

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

УМУМИЙ ВА НООРГАНИК КИМЁ ИНСТИТУТИ

ТУРДИАЛИЕВА ШАҲЗОДА ИСМАТУЛЛАЕВНА

**МАРКАЗИЙ ҚИЗИЛҚУМ ФОСФОРИТЛАРИДАН ОЛИНГАН
БУҒЛАТИЛГАН ЭКСТРАКЦИОН ФОСФОР КИСЛОТАСИ АСОСИДА
КОНЦЕНТРАНГАН ФОСФОРЛИ ЎҒИТЛАР ОЛИШ
ТЕХНОЛОГИЯСИ**

02.00.13 – Ноорганик моддалар ва улар асосидаги материаллар технологияси

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

Тошкент – 2019

Фалсафа доктори (PhD) диссертацияси автореферати мундарижаси

Оглавление автореферата диссертации доктора философии (PhD)

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

Турдиалиева Шаҳзода Исматуллаевна

Марказий Қизилкум фосфоритларидан олинган буғлатилган
экстракцион фосфор кислотаси асосида концентранган фосфорли
ўғитлар олиш технологияси..... 3

Турдиалиева Шаҳзода Исматуллаевна

Технология получения концентрированных фосфорсодержащих
удобрений на основе упаренной экстракционной фосфорной кислоты
из фосфоритов Центральных Кызылкумов..... 21

Turdialiyeva Shaxzoda Ismatullayevna

Technology for obtaining concentrated phosphorus-containing fertilizers
based on extraction-phosphoric acid from Central Kyzylkum phosphorites 39

Эълон қилинган ишлар рўйхати

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

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

УМУМИЙ ВА НООРГАНИК КИМЁ ИНСТИТУТИ

ТУРДИАЛИЕВА ШАҲЗОДА ИСМАТУЛЛАЕВНА

**МАРКАЗИЙ ҚИЗИЛҚУМ ФОСФОРИТЛАРИДАН ОЛИНГАН
БУҒЛАТИЛГАН ЭКСТРАКЦИОН ФОСФОР КИСЛОТАСИ АСОСИДА
КОНЦЕНТРАНГАН ФОСФОРЛИ ЎҒИТЛАР ОЛИШ
ТЕХНОЛОГИЯСИ**

02.00.13 – Ноорганик моддалар ва улар асосидаги материаллар технологияси

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

Тошкент – 2019

Фалсафа доктори (PhD) диссертацияси мавзуси Ўзбекистон Республикаси Вазирлар Маҳкамаси ҳузуридаги Олий аттестация комиссиясида В2018.2.PhD/Т641 рақам билан рўйхатга олинган.

Диссертация Умумий ва ноорганик кимё институтида бажарилган.

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

Илмий раҳбар:

Намазов Шафоат Саттарович
техника фанлари доктори, профессор,
академик

Расмий оппонентлар:

Шамшидинов Исраилжон Турғунович
техника фанлари доктори, профессор

Кучаров Бахром Хайриевич
техника фанлари номзоди

Етакчи ташкилот

Навоний Давлат кончилиқ институти

Диссертация химояси Умумий ва ноорганик кимё институти ва Тошкент кимё-технология институти ҳузуридаги DSc 27.06.2017.К/Т.35.01 рақамли Илмий кенгашнинг 2019 йил «30» июль соат 10⁰⁰ даги мажлисида бўлиб ўтади. (Манзил:100170, Тошкент шаҳри, Мирзо Улуғбек кўчаси, 77-а. Тел.: (99871) 262-56-60; факс: (99871) 262-79-90; e-mail: (ionxanruz@mail.ru))

Диссертация билан Умумий ва ноорганик кимё институтининг Ахборот-ресурс марказида танишиш мумкин (11-рақам билан рўйхатга олинган). (Манзил:100170, Тошкент шаҳри, Мирзо-Улуғбек кўчаси, 77-а. Тел.: (99871) 262-56-60.)

Диссертация автореферати 2019 йил «16» июль куни тарқатилди.

(2019 йил «16» июлдаги 11- рақамли реестр баённомаси).



Б.С.Закиров

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

Д.С.Салиханова

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

С.А.Абдурахимов

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

КИРИШ (фалсафа доктори (PhD) диссертацияси аннотацияси)

Диссертация мавзусининг долзарблиги ва зарурати. Жаҳон миқёсида қишлоқ хўжалигининг маҳсулдорлигини ошириш аҳоли жон бошига йил сайин камайиб бораётган экин майдонларини кенгайтириш эвазига эмас, балки ҳосилдорлигини кўпайтириш ҳисобига амалга ошириш лозимдир. Шунинг учун бутун дунёда қишлоқ хўжалиги ишлаб чиқаришини жадаллаштириш йўналиши танланган. Ҳозирги замонавий шароитларда, ўғитларни ташиш ва тупроқга солиш харажатлари доимий ортиши пайтида барча типдаги тупроқ ва қишлоқ хўжалиги экинларида қўлланилиб келинаётган концентрланган маркадаги NP- ва NPK-ўғитлар ишлаб чиқаришни кўпайтириш ниҳоятда муҳим аҳамият касб этади.

Дунёда истъемолчилик нуқтаи назаридан, ишлаб чиқаришда фақатгина концентрланган фосфор кислота қўллаб олиниши мумкин бўлган моно- ва диаммонийфосфатлар (МАФ ва ДАФ), карбоаммофос ва карбоаммофоска алоҳида аҳамиятга эга бўлиб, шунга боғлиқ равишда экстракцион фосфор кислотасини (ЭФК) концентрлаш ва у асосида юқори маркали фосфорли ўғитлар олиш долзарб масала ҳисобланади. Ушбу мақсадда қуйидаги йўналишлар бўйича тегишли илмий ечимларни асослаш, жумладан: кучсиз ЭФКни кальцийли материал билан сульфатсизлантиришнинг мақбул шароитларини топиш; сульфатсизлантирилган ЭФКни буғлатиш усули билан концентрлаш; буғлатилган ЭФКнинг реологик хоссаларини яхшилаш; концентрланган ЭФК, азотли ва калийли тузлар асосида $N : P_2O_5$ ва $N : P_2O_5 : K_2O$ маълум нисбатлардаги ҳар хил маркадаги аммоний фосфатлари ва карбамид тутган мураккаб ўғитлар технологиясини ишлаб чиқиш зарур.

Бугунги кунда республикамизда кенг қўламда амалга оширилаётган чора-тадбирлар натижасида Қизилқум фосфоритларидан олинган ювиб куйдирилган фосфоконцентратни (ЮКК-26) қайта ишлаш асосида аммофос, супрефос-NS; аммоний сульфатфосфат; PS-Агро, бойитилган суперфосфат ва озуқавий аммоний фосфатларини ишлаб чиқариш бўйича 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 қийматли тайёр маҳсулот ишлаб чиқариш...»¹ каби муҳим вазифалар белгилаб берилган. Бу борада, жумладан, Қизилқум ЭФКсини сифати жиҳатидан жаҳон стандартига мувофиқ келадиган, яъни максимал миқдорда ўзлашувчан ва сувда эрувчан P_2O_5 тутган МАФ ва ДАФ, карбоаммофос ва карбоаммофоска каби экспортга мўлжалланган фосфорли ўғитларга қайта ишлаш технологиясини ишлаб чиқиш муҳим аҳамиятга касб этади.

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

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

ривожлантиришнинг бешта тамойили бўйича Ҳаракатлар стратегияси» тўғрисидаги Фармони ва 2018 йил 25 октябрдаги ПҚ 3983-сон «Ўзбекистон Республикаси кимё саноатини тезкор ривожлантириш бўйича чоралари тўғрисида»ги, 2019 йил 3 апрелдаги ПҚ 4265-сон «Кимё саноатини янада ислоҳ қилиш ва унинг инвестициявий жозибадорлигини ошириш чоратadbирлари тўғрисида»ги Қарорлари шунингдек, мазкур соҳада қабул қилинган 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. Жаҳонда ЭФК олиш ва уни буғлатиш, буғлатиш қурилмаларининг инкрустацияга учрашини баргараф этиш, буғлатилган ЭФК асосида МАФ, ДАФ, карбамид ва нитрат тутган NP- ва NPK-ўғитлар яратиш бўйича катта тажриба тўпланган.

ЭФК олиш ва уни буғлатиб МАФ, ДАФ, карбоаммофос ва карбоаммофоска олиш бўйича илмий-тадқиқот ишлари, тажриба-саноат-синовлари ҳамда ишлаб чиқаришларини ўзига қамраб олган кенг маълумотлар манбаи мавжуд (М.Е.Позин, Б.А.Копылев, М.А.Шапкин, А.И.Доходлов, В.Ф.Кармышев, С.П.Кочетков, А.М.Норов, Ю.Д.Черненко, И.М.Кочетова, В.А.Гриньевич, К.Г.Горбовский, И.А.Петропавловский). Ундан ташқари вакуум-буғлатиш қурилмаларидаги чўкинди тузли қатламлар таркиби ўрнатилган ва уларни қамайтириш усуллари ишлаб чиқилган (Н.Н.Бушуев, Д.С.Зинин, С.В.Вакал, Е.В.Рудаков, J.Carr, K.Kayar, L.Bernard, M.Evangelidou, R.Behbahani). Аммо уларда апатит концентратидан олинган концентранган ЭФК ишлатилган.

Ўзбекистонда ЭФК олиш ва у асосида аммофос, супрефос-NS; аммоний сульфатфосфат; PS-Агро, бойитилган суперфосфат ва озукавий фосфатлар олиш технологияларини ишлаб чиқиш ва амалиётга жорий қилиш бўйича Г.И.Ибрагимов, Н.В.Волынскова, Ш.С.Намазов, Б.М.Беглов, Б.С.Садыков, Х.Ч.Мирзакулов, Т.И.Нурмуродов, Г.Э.Мелиқулова ва бошқалар шуғулланишган. Ушбу технологияларнинг барчаси ЮКК-26 маргадаги хлордан ювилган ва куйдирилган концентратдан олинган паст концентрацияли ЭФК (20-23% дан кам P_2O_5) ишлатишга асосланган. Гарчанд, М.Т.Жўраев ишида Қизилқум ЭФКси 21% P_2O_5 дан 25,2-34,5% P_2O_5 гача буғлатилган бўлсада, улар учун дастлабки фосфат хом ашёси сифатида таркибида хлор (0,1-0,2% дан кўп С1) тутган термоконтрат хизмат қилган, бу эса буғлатиш қурилмаларининг жадал коррозияланишига олиб келади. Н.С.Бахриддинов томонидан Қизилқум ЭФКсини таркиби 25,8% P_2O_5 дан 55-60% P_2O_5 концентрациягача буғлатиш амалга оширилган, бунда буғлатилган ЭФКни аммонийлаш асосида таркибида 50% дан ортиқ конденсирланган шаклдаги фосфор тутган суюқ аммоний полифосфат олинган. Камчилик худди шундай – лаборатория шароитида олинган термоконтрат хлорни

ювиш босқичини четлаб ўтиб сульфат кислотада экстракция қилинади. Таъкидлаш лозимки, охириги иккита ишнинг натижалари ишлаб чиқаришга жорий қилинмаган.

Шундай қилиб, термоконцентратдан таркиб ва хоссалари бўйича фарқ қиладиган янги турдаги ЮКК-26 дан олинган ЭФКни юқори концентрацияли P_2O_5 гача буғлатиш ва шу орқали концентрланган фосфор кислота асосида ҳар хил маркадаги МАФ, ДАФ, карбоаммофос ва карбоаммофоска олиш бўйича маълумотлар йўқ.

Диссертация мавзусининг диссертация бажарилаётган илмий-тадқиқот муассасининг илмий-тадқиқот ишлари билан боғлиқлиги. Диссертация тадқиқоти Умумий ва ноорганик кимё институтининг илмий-тадқиқот ишлари режасининг 10-10 рақамли «Марказий Қизилқум фосфоритлари асосида экспортга мўлжалланган азот-фосфор-калийли ўғитлар олиш технологиясини ишлаб чиқиш ва жорий қилиш» (2010-2012 йй.) ва 13-24 рақамли «Таркибида 26% P_2O_5 тутган ювиб куйдирилган фосфорит концентратини қайта ишлаш технологиясини ишлаб чиқиш» (2013-2015 йй.) хўжалик шартномалари доирасида бажарилган.

Тадқиқотнинг мақсади Қизилқум фосфоконцентратидан олинган буғлатилган экстракцион фосфор кислотаси асосида концентрланган фосфорли ўғитлар олиш технологиясини ишлаб чиқишдан иборат.

Тадқиқотнинг вазифалари:

Қизилқум ЭФКсини буғлатиш ва буғлатилган фосфор кислотасини тиндириш жараёнларини тадқиқ этиш, ундан ташқари концентрланган кислотанинг физик-кимёвий хоссаларини ўрганиш. Буғлатилган ЭФКларнинг қаттиқ чўкмаларини кимёвий ва рентгенографик тадқиқ қилиш;

Қизилқум буғлатилган ЭФКси таркиб ва физик-кимёвий хоссаларига (зичлик, қовушқоқлик, тўйинган буғ босими, қайнаш ҳарорати) H_2SO_4 таъсирини ўрганиш;

Қизилқум ЭФКсини сульфатсизлантириш ва буғлатиш, кейинчалик жаҳон стандартига мос келувчи $N : P_2O_5 = 12 : 52$ ва $18 : 48$ маркалардаги аммоний фосфатларини олиш;

аммоний фосфатлари бўтқалари, карбамид эритмаси и кристаллик калий хлориди асосида карбамид тутган мураккаб ўғитлар (карбоаммофос ва карбоаммофоска) олиш жараёнини тадқиқ этиш;

рентгенография усулини қўллаш орқали МАФ, ДАФ, карбоаммофос ва карбоаммофоскаларнинг тузли таркибини аниқлаш;

буғлатилган ЭФК базасида NP - ва NPK -ўғитлар ишлаб чиқаришнинг моддий балансини тузиш ва технологик тизимини ишлаб чиқиш;

«Электрокимёзавад» ҚК-АЖнинг тажриба ускунасида NP - ва NPK -ўғитлар олиш режимларини синовдан ўтказиш.

Тадқиқотнинг объекти экстракцион фосфор кислотаси, буғлатилган фосфор кислотаси, чўкма, H_2SO_4 , фосфорит уни, МАФ, ДАФ, карбамид, калий хлоридидан фойдаланилган.

Тадқиқотнинг предмети буғлатилган ЭФКни аммонийлаштириб

карбамид ва калий хлориди қўшимчаси билан концентрланган маркадаги аммоний фосфат ва карбамид тутган ўғитлар олиш жараёни, ундан ташқари тайёр маҳсулотларнинг таркиб ва хоссаларини ўрганиш ҳисобланади.

Тадқиқотнинг усуллари. Кимёвий ва физик-кимёвий (рентгенофаза ва эксикаторли) таҳлил усуллари қўлланилган.

Тадқиқотнинг илмий янгилиги қуйидагилардан иборат:

Қизилқум кучсиз ЭФКсини оралик тиндириш орқали 55% P₂O₅ гача буғлатиш ва қаттиқ чўкмаларни аммофос ишлаб чиқаришга қайтариш мумкинлиги исботланган;

эркин ҳолатдаги H₂SO₄ мавжудлиги буғлатилган ЭФК қовушқоқлигига ижобий таъсир кўрсатиши ва фақатгина сувда эрувчан шаклдаги олтингугурт тутган ўғитлар олиш мумкинлиги аниқланган;

тозаланган, концентрланган фосфор кислотадан юқори маркали фосфорли ўғитлар олиш мақсадида ЭФКни сульфатсизлантириш, тиндириш ва буғлатиш шароитлари асосланган;

сульфатсизланган ва концентрланган ЭФКни аммонийлаштириш орқали сифати жаҳон стандартларига мос келадиган 12 : 52 ва 18 : 48 маркадаги моно- ва диаммонийфосфатлар (МАФ ва ДАФ) олинган;

карбамид эритмаси ва кристаллик калий хлориди қўллаш орқали фосфат-аммиакли бўтқани карбоаммофос ва карбаммофоскага қайта ишлашнинг мақбул режими аниқланган;

буғлатилган ЭФКни қайта ишлаш йўли билан аммоний фосфатлари ҳамда карбамид тутган мураккаб ўғитлар олиш технологиялари ишлаб чиқилган.

Тадқиқотнинг амалий натижалари қуйидагилардан иборат:

истъемолчилик хоссаларга эга жаҳон талабларига жавоб берадиган маҳсулот олишга имкон берувчи буғлатилган ЭФК асосида МАФ, ДАФ, мувозанатлашган NP- ва NPK-ўғитлар олиш технологияси ишлаб чиқилган;

аммоний фосфатлари ва карбамид тутган ўғитлар олишнинг моддий баланси, технологик тизими ишлаб чиқилган;

аммоний фосфатлари ва концентрланган NP- ва NPK-ўғитлар олиш технологиясининг мақбул режимлари ишлаб чиқилган.

Тадқиқот натижаларининг ишончлилиги. Кимёвий ва физик-кимёвий таҳлил натижалари йириклаштирилган лаборатория ва тажриба-саноат синовлари билан тасдиқланган.

Тадқиқот натижаларининг илмий ва амалий аҳамияти.

Тадқиқот натижаларининг илмий аҳамияти шундан иборатки, улар кучсиз ЭФКни сульфатсизлантириш, тиндириш ва буғлатиш усулида концентрлаш ва буғлатилган фосфор кислота, мочевино ва калий хлориди асосида юқори маркали аммоний фосфат ва мувозанатлашган карбамид тутган мураккаб ўғитлар яратишга асос бўлиши билан изоҳланади.

