

**НАМАНГАН МУҲАНДИСЛИК-ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ
ХУЗУРИДАГИ ИЛМИЙ ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ
PhD. 03/30.12.2019.К/Т.66.02 РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ**

УМУМИЙ ВА НООРГАНИК КИМЁ ИНСТИТУТИ

ОТАБОЕВ ХУСАН АБДУСОБИРОВИЧ

**МАРКАЗИЙ ҚИЗИЛҚУМ ФОСФОРИТЛАРИ АСОСИДА
СОДДАЛАШТИРИЛГАН СХЕМА БЎЙИЧА ОДДИЙ СУПЕРФОСФАТ
ОЛИШ ТЕХНОЛОГИЯСИНИ ИШЛАБ ЧИҚИШ**

**02.00.13 – Ноорганик моддалар ва улар асосидаги
материаллар технологияси**

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

Наманган – 2022

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

Отабоев Хусан Абдусобирович

Марказий Қизилкум фосфоритлари асосида соддалаштирилган
схема буйича оддий суперфосфат олиш технологиясини ишлаб
чиқиш..... 3

Отабоев Хусан Абдусобирович

Разработка технологии получения простого суперфосфата по
упрощенной схеме на основе фосфоритов Центральных
Кызылкумов..... 21

Otaboev Khusan

Development the technology of simple superphosphate with simplified
scheme on the base of Central Kyzylkum phosphorities 39

Эълон қилинган ишлар рўйхати

Список опубликованных работ
List of published works 42

**НАМАНГАН МУҲАНДИСЛИК-ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ
ХУЗУРИДАГИ ИЛМИЙ ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ
PhD. 03/30.12.2019.К/Т.66.02 РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ**

УМУМИЙ ВА НООРГАНИК КИМЁ ИНСТИТУТИ

ОТАБОЕВ ХУСАН АБДУСОБИРОВИЧ

**МАРКАЗИЙ ҚИЗИЛҚУМ ФОСФОРИТЛАРИ АСОСИДА
СОДДАЛАШТИРИЛГАН СХЕМА БЎЙИЧА ОДДИЙ СУПЕРФОСФАТ
ОЛИШ ТЕХНОЛОГИЯСИНИ ИШЛАБ ЧИҚИШ**

**02.00.13 – Ноорганик моддалар ва улар асосидаги
материаллар технологияси**

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

Наманган – 2022

Фалсафа доктори (PhD) диссертацияси мавзуси Ўзбекистон Республикаси Вазирлар Маҳкамаси ҳузуридаги Олий аттестация комиссиясида В2021.2.PhD/T2238 рақами билан рўйхатга олинган.

Диссертация иши Умумий ва ноорганик кимё институтида бажарилган.

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

Илмий раҳбар:

Раджабов Руздат
кимё фанлари номзоди, катта илмий ходим

Расмий оппонентлар:

Тураев Зоқиржон
техника фанлари доктори, доцент

Турдиалиев Умид Мухторалиевич
техника фанлари доктори

Етакчи ташкилот:

Фарғона политехника институти

Диссертация ҳимояси Наманган муҳандислик-технология институти ҳузуридаги PhD 03/30.12.2019.К/Т.66.02 рақамли Илмий кенгашнинг 2022 йил «18» март соат 15⁰⁰ да ўтказиладиган мажлисида бўлиб ўтади. (Манзил: 160115, Наманган шаҳри, Косонсой кўчаси, 7-уй. Тел.: (99869) 228-76-75; факс: (99869) 228-76-71; e-mail: niei_info@edu.uz).

Диссертация билан Наманган муҳандислик-технология институти Ахборот-ресурс марказида танишиш мумкин (451 - рақам билан рўйхатга олинган). (Манзил: 160115, Наманган ш., Косонсой кўчаси, 7-уй. Тел.: (99869) 228-76-75; факс: (99869) 228-76-71.

Диссертация автореферати 2022 йил «7» «март» куни тарқатилди.
(2022 йил «7» мартдаги № 4-рақамли реестр баённомаси).



Эргашев О.К.

Илмий даражалар берувчи
кимё фанлари номзоди, к.ф.д., проф.

Шеркузиев Д.Ш.

Илмий даражалар берувчи илмий кенгаш
котиби, т.ф.н., проф.

Дехканов З.К.

Илмий даражалар берувчи илмий кенгаш
кошидаги илмий семинар раиси, т.ф.д., доц.

КИРИШ (фалсафа доктори (PhD) диссертацияси аннотацияси)

Диссертация мавзусининг долзарблиги ва зарурати. Жаҳонда озиқ-овқат хавфсизлигини таъминлаш ва унинг аниқ дастурамал механизмларини ишлаб чиқиш муҳим ва глобал аҳамиятга молик масалалар сирасига киради. Шунини таъкидлаш лозимки, мамлакатдаги асосий тармоқлардан саналган қишлоқ хўжалигини ривожлантирмасдан бунга эришиб бўлмайди. Замонавий иқтисодий шакллантириш ва мамлакатимизда қишлоқ хўжалигини таъминлаш бўйича қатор ишлар амалга оширилмоқда. Жумладан, аҳолини озиқ-овқат истеъмоли билан таъминлашнинг самарали ечимларидан бири қишлоқ хўжалиги экинларидан юқори ва сифатли ҳосил олишда фосфорли ўғитлардан фойдаланиш ҳисобланади. Шунинг учун таркибида ўсимликлар учун зарур озуқа моддалари тутган мураккаб минерал ўғитлар олишнинг соддалашган технологиясини ишлаб чиқиш ва амалиётга жорий этиш катта аҳамиятга эга.

Дунёда фосфатга анча бой рудаларини ишлатишга асосланган оддий, қўшалок ва учламчи суперфосфатлар олинмоқда, аммо уларнинг захираси тугалланиб бормоқда ва уларнинг ўрнига кенг қўламда анча паст навли фосфорит (15-20% P_2O_5) ва анча паст навли апатит (4-8% P_2O_5) рудалари жалб қилиниши бўйича илмий изланишлар олиб борилмоқда. Бу борада, жадал ва тежамкор ишланмаларнинг илмий-техник ечимларини асословчи қуйидаги йўналишларда: паст навли фосфоритларни концентрланган сульфат кислотаси билан ангидрит режимида икки босқичли парчалаш усул бўйича мақбул технологик параметрларини топиш; донаторланган суперфосфат олишнинг самарали технологиясини ишлаб чиқишга алоҳида эътибор қаратилмоқда.

Республикамизда кенг миқёсда амалга оширилаётган чора-тадбирлар ва инновацион ишланмалар натижасида паст навли фосфоритларни оддий ва мураккаб фосфорли ўғитларга қайта ишлаш соҳасида муайян натижаларга эришилмоқда. Ўзбекистон Республикасининг 2017-2021 йилларга мўлжалланган ҳаракатлар стратегиясининг учинчи йўналишида «...саноатни юқори технологияли қайта ишлаш тармоқларини, энг аввало, маҳаллий хом ашё ресурсларини чуқур қайта ишлаш асосида юқори қўшимча қийматга эга тайёр маҳсулотлар ишлаб чиқаришни ривожлантириш...»¹ га қаратилган муҳим вазифалар белгиланган. Шу нуқтаи назардан, Марказий Қизилқум (МК) паст навли фосфоритларини соддалашган тизим бўйича концентрланган сульфат кислотаси билан икки босқичли парчалаш йўли билан донаторланган суперфосфат олишнинг жадаллашган технологиясини ишлаб чиқиш муҳим аҳамият касб этади.

Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2017 йил 7 февралдаги ПФ-4947 сон «2017-2021 йилларда Ўзбекистон Республикасини янада

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

ривожлантириш бўйича бешта йўналишдаги Ҳаракатлар стратегияси» тўғрисидаги Фармони ва 2018 йил 7 майдаги ПҚ-3698 сон «Иқтисодиёт тармоқлари ва соҳаларига инновацияларни жорий этиш механизмларини такомиллаштириш бўйича қўшимча чора-тадбирлар тўғрисида», 2019 йил 3 апрелдаги ПҚ-4265-сон «Кимё саноатини янада ислоҳ қилиш ва унинг инвестициявий жозибадорлигини ошириш чора-тадбирлари тўғрисида»ги Қарорлари ҳамда мазкур фаолиятга тегишли меъёрий-ҳуқуқий ҳужжатларда белгиланган вазифаларни бажаришга ушбу диссертация тадқиқоти муайян даражада хизмат қилади.

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

Муаммонинг ўрганилганлик даражаси. Илмий-техник адабиётларда Қоратоғ, Қизилқум ва бошқа турдаги фосфат хомашёларини сульфат ва фосфор кислоталари ёрдамида қайта ишлаш йўли билан бирламчи фосфорли ўғитлар олиш бўйича кўплаб нашрлар мавжуд (С.Вольфкович, М.Е.Позин, М.Н.Набиев, В.Ф.Кармышов, Ш.С.Намазов, И.И.Усманов, С.М.Таджиев, Х.Ч.Мирзакулов, И.Т.Шамшидинов, М.Т.Жураев ва бошқалар).

Россия олимлари томонидан камера ва камера-оқимли усулларда енгил парчаланадиган фосфоритлардан оддий ва кўшалок суперфосфатлар олиш технологиялари ишлаб чиқилган. М.Н.Набиев ва унинг издошлари Қоратоғ фосфоритларини аммонийлашган суперфосфатга қайта ишлаш технологиясини ишлаб чиқишган ва саноатда ишлаб чиқаришга жорий этишган. Оддий суперфосфат олишнинг анча замонавий технологиясини С.М.Таджиев ишлаб чиққан, унинг моҳияти хомашёни концентрланган сульфат кислотасида икки босқичли парчалашдан иборат. Биринчи босқичда карбонатли фосфат хомашёсини концентрланган сульфат кислотанинг асосий қисми билан карбонатсизлантирилади, кейин қолган қисм сульфат кислота билан охиригача парчаланadi (С.М.Таджиев, Ш.С.Намазов).

Аммо фосфат хомашёсини ангидритли режимдаги икки босқичли парчалаш ўрганилмаган. Бунда 1-чи босқичда юқори ҳароратларда (120-130°C) концентрланган фосфор кислотаси ва ангидрит кристаллари (кальций сульфати) ҳосил қилиш шароитларида фосфат хомашёсига стехиометрик сарфдаги H_2SO_4 (93%) билан ишлов берилади. Иккинчи босқичда эса, ҳосил бўлган H_3PO_4 нинг концентрланган эритмаси сульфат кислота H_2SO_4 аралашмаси билан монокальций фосфатнинг кимёвий ҳосил бўлиш механизми ва суперфосфат массасининг грануляцияси учун асос бўлган қўшимча фосфат хомашёси билан реакцияга киришади.

Диссертация мавзусининг диссертация бажарилаётган илмий-тадқиқот муассасининг илмий-тадқиқот ишлари билан боғлиқлиги. Диссертация иши Умумий ва ноорганик кимё институтининг илмий-тадқиқот ишлари режасига мувофиқ №ПЗ-20170926269 «Марказий Қизилқум фосфоритлари минераллашган массаси ва ювиб қуритилган концентрати асосида бирламчи ва мураккаб фосфорли ўғитлар олишнинг ресурстежамкор

ва юқори самарали технологиясини ишлаб чиқиш» (2018-2020 йй.) мавзусидаги амалий лойиҳа доирасида бажарилган.

Тадқиқотнинг мақсади МҚ фосфоритларини ангидритли режимда икки босқичли парчалаш асосида соддалашган тизим бўйича донадорланган суперфосфат олиш технологиясини ишлаб чиқишдан иборат.

Тадқиқотнинг вазифалари:

МҚ фосфоритларининг (фосфорит уни, ювиб қуритилган концентрат, ювиб куйдирилган концентрат) кимёвий ва минералогик таркибини аниқлаш, физик-кимёвий хоссаларини ўрганиш;

кислота меъёри, концентрацияси ва таъсирлашиш вақтига боғлиқ равишда турли хил МҚ фосфоритларини ангидритли режимда икки босқичли парчалаш жараёнини тадқиқ этиш;

нордон маҳсулотни фосфат хомашёсининг ўзи билан монокальцийфосфат ҳосил қилиш орқали нейтраллашнинг мақбул технологик параметрларини аниқлаш;

суперфосфатни донадорлашда унинг таркиби ва хоссаларига намлаш жараёни таъсирини ўрганиш;

суперфосфатни донадорлаш ва қуритиш жараёнининг мақбул технологик параметрларини аниқлаш;

донадорланган суперфосфат ишлаб чиқаришнинг технологик тизими, моддий баланси ва технологик режим меъёрларини ишлаб чиқиш, ишлаб чиқариш самарадорлиги тўғрисида техник-иқтисодий ҳисобларини ўтказиш;

тажриба-саноат шароитларида донадорланган суперфосфат ишлаб чиқилган технологиясини синовини ўтказиш;

Тадқиқотнинг объекти сифатида фосфорит уни, ювиб қуритилган ва ювиб куйдирилган концентратлар, концентрланган сульфат кислотаси, нордон реакцион масса, сув, нейтралланган ва донадорланган суперфосфатлар олинган.

Тадқиқотнинг предметини фосфат хомашёсини ангидритли режимда концентрланган сульфат кислотаси билан икки босқичли парчалаш жараёни ҳисобланади, бу ерда 1-чи босқичда концентрланган фосфор кислотаси ва кальций сульфатининг ангидрит шакли, 2-чи босқичда монокальцийфосфат ҳосил бўлади ва оддий суперфосфат донадорланиши ташкил этган.

Тадқиқотнинг усуллари. Диссертация ишини бажаришда кимёвий (фотоколориметрик, гравиметрик, комплексонометрик, ўлчаш, титриметрик) ва физик-кимёвий (рентгенографик) таҳлил усулларидадан фойдаланилган.

Тадқиқотнинг илмий янгилиги қуйидагилардан иборат:

паст навли фосфоритларни концентрланган сульфат кислотаси билан ангидритли режимда парчалаш имконияти асосланган;

концентрланган фосфор кислотаси, ангидрит ва монокальцийфосфат ҳосил бўлиш механизмини таъминловчи фосфат хомашёсига икки босқичли ишлов беришнинг мақбул шароитлари аниқланган;

донадорланган суперфосфат олишнинг асосли икки босқичли усули ишлаб чиқилган;

оддий суперфосфат олишнинг мустаҳкам доналарини олишга имкон берувчи нейтраллаш, намлаш, донадорлаш ва қуритишнинг мақбул шароитлари аниқланган;

донадорланган суперфосфат олишнинг жадаллашган, ресурстежамкор ва соддалашган технологияси ишлаб чиқилган.

Тадқиқотнинг амалий натижалари қуйидагилардан иборат:

монокальцийфосфат кристалларини олиш учун Марказий Қизилқумнинг уч хил турдаги фосфат хомашёси сульфат кислотаси билан ангидритли режимда парчалаш мумкинлиги аниқланган;

МҚ фосфоритларини ангидрит режимда икки босқичли парчалаш асосида соддалашган тизим бўйича донадорланган суперфосфат олиш технологияси ишлаб чиқилган.

Тадқиқот натижаларининг ишончлилиги. Кимёвий таҳлил ва физик-кимёвий (рентгенографик ва термик) тадқиқот натижалари лаборатория тажрибалари ва тажриба-саноат шароитларидаги синовлар билан тасдиқланган.

Тадқиқот натижаларининг илмий ва амалий аҳамияти.

Тадқиқот натижаларининг илмий аҳамияти шу билан белгиланадики, улар оддий суперфосфатнинг жадаллашган технологиясини яратишга асос солган бўлиб, бу ерда I-чи босқичда концентранган фосфор кислотаси ва ангидритли гипс кальций сульфати ҳосил бўлади ва II-чи босқичда реакцион массани қолган қисми фосфорит билан ишлов бериш йўли билан монокальцийфосфат ҳосил қилиш билан изоҳланади.

