

**UMUMIY VA NOORGANIK KIMYO INSTITUTI HUZURIDAGI ILMIY
DARAJALAR BERUVCHI DSc.02/05.05.2023.K/T.35.02
RAQAMLI ILMIY KENGASH**

TOSHKENT KIMYO TEXNOLOGIYA INSTITUTI

NASRIDINOV A'ZAMJON UMARALIYEVICH

**MARKAZIY QIZILQUM FOSFORITI, KALSIY KARBONAT VA AMMIK
ASOSIDA MINERAL QO'SHIMCHALAR, OZUQABOP
KALSIYAMMONIYFOSFAT OLISH TEXNOLOGIYASINI ISHLAB
CHIQUVSH**

02.00.13 – Noorganik moddalar va ular asosidagi materiallar texnologiyasi

**TEXNIKA FANLARI BO'YICHA FALSAFA DOKTORI (PhD)
DISSERTATSIYASI AVTOREFERATI**

TOSHKENT – 2024

Falsafa doktori (PhD) dissertatsiyasi avtoreferati mundarijasi

Оглавление автореферата диссертации доктора философии (PhD)

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

Nasridinov A‘zamjon Umaraliyevich

Markaziy Qizilqum fosforiti, kalsiy karbonat va ammiak asosida mineral qo‘shimlar, ozuqabop kalsiyammoniyfosfat olish texnologiyasini ishlab chiqish 3

Насридинов Аъзамжон Умаралиевич

Разработка технологии получения минеральных добавок, кормового кальцийаммонийфосфата на основе карбоната кальция, аммиака и фосфоритов Центральных Кызылкумов 21

Nasridinov A‘zamjon Umaralievich

Development of technology for producing mineral additives, feed calcium ammonium phosphate based on calcium carbonate, ammonia and phosphorites of Central Kyzylkum 39

E‘lon qilingan ishlar ro‘uxati

Список опубликованных работ

List of published works..... 43

**UMUMIY VA NOORGANIK KIMYO INSTITUTI HUZURIDAGI ILMIY
DARAJALAR BERUVCHI DSc.02/05.05.2023.K/T.35.02
RAQAMLI ILMIY KENGASH**

TOSHKENT KIMYO TEXNOLOGIYA INSTITUTI

NASRIDINOV A'ZAMJON UMARALIYEVICH

**MARKAZIY QIZILQUM FOSFORITI, KALSIY KARBONAT VA AMMIK
ASOSIDA MINERAL QO'SHIMCHALAR, OZUQABOP
KALSIYAMMONIYFOSFAT OLISH TEXNOLOGIYASINI ISHLAB
CHIQUVSH**

02.00.13 – Noorganik moddalar va ular asosidagi materiallar texnologiyasi

**TEXNIKA FANLARI BO'YICHA FALSAFA DOKTORI (PhD)
DISSERTATSIYASI AVTOREFERATI**

TOSHKENT – 2024

Falsafa doktori (PhD) dissertatsiyasi mavzusi Oliy ta'lim, fan va innovatsiyalar vazirligi huzuridagi Oliy attestatsiya komissiyasida B2023.2.PHD/T3579 raqam bilan ro'yxatga olingan.

Dissertatsiya Toshkent kimyo-texnologiya institutida bajarilgan.

Dissertatsiya avtoreferati uch tilda (o'zbek, rus, ingliz (rezyume)) Ilmiy kengash veb-sahifasida (www.ionx.uz) va «ZiyoNet» axborot-ta'lim portalida (www.ziynet.uz) joylashtirilgan.

Ilmiy rahbar:

Mirzaqulov Xoltura Choriyevich
texnika fanlari doktori, professor

Rasmiy opponentlar:

Seytnazarov Atanazar Reytnazarovich
texnika fanlari doktori, professor

Sultonov Boxodir Elbekovich
texnika fanlari doktori, professor

Yetakchi tashkilot

Farg'ona politexnika instituti

Dissertatsiya himoyasi Umumiy va noorganik kimyo instituti huzuridagi DSc.02/05.05.2023.K/T.35.02 raqamli Ilmiy kengashning «12» iyul 2024 yil soat 14⁰⁰dagi majlisida bo'lib o'tadi (Manzil: 100170, Toshkent shahri, Mirzo Ulug'bek ko'chasi, 77-a. Tel.: (99871) 262-56-60; faks: (99871) 262-79-90; e-mail: ionxanruz@mail.ru).

Dissertatsiya bilan Umumiy va noorganik kimyo institutining Axborot-resurs markazida tanishish mumkin (24 - raqam bilan ro'yxatga olingan). (Manzil: 100170, Toshkent shahri, Mirzo-Ulug'bek ko'chasi, 77-a. Tel.: (99871) 262-56-60).

Dissertatsiya avtoreferati 2024 yil «25» iyun kuni tarqatildi.
(2024 yil «25» iyundagi 24 - raqamli reyestr bayonnomasi).

ILMIY KENGASH RAISI
DISSERTATSIYA AVTOREFERATI



Usanboyev N.X.

Ilmiy darajalar beruvchi
ilmiy kengash raisi, t.f.d., katta ilmiy xodim

Shukurov J.S.

Ilmiy darajalarni beruvchi ilmiy kengash kotibi,
t.f.d., katta ilmiy xodim

Namozov Sh.S.

Ilmiy darajalarni berish bo'yicha ilmiy kengash
ilmiy seminar raisi, t.f.d., professor, akademik

TOSHKENT - 2024

KIRISH ((PhD) doktorlik dissertatsiyasi annotatsiyasi)

Dissertatsiya mavzusining dolzarbligi va zarurati. Dunyo miqyosida nchilik va chorvachilikda erishilgan ulkan yutuqlarga qaramay, XXI asr boshiga kelib aholini oziq-ovqat mahsulotlari bilan ta'minlash muammosi yechilmay qolmoqda. Ushbu muammoni hal qilishning eng samarali usullaridan biri qishloq xo'jaligi ekinlari hosildorligini, chorvachilik, parrandachilik, baliq yetishtirish mahsuldorligini yanada oshirishdir. Bu borada, agrosanoat majmuasini g'alla ekinlarining yuqori samarali navlari, mineral va organomineral o'g'itlar bilan ta'minlash, ilg'or agrotexnik va agrokimyoviy texnologiyalarni joriy etish, shular qatorida chorvachilik, parrandachilik va baliqchilikni intensiv rivojlantirish uchun zarur fosforokalsiy va azotfosforokalsiyning suvda eruvchan shakllarini o'z ichiga olgan mineral ozuqa qo'shimchalari, omuxta yemlardan foydalanish muhim ahamiyat kasb etadi.

Jahonda fosforli mahsulotlar ishlab chiqarish xomashyosi bo'lgan ekstraksion fosfat kislotasini (EFK) chuqur ftorsizlantirish va uni samarali suvda eruvchan shakldagi azotfosforkalsiyli mineral qo'shimchalar, ozuqabop fosfatlarga qayta ishlashning zamonaviy texnologiyalarini ishlab chiqishga yo'naltirilgan ilmiy-tadqiqot ishlari amalga oshirilmoqda. Bu borada, fosforitlardan EFKni bir vaqtning o'zida ftorsizlantirish va konsentrlantirishning samarali usullarini ishlab chiqish, EFKni chuqur ftorsizlantirish va konsentrlantirish jarayonini jadallashtirish; toza ozuqabop monokalsiyfosfat olishning optimal parametrlarni aniqlash; bir mahsulotda suvda eruvchan shakldagi ozuqabop komponentlarni o'z ichiga olgan ozuqabop kalsiy-ammoniyfosfat (KAF) olish jarayonini o'rganish; ozuqabop komponentlarning suvda eruvchan shakldagi, yaxshilangan fizik-kimyoviy va mahsulot xususiyatlariga ega bo'lgan ozuqabop kalsiy-ammoniyfosfat olish jarayonining optimal texnologik parametrlarini aniqlashga alohida e'tibor qaratilmoqda.

Respublikada mahalliy fosfat xomashyosidan olingan EFKni tozalash orqali turli fosforli o'g'itlar va ozuqabop hamda toza fosfat tuzlarini olish olish texnologiyalarini ishlab chiqish borasida ilmiy-amaliy natijalarga erishilmoqda. 2022-2026-yillarga mo'ljallangan yangi O'zbekistonning taraqqiyot strategiyasida "...Milliy iqtisodiyot barqarorligini ta'minlash va yalpi ichki mahsulotda sanoat ulushini oshirishga qaratilgan sanoat siyosatini davom ettirib, sanoat mahsulotlarini ishlab chiqarish hajmini oshirish"ga¹ qaratilgan muhim vazifalar belgilangan. Bu borada, MQ YuKFK (Markaziy Qizilqum yuvib kuydirilgan foskonsentrat) dan olingan EFK asosida mineral, ozuqabop qo'shimchali monokalsiyfosfat va kalsiy-ammoniy fosfatlar ishlab chiqarish muhim ahamiyat kasb etadi.

O'zbekiston Respublikasi Prezidentining 2022 yil 28 yanvardagi PF-60-son farmoni "2022-2026-yillarga mo'ljallangan Yangi O'zbekistonning taraqqiyot strategiyasi to'g'risida"gi farmoni, 2019 yil 3 apreldagi PQ-4265-son "Kimyo sanoatini yanada isloh qilish va investitsiyaviy jozibadorligini oshirish chora-

¹O'zbekiston Respublikasi Prezidentining 2022 yil 28 yanvardagi «2022-2026 yillarga mo'ljallangan yangi O'zbekiston taraqqiyot strategiyasi» to'g'risidagi PF-60 Farmoni

tadbirlari to'g'risida"gi, 2020 yil 28 dekabrda PQ-4937-son "O'zbekiston Respublikasining 2021-2023 yillarga mo'ljallangan investitsiya dasturini amalga oshirish chora-tadbirlari to'g'risida"gi, 2021 yil 13 fevralda PQ-4992-son "Kimyo sanoati korxonalarini yanada isloh qilish va moliyaviy sog'lomlashtirish, yuqori qo'shilgan qiymatli kimyoviy mahsulotlar ishlab chiqarishni rivojlantirish chora-tadbirlari to'g'risida"gi va 2018-yil 6-noyabrda PQ-4005-son "Baliqchilik sohasini yanada rivojlantirishga doir qo'shimcha chora-tadbirlar to'g'risida" qarorlari hamda mazkur faoliyatga tegishli me'yoriy-huquqiy hujjatlarda belgilangan vazifalarni bajarishga ushbu dissertatsiya tadqiqoti muayyan darajada xizmat qiladi.

Tadqiqotning Respublika fan va texnologiyalari rivojlanishning asosiy ustuvor yo'nalishlariga bog'liqligi. Mazkur tadqiqot Respublikada fan va texnologiyani rivojlantirishning VII "Kimyoviy texnologiyalar va nanotexnologiyalar" ustuvor yo'nalishiga muvofiq amalga oshirilgan.

Muammoni o'rganilganlik darajasi. Ilmiy adabiyotlarda turli xil konlardagi fosfat xomashyosidan EFK olish va uning asosida fosforli o'g'itlar va ozuqabop hamda yanada toza fosfat tuzlari, shu jumladan P_2O_5 ga boy apatitlar, kimyoviy va mineralogik tarkibi bir-biridan farq qiluvchi yanada kambag'al fosforitlarni olish bo'yicha katta hajmdagi tadqiqotlar amalga oshirilgan (M.E. Pozin, V.F. Karmishov, B.A. Dmitrevskiy, S.P. Kachetkov, A.A. Hanna, D. Touabia, A.A.EI- Asmy, X.M. Serag, B.M. Beglov, Sh.S. Namazov, A.U. Erkayev, X.Ch. Mirzaqulov, T.I. Nurmurodov, V.F. Isqulov, A.A. Kiselev, M.A. Shaymardanova va boshqalar). Ularning ishlari asosan EFK, birlamchi va murakkab fosforli o'g'itlar, toza fosfor kislotasi tuzlarini olishga qaratilgan. MQ fosforitlaridan olingan EFK asosida ozuqabop tozalikdagi kalsiyammoniyfosfat va monokalsiyfosfat ishlab chiqarish to'g'risida ma'lumotlar mavjud emas.

Ozuqabop kalsiy va ammoniy fosfatlarni olish bo'yicha tadqiqotchilarning texnik yechimlari, tarkibida 4% gacha ftorni o'z ichiga oluvchi, asosiy komponenti monokalsiyfosfat va monoammoniyfosfat bo'lgan kalsiy va ammoniy fosfatlarini olish orqali dastlabki yoki bug'langan EFKni ohaktosh va ammiak bilan neytrallashga olib keladi (odatda ozuqabop fosfatdagi ftor miqdori 20 baravardan ko'p).

Suvda eruvchan shakldagi kalsiy va fosfor o'z ichiga olgan ozuqabop kalsiyammoniyfosfat olish sohasidagi ishlanmalar, asosan, termik (TFK) yoki ekstraksiya H_3PO_4 ning neytrallanishini o'z ichiga oladi. EFK dastlab ohaktosh, $NH_4H_2PO_4$ va NH_4NO_3 kabi kalsiy va ammoniy tuzlari bilan tozalanadi. Shu bois, mahalliy xomashyodan Respublika uchun maqbul bo'lgan mineral qo'shimchalar, ozuqabop monokalsiyfosfat va kalsiy-ammoniyfosfat olishning yangi ilmiy asoslangan texnik yechimlari, uni takomillashtirish va samaradorligini oshirish orqali xarajatlarni kamaytirish, shuningdek, energiya- va resurstejamkor yangi texnologiyalarni qo'llash zarur.

Dissertatsiya mavzusining dissertatsiya bajarilayotgan ilmiy-tadqiqot muassasining ilmiy-tadqiqot ishlari bilan bog'liqligi. Dissertatsiya tadqiqotlari Toshkent kimyo-texnologiyalari institutining ilmiy-tadqiqot ishlari rejasiga muvofiq

“Baliqchilik sanoati uchun ammosga muqobil fosforli va azot-fosforli mineral ozuqa qo‘shimchalari texnologiyasini ishlab chiqish” va “Markaziy Qizilqum ekstraksiya fosfor kislotasi asosida ozuqabop kaliy va kalsiy fosfatlar texnologiyasini tajriba-sanoat o‘zlashtirish” mavzusidagi amaliy va innovatsion loyihalari doirasida bajarilgan.

Tadqiqotning maqsadi MQ fosforitlaridan kalsiy karbonat, ammiak va EFK asosida mineral qo‘shimchalar, ozuqabop monoammoniyfosfat, monokalsiyfosfat va kalsiy-ammoniyfosfat olishning resurstejamkor texnologiyasini ishlab chiqishdan iborat.

Tadqiqotning vazifalari:

MQ YuKFKdan kislotada eriydigan kremniy-diatomit dioksidisiz va uning ishtirokidagi chuqur ftorsizlantirilgan, konsentrlangan EFKni bug‘latish va havo oqimi bilan tozalash yo‘li bilan olish jarayonini, shuningdek ularning reologik xususiyatlarini o‘rganish;

ohaktoshni chuqur ftorsizlantirilgan va konsentrlangan EFK bilan parchalash hamda ular asosida ozuqabop monokalsiyfosfat olish jarayonining maqbul texnologik parametrlarini aniqlash;

ohaktoshni chuqur ftorsizlantirilgan va konsentrlangan EFK bilan parchalash hamda ular asosida ozuqabop monokalsiyfosfat ishlab chiqarishning texnologik rejimining moddiy balansini tuzish, texnologiyani ishlab chiqish hamda sinovdan o‘tkazish;

monoammoniyfosfat eritmasini konsentrlash jarayonini tadqiq qilish, ularning reologik xususiyatlarini o‘rganish va texnologik jarayon uchun eng yaxshi sharoitlarni aniqlash bilan monoammoniyfosfat va ohaktosh asosida ozuqabop kalsiy-ammoniyfosfat olish;

monoammoniyfosfat, konsentrlangan, ftorsizlantirilgan EFK va ohaktosh asosida ozuqabop komponentlarning suvda eruvchan shakli (P_2O_5 , CaO, N) miqdori yuqori bo‘lgan ozuqabop kalsiy-ammoniyfosfat sintezini va ularning reologik xususiyatlarini o‘rganish;

ozuqabop monokalsiyfosfat va kalsiy-ammoniyfosfat olish samaradorligini texnik-iqtisodiy jihatdan asoslash.

Tadqiqotning obyekti sifatida ftorsizlantirilgan va sulfatsizlangan EFK, kalsiy karbonat (bo‘r, ohaktosh), ammiak, monoammoniyfosfat, monokalsiyfosfat, kalsiy-ammoniy fosfatlari olingan.

Tadqiqotning predmeti EFKni sulfat va ftordan tozalash, monoammoniyfosfat, monokalsiyfosfat va kalsiy-ammoniyfosfat tuzlariga qayta ishlash texnologiyalarini ishlab chiqishdan iborat.

Tadqiqotning usullari. Dissertatsiyada kimyoviy va fizik-kimyoviy (rentgenografik, IQ-spektroskopiya, skanerlovchi elektron-mikroskopiya) hamda tajriba ma’lumotlarini statistik qayta ishlash usullaridan foydalanilgan.

Tadqiqotning ilmiy yangiligi quyidagilardan iborat:

ohaktoshni chuqur ftorsizlantirilgan hamda konsentrlangan EFK bilan parchalash va ular asosida ozuqabop monokalsiyfosfat olish jarayonining maqbul texnologik parametrlari aniqlangan;

ilk bor monoammoniyfosfat, ohaktosh va chuqur ftorsizlantirilgan, konsentrlangan EFK asosida suvda eruvchan shaklda ozuqa komponentlari bo'lgan, ozuqabop kalsiy-ammoniyfosfat olish jarayonining maqbul sharoitlari va texnologik parametrlarning ta'siri isbotlangan;

ohaktosh, monoammoniyfosfat eritmasi va chuqur ftorsizlantirilgan, konsentrlangan EFK asosida olingan ozuqabop monokalsiyfosfat va kalsiy-ammoniyfosfatning fizik-kimyoviy tavsiflari va tovar xossalarini texnologik parametrlarga bog'liqligi aniqlangan;

ohaktoshni chuqur ftorsizlantirilgan, konsentrlangan EFK va/yoki $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ eritmasi bilan qayta ishlab ozuqabop monokalsiyfosfat va kalsiy-ammoniyfosfat sintez qilishning moddiy oqimi hisoblangan va printsiptial texnologik sxemasi ishlab chiqilgan.

Tadqiqotning amaliy natijalari quyidagilardan iborat:

MQ YuKFKdan olingan, chuqur ftorsizlantirilgan va konsentrlangan EFK bilan ohaktoshni qayta ishlash yo'li bilan ozuqabop monokalsiyfosfat olish texnologiyasi ishlab chiqilgan;

monoammoniyfosfat eritmasi, chuqur ftorsizlantirilgan va konsentrlangan EFK bilan ohaktoshni qayta ishlash orqali suvda eruvchan shaklda ozuqa komponentlarni o'z ichiga olgan ozuqabop kalsiy-ammoniyfosfat olish texnologiyasi ishlab chiqilgan.

Tadqiqot natijalarining ishonchliligi. Zamonaviy kimyoviy va fizik-kimyoviy tahlil usullari natijalari, hamda taklif etilgan ozuqabop monokalsiyfosfat va kalsiy-ammoniyfosfat mineral qo'shimchalari laboratoriya tajribalari va «Elektrokimyozavod» QK-AJ model qurilmalarida sinovdan o'tkazilganligi bilan tasdiqlangan.

Tadqiqot natijalarining ilmiy va amaliy ahamiyati.

Tadqiqot natijalarining ilmiy ahamiyati, intensiv texnologiyadan foydalangan holda mamlakat iqtisodiyoti uchun muhim bo'lgan, import o'rnini bosuvchi qimmatli kimyoviy mahsulotlar – chuqur ftorsizlantirilgan, konsentrlangan EFK va monoammoniyfosfat eritmasidan suvda eruvchan shakldagi, ozuqabop tozalikdagi monokalsiyfosfat va kalsiy-ammoniyfosfat mineral qo'chimchalar ishlab chiqarish uchun ilmiy asos yaratganligi bilan izohlanadi.

Tadqiqot natijalarining amaliy ahamiyati EFKni chuqur ftorsizlantirish va tozalangan EFKni ozuqabop monokalsiyfosfat va kalsiy-ammoniyfosfat mineral qo'shimchalariga qayta ishlash orqali, mamlakatning yuqori qo'shilgan qiymatga ega bo'lgan, import o'rnini bosuvchi kimyoviy mahsulotlarga bo'lgan ehtiyojini qondirishga xizmat qiladi.

Tadqiqot natijalarini ishlab chiqarishga joriy qilish. Ozuqabop toza monokalsiyfosfat va kalsiy-ammoniyfosfat komponentlaridan iborat suvda eruvchan mineral qo'shimchalarni olish texnologiyasini ishlab chiqish bo'yicha olingan ilmiy natijalari asosida:

ohaktoshni chuqur ftorsizlantirilgan va konsentrlangan EFK bilan qayta ishlash orqali ozuqabop monokalsiyfosfat olish texnologiyasi “Elektrokimyozavod” QK AJning “2024-2026-yillarda amaliyotga joriy etish bo'yicha istiqbolli ishlanmalar

ro'yxati"ga kiritilgan ("Elektrokimyozavod" QK AJning 2023-yil 10-iyuldagi 99-sonli ma'lumotnomasi). Natijada intensiv va energiya tejamkor texnologiya bo'yicha ozuqabop monokalsiyfosfat ishlab chiqarishni tashkil etish imkonini beradi;

tozalangan EFK, monoammoniyfosfat eritmasi va ohaktosh asosida, tarkibida suvda eruvchan shaklda uch turdagi ozuqa komponentlari (NPCa) bo'lgan mineral qo'shimchalar, ozuqabop kalsiy-ammoniyfosfat olish texnologiyasi "Elektrokimyozavod" QK AJning "2024-2026-yillarda amaliyotga joriy etish bo'yicha istiqbolli ishlanmalar ro'yxati"ga kiritilgan ("Elektrokimyozavod" QK AJning 2023-yil 10-iyuldagi 99-sonli ma'lumotnomasi). Natijada chorvachilik, parrandachilik va baliqchilik uchun tarkibida, bir mahsulotda uch turdagi ozuqa komponentlari bo'lgan kalsiy-ammoniyfosfat ishlab chiqarishni tashkil etish imkonini beradi.

Tadqiqot natijalarini aprobatsiyasi. Mazkur tadqiqot natijalari 2 ta xalqaro va 6 ta Respublika ilmiy-amaliy konferensiyalarda muhokama qilingan.

Tadqiqot natijalarining e'lon qilinishi. Dissertatsiya mavzusi bo'yicha jami 13 ta ilmiy ish chop etilgan. Shundan, O'zbekiston Respublikasi Oliy attestatsiya komissiyasi tomonidan (PhD) doktorlik dissertatsiyasi asosiy ilmiy natijalarini chop etish uchun tavsiya etilgan ilmiy nashrlarda 4 ta ilmiy maqola, jumladan 3 tasi respublika va 1 tasi xorijiy jurnallarda nashr etilgan.

Dissertatsiyaning tuzilishi va hajmi. Dissertatsiya tarkibi kirish, to'rtta bob, xulosa, foydalanilgan adabiyotlar ro'yxati va ilovalardan iborat. Dissertatsiya hajmi 115 betni tashkil etgan.

DISSERTATSIYANING ASOSIY MAZMUNI

Kirish qismida tadqiqotning dolzarbligi va zarurati, maqsad va vazifalari ko'rsatilgan, tadqiqot obyekti va predmeti tavsiflanadi, dissertatsiya tuzilishi va chop etilgan ishlar haqidagi ma'lumotlar, tadqiqotning respublikada fan va texnologiyani rivojlantirishning ustuvor yo'nalishlariga muvofiqligi ko'rsatilgan, olingan natijalarning ilmiy-amaliy ahamiyati, amaliyotga tatbiq etilishi, dissertatsiya tuzilishi va chop etilgan ilmiy ishlar bo'yicha ma'lumotlar keltirilgan.

Dissertatsiyaning "**Tozalangan ekstraksion fosfor kislotasi va uning ozuqa tuzlarini ishlab chiqarish rivojlanish tendensiyasi**" nomli birinchi bobida sof ammoniy va kalsiy fosfat tuzlaridan foydalanish, unga bo'lgan talab va ishlab chiqarish ko'lami haqida ma'lumot beruvchi adabiyotlar sharhi berilgan. Mahsulotlarni aralashmalardan to'liq va chuqur tozalashning turli usullari, shu jumladan «t», «tut» va «kt» markali reaktiv navlarning monoammoniyfosfatini (MAF) olish uchun ketma-ket qayta kristallanish usuli bilan ammofosdan tozalash usuli tavsiflangan. Turli konlardan fosfat xomashyosidan ozuqa va toza ammoniy va kalsiy ortofosfatlarini olish masalalariga oid ma'lumotlar tahlil qilingan.

"Boshlang'ich va oraliq mahsulotlarning xususiyatlari va tadqiqotning fizik-kimyoviy usullari" nomli dissertatsiyaning ikkinchi bobida qo'llanilgan materiallarning xususiyatlari va kimyoviy tahlillar, fizik xususiyatlarini aniqlash, fizik-kimyoviy tadqiqotlar va tajribalar o'tkazish usullariga bag'ishlangan.

“Markaziy Qizilqum fosforitlaridan ekstraksion fosfor kislotasini ftorsizlantirishni jadallashtirish va ozuqabop monokalsiyfosfat olish” nomli dissertatsiyaning uchinchi bobida EFKni ftorsizlantirishning mavjud usullaridan farqli o‘laroq, bir vaqtning o‘zida konsentrlantirish ham amalga oshirilgan, bu esa energiya sarfini sezilarli darajada kamaytirish imkonini berishi aniqlangan.

Buning uchun dastlab, EFKni konsentrlantirish va chuqur ftorsizlantirish uchun MQ fosforitlaridan cho‘ktirish usuli orqali olingan sulfatsizlantirilgan EFK, metasilikat va natriy karbonat ishlatilgan. Dastlabki tozalashdan so‘ng EFK sulfatlarning 0,23% gacha va ftorning 0,30% gacha kamaygan miqdorini o‘z ichiga oladi, ammo alyuminiy, temir, kalsiy, magniyning fosfat tuzlari ko‘rinishidagi birikmalari eritmada qoladi va ftor bilan qiyin eriydigan komplekslar hosil qilishi mumkin. Oldindan sulfatsizlantirgan dastlabki EFKni ftorsizlantirish va konsentrlantirish bo‘yicha tajribalarni boshlashdan avval, u doimiy aralashtirish bilan ishlab chiqarish sharoitlarini takrorlovchi model qurilmalarda bug‘lantirildi. Olingan ma‘lumotlar (1-jadval) shuni ko‘rsatadiki, bug‘lantiriladigan EFKning P₂O₅ konsentratsiyasining 17,12 dan 59,95% gacha ko‘tarilishi bilan kislotaning ftorsizlantirish darajasi (γ_F) 81,17% dan oshmaydi. P₂O₅ konsentratsiyasining 59,50% dan oshishi yomon oquvchi massa hosil bo‘lishiga olib keldi.

Shunday qilib, tajriba natijalari ftorsizlantirish darajasini oshirish uchun kislotali muhitda barqaror bo‘lmagan ftorli birikma hosil qilish uchun jarayonga kislotada eriydigan, tarkibida kremniyni o‘z ichiga olgan qo‘shimchalarni qo‘shish kerakligini isbotladi.

1-jadval

MQ fosforitlaridan bug‘langan EFKning kimyoviy tarkibi

№	Kimyoviy tarkibi, og‘ir. %							γ_F , (%)
	P ₂ O ₅	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SO ₄ ²⁻	F	
1	17,12	0,37	0,49	0,36	0,43	0,31	1,20	-
2	25,08	0,56	0,72	0,47	0,61	0,41	1,02	15,00
3	35,20	0,80	1,01	0,62	0,83	0,55	0,71	40,83
4	40,19	0,91	1,15	0,70	0,94	0,62	0,55	45,83
5	45,12	1,04	1,30	0,77	1,04	0,69	0,40	66,67
6	50,29	1,14	1,44	0,83	1,11	0,74	0,30	75,83
7	55,11	1,25	1,59	0,88	1,18	0,79	0,24	80,07
8	59,95	1,39	1,73	0,95	1,27	0,82	0,22	81,17

Shundan kelib chiqib, keyingi tajribalarda, kislotani bug‘lash orqali oson olib tashlanadigan (SiF₄²⁻) (SiF₄²⁻ hosil bo‘lishga stexiometriya me‘yori -120%) kremneftorid ionlarini hosil qilish uchun kremniyni o‘z ichiga olgan qo‘shimcha sifatida diatomit DP-02-10 ishlatilgan. U 32-34 m²/s (EFK umumiy massasining 0,5-1,0%) solishtirma sirt bilan kislotada eruvchan shaklda taxminan 78% SiO₂ ni o‘z ichiga oladi (2-jadval).

**MQ fosforitlaridan diatomit ishtirokida (N - 120%) bug‘latib olingan
EFKning kimyoviy tarkibi**

№	Kimyoviy tarkibi, og‘ir. %							γ_F , (%)
	P ₂ O ₅	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SO ₄ ²⁻	F	
1	35,14	0,72	0,99	0,51	0,74	0,47	0,025	98,15
2	40,18	0,83	1,11	0,58	0,86	0,53	0,015	98,55
3	45,12	0,98	1,27	0,65	0,96	0,60	0,012	99,02
4	50,19	1,09	1,40	0,70	1,05	0,64	0,010	99,45
5	55,21	1,18	1,54	0,74	1,09	0,69	0,009	99,59
6	59,75	1,30	1,68	0,83	1,21	0,74	0,008	99,77

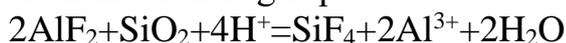
Olingan tajriba ma‘lumotlaridan ko‘rinadiki, EFKni konsentrlantirishda kislotada eriydigan kremniy oksidi mavjud bo‘lganida, ftorni inobatga olmaganida, kislotaning barcha tarkibiy qismlari P₂O₅ konsentratsiyasining oshishi bilan proporsional ravishda ortadi. Ftor ulushi esa dastlabki 0,30 dan 0,008% gacha kamayadi, ya‘ni P₂O₅ ning 59,75% konsentratsiyasida ftor miqdori 17,5 marta, 50% konsentratsiyasida esa 17 marta kamayadi.

EFKni bir vaqtning o‘zida ftorsizlantirish va konsentrlantirishning afzalliklaridan biri, ehtimol, jarayonning barbotaj yoki likopchali bug‘latgich uskunasi amalga oshirishdir. Jarayon laboratoriya sharoitida 90-100°C haroratda, 1,3 l/min tezlikda havoda barbotajlanadi, P₂O₅ doimiy konsentratsiyasini distillangan suv qo‘shib saqlab turilgan holda o‘tkazildi. Ftorsizlantirish paytida HF va SiF₄ ko‘rinishida chiqarilgan gazlar keyinchalik tahlillar asosida ishqoriy eritmalar tomonidan so‘riladi.

Bug‘lanmagan EFKni ftorsizlantirish tajribalari (18-20% P₂O₅, 1,2-1,3% F) ftor miqdorini 0,1-0,2% gacha ftorsizlantirish anchagina bug‘ xarajati bilan erishilganligini ko‘rsatdi. Bunday holda, kislota P₂O₅ ning 50-55% konsentratsiyasigacha bug‘lantirilgan. Buni kislotadan o‘tadigan bug‘ning kondensatsiyalanmaganligi, shuning uchun bug‘lanish issiqligi ishlatilmasligi bilan izohlash mumkin. Shu sababli, kislotani oldindan bug‘latish bilan jarayon ancha tejankor bo‘lib chiqdi. Ftorsizlantirish uchun isitiladigan havodan foydalanish istalmagan bo‘lib chiqdi, chunki kislota tezda konsentrsiyalanadi, uning yopishqoqligi oshadi, bu esa ftorsizlantirish jarayonini sekinlashtiradi. Keyinchalik, harorati 500°C gacha bo‘lgan o‘ta qizdirilgan bug‘ va uning havo bilan aralashmasi ishlatildi.

Fosfor kislotasi eritmalarida alyuminiy ftorkomplekslari va ftorofosfor kislotalarning mavjudligi EFK ustidagi ftorli birikmalari bug‘larining elastikligini pasaytiradi va ftorsizlantirish jarayonini sekinlashtiradi. Shuning uchun EFKdan ftorni havo oqimi bilan tozalash jarayonini jadallashtirish faqat alyuminiy ftorkomplekslari va ftorofosfor kislotalarini yo‘q qilish uchun qulay shart-sharoitlarni yaratish orqali erishish mumkin. Bunday shartlar: haroratning oshishi, eritmada P₂O₅ va H₂SO₄ konsentratsiyasining oshishi va kremniyli qo‘shimchalarning kiritilishi, xususan, bu holda diatomitning faol roli

monoflorofosfor kislota barqarorligining pasayishi va jarayonning quyidagi tenglama bo'yicha yuzaga kelishi bilan bog'liq:



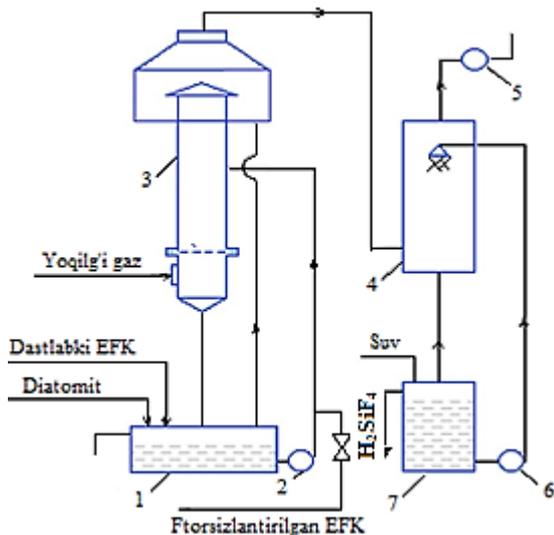
Ftorsizlantirish jarayonini tezlashtirish uchun gaz oqimining intensiv turbulizatsiyasi va uning sochilishi tufayli SiF_4 va HF ni EFKdan gaz fazasiga ajratishning samarali usulini ta'minlaydigan sharoitlarni yaratish kerak. Shu munosabat bilan oldindan bug'lantirilgan EFKni kontsentrirlantirish va chuqur ftorsizlantirish bo'yicha tadqiqotlar olib borildi, bu esa kislodata eruvchan kremniy dioksidining tezligiga, ftorni tozalash vaqtiga va oldindan bug'langan kislota konsentratsiyasiga bog'liq bo'lgan diatomit ishtirokida (bug'latgich uskunasi takrorlovchi sharoitida) gaz oqimining intensiv turbulizatsiyasi va uning sochilishini ta'minlaydi (3-jadval).

3-jadval

Bug'latilgan EFK (P_2O_5 – 45-55%) ni diatomit ishtirokida issiq havo bilan boyitish usulida ftorsizlantirishga texnologik ko'rsatkichlarning ta'siri

Tajriba	Ftorizatsizlantirish vaqti, (daq)	Kislotaning tarkibi, (%)				Ftorsizlanish darajasi, (%)
		bug'langan		ftorsizlantirilgan		
		P_2O_5	F	P_2O_5	F	
100% SiO_2 (diatomit) me'yori						
1	30	45,12	0,40	54,21	0,012	98,79
2	40			54,80	0,011	98,82
3	50			55,32	0,0085	98,88
4	30	50,29	0,29	53,85	0,0067	99,17
5	40			55,36	0,0063	99,21
6	50			55,89	0,0058	99,24
125% SiO_2 (diatomit) me'yori						
7	30	45,12	0,40	54,17	0,0082	99,79
8	40			54,82	0,0077	99,81
9	50			55,29	0,0065	99,84
10	30	50,29	0,29	53,72	0,0047	99,88
11	40			55,31	0,0041	99,89
12	50			55,94	0,0041	99,89
13	30	55,11	0,22	56,03	0,0035	99,91
14	40			56,15	0,0035	99,91
15	50			56,87	0,0029	99,93
150% SiO_2 (diatomit) me'yori						
16	30	45,12	0,40	54,27	0,0081	99,81
17	40			54,88	0,0075	99,83
18	50			55,34	0,0063	99,86
19	30	50,29	0,29	53,86	0,0045	99,89
20	40			55,38	0,0040	99,90
21	50			55,97	0,0039	99,92

Havo oqimi bilan tozalash usulidan foydalangan holda va diatomit ishtirokida, ftorsizlantirish vaqti 30 daqiqa bo‘lganida kislotada eriydigan kremniy dioksidining me‘yori 100 dan 150% gacha oshirilishi bilan, 40 daqiqa bo‘lganida esa 125 dan 150% gacha oshirilishi bilan ftorsizlantirish darajasi mos ravishda 98,89% gacha va 40 daqiqada 99,83% gacha oshadi. Ftor miqdori 30 daqiqada 0,9 dan 0,02 % gacha va 40 daqiqada mos ravishda 0,0081 dan 0,0025% gacha kamayadi. Laboratoriya tadqiqotlari natijalari ishlab chiqarish sharoitlarini takrorlovchi model uskunada (1-rasm) sinovdan o‘tkazildi.



1-rasm. Diatomit ishtirokida boshlang'ich EFKni ftorsizlantirish uchun prinsipiiall texnologik model sxemasi: 1 - sarflanadigan yig'ish; 2-taqsimlovchi nasos; 3 - ftorsizlantirish apparati; 4 - absorber; 5 – ventilyator; 6 - nasos; 7 – yig'gich.

Model uskunada o‘tkazilgan sinovlar (1-rasm) digidrat usulida olingan EFKni ftorsizlantirish ehtimolini tasdiqladi. MQ YuKFKdan havo (bug‘-gaz aralashmasi) bilan tozalash yoki havo ko‘taruvchi defektor orqali olingan EFK kislotadagi qoldiq ftor miqdori 0,2% dan kam bo‘lgunga qadar tozalash ftorni SiF_4 shaklida ham, HF shaklida ham havo bilan tozalash mumkinligi ko‘rsatildi.

Havo bilan tozalash jarayoni kremniyftorid ioni ko‘rinishidagi kislotada ftor ishtirokida eng jadal davom etdi. Diatomit yordamida issiq gazlar bilan tozalash usuli orqali MQ YuKFKdan olingan EFKni ftorsizlantirish bo‘yicha likopchali uskuna tipidagi model qurilmada olib borilgan tadqiqotlar ushbu usulning 0,2% F dan kam bo‘lmagan va ftorsizlantirilgan EFKni, shuningdek, ozuqabop fosfatlarni sanoat miqyosida olish uchun maqbulligini ko‘rsatdi. Ohaktosh va chuqur ftorsizlantirilgan EFKdan ozuqabop monokalsiyfosfat olish jarayonini o‘rganish uchun ohaktoshning parchalanish darajasiga (0,1-2 mm) harorat va jarayon davomiyligi ta‘sirini 100% kislotada me‘yorida va 40, 50% konsentratsiyada o‘rganildi. Jarayon haroratini 20 dan 80°C gacha oshirish ma‘lum bir vaqt oralig‘ida barcha qiymatlar uchun ohaktoshning parchalanish darajasini sezilarli darajada oshiradi.

Toza ozuqabop monokalsiyfosfat olish uchun EFKdan ftorni chuqurroq tozalashni amalga oshirish kerak.

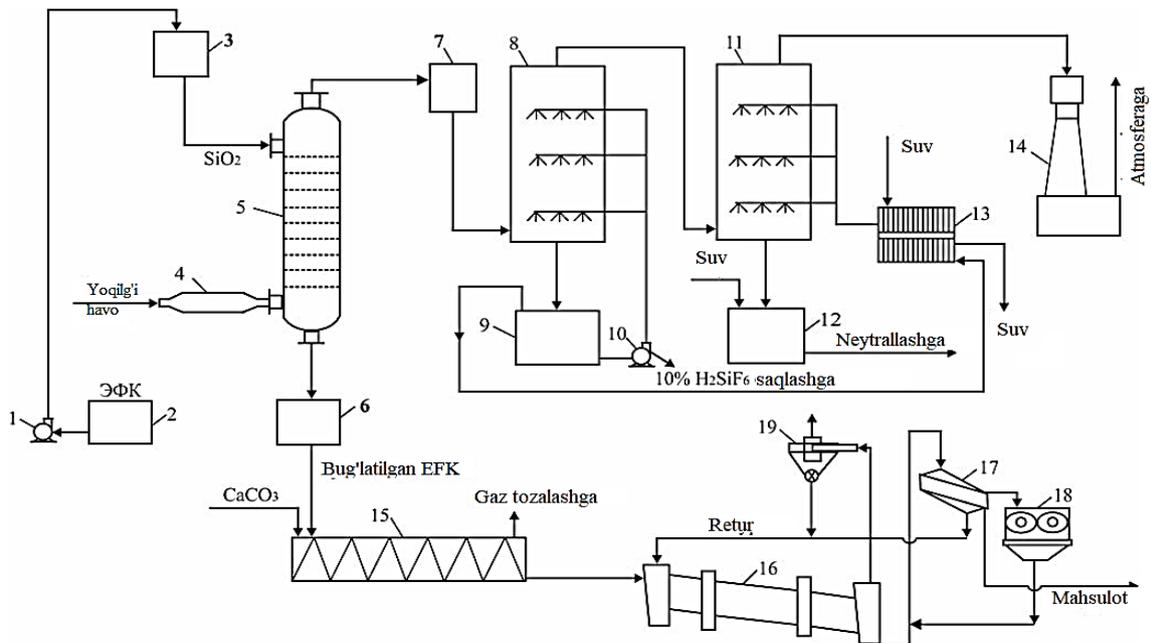
Ohaktoshning parchalanishi uchun ftorsizlantirilgan, sulfatsizlantirilgan va bug‘langan 45 dan 60% gacha P_2O_5 kislotada ishlatildi. Parchalanish jarayonining davomiyligini oshirish, haroratni oshirish va ohaktosh zarralarining diametrini kamaytirish ham parchalanish darajasining oshishiga yordam beradi. EFK konsentratsiyasining oshishi tayyor mahsulotdagi ftor miqdorining biroz pasayishiga yordam beradi.

Olingan ozuqabop monokalsiyfosfatning mineralogik va kimyoviy tarkibini aniqlash uchun namunalar rentgenofazaviy, Infraqizil spektroskopik va energiya-dispersion mikroskopik tahlillarga qo‘yildi.

Monokalsiyfosfatning granulalangan rentgenogrammasida monokalsiyfosfat ($\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) - 11,75; 4,93; 3,007; 2,95 Å, 4,93; 3,007; 2,95 Å, sterrettit ($\text{Al}_6(\text{PO}_4)_2(\text{OH})_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) – 3,79 Å, temir lazulit ($\text{Mg,Fe}(\text{PO}_4)_2(\text{OH})_2$) – 3,20 Å, $\text{Mg}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ - 3,84 va $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ - 3,68 Å ga tegishli bo'lgan difraksion maksimumlar mavjud edi. Infraqizil spektrda PO_4 va kristall suvning tebranishlarini tavsiflovchi tebranish chastotalari topildi.

Monokalsiyfosfatning energiya-dispersion mikroskopik tahlili quyidagi elementlarning tarkibini ko'rsatdi: (og'ir.%): O-51,28; F-0,11; Na-1,51; Mg-1,89; Al-0,92; Si-0,11; P-23,28; Ca-19,68; S-0,31; Bu ozuqabop monokalsiyfosfatdagi Infraqizil tarkibiga mos keladi.

16-18% P_2O_5 va 1,17-1,25% F bo'lgan dastlabki EFKni 45-55% P_2O_5 konsentratsiyasigacha bug'lash yo'li bilan konsentrlangan va chuqur ftorsizlantirilgan EFK olishning texnologik sxemasi ishlab chiqildi (2-rasm), bir vaqtning o'zida EFKni konsentrlash va kislotada eruvchan kremniyni o'z ichiga olgan reagent - likopchali bug'latgich uskunasi va bug'-gaz aralashmasini yetkazib berish yo'li bilan diatomit ishtirokida chuqur ftorsizlantