

**ҚОРАҚАЛПОҚ ДАВЛАТ УНИВЕРСИТЕТИ  
ҲУЗУРИДАГИ ИЛМИЙ ДАРАЖА БЕРУВЧИ  
PhD.03/30.12.2019.Т.20.03 РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ**

---

**ТОШКЕНТ КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ**

**КЕНЖАЕВ МИРЖАЛОЛ ЭРКИНЖАНОВИЧ**

**АНГРЕН КАОЛИНИНИ НИТРАТ КИСЛОТАСИ БИЛАН ПАРЧАЛАБ  
АЛЮМИНИЙ ОКСИДИ ОЛИШ ТЕХНОЛОГИЯСИНИ ЯРАТИШ**

02.00.13 – Ноорганик моддалар ва улар асосидаги материаллар технологияси

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

Фалсафа доктори (PhD) диссертацияси автореферати мундарижаси  
Оглавление автореферата диссертации доктора философии (PhD)  
Content of the dissertation abstract of doctor of Philosophy (PhD)

**Кенжаев Миржалол Эркинжанович**

Ангрен каолинини нитрат кислотаси билан парчалаб алюминий оксиди олиш технологиясини яратиш. . . . . 3

**Кенжаев Миржалол Эркинжанович**

Разработка технологии получения оксида алюминия из Ангренского каолина путем разложения азотной кислотой. . . . . 21

**Kenjaev Mirjalol Erkinjanovich**

Working out of technology reception oxide aluminium from Angren kaolin by decomposition by nitric acid. . . . . 39

**Эълон қилинган ишлар рўйхати**

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

**ҚОРАҚАЛПОҚ ДАВЛАТ УНИВЕРСИТЕТИ  
ХУЗУРИДАГИ ИЛМІЙ ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ  
PhD.03/30.12.2019.Т.20.03 РАҚАМЛИ ИЛМІЙ КЕНГАШ**

---

**ТОШКЕНТ КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ**

**КЕНЖАЕВ МИРЖАЛОЛ ЭРКИНЖАНОВИЧ**

**АНГРЕН КАОЛИНИНИ НИТРАТ КИСЛОТАСИ БИЛАН ПАРЧАЛАБ  
АЛЮМИНИЙ ОКСИДИ ОЛИШ ТЕХНОЛОГИЯСИНИ ЯРАТИШ**

02.00.13 – Ноорганик моддалар ва улар асосидаги материаллар технологияси

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

**Фалсафа доктори (PhD) диссертацияси мавзуси Ўзбекистон Республикаси Вазирлар Маҳкамаси ҳузуридаги Олий аттестация комиссиясида В2018.4.PhD/Т862 рақам билан рўйхатга олинган.**

Докторлик диссертацияси Тошкент кимё-технология институтида бажарилган.

Диссертация автореферати уч тилда (ўзбек, рус, инглиз (резюме)) Илмий кенгаш веб-саҳифасида ([www.karsu.uz](http://www.karsu.uz)) ва «ZiyoNet» ахборот-таълим порталида ([www.ziynet.uz](http://www.ziynet.uz)) жойлаштирилган.

**Илмий раҳбар:**

**Мирзакулов Холтура Чориевич**  
техника фанлари доктори, профессор

**Расмий опонентлар:**

**Сейтназаров Атаназар Рейпназарович**  
техника фанлари доктори, катта илмий ходим

**Джуманиязова Дилноза Максудовна**  
техника фанлари бўйича фалсафа доктори (PhD)

**Етакчи ташкилот**

**Наманган муҳандислик - технология институти**

Диссертация химояси Қорақалпоқ давлат университети ҳузуридаги PhD.03/30.30.12.2019.Т.20.03 рақамли Илмий кенгашнинг «05» январь 2021 йил соат 15<sup>00</sup> - даги мажлисида бўлиб ўтади (Манзил: 230112, Нукус шаҳри, Ч.Абдиров кўчаси, 1-уй. Тел.: (99861) 223-60-47; факс: (99861) 223-60-78; e-mail: [karsu\\_info@edu.uz](mailto:karsu_info@edu.uz)).

Диссертация билан Қорақалпоқ давлат университетининг Ахборот-ресурс марказида танишиш мумкин (№21 рақами билан рўйхатга олинган). Манзил: 230112, Нукус шаҳри, Ч.Абдиров кўчаси, 1-уй. Тел.: (+99861)223-60-47, факс (+99861) 223-60-78.

Диссертация автореферати 2020 йил «22» декабрь куни тарқатилди.  
(2020 йил «22» декабрдаги 3- рақамли реестр баённомаси).



**А.М. Реймов**  
Илмий даражалар берувчи илмий кенгаш раиси, т.ф.д., профессор

**Р.К. Курбаньязов**  
Илмий даражалар берувчи илмий кенгаш котиби, т.ф.н., доцент

**Ш.Н. Туремуратов**  
Илмий даражалар берувчи илмий кенгаш қошидаги илмий семинар раиси, к.ф.д.

## **КИРИШ (фалсафа доктори (PhD) диссертацияси аннотацияси)**

**Диссертация мавзусининг долзарблиги ва зарурати.** Ҳозирги пайтда таркибида алюминийга бой бўлган хомашё манбаларининг камайиши билан бутун дунёда алюминий саноати ҳар йили юқори сифатли боксит хомашёсига бўлган эҳтиёж ўсиб бормоқда. Шу билан бирга, паст сифатли алюминий хомашёлари – юқори кремнийли боксит, каолин гиллари, алуниг жинслари, нефелин ва бошқа рудалари мавжуд. Республикада алюминий оксиди ишлаб чиқарилмайди, аммо таркибида алюминий миқдори кам бўлган каолин гиллари, алуниг жинслари, паст сифатли бокситлар, тошкўмир кули шаклидаги хомашёлар мавжуд. Бироқ, уларни қайта ишлаш учун самарали технология мавжуд эмас. Алюминийнинг оғир танқислиги шароитида алюминийли хомашёларни қайта ишлаб алюминий бирикмаларини олиш ҳозирги кунда илмий изланишларнинг асоси бўлиб бормоқда.

Дунё миқёсида юқори силикатли таркибида алюминий тутган хомашёларни қайта ишлаш технологиясини ишлаб чиқишда қуйидаги илмий ечимларни асослаш зарур: паст сифатли, юқори кремнийли алюминий хомашёсини ишқорий ва кислотали усулларда қайта ишлаш жараёнларини ўрганиш, шу жумладан олдиндан термик ишлов бериш босқичлари, хомашёни ажратиб олиш, алюминийнинг кислотали эритмаларини темирсизлантириш ва тозаланган эритмаларни алюминий оксидига қайта ишлаш, айланма эритмалардан фойдаланиш ёки қайта ишлаш, юқори кремнийли таркибида алюминий тутган хомашёлардан алюминий оксиди олишнинг самарали технологиясини ишлаб чиқиш зарур.

Бугунги кунда республикада йирик тадбирларни амалга ошириш туфайли минерал руда хомашёсининг янги конларини ўзлаштириш ва ишлаб чиқаришда юқори натижаларга эришилди. Ўзбекистон Республикасининг 2017-2021 йилларга мўлжалланган ҳаракатлар стратегиясининг учинчи йўналишида «...саноатни юқори технологияли қайта ишлаш тармоқларини, энг аввало, маҳаллий хомашё ресурсларини чуқур қайта ишлаш асосида юқори қўшимча қийматли тайёр маҳсулот ишлаб чиқариш...»<sup>1</sup> каби муҳим вазифалар белгилаб берилган. Шу нуқтаи назардан Ангрен конининг каолинли гилларини алюминий оксидига ва ҳар хил турдаги суюқ азотли ўғитлар учун айланма эритмаларини нитрат кислотасини қайта ишлашнинг комплекс технологиясини ишлаб чиқиш республика иқтисодиёти учун 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 тўғрисида»ги 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

---

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

тўғрисида»ги ва 2019 йил 3 апрелдаги ПҚ-4265 сонли «Кимё саноатини янада ислоҳ қилиш ва унинг инвестициявий жозибдорлигини 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 бажарилган.

**Муаммонинг ўрганилганлик даражаси.** Алюминийли хомашёлар асосида алюминий бирикмаларини олиш бўйича дунёда қуйидаги олимлар томонидан илмий изланишлар олиб борилмоқда жумладан, Лайнер Ю.А., Запольский А.К., Сажин В.С., Вайтнер В.В., Исматов Х.В., Богачева Л.Н., Каримов Р.З., Мирсаидов У.М., Гафуров К., Шамсидинов И.Т., Мамажанов З.Н. ва бошқалар илмий тадқиқот ишларини олиб боришган.

Ишлар асосан, алюминийни минерал кислотали ёки гидроксидли усул билан эритмага ажралишига қаратилган. Тажриба ёки саноат шароитида алюминий оксиди олиш, хомашё таркибининг ишлаб чиқариш технологик кўрсаткичларига таъсири, алюминий бирикмалари ажратилгандан кейинги айланма эритмаларни қайта ишлаш бўйича маълумотлар мавжуд эмас.

Юқори кремнийли алюминий хомашёсини кислотали усулда қайта ишлаш бўйича ишлаб чиқилган технологик ечимлари лаборатория тадқиқотлари даражасида бўлиб, биргина 2016 йилда Хитойда хлорид кислотали усулда ИЭСлари кулидан биринчи марта алюминий оксиди ишлаб чиқариш йўлга қўйилди. Кислотали усуллар ишқорий усулларга нисбатан маълум устунликларга эга, бу эса ишлаб чиқариш цикли бошида кремнийни алюминий оксидидан ажратишни нисбатан осонлаштириш имконини беради, оҳактош ва содали сувдан фойдаланиш талаб этилмайди. Юқорида келтирилган афзалликларга қарамай, кислотали усул ўзининг маълум камчиликларига эга: эритмаларни темир ва бошқа аралашмалардан чуқур тозалашнинг мураккаблиги, кислотани регенерация қилишнинг мураккаблиги, кислотага чидамли ускуналардан фойдаланиш талаб этилади.

Алюминий оксидининг металлургик маркаларини олиш учун бу борада истиқболли йўналиш нитрат кислотали усули ҳисобланади. Усулнинг самарадорлиги асосан хомашёни очиш, ажратиб олинган эритмаларни аралашмалардан тозалаш ва алюминий оксидининг керакли физик хоссаларига боғлиқлик масалалари бўйича илмий ишлар олиб борилмоқда.

**Диссертация мавзусининг диссертация бажарилаётган олий ўқув юртининг илмий-тадқиқот ишлари билан боғлиқлиги.** Диссертация тадқиқотлари Тошкент кимё-технология институти илмий-тадқиқот ишлари режасининг БА-12-002 «Алюминий хомашёларини нитрат кислотали қайта ишлаб алюминий оксиди олиш технологиясини ишлаб чиқиш» (2017-2018 йй.) мавзуларидаги амалий лойихаси доирасида бажарилган.

**Тадқиқотнинг мақсади** Ангрен кони юқори кремнийли каолин гилларини алюминий нитрат, оксид ва суюқ азотли ўғитларга нитрат кислотали қайта ишлашнинг комплекс, мослашувчан технологиясини ишлаб чиқишдан иборат.

**Тадқиқотнинг вазифалари:**

Ангрен кони каолин гилларини термик куйдириш жараёнининг нитрат кислота эритмаларида алюминий минералларининг эрувчанлигига таъсирини тадқиқ этиш;

алюминийни ажратиб олиш даражасига технологик параметрларни таъсирини ўрганиш ва мақбул технологик шароитларини аниқлаш;

каолин гилларидан ажратиб олинган нитрат кислотали экстрактини нейтраллаш жараёнининг алюминий ва темир бирикмаларига таъсирини тадқиқ этиш;

алюминий гидроксиди ажратилгандан кейин айланма эритмаларнинг таркибини ва уларни суюқ азотли ўғитларга қайта ишлаш шароитларини аниқлаш;

Ангрен кони каолин гилларини алюминий нитрат, оксиди ва суюқ азотли ўғитларга нитрат кислотали қайта ишлашнинг комплекс, мослашувчан технологик схемасини ишлаб чиқиш, моддий оқим схемалари ва моддий ҳисобини тузиш, ишлаб чиқилган технологияни синовдан ўтказиш, дастлабки техник-иқтисодий ҳисобларини ишлаб чиқиш.

**Тадқиқотнинг объекти** Ангрен кони каолин гиллари, нитрат кислота, газсимон аммиак, алюминий нитрат, алюминий ва темир гидроксидлари, алюминий оксидидан фойдаланилган.

**Тадқиқотнинг предмети** юқори кремнийли алюминийли хомашёларни алюминий нитрат, оксид ва суюқ азотли ўғитларга кислотали қайта ишлаш технологиясини ишлаб чиқишдан иборат.

**Тадқиқотнинг усуллари.** Диссертация ишида кимёвий, физик-кимёвий таҳлилнинг рентгенографик, ИҚ–спектроскопик, термогравиметрик, электрон-микроскопик таҳлил усулларида фойдаланилган.

**Тадқиқотнинг илмий янгилиги** куйидагилардан иборат:

алюминий бирикмаларининг минерал кислоталарда эрувчан шаклини ҳосил бўлишига ва натижада эритмага алюминий ажралиш даражасининг ошишига олиб келадиган Ангрен кони каолини гилларини куйдириш жараёнининг каолинни структуравий ўзгаришига таъсири қонуниятлари аниқланган;

нитрат кислота эритмаларида алюминийни ажратиб олиш даражасига технологик параметрларнинг таъсири тадқиқ этилган, алюминий ажралишининг максимал даражага етиши таъминлайдиган мақбул шароитлар аниқланган;

газсимон аммиак иштирокида каолиндан ажратиб олинган нитрат кислотали эритмаларни аммонизациялаш даражасининг таъсири аниқланган, алюминийнинг максимал ва темирнинг эса минимал чўкиш даражасини таъминлайдиган шароитлар ўрнатилган, алюминий гидроксид олиш технологик режимининг мақбул меъёрлари аниқланган;

Ангрен кони каолини гилларини алюминий нитрат, гидроксид ва суяқ азотли ўғитлар олиш билан қайта ишлаш технологияси ишлаб чиқилган.

**Тадқиқотнинг амалий натижалари** қуйидагилардан иборат:

Ангрен кони каолини гилларидан алюминий оксиди олиш ва ишлаб чиқариш усуллари яратилган;

Ангрен кони каолини гиллари асосида алюминий оксиди, суяқ азотли ўғитлар олишнинг илмий асосланган мослашувчан технологияси ишлаб чиқилган;

алюминий саноати учун Ангрен кони каолини гилларидан алюминий оксиди олишга асосланган технология «Amtofos-Махам» АЖда ишлаб чиқилган;

Ангрен кони каолини гилларини алюминий оксидига ва айланма эритмаларини суяқ ўғитларга мақсадга мувофиқ қайта ишлашнинг технологик схемалари, моддий баланслари ва дастлабки техник-иқтисодий ҳисоблари ишлаб чиқилган.

**Тадқиқот натижаларининг ишончлилиги.** Кимёвий ва физик-кимёвий тадқиқот натижалари ишлаб чиқилган технологияларни модел ускунасида синаб кўриш орқали тасдиқланган.

**Тадқиқот натижаларининг илмий ва амалий аҳамияти.**

Тадқиқот натижаларининг илмий аҳамияти шундан иборатки, Ангрен кони каолин гилларидан мамлакат иқтисодиёти учун муҳим бўлган кимёвий маҳсулотлар – алюминий нитрат, алюминий оксиди ва суяқ ўғитлар ишлаб чиқаришнинг илмий асослари яратилганлиги, олинган маҳсулотларнинг физик-кимёвий ва технологик илмий тадқиқот натижалари умумлаштирилганлиги ҳамда хоссалари яхшиланганлиги билан изоҳланади.

