

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

САВРИЕВА ДИЛАФРУЗ ДОУТОВНА

**ГЛИЦЕРИННИ ТОЗАЛАШ ВА ОҚЛАШ УЧУН МАХАЛЛИЙ
КҮМИРЛАР АСОСИДА ФАОЛЛАНТИРИЛГАН УГЛЕРОДЛИ
АДСОРБЕНТЛАР ОЛИШ ТЕХНОЛОГИЯСИНИ ИШЛАБ ЧИКИШ**

02.00.11 – Коллоид ва мембрана кимёси

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

УДК 541.183: 66.066:664.33

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

Савриева Дилафруз Доутовна

Глицеринни тозалаш ва оклаш учун махаллий күмирлар асосида
фаоллантирилган углеродли адсорбентлар олиш технологиясини ишлаб
чикиш.....

3

Савриева Дилафруз Доутовна

Технология получения активированных углеродных адсорбентов из
местных углей для очистки и отбелки глицерина

20

Savrieva Dilafruz Doutovna

Technology for producing activated carbon adsorbents from local carbon for
cleaning and whitening of glycerine.....

37

Эълон қилингандар рўйхати

Список опубликованных работ

List of published works.....

41

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

САВРИЕВА ДИЛАФРУЗ ДОУТОВНА

**ГЛИЦЕРИННИ ТОЗАЛАШ ВА ОҚЛАШ УЧУН МАХАЛЛИЙ
КҮМИРЛАР АСОСИДА ФАОЛЛАНТИРИЛГАН УГЛЕРОДЛИ
АДСОРБЕНТЛАР ОЛИШ ТЕХНОЛОГИЯСИНИ ИШЛАБ ЧИКИШ**

02.00.11 – Коллоид ва мембрана кимёси

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

Фалсафа доктори (PhD) диссертацияси мавзуси Ўзбекистон Республикаси Вазирлар Маҳкамаси ҳузуридаги Олий аттестация комиссиясида В.2020.2.PhD/T.1393 ракам билан рўйхатта олинган.

Диссертация Умумий ва ноорганик кимё институтида бажарилган.

Диссертация автореферати уч тилда (ўзбек, рус, инглиз (резюме)) Илмий кенгаш веб-саҳифанинг www.ionxuz.ru ҳамда «Ziyonet» ахборот-тазым портални (www.zionet.uz) манзилига жойлаштирилган.

Илмий раҳбар:

Салиханова Диляноза Сандакбировна
техника фанлари доктори, профессор

Расмий оппонентлар:

Эргашев Ойбек Каримович
кимё фанлари доктори, доцент

Исабаев Исломил Бабажонович
техника фанлари доктори, доцент

Етакчи ташкилот:

Тошкент кимё-технология институти

Диссертация ҳимояси Умумий ва ноорганик кимё институти ҳузуридаги DSc.02/30.12.2019.K/T.35.01 ракамли Илмий кенгашининг « 22 » июнь 2020 йил соғт 10^{10} даги мажлисида бўлиб ўтади. (Манзил: 100170, Тошкент шаҳри, Мирзо Улугбек кўчаси, 77-а. Тел.: (+99871) 262-56-60, факс: (+99871) 262-79-90, e-mail: ionxanruz@mail.ru).

Диссертация билан Умумий ва ноорганик кимё институтининг Ахборот-ресурс марказида танишини мумкин (№ 8-раками билан рўйхатта олинган). Манзил: 100170, Тошкент шаҳри, Мирзо Улугбек кўчаси, 77-а. (Тел.: (99871) 262-56-60, факс: (+99871) 262-79-90).

Диссертация автореферати 2020 йил «18» июнь куни тарқатилди.
(2020 йил «18» июнь № 8 - ракамли реестр баённомаси).


Б.С.Закиров

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


А.С.Тогашаров

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


С.А.Абдурахимов

Илмий даражалар берувчи илмий
кенгаш комиссияси илмий семинар раиси,
т.ф.д., проф.

КИРИШ (фалсафа доктори (PhD) диссертацияси аннотацияси)

Диссертация мавзусининг долзарблиги ва зарурати. Дунёда бугунги кунда аҳолини сифатли, яъни барча меъёрий талабларга жавоб берадиган маҳсулотлар билан таъминлаш зарур масала ҳисобланади. Бундай маҳсулотлар турига ёғ-мой корхоналари иккиламчи маҳсулотидан олинган глицерин ҳам киради. Глицерин кўпгина соҳаларда кимё, озиқ-овқат ва фармацевтиканда кенг қўлланилади. Аммо унинг сифати талаб меъёрларига жавоб бермайди, уларга адсорбентлар ёрдамида тозалаш орқали эришилади. Шунинг учун маҳаллий хомашёдан маҳсулотларини ишлаб чиқаришни барқарор ривожлантириш, бозорга хавфсиз ва сифатли маҳсулотларни белгиланган меъёрларда ва ассортиментда етказиш муҳум аҳамиятга эгадир.

Жаҳонда фаоллантирилган кўмир адсорбентлари олиш учун хомашё танлаш; фаоллаштиришнинг мақбул шароитларини ва усусларини танлаш бўйича, қуидаги йўналишларда ечимларни илмий асослаш; фаоллантирилган кўмир адсорбентлар олиш учун энг мақбулини танлаш учун уларнинг кимёвий таркиби ва хусусиятларини аниқлаш; кўмирларни фаоллаштиришда уларнинг таркиби ва хусусиятлари ўзгаришини аниқлаш; фаоллантирилган кўмир адсорбентлари ёрдамида адсорбцион тозалашда глицериннинг физик-кимёвий кўрсаткичларининг ўзгариши ва кинетик қонуниятларни аниқлаш зарур.

Республикада маҳаллий кўмир ва бошқа хомашёлар ёрдамида турли ишлаб чиқариш соҳалари учун танлаб тозаловчи фаоллаштирилган кўмир адсорбентлари ишлаб чиқариш ва уларни қўллаш борасида назарий ва амалий натижаларга эришилмоқда. Ўзбекистон Республикасини янада ривожлатиришга қаратилган Ҳаракатлар стратегиясининг учинчи йўналишида «Саноатни юқори технологияли қайта ишлаш тармоқларини, энг аввало маҳаллий хом ашё ресурсларини чукур қайта ишлаш асосида юқори сифатли тайёр маҳсулот ишлаб чиқариш»¹ га қаратилган муҳим вазифалар белгиланган. Бу борада, жумладан маҳаллий хомашёлар асосида глицеринни тозалаш ва оқлаш учун кўмир адсорбенти олиш технологиясини ишлаб чиқиш муҳим аҳамият касб этади.

Ўзбекистон Республикаси Президенти Ш.М. Мирзиёевнинг 2017 йил 7-февралдаги ПФ-4947-сон «2017-2021 йилларда Ўзбекистонни ривожлантириш бўйича ҳаракатлар стратегияси» тўғрисидаги Фармони ҳамда 2018 йил 25 октябдаги ПҚ-3983-сонли «Ўзбекистон Республикаси кимё саноатини жадал ривожлантириш чора-тадбирлари тўғрисида» ги ва 2019 йил 3 апрелдаги ПҚ-4265-сонли «Кимё саноатини янада ислоҳ қилиш ва инвестицион жозибадорлигини ошириш» тўғрисидаги Қарорлари ҳамда мазкур фаолиятга тегишли бошқа меъёрий-ҳукуқий ҳужжатларда белгиланган вазифаларни бажаришга ушбу диссертация тадқиқоти муайян даражада хизмат қиласди.

¹ Ўзбекистон Республикаси Президентининг ПФ-4947 «2017-2021 йилларда Ўзбекистон Республикасини ривожлантиришнинг бешта устувор йўналишлари бўйича Ҳаракатлар стратегияси» тўғрисидаги фармони

Тадқиқотнинг республика фан ва технологиялари ривожланишининг устувор йўналишларига мослиги. Мазкур тадқиқот республика фан ва технологиялар ривожланишининг VII. «Кимё технологиялари ва нанотехнологиялар» устувор йўналишига мувофиқ бажарилган.

Муаммонинг ўрганилганлик даражаси. Илмий-техник адабиётларда кўминаларни олиш, уларни фаоллаштириш ва олинган адсорбентларни кўллаш соҳасига боғлиқ ҳолда коллоид-кимёвий ҳоссаларини ўзгартириш бўйича ўтказилган тадқиқот натижалари мавжуд (Ахмедов К.С, Арипов Э.А., Глекель Ф.Л., Хамраев С.С., Аминов С.Н., Агзамходжаев А.А., Ахмедов У.К., Рахматкариев Г.У., Муминов С.З., Хамидов Б.Н., Нарметова Г.Р., Ризаев Н.У., Гуро В.П., Эшметов И.Д.) кўминаларни (Забрамний Д.Т., Таджиев А.Т., Насритдинов С.Н., Гумаров Р.Х.) физик-кимёвий, коллоид хусусиятларини ўрганиб, уларни бошқарган ҳолда фаоллаштириш ва модификация қилиш ва уларни оқава сувларини ва ишлатилган мойларни тозалашга қаратилган.

Пахта мойлари ва глицеринни адсорбцион усулда оқлаш технологик жараёнларини мукаммаллаштириш бўйича (Глушенкова А.И., Абдурахимов С.А., Кадиров Ю.К., Мажидов К.Х, Серкаев Қ.П.) олимлар шуғулланиб келишмоқда. Лекин маҳаллий кўминалардан олинган углеродли адсорбентларнинг йўқлиги сабабли, асосий технологик жараёнлар хорижий адсорбентларни ишлатишга қаратилган, бу эса ўз навбатида маҳсулотнинг сифатини пасайишига ва тан нархини ошишига олиб келади.

Бизнинг шароитда маҳаллий кўминалардан фойдаланиб, олинган адсорбентларни ҳоссаларини назорат қилиб, танлаш хусусиятига эга углеродли адсорбентлар олиш зарур ҳисобланади. Айтиб ўтиш керакки, юқорида кўрсатилган олимлар томонидан глицеринни адсорбция усулида тозалаш учун маҳаллий кўминалардан керакли адсорбентлар олиш технологияларини ишлаб чиқиш бўйича тадқиқотлар ҳозирги пайтгача ўтказилмаган.

Диссертация мавзусининг диссертация бажарилган илмий-тадқиқот муассасининг илмий тадқиқот ишлари билан боғлиқлиги. Диссертация тадқиқоти Умумий ва ноорганик кимё институтининг илмий-тадқиқот ишлари режасининг ПЗ-2017091327 – «Юқори самарали маҳаллий адсорбентлардан фойдаланган ҳолда саноат (ёғ-мой ва бошқалар) оқова сувларни тозалаш» мавзусидаги амалий лойиҳалар доирасида бажарилган.

Тадқиқотнинг мақсади – маҳаллий Ангрен кўминалари асосида глицеринни тозалаш учун углеродли адсорбентлар олиш ва уларни кўллаш технологиясини такомиллаштиришдан иборат.

Тадқиқотнинг вазифалари:

маҳаллий кўминалардан фаоллантирилган углеродли адсорбентлар олиш учун энг мақбулини танлаш учун уларнинг кимёвий таркиби ва хусусиятларини аниqlаш;

кўмирларни фаоллаштиришда уларнинг таркиби ва хусусиятлари ўзгаришини ўрганиш;

танланган маҳаллий хомашёлар асосида фаоллантирилган углеродли адсорбентларини олиш технологиясини ишлаб чиқиш;

фаоллантирилган углеродли адсорбентлар ёрдамида тозалашда глицериннинг физик-кимёвий кўрсаткичларининг ўзгариши ва кинетик қонуниятларини аниқлаш;

фаоллантирилган кўмир адсорбентлари ёрдамида глицеринни тозалаш технологиясини такомиллаштириш;

Республикамизнинг ёғ-мой корхоналарида ишлаб чиқариладиган глицеринни тозалаш учун фаоллантирилган углеродли адсорбентларини олиш ва қўллашнинг техник-иқтисодий самарадорлигини ҳисоблаш.

Тадқиқотнинг обьекти Ангрен конининг 2БР ва 2БПК маркали кўнғир кўмирлари, бензол, толуол, тозаланган ва тозаланмаган глицерин, фаоллантирилган углеродли адсорбентларидан фойдаланилган.

Тадқиқотнинг предмети Импорт ўрнини босувчи углеродли адсорбентларини маҳаллий кўмирлардан олиш ва уларни глицеринни оқлаш қонуниятларини аниқлашдан иборат.

Тадқиқотнинг усуслари. Диссертация бажаришда тадқиқотларнинг физик ва коллоид-кимёвий (адсорбцион, аналитик, ИК-спектроскопия, ГЖХ, ЭПР ва бошқа) тадқиқот ва таҳлил усуслари қўлланилган.

