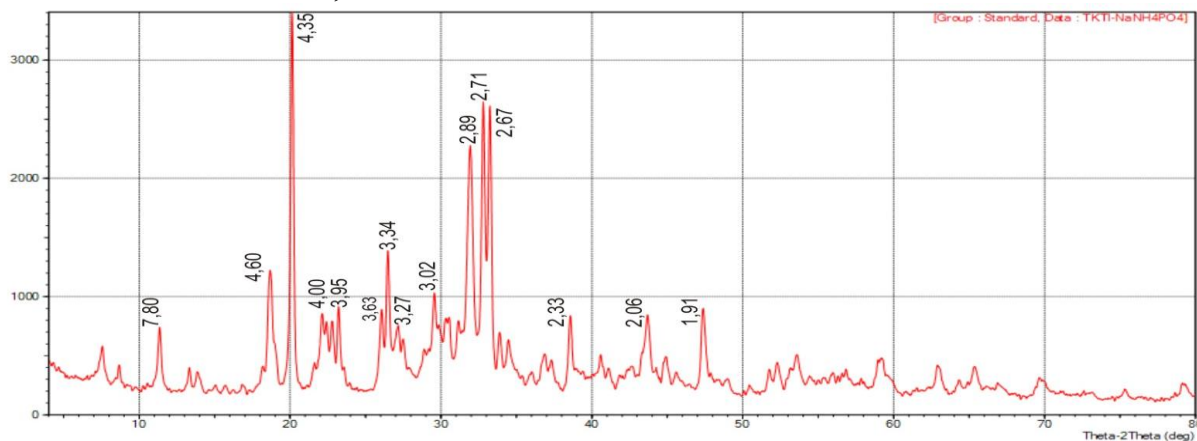


Рис. 5. Рентгенограмма фосфатов натрия и натрия-аммония

В таблица 5 приведены составы триполифосфата натрия, полученные после выпарки, сушки и дегидратации натрий-аммоний фосфатов с рН 7,9 – 8,6 при температуре 450°C и продолжительности процесса 1,5 часа.

Таблица 5

Влияние соотношения $\text{Na}_2\text{O}:\text{P}_2\text{O}_5$ и рН на химический состав триполифосфата натрия

рН	$\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$	Химический состав, масс. %							
		Na_2O	P_2O_5	SO_3	CaO	MgO	Al_2O_3	Fe_2O_3	F
7,9	0,72	40,97	56,9	0,0015	0,017	0,0081	0,0090	0,01	0,0022
8,1	0,73	41,38	56,7	0,0016	0,015	0,0075	0,0087	0,0098	0,0019
8,2	0,74	41,81	56,5	0,0018	0,012	0,0071	0,0083	0,0094	0,0017
8,3	0,75	42,07	56,1	0,0020	0,010	0,0066	0,0081	0,0091	0,0016
8,4	0,76	42,18	55,5	0,0021	0,009	0,0063	0,0079	0,0089	0,0015
8,6	0,78	42,37	54,32	0,0022	0,008	0,0059	0,0076	0,0086	0,0014

Увеличение доли карбоната натрия приводит к снижению P_2O_5 . Содержание других компонентов изменяется незначительно и составляет соты и тысячные доли процентов.

Выделяющийся в процессе дегидратации аммиак поглощали экстракционной фосфорной кислотой, используемой для аммонизации.

На рисунке 6 приведены данные влияния продолжительности процесса дегидратации, при температуре 400°C, на степень полимеризации триполифосфата натрия и содержание $\text{P}_2\text{O}_{5\text{общ}}$. Рисунок подтверждает необходимость проведения дегидратации в течение не менее 90 минут. При этом достигаются максимальные значения степени полимеризации и содержания общей формы P_2O_5 .