Тадқиқот натижаларининг амалий аҳамияти Ангрен кони каолини гилларини қайта ишлаб алюминий нитрат, алюминий оксиди, суяқ азотли ўғитлар олиш, уларни синтез қилишдаги унумдорлигини аниқлаш, ҳамда улар асосида маҳаллий маҳсулотлар олиш технологиясининг яратилганлиги, олинган маҳсулотларни амалда ишлаб турган корхоналарда ишлаб чиқаришга тадбиқ қилиниши билан ҳам белгиланади.

**Тадқиқот натижаларининг жорий қилиниши.** Ангрен кони каолин гилларини алюминий нитрат, оксид, суяқ азотли ўғитларга қайта ишлаш технологиясини ишлаб чиқиш бўйича олинган илмий маълумотлар асосида:

Ангрен кони каолини гилларини нитрат кислотаси иштирокида қайта ишлаб алюминий нитрат ва суяқ азотли ўғитлар олиш технологияси «O'zkiyosanoat» АЖнинг «2020-2025 йилларда амалиётга жорий этиш бўйича истиқболли ишланмалар рўйхати»га киритилган («O'zkiyosanoat» АЖнинг 2020 йил 15 декабрдаги 14-4922-сон маълумотномаси). Натижада, алюминий тутган каолиннинг нитрат кислотали экстрактдан алюминий нитрат ва суяқ азотли ўғитлар олиш имконини берган;

Ангрен кони каолини гилларидан алюминий гидроксиди ва оксидини олиш технологияси «O'zkiyosanoat» АЖнинг «2020-2025 йилларда амалиётга жорий этиш бўйича истиқболли ишланмалар рўйхати»га киритилган («O'zkiyosanoat» АЖнинг 2020 йил 15 декабрдаги 14-4922-сон маълумотномаси). Натижада, Ангрен кони куйдирилган каолинларидан олинган алюминий оксиди ва гидроксидини хомашё ва тайёр маҳсулот сифатида қўллаш имконини берган.



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

**Тадқиқот натижаларининг эълон қилиниши.** Диссертация мавзуси бўйича жами 21 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 ривожлаништиришнинг устувор йўналишларига мос келадиган тадқиқотларнинг мақсади шакллантирилди ва вазифалари белгиланди, тадқиқот ишининг объектлари ва предметлари берилган, илмий тадқиқот натижаларининг ишончлилиги асосланган, олинган натижаларининг илмий янгилиги ва амалий аҳамияти ҳамда олинган натижалар чоп қилинган ишларда ва диссертациянинг структурасида ўз аксини топган.

Диссертациянинг «**Таркибида алюминий тутган хомашёларни қайта ишлашнинг ҳозирги ҳолати**» деб номланган биринчи бобида Ўзбекистондаги таркибида алюминий тутган хомашёларнинг хусусиятлари тавсифланган, таркибида алюминий миқдори кам бўлган хомашёлардан фойдаланишнинг ҳозирги ҳолати ва истиқболлари кўрсатилган. Таркибида алюминий тутган хомашё манбаларини қайта ишлаш усулларига бағишланган илмий ишлар ва патент материаллари кўриб чиқилган. Адабий материалларни таҳлил қилиш асосида тадқиқотнинг мақсади ва вазифалари шакллантирилган.

Диссертациянинг «**Ангрен кони каолинини нитрат кислотаси билан қайта ишлашнинг объектлари ва тадқиқ этиш усуллари**» деб номланган иккинчи боби ишда фойдаланиладиган бошланғич хомашё материалларининг хусусиятлари, тасдиқланган тадқиқот усуллари, кимёвий таҳлил ва физик-кимёвий тадқиқот усулларига бағишланган.

Диссертациянинг «**Ангрен кони каолинли гилларидан алюминий нитрат эритмаларини олиш жараёнини тадқиқ этиш**» деб номланган учинчи боби Ангрен кони каолин гилларининг кимёвий, минералогик ва структура-механик хоссаларини ўрганишга, каолин хоссаларига термик куйдиришнинг таъсирини, каолин гилларидан алюминий ва темир ажралишининг мақбул технологик параметрларини аниқлашга бағишланган.

Тадқиқот учун Ангрен конининг каолин гилларидан намуналар танлаб олинди, таркиби (оғир. %):  $\text{SiO}_2$  - 54,30;  $\text{Al}_2\text{O}_3$  - 23,50;  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  - 0,47;  $\text{K}_2\text{O}$  - 0,38;  $\text{CaO}$  - 0,30. Сканерловчи электрон микроскопия таҳлили каолин гилларида натрий, калий, кальций, магний, темир ва бошқа элементларнинг бирикмалари мавжудлигини кўрсатди, уларнинг миқдори фоизларнинг ўн ва юз улушларда ташкил этади.

Алюминий оксидини ажралиш жараёнларига куйдириш сезиларли таъсир кўрсатганлиги сабабли, тадқиқотлар каолин гилларининг кимёвий

таркиби ўзгаришига термик ишлов бериш жараёнининг таъсирини ўрганишдан бошланди.

Тадқиқотлар 2 соат давомида 400-800°C ҳарорат оралиғида муфелли печда амалга оширилди. Олинган натижалар 1-жадвалда келтирилган.

### 1-жадвал

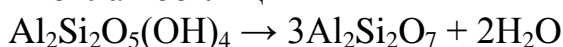
#### Каолин кимёвий таркибига куйдириш ҳароратларининг таъсири

№	t, °C	Оғирлик йўқот., %	Компонентлар таркиби, оғир. %						
			SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO
1	400	1,000	54,85	23,74	0,475	0,082	0,384	0,303	0,169
2	500	1,000	54,85	23,74	0,475	0,082	0,384	0,303	0,169
3	600	5,675	57,57	24,91	0,498	0,086	0,403	0,318	0,177
4	650	5,999	57,77	25,00	0,500	0,086	0,404	0,319	0,178
5	700	6,008	57,77	25,00	0,500	0,086	0,404	0,319	0,178
6	750	6,216	57,90	25,06	0,501	0,086	0,405	0,320	0,178
5	800	6,600	58,14	25,16	0,503	0,087	0,407	0,321	0,179

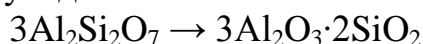
Жадвалдаги маълумотлардан кўришиб турибдики, 400-500°C гача бўлган куйдириш ҳарорати Ангрен кони каолин гиллари таркибий қисмларининг ўзгаришига деярли таъсир қилмайди. 600°Cдан бошлаб каолин гилларининг асосий таркибий қисмларининг миқдори ошади. Асосий таркибий қисмларнинг энг барқарор кимёвий таркиби 600-700°C куйдириш ҳароратида кузатилади. Ҳароратнинг 800°C гача ошиши SiO<sub>2</sub> нинг 58,14% гача ва Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> нинг 25,16% гача кам миқдорда кўтарилишига олиб келади. Бошқа таркибий қисмларнинг миқдори деярли бир хил даражада ўзгаришсиз қолади.

Каолин гилларини куйдириш пайтида юзага келадиган ҳарорат ўзгаришини аниқлаш учун ҳаво атмосферасида 1200°C гача чизикли куйдириш шароитида дастлабки каолиннинг дериватограммаси олинган. Термограмда минимал жадаллик 550°C билан эндотермик эффектни ва 955°Cда максимал экзотермик эффектни кўрсатади. Ушбу ҳароратларда каолинитнинг бир қисми бўлган кимёвий боғланган сувни олиб ташлашга мос бўлган маълум оғирлик қийматининг йўқотилиши кузатилади.

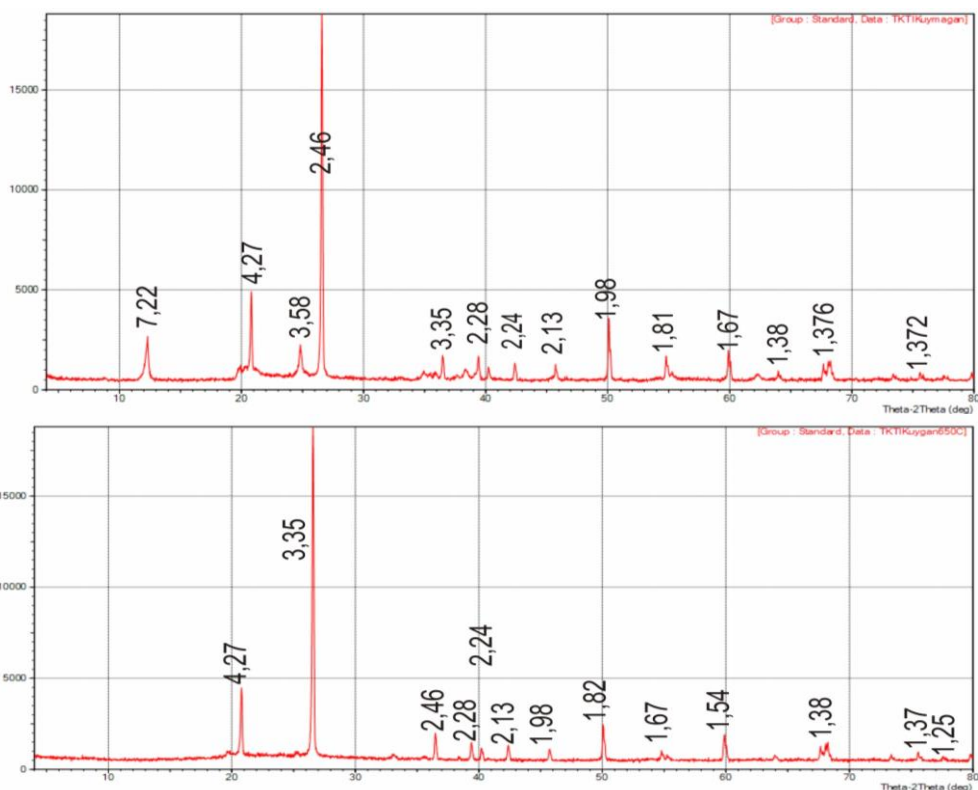
1-расмда 650°Cда дастлабки ва куйдирилган каолиннинг рентгенограммаси кўрсатилган. Рентгенограмма таҳлили шуни кўрсатдики, дастлабки каолин куйдирилганда, каолинитга хос бўлган 7,22, 2,46 Å чўққилари рентгенограммада йўқолади ва Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>7</sub> мос келадиган 3,35 Å чўққилар пайдо бўлади. Бундан келиб чиқадики, куйдиришда каолинитдан боғланган сув йўқотилади ва кристалл структурасида ўзгариш юзага келади, бу эса қийин эрийдиган каолинитни кислотада яхши эрийдиган метакаолинит Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>7</sub> шаклига ўтказиш билан боғлиқ



900°Cдан юқори ҳароратда куйдирилганда, куйидаги реакция бўйича 3Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·2SiO<sub>2</sub> муллит ҳосил бўлади:



муллит ҳеч қайси минерал кислоталарда эримайди.



1

2

**1-расм. Дастлабки ва куйдирилган каолин намуналарининг рентгенограммалари: 1-дастлабки; 2-650°Сда куйдирилган**

Куйдирилган каолиннинг ИҚ-спектрида сув учун характерли частоталар ва ОН – гуруҳларининг валентлик тебранишлари йўқолади. Паст частоталар соҳасида  $\text{Si}_2\text{O}_7$  характерикига хос  $1001,06 \text{ см}^{-1}$  чўққилар пайдо бўлади ва  $775,38 \text{ см}^{-1}$  чўққилар эса тетраэдрлардан  $[\text{SiO}_4]$  ва структуравий гуруҳларнинг  $[\text{AlO}_4]$  учқисмли ҳалқалар сақланиб қолади.  $543,93 \text{ см}^{-1}$  ютилиш чизиғи Ме-О-Si боғланишга хос.

Олинган маълумотлар боғланган сув, ОН гуруҳларининг йўқотилиши ва  $\text{Si}_2\text{O}_7$  ҳосил бўлиши каолинларнинг структуравий ўзгаришларини кўрсатади.

Алюминий ажралишининг мақбул технологик параметрларини аниқлаш учун автоклав усулида нитрат кислота эритмаларига алюминий ажралиш даражасига нитрат кислота концентрацияси, меъёрлари, жараён ҳароратлари ва давомийлигини таъсири ўрганилди. Автоклавни қуритиш шкафига жойлаштириш орқали ҳарорат сақлаб турилди. Аралаштириш вақти-вақти билан ҳар 10-15 дақиқада чайқаш йўли билан амалга оширилди.

Ангрен кони куйдирилган каолин гилларидан нитрат кислота концентрацияси 30%, 110% ва 130% меъёрда алюминийни ажралиш даражасига ажратиб олиш ҳароратлари ва давомийлиги ҳамда суyoқ фазанинг кимёвий таркибига таъсирини тадқиқ қилиш натижалари 2-жадвалда келтирилган.

Жараён ҳароратининг  $90^\circ\text{C}$ дан  $180^\circ\text{C}$ гача оширилиши алюминийнинг ажралиш даражасини оширади. Жараён давомийлиги қанча кўп бўлса, ажралиш даражаси шунча юқори бўлади. Жараён давомийлиги 1 соатда алюминийни ажралиш даражаси кислота меъёри 100% бўлганда,  $90^\circ\text{C}$  ҳароратда 25,73%дан  $150^\circ\text{C}$  ҳароратда 44,02%гача ошади.

## 2-жадвал

**Алюминий бирикмаларини ажралиш даражаси ва суюқ фазалар кимёвий таркибига жараён ҳароратлари ва давомийлигининг таъсири**

№	t, °C	τ, с	Суюқ фазалар кимёвий таркиби, оғир. %					Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ажралиш даражаси, %	
			Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	Na <sub>2</sub> O		K <sub>2</sub> O
110% меъёр									
1	90	1	1,63	0,121	0,226	0,063	0,047	0,107	25,73
2	120		1,93	0,121	0,258	0,062	0,047	0,107	30,62
3	150		2,75	0,120	0,254	0,062	0,046	0,106	44,02
4	180		2,27	0,120	0,256	0,062	0,047	0,107	36,22
5	90	3	2,42	0,120	0,256	0,062	0,047	0,107	38,58
6	120		2,86	0,119	0,254	0,062	0,046	0,106	45,91
7	150		4,06	0,118	0,248	0,061	0,046	0,105	66,00
8	180		3,37	0,119	0,251	0,061	0,046	0,106	54,30
9	90	5	2,78	0,119	0,254	0,062	0,046	0,106	44,54
10	120		3,29	0,119	0,252	0,062	0,046	0,106	53,01
11	150		4,66	0,117	0,246	0,061	0,046	0,104	76,20
12	180		3,87	0,118	0,249	0,061	0,046	0,105	62,70
130% меъёр									
13	90	1	1,69	0,102	0,191	0,053	0,040	0,091	31,65
14	120		2,01	0,102	0,190	0,053	0,040	0,091	37,66
15	150		2,86	0,101	0,189	0,052	0,039	0,090	54,14
16	180		2,36	0,102	0,190	0,053	0,040	0,090	44,55
17	90	3	2,51	0,101	0,189	0,053	0,039	0,090	47,45
18	120		2,98	0,101	0,188	0,052	0,039	0,090	56,47
19	150		4,23	0,100	0,186	0,052	0,039	0,089	81,18
20	180		3,50	0,100	0,187	0,052	0,039	0,089	66,79
21	90	5	2,89	0,101	0,189	0,052	0,039	0,090	54,79
22	120		3,42	0,100	0,188	0,052	0,039	0,089	65,20
23	150		4,85	0,099	0,185	0,051	0,039	0,088	93,73
24	180		4,02	0,100	0,186	0,052	0,039	0,089	77,12

Ажратиб олиш жараёни давомийлиги 1 соатдан 5 соатгача оширилиши алюминийни ажралиш даражасини 90-150°C ҳарорат оралиғида 25,73-44,02%дан 38,58-66,00%гача ва 44,54-76,20%гача оширади.