Тадқиқот натижаларининг амалий аҳамияти шундан иборатки, ягона циклда карбонатли фосфоритларни ангидритли режимда донадорланган суперфосфатга қайта ишлаш технологияси мамлакатни кузги шудгорлашда қўллаш учун ерни кальцийли ва олтингугурт тутган фосфорли ўғитлар билан таъминлашга хизмат қилади.

Тадқиқот натижаларининг жорий қилиниши. МҚ фосфоритларини донадорланган суперфосфатга қайта ишлаш технологиясини ишлаб чиқиш бўйича олинган илмий натижалар асосида:

фосфорит унини ангидритли режимда икки босқичли сульфат кислотали парчалаш йўли билан оддий суперфосфат олиш технологияси «Электрокимё завод» ҚК-АЖнинг «2022-2023 йилларда амалиётга жорий этиш бўйича истиқболли ишланмалар рўйхати»га киритилган («Электрокимё завод» ҚК-АЖнинг 2022 йил 11 январдаги 5-сон маълумотномаси). Натижада, фосфордан ташқари кальций ва олтингугурт тутган донадорланган бирламчи фосфорли ўғит олиш имконини берган;

ювиб қуритилган ва ювиб куйдирилган концентратларни ангидритли режимда икки босқичли сульфаткислотали парчалаш йўли оддий суперфосфат олиш технологияси «Электрокимё завод» ҚК-АЖнинг «2022-2023 йилларда амалиётга жорий этиш бўйича истиқболли ишланмалар рўйхати»га киритилган («Электрокимё завод» ҚК-АЖнинг 2022 йил 11 январдаги 5-сон маълумотномаси). Натижада, таркибида яхши ўзлашувчан

гипс тутганлиги эвазига самарали тупроқ структурасини ҳосил қилувчи ва кимёвий мелиорант олиш имконини берган.

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

Тадқиқот натижаларининг эълон қилиниши. Диссертация мавзуси бўйича жами 14 та илмий иш чоп этилган. Жумладан, диссертациянинг (PhD) асосий илмий натижалари 8 та илмий мақола, шулардан Ўзбекистон Республикаси Олий Аттестация комиссияси томонидан чоп этиш тавсия этилган журналларда 3 таси республика ва 5 таси хорижий журналларда нашр этилган.

Диссертациянинг 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 ва зарурати асосланган, тадқиқотнинг мақсад ва вазифалари шакллантирилган, тадқиқотнинг республика фан ва технологиялар тараққиёти устувор йўналишларига мослиги кўрсатилган, тадқиқотнинг объект ва предметлари келтирилган, тадқиқотнинг илмий натижаларининг ишончлилиги асосланган, олинган натижаларнинг илмий янгилиги ва амалий аҳамияти баён қилинган, чоп этилган илмий ишлар ва диссертация тузилиши бўйича маълумотлар келтирилган.

Диссертациянинг биринчи бобида «**Дунёда ва Ўзбекистонда фосфорли ўғитлар ишлаб чиқариш ва қўллашнинг замонавий ҳолати**» фосфорли ўғитлар ишлаб чиқариш ва қўллаш суръатининг ўсиш ҳолати келтирилган. Оддий, бойитилган ва қўшалок суперфосфатлар тавсифи ва ўзига хос хусусиятлари берилган. Қоникарли хоссаларга эга оддий суперфосфат ишлаб чиқариши соҳасида баъзи техник ечимлар таҳлил қилинган. Суперфосфат ишлаб чиқариш тарихи, чоп этилган мақолаларни танқидий таҳлили асосида тадқиқотнинг мақсад ва вазифалари шакллантирилган.

Диссертациянинг иккинчи бобида «**Донадорланган суперфосфат олишнинг тадқиқот объектлари ва физик-кимёвий таҳлил усуллари**» турли хил маркадаги фосфат хомашёлар: фосфорит уни (ФУ), ювиб қуритилган концентрат (ЮҚК) ва ювиб куйдирилган концентрат (ЮКК) таҳлил қилинган. 1-жадвалда уларнинг кимёвий таркиби келтирилган.

ФУ, ЮҚК ва ЮКК минералогик таркибини аниқлаш учун уларнинг ретгенограммаси XRD-6100 (Shimadzu, Япония) дифрактометрида туширилди. Кимёвий ва рентгенографик таҳлил асосида Қизилқум фосфоритларининг минералогик таркиби ҳисобланди.

1-жадвал

Марказий Қизилқум фосфоритларининг кимёвий таркиби

Фосфат хомашёси	Компонентлар миқдори, оғир.%									
	P ₂ O ₅	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CO ₂	SiO ₂	SO ₃	F	э.қ.
ФУ	17,54	47,75	1,79	0,95	0,73	16,5	1,24	4,06	1,7	4,03
ЮҚК	25,75	52,07	0,30	1,02	0,31	10,97	1,78	1,48	2,76	1,23
ЮКК	25,77	52,70	1,20	1,15	0,63	3,60	2,39	2,67	2,58	4,49

2-жадвал

Марказий Қизилқум фосфоритларининг минералогик таркиби

Фосфат хомашёсини ташкил этувчи минераллар	Миқдор, оғир.%		
	ФУ	ЮҚК	ЮКК
Франколит (Ca ₁₀ P _{5,2} C _{0,8} O _{23,2} F _{1,8} OH)	47,19	69,27	69,32
Флюорит(CaF ₂)	0,15	0,77	0,39
Кальцит (CaCO ₃)	24,75	17,85	2,60
Доломит (CaMg(CO ₃) ₂)	8,24	1,38	10(CaO); 1,20(MgO)
Гипс (CaSO ₄ ·2H ₂ O)	8,73	3,18	4,54 (CaSO ₄)
Кальцийли силикат (Ca ₂ SiO ₄)	2,81	1,55	-
Алюминий оксиди (0,95	1,02	1,15
Темир оксиди (Fe ₂ O ₃)	0,73	0,31	0,63
Кварц (SiO ₂)	0,26	1,24	2,39
K ₂ O + Na ₂ O	1,5	0,1	0,1
Эримайдиган қолдик	4,03	1,23	4,49

Аниқландики, Қизилқум донадорлашган фосфоритларининг асосий фосфат минерали франколит ҳисобланади. Қўшимчалар сифатида кальцит, доломит, гипс, кварц, кальцийли силикат ва бошқалар иштирок этган.

Дастлабки хомашё материаллари, оралиқ ва тайёр маҳсулотларнинг турли компонентларига кимёвий таҳлиллар маълум усуллар бўйича ўтказилди. Фосфат хомашёсини парчалаш учун 93% концентрциядаги H₂SO₄ фойдаланилди.

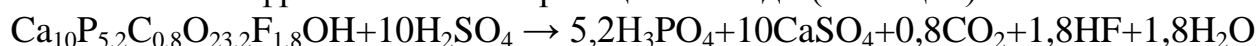
Диссертациянинг учинчи боби «**Марказий Қизилқум фосфорит унини икки босқичли парчалаш орқали донадорланган суперфосфат олиш жараёнини тадқиқ этиш**» ФУ ни икки босқичли тизим бўйича донадорланган суперфосфат олиш жараёнига бағишланган. Бунда фосфат хомашёсини концентрланган сульфат кислотаси билан минимал миқдордаги сув шароитида фосфор кислотаси экстракциясини ангидрит режимда парчалаш жараёнининг назарий асослари кўриб чиқилди. Бундан ташқари Марказий Қизилқумнинг турли хил фосфоритларидан оддий суперфосфат ишлаб чиқаришнинг технологик ҳисобларида сульфат кислотаси сарфининг стехиометрик меъерининг баҳолаш вариантлари таҳлил қилинди.

Фосфоритни парчалашда сульфат кислотаси меъерини аниқлаш учун фосфоритнинг таъсирлашувчи компонентларига кислотанинг эквимолекуляр нисбатларини қиёслаш усули, фторнинг эквивалентини қўллаш орқали таъсирлашувчи моддаларнинг эквивалент усули, кальций модулини

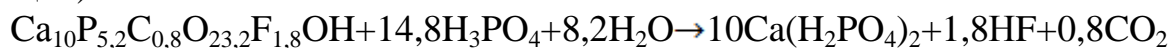
(CaO:P₂O₅) ҳисобига асосланган фтор эквивалентини ҳисобга олган ҳолда таъсирлашувчи моддаларнинг эквивалент усули, фторсиликатли модулни (CaSiF₆:P₂O₅) ҳисобга олган ҳолда хомашёнинг кальций модулига асосланган усул, «де факто» усули (тескари санок), суперфосфат таркибини аналитик аниқлаш натижаларига асосланган ҳолда ҳисоблар амалга оширилди. Барча учта турдаги хомашё – ФУ, ЮҚК ва ЮКК ни парчалашда кислота сарфини аниқ баҳолаш учун қўлланилган усулларнинг ҳеч қайси бири тўғри келмайди. Шунинг учун аналитик маълумотлар асосида франколитнинг минералогик таркиби бўйича сульфат кислотасининг тўлиқ ҳисоби амалга оширилди. Аниқландики, 1000 кг ФУ га 870,53 кг сульфат кислотаси моногидрати ёки 936 кг 93 %-ли сульфат кислотаси талаб қилинади. Бунда 242,10 кг фосфор кислотаси ажралиб чиқади, уни монокальцийфосфат ҳосил қилиш орқали 100% нейтраллаш учун эса 172,84 кг ФУ талаб этилади.

Камерали усулда фосфат хомашёсини сульфат кислотаси билан парчалаш муддатини қисқартириш мақсадида донадорланган суперфосфат олишнинг икки босқичли усули тавсия этилди, унинг моҳияти 70-80% фосфоритни Н₃Р₄ ҳосил қилишга стехиометриядан 100-105% меъёردа концентранган сульфат кислотаси билан парчалаш, кейинчалик ангидрит массага қолган қисм (20-30%) фосфорит билан ишлов беришдан иборат.

Аслини олганда, фосфор кислотасини ҳосил қилиш асосида сульфат кислотасининг франколит билан реакцияси ётади (1-босқич):



Франколитнинг фосфор кислотаси билан парчаланиш реакцияси (2-босқич):



Икки босқичли усул бўйича фосфат хомашёсининг парчаланиш механизмини аниқлаштириш учун ФУ ва 93% концентрациядаги сульфат кислотасидан фойдаланилди. Бунда, 1-чи босқичда 100% кислота меъёрида маҳсулотнинг технологик кўрсаткичларига жараённинг давомийлиги тадқиқ қилинди.

Аниқландики, ФУ нинг сульфат кислотаси билан ўзаро таъсирлашиш давомийлигининг 10 дан 60 дақиқагача ошиши билан фосфат хомашёсининг парчаланиш даражаси ортади, яъни сувда эрувчан Р₂О₅ шакли нисбий миқдорининг унинг умумий шаклга нисбати 90,22-92,32% га етади. Бунда реакцион массада умумий Р₂О₅ миқдори 9,71 дан 9,90% гача ортади, эркин нордонлик (сульфат ва фосфор кислоталари суммаси) эса 16,30 дан 15,39% гача камаяди. Ҳарорат 122⁰С га кўтарилади. Фосфат хомашёсининг максимал парчаланиш даражаси 40 дақиқа давомида эришилади. Давомийликнинг кейинги оширилиши парчаланиш коэффиценти ортишига олиб келмайди.

ФУ парчаланиш жараёнига 20 дақиқа давомийликда 93 %-ли сульфат кислотаси меъёрининг таъсири тадқиқ этилди, бу шуни кўрсатдики, кислота меъёрининг 70 дан 100% гача оширилиши билан реакцион массанинг ҳарорати 115 дан 125⁰С гача ортади. Сульфат кислотанинг меъёри қанча юқори бўлса, реакцион массада эркин нордонлик миқдори шунча юқори

бўлади. Масалан, H_2SO_4 меъёри 70% бўлганда $P_2O_{5\text{эркин}}$ миқдори 3,99% ни ташкил этса, 100 ва 110% меъёрларда мос равишда 15,84 дан 21,03% гача ортади. H_2SO_4 нинг 100 %-ли меъёрида $P_2O_{5\text{сув.эрув.}} : P_2O_{5\text{умум.}}$ нисбати 92,10%, бу эса фосфат хомашёси етарлича парчаланиш даражасидан далолат беради.

Сульфат кислотаси концентрациясининг 70% дан 94,5% гача ўзгариши кислотанинг 90 ва 100% меъёри учун парчаланиш жараёни ҳароратининг 80-83°C дан 136-140°C гача ошади. 90% дан паст концентрациядаги сульфат кислотасини ишлатиш H_3PO_4 ҳосил бўлишнинг ангидрит режимини таъминламайди.

Сульфат кислотасининг энг мақбул концентрациясини 90 ва 93% деб ҳисоблаш мумкин, бунда 2-чи босқич учун ярқли ва нам донадор ҳолатдаги масса ҳосил бўлади (3-жадвал).

3-жадвал

Сульфат кислотаси концентрация ва меъёрининг ФУ парчаланиш ҳарорати, нордон маҳсулот кимёвий таркиби ва хоссасига таъсири

H_2SO_4 концен-трацияси, %	H_2SO_4 меъёри, %	Ҳарорат, °C	P_2O_5 миқдори масс. %			$P_2O_{5\text{сув.эрув.}} / P_2O_{5\text{умум.}} \cdot 100, \%$	Бўтқа хоссаси
			$P_2O_{5\text{умум.}}$	$P_2O_{5\text{сув.эрув.}}$	*Эркин нордонлик		
70	90	80	9,37	8,62	11,04	92,0	суюқ ҳолатда
	100	83	8,73	8,22	15,37	94,16	
80	90	98	9,93	8,84	13,03	89,02	ёпишқоқ
	100	100	9,07	8,53	17,77	94,04	
90	90	118	10,28	9,53	12,07	92,70	нам доналар ҳолатида
	100	119	9,80	9,27	17,07	94,53	
93	90	120	10,39	9,54	11,01	91,82	нам доналар ҳолатида
	100	122	9,87	9,09	15,84	92,10	
94,5	90	136	10,61	9,93	11,06	93,59	қотган доналар
	100	140	10,33	9,68	15,89	93,71	

*Эркин кислоталик эркин ҳолатдаги сульфат ва фосфор кислоталари йиғиндиси сифатида аниқланди.

Донадорланган суперфосфат олишнинг иккинчи босқичида $H_3PO_{4\text{эркин}}$ ни айнан шу ФУ билан нейтралланди. ФУ меъёри монокальцийфосфат ҳосил қилишга стехиометриядан 100 дан 200% га ўзгартирилди. Бунда H_2SO_4 умумий меъёри (фосфат хомашёсини парчаланишнинг 1-чи ва 2-чи босқичлари қўшилганда) монокальцийфосфат ҳосил қилишда 97,3 дан 111,6% гачани ташкил этди (4-жадвал).

4-жадвалдан кўриш мумкинки, ФУ меъёри оширилиши бир томондан $P_2O_{5\text{эркин}}$ миқдорини камайтирса, бошқа томондан тайёр маҳсулотда $P_2O_{5\text{умум.}}$ миқдорини оширади. Эркин нордонлик ва маҳсулотлардаги P_2O_5 шаклининг ўзлашувчан ва сувда эрувчан миқдорларини инобатга олган ҳолда ФУ нинг мақбул меъёрини 200% (H_2SO_4 умумий меъёрида 97,3%) деб ҳисоблаш мумкин. Бу ҳолатда маҳсулотда $P_2O_{5\text{эркин}}$ миқдори 5% дан ортмайди, $P_2O_{5\text{умум.}}$ – 11,06%, $P_2O_{5\text{ўзл.}} : P_2O_{5\text{умум.}} = 91,77\%$ ва $P_2O_{5\text{сув.эрув.}} : P_2O_{5\text{умум.}} = 79,20\%$ ва доналар мустаҳкамлиги 1,19 МПа.

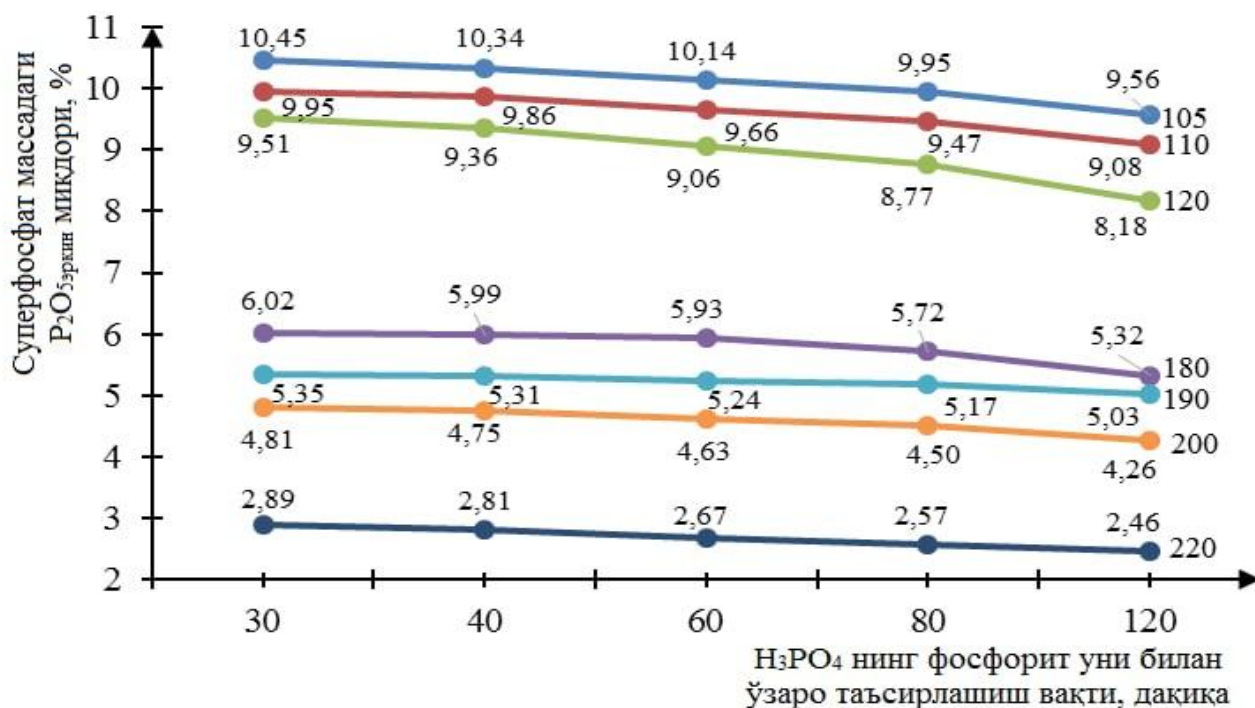
4-жадвал

ФУ меъёрининг нейтралланган маҳсулот таркиб ва хоссасига таъсири

ФУ меъёри, %	H ₂ SO ₄ умумий меъёри, %	P ₂ O ₅ микдори, масс.%				P ₂ O ₅ ўзл./ P ₂ O ₅ умум. ·100, %	P ₂ O ₅ сув.эрув. / P ₂ O ₅ общ. ·100, %	Доналар мустаҳкамлиги, МПа
		P ₂ O ₅ умум.	P ₂ O ₅ ўзл.	P ₂ O ₅ сув.эрув.	P ₂ O ₅ эркин			
100	111,6	10,52	9,84	9,27	10,56*	93,54	88,12	0,41
105	110,8	10,56	9,90	9,21	10,54	93,75	87,21	0,42
110	110,0	10,60	10,0	9,15	10,05	94,34	86,32	0,58
120	108,4	10,67	10,12	9,02	9,67	94,84	84,54	0,68
150	103,9	10,79	10,43	9,01	7,88	96,66	83,50	1,0
180	99,8	10,90	10,65	9,0	6,09	97,71	82,57	1,15
200	97,3	11,06	10,15	8,76	4,87	91,77	79,20	1,19

*Эркин кислоталик эркин ҳолатдаги сульфат ва фосфор кислоталари йиғиндиси сифатида аниқланди.

1-расмда нейтраллашга ФУ нинг ҳар хил меъёрларида эркин шаклдаги P₂O₅ микдорига нейтраллаш жараёни давомийлигининг таъсири бўйича маълумотлар келтирилган. Фосфор кислотасини нейтраллашга ФУ мақбул меъёри 200-220% ташкил этади. Бунда нейтраллаш жараёни давомийлигига боғлиқ бўлмаган равишда P₂O₅эркин 3-5% дан ортмайди.



1-расм. Реакцион масса H₃PO₄ билан фосфорит унининг ўзаро таъсирлашув вақтига боғлиқ равишда суперфосфатдаги P₂O₅ микдори

180 %-ли меъёрдаги ФУ нейтраллашда нейтралланган суперфосфатни қуришда P₂O₅умум. қуришгача 11,06% гача ташкил этган бўлса, қуришдан кейин у 12,12% гача ортади, P₂O₅эркин эса аксинча 4,87 дан 4,24% гача камаяди (4-жадвал). P₂O₅ шакларининг ўзлашувчан ва сувда эрувчан микдорлари мос равишда 91,77 дан 87,37% гача ва 79,20 дан 74,09% гача камаяди.

Таъкидлаш лозимки, реакцион массада намлик миқдори етишмаслиги туфайли доналар ҳосил бўлиши (1-4 мм 50% дан, 80-90% дан кам бўлмаси шарт) ва доналар мустаҳкамлиги (≥ 1 МПа, ≥ 2 МПа бўлиши шарт) етарли даражада бўлмайди.

Ушбу салбий ҳолатни бартараф қилиш мақсадида нейтралланган маҳсулотни донадорлаш жараёни маълум миқдордаги сув иштирокида амалга оширилди. Бунда сув миқдорини 100г маҳсулотга нисбатан 12 дан 17% гача H_2O ўзгартирилди. Бу ҳолатда ҳар хил ўлчамда юмолоқ шаклдаги етарли даражада қаттиқ доналар ҳосил бўлади.

Аниқландики, фосфорит уни меъёри ва реакцион масса намлиги қанча кўп бўлса, маҳсулот доналари мустаҳкамлиги шунча юқори бўлади. Масалан, 12% H_2O иштирокида 2 МПа дан кам бўлмаган мустаҳкамликка эга маҳсулотни 200-220% меъёрдаги фосфорит унида, 15 ва 17% H_2O бўлганда стехиометриядан 190-220% фосфорит унида олиш мумкин. Бу шароитларда қуйидаги маҳсулотлар олинади:

12% сув қўшиш билан тайёр маҳсулотларнинг таркиби қуйидаги кўринишга эга бўлади: $P_2O_{5\text{эркин}} - 0,96-1,19\%$, $P_2O_{5\text{умум.}} - 12,38-12,53\%$, $P_2O_{5\text{ўзл.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}} = 91,54-91,68\%$ ва $P_2O_{5\text{сув.эрув.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}} = 72,70-77,14\%$, уларнинг доналар мустаҳкамлиги эса 1,98-2,19 МПа ташкил этади;

15% сув қўшиш билан тайёр маҳсулотлар қуйидаги таркибга эга бўлади: $P_2O_{5\text{эркин}} - 1,13-1,53\%$, $P_2O_{5\text{умум.}} - 11,83-11,93\%$, $P_2O_{5\text{ўзл.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}} = 92,04-92,39\%$ ва $P_2O_{5\text{сув.эрув.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}} = 73,01-77,85\%$, уларнинг доналар мустаҳкамлиги эса 1,96-2,34 МПа ташкил этади;

17% сув қўшиш билан тайёр маҳсулотлар қуйидаги таркибга эга бўлади: $P_2O_{5\text{эркин}} - 1,19-1,60\%$, $P_2O_{5\text{умум.}} - 11,80-11,90\%$, $P_2O_{5\text{ўзл.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}} = 92,18-92,54\%$ ва $P_2O_{5\text{сув.эрув.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}} = 74,28-78,56\%$, уларнинг доналар мустаҳкамлиги эса 1,93-2,26 МПа ташкил этади.

Рентгенографик таҳлил усулларда аниқландики, маҳсулот монокальцийфосфат ва дикальцийфосфат ва уларни моногидратлари, кальций сульфат ангидрити ва ярим гидратидан ташкил топган.

Энг асосийси, тайёр маҳсулотнинг барча намуналарида $H_3PO_{4\text{эркин}}$ 1,5-2,5% дан ошмайди ($H_3PO_{4\text{эркин}} \geq 5\%$ бўлиши шарт). Олинган маҳсулотлар бирламчи фосфорли ўғитлар ҳисобланди, бунда танқис аммиак бўлмайди. Улар барча турдаги тупроқлар ва барча турдаги қишлоқ хўжалик экинларида кузги шудгорда солиш учун самарали қўлланилади.

Диссертациянинг тўртинчи боби «**Ювиб қуритилган ва ювиб куйдирилган концентратларни икки босқичли парчалаш орқали донадорланган суперфосфат олиш жараёнини тадқиқ этиш**» ЮКК ва ЮКК дан донадорланган суперфосфат олиш жараёнига бағишланган.

ЮКК ва ЮКК парчалаш жараёнига давомийлик таъсири 93 %-ли сульфат кислотаси ва ангидрит режимда H_3PO_4 ҳосил бўлишига стехиометриядан 100%, жараён вақти 2 дан 60 дақиқача ўрганилди. ЮКК ни парчалашда ҳарорат $130^\circ C$, ЮКК концентратни парчалашда $175^\circ C$ гача кўтарилади. ЮКК парчаланишида ҳароратнинг ЮКК га нисбатан

кўтарилиши юқори миқдордаги эркин ҳолатдаги кальций оксиди ва нисбатан кам миқдордаги кальций карбонати миқдорлари билан тушунтирилади.

ЮҚК ва ЮКК парчаланиш маҳсулотларида умумий ва эркин шаклдаги P_2O_5 миқдори ФУ парчаланиш маҳсулотларига нисбатан анча юқоридир. Уларда юқори миқдордаги сувда эрувчан шаклдаги P_2O_5 қайд этилган.

Масалан, парчаланиш давомийлигининг 10 дан 60 дақиқагача ошиши билан P_2O_5 нинг умумий шакли амалий жиҳатдан ўзгармайди ва ЮҚК қўлланилганида 13,71-14,11% ва ЮКК қўлланилганида 13,62-13,91% ташкил этади. Бунда ЮҚК учун сувда эрувчан шаклдаги P_2O_5 12,57-13,08% ва ЮКК учун 12,68-13,24% ташкил этади. P_2O_5 нинг сувда эрувчан шакли миқдорининг нисбий миқдори 91,68-92,70% ва 93,08-95,18% ташкил этади. ЮҚК ни парчалошда эркин нордонлик миқдори 19,77-20,70% ва ЮКК парчалошда 19,41-18,51% ташкил этади.

Жараён давомийлиги 20 дақиқада сувда эрувчан P_2O_5 нинг умумий шаклига нисбати миқдори ЮҚК учун 92,24% ва ЮКК учун 93,37% ташкил этади. Ушбу вақт камерали усулда оддий суперфосфат олишга (1,5 соат) нисбатан анча камдир, фосфат хомашёнинг парчаланиш даражаси эса ҳосил бўлган фосфор кислотасини нейтраллаш учун фосфат хомашёнинг парчаланиш даражаси учун етарли даражада бўлади.

H_3PO_4 ҳосил бўлишида сульфат кислотаси меъерининг 70% дан 110% гача оширилиши ЮҚК парчаланиш ҳарорати $115^{\circ}C$ дан $135^{\circ}C$ гача, ЮКК парчаланиш ҳароратини $160^{\circ}C$ дан $180^{\circ}C$ гача ошишига олиб келади.

Шуни инобатга олган ҳолда, ЮҚК ва ЮКК нордон маҳсулотлардаги P_2O_5 миқдори баробар ва ЮҚК ни парчалошда P_2O_5 нинг умумий шакли 16,55% дан 13,39%, P_2O_5 нинг сувда эрувчан шакли 12,59-12,72% оралиғида ётади, ЮКК парчалошда эса сульфат кислотаси меъери 70% да 10,86% дан 110% меъёрда 13,14% гача ортади.

Эркин кислоталик миқдори ЮҚК ни парчалошда 7,34% дан 23,77% гача ва ЮКК парчалошда 7,13% дан 22,44% гача ўзгаради.

ЮКК парчаланиш маҳсулотларида сувда эрувчан P_2O_5 шакли миқдорининг ЮҚК га нисбатан камайиши содир бўлаётган жараён ҳарорат режими билан аниқланади. Юқори ҳарорат мавжуд бўлган сувни буғлатишга ёрдам беради, бу эса сульфат кислотасининг оқувчанлигини, ва мос равишда фосфат хомашёсининг парчаланиш даражасини камайтиради.

Сульфат кислотасининг кам меъерида (70-80%) ЮКК нинг парчаланиш даражаси ЮҚК парчаланиш даражасидан паст бўлади. Сульфат кислотаси 90% меъерида бу қийматлар ЮҚК ва ЮКК учун мос равишда 86,11% ва 86,22% кўрсаткичга етади.

Сульфат кислотаси меъерининг 100% гача ва ортиғида ошишида ЮКК нинг парчаланиш даражаси ЮҚК нинг парчаланиш даражасидан ортади, бунда 93,37-98,13% қиймати ЮҚК даги 92,24-94,31% дан ошади.

Донадорланган суперфосфат олишнинг мақбул технологик параметрларини аниқлаш учун ЮҚК ва ЮКК дан сульфат кислотасининг 70-94,5% концентрацияларида ангидрит режимда кислотанинг 90 ва 100%

меъёрида парчаланиш жараёни ҳарорати, нордон маҳсулот кимёвий таркиби ва хоссасига 20 дақиқа жараён давомийлиги ўрганилди.

ЮҚК концентратни парчаланишнинг ангидрит режимини сақлаш учун сульфат кислотасининг мақбул концентрацияси 93-94,5%, ЮҚК учун кислота концентрацияси 90-93%, унинг меъёри эса 100% ҳисобланади.

Ушбу шароитларда P_2O_5 умумий шакли миқдори ЮҚК учун 13,79-14,25% ва ЮҚК учун 13,42-14,18% ташкил этади, P_2O_5 нинг сувда эрувчан шакли ЮҚК учун 12,71% дан 13,15% гача ва ЮҚК учун 12,56% дан 13,24% гача ўзгаради. Улар эркин нордонлик миқдори бўйича ўзаро фарқ қилади. ЮҚК учун у 20,29-20,72%, ЮҚК учун эса 19,18-19,44% ташкил этади.

ЮҚК дан олинган нордон суперфосфатда P_2O_5 сувда нисбий эрувчан шаклининг умумий шакли миқдори 92,24-92,28%, ЮҚК учун эса 93,59-93,37% ни ташкил этади.

Юқорида келтирилганлардан хулоса қилинадики, ЮҚК ва ЮҚК парчаланиш маҳсулотлари сульфат ва фосфор кислоталари кўринишида 20% гача эркин нордоликни тутати. Шу сабабли 2-чи босқичда монокальцийфосфат ҳосил қилиш ва суперфосфатни донадорлаш учун нордон маҳсулотлар дастлабки фосфат хомашё – ЮҚК ва ЮҚК билан нейтралланди.

Кўрсатдики, эркин нордонликни нейтраллашга ЮҚК меъёрининг 100% дан 270% гача оширилиши P_2O_5 умумий миқдорининг 15,84% дан 17,30% гача, ўзлашувчан шаклининг 13,35% дан 14,05% гача ортишига олиб келади. Бунда сувда эрувчан P_2O_5 шакли 13,32% дан 11,82% гача, эркин нордонлик эса 12,46% дан 3,61% гача камаёди (5-жадвал).

5-жадвал

ЮҚК меъёринининг сульфат кислотаси билан нейтралланган маҳсулот кимёвий таркиби ва хоссоасига таъсири

ЮҚК меъёри, %	P_2O_5 миқдори, масс.%				$P_2O_{5\text{ўзл.}} / P_2O_{5\text{умум.}} \cdot 100, \%$	$P_2O_{5\text{сув.эрув.}} / P_2O_{5\text{умум.}} \cdot 100, \%$	Доналар мустаҳкамлиги, МПа
	$P_2O_{\text{умум.}}$	$P_2O_{5\text{ўзл.}}$	$P_2O_{5\text{сув.эрув.}}$	$P_2O_{5\text{эркин}}$			
100	15,84	13,35	13,32	12,46	84,28	84,09	0,68
180	16,76	13,79	12,76	8,00	82,28	76,13	0,56
200	17,17	13,97	12,60	6,60	81,36	73,38	0,68
220	17,27	14,05	12,25	5,46	81,35	70,93	0,67
240	17,28	14,05	11,85	4,50	81,30	68,57	0,57
260	17,29	14,05	11,83	3,87	81,26	68,42	0,63
270	17,30	14,05	11,82	3,61	81,21	68,32	0,66

*Эркин кислоталик эркин ҳолатдаги сульфат ва фосфор кислоталари йиғиндиси сифатида аниқланди.

P_2O_5 нисбий ўзлашувчан шакли миқдорининг унинг умумий миқдорига нисбати 84,28% дан 81,21% гача, сувда эрувчан шакли эса 84,09% дан 68,32% гача камаёди. Доналар мустаҳкамлиги ЮҚК меъёрига амалий жиҳатдан боғлиқ бўлмайди ва 0,56-0,68 МПа ни ташкил этади.

Нордон суперфосфат учун ЮҚК ёрдамида нейтраллашда шунга ўхшаш ҳолат кузатилади. $P_2O_{5\text{умум.}}$ миқдори 100% меъёрда 15,72% гача ва 320%

меъёрда 17,255 гача ортади, нейтралловчи агент – ЮҚК дан фарқли уларок $P_2O_{5\text{ўзл.}}$ эса 100% меъёрда 12,39% гача ва 320% меъёрда 12,39% гача камаяди. Бунда сувда эрувчан P_2O_5 шакли миқдори 12,63% дан 10,59% гача, эркин нордонлик эса 9,76% дан 3,99% гача камаяди. $P_2O_{5\text{ўзл.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ нисбати 84,48% дан 71,83% гача, $P_2O_{5\text{сув.эрув.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ эса 80,34% дан 61,33% гача камаяди. Гарчанд, ЮҚК меъёри ошиши билан маҳсулотларнинг доналар мустаҳкамлиги 1,23 дан 1,54 МПа гача ортади.

Сутка давомида 100-110⁰С ҳароратларда қуритиш нисбий ўзлашувчан ва сувда эрувчан шакллардаги P_2O_5 га деярли таъсир кўрсатмайди. Масалан, нейтраллашга ЮҚК нинг 200% дан ошиқ меъёрда $P_2O_{5\text{ўзл.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ ва $P_2O_{5\text{сув.эрув.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ мос равишда 81,43-81,57% ва 70,0-70,52% ни ташкил этади, эркин нордонлик 3,50-4,86%, доналар мустаҳкамлиги эса 0,99-1,18 МПа га тенг бўлади. ЮҚК дан олинган нейтралланган суперфосфатни қуритишда ЮҚК меъёрининг 180-300% гача ошиши билан ўзлашувчан ва сувда эрувчан P_2O_5 шакллари миқдори 79,44% дан 74,88% гача ва 64,92 дан 55,83% гача камаяди. Бунда эркин нордонлик 4,80% дан 3,06% гача камаяди, доналар мустаҳкамлиги эса 1,67 МПа дан 1,78 МПа гача ортади.

ЮҚК нинг 180-240% меъёрларида 30-120 дақиқаларда жараён давомийлигини таъсири бўйича тадқиқотлар $P_2O_{5\text{эркин}}$ фақатгина 4,21% гача, ЮҚК нинг 180-300% меъёрида эса 4,04% P_2O_5 гача камайишини кўрсатди.

$P_2O_{5\text{эркин}}$ миқдори бўйича ГОСТ талабларига мос келувчи донадорланган суперфосфат олишнинг мақбул технологик параметрларини аниқлаш учун нейтралланган суперфосфатни 12, 15 ва 17% H_2O намлик миқдоригача намлаш орқали донадорлаш жараёни тадқиқоти ўтказилди.

Аниқландики, ЮҚК меъёри 200-260% да суперфосфатни 12, 15 ва 17% гача намлашда $P_2O_{5\text{эркин}}$ миқдори сезиларли даражада камаяди ва мос равишда 0,88-0,17%, 0,91-0,42% ва 0,96-0,56% ташкил этади.

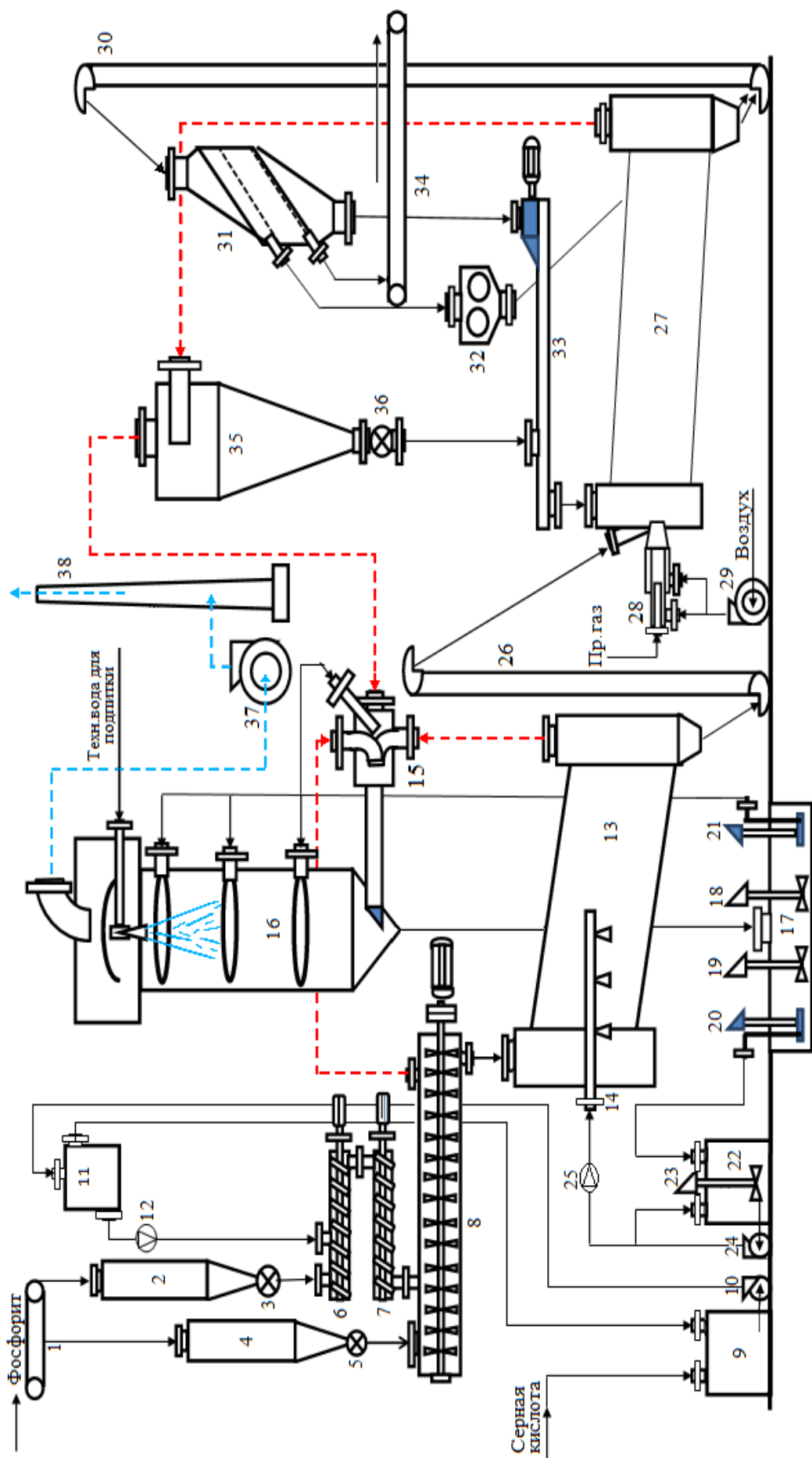
ЮҚК нинг 220% меъёрида 15% сув қўшилганда тайёр маҳсулот қуйидагича таркибда бўлади: $P_2O_{5\text{эркин}}$ – 0,71%, $P_2O_{5\text{умум.}}$ – 17,80%, $P_2O_{5\text{ўзл.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ = 82,19%, $P_2O_{5\text{сув.эрув.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ = 74,77% доналар мустаҳкамлиги 3,26 МПа ва pH = 3,0.

ЮҚК нинг 180-300% меъёрларида 12, 15 ва 17% сувгача 2,92-0,17%, 2,98-0,31% ва 3,01-0,48% гача намлашда $P_2O_{5\text{эркин}}$ миқдори камаяди.

Нейтраллашга ЮҚК нинг 180 дан 300% гача оширилиши билан олинган оддий суперфосфат доналари мустаҳкамлиги мос равишда 12, 15 ва 17% намлик учун 1,70 дан 2,08 МПа гача, 1,73 дан 3,11 МПа гача ва 2,36 дан 3,18 МПа гача ортади.

Шундай қилиб, 15% гача намлик миқдorigа намланган ва ЮҚК ва ЮҚК – 220% меъёрида олинган донадорланган суперфосфат барча кўрсаткичлари бўйича ГОСТ талабларига мос келади.

ЮҚК ва ЮҚК дан олинган маҳсулотларнинг асосий фазалари монокальцийфосфат, дикальцийфосфат ва моногидратлари ҳамда кальций сульфати ангидрити ва ярим гидрати ҳисобланади.



2-расм. Донаторланган суперфосфат ишлаб чиқарининг технологик тизими:

1, 33, 34 – конвейерлар, 2, 4 – сарфлагич бункерлари, 3, 5 – шлюзли етгазгич, 6,7 – икки валли шнек-смеситель, 8 – турболопадли аралаштиргич-нейтрализатор, 9 – сарфлагич баки, 10, 24 – марказдан қочма насослар, 11 – босим остидаги бак, 12, 25 – сарфлагичлар, 13 – барабан гранулятор, 14 – форсунка коллектори, 15- ижекцион аралаштиргич, 16 – скруббер, 17 – чуқурлик, 18, 19 – аралаштиргичлар, 20, 21 – ботма насослар, 22 – сарфлагич баки, 23 – узатма, 26, 30 – элевагорлар, 27 – барабан қурутгич, 28 – горелка, 29, 37 – вентиляторлар, 31 – ғалвир, 32 – валкали майдалагич, 35 – циклон, 38 – баландланган труба.

Лаборатория тажрибалари натижалари асосида Марказий Қизилкум фосфоритларини икки босқичли қайта ишлаш йўли билан донадорланган суперфосфат ишлаб чиқаришининг технологик тизими ишлаб чиқилди (2-расм), моддий баланси ҳисобланди, технологик режим меъёрлари келтирилди, асосий технологик қурилмалар мажмуи танланди.

Донадорланган суперфосфат олишнинг ишлаб чиқилган технологияси «Электрокимёзавад» ҚК-АО да синовдан ўтказилди.

Дастлабки техник-иқтисодий ҳисоблар кўрсатдики, классик (камерали) усулга солиштирилганда 1 тонна донадорланган суперфосфат ишлаб чиқаришидан корхона фойдаси 134,911 минг сўмни ташкил этади.

ХУЛОСА

1. Рентгенографик ва кимёвий тадқиқот усуллари билан МҚ турли маркадаги фосфоритлар: ФУ, ЮҚК ва ЮКК ларнинг минералогик таркиби ҳисобланди. Аниқландики, МҚ донадор фосфоритларининг асосий фосфат минерали франколит (ФУ – 47,19%, ЮҚК – 69,27% ва ЮКК -69,32%) ҳисобланади. Ушбу фосфорит материаллари фосфорли ўғитлар ишлаб чиқаришида қўллаш учун тўла яроқли ҳисобланади.

2. H_3PO_4 нинг ангидритли режимида фосфат хомашёсини концентранган сульфат кислотаси билан парчалаш жараёнинг назарий асослари кўриб чиқилди. Икки босқичли режимда МҚ турли хил фосфоритлари учун оддий суперфосфат ишлаб чиқаришида сульфат кислотаси сарфининг тўлиқ стехиометрик меъёрининг баҳолаш вариантлари таҳлил қилинди. Янги турдаги фосфоритлар учун кислота сарфини анча аниқ баҳолаш учун ҳисобнинг фақатгина аналитик усуллари қўллаш талаб этилади.

3. ФУ ни концентранган сульфат кислотаси билан парчалаш бўйича тадқиқотларда концентранган H_3PO_4 ва $CaSO_4$ кристаллари олиш мумкинлиги аниқланди. H_2SO_4 концентрацияси ва меъёридан парчаланиш жараёни ҳароратининг боғлиқлиги аниқланди. Ангидрит режимда $120^\circ C$ дан паст бўлмаган ҳароратда парчаланиш жараёнини олиб бориш учун 90-110% меъёрдан паст бўлмаган 93-94% концентрациядаги сульфат кислотасини қўллаш лозим.

4. МҚ фосфоритлари икки босқичли парчалаш жараёнини ўтказишда технологик параметрларнинг таъсири ўрганилди ва кўрсатдики, биринчи босқичда 70-80% фосфат хомашёсини 93 %-ли сульфат кислотасининг 100 %-ли меъёрида жараён давомийлиги 15-20 дақиқада H_3PO_4 ва $CaSO_4$ ни ҳосил қилиш, иккинчи босқичда эса ажралиб чиққан концентранган H_3PO_4 ни қолган қисм (20-30%) фосфат хомашё билан $122^\circ C$ ҳароратда $Ca(H_2PO_4)_2$ ҳосил қилиш орқали парчалаш лозим.

5. Реакцион масса эркин нордонлигини нейтраллаш жараёнига ФУ меъёри таъсири бўйича тадқиқотлар билан аниқландики, ФУ нинг 200 %-ли меъёрида $P_2O_{5\text{эркин}}$ миқдори 5% дан ошмайди. Маҳсулот монокальцийфосфат,

дикальцийфосфат ва уларнинг монгидратлари, кальций сульфати ангидрити ва ярим гидратидан ташкил топган.

6. ФУ ни икки босқичли парчалаш, суперфосфатни 15% намликгача намлаш, кейинчалик махсулотни донадорлаш орқали оддий суперфосфат олишнинг мақбул технологик параметрлари аниқланди. 1-чи босқичдан келган реакцион массанинг эркин кислоталигини 15% H_2O иштирокида 200%-ли ФУ билан нейтраллашда қуйидаги таркибдаги оддий суперфосфат олинади (масс.%): $P_2O_{5\text{умум}}$ - 11,88; $P_2O_{5\text{ўзл}}$ - 10,96; $P_2O_{5\text{суб.эрув}}$ - 9,20; $P_2O_{5\text{эркин}}$ - 1,28 доналар мустаҳкамлиги 2,2 МПа.