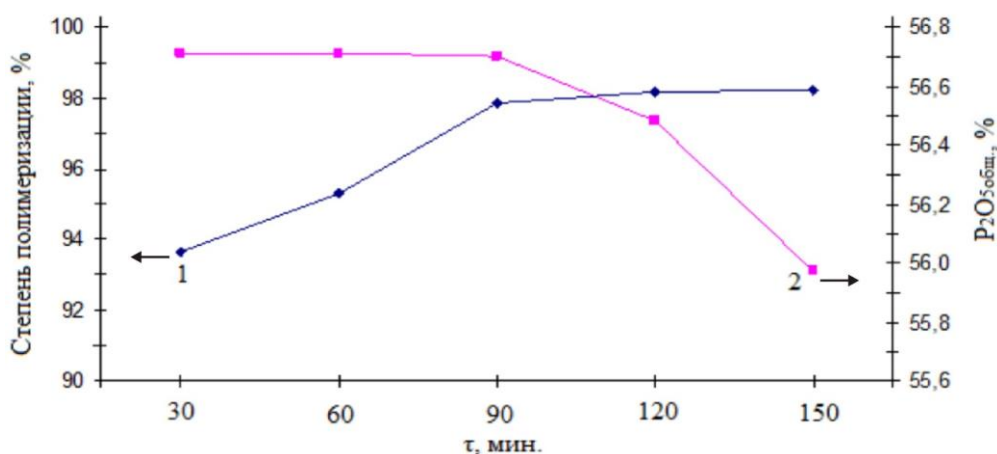


Рис. 6. Зависимость степень полимеризации и содержания P₂O₅ от продолжительности процесса дегидратации при температуре 400°C:
1 – степень полимеризации, 2 – P₂O₅ общ.

В таблице 6 приведены данные влияния температуры на химический состав триполифосфата натрия, полученного при рН = 8,1, соотношении Na₂O : P₂O₅ = 0,73 и продолжительности процесс 2 часа.

Таблица 6

Влияние температуры на химический состав триполифосфата натрия при продолжительности процесса 2 часа

№	Т, °С	Химический состав, масс. %										Степ. поли. %
		Na ₂ O	P ₂ O ₅ общ.	P ₂ O ₅ поли.	P ₂ O ₅ свод.	SO ₃	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	F	
1	350	40,94	56,08	54,90	1,18	0,0072	0,0085	0,0071	0,0084	0,0094	0,0021	97,89
2	400	41,38	56,70	55,67	1,03	0,0076	0,0090	0,0075	0,0087	0,0098	0,0019	98,18
3	450	41,40	56,72	55,87	0,85	0,0078	0,0092	0,0077	0,0089	0,0102	0,0017	98,50
4	500	41,41	56,73	56,08	0,65	0,0080	0,0093	0,0079	0,0090	0,0103	0,0016	98,85
5	550	41,43	56,75	56,15	0,60	0,0081	0,0093	0,0080	0,0091	0,0104	0,0015	98,94
6	600	41,43	56,75	56,20	0,55	0,0081	0,0094	0,0080	0,0091	0,0104	0,0015	99,03

Повышение температуры с 350°C до 600°C способствует увеличению степени полимеризации с 97,89 % до 99,03 %. При этом содержание P₂O₅ повышается с 56,08 % до 56,75 %, Na₂O с 40,94 % до 41,43 %. Оптимальной температурой дегидратации является температура 400-450°C и продолжительность процесса 2 часа, при которой достигается степень полимеризации 98,18 – 98,50 %.

По данным масспектрального анализа триполифосфат натрия содержит: Ca – 117; Mg – 115; Al – 57; Fe – 61; As – 14; Pb – 0,299. г/т, что в пересчете на % составляет для As - 1,4*10⁻⁵.

На рисунке 7 показаны основные компоненты, полученного триполифосфата натрия на основе кальцинированной соды и глубоко обессульфаченных растворов моноаммонийфосфата из фосфоритов ЦК. Элементный анализ триполифосфата натрия показывает следующие содержания элементного состава: Na-30,8%, P-25,3%, Ca-0,1%, Mg-0,1%, Al-0,1%, Fe-0,1%, что соответствует их содержанию в триполифосфате натрия.