Ҳароратнинг 180°Cгача оширилиши алюминийни ажралиш даражасини 1 соатда ажратиб олиш жараёни давомийлигида 44,02%дан 36,22%гача, 3 соатда ажратиб олиш жараёни давомийлигида 66,00%дан 54,30%гача ва 5 соатда ажратиб олиш жараёни давомийлигида 76,20%дан 62,70%гача камаяди.

Меъёрнинг 130%га оширилиши билан алюминийнинг эритмага ажралиш даражаси аналогик боғлиқликга эга ва шунингдек 145-160°C ҳароратда максимал даражага етади. Шу билан бирга, 110% меъёр кўрсаткичларидан фарқли ўлароқ ажралиш даражаси юқори ва 1 соатдан кейин 31,65-54,14%, 3 соатдан кейин 47,45-81,18% ва 5 соатдан кейин 54,79-93,73% ни ташкил этади.

Ангрен конининг 650°C да куйдирилган каолин гилларидан алюминий ажралиши учун энг мақбул ҳарорат автоклавли ажратиб олишда ҳарорат 150°C ҳисобланади. Суяқ фазанинг кимёвий таҳлиллари, эрмайдиган қолдиқни филтрлаш орқали ажратилгандан сўнг, ҳароратнинг 150°C гача оширилиши билан алюминий оксиди миқдори ошиши кузатилди. Ҳароратнинг 180°C гача оширилиши суяқ фазада алюминий оксиди миқдорининг пасайишига олиб келади.

Суяқ фазанинг бошқа таркибий қисмларининг миқдори ажратиб олиш жараёни ҳароратлари ва давомийлигидан қатъий назар, бир хил даражада сақланиб қолади. Бу шуни кўрсатадики, кальций, магний, натрий, калий бирикмалари ажратиб олишнинг дастлабки дақиқалариданоқ амалда деярли нитрат кислота эритмасига тўлиқ ўтади.

Жараён ҳарорати 150°C ва давомийлиги 5 соатда алюминийни ажралиш даражасига концентрацияси 30% бўлган нитрат кислота таъсири бўйича ўтказилган тадқиқотлар шуни кўрсатадики, нитрат кислотасининг меъёри 100%дан 130%гача оширилганда ажралиш даражаси ошади ва кейинчалик амалда деярли ўзгармайди (3-жадвал).

### 3-жадвал

#### Алюминий бирикаларини ажралиш даражасига ва суяқ фаза таркибларига нитрат кислота меъёрларининг таъсири

№	Кислота меъёри, %	Суяқ фазалар кимёвий таркиби, оғир. %						Ажралиш даражаси, %	Қ:С
		Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O		
1	100	4,12	0,130	0,242	0,067	0,050	0,115	60,83	1:3,62
2	110	4,66	0,117	0,219	0,061	0,046	0,104	76,20	1:4,27
3	120	4,98	0,107	0,200	0,055	0,042	0,095	89,00	1:4,93
4	130	4,85	0,099	0,185	0,051	0,039	0,088	93,73	1:5,46
5	140	4,52	0,092	0,172	0,048	0,036	0,082	93,74	1:5,89
6	150	4,23	0,086	0,161	0,045	0,034	0,077	93,75	1:6,33
7	160	3,98	0,081	0,152	0,042	0,032	0,072	93,76	1:6,76
8	170	3,76	0,077	0,143	0,040	0,030	0,068	93,77	1:7,20
9	180	3,56	0,073	0,135	0,038	0,028	0,065	93,78	1:7,64
10	190	3,38	0,069	0,129	0,036	0,027	0,061	93,79	1:8,07
11	200	3,21	0,066	0,122	0,034	0,026	0,058	93,79	1:8,51

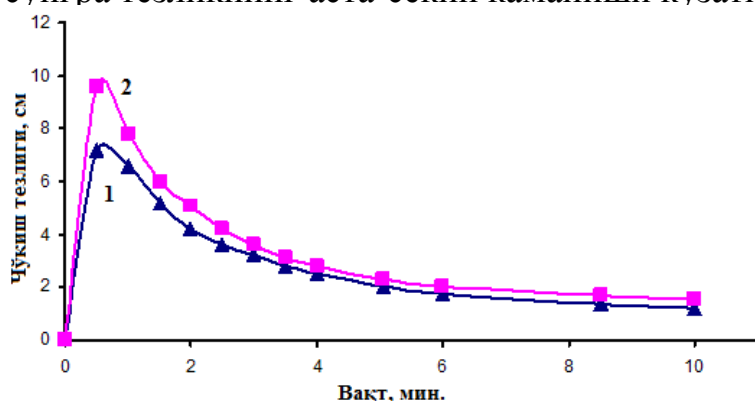
Нитрат кислота концентрацияси 30%, меъёри 130% мақбул шароит ҳисобланади, бунда алюминийнинг ажралиш даражаси 93,73%га етади. Эритмадаги бошқа таркибий қисмларнинг миқдори бир хил камаяди. Бу ажратилган таркибий қисмларнинг доимий таркибида нитрат кислота улшининг кўпайиши билан асосланади.

Бундан ташқари, куйдирилган каолиндан алюминийни ажралиш даражасига ажратиб олиш жараёни давомийлигининг таъсирини тадқиқ қилиш натижасида ажратиб олишнинг мақбул параметрлари – ҳарорат 150°C, 30%ли нитрат кислотанинг 130% меъёрини ташкил қилади. Олинган натижалар шуни кўрсатадики, ажралиш жараёни давомийлигининг 30 дақиқадан 5 соатга ошиши алюминийни ажралиш даражаси 46,79%дан 93,73% гача ошишига ёрдам беради. Ажратиб олиш жараёни давомийлигининг 6 соатгача ошиши алюминий ажралиш даражасини 93,75%

гача, яъни 0,02% га оширади. Шу сабабли, кейинги тадқиқотлар учун ажратиб олиш жараёни давомийлиги учун 5 соатни танлаб олдик. Нитрат кислота концентрациясининг алюминий ажралош даражасига таъсири тадқиқ этилди, алюминийни ажралош даражаси нитрат кислотасининг 30-35% концентрациясида максимал даражага етди.

Автоклави ажратиб олишнинг маъбул технологик параметрлари нитрат кислота концентрацияси 30%, меъёри 130%, ҳарорат 150°C, жараён давомийлиги 4-5 соатни ташкил этади. Бунда алюминийни ажралош даражаси 93,73%ни ташкил қилади.

2-расмда 20°C ва 60°C ҳароратда заррачаларнинг чўкиш тезлигининг ўзгариши ҳақидаги маълумотлар келтирилган. Чўкиш тезлигининг жараён давомийлигига боғлиқлиги бир хил боғлиқликка эга. Заррачаларнинг максимал чўкиши тиниклашишнинг биринчи дақиқаларида кузатилади, сўнгра тезликнинг аста-секин камайиши кузатилади.



**2-расм. Чўкиш тезлигига тиниклашиш жараёни давомийлигининг таъсири**

Ҳароратнинг 20°Cдан 60°Cгача оширилиши билан чўкиш тезлиги ошади, бу эритмалар зичлиги ва ёпишқоқлигининг камайиши билан изоҳланади.

20°Cдан 60°Cгача ҳарорат оралиғида каолиннинг нитрат кислотали парчаланишидан кейинги эритмаларнинг филтрланиш тезлигига

ҳароратнинг таъсири ўрганилди. 4-жадвалда кислота меъёри 130%да олинган эритмаларнинг филтрланиш тезлигига ҳароратларнинг таъсири тўғрисидаги маълумотлар келтирилган.

**4-жадвал**

**Каолинни нитрат кислотали парчалошдан кейинги суспензияни филтрланиш тезлигига ҳароратларнинг таъсири**

№	Ҳарорат, °C	Филтрланиш тезлиги, кг/м <sup>2</sup> ·с		
		бўтқа бўйича	каттиқ фаза бўйича	филтрат бўйича
1	25	357,79	78,21	279,58
2	40	495,11	108,23	386,88
3	50	578,25	126,41	451,84
4	60	650,06	142,10	507,96
5	70	705,15	154,15	551,00
6	80	743,65	162,56	581,09

Жадвалдан кўриниб турибдики, ҳароратнинг 25°Cдан 80°Cгача ошиши билан филтрланиш тезлиги бўтқа бўйича 357,79 кг/м<sup>2</sup>·с дан 743,65 кг/м<sup>2</sup>·с гача ошади. Аналогик равишда филтрат ва каттиқ фаза учун филтрланиш тезлиги ошади. Филтрланиш ҳароратини ошириш филтрланиш тезлигини 2 мартадан кўпроқ оширади.

Алюминийни нитрат кислота билан ажратишнинг мақбул шароитларида эримайдиган чўкма 97,02% кремний оксидини ташкил этади. Алюминий оксидининг миқдори 1,57%, темир оксиди 0,12% ни ташкил этади, бу кимёвий, рентгенографик ва ИҚ-спектроскопик таҳлил усуллари билан тасдиқланди. Чўкма қурилиш материаллар саноатида фойдаланиш учун хомашё ҳисобланади.

110% меъёрда мақбул технологик параметрларда ажратиб олинган нитрат кислотали экстракт таркибида 4,66% алюминий оксиди ва 0,12% темир оксиди тутган эритмани суюқ коагулянт сифатида ишлатиш мумкин. Кейинчалик намлик даражаси 42-43% бўлган эритма ҳолатигача буғлатилганда ва совутилган юзада кристалланиш жараёнида таркибида 12,8%  $Al_2O_3$  ёки  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  га ҳисобланганда 93,9% ни ўз ичига олган алюминий нитрат кристаллари олинади. Каолиндан алюминийни ажралиш даражаси 76,20%ни ташкил қилади.

Ангрен кони каолинларини алюминий нитратга қайта ишлашнинг принципал технологик схемаси ишлаб чиқилган, алюминий нитрат ишлаб чиқаришнинг моддиқ оқим схемалари, моддий ҳисоблари тузилган. Алюминий нитрат олиш технологиясига каолинли гилларни куйдириш, нитрат кислотада алюминийни ажратиб олиш, бўтқалаштириш, суюқ ва қаттиқ фазаларни ажратиш, буғлатиш ва кристалланиш киради. Технология алюминий нитрат намуналарини олиш билан «Аmmofos-Махам» АЖдаги КТИТЛда синовдан ўтказилди.

Техник-иктисодий ҳисоблар Ангрен кони каолинли гилларидан алюминий нитрат ишлаб чиқариш мақсадга мувофиқлигини кўрсатди. 1000 т алюминий нитрат ишлаб чиқарилганда, тежамкорлик импортга нисбатан 2,197 млрд сўмни ташкил этади.

**«Каолиндан эритиб ажратиб олинган нитрат кислотали эритмаларидан алюминий оксид олиш жараёнини тадқиқ этиш»** деб номланган тўртинчи боби Ангрен кони каолин гилларини ажратиб олинган нитрат кислотали экстрактини нейтраллаш, алюминий гидроксидини ажратиш, темирдан тозалаш, ажратиб олишдаги айланма эритмаларни суюқ ўғитларга қайта ишлашга бағишланган.

Мақбул технологик параметрларда (120-130% меъёр) олинган ва таркибида 4,85%  $Al_2O_3$  ва 0,099%  $Fe_2O_3$  бўлган тиндириб ажратиб олинган эритмаларини нейтраллашда эритмалар газсимон аммиак билан қуюқлашади, шу сабабли нейтраллашдан олдин ажратиб олинган эритма:сув = 1:1 нисбатда сув қўшилган. Ажратиб олинган эритмаларини сув билан суюлтирилгандан сўнг ва рН 1,95-6,0 гача аммонизация қилинганидан кейинги тузли таркиби 5-жадвалда келтирилган.

рН 3,9 гача аммонизация қилинганида суюқлик фазасида алюминий нитрат мавжуд. 4,5 дан юқори рН қийматида суюқлик фазасида алюминий нитрат бўлмайди ва барча алюминий қаттиқ фазада гидроксид шаклида бўлади.

рНнинг ошиши билан эритманинг барча таркибий қисмлари камаяди, аммоний нитратнинг миқдори эса ошади. 4,5 дан юқори рНда суюқлик фазаси асосан аммоний нитрат эканлиги келтирилган.

## Суюқ фазалар тузли таркибига аммонизация даражасининг таъсири

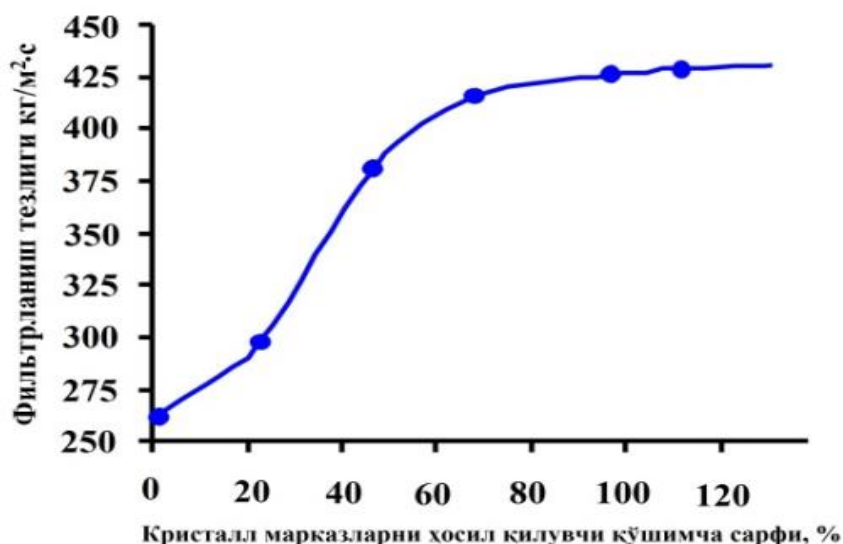
pH	Суюқ фазалар тузли таркиби, оғир. %								
	Al(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	NaNO <sub>3</sub>	KNO <sub>3</sub>	NH <sub>4</sub> NO <sub>3</sub>	NH <sub>3</sub>	HNO <sub>3</sub>
	Суюлтирилгандан кейин								
	11,11	0,16	0,30	0,104	0,12	0,06	–	–	5,064
	Аммонизациядан кейин								
1,95	10,82	0,156	0,292	0,101	0,058	0,100	3,02	-	2,68
2,49	10,62	0,153	0,287	0,099	0,057	0,098	4,73	-	1,34
3,46	10,28	0,148	0,278	0,096	0,056	0,095	8,77	1,71	-
3,78	9,98	0,144	0,27	0,093	0,054	0,093	11,93	2,39	-
	Аммонизация ва қаттиқ фазалар ажратилгандан кейин								
3,9	0,805	–	0,274	0,095	0,055	0,094	16,09	-	-
4,5	–	–	0,272	0,094	0,054	0,093	16,93	-	-
5,0	–	–	0,271	0,094	0,054	0,093	16,94	-	-
5,5	–	–	0,271	0,094	0,054	0,093	16,96	-	-
6,0	–	–	0,271	0,094	0,054	0,093	16,96	-	-

Алюминий гидроксидни бўтқа бўйича филтрланиш тезлиги жуда паст 20-25°C ҳароратда 161,38-179,86 кг/м<sup>2</sup>·с. Ҳароратнинг 20°C дан 90°C гача оширилиши бўтқадаги алюминий гидроксидини филтрланиш тезлигини 161,38 кг/м<sup>2</sup>·с дан 254,76 кг/м<sup>2</sup>·с гача оширади. Шунга кўра, қаттиқ фаза бўйича филтрланиш тезлиги 38,80 кг/м<sup>2</sup>·с дан 59,59 кг/м<sup>2</sup>·с гача, филтрат бўйича эса 122,80 кг/м<sup>2</sup>·с дан 195,17 кг/м<sup>2</sup>·с гача оширади.