Тадқиқотнинг илмий янгилиги қўйидагилардан иборат:

кўмирнинг кул миқдорини 1,3 марта камайтирувчи бойитишнинг бўқтириш усули ишлаб чиқарилган;

Ангрен конининг 2БР ва 2БПК маркали кўмирларини 400°C ҳароратда да 60 минут давомида термик фаоллантириш орқали олинадиган углеродли адсорбентни энг юқори ғовакликка эришиш шароити аниқланган;

«пар-газ» фаоллаштириш ҳароратини ошиб бориш орқали олинаётган адсорбентларнинг ацeton бўйича ғоваклигини 39% дан 51% гача ошиш шароити аниқланган;

адсорбция изотермалари асосида «пар-газ» фаоллаштириш натижасида адсорбентнинг меза ва умумий ғоваклари 2-3 баробар ошиши аниқланган;

олинган углеродли адсорбентлар ёрдамида тозалаш жараёнини мақбул шароитлари, яъни ҳарорат 80°C , адсорбент миқдори 0,8% ва давомийлиги 30-40 минутда олиб бориш адсорбент сирт юзасининг глицерин таркибидаги зарарли қўшимчалар билан максимал тўйиниши аниқланган;

1%-ли органик кислота (HNO_3) билан 5 марта гача регенерация натижасида углеродли адсорбент бошланғич физик-механик ва адсорбцион хусусиятларини йўқотмаслиги исботланган.

Тадқиқотнинг амалий натижалари қўйидагилардан иборат:

Ангрен кўмирларини кул миқдорини камайтириш учун уни сув билан бўқтириш орқали билан бойитиш технологияси ишлаб чиқилган;

Ангрен кўнғир кўмирлари асосида пиролиз ва «пар-газ» фаоллаштириш усули билан углеродли адсорбентлар олиш технологияси ишлаб чиқилган;

фаоллантирилган углеродли адсорбентлар ёрдамида глицеринни тозалаш технологияси ишлаб чиқилган.

глицеринни тозалаш учун фаоллантирилган углеродли адсорбентларни олиш ва қўллаш учун керакли техник-норматив хужжатлар ишлаб чиқилган.

Тадқиқот натижаларининг ишончлилиги фойдаланилган кимёвий (аналитик кимё) ва физик-кимёвий (рентгенфазали, визуал-политермик) таҳлил натижалари тажриба-саноат қурилмаларида синовдан ўтганлиги билан тасдиқланади.

Тадқиқот натижаларининг илмий ва амалий аҳамияти.

Тадқиқот натижаларининг илмий аҳамияти бойитиш, пиролиз ва «паргаз» фаоллаштириш усулларида олинган импорт ўрнини босувчи углеродли адсорбентлар ёрдамида органик ва ноорганик қўшимчаларни адсорбциялаш қонунияларини аниқлашдан иборат. Бу эса глицеринни қўшимча моддалардан тозалаш технологиясини такомиллаштиришга тавсия этилаётган углеродли адсорбентларни қўллашга асос бўлади.

Тадқиқот натижаларининг амалий аҳамияти маҳаллий қўмирлардан фаоллантирилган адсорбентлар олиш учун мўлжалланган янги ишлаб чиқариш корхоналарини лойиҳалаш ва қуришда, шунингдек Тошкент кимё-технология институти ва Тошкент давлат техника университетининг ўқув жараёнида қўлланилишига ҳизмат қилади.

Тадқиқот натижаларининг жорий қилиниши. Глицеринни тозалаш ва оқлаш учун маҳаллий хомашёлар асосида олинган углеродли адсорбентлари олиш технологиясини яратиш асосида:

глицеринни оқлаш ва тозалаш учун 2БР-ПА маркали қўмир адсорбентлари олиш учун техник шарти (Ts 17088447-04:2019) «Ўзстандарт» агентлиги тамонидан тасдиқланган. Мазкур техник шарт маҳсулотнинг сифати ва технологик жараённи назорат қилишга имкон берган;

Ангрен қўнғир қўмирлари асосида глицеринни тозалаш ва оқлаш учун қўмир адсорбентлари олиш технологияси «Учурган ёг» АЖда амалиётга жорий этилган («Ўзёгмойсаноат» Ассоциациясининг 2019 йил 26 сентябрдаги №АА/01-1350-сон маълумотномаси). Натижада глицеринни тозалаш жараёнида қўлланиладиган чет эл қўмир адсорбентларини маҳаллий хомашёлар асосида олинган қўмир адсорбентларига алмаштириш имконини берган;

2БР ва 2БПК маркали қўмирлар асосида дистилланган глицеринни тозалаш ва оқлаш технологияси «Урганч ёғ-мой» АЖда амалиётга жорий этилган («Ўзёгмойсаноат» Ассоциациясининг 2019 йил 26 сентябрдаги №АА/01-1350-сон маълумотномаси). Натижада тавсия этилаётган қўмир адсорбентлари ёрдамида дистилляцияланган глицеринни 99,9% гача тозалаш имконини берган.

Тадқиқот натижаларининг апробацияси. Ушбу ишнинг натижалари 3 та халқаро ва 13 та республика илмий-амалий анжуманларида муҳокама қилинган.

Тадқиқот натижаларининг эълон қилиниши. Диссертация натижалари бўйича жами 21 та илмий ишлар чоп этилган, шулардан, Ўзбекистон Республикаси Олий Аттестация комиссиясининг докторлик диссертациялари асосий илмий натижаларини чоп этиш тавсия этилган илмий журналларда 5 мақола, жумладан, 3 таси республика ва 2 таси хорижий журналларда нашр этилган.

Диссертациянинг тузилиши ва ҳажми. Диссертация иши кириш, бешта боб, хулоса, фойдаланилган адабиётлар рўйхати ва иловалардан иборат. Диссертация ҳажми 112 бетни ташкил этади.

ДИССЕРТАЦИЯНИНГ АСОСИЙ МАЗМУНИ

Кириш қисмида ишнинг долзарблиги ва зарурати асосланган, тадқиқотнинг мақсади ва асосий вазифалари тавсифланган, тадқиқотнинг обьекти ва предмети аниқланган, Ўзбекистон Республикаси фан ва технологияси тараққиётининг устувор йўналишларига мослиги, тадқиқотнинг илмий янгилиги ва амалий натижалари баён қилинган, олинган натижаларнинг илмий ва амалий аҳамияти очиб берилган, тадқиқот натижаларини амалиётга жорий этиш, чоп этилган илмий ишлар ва диссертация тузилиши бўйича маълумотлар келтирилган.

Диссертациянинг «**Кўмир адсорбентларини олиш ва хом глицеринни тозалашнинг ҳозирги ҳолати**» деб номланган биринчи бобида кўмир адсорбентларининг олиш технологияси ва қўлланиши, глицериннинг дастлабки ва тозалашдан кейинги таркиби, хоссалари, уларнинг тозалаш усуллари; глицеринни кераксиз қўшимчалардан адсорбцион тозалашнинг илмий-технологик усуллари; адсорбцион тозалаш жараёнларида қўлланиладиган кўмир адсорбентларининг фаоллаштириш ва модификация жараёнлар таъсири адабиётлар таҳлилида батафсил кўриб чиқилган. Адабиётлар таҳлили бу ишнинг мақсад ва вазифаларини белгилашга имкон берган.

Диссертациянинг «**Дастлабки ва фаоллаштирилган кўмир адсорбентларининг физик-кимёвий ва адсорбцион хоссаларини асосий аниқлаш методикаси ва тадқиқот обьектлар**» деб номланган иккинчи бобида Ангрен қўнғир кўмирларининг физик-кимёвий ва физик-адсорбцион хоссалари ва фаоллаштириш усуллари ҳақидаги маълумотлар келтирилган.

Кўмирларни кул миқдорини ўрганиб, улардан кераклиги танлаб олинган. Ушбу олинган натижалар 1-жадвалда келтирилган.

Жадвал 1.

Ангрен кўмирларининг кул таркиби ва намлиги

Кўмир маркаси	Кул миқдори, %	Намлик, %
2БР	8,8	8,32
2БПК	8,6	9,84
2БОМСШ-Б1	20,2	34,8
2БОМСШ-Б2	19,8	50,7

1-жадвалдан кўриниб турибдики, 2БОМСШ-Б1 ва 2БОМСШ-Б2 маркали товар маҳсулотлари юқори кул миқдорига эга улар адсорбент олишга яроқсиз ҳисобланади. Шу сабабли, углеродли адсорбентлар олиш учун яроқли деб 2БПК ва 2БР маркали кўмирлар танлаб олинди.

Ушбу бобда бундан ташқари термик пиролиз, «пар-газ» фаоллаштириш ускунаси, шунингдек олинган сорбентларнинг адсорбцион хусусиятларини аниқловчи МАК-БЭН Бакра ускунасининг ишлаш принциплари келтирилган.

Диссертациянинг «Махаллий кўмирлардан фаоллантирилган кўмир адсорбентлари олиш» деб номланган учинчи бобида махаллий хомашёлар асосида фаоллантирилган углеродли адсорбентларининг олиш усуллари келтирилган.

Бунда кўмирларни кул миқдорини камайтириш мақсадида уларни сув билан бўктириш усулида бойитилди. Бунинг учун кўмир билан сувни 1:2 нисбатда (кўмир : сув) аралаштирилди, 2 соатдан сўнг сувни секинлик билан тўкилиб, идиш тубида кўмир 1см қалинликда қолдириб, кўмири ажратиб олинди. Ажратиб олинган кўмир қуритиш шкафида доимий оғирликкача қуритилади. Кейин кўмирни кул миқдори аниқланди, олинган натижалар 2-жадвалда келтирилган.

2-жадвал.

Бойитишгача ва бойитишдан сўнг кўмирларнинг кул миқдори

Кўмир маркаси	Бойитишгача бўлган кул миқдори, %	Бойитишдан сўнг кул миқдори, %
2БР	8,32	6,1
2БПК	9,84	7,3

2-жадвалдан кўриниб турибдики, бойитиш жараёнидан сўнг кўмирнинг кул миқдори ноорганик қисмининг сув билан бўктириш натижасида камайиши аниқланган. Бойитишда кўмир ва сувнинг нисбати 1:2 (кўмир:сув) бўлгандага, кўмирнинг кул миқдори 1,3 марта камайиши аниқланган.

Кўмирларни фаоллаштиришнинг бир неча усуллари маълум, масалан: пиролиз, «пар-газ» ва ҳ.з. Лабораторияда маҳсус қурилган пиролиз қурилмасида танлаб олинган кўмирлар фаоллантирилди. Пиролиз жараёнини турли ҳарорат ва вақт оралиғида ўтказилди. Олинган натижалар 3-жадвалда келтирилган.

3-жадвалдан кўриниб турибдики, фаоллантиришнинг вақти ва ҳарорати ўзгариши олинатган адсорбентларнинг ғоваклигига албатта таъсир қиласи. Мисол учун, ҳарорат ошиши билан кўмир таркибидаги смолосимон моддалар эриши натижасида кўмирнинг ғоваклиги камайишини кузатиш мумкин. Энг юқори ғовакликка эришиш учун термик пиролиз жараёнини 2БПК ва 2БР маркали кўмирлар учун 400°C ва 60 минут етарли эканлиги аниқланди. Кейинги тадқиқотлар учун ушбу ҳарорат ва вақт мобайнида фаоллантирилган кўмир адсорбентлари қўлланилади.

3-жадвал.

Углеродли адсорбентларнинг ғоваклигига ҳарорат ва вактнинг таъсири

0C мин	Фаоллантирилган кўмир адсорбентининг ғоваклиги, %				
	200	300	400	500	600
2БР кўмир маркаси					
30	27,2	30,2	32,1	29,4	29,7
60	27,7	31,9	32,9	30,5	29,4
90	28,4	31,8	32,5	31,8	31,2
120	28,1	30,1	30,6	30,6	29,8
2БПК кўмир маркаси					
30	26,2	27,0	28,2	29,2	29,5
60	29,4	31,6	32,8	31,5	31,4
90	28,4	30,8	30,5	30,0	29,2
120	28,1	29,9	30,6	30,6	30,2

Кўмир адсорбентларининг сорбцион хоссаларига таъсир этувчи омиллардан бири бу уларнинг дисперслигидир. Дисперсликнинг фильтрланиш тезлигига ва тозаланган глицериннинг кул миқдорига таъсири ўрганилди. Олинган натижалар 4-жадвалда келтирилган. Бунда дастлабки глицериннинг кул миқдори 0,14% ташкил этган. Адсорбцион тозалашни 70 0C да 30 минут давомида олиб борилди.

4-жадвал.