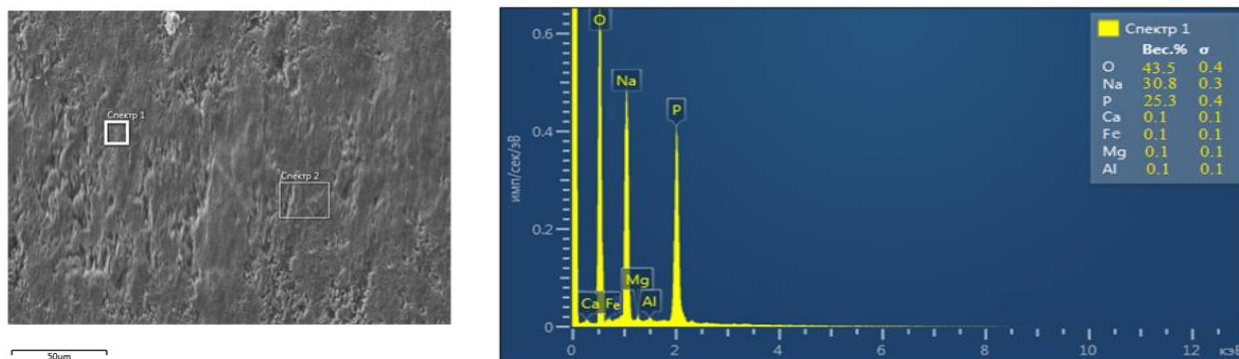


Рис. 7. Элементный анализ триполифосфата натрия на основе кальцинированной соды и глубоко обесульфаченного моноаммонийфосфата из фосфоритов Центральных Кыылкумов

На рисунке 8 приведены рентгенограммы триполифосфата натрия полученные при 360 и 560°C. При дегидратации при температуре 360°C образуется только фаза II, которая характеризуется интенсивными пиками 4,5993, 4,4621, 3,0631, 2,7390 Å. При дегидратации при температуре 560°C образуется только фаза I, которая характеризуется интенсивными пиками 4,6895, 4,5893, 4,4580, 4,4023, 2,7432, 2,6915 Å. Отличие в рентгенограммах составляют пики 4,4621 и 2,6915 Å. Форма II имеет максимальные значения пиков при 4,4621 Å, а форме I имеет максимальные значения при 2,6915 Å. Рентгенограммы триполифосфатов натрия форма II и форма I практически одинаковы.

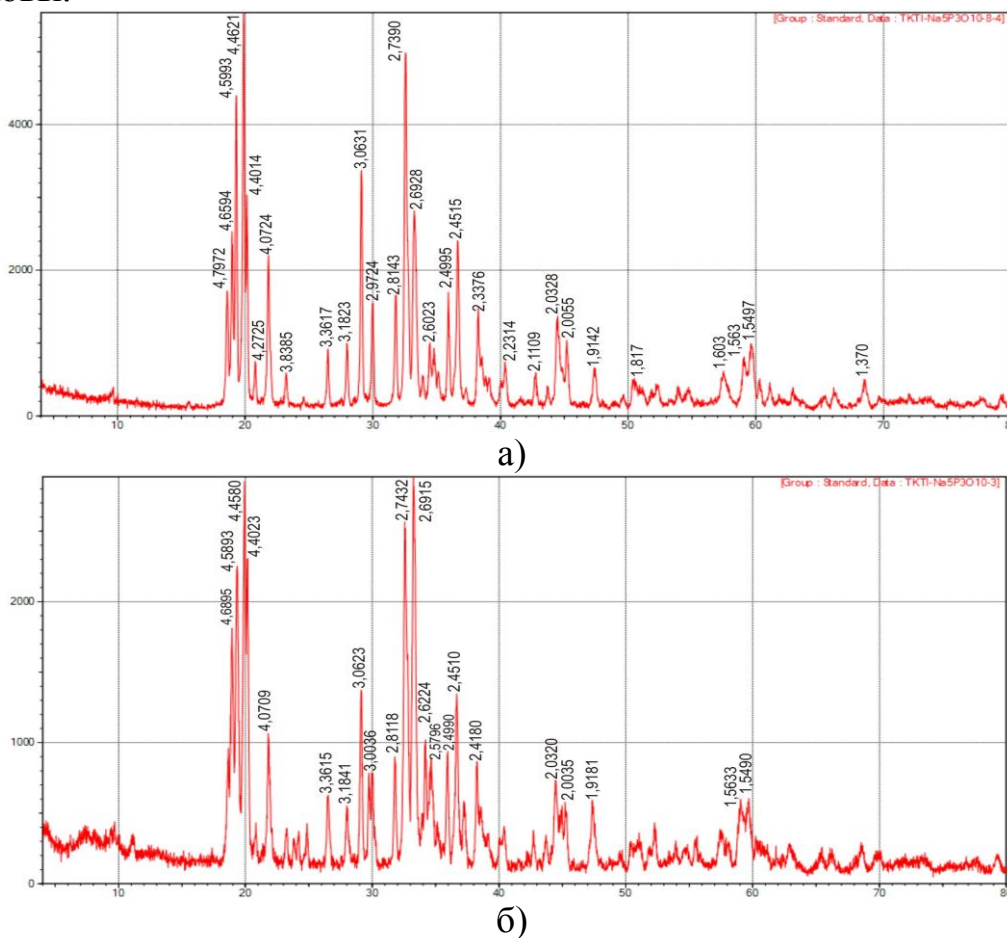


Рис. 8. Рентгенограммы триполифосфата натрия, полученного при температуре 360°C – а и 560°C – б

На основе проведенных исследований разработана технологическая схема, материальный баланс, составлены нормы расхода и технологического режима получения триполифосфата натрия (рис. 9).