Тадқиқот натижаларининг амалий аҳамияти уларни амалиётга жорий қилишда томчилаб суғориш шароитларида иссиқхоналарда ишлатиладиган экспортга мўлжалланган сувда эрувчан ўғитлар олишга имкон беради. Ишлаб чиқилган технологик тизимлардан янги ишлаб чиқаришни лойиҳалашда ва

ишлаб турган тизимни реконструкциясида фойдаланишга хизмат қилади.

Тадқиқот натижаларининг жорий қилиниши. Марказий Қизилқум фосфоритларидан олинган буғлатилган ЭФКни қайта ишлаш йўли билан концентрланган фосфорли ўғитлар олиш технологиясини ишлаб чиқиш бўйича олинган илмий натижалар асосида:

Марказий Қизилқум фосфоритлари ЮКК-26 дан олинган буғлатилган ЭФК асосида $N : P_2O_5 = 12 : 52$ ва $18 : 48$ маркалардаги МАФ ва ДАФ олиш технологияси «Электрокимё завод» ҚК-АЖнинг истиқболли ишланамалар рўйхатига киритилган («Uzkimyosanoat» АЖ нинг 13 июнь 2019 йилдаги 01/3-3454-сон маълумотномаси). Натижада сифати жаҳон талабларига жавоб берадиган ҳамда томчилаб суғоришда юқори самарали экспортга мўлжалланган маҳсулотлар ассортиментини кенгайтириш имконини берган;

аммофос бўтқаси, карбамид эритмаси ва кукунсимон калий хлориди асосида карбоаммофос ва карбоаммофоска олиш технологияси «Электрокимё завод» ҚК-АЖнинг истиқболли ишланамалар рўйхатига киритилган («Uzkimyosanoat» АЖ нинг 13 июнь 2019 йилдаги 01/3-3454-сон маълумотномаси). Натижада қишлоқ хўжалиги асосий озуқа компонентлари бўйича мувозанатлашган юқори концентрацияли мурраккаб ўғитлар олиш имконини берган.

Тадқиқот натижаларининг апробацияси. Мазкур тадқиқот натижалари 2 та халқаро ва 6 та республика илмий-амалий анжуманларда муҳокамадан ўтказилган.

Тадқиқот натижаларининг эълон қилиниши. Диссертация мавзуси бўйича жами 17 та илмий иш чоп этилган, шулардан 8 та мақола, Ўзбекистон Республикаси Олий Аттестация комиссияси томонидан чоп этиш тавсия этилган 6 та республика ва 2 та 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 ишнинг долзарблиги ва зарурати асосланган, тадқиқотнинг мақсад ва вазифалари шакллантирилган, тадқиқотнинг объект ва предметлари тавсифланган, тадқиқотнинг республика фан ва технологиялар тараққиёти устувор йўналишларига мослиги, тадқиқотнинг илмий янгилиги ва амалий натижалари, уларнинг амалиётга жорий этилиши баён қилинган, чоп этилган илмий ишлар ва диссертация тузилиши бўйича маълумотлар келтирилган.

Биринчи боб «**Экстракцион фосфор кислотасини концентрлаш ва у асосида фосфорли ўғитлар**» ҳисобланган адабиётлар шарҳида Қизилқум фосфорит рудасининг тавсифи ва уни термик бойитиш жараёни берилган, термоконцентратдан ЭФК олиш жараёни кўрилган. «Аmmofos-Махат» АЖ ишлаб чиқариши фосфорли ўғитларнинг ассортименти ва тавсифи қилинган. Қизилқум ЭФКсини буғлатиш йўли билан концентрлаш жараёни ва

буғлатиш курилмаларида иссиқлик алмашиниши ёмонлаштирадиган инкрустацияни бартараф этиш усуллари баён этилган. Ишнинг мақсад ва вазифалари баён қилинган.

Диссертациянинг иккинчи «Қизилқум экстракцион фосфор кислотасини буғлатиш усули билан концентрлаш» бобида «Аmmofos-Махам» АЖда ишлаб чиқарилган, таркиби (оғир.%): P_2O_5 19,88; CaO 0,30; MgO 0,39; SO_3 1,64; Fe_2O_3 0,31; Al_2O_3 0,72 бўлган ЭФКни буғлатиш жараёни ўрганилди. Уни буғлатиш парракли кварц аралаштиргич билан таъминланган кварцли реакторда атмосфера босими остида ўтказилди. Реактор махсус электр печи ёрдамида деворлари орқали қиздирилди. Шундай қилиб, ЭФК концентрацияси 19,88 дан 58,35% P_2O_5 гача оширилди. Таъкидлаш лозимки, 30°C ҳароратга эга кислота концентрацияси 55% P_2O_5 дан ортиши билан кристалланиш бошланади. Буғлатилган ЭФК 1 суткада хона ҳароратигача совитилди ва чўкма ажратиб олинди. Аниқландики, ЭФК концентрацияси қанча юқори бўлса, тушадиган чўкма миқдори шунча кўп бўлади. 1-жадвалда 35,15 дан 50,56% P_2O_5 концентрациягача буғлатилган ЭФКнинг чўкмалари ва тиндирилган қисми таркиблари келтирилган. Бунда чўкмага 93 дан 99% гача CaO, 35 дан 40% гача MgO, 9 дан 14% гача Fe_2O_3 , 9 дан 20% гача Al_2O_3 ва 48 дан 52% гача $SO_{3\text{умум}}$ ўтади. Бу ҳолатда 7 дан 10% гача P_2O_5 йўқолади. 27,32-46,3% P_2O_5 , 3,25-5,08% CaO, 1,71-4,32% MgO, 0,62-8,71% Fe_2O_3 , 0,71-9,31% Al_2O_3 ва 9,42-10,54% SO_3 тутган чўкмалар барча турдаги фосфорли ўғитлар таркибида фосфорли компонент сифатида хизмат қилиши мумкин (1-жадвал).

1-жадвал

Марказий Қизилқум фосфоритларидан олинган концентрланган ЭФКнинг тиндирилган қисми ва чўкмаси таркиби

ЭФК концентрацияси (P_2O_5), %	Компонентлар миқдори, оғир. %					
	$P_2O_{5\text{умум}}$	CaO	MgO	Fe_2O_3	Al_2O_3	SO_3
Буғлатилган ЭФКдан олинган чўкма						
35,15	27,32	3,25	1,71	0,62	0,71	10,47
40,25	32,35	3,36	1,84	0,79	1,18	9,42
46,63	40,30	4,40	2,40	1,06	1,80	11,89
50,56	46,30	5,08	4,32	8,71	9,31	10,54
Буғлатилган ЭФКнинг тиндирилган қисми						
35,15	35,92	0,031	0,46	0,78	0,90	1,44
40,25	40,85	0,023	0,45	0,87	0,96	1,93
46,63	46,41	0,011	0,50	0,97	1,05	2,15
50,56	51,07	қолдиқ	0,34	1,65	1,27	2,87

XRD-6100 (Shimadzu, Японияда ишлаб чиқарилган) дифрактометрида олинган рентгенораммалар таҳлили шуни кўрсатдики, чўкмалар тузли таркиби ҳар хил шаклдаги гипс, дикальцийфосфат, натрий ва калий кремнефторидлари, магний фториди, темир ва алюминий фосфатларидан ташкил топган.

Тиндирилган ЭФК эса 35,92-51,07% P_2O_5 , 0,34-0,50% MgO , 0,78-1,65% Fe_2O_3 , 0,90-1,27% Al_2O_3 , 1,44-2,87% SO_3 тутади. Реологик хоссалар бўйича хулоса қилиш мумкинки, 40°C дан юқори ҳароратда буғлатилган ЭФК 55% P_2O_5 концентрациягача ўз оқувчанлигини сақлаб қолади. Агарда, ўрганилган ҳароратларда (40-100°C) концентрацияси 40,25% P_2O_5 бўлган ЭФКнинг зичлик ва қовушқоқлиги мос равишда 1,4531-1,4931 г/см³ ва 2,94-8,64 сПз ни ташкил этса, 55,19% концентрациядаги ЭФКда улар 1,7302-1,7801 г/см³ ва 14,03-76,61 сПз га тенг бўлади. 60°C да 35,15-55,19% P_2O_5 концентрация оралиғида фосфор кислотаси тўйинган буғ босими 0,38-14,28 кПа га тенг ва иссиқ иқлим шароитида уларнинг кам учувчан эканлигидан далолат беради. Ушбу буғлатилган кислоталар концентрланган аммоний фосфатлар ва бошқа турдаги мураккаб ўғитлар олиш учун хизмат қилади.

Эркин H_2SO_4 мавжудлиги фосфор кислотасининг хоссаларига ижобий таъсир кўрсатади, яъни ҳам буғлатилган, ҳам буғлатилмаган ЭФКнинг қовушқоқлигини, қайнаш ва музлаш ҳароратини сезиларли камайтиради. Шунга кўра, H_2SO_4 нинг ҳар хил кўшимчаларида Қизилқум ЭФКсини буғлатиш жараёни ўрганилди. Бунинг учун дастлабки ЭФКга 93% ли H_2SO_4 шундай миқдорда кўшилдики, $H_2SO_{4\text{эркин}}$ миқдори дастлабкига нисбатан 1,5 ва 2 баробар кўп бўлади. Бунда дастлабки ЭФКда $H_2SO_{4\text{эркин}}$ 1,48 дан 2,96% гача оралиқда ўзгартирилди. H_2SO_4 кўшимчаси миқдорига боғлиқ равишда 34,41 дан 55,24% гача P_2O_5 ва 2,62 дан 8,45% гача $H_2SO_{4\text{эркин}}$ тутган ЭФКнинг буғлатилган эритмалари олинди. Хулоса қилиш мумкинки, дастлабки ЭФКда H_2SO_4 қанча кўп бўлса, буғлатилган кислота шунча ҳаракатчан бўлади. Масалан, ҳароратга боғлиқ равишда (30-100°C) 46,63% P_2O_5 ва 5,29% H_2SO_4 концентрацияларда буғлатилган ЭФК зичлиги ва қовушқоқлиги 1,5657-1,6122 г/см³ ва 5,08-24,11 сПз бўлса, 55,24% P_2O_5 ва 6,44% H_2SO_4 ларда эса бу қийматлар 1,7582-1,8095 г/см³ ва 18,01-149,5 сПз ни ташкил этади. P_2O_5 , H_2SO_4 концентрациялари ва ҳароратга боғлиқ равишда буғлатилган ЭФК буғ босими 0,23-14,28 кПа ни ташкил этади.

Шундай қилиб, дастлабки ЭФКга нисбатан H_2SO_4 кўшимчаси миқдорининг кўпайиши буғлатилган кислоталар зичлиги ортишига, қовушқоқлиги ва қайнаш ҳароратининг камайишига олиб келади. Буғлатилган кислоталарни олтингугуртнинг фақатгина сувда эрувчан шаклида бўлган суюқ ёки донадор комплекс ўғитларга қайта ишлаш мумкин.

Учинчи «**Буғлатилган фосфор кислотаси асосида концентрланган маркадаги NP- ва NPK ўғитлар**» боби дастлабки ЭФК асосида олинган концентрланган кислотани (36,06; 42,55; 50,62; 56,53% P_2O_5) қайта ишлаш йўли билан МАФ ва ДАФ, карбамид тутган ўғитлар (карбоаммофос ва карбоаммофоска) олиш жараёнига бағишланган. МАФ ва ДАФ олиш учун улар мос равишда $pH = 4,5; 5,1; 5,5$ гача ($NH_3 : H_3PO_4=1,1$ моль нисбатгача) ва $pH = 7,0; 7,5; 8,0$ гача ($NH_3 : H_3PO_4=2,0$ моль нисбатгача) газсимон аммиак билан нейтралланди. NH_3 йўқолишининг олдини олиш учун диаммофос бўтқасини тўйинтириш 70°C дан юқори бўлмаган ҳароратда ўтказилди. Бўтқанинг ҳолати визуал аниқланди. Аниқландики, дастлабки концентрация

36,06% P_2O_5 бўлган аммофос ва диаммофос бўтқалари яхши оқувчанликка эгадир. Бунда улар 36-38% H_2O тутган. Дастлабки концентрацияси 42,55% P_2O_5 ва намлиги 30-32% H_2O бўлган аммонийлашган бўтқалар $50^\circ C$ дан юқори ҳароратда ўз оқувчанлигини сақлайди. 50,62-56,53% P_2O_5 тутган ЭФКдан олинган бўтқалар ҳаракатланмайдиган ҳолатга келади, чунки улардаги сув миқдори 20 дан 15% H_2O гача камаяди. Ундан ташқари, юқори $NH_3 : H_3PO_4$ да аммоний фосфатлар эрувчанлигини кескин камайтиради, бу эса бўтқада тўғридан-тўғри ҳосил бўладиган майда доналар кўпайишига олиб келади. Натижада доналар етарлича кристалланмайди, чунки аморф бўлади. Шу сабабли биз уларни БДҚга осон ташиладиган қилиш учун сув билан 30% гача (аммофос олиш учун) ва 35% гача (диаммофос олиш учун) суюлтирдик.

Адабий манбалардан ҳар хил таркиб ва қўшимчалар тутган ЭФКни аммонийлаштиришда ҳосил бўлган кимёвий бирикмалар рўйхати кўрилди.

Аммофосни қуритиш $60^\circ C$ да, диаммофосни эса – $75^\circ C$ дан юқори бўлмаган ҳароратда бажарилди. Бўтқаларни дондорлаш қуритиш жараёнида окатка усулида амалга оширилди. МАФ олишда бўтқанинг макбул рН қиймати 5,1 ($NH_3 : H_3PO_4=1,05$), ДАФ – 7,5 ($NH_3 : H_3PO_4=1,75$), буғлатилган ЭФК концентрацияси 42,55% P_2O_5 ҳисобланади, бунда аммоний фосфатларнинг ҳаракатчан бўтқаси ҳосил бўлади. Тайёр маҳсулот – МАФ таркибида (оғир. %): N – 12,84; $P_2O_{5\text{умум.}}$ – 51,92; $P_2O_{5\text{ўзл.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ = 99; $P_2O_{5\text{суб.эрув.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ = 91; CaO – 0,19; MgO – 0,82; Al_2O_3 – 1,16; Fe_2O_3 – 0,78; SO_3 – 3,33; дона мустаҳкамлиги – 3,87 МПа; ДАФда эса (оғир. %): N – 17,51; $P_2O_{5\text{умум.}}$ – 48,57; $P_2O_{5\text{ўзл.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ = 99,6; $P_2O_{5\text{суб.эрув.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ = 91; CaO – 0,18; MgO – 0,80; Al_2O_3 – 1,08; Fe_2O_3 – 0,73; SO_3 – 3,35; дона мустаҳкамлиги – 3,81 МПа бўлади. Уларда нисбатан юқори миқдорда азот ва кам миқдорда фосфор бўлиши $(NH_4)_2SO_4$ нинг (5,5% гача) мавжудлиги билан изоҳланади.

Шу сабабли ишнинг кейинги босқичи дастлабки ЭФКни (19,88% P_2O_5) таркиби (оғир. %): 17,37 P_2O_5 ; 47,13 CaO; 1,75 MgO; 0,76 Fe_2O_3 ; 1,12 Al_2O_3 ; 1,33 SO_3 ; 14,89 CO_2 бўлган карбонатли фосфорит уни билан сульфатсизлантириш бўлди. Фосфорит уни меъёри $H_2SO_{4\text{эркин}}$ ни $CaSO_4$ га боғлаш учун стехиометриядан 80-120% олинди. Бунда сульфатсизлантириш давомийлиги 30 дақиқа. Вақт тугаши билан реактор ичидаги $60-65^\circ C$ да 60 дақиқада тиндирилди. Сульфатсизланган ЭФК декантация усулида гипс чўкмасидан ажратилди. Суюқ ва қаттиқ фазалардаги сульфатли ион миқдори бўйича ЭФКнинг сульфатсизланиш даражаси ҳамда компонентларнинг суюқ ва қаттиқ фазалар бўйича тақсимланиши ҳисобланди. Тиндирилган ЭФК ва унинг чўкмаси таркиби 2 ва 3-жадвалларда келтирилган.

2-жадвал маълумотлари бўйича, фосфорит уни меъёрининг 80 дан 120% гача ортиши билан кислотада $SO_{3\text{умум.}}$ миқдори 0,58 дан 0,39% гача бир хил ҳолатда камаяди ва шу орқали сульфатсизланиш даражаси 67,10 дан 79,27% гача ортади. Масалан, 80, 100, 110 ва 120% меъёрларда P_2O_5 , CaO, MgO, Fe_2O_3 , Al_2O_3 ва SO_3 миқдорлари мос равишда 10,81 дан 13,78 гача; 13,33 дан 7,41 гача; 0,20 дан 0,15 гача; 0,37 дан 0,12 гача; 1,01 дан 0,51 гача ва 27,65 дан 12,63% гачани ташкил этади. Ушбу компонентларнинг камайиши P_2O_5 дан

истисно холда, чўкмада гипс, кальций монофосфат, димагнийфосфат ва темир, алюминий фосфатларининг ҳосил бўлиши билан тушинтирилади. Бу чўкмалар ҳар қандай ўғитларнинг фосфорли компонентлари бўлиши мумкин.