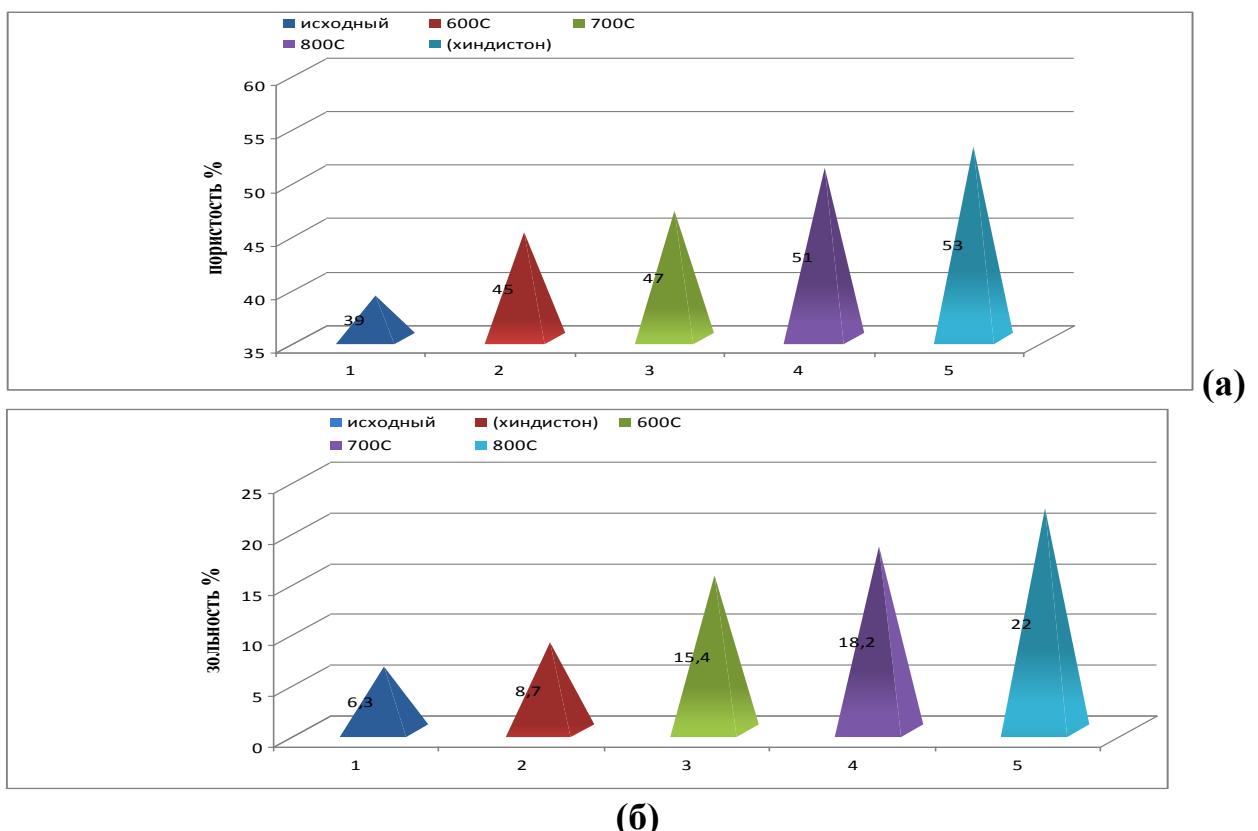
Кўмир адсорбенти заррачалари дисперслигининг глицеринни фильтрлаш тезлиги ва кул миқдорига боғлиқлиги

Кўмир дисперслиги, мм	Глицеринни фильтрлаш тезлиги, мл/5сек.	Тозаланган глицериннинг кул миқдори, %
1-2	4,8	0,18
2-3	8,6	0,02
3-4	10,3	0,06
4-5	13,6	0,09
5-10	16,5	0,11

4-жадвалдан кўриниб турибди, 1-2 мм ўлчамга эга кўмирларни оқлаш жараёнида қўллаш глицеринни фильтрлаш жараёнига салбий таъсир қиласи, шунинг учун энг мақбул ўлчам деб, 2-3 мм ҳисобланади. Бундан дисперсликнинг ошиши фильтрлаш тезлигига яхши таъсир кўрсатади, лекин глицериннинг кул миқдорига салбий таъсир этади. 1-2 мм ли ўлчамга эга кўмир адсорбентларни глицеринни тозалашда қўллашда кул миқдорининг ошишига сабаб, фильтлаш жараёнида майда заррачаларни фильтрдан ўтиб кетиши ҳисобланади.

Яна бир углеродли адсорбент олиш усуллари бири «пар-газ» фаоллаштириш ҳисобланади.

Бунинг учун 5 мм ўлчамдаги кўмир намуналарини ажратиб олиб, бойитиб, бир хил оғирликгача $105\text{-}110^{\circ}\text{C}$ махсус қуритиш шкафда қуритилди. Лаборатория қурилмасида ҳароратни термопара ёрдамида бошқарилди. Реакторга кўмир солингандан сўнг герметик ёпилди, лекин паст қисмида смолосимон моддалар чиқиши учун тешик қолдирилди. «Пар-газ» фаоллаштиришни $400\text{-}800^{\circ}\text{C}$ да термопара ёрдамида 1-1,5 соат мобайнида олиб борилди. Тайёр адсорбент фаоллаштириш тугагач эксикаторда совитилди. Фаоллантирилган кўмир адсорбентлар хона ҳароратида эксикаторда сақланди. 1-расмда «пар-газ» фаоллантиришнинг кўмир адсорбентларинг айrim кўrsatgichlariiga таъсири намойиш этилган.



1-расм. «Пар-газ» фаоллаштиришнинг олинаётган адсорбентлар ғоваклигига (а) ва кул миқдорига (б) таъсири

1-расмдан кўриниб турибдики, «пар-газ» фаоллаштиришнинг ҳарарати ошиши билан (расм 1а) адсорбентнинг ғоваклиги 39% дан 51% га кескин ошиши, назорат кўмири бўлган Хиндистон кўмирининг ғоваклиги 53% га тенглиги аниқланди.

Кўмирнинг кул миқдори ҳам (расм 1б) фаоллаштириш ҳарарати ошиши билан 6,3 дан 22% гача кўпайиши аниқланди. Буни ҳарарат ошиши билан кўмир таркибидаги аморф углероднинг ёниши, смолосимон моддалар чиқиши ва кўмир умумий массасини 50% га камайиши билан изоҳлаш мумкин. Кўмирнинг ёд моддалардан тозаланиши ҳисобига унинг кул миқдори, яъни ноорганик тузларни ошиши кузатилади. Шу сабабли «пар-газ»

фаоллаштиришнинг энг мақбул ҳарорати қилиб 800°C ва 1-1,5 соат давомида олинган адсорбент энг катта ғовакликка эга бўлиши аниқланади.

Олинган адсорбентларнинг дисперслиги тозалаш жараёнининг асосий кўрсатгичлардан бири бўлиб ҳисобланади. Олинган намуналар элакларда дисперслигига қараб ажратилди. Адсорбцион тозалаш учун олинган глицериннинг кўрсатгичлари қуидагича кул миқдори 0,2% ва ранги 20 мг $\text{J}_2/100\text{cm}^3$. Ушбу натижалар 5-жадвалда келтирилган.

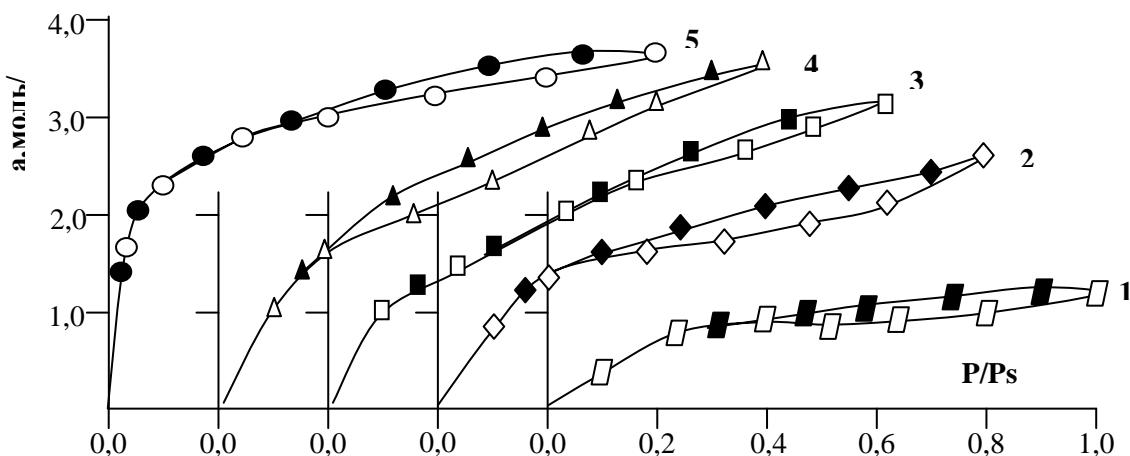
5-жадвал.

Адсорбент дисперслигининг тозаланган глицериннинг кўрсатгичларига таъсири

Глицерин кўрсатгичлари	1-2мм	2-3мм	3-4мм	4-5мм
Глицериндаги кул миқдори, %	0.2	0.1	0,35	0.25
Глицеридағи ранги, мг $\text{J}_2/100\text{cm}^3$	15	0	10	5

5-жадвалдан кўриниб турибдики, фаоллантирилган углеродли адсорбентлар ёрдамида тозаланган глицериннинг кул миқдори 0,2% дан 0.01% гача ва ранги эса 20 мг $\text{J}_2/100\text{cm}^3$ дан 0 мг $\text{J}_2/100\text{cm}^3$ га пасайиши аниқланди. Кўмирнинг йирик бўлаклар керакли тозалик даражасигача тозаламаслиги аниқланди. Энг мақбул адсорбентнинг дисперслик даражаси, 2-3 мм бўлиши аниқланган. Таққослаш учун бугунги кунда ёғ-мой корхоналарида ишлатиладиган Хиндистон кўмири қўлланганда кул миқдори 0,19% ва ранги 10 мг $\text{J}_2/100\text{cm}^3$ га тушириши аниқланган.

Кейинги ишларда 800°C да фаоллаштирилган адсорбентларни сорбцион хоссаларини аниқладик. 2БР ва 2БПК маркали кўмирларни сорбцион хусусиятларни юқори вакуумли Мак-Бэн ускунасида $1,33 \cdot 10^{-3}$ Па ва 298°K да бордик.



2-расм. 2БПК маркали кўмирларнинг адсорбция ва десорбция изотермалари: 2БПК - дастлабки (1); 2БР-дастлабки (2); 2БПК-ПА (3); 2БР-ПА (4); Индийский уголь (назорат) (5).

Пуржинанинг чўзилишини КМ-8 катотометри ёрдамида аниқладик. 2-расмда 2БПК маркали кўмирларнинг адсорбцион ва десорбция изотермалари намойиш этилган.

Фаоллантирилган кўмирларда бензол адсорбция изотермаларидан кўриниб турибдики, барча ҳолатда бензол миқдори ошиб бориб, тўйинишига яқинлашмоқда. Хиндистон кўмирида эса 0 дан $P/P_s = 0,3$ гача кўтарилиб, кейин адсорбент тўйинганини кўришимиз мумкин. Албатта бензол буғлари адсорбцияси Хиндистон кўмирида бошқа кўмирларга нисбатан кўпроқ бўлиши кўриниб турибди.

Адсорбция изотермаларидан 2БР ва 2БПК кўмир маркаларининг дастлабки ҳолатида тўйиниши адсорбцияси 0,8 ва 1,16 моль/кг ни ташкил этиши аниқланган. Лекин фаоллантирилган кўмир адсорбентларида эса бу кўрсатгич 2 баробар ошганини кўришимиз мумкин, яъни 2,4-3,5 моль/кг. Назорат кўмирида бу кўрсатгич 3,55 моль/кг ташкил этмоқда. Бу яна бир бор фаоллаштириш жараёнини тўғри танланганлигидан далолат беради.

Адсорбция изотермалари асосида кўмир хоссалари аниқланди: яъни сирт юзаси, монослоj сифими, адсорбция чегараси БЭТ усули топилди:

$$S = a_m N_A \omega, \quad (1)$$

Бу ерда, a_m - мономолекуляр қатlam (моль/кг) 1 гр адсорбент ҳисобида,

N - Авогадро сони;

ω_0 - бир молекула эгаллайдиган юза (nm^2).

Олинган натижалар 6-жадвалда келтирилган.

6-жадвал.

2БР ва 2БПК маркали дастлабки ва фаоллантирилган кўмирларнинг структура-адсорбцион хоссалари

Намуналар	Моноқават сифими, a_m , моль/кг	Солиширма юзаси, $S \cdot 10^{-3}$, $\text{m}^2/\text{кг}$	Тўйиниши адсорбцияси a_s , моль/кг
2БР (дастлабки)	0,38	103	1,09
2БПК (дастлабки)	0,45	108	1,16
2БР-ПА	1,9	262	3,24
2БПК-ПА	0,91	220	2,4
Хиндистон кўмири	1,9	459	3,55

Асосий бензол парларининг адсорбцияси монослоj сифимида бўлиб, бунда: 2БР (даст.) -35%, 2БПК (даст.)-38,8%, 2БР-ПА-37,9%, 2БПК-ПА-32,8%, Хиндистон кўмирида -53,6%. Лекин энг юқори солиширма юза (S) ва тўйиниши адсорбцияси (a_s) назорат кўмирида кузатилди.

Танланган кўмирни «пар-газ» фаоллаштириш орқали солиштирма юзасини 2 баробар ошириш мумкинлиги аниқланди. Буни «пар-газ» фаоллаштиришга оралиқ ғоваклар очилиши билан изоҳлаш мумкин.