Алюминий гидроксиднинг филтрлаш тезлигини ошириш учун нитрат кислотали экстрактини газсимон аммиак билан икки босқичли аммонизациялаб алюминий гидроксидини чўктириш бўйича тадқиқотлар ўтказилди. Биринчи босқичда эритма pH 2,5-3,0 гача асосий тузлар ҳосил бўлгунча қисман нейтралланади. Аммиак миқдори алюминий ва темир нитратлари шаклида боғланган, барча эркин кислотани ва 2/3 нитрат кислотасини нейтраллашга ҳисобланган. Иккинчи босқичда, қисман нейтраллаб, 80-100°C ҳароратда таркибидаги алюминий оксиди 12-15% гача буғлатилганда, pH = 7,0 гача 10%ли эркин аммиак билан аммоний нитрат совуқ эритмасида эритилади. Кейин бўтқа 90°C гача секин аралаштириб иситилади ва филтрланади. Чўкиндиларни олиб ташлашда бўтқа бўйича филтрланиши 300-400 кг/м<sup>2</sup>·с ни ташкил қилади, алюминий гидроксидини намлиги 30-40% гача камаяди.

Ўрнатилган қонуниятга кўра янги чўккан алюминий гидроксид заррачаларининг кристалл марказларини ҳосил қилувчи қўшимчалар иштирокида филтрланиши юқори бўлган чўкма ҳосил бўлишига ижобий таъсир қилиши аниқланган. Шу муносабат билан кристалл марказларини ҳосил қилувчи қўшимчалар ёрдамида бир қатор тажрибалар ўтказилди. Кристалл марказларини ҳосил қилувчи қўшимчалар сифатида аввалги тажрибадаги алюминий гидроксиднинг ювилмаган чўкмаси ишлатилган. Кристалл марказларини ҳосил қилувчи қўшимчалар сарфи кристалл марказ ҳосил қилувчидаги Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>нинг нитрат кислота эритмасидаги Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>га нисбатан аниқланди (3-расм). Кристалл марказларини ҳосил қилувчилар сарфининг 0 дан 100%гача оширилиши билан филтрланиш тезлиги 1,7 баравар кўпаяди.





**3-расм. Алюминий гидроксид қолдиқларининг бўтқаси бўйича  
фильтрланишига кристалл ҳосил қилувчи қўшимчаларнинг таъсири**

Кристалл маркасларини ҳосил қилувчи қўшимчалар миқдорини янада кўпайтириш мақсадга мувофиқ эмас, чунки фильтрланиш тезлиги қисман ўзгаради, моддий оқимлари эса қисман ошади. Кристалл маркасларини ҳосил қилувчи қўшимчалар мақбул сарфини 80-100% деб ҳисоблаб олиш керак, фильтрланиш тезлиги бўтқа бўйича 400-425 кг/м<sup>2</sup>·соатни ташкил қилади.

Шу билан бирга, ҳосил бўлган айланма эритмаларни таркибида 15-17% азот тутган суюқ азотли ўғитларга қайта ишланади.

6-жадвалда ювиб олинган қолдиқнинг таркиби кўрсатилган. Курук моддаларга ҳисобланганда алюминий гидроксиднинг миқдори 97,88-98,07%, темир гидроксидининг миқдори 1,70-1,86% ни ташкил қилади. Бу чўкма алюминий ва темир гидроксидларидан ташкил топганлигини кўрсатади.

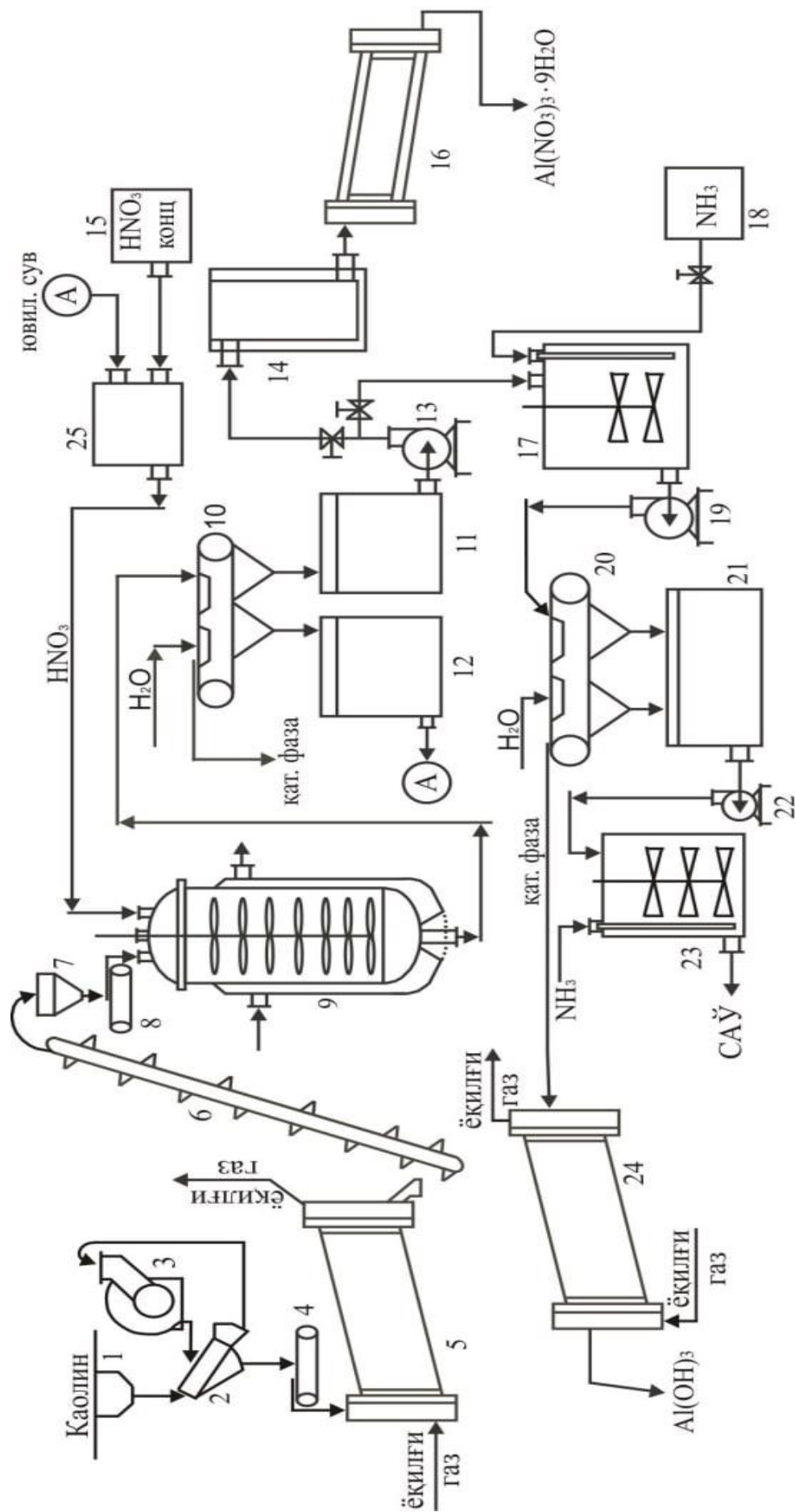
**6-жадвал**

**Турли рН кўрсаткичида ажратиб олинган қаттиқ фаза кимёвий таркиби**

рН	Ювилгандан кейинги алюминий гидроксиднинг таркиби, оғир. %	
	Al(OH) <sub>3</sub>	Fe(OH) <sub>3</sub>
3,9	97,88	1,86
4,5	98,07	1,72
4,7	98,06	1,71
5,0	98,06	1,71
5,5	98,03	1,70
5,7	98,01	1,70
6,0	98,00	1,70

Куйдирилган каолинни нитрат кислота билан ажратиб олиш бўйича лаборатория ва тажриба синовлар Ангрен кони каолинларини алюминий гидроксиди ва сўнгра алюминий оксидига қайта ишлашнинг принципиал технологик схемаси, моддий оқим схемаси ва моддий ҳисобини ишлаб чиқишга имкон берди.

Ангрен кони каолин гилларини нитрат кислотали парчалаб алюминий нитрат, гидроксид ва суюқ азотли ўғитлар олишнинг принципиал комплекс технологик схемаси 4-расмда келтирилган.



**4-расм. Ангрен кони каолинини алюминий нитрат, оксиди ва суюқ азотли ўғитларга комплекс қайта ишлашнинг принципитал технологик схемаси:** 1, 7 – бункерлар; 2 – элак; 3 – майдалагич; 4, 8 – меъёралагичлар; 5 – куйдирувчи барабан; 6 – элеватор; 9 – реактор (автоклавлар); 10, 20 – фильтрлар; 11, 12, 18, 21, 25 – сийимли идиш; 13, 19, 22 – насослар; 14 – бугʻлатиш қурилмаси; 16 – кристаллизатор; 17, 23 – реактор-аммонизатор; 24 – қурийтиш барабани

Каолин қабул қилувчи бункердан (1-поз.) элакларга (2-поз.) киради ва меъёрлагич (4-поз.) орқали куйдириш печига (5-поз.) куйилади. Каолиннинг йирик қисми майдалагичга (3-поз.) берилади ва элакларга (2-поз.) қайтарилади. Куйдирилган каолин элеватор (6-поз.) билан қабул қилувчи бункерга (7-поз.) ва меъёрлагич (8-поз.) орқали реакторга (9-поз.) берилади, у ерда бир вақтнинг ўзида нитрат кислотаси берилади. Парчаланиш маҳсулотлари филтрга (10-поз.) берилади. Қаттиқ фаза – шлак йўқотилади, алюминий ва темирнинг нитрат кислотали эритмалари аммонизатор (17-поз.) ва сўнгра филтрга (20-поз.) боради. Қаттиқ фаза сув билан ювилади ва қуритиш барабанига (24-поз.) берилади.

Сифимли идишдан (11-поз.) алюминий нитратнинг суёқ фазаси олинади, насосларда (13-поз.) буғлатиш қурилмасига (14-поз.), сўнгра барабанли кристаллизаторга (16-поз.) берилади ва алюминий нитрат кристалл ҳолатда ажратиб олинади.

Ангрен кони каолинидан алюминий гидроксид олишнинг моддий оқими схемаси ва моддий ҳисоби тузилди. 1 т алюминий гидроксидини олиш учун 650-700°C ҳароратда куйдирилган 3,092 т каолин ва 5,946 т сув иштирокида суёлтириш учун 6,607 т 57%ли нитрат кислота, олинган масса 0,868 т сув билан суёлтирилади, қаттиқ фаза – қум ажратилади, филтрат 0,458 т газсимон аммиак билан аммонизацияланади, алюминий гидроксид қолдиғи ажратилади, 7,480 т сув билан ювилади, қуритилади, куйдирилади ва 1 т алюминий оксиди олинади. Қум 1,750 т сув билан ювилади. Ювилган сув каолинни парчалош босқичига ва бўтқани филтрлашдан олдин суёлтириш учун етказилади.

Техник-иқтисодий ҳисоблар Ангрен кони каолинли гилларини алюминий гидроксиди ва суёқ азотли ўғитларга қайта ишлашнинг юқори самарадорлигини кўрсатади. 1000 т алюминий гидроксиди ишлаб чиқарилганда, тежамкорлик импортга нисбатан 4,195 млрд. сўмни ташкил этади.

## ХУЛОСА

1. Ангрен кони каолинини нитрат кислотаси иштирокида ажратиб олиш жараёнини ўрганиш натижасида каолин гилларини 650-700°Cда дастлаб куйдирилиб, кейин нитрат кислотада ажратиб олинганда алюминийни ажралиш даражаси ошишига олиб келади. Алюминийнинг ажралиш даражасини ошишига куйдириш пайтида каолинитнинг фазавий таркибидаги ўзгаришлар сабаб бўлади, бу қийин эрийдиган минералларни дегидратацияси натижасида кислотада эрийдиган шаклларга ўтказиш тавсия этилди.

2. Термогравиметрия, рентгенография ва сканерловчи электрон микроскопия усулларини ўрганиш куйдириш пайтида каолинли гилларнинг структуравий ўзгаришини кўрсатади. Дегидратация икки босқичда 550°C, 650°C ва 955°C ҳароратда каолинит, метакаолинит ва муллит ҳосил бўлиши билан содир бўлади. 650-700°C ҳароратда термик ишлов беришда рентгенограммада дастлабки каолинни характерловчи чўққилар йўқолади ва

метакаолинит -  $Al_2SiO_7$  характерига хос чўққилар пайдо бўлиши кўрсатиб берилди.

3. Каолин гилларини куйдириш ҳароратлари алюминийнинг кислотада эрийдиган шакллари таркибига таъсирини тадқиқ қилиш шуни кўрсатдики, куйдириш ҳарорати 400 дан 800°Cгача оширилиши билан кислотада эрийдиган шаклларнинг миқдори ҳам ошади. 2 соат давомида 650-700°C ҳароратда куйдирилганда, алюминий бирикмаларининг ажралиш даражаси максимал қиймати 93-95% бўлиши тавсия этилди.

4. Ангрен конининг 650°C ҳароратда куйдирилган каолин гилларидан алюминийни ажратиб олишга технологик омилларнинг таъсири – нитрат кислота концентрацияси ва меъёрлари, жараён ҳароратлари ва давомийлиги ўрганилди. Жараённинг мақбул технологик параметрлари аниқланди, шунда нитрат кислотасининг концентрацияси 30-40%, стехиметрик меъёри 120-130%, жараён ҳарорати 140-150°C ва давомийлиги 4-5 соатда алюминийнинг бирикмаларининг эритмага ўтиш даражаси 94%гача бўлиши кўрсатиб берилди.

5. Алюминий ва темирнинг нитрат кислотали эритмаларини газсимон ёки сувли аммиак билан рН қиймати ўзгариши 1,95 дан 6,0 гача ораликда нейтраллаш жараёнлари тадқиқ этилди. Ўтказилган тадқиқотлар Ангрен кони куйдирилган каолин гилларидан алюминий гидроксид олиш мумкинлигини кўрсатди. Бунинг учун алюминийни ажратиб олинган нитрат кислотали эритмаларини камида рН 4,5 гача аммонизациялаш талаб этилади, чўкма ажратилади ва сувда ювилади. Бунда таркибида  $Al(OH)_3$  98,00% дан кам бўлмаган ва  $Fe(OH)_3$  1,70% дан кўп бўлмаган маҳсулот олиниш мумкинлиги тавсия этилди.

6. Ангрен кони каолин гилларини алюминий нитрат, гидроксид ва суюқ азотли ўғитлар олиш билан қайта ишлашнинг технологик схемаси, моддий оқим схемалари ва ишлаб чиқаришнинг моддий ҳисоблари ишлаб чиқилди.

7. «Аmmofos-Махам» АЖнинг «Кимёвий технология илмий-тадқиқот лабораторияси» да ишлаб чиқариш шароитларини такрорлайдиган модел ускунасида алюминийли хомашёларни комплекс қайта ишлаш ишлаб алюминий нитрати ва гидроксиди ҳамда суюқ азотли ўғитлар олиш технологиялари тажриба синовдан ўтказилди. Жараёнларнинг мақбул технологик параметрлари ўрнатилди, алюминий нитрат, гидроксид ва суюқ азотли ўғитларнинг тажриба намуналари олинди ва ишлаб чиқаришга тавсия этилди.