7. ЮҚК ва ЮКК қўллаш орқали ангидрит тизмида донадорланган суперфосфат олишнинг мақбул технологик параметрлари ўрнатилди. Сульфат кислотасининг мақбул меъёри 90-100%, унинг концентрацияси эса 90% паст бўлмаган концентрацияси ҳисобланади. Нордон реакцион массани нейтраллаш учун эса ЮҚК ва ЮКК нинг 240 %-дан кам бўлмаган меъёри талаб этилади. Оддий суперфосфат доналари мустаҳкамлигини ошириш мақсадида донадорлашдан аввал махсулотни 15 %-ли намлаш қўлланилди. Бунда махсулотларда ЮҚК (18,04% $P_2O_{5\text{умум}}$) ва ЮКК (17,56% $P_2O_{5\text{умум}}$) учун $P_2O_{5\text{эркин}}$ миқдори мос равишда 0,51% ва 1,53% гача камаяди, доналар мустаҳкамлиги эса 2,5 ва 3,4 МПа дан ошади.

8. Ангидрит режимда МК фосфоритларини икки босқичли қайта ишлаш йўли билан донадорланган суперфосфат ишлаб чиқаришининг технологик тизими ишлаб чиқилди, моддий баланси, технологик режими меъёрлари ҳисобланди, асосий технологик қурилмалар мажмуи танланди. Ишлаб чиқилган технология тажриба-саноат шароитларида синовдан ўтказилди. 1 тонна донадорланган суперфосфат ишлаб чиқаришидан корхона фойдаси 134,911 минг сўмни ташкил этади.

**НАУЧНЫЙ СОВЕТ PhD. 03/30.12.2019.К/Т.66.02 ПО
ПРИСУЖДЕНИЮ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ ПРИ НАМАНГАНСКОМ
ИНЖЕНЕРНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМ ИНСТИТУТЕ**

ИНСТИТУТ ОБЩЕЙ И НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

ОТАБОВЕВ ХУСАН АБДУСОБИРОВИЧ

**РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ПРОСТОГО
СУПЕРФОСФАТА ПО УПРОЩЕННОЙ СХЕМЕ НА ОСНОВЕ
ФОСФОРИТОВ ЦЕНТРАЛЬНЫХ КЫЗЫЛКУМОВ**

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

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

Наманган – 2022

Тема диссертации доктора философии (PhD) зарегистрирована в Высшей аттестационной комиссии при Кабинете Министров Республики Узбекистан за номером B2021.2.PhD/T2238.

Диссертационная работа выполнена в Институте общей и неорганической химии.

Автореферат диссертации на трёх языках (узбекский, русский, английский (резюме)) на веб-странице Научного совета в информационно-образовательном портале «ZiyoNet» по адресу www.ziynet.uz

Научный руководитель: Раджабов Рузмаф
кандидат химических наук, старший научный сотрудник

Официальные оппоненты: Тураев Зокиржон
доктор технических наук, доцент
Турдиалиев Умид Мухторалиевич
доктор технических наук

Ведущая организация: Ферганский политехнический институт

Защита диссертационной работы состоится «18» марта 2022 года в «15⁰⁰» часов на заседании цифрового Научного совета PhD. 03/30.12.2019.К/Г.66.02 по присуждению научных степеней при Наманганском инженерно-технологическом институте (адресу: 160115, г. Наманган, улица Косонсой, 7. Тел.: (99869) 228-76-75; факс: (99869) 228-76-71, e-mail: niei_info@edu.uz).

С диссертацией можно ознакомиться в Информационно-ресурсном центре Наманганского инженерно-технологического института (зарегистрирован под № 451). (Адрес: 160115, г. Наманган, ул. Косонсой, 7. Тел.: (99869) 228-76-75; факс: (99869) 228-76-71.

Автореферат диссертации разослан «7» марта 2022 года.
(реестр протокола рассылки № 4 от «7» марта 2022 года).



Эргашев О.К.
Член Научного совета по присуждению
ученой степени, д.х.н., проф.

Шеркузиев Д.Ш.
Ученый секретарь Научного совета по присуждению
ученой степени, к.т.н., проф.

Дохканов Э.К.
Председатель Научного семинара при Научном совете
по присуждению ученой степени, д.т.н., доц.

ВВЕДЕНИЕ (аннотация диссертации доктора философии (PhD))

Актуальность и востребованность темы диссертации. Обеспечение пищевой безопасности в мире и разработка четких программных механизмов является одним из важных и глобальных вопросов. Следует отметить, что это будет невозможно без развития сельского хозяйства, которое является одной из основных отраслей в стране. Принимается ряд мер по формированию современной экономики и обеспечению сельского хозяйства в нашей стране. В частности, одним из эффективных решений обеспечения населения продовольствием является использование фосфорных удобрений для получения высокой урожайности и качественной продукции. Поэтому важно разработать и внедрить упрощенную технологию получения комплексных минеральных удобрений, содержащих необходимые растениям элементы питания.

В мире проводятся научные исследования по получению простого, двойного и тройного суперфосфатов, основанные на использовании более богатых фосфатных руд, но запасы которых истощаются и вместо них вовлекаются во всех возрастающих масштабах более бедные фосфоритовые (15-20% P_2O_5) и очень бедные апатитовые руды (4-8% P_2O_5). В этом плане особое внимание уделяется разработкам интенсивных и экономичных способов, обосновывающие научно-технические решения по следующим направлениям: нахождению оптимальных технологических параметров по двухстадийному способу разложения низкосортных фосфоритов концентрированной серной кислотой в ангидритном режиме; разработке эффективной технологии получения гранулированного суперфосфата.

В республике на основе широкомасштабных мероприятий и инновационных разработок достигаются существенные результаты в области переработки низкосортных фосфоритов на одинарные и сложные фосфорсодержащие удобрения. В третьем направлении стратегии развития Республики Узбекистан на 2017-2021 годы отмечены важные задачи, направленные на «...развитие высокотехнологичных перерабатывающих отраслей, прежде всего по производству готовой продукции с высокой добавленной стоимостью на базе глубокой переработки местных сырьевых ресурсов...²». В этом аспекте важное значение имеет разработка интенсивной технологии получения гранулированного суперфосфата путем двухстадийного разложения низкосортных фосфоритов Центральных Кызылкумов (ЦК) концентрированной серной кислотой в ангидритном режиме по упрощенной схеме.

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 дальнейшему развитию Республики Узбекистан» и в Постановлениях

² Указ Президента Республики Узбекистан «Стратегия действий по пяти приоритетным направлениям развития Республики Узбекистан в 2017-2021 годах»

Президента Республики Узбекистан ПП-3698 от 07 мая 2018 года «О дополнительных мерах по совершенствованию механизмов внедрения инноваций в отрасли и сферы экономики», ПП-4265 от 3 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 технологии в республике. Настоящее исследование выполнено в соответствии с приоритетным направлением развития науки и технологий в республике: VII. «Химические технологии и нанотехнологии».

Степень изученности проблемы. В научно-технической литературе имеются множество публикаций по получению одинарных фосфорных удобрений путем переработки Каратауских, Кызылкумских и других видов фосфатного сырья серной и фосфорной кислотами (С.Вольфович, М.Е.Позин, М.Н.Набиев, В.Ф.Кармышов, Ш.С.Намазов, И.И.Усманов, С.М.Таджиев, Х.Ч.Мирзакулов, И.Т.Шамшидинов, М.Т. Жураев и другие).

Российскими учеными разработаны технологии получения простого и двойного суперфосфатов из легко разлагаемых фосфоритов камерным и камерно-поточным способами. М.Н.Набиев и его последователи разработали технологию переработки фосфоритов Каратау на простой аммонизированный суперфосфат и внедрили её в промышленное производство. Более современную технологию получения простого суперфосфата разработал С.М.Таджиев, сущность которого заключается в разложении сырья концентрированной серной кислотой в две стадии. На первой стадии карбонатное фосфатное сырьё декарбонизируют основной частью концентрированной серной кислотой, затем доразлагают оставшейся частью серной кислоты (С.М.Таджиев, Ш.С.Намазов).

Однако двухстадийное разложение фосфатного сырья в ангидритном режиме не рассмотрено. При этом на 1-ой стадии фосфатное сырьё обрабатывается стехиометрическим расходом концентрированной H_2SO_4 (93%), в условиях образования концентрированной фосфорной кислоты и кристаллов ангидрита (сульфат кальция) при повышенных температурах (120-130°C). А на второй стадии, образовавшийся концентрированный раствор H_3PO_4 в смеси с серной участвует в реакции с дополнительным вводимым количеством фосфатного сырья, что является основой механизма химического образования монокальцийфосфата и гранулирования суперфосфатной массы.

Связь диссертационного исследования с тематическим планом научно-исследовательских работ. Диссертационная работа выполнена в рамках плана научно-исследовательских работ Института общей и неорганической химии по прикладному проекту ПЗ-20170926269 «Разработка ресурсосберегающей и высокоэффективной технологии получения одинарного и сложного фосфорных удобрений на основе минерализованной массы и мытого сушеного концентрата фосфоритов Центральных Кызылкумов» (2018-2020гг.).

Целью исследования является разработка технологии получения гранулированного суперфосфата по упрощенной схеме на основе двухстадийного разложения фосфоритов ЦК в ангидритном режиме.

Задачи исследования:

определение химического и минерального состава, изучение физико-химических свойств фосфоритов ЦК (фосфоритовая мука, мытый сушеный и мытый обожженный концентраты);

исследование процесса двухстадийного разложения различных видов фосфоритов ЦК серной кислотой в ангидритном режиме в зависимости от нормы, концентрации кислоты и времени контактирования;

установление оптимальных технологических параметров нейтрализации кислого продукта тем же фосфатным сырьем с образованием монокальцийфосфата;

изучение влияния процесса увлажнения на состав и свойства суперфосфата при его грануляции;

установление оптимальных технологических параметров процесса грануляции и сушки суперфосфата;

разработка технологической схемы, материального баланса и нормы технологического режима, проведение технико-экономических расчетов об эффективности производства гранулированного суперфосфата;

апробация разработанной технологии гранулированного суперфосфата в опытно-промышленных условиях.

В качестве объекта исследования взяты фосфоритовая мука, мытый сушеный и мытый обожженный концентраты, концентрированная серная кислота, кислая реакционная масса, вода, нейтрализованный и гранулированный суперфосфаты.

Предметом исследования являются процесс двухстадийного разложения фосфатного сырья концентрированной серной кислотой в ангидритном режиме, где на 1-ой стадии образуется концентрированная фосфорная кислота и ангидрит сульфата кальция, на 2-ом монокальцийфосфат и происходит грануляция простого суперфосфата.

Методы исследований. При выполнении диссертационной работы использованы химические (фотокалориметрический, гравиметрический, комплексонометрический, весовой, титриметрический) и физико-химические (рентгенографический) методы анализа.

Научная новизна диссертационного исследования заключается в следующем:

обоснована возможность разложения низкосортных фосфоритов концентрированной серной кислотой в ангидритном режиме;

определены оптимальные условия двухстадийной обработки фосфатного сырья, обеспечивающие механизмы образования концентрированной фосфорной кислоты, ангидрита и монокальцийфосфата;

разработаны основы двухстадийного способа получения гранулированного суперфосфата;

установлены оптимальные условия нейтрализации, увлажнения,

грануляции и сушки, при котором получают прочные гранулы простого суперфосфата;

разработана интенсивная ресурсосберегающая и упрощенная технология получения гранулированного суперфосфата.

Практические результаты исследования заключаются в следующем:

установлена возможность разложения трех видов фосфатного сырья Центральных Кызылкумов серной кислотой в ангидритном режиме для получения кристаллов монокальцийфосфата;

разработана технология получения гранулированного суперфосфата по упрощенной схеме на основе двухстадийного разложения фосфоритов ЦК в ангидритном режиме.

Достоверность результатов исследования. Результаты химических анализов и физико-химических (рентгенографический, термический) исследований подтверждены лабораторными опытами и апробациями в опытно-промышленных условиях.

Научная и практическая значимость результатов исследования.

Научная значимость результатов исследования определяется тем, что они заложили основу создания интенсивной технологии простого суперфосфата, где на I-ой стадии образуется концентрированная фосфорная кислота и ангидритный гипс и во II-ой стадии путем обработки реакционной массы оставшейся частью фосфорита образуется монокальцийфосфат и гранулируется суперфосфатная масса.

Практическая значимость результатов исследования заключается в разработке технологии переработки карбонатных фосфоритов на гранулированный суперфосфат в ангидритном режиме в одном технологическом цикле и обеспечении потребности страны в кальций и серосодержащих фосфорных удобрениях для использования под осеннюю зяблевую вспашку.

Внедрение результатов исследования. На основе полученных научных данных по разработке технологии переработки фосфоритов ЦК на гранулированный суперфосфат:

технология получения простого суперфосфата путем двухстадийного сернокислотного разложения фосфоритовой муки в ангидритном режиме включена в перечень перспективных разработок для реализации на СП-АО «Электрохимзавод» на 2022-2023 годы (справка СП-АО «Электрохимзавод» №5 от 11 января 2022г.). В результате создана возможность получения гранулированного одинарного фосфорного удобрения, содержащего помимо фосфора, кальций и серу;

технология получения простого суперфосфата путем двухстадийной сернокислотной переработки мытого сушеного и мытого обожженного концентратов в ангидритном режиме включена в перечень перспективных разработок для реализации на СП-АО «Электрохимзавод» на 2022-2023 годы (справка СП-АО «Электрохимзавод» №5 от 11 января 2022г.). В результате появилась возможность получения эффективного

структурообразователя почв и химического мелиоранта, благодаря содержанию в своем составе хорошо усвояемого гипса.

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

Опубликованность результатов исследования. По теме диссертации опубликовано 14 научных работ, из них 8 научных статей, в том числе 3 в республиканских журналах и 5 в зарубежных журналах, рекомендованных Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан для публикации основных научных результатов докторских диссертаций (PhD).

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

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

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

В первой главе диссертации «**Современное состояние производства и потребление фосфорсодержащих удобрений в мире и Узбекистане**» приведено состояние динамики производства и потребления фосфорсодержащих удобрений. Дана характеристики и отличительные особенности простого, обогащенного и двойного суперфосфатов. Проанализированы некоторые технические решения в области производства простого суперфосфата с удовлетворительными свойствами. На основе глубокого, критического анализа хронологии производства суперфосфата, опубликованных материалов сформулированы цель и задачи исследования.

Во второй главе диссертации «**Объекты исследования и методы физико-химического анализа производства гранулированного суперфосфата**» проанализированы различные марки фосфатного сырья: фосфоритовой муки (ФМ), мытого сушеного концентрата (МСК) и мытого обожженного концентрата (МОК). В табл. 1 приведен их химический состав.

Для определения минералогического состава ФМ, МСК и МОК были сняты их рентгенограммы на дифрактометре XRD-6100 (Shimadzu, пр-во Япония). На основе химического и рентгенографического анализа рассчитан минералогический состав фосфоритов Кызылкумов (таблица 2).