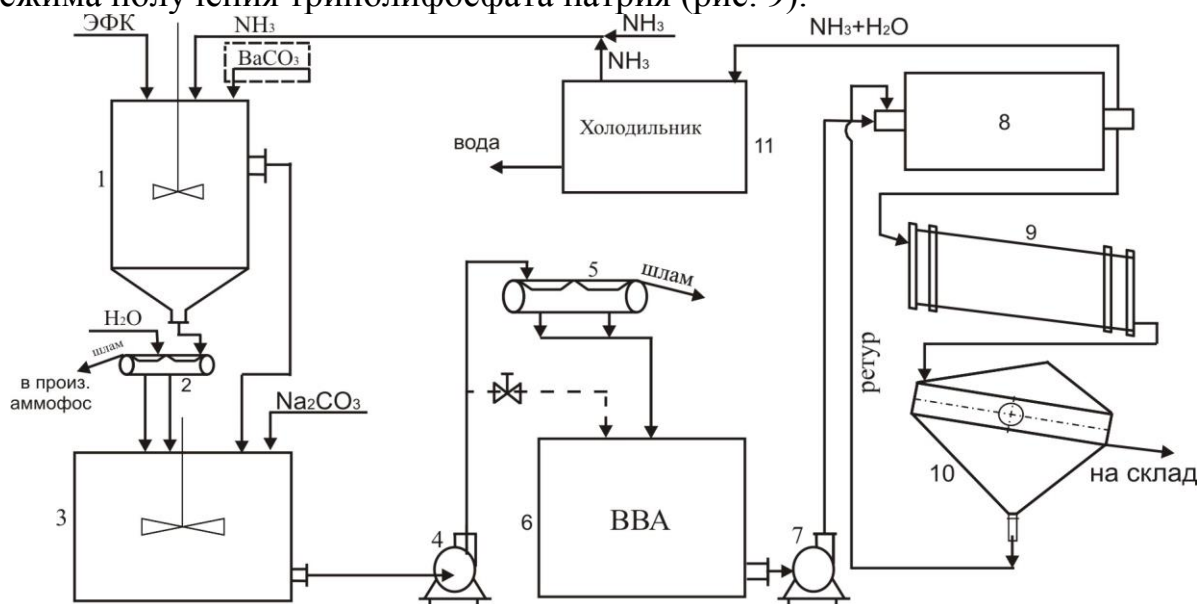


Рис. 9. Принципиальная гибкая технологическая схема получения триполифосфата натрия из моноаммонийфосфата: 1, 3 – реакторы, 2, 5 – фильтры, 4, 7 – насосы, 6 – вакуумно-выпарной аппарат (ВВА), 8 – прокалочная печь, 9 – охлаждающий барабан, 10 – классификация, 11 – холодильник

В реактор (поз. 1) подается карбонат бария и газообразный аммиак, образующая суспензия фильтруется на фильтре (поз. 2). Осветленный раствор нейтрализуется карбонатом натрия в реакторе (поз. 3), насосом (поз. 4) подается на фильтр (поз. 5). Жидкая фаза упаривается в вакуумно-выпарном аппарате (поз. 6), подвергается сушке и прокалке в прокалочной печи (поз. 8), охлаждается в барабане (поз. 9), а аммиак поглощается фосфорной кислотой (поз. 1).

Предварительные технико-экономические расчеты эффективности производства триполифосфата натрия из моноаммонийфосфата на основе фосфоритов ЦК показали, а цена триполифосфата натрия составит 8022,693 тыс. сум. При выпуске 10 тыс. тонн в год триполифосфата натрия экономический эффект составит 45,51 млрд. сум по сравнению с импортируемым.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Исследованы процессы дегидратации дигидрофосфата, гидрофосфата натрия и их смеси в мольном отношении 1:2, полученных из ЭФК путем обесфторивания, обессульфачивания, нейтрализацией карбонатом натрия, выпарки, отделения кристаллогидратов и сушки. Оптимальной температурой процесса дегидратации является 400°C.