8. Тажриба ускунасининг вақтинчалик технологик регламенти тайёрланди. Дастлабки техник-иқтисодий ҳисоблар каолин гилларини алюминий нитрат, гидроксид ва суюқ азотли ўғитларга комплекс қайта ишлашнинг юқори самарадорлигини кўрсатди. 1000 т алюминий нитрат ва алюминий гидроксиди ишлаб чиқарилганда импорт қилинаётган ушбу маҳсулотларга нисбатан, иқтисодий самарадорлик мос равишда 2,197 млрд. сўмни ва 4,195 млрд. сўмни ташкил этиши кўрсатиб берилди.

**НАУЧНЫЙ СОВЕТ PhD.03/30.12.2019.Т.20.03 ПО  
ПРИСУЖДЕНИЮ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ ПРИ КАРАКАЛПАКСКОМ  
ГОСУДАРСТВЕННОМ УНИВЕРСИТЕТЕ**

---

**ТАШКЕНТСКИЙ ХИМИКО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ**

**КЕНЖАЕВ МИРЖАЛОЛ ЭРКИНЖАНОВИЧ**

**РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ  
ИЗ АНГРЕНСКОГО КАОЛИНА ПУТЕМ РАЗЛОЖЕНИЯ АЗОТНОЙ  
КИСЛОТОЙ**

**02.00.13 – Технология неорганических веществ и материалов на их основе**

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

**Нукус – 2020 год**

**Тема диссертации доктора философии (PhD) зарегистрирована под номером В2018.4.PhD/T862 Высшей аттестационной комиссии при Кабинете Министров Республики Узбекистан.**

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](http://www.ionx.uz) и Информационно-образовательном портале «Ziyonet» по адресу [www.ziyonet.uz](http://www.ziyonet.uz).

**Научный руководитель:**

**Мирзакулов Холтура Чориевич**  
доктор технических наук, профессор

**Официальные оппоненты:**

**Сейтназаров Атаназар Рейпназарович**  
доктор технических наук, старший научный сотрудник

**Джуманиязова Дилноза Максудона**  
доктор философии (PhD) по техническим наукам

**Ведущая организация:**

**Наманганский инженерно-технологический институт**

Защита состоится «05» января 2021 г. в «15<sup>00</sup>» часов на заседании Научного совета PhD.03/30.12.2019.T.20.03 при Каракалпакском государственном университете по адресу: 230112, г. Нукус, ул. Ч. Абдилова, дом 1. Тел.: (+99861) 223-60-47; факс: (+99861) 223-60-78; e-mail: [karsu\\_info@edu.uz](mailto:karsu_info@edu.uz)

С диссертации можно ознакомиться в Информационно-ресурсном центре Каракалпакского государственного университета (зарегистрировано за №21). Адрес: 230112, г. Нукус, ул. Ч.Абдилова, дом 1. Тел.: (+99861) 223-60-78.

Автореферат диссертации разослан «22» декабря 2020 года.  
(протокол рассылки № 3 от 22 декабря 2020 г).



**А.М. Реймов**

Председатель научного совета  
по присуждению ученой степени,  
д.т.н., профессор

**Р.К. Курбаниязов**

Ученый секретарь научного совета  
по присуждению ученой степени,  
к.т.н., доцент

**Ш.Н. Туремуратов**

Председатель Научного семинара  
при научном совете по присуждению  
ученой степени, д.х.н

## **ВВЕДЕНИЕ (аннотация докторской (PhD) диссертации).**

**Актуальность и востребованность темы диссертации.** В настоящее время с сокращением богатых алюминийсодержащих источников сырья алюминиевая промышленность во всем мире с каждым годом ощущает большую потребность в высококачественном бокситном сырье. В тоже время, мировые запасы низкокачественного алюминиевого сырья - высококремнистых бокситов, каолиновых глин, алунитовых пород, нефелинов и других руд очень велики. В республике отсутствует производство глинозема, но имеются сырьевые источники с низким содержанием алюминия в виде каолиновых глин, алунитовых пород, некондиционных бокситов, золы каменных углей. Однако, эффективная технология их переработки отсутствует. В условиях острейшего дефицита алюминия получения соединений алюминия путем переработки алюминийсодержащего сырья в настоящее время является основой научных исследований.

В мировом масштабе необходимо обосновать следующие научные решения в области разработки технологии переработки высококремнистого алюминийсодержащего сырья: исследование процессов щелочного и кислотного методов переработки низкокачественного, высококремнистого алюминиевого сырья, включающих стадии предварительной термообработки, выщелачивания сырья, обезжелезования кислотных растворов алюминия и переработки очищенных растворов на глинозем, переработки или утилизации маточных растворов, разработать эффективные технологии получения глинозема из высококремнистого алюминийсодержащего сырья.

На сегодняшний день в республике, благодаря осуществлению крупных мероприятий, достигнуты высокие результаты в разработке и освоении новых месторождений минерального рудного сырья. 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 ...»<sup>2</sup>. В связи с этим, разработка комплексной технологии азотнокислотной переработки каолиновых глин Ангренского месторождения на глинозем, а маточных растворов на различные виды жидких азотных удобрений приобретают очень важное значение для экономики республики.

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», Постановлений Президента Республики Узбекистан № ПП-3236 от 23 августа 2017 года «О программе развития химической промышленности на 2017-

---

<sup>2</sup> Указами Президента Республики Узбекистан № УП-4947 от 7 февраля 2017 года «Стратегия действий по пяти приоритетным направлениям Республики Узбекистан в 2017-2021 годах».

2021 годы», № ПП-3983 от 25 октября 2018 года «О мерах по усиленному развитию химической промышленности в Республике Узбекистан», № ПП-4265 от 03 апреля 2019 года «О мерах по дальнейшему реформированию и повышению инвестиционной привлекательности химической промышленности», а также в других нормативно-правовых документах, принятых в данной сфере.

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

**Степень изученности проблемы.** Следующие ученые проводят исследования по всему миру для получения соединений алюминия на основе алюминсодержащих сырья, в том числе Лайнер Ю.А., Запольский А.К., Сажин В.С., Вайтнер В.В., Исматов Х.В., Богачева Л.Н., Каримов Р.З., Мирсаидов У.М., Гафуров К., Шамсидинов И.Т., Мамажанов З.Н. и другие провели научные исследования.

Работы направлены, в основном, на извлечение алюминия в раствор минеральными кислотами или щелочным способом. Совершенно отсутствуют сведения по получению глинозема в опытных или промышленных условиях, влиянию состава сырья на технологические показатели производства, переработке маточных растворов, после отделения алюминиевых соединений.

Разработанные технологические решения переработки высококремниевое алюминиевое сырьё кислотными методами находятся на уровне лабораторных исследований и только в 2016 году запущено первое производство глинозема из золы ТЭЦ солянокислотным способом в Китае. Кислотные методы имеют существенные преимущества перед щелочными способами, которые позволяют уже в начале производственного цикла относительно просто отделить кремнезем от глинозема и исключить использование известняка и соды. Несмотря на перечисленные преимущества кислотный способ имеет свои недостатки: сложность глубокой очистки растворов от железа и других примесей, сложность регенерации кислоты, необходимость использования кислотостойкой аппаратуры.

Перспективным в этом отношении направлением для получения глиноземе металлургических марок является азотнокислотный способ. Эффективность метода в основном определяется научными работами по вопросам вскрытия сырья, очистки растворов выщелачивания от примесей и соответствия глинозема требуемым физическим свойствам.

**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 и прикладного проекта БА-12-002 «Разработка технологии получения глинозема азотнокислотной переработкой алюминийсодержащего сырья» (2017-2018 гг.).



**Целью исследования** является разработка комплексной, гибкой технологии азотнокислотной переработки высококремнистых каолиновых глин Ангрэнского месторождения на нитрат алюминия, глинозем и жидкие азотные удобрения.

**Задачи исследования:**

исследование влияния процесса термической прокалки каолиновых глин Ангрэнского месторождения на растворимость минералов алюминия в растворах азотной кислоты;

изучение влияния технологических параметров на степень выщелачивания алюминия и установление оптимальных технологических условий;

исследование процесса нейтрализации азотнокислотной вытяжки выщелачивания каолиновых глин на поведение соединений алюминия и железа;

установление составов маточных растворов, после отделения гидроксида алюминия и условий их переработки на жидкие азотные удобрения;

разработка комплексной, гибкой технологической схемы азотнокислотной переработки каолиновых глин Ангрэнского месторождения на нитрат алюминия, глинозем и жидкие азотные удобрения, составление схемы материальных потоков и материального баланса, апробация разработанной технологии, разработание предварительных технико-экономических расчетов.

**Объектами исследования** являются каолиновые глины Ангрэнского месторождения, азотная кислота, газообразный аммиак, нитрат алюминия, гидроксиды алюминия и железа, глинозем.

**Предметом исследования** являются разработка технологии кислотной переработки высококремнистого алюминийсодержащего сырья на нитрат алюминия, глинозем и жидкие азотные удобрения.

**Методы исследования.** В диссертационной работе использованы химический, рентгенографический, ИК-спектроскопический, термогравиметрический, электронно-микроскопический методы физико-химического анализа.

**Научная новизна диссертационного исследования** заключается в следующем:

выявлены закономерности влияния процесса прокалки каолиновых глин Ангрэнского месторождения на структурные изменения каолинов, приводящие к образованию кислоторастворимых минеральных соединений алюминия, которые способствуют повышению степени извлечения алюминия в раствор;

исследовано влияние технологических параметров на степень выщелачивания алюминия в растворы азотной кислоты, определены оптимальные условия, при которых достигается максимальная степень извлечения алюминия;

выявлено влияние степени аммонизации азотнокислотных растворов выщелачивания каолинов газообразным аммиаком, установлены условия, при которых степень осаждения алюминия максимальна, а железа минимальна, определены оптимальные нормы технологического режима получения гидроксида алюминия;

разработана технология переработки каолиновых глин Ангреновского месторождения с получением нитрата, гидроксида алюминия, жидких азотных удобрений.

**Практические результаты исследования** заключаются в следующем:  
разработаны методы производства и получения оксида алюминия из каолиновых глин Ангреновского месторождения;

разработана научно-обоснованная гибкая технология получения оксида алюминия, жидкого азотного удобрения из каолиновых глин Ангреновского месторождения;

на АО «Аmmofos-Махам» проведены испытания разработанной технологии получения глинозема для алюминиевой промышленности из каолиновых глин Ангреновского месторождения;

разработаны технологические схемы, материальные балансы, предварительные технико-экономические расчеты целесообразности производства глинозема из каолиновых глин Ангреновского месторождения и переработки маточных растворов на жидкие удобрения.

**Достоверность результатов исследования.** Результаты химических и физико-химических исследований подтверждены при проведении испытаний разработанных технологий на модельной установке.

**Научная и практическая значимость результатов исследования.**

Научная значимость результатов исследования заключается в том, что они заложили научные основы производства важных для экономики страны химических продуктов – нитрата алюминия, оксида алюминия и жидких удобрений из каолиновых глин Ангреновского месторождения, это объясняется обобщением результатов физико-химических и технологических научных исследований полученных продуктов и улучшением их свойств.

Практическая значимость результатов исследования заключается в разработке технологии переработки каолиновых глин Ангреновского месторождения на нитрат алюминия, оксид алюминия, жидких азотных удобрений, определении эффективности их синтеза, разработке на их основе технологии получения отечественных продуктов, а также определяется производством полученных продуктов на действующих предприятиях внедрением разработанных технологий.

**Внедрение результатов исследования.** На основе полученных научных данных по разработке технологии переработки каолиновых глин Ангреновского месторождения на нитрат алюминия, глинозем, жидкие азотные удобрения:

технология получения нитрата алюминия и жидких азотных удобрений путем переработки азотной кислотой каолиновых глин Ангреновского месторождения включена в «Перечень перспективных разработок для реализации в 2020-2025 годах» АО «O'zkiyosanoat» (Справка АО «O'zkiyosanoat» от 15 декабря 2020 года № 14-4922). В результате создана возможность получения нитрат алюминия и жидких азотных удобрений из алюминийсодержащего каолина азотнокислой вытяжки;

технология получения гидроксида и оксида алюминия путем переработки каолиновых глин Ангреновского месторождения включена в «Перечень перспективных разработок для реализации в 2020-2025 годах» АО «O'zkiyosanoat» (Справка АО «O'zkiyosanoat» от 15 декабря 2020 года № 14-4922). В результате создана возможность получения гидроксида и оксида

алюминия из прокаленных каолинов Ангренского месторождения в качестве сырья и готовой продукции.

**Апробация результатов исследования.** Результаты данного исследования были доложены и обсуждены на 3 международных и 2 республиканских научно-практических конференциях.

**Опубликованность результатов исследования.** По теме диссертации опубликовано 21 научных работ. Из них 5 научные статьи, в том числе 3 в зарубежных и 2 в республиканских журналах рекомендованных Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан для публикации основных научных результатов докторских диссертаций.

**Структура и объем диссертации.** Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, заключения, списка использованной литературы и приложения. 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, изложены научная новизна и практическая значимость полученных результатов, приводятся сведения по опубликованным работам и структуре диссертации.

В первой главе диссертации **«Современные методы переработки алюминийсодержащего сырья»** приводится характеристика алюминийсодержащего сырья Узбекистана, изложено современное состояние и перспективы использования сырьевых ресурсов с низким содержанием алюминия. Рассмотрены научные труды и патентные материалы, посвященные способам переработки алюминийсодержащих источников сырья. На основе анализа литературного материала сформулированы цель и задачи исследования.

Вторая глава **«Объекты и методы исследования при переработке каолинов Ангренского месторождения азотной кислотой»** посвящена характеристике использованных в работе исходных сырьевых источников, методам проведения исследований, методикам химических анализов и физико-химических исследований.

Третья глава диссертации **«Исследование процесса получения растворов нитрата алюминия из каолинов Ангренского месторождения»** посвящена изучению химических, минералогических и структурно-механических свойств каолиновых глин Ангренского месторождения, влиянию термической прокалки на свойства каолинов, установлению оптимальных технологических параметров извлечения алюминия и железе из каолиновых глин.

Для исследований отобрали образцы каолиновых глин Ангренского месторождения, содержащие (масс. %):  $\text{SiO}_2$  - 54,30;  $\text{Al}_2\text{O}_3$  - 23,50;  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  - 0,47;  $\text{K}_2\text{O}$  - 0,38;  $\text{CaO}$  - 0,30. Сканирующего электронного микроскопический анализ показал присутствие в каолиновых глинах соединений натрия, калия,

кальция, магния, железа и др. элементов, содержание которых составляет десятые и сотые доли процента.

Ввиду того, что на процессы извлечения оксида алюминия существенное влияние оказывает обжиг, исследования начали с изучения влияния процесса термообработки на изменение химического состава каолиновых глин.

Исследования проводили в муфельной печи в интервале температур 400-800°C в течение 2 часа. Полученные результаты приведены в таблице 1.

**Таблица 1**

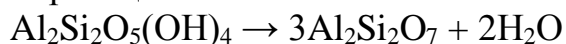
**Влияние температуры обжига на химический состав каолина**

№	t, °C	Потеря веса, %	Содержание компонентов, масс %						
			SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO
1	400	1,000	54,85	23,74	0,475	0,082	0,384	0,303	0,169
2	500	1,000	54,85	23,74	0,475	0,082	0,384	0,303	0,169
3	600	5,675	57,57	24,91	0,498	0,086	0,403	0,318	0,177
4	650	5,999	57,77	25,00	0,500	0,086	0,404	0,319	0,178
5	700	6,008	57,77	25,00	0,500	0,086	0,404	0,319	0,178
6	750	6,216	57,90	25,06	0,501	0,086	0,405	0,320	0,178
5	800	6,600	58,14	25,16	0,503	0,087	0,407	0,321	0,179

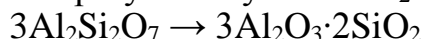
Из данных таблицы видно, что температуре прокаливания 400-500°C практически не влияет на изменение содержания компонентов каолиновых глин Ангреновского месторождения. Начиная с 600°C увеличивается содержание основных компонентов каолиновых глин. Наиболее стабильный химический состав основных компонентов наблюдается при температуре обжига 600-700°C. Дальнейшее повышение температуры до 800°C приводит к некоторому повышению SiO<sub>2</sub> до 58,14% и Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> до 25,16%. Содержания остальных компонентов практически сохраняется на прежнем уровне.

