

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

ТОШКЕНТ КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ

ЭШМЕТОВА ДИЛАФРУЗ ЗУХРИДДИНОВНА

**КАЛИЙЛИ МИНЕРАЛЛАР АСОСИДА КАЛИЙ СУЛЬФАТ ОЛИШ
ТЕХНОЛОГИЯСИНИ ТАКОМИЛЛАШТИРИШ**

02.00.13 – Ноорганик моддалар ва улар асосидаги материаллар технологияси

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

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

Эшметова Дилафруз Зухриддиновна Калийли минераллар асосида калий сульфат олиш технологиясини такомиллаштириш.....	3
Эшметова Дилафруз Зухриддиновна Совершенствование технологии получения сульфата калия на основе калийных минералов.....	21
Eshmetova Dilafruz Zukhriddinovna Improving the technology of obtaining potassium sulfate based on potassium minerals.....	39
Эълон қилинган ишлар рўйхати Список опубликованных работ List of published works	43

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

ТОШКЕНТ КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ

ЭШМЕТОВА ДИЛАФРУЗ ЗУХРИДДИНОВНА

**КАЛИЙЛИ МИНЕРАЛЛАР АСОСИДА КАЛИЙ СУЛЬФАТ ОЛИШ
ТЕХНОЛОГИЯСИНИ ТАКОМИЛЛАШТИРИШ**

02.00.13 – Ноорганик моддалар ва улар асосидаги материаллар технологияси

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

Фалсафа доктори (PhD) диссертацияси мавзуси Ўзбекистон Республикаси Олий таълим, фан ва инновациялар вазирлиги ҳузуридаги Олий аттестация комиссиясида В2020.2.PhD/T1721 рақам билан рўйхатга олинган.

Докторлик диссертацияси Тошкент кимё-технология институтида бажарилган.
Диссертация автореферати уч тилда (ўзбек, рус, инглиз (резюме)) Илмий кенгаш веб-саҳифасида (www.karsu.uz) ва «ZiyoNet» ахборот-таълим порталида (www.ziyo.net) жойлаштирилган.

Илмий раҳбар: **Джандуллаева Мунаввара Сапарбаевна**
Техника фанлари бўйича фалсафа доктори (PhD),
доцент

Расмий опонентлар: **Нурмуродов Тўлқин Исамуродович**
техника фанлари доктори, доцент

Каипбергенев Атабек Тулепбергеневич
техника фанлари доктори, профессор

Етакчи ташкилот **Наманган муҳандислик технологиялар институти**

Диссертация химояси Қорақалпоқ давлат университети ҳузуридаги PhD.03/30.30.12.2019.Т.20.03 рақамли Илмий кенгашнинг « 03 » октябр 2023 йил соат 10⁰⁰ - даги мажлисида бўлиб ўтади (Манзил: 230112, Нукус шаҳри, Ч.Абдиров кўчаси, 1. Тел.: (99861) 223-60-47; факс: (99861) 223-60-78; e-mail: karsu_info@edu.uz).

Диссертация билан Қорақалпоқ давлат университетининг Ахборот-ресурс марказида танишиш мумкин (№154 рақами билан рўйхатга олинган). Манзил: 230112, Нукус шаҳри, Ч.Абдиров кўчаси, 1. Тел.: (+99861) 223-60-47, факс (+99861) 223-60-78.

Диссертация автореферати 2023 йил « 12 » сентябр куни тарқатилди.
(2023 йил « 12 » сентябрдаги 1 - рақамли реестр баённомаси).

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

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

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

КИРИШ (фалсафа доктори (PhD) диссертацияси аннотацияси)

Диссертация мавзусининг долзарблиги ва зарурати. Жаҳон илмий-техникавий тараққиёти кўп жиҳатдан кимё саноатига боғлиқ бўлиб, унинг ривожланиши мамлакат иқтисодиётини ривожлантириш мезонини баҳолаш бўлиб хизмат қилади. Бугунги кунга келиб, қишлоқ хўжалиги энг муҳим маҳсулотларидан бири - калий, айниқса, хлорсиз калийли ўғитлар тоифасига кирувчи калий сульфатни кескин етишмовчилиги мавжуд. Уни серажирик-орик ва торфли тупроқларда қўллаш яхшидир. Одатда у қанд лавлаги, кунгабоқар, мевали дарахтлар, илдизли экинлар, сабзавот каби экинлар учун ишлатилади, улар кўп калий ва натрийни истеъмол қиладилар. Экин тури, етиштириш технологияси ва тупроқдаги калий миқдорига қараб, калий бўз ва қизғиш (каштанли) тупроқларда қўллаш имконини беради. Шу сабабли калий сульфатни азотли ва фосфорли ўғитлар билан биргаликда қўлланилганда ҳосилдорликнинг юқори самарадорлиги ва маҳсулот сифатига эришиш, калий сульфатни кислотали тупроқларда ишлатишда оҳак билан бирга фойдаланиш муҳим аҳамиятга эга.

Бугунги кунда дунёнинг етакчи илмий марказлари томонидан калийдан фойдаланиш орқали қишлоқ хўжалиги маҳсулотларида шакар ва витаминлар миқдорини кўпайтириш ва кузги вақтда қўлланганда мева-резаворлар ва манзарали дарахтлар ва бутали ўсимликларнинг қишга чидамлилигини ошириш бўйича илмий изланишлар олиб борилмоқда. Бу борада калий сульфат асосан калий хлориднинг юқори ҳароратда сульфат кислота билан парчаланиши натижасида ҳосил бўлишига ва барча турдаги тупроқларга, барча экинлар, шунингдек, уй шароитидаги гулчилик учун қолаверса барча ҳолларда баҳорда ёки кузда ҳам тупроқларни қайта ишлаш ва вегетация даврида қўлланишига алоҳида эътибор қаратилмоқда.

Республикамизда сўнги йилларда калий сульфат ишлаб чиқаришнинг энергия тежовчи замонавий технологиясини яратиш ва жорий этиш бўйича илғор илмий асосланган чора тadbирларни жорий қилиб, қатор илмий-амалий натижаларга эришилмоқда. Ўзбекистон Республикаси Президентининг Фармонининг¹ 2022 - 2026-йилларга мўлжалланган янги Ўзбекистоннинг тараққиёт стратегиясининг учинчи йўналишида «... ялпи ички маҳсулотда саноат улушини оширишга қаратилган саноат сиёсатини давом эттириб, саноат маҳсулотларини ишлаб чиқариш ҳажмини 1,4 бараварга ошириш...» каби муҳим вазифалар белгиланган. Ушбу вазифалардан келиб чиққан ҳолда, H_2SO_4 , диэтиламин (ДЭА) ва сувдан ташкил топган назарий ва амалий тизимларни тадқиқ қилиш, Тюбегатан сильвинит конидан олинган KCl ни H_2SO_4 билан ДЭА иштирокида конверсия қилиш орқали паст ҳароратли K_2SO_4 синтезининг мақбул шароитларни аниқлаш; KCl эритмасини конверсиясидаги сульфат кислотали айланма суюқликдан ДЭА ни қайта тиклашнинг мақбул технологик катталикларини аниқлаш бўйича илмий-

¹ O'zbekiston Respublikasi Prezidentining 2022-yil 28-yanvardagi PF-60 son «2022-2026-yillarda Yangi O'zbekistomni taraqqiyot strategiyasi to'g'risida»gi Farmoni

техникавий ечимларни асослаш, калий сульфатини ишлаб чиқаришга асосланган самарали ресурс- ва энергия тежовчи технологияларни яратиш муҳим аҳамиятан касб этади.

Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2022-йил 28-январдаги “Янги Ўзбекистонни 2022-2026-йилларда ривожлантириш стратегияси тўғрисида”ги ПФ-60, 2019-йил 23-октябрдаги “2020-2030-йилларда Ўзбекистон Республикаси қишлоқ хўжалигини ривожлантириш стратегиясини тасдиқлаш тўғрисида”ги ПФ-5853-сонли фармонлари ва Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2018-йил 25-октябрдаги “Қишлоқ хўжалигини ривожлантиришни жадаллаштириш чора-тадбирлари тўғрисида”ги ПҚ-3983-сон, 2019-йил 3-апрелдаги “Кимё саноатини янада ислоҳ қилиш ва инвестицион жозибадорлигини ошириш чора-тадбирлари тўғрисида”ги ПҚ-4265-сон, 2021-йил 13-февралдаги “Кимё саноати корхоналарини янада ислоҳ қилиш ва молиявий соғломлаштириш, юқори кўшимча қийматга эга бўлган кимё маҳсулотларини ишлаб чиқаришни ривожлантириш чора-тадбирлари тўғрисида”ги ПҚ-4992-сон, 2022-йил 10-октябрдаги “Кимё ва газ-кимё саноатини стратегик ривожлантиришнинг мақсадли дастурини тасдиқлаш тўғрисида”ги ПҚ-388-сон Қарорлари, шунингдек мазкур фаолиятга тегишли меъёрий-ҳуқуқий ҳужжатларда белгиланган вазифаларни бажаришга ушбу диссертация тадқиқоти муайян даражада хизмат қилади.

Тадқиқотнинг Республика илм-фан ва технологиялари ривожланишининг устувор йўналишларига мослиги. Мазкур тадқиқот Республика фан ва технологиялар ривожланишининг VII. «Кимёвий технологиялар ва нанотехнологиялар» устувор йўналишига мувофиқ бажарилган.

Муаммонинг ўрганилганлик даражаси. Жаҳон илмий манбаларида калий сульфатни олиниши ва халқ хўжалигининг турли тармоқларида қўлланилиши бўйича Гарй Д, Франк Х, Пҳинней Р, Сабиров Р.Х., Савватин Ю.Н., Чернов В.С., Гержберг Ю.И., Филиппов А.П., Вилянский М.П., Литвин А.Я., Чикин М.М., Гебелев Е.И., Пономарев Л.И., Сафрыгин Ю.С., Осипова Г.В., Бушка Ю.В., Тимофеев В.И., Терентьева Г.И., Выборнова Г.Ю., Рутковская Т.И., Ицхак Э, Ш Ламперт, Курт Х, Г Пеусчел, В Тяньжун, Сяо Л, Т Чэнтао, Ляо Цюши, З Ян, Се Чао, Чжэн Сяньфу, Гао В, Фэн В, Тан Ц, Ся Ши, Луо Вен, Ян Санмей, Ян Цзяньюань, Вэй С, Ли Лянлинь, Чжан К, Ван Хун, Гао Я, Сүй М ва бошқа олимлар ушбу йўналишда илмий тадқиқотлар билан шуғулланишган.

Ўзбекистонда ноорганик моддалар ва минерал ўғитлар соҳасида Академик М.Н.Набиев бошчилигидаги илмий мактаб яратилган бўлиб, уларнинг вакилларида Ш.С.Намозов, С.Тўхтаев, Б.С.Закиров, Б.М.Беглов, А.У.Эркаев, Х.Ч.Мирзакулов, З.К.Тоиров, Б.Х.Кучаров, А.Р.Сейтназаров ва бошқалар унинг ривожланиши учун ўз хиссаларини қўшганлар. Республикамиз олимлари томонидан турли органик ва ноорганик моддалар

асосида калий сульфат олиш технологиясини назарий асослари бўйича бир қанча илмий тадқиқотлар олиб борилган.

Мазкур диссертатция ишида Тюбегатан сильвинит конидан олинган калий хлориддан сульфат кислота билан диэтиламин иштирокида калий сульфат олиш имконияти кўрсатиб берилган.

Диссертация тадқиқотининг диссертация бажарилаётган олий таълим муассасасининг илмий-тадқиқот ишлари билан боғлиқлиги. Диссертация тадқиқоти Тошкент кимё-технология институтининг илмий-тадқиқот ишлари режасига мувофиқ ИЗ-2020002234 “Қишлоқ хўжалиги экинларини ўстириш учун таркибида хлорсиз калийли ўғитларни узлуксиз ишлаб чиқариш технологиясини яратиш” мавзусидаги инновацион лойиҳа доирасида бажарилган.

Тадқиқотнинг мақсади Тюбегатан сильвинит конидан олинган калий хлоридни сульфат кислота билан диэтиламин (ДЭА) иштирокида конверсия қилиш орқали калий сульфат олишнинг назарий асослари ва технологиясини ишлаб чиқишдан иборат.

Тадқиқотни вазифалари:

$(Et_2NH_2)_2SO_4$ ҳосил бўлишининг оптимал шароитларини аниқлаш орқали тизимнинг ўзаро таъсирини тадқиқ этиш;

Тюбегатан сильвинит конидан олинган калий хлоридни сульфат кислота билан диэтиламин (ДЭА) иштирокида конверсия қилиш орқали калий сульфат олиш жараёни ва технологик катталикларнинг таъсирини аниқлаш;

реакцион суспензияларни тиндириш ва филтрлаш босқичини ўрганиш;

таклиф этилаётган технология бўйича калий сульфат ишлаб чиқариш жараёнида ҳосил бўлган айланма филтратлардан диэтиламинни буғлатиш ва дистиллаш жараёнини ўрганиш;

яқуний ва оралиқ босқичларда ҳосил бўлган эритмалар ва суспензияларнинг реологик хусусиятларини ўрганиш;

замонавий физик-кимёвий таҳлил усулларида фойдаланган ҳолда суюқ ва қаттиқ фазаларнинг кимёвий ва минералогик таркибини аниқлаш;

калий сульфат олиш жараёнининг технологик катталикларини ишлаб чиқиш ва унинг товар хоссаларини аниқлаш;

калий сульфат ишлаб чиқаришнинг технологик схемасини ишлаб чиқиш ва моддий балансини тузиш;

“Электрокимё завод” АЖ ҚК тажриба заводида ДЭА иштирокида Тюбегатан сильвинит конидан олинган калий хлорид ва сульфат кислотадан калий сульфат олиш технологиясини синовдан ўтказиш;

ишлаб чиқилган технология бўйича калий сульфат ишлаб чиқаришни ташкил этишнинг мақсадга мувофиқлигининг техник-иқтисодий ҳисобларини аниқлаш.

Тадқиқотнинг объекти сифатида Тюбегатан сильвинити конидан олинган калий хлорид, диэтиламин, калий сульфат, сульфат кислота,

диэтиламин гидрохлорид, диэтиламин гидросульфатлар олинган.

Тадқиқотнинг предмети Калий сульфат олишда конверсия, фильтрация, буғлатиш ва дистилляция жараёнларини ўрганиш, лаборатория модель қурилмасида синовларни бажариш йўли билан хом ашёнинг мақбул таркиблари ва технологик режимларини аниқлашдан иборат.

Тадқиқотнинг усуллари. Диссертация ишида кимёвий, термогравиметрик, рентген фазали, ИҚ-спектроскопик, растр (сканерловчи) электрон микроскопик - СЕМ, хроматографик, микрозондли ва агрокимёвий тадқиқот усулларидадан фойдаланилган.

Тадқиқотнинг илмий янгилиги қуйидагилардан иборат:

илк бор технологик катталикларни кенг диапазонларда ўзгартириш орқали ДЭА- H_2SO_4 - H_2O системанинг олинган экспериментал қийматларини таҳлил қилиш асосида $(Et_2NH_2)_2SO_4$ ни ҳосил бўлишининг мақбул шароитлари ва уларнинг физик-кимёвий хоссалари аниқланган;

биринчи марта калий сульфатни конверсиялаш, филтрлаш, буғлантириш, ДЭАни қайта тиклаш ва тайёр маҳсулотни қуритиш жараёнларида технологик омилларнинг ўзаро боғлиқлиги аниқланган;

калий хлоридни ДЭА иштирокида сульфат кислотали конверсиясида ҳосил бўлган айланма эритмаларни буғлатиш жараёнлари ва айланма эритмалардан ДЭА ни оҳак сути иштирокида ҳайдашнинг мақбул шароитлари аниқланган;

қаттиқ фазанинг минералогик таркиби ўрганилган ва оралиқ бўтқалар, ҳамда эритмаларнинг реологик хоссаларини технологик кўрсаткичларга боғлиқлиги асосланган;

калий сульфатнинг физик-кимёвий ва товар хоссалари аниқланган ва калий хлоридни ДЭА иштирокида сульфат кислотали конверсиядан калий сульфат олишнинг такомиллаштирилган технологик схемаси ишлаб чиқилган;

конверсия кинетикаси ва жараёнга таъсир этувчи асосий омиллар аниқланган;

системага сульфат кислота ёки ДЭА нинг киритилиши туфайли реакциянинг тезлашишини тушунтирувчи кимёвий жараёнлар асосланган.

Тадқиқотнинг амалий натижалари қуйидагилардан иборат:

паст ҳароратли шароитда ДЭА иштирокида Тюбегатан сильвинит конининг KCl дан H_2SO_4 орқали K_2SO_4 олишнинг технологик схемаси ишлаб чиқилган ва моддий баланс ҳисоблаб топилган;

калий сульфат олишнинг техник-иқтисодий ҳисоб-китоблар қилинган ва ишлаб чиқариш технологияси ишлаб чиқилган;

таклиф этилаётган принципиал схема “Электрокимёзавад” АЖ ҚҚда тажриба-синов маҳсулот партиясини чиқариш орқали тажриба синовларидан ўтказилган;

сульфат кислота жараёнлари билан боғлиқ бўлган ҳоллар учун ДЭА регенерацияси усули ишлаб чиқилган.

Тадқиқот натижаларининг ишончлилиги. Кимёвий ва физик-кимёвий (термогравиметрик, электрон микроскопик - СЕМ, рентген фаза, ИҚ-спектроскопик, хроматографик) таҳлил усуллари натижалари орқали исботланган ҳамда йириклаштирилган тажриба синовларини далолатномалари билан тасдиқланган.

Тадқиқот натижаларининг илмий ва амалий аҳамияти. Тадқиқот натижаларининг илмий аҳамияти, Тюбегатан сильвинит конидан олинган КСl дан H_2SO_4 ва ДЭА орқали K_2SO_4 олиш жараёнларини технологик катталикларга боғлиқлигини аниқлаганлиги ҳамда тизимли кимёвий, физик-кимёвий ва технологик тадқиқотлар ўтказилганлиги билан изоҳланади.

Тадқиқот натижаларининг амалий аҳамияти Тюбегатан сильвинит конидан олинган КСl, H_2SO_4 ва ДЭА дан K_2SO_4 олишнинг арзон технологиясини ишлаб чиқиш билан тавсифланади. Ўзимизда калий сульфат ишлаб чиқаришни ташкил этиш калийли ўғитлар импортдан воз кечиш имконини беради ва мамлакатимизда экспорт имкониятлари пайдо бўлишига хизмат қилади.

Тадқиқот натижаларининг жорий қилиниши. Калийли минераллар асосида калий сульфат олиш технологиясини такомиллаштириш бўйича олинган натижалар асосида:

тюбегатан сильвинит конидан олинган КСl асосида амин усулида калий сульфат олиш технологияси «Электрокимёзавод» АЖ ҚҚнинг 2022-2024 йиллар истиқболли ишланмалари рўйхатига киритилган («Электрокимёзавод» АЖ ҚҚнинг 2022 йил 14 апрелдаги 18-сон маълумотномаси). Натижада, калий сульфатни паст ҳароратларда, арзонлаштирилган нархда олиш имкониятини берган;

калий сульфат олиш технологияси «Электрокимёзавод» ҚҚ АЖда амалиётга жорий қилинган («Электрокимёзавод» АЖ ҚҚнинг 2022 йил 14 апрелдаги 18-сон маълумотномаси). Натижада, халқ хўжалиги учун муҳим бўлган бирикмалар таркибини кенгайтириш ва шу орқали минерал ўғитлар ишлаб чиқариш учун асосий хомашёлардан бирини олиш имконини берган.

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

Тадқиқот натижаларининг эълон қилиниши. Диссертация мавзуси бўйича жами 12 та илмий мақола чоп этилган, шулардан Ўзбекистон Республикаси Олий аттестатсия комиссиясининг докторлик диссертациялари (PhD) асосий илмий натижаларини чоп этиш тавсия этилган илмий нашрларда 4 та илмий мақола, жумладан, 1 та республика ва 3 та хорижий журналларда нашр этилган.

Диссертация тузилиши ва ҳажми. Диссертация таркиби кириш, тўртта боб, хулоса, фойдаланилган адабиётлар рўйхати ва иловалардан иборат. Диссертация ҳажми 107 бетни ташкил этган.

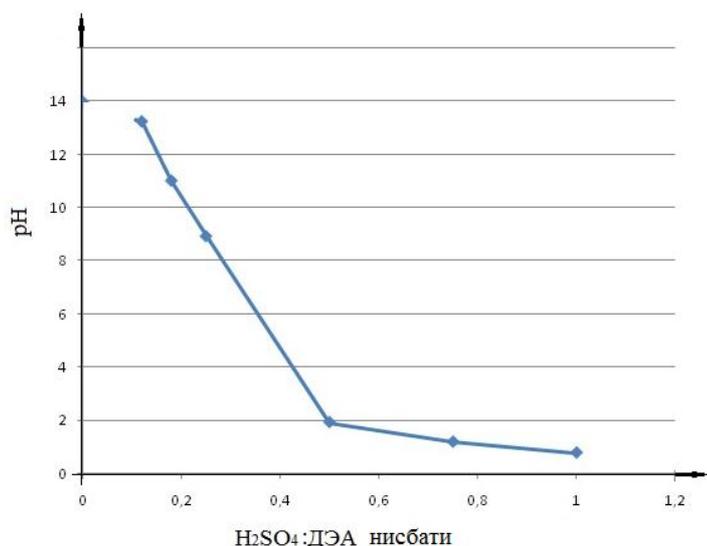
ДИССЕРТАЦИЯНИНГ АСОСИЙ МАЗМУНИ

Кириш қисмида диссертация мавзусининг долзарблиги ва зарурати асосланган, мақсад ва вазифаларни белгиланган, тадқиқот объекти ва предметининг ўзига хослиги келтирилган, тадқиқотнинг Ўзбекистон Республикаси фан ва техникасини ривожлантиришнинг устувор йўналишларига мувофиқлиги аниқланган, тадқиқотнинг илмий янгилиги ва амалий натижаларини баён қилинган, олинган натижаларнинг ишончлилигини асосланган, олинган натижаларнинг назарий ва амалий аҳамияти очиқ берилган.

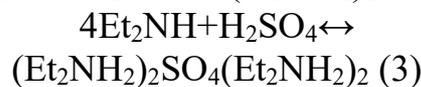
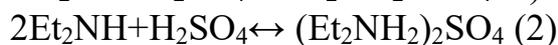
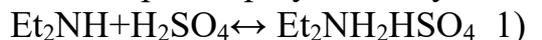
Диссертациянинг **“Дунёда калий сульфат ишлаб чиқариш ва ундан фойдаланишнинг ҳозирги замон ҳолати”** деб номланган биринчи бобида адабиёт маълумотлари таҳлил қилинган бўлиб, калий сульфатнинг халқ хўжалигининг турли тармоқларида қўлланиш соҳалари кўрсатилган, шунингдек, уларни олиш ва ишлатишда ҳисобга олиниши керак бўлган физик ва кимёвий хоссалари батафсил таҳлил қилинган. Мавжуд калий сульфатдан фойдаланиш муаммоларининг турли жиҳатлари кўриб чиқилган. Адабиётларни таҳлил қилиш Тубегатан сильвинит конидан олинган КС1 асосида амин усулида калий сульфат ишлаб чиқариш технологиясини ишлаб чиқиш зарурлигини кўрсатилган.

Диссертациянинг **“Ўрганилаётган объектларининг хусусиятлари, тадқиқот ва таҳлилларни ўтказиш усуллари”** деб номланган иккинчи бобида тадқиқот объектларининг таркиби ва хоссалари, тажрибалар ўтказиш усуллари, шунингдек, синтез қилинган маҳсулотларни кимёвий таҳлили ва физик-кимёвий тадқиқот усуллари келтирилган, хом ашё сифатида ишлатилган калий хлорид, сульфат кислота ва диэтиламиндан маҳсулот сифатида олинган калий сульфатнинг хоссалари келтирилган. Лаборатория шароитларида тажрибалар ўтказиш учун лаборатория жиҳозлари йиғилган ва жараёни бориш шароитлари келтирилган.

Диссертациянинг **“Амин усулида калий сульфат олишнинг физик-кимёвий ва технологик асослари”** деб номланган учинчи бобида $\text{Et}_2\text{NH}-\text{H}_2\text{SO}_4-\text{H}_2\text{O}$ системани ўзаро таъсири ҳамда оралиқ ва якуний маҳсулотларнинг физик-кимёвий хоссалари ва уларнинг ўзаро таъсирини ўрганиш натижалари келтирилган; ДЭА иштирокида калий хлориднинг сульфат кислота билан конверсияси жараёнига ушбу катталикларнинг таъсири; айланма эритмалардан ДЭА регенерацияси. Et_2NH нинг сульфат кислота билан ўзаро таъсирини ўрганиш шуни кўрсатдики, $\text{Et}_2\text{NH}:\text{H}_2\text{SO}_4$ ни нисбатини ортиши билан (системадаги сульфат кислота улушининг камайиши билан) системанинг агрегат ҳолати биринчи навбатда жигарранг суюқликдан сарғиш тусли оқ кукунга ўзгаради ва янада кўпайиши оқувчан оқ рангли суспензияга қадар ўзгаради. 1-расмда 5% ли эритмаларда $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{Et}_2\text{NH}$ нисбатининг рН га таъсири кўрсатилган. 1-расмдан келиб чиқадики, системанинг рН қийматлари $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{Et}_2\text{NH}$ нисбатларига кучли равишда боғлиқдир.



Et₂NH сульфат кислота билан реакцияга киришганда куйидаги реакциялар содир бўлиши мумкин:

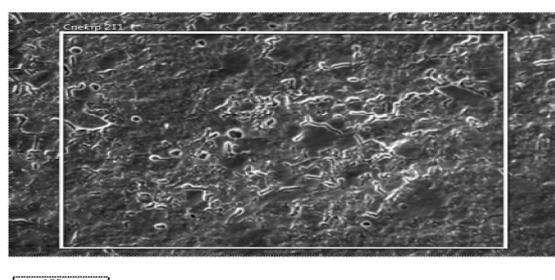
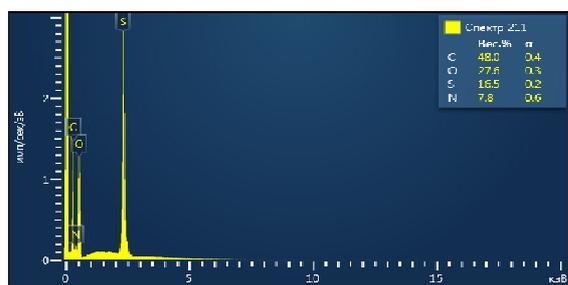


Реакция натижасида ҳосил бўладиган маҳсулотнинг 5%-ли эритмасини pH қийматлари H₂SO₄:Et₂NH нисбат ортиши билан 0,78÷13,25 оралиғида ўзгариб туради.

1-расм. H₂SO₄:Et₂NH нисбатни pH қиймати таъсири

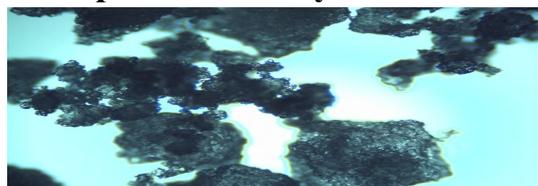
Одатда, конверсия жараёни pH 6,5-10,0 оралиғида амалга оширилади. Реакцияга бўйича бу H₂SO₄:Et₂NH ни 0,2÷0,35 нисбатига тўғри келади. Шундан келиб чиқиб, кейинги тадқиқотларда калий сульфат олишда H₂SO₄:Et₂NH нисбати юқоридаги оралиқларда (0,2÷0,35) олинган. Системанинг pH қийматининг ўзгариши бошланғич компонентларнинг pH қиймати (Et₂NH - 13,25 ва H₂SO₄ - 0,1) ва янги бирикмалар ҳосил бўлишига боғлиқ. 1-расмдан кўришиб турибдики, H₂SO₄:Et₂NH нинг нисбати 0,12 дан 0,5 гача ортиши билан системанинг pH қиймати кескин пасаяди, нисбатнинг кейинги ошиши билан у аста-секин пасаяди, яъни бу диэтиламин сульфат гидратлари ҳосил бўлишининг бошланишини кўрсатади. Et₂NH ни сульфат кислота билан ўзаро таъсирлашганда кимёвий реакциялар содир бўлади (1-3). Олинган маълумотлар шуни кўрсатадики, дастлабки учта намуна водород боғини, тўртинчиси эса водород ва донор-акцептор боғини ҳосил қилади.

Тажрибалар натижасида олинган маълумотлар ИҚ-спектроскопик ва аналитик кимёдаги таҳлил қилишнинг умумий усуллари билан тасдиқланган.

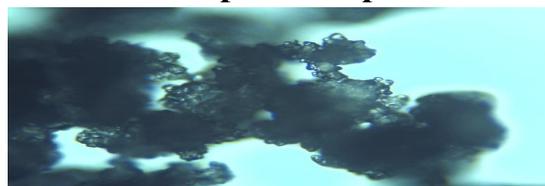


2-расм. 4-намунанинг энергия

дисперс спектри.



а

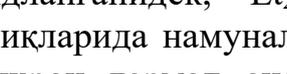


б

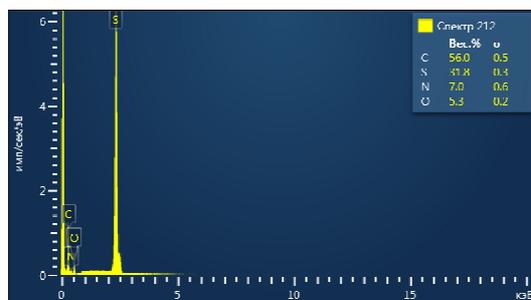
3-расм. 4-намунанинг микрофотографияси. а-40 марта, б-100 марта катталаштирилган.

1-жадвал

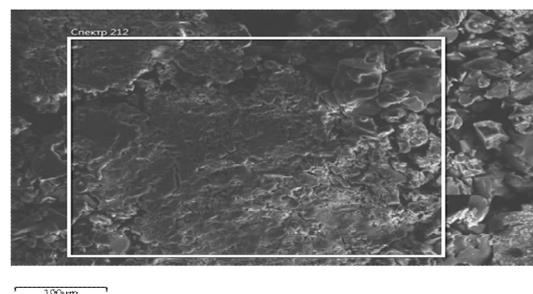
Намуналарни термик қайта ишлаш натижалари

№	Ҳарорат, С	Намунани термик қайта ишлашдан кейинги кўриниши	Қолдиқ оғирлиги, %	Йўқотиш, %	Изоҳ
1	87		93,38	6,62	Оқсимон суюқлик
2	194,6		72,76	27,24	Жигарранг суюқлик
3	283		34,76	65,23	Қуюқ қора
4	308		12,23	87,77	Бўтқасимон
5	328,7		10,86	89,14	Қаттиқ қора

Аввал таъкидланганидек, $\text{Et}_2\text{NH}:\text{H}_2\text{SO}_4$ нисбатини ўрганилаётган ўзгарувчанлик ораликларида намуналар жигарранг тусли оқ кристалл кукун ҳосил қилади. Синхрон термал анализаторга эга СТА ПТ қурилмалари ёрдамида намунанинг термик барқарорлиги ўрганиш бўйича олинган маълумотлар аниқланган. ДСК да бешта эндоэффект мавжуд; 87,0; 194,6; 283,0; 308,0; 328,7°C, масса йўқотиш мос равишда 0,62; 20,62; 37,99; 22,54 ва 1,37% (1-жадвал). 328,7°C нисбатда олинган намунанинг (C/N):(N/S) ЭЮКси 3,0, 4,17 ва 0,72 дан дастлабқидан мос равишда -1,76, 7,97 ва 0,22 гача ўзгариб туради.



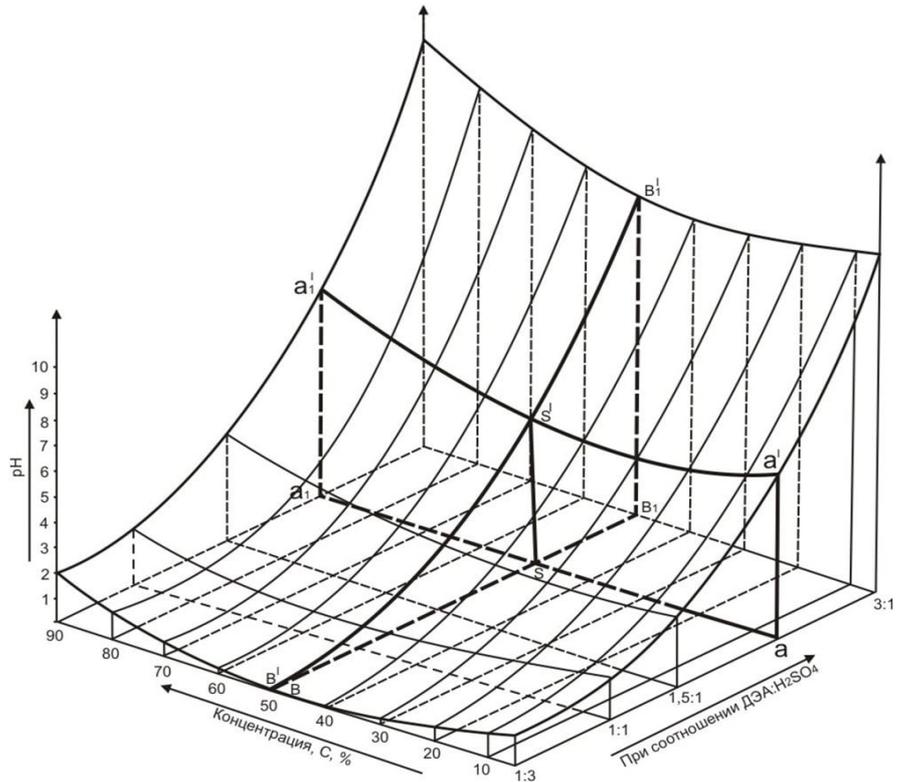
Электронное изображение 220



4-расм. 5-намунанинг энергия дисперс спектри.

Бу шуни кўрсатадики, азот бирикмалари жуда учувчан, углерод бирикмалари ўртача учувчан, олтингугурт бирикмалари эса паст учувчан бўлади. Олинган $\text{Et}_2\text{NH}:\text{H}_2\text{SO}_4$ аралашмаларидан 5 ва 10% қадам билан 5 дан 98,8% гача концентрацияли эритмалар тайёрланди. Эритмаларнинг зичлиги, қовушқоклиги, нурни синдириш кўрсаткичи ва рН қийматларини $\text{Et}_2\text{NH}:\text{H}_2\text{SO}_4$ нисбати, концентрация ва ҳароратга қараб ўзгариши ўрганилди. Тажриба маълумотлари (5-расм) шуни кўрсатадики, дастлабки технологик кириш катталикларининг ўзгаришининг ўрганилаётган ораликларда системанинг рН қиймати 0,00 дан 9,75 гача ва $\text{Et}_2\text{NH}:\text{H}_2\text{SO}_4$ нисбатни ортиши билан системанинг рН и 0,78 дан 1,19; 1,93 ва 8,93 гача кўтарилади.

Шуни таъкидлаш керакки, эритма концентрациясининг ошиши билан аралашманинг барча намуналари учун рН нинг ўзгариши эритманинг маълум концентрациясида энг кичик қийматдан ўтади. Мос равишда 1:3 нисбатда 50% да 0,00, 1:1 нисбатда 70% да 0,39, 1,5:1 нисбатда 40% да 1,62 ва 3:1 нисбатда 40% да 8,17 эритмалар концентрацияларида $\text{Et}_2\text{NH}:\text{H}_2\text{SO}_4$ нисбатни ортиши билан рН нинг энг кичик қиймати 0,00 дан 8,17 гача ортади.



5-расм. рН ва эритма концентрациясини ўлчаш йўли билан системадаги $\text{Et}_2\text{NH}:\text{H}_2\text{SO}_4$ нисбатини аниқлаш учун ҳажмий диаграмма.

Шуни таъкидлаш керакки, концентрациянинг ортиши билан эритманинг рН қийматининг ўзгариши энг кичик қийматлардан ўтади, концентрациянинг минимал қиймати a^1 a^1_1 чизик бўйлаб ўзгаради. $\text{Et}_2\text{NH}:\text{H}_2\text{SO}_4 = 1:3-1,5:1$ нисбатлар оралиғида энг кам концентрация 30-60% концентрациялар оралиғида бўлади. Бу кучли кислота ва кучсиз асосдан ҳосил бўлган тузни $(\text{Et}_2\text{NH})_2\text{SO}_4$ гидролизланиши билан боғлиқ.

Ушбу ҳажмий диаграмма системанинг рН ва зичлигини, бунда рН-метр билан ўлчанадиган рН ни ва ареометр ёрдамида зичликни аниқлаш билан системанинг $\text{Et}_2\text{NH}:\text{H}_2\text{SO}_4$ нисбатини аниқлаш имконини беради. Системанинг концентрацияси ва зичлигига қараб рН аниқланди. Бундан келиб чиққан ҳолда, $\text{Et}_2\text{NH}-\text{H}_2\text{SO}_4-\text{H}_2\text{O}$ системасининг кимёвий таркибини таҳлил қилиш учун $\text{Et}_2\text{NH}:\text{H}_2\text{SO}_4$ нисбати ва уларнинг концентрациясига қараб системанинг реологик хоссаларини кўрсатувчи ҳажмий диаграммаларини куриш зарурлиги келиб чиқади. $\text{Et}_2\text{NH}-\text{H}_2\text{SO}_4-\text{H}_2\text{O}$ системанинг физик-кимёвий хусусиятларини, хусусан, ёруғликни синдириш кўрсаткичи, зичлиги ва қовушқоқлигини аниқлаш учун олинган маълумотлар ҳажмий диаграммалар шаклида кўрсатилган.

Шунингдек, лаборатория маълумотлари асосида $\text{Et}_2\text{NH}-\text{H}_2\text{SO}_4-\text{H}_2\text{O}$ системасининг кириш технологик катталикларига қараб зичлигини аниқлаш учун қуйидаги математик тенглама компьютерга энг кичик квадратлар усули орқали киритилди: $\rho = at^{b1}C^{c1}$ (1); $\eta = at^{b2}C^{c2}$ (2).

бу ерда t - ҳарорат; C -концентрация; a, b, c -коэффициентлар.

2-жадвал

$\rho = at^{b1}C^{c1}$ ва $\eta = at^{b2}C^{c2}$ тенглама коэффициентларининг қиймати

№	H ₂ SO ₄ меъёри, %	ρ коэфф. қийматлари			№	H ₂ SO ₄ меъёри, %	η коэфф. қийматлари		
		а	б	с			а	б	с
1	25,31	963	-0.01464	0.0469	1	25,31	1,49	-0,10693	0,08853
2	50,61	957	-0.01932	0.0560	2	50,61	1,47	-0,11020	0,08899
3	75,91	936	-0.01954	0.0678	3	75,91	1,45	-0,11028	0,08913
4	99.19	930	-0.02000	0.0752	4	99.19	1,43	-0,11111	0,09124

2-жадвалда Et₂NH:H₂SO₄ нисбати ва эритма концентрациясига қараб (1) ва (2) тенглама қийматлари келтирилган. Тенгламанинг хатоси ± 1,5% дан ошмайди. Тадқиқот маълумотларига кўра, сульфат кислота ДЭА билан ўрта туз (Et₂NH)₂SO₄ ҳосил қилади, у калий хлорид билан ўзаро таъсирлашганда дарҳол калий сульфатнинг ўрта тузини (K₂CO₄) қуйидаги алмашилиш реакцияси асосида: ((C₂H₅)₂NH)₂SO₄ + 2KCl → K₂SO₄ + 2(C₂H₅)₂NH₂Cl ҳосил қилади.

Реакция зонасига бошланғич реагентларни беришнинг тартибини ўзгаришини технологик босқичларга таъсир қилиши ҳам адабиётлардан маълум. Бироқ, адабиётларда диэтиламин иштирокида калий хлоридни сульфат кислота билан конверсия қилиши йўли билан калий сульфат олиш жараёнининг алоҳида босқичида бошланғич реагентларни бериш кетма-кетлигининг технологик катталикларга таъсири ҳақида маълумотлар йўқ.

Дастлабки компонентларнинг меъёрлари қуйидаги реакцияга кўра стехиометрик ҳолда қабул қилинди:



3-жадвал

Калий сульфат олиш жараёнининг параметрларига дастлабки реагентларни бериш тартибининг таъсири.

Намуна	Дастлабки компонентларни бериш тартиби				Реакцион массадаги С:К нинг нисбати	Чўкманинг намлиги, %	Филтрланиш тезлиги, кг/м ² ·с		Унум, %
	Et ₂ NH	H ₂ SO ₄	KCl	H ₂ O			Қаттик фаза бўйича	Суюқ фаза бўйича	
1	4	3	2	1	4.83:1	14,13	1355.3	6546.6	46,09
2	3	2	4	1	7.41:1	19,40	931.3	6898.7	29,79
3	2	3	4	1	3.39:1	27,88	2039.7	6911.3	54,65
4	3	4	2	1	3.69:1	17,24	1929.8	7486.9	59,52

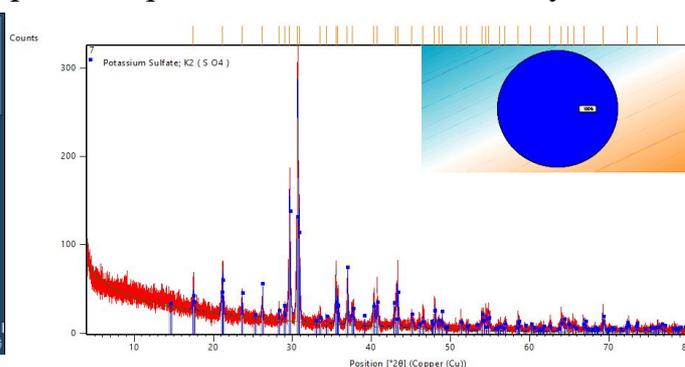
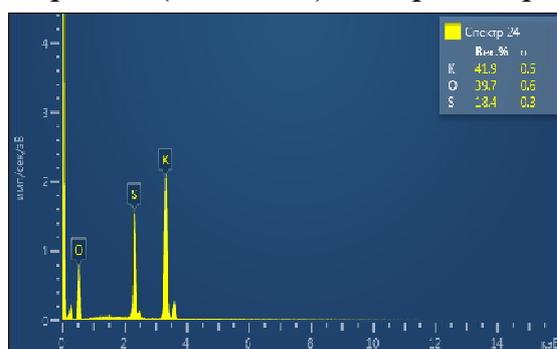
Олинган маълумотлар учинчи ва тўртинчи ҳолларда маҳсулот рентабеллиги ва филтрлаш тезлиги бўйича энг яхши кўрсаткичларга эришилганлигини кўрсатди (3-жадвал). Дастлабки таркибий қисмларнинг ўрганилган меъёрлари билан энг яхши технотаҳлил кўрсаткичларига дастлабки таркибий қисмларни беришнинг қуйидаги кетма-кетлиги билан эришилади: сув, калий хлорид, диэтиламин ва сульфат кислота.

4-жадвал

Диэтиламин иштирокида калий хлориднинг сульфат кислотали конверсиясига технологик кўрсаткичларнинг таъсири.

№	Et ₂ NH:H ₂ SO ₄ : KCl: H ₂ O нисбати				C:K нисбати	Филтрланиш тезлиги, кг/м ² ·с		20°C ҳароратда ги зичлик, г/см ³	Нисбий унум, %
	К.Ф.	С.Ф.							
1	1,00	0,23	1,00	7,23	3,64:1	714,0	2598,8	1,010	60,00
2	1,00	0,46	1,00	7,23	2,98:1	4365,5	13013,8	1,030	72,87
3	1,00	0,53	1,00	7,23	2,91:1	2296,7	6685,6	1,048	83,90
4	1,00	0,610	1,00	7,23	2,68:1	2332,5	6255,8	1,050	90,00
5	1,00	0,685	1,00	7,23	3,19:1	4196,2	13392,3	1,070	84,02
6	1,00	0,91	1,00	7,23	3,78:1	3897,3	14730,8	1,090	78,27
7	1,00	0,46	0,80	7,23	3,03:1	939,5	2848,3	1,030	95,83
8	1,00	0,46	1,00	7,23	2,98:1	4365,5	13013,8	1,090	72,87
9	1,00	0,46	1,20	7,23	2,39:1	5552,7	13271,5	1,035	79,31
10	1,00	0,61	1,00	6,67	2,94:1	2865,3	8438,9	1,075	83,90
11	1,00	0,61	1,00	7,23	2,68:1	2332,5	6255,8	1,050	90,00
12	1,00	0,61	1,00	7,78	3,13:1	2339,9	7325,3	1,053	76,55
13	1,00	0,685	0,80	7,23	3,79:1	1276,5	4844,8	1,085	83,47
14	1,00	0,685	1,00	7,23	3,19:1	4196,2	13392,3	1,070	84,02

Натижада калий сульфатнинг ўрта тузи - K₂SO₄ ҳосил бўлади. Сульфат кислота концентрациясининг масса нисбати, бошланғич компонентлари Et₂NH:H₂SO₄:KCl:H₂O 1:(0,5-2,0):(0,8-1,2):(1,2-1,4) таъсири ўрганилди. Калий хлоридни сульфат кислотали конверсия қилиш йўли билан калий сульфат олиш жараёни 70°C ҳароратда ва 20 дақиқа давом этадиган жараёнда амалга оширилди (4-жадвал). Тажрибалар аралаштиргич билан жиҳозланган уч



6-расм. 7-намунанинг рентган ва энергиядисперсияли спектри.

оғизли шиша реакторда ўтказилди.

Сув, калий хлорид ва диэтиламин берилгандан сўнг, ҳисобланган миқдорда сульфат кислота аста-секин 20 дақиқа давомида кўшилди. Кўшишдан кейин реакция массасининг ҳарорати 70-73°C га етди ва 20 дақиқа ичида у фақат 2-4°C га тушди. Ўзаро таъсир қилиш жараёни тугагандан сўнг, реакция массани 60 дақиқа давомида 20°C гача совутилди. Кейинчалик, ҳосил бўлган суспензия вакуум остида 0,6 атм қолдиқ босим остида филтрланди, филтрланиш вақти аниқланди ва чўкма калий

сульфатнинг тўйинган эритмаси (КСТЭ) билан ювилади, бунда КСТЭ:чўкма нисбати 1:1.

Дастлабки катталиклар 50-93% оралиғида (сульфат кислота концентрацияси) ва $\text{Et}_2\text{NH}:\text{H}_2\text{SO}_4:\text{KCl}:\text{H}_2\text{O}$ нисбатлар 1:(0,5-2,0):(0,8-1,2):(1,2-1,4) да ўзгартирилди. Таҳлиллар шуни кўрсатдики, айланма суюқлик қуйидаги таркибий қисмлардан иборат, масса, % (5-жадвал). 99% Et_2NH айланма эритмада сульфатлар $(\text{Et}_2\text{NH}_2)_2\text{SO}_4$ ва хлоридлар $\text{Et}_2\text{NH}_2\text{HCl}$ кўринишида бўлади, улар айланма эритмаларни буғлатишда барқарордир.

5-жадвал

Суюқ фазаларнинг кимёвий таркиби

Меъёр	SO_4^{-2} , %	Cl^- , %	K^+ , %	Et_2NH , %	H_2O , %
100	2,94	11,97	0,58	29,57	55,04

6-жадвалда калий сульфат ишлаб чиқаришдан олинган фильтратнинг буғланиш даражасининг қайнаш ҳароратига, суюқ ва қаттиқ фазалар бўйича фильтрланиш тезлигига, қаттиқ фазанинг намлигига, дастлабки фильтрат массасига нисбатан қаттиқ фаза миқдорига ва буғлатилган массага нисбатан газ фазанинг кондесатланиш даражасига таъсири бўйича тажарибаларнинг маълумотлари келтирилган. Рентгенограммадан (6-расм) кўришиб турибдики, буғланиш даражаси 10,20% да калий сульфат аввал чўкади, сўнгра калий хлорид кристаллана бошлайди ва буғланиш даражаси 40% дан ортиқ бўлса чўкма таркибидаги диэтиламин сульфат миқдори ортади.

6-жадвал

Буғлатиш даражасини айланма фильтратнинг асосий физик хоссаларига таъсири

№	Буғлатиш даражаси, %	Қайнаш ҳарорати, °C	Фильтрланиш тезлиги, кг/м ² ·с		Қаттиқ фазанинг намлиги, %	Дастлабки фильтрат массасига нисбатан қаттиқ фазанинг миқдори, %	Газ фазанинг буғлатишга нисбатан конденсация бўлиш даражаси, %
			С.Ф.	Қ.Ф.			
1	10	100	7069,0	37,15	10,02	0,360	10
2	20	102	6577,0	87,69	13,23	0,915	20
3	40	105	2485,7	105,05	16,50	1,385	40
4	45	107	1472,7	260,65	19,69	8,650	45

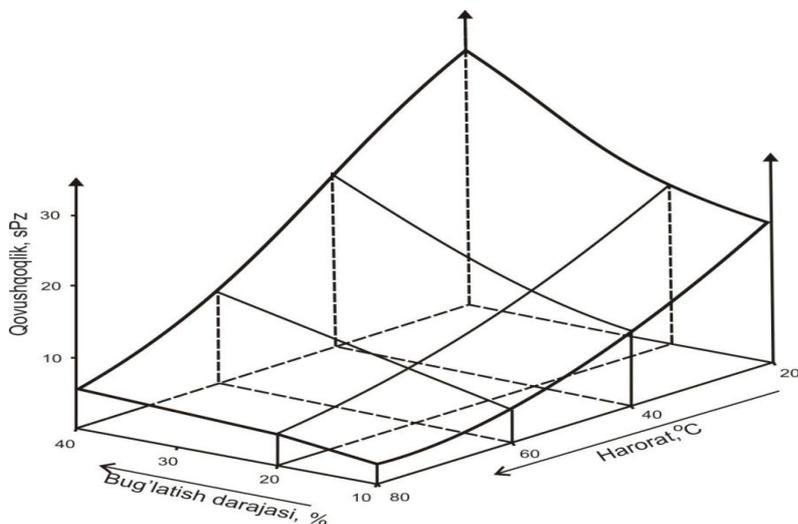
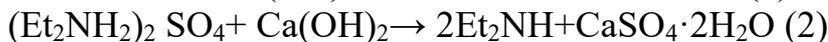
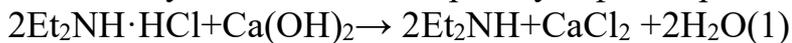
Юқорида айтилганлардан келиб чиққан ҳолда, агар айланма эритма бошланғич эритмага нисбатан 40% га буғлатилса, калий хлорид ва сульфатлардан ташкил топган қаттиқ фазанинг 1,385% ни ажратиш мумкин.

Бу маҳсулот унумининг 2,79 фоизга ошганини, умумий унум эса 98,5 фоиздан ортиқни ташкил этади.

Олинган иккинчи айланма эритманинг (ИАЭ) тозаланган фильтратида эркин Et_2NH ажратилгандан сўнг мос равишда 53,22 ва 24,17% $\text{Et}_2\text{NH}\cdot\text{HCl}$ ва $(\text{Et}_2\text{NH}_2)_2\text{SO}_4$, қолган қисми эса сувдан иборат.

Et_2NH ни қайта тиклаш учун ИАЭ:ОС=1:2 нисбатида 15% оҳак сути (ОС) қўшилди.

Реакция қуйида тенгламаларга мувофиқ боради:



(гипс) ва кальций хлориднинг суюқ фазали суспензия ҳам ҳосил бўлади.

7-расм. Технологик катталикларга боғлиқ равишда буғлатилган айланма эритмаларнинг қовушқоқлигини аниқлашни ҳажмий диаграммаси.

кўрсатилгандек, қаттиқ фаза кальций дигидросульфатдан иборат. Ажратиш ва ювишдан сўнг, қурилиш материаллари ишлаб чиқаришда қўшимча сифатида фойдаланиш таклиф этиладиган тоза ҳолида гипс ва кальций хлорид эритмаси олинади.

Диссертациянинг **“Калий хлоридни сульфат кислотали конверсия қилиш жараёнларини кинетикасини тадқиқи этиш ва модел ускунада калий сульфат олиш технологиясини текшириш”** деб номланган тўртинчи бобида ДЭА иштирокида калий хлориднинг сульфат кислотали конверсия жараёнининг кинетик маълумотларини ўрганиш натижалари келтирилган; таклиф этилаётган технологиянинг технологик катталикларини «Электрокимёзаводи» АЖ ҚКнинг модел ускунасида текшириш, технологик режим меъёрлари, таклиф этилаётган технология тавсифи ва таклиф этилаётган технологияни жорий этишнинг техник-иқтисодий ҳисоблари келтирилган. Мақбул шароитда конверсия жараёнининг кинетикасини ўрганилган ва конверсия жараёнининг кинетик катталиклари ҳисоблаб чиқилган.

Калий сульфат – маҳсулотнинг унумини ошириш мақсадида калий хлоридни сульфат кислотали конверсия жараёнининг кинетик қонуниятлари диэтиламин иштирокида ва 30-60°C ҳарорат оралиғида ўрганилди.

Тадқиқотлар шуни кўрсатдики, 90°C ҳароратда 30 дақиқа давомида умумий масса йўқотиш 20% ни ташкил қилади. Конденсация вақтида 90% дан ортиқ Et_2NH ҳосил бўлади, бу калий хлоридни сульфат кислота билан конверсия қилиш жараёнининг бошланишига қайтарилади. Қаттиқ кальций дигидросульфат

эритмасини ўз ичига олган С:Қ нисбати 14,5:1 ни ташкил қилади, суюқ фазадаги кальций хлорид миқдори эса 11,53% га тенг. Рентген фазаси таҳлилида

Конверсиянинг давомийлиги 60 дақиқа. Тадқиқотлар шуни кўрсатадики, бу эндотермик қайтар реакциядир. Ҳароратнинг 60°C дан юқори бўлиши ва жараённинг 5 дақиқадан ортиқ давом етиши билан тескари реакция тезлиги ошади. Шунинг учун мақбул ҳарорат 60°C, давомийлиги эса 5 дақиқадан ошмайди.

7-жадвал

Конверсия жараёнининг кинетик катталиклари

№	Ҳарорат, °C	K, дақ. ⁻¹	ln K	1/T	E, ккал/моль
1	45	0,8940	-0,112	0,00314	$-tg\alpha = \frac{E_A}{R}$ $E_A = (-tg\alpha) * R =$ $(-mga115) * 8,31 = 17,82$
2	57	0,8708	-0,1383	0,00303	
3	60	0,8650	-0,145	0,00300	

Биринчи тартибли реакция бўлган реакциянинг тезлик константалари тажриба маълумотларига мувофиқ ва биринчи тартибли кимёвий реакция формуласи бўйича аниқланди: $K = \frac{1}{\tau} \ln \frac{\alpha}{\alpha-x}$ (7-жадвал).

Вант-Гофф қонунига кўра, ҳароратнинг ҳар 10°C га ошиши билан кимёвий реакция тезлиги икки-тўрт марта ортади. Бизнинг тадқиқотларимизда 30-60°C ҳарорат оралиғида кимёвий реакция тезлигининг 2,77 марта ошиши аниқланди. Ҳароратнинг 57-60°C гача кўтарилиши билан реакция тезлиги 1,205 марта ошади. Бундан келиб чиқадики, ўрганилаётган реакция ҳароратининг 60°C дан юқори кўтарилиши ҳам кинетик, ҳам энергия нуқтаи назаридан номақбулдир.

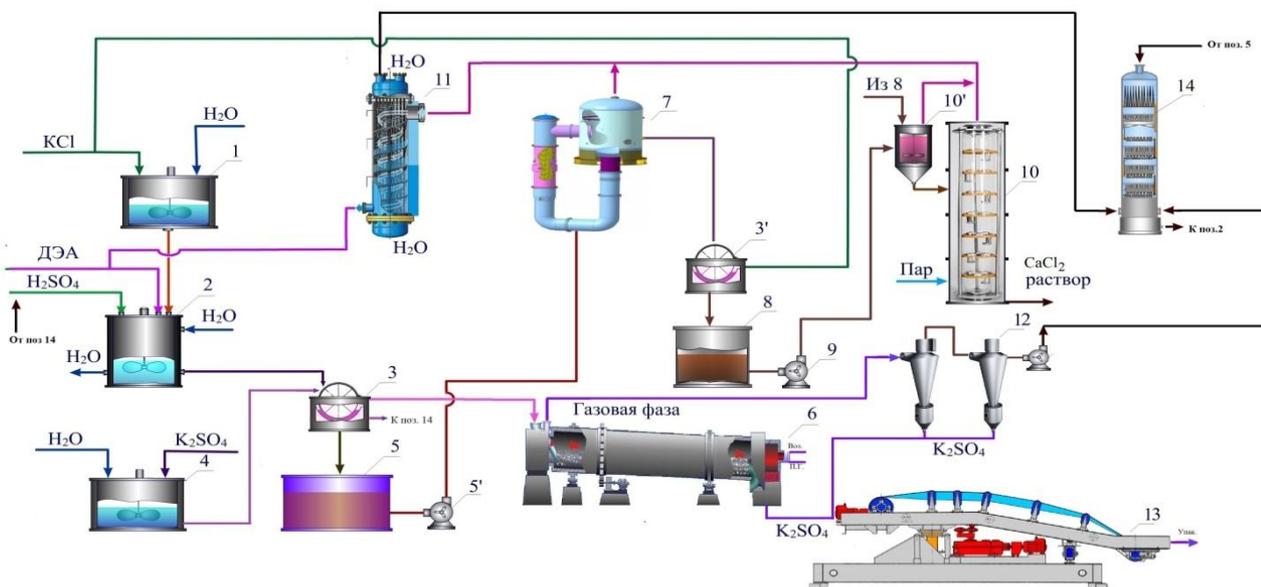
Амалга оширилган график тузишлар ва математик ҳисоб-китоблар диэтиламин иштирокида калий хлоридни H₂SO₄ ли парчаланишининг кимёвий реакциясининг фаоллашув энергиясининг қийматини аниқлашга имкон берди, бу E=17,82 ккал/моль га тенг бўлди.

Калий сульфатини конверсиялаш усули билан ишлаб чиқаришнинг технологик схемасини ишлаб чиқиш учун лаборатория шароитида олиб борилган тадқиқотларнинг технологик катталиклари доирасида модель лаборатория қурилмасида тажриба синовлари ўтказилди. Калий сульфат ишлаб чиқариш учун бошланғич моддалар “Деҳқонобод калий заводи” АЖ калий хлорид маҳсулоти, Олмалиқ кон-металлургия комбинати сульфат кислота маҳсулоти ва Россияда ишлаб чиқарилган диэтиламин маҳсулоти бўлди.

Калий сульфат ишлаб чиқариш бўйича тажриба синовларнинг технологик жараёни қуйидаги технологик босқичлардан иборат:

диэтиламин иштирокида калий хлориднинг сульфат кислота билан конверсияси; қаттиқ фаза ва реакция массасини филтрлаш ва ювиш; нам калий сульфатни қуриштириш; реакцияга киришмаган калий хлориднинг айланиши ва диэтиламинни оҳак сути билан қайта тиклаш билан айланма эритмани икки босқичли дистиллаш.

Модель жиҳозда мақбул технологик кўрсаткичлар аниқлангандан сўнг “Электрокимё завод” АЖ ҚК шароитида ишлаб чиқилган технологиянинг тажриба синовлари ўтказилди. Синов натижада лаборатория модель ускунасида 200,0 кг калий сульфат маҳсулоти олинди.



8-расм. ДЭАни қўллаш орқали K_2SO_4 олишнинг асосий технологик схемаси:

1 – KCl ни эритиш; 2 – конверсия қилиш реактори; 3 - барабанли фильтр; 4 – ювувчи эритма; 5 - биринчи айланма эритмани йиғиш жиҳози; 6 - барабанли қуритгич; 7 – буғлатувчи ускуна; 8 - иккинчи айланма эритмани йиғиш жиҳози; 5¹ - 9 - насослар; 10 - ректификатор; 10¹ - аралаштиргич; 11 - конденсатор; 12-циклон; 13-ташувчи тасма; 14 – абсорция қилувчи жиҳоз.

Ишлаб чиқилган технология 2022 йилда “Электрокимё завод” АЖ ҚКда муваффақиятли синовдан ўтказилди (далолатнома илова қилинган) ва жорий этиш учун қабул қилинди. Лаборатория тадқиқотлари ва модель ускунадаги синовлар асосида принципиал технологик схема таклиф қилинди (8-расм).

Ишлаб чиқилган технологик схема ва ҳозирги схема ўртасидаги асосий фарқ шундаки, филтрлашдан сўнг филтрат буғлатилади, бунинг натижасида реакцияга киришмаган калий хлорид кристаллари чўкма ҳолида системадан ажратилади, уни жараённинг боши қайтарилади ва калий хлориддан тозаланган эритма дистиллашга юборилади.

Хом ашёлар таннархини аниқлашда биржа нархлари олинди (инфо@стройка.уз). Ҳисоб-китобларга кўра, ишлаб чиқилган технология бўйича хом ашё харажатларини ҳисобга олган ҳолда 1 тонна калий сульфатнинг таннархи 6 259 595 сўмни ташкил этгани ва айти пайтда биржадаги 1 тонна калий сульфатнинг реал қиймати 11 000 000 сўмни ташкил этиши аниқланган, яъни таклиф қилинган усулдан қимматроқ. Йилига 20 000 тонна қувватга эга калий сульфат ишлаб чиқариш бўйича ишлаб чиқилган технологияга кўра, йиллик иқтисодий фойда:

$$П=(C_0-C) \cdot M=(11000000-6259595) \cdot 20000=94\,808\,100 \text{ минг сўм.}$$

$$\text{Шундай қилиб, йиллик рентабеллик } P=(П/C_0 \cdot M) \cdot 100\%$$

$$P=(94808100000/11000000 \cdot 20000) \cdot 100\%=43,09\% \text{ ни ташкил этди.}$$

ХУЛОСАЛАР

1. Калий сульфат ишлаб чиқариш бўйича адабиётлар ўрганилди ва калийли ўғитлар ишлаб чиқариш бўйича ҳам таҳлил қилинди. Таҳлил асосида тадқиқотнинг мақсад ва вазифалари белгиланди.

2. ДЭА иштирокида КСlнинг H_2SO_4 ли конверсияси жараёни бўйича ўтказилган тадқиқотларда $Et_2NH-H_2SO_4-H_2O$ системанинг рН қиймати 0,78-13,25 оралиғида ўзгариб туриши аниқланди. $Et_2NH:H_2SO_4=1:0,2\div 0,35$ нисбатлар оралиғида системанинг рН қиймати 6,0 \div 10,0 га тенг бўлиб, КСlнинг H_2SO_4 ли конверсиясига тўғри келиши кўрсатилган. Кимёвий боғланишнинг табиати, $Et_2NH:H_2SO_4=3:1$ нисбатдан бошқа ҳолларда, водород боғидан ташқари, донор-акцептор боғи ҳам мавжудлиги кузатилди.

3. Технологик катталикларнинг ўрганилган ўзгариш ораликларида $Et_2NH:H_2SO_4:KCl:H_2O$ нинг мақбул нисбатлари 1:(0,46:0,61):(0,80:1,20):(7,23-7,78) бўлади, сульфат кислотанинг концентрациялари 81-93%, бунда калий сульфатнинг унуми 79,31-91,8% тенг, айланма эритмаларда K^+ ва SO_4^{2-} нинг миқдорлари мос равишда 0,58: 1,6 ва 0,25: 2,94% ни ташкил этади.

4. Амалга оширилган график тузишлар ва математик ҳисоблар калий хлоридни диэтиламин иштирокида сульфат кислотали конверсиясини кимёвий реакциясининг фаолланиш энергиясининг қийматини аниқлаш имконини берди, бу қиймат $E = 17,82$ ккал/моль га тенг бўлди.

5. КСlнинг ДЭА иштирокида сульфат кислотали конверсия қилинишидан кейин ҳосил бўлган филтратларнинг буғланиши ва айланма эритмаларни икки босқичли дистиллаш жараёнларининг қиёсий таҳлили ўтказилди. Технологик ва иқтисодий нуқтаи назардан конверсиядан кейин ҳосил бўлган филтратни буғлатиш самарали эканлиги исботланди. Олинган маълумотлар ДЭА ни оҳақ сути билан дистиллашнинг қуйидаги технологик катталикларни мақбул деб ҳисоблаш имконини беради: ОС концентрацияси ва меъёри мос равишда 15 ва 150%, ДЭА регенерацияси даражаси камида 96% га тенг, реакцияга кирмайдиган КСlнинг айланиши ҳисобига унинг фойдаланиш даражаси 90% дан ошди.

6. Лаборатория модел ускунасида ўтказилган тажриба синовлари натижалари КСl, H_2SO_4 ва ДЭАдан калий сульфат олишнинг технологик схемасини ишлаб чиқиш имконини берди. Тайёр маҳсулотга калийнинг 86-97% ини ўтказиши билан K_2SO_4 ишлаб чиқариш имконияти кўрсатилди.

7. Ишлаб чиқилган технология 2022-йилда “Электрокимёзавод” АЖ ҚК да синовдан муваффақиятли ўтган ва жорий этиш учун қабул қилинган. Лаборатория тадқиқотлари ва модел ускуналардаги синовлар асосида принципиал технологик схема таклиф этилди.

8. Ҳисоб-китоблар шуни кўрсатадики, ишлаб чиқариш ва хом ашё ҳаражатларини ҳисобга олган ҳолда, таклиф этилаётган технология бўйича 1 тонна K_2SO_4 нинг таннархи 6259595 сўмни ташкил этади ва ҳозирги вақтда бошқа усуллар билан ишлаб чиқарилган 1 тонна K_2SO_4 нинг таннархи эса 1,7-1,9 марта қимматроқ.

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

ТАШКЕНТСКИЙ ХИМИКО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

ЭШМЕТОВА ДИЛАФРУЗ ЗУХРИДДИНОВНА

**СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ СУЛЬФАТА
КАЛИЯ НА ОСНОВЕ КАЛИЙНЫХ МИНЕРАЛОВ**

02.00.13 – Технология неорганических веществ и материалов на их основе

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

Нукус – 2023

Тема диссертации доктора философии (PhD) зарегистрирована под номером В2020.2.PhD/Т1721 Высшей аттестационной комиссии при Кабинете Министров Республики Узбекистан.

Диссертация выполнена в Ташкентском химико-технологическом институте.

Автореферат диссертации на трех языках (узбекский, русский, английский (резюме)) размещен на веб-странице научного совета www.karsu.uz и на информационно-образовательном портале «Ziynet» (www.ziynet.uz).

Научный руководитель:

Джандуллаева Мунаввара Сапарбаевна
доктор технических наук по философии (PhD),
доцент

Официальные оппоненты:

Нурмуродов Тўлқин Исамуродович
доктор технических наук, доцент

Каипбергенов Атабек Тулепбергенович
доктор технических наук, профессор

Ведущая организация:

Наманганский инженерно-технологический институт

Защита диссертации состоится « 03 » октября 2023 году в «10⁰⁰» часов на заседании Научного совета PhD.03/30.12.2019.Т.20.03 при Каракалпакском государственном университете по адресу: 230112, г. Нукус, ул. Ч. Абдирова, 1. Тел.: (+99861) 223-60-47; факс: (+99861) 223-60-78; e-mail: karsu_info@edu.uz.

С диссертации можно ознакомиться в Информационно-ресурсном центре Каракалпакского государственного университета (зарегистрирован за № 154). Адрес: 230112, г. Нукус, ул. Ч.Абдирова, 1. Тел.: (+99861) 223-60-47.

Автореферат диссертации разослан «12» сентября 2023 года.
(реестр протокола рассылки № 1 от «12» сентября 2023 г).

А.М. Реймов

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

Р.К. Курбаниязов

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

Ш.Н. Туремуратов

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

ВВЕДЕНИЕ (аннотация диссертации доктора философии (PhD))

Актуальность и востребованность темы диссертации. Мировой научно-технический прогресс в значительной степени зависит от химической промышленности в связи, с чем её развитие служит оценкой критерия развития экономики страны. На сегодняшний день сложилась острая нехватка одного из важнейших продуктов сельского хозяйства – калия, особенно это касается бесхлорных калийных удобрений, к числу которых относится сульфат калия. Его лучше всего вносить на дерново-подзолистые и торфяные почвы. Обычно он применяется под такие культуры как сахарная свекла, подсолнечник, плодовые, корнеплоды, овощи, которые потребляют много калия и натрия. В зависимости от вида культуры, технологии выращивания и содержания калия в почве используют калий на серозёмных и каштановых почвах. При применении сульфата калия совместно с азотными и фосфорными удобрениями достигается высокая эффективность урожайности и качества продукции, а также очень важно использование сульфата калия на кислых почвах с применением извести.

На сегодняшний день ведущие мировые научные центры проводят научные исследования по увеличению количества сахара и витаминов в сельскохозяйственной продукции за счет использования калия и повышения зимостойкости плодово-ягодных и декоративных деревьев и кустарников при осеннем внесении. В связи с этим особое внимание обращается на то, что сульфат калия в основном образуется в результате разложения хлористого калия серной кислотой при высокой температуре, и его вносят на все типы почв, все сельскохозяйственные культуры, а также в домашнем цветоводстве, во всех случаях весной или осенью, при обработке почвы и в период вегетации.

В последние годы в нашей республике достигнут ряд научных и практических результатов за счет внедрения передовых научно-обоснованных мероприятий по созданию и внедрению современной энергосберегающей технологии производства сульфата калия. В Постановлении Президента Республики Узбекистан¹ в третьем направлении новой стратегии развития Узбекистана на 2022-2026 годы «...продолжение реализации промышленной политики, увеличение доли промышленности в валовом внутреннем продукте и рост объема производства промышленной продукции в 1,4 раза...». Исходя из этих задач, исследование теоретических и практических систем, состоящих из H_2SO_4 , диэтиламина (ДЭА) и воды, определение оптимальных условий низкотемпературного синтеза K_2SO_4 конверсией KCl , полученного из Тюбегатанского сильвинитового месторождения, с H_2SO_4 в присутствии ДЭА; важно установить научно-технические решения по определению оптимальных технологических параметров извлечения ДЭА из сернокислотной оборотной жидкости при

¹ Указ Президента Республики Узбекистан от 28 января 2022 года № ПФ-60 «о новой стратегии развития Узбекистана на 2022-2026 годы»

конверсии раствора KCl, создать эффективные ресурсо- и энергосберегающие технологии на основе производства сульфата калия.

Данное диссертационное исследование в определенной степени служит выполнению задач, предусмотренных в Указах Президента Республики Узбекистан ПФ-60 от 28 января 2022 года «О стратегии развития Нового Узбекистана на 2022-2026 годы», УП-5853 от 23 октября 2019 года «Об утверждении Стратегии развития сельского хозяйства Республики Узбекистан на 2020-2030 годы» и Постановлении Президента Республики Узбекистан № ПП-3983 от 25 октября 2018 года «О мерах по ускоренному развитию химической промышленности Республики Узбекистан», № ПП-4265 от 3 апреля 2019 года «О мерах по дальнейшему реформированию и повышению инвестиционной привлекательности химической промышленности», №ПП-4992 от 13 февраля 2021 года «О мерах по дальнейшему реформированию и финансовому оздоровлению предприятий химической промышленности, развитию производства химической продукции с высокой добавленной стоимостью», №ПП-388 от 10 октября 2022 года «Об утверждении Целевой программы стратегического развития химической и газохимической промышленности», а также в других нормативно-правовых документах, принятых в данной сфере.

Соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологии республики. Данное исследование выполнено в соответствии с приоритетными направлениями развития науки и технологии республики VII «Химические технологии и нанотехнологии».

Степень изученности проблемы. В мировых источниках научной информации имеется большой объем сведения по синтезу и применению сульфата калия в разных отраслях экономики такими мировыми учеными как Gary D, Frank H, Phinney R, Сабиров Р.Х., Савватин Ю.Н., Чернов В.С., Гержберг Ю.И., Филиппов А.П., Вилянский М.П., Литвин А.Я., Чикин М.М., Гебелев Е.И., Пономарев Л.И., Сафрыгин Ю.С., Осипова Г.В., Бушка Ю.В., Тимофеев В.И., Терентьева Г.И., Выборнова Г.Ю., Рутковская Т.И., Ицхак Э, Ш Ламперт, Курт Х, G Reuschel, В Тяньжун, Сяо Л, Т Чэнтао, Ляо Цюши, З Ян, Се Чао, Чжэн Сяньфу, Гао В, Фэн В, Тан Ц, Ся Ши, Луо Вен, Ян Санмей, Ян Цзяньюань, Вэй С, Ли Лянлинь, Чжан К, Ван Хун, Гао Я, Сюй М и другие ученые, занимающиеся научными исследованиями в этом направлении.

В Узбекистане создана научная школа в области неорганических веществ и минеральных удобрений во главе с академиком М.Н.Набиевым, представителями которой являются Ш.С.Намазов, С.Тухтаев, Б.С.Закиров, Б.М.Беглов, А.У.Эркаев, Х.Ч.Мирзакулов, З.К.Тоиров, Б.Х.Кучаров, А.Р.Сейтназаров и др. внесли свой вклад в его развитие. Ученые нашей республики провели ряд научных исследований по теоретическим основам технологии получения сульфата калия на основе различных органических и неорганических веществ.

В диссертации показана возможность получения сульфата калия из хлористого калия Тюбегатанского сильвинитового месторождения с использованием серной кислоты и диэтиламина.

Связь диссертационного исследования с тематическим планом научно-исследовательских работ. Диссертация выполнена в рамках научно-исследовательских работ Ташкентского химико-технологического института по инновационному проекту ИЗ-2020002234 по теме: «Разработка технологии непрерывного производства бесхлорных калийсодержащих удобрений для выращивания сельхозкультур» (2020-2022 гг.).

Целью исследования является создание теоретических основ и технологии получения сульфата калия сернокислотной конверсией хлорида калия полученного из сильвинита Тюбегатанского месторождения, в присутствии диэтиламина (ДЕА).

Задачи исследования:

исследование взаимодействия системы с определением оптимального условия образования $(Et_2NH_2)_2SO_4$;

исследование процесса и влияние технологических параметров на получение сульфата калия сернокислотной конверсией хлорида калия полученного из сильвинита Тюбегатанского месторождения, в присутствии диэтиламина;

изучение стадии отстаивания и фильтрации реакционной суспензии;

исследование процесса упарки и дистилляции диэтиламина из маточных фильтратов образующихся при производстве сульфата калия по предлагаемой технологии;

изучение реологических свойств растворов и суспензии образующиеся в конечных и промежуточных стадиях;

определение химического и минералогического составов жидкой и твердой фаз с применением современных физико-химических методов анализа;

отработка технологических параметров процесса получения сульфата калия и определение его товарных свойств;

разработка технологической схемы и составление материального баланса производства сульфата калия;

апробация технологии получения сульфата калия из хлорида калия, полученного из сильвинита Тюбегатанского месторождения и серной кислоты в присутствии ДЭА на опытной установке СП АО «Электрохимзавод»;

технико-экономические расчеты целесообразности организации производства сульфата калия по разработанной технологии.

Объектом исследования являются хлорид калия полученного из сильвинита Тюбегатанского месторождения, диэтиламин, сульфат калия, серная кислота, диэтиламингидрохлорид, диэтиламингидросульфат.

Предметом исследования является изучение процессов конверсии, фильтрации, выпаривания и дистилляции при получении сульфата калия, в

лаборатории заключается в определении оптимального состава и технологических режимов сырья путем проведения испытаний на модельном устройстве.

Методы исследования. В диссертационной работе применялись методы химического, термогравиметрический, рентгенофазовый, ИК-спектроскопический, растровый (сканирующий) электронно-микроскопический – СЕМ, хроматографический, микронзондовый и агрохимические методы исследования.

Научная новизна диссертационного исследования заключается в следующем:

определены оптимальные условия образования $(Et_2NH_2)_2SO_4$ на основе анализа полученных экспериментальных значений системы ДЭА- N_2SO_4 - H_2O при изменении технологических параметров в широком диапазоне и их физико-химических свойств;

впервые установлена взаимозависимость технологических факторов от процессов производства сульфата калия конверсии, фильтрации, испарения, регенерации ДЭА и сушка готового продукта;

определены оптимальные условия процесса упарки маточных растворов, образующихся при сернокислотной конверсии хлорида калия в присутствии ДЭА и дистилляции ДЭА из маточных растворов в присутствии известкового молока;

изучен минералогический состав твердой фазы и обоснована зависимость реологических свойств промежуточных пульп и растворов от технологических параметров;

определены физико-химические и товарные свойства сульфата калия и разработана усовершенствованная технологическая схема получения сульфата калия сернокислотной конверсией хлорида калия в присутствии ДЭА;

изучена кинетика конверсии и влияние основных параметров процесса;

обоснована схема химизма, объясняющая ускорение реакции за счет введения в систему серной кислоты или ДЭА.

Практические результаты исследования заключаются в следующем:

разработана технологическая схема получения K_2SO_4 из KCl с помощью H_2SO_4 Тюбегатанского сильвинитового рудника в низкотемпературных условиях с участием ДЭА и рассчитан материальный баланс;

разработана технико-экономические расчеты и предложена технология получения сульфата калия;

предложенная принципиальная схема прошла опытно-промышленные испытания на СП АО «Электрохимзавод» с выпуском опытной партии продукции;

разработан способ регенерации ДЭА применительно к сернокислотным процессам.

Достоверность полученных результатов исследования. Результаты химических и физико-химических были доказаны с помощью [термогравиметрический, электронно-микроскопический (SEM), рентгенофазовый, ИК-спектроскопический, хроматографический] методов анализа, а также акты подтверждены укрупненных опытно-промышленных испытаний.

Научная и практическая значимость результатов исследования.

Научная значимость результатов исследований, обусловлена определением основ для проведения систематизированных химических, физико-химических и технологических исследований при получении K_2SO_4 из KCl полученного из сильвинита Тюбегатанского месторождения, с помощью H_2SO_4 и ДЭА, а также выявления закономерности зависимости технологических параметров процессов синтеза.

Практическая значимость результатов исследования характеризуется разработкой технологии получения K_2SO_4 с низкой себестоимостью на основе KCl полученного из сильвинита Тюбегатанского месторождения, H_2SO_4 и ДЭА. Организация собственного производства сульфата калия позволит отказаться от импорта калийных удобрений и появятся экспортные возможности для нашей страны.

Внедрение результатов исследований. На основании полученных результатов по совершенствованию технологии получения сульфата калия на основе калийных минералов:

технология получения сульфата калия аминным методом на основе KCl , полученного из Тюбегатанского сильвинитового месторождения, включена в перечень перспективных разработок СП АО «Электрохимзавод» на 2022-2024 годы (Справка № 18 СП АО «Электрохимзавод» от 14.04.2024 г. 2022). В результате удалось получить сульфат калия при низких температурах и по сниженной цене;

технология получения сульфата калия внедрена в практику на СП АО «Электрохимзавод» Справка № 18 СП АО «Электрохимзавод» от 14.04.2024 г. 2022). В результате создана возможность расширить состав важных для народного хозяйства соединений и тем самым получить одно из основных сырьевых материалов для производства минеральных удобрений.

Апробация результатов исследования.

Результаты исследования обсуждались на 4-х международных и 4-х республиканских научно-практических конференциях.

Опубликованность результатов исследования.

По теме диссертации опубликовано 12 научных работ. Из них 4 статьи, в том числе 1 в республиканских и 3 в зарубежных журналах, рекомендованных Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан для публикации основных научных результатов диссертации (PhD).

Структура и объем диссертации.

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка использованной литературы и приложения. Объем диссертации составляет 107 страниц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

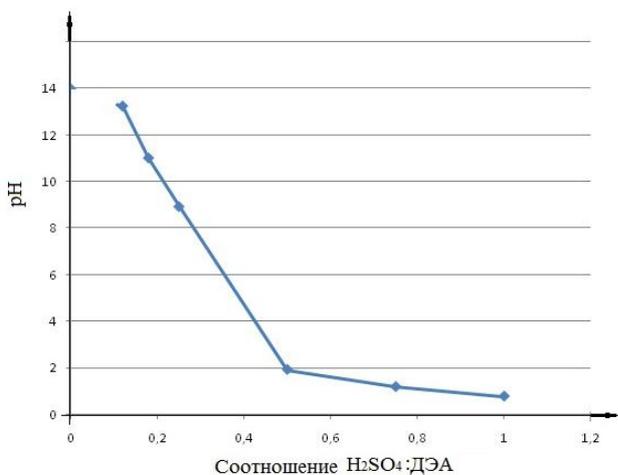
Во введении обоснована актуальность и востребованность темы диссертации, сформулированы цель и задачи, введена конкретность объекта и предмета исследования, определено соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологий Республики Узбекистан, изложены научная новизна и практические результаты исследования, обоснована достоверность полученных результатов, раскрыты теоретическая и практическая значимость полученных результатов.

Первая глава диссертации **«Современное состояние производства и использования сульфата калия в мире»** представляет собой обзор литературных данных, выявляет области применения сульфата калия в различных отраслях экономики, а также сделан подробный анализ их физических и химических свойств, которые необходимо учитывать при его получении и применении. Рассмотрены различные аспекты проблем использования имеющегося сульфата калия. Анализ литературы свидетельствует о необходимости разработки технологии получения сульфата калия аминным способом на основе КСI полученного из сильвинита Тюбегатанского месторождения.

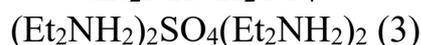
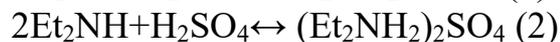
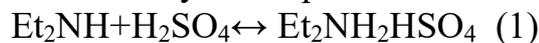
Во второй главе диссертации **«Характеристика объектов исследования, методика проведения исследований и анализов»** приведены состав и свойства объектов исследования, методы проведения экспериментов, а также методики химических анализов и физико-химических исследований синтезированных продуктов, изучены физико-химические свойства сырья и продуктов, в которых представлены свойства сульфата калия, получаемого в качестве продукта из хлорида калия, серной кислоты и диэтиламина, используемого в качестве сырья. Для проведения экспериментов в лабораторных условиях, было собрано сборочное лабораторное оборудование и освещены условия протекания процесса.

В третьей главе диссертации **«Физико-химические и технологические основы получения поташа аминным способом»** представлены результаты исследования взаимодействия системы $\text{Et}_2\text{NH}-\text{H}_2\text{SO}_4-\text{H}_2\text{O}$ и физико-химические свойства промежуточных и конечных продуктов, их взаимодействие; влияния тех параметров на процесс конверсии хлорида калия серной кислотой в присутствии ДЭА; регенерация ДЭА из маточных растворов. Изучение взаимодействия Et_2NH с серной кислотой показали, что с повышением соотношения $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{Et}_2\text{NH}$ (со снижением доли серной кислоты в системе) агрегатное состояние системы сначала изменяется от коричневого жидко-текучего до белого порошка с желтоватым оттенком и дальнейшее повышение приводит к текучей беловатой суспензии.

На рис 1. показано влияние соотношения $\text{Et}_2\text{NH}:\text{H}_2\text{SO}_4$ к pH 5 %-ного раствора. Из рис. 1 вытекает, что pH системы сильно зависит от соотношений $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{Et}_2\text{NH}$.



При взаимодействии Et_2NH с серной кислотой могут протекать следующие реакции.



Значения pH 5%-ного раствора продукта, полученного в результате реакции, изменяются в пределах $0,78 \div 13,25$ с увеличением соотношения $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{Et}_2\text{NH}$.

Рис 1. Влияние соотношения $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{Et}_2\text{NH}$ к pH

Обычно конверсионный процесс проводится в интервалах pH 6,5-10,0. По реакции это соответствуют соотношению $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{Et}_2\text{NH}$ $0,2 \div 0,35$. Исходя из этого в дальнейших исследованиях соотношение $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{Et}_2\text{NH}$ при получении сульфата калия находилось в вышеуказанных интервалах ($0,2 \div 0,35$). Изменение pH системы зависит от значения pH исходных компонентов (Et_2NH – 13,25 и H_2SO_4 – 0,1) и образования новых соединений. Из рисунка 1 видно, что при увеличении соотношения $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{Et}_2\text{NH}$ с 0,12 до 0,5 значение RN системы резко уменьшается, при последующем увеличении соотношения оно постепенно уменьшается, то есть это показывает начало образования гидратов диэтиламин сульфатов. При взаимодействии Et_2NH с серной кислотой протекают химические реакции. Полученные данные показывают, что первые три пробы образуют водородную, а четвертая - водородную и донор-акцепторную связь.

Полученные экспериментальные данные подтверждены ИК-спектроскопическими и общеизвестными методами анализа аналитической химии.

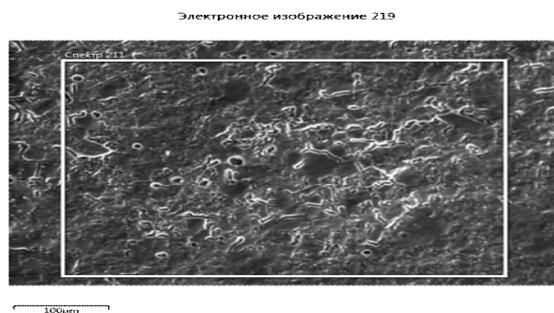
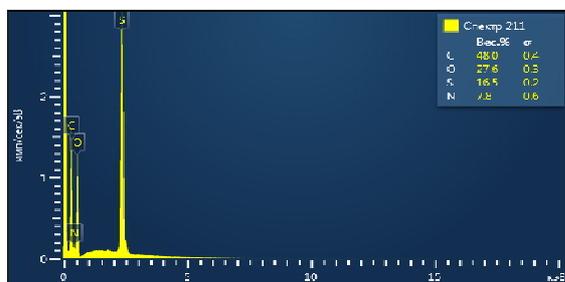
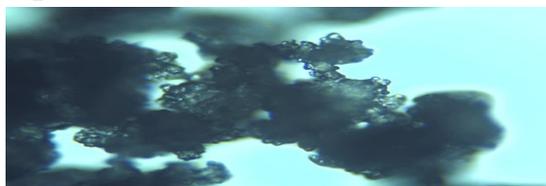


Рис. 2 Энергодисперсионный спектр образца - 4



а



б

Рис.3 Микрофотография образца – 4. а-40 раз.,б-100 раз.

Таблица 1

Результаты термообработки образцов

№	Температура, С	Вид образцов после термообработка	Масса ост., %	Потеря, %	Примечания
1	87		93,38	6,62	Жидкая беловатый
2	194,6		72,76	27,24	Жидкая каричнова
3	283		34,76	65,23	Густая черная
4	308		12,23	87,77	Кашаобразная сырая
5	328,7		10,86	89,14	Твердая черная

Как отмечено, что в изученных интервалах варьирования соотношение $\text{Et}_2\text{NH}:\text{H}_2\text{SO}_4$ в пробах образуют белый кристаллический порошок с коричневым оттенком. Как показывают исследования термической устойчивости пробы, полученные данные определяли приборами STA RT 1600 синхрон термоанализатором. На ДСК имеются пять эндоэффектов при температуре 87,0; 194,6; 283,0; 308,0; 328,7°C, потеря масса составляет 0,62; 20,62; 37,99; 22,54 и 1,37% соответственно (табл. 1). Как показывают ЭДС проба получения при 328,7°C соотношения (C/N):(N/S), изменяется от 3,0, 4,17 и 0,72 исходной до-1,76, 7,97 и 0,22 соответственно.

Электронное изображение 220

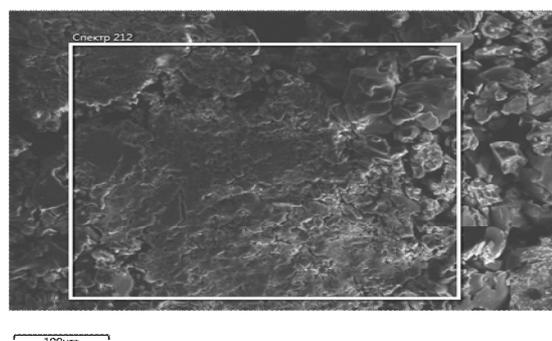
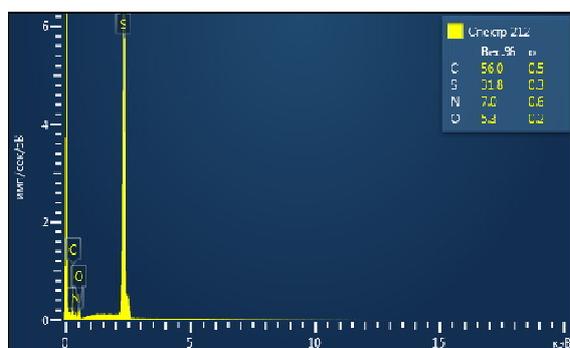


Рис. 4. Энергодисперсионный спектр образца - 5

Это показывает, что легко летучим является азотное соединение, среднелетучим углеродное соединение и малолетучим сернистое соединение. Из полученных смесей $\text{Et}_2\text{NH}-\text{H}_2\text{SO}_4$ приготовили растворы с концентрацией от 5 до 98,8 % с шагом 5 и 10 %. Изучали плотность, вязкость, показатель преломления и pH растворов в зависимости от соотношения $\text{Et}_2\text{NH}:\text{H}_2\text{SO}_4$, концентрации и температуры.

Экспериментальные данные (номограмма 5) показали, что pH системы в изученных интервалах варьирования технологических входных параметров колеблется в пределах от 0,00 до 9,75, а с увеличением соотношения $\text{Et}_2\text{NH}:\text{H}_2\text{SO}_4$ pH системы повышается от 0,78 до 1,19; 1,93 и 8,93.

Необходимо отметить, что у всех проб смеси с повышением концентрации раствора изменение рН переходит через минимум при определенных концентрациях раствора. Соответственно 0,00 на 50% в соотношении 1:3, 0,39 при 70% в соотношении 1:1, 1,62 при 40% в соотношении 1,5:1 и в соотношении 3:1 при 40% 8,17, при увеличении отношения $\text{Et}_2\text{NH}:\text{H}_2\text{SO}_4$ в концентрациях растворов наименьшее значение рН увеличивается с 0,00 до 8,17.

Необходимо отметить, что с повышением концентрации изменение рН раствора переходит через минимум значений минимум концентрации изменятся по линии $a^1 a_1^1$. В интервалах соотношений $\text{Et}_2\text{NH}:\text{H}_2\text{SO}_4 = 1:3-1,5:1$ минимум концентрации находится в интервалах 30-60% концентрации. Это объясняется гидролизом соли $(\text{Et}_2\text{NH})_2\text{SO}_4$, образованная из сильной кислоты и слабой щелочи.

Данная номограмма позволяет определить соотношение $\text{Et}_2\text{NH}:\text{H}_2\text{SO}_4$ системы с определением рН и плотности системы, рН который измеряется рН метром, а плотность-ареометром. В зависимости от концентрации и плотности системы определяли рН. Исходя из этого вытекает, что для анализа химического состава системы $\text{Et}_2\text{NH}-\text{H}_2\text{SO}_4-\text{H}_2\text{O}$ необходимо построить номограммы показывающие реологические свойства системы в зависимости от соотношения $\text{Et}_2\text{NH}:\text{H}_2\text{SO}_4$ и их концентрации. Полученные данные по определению физико-химических свойств системы $\text{Et}_2\text{NH}-\text{H}_2\text{SO}_4-\text{H}_2\text{O}$, в частности светопреломления, плотности и вязкости изображены в виде номограмм.

Также на основе лабораторных данных путем наименьших квадратов в компьютере введено следующее математическое уравнение для определения плотности системы $\text{Et}_2\text{NH}-\text{H}_2\text{SO}_4-\text{H}_2\text{O}$ в зависимости от входных технологических параметров: $\rho = at^{b1}C^{c1}$ (1); $\eta = at^{b2}C^{c2}$ (2)

где t-температура; C-концентрация; a,b,c-коэффициенты

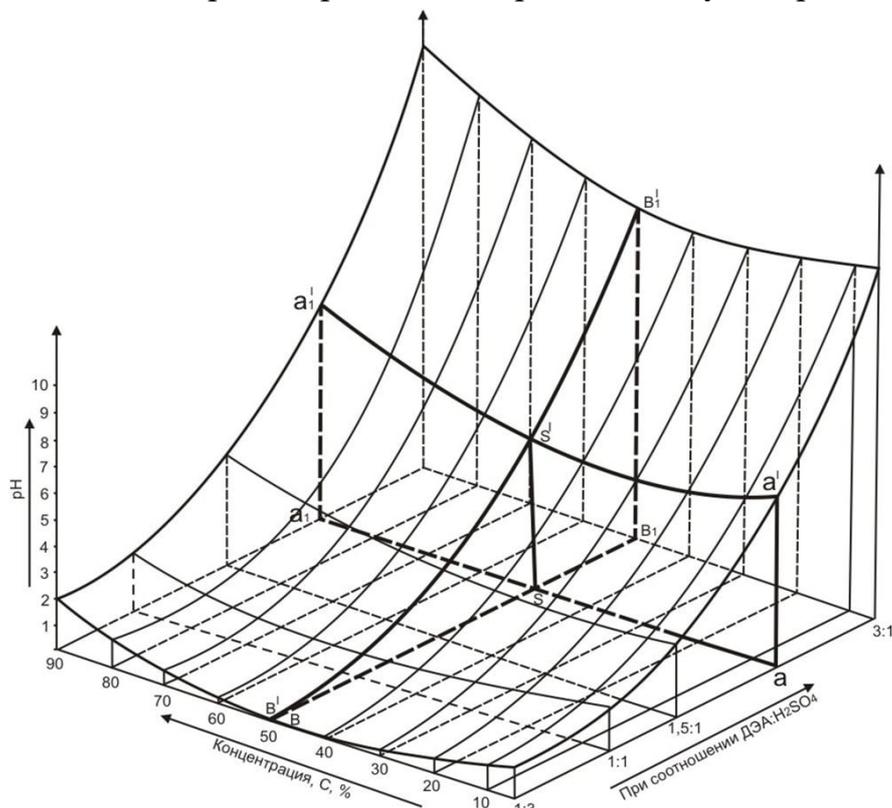


Рис. 5. Номограмма определения соотношения $\text{Et}_2\text{NH}:\text{H}_2\text{SO}_4$ в системе измерением рН и концентрации раствора

Таблица 2

Значение коэффициента уравнения $\rho = at^{b1}C^{c1}$ и $\eta = at^{b2}C^{c2}$

№	Норма H ₂ SO ₄ , %	Значение коэфф. ρ			№	Норма H ₂ SO ₄ , %	Значение коэфф. η		
		a	b	c			a	b	c
1	25,31	963	-0.01464	0.0469	1	25,31	1,49	-0,10693	0,08853
2	50,61	957	-0.01932	0.0560	2	50,61	1,47	-0,11020	0,08899
3	75,91	936	-0.01954	0.0678	3	75,91	1,45	-0,11028	0,08913
4	99.19	930	-0.02000	0.0752	4	99.19	1,43	-0,11111	0,09124

В таблице 2 даны значения уравнения (1) и (2) в зависимости от соотношения Et₂NH:H₂SO₄ и концентрации раствора. Погрешность уравнения не превышает $\pm 1,5\%$. Как показали данные исследования серная кислота с ДЭА образуют среднюю соль (Et₂NH)₂SO₄, которая при взаимодействии его с хлоридом калия сразу образуют среднюю соль сульфата калия (K₂SO₄). На основе ниже приведенной обменной реакции: ((C₂H₅)₂NH)₂SO₄ + 2KCl → K₂SO₄ + 2(C₂H₅)₂NH₂Cl

А также из литературы известно, что на технологические стадии влияет комбинация подачи исходных реагентов на реакционную зону.

Однако в литературе отсутствуют данные о влиянии последовательности подачи исходных реагентов на технологические параметры на отдельной стадии процесса получения сульфата калия сернокислотной конверсией хлорида калия в присутствии диэтиламина.

Норма исходных компонентов была принята стехиометрической по ниже приведенной реакции:



Таблица 3

Влияние порядок подачи исходных реагентов на параметры процесса получения сульфата калия

Образцы	Порядок подачи исходных компонентов				Соотношения Ж:Т В реакционной массы	Влажность осадка	Скорость фильтрации, кг/м ² *ч		Выход, %
	Et ₂ NH	H ₂ SO ₄	KCl	H ₂ O			По твердой фазе	По жидкой фазе	
1	4	3	2	1	4.83:1	14,13	1355.3	6546.6	46,09
2	3	2	4	1	7.41:1	19,40	931.3	6898.7	29,79
3	2	3	4	1	3.39:1	27,88	2039.7	6911.3	54,65
4	3	4	2	1	3.69:1	17,24	1929.8	7486.9	59,52

Полученные данные показали, что наилучшие показатели по выходу продукта и скорости фильтрации были достигнуты в третьем и четвертом вариантах (табл.3). Установлено, что при изученных нормах исходных компонентов, наилучшие техноаналитические показатели достигаются при следующей последовательности подачи исходных компонентов: вода, хлорид калия, диэтиламин и серная кислота

Таблица 4

Влияние технологических параметров на сернокислотную конверсию хлорида калия в присутствии диэтиламина.

№	соотношение Et ₂ NH:H ₂ SO ₄ : KCl: H ₂ O				Соотнош ение, Ж:Т	Скорость фильтрации, кг/м ² *ч		Плотность г/см ³ при температу ре 20°С	Относитель ные выход, %
	Т.Ф.		Ж.Ф.						
1	1,00	0,23	1,00	7,23	3,64:1	714,0	2598,8	1,010	60,00
2	1,00	0,46	1,00	7,23	2,98:1	4365,5	13013,8	1,030	72,87
3	1,00	0,53	1,00	7,23	2,91:1	2296,7	6685,6	1,048	83,90
4	1,00	0,610	1,00	7,23	2,68:1	2332,5	6255,8	1,050	90,00
5	1,00	0,685	1,00	7,23	3,19:1	4196,2	13392,3	1,070	84,02
6	1,00	0,91	1,00	7,23	3,78:1	3897,3	14730,8	1,090	78,27
7	1,00	0,46	0,80	7,23	3,03:1	939,5	2848,3	1,030	95,83
8	1,00	0,46	1,00	7,23	2,98:1	4365,5	13013,8	1,090	72,87
9	1,00	0,46	1,20	7,23	2,39:1	5552,7	13271,5	1,035	79,31
10	1,00	0,61	1,00	6,67	2,94:1	2865,3	8438,9	1,075	83,90
11	1,00	0,61	1,00	7,23	2,68:1	2332,5	6255,8	1,050	90,00
12	1,00	0,61	1,00	7,78	3,13:1	2339,9	7325,3	1,053	76,55
13	1,00	0,685	0,80	7,23	3,79:1	1276,5	4844,8	1,085	83,47
14	1,00	0,685	1,00	7,23	3,19:1	4196,2	13392,3	1,070	84,02

В результате образуется средняя соль сульфата калия – K₂SO₄. Изучено массовое соотношение концентрации серной кислоты, исходных компонентов Et₂NH:H₂SO₄:KCl:H₂O 1:(0,5-2,0):(0,8-1,2):(1,2-1,4). Процесс получения сульфата калия сернокислотной конверсией хлорида калия проводили при температуре 70°С и продолжительности процесса 20 минут (табл.4). Опыты проводили в трех горловом стеклянном реакторе снабженной перемешивающим устройством.

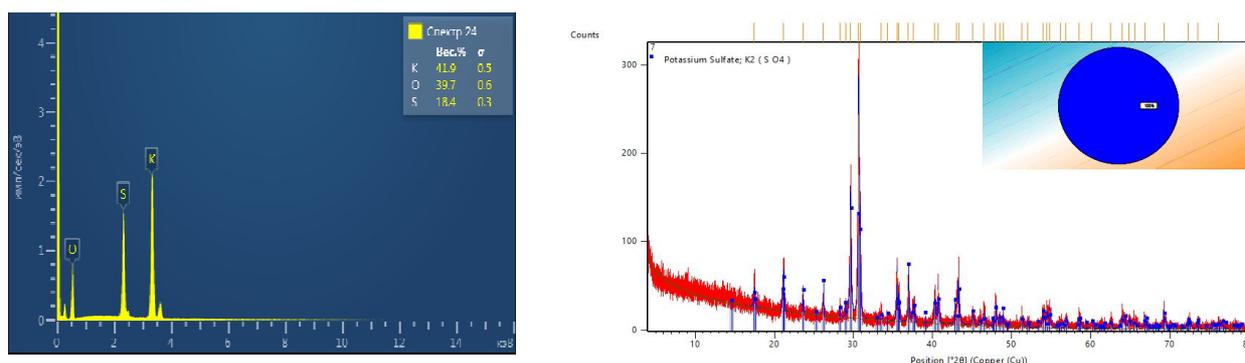


Рис. 6. Рентген и энергодисперсионный спектр образца - 7

После подачи воды, хлорида калия и диэтиламина, постепенно дозировали расчетное количество серной кислоты в течении 20 мин. После дозировки температура реакционной массы достигала 70-73°С, и в течении 20 мин понизилась всего на 2-4°С. После завершения процесса взаимодействия, реакционную массу охладили до 20°С в течении 60 мин. Далее образовавшую суспензию фильтровали под вакуумом при остаточном давлении 0,6 ат, с фиксированием продолжительности фильтрации и

промывкой осадка с насыщенным раствором сульфата калия (НРСК) соотношение НРСК:осадок равен 1:1.

Входные параметры варьировали в интервалах 50-93% (концентрация серной кислоты) соотношение начальных материалов $\text{Et}_2\text{NH}:\text{H}_2\text{SO}_4:\text{KCl}:\text{H}_2\text{O}$ равно 1:(0,5-2,0):(0,8-1,2):(1,2-1,4). Как показали анализы, маточный раствор состоит из следующих компонентов, масс % (таблица 5). 99% (Et_2NH) в маточном растворе находится в свободной Et_2NH в виде сульфатов $(\text{Et}_2\text{NH}_2)_2\text{SO}_4$ и хлоридов $\text{Et}_2\text{NH}_2\text{HCl}$, который устойчив при упарке маточного раствора.

Таблица 5

Химический состав жидких фаз

Норма	SO_4^{-2} , %	Cl^- , %	K^+ , %	Et_2NH , %	H_2O , %
100	2,94	11,97	0,58	29,57	55,04

В таблице 7 представлены экспериментальные данные по определению влияния степени упарки фильтрата производства сульфата калия на температуру кипения, скорость фильтрации по жидкой и твердой фазам, влажность твердой фазы, содержание твердой фазы относительно исходной массы фильтрата и степень конденсации газовой фазы относительно упаренной массы. Как показывает рентгенограмма (рис.6), при степени упарки 10, 20% выпадает сначала сульфат калия и далее начинает кристаллизоваться хлорид калия, а при более 40% увеличивается содержание диэтиламина сульфата в осадок.

Таблица 6

Влияние степени упарки на основные физические свойства маточного фильтрата

№	Степень упарки, %	Температура кипения, °С	Скорость фильтрации, кг/м ² *ч		Влажность твердой фазы, %	Содержание тв. фазы относительно исходной массы фильтрата, %	Степень конденсации газовой фазы относительно упаренной массы, %
			Ж.Ф.	Т.Ф.			
1	10	100	7069,0	37,15	10,02	0,360	10
2	20	102	6577,0	87,69	13,23	0,915	20
3	40	105	2485,7	105,05	16,50	1,385	40
4	45	107	1472,7	260,65	19,69	8,650	45

Исходя из вышеизложенных вытекает, что при упарке маточного раствора до 40% относительно исходного маточного раствора можно отделять 1,385% твердой фазы, состоящей из хлоридов и сульфатов калия. Это показывает увеличение выхода продукта на 2,79%, а суммарный выход достигает более 98,5%. Полученный упаренный фильтрат второй маточный раствор (ВМР) после упарки свободный Et_2NH содержит $\text{Et}_2\text{NH}\cdot\text{HCl}$ и $(\text{Et}_2\text{NH}_2)_2\text{SO}_4$ 53,22 и 24,17 соответственно, а остальное вода.

Для регенерации Et_2NH добавляли 15 %-ное известковое молоко (ИМ) в соотношении ВМР:ИМ=1:2.

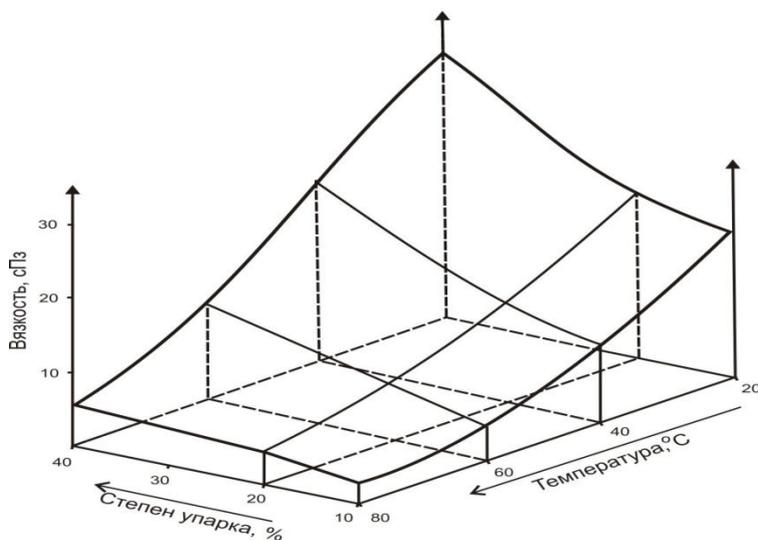
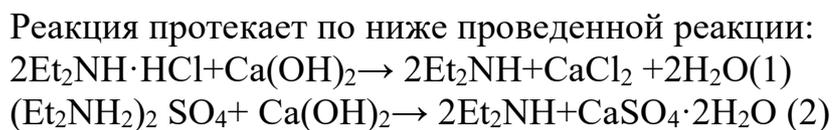


Рис.7. Номограмма определения вязкости упаренного маточного раствора в зависимости от технологических параметров

Как показали исследования при 90° в течении 30 минут общая потеря массы составляет 20%. При конденсации получается более 90%-ного Et₂NH, который возвращается на начало процесса конверсии хлорида калия с серной кислотой. Также образуется суспензия, содержащая твердый дигидросульфат кальция (гипс) и жидкую фазу раствор хлорида кальция.

Соотношение Ж:Т составляет 14,5:1, а содержание хлорида кальция в жидкой фазе составляет 11,53%. Как показал рентгенофазовый анализ твердая фаза состоит из дигидросульфата кальция. После отделения и промывки получается чистый гипс и раствор хлорида кальция, который предлагается использовать в качестве добавки в производстве строительных материалов.

В четвертой главе диссертации «Исследование кинетики процесса сернокислотной конверсия хлорида калия и отработка технологии получения сульфата калия на модельной установке» приведены результаты изучения кинетических данных процесса сернокислотной конверсии хлорида калия в присутствии ДЭА; отработка технологических параметров предложенной технологии на модельной установке СП АО «Электрохимзавод», нормы технологического режима, описание предложенной технологии и технико-экономические расчеты о целесообразности внедрения предложенной технологии. Изучена кинетика процесса конверсии при оптимальных условиях и рассчитаны кинетические параметры процесса конверсии.

С целью повышения выхода продукта – сульфата калия изучались кинетические закономерности процесса конверсии хлорида калия серной кислотой в присутствии диэтиламина и температурном интервале 30-60°С. Продолжительность конверсии была 60 минут. Как показали исследования данная реакция эндотермическое обратное. С повышением температуры более 60°С и продолжительности процесса более 5 минут скорость

оборотной реакции повышается. Поэтому оптимальной температурой является 60°C, а продолжительность не более 5 минут. Константы скорости реакции, являющиеся реакцией первого порядка, определяли в соответствии с экспериментальными данными и по формуле для химической реакции первого порядка: $K = \frac{1}{\tau} \ln \frac{a}{a-x}$ (табл. 7).

Согласно правилу Вант-Гоффа с каждым ростом температуры на 10°C,

Таблица 7

Кинетические параметры процесса конверсии

№	Температура, °С	K, мин ⁻¹	ln K	1/T	E, ккал/моль
1	45	0,8940	-0,112	0,00314	$-tg\alpha = \frac{E_A}{R}$ $E_A = (-tg\alpha) * R =$ $(-tg\alpha 115) * 8,31 = 17,82$
2	57	0,8708	-0,1383	0,00303	
3	60	0,8650	-0,145	0,00300	

скорость химической реакции возрастает в два – четыре раза. В наших исследованиях установлено, что в температурном интервале 30-60°C увеличение скорости химической реакции происходит в 2,77 раза. С повышением температуры до 57-60°C скорость реакции возрастает в 1,205 раза. Из этого следует, что увеличение температуры исследуемой реакции более 60°C является нецелесообразным как с кинетической, так и с энергетической точки зрения

Проведенные графические построения и математические расчеты позволили установить значение энергии активации химической реакции разложения хлористого калия H₂SO₄ в присутствии диэтиламина, которая оказалась равна E=17,82 ккал/моль.

С целью разработки технологической схемы получения сульфата калия конверсионным способом были проведены опытные испытания на модельной лабораторной установке в пределах технологических параметров исследований, проведенных в лабораторных условиях. Исходными материалами для получения сульфата калия являлись хлорид калия продукт АО «Дехканабадский калийный завод», серная кислота – продукт Алмалыкского горно-металлургического завода и диэтиламин – продукт российского производства.

Технологический процесс опытных испытаний получения сульфата калия состоял из следующих технологических стадий:

конверсия хлорида калия с серной кислотой в присутствии диэтиламина; фильтрация и промывка твердой фазы и реакционной массы; сушка влажного сульфата калия; двухстадийная дистилляция маточного раствора, с циркуляцией не прореагировавшего хлорида калия и регенерации диэтиламина известковым молоком.

После определения оптимальных технологических параметров на модельной установке проводили опытно-промышленные испытания разработанной технология в условиях СП АО «Электрохимзавод». В итоге

испытания на модельной лабораторной установке получено 200,0 кг продукта сульфата калия.

Разработанная технология успешно прошла апробацию на СП АО «Электрохимзавод» 2022 г. (АКТ прилагается) и принята к внедрению. На основании лабораторных исследований и отработки на модельной установке предложена принципиальная технологическая схема (рис.8).

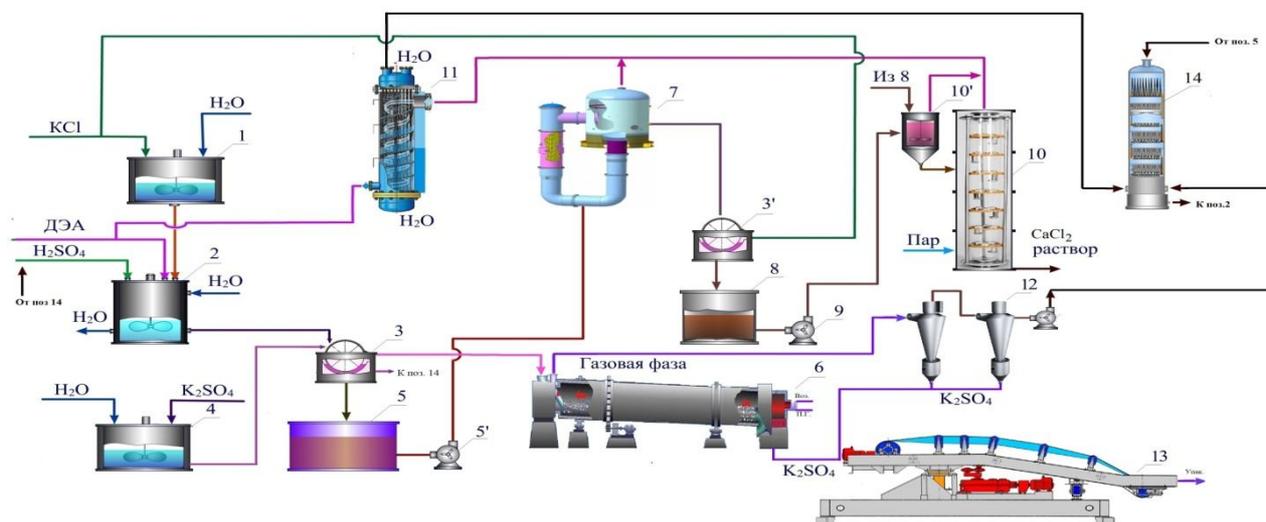


Рис. 8. Принципиальная технологическая схема получения K_2SO_4 с применением ДЭА

1 –растворитель KCl; 2 - реактор конверсии; 3 – барабанный фильтр; 4 – промывной раствор; 5 – сборник первого маточного раствора; 6 – барабанная сушилка; 7 – выпарной аппарат; 8 – сборник второго маточного раствора; 5' – 9 – насосы; 10 – ректификактор; 10' – смеситель; 11 – конденсатор; 12-циклон; 13-транспортер; 14-абсорбер

Принципиальное отличие разработанной технологической схемы от действующей в том, что после фильтрации предусмотрена упарка фильтрата, благодаря чему в осадок уходят кристаллы непрореагировавшего хлорида калия, который подлежит возврату в голову процесса, а раствор, очищенный от хлорида калия направляется на дистилляцию.

При определении стоимости сырьевых материалов были приняты биржевые цены (info@stroyka.uz). Расчётами установлено, что себестоимость 1 т сульфата калия с учетом сырьевых затрат по разработанной технологии составляет 6 259 595 сум, а в данное время настоящая стоимость 1 т сульфата калия на бирже составляет 11.000.000 сум, т.е. дороже, чем по предлагаемому способу. По разработанной технологии производства сульфата калия производительностью 20000 т/год годовая экономическая прибыль составляет:

$$П=(C_0-C)*M=(11000000-6259595)*20000=94\ 808\ 100 \text{ тыс. сум}$$

Таким образом, годовая рентабельность составляет $R=П/C_0*M*100=94808100000/11000000*20000*100=43,09\%$.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Проведён литературный обзор по получению сульфата калия, а также проделан анализ по получению калийных удобрений. На основании проведенного анализа определена цель и задачи исследований.

2. Проведенными исследованиями процесса H_2SO_4 ной конверсии KCl в присутствии ДЭА установлено, что рН системы $Et_2NH-H_2SO_4-H_2O$ колеблется в интервалах 0,78-13,25. Показано, что в интервалах соотношений $Et_2NH:H_2SO_4=1:0,2\div 0,35$ рН система составляет $6,0\div 10,0$ соответствуют для H_2SO_4 ной конверсии KCl . Характер химической связи за исключением соотношении $Et_2NH:H_2SO_4 = 3:1$, кроме водородной наблюдается и донор – акцепторная связь.

3. В изученных интервалах варьирования технологических параметров оптимальным соотношением исходных компонентов $Et_2NH:H_2SO_4:KCl:H_2O$, являются $1:(0,46:0,61):(0,80:1,20):(7,23-7,78)$, а концентрация серной кислоты равно 81-93%, при этом выход сульфата калия составляет 79,31- 91,8%, содержание K^+ и SO_4^{2-} в маточном растворе равно 0,58:1,6 и 0,25:2,94% соответственно.

4. Проведенные графические построения и математические расчеты позволили установить значение энергии активации химической реакции конверсией хлорида калия серной кислотой в присутствии диэтиламина, которая оказалась равна $E=17,82$ ккал/моль

5. Проведен сернокислотный сравнительный анализ процессов упарки фильтратов, образующихся после конверсии KCl в присутствии ДЭА, и двухстадийная дистилляция маточных растворов. Доказано, что с технологической и экономической точки зрения эффективно упаривать фильтрат, образующийся после конверсии. Полученные данные позволяют считать оптимальными следующие технологические параметры отгонки ДЭА известковым молоком: концентрация и норма ИМ – 15 и 150 % соответственно, степень регенерации ДЭА составляет не менее 96%, а засчет циркуляции не прореагерующий KCl его коэффициент использования достигает более 90%.

6. Результаты опытных испытаний на лабораторной модельной установке позволили разработать технологическую схему производства сульфата калия из KCl , H_2SO_4 и ДЭА. Показана возможность производства K_2SO_4 с 86-97% -ным извлечением калия в готовый продукт.

7. Разработанная технология успешно прошла апробацию на ОО «Электрохимзавод» 2022 г. (АКТ прилагается) и принята к внедрению. На основании лабораторных исследований и отработки на модельной установке предложена принципиальная технологическая схема.

8. Расчеты показали, что с учетом затрат на производство и сырьевые материалы себестоимость 1 т K_2SO_4 по предложенной технологии составляет 6259595 сум, а в настоящее время себестоимость 1 т K_2SO_4 , произведенного по другими способам в 1,7-1,9 раза дороже.

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

TASHKENT CHEMIKAL-TECHNOLOGICAL INSTITUTE

ESHMETOVA DILAFRUZ ZUKHRIDDINOVNA

**IMPROVING THE TECHNOLOGY OF OBTAINING POTASSIUM
SULFATE BASED ON POTASSIUM MINERALS**

02.00.13 – Technology of inorganic substances and materials on their basis

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

Nukus – 2023

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 B2020.2.PhD/T1721.

Dissertation was carried out at Tashkent institute of chemical technology.

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

Research supervisors: **Djandullayeva Munavvara Saparbayevna**
doctor of philosophy (PhD) in technical sciences

Official opponents: **Nurmurodov Tulkin Isamurodovich**
doctor of technical science, associate professor

Kaipbergenov Atabek Tulepbergenovich
doctor of technical science, professor

Leading organization: **Namangan Engineering Technological Institute**

The defense will take place “ 03 ” October 2023 at 10⁰⁰ o'clock at the meeting of scientific council No. PhD.03/30.12.2019.T.20.03 at Karakalpak State university (Address: 230112, Nukus, Ch.Abdirov street, 1. Tel.: (+99 861) 223-60-47, fax: (+99 861) 223-60-78, e-mail: karsu_info@edu.uz

The dissertation can be looked through in the Information Resource Centre of the Karakalpak State university (registered with №154). Address: 230112, Nukus, Ch.Abdirov street, 1. Tel.: (+99 861) 223-60-47.

The abstract of dissertation has been distribudet on “12” september 2023 y.
(mailing report at the register № 1 from “12” september 2023 y.

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

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

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

INTRODUCTION (abstract of PhD thesis)

The aim of the research work The aim is to create the theoretical foundations and technology for the production of potassium sulfate by sulfuric acid conversion of potassium chloride obtained from the silvinite of the Tyubegatan deposit, in the presence of diethylamine (DEA).

The object of the study is potassium chloride obtained from the silvinite of the Tyubegatan deposit, diethylamine, potassium sulfate, sulfuric acid, diethylamine hydrochloride, diethylamine hydrosulfate.

The scientific novelty of dissertational research consists in the following:

optimal conditions for the formation of $(\text{Et}_2\text{NH}_2)_2\text{SO}_4$ have been identified based on the analysis of the obtained experimental values of the DEA- H_2SO_4 - H_2O system with changes in technological parameters in a wide range and their physicochemical properties have been studied;

for the first time, the interdependence of technological factors on the processes of potassium sulfate production, conversion, filtration, evaporation, DEA regeneration and drying of the finished product has been established;

the optimal conditions for the process of evaporating mother liquor formed during the sulfuric acid conversion of potassium chloride in the presence of DEA and distillation of DEA from mother liquor in the presence of lime milk have been determined;

the mineralogical composition of the solid phase has been studied and the dependence of the rheological properties of intermediate pulps and solutions on technological parameters has been substantiated;

the physicochemical and commercial properties of potassium sulfate were determined and an improved technological scheme for obtaining potassium sulfate by sulfuric acid conversion of potassium chloride in the presence of DEA was developed;

the kinetics of conversion is studied and the influence of the main parameters of the process is determined;

the scheme of chemistry explaining the acceleration of the reaction due to the introduction of sulfuric acid or DEA into the system is substantiated.

Implementation of research results. Based on the results obtained to improve the technology for obtaining potassium sulfate based on potassium minerals:

the technology for obtaining potassium sulfate by the amine method based on KCl obtained from the Tyubegatan silvinite deposit is included in the list of promising developments of the joint venture JSC "Elektrokimezavod" for 2022-2024 (Reference No. 18 of the joint venture JSC "Elektrokimezavod" dated 04/14/2024, 2022). As a result, it was possible to obtain potassium sulfate at low temperatures and at a reduced price;

the technology for obtaining potassium sulfate has been put into practice at the joint venture of JSC "Elektrochemzavod" Reference No. 18 of the joint venture of JSC "Elektrokimezavod" dated 04/14/2024, 2022). As a result, an opportunity has been created to expand the composition of compounds important for the national economy and thereby obtain one of the main raw materials for the production of mineral fertilizers.

The structure and volume of the thesis. The dissertation consists of an introduction, four chapters, a conclusion, a list of references, applications. The volume of the dissertation is 107 pages.

ЭЪЛОН ҚИЛИНГАН ИШЛАР РЎЙХАТИ
СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ
LIST OF PUBLISHED WORKS

I бўлим (I часть, I part)

1. Эшметова Д.З., Бобокулов А.Н., А.У.Эркаев, З.К.Тоиров., Джандуллаева М.С. Изучение процесса конверсии хлорида калия в присутствии диэтиламина // UNIVERSUM:ТЕХНИЧЕСКИЕ НАУКИ, № 2(83), 77-82 ст. Москва-2021г. (02.00.00, №1)
2. Эшметова Д.З, А.У.Эркаев, Джандуллаева М., Бобокулов А.Н., Тоиров З.К. Исследования процесса получения сульфата калия сернокислотной конверсией хлорида калия в присутствии диэтиламина // Universum: химия и биология. № 9(87), 57-61 ст. Москва-2021г. (02.00.00, №2)
3. Эшметова Д.З, А.У.Эркаев, Джандуллаева М., Бобокулов А.Н. Изучение некоторых физико–химических свойств системы $\text{Et}_2\text{NH}-\text{H}_2\text{SO}_4-\text{H}_2\text{O}$ // Узбекский Научно технический и производственный журнал «Композиционные материалы», №2/2022, 27-30 ст. (02.00.00, №4)
4. Eshmetova D.Z., Bobokulov A.N., A.U.Erkaev, Z.K.Toirov., Djandullaeva M.S. Study of the process of potassium chloride conversion in the presence of diethylamine // Annals of the Romanian Society for Cell Biology Volume 25, Issue 4, 2021, Pages 5375-5386,

II бўлим (II часть, II part)

5. Эшметова Д.З., Джандуллаева М.С., Бобокулов А.Н., Шатило В.И., Тоиров З.К., Эркаев А.У. Исследование процесса получения сульфата калия сернокислотной конверсией хлорида калия в присутствии диэтиламина // Международная научно-техническая конференция молодых ученых «Инновационные материалы и технологии – 2021» г. Минск, Республика Беларусь 19-21 января 2021 г.
6. Эшметова Д.З., Джандуллаева М.С., Эркаев А.У., Бобокулов А.Н. Физико-химические исследование влияния этиламина на процесс конверсии хлорида калия «Умидли кимёгарлар-2021» Ёш олимлар, магистрантлар ва бакалавриат талабаларини ХХХ- илмий- техникавий анжуманининг мақолалар тўплами, Тошкент- 2021 й.
7. Эшметова Д.З., Джандуллаева М.С., Эркаев А.У., Ҳазратова Ш., Бобокулов А.Н. Исследование реологических свойств суспензии и жидкой фазы при получении сульфата калия // «Умидли кимёгарлар-2021» Ёш олимлар, магистрантлар ва бакалавриат талабаларини ХХХ- илмий- техникавий анжуманининг мақолалар тўплами, Тошкент- 2021 й.
8. Eshmetova D.Z., Bobokulov A.N., A.U.Erkaev, Z.K.Toirov., Djandullaeva M.S. Study of the process of potassium chloride conversion in the presence of diethylamine “Металлорганик юқори молекулали бирикмалар

соҳасидаги долзарб муаммоларнинг инновацион ечимлари” Халқаро илмий-амалий конференция Ўзбекистон Республикаси Тошкент ш. 28 май 2021 йил

9. Эшметова Д.З., Бобокулов А.Н., А.У.Эркаев, З.К.Тоиров., Камбаров А. Теоретический анализ процесса упарки маточных растворов производстве бикарбоната калия аминными способами // «Инновационные технологии в химической и строительной отраслях промышленности и решение актуальных экологических проблем» 23-24 ноября 2021

10. Эшметова Д.З., Эркаев А.У., Тоиров З.К., Бобокулов А.Н., Туракулов Б.Б., Дормешкин О.Б. Изучение некоторых физико-химических свойств системы $\text{Et}_2\text{NH}-\text{H}_2\text{SO}_4-\text{H}_2\text{O}$ //Материалы докладов 86-й научно-технической конференции профессорско-преподавательского состава, научных сотрудников и аспирантов 31 января – 12 февраля 2022 года. Минск 2022

11. Eshmetova D.Z., Bobokulov A.N., A.U.Erkaev, Z.K.Toirov., Kambarov A. Research of evaporation process of mother liquor in the production of potassium bicarbonate by amine methods// *International Journal of Early Childhood Special Education (INT-JECS)*ISSN: 1308-5581 Vol 14, Issue 04 2022 DOI: 10.9756/INT-JECSE/V14I4.69

12. Эшметова Д.З., Бобокулов А.Н., А.У.Эркаев, З.К.Тоиров., Камбаров А. Исследование процесса выпарки маточных растворов в производстве бикарбоната калия аминными способами.// ЭURASIAN JOURNAL OF ACADEMIC RESEARCH Volume 2 Issue 6, June 2022 ISSN 2181-2020 Page 402-407 doi.org/10.5281/zenodo.6636066

Автореферат “Ўзбекистон кимё журналі” таҳририяида таҳрирдан
ўтказилди.

Бичими 60x84¹/₁₆. Рақамли босма усули. Times гарнитураси.
Шартли босма табағи: 3,5. Адади 100. Буюртма № 95.

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