Диссертациянинг «Ишлаб чиқилган адсорбентлар ёрдамида глицеринни адсорбцион тозалаш жараёнини тадқиқ қилиш» деб номланган тўртинчи бобида ишлаб чиқарилган адсорбентлар ёрдамида глицеринни тозалаш жараёнининг тадқиқотлари келтирилган.

Маълумки, физик сорбция жараёни юқори тезликда кетади, лекин молекулаларнинг адсорбент капилярларига кириши секинлик билан боради. Юзага етгандан сўнг, глицерин кўшимча моддалари адсорбентнинг транспорт каналлари орқали унинг марказига интилиб, бошқа ютиловчи моддаларга жой бўшатади.

Адсорбция жараёнининг оптимал қийматларини топиш учун қуйидаги шароитлар ўрганилди:

- ҳарорат 20 дан 100°C , интервал 20°C ;
- кўмир миқдори 0,1-1,0%, интервал 0;
- фазалар таъсир вақти 10-60 мин, интервал 10 мин;
- аралаштиргич аралаштириш тезлиги 160 об/мин.

Глицерин таркибидаги кул миқдорининг ҳароратга боғликлик кенетикаси 7-жадвалда келтирилган.

7-жадвал.

Адсорбция жараёнини ҳароратининг глицериндаги кул миқдорига таъсири

Ҳарорат, $^{\circ}\text{C}$	Глицериндаги кул миқдор, %		
	2БР маркаси	2БПК маркаси	Хиндистон кўмири (назорат)
20	0,054	0,052	0,055
40	0,039	0,040	0,042
60	0,022	0,028	0,026
80	0,011	0,014	0,013
100	0,012	0,015	0,014

7-жадвалдан кўриниб турибдики, глицериннинг кул миқдори фаоллантирилган 2БР маркали кўмир адсорбентида 2БПК маркали кўмирга нисбатан яхшироқ тозалashi аниқланган. Бунда 50°C адсорбция жараёнини ўтказилганда глицериннинг кул миқдори 0,65 дан 0,039% га тушганлиги аниқланган.

Адсорбция ҳароратини аниқлаб олингандан сўнг, фазаларнинг ўзоро таъсирилашиш вақти ва адсорбентнинг оптимал миқдори аниқланди. Бунинг натижасида фазаларнинг таъсирилашиш вақти 30-40 мин ва адсорбентнинг миқдори эса 0,8% эканлиги аниқланди. Бу вақт оралиғида глицерин таркибидаги кўшимча моддалар миқдори энг минимал даражага пасайгани аниқланди. Шундай қилиб, глицеринни адсорбцион тазалаш учун энг

оптимал шароитлари аниқланди, унга күра: ҳарорат - 80⁰C; адсорбент микәдори - 0,8% ва адсорбент ва адсорбат таъсир вақти 30-40 мин ташкил қиласы.

Адсорбенттинг мустаҳкамлиги регенерация жараёнида энг асосий омиллардан бири бўлиб, у қайта ишлатишда муҳум кўрсатгич ҳисобланади.

Регенерация жараёнини қўйидагича ўтказилди: ишлатилган адсорбентларни 1-% ли турли хил органик кислоталар ёрдамида 1:3 нисбатда солиб, 30 минут давомида 30⁰C ҳароратда 200 об/мин давомида регенерация қилинади. Кейин дистилланган сув билан нейтраллаб, 100-105⁰C да қуритилади. Олинган натижалар 8-жадвалда келтирилган. Бошланғич ишлатилган кўмир адсорбентининг мустаҳкамлиги 2БР-ПА-1,8 МПа, 2БПК-ПА -1,16 МПа га teng бўлган.

8-жадвал

Регенерациядан сўнг адсорбенттинг мустаҳкамлигини ўзгариши

Кўмир маркалари	Эритувчини номи	Регенерациядан сўнг адсорбенттинг мустаҳкамлиги, МПа					
		1	2	3	4	5	6
2БР-ПА	HCl	3,47	3,50	3,54	3,58	3,62	3,65
	HNO ₃	3,58	3,62	3,67	3,75	3,89	3,98
	H ₂ SO ₄	3,50	3,55	3,61	3,65	3,72	3,75
2БПК-ПА	HCl	3,43	3,48	3,52	3,55	3,62	3,65
	HNO ₃	4,0	4,32	4,35	4,42	4,45	4,55
	H ₂ SO ₄	3,42	3,50	3,55	3,62	3,7	3,78
Хиндистон кўмири (назорат)	HCl	1,98	2,0	2,1	2,18	2,2	2,25
	HNO ₃	2,15	2,20	2,28	2,3	2,32	2,35
	H ₂ SO ₄	2,42	2,45	2,5	2,6	2,8	2,95

8-жадвалда органик кислоталар адсорбенттинг регенерациядан сўнг мустаҳкамлигига турлича таъсир этиши кўрсатилган. Бунда 2БР-ПА ва 2БПК-ПА маркали кўмирларни регенерацияси учун азот кислотаси (HNO₃) тўғри келса, Хиндистон кўмири учун эса сульфат кислота (H₂SO₄) тўғри келиши аниқланган.

Шундай қилиб, 5-маротаба регенерациядан сўнг ҳам кўмир адсорбенти ўзининг бошланғич физик-механик ва адсорбцион хусусиятларини йўқотмаслиги аниқланди. Ўрганилган органик кислоталар ичida регенерация жараёни учун энг мақбули 1%-ли нитрат кислота (HNO₃) эканлиги кўрсатилди. 9-жадвалда регенерация қилинган кўмир адсорбентлари ёрдамида адсорбция қилинган глицериннинг тозалик даражаси кўрсатилган.

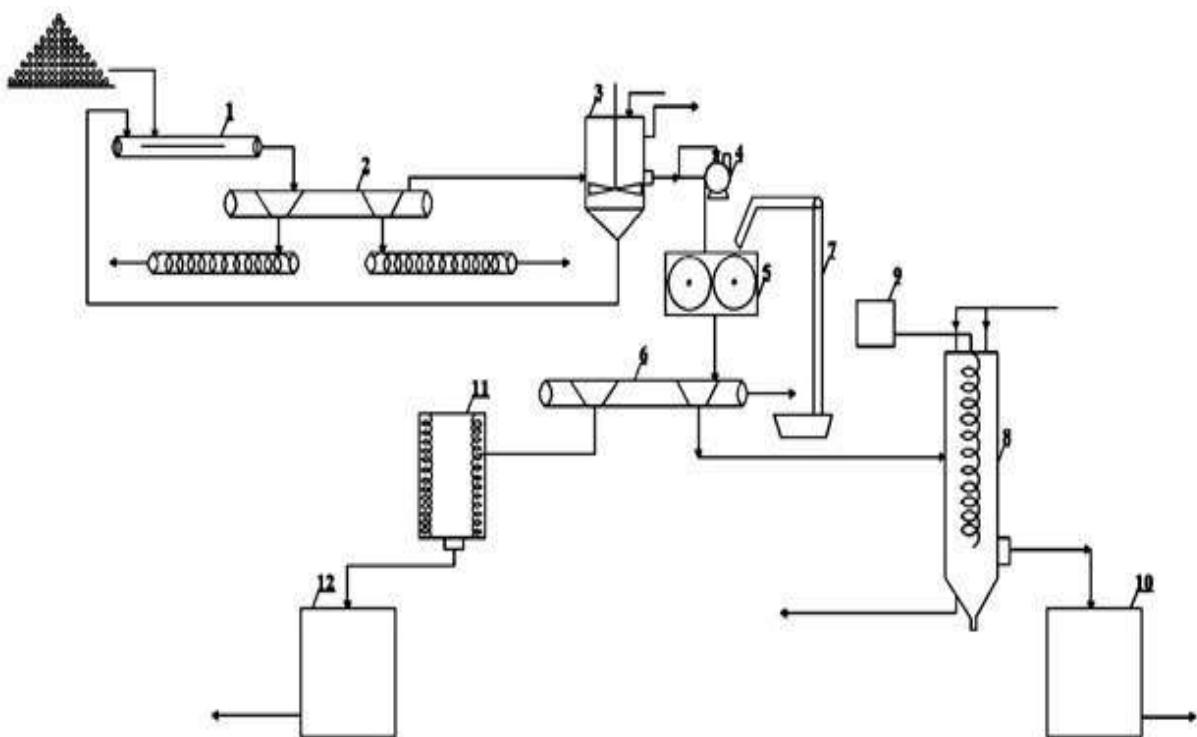
9-жадвалдан кўриниб турибдики, 5-марталик регенерациядан сўнг адсорбенттинг фаоллиги ўртача 1% га пасайиши аниқланган. Шунингдек, 2БПК-ПА маркали кўмир адсорбенти регенерациядан сўнг деярли адсорбцион хусусиятларини йўқотмаганлиги аниқланди.

Регенерация қилинган қўмир адсорбентларининг глицеринни тозалаш даражаси

Кўмир маркалари	Адсорбентларни регенерациялашдан сўнг глицеринни тозалаш даражаси, %					
	1	2	3	4	5	6
2БР-ПА	99,7	99,5	99,3	99,2	98,1	98,9
2БПК-ПА	99,8	99,7	99,7	99,5	99,3	99,2
Хиндистон кўмири (назорат)	99,6	99,5	99,3	99,2	99,0	98,8

Диссертациянинг «Махаллий хомашёлардан адсорбентлар олиш технологиясини ишлаб чиқиш ва глицеринни тозалашда қўллаш» деб номланган бешинчи бобида қўмир адсорбентлари олиш технологиясини ишлаб чиқиш ва глицеринни тозалаш қўллаш технологиялари ишлаб чиқилган.

2БР ва 2БПК маркали кўмирлар асосида қўмир адсорбентлари олишнинг комплекс технологияси ишлаб чиқилган. Таклиф этилаётган технология 3-расмда келтирилган.



3-расм. 2БР ва 2БПК маркали Ангрен кўмирлари асосида қўмир адсорбентлари олишнинг комплекс технологияси

Транспортёр (1) дан қўмир транспортёр-ўлчагичга (2) тушади, қўмир таркибидаги тош, қумдан ажратилиб, (3) реакторга сув билан 1:3 нисбатда бойитиш жараёнини ўтказиш учун тушади. Бундан кейин насос (4) орқали майдалагичга (5) га тушади. Майдаланган қўмир (6) транспортёр ёрдамида

ўлчамига қараб, 3 қисмга ажратилади. Биринчи бўлиб (7) транспортёр орқали йирик бўлаклар яна қайтиб (5) майдалагичга қайтарилади. Иккинчидан 4-5 ўлчамли кўмирлар (8) реакторга пар-газ фаоллаштиришга юборилади, фаоллаштиришдан сўнг (9) тайёр маҳсулотлар учун йиғичга йиғилади. Учинчи линия бўйича 2-3 ўлчамли кўмирлар термик фаоллаштириш учун (11) га жўнатилади, тайёр маҳсулот 12 тайёр маҳсулотлар учун йиғичга йиғилади.

Таклиф этилаётган технологиянинг оптимал шарт-шароитлари ишлаб чиқилган ва ҳисоб-китоблар асосида йилига 250 млн. сум.иқтисодий самара олиниши аниқланган.

ХУЛОСА

1. Импорт ўрнини босувчи фаоллантирилган углеродли адсорбентларни олиш учун Ангрен конининг 2БР ва 2БПК маркали паст куллик кўмирлар танлаб, углеродли адсорбенлар олишга тавсия этилди.

2. Махаллий кўмирларни сувли бойитишни 1:2 нисбатда олиб бориш орқали улар таркибидаги кул микдорини 1,3 мартаға камайтириш мумкунлиги ва ушбу жараён углеродли адсорбент олиш учун таклиф этилди.

3. 2БПК ва 2БР маркали кўмирлар ғоваклигини максимал даражада амалга ошириш учун термик фаоллаштиришни 400°C ҳароратда ва 60 минут давомида амалга ошириш мувофиқлиги кўрсатилди.

4. «Пар-газ» фаоллаштиришда температурани ошириш орыали олинаётган углеродли адсорбент ғоваклиги 39% дан 51% гача ортиши ва у қиймат жиҳатдан (53%) назорат намунасига яқинлиги аниқланди. Бунда кўмирдаги кул микдори ҳарорат кўтарилиши билан 6,3 дан 22% гача ортиши кузатилди. Буни фаоллаштириш вақти ортиши билан қатрон, аморф углерод ва адсорбцияланган сув ажралиши билан изоҳлаш мумкин, бунинг натижасида эса кўмирнинг ҳажми 50% камайиши кузатилади.

5. «Пар-газ» усули билан фаоллантирилган адсорбент ёрдамида тозаланган глицерин таркибида кул микдори 0,2% дан 0,04% гача ва ранги 10 мг $\text{J}_2/100\text{cm}^3$ дан 0 мг $\text{J}_2/100\text{cm}^3$ пасайиши кузатилади.

6. Адсорбция изотермалари натижалари асосида микроғоваклар, мезо ва умумий ғоваклар ҳажми 2-3 баробар ошиши, «пар-газ» фаоллаштиришни шароит ва усувларини тўғрилигини кўрсатади.