Для выяснения температурных изменений протекающих при прокаливании каолиновых глин была снята дериватограмма исходного каолина в условиях линейного нагрева до 1200°C в атмосфере воздуха. На термограмме наблюдаются эндотермический эффект с интенсивным минимумом при 550°C и экзотермический эффект с максимумом при 955°C. При этих температурах происходит значительная потеря массы, соответствующая удалению химически связанной воды, входящей в состав каолинита.

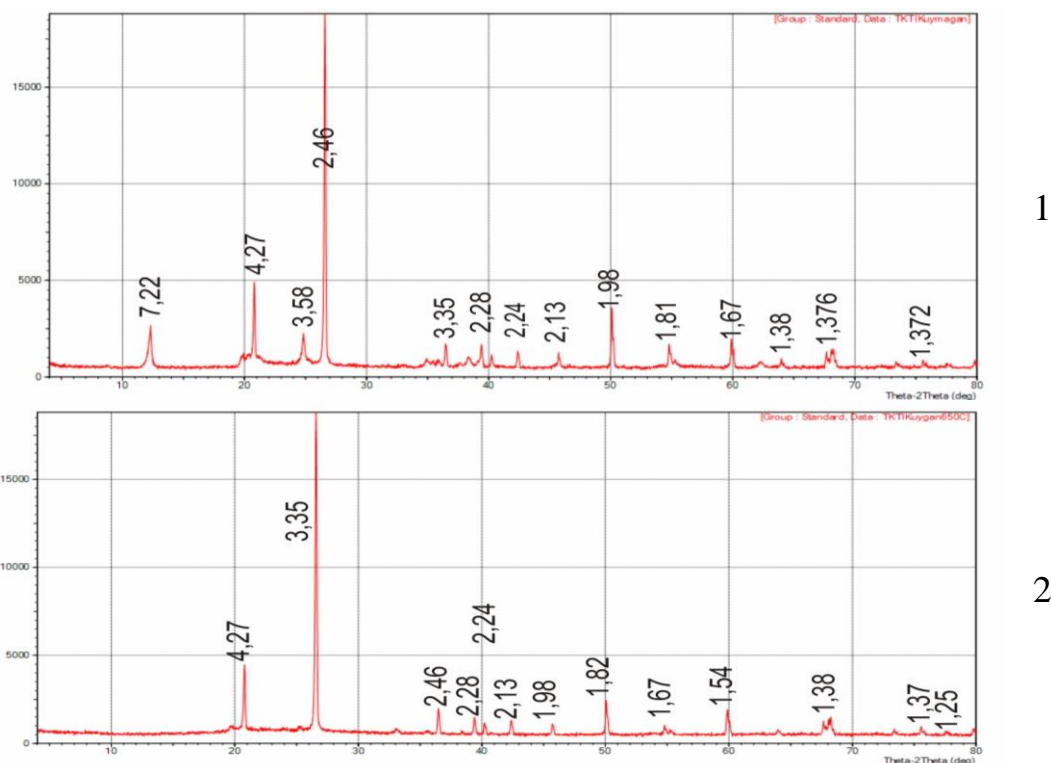
На рисунке 1 представлены рентгенограммы исходного и прокаленного при 650°C каолина. Анализ рентгенограмм показал, что при прокаливании исходного каолина на рентгенограмме исчезают пики 7,22, 2,46 Å, характерные для каолинита и появляется пик при 3,35 Å, соответствующий Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>7</sub>. Отсюда следует, что при прокаливании из каолинита выделяется конституционная вода и происходит изменение кристаллической структуры с переходом трудноскрываемого каолинита в кислоторастворимую форму метакаолинита Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>7</sub> по реакции:



При обжиге свыше 900°C образуется муллит 3Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·2SiO<sub>2</sub> по реакции:



который нерастворим в минеральных кислотах муллита.



**Рис. 1. Рентгенограммы образцов исходного и прокаленного каолина:**  
1- исходный; 2-прокаленный при 650°C

На ИК- спектре прокаленного каолина исчезают характерные частоты для воды и валентных колебаний ОН – групп. В области низких частот появляется пик при  $1001,06 \text{ см}^{-1}$ , характерный для  $\text{Si}_2\text{O}_7$  и сохраняется пик при  $775,38 \text{ см}^{-1}$ , характерный для трехчленных колец из тетраэдров  $[\text{SiO}_4]$  и структурных группировок  $[\text{AlO}_4]$ . Полоса поглощения при  $543,93 \text{ см}^{-1}$  характерна для связи Me-O-Si.

Полученные данные свидетельствуют о структурных изменениях каолинов, связанных с потерей воды, ОН- групп и образованием  $\text{Si}_2\text{O}_7$ .

Для установления оптимальных технологических параметров извлечения алюминия изучено влияние концентрации, нормы азотной кислоты, температуры и продолжительности процесса на степень извлечения алюминия в растворы азотной кислоты автоклавным методом. Температуру поддерживали, помещая автоклав в сушильный шкаф. Перемешивание осуществляли периодически, каждые 10-15 минут, путем встряхивания.

В таблице 2 приведены результаты исследований влияния температуры и продолжительности выщелачивания на степень извлечения алюминия из прокаленных каолиновых глин Ангреноского месторождения и химический состав жидкой фазы при концентрации азотной кислоты 30%, норме 110% и 130%.

Повышение температуры процесса с  $90^\circ\text{C}$  до  $180^\circ\text{C}$  способствует повышению степени извлечения алюминия. Чем больше продолжительность процесса, тем выше степень извлечения. При продолжительности процесса 1 час степень извлечения алюминия при норме кислоты 110% с 25,73% при  $90^\circ\text{C}$  повышается до 44,02% при температуре  $150^\circ\text{C}$ .

Таблица 2

**Влияние температуры и продолжительности процесса на степень извлечения соединения алюминия и химический состав жидкой фазы**

№	t, °C	τ, ч	Химический состав жидкой фазы, масс. %						Степень извлечения Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %
			Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	
Норма 110%									
1	90	1	1,63	0,121	0,226	0,063	0,047	0,107	25,73
2	120		1,93	0,121	0,258	0,062	0,047	0,107	30,62
3	150		2,75	0,120	0,254	0,062	0,046	0,106	44,02
4	180		2,27	0,120	0,256	0,062	0,047	0,107	36,22
5	90	3	2,42	0,120	0,256	0,062	0,047	0,107	38,58
6	120		2,86	0,119	0,254	0,062	0,046	0,106	45,91
7	150		4,06	0,118	0,248	0,061	0,046	0,105	66,00
8	180		3,37	0,119	0,251	0,061	0,046	0,106	54,30
9	90	5	2,78	0,119	0,254	0,062	0,046	0,106	44,54
10	120		3,29	0,119	0,252	0,062	0,046	0,106	53,01
11	150		4,66	0,117	0,246	0,061	0,046	0,104	76,20
12	180		3,87	0,118	0,249	0,061	0,046	0,105	62,70
Норма 130%									
13	90	1	1,69	0,102	0,191	0,053	0,040	0,091	31,65
14	120		2,01	0,102	0,190	0,053	0,040	0,091	37,66
15	150		2,86	0,101	0,189	0,052	0,039	0,090	54,14
16	180		2,36	0,102	0,190	0,053	0,040	0,090	44,55
17	90	3	2,51	0,101	0,189	0,053	0,039	0,090	47,45
18	120		2,98	0,101	0,188	0,052	0,039	0,090	56,47
19	150		4,23	0,100	0,186	0,052	0,039	0,089	81,18
20	180		3,50	0,100	0,187	0,052	0,039	0,089	66,79
21	90	5	2,89	0,101	0,189	0,052	0,039	0,090	54,79
22	120		3,42	0,100	0,188	0,052	0,039	0,089	65,20
23	150		4,85	0,099	0,185	0,051	0,039	0,088	93,73
24	180		4,02	0,100	0,186	0,052	0,039	0,089	77,12

Увеличение продолжительности процесса выщелачивания с 1 часа до 5 часов повышает степень извлечения алюминия с 25,73-44,02% до 38,58-66,00% и до 44,54-76,20% в интервале температур 90-150°C.

Дальнейшее повышение температуры до 180°C приводит к снижению степени извлечения алюминия с 44,02% до 36,22% при продолжительности процесса выщелачивания 1 час, с 66,00% до 54,30% при продолжительности выщелачивания 3 часа и с 76,20% до 62,70% при продолжительности выщелачивания 5 часа.

При повышении нормы до 130% степени извлечения имеет аналогическую зависимость и также проходит через максимум при температурах 145-160°C. При этом, в отличии от показаний при норме 110% степень извлечения выше и составляет 31,65-54,14% через 1 час, 47,45-81,18% через 3 часа и 54,79-93,73% через 5 часов.

Оптимальной температурой для извлечения алюминия из прокаленных при 650°C каолиновых глин Ангреноского месторождения является температура автоклавного выщелачивания 150°C.

Химический анализ жидкой фазы, после отделения нерастворимого остатка фильтрацией, показал увеличение содержания оксида алюминия с повышением температуры до 150°C. Дальнейшее повышение температуры до 180°C приводит к снижению содержания оксида алюминия в жидкой фазе.

Содержание остальных компонентов жидкой фазы сохраняется на одном уровне, независимо от температуры и длительности процесса выщелачивания. Это указывает на то, что соединения кальция, магния, натрия, калия извлекаются практически полностью в раствор азотной кислоты с первых минут выщелачивания.

Исследования по влиянию концентрации 30% азотной кислоты на степень извлечения алюминия при 150°C и продолжительности процесса 5 часов показали, что повышение нормы азотной кислоты со 100% до 130% степень извлечения повышается и затем практически не изменяется (табл. 3).

**Таблица 3**

**Влияние нормы азотной кислоты на степень извлечения соединения алюминия и состав жидкой фазы**

№	Норма кислоты, %	Химический состав жидкой фазы, масс. %						Степень извлечения, %	Т:Ж
		Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O		
1	100	4,12	0,130	0,242	0,067	0,050	0,115	60,83	1:3,62
2	110	4,66	0,117	0,219	0,061	0,046	0,104	76,20	1:4,27
3	120	4,98	0,107	0,200	0,055	0,042	0,095	89,00	1:4,93
4	130	4,85	0,099	0,185	0,051	0,039	0,088	93,73	1:5,46
5	140	4,52	0,092	0,172	0,048	0,036	0,082	93,74	1:5,89
6	150	4,23	0,086	0,161	0,045	0,034	0,077	93,75	1:6,33
7	160	3,98	0,081	0,152	0,042	0,032	0,072	93,76	1:6,76
8	170	3,76	0,077	0,143	0,040	0,030	0,068	93,77	1:7,20
9	180	3,56	0,073	0,135	0,038	0,028	0,065	93,78	1:7,64
10	190	3,38	0,069	0,129	0,036	0,027	0,061	93,79	1:8,07
11	200	3,21	0,066	0,122	0,034	0,026	0,058	93,79	1:8,51

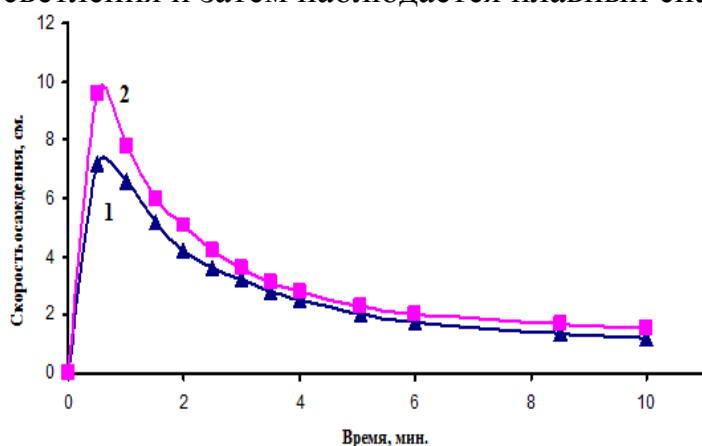
Оптимальной нормой 30% азотной кислоты является 130%, при которой достигается степень извлечения алюминия 93,73%. Содержание других компонентов в растворе монотонно снижается. Это объясняется увеличением доли азотной кислоты при постоянном содержании извлекаемых компонентов.

Далее исследовано влияние продолжительности процесса выщелачивания на степень извлечения алюминия из прокаленного каолина при оптимальных параметрах выщелачивания - температуре 150°C, норма 30% азотной кислоты 130%. Полученные результаты показывают, что увеличение продолжительности процесса извлечения с 30 минут до 5 часов способствует увеличению степени извлечения алюминия с 46,79% до 93,73%. Дальнейшее увеличение продолжительности процесса выщелачивания до 6 часов повышает степень извлечения алюминия до 93,75%, то есть на 0,02%.

Поэтому для дальнейших исследований ограничили продолжительностью процесса выщелачивания 5 часов. Исследования влияния концентрации азотной кислоты на степень извлечения алюминия, что степень извлечения алюминия проходит через максимум при концентрации азотной кислоты 30-35%.

Оптимальными параметрами технологического решения автоклавного выщелачивания являются концентрация азотной кислоты 30%, норма 130%, температура 150°C, продолжительность процесса 4-5 часов. При этом степень извлечения алюминия составляет 93,73%.

На рисунке 2 приведены данные изменения скорости осаждения частиц для температур 20°C и 60°C. Зависимости скорости осаждения от продолжительности процесса имеют идентичные зависимости. Максимальная скорость осаждения частиц отмечается в первые минуты осветления и затем наблюдается плавный спад скорости.



**Рис. 2. Влияние продолжительности процесса осветления на скорость осаждения**

С повышением температуры с 20°C до 60°C скорость осаждения увеличивается, что объясняется снижением плотности и вязкости растворов.

Изучено влияние температуры на скорость фильтрации растворов после азотнокислого разложения каолинов в диапазоне температур от 25°C до 80°C.

В таблице 4 приведены данные влияния температуры на скорость фильтрации растворов, полученных при норме кислоты 130%.

**Таблица 4**

**Влияние температуры на скорость фильтрации суспензии после разложения каолинов азотной кислотой**

№	Температура, °C	Скорость фильтрации, кг/м <sup>2</sup> ·ч		
		по пульпе	по твердой фазе	по фильтрату
1	25	357,79	78,21	279,58
2	40	495,11	108,23	386,88
3	50	578,25	126,41	451,84
4	60	650,06	142,10	507,96
5	70	705,15	154,15	551,00
6	80	743,65	162,56	581,09

Из таблицы видно, что скорость фильтрации с повышением температуры с 25°C до 80°C увеличивается по пульпе с 357,79 кг/м<sup>2</sup>·ч до 743,65 кг/м<sup>2</sup>·ч. Аналогично повышается скорость фильтрации по фильтрату и твердой фазе.



Повышение температуры фильтрации способствует увеличению скорости фильтрации в 2 с лишним раза.

При оптимальных условиях извлечения алюминия азотной кислотой неразложившийся осадок представлен на 97,02% оксида кремния. Содержание оксида алюминия составляет 1,57% и оксида железа 0,12%, что также подтверждено химическим, рентгенографическим и ИК-спектроскопическим методами анализа. Осадок является сырьем для использования в промышленности строительных материалов.

Азотнокислотную вытяжку, полученную при оптимальных технологических параметрах выщелачивания при норме 110%, содержащую 4,66% оксида алюминия и 0,12% оксида железа можно использовать в качестве жидкого коагулянта. При дальнейшей выпарке до состояния плава с влажностью 42-43% и последующей кристаллизации на охлажденной поверхности получен кристаллический нитрат алюминия, который содержит 12,8%  $Al_2O_3$  или 93,9% в пересчете на  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ . Выход алюминия из каолина составляет 76,20%.

Разработана принципиальная технологическая схема переработки каолинов Ангрэнского месторождения на нитрат алюминия, составлены схемы материальных потоков, материальный баланс производства нитрата алюминия. Технология получения нитрата алюминия включает обжиг каолиновых глин, выщелачивание алюминия азотной кислотой, распульповку, разделение жидкой и твердой фаз, выпарку и кристаллизацию. Технология апробирована в НИХТЛ АО «Аmmofos-Махам» с получением образцов нитрата алюминия.

Технико-экономические расчеты указывает на целесообразность производства нитрата алюминия из каолиновых глин Ангрэнского месторождения. При выпуске 1000 т нитрата алюминия экономия составит 2,197 млрд. сумм, по сравнению с импортируемым.

Четвертая глава **«Исследование процесса получения глиноземе из азотнокислотных растворов выщелачивания каолина»** посвящена нейтрализации азотнокислотной вытяжки выщелачивания каолиновых глин Ангрэнского месторождения, выделению гидроксида алюминия, очистке от железа, переработке маточных растворов выщелачивания на жидкие удобрения.

При нейтрализации осветленных растворов выщелачивания, полученных при оптимальных технологических параметрах (норма 120-130%) и содержащих 4,85%  $Al_2O_3$  и 0,099%  $Fe_2O_3$ , газообразным аммиаком растворы загустевают, поэтому перед нейтрализацией добавляли воду в соотношении раствор выщелачивания: вода = 1:1. Солевые составы раствора выщелачивания после разубоживания водой и аммонизированных до рН 1,95-6,00 приведены в таблице 5.

При аммонизации до рН 3,9 жидкая фаза содержит нитрат алюминия. При рН выше 4,5 в жидкой фазе отсутствует нитрат алюминия и весь алюминий находится в твердой фазе в виде гидроксида.

С повышением рН содержания всех компонентов раствора снижаются, а содержание нитрата аммония повышается. Жидкая фаза при рН выше 4,5 представлена, в основном, нитратом аммония.

Таблица 5

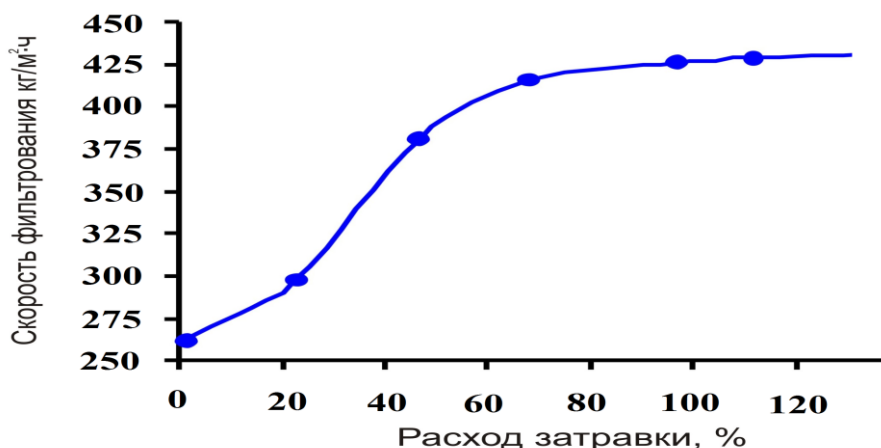
## Влияние степени аммонизации на солевой состав жидкой фазы

pH	Солевой состав жидкой фазы, масс %								
	Al(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	NaNO <sub>3</sub>	KNO <sub>3</sub>	NH <sub>4</sub> NO <sub>3</sub>	NH <sub>3</sub>	HNO <sub>3</sub>
	После разбавления								
	11,11	0,16	0,30	0,104	0,12	0,06	–	–	5,064
	После аммонизации								
1,95	10,82	0,156	0,292	0,101	0,058	0,100	3,02	-	2,68
2,49	10,62	0,153	0,287	0,099	0,057	0,098	4,73	-	1,34
3,46	10,28	0,148	0,278	0,096	0,056	0,095	8,77	1,71	-
3,78	9,98	0,144	0,27	0,093	0,054	0,093	11,93	2,39	-
	После аммонизации и отделения твердой фазы								
3,9	0,805	–	0,274	0,095	0,055	0,094	16,09	-	-
4,5	–	–	0,272	0,094	0,054	0,093	16,93	-	-
5,0	–	–	0,271	0,094	0,054	0,093	16,94	-	-
5,5	–	–	0,271	0,094	0,054	0,093	16,96	-	-
6,0	–	–	0,271	0,094	0,054	0,093	16,96	-	-

Скорость фильтрации гидроксида алюминия по пульпе очень низкая 161,38-179,86 кг/м<sup>2</sup>·ч при температуре 20-25°С. Повышение температуры с 20°С до 90°С увеличивает скорость фильтрации гидроксида алюминия по пульпе с 161,38 кг/м<sup>2</sup>·ч до 254,76 кг/м<sup>2</sup>·ч. Соответственно, скорость фильтрации по твердой фазе увеличивается с 38,80 кг/м<sup>2</sup>·ч до 59,59 кг/м<sup>2</sup>·ч, а по фильтрату с 122,80 кг/м<sup>2</sup>·ч до 195,17 кг/м<sup>2</sup>·ч.

Для повышения скорости фильтрации гидроксида алюминия проведены исследования по осаждению гидроксида алюминия из азотнокислотных вытяжек двухстадийной аммонизацией газообразным аммиаком. На первой стадии раствор частично нейтрализовали до образования основных солей до pH 2,5-3,0. Количество аммиака брали из расчета на нейтрализацию всей свободной кислоты и 2/3 азотной кислоты, связанной в виде нитратов алюминия и железа. На второй стадии частично нейтрализованный, выпаренный до содержания 12-15% оксида алюминия с температурой 80-100°С растворяли в холодный раствор нитрата аммония, содержащий 10% свободного аммиака до pH = 7,0. Затем пульпу нагревали до 90°С при медленном перемешивании и фильтровали. Съем осадка при фильтрации по пульпе составляет 300-400 кг/м<sup>2</sup>·ч, а влажность гидроксида алюминия снижается до 30-40%.

Установленная закономерность позволила предположить, что на формирование осадка в фильтруемой форме положительное влияние окажет затравка свежесажженного гидроксида алюминия. В связи с этим была проведена серия опытов с использованием затравки. В качестве затравки использовали непромытый осадок гидроксида алюминия от предыдущего опыта. Расход затравки устанавливали из соотношению Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в затравке к Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в азотнокислом растворе (рис. 3). С увеличением расхода затравки от 0 до 100% скорость фильтрации возрастает в 1,7 раза.



**Рис. 3 Влияние расхода затравки на фильтруемость по пульпе гидроксида алюминия**

Дальнейшее увеличение количества затравки не целесообразно, поскольку скорость фильтрации возрастает незначительно, а материальные потоки при этом существенно увеличиваются. Оптимальным расходом затравки следует считать 80-100%, скорость фильтрации при этом по пульпе составляет 400-425 кг/м<sup>2</sup>·час.

При этом образующийся маточного раствора перерабатываются на жидкие азотные удобрения, содержащие 15-17% азота.

В таблице 6 приведены составы полученных промытых осадков. Содержание гидроксида алюминия составляет 97,88-98,07%, содержание гидроксида железа 1,70-1,86% в пересчете на сухое вещество. Это указывает на то, что осадок состоит из гидроксидов алюминия и железа.

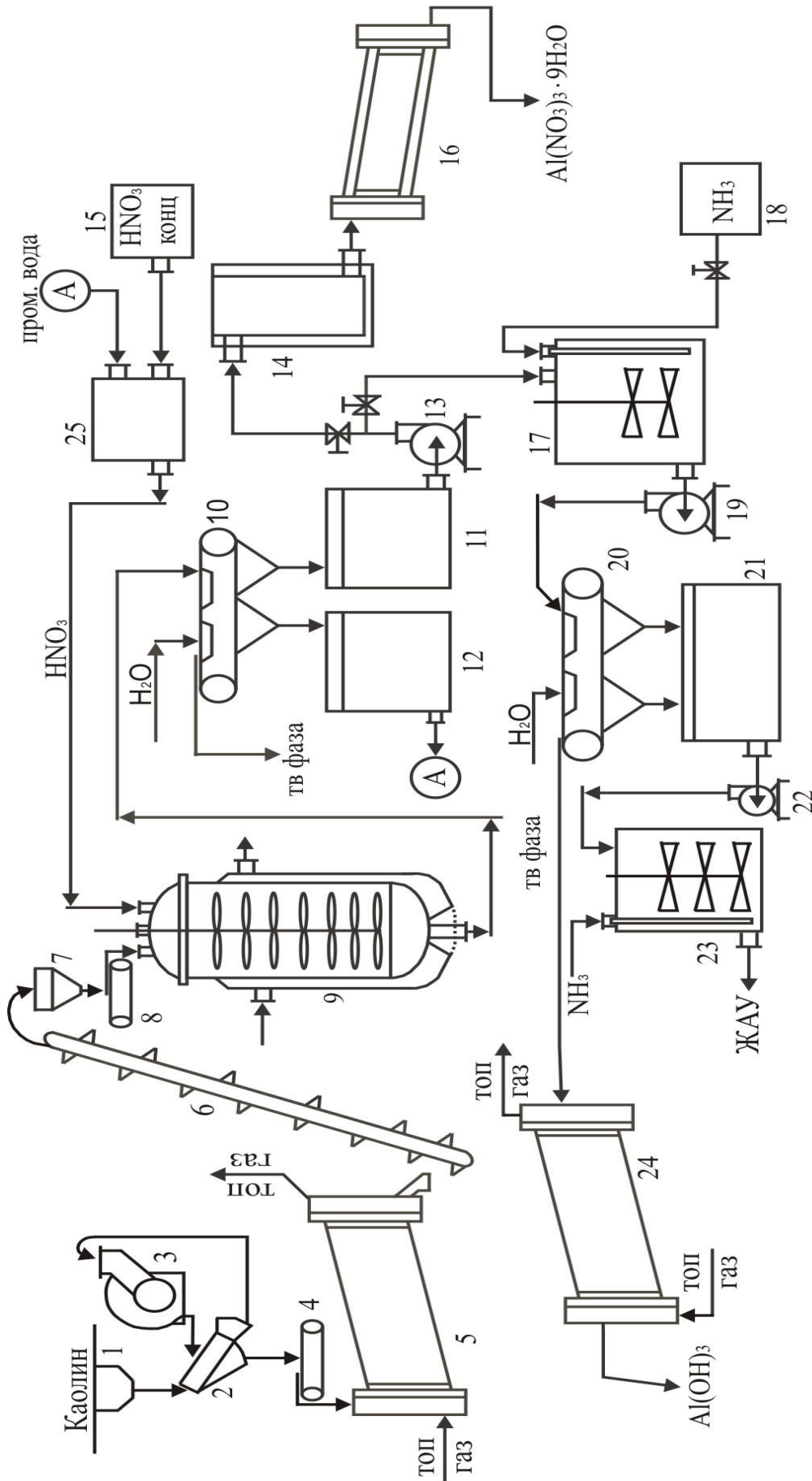
**Таблица 6**

**Химический состав твердой фазы выщелачиванной при различных значениях рН**

рН	Состав гидроксида алюминия после промывки, масс. %	
	Al(OH) <sub>3</sub>	Fe(OH) <sub>3</sub>
3,9	97,88	1,86
4,5	98,07	1,72
4,7	98,06	1,71
5,0	98,06	1,71
5,5	98,03	1,70
5,7	98,01	1,70
6,0	98,00	1,70

Проведения лабораторные и опытные испытания по выщелачиванию обожженных каолинов азотной кислотой позволили разработать принципиальную технологическую схему, схему материальных потоков и материальный баланс переработка каолинов Ангрэнского месторождения на гидроксид алюминия и далее на глинозем.

На рисунке 4 приведена принципиальная комплексная технологическая схема получения нитрата, гидроксида алюминия и жидких азотных удобрений из каолиновых глин Ангрэнского месторождения азотнокислотным разложением.



**Рис. 4. Принципиальная технологическая схема комплексной переработки каолинов Ангренского месторождения на нитрат, гидроксид алюминия и жидкие азотные удобрения:** 1, 7 – бункеры; 2 – сита; 3 – дробилка; 4, 8 – дозаторы; 5 – прокаточный барабан; 6 – элеватор; 9 – реактор (автоклав); 10, 20 – фильтры; 11, 12, 18, 21, 25 – емкости; 13, 19, 22 – насосы; 14 – выпарной аппарат; 16 – кристаллизатор; 17, 23 – реактор-аммонизатор; 24 – сушильный барабан

Каолин из приёмного бункера (поз. 1) поступает на сита (поз. 2) и через дозатор (поз. 4) подается в прокалочную печь (поз. 5). Крупная фракция каолина подается на дробилку (поз. 3) и возвращается на сита (поз. 2). Прокаленный каолин элеватором (поз. 6) подается в приемный бункер (поз. 7) и через дозатор (поз. 8) подается в реактор (поз. 9), куда одновременно поступает азотная кислота. Продукты разложения подаются на фильтр (поз. 10). Твердая фаза – шлак удаляется, а жидкая фаза – азотнокислые растворы алюминия и железа поступают в аммонизатор (поз. 17) и далее на фильтр (поз. 20). Твердая фаза промывается водой и подается в сушильный барабан (поз. 24).

При получении нитрата алюминия жидкая фаза из емкости (поз. 11), насосам (поз. 13) подается в выпарной аппарат (поз. 14) и далее на барабанный кристаллизатор (поз. 16) и срезается в виде кристаллического нитрата алюминия.

Составлены схема материальных потоков и материальный баланс получения гидроксида алюминия из каолинов Ангреновского месторождения. Для получения 1 т оксида алюминия необходимо 3,092 т каолина прокалить при температуре 650-700°C и разлагать 6,607 т 57% азотной кислотой в присутствии 5,946 т воды, полученную массу разубоживают 0,868 т воды, отделяют твердую фазу – песок, фильтрат аммонизируют 0,458 т газообразного аммиака, отделяют осадок гидроксида алюминия, промывают 7,480 т воды, сушат, прокаливают и получают 1 т оксида алюминия. Песок промывают 1,750 т воды. Промывные воды подают на стадию разложения каолина и разбавления пульпы перед фильтрацией.

Технико-экономические расчеты указывают на высокую эффективность переработки каолиновых глин Ангреновского месторождения на гидроксид алюминия и жидкие азотные удобрения. При выпуске 1000 т гидроксида алюминия экономия составит 4,195 млрд. сум, по сравнению с импортируемым.

## **ЗАКЛЮЧЕНИЕ**

1. Изучением процесса азотнокислотного выщелачивания каолинов Ангреновского месторождения показано, что предварительный обжиг каолиновых глин при 650-700°C при выщелачивании азотной кислотой приводит к увеличению степени извлечения алюминия. Увеличение степени извлечения алюминия вызвано изменениями фазового состава каолинитов при обжиге, происходящего в результате дегидратации труднорастворимых минералов в кислоторастворимые формы и рекомендованы в производство.