Таблица 1

Химический состав фосфоритов Центральных Кызылкумов

Фосфатное сырье	Содержание компонентов, вес. %									
	P ₂ O ₅	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CO ₂	SiO ₂	SO ₃	F	н.о.
ФМ	17,54	47,75	1,79	0,95	0,73	16,5	1,24	4,06	1,7	4,03
МСК	25,75	52,07	0,30	1,02	0,31	10,97	1,78	1,48	2,76	1,23
МОК	25,77	52,70	1,20	1,15	0,63	3,60	2,39	2,67	2,58	4,49

Таблица 2

Минералогический состав фосфоритов Центральных Кызылкумов

Минеральные составляющие фосфатного сырья	Количество, вес. %		
	ФМ	МСК	МОК
Франколит (Ca ₁₀ P _{5,2} C _{0,8} O _{23,2} F _{1,8} OH)	47,19	69,27	69,32
Флюорит (CaF ₂)	0,15	0,77	0,39
Кальцит (CaCO ₃)	24,75	17,85	2,60
Доломит (CaMg(CO ₃) ₂)	8,24	1,38	10(CaO); 1,20(MgO)
Гипс (CaSO ₄ ·2H ₂ O)	8,73	3,18	4,54 (CaSO ₄)
Кальциевый силикат (Ca ₂ SiO ₄)	2,81	1,55	-
Оксид алюминия (Al ₂ O ₃)	0,95	1,02	1,15
Оксид железа (Fe ₂ O ₃)	0,73	0,31	0,63
Кварц (SiO ₂)	0,26	1,24	2,39
K ₂ O + Na ₂ O	1,5	0,1	0,1
Нерастворимый остаток	4,03	1,23	4,49

Установлено, что главным фосфатным минералом зернистых фосфоритов Кызылкумов является франколит. В качестве примесей присутствуют кальцит, доломит, гипс, кварц, кальциевый силикат и др.

Химический анализ сырьевых материалов, промежуточных и готовых продуктов на содержание различных компонентов проводили по известным методикам. Для разложения фосфатного сырья использовали серную кислоту с концентрацией 93% H₂SO₄.

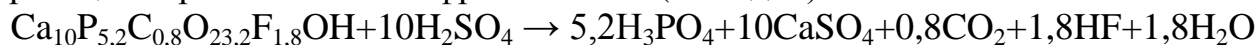
Третья глава диссертации «Исследование процесса получения гранулированного суперфосфата двухстадийным разложением фосфоритовой муки Центральных Кызылкумов» посвящена процессу получению гранулированного суперфосфата по двухстадийной схеме сернокислотного разложения ФМ. При этом рассмотрены теоретические основы процесса разложения фосфатного сырья концентрированной серной кислотой в ангидритном режиме экстракции фосфорной кислоты в условиях минимального содержания воды. Также проанализированы варианты оценки стехиометрической нормы расхода серной кислоты в технологических расчетах производства простого суперфосфата из различных фосфоритов Центральных Кызылкумов.

Для установления нормы серной кислоты на разложение фосфорита произведен расчет с использованием метода сопоставления эквимолекулярных соотношений кислоты к реагирующим компонентам фосфоритов, метода эквивалентности реагирующих веществ с

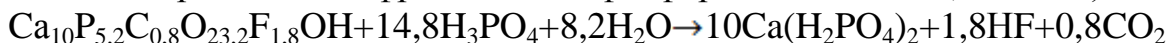
использованием эквивалента фтора, метод эквивалентности реагирующих веществ с учетом эквивалента фтора, основанный на учете кальциевого модуля ($\text{CaO}:\text{P}_2\text{O}_5$), метод основанный на кальциевом модуле сырья с учетом фторсиликатного модуля ($\text{CaSiF}_6:\text{P}_2\text{O}_5$), метода «де факто» (обратного подсчета), основанный на результатах аналитического определения состава суперфосфата. Для точной оценки расхода кислоты на разложение всех трех видов сырья - ФМ, МСК и МОК не подходит ни один из использованных методов. Поэтому были проведен полный расчет нормы серной кислоты по минеральному составу франколита с учетом примесей на основе аналитических данных. Установлено, что на 1000 кг ФМ необходимо 870,53 кг моногидрата серной кислоты или 936 кг 93 %-ной серной кислоты. При этом выделяется 242,10 кг фосфорной кислоты, а для её 100% нейтрализации с образованием монокальцийфосфата необходимо 172,84 кг ФМ.

С целью сокращения сроков разложения фосфатного сырья серной кислотой камерным методом предложен двухстадийный способ получения гранулированного суперфосфата, сущность которого заключается в разложения 70-80% фосфорита концентрированной серной кислотой при норме 100-105% от стехиометрии на образование H_3PO_4 с последующей обработкой ангидритной массы оставшейся частью (20-30%) фосфорита.

На самом же деле, в основе образования фосфорной кислоты лежит реакция серной кислоты с франколитом (1-стадия):



Реакция разложения франколита с фосфорной кислотой (2-стадия):



Для выяснения механизма разложения фосфатного сырья по двухстадийному способу использовали ФМ и серную кислоту с концентрацией 93%. При этом на 1-ой стадии исследовано влияния продолжительности процесса разложения на технологические показатели продукта при норме кислоты - 100%.

Установлено, что с увеличением продолжительности взаимодействия ФМ с серной кислотой с 10 до 60 минут повышается коэффициент разложения фосфатного сырья, то есть относительное содержание водорастворимой формы P_2O_5 по отношению к общей его форме достигает 90,22-92,32%. При этом в реакционной массе общее содержание P_2O_5 повышается с 9,71 до 9,90%, а свободная кислотность (сумма серной и фосфорной кислот), наоборот снижается с 16,30 до 15,39%. Температура достигает 122⁰С. Максимальная степень разложения фосфатного сырья достигается в течение 40 минут. Дальнейшее увеличение продолжительности не приводит к повышению коэффициента разложения.

Исследовано влияние нормы 93 %-ной серной кислоты на процесс разложения ФМ при продолжительности 20 минут показали, что с увеличением нормы кислоты с 70 до 110% температура реакционной массы повышается с 115 до 125⁰С. Чем выше норма серной кислоты, тем больше содержание свободной кислотности в реакционной массе. Так, если при

норме H_2SO_4 - 70% содержание $P_2O_{5\text{своб.}}$ составляет 3,99%, то при нормах 100 и 110% оно увеличивается до 15,84 до 21,03%, соответственно. При 100 %-ной норме H_2SO_4 отношение $P_2O_{5\text{водн.}} : P_2O_{5\text{общ.}} = 92,10\%$, что свидетельствует о достаточной степени разложения фосфатного сырья.

Изменение концентрации серной кислоты с 70% до 94,5% способствует повышению температуры процесса разложения с 80-83°C до 136-140°C для норм кислоты 90 и 100%. Применение серной кислоты с концентрацией ниже 90% не обеспечивает ангидритного режима образования H_3PO_4 .

Наиболее приемлемой концентрацией серной кислоты можно считать 90 и 93%, при которых образуется влажная гранулообразная масса и пригодная для 2-ой стадии обработки (табл. 3).

Таблица 3

Влияние концентрации и нормы серной кислоты на температуру разложения ФМ, химический состав и свойства кислого продукта

Концентрация H_2SO_4 , %	Норма H_2SO_4 , %	Температура, °C	Содержание P_2O_5 , масс. %			$P_2O_{5\text{вод.}} / P_2O_{5\text{общ.}} \cdot 100, \%$	Свойства пульпы
			$P_2O_{5\text{общ.}}$	$P_2O_{5\text{вод.}}$	*Свободная кислотность		
70	90	80	9,37	8,62	11,04	92,0	разжиженный
	100	83	8,73	8,22	15,37	94,16	
80	90	98	9,93	8,84	13,03	89,02	мажущая
	100	100	9,07	8,53	17,77	94,04	
90	90	118	10,28	9,53	12,07	92,70	влажная гранулообразная
	100	119	9,80	9,27	17,07	94,53	
93	90	120	10,39	9,54	11,01	91,82	влажная гранулообразная
	100	122	9,87	9,09	15,84	92,10	
94,5	90	136	10,61	9,93	11,06	93,59	затвердевшие гранулы
	100	140	10,33	9,68	15,89	93,71	

*Содержание свободной кислоты определялось как сумма свободных серной и фосфорной кислот.

На второй стадии получения гранулированного суперфосфата $H_3PO_{4\text{своб.}}$ нейтрализовали этой же ФМ. Норму ФМ варьировали от 100 до 200% от стехиометрии на образование монокальцийфосфата. При этом общая норма H_2SO_4 (включая 1-ю и 2-ю стадии разложения фосфатного сырья) составляет от 97,3 до 111,6% на образование монокальцийфосфата (табл. 4).

Время нейтрализации реакционной массы ФМ составляет 20 минут при 122°C. Грануляцию нейтрализованного продукта осуществляли методом окатывания.

Из табл. 4 видно, что увеличение нормы ФМ с одной стороны снижает содержание $P_2O_{5\text{своб.}}$, с другой повышает $P_2O_{5\text{общ.}}$ в готовом продукте. С учетом свободной кислотности и относительного содержания усвояемой и водной форм P_2O_5 в продуктах оптимальной нормой ФМ можно считать 200% (при суммарной норме H_2SO_4 – 97,3%). В этом случае содержание $P_2O_{5\text{своб.}}$ в продукте не превышает 5%, а $P_2O_{5\text{общ.}}$ – 11,06%, $P_2O_{5\text{усв.}} : P_2O_{5\text{общ.}} = 91,77\%$ и $P_2O_{5\text{водн.}} : P_2O_{5\text{общ.}} = 79,20\%$ с прочностью гранул 1,19 МПа.

Таблица 4

**Влияние нормы ФМ на химический состав и свойства
нейтрализованного продукта**

Норма ФМ, %	Общая норма H_2SO_4 , %	Содержание P_2O_5 , масс. %				$P_2O_{5\text{усв.}}/P_2O_{5\text{общ.}} \cdot 100, \%$	$P_2O_{5\text{водн.}}/P_2O_{5\text{общ.}} \cdot 100, \%$	Прочность, гранул, МПа
		$P_2O_{5\text{общ}}$	$P_2O_{5\text{усв.}}$	$P_2O_{5\text{водн.}}$	$P_2O_{5\text{своб.}}$			
100	111,6	10,52	9,84	9,27	10,56*	93,54	88,12	0,41
105	110,8	10,56	9,90	9,21	10,54	93,75	87,21	0,42
110	110,0	10,60	10,0	9,15	10,05	94,34	86,32	0,58
120	108,4	10,67	10,12	9,02	9,67	94,84	84,54	0,68
150	103,9	10,79	10,43	9,01	7,88	96,66	83,50	1,0
180	99,8	10,90	10,65	9,0	6,09	97,71	82,57	1,15
200	97,3	11,06	10,15	8,76	4,87	91,77	79,20	1,19

*Содержание свободной кислоты определялось как сумма свободных серной и фосфорной кислот.

На рис. 1 приведены данные по влиянию продолжительности процесса нейтрализации на содержание свободной формы P_2O_5 при различных нормах ФМ на нейтрализацию. Оптимальной нормой ФМ на нейтрализацию фосфорной кислоты составляет 200-220%. При этом $P_2O_{5\text{своб.}}$ не превышает 3-5% независимо от продолжительности процесса нейтрализации.

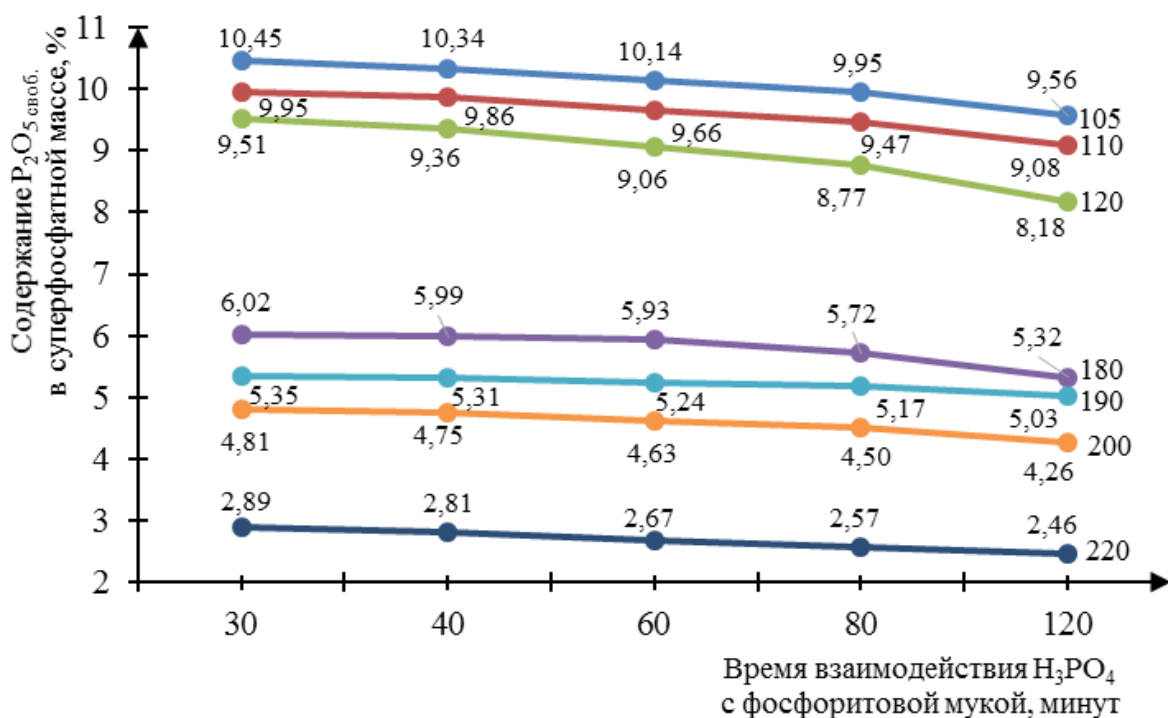


Рис. 1. Содержание P_2O_5 в суперфосфате в зависимости от времени взаимодействия H_3PO_4 реакционной массы с фосфоритовой мукой

При сушке нейтрализованного суперфосфата 180 %-ной нормой ФМ на нейтрализацию содержание $P_2O_{5\text{общ.}}$ до сушки составляет 11,06%, то после сушки оно повышается до 12,12%, а $P_2O_{5\text{своб.}}$ наоборот снижается с 4,87 до 4,24% (табл. 4). Относительные содержания усвояемой и водорастворимой форм P_2O_5 снижаются с 91,77 до 87,37% и с 79,20 до 74,09%, соответственно.

Следует отметить, что из-за недостаточного количества влаги в реакционной массе не достигается достаточная степень гранулообразования (1-4 мм менее 50%, а должна быть не менее 80-90%) и прочность гранул (≥ 1 МПа, а должна быть ≥ 2 МПа).

С целью устранения этих негативных явлений процесс окатывания нейтрализованного продукта осуществляли в присутствии определенного количества воды. При этом количество воды варьировали от 12 до 17% H_2O по отношению 100г продукта. В этом случае уже образовались достаточные твердые гранулы округлой формы различного размера.

Установлено, что чем больше нормы фосмуки и влажность реакционной массы, тем выше прочность гранул продукта. Так, в присутствии 12% H_2O продукт с прочностью не менее 2 МПа можно получить при нормах фосмуки 200-220%, 15 и 17% H_2O – при 190-220% от стехиометрии. При этих условиях получены следующие продукты:

с добавкой 12% воды состав готовых продуктов выглядит следующим образом: $P_2O_{5\text{своб.}}$ – 0,96-1,19%, $P_2O_{5\text{общ.}}$ – 12,38-12,53%, $P_2O_{5\text{усв.}} : P_2O_{5\text{общ.}}$ = 91,54-91,68% и $P_2O_{5\text{водн.}} : P_2O_{5\text{общ.}}$ = 72,70-77,14%, а их прочность гранул составляет 1,98-2,19 МПа;

с добавкой 15% воды готовые продукты содержат: $P_2O_{5\text{своб.}}$ – 1,13-1,53%, $P_2O_{5\text{общ.}}$ – 11,83-11,93%, $P_2O_{5\text{усв.}} : P_2O_{5\text{общ.}}$ = 92,04-92,39% и $P_2O_{5\text{водн.}} : P_2O_{5\text{общ.}}$ = 73,01-77,85%, а их прочность гранул составляет 1,96-2,34 МПа;

с добавкой 17% воды готовые продукты имеют: $P_2O_{5\text{своб.}}$ – 1,19-1,60%, $P_2O_{5\text{общ.}}$ – 11,80-11,90%, $P_2O_{5\text{усв.}} : P_2O_{5\text{общ.}}$ = 92,18-92,54% и $P_2O_{5\text{водн.}} : P_2O_{5\text{общ.}}$ = 74,28-78,56%, а их прочность гранул составляет 1,93-2,26 МПа.