2-жадвал

Карбонатли фосфорит уни билан сульфатсизлантирилган ЭФК таркиби

Фосфорит уни меъёри, стех. %	Компонентлар миқдори, оғир. %						Сульфатсизланиш даражаси, %
	P ₂ O ₅	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SO ₃	
80	21,24	0,46	0,44	0,33	0,74	0,58	67,10
100	21,35	0,52	0,45	0,34	0,75	0,50	72,56
110	21,39	0,61	0,46	0,35	0,76	0,43	76,83
120	21,56	0,63	0,48	0,36	0,78	0,39	79,27

3-жадвал

ЭФКни сульфатсизлантиришда ҳосил бўлган чўкмалар таркиби

Фосфорит уни меъёри, стех. %	Компонентлар миқдори, оғир. %					
	P ₂ O ₅	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SO ₃
80	10,81	13,33	0,20	0,37	1,01	27,65
100	11,12	10,79	0,19	0,24	0,76	20,37
110	12,59	7,85	0,16	0,15	0,60	14,85
120	13,78	7,41	0,15	0,12	0,51	12,63

Фосфорит унининг мақбул меъёри – 100%, бунда ЭФКнинг сульфатсизланиш даражаси 72,5% га етади. Ушбу меъёрда сульфатсизланган кислота (21,35% P₂O₅) буғлатишга учратилди. Кислота P₂O₅ миқдори 35,02-55,16% гача концентрланди, кейинчалик эритмалар тиндириш йўли билан тиниклаштирилди. Чўкмалар декантация усулида ажратилди. Чўкмалар ажратмасдан буғлатилган ЭФК эритмалари, уларнинг тиниклаштирилган қисми ҳамда чўкмалар таркиби 4-жадвалда келтирилган.

4-жадвал

Сульфатсизланган буғлатилган фосфор кислотаси ва чўкмаси таркиби

P ₂ O ₅ миқдори, %	Компонентлар миқдори, оғир. %				
	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SO ₃
Тиндирилмаган буғлатилган сульфатсизланган ЭФК					
35,02	0,84	0,74	0,55	1,22	0,81
40,11	0,96	0,85	0,63	1,39	0,93
44,50	1,07	0,94	0,69	1,55	1,03
50,12	1,21	1,06	0,78	1,74	1,16
55,16	1,33	1,17	0,86	1,92	1,28
Буғлатилган сульфатсизланган ЭФКнинг тиниклаштирилган қисми					
35,80	0,42	0,64	0,58	1,18	0,32
41,73	0,34	0,74	0,66	1,34	0,35
46,76	0,27	0,90	0,78	1,53	0,21
52,01	0,25	1,06	0,82	1,73	0,15
56,65	0,19	0,97	0,87	1,89	0,26
Буғлатилган сульфатсизланган ЭФКнинг чўкмаси					
30,95	3,04	1,24	0,37	1,43	3,35
32,93	3,69	1,30	0,49	1,62	3,57
38,34	3,24	1,04	0,45	1,23	3,28
46,08	3,26	1,07	0,69	1,75	3,32
47,22	7,39	2,21	0,88	2,15	6,70

Ундан кўринмокдаки, чўкмаларни ажратиш билан ЭФК эритмаларини тиндиришда 35,02% ли P_2O_5 тутган ЭФК учун Fe_2O_3 дан ташқари аралашма компонентларининг миқдори (оғир. %): CaO 0,84 дан 0,42 гача; MgO 0,74 дан 0,64 гача; Al_2O_3 1,22 дан 1,18 гача; SO_3 0,81 дан 0,32 гача; 55,16 %-ли P_2O_5 тутган ЭФК учун эса CaO миқдори 1,33 дан 0,19 гача; MgO 1,17 дан 0,97 гача; Al_2O_3 1,92 дан 1,89 гача; SO_3 1,28 дан 0,26 гача камаяди. Бунда дастлабкига нисбатан тиниклашган қисмда P_2O_5 миқдори 1,022; 1,04; 1,051; 1,037 ва 1,027 баробар ортади (ЭФК концентрацияси 35,80; 41,73; 46,76; 52,01 ва 56,65% P_2O_5).

Чўкмалар кимёвий ва тузли таркибини: 30,95-47,22% P_2O_5 ; 3,04-7,39% CaO ; 1,04-2,21% MgO ; 0,37-0,88% Fe_2O_3 ; 1,23-2,15 Al_2O_3 ; 3,28-6,70 SO_3 таҳлил қилган ҳолда улар $CaSO_4$, $CaHPO_4$, $AlPO_4$, $FePO_4$, MgF_2 , шунингдек K_2SiF_6 , $KNaSiF_6$, K_2SiF_6 кўринишида кристалланади.

Буғлатилган ва сульфатсизланган, яна тиниклаштирилган ЭФКнинг реологик хоссалари (зичлик, қовушқоқлик), тўйинган буғ босими ва қайнаш ҳарорати ўрганилди. Кўрсатилдики, олинган кислота суюқ-оқувчан, енгил ташилади ва нормал шароитда учмайди.

Кейинчалик 35,8; 41,73 ва 46,76% P_2O_5 концентрацияли фосфор кислоталар МАФ ва ДАФ олиш учун аммонийлаштиришга учратилди. Тайёр маҳсулотларнинг таркиби 5-жадвалда келтирилган.

5-жадвал

Буғлатилган экстракцион фосфор кислотаси концентрациясига боғлиқ равишда МАФ ва ДАФ намуналари таркиби

ЭФК конц-си, P_2O_5 , %	Компонентлар миқдори, оғир. %							P_2O_5 _{ўзл.} : P_2O_5 _{сумум.} %	P_2O_5 _{суб.эр.} : P_2O_5 _{сумум.} %	Доналар мустаҳ- камлиги МПа
	N	P_2O_5 _{сумум.}	CaO	MgO	Fe_2O_3	Al_2O_3	SO_3			
Моноаммонийфосфат (pH = 5,1 да)										
35,8	12,25	52,70	0,60	0,92	0,84	1,72	0,45	98,41	90,17	4,82
41,73	12,69	52,97	0,41	0,93	0,82	1,68	0,41	98,39	93,17	4,46
46,76	13,01	53,14	0,30	1,02	0,88	1,75	0,23	98,23	94,15	4,93
Диаммонийфосфат (pH = 7,5 да)										
35,8	17,21	48,16	0,57	0,89	0,82	1,68	0,40	99,63	92,50	3,18
41,73	17,86	49,38	0,38	0,90	0,80	1,66	0,37	99,72	92,37	5,34
46,76	18,06	50,09	0,28	1,00	0,86	1,73	0,20	99,80	92,55	4,74

ГОСТ 18918-85 талаби бўйича МАФ таркиби 12% N ва 52% P_2O_5 _{ўзл.} дан кам бўлмаслиги, ТУ 113-08-537-83 га мувофиқ ДАФ –18% N ва 48% P_2O_5 _{ўзл.} дан кам бўлмаслиги лозим. Буғлатилган ЭФК 41,73% P_2O_5 концентрацияси учун донадор МАФ таркиби (оғир. %): N – 12,69; P_2O_5 _{сумум.} – 52,97; P_2O_5 _{ўзл.} : P_2O_5 _{сумум.} = 98,39; P_2O_5 _{суб.эр.} : P_2O_5 _{сумум.} = 93,17; SO_3 – 0,41; CaO – 0,41; MgO – 0,93; Fe_2O_3 – 0,82; Al_2O_3 – 1,68 ва доналар мустаҳкамлиги 4,46 МПа бўлади. Шундай концентрацияли кислотадаги ДАФ таркибида 49,38% P_2O_5 _{сумум.}, ундан 99,72% ўзлашувчан шаклда, 92,37% – сувда эрувчан шаклда ва 17,86% N бўлади. Унда 0,38% CaO; 0,90% MgO; 0,80% Fe_2O_3 ; 1,66% Al_2O_3 ва 0,37% SO_3 . Унинг доналар мустаҳкамлиги – 5,34 МПа.

ЭФКнинг қолган концентрациялари учун шунга ўхшаш ҳолат кузатилади. Фақатгина маҳсулотлардаги компонентлар миқдорининг абсолют қийматлари ўзаро сезиларсиз даражада фарқланади.

Рентгенографик тадқиқотлар кўрсатдики, МАФнинг тузли таркиби сезиларсиз миқдордаги $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ тутган $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, ДАФ эса кам миқдорда $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$ тутган $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ дан ташкил топган.

Мувозанатлашган NP -ўғитлар – карбоаммофос олиш мақсадида МАФ ($\text{pH} = 5,3$ да) ва ДАФ ($\text{pH} = 7,0$ да) бўтқаларига уларни донадорлашдан олдин $\text{N} : \text{P}_2\text{O}_5 = 1 : (0,5-1)$ оғирлик нисбатларда карбамиднинг 70% ли эритмаси қўшилди. Компонентларнинг аралашуви давомийлиги 15 дақиқани ташкил этди. NPK -ўғитлар – карбоаммофоска олиш шароитида эса 15 дақиқали аралашушдан кейин карбоаммофос бўтқасига ўлчанган калий хлориди (60% K_2O) киритилди. Бунда $\text{N} : \text{P}_2\text{O}_5 : \text{K}_2\text{O}$ оғирлик нисбати $1 : 0,7 : 0,3$ дан $1 : 1 : 1$ гача ўзгартирилди. NPK -бўтқасини аралаштириш жараёни яна 15 дақиқа давом этди. Барча тажрибаларда ҳарорат $70-80^\circ\text{C}$ да тутиб турилди. Озуқа компонентларнинг танланган нисбатлари қишлоқ хўжалиги томонидан энг талабгорлиги билан изоҳланади.

6-жадвалда дастлабки концентрацияси - 40,85% P_2O_5 бўлган фосфор кислотасида олинган аммофос ва диаммофос бўтқалари асосидаги карбоаммофос намуналари таркиби келтирилган.

6-жадвал

Аммоний фосфат бўтқалари ва карбамид асосидаги мувозанатлашган NP -ўғитлар таркиби ва доналар мустаҳкамлиги

$\text{N} : \text{P}_2\text{O}_5$ оғирлик нисбати	N , %	$\text{P}_2\text{O}_{5\text{умум.}}$ %	$\text{P}_2\text{O}_{5\text{ўзл.}} : \text{P}_2\text{O}_{5\text{умум.}}$ %	$\text{P}_2\text{O}_{5\text{суб.эр.}} : \text{P}_2\text{O}_{5\text{умум.}}$ %	Доналар мустаҳкамлиги, МПа
Аммофос бўтқаси ($\text{pH}=5,3$) ва карбамид эритмаси асосида карбоаммофос					
1 : 0,5	34,89	17,42	96,04	90,87	3,37
1 : 0,7	31,76	22,21	96,13	90,95	3,40
1 : 1	28,01	28,02	96,57	91,43	3,51
Диаммофос бўтқаси ($\text{pH}=7,0$) ва карбамид эритмаси асосида карбоаммофос					
1 : 0,5	35,81	17,90	96,54	92,91	3,25
1 : 0,7	32,88	23,05	96,57	94,19	3,30
1 : 1	29,25	29,26	96,62	94,22	3,42

Масалан, $\text{N} : \text{P}_2\text{O}_5 = 1 : 0,5$ нисбатда аммофос бўтқаси ($\text{pH} = 5,3$) асосидаги карбоаммофос 34,89% N , 17,42% $\text{P}_2\text{O}_{5\text{умум.}}$, $\text{P}_2\text{O}_{5\text{ўзл.}} : \text{P}_2\text{O}_{5\text{умум.}} = 96,04\%$, $\text{P}_2\text{O}_{5\text{суб.эр.}} : \text{P}_2\text{O}_{5\text{умум.}} = 90,87\%$, $\text{N} : \text{P}_2\text{O}_5 = 1 : 1$ да эса – 28,01% N , 28,02% $\text{P}_2\text{O}_{5\text{умум.}}$, $\text{P}_2\text{O}_{5\text{ўзл.}} : \text{P}_2\text{O}_{5\text{умум.}} = 96,57\%$, $\text{P}_2\text{O}_{5\text{суб.эр.}} : \text{P}_2\text{O}_{5\text{умум.}} = 91,43\%$ тутади. Маҳсулотлар доналар мустаҳкамдиги 3,5 МПа га етади. Таркиб ва хоссалари жиҳатидан ўзаро яқин бўлган NP -ўғитлар диаммофос бўтқаси асосида ҳам олинади (6-жадвал). Доналар минимал мустаҳкамлиги (3,25 МПа) $\text{N} : \text{P}_2\text{O}_5 = 1 : 1$ нисбатга тўғри келади. Ҳар қандай ҳолатда маҳсулот қишлоқ хўжалиги талабларига жавоб беради (3 МПа дан паст бўлмаслиги лозим).

7-жадвалда $N : P_2O_5 : K_2O = 1 : 0,7 : 0,3$; $1 : 0,7 : 0,5$ ва $1 : 1 : 1$ оғирлик нисбатларда МАФ ва ДАФ, карбамиднинг 70% ли эритмаси ва калий хлориди асосида олинган карбоаммофос таркиби келтирилган.

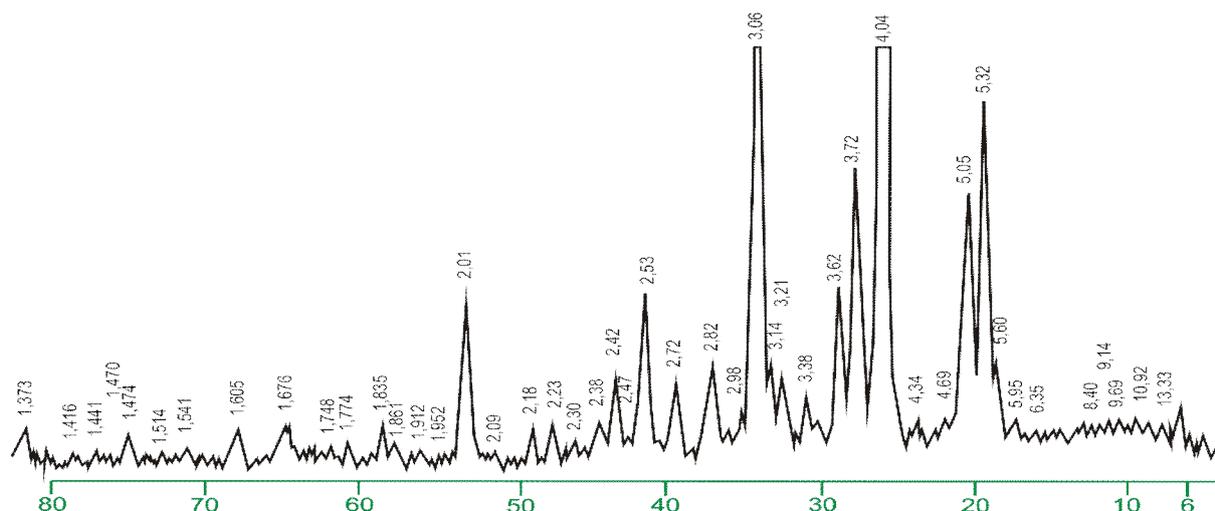
МАФ ва ДАФнинг азотли ва калийли қўшимчалар билан ўзаро таъсирлашув ҳолати ўхшашдир. Жараёнга таъсир қиладиган асосий параметр $N : P_2O_5 : K_2O$ нисбати ҳисобланади. Улардан кўринмоқдаки, карбоаммофос

7-жадвал

Аммоний фосфат бўтқалари, карбамид ва калий хлориди асосидаги мувозанатлашган NPK-ўғитлар таркиби ва доналар мустаҳкамлиги

N : P ₂ O ₅ : K ₂ O оғирлик нисбати	N, %	P ₂ O ₅ сумум., %	K ₂ O, %	P ₂ O ₅ ўзл. : P ₂ O ₅ сумум., %	P ₂ O ₅ сув.эр. : P ₂ O ₅ сумум., %	Доналар мустаҳкамлиги, МПа
Аммофос бўтқаси, карбамид эритмаси ва калий хлориди асосида карбоаммофоска						
1 : 0,7 : 0,3	23,22	16,30	7,20	95,83	93,87	3,94
1 : 0,7 : 0,5	23,17	16,31	11,59	96,69	94,18	4,37
1 : 1 : 1	19,07	19,08	19,09	97,38	95,28	4,42
Диаммофос бўтқаси, карбамид эритмаси ва калий хлориди асосида карбоаммофоска						
1 : 0,7 : 0,3	23,28	16,34	7,31	95,96	94,19	3,31
1 : 0,7 : 0,5	23,27	16,37	11,66	96,82	94,50	3,33
1 : 1 : 1	19,66	19,67	19,65	97,97	95,37	3,57

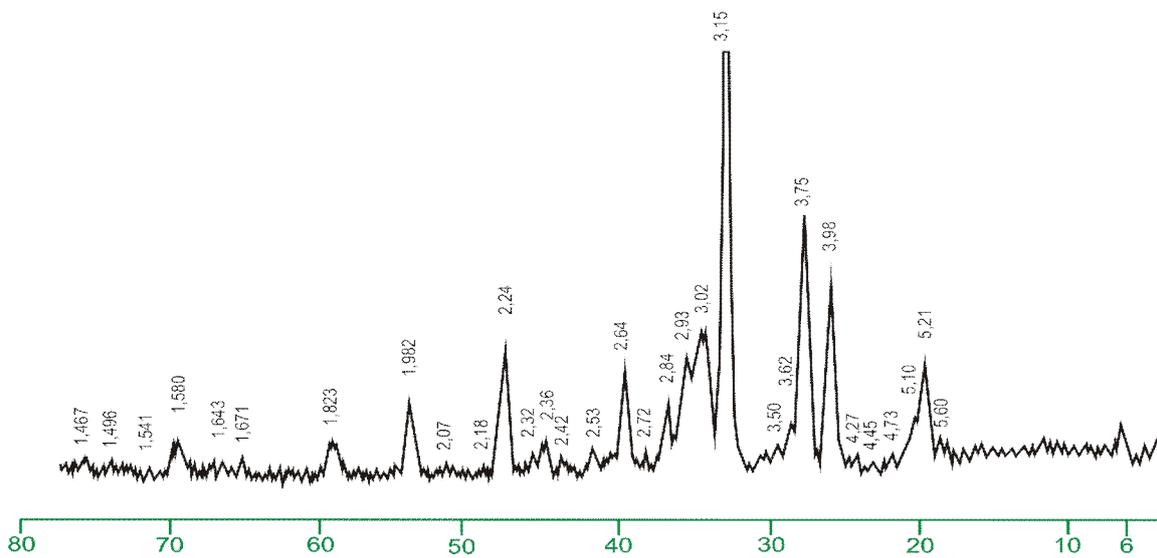
бўтқасига қанча кўп калий хлориди киритилса, маҳсулот доналари мустаҳкамлиги шунча юқори бўлади. Доналарнинг энг юқори мустаҳкамлиги (4,42 МПа) аммофос бўтқаси ва $N : P_2O_5 : K_2O = 1 : 1 : 1$ нисбатда кузатилади. Энг юқори миқдордаги озуқа компонентлари ($N+P_2O_5+K_2O = 59\%$, P_2O_5 ўзл. : P_2O_5 сумум. = 97,97 ва P_2O_5 сув.эр. = P_2O_5 сумум. = 95,37) 1 : 1 : 1 да, аммо диаммофос бўтқаси қўлланилганда эришилади. Ҳар қандай ҳолатда, барча маркадаги карбоаммофослар озуқа моддаларининг юқори концентрациясини тутган бўлади.



1-расм. $N : P_2O_5 = 1 : 1$ нисбатда МАФ ва карбамид асосидаги карбоаммофос рентгенограммаси.

1-расмда $N : P_2O_5 = 1 : 1$ МАФ бўтқаси асосидаги карбоаммофос, 2-расмда эса $N : P_2O_5 : K_2O = 1 : 1 : 1$ карбоаммофоска рентгенограммалари келтирилган. Карбоаммофос рентгенограммасида $NH_4H_2PO_4$ га таъллуқли

5,32; 3,72; 3,06; 2,01; 1,60A°, 2,53; (NH₄)₂HPO₄ – 2,42; 2,01A°, 4,04; CO(NH₂)₂ – 2,82; 2,53A°, ундан ташқари мочеви́на фосфати – 5,60; 2,98; 2,82A° дифракцион максимумлари кузатилади. 2-расмда эса NH₄H₂PO₄ - 3,75; 3,02; 2,64; 1,98A°; (NH₄)₂HPO₄ - 5,60; 3,02A°; KCl - 3,15; 2,24; 1,82A°; CO(NH₂)₂ - 3,98; 2,84; 2,53A°; аммоний фосфат, карбамид ва калий хлориди орасида борадиган реакцияни тасдиқловчи NH₄Cl - 2,72; 1,58A° ва (NH₄,K)H₂PO₄ - 5,21; 3,75; 2,93; 1,98A° чўкқилари мавжуддир.



2-расм. N : P₂O₅ : K₂O = 1 : 1 : 1 нисбатда МАФ, карбамид ва калий хлориди асосидаги карбоаммофоска рентгенограммаси.

Шуни таъкидлаш лозимки, алоҳида тузларнинг баъзи чизиқлари текисликлараро масофаси яқинлиги туфайли бир-бирига боғланиб қолгандир.

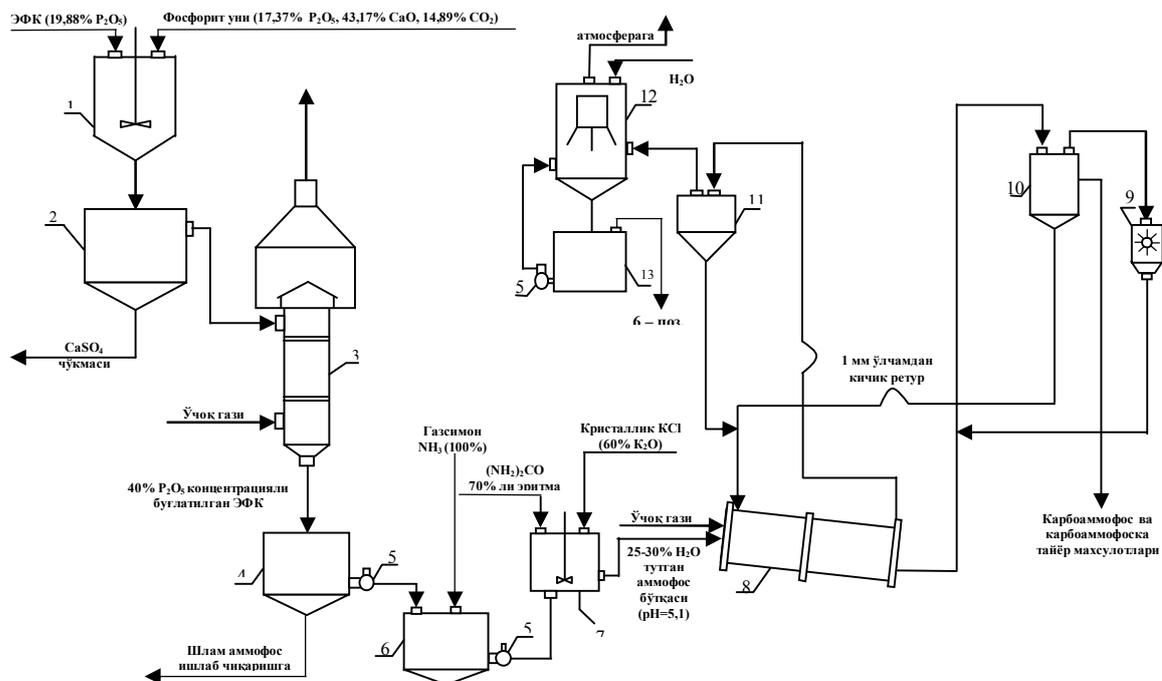
Шундай қилиб, буғлатиган ЭФК, аммиак, карбамид ва калий хлориди асосида концентрланган NP- ва NPK-ўғитлар ишлаб чиқариш мумкинлиги кўрсатилди. «Аммофос-Махат» АЖ юқори марка МАФ, ДАФ, карбоаммофос ва карбоаммофоска ишлаб чиқариш учун барча зарур қурилмаларга эгадир.

Тўртинчи бобда **«Аммоний фосфатлари ва карбамид тутган мураккаб ўғитлар олиш технологияларининг технологик синовлари»** лаборатория модели ва «Электрохимзавод» ҚК-АЖ тажриба ускунасида МАФ, ДАФ, карбоаммофос ва карбоаммофоска технологиялари синовлари натижалари келтирилган.

Синовлар учун ЭФКни буғлатиш йўли билан олинган, таркиби (оғир.%): 40,2 P₂O₅; 0,34 CaO; 0,70 MgO; 0,69 Fe₂O₃; 1,37 Al₂O₃; 0,38 SO₃ бўлган ЭФК ишлатилди. Концентрланган ЭФК қўллаш афзаллиги шундан иборатки, аммонийлашган бўтқани мажбурий циркуляцияли қурилмаларда буғлатиш талаб этилмайди ва юқори маркали аммоний фосфатлари олиш имконини беради. Лаборатория модель қурилмасидаги тажрибалар шуни кўрсатдики, ўғитлар таркиби лаборатория шароитларида олинган ўғитлар таркибига мос келади.

Ишлаб чиқилган NP ва NPK-ўғитлар технологияси «Электрохимзавод» ҚК-АЖ тажриба қурилмасида синовдан ўтказилди.

Олинган маълумотлар асосида аммофос бўтқасини ишлатиш орқали МАФ ва ДАФ, ундан ташқари карбоаммофос ва карбоаммофоска ишлаб чиқаришнинг моддий баланси ҳисобланди ва технологик тизими тавсия этилди (3-расм). Карбоаммофос ва карбоаммофоска ишлаб чиқариш аммоний фосфатлар ишлаб чиқарилишидан фарқли уларок, фосфат-аммиакли бўтқани (рН=5,1) карбамид эритмаси ва КС1 билан аралаштириш амалга оширилиши орқали NP ва NPK-бўтқалар тайёрланадиган қўшимча равишда қурилма-аралаштиргич қўшилади. Кейинги босқичлар бир-бирига ўзаро ўхшашдир.



3-расм. Буғлатилган ЭФК асосида карбамид тутган NP- ва NPK-ўғитларнинг принципиал технологик тизими:

1 – сульфатсизлантириш реактори; 2 – тиндиргич; 3 – концентратор; 4 – тиндиргич; 5 – насослар; 6 – аммонизатор; 7 – аралаштиргич; 8 – БДҚ (барабан донадорлагич-қуритгич); 9 – майдалагич; 10 – синфлагич; 11 – чанг тутгич; 12 – циклон; 13 – оралик сифим.

Аммонийлашган фосфатли бўтқани донадорлаш ва қуритиш ретур (1мм дан кичик майда маҳсулот) иштирокида олиб борилади. Қуритилган маҳсулот оддий тизим бўйича 3 та фракцияга ажратиш учун элакга келиб тушади. Майда қисм (1мм дан кичик) ретур сифатида шнек-аралаштиргичга қайтарилади, ўрта фракция (-5+1мм) товар маҳсулот сифатида тайёр маҳсулот омборига келиб тушади. Йирик фракция (5мм дан катта) майдалагичга йўналтирилади ва ажратишга қайтарилади (3-расм).

Донадорланган аммоний фосфатлари таркиби қуйидагича (оғир.%):

МАФ – 52 : 12 маркадаги моноаммонийфосфат: N – 12,13; $P_2O_{5\text{умум.}}$ – 52,21; $P_2O_{5\text{ўзл.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ = 98; $P_2O_{5\text{суб.эр.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ = 93; SO_3 – 0,46; CaO – 0,56; MgO – 1,21; Fe_2O_3 – 1,02; Al_2O_3 – 1,74, унинг доналар мустақамлиги эса 3,9 МПа.

ДАФ – 48 : 18 маркадаги диаммонийфосфат: N – 18,32; $P_2O_{5\text{умум.}}$ – 47,88; $P_2O_{5\text{ўзл.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ = 99; $P_2O_{5\text{суб.эр.}}$: $P_2O_{5\text{умум.}}$ = 93; SO_3 – 0,34; CaO – 0,47;

MgO – 1,08; Fe₂O₃ – 0,86; Al₂O₃ – 1,61, доналар мустаҳкамлиги эса 3,1 МПа (ГОСТ меъёри 3 МПа дан кам эмас).

Шундай кўрсаткичлардаги МАФ ва ДАФ юқори талабга эга ва экспортга мўлжалланган маҳсулотлар ҳисобланади. Улар «Аmmofos-Махат» АЖнинг 11 : 46 маркадаги аммофосга қараганда, шубҳасиз, рақобат афзаллигига эгадир. Чунки, таклиф этилган МАФ таркиб ва хоссалари бўйича Хибин апатити концентратидан олинган юқори навдаги маҳсулотга (52% P₂O₅^{ўзл.}, 48% P₂O₅^{сув.рув.} кам бўлмаган, 12±1% N) мос келади.

Синовлар давомида 1500 ва 1000 кг миқдорида N : P₂O₅ = 52 : 12 маркадаги МАФ ва 48 : 18 маркадаги ДАФ тажриба партиялари чиқарилди.

Карбоаммофос (N : P₂O₅ = 1 : 0,7) ва карбоаммофоска (N : P₂O₅ : K₂O = 1 : 0,7 : 0,5) олиш мақсадида аммофос бўтқасига (pH=5,1) 70% ли карбамид эритмаси ва калий хлориди қўшилди. Танланган нисбатлар шу билан изоҳланадики, агрохимиклар томонидан минерал ўғитларни тупроққа солишининг гектарига 200 кг азот, 140 кг фосфор ва 100 кг калий мақбул меъёрлари ўрнатилган бўлиб, унинг натижасида пахта хомашёсининг қафолатланган ҳосили – 30-35 ц/га бўлиши таъминланади.

NP- ва NPK-ўғитларни таркиби кўйидагича намоён бўлади (оғир.%):

Карбоаммофос: N – 31,42; P₂O₅^{умум.} – 21,96; компонентлар йиғиндиси (N + P₂O₅ = 53,34%); P₂O₅^{ўзл.} : P₂O₅^{умум.} = 96; P₂O₅^{сув.эрув.} : P₂O₅^{умум.} = 90, доналар мустаҳкамлиги 3,1 МПа (ГОСТ меъёри 3 МПа дан кам эмас).

Карбоаммофоска: N – 23,18; P₂O₅^{умум.} – 16,11; K₂O – 11,43; озуқа компонентлар йиғиндиси (N + P₂O₅ + K₂O = 50,7%); P₂O₅^{ўзл.} : P₂O₅^{умум.} = 96; P₂O₅^{сув.эрув.} : P₂O₅^{умум.} = 93, доналар мустаҳкамлиги эса 4,0 МПа.

Синовлар давомида ҳар бир маҳсулот учун 1,5 тонна миқдорида карбоаммофос ва карбоаммофоска тажриба партиялари ишлаб чиқарилди. Карбоаммофоснинг гигроскопик нуқтаси – 54,2%, карбоаммофоска – 44,8%. Шу сабабли уларни қопланган шаклда сақлаш ва ташиш лозим.

Ўтказилган тадқиқотлар шуни кўрсатдики, БДҚ қурилмасида суюлтирилган (60-65% H₂O) аммонийлашган бўтқани буғлатиш, қуритиш ва донадорлаш босқичларида иссиқлик энергия сарфини камайиши, ундан ташқари унинг унумдорлигини ошириши эвазига МАФ - 12 : 52 ва ДАФ – 18 : 48 таннархи «Аmmofos-Махат» да ишлаб чиқарилаётган 11 : 46 маркадаги аммофос таннархига солиштирилганда 15% га камаяди.

ХУЛОСА

Диссертация иши бажарилишида олинган асосий илмий ва амалий натижалар кўйидагича:

1. «Аmmofos-Махат» АЖ фосфорли ўғитлари (аммофос; супрефос-NS; аммоний сульфатфосфат; PS-Агро, бойитилган суперфосфат ва озуқавий аммоний фосфати) товар тавсифлари таҳлил қилинган. Шарҳ шуни кўрсатдики, Қизилқум кучсиз ЭФКсини (20% дан кам P₂O₅ ва 0,5% дан кўп MgO) 55% P₂O₅ гача концентрлаш ва сифати жаҳон стандартларига мос келувчи МАФ, ДАФ, карбоаммофос ва карбоаммофоска олиш мумкин.

2. Бошланғич Қизилқум ЭФКсини буғлатиш жараёни ўрганилди. Буғлатилган ЭФКни тиниклаш тиндириш усулида амалга оширилди. Кимёвий ва рентгенографик усулларда тасдиқландики, қаттиқ чўкмаларнинг таркиби CaSO_4 , K_2SiF_6 , KNaSiF_6 , MgF_2 , CaHPO_4 , ундан ташқари Fe ва Al фосфатларидан ташкил топган. Улар ўз навбатида аммофос ёки бошқа турдаги ўғитларнинг фосфорли компоненти сифатида хизмат қилади.

3. Қизилқум ЭФКсини буғлатиш жараёнига H_2SO_4 таъсири ўрганилди. Хулоса қилиндики, дастлабки ЭФКда H_2SO_4 миқдори қанча кўп бўлса, буғлатилган кислота шунча ҳаракатчан ҳолатга келади. Уни олтингугуртли сувда эрувчан шаклда бўлган суюқ ва қаттиқ мураккаб ўғитларга қайта ишлаш мумкин. Буғлатилган ЭФК намуналари қовушқоқлиги, тўйинган буғ босими ва қайнаш ҳарорати уларнинг кам учувчанлигидан далолат беради.

4. Буғлатилган ЭФКни аммонийлаштириш мос равишда МАФ ва ДАФ олишга асос бўлди. Бунда аниқландики, фосфор кислотасидаги H_2SO_4 эркин миқдорининг юқори бўлиши туфайли аммонийлаштиришда P_2O_5 миқдори камайган ҳолда $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ҳосил бўлиши ҳисобига азот миқдори ошади. Шу сабабли дастлабки ЭФКни карбонатли фосфорит уни билан унинг мақбул меъёри – 100% да сульфатсизлантириш амалга оширилди. Сульфатсизланган ЭФКни буғлатишда мақбул концентрация топилди – 40-42% P_2O_5 , бунда таркибида 25-30% дан кам бўлмаган H_2O тутган суюқ оқувчан бўлган, БДҚ қурилмасида донадорлаш ва қуритиш учун яроқли аммоний фосфат бўтқалари ҳосил бўлади.

5. МАФ учун фосфатли бўтқа рН нинг мақбул қиймати 5,1, ДАФ учун 7,5 бўлиши аниқланди. Талаб этилган кўрсаткичларга эга маҳсулотлар катта талаб билан фойдаланилади. МАФ бир қанча миқдорда $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ тутган $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, ДАФ қисман $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$ тутган $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ дан ташкил топади.

6. МАФ бўтқасига карбамид эритмаси ва кукуркумон КС1 қўшиш билан мувозанатлашган карбоаммофос ва карбоаммофоска намуналари олинди. Карбоаммофос рентгенограммасида $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$, ундан ташқари мочевина фосфати дифракцион чизиқлари кузатилди. Карбоаммофоска рентгенограммасида эса булардан ташқари КС1 ҳамда $(\text{NH}_4, \text{K})\text{H}_2\text{PO}_4$ чизиқлари намоён бўлади.

7. БДҚ қурилмасида суюлтирилган (60-65% H_2O) аммонийлашган бўтқани буғлатиш, қуритиш ва донадорлаш босқичларида иссиқлик энергия сарфини камайиши, ундан ташқари унинг унумдорлигини ошиши эвазига МАФ ва ДАФ таннархи «Аммофос-Махат» да ишлаб чиқарилаётган аммофос таннархига солиштириганда 15% га камаяди. Ундан ташқари аммоний фосфатлар ва карбамид тутган мураккаб ўғитларнинг ишлаб чиқилган маркалари илдиз ташқарисидан озиклантириш учун, айниқса томчилаб суғоришда сувда эрувчан ўғитлар сифатида тавсия этилди.

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

ИНСТИТУТ ОБЩЕЙ И НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

ТУРДИАЛИЕВА ШАХЗОДА ИСМАТУЛЛАЕВНА

**ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ КОНЦЕНТРИРОВАННЫХ
ФОСФОРСОДЕРЖАЩИХ УДОБРЕНИЙ НА ОСНОВЕ УПАРЕННОЙ
ЭКСТРАКЦИОННОЙ ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ ИЗ ФОСФОРИТОВ
ЦЕНТРАЛЬНЫХ КЫЗЫЛКУМОВ**

02.00.13 – Технология неорганических веществ и материалов на их основе

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

Ташкент – 2019

Тема диссертации доктора философии (PhD) зарегистрирована под номером В2018.2.PhD/Т641 Высшей аттестационной комиссии при Кабинете Министров Республики Узбекистан.

Диссертация выполнена в Институте общей и неорганической химии.

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

Научный руководитель:	Намазов Шафоат Саттарович доктор технических наук, профессор, академик
Официальные оппоненты:	Шамшидинов Исраилжон Тургунович доктор технических наук, профессор Кучаров Бахром Хайриевич кандидат технических наук
Ведущая организация:	Навоийский Государственный горный институт

Защита состоится «30» июля 2019 года в 10⁰⁰ часов на заседании Научного совета DSc 27.06.2017.К/Т.35.01 при Институте общей и неорганической химии и Ташкентском химико-технологическом институте по адресу: 100170, г.Ташкент, ул.Мирзо Улугбека, 77-а. Тел.: (+99871) 262-56-60; факс: (+99871) 262-79-90; e-mail: ionxanruz@mail.ru

Диссертация зарегистрирована в Информационно-ресурсном центре Института общей и неорганической химии за № 11, с которой можно ознакомиться в Информационно-ресурсном центре (100170, г.Ташкент, ул.Мирзо Улугбека, 77-а). Тел.: (+99871) 262-56-60; факс: (+99871) 262-79-90.)

Автореферат диссертации разослан «16» июля 2019 года
(реестр протокола рассылки № 11 от «16» июля 2019 года)



Закиров Б.С.
Председатель Научного совета по присуждению
ученых степеней, д.х.н., профессор
Салиханова Д.С.
Ученый секретарь Научного совета по присуждению
ученых степеней, д.т.н.
Абдурахимов С.А.
Председатель Научного семинара при Научном совете
по присуждению ученых степеней, д.т.н., профессор

ВВЕДЕНИЕ (аннотация диссертации (PhD) доктора философии)

Актуальность и востребованность темы диссертации. В мировом масштабе повышение продуктивности сельского хозяйства должно производиться за счет увеличения урожайности, а не расширения посевных площадей, которые на душу населения с каждым годом уменьшаются. Поэтому во всем мире взят курс на интенсификацию сельскохозяйственного производства. В современных условиях, когда постоянно растёт стоимость транспортировки и внесения удобрений исключительно важное значение приобретает увеличение производства концентрированных марок NP- и NPK-удобрений, применяемых на всех типах почв и под все сельхозкультуры.

В мире наибольший интерес с потребительской точки зрения представляют моно- и диаммонийфосфаты (МАФ и ДАФ), карбоаммофос и карбоаммофоска, получение которых возможно лишь при использовании концентрированной фосфорной кислоты, в связи с чем разработка технологии концентрирования экстракционной фосфорной кислоты (ЭФК) и получения на её основе высокомарочных фосфорсодержащих удобрений является актуальной задачей. Для этой цели необходимо обосновать соответствующие научные решения по следующим направлениям: нахождение оптимальных условий обессульфачивания слабой ЭФК с кальциевым материалом; концентрирование обессульфаченной ЭФК методом упаривания; улучшение реологических характеристик упаренной ЭФК; разработка технологии различных марок фосфатов аммония и сложных карбамидсодержащих удобрений с определенным соотношением N : P₂O₅ и N : P₂O₅ : K₂O на основе концентрированной ЭФК, азотных и калийных солей.

На сегодняшний день в республике проводятся широкомасштабные мероприятия, в результате которых достигаются определенные научно-практические результаты по производству аммофоса, супрефоса-NS; аммоний сульфатфосфата; PS-Агро, обогащенного суперфосфата и кормовых фосфатов аммония на базе переработки мытого обожженного фосфоконцентрата (МОК-26) из Кызылкумских фосфоритов. В третьем направлении Стратегии действий Республики Узбекистан, предусмотренной в 2017-2021гг., отмечены важные задачи, направленные на «...развитие высокотехнологичных перерабатывающих отраслей, прежде всего по производству готовой продукции с высокой добавленной стоимостью на базе глубокой переработки местных сырьевых ресурсов...»¹. В связи с этим, весьма приоритетным является разработка технологии переработки Кызылкумской ЭФК в экспортоориентированные фосфорсодержащие удобрения, такие как МАФ и ДАФ, карбоаммофос и карбоаммофоска, качество которых соответствует мировому стандарту, то-есть содержащие максимальные количества усвояемого и водорастворимого P₂O₅.

Данное диссертационное исследование в определенной степени служит

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

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

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

Степень изученности проблемы. В мире накоплен большой опыт по получению ЭФК и её упариванию, устранению инкрустаций выпарных установок, созданию МАФ, ДАФ, карбамид- и нитратсодержащих NP- и NPK-удобрений на основе упаренной ЭФК.

Имеется обширная база данных, включающая научно-исследовательские работы, опытно-промышленные испытания и производства по получению ЭФК и её упариванию с получением МАФ, ДАФ, карбоаммофоса и карбоаммофосок (М.Е.Позин, Б.А., Копылев, М.А.Шапкин, А.И.Доходов, В.Ф.Кармышев, С.П.Кочетков, А.М.Норов, Ю.Д.Черненко, И.М.Кочетова, В.А.Гриньевич, К.Г.Горбовский, И.А.Петропавловский). Также установлен состав солевых отложений на вакуум-выпарных установках и разработаны способы их уменьшения (Н.Н.Бушуев, Д.С. Зинин, С.В.Вакал, Е.В.Рудаков, J.Carr, K.Kayar, L.Bernard, M.Evangelidou, R.Behbahani). Но в них использовались концентрированная ЭФК из апатитового концентрата.

В Узбекистане по разработкам и внедрениям технологий получения ЭФК и на её основе аммофоса, супрефоса-NS; аммоний сульфатфосфата; PS-Агро, обогащенного суперфосфата и кормовых фосфатов занимались Г.И.Ибрагимов, Н.В.Волынскова, Ш.С.Намазов, Б.М.Беглов, Б.С.Садыков, Х.Ч.Мирзакулов, Т.И.Нурмуродов, Г.Э.Меликулова и др. Все эти технологии базируются на использование низкоконцентрированной ЭФК (менее 20-23% P_2O_5), полученной из мытого от хлора и обожженного концентрата марки МОК-26. Хотя, в работе М.Т.Жураева Кызылкумская ЭФК упаривалась с 21% P_2O_5 до 25,2-34,5% P_2O_5 , но для них исходным фосфатном сырьем служил термоконцентрат, содержащий значительное количество хлора (более 0,1-0,2% Cl), что приводит к интенсивной коррозии выпарных аппаратов. Н.С.Бахриддиновым осуществлена упарка Кызылкумской ЭФК с содержанием 25,8% P_2O_5 до концентраций 55-60% P_2O_5 , при этом на основе аммонизации упаренной ЭФК получены жидкие полифосфаты аммония, в которых более 50% фосфора находится в конденсированной форме. Недостаток тот же – получаемый в лабораторных условиях термоконцентрат экстрагируется серной кислотой, минуя стадию промывки от хлора. Следует

отметить, что результаты последних двух работ не внедрены в производство.

Таким образом, отсутствует информация по упариванию ЭФК из нового вида МОК-26, отличающейся как по составу, так и свойствам от термоконцентрата, до высоких концентраций P_2O_5 и получению уже на основе концентрированной фосфорной кислоты различных марок МАФ, ДАФ, карбоаммофоса и карбоаммофоски.

Связь диссертационного исследования с тематическим планом научно-исследовательских работ. Диссертационное исследование выполнено в рамках плана научно-исследовательских работ Института общей и неорганической химии по хозяйственным договорам с АО «Аmmofos-Махам» №10-10 «Разработка и внедрение технологии получения экспортоориентированного азотно-фосфорно-калийного удобрения на основе фосфоритов Центральных Кызылкумов» (2010-2012 гг.) и №13-24 «Разработка технологии переработки мытого обожженного фосфоритного концентрата с содержанием 26% P_2O_5 на фосфорсодержащие комплексные удобрения» (2013-2015 гг.).

Целью исследования является разработка технологии получения концентрированных фосфорсодержащих удобрений на основе упаренной экстракционной фосфорной кислоты из Кызылкумского фосфоконцентрата.

Задачи исследования:

исследование процессов упарки Кызылкумской ЭФК и отстаивания упаренной фосфорной кислоты, а также изучение физико-химических свойств концентрированной кислоты. Химические и рентгенографические исследования твердых взвесей из упаренной ЭФК;

изучение влияния H_2SO_4 на состав и физико-химические свойства Кызылкумской упаренной ЭФК (плотность, вязкость, давление насыщенных паров, температура кипения);

обессульфачивание и упаривание Кызылкумской ЭФК с последующим получением фосфатов аммония марок $N : P_2O_5 = 12 : 52$ и $18 : 48$, соответствующих мировым стандартам;

изучение процесса получения карбамидсодержащих сложных удобрений (карбоаммофос и карбоаммофоска) на основе пульп фосфатов аммония, раствора карбамида и кристаллического хлорида калия;

установление солевого состава МАФ, ДАФ, карбоаммофоса и карбоаммофоски с применением метода рентгенографии;

составление материального баланса и разработка технологической схемы производств NP- и NPK-удобрений на базе упаренной ЭФК;

отработка режимов получения NP- и NPK-удобрений на опытной установке СП-АО «Электрохимзавод».

Объектом исследования являются экстракционная фосфорная кислота, упаренная фосфорная кислота, осадок, H_2SO_4 , фосфоритовая мука, МАФ, ДАФ, карбамид, хлорид калия.

Предметом исследования является процесс получения концентрированных марок фосфатов аммония и карбамидсодержащих

удобрений на основе аммонизации упаренной ЭФК с добавкой карбамида и хлорида калия, а также изучение состава и свойств готовых продуктов.

Методы исследования. Химические и физико-химические (рентгенофазовый и эксикаторный) методы анализа.

Научная новизна диссертационного исследования заключается в следующем:

доказана возможность упаривания Кызылкумской слабой ЭФК до концентрации 55% P_2O_5 с промежуточным осветлением и возврата твердых взвесей для аммофосного производства;

выявлено, что наличие свободной H_2SO_4 оказывает положительное влияние на вязкость упаренной ЭФК и позволяет получить удобрения, содержащие серу исключительно в водорастворимой форме;

обоснованы условия обессульфачивания, осветления и упарки ЭФК с целью получения высокомарочных фосфорсодержащих удобрений из очищенной, концентрированной фосфорной кислоты;

получен аммонизацией обессульфаченной и концентрированной ЭФК легла в основу моно- и диаммонийфосфатов (МАФ и ДАФ) марок 12 : 52 и 18 : 48, качество которых соответствуют мировым стандартам;

выявлен оптимальный режим переработки фосфатно-аммиачной пульпы в карбоаммофос и карбоаммофоску с применением раствора карбамида и кристаллического хлорида калия;

разработаны технологии получения высокомарочных как фосфатов аммония, так и карбамидсодержащих сложных удобрений путем переработки упаренной ЭФК.

Практические результаты исследования заключаются в следующем:

разработана технология получения МАФ и ДАФ, уравновешенных NP- и NPK-удобрений на основе упаренной ЭФК, позволяющая получать продукты с потребительскими свойствами на мировом уровне;

разработан материальный баланс, технологическая схема получения фосфатов аммония и карбамидсодержащих удобрений, предложены оптимальные технологические параметры процессов;

разработаны оптимальные режимы технологий получения фосфатов аммония и концентрированных NP- и NPK-удобрений.

Достоверность результатов исследования. Результаты химического и физико-химического анализов подтверждены укрупненными лабораторными и опытно-промышленными испытаниями.

Научная и практическая значимость результатов исследования.

Научная значимость результатов исследования заключается в том, что они заложили основу обессульфачивания, осветления и концентрирования слабой ЭФК методом упаривания и создания высокомарочных фосфатов аммония и уравновешенных карбамидсодержащих сложных удобрений на основе упаренной фосфорной кислоты, мочевины и хлорида калия.

Практическая значимость результатов исследования заключается в том, что их внедрение в практику позволяет выпускать экспортоориентированные

водорастворимые удобрения, предназначенные для тепличного хозяйства в условиях капельного орошения. Разработанные технологические схемы позволяют использовать как при проектировании новых, так и при реконструкции действующих производств.

Внедрение результатов исследования. На основе полученных научных результатов по разработке технологии концентрированных фосфорсодержащих удобрений путем переработки упаренной ЭФК из фосфоритов Центральных Кызылкумов:

технология получения МАФ и ДАФ марок $N : P_2O_5 = 12 : 52$ и $18 : 48$ на основе упаренной ЭФК из МОК-26 фосфоритов Центральных Кызылкумов включена в перечень перспективных разработок СП-АО «Электрохимзавод» (справка АО «Uzkimyosanoat» №01/3-3454 от 13 июня 2019 года). В результате появилась возможность расширения ассортимента экспортоориентированных продуктов, качество которых соответствует мировым стандартам, к тому же наиболее эффективных для капельного внесения;

технология получения карбоаммофоса и карбоаммофоски на основе аммофосной пульпы, раствора карбамида и порошкообразного хлористого калия включена в перечень перспективных разработок СП-АО «Электрохимзавод» (справка АО «Uzkimyosanoat» №01/3-3454 от 13 июня 2019 года). В результате появилась возможность обеспечения сельского хозяйства высококонцентрированными сложными удобрениями, сбалансированными по основным питательным компонентам.

Апробация результатов исследования. Результаты данного исследования были доложены и обсуждены на 2 международных и 6 республиканских научно-практических конференциях.

Опубликованность результатов исследования. По теме диссертации опубликовано 17 научных работ. Из них 8 научных статей, в том числе 6 в республиканских и 2 в зарубежных журналах, рекомендованных Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан для публикации основных научных результатов диссертаций.

Структура и объем диссертации. Диссертация 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 работы, сформулированы цель и задачи исследования, характеризуются объект и предметы исследования, соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологий республики, излагаются научная новизна и практическая значимость исследований, внедрение их в практику, сведения по опубликованным работам и структуре диссертации.

В первой главе «**Концентрирование экстракционной фосфорной кислоты и фосфорсодержащие удобрения на её основе**», являющейся

литературным обзором, дана характеристика Кызылкумской фосфоритной руды и процесса её термического обогащения, рассмотрен процесс получения ЭФК из термоконцентрата. Перечислен ассортимент и дана характеристика фосфорсодержащих удобрений производства АО «Аmmofos-Махат». Описан процесс концентрирования Кызылкумской ЭФК методом упаривания и методы устранения инкрустаций, ухудшающих теплообмен на выпарных аппаратах. Проанализированы традиционные и новые методы получения высокомарочных фосфатов аммония (МАФ и ДАФ) и карбамидсодержащих удобрений (карбоаммофос и карбаммофоска). Сформулированы цель и задачи настоящей работы.

Во второй главе диссертации «**Концентрирование Кызылкумской экстракционной фосфорной кислоты методом упаривания**» изучен процесс упаривания ЭФК производства АО «Аmmofos-Махат» состава (вес. %): P_2O_5 19,88; CaO 0,30; MgO 0,39; SO_3 1,64; Fe_2O_3 0,31; Al_2O_3 0,72. Её упарку проводили под атмосферным давлением в трубчатом кварцевом реакторе, снабженном лопастной кварцевой мешалкой. Обогрев реактора осуществляли через стенки с помощью специальной электропечи. Таким образом, концентрация ЭФК повысилась от 19,88 до 58,35% P_2O_5 . Следует отметить, что с превышением концентрации 55% P_2O_5 кислота, имеющая температуру 30°C, начинает кристаллизоваться. Упаренную ЭФК охлаждали до комнатной температуры в течение 1 суток и отделяли из неё осадок. Выявлено, что чем выше концентрация ЭФК, тем больше количество выпадаемого осадка. В табл. 1 приведены составы осадков и осветленной части упаренной ЭФК до концентраций от 35,15 до 50,56% P_2O_5 . При этом в осадок переходит от 93 до 99% CaO, от 35 до 40% MgO, от 9 до 14% Fe_2O_3 , от 9 до 20% Al_2O_3 и от 48 до 52% $SO_{3\text{общ}}$. В этом случае с ним теряется от 7 до 10% P_2O_5 . Осадки, содержащие 27,32-46,3% P_2O_5 , 3,25-5,08% CaO, 1,71-4,32% MgO, 0,62-8,71% Fe_2O_3 , 0,71-9,31% Al_2O_3 и 9,42-10,54% SO_3 могут служить в качестве фосфорного компонента в составе любых видов фосфорсодержащих удобрений (табл. 1).

Таблица 1

Состав осадка и осветленной части концентрированной ЭФК из фосфоритов Центральных Кызылкумов

Концентрация ЭФК (P_2O_5), %	Содержание компонентов, вес. %					
	$P_2O_{5\text{общ}}$	CaO	MgO	Fe_2O_3	Al_2O_3	SO_3
Осадок из осветленной упаренной ЭФК						
35,15	27,32	3,25	1,71	0,62	0,71	10,47
40,25	32,35	3,36	1,84	0,79	1,18	9,42
46,63	40,30	4,40	2,40	1,06	1,80	11,89
50,56	46,30	5,08	4,32	8,71	9,31	10,54
Осветленная часть упаренной ЭФК						
35,15	35,92	0,031	0,46	0,78	0,90	1,44
40,25	40,85	0,023	0,45	0,87	0,96	1,93
46,63	46,41	0,011	0,50	0,97	1,05	2,15
50,56	51,07	следы	0,34	1,65	1,27	2,87

Анализ рентгенограмм, полученных на дифрактометре XRD-6100 (Shimadzu, пр-во Японии) показал, что солевой состав осадков состоит из различных форм гипса, дикальцийфосфата, кремнефторидов натрия и калия, фторида магния, фосфатов железа и алюминия.

А осветленная ЭФК содержит 35,92-51,07% P_2O_5 , 0,34-0,50% MgO , 0,78-1,65% Fe_2O_3 , 0,90-1,27% Al_2O_3 , 1,44-2,87% SO_3 . Судя по реологическим свойствам, можно сделать вывод о том, что при температуре выше 40°C упаренная ЭФК сохраняет свою текучесть вплоть до концентрации 55% P_2O_5 . Так, если при изучаемых температурах (40-100°C) плотность и вязкость упаренной ЭФК с концентрацией 40,25% P_2O_5 составляют 1,4531-1,4931 г/см³ и 2,94-8,64 сПз, то у ЭФК с концентрацией 55,19% они равняются 1,7302-1,7801 г/см³ и 14,03-76,61 сПз соответственно. При 60°C давление насыщенных паров фосфорной кислоты в пределах концентраций 35,15-55,19% P_2O_5 равно 0,38-14,28 кПа и свидетельствует об её малой летучести в условиях жаркого климата. Эти упаренные кислоты служат для получения концентрированных фосфатов аммония и других видов сложных удобрений.

Наличие свободной H_2SO_4 оказывает положительное влияние на свойства фосфорной кислоты, т.е. позволяет значительно снизить вязкость, температуру кипения и замерзания как упаренной, так и неупаренной ЭФК. В связи с чем, изучен процесс упарки Кызылкумской ЭФК при различных добавках H_2SO_4 . Для этого к исходной ЭФК добавляли 93 %-ную H_2SO_4 с таким расчетом, чтобы содержание $H_2SO_{4\text{своб.}}$ стало в 1,5 и 2 раза больше, чем в исходной. При этом $H_2SO_{4\text{своб.}}$ в исходной ЭФК варьировалось от 1,48 до 2,96%. В зависимости от количества добавки H_2SO_4 получены упаренные растворы ЭФК, содержащие от 34,41 до 55,24% P_2O_5 и от 2,62 до 8,45% $H_2SO_{4\text{своб.}}$. Делается вывод о том, что чем больше H_2SO_4 в исходной ЭФК, тем подвижнее становится упаренная кислота. Так, в зависимости от температуры (30-100°C) при 46,63% P_2O_5 и 5,29% H_2SO_4 плотность и вязкость упаренной ЭФК имеют значения 1,5657-1,6122 г/см³ и 5,08-24,11 сПз, а при 55,24% P_2O_5 и 6,44% H_2SO_4 эти показатели составляют 1,7582-1,8095 г/см³ и 18,01-149,5 сПз. В зависимости от концентраций P_2O_5 , H_2SO_4 и температуры давление паров над упаренной ЭФК составляет 0,23-14,28 кПа.

Таким образом, увеличение количества добавки H_2SO_4 по отношению к исходной ЭФК приводит к возрастанию плотности, снижению вязкости и температуры кипения упаренных кислот. Последние могут перерабатываться в жидкие либо гранулированные комплексные удобрения, содержащие серу исключительно в растворимой форме.

Третья глава «**Концентрированные марки NP- и NPK удобрений на основе упаренной фосфорной кислоты**» посвящена изучению процессов получения МАФ и ДАФ, карбамидсодержащих удобрений (карбоаммофос и карбоаммофоска) путем переработки концентрированной кислоты (36,06; 42,55; 50,62; 56,53% P_2O_5), полученной на основе упарки исходной ЭФК. Для получения МАФ и ДАФ их нейтрализацию осуществляли газообразным аммиаком до pH = 4,5; 5,1; 5,5 (до мольного отношения $NH_3 : H_3PO_4 = 1,1$) и до pH = 7,0; 7,5; 8,0 (до

мольного отношения $\text{NH}_3 : \text{H}_3\text{PO}_4 = 2,0$), соответственно. Во избежание потерь NH_3 насыщение диаммофосной пульпы аммиаком проводили при температуре не выше 70°C . Визуально определено состояние пульпы. Установлено, что аммофосная и диаммофосная пульпы с исходной концентрацией $36,06\%$ P_2O_5 обладают хорошей текучестью. В данном случае они содержат $36-38\%$ H_2O . Аммонизированные пульпы с исходной концентрацией $42,55\%$ P_2O_5 и влажностью $30-32\%$ H_2O сохраняют свою подвижность при температуре выше 50°C . А пульпы из ЭФК с содержанием $50,62-56,53\%$ P_2O_5 приобретают неподвижное состояние, так как содержание воды в них снижается от 20 до 15% H_2O . К тому же при повышенных $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ растворимость фосфатов аммония резко уменьшается, а это приводит к увеличению мелких гранул, образующихся непосредственно в пульпе. В результате гранулы недостаточно закристаллизованы и, зачастую, аморфны. Поэтому мы их разбавляли водой до 30% (для получения аммофоса) и до 35% (для получения диаммофоса) влажности, чтобы сделать их транспортабельными для перекачки в БГС.

Из литературных источников рассмотрен перечень химических соединений, образование которых происходит при аммонизации ЭФК с различным составом и содержанием примесей.

Сушку аммофоса производили при 60°C , а диаммофоса – не выше 75°C . Гранулирование пульпы осуществляли в процессе сушки методом окатывания. При получении МАФ оптимальным значением рН пульпы является $5,1$ ($\text{NH}_3 : \text{H}_3\text{PO}_4 = 1,05$), при ДАФ – $7,5$ ($\text{NH}_3 : \text{H}_3\text{PO}_4 = 1,75$), а концентрация упаренной ЭФК – $42,55\%$ P_2O_5 , при которой образуется подвижная пульпа фосфатов аммония. Готовый продукт – МАФ содержит (вес. %): $\text{N} - 12,84$; $\text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}} - 51,92$; $\text{P}_2\text{O}_{5\text{усв.}} : \text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}} = 99$; $\text{P}_2\text{O}_{5\text{водн.}} : \text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}} = 91$; $\text{CaO} - 0,19$; $\text{MgO} - 0,82$; $\text{Al}_2\text{O}_3 - 1,16$; $\text{Fe}_2\text{O}_3 - 0,78$; $\text{SO}_3 - 3,33$; прочность гранул – $3,87$ МПа; а ДАФ (вес. %): $\text{N} - 17,51$; $\text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}} - 48,57$; $\text{P}_2\text{O}_{5\text{усв.}} : \text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}} = 99,6$; $\text{P}_2\text{O}_{5\text{водн.}} : \text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}} = 91$; $\text{CaO} - 0,18$; $\text{MgO} - 0,80$; $\text{Al}_2\text{O}_3 - 1,08$; $\text{Fe}_2\text{O}_3 - 0,73$; $\text{SO}_3 - 3,35$; прочность гранул – $3,81$ МПа. В них относительно высокое содержание азота и низкое содержание фосфора объясняется наличием $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (до $5,5\%$).

Поэтому следующим этапом работы являлось обессульфачивание исходной ЭФК ($19,88\%$ P_2O_5) с помощью карбонатной фосмуки состава (вес. %): $17,37$ P_2O_5 ; $47,13$ CaO ; $1,75$ MgO ; $0,76$ Fe_2O_3 ; $1,12$ Al_2O_3 ; $1,33$ SO_3 ; $14,89$ CO_2 . Норма фосмуки взята $80-120\%$ от стехиометрии для связывания $\text{H}_2\text{SO}_{4\text{своб.}}$ в CaSO_4 . Длительность обессульфачивания – 30 минут. По истечении времени содержимое реактора отстаивалось в течении 60 мин. при $60-65^\circ\text{C}$. Далее обессульфаченную ЭФК отделяли от осадка гипса методом декантации. По содержанию сульфатных ионов жидкой и твердой фаз рассчитывали степень обессульфачивания, распределения компонентов по жидким и твердым фазам. Состав осветленной ЭФК и её осадка приведен в табл. 2 и 3.

Данные табл. 2 показывают, что с увеличением нормы фосмуки от 80 до 120% в кислоте монотонно снижается содержание $\text{SO}_{3\text{общ.}}$ с $0,58$ до $0,39\%$ и тем самым повышается степень обессульфачивания с $67,10$ до $79,27\%$. Так, при нормах $80, 100, 110$ и 120% содержания $\text{P}_2\text{O}_5, \text{CaO}, \text{MgO}, \text{Fe}_2\text{O}_3, \text{Al}_2\text{O}_3$ и

SO₃ составляют от 10,81 до 13,78; от 13,33 до 7,41; от 0,20 до 0,15; от 0,37 до 0,12; от 1,01 до 0,51 и от 27,65 до 12,63%, соответственно. Снижение данных компонентов за исключением P₂O₅ объясняется образованием в осадке гипса, монофосфата кальция, димагнийфосфата и фосфатов полуторных оксидов. Эти осадки могут быть фосфорным компонентом любых видов удобрений.

Таблица 2

Состав обессульфаченной карбонатной фосмукой ЭФК

Норма фосмуки, от стех. %	Содержание компонентов, вес. %						Степень обессульфачивания, %
	P ₂ O ₅	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SO ₃	
80	21,24	0,46	0,44	0,33	0,74	0,58	67,10
100	21,35	0,52	0,45	0,34	0,75	0,50	72,56
110	21,39	0,61	0,46	0,35	0,76	0,43	76,83
120	21,56	0,63	0,48	0,36	0,78	0,39	79,27

Таблица 3

Состав осадков, образующихся при обессульфачивании ЭФК

Норма фосмуки, от стех. %	Содержание компонентов, вес. %					
	P ₂ O ₅	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SO ₃
80	10,81	13,33	0,20	0,37	1,01	27,65
100	11,12	10,79	0,19	0,24	0,76	20,37
110	12,59	7,85	0,16	0,15	0,60	14,85
120	13,78	7,41	0,15	0,12	0,51	12,63

При оптимальной норме фосмуки – 100% степень обессульфачивания ЭФК достигает 72,5%. Обессульфаченная при этой норме кислота (21,35% P₂O₅) подвергалась упариванию. Кислоту концентрировали до содержания P₂O₅ 35,02-55,16% с последующим осветлением растворов путем их отстаивания в течение 24 часов. Затем осадки отделяли методом декантации. Составы упаренных растворов ЭФК без отделения осадков, осветленных их частей, а также их осадков приведены в табл. 4.

Таблица 4

Состав упаренной обессульфаченной фосфорной кислоты и её осадка

Содержание P ₂ O ₅ , %	Содержание компонентов, вес. %				
	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SO ₃
Упаренная обессульфаченная ЭФК без осветления					
35,02	0,84	0,74	0,55	1,22	0,81
40,11	0,96	0,85	0,63	1,39	0,93
44,50	1,07	0,94	0,69	1,55	1,03
50,12	1,21	1,06	0,78	1,74	1,16
55,16	1,33	1,17	0,86	1,92	1,28
Осветленная часть упаренной обессульфаченной ЭФК					
35,80	0,42	0,64	0,58	1,18	0,32
41,73	0,34	0,74	0,66	1,34	0,35
46,76	0,27	0,90	0,78	1,53	0,21
52,01	0,25	1,06	0,82	1,73	0,15
56,65	0,19	0,97	0,87	1,89	0,26
Осадок упаренной обессульфаченной ЭФК					
30,95	3,04	1,24	0,37	1,43	3,35
32,93	3,69	1,30	0,49	1,62	3,57
38,34	3,24	1,04	0,45	1,23	3,28
46,08	3,26	1,07	0,69	1,75	3,32
47,22	7,39	2,21	0,88	2,15	6,70

Из неё видно, что при осветлении растворов ЭФК с отделением осадков для ЭФК 35,02 %-ной P_2O_5 содержания примесных компонентов за исключением Fe_2O_3 снижаются (вес. %): CaO от 0,84 до 0,42; MgO от 0,74 до 0,64; Al_2O_3 от 1,22 до 1,18; SO_3 от 0,81 до 0,32; а для ЭФК 55,16 %-ной P_2O_5 содержание CaO снижается от 1,33 до 0,19; MgO от 1,17 до 0,97; Al_2O_3 от 1,92 до 1,89; SO_3 от 1,28 до 0,26. При этом содержание P_2O_5 в осветленной части по отношению к исходной превышает в 1,022; 1,04; 1,051; 1,037 и 1,027 раза (концентрации ЭФК 35,80; 41,73; 46,76; 52,01 и 56,65% P_2O_5).

Судя по химическому и солевому составам осадков: 30,95-47,22% P_2O_5 ; 3,04-7,39% CaO ; 1,04-2,21% MgO ; 0,37-0,88% Fe_2O_3 ; 1,23-2,15 Al_2O_3 ; 3,28-6,70 SO_3 они кристаллизуются в виде $CaSO_4$, $CaHPO_4$, $AlPO_4$, $FePO_4$, MgF_2 , а также K_2SiF_6 , $KNaSiF_6$, K_2SiF_6 .

Изучены реологические свойства (плотность, вязкость), упругость насыщенных паров и температура кипения упаренной и обессульфаченной, к тому же осветленной ЭФК. Показано, что получаемая кислота жидкотекуча, транспортабельна и не улетучивается в нормальных условиях.

Далее фосфорные кислоты с концентрацией 35,8; 41,73 и 46,76% P_2O_5 подвергли аммонизации для получения МАФ и ДАФ. Составы готовых продуктов приведены в табл. 5.

Таблица 5

Состав образцов МАФ и ДАФ в зависимости от концентрации упаренной экстракционной фосфорной кислоты

Конц-я ЭФК, P_2O_5 , %	Содержание компонентов, вес. %							$P_2O_{5\text{усв.}}$: $P_2O_{5\text{общ.}}$ %	$P_2O_{5\text{водн.}}$: $P_2O_{5\text{общ.}}$ %	Прочность, МПа
	N	$P_2O_{5\text{общ}}$	CaO	MgO	Fe_2O_3	Al_2O_3	SO_3			
Моноаммонийфосфат (при pH = 5,1)										
35,8	12,25	52,70	0,60	0,92	0,84	1,72	0,45	98,41	90,17	4,82
41,73	12,69	52,97	0,41	0,93	0,82	1,68	0,41	98,39	93,17	4,46
46,76	13,01	53,14	0,30	1,02	0,88	1,75	0,23	98,23	94,15	4,93
Диаммонийфосфат (при pH = 7,5)										
35,8	17,21	48,16	0,57	0,89	0,82	1,68	0,40	99,63	92,50	3,18
41,73	17,86	49,38	0,38	0,90	0,80	1,66	0,37	99,72	92,37	5,34
46,76	18,06	50,09	0,28	1,00	0,86	1,73	0,20	99,80	92,55	4,74

По требованию ГОСТ 18918-85 МАФ должен содержать не менее 12% N и 52% $P_2O_{5\text{усв.}}$, а согласно ТУ 113-08-537-83 ДАФ – не менее 18% N и 48% $P_2O_{5\text{усв.}}$. Для концентрации упаренной ЭФК – 41,73% P_2O_5 гранулированный МАФ имеет в своём составе (вес. %): N – 12,69; $P_2O_{5\text{общ.}}$ – 52,97; $P_2O_{5\text{усв.}}$: $P_2O_{5\text{общ.}}$ = 98,39; $P_2O_{5\text{водн.}}$: $P_2O_{5\text{общ.}}$ = 93,17; SO_3 – 0,41; CaO – 0,41; MgO – 0,93; Fe_2O_3 – 0,82; Al_2O_3 – 1,68 с прочностью гранул 4,46 МПа. А ДАФ с такой концентрацией кислоты содержит 49,38% $P_2O_{5\text{общ.}}$, из них от 99,72% которого находится в усвояемой форме, 92,37% – водорастворимой форме и 17,86% N. В нём 0,38% CaO ; 0,90% MgO ; 0,80% Fe_2O_3 ; 1,66% Al_2O_3 и 0,37% SO_3 . Прочность его гранул – 5,34 МПа.

Для остальных концентраций ЭФК наблюдается аналогичная картина. Только незначительно различаются между собой абсолютными значениями содержаний компонентов в продуктах.

Рентгенографические исследования показывают, что солевой состав МАФ состоит из $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ с незначительным количеством $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, а ДАФ из $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ с малым содержанием $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$.

С целью получения уравновешенных NP -удобрений – карбоаммофоса к пульпам МАФ (при $\text{pH} = 5,3$) и ДАФ (при $\text{pH} = 7,0$) перед их грануляцией добавляли 70%-ный раствор карбамида при весовом соотношении $\text{N} : \text{P}_2\text{O}_5 = 1 : (0,5-1)$. Продолжительность смешения компонентов составляла 15 мин. А в случае получения NPK -удобрений – карбоаммофосок после 15-ти минутного перемешивания к карбоаммофосной пульпе вводили навеску хлорида калия (60% K_2O). При этом весовое соотношение $\text{N} : \text{P}_2\text{O}_5 : \text{K}_2\text{O}$ варьировалось от $1 : 0,7 : 0,3$ до $1 : 1 : 1$. Процесс перемешивания NPK -пульп длился ещё 15 минут. Во всех опытах температуру поддерживали при 70-80°C. Выбранные соотношения питательных компонентов считаются наиболее востребованными сельским хозяйством.

В табл. 6 приведен состав образцов карбоаммофоса на основе моно- и диаммофосной пульпы с концентрацией фосфорной кислоты – 40,85% P_2O_5 .

Таблица 6

Состав и прочность гранул уравновешенных NP -удобрений на основе пульп фосфатов аммония и карбамида

Весовое соотношение $\text{N} : \text{P}_2\text{O}_5$	N, %	$\text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}}$, %	$\text{P}_2\text{O}_{5\text{усв.}} : \text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}}$, %	$\text{P}_2\text{O}_{5\text{водн.}} : \text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}}$, %	Прочность гранул, МПа
Карбоаммофос на основе аммофосной пульпы (pH=5,3) и раствора карбамида					
1 : 0,5	34,89	17,42	96,04	90,87	3,37
1 : 0,7	31,76	22,21	96,13	90,95	3,40
1 : 1	28,01	28,02	96,57	91,43	3,51
Карбоаммофос на основе диаммофосной пульпы (pH=7,0) и раствора карбамида					
1 : 0,5	35,81	17,90	96,54	92,91	3,25
1 : 0,7	32,88	23,05	96,57	94,19	3,30
1 : 1	29,25	29,26	96,62	94,22	3,42

Так, при $\text{N} : \text{P}_2\text{O}_5 = 1 : 0,5$ карбоаммофос на основе аммофосной пульпы ($\text{pH} = 5,3$) содержит 34,89% N, 17,42% $\text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}}$, $\text{P}_2\text{O}_{5\text{усв.}} : \text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}} = 96,04\%$, $\text{P}_2\text{O}_{5\text{водн.}} : \text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}} = 90,87\%$, а при $\text{N} : \text{P}_2\text{O}_5 = 1 : 1$ – 28,01 % N, 28,02 % $\text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}}$, $\text{P}_2\text{O}_{5\text{усв.}} : \text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}} = 96,57\%$, $\text{P}_2\text{O}_{5\text{водн.}} : \text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}} = 91,43\%$. Прочность гранул продуктов достигает 3,5 МПа. Близкими как по составу, так и по свойствам получают NP -удобрения на основе диаммофосной пульпы. Минимальная прочность гранул (3,25 МПа) приходится на $\text{N} : \text{P}_2\text{O}_5 = 1 : 1$. В любом случае продукт отвечает требованиям сельского хозяйства (должна быть не менее 3 МПа).

В табл. 7 приведены состав карбоаммофосок на основе пульп МАФ и ДАФ, 70%-ного раствора карбамида и хлорида калия при весовых соотношениях $\text{N} : \text{P}_2\text{O}_5 : \text{K}_2\text{O} = 1 : 0,7 : 0,3$; $1 : 0,7 : 0,5$ и $1 : 1 : 1$.

Общая картина результатов взаимодействия МАФ и ДАФ с азотным и калийным добавками аналогична. Основным параметром, влияющим на процесс является соотношение $N : P_2O_5 : K_2O$. Из приведенных данных следует, что чем больше хлорид калия вводится в карбоаммофосную пульпу,

Таблица 7

Состав и прочность гранул уравновешенных НРК-удобрений на основе пульпы фосфатов аммония, карбамида и хлорида калия

Весовое соотношение $N : P_2O_5 : K_2O$	N, %	$P_2O_{5\text{общ.}}$, %	K_2O , %	$P_2O_{5\text{усв.}} : P_2O_{5\text{общ.}}$, %	$P_2O_{5\text{водн.}} : P_2O_{5\text{общ.}}$, %	Прочность гранул, МПа
Карбоаммофоска на основе аммофосной пульпы, раствора карбамида и хлорида калия						
1 : 0,7 : 0,3	23,22	16,30	7,20	95,83	93,87	3,94
1 : 0,7 : 0,5	23,17	16,31	11,59	96,69	94,18	4,37
1 : 1 : 1	19,07	19,08	19,09	97,38	95,28	4,42
Карбоаммофоска на основе диаммофосной пульпы, раствора карбамида и хлорида калия						
1 : 0,7 : 0,3	23,28	16,34	7,31	95,96	94,19	3,31
1 : 0,7 : 0,5	23,27	16,37	11,66	96,82	94,50	3,33
1 : 1 : 1	19,66	19,67	19,65	97,97	95,37	3,57

тем выше прочность гранул продукта. Самая высокая прочность гранул (4,42 МПа) наблюдается при аммофосной пульпе и соотношении $N : P_2O_5 : K_2O = 1 : 1 : 1$. А самую высокую сумму питательных компонентов ($N+P_2O_5+K_2O = 59\%$, $P_2O_{5\text{усв.}} : P_2O_{5\text{общ.}} = 97,97\%$ и $P_2O_{5\text{водн.}} = P_2O_{5\text{общ.}} = 95,37\%$) достигается при 1 : 1 : 1, но с применением диаммофосной пульпы. В любом случае, все марки карбоаммофосок содержат высокую концентрацию питательных веществ.

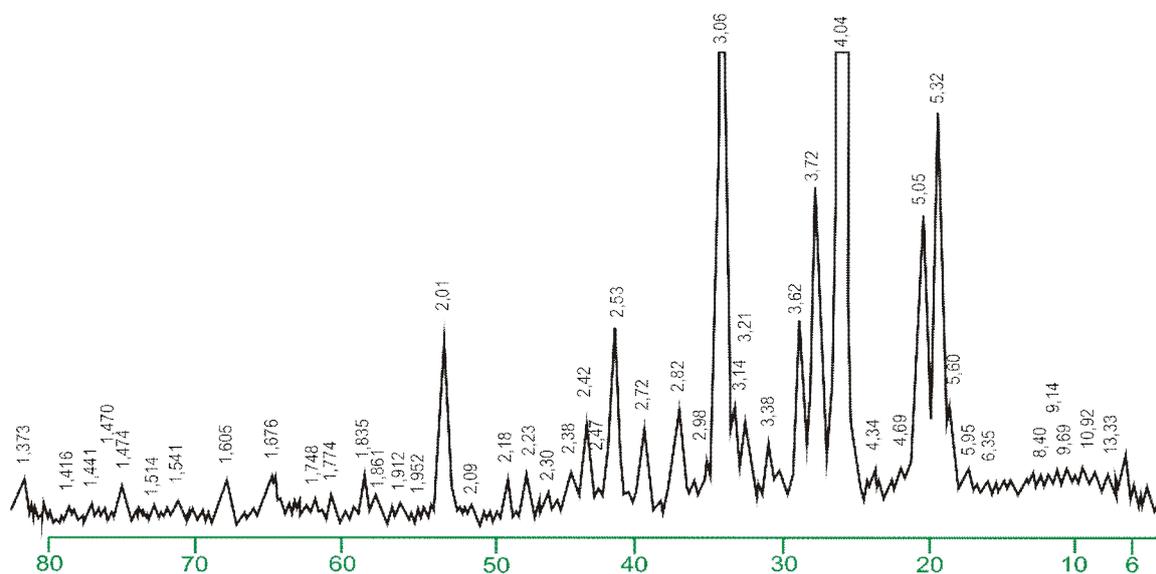


Рис. 1. Рентгенограмма карбоаммофоса на основе МАФ и карбамида при соотношении $N : P_2O_5 = 1 : 1$

На рис. 1 приведена рентгенограмма карбоаммофоса при $N : P_2O_5 = 1 : 1$, а на рис. 2 – карбоаммофоски при $N : P_2O_5 : K_2O = 1 : 1 : 1$ на основе пульпы МАФ. На рентгенограмме карбоаммофоса наблюдаются дифракционные максимумы 5,32; 3,72; 3,06; 2,01; 1,60А°, относящиеся к $NH_4H_2PO_4$, 5,60; 5,05;

3,62; 3,21; 3,06; 2,53; 2,42; 2,01А° - $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, 4,04; 2,82; 2,53А° – $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$, а также 5,60; 2,98; 2,82А° – фосфата мочевины (рис. 1). А на рис. 2 имеются пики 3,75; 3,02; 2,64; 1,98А° - $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, 5,60; 3,02А° - $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, 3,15; 2,24; 1,82А° - KCl , 3,98; 2,84; 2,53А° - $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$, а также 2,72; 1,58А° – NH_4Cl и 5,21; 3,75; 2,93; 1,98А° – $(\text{NH}_4, \text{K})\text{H}_2\text{PO}_4$, подтверждающие реакцию, протекающую между солями фосфата аммония, карбамида и хлорида калия.

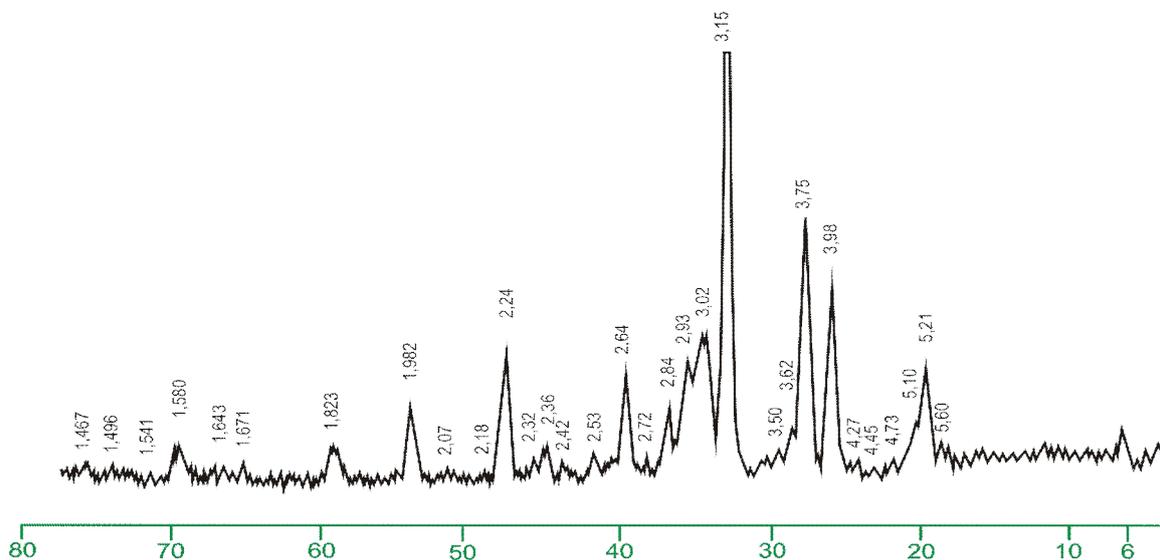


Рис. 2. Рентгенограмма карбоаммофоски на основе МАФ, карбамида и хлорида калия при массовом соотношении $\text{N} : \text{P}_2\text{O}_5 : \text{K}_2\text{O} = 1 : 1 : 1$.

Следует отметить, что некоторые полосы отдельных солей из-за близости межплоскостных расстояний накладываются друг на друга.

Таким образом, результаты показывают о возможности производства концентрированных NP - и NPK -удобрений на основе упаренной ЭФК, аммиака, карбамида и хлорида калия. АО «Аммофос-Махат» имеет всё необходимое оборудование для производства высокомарочных МАФ, ДАФ, карбоаммофоса и карбоаммофоски.

В четвертой главе «Технологические апробации технологии получения фосфатов аммония и карбамидсодержащих сложных удобрений» приведены результаты испытаний на лабораторной модельной и опытной установках СП-АО «Электрохимзавод» технологии МАФ, ДАФ, карбоаммофоса и карбоаммофоски.

Для испытаний использовалась концентрированная ЭФК, состава (вес. %): 40,2 P_2O_5 ; 0,34 CaO ; 0,70 MgO ; 0,69 Fe_2O_3 ; 1,37 Al_2O_3 ; 0,38 SO_3 , полученная методом упарки обычной ЭФК. Преимуществом применения концентрированной ЭФК является то, что не требуется упаривание аммонизированной пульпы в аппаратах с принудительной циркуляцией и позволяет получить высокомарочные фосфаты аммония. Опыты на лабораторной модельной установке показали, что состав удобрений совпадает с составами, полученными в лабораторных условиях.

Разработанные технологии NP и NPK -удобрений апробированы на одной опытной установке СП-АО «Электрохимзавод».

На основе полученных данных рассчитан материальный баланс и предложена технологическая схема производств МАФ и ДАФ, а также карбоаммофоса и карбоаммофоски с применением аммофосной пульпы (рис. 3). Производство карбоаммофоса и карбоаммофоски отличается от фосфатов аммония наличием узла приготовления NP и NPK-пульп – аппарат-смеситель (7), где осуществляется смешение фосфатно-аммиачной пульпы (pH=5,1) с раствором карбамида и КС1. Последующие стадии аналогичны.

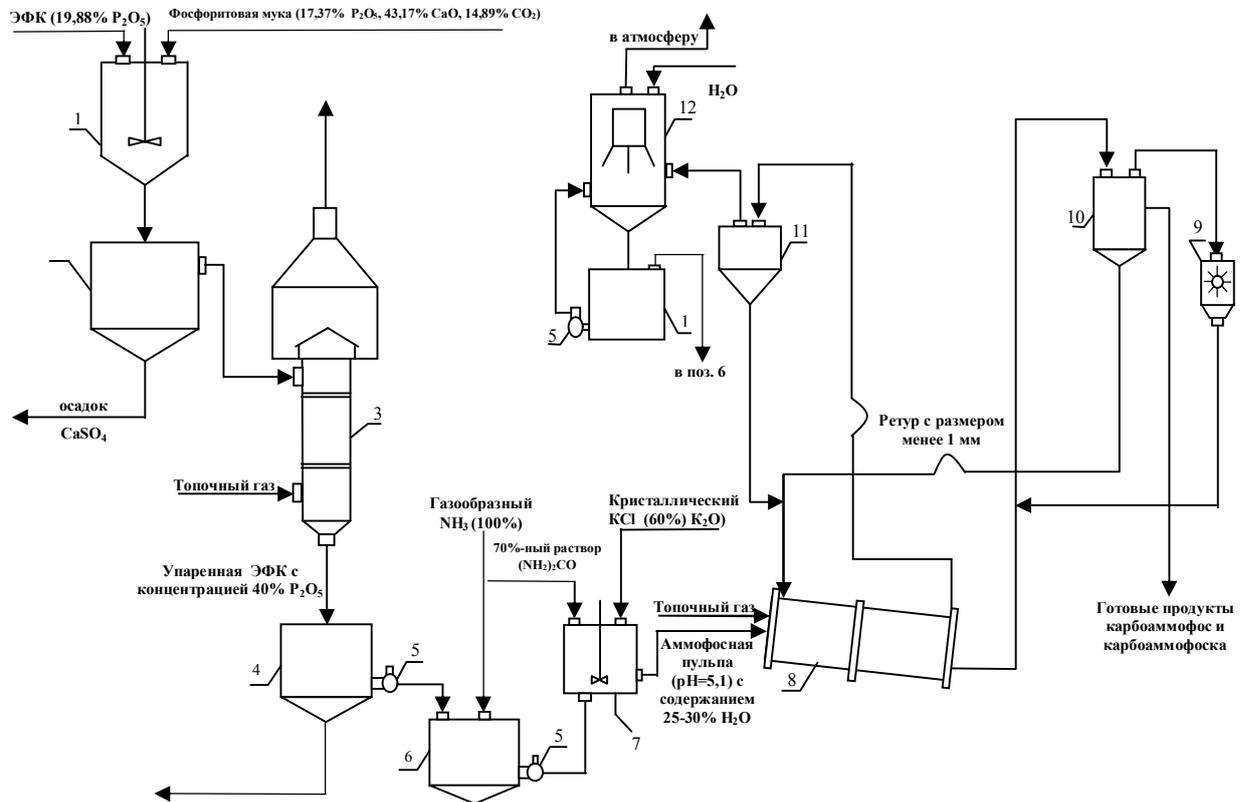


Рис. 3. Принципиальная технологическая схема карбамидсодержащих NP- и NPK-удобрений на основе упаренной ЭФК:

1 – реактор для обессульфачивания; 2 – отстойник; 3 – концентратор; 4 – отстойник; 5 – насосы; 6 – аммонизатор; 7 – смеситель; 8 – БГС (барaban гранулятор-сушилка); 9 – дробилка; 10 – классификатор; 11 – пылеуловитель; 12 – циклон; 13 – промежуточная емкость.

Грануляция и сушка аммонизированных фосфатных пульп проводится в присутствии ретур (мелкий продукт с размером частиц менее 1 мм). Высушенный продукт поступает на грохот для отсева на 3 фракции по обычной схеме. Мелочь (менее 1 мм) возвращается в шнек-смеситель как ретурный продукт, средняя фракция (-5+1 мм) товарный продукт и поступает на склад готовой продукции. Крупная фракция (более 5 мм) направляется на дробилку, и затем, обратно на рассев (рис. 3).

Составы гранулированных фосфатов аммония следующие (вес. %):

Моноаммонийфосфат марки МАФ – 52 : 12; N – 12,13; $P_2O_{5\text{общ.}}$ – 52,21; $P_2O_{5\text{усв.}}$: $P_2O_{5\text{общ.}}$ = 98; $P_2O_{5\text{водн.}}$: $P_2O_{5\text{общ.}}$ = 93; SO_3 – 0,46; CaO – 0,56; MgO – 1,21; Fe_2O_3 – 1,02; Al_2O_3 – 1,74, а прочность его гранул 3,9 МПа.

Диаммонийфосфат марки ДАФ – 48 : 18; N – 18,32; $P_2O_{5\text{общ.}}$ – 47,88; $P_2O_{5\text{усв.}}$: $P_2O_{5\text{общ.}}$ = 99; $P_2O_{5\text{водн.}}$: $P_2O_{5\text{общ.}}$ = 93; SO_3 – 0,34; CaO – 0,47; MgO –

1,08; Fe_2O_3 – 0,86; Al_2O_3 – 1,61, а прочность его гранул 3,1 МПа (норма ГОСТ не менее 3 МПа).

МАФ и ДАФ с такими показателями пользуются большим спросом и являются экспортоориентированными товарами. Они безусловно будут иметь конкурентное преимущество перед аммофосом АО «Аmmofos-Махам» марки 11 : 46, так как предлагаемый МАФ по составу и свойствам соответствует продукту высшего сорта (не менее 52% $\text{P}_2\text{O}_{5\text{усв.}}$, 48% $\text{P}_2\text{O}_{5\text{водн.}}$, $12\pm 1\%$ N), получаемого из Хибинского апатитового концентрата.

В ходе испытаний выпущены опытные партии МАФ марки N : $\text{P}_2\text{O}_5 = 52 : 12$ и ДАФ марки 48 : 18 в количествах 1500 и 1000 кг соответственно.

С целью получения карбоаммофоса (N : $\text{P}_2\text{O}_5 = 1 : 0,7$) и карбоаммофоски (N : $\text{P}_2\text{O}_5 : \text{K}_2\text{O} = 1 : 0,7 : 0,5$) к аммофосной пульпе (pH=5,1) добавляли 70%-ный раствор карбамида и хлорид калия. Выбор данных соотношений вызван тем, что агрохимиками установлены оптимальные нормы внесения минеральных удобрений в количестве 200 кг азота, 140 кг фосфора и 100 кг калия на гектар, в результате которых обеспечивается гарантированный урожай хлопка-сырца – 30-35 ц/га.

Состав NP- и NPK-удобрений выглядит следующим образом (вес. %):

Карбоаммофос: N – 31,42; $\text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}}$ – 21,96; сумма компонентов (N + $\text{P}_2\text{O}_5 = 53,34\%$); $\text{P}_2\text{O}_{5\text{усв.}} : \text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}} = 96$; $\text{P}_2\text{O}_{5\text{водн.}} : \text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}} = 90$, прочность его гранул 3,1 МПа (норма ГОСТ не менее 3 МПа).

Карбоаммофоска: N – 23,18; $\text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}}$ – 16,11; K_2O – 11,43; сумма питательных компонентов (N + $\text{P}_2\text{O}_5 + \text{K}_2\text{O} = 50,7\%$); $\text{P}_2\text{O}_{5\text{усв.}} : \text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}} = 96$; $\text{P}_2\text{O}_{5\text{водн.}} : \text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}} = 93$, а прочность её гранул 4,0 МПа.

В ходе испытаний выпущены опытные партии карбоаммофоса и карбоаммофоски в количестве 1,5 тонны для каждого вида продукта. Гигроскопическая точка карбоаммофоса – 54,2%, а карбоаммофоски – 44,8%. Поэтому их следует хранить и перевозить в затаренном виде.

Проведенные исследования показывают, что за счёт снижения теплоэнергетических затрат на стадиях выпарки разбавленной аммонизированной пульпы (60-65% H_2O), сушки и грануляции в аппарате БГС, а также увеличения его производительности себестоимость МАФ - 12 : 52 и ДАФ – 18 : 48 по сравнению со себестоимостью аммофоса марки 11 : 46 производства АО «Аmmofos-Махам» снижается на 15%.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

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

1. Проанализированы товарные характеристики фосфорсодержащих удобрений производства АО «Аmmofos-Махам» (аммофос; супрефос-NS; аммоний сульфатфосфат; PS-Агро, обогащенный суперфосфат и кормовые фосфаты аммония). Обзор указывает на то, что слабую Кызылкумскую ЭФК (менее 20% P_2O_5 и не более 0,5% MgO) можно концентрировать до 55% P_2O_5

и получить концентрированные марки МАФ и ДАФ, карбоаммофоса и карбоаммофоски, по качеству соответствующих мировому стандарту.

2. Изучен процесс упарки исходной Кызылкумской ЭФК. Осветление упаренной ЭФК осуществлено методом отстаивания. Химическим и рентгенофазовым методами подтверждено, что состав твердых осадков состоит из CaSO_4 , K_2SiF_6 , KNaSiF_6 , MgF_2 , CaHPO_4 , а также фосфатов Fe и Al. Они служат фосфорным компонентом аммофоса либо других видов удобрений.

3. Изучено влияние H_2SO_4 на процесс упарки Кызылкумской ЭФК. Делается вывод о том, что чем больше количества H_2SO_4 в исходной ЭФК, тем подвижнее становится упаренная кислота. Её можно перерабатывать в жидкие и твердые сложные удобрения, содержащие серу в водорастворимой форме. Вязкость, давление насыщенных паров и температура кипения образцов упаренных ЭФК свидетельствует об их малой летучести.

4. Аммонизация упаренной ЭФК аммиаком легла в основу получения МАФ и ДАФ, соответственно. При этом выявлено, что из-за высокого содержания $\text{H}_2\text{SO}_{4\text{своб.}}$ в фосфорной кислоте при аммонизации содержание азота возрастает за счёт образования $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, снижая общее содержание P_2O_5 . Поэтому произведено обесульфачивание исходной ЭФК помощью карбонатной фосмуки при оптимальной её норме – 100. При упарке обесульфаченной ЭФК найдена оптимальная концентрация – 40-42% P_2O_5 , при ней получают жидкотекучие пульпы фосфатов аммония с содержанием не менее 25-30% H_2O и вполне пригодные для гранулирования и сушки в аппарате БГС.

5. Для МАФ оптимальным значением pH фосфатной пульпы является 5,1, а для ДАФ – 7,5. Продукты с востребованными показателями пользуются большим спросом. МАФ состоит из $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ с некоторым количеством $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$. ДАФ содержит $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ и частично $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$.

6. Получены образцы уравновешенных марок карбоаммофоса и карбоаммофоски с добавкой в пульпу МАФ раствора карбамида и порошковидного КС1. На рентгенограмме карбоаммофоса наблюдались дифракционные полосы $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$, а также фосфата мочевины. А на рентгенограмме карбоаммофоски кроме них обнаруживается полосы КС1, а также $(\text{NH}_4, \text{K})\text{H}_2\text{PO}_4$.

7. За счёт снижения теплоэнергетических затрат на стадии выпарки разбавленной аммонизированной пульпы (60-65% H_2O), сушки и грануляции в аппарате БГС, а также увеличение его производительности себестоимость МАФ - 12 : 52 и ДАФ – 18 : 48 по сравнению со себестоимостью аммофос марки 11 : 46 производства АО «Амтофос-Махат» снижается на 15%. Кроме того разработанные марки фосфатов аммония и карбамидсодержащих сложных удобрений предложены в качестве водорастворимых туков для внекорневой подкормки, особенно в условиях капельного орошения.

**SCIENTIFIC COUNCIL AWARDING SCIENTIFIC DEGREES
DSc.27.06.2017.K/T.35.01 AT INSTITUTE OF
GENERAL AND INORGANIC CHEMISTRY AND TASHKENT
CHEMICAL-TECHNOLOGICAL INSTITUTE**

INSTITUTE OF GENERAL AND INORGANIC CHEMISTRY

TURDIALIYEVA SHAXZODA ISMATULAYEVNA

**TECHNOLOGY FOR OBTAINING CONCENTRATED PHOSPHORUS-
CONTAINING FERTILIZERS BASED ON EXTRACTION-PHOSPHORIC
ACID FROM CENTRAL KYZYLKUM PHOSPHORITES**

02.00.13 – Technology of inorganic substances and materials on their basis

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

Tashkent – 2019

The theme of dissertation doctor of philosophy (PhD) was registered at the Supreme Attestation Commission at the Cabinet of Ministers of the Republic of Uzbekistan under number B2018.2.PhD/T641.

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:	Namazov Shafolat Sattarovish doctor of technical science, professor, academician
Official opponents:	Shamshidinov Israiljon Turgunovich doctor of technical sciences, professor Kucharov Baxrom Xayriyevich candidate of the technical sciences
Leading organization:	Navoiy State mining institute

The defense will take place "30" July 2019 at 10⁰⁰ o'clock at the meeting of scientific council No. DSc.27.06.2017.K/T.35.01 at General and Inorganic Chemistry, Tashkent Chemical Technological Institute, (Address: 100170, Tashkent city, Mirzo Ulug'bek district, Mirzo Ulug'bek street, 77-a. Tel.: (+99871) 262-56-60, fax: (+99871) 262-79-90, e-mail: ionxanruz@mail.ru).

The dissertation can be reviewed at the Information Resource Centre of the General and Inorganic Chemistry, (is registered under №31). 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 "16" July 2019 y.

(mailing report № 11 from "16" July 2019 y.).



B.S.Zakirov

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

D.S.Salikhanova

Scientific secretary of the scientific council
awarding scientific degrees, doctor of technical sciences

S.A.Abdurakhimov

Chairman of scientific seminar at scientific council on
awarding of scientific degrees, doctor of technical sciences, professor

INTRODUCTION (abstract of PhD thesis)

The aim of the research is to develop the technology for producing concentrated phosphorus containing fertilizers based on evaporated wet process phosphoric acid (WPA) from the Kyzylkum phosphate concentrate.

The object of the research is WPA, evaporated phosphoric acid, precipitation, H_2SO_4 , phosphate powder, MAP, DAP, urea, carboammophos, potassium chloride, carboammophosphopotassium.

The scientific novelty of the dissertation research is as follows:

it was proved the possibility of evaporation of Kyzylkum weak WPA up to a concentration of 55% P_2O_5 with intermediate clarification and the return of solid suspensions for ammophos production;

it was found that the presence of free H_2SO_4 has a positive effect on the viscosity of evaporated WPA and allows to obtain fertilizers containing sulfur in water-soluble form merely;

it was justified the conditions for sulfur free, clarification and evaporation of WPA with the aim of obtaining high-quality phosphorus-containing fertilizers from purified, concentrated phosphoric acid;

it was established that ammonization of sulfur free and evaporated WPA formed the basis for the preparation of MAP and DAP grades to be 12: 52 and 18: 48 respectively corresponding to world standards in quality;

it was revealed the optimal mode of processing phosphate-ammonia slurry into carboammophos and carboammophosphopotassium using a solution of urea and crystalline potassium chloride;

It was developed that technologies to produce high-quality as ammonium phosphates and complex urea-containing fertilizers by treating evaporated EPA.

Implementation of research results. Based on the obtained scientific results on the development of the technology of concentrated phosphorus-containing fertilizers on the basis of evaporated WPA from washed and calcined concentrate (WCC-26) of Kyzylkum phosphorites are as follows:

the technology of obtaining the MAP and DAP of the brands N: P_2O_5 = 12: 52 and 18: 48 on the basis of evaporated WPA from the phosphorites of the Central Kyzylkum was implemented into practice at the JSC Elektrokhimzavod (reference JSC Uzkimyosanoat No. 01 / 3-3454 dated June 13, 2019). As a result, possibility is appeared to expand the range of export-oriented products, the quality of which corresponds to the world standard and the most effective for drip irrigation;

the technology of obtaining carboammophos and carboammophosphopotassium based on ammophos pulp, urea solution and potassium chloride was introduced into practice at the JSC Elektrokhimzavod (reference JSC Uzkimyosanoat No. 01 / 3-3454 dated June 13, 2019). As a result, agriculture is provided with highly concentrated compound fertilizers balanced by nutritional components.

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

ЭЪЛОН ҚИЛИНГАН ИШЛАР РЎЙХАТИ
СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ
LIST OF PUBLISHED WORKS

I бўлим (I часть; part I)

1. Алимов У.К., Турдиалиева Ш.И. Состав и реологические свойства упаренных экстракционных фосфорных кислот из фосфоритов Центральных Кызылкумов. // Узбекский химический журнал. - Ташкент, 2011. - Специальный выпуск. - С.160-164. (02.00.00, №6)

2. Турдиалиева Ш.И., Алимов У.К., Намазов Ш.С. Влияние серной кислоты на реологические свойства экстракционной фосфорной кислоты из фосфоритов Центральных Кызылкумов. // Химическая технология. Контроль и управления. - Ташкент, 2012. - №2(44). - С.12-18. (02.00.00, №10)

3. Турдиалиева Ш.И., Алимов У.К., Намазов Ш.С. Концентрированные азотнофосфорные удобрения из фосфоритов Центральных Кызылкумов. // Узбекский химический журнал. - Ташкент, 2012. - №6. - С.34-38. (02.00.00, №6)

4. Турдиалиева Ш.И., Алимов У.К., Намазов Ш.С. Сложные азотнофосфорные удобрения из упаренной экстракционной фосфорной кислоты фосфоритов Центральных Кызылкумов. // Химическая технология. Контроль и управления. - Ташкент, 2013. - №1(49) - С.22-28. (02.00.00, №10)

5. Турдиалиева Ш.И., Алимов У.К., Намазов Ш.С. Физико-химические свойства упаренных экстракционных фосфорных кислот при различном количестве добавленной серной кислоты // Горный вестник. - Навои, 2013. - №1(52). - С.70-74. (05.00.00, №7)

6. Турдиалиева Ш.И., Алимов У.К., Намазов Ш.С. Концентрирование кызылкумской экстракционной фосфорной кислоты и её реологические свойства. // Химия и химическая технология. - Ташкент, 2013. - №1(39). - С.6-9. (02.00.00, №3)

7. Турдиалиева Ш.И., Алимов У.К., Намазов Ш.С., Сейтназаров А.Р. Концентрирование слабой экстракционной фосфорной кислоты и её физико-химические свойства. // Химическая промышленность. - Санкт-Петербург, 2018. - №4. - С.171-179. (02.00.00, №21)

8. Turdialieva Shahzoda, Alimov Umarbek Kadyrbergenovich, Namazov Shafoat Sattarovich, Seytnazarov Atanazar Reypnazarovich, Beglov Boris Mikhaylovich. Concentrated NP- and NPK-fertilizers based on Kyzylkum evaporated phosphoric acid, carbamide and kalium chloride. // Chemical Science International Journal. - USA, 2019. - N26 (2). - pp.1-8. (02.00.00, №2)

II бўлим (II часть; part II)

9. Turdialieva Shahzoda Ismatulleвна, Alimov Umarbek Kadirbergenovich, Namazov Shafoat Sattarovich. Mono- and diamonium phosphates on the basis of extraction phosphoric acid from phosphorites of Central

Kyzlkum. // International Journal of Recent Advancement in Engineering & Research.- India, 2018. - Volume 04, Issue 03; - pp.30-39. [ISSN: 2456-401X, Global Impact Factor: 0.864/1.0].

10. Турдалиева Ш.И., Намазов Ш.С., Сейтназаров А.Р. Получение моно- и диаммонийфосфатов высокого качества из фосфоритов Центральных Кызылкумов. // Материалы Республиканской научно-технической конференции «Современные технологии и инновации горно-металлургической отрасли». - Навои, 14-15 июня 2012 года. - С.358-359.

11. Турдалиева Ш.И. Физико-химические свойства упаренных экстракционных фосфорных кислот // «Научный прогресс и инновационное развитие экономики» Материалы Республиканской научно-технической конференции молодых учёных. - Ташкент, 5 декабря 2012 года. - С.179-181.

12. Турдалиева Ш.И., Алимов У.К., Сейтназаров А.Р., Намазов Ш.С. Диаммонийфосфат на основе упаренной экстракционной фосфорной кислоты из фосфоритов Центральных Кызылкумов. // VI Международной научно-технической конференции «Современные техника и технология горно-металлургической отрасли и пути их развития» - Навои, 14-16 мая 2013 года. - С.154-155.

13. Турдалиева Ш.И., Алимов У.К., Намазов Ш.С. Изучение влияния серной кислоты на физико-химические свойства упаренных экстракционных фосфорных кислот. // Сборник материалов Республиканской научно-технической конференции «Состояние и перспективы инновационных разработок в области технологии неорганических веществ и химизации сельскохозяйственного производства» - Ташкент, 16-17 мая 2013 года. - С.118-120.

14. Turdialieva Sh.I., Alimov U.K., Namazov Sh.S. Study of the physico-chemical properties of desulfurated phosphoric acid from phosphorites of Central Kyzlkum. // XLIII international scientific and practical conference «International scientific review of the problems and prospects of modern science and education». - Boston, USA, 25-26 March 2018 year. - pp.14-16.

15. Турдалиева Ш.И., Реймов А.М., Умарова З.Ф. Обессульфачивание экстракционной фосфорной кислоты из фосфоритов Центральных Кызылкумов. // Сборник Международной научно-технической конференции «Современное состояние и перспективы развития производства фосфорсодержащих удобрений на основе фосфоритов Центральных Кызылкумов и Каратау». - Ташкент, 25-26 октябрь 2018 года. - С.63-64.

16. Турдалиева Ш.И., Алимов У.К., Намазов Ш.С. Тройные NPK-удобрения на основе фосфорной кислоты экстракционной фосфорной кислоты из кызылкумских фосфоритов. // Материалы Республиканской научно-технической конференции «Современные проблемы и перспективы химии и химико-металлургического производства». - Навои, 22 ноября 2018 года. - С.64-66.

17. Turdialieva Sh.I. Balanced NP-fertilizers basing on ammonization of evaporated phosphoric acid with urea additive. // VIII International correspondence

scientific specialized conference «International scientific review of the problems of natural sciences and medicine». - Boston, USA, 3-4 december 2018 year. - pp.13-16.

Автореферат «Кимё ва кимёвий технологияси» журнали таҳририятида
таҳрир қилинди.

Бичими 60x84¹/₁₆. Рақамли босма усули. Times гарнитураси.
Шартли босма табағи: 3. Адади 100. Буюртма № 85.

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