2. Показаны изучения методами термогравиметрии, рентгенографии и сканирующего электронного микроскопа показано протекание структурных изменений в каолиновых глинах при прокаливании. Дегидратация протекает в две стадии при температурах 550°C, 650°C и 955°C с образованием каолинита, метакаолинита и муллита, соответственно. На рентгенограмме при термообработке при температуре 650-700°C исчезают пики, характерная

для исходного каолина и проявляется пик, характерный для метакаолинта –  $\text{Al}_2\text{SiO}_7$ .

3. Исследованиями влияния температуры прокалики каолиновых глин на содержание кислоторастворимых форм алюминия показано, что с повышением температуры обжига с 400 до 800°C увеличивается и содержание кислоторастворимых форм. Прокалики при 650-700°C в продолжительности 2 часов, рекомендованные максимальные значения степени извлечения соединения алюминия составляет 93-95%.

4. Изучено влияние технологических факторов - концентрации и нормы азотной кислоты, температуры и продолжительности процесса выщелачивания алюминия из прокаленных при температуре 650°C каолиновых глин Ангрэнского месторождения. Показано установлением оптимальных технологических параметров процесса, при которых достигается степень выщелачивания соединения алюминия 94%: концентрация азотной кислоты 30-40%, норма 120-130% от стехиометрии, температура 140-150°C и продолжительность процесса 4-5 часов.

5. Исследованы процессы нейтрализации азотнокислых растворов алюминия и железа газообразным и водным аммиаком при изменении рН в диапазоне от 1,95 до 6,0. Проведенные исследования показали возможность получения гидроксида алюминия из прокаленных каолиновых глин Ангрэнского месторождения. Для этого растворы азотнокислотного выщелачивания алюминия необходимо аммонизировать до рН не менее 4,5, отделить осадок и промыть водой. Рекомендуются возможность получения продукта с содержанием не менее 98,00%  $\text{Al}(\text{OH})_3$  и не более 1,70%  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ .

6. Разработана технологическая схема переработки каолиновых глин Ангрэнского месторождения с получением нитрата, гидроксида алюминия и жидких азотных удобрений, схемы материальных потоков и материальные балансы производств.

7. Проведена апробация разработанных технологий переработки алюминийсодержащего сырья на нитрат и гидроксид алюминия на модельной установке, имитирующей производственные условия, в НИХТЛ АО «Аммифос-Махам». Отработаны оптимальные технологические параметры процессов и наработаны опытные партии нитрата, гидроксида алюминия и жидкие азотные удобрения и рекомендовано внедрение в производство.

8. Подготовлен временный технологический регламент опытной установки. Предварительные технико-экономические расчеты указывают на высокую эффективность комплексной переработки каолиновых глин на нитрат, гидроксид алюминия и жидкие удобрения. Показана, что экономическая эффективность при производстве 1000 т нитрата алюминия составит 2,197 млрд. сум, а от 1000 т гидроксида алюминия 4,195 млрд. сум, по сравнению с импортируемыми.

**SCIENTIFIC COUNCIL ON AWAR OF SCIENTIFIC DEGREES  
PhD.03/30.12.2019.T.20.03 AT KARAKALPAK STATE UNIVERSITY**

---

**TASHKENT CHEMIKAL-TECHNOLOGICAL INSTITUTE**

**KENJAEV MIRJALOL ERKINJANOVICH**

**WORKING OUT OF TECHNOLOGY RE  
CEPTION OXIDE ALUMINIUM FROM ANGREN KAOLIN BY  
DECOMPOSITION BY NITRIC ACID**

**02.00.13 – Technology of inorganic substances and materials on their basis**

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

**TECHNICAL SCIENCES**

**Nukus – 2020**

**The theme of dissertation doctor of philosophy (PhD) was registered at the Supreme Attestation Commission at the Cabinet of Ministers of the Republic of Uzbekistan under number B2018.4.PhD/T862.**

Dissertation was carried out at Tashkent institute of chemical technology.

The abstract of the dissertation is posted in three languages (uzbek, russian, english (resume)) on the scientific council website [www.karsu.uz](http://www.karsu.uz) and on the website of “Ziyonet” Information and educational portal [www.ziyonet.uz](http://www.ziyonet.uz).

<b>Research supervisors:</b>	<b>Mirzakulov Kholdura Chorievich</b> doctor of technical sciences, Professor
<b>Official opponents:</b>	<b>Seytnazarov Atanazar Reypnazarovich</b> doctor of technical science <b>Djumaniyazova Dilnoza Maksudovna</b> doctor of philosophy (PhD) in technical sciences
<b>Leading organization:</b>	<b>Namangan institute of engineering and technology</b>

The defense will take place “05” January 2021 at 15<sup>00</sup> o’clock at the meeting of scientific council No. PhD.03/30.12.2019.T.20.03 at Karakalpak State university (Address: 230112, Nukus, Ch.Abdirov street, 1. Tel.: (+99 861) 223-60-47, fax: (+99 861) 223-60-78, e-mail: [karsu\\_info@edu.uz](mailto:karsu_info@edu.uz))

The dissertation can be looked through in the Information Resource Centre of the Karakalpak State university (registered with №21). Address: 230112, Nukus, Ch.Abdirov street, 1. Tel.: (+99 861) 223-60-47.

The abstract of dissertation has been distributed on “22” december 2020 y.  
Protokol at the register № 3 from “22” december 2020 y.



**A.M. Reymov**  
Chairman of the scientific council  
awarding scientific degree,  
doctor of technical sciences, professor

**R.K. Kurbaniyazov**  
Scientific secretary of the scientific council  
awarding scientific degree,  
candidate of technical sciences, docent

**Sh.N. Turemuratov**  
Chairman of scientific seminar at scientific  
council on awarding of scientific degree,  
doctor of chemical sciences



## INTRODUCTION (abstract of PhD thesis)

**The aim of the research work:** is the development of complex, flexible technology for nitric acid processing of high-siliceous kaolin clays of the Angren deposit into aluminum nitrate, aluminum oxide and liquid nitrogen fertilizers.

**The objects of the research work:** are kaolin clays of the Angren deposit, nitric acid, gaseous ammonia, aluminum nitrate, aluminum and iron hydroxides, aluminum oxide.

**The scientific novelty of dissertational research:**

the regularities of the influence of the process of calcining the kaolin clays of the Angren deposit on the structural changes of kaolins, leading to the formation of acid-soluble mineral compounds of aluminum, which contribute to an increase in the degree of extraction of aluminum into the solution, were revealed;

the influence of technological parameters on the degree of aluminum leaching into nitric acid solutions was investigated, the optimal conditions were determined under which the maximum degree of aluminum extraction was achieved;

the influence of the degree of ammonization of nitric acid solutions of leaching of kaolins with gaseous ammonia was revealed, the conditions were established under which the degree of precipitation of aluminum was maximal, and the degree of iron deposition was minimal;

a technology has been developed for processing kaolin clays of the Angren deposit to obtain nitrate, aluminum hydroxide, liquid nitrogen fertilizers.

**Implementation of the research results.** Based on the obtained scientific data on the development of technology for processing kaolin clays of the Angren deposit into aluminum nitrate, aluminum oxide, liquid nitrogen fertilizers:

the technology for producing aluminum nitrate and liquid nitrogen fertilizers for processing the presence of nitric acid kaolin clays of the Angren deposit has been tested in “Ammofos-Maxam” JSC and is included in the list of promising localization programs for O'zkimyosanoat JSC (certificate of O'zkimyosanoat JSC No. 14-4922 dated December 15, 2020). As a result, it is possible to obtain aluminum nitrate and liquid nitrogen fertilizers from nitric acid extracts into alumin-containing kaolins.

the technology for producing aluminum nitrate and hydroxide by processing nitric acid kaolin clays of the Angren deposit has been tested in JSC Ammofos-Maxam and is included in the list of promising localization programs for JSC O'zkimyosanoat (certificate of O'zkimyosanoat JSC No. 14-4922 dated December 15, 2020). As a result, an opportunity has been created to use the production of aluminum nitrate and hydroxide from calcined kaolins of the Angren deposit as finished products and raw materials.

**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 ИЛМИЙ ИШЛАР РЎЙХАТИ

### Список опубликованных работ

#### List of published works

#### I бўлим (I часть; part I)

1. Кенжаев М.Э., Исламова М.Ш., Мирзакулов Х.Ч. Исследование влияния процесса прокаливания на извлечение окиси алюминия из Ангренинских каолинов // Universum: Технические науки: электрон. научн. журнал. - Москва, 2017. – № 4(37) - С. 56-60. (02.00.00, №1)
2. Кенжаев М.Э., Аманова Д.У., Бозорова М.И., Мирзакулов Х.Ч. Исследование процесса получения нитрата алюминия из каолинов Ангренинского месторождения // Universum: Технические науки: электрон. научн. журнал. - Москва, 2018. - № 7(52). - С. 26-29. (02.00.00, №1)
3. Кенжаев М.Э., Бобокулова О.С., Мавлянова М.Н., Мирзакулов Х.Ч. Исследование процесса азотнокислотного выщелачивания алюминия из каолиновых глин // Universum: Технические науки: электрон. научн. журнал. - Москва, 2018. - № 9(54). - С. 31-35. (02.00.00, №1)
4. Кенжаев М.Э., Мирзакулов Х.Ч. Влияние технологических параметров на процесс азотнокислотного выщелачивания каолиновых глин // Научный-технический журнал «Развитие науки и технологий» - Бухара, 2018. -№ 4. - С. 70-74. (02.00.00, №14)
5. Кенжаев М.Э., Мирзакулов Х.Ч., Мамаджанов З.Н. Исследование процесса аммонизации азотнокислых растворов выщелачивания каолиновых глин Ангренинского месторождения // Журнал «Химия и химическая технология» - Ташкент, 2019. № 1. - С. 8-11. (02.00.00, №3)

#### II бўлим (II часть; part II)

6. Кенжаев М.Э., Шамуратова М.Р., Мирзакулов Х.Ч. Исследование процесса выщелачивания окиси алюминия из каолиновых глин Ангренинского месторождения // Республиканской научно-технологической конференции Горно-металлургический комплекс: Достижения, проблемы и перспективы инновационного развития. - Навои, 2016. - С. 384.
7. Кенжаев М.Э., Каршиев Б.Н., Мирзакулов Х.Ч. Исследование процесса азотнокислотного выщелачивания каолиновых глин Ангренинского месторождения // Академик А.Ф.Фаниевнинг 85 йиллиги бағишланган “Аналитик кимё фанининг долзарб муаммолари” V Республика илмий-амалий анжумани материаллари тўплами. – Термиз, 2017. 144-145 б.
8. Кенжаев М.Э., Исмоилова М.Ш., Мирзакулов Х.Ч. Исследование состава и свойств каолиновых глин Ангренинского месторождения // «Озиқ-овқат ва кимё саноатида чиқиндисиз ва экологик самарадор технологияларни қўллаш» мавзусида Республика миқёсидаги илмий-амалий анжумани материаллари тўплами. – Наманган, 2017. 130-132 б.
9. Кенжаев М.Э., Мирзакулов Х.Ч., Меликулова Г.Э., Каршиев Б.Н. Исследование процесса выщелачивания оксида алюминия из каолиновых

- глин Ангренского месторождения // IX Международной научно-технологической конференции: «Достижения, проблемы и современные тенденции развития горно-металлургического комплекса: Навои, 2017. - С. 428.
10. Kenjaev M.E., Mirzakulov Kh.Ch. Process research of leaching of aluminum oxide from caolin clay of Angren deposit // Proceedings of the international conference on integrated innovative development of Zarafshan region: achievements, challenges and prospects. - Navoi, 2017. P. 373-377.
  11. Кенжаев М.Э., Мирзакулов Х.Ч. Исследование процесса получения растворов нитрата алюминия из каолиновых глин Ангренского месторождения // «Кимё, нефт-газ қайта ишлаш ҳамда озиқ-овқат саноатлари инновацион технологияларини долзарб муаммолари» Республика илмий-техника анжуманининг мақолалар тўплами, - Тошкент 2017. - С. 247-248.
  12. Кенжаев М.Э., Мирзакулов Х.Ч. Влияние температуры и продолжительности процесса на степень извлечения алюминия из каолиновых глин // «Умидли кимёгарлар»: Труды XXVII - научно - технической конференции молодых ученых, магистрантов и студентов бакалавриата. - Ташкент, 2018. - С. 232-233.
  13. Кенжаев М.Э., Тураева З.Б., Усманов И.И., Мирзакулов Х.Ч. Исследование процессов выделения гидроксида алюминия из местного сырья // SCIENCE TIME Материалы Международных научно - практических конференций Общества Науки и Творчества (г. Казань 2018) за июнь № 6/2018, - С. 39 - 41.
  14. Кенжаев М.Э., Мирзакулов Х.Ч. Реологические свойства растворов выщелачивания каолиновых глин Ангрена азотной кислотой // “Кимё-технология йўналишидаги талабаларга инновацион фикрлашни шакллантириш” илмий-амалий конференция. -Тошкент, 2018. 146 б.
  15. Кенжаев М.Э., Мирзакулов Х.Ч. Исследование процесса аммонизации азотнокислых растворов выщелачивания каолиновых глин Ангренского месторождения // Международная научно-техническая конференция. «Интеграция дисциплины – образования – науки и производства». - Ташкент, 2018. - С. 135-136.
  16. Кенжаев М.Э., Мирзакулов Х.Ч. Исследование процесса аммонизации азотнокислых растворов выщелачивания каолиновых глин Ангренского месторождения // «Умидли кимёгарлар»: Труды XXVIII – научно – технической конференции молодых ученых, магистрантов и студентов бакалавриата. - Ташкент, 2019. - С. 24-25.
  17. Кенжаев М.Э., Мирзакулов Х.Ч. Исследование влияния технологических параметров на процесс азотнокислотного выщелачивания алюминия из каолиновых глин Ангрена // Республиканская научно-практическая конференции «Актуальные проблемы развития химия, химической технологии, нефтегазовой и легкой промышленности в Республике Каракалпакстан». - Нукус, 2019. - С. 130-132.

18. Кенжаев М.Э., Мирзакулов Х.Ч., Давлятова З.М. Исследование процесса азотнокислотного выщелачивания алюминия из каолиновых глин // Международной научно-практической конференции: «Актуальные проблемы внедрения инновационной техники и технологий на предприятиях по производству строительных материалов, химической промышленности и в смежных отраслях». - Фергана, 2019. Т.2. - С. 105-106.
19. Кенжаев М.Э., Мирзакулов Х.Ч. Материальный баланс и технологическая схема переработки каолиновых глин Ангренского месторождения на гидроксид алюминия // VII Международной научно-практической конференции. «Global science and innovations 2019: Central Asia». - Нур - Султан, Казакстан - 2019. - С. 52-54.
20. Кенжаев М.Э., Мирзакулов Х.Ч. Влияние концентрации азотной кислоты и продолжительности процесса на извлечение алюминия из каолиновых глин Сборник трудов Республиканской научно-технической конференции «Актуальные проблемы инновационных технологий химической, нефтегазовой и пищевой промышленности». Ташкент, 2019, - С. 95-96.
21. Кенжаев М.Э., Мирзакулов Х.Ч. Исследование влияния процесса термообработки на изменение структуры каолиновых глин. // Химическая технология и техника Материалы докладов 84-й научно-технической конференции, посвященной 90-летию юбилею БГТУ и Дню белорусской науки (с международным участием) 3-14 февраля, - Минск, Белоруссия - 2020. - С. 79-80.

Автореферат «Ўзбекистон кимё журналі» таҳририятида  
таҳрирдан ўтказилди.

Бичими: 84x60 <sup>1</sup>/<sub>16</sub>. «Times New Roman» гарнитураси.  
Рақамли босма усулда босилди.  
Шартли босма табағи: 3. Адади 100. Буюртма № 180.

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