7. Олинган углеродли адсорбентлар ёрдамида тозалаш жараёнини мақбул шароитлари, яъни ҳарорат 80°C , адсорбент микдори 0,8% ва давомийлиги 30-40 минутда олиб бориш адсорбент сирт юзасининг глицерин таркибидаги заарли қўшимчалар билан максимал тўйинишини кўрсатади.

8. 5-маротаба регенерация жараёнидан сўнг ҳам углеродли адсорбентлар бошланғич физик-механик ва адсорбцион хусусиятларини йўқотмаслиги кузатилди. Ишлатилган углеродли адсорбентларни 1-%ли органик кислоталар, яъни HNO_3 мақсадга мувофиқ бўлиб, бундан сўнг унинг адсорбцион хусусиятлари деярли камаймаслигини кўрсатади.

9. 5-маротаба регенерациядан сўнг, углерод таркибидаги органик кислотада эрувчи ноорганик кул қисмини эритиши натижасида углероли адсорбентнинг мустаҳкамлиги ошишини кўрсатади. Бунда 2БР-ПА ва 2БПК-ПА адсорбентлари регенерацияси учун 1% ли нитрат кислота (HNO_3), Хиндистон кўумир адсорбентлар учун эса сульфат кислота (H_2SO_4) тўғри келади.

10. Ангрен қўнғир кўмирлари асосида пиролиз ва «пар-газ» фаоллаштириш усули билан углеродли адсорбентлар олиш технологияси ишлаб чиқилган.

11. Фаоллантирилган углеродли адсорбентлар ёрдамида глицеринни тозалаш технологияси ишлаб чиқилган.

12. 2БПК-ПА ва 2БР-ПА адсорбентларини глицеринни тозалашда қўллашдан келадиган иқтисодий самарадорлик ҳисоблаб чиқилган.

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

САВРИЕВА ДИЛАФРУЗ ДОУТОВНА

**ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ АКТИВИРОВАННЫХ УГЛЕРОДНЫХ
АДСОРБЕНТОВ ИЗ МЕСТНЫХ УГЛЕЙ ДЛЯ ОЧИСТКИ И ОТБЕЛКИ
ГЛИЦЕРИНА**

02.00.11 – Коллоидная и мембранные химия

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

Ташкент – 2020

Тема диссертации доктора философии (PhD) зарегистрирована в Высшей аттестационной комиссии при Кабинете Министров Республики Узбекистан за номером В.2020.2.PhD/Г.1393.

Диссертация выполнена в институте общей и неорганической химии.

Автореферат диссертации на трёх языках (узбекский, русский, английский (резюме)) размещен на веб-странице Научного совета по адресу www.ioakh.uz и информационно-образовательном портале «Ziyonet» по адресу (www.ziyonet.uz).

Научный руководитель:

Салиланова Дилноза Сайдакбаровна
доктор технических наук, профессор

Официальные оппоненты:

Эргашев Ойбек Каримович
доктор химических наук, доцент

Исабаев Исимол Бабажонович
доктор технических наук, доцент

Ведущая организация:

Ташкентский химико-технологический
институт

Защита диссертации состоится « 22 » июня 2020 г. в «10⁰⁰» часов на заседании Научного совета DSc.02/30.12.2019.К/Т.35.01 при Институте общей и неорганической химии. (Адрес: 100170, г. Ташкент, ул. Мирзо Улугбека, 77-а. Тел.: (+99871) 262-56-60; факс: (+99871) 262-79-90; e-mail: ioakh@zmail.ru).

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

Автореферат диссертации разослан « 18 » июня 2020 года
(регистр протокола рассылки № 8 от « 18 » июня 2020 года).



ВВЕДЕНИЕ (аннотация диссертации (PhD) доктора философии)

Актуальность и востребованность темы диссертации. Сегодня в мире обеспечение качественной, т.е отвечающей всем нормам продукцией потребителей считается важной задачей. Одним из таких продуктов является глицерин, получаемый из вторичного сырья масложировых предприятий. Глицерин применяется во многих отраслях химической, пищевой и фармацевтической промышленности. Однако его качество не всегда отвечает требуемым нормам, который можно достичь очисткой адсорбентами. Поэтому стабильное развитие производства продуктов из местного сырья, поставка на рынок безопасных и качественных продуктов по установленным нормам потребления в ассортименте считается одной из главных задач.

В мире необходимо обосновать следующие научные решения, в области получения активированных угольных адсорбентов подбирая сырьё, оптимальные способы и условия активации: выполнение комплекса научных исследований состава и свойств местных подобранных углей с целью подбора из них более эффективных для получения активированных адсорбентов; изучение изменений состава и свойств углей в процессе их активации; исследование кинетических закономерностей и изменения физико-химических показателей глицерина при контактной очистке на активированных угольных адсорбентах.

В республике достигнуты теоретические и практические результаты по разработке получения и пременения селективных активированных угольных адсорбентов для различных отраслей производства на основе местных углей и других сырьевых ресурсов с целью импортозамещения. В стратегии действий по дальнейшему развитию Республики Узбекистан предусмотрены задачи по «подъем у промышленности путем перевода ее на качественно новый уровень, к дальнейшей интенсификации производства готовой продукции на базе глубокой переработки местных сырьевых ресурсов, освоению выпуска новых видов продукции и технологий»². В этой сфере, в том числе, научные исследования по разработке технологии получения угольных адсорбентов на основе местных углей для очистки и отбелки глицерина имеют важное значение.

Данное диссертационное исследование, в определенной степени, служит выполнению задач, предусмотренных в указе Президента Республики Узбекистан № УП-4947 от 7 февраля 2017 года «О стратегии действий по дальнейшему развитию Республики Узбекистан» и Постановлении Президента Республики Узбекистан № ПП-3236 от 23 августа 2017 года «О программе развития химической промышленности на 2017-2021 годы», а также в других нормативно-правовых документах, принятых в данной сфере.

Соответствие исследований приоритетным направлениям развития науки и технологий в республике. Данное исследование

¹ Указ Президента Республики Узбекистан УП-4947 «О стратегии действий по дальнейшему развитию Республики Узбекистан»

выполнено в соответствии с приоритетным направлением развития науки и технологий Республики VII «Химические технологии и нанотехнологии».

Степень изученности проблемы. В научно-технической литературе имеются результаты проведенных исследований по получению угля, их активации и регулированию коллоидно-химических свойств полученных адсорбентов с учётом области их применения (К.С.Ахмедова, Арипов Э.А., Глекель Ф.Л., Хамраев С.С., Аминов С.Н., Агзамходжаев А.А., Ахмедов У.К., Рахматкариев Г.У., Муминов С.З., Хамидов Б.Н., Нарметова Г.Р., С.А.Абдурахимов, Эшметов И.Д.), изучению физико-химических, коллоидно-химических свойств углей, их активации и модификации нацеленной на очистку сточных вод и отработанных масел (Забрамный Д.Т., Таджиев А.Т., Насритдинов С.Н., Гумаров Р.Х.).

Ученые (Глушенкова А.И., Абдурахимов С.А., Кадиров Ю.К., Мажидов К.Х., Серкаев К.П.) занимаются совершенствованием технологических процессов отбелки и отбелки растительных масел и глицерина адсорбционным способом. Однако, отсутствие адсорбентов, полученных из местных углей, основные технологические процессы приспособлены к использованию импортных угольных адсорбентов, что в свою очередь снижает качество получаемой продукции и повышает его себестоимость.

В наших условиях получение избирательных угольных адсорбентов используя местные угли и контролируя их свойства считается важным. Следует отметить, что со стороны выше перечисленных ученых до сегодняшнего дня не проведены исследования по разработке технологий получения эффективных адсорбентов из местных углей для очистки глицерина.

Связь темы диссертации с научно-исследовательскими работами научно исследовательского учреждения, где выполнена диссертация.

Диссертационное исследование выполняется в рамках плана научно-исследовательских работ прикладных проектов Института общей и неорганической химии П3-2017091327 «Разработка инновационной технологии очистки промышленных (масложировой и др.) сточных вод с использованием высокоэффективных местных адсорбентов» (2018-2020 гг.).

Целью исследования является совершенствование технологии получения и применения углеродных адсорбентов для очистки глицерина на основе местных Анренских углей.

Задачи исследования:

определение свойств и химического состава местных углей с целью оптимального подбора из них для получения активированного углеродного адсорбента;

изучение изменений состава и свойств углей в процессе их активации;

разработка технологии получения активированных углеродных адсорбентов на основе подобранных местных сырьевых ресурсов;

установление кинетических закономерностей и физико-химических изменений показателей глицерина при контактной очистке на активированных углеродных адсорбентах;

совершенствование технологии очистки глицерина с использованием активированных углеродных адсорбентов;

расчет технико-экономической эффективности получения и применения углеродистых адсорбентов при очистке глицерина на масложировых предприятиях республики.

Объекты исследования являются бурый уголь марок 2БР и 2БПК Ангренского месторождения, бензол, толуол, глицерин до и после его очистки, активированные углеродные адсорбенты.

Предмет исследования. Изучение закономерностей процессов получения импортозамещающих угольных адсорбентов из местных углей и их применения при очистке и отбелке глицерина.

Методы исследования. Для выполнения данной работы использованы физико- и коллоидно-химические (адсорбционные, аналитические, ИК-спектроскопия, растровый (сканирующий) электронно-микроскопические – SEM, хроматографические и др.) методы исследования и анализов.

Научная новизна исследования заключается в следующем:

разработан способ обогащения отмучиванием, при котором зольность углей снижается в 1,3 раза;

определенны, условия для максимального достижения пористости угля марки 2БР и 2БПК Ангренского месторождения путем термической активации при 400⁰С в течение 60 минут;

определенны, условия повышения пористости адсорбента с 39% до 51% по ацетону путём повышения температуры при парогазовой активации;

в изотермах адсорбции установлены, что в активированных углях после парогазовой активации объёмы микро-, мезо- и общей объём пор увеличились почти в 2-3 раза;

установлены, оптимальные условия очистки с использованием полученных углеродных адсорбентов, где длительность контакта фаз составляет 30-40 мин, температура - 80⁰С; количество адсорбента 0,8%, за это происходит наиболее полное насыщение внутренней активной поверхности угля вредными примесями глицерина.

доказано, что даже после 5-и кратной регенерации 1%-ным органическими кислотами (HNO₃) углеродных адсорбент не теряет свои первоначальные физико-механические и адсорбционные свойства.

Практические результаты исследования заключаются в следующем:

разработана технология обогащения Ангренского угля путем отмучивания водой с целью снижения его зольности;

разработана технология углеродного адсорбента из Ангренских бурых углем путём его пиролиза и парогазовой активации;

разработаны нормативно-технические документы для получения и применения активированных углеродных адсорбентов для очистки глицерина.

Достоверность результатов исследования. Достоверность результатов исследования подтверждается применением химического (аналитическая химия) и физико-химического методов анализа (рентгенофазовый, растровый (сканирующий) электронно-микроскопический – SEM, хроматографический) и проведением испытаний на опытно-промышленном оборудовании.

Научная и практическая значимость результатов исследования.

Научная значимость результатов исследования определяется установлением закономерностей адсорбции органических и неорганических примесей на импортозамещающих углеродных адсорбентах, полученных путем обогащения, термического пиролиза и парогазовой активацией, которые имеют важное значение при их получении и применении. Это имеет большое значение при совершенствовании технологии очистки глицерина от вредных веществ предложенными углеродными адсорбентами.

Практическая значимость работы заключается в использовании при проектировании и строительстве новых производственных предприятий по получению активированных углеродных адсорбентов из местных углей, также в учебном процессе Ташкентского химико-технологического института и Ташкентского государственного технического университета.

Внедрение результатов исследования. На основе научных результатов по получению активированных угольных адсорбентов из местного сырья и очистке глицерина:

технические условия (Ts 17088447-04:2019) на получение активированного угля 2БР-ПА для адсорбционной очистки глицерина, утвержден «Узстандарт». Данные технологические условия дают возможность контролировать качество продукта и технологические процессы;

технология получения углеродных адсорбентов на основе Ангренских углей для адсорбционной очистки дистиллированного глицерина внедрена в практику АО «Учкурган ёг» (справка Ассоциации «Узёгмойсаноат» от 26 сентября 2019 года №АА/01-1350). В результате этого появилась возможность получить углеродные адсорбенты из местных углей позволяющие заменить импортные адсорбенты, применяемые при очистке глицерина;

технология адсорбционной очистки дистиллированного глицерина предложенными углеродными адсорбентами марки 2БР и 2БПК внедрена в практику АО «Урганч ёғ-мой» (справка Ассоциации «Узёгмойсаноат» от 26 сентября 2019 года №АА/01-1350). В результате этого появилась возможность очистить дистиллированный глицерин предложенными адсорбентами до чистоты 99,9%.

Апробация результатов исследования. Результаты данного исследования были обсуждены на 3 Международных и 13 республиканских научно-практических конференциях.

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

Структура и объем диссертации. Структура диссертации состоит из введения, пяти глав, заключения, списка использованной литературы и приложений. Объем диссертации составляет 112 страниц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во **введении** обосновываются актуальность работы и востребованность проведенных исследований, характеризуются цель и задачи, излагается соответствие научных и практических исследований приоритетным направлениям развития науки и технологий Республики Узбекистан, научная новизна и практические результаты исследования, раскрываются научная и практическая значимость полученных результатов исследования, опытно-промышленные испытания, сведения об опубликованных работах и структуре диссертации.