2. Исследован процесс глубокого обессульфачивания частично обесфторенной и обессульфаченной ЭФК от остаточных количеств сульфатов с помощью карбоната бария. При этом установлено, что при норме карбоната бария 98% на остаточное количество сульфатов содержание

сульфатов не превышает 0,001%. Для обессульфачивания следует проводить обессульфачивание карбонатом бария.

3. Изучен процесс перекристаллизации триполифосфата натрия, полученного из частично обесфторенной и обессульфаченной ЭФК. Показано, что при температуре процесса 70-80°C получается раствор с содержанием 21-22% пирофосфата натрия. При его охлаждении выделяются чистые кристаллы пирофосфата натрия;

4. Исследован процесс очистки смеси растворов дигидро- и гидрофосфатов натрия от солей магния путем аммонизации газообразным аммиаком до pH 7,9-8,4, что позволяет снизить содержание оксида магния с 0,50-0,53 до 0,002%.

5. Разработано два варианта переработки ЭФК на триполифосфат натрия путем нейтрализации обесфторенной и обессульфаченной ЭФК карбонатом натрия, выпарки, сушки и дегидратации, безмагниевания растворов смеси дигидро- и гидрофосфатов с помощью аммонизации, выпарки осветленных растворов, сушки и прокаливания. Они являются исходной данной для обоснования очистки ЭФК.

6. Исследован процесс переработки очищенных растворов моноаммонийфосфата. При этом установлены оптимальные технологические параметры процесса. Для этого частично обесфторенную, глубоко обессульфаченную ЭФК необходимо аммонизировать до pH = 4,5-5,0 и отделить выпавшие осадки, нейтрализовать до pH=7,9-8,6, отделить выпавшие осадки. При этом очищенный раствор содержит 12,63-13,31% P₂O₅, 9,58-9,85% Na₂O, 2,48-2,64% N.

7. Изучением процессов выпарки, сушки и дегидратации очищенных растворов натрий-аммонийфосфатов, предлагаются оптимальные технологические параметры получения чистого триполифосфата натрия содержащего 54,3-56,9% P₂O₅ и 40,37-40,97% Na₂O.

8. Методами физико-химического анализа с использованием рентгенографии, ИК-спектроскопии, дериватографии, сканирующей электронной микроскопии изучены физико-химические характеристики пирофосфата натрия и триполифосфата натрия, при этом показана возможность синтеза триполифосфата натрия, содержащего I или II форму.

9. Разработаны технологические схемы получения пирофосфата и триполифосфата натрия на основе ЭФК, а также триполифосфата натрия из очищенных растворов моноаммонийфосфата, составлены схемы материальных потоков, материальные балансы производства. Технологии получения триполифосфата натрия апробированы в опытно-промышленных установках АО «Аmmofos-Махам».

10. Предварительные технико-экономические расчеты указывают на высокую экономическую эффективность и целесообразность организации производства триполифосфата натрия на основе фосфоритов ЦК. При выпуске 10 тыс. тонн триполифосфата натрия в год экономический эффект составит 51,22 и 45,51 млрд. сум., соответственно, из ЭФК и моноаммонийфосфата.

**SCIENTIFIC COUNCIL AWARDING SCIENTIFIK DEGREES
DSc.02/30.12.2019.K/T.35.01 AT INSTITUTE OF GENERAL AND
INORGANIC CHEMISTRY**

TASHKENT CHEMIKAL-TECHNOLOGICAL INSTITUTE

KHUJAMBERDIEV SHERZOD MUSURMANOVICH

**WORKING OUT OF TECHNOLOGY OBTAINING SODIUM
POLYPHOSPHATE FROM EXTRACTION PHOSPHORIC ACID OF
CENTRAL KYZYLKUM**

02.00.13 – Technology of inorganic substances and materials on their basis

**DISSERTATION ABSTRACT FOR THE DOCTOR OF PHILOSOPHY (PhD)
TECHNICAL SCIENCE**

Tashkent – 2020

The theme of dissertation for doctor of philosophy (PhD) degree was registered at the Supreme Attestation Commission at the Cabinet of Ministers of the Republic of Uzbekistan under the number B2018.4.PhD/869.

Dissertation was carried out at Tashkent institute of chemical technology.

The abstract of the dissertation is posted in three languages (uzbek, russian, english (the resume)) on the scientific council website www.ionx.uz and on the website of «Ziyonet» Information and educational portal www.ziyonet.uz.

Research supervisors:

Mirzakulov Kholtura Chorievich
Doctor of technical sciences, Professor

Official opponents:

Seytnazarov Atanazar Reypnazarovich
doctor of technical sciences

Nurmurodov Tulkin Isamurodovich
Doctor of technical sciences

Leading organization:

Fergana Polytechnical Institute

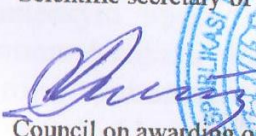
The defense will take place "25" "september" 2020 at "14⁰⁰" o'clock at the meeting of on-time scientific Council No.DSc.02/30.12.2019.K/T.35.01 at General and Inorganic Chemistry Institute (Address: 100170, Tashkent city, Mirzo Ulug'bek district, Mirzo Ulug'bek street, 77-a. Tel.: (+99 871) 262-56-60, fax: (+99 871) 262-79-90, e-mail: ionxanruz@mail.ru).

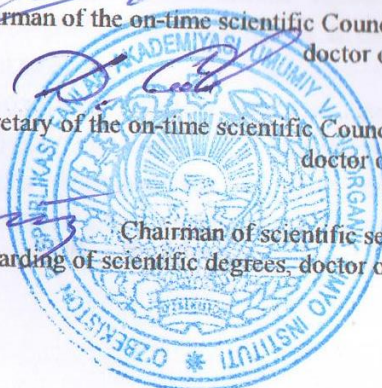
The dissertation can be reviewed at the Information Resource Centre of the General and Inorganic Chemistry, (is registered under № 12). Address: 100170, Tashkent city, Mirzo Ulug'bek street, 77-a. Tel./fax: (+99871) 262-56-60, (+99871) 262-79-90).

Abstract of dissertation sent out on "12" 09 2020 y.
(mailing report № 12 from "12" 09 2020 y.)


B.S. Zakirov
Chairman of the on-time scientific Council awarding scientific degrees,
doctor of chemical sciences, professor


D.S. Salikhanova
Scientific secretary of the on-time scientific Council awarding scientific degrees,
doctor of technical sciences, professor


S.A. Abdurakhimov
Chairman of scientific seminar at the on-time scientific
Council on awarding of scientific degrees, doctor of technical sciences, professor



INTRODUCTION (abstract of PhD thesis)

The aim of the research work: is the development of technology for obtaining pyrophosphate and sodium tripolyphosphate of high purity from EPA and purified monoammonium phosphate based on phosphorites of the Central Kyzylkum.

The objects of the research work: are defluorinated and deeply desulfurized EPA, purified solutions of sodium hydro-, dihydrogen phosphates, monoammonium phosphate and sodium ammonium phosphate, pyrophosphate, sodium tripolyphosphate.

The scientific novelty of dissertational research:

substantiated the possibility of deep purification of monosodium phosphate solutions from associated impurities using sodium carbonate, barium carbonate and gaseous ammonia, which achieve complete removal of sesquioxides, calcium, fluorine, sulfates and magnesium;

the optimal technological parameters and norms of the technological regime of the processes of obtaining pyrophosphate and sodium tripolyphosphate from purified solutions of EPA and monoammonium phosphate have been determined;

the conditions for evaporation, drying and calcination of solutions of sodium and ammonium phosphates have been established, high yield and increased purity of sodium pyrophosphate and sodium tripolyphosphate have been proved;

the technology of obtaining pyrophosphate and sodium tripolyphosphate by processing purified sodium phosphates and purified monoammonium phosphate has been developed.

Implementation of the research results. Based on the scientific data obtained on the development of technology for the processing of EPA and purified solutions of monoammonium phosphate for technical sodium polyphosphates:

the technology for processing EPA and purified solutions of monoammonium phosphate into sodium tripolyphosphate is included in the list of promising developments of JSC “Ammofos-Maxam” (reference of JSC “Ammofos-Maxam” dated May 14, 2020 No. 830/C). As a result, it is possible to obtain sodium tripolyphosphate with a content of at least 99,5%, which is used as a detergent for the national economy;

technology for obtaining high-purity sodium tripolyphosphate using purified solutions of sodium and sodium-ammonium phosphates is included in the list of promising developments of JSC “Ammofos-Maxam” (reference of JSC “Ammofos-Maxam” dated May 14, 2020 No. 830/C). As a result, the possibility of obtaining high purity sodium tripolyphosphate from purified solutions of monoammonium phosphate has been created.

The structure and volume of the dissertation. The structure of the dissertation consists of an introduction, four chapters, conclusion, the list of the references, applications. The volume of the dissertation is 120 pages.

ЭЪЛОН ҚИЛИНГАН ИШЛАР РЎЙХАТИ
СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ
LIST OF PUBLISHED WORKS

I бўлим(I часть; part I)

1. Хужамбердиев Ш.М., Мирзакулов Х.Ч., Арифджанова К.С. Исследование процессов получения триполифосфата натрия из экстракционной фосфорной кислоты на основе фосфоритов Центральных Кызылкумов // *Universum: Технические науки: электрон научн. журн.* 2017. № 10(43). URL: <http://7universum.com/ru/tech/archive/item/3083>. - С. 12-15. (02.00.00, №1)
2. Хужамбердиев Ш.М., Арифджанова К.С., Мирзакулов Х.Ч. Исследование процесса получения растворов и солей натрия, пригодных для получения полифосфатов // *Журнал «Химия и химическая технология»*, - Ташкент, 2018. -№3. –С. 18-21. (02.00.00, №3)
3. Мирзакулов Х.Ч., Хужамбердиев Ш.М., Арифджанова К.С., Турдалиев У.М. Исследование процесса получения триполифосфата натрия из экстракционной фосфорной кислоты Центральных Кызылкумов // *Universum: Технические науки: электрон. научн. журн.* 2018. № 9(54). URL: <http://7universum.com/ru/tech/archive/item/6376>. - С. 69-71. (02.00.00, №1)
4. Хужамбердиев Ш.М., Арифджанова К.С., Меликулова Г.Э., Мирзакулов Х.Ч. Получение триполифосфата натрия из экстракционной фосфорной кислоты на основе фосфоритов Центральных Кызылкумов // *Научный-технический журнал «Развитие науки и технологий»*. - Бухара, 2018. -№ 4. – С. 75-79. (02.00.00, №14)
5. Khujamberdiev Sh., Mirzakulov Kh., Arifdjanova K. Research of the process thermal dehydration of orthophosphate is sodium phosphate from Central Kyzylkum // *International Journal of Chemical Petrochemical Technology // USA.* 2019, ISSN(P): 2277-4807; ISSN(E): 2319-4464. (Impact Factor (JCC): 5.5342) Vol. 9, Issue 1, Dec 2019, p. 1-8. (02.00.00, №11)

II бўлим (II часть; part II)

6. Khujamberdiev Sh.M., Mirzakulov Kh.Ch., Arifdjanova K.S. Sodium tripolyphosphate from extraction phosphoric acid on the basis of phosphorite of Central Kyzylkum // *European Sciences review Scientific journal.* – Vienna, 2019 (January–February). № 1–2. Vol.1. – P. 108-111.
7. Хужамбердиев Ш.М., Арифджанова К.С., Мирзакулов Х.Ч. Исследование процесса получения растворов фосфатов натрия-аммония из экстракционной фосфорной кислоты // *«Умидли кимёгарлар»: Труды XXVII - научно - технической конференции молодых ученых, магистрантов и студентов бакалавриата.* -Ташкент, 2018. –С. 279-280.

8. Хужамбердиев Ш.М., Арифджанова К.С., Мирзакулов Х.Ч. Пирофосфат натрия из экстракционной фосфорной кислоты на основе фосфоритов Центральных Кызылкумов // Респ. науч.-техн. конф. «Актуальное проблемы инновационных технологий химической, нефтегазовой и пищевой промышленности» - Ташкент, 2017. – С. 249-250.
9. Хужамбердиев Ш.М., Арифджанова К.С., Мирзакулов Х.Ч. Получение триполифосфата натрия из экстракционной фосфорной кислоты Центральных Кызылкумов // Мат. науч.-техн. конф. «Формирование инновационного мышления студентов химико-технологического направления» - Ташкент, 2018. – С. 204.
10. Хужамбердиев Ш.М., Арифджанова К.С., Мирзакулов Х.Ч. Триполифосфат натрия из экстракционной фосфорной кислоты. Межд. науч.-техн. конф. «Современное состояние и перспективы развития производства фосфосодержащих удобрений на основе фосфоритов Центральных Кызылкумов и Каратау». ИОНХ РУз, Ташкент, 2018. – С. 93.
11. Hujamberdiyev Sh.M., Arifdjanova K.S., Mirzakulov X.Ch. Ekstraksiyon fosfor kislotasi asosida natriy polifosfat tuzlari olishda magniy ionlaridan tozalash jarayoni tadqiqoti. II Межд. науч.-прак. конф. «Global science and innovations 2018: Central Asia». Астана, Казакстан. 2018. –С. 307-308.
12. Хужамбердиев Ш.М., Арифджанова К.С., Усманов И.И., Мирзакулов Х.Ч. Марказий Қизилқум экстракцион фосфор кислотаси асосида натрийполифосфат тузлари олиш жараёни тадқиқоти. Респ. науч.-техн. конф. «Современные проблемы и перспективы химии и химико-металлургического производств». Навои, 2018. – С. 42-44.
13. Хужамбердиев Ш.М., Арифджанова К.С., Мирзакулов Х.Ч., Ўктамova P.A. Маҳаллий хомашёлар асосида натрий полифосфат тузларини олиш жараёнининг тадқиқоти // Межд. науч.-техн. конф. «Интеграция дисциплины – образования – науки и производства». - Ташкент, 2018. – С. 72-74.
14. Хужамбердиев Ш.М., Арифджанова К.С., Мирзакулов Х.Ч. Исследование процесса получения чистых растворов фосфатов натрияаммония из экстракционной фосфорной кислоты. Республиканская научно-техническая конференция // «Актуальные проблемы инновационных технологий химической, нефтегазовой и пищевой промышленности». - Ташкент, 2018. – С. 79.
15. Хужамбердиев Ш.М., Арифджанова К.С., Мирзакулов Х.Ч. Триполифосфат натрия из экстракционной фосфорной кислоты на основе фосфоритов Центральных Кызылкумов // Респ. межв. сбор. науч. труд. «Актуальные вопросы в области технических и социально-экономических наук» - Ташкент, 2019. – С. 167-168.
16. Хужамбердиев Ш.М., Арифджанова К.С., Мирзакулов Х.Ч., Ёкубов Б.Б., Иброхимов Ш.Н. Исследование процесса очистки растворов фосфата

- натрия от соединений магния // Межд. науч.-прак. конф.: «Актуальные проблемы внедрения инновационной техники и технологий на предприятиях по производству строительных материалов, химической промышленности и в смежных отраслях» - Фергана, 2019. Т.2. –С. 103-105.
17. Хужамбердиев Ш.М., Мирзакулов Х.Ч., Абдусаломов А.Р., Шамаев Б.Э. Экстракция фосфорной кислоты нейтральными жидкостями из бурганского шламения рентгенографический анализ // Межд. науч.-прак. конф.: «Актуальные проблемы внедрения инновационной техники и технологий на предприятиях по производству строительных материалов, химической промышленности и в смежных отраслях» - Фергана, 2019. Т.2. –С. 196-197.
 18. Xujamberdiyev Sh.M., Abdusalomov A.R., Shamayev B.E., Mirzakulov X.Ch. Markaziy Qizilqum ekstraksiya fosfor kislotasi asosida olingan natriytrifosfat tuzining termik tahlili // VI Межд. науч.-прак. конф. «Global science and innovations 2019: Central Asia». Нур – Султан, Казакстан, 2019. – С. 127-129.
 19. Хужамбердиев Ш.М., Арифджанова К.С., Мирзакулов Х.Ч. Исследование процесса фильтрации магнийаммонийфосфата и реологические свойства растворов фосфатов натрия // Респ. науч.-прак. конф. «Актуальные проблемы развития химии, химической технологии, нефтегазовой и легкой промышленности в Республике Каракалпакстан» - Нукус, 2019. – С. 238-240.
 20. Хужамбердиев Ш.М., Арифджанова К.С., Меликулова Г.Э., Мирзакулов Х.Ч. Исследование процесса термической дегидратации ортофосфатов натрия из фосфоритов Центральных Кызылкумов // Респ. науч.-техн. конф. «Актуальные проблемы инновационных технологий химической, нефтегазовой и пищевой промышленности» - Ташкент, 2019. – С. 128-129.

Автореферат «Ўзбекистон кимё журнали» таҳририятида таҳрирдан ўтказилиб, ўзбек, рус ва инглиз тилларидаги матнлар ўзаро мувофиқлаштирилди.

Бичими 60x84¹/₁₆. Рақамли босма усули. Times гарнитураси.
Шартли босма табағи: 3. Адади 100 нусха. Буюртма № 123.

Гувоҳнома № 10-3719

“Тошкент кимё технология институти” босмаҳонасида чоп этилган.
Босмаҳона манзили: 100011, Тошкент ш., Навоий кўчаси, 32-уй.