Рентгенографическими методами анализа установлено, что продукт состоит монокальцийфосфата и дикальцийфосфата и их моногидратов, ангидрита и полугидрата сульфата кальция.

Самое главное, во всех образцах готового продукта содержание $H_3PO_{4\text{своб.}}$ не превышает 1,5-2,5% (должно быть $\geq 5\%$ $H_3PO_{4\text{своб.}}$). Полученные продукты считаются односторонними фосфорными удобрениями, где отсутствуют дефицитный аммиак. Они эффективно используются для внесения под зяблевую вспашку для всех типов почв и для всех сельскохозяйственных культур.

Четвертая глава диссертации **«Исследование процесса получения гранулированного простого суперфосфата двухстадийным разложением мытого сушеного и мытого обожженного концентратов»** посвящена исследованиям получения гранулированного суперфосфата из МСК и МОК.

Влияние продолжительности процесса разложения МСК и МОК изучили при норме 93 %-ной серной кислоты и 100% от стехиометрии на образование H_3PO_4 в ангидритном режиме, времени процесса от 2 до 60 минут. При разложении МСК температура процесса повышается до 130°C, при разложении МОК до 175°C. Резкое повышение температуры разложения МОК по сравнению с МСК объясняется составом МОК, отличается высоким содержанием свободного оксида кальция и относительно низким содержанием карбоната кальция.

В продуктах разложения МСК и МОК содержание общей и свободной форм P_2O_5 значительно выше, чем в продуктах разложения ФМ. В них отмечается высокое содержание водорастворимой формы P_2O_5 .

Так, с увеличением продолжительности процесса разложения с 10 до 60 минут содержание общей формы P_2O_5 практически не меняется и составляет 13,71-14,11% при использовании МСК и 13,62-13,91% при использовании МОК. При этом содержание водорастворимой формы P_2O_5 составляет 12,57-13,08% для МСК и 12,68-13,24% для МОК. А относительное содержание водорастворимой формы P_2O_5 составляет 91,68-92,70% и 93,08-95,18%. При разложении МСК содержание свободной кислотности составляет 19,77-20,70% и при разложении МОК – 19,41-18,51%.

При продолжительности процесса 20 минут относительное содержание водорастворимой формы P_2O_5 к общей его форме составляет 92,24% для МСК и 93,37% для МОК. Это время намного меньше, чем при получении простого суперфосфата по камерной схеме (1,5 часа), а степень разложения фосфатного сырья достаточна для нейтрализации образовавшейся фосфорной кислоты.

Повышение нормы серной кислоты с 70% до 110% на образование H_3PO_4 способствует повышению температуры разложения МСК с 115°C до 135°C, а МОК с 160°C до 180°C.

Ввиду того, что МСК и МОК содержат примерно одинаковые количества P_2O_5 химические составы кислых продуктов близки между собой и содержат от 13,39 % до 16,55% общей формы P_2O_5 , содержание водорастворимой формы P_2O_5 при разложении МСК находится в пределах 12,59-12,72%, а при разложении МОК повышается с 10,86% при норме серной кислоты 70% до 13,14% при норме - 110%.

Содержание свободная кислотности изменяется с 7,34% до 23,77% при разложении МСК и с 7,13% до 22,44% при разложении МОК.

Уменьшение содержания водорастворимой формы P_2O_5 в продуктах разложения МОК по сравнению с МСК определяется температурным режимом протекающего процесса. Высокая температура способствует испарению имеющейся влаги, что снижает подвижность серной кислоты и, соответственно, степень разложения фосфатного сырья.

При низких (70-80%) нормах серной кислоты степень разложения МОК значительно ниже степени разложения МСК. При норме серной кислоты 90% эти показатели выравниваются, достигая значений 86,11% и 86,22%, соответственно для МСК и МОК.

При повышении нормы серной кислоты до 100% и выше степень разложения МОК превышает степень разложения МСК, достигая значений 93,37-98,13% против 92,24-94,31% у МСК.

Для установления оптимальных технологических параметров получения гранулированного суперфосфата в ангидритном режиме из МСК и МОК при концентрации серной кислоты 70-94,5% изучено влияние 90 и 100% нормы кислоты на температуру процесса разложения, химический состав и свойства кислого продукта при продолжительности процесса –20 минут.

Необходимой концентрацией серной кислоты для соблюдения ангидритного режима разложения МСК является концентрация кислоты 93-94,5%, а для МОК концентрация кислоты 90-93%, а её норма - 100%.

При этих условиях содержание общей формы P_2O_5 составляет 13,79-14,25% для МСК и 13,42-14,18% для МОК, водорастворимой формы P_2O_5 меняется от 12,71% до 13,15% для МСК и от 12,56% до 13,24% для МОК. Они по содержанию свободной кислотности заметно отличаются между собой. Для МСК она составляет - 20,29-20,72%, а для МОК - 19,18-19,44%.

В кислом суперфосфате из МСК относительное содержание водорастворимой формы P_2O_5 к общей его форме составляет 92,24-92,28%, а из МОК - 93,59-93,37%.

Как видно из вышеприведенных, продукты разложения МСК и МОК содержат до 20% свободной кислотности в виде серной и фосфорной кислот. Поэтому во 2-ой стадии обработки процесса кислые продукты нейтрализовали исходным фосфатным сырьем – МСК и МОК для образования монокальцийфосфата и гранулирования суперфосфата.

Показано, что увеличение нормы МСК с 100% до 270% на нейтрализацию свободной кислотности приводит к повышению общего содержания P_2O_5 с 15,84% до 17,30%, усвояемой формы с 13,35% до 14,05%. При этом содержание водорастворимой формы P_2O_5 снижается с 13,32% до 11,82%, а свободная кислотность с 12,46% до 3,61% (табл. 5).

Таблица 5

Влияние нормы МСК серной кислотой на химический состав и свойства нейтрализованного продукта

Норма МСК, %	Содержание P_2O_5 , масс.%				$P_2O_{5\text{усв.}}/ P_2O_{5\text{общ.}} \cdot 100, \%$	$P_2O_{5\text{водн.}}/ P_2O_{5\text{общ.}} \cdot 100, \%$	Прочность гранул, МПа
	$P_2O_{5\text{общ.}}$	$P_2O_{5\text{усв.}}$	$P_2O_{5\text{водн.}}$	$P_2O_{5\text{своб.}}$			
100	15,84	13,35	13,32	12,46	84,28	84,09	0,68
180	16,76	13,79	12,76	8,00	82,28	76,13	0,56
200	17,17	13,97	12,60	6,60	81,36	73,38	0,68
220	17,27	14,05	12,25	5,46	81,35	70,93	0,67
240	17,28	14,05	11,85	4,50	81,30	68,57	0,57
260	17,29	14,05	11,83	3,87	81,26	68,42	0,63
270	17,30	14,05	11,82	3,61	81,21	68,32	0,66

*Содержание свободной кислоты определялось как сумма свободных серной и фосфорной кислот.

Относительное содержание усвояемой формы P_2O_5 к общей его форме снижается с 84,28% до 81,21%, а водорастворимой формы с 84,09% до 68,32%. Прочность гранул практически не зависит от нормы МСК и составляет 0,56-0,68 МПа.

Аналогичная картина наблюдается для кислого суперфосфата при нейтрализации с помощью МОК. Содержание $P_2O_{5\text{общ.}}$ увеличивается с 15,72% при норме 100% и до 17,25% при норме 320%, а содержание $P_2O_{5\text{усв.}}$ в отличие от нейтрализующего агента - МСК снижается с 13,28% при норме 100% и до 12,39% при норме 320%. При этом содержание водорастворимой

формы P_2O_5 снижается с 12,63% до 10,59%, а свободной кислотности с 9,76% до 3,99%. Отношения $P_2O_{5\text{усв.}} : P_2O_{5\text{общ.}}$ снижается с 84,48% до 71,83%, а $P_2O_{5\text{водн.}} : P_2O_{5\text{общ.}}$ с 80,34% до 61,33%. Хотя, с увеличением нормы МОК прочность гранул продуктов несколько повышается с 1,23 до 1,54 МПа.

Процесс сушки при температурах 100-110⁰С в течение суток практически не оказывает влияния на относительные содержания усвояемой и водорастворимой форм P_2O_5 . Так, при норме МСК на нейтрализацию свыше 200%, $P_2O_{5\text{усв.}} : P_2O_{5\text{общ.}}$ и $P_2O_{5\text{водн.}} : P_2O_{5\text{общ.}}$ составляют 81,43-81,57% и 70,0-70,52%, соответственно, свободная кислотность равна 3,50-4,86%, а прочность гранул 0,99-1,18 МПа. При сушке нейтрализованного суперфосфата из МОК с увеличением нормы МОК до 180-300% относительные содержания усвояемой и водорастворимой форм P_2O_5 снижается с 79,44% до 74,88% и с 64,92 до 55,83%. При этом свободная кислотность снижается с 4,80% до 3,06%, а прочность гранул повышается с 1,67 МПа до 1,78 МПа.

Исследования по влиянию продолжительности процесса 30-120 минут при нормах МСК - 180-240% показали снижение $P_2O_{5\text{своб.}}$ только до 4,21%, а при нормах МОК - 180-300% до 4,04% P_2O_5 .

Для установления оптимальных технологических параметров получения гранулированного суперфосфата, соответствующего ГОСТ по содержанию $P_2O_{5\text{своб.}}$ провели исследования процесса гранулирования нейтрализованного суперфосфата с увлажнением до содержания влаги 12, 15 и 17% H_2O .

Установлено, что при норме МСК - 200-260% при увлажнении суперфосфата до 12, 15 и 17% содержание $P_2O_{5\text{своб.}}$ существенно снижается и составляет 0,88-0,17%, 0,91-0,42% и 0,96-0,56%, соответственно.

При норме МСК - 220% с добавкой 15% воды готовый продукт содержит: $P_2O_{5\text{своб.}} - 0,71\%$, $P_2O_{5\text{общ.}} - 17,80\%$, $P_2O_{5\text{усв.}} : P_2O_{5\text{общ.}} = 82,19\%$, $P_2O_{5\text{водн.}} : P_2O_{5\text{общ.}} = 74,77\%$ с прочностью гранул 3,26 МПа и $pH = 3,0$.

При нормах МОК - 180-300% содержание $P_2O_{5\text{своб.}}$ снижается до 2,92-0,17%, 2,98-0,31% и 3,01-0,48% при увлажнении до 12, 15 и 17% воды.

С увеличением нормы МОК на нейтрализацию от 180 до 300% прочность получаемых гранул простого суперфосфата повышается с 1,70 до 2,08 МПа, с 1,73 до 3,11 МПа и с 2,36 до 3,18 МПа, соответственной для влажности 12, 15 и 17%.

Таким образом, гранулированный суперфосфат, полученный при увлажнении до содержания 15% влаги при норме МСК и МОК - 220% соответствует по всем показателям к требованию ГОСТ.

Основными фазами продуктов из МСК и МОК являются монокальцийфосфат, дикальцийфосфат и их моногидраты, ангидрит и полугидрат сульфата кальция.

На основе результатов лабораторных опытов разработана технологическая схема (рис. 2), рассчитан материальный баланс, приведены нормы технологического режима, произведен подбор основного технологического оборудования производства гранулированного

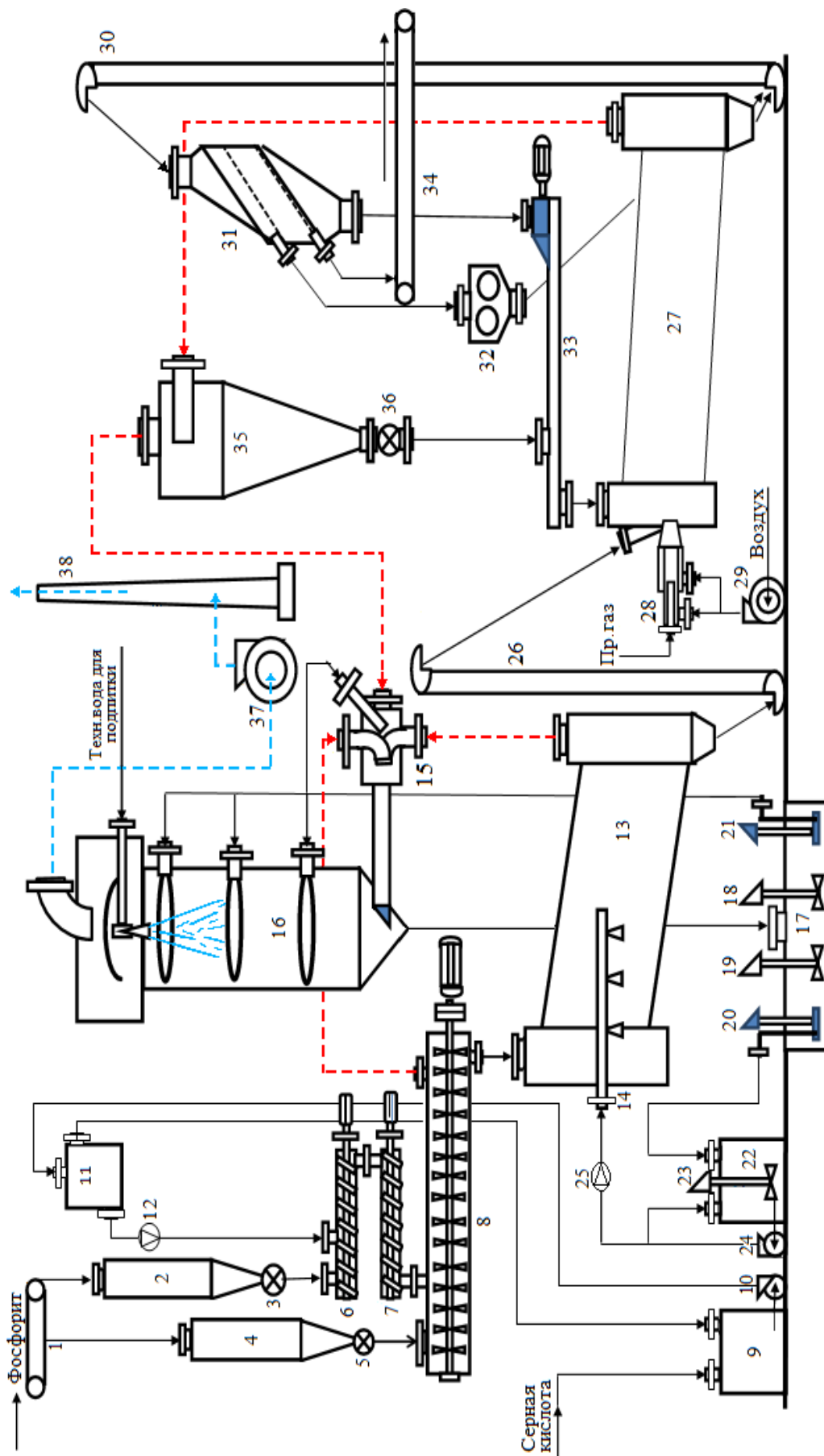


Рис. 2. Технологическая схема производства гранулированного суперфосфата:

1, 33, 34 – конвейеры, 2, 4 – расходные бункера, 3, 5 – шлюзовые питатели, 6, 7 – двухвальный шнек-смеситель, 8 – турболопастной смеситель-нейтрализатор, 9 – расходный бак, 10, 24 – центробежные насосы, 11 – напорный бак, 12, 25 – расходомеры, 13 – барабан гранулятор, 14 – коллектор форсунок, 15- ижекционный смеситель, 16 – скруббер, 17 – приемок, 18, 19 – мешалки, 20, 21 – погружные насосы, 22 – расходный бак, 23 – привод, 26, 30 – элеваторы, 27 – барабанная сушилка, 28 – горелка, 29, 37 – вентиляторы, 31 – грохот, 32 – валковая дробилка, 35 – циклон, 38 – высотная труба.