В первой главе диссертации под названием «**Современное состояние технологий получения угольных адсорбентов и очистки сырого глицерина**» рассмотрены перспективы развития технологии получения и применения угольных адсорбентов, составы и свойства глицерина до и после их очистки различными способами, научно-технологические основы процесса адсорбционной очистки глицерина от нежелательных примесей, а также, рассмотрены составы и свойства природных углей, используемых для получения угольных адсорбентов, методы активации и модификации угольных адсорбентов. Обзор литератур¹ позволил сформулировать цель и задачи исследования.

Во второй главе диссертации «**Основные методы определения физико-химических и адсорбционных свойств исходных и активированного угля и объекты исследования**» приведены данные о физико-химических и физико-адсорбционных свойствах Ангренских углей и способов их активации.

Подбор углей проводили исходя из зольностей углей. Данные результаты приведены в табл. 1.

Из табл. 1. видно, что товарные марки 2БОМСШ-Б1 и 2БОМСШ-Б2 являются высокозольными, т.е. не пригодны для получения углеродистых адсорбентов. Поэтому для получения углеродных адсорбентов отобраны угли марок 2БПК и 2БР.

Таблица 1.
Содержание золы и влажности Ангренских углей

Марка угля	Зольность, %	Влажность, %
2БР	8,8	8,32
2БПК	8,6	9,84
2БОМСШ-Б1	20,2	34,8
2БОМСШ-Б2	19,8	50,7

В данной главе приведены лабораторные установки термического пиролиза, «пар-газ» активации, а также принципы работы установки МАК-БЕН Бакра для определения адсорбционных свойств адсорбентов.

В третьей главе диссертации под названием **«Получение активированных адсорбентов из местных углей»** приведены основные способы активации и получения угольных адсорбентов из местных углей. Здесь, для снижения зольности углей провели обогащение местных углей методом отмучивания. Для этого уголь смешивали с дистиллированной водой при соотношении 1:2 (уголь : вода). Через 2 часа сливали воду, осажденную угольную массу оставляя на дне 1 см слой угля, с помощью лапотки извлекли верхнюю часть угля. Разделенный уголь сушили в сушильном шкафу до постоянного веса. Затем анализировали зольность угля, результаты, которых приведены в табл. 2.

Таблица 2.

Зольности углей до и после их обогащения

Марка угля	до обогащения, %	после обогащения, %
2БР	8,32	6,1
2БПК	9,84	7,3

Как видно из табл. 2. после обогащения угля резко снижается зольность за счет смывания его неорганической части. Установлено, что процесс обогащения угля при соотношении 1:2 (уголь:вода) снижает его зольность в 1,3 раза.

Существуют различные способы активации углей, например, пиролиз, «пар-газ» активация и др. Нами проведен пиролиз отобранных марок углей, который осуществлялся в специально смонтированной лабораторной установке. Пиролиз проводили при разных температурах и интервалах времени. Полученные результаты представлены в табл. 3.

Из табл. 3. видно, что с увеличением температуры и времени активирования заметно изменяется пористость получаемых угольных адсорбентов. Например, с увеличением температуры пиролиза пористость адсорбентов резко снижается за счет образования смолистых веществ, которые блокируют поры углей. Установлено, что для достижения максимальной пористости угля марки 2БПК и 2БР достаточно проводить термическую активацию при 400°C , в течение 60 минут. Для дальнейших

исследований нами отобраны угли, активированные при этих температурах и времени.

Таблица 3.
Влияние температуры и времени пиролиза на пористость углеродных адсорбентов

мин	⁰ С	Пористость активированных адсорбентов, %				
		200	300	400	500	600
уголь марки 2БР						
30	27,2	30,2	32,1	29,4	29,7	
60	27,7	31,9	32,9	30,5	29,4	
90	28,4	31,8	32,5	31,8	31,2	
120	28,1	30,1	30,6	30,6	29,8	
уголь марки 2БПК						
30	26,2	27,0	28,2	29,2	29,5	
60	29,4	31,6	32,8	31,5	31,4	
90	28,4	30,8	30,5	30,0	29,2	
120	28,1	29,9	30,6	30,6	30,2	

Один из основных свойств получаемых адсорбентов является его дисперсность, которое на прямую влияет на его адсорбционные свойства. Нами изучено, влияние дисперсности на скорость фильтрации и золы в очищенном глицерине. Полученные результаты приведены в табл. 4. Для этого проведена очистка дистиллированного глицерина с зольностью 0,14%. При этом очистку проводили при 70 ⁰С в течение 30 минут.

Таблица 4.
Изменения скорости фильтрации и зольности глицерина в зависимости от дисперсности углеродного адсорбента

Размер частиц угля, мм	Фильтруемость глицерина, мл/5сек.	Зольность очищенного глицерина, %
1-2	4,8	0,18
2-3	8,6	0,02
3-4	10,3	0,06
4-5	13,6	0,09
5-10	16,5	0,11

Из табл. 4. видно, что применение углеродных адсорбентов с размером 1-2 мм, осложняет процесс фильтрования, поэтому оптимальным размером угля выбраны 2-3 мм. Дальнейшее повышение размера частиц угля повышает фильтруемость, однако отрицательно влияет на качество очищаемого глицерина. Высокую зольность очищенного глицерина с углем размером 1-2 мм, можно объяснить тем, что мелкие частицы угля легко проходя через фильтр, остаются в очищенном глицерине.

Ещё одним способом получения углеродного адсорбента является «пар-газ» активация.

Для активации мы использовали угли размером 5мм фракции, отмытые и высушенные до постоянного веса при 105-110⁰С. В печи температуру контролировали термопарой потенциометра. После загрузки реактор закрывали герметично, но нижний отвод оставляли открытый для выхода смелообразных продуктов. Паровую активацию проводили при температурах 400-800⁰С, которая контролировалась с помощью термопары в течение 1 часа. Затем, образцы углей охлаждали до комнатной температуры. Активированные угли хранили при комнатной температуре без доступа кислорода. На рис.1. представлены результаты влияния «пар-газ» активации на некоторые показатели, углеродных адсорбентов.

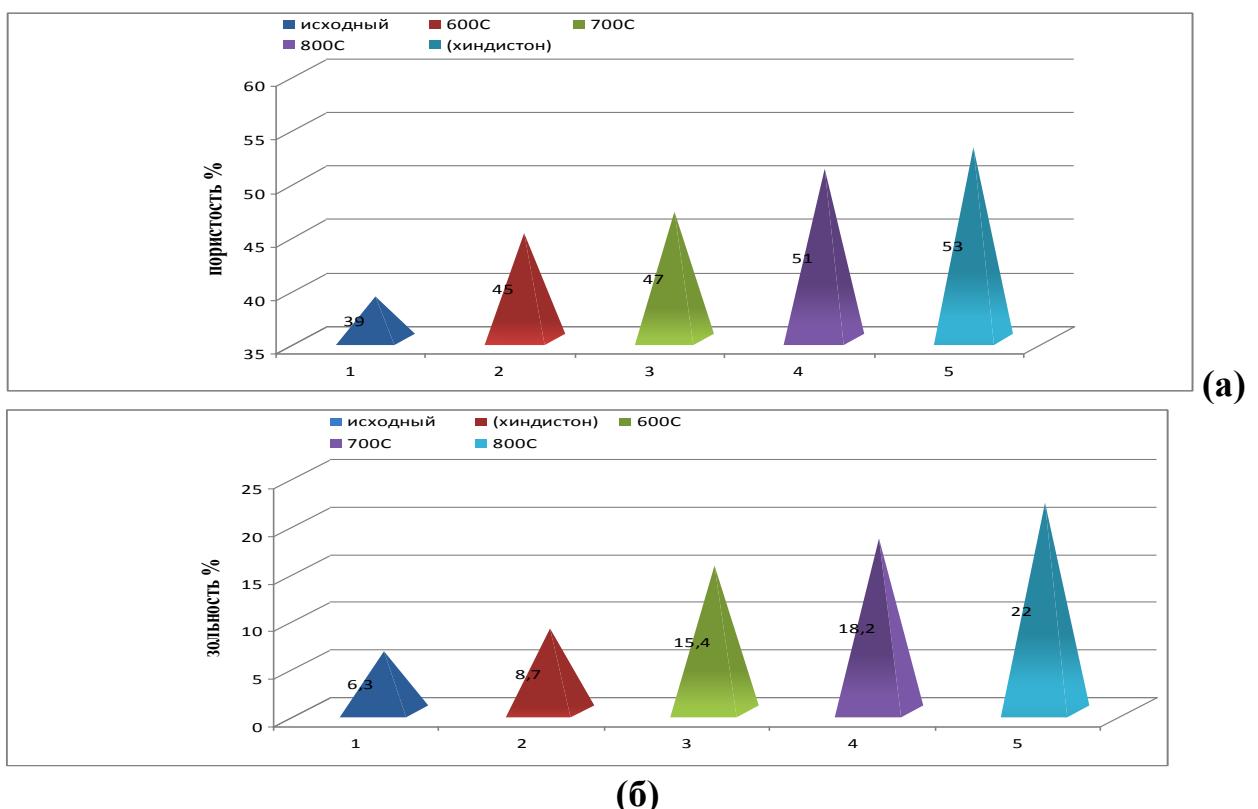


Рис. 1. Влияние «пар-газ» активации на пористость (а) и зольность (б) получаемых углеродных адсорбентов

Как видно из рис 1. с увеличением температуры «пар-газ» активации пористость (рис 1а) получаемых углеродных адсорбентов увеличивается с 39% до 51%, это очень близко к значению контрольного образца 53%.

Зольность (рис 2б) угля также с повышением температуры увеличивается с 6,3 до 22%. Это можно объяснить тем, что с увеличением времени активации после выхода смол, аморфного углерода, адсорбированной воды объем угля снижается до 50%. За счет очищения угля от сопутствующих ему веществ, повышается его зольность, которую в основном составляют неорганические соли. Поэтому самой оптимальной

температурой для «пар-газ» активации нами выбрано 800°C , т.к. при этом можно получить адсорбент с высокой пористостью.

Дисперсность угольных адсорбентов играет немаловажную роль при адсорбции, т.к. от этого зависит их адсорбционная способность. Для этого нами после активации уголь сортировали по дисперсности в лабораторных условиях ситовым методом. При этом глицерин для анализа имел зольность 0,2%, а цветность 20 мг $\text{J}_2/100\text{cm}^3$. Полученные данные представлены в табл.5.

Таблица 5.
**Показатели адсорбционной очистки дистиллированного глицерина
активированными угольными адсорбентами**

Показатели глицерина	Размер частиц адсорбента, мм			
	1-2мм	2-3мм	3-4мм	4-5мм
Зольность глицерина, %	0.2	0.35	0,01	0.25
Цветность глицерина, мг $\text{J}_2/100\text{cm}^3$	15	10	0,1	5

Из табл.5 видно, что после очистки глицерина полученным парогазовой активацией адсорбентом её зольность снизилась с 0,2% до 0.01%, а цветность с 10 мг $\text{J}_2/100\text{cm}^3$ до 0,1 мг $\text{J}_2/100\text{cm}^3$. Крупные размеры углей не очищают до требуемой степени очистки. Это говорит о том, что для очистки эффективной глицерина активированным углем после его активации надо измельчить до 3-4мм. Для сравнения мы провели отбелку с контрольным импортным образцом, т.е. индийским углём, который применяется на масложировых предприятиях при очистке дистиллированного глицерина, при котором зольность снижается до 0.19% а цветность до 10 мг $\text{J}_2/100\text{cm}^3$. Однако, эти показатели хуже, чем угольных адсорбентов, полученных на основе местных Ангренских углей.

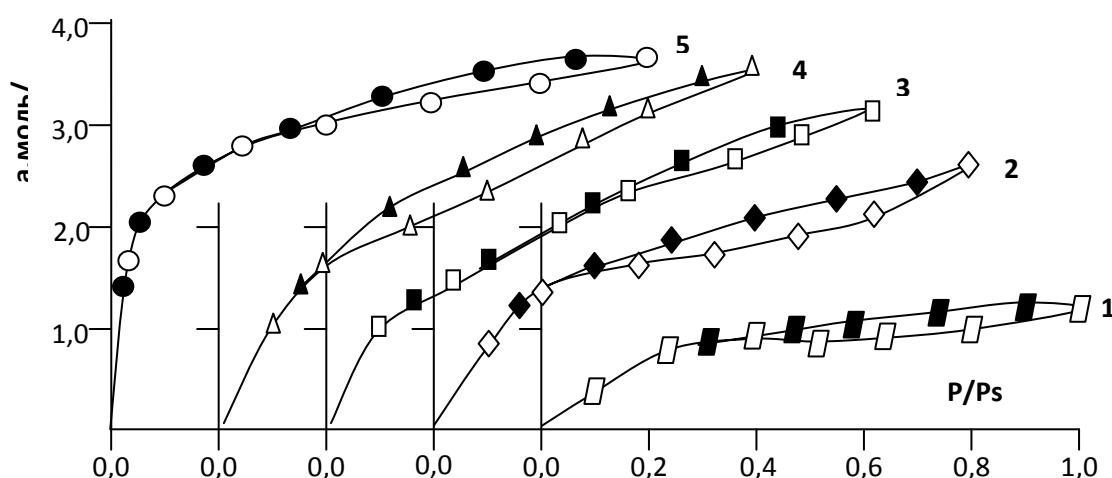


Рис.2. Изотермы адсорбции и десорбции бензола на активированных углях марки: 2БПК-исходный (1); 2БР-исходный (2); 2БПК-ПА (3); 2БР-ПА (4); Индийский уголь (контроль) (5).

Далее изучены адсорбционные свойства полученных активированных углей. Для этого исследовали образцы, полученные при 800°C . Сорбционные измерения адсорбции бензола на активированном угле марки 2БР и 2БПК проводили на высоковакуумной установке с ртутными затворами и кварцевыми весами Мак-Бена при остаточном давлении $1,33 \cdot 10^{-3}$ Па и 298 К. Удлинение пружин контролировали с помощью катетометра КМ-8. На рис. 2. представлены адсорбционные и десорбционные изотермы углем марки 2БПК.

Из изотерм адсорбции паров бензола видно, что в углях марок 2БР и 2БПК их количество прорастая, доходит до насыщения. Для импортного угля относительное давление с нуля прорастает до $P/P_s = 0,3$ и далее, постепенно насыщаясь, изотерма продолжается линейно. Адсорбция паров бензола разных марок угля по отношению к импортному образцу конечно же относительно мала.

Как видно из изотерм исходных углей марок 2БР и 2БПК насыщение при адсорбции составляет, соответственно 0,8 и 1,16 моль/кг. Но, у активированных углей этот показатель почти увеличился в 2 раза, т.е до 2,4-3,5 моль/кг. Когда у контрольного образца количество адсорбции равно 3,55 моль/кг. Это доказывает ещё раз о правильности подбора оптимальных условий активации местных углей.

На основании данных изотермы адсорбции вычисляли структурно-сорбционные характеристики: удельную поверхность, ёмкость монослоя, предельную адсорбцию с помощью уравнения БЭТ:

$$S = a_m N_A \omega, \quad (1)$$

где S – удельная поверхность, $\text{м}^2/\text{г}$; a_m – ёмкость монослоя, т.е. количество вещества, сорбированное в монослое; N – число Авогадро; w – посадочная площадка молекулы сорбируемого пара или газа.

Полученные результаты приведены в табл. 6.

Таблица 6.

Структурно-сорбционные свойства активированных углей марок 2БР и 2БПК

Образцы угля	Объём монослоя, a_m , моль/кг	Удельная поверхность, $S \cdot 10^{-3}$, $\text{м}^2/\text{г}$	Адсорбция насыщения, a_s , моль/кг
2БР (исходный)	0,38	103	1,09
2БПК (исходный)	0,45	108	1,16
2БР-ПА	1,9	262	3,24
2БПК-ПА	0,91	220	2,4
Индийский уголь	1,9	459	3,55

Основное количество адсорбции паров бензола происходит в монослоином объёме, где составляет: 2БР (исх) -35%, 2БПК (исх)-38,8%, 2БР-ПА-37,9%, 2БПК-ПА-32,8%, в Индийском угле -53,6%. Как показывает анализ самая высокая относительная поверхность (S) и насыщение адсорбции (a_s) наблюдается в контрольном образце.

Из полученных данных видно, что после парогазовой активации относительная поверхность подобранных углей увеличилось в 2 раза. Можно сказать, что при активации парами воды дополнительно открываются поры межслоях угля.

В четвертой главе диссертации под названием **«Исследование процесса адсорбционной очистки сырого глицерина разработанными адсорбентами»** приведены исследования процесса адсорбционной очистки глицерина полученными адсорбентами.

Известно, что процесс физической адсорбции происходит с большой скоростью, но проникновение молекул вглубь капилляров адсорбента протекает очень медленно. Достигнув поверхности угля, примеси глицерина по транспортным каналам продвигаются вглубь пор, освобождая поверхность адсорбента для других молекул.

В целях установления оптимальных значений адсорбции технологические режимы варьировали в следующих пределах:

- температуру от 20-100⁰С, интервал 20⁰С;
- количество угля 0,1-1,0%, интервал 0;
- длительность контакта фаз 10-60 мин, интервал 10 мин;
- частоту вращения мешалки 160 об/мин.

Кинетика изменения содержания золы в зависимости от температуры адсорбции приведена в табл.7.

Таблица 7.

Влияние температуры адсорбции на содержание золы в глицерине

Температура, °С	Марки угля		
	2БР	2БПК	Индийский (контроль)
20	0,054	0,052	0,055
40	0,039	0,040	0,042
60	0,022	0,028	0,026
80	0,011	0,014	0,013
100	0,012	0,015	0,014

Как видно из табл. 7. что зольность глицерина снижается активным углем марки 2БР лучше, чем показатели угля марки 2БПК. Так, при 50⁰С содержание золы в глицерине уменьшилось с 0,65 до 0,039%

В интервале длительности контакта фаз 30-40 мин состояние системы характеризуется, близким к равновесному. За этот период происходит наиболее полное насыщение внутренней активной поверхности угля вредными примесями глицерина. Таким образом, для глицерина определены

оптимальные условия адсорбционной очистки, т.е. температура - 80⁰С; при количестве адсорбента 0,8% и длительность контакта 30-40 минут.

Прочность адсорбента является одним основных факторов после регенерации, т.к. после регенерации для повторного применения адсорбент не должен терять свою первоначальную прочность и адсорбционные способности.

Процесс регенерации мы проводили следующем образом: отработанные угольные адсорбенты обрабатывали 1%-ными органическими кислотами в течение 30 минут температуре при 30⁰С и перемешивании 200 об/мин. Затем уголь нейтрализовали дистиллированной водой и сушили до постоянного веса при температуре 100-105⁰С. Полученные результаты приведены в табл. 8

Таблица 8.

Изменение прочности после регенерации

Марка угля	Наименование кислоты	Прочность адсорбента после регенерации, МПа					
		1	2	3	4	5	6
2БР-ПА	HCl	3,47	3,50	3,54	3,58	3,62	3,65
	HNO ₃	3,58	3,62	3,67	3,75	3,89	3,98
	H ₂ SO ₄	3,50	3,55	3,61	3,65	3,72	3,75
2БПК-ПА	HCl	3,43	3,48	3,52	3,55	3,62	3,65
	HNO ₃	4,0	4,32	4,35	4,42	4,45	4,55
	H ₂ SO ₄	3,42	3,50	3,55	3,62	3,7	3,78
Индийский уголь (контроль)	HCl	1,98	2,0	2,1	2,18	2,2	2,25
	HNO ₃	2,15	2,20	2,28	2,3	2,32	2,35
	H ₂ SO ₄	2,42	2,45	2,5	2,6	2,8	2,95

Результаты исследований прочности углей после регенерации приведены в табл. 8. При этом прочность отработанных углей равнялась для 2БР-1,8 МПа, а для марки 2БПК -1,16 МПа.

Из табл. 8. видно, что все минеральные кислота по разному действуют на прочность углей после регенерации. При этом углем марок 2БР-ПА и 2БПК-ПА для регенерации подходит азотная кислота (HNO₃). Для контрольного образца (Индийский уголь) для регенерации больше всего подходит серная кислота (H₂SO₄).

Установлено, что прочность угольных адсорбентов повышается даже после 5-кратной регенерации, т.к. минеральные кислоты растворяясь в неорганических золах угольных кислот повышают их прочность.

В табл. 9. представлены результаты определения адсорбционных свойств углеродистых адсорбентов после регенерации.

Из табл. 9. видно, что даже после 5-и кратной регенерации адсорбционная способность углеродного адсорбента снижается в среднем на 1%. По сравнению с углем марки 2БПК-ПА первый (2БР-ПА) не теряет свои адсорбционные свойства.

Таблица 9.

Степень очистки глицерина после регенерации углеродистых адсорбентов

Марка угля	Степень очистки глицерина после регенерации адсорбентов, %					
	1	2	3	4	5	6
2БР-ПА	99,7	99,5	99,3	99,2	98,1	98,9
2БПК-ПА	99,8	99,7	99,7	99,5	99,3	99,2
Индийский уголь (контроль)	99,6	99,5	99,3	99,2	99,0	98,8

Таким образом, установлено, что даже после 5-и кратной регенерации угольный адсорбент не теряет первоначальные свои физико-механические и адсорбционные свойства. Для регенерации отработанных угольных адсорбентов целесообразно использовать 1%-ную азотную кислоту (HNO_3). Установлено, что уголь марки 2БПК-ПА практически не меняет адсорбционную способность.

В пятой главе диссертации приведена технология получения адсорбентов из местного сырья и их применение при очистке глицерина.

Разработана технология получения активированных угольных адсорбентов из местного сырья. Представлена комплексная технология получения угольных адсорбентов на основе Ангренских углей марки 2БР и 2БПК. Комплексная технология получения угольных адсорбентов представлена на рис 3.

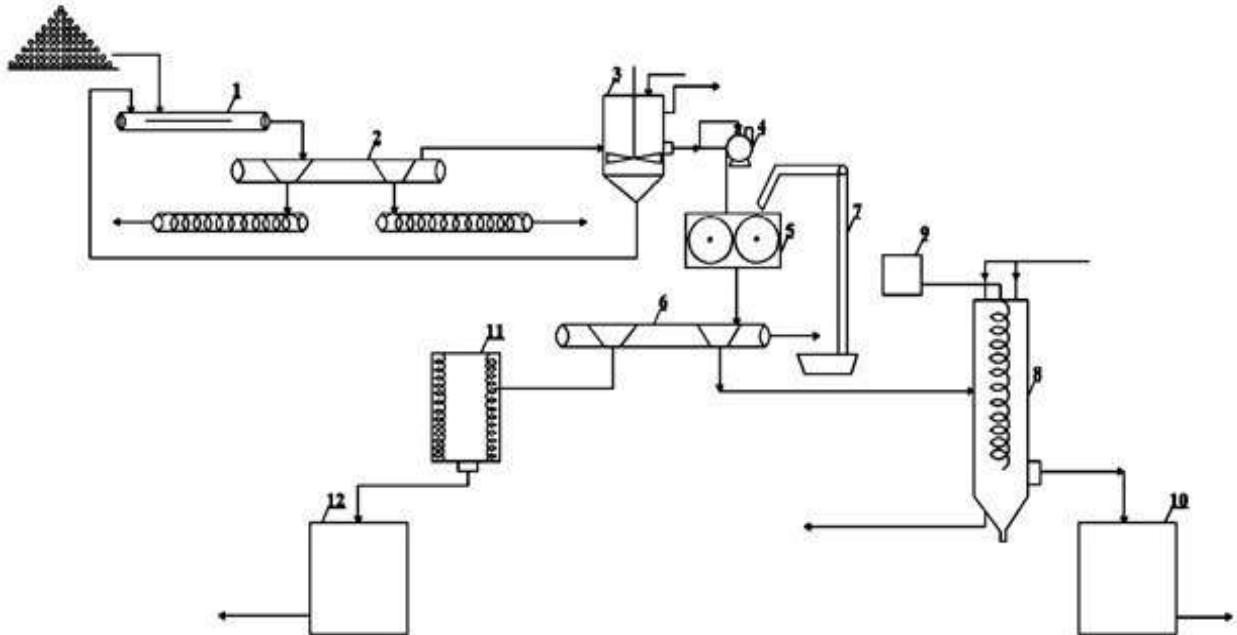


Рис. 3. Комплексная технология получения угольных адсорбентов на основе Ангренских углей марки 2БР и 2БПК

Из транспортёра 1 уголь подаётся в дозатор 2, далее сортируясь от камней и песков подаётся в реактор 3, где производится обогащение с водой при в соотношении 1:2, далее с помощью насоса 4 подаётся в мельницу 5, где измельченный уголь с помощью транспортёра 6 сортируется на 3 части: первое обратно через транспортер 7 (не измельченные угли) подаются в мельницу 5, второе угли размером 4-5мм подаются в реактор, где происходит парогазовая активация 8, откуда после активации подаются в сборник 9 для готовых адсорбентов, по третьей линии угли размером менее 2-3 мм подаются на активацию в пиролизную установку, оттуда после пиролиза подаются в сборник 12 для готовых адсорбентов.

Разработаны оптимальные условия предлагаемой технологии и определен экономический эффект в 250 млн сум в год на основе произведенных расчетов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Подобраны низкозольные угли марок 2БР и 2БПК Ангренского месторождения для получения импортозамещающих активированных углеродных адсорбентов.

2. Установлены условия уменьшения содержания золы в 1,3 раза путем водяного обогащения местных углей при соотношении уголь :вода=1:2 и доказано необходимость использования данного процесса при получении углеродных адсорбентов.