суперфосфата путем двухстадийной обработки фосфоритов Центральных Кызылкумов в ангидритном режиме.

Разработанная технология получения гранулированного простого суперфосфата апробирована СП-АО «Электрохимзавод».

Предварительные технико-экономические расчеты показывают, что производственная прибыль от производства 1 тонны гранулированного суперфосфата по сравнению с классическим (камерным) способом составляет 134,911 тыс. сум. А при выпуске 100 тыс. тонн продукта этот показатель составляет 13,491 млн. сум.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Рентгенографическими и химическими методами исследования рассчитан минералогический состав различных марок фосфоритов ЦК: ФМ, МСК и МОК. Установлено, что главным фосфатным минералом зернистых фосфоритов ЦК является франколит (ФМ – 47,19%, МСК – 69,27% и МОК – 69,32%). Эти фосфоритные материалы вполне пригодны для использования в производстве фосфорсодержащих удобрений.

2. Рассмотрены теоретические основы процесса разложения фосфатного сырья концентрированной серной кислотой в ангидритном режиме экстракции H_3PO_4 . Проанализированы варианты оценки полной стехиометрической нормы расхода серной кислоты в двухстадийном режиме производства простого суперфосфата для различных фосфоритов ЦК. Для более точной оценки расхода кислоты для новых видов фосфоритов необходимо использовать только аналитические методы расчета.

3. Исследованиями по разложению ФМ концентрированной серной кислотой установлена возможность получения кислой реакционной массы в ангидритном режиме с образованием концентрированной H_3PO_4 и кристаллы $CaSO_4$. Выявлена зависимость температуры процесса разложения от концентрации и нормы H_2SO_4 . Для протекания процесса разложения в ангидритном режиме при температуре не ниже $120^\circ C$ необходимо использовать серную кислоту с концентрацией 93-94% при норме не ниже 90-100%.

4. Изучено влияние технологических параметров на протекание двухстадийного процесса разложения фосфоритов ЦК и показано, что на первой стадии необходимо разлагать 70-80% фосфатного сырья 93 %-ной серной кислотой при её 100 %-норме с образованием H_3PO_4 и $CaSO_4$ при продолжительности процесса 15-20 минут, а на второй выделившуюся концентрированную H_3PO_4 нейтрализовать оставшейся частью (20-30%) фосфатного сырья с образованием $Ca(H_2PO_4)_2$ при температуре $122^\circ C$.

5. Исследованиями по влиянию нормы ФМ на процесс нейтрализации свободной кислотности реакционной массы установлено, что при 200 %-ной норме ФМ содержание $P_2O_{5\text{своб}}$ не превышает 5%. Продукт состоит из монокальцийфосфата, дикальцийфосфата и их моногидратов, ангидрита и полугидрата сульфата кальция.

6. Установлены оптимальные технологические параметры получения простого суперфосфата путем двухстадийного разложения ФМ, увлажнения суперфосфата до влажности 15% с последующей грануляцией продукта. При нейтрализации свободной кислотности реакционной массы из 1-ой стадии с 200 %-ной ФМ в присутствии 15% H_2O получается простой суперфосфата состава (масс %): $P_2O_{5\text{общ.}}$ - 11,88; $P_2O_{5\text{усв.}}$ - 10,96; $P_2O_{5\text{водн.}}$ - 9,20; $P_2O_{5\text{своб.}}$ - 1,28 с прочностью гранул 2,2 МПа.

7. Установлены оптимальные технологические параметры получения гранулированного суперфосфата по ангидритной схеме с использованием МСК и МОК. Оптимальной нормой серной кислоты является 90-100%, а её концентрация не ниже 90%. А для нейтрализации кислой реакционной массы необходима не менее 240 %-ная норма МСК и МОК. С целью улучшения повышения прочности гранул простого суперфосфата использовано 15 %-ное увлажнение продукта перед грануляцией. При этом в продуктах для МСК (18,04% $P_2O_{5\text{общ.}}$) и МОК (17,56% $P_2O_{5\text{общ.}}$) содержание $P_2O_{5\text{своб.}}$ соответственно снижается до 0,51% и 1,53%, а прочность гранул превышает до 2,5 и 3,4 МПа.

8. Разработана технологическая схема, рассчитан материальный баланс, нормы технологического режима, произведен подбор основного технологического оборудования для производства гранулированного суперфосфата путем двухстадийной обработки фосфоритов ЦК в ангидритном режиме. Разработанная технология апробирована в опытно-промышленных условиях. Производственный прибыль от производства 1 тонны гранулированного суперфосфата составляет 134,911 тыс. сум.

**SCIENTIFIC COUNCIL ON AWARDING OF SCIENTIFIC DEGREE
PhD.03/30.12.2019.K/T.66.02 AT THE NAMANGAN INSTITUTE OF
ENGINEERING AND TECHNOLOGY**

INSTITUTE OF GENERAL AND INORGANIC CHEMISTRY

OTABOEV KHUSAN

**DEVELOPMENT THE TECHNOLOGY OF SIMPLE SUPERPHOSPHATE
WITH SIMPLIFIED SCHEME ON THE BASE OF CENTRAL KYZYLKUM'S
PHOSPHORITIES**

02.00.13 – Technology of inorganic substances and materials on their basis

**ABSTRACT OF THE DISSERTATION OF THE DOCTOR OF PHILOSOPHY (PhD)
TECHNICAL SCIENCES**

Namangan – 2022

The theme of dissertation doctor of philosophy (PhD) was registered at the Supreme Attestation Commission of the Cabinet of Ministers of the Republic of Uzbekistan under registration number B2021.2.PhD/T2238.

The dissertation has been prepared at Institute of General and Inorganic Chemistry.

The abstract of the dissertation is posted in three languages (uzbek, russian, english (resume)) on the scientific website and on the website of "ZiyoNet" Information and educational portal www.ziynet.uz

Research supervisor:

Radjabov Ruzmat
candidate of chemical sciences, senior scientific researcher

Official opponents:

Turaev Zokirjon
doctor of technical sciences, dotsent

Turdialiev Umid
doctor of technical sciences

Leading organization:

Fergana Politechnical Institute

The defense of the dissertation will take place on 18 March, 2022 at 15⁰⁰ at the meeting of Scientific council PhD.03/30.12.2019.K/T.66.02 at the Namangan institute of engineering and technology and Research Center at the following address: 7, Kosonsoy Street, Namangan District, 160115, Namanagan, Tel.: (+99 869) 228-76-75, fax: (+99 869) 228-76-71, e-mail: niei_info@edu.uz

The dissertation has been registered at the Information-resource Centre of the Namangan institute of engineering and technology (registration number № 451). (Address: 7, Kosonsoy Street, 160115, Namanagan, Tel.: (+99 869) 228-76-75, fax: (+99 869) 228-76-71).

Abstract of the dissertation sent out on «7» March 2022 year.
(mailing report № 4 on «7» March, 2022 year).



Ergashev O.

Chairman of the scientific council awarding scientific degree, doctor of chemistry sciences, prof.

Sherkuziev D.

Responsible secretary of the scientific council awarding scientific degree, candidate of technical sciences, prof.

Dehkanov Z.

Chairman of scientific seminar at scientific council on awarding of scientific degree, doctor of technical sciences, dotsent.

INTRODUCTION (abstract of PhD dissertation)

The aim of the research work is the development of the technology for obtaining granulated superphosphate on a simplified scheme based on a two-stage decomposition of central kyzylykum phosphorites in anhydritic mode.

The object of the research are phosphorite flour, washed dried and washed concentrates, concentrated sulfuric acid, acidic reaction mass, water, neutralized and granulated superphosphates.

The scientific novelty of dissertational research consists in the following:

the possibility of decomposition of low-grade phosphorites with concentrated sulfuric acid in anhydrite mode is substantiated;

the optimal conditions for two-stage phosphate processing of phosphate raw materials are determined, providing mechanisms for the formation of concentrated phosphoric acid, anhydrite and monocalcium phosphate;

the foundations of the two-stage method of obtaining granulated superphosphate have been developed, thereby eliminating the stages of chamber ripening and warehouse ripening, ammonization and drying of the finished product;

the optimal conditions for neutralization, moisturizing, granulation and drying are established, in which the strong granules of simple superphosphate are obtained;

a intensive resource-saving and simplified technology for obtaining granulated superphosphate has been developed.

Implementation of the research results:

the technology of obtaining simple superphosphate by two-stage sulfuric acid decomposition of phosphorite flour in the anhydritic mode is included in the list of promising developments for the implementation of the Electro-Events, " As a result, it was possible to obtain a granular single phosphoric fertilizer containing in addition to phosphorus, calcium and sulfur.

the technology of obtaining a simple superphosphate by two-stage sulfuric acid processing of washed dried and waxy-made baked concentrates in the anhydrite mode is included in the list of promising developments for the implementation of the JV-JSC "Elektrokimezavod". As a result, it was possible to obtain an effective structure of soil and chemical meliorant, due to the content of well-digestible gypsum.

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

ЭЪЛОН ҚИЛИНГАН ИШЛАР РУЙХАТИ
СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ
LIST OF PUBLISHED WORKS

I бўлим (I часть; part I)

1. Бадалова О.А., Отабоев Х.А., Намазов Ш.С., Сейтназаров А.Р., Ражабов Р. Простой аммонизированный суперфосфат на основе забалансовой фосфоритной руды – минерализованной массы // *Universum: Технические науки.* – Москва, 2018. Выпуск: 9(54). – С. 50-54. (02.00.00, №1)

2. Отабоев Х.А., Бадалова О.А., Намазов Ш.С., Ражабов Р., Сейтназаров А.Р., Беглов Б.М. Двухстадийная обработка фосфоритовой муки серной кислотой-основа поточной технологии получения простого суперфосфата // *Химическая промышленность сегодня.* – Москва, 2020. – №3. – С. 32-41. (02.00.00, №22).

3. Otaboev Kh.A., Seytnazarov A.R., Sherkuziev D.Sh., Namazov Sh.S., Radjabov R. Composition and properties of fertilizers based on simple superphosphate, potassium chloride and ammonium nitrate // *Scientific and technical journal of Namangan institute of engineering and technology.* – Namangan, 2021. Vol 6, Issue 1. – pp. 179-187. (05.00.00, №33).

4. Отабоев Х.А., Шеркузиев Д.Ш., Бадалова О.А., Намазов Ш.С., Ражабов Р., Сейтназаров А.Р. Гранулированный простой суперфосфат путем двухстадийной обработки фосфоритовой муки // *Научный вестник Наманганского Государственного университета.* – Наманган, 2021. – №5. – С. 98-103. (03.00.00, №18).

5. Отабоев Х.А., Шеркузиев Д.Ш., Бадалова О.А., Ражабов Р., Намазов Ш.С., Сейтназаров А.Р. Двухстадийная кислотная переработка мытого сушеного концентрата в гранулированный простой суперфосфат // *Узбекский химический журнал.* – 2021. – №2. – С. 53-62. (02.00.00, №6).

II бўлим (II часть; part II)

6. Отабоев Х.А., Шеркузиев Д.Ш., Бадалова О.А., Ражабов Р., Намазов Ш.С., Сейтназаров А.Р. Минералогический состав мытого сушеного концентрата Кызылкумов и его переработка в простой суперфосфат // *Российский химический журнал.* // *Журнал Российского химического общества им.Д.И. Менделеева.* – Москва, 2021. – т.65, №2. – С. 102-115.

7. Otaboev Kh., Sherkuziev D., Namazov Sh., Radjabov R. and Seytnazarov A. Flow of simple superphosphate using two-stage decomposition of phosphorite // *Tashkent, 2021. - IOP Conference Series: Earth and Environmental Science 993 012055* doi: 10.1088/1755-1315/939/1/012055 Scopus (IF, 0.203).

8. Otaboev Kh., Radjabov R., Sherkuziev D., Namazov Sh., Seytnazarov A. Technological features of the production of granulated simple superphosphate according to the flow scheme // *International Journal of Advanced Science and Technology.* – Australia, 2020. - Vol. 29. – №. 8. – pp. 1418-1430.

9. Ражабов Р., Намазов Ш.С., Отабоев Х.А., Шеркузиев Д.Ш. О вариантах оценки полной стехиометрической нормы расхода серной

кислоты в технологических расчетах производства простого суперфосфата из фосфоритов // Сборник материалы международной научно-технической конференции: «Современное состояние и перспективы развития производства фосфорсодержащих удобрений на основе фосфоритов Центральных Кызылкумов и Каратау» 25-26 октябрь 2018г., Ташкент 2018г. – С. 50-53.

10. Отабоев Х.А., Раджабов Р., Намазов Ш.С., Шеркузиев Д.Ш. Технические расчеты основного оборудования производства простого гранулированного суперфосфата из необогащенного фосфорита Кызылкумов // Сборник материалов I международной научно-практической конференции: «Актуальные проблемы внедрения инновационной техники и технологий на предприятиях по производству строительных материалов, химической промышленности и в смежных отраслях». –1-том, 24-25 мая 2019г. - Фергана 2019г. – С. 236-238.

11. Раджабов Р., Отабоев Х.А., Шеркузиев Д.Ш., Намазов Ш.С., Сейтназаров А.Р., Мухитдинов Ф.Ш. Технологические особенности производства гранулированного простого суперфосфата по поточной схеме // Сборник трудов I международного Узбекско-Казахского симпозиума «Актуальные проблемы развития химической науки и промышленности». - 24-25 октября 2019 г. – Ташкент 2019г. – С. 89-99.

12. Otaboev Kh.A., Radjabov R., Sherkuziev D.Sh., Namazov Sh.S., Badalova O.A., Seytnazarov A.R. Mineralogical composition of phosphorite powder from Central Kyzylkum // XVI International correspondence scientific specialized conference « International scientific review of the technical sciences, mathematics and computer science». - Boston (USA). - July 12-13, 2020. - pp.80-89.

13. Джанабаева А.М., Отабоев Х.А., Сейтназаров А.Р., Маденов Б.Д., Намазов Ш.С. Изучение минералогического состава фосфоритов Центральных Кызылкумов // «Қорақалпоғистон Республикасида кимё ва кимёвий технология соҳалари ривожининг долзарб муаммолари» мавзусидаги Республика илмий-амалий конференцияси, 24 март 2021й. – Нукус, 2021г. - 300-302б.

14. Сейтназаров А.Р., Раджабов Р., Намазов Ш.С., Отабоев Х.А., Джанабаева А.М., Шеркузиев Д.Ш. Простой суперфосфат на основе двухстадийного разложения бедного фосфатного сырья // «Роль современной химии и инноваций в развитии национальной экономики» международная научно-техническая конференция. 27-29 мая 2021г. – Фергана, 2021г. – С. 208-210.

тореферат «Наманган муҳандислик-технология институти илмий–тех журнали» таҳриридан ўтказилди ва ўзбек, рус, инглиз тилларидаги матнлари мослиги текширилди (06.03.2022 й).

Босишга рухсат этилди 06.03.2022 й.
Бичими 60×841/16, “Times New Roman”
Гарнитурда рақамли босма усулида босилди.
Шартли босма табағи 4. Адади: 80 Буюртма: № 148
НамМТИ босмахонасида чоп этилди
Наманган шаҳри, Косонсой кўча, 7-уй