3. Установлено, что для обеспечения максимальной пористости местных углей марок 2БР и 2БПК термическую активацию необходимо проводить при температуре 400°C , и в течение 60 минут.

4. Установлено, что при парогазовой активации повышением температуры в получаемом углеродном адсорбенте пористость увеличивается от 39% до 51%, это по значению близок контрольному образцу.

5. Установлено, что в глицерине очищенном с использованием адсорбента активированного парогазовым способом содержание золы уменьшилось от 0,2% до 0,04% и цветность понизилась от 10 мг $\text{J}_2/100\text{cm}^3$ до 0,1 мг $\text{J}_2/100\text{cm}^3$.

6. Установлено, что полученные изотермы адсорбции ещё раз доказывают о правильности подбора условий и режимов парогазовой активации, т.к объёмы микропор, мезо-пор и общего объёма пор увеличились почти в 2-3 раза.

7. Показано, что в интервале длительности контакта фаз 30-40 мин состояние системы характеризуется, близким к равновесному. За этот период происходит наиболее полное насыщение внутренней активной поверхности угля минеральными примесями глицерина.

8. Установлено, что даже после 5-и кратной регенерации углеродный адсорбент не теряет свои первоначальные физико-механические

и адсорбционные свойства. Для регенерации отработанных угольных адсорбентов целесообразно использовать 1%-ную азотную кислоту (HNO_3).

9. Установлено, что прочность угольных адсорбентов повышается даже после 5 кратного использования, т.к минеральные кислоты растворяя неорганические золы угольных кислот повышают их прочность.

10. Разработана технологическая схема получения угольного адсорбента из Ангренских углей марок 2БПК и 2БР путём обогащения, термического пиролиза и парогазовой активации.

11. Разработана технологическая схема адсорбционной очистки глицерина полученными углеродными адсорбентами марок 2БПК-ПА и 2БР-ПА.

12. Рассчитана экономическая эффективность от внедрения полученных углеродными адсорбентами марок 2БПК-ПА и 2БР-ПА при очистке глицерина.

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

INSTITUTE OF GENERAL AND INORGANIC CHEMISTRY

SAVRIEVA DILAFRUZ DOUTOVNA

**TECHNOLOGY FOR PRODUCING ACTIVATED CARBON
ADSORBENTS FROM LOCAL CARBON FOR CLEANING AND
WHITENING OF GLYCERINE**

02.00.11 - Colloid and membrane chemistry

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

Tashkent – 2020

The theme of dissertation doctor of philosophy (PhD) was registered at the Supreme Attestation Commission at the Cabinet of Ministers of the Republic of Uzbekistan under number B.2020.2.PhD/T.1393.

Dissertation was carried out at institute of General and inorganic chemistry.

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

Research supervisors:

Salihanova Dilnoza Saidakbarovna
doctor of technical science, professor

Official opponents:

Ergashev Oybek Karimovich
doctor of chmical science, professor

Isabaev Ismoil Babajonovich
doctor of technical science, professor

Leading organization:

Toshkent chemical-technology Institute

The defense will take place « 22 » june 2020 at 10 a.m. o'clock at the meeting of scientific council No. DSc. 02/30.12.2019.K/T. 35.01 at institute of General and Inorganic Chemistry (Address: 100170, Tashkent city, Mirzo Ulug'bek district, Mirzo Ulug'bek street, 77-a. Tel.: (+99871) 262-56-60, fax: (+99871) 262-79-90, e-mail: ionxanruz@mail.ru).

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

Abstract of dissertation sent out on « 22 » june 2020 y.
(mailing report № 8 from « 22 » june 2020 y.).



Zakirov B.S.

Chairman of the scientific council
awarding scientific degrees,
doctor of chemical sciences, professor

A.S. Togasharov

Scientific secretary of scientific council
awarding scientific degrees, d.t.s.

Abdurakhimov S.A.

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

INTRODUCTION (abstract of PhD thesis)

The aim of research is to develop technology and the use of activated carbon adsorbents in the purification and bleaching of crude glycerol.

The objects of research are Angren brown coal of the 2BR and 2BPK brands, benzene, toluene, glycerin before and after their purification on developed carbon adsorbents.

The scientific novelty of the research is as follows:

enrichment conditions have been developed by the elutriation method, in which the ash content of coal is reduced by 1,3 times;

it was determined that in order to achieve maximum porosity of coal grade 2BPK and 2BR, it is sufficient to conduct thermal activation at 400°C for 60 minutes;

it was determined that with increasing temperature of steam activation, the porosity of the obtained carbon adsorbents sharply increases from 39% to 51%;

It was established during the study of the isotherm that in activated carbon after paragas activation, the volumes of micropores, mesopores and the total volume increased by almost 2–3 times;

It has been found that the optimum conditions for adsorption are observed, where the phase contact duration is 30–40 min, and at a temperature of 800°C; with an adsorbent amount of 0,8%, this is the most complete saturation of the inner active surface of the coal with mineral impurities of glycerol.

It is proved that even after 5- regeneration with organic acids, the carbon adsorbent does not lose its initial physical, mechanical and adsorption properties, for this it is enough to use 1% HNO₃.

Implementation of research results. Based on scientific results on the production of activated carbon adsorbents from local raw materials and glycerol purification.

developed the technical condition Ts 17088447-04: 2019 for the production of activated carbon 2BR-PA for the adsorption treatment of glycerin approved by Uzgosstandart. As a result, this technological condition makes it possible to control the quality of the product and technological processes;

The technology for producing carbon adsorbents based on Angren coals for adsorption purification of distilled glycerol has been introduced into the practice of Uchkurgan og JSC (certificate of the Uzegmoysanoat Association dated September 26, 2019 No. AA / 01-1350). As a result of this, it became possible to obtain coal adsorbents from local coals allowing replacing imported adsorbents used in the purification of glycerol;

The adsorption purification technology of distilled glycerin by the proposed 2BR and 2BPK brand adsorbents has been introduced into the practice of Urganch Yoy-moi JSC (certificate of the Uzegmoysanoat Association dated September 26, 2019 No. AA / 01-1350). As a result of this, it became possible to purify the distilled glycerin with the proposed adsorbents to a purity of 99,9%.

The structure and volume of dissertation. The thesis consists of an introduction, four chapters, conclusion, the list of references and appendixes. The volume of the dissertation is 112 pages.

ЭЪЛОН ҚИЛИНГАН ИШЛАР РЎЙХАТИ
СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ
LIST OF PUBLISHED WORKS
I бўлим (I часть; part I)

1. Савриева Д.Д., Салиханова Д.С., Абдурахимов С.А., Эшметов И.Д. Адсорбционная очистка дистиллированного глицерина полученного из хлопкового саломаса // UNIVERSUM: Химия и биология №9 (39) сентябрь, Москва., 2017 г. С. 11-15. (02.00.00.№1).
2. Савриева Д.Д., Салиханова Д.С., Абдурахимов С.А., Эшметов И.Д., Агзамова Ф.Н. Получение избирательных угольных адсорбентов для селективной очистки дистиллированного глицерина // Химическая технология, контроль и управление. – Ташкент. 2018, № 3., С. 14-18. (05.00.00.№12).
3. Савриева Д.Д. Получение угольных адсорбентов из местных бурых ангренских углей для очистки дистиллированного глицерина // Ўзбекистон кимё журнали 2019, №1, С.43-48. (02.00.00.№6).
4. Салиханова Д.С, Савриева Д.Д., Пайғамов Р.А., Эшметов И.Д. , Агзамова Ф.Н. Дараҳт қўмирлари адсорбцияси изотермасини экспресс усулда ўрганиш // Композицион материалы илмий-техникавий ва амалий журнали.№1/2019, С.18-20, (05.00.00.№13).
5. Савриева Д.Д., Салиханова Д.С., Эшметов И.Д., Ҳайдаров Д.М., Турсунов Т.Т. Паровая активация угольных адсорбентов. // Advanced Materials Research. (05.00.00№1).

II бўлим (II часть; part II)

1. Салиханова Д.С., Агзамова Ф.Н., Эшметов И.Д. Адсорбционная очистка глицерина углеродными адсорбентами // Сборник материалов XXIII международной научно-практической конференции «Наука сегодня: теория, практика, инновации», 2017 г., Москва, С.92-93.
2. Салиханова Д.С., Эшметов И.Д. Адсорбенты для очистки глицерина// Республиканской научно-технической конференции, Тошкент., 2018 г., С. 318-320.
3. Салиханова Д.С., Очилов Ф.Э., Эшметов И.Д., Агзамова Ф.Н. Изучения возможности получения угольных адсорбентов из Ангренского угля// Республикаанская научно-техническая конференция Современные проблемы и перспективы химии химико-металлургического производства. Навои., 2018, С.215-216.
4. Пайғамов Р.А. Савриева Д.Д. Эшметов И.Д. Салиханова Д.С. Ангрен қўмирларини термик пиролиз асосида олинган адсорбентларида бензол буғлари адсорбцияси // Кимёнинг долзарб муаммолари. Профессор-ўқитувчилар ва ёш олимларнинг илмий амалий анжумани .Тошкент-2019. 24-25 май. С.30-31

5. Савриева Д.Д. Пайғамов Р.А Салиханова Д.С Эшметов И.Д. Ангрен кўмирини термик фаоллаштирип олинган адсорбентларнинг бензол бўйича сорбцион қўрсаткичлари// Кимёнинг долзарб муаммолари. Профессор-ўқитувчилар ва ёш олимларнинг илмий амалий анжумани., Тошкент-2019. 24-25 май. С.18-19
6. Савриева Д.Д., Салиханова Д.С., Абдураҳимов С.А., Эшметов И.Д.Агзамова Ф.Н. Очистка глицерина местными угольными адсорбентами // Иқтисодиёт тармоқларининг инновацион ривожланишида полимерлар ҳақидаги фан ва таълим интеграциясини чуқурлаштириш Республика илмий анжумани. Тошкент.10 май 2017 й. С.98-99
7. Савриева Д.Д., Салиханова Д.С., Эшметов И.Д. Углеродные адсорбенты для очистки глицерина // Международной конференции “Современные инновации Химия и химическая технология ацетиленовых соединений. Нефтехимия. Катализ.”, Тошкент, 2018 г. С.204
8. Савриева Д.Д., Салиханова Д.С., Эшметов И.Д. Адсорбенты для очистки дистиллированных жирных кислот // Международной конференции “Современные инновации Химия и химическая технология ацетиленовых соединений. Нефтехимия. Катализ” Тошкент 2018 С.208
9. Савриева Д.Д., Салиханова Д.С., Ачилова С.С. Угольных адсорбентов из местных бурых Ангренских углей для очистки дистиллированного глицерина // International scientific practical conference/Nur-Sultan (Astana), May 9-13th 2019. P.273-274.
10. Савриева Д.Д., Салиханова Д.С., Ачилова С.С. Угольных адсорбентов из местных бурых Ангренских углей для очистки дистиллированного глицерина // International scientific practical conference, Nur-Sultan (Astana), May 9-13th 2019. P.273-274.
11. Савриева Д.Д., Салиханова Д.С., Очилов Ф.Э. Технология получения угольных адсорбентов из местных бурых Ангренских углей // Ресурсо-и энергосберегающие, экологически безвредные композиционные и нанокомпозиционные материалы., Тошкент. 2019.25-26, С. 153-154.
12. Савриева Д.Д., Салиханова Д.С., Очилов Ф.Э. Угольные адсорбенты для очистки дистиллированного глицерина // XXI аср-интелектуал ёшлар асли мавзусидаги илмий-амалий конференцияси., Тошкент. 2019 й., С. 193-194.
13. Савриева Д.Д., Салиханова Д.С. Получение активированных угольных адсорбентов для очистки дистиллированного глицерина // “Кимё озиқ-овқат ва кимёвий технологияларни такомиллаштиришда инновацион ғоялар”Республика илмий – амалий анжуман материаллари тўплами., (2019 йил 21 октябрь)., Наманган, С.153-155.
14. Савриева Д.Д., Салиханова Д.С., Исмоилова М.А. Получение угольных адсорбентов паровой активацией // Международная молод. Конф., Современные материалы и технологии, Саратов , 27-28 май, 2020.С.
15. Савриева Д.Д., Салиханова Д.С. Технология паровой активации угля для получения угольных адсорбентов // «Хозирги Ўзбекистон шароитларида

илм-фан ва инновациялар» I бўлим республика илмий амалий конф. матер. Нукус, 20май, 2020 й, 110-111бет.

16. Савриева Д.Д., Салиханова Д.С., Муталов Ш.А., Абдурахимов С.А., получение угольных адсорбентов парагазовой активацией // “Тенденции и перспективы развития науки и образования в условиях глобализации” Украина, 2020, С.461-463.

Автореферат «Ўзбекистон кимё журнали» таҳририятида таҳрирдан
ўтказилди.

Бичими 60x84¹/₁₆. Ризограф босма усули. Times гарнитураси.
Шартли босма табоғи: З. Адади 100. Буюртма № 3.

«ЎзР Фанлар Академияси Асосий кутубхонаси» босмахонасида чоп этилган.
Босмахона манзили: 100170, Тошкент ш., Зиёлилар кўчаси, 13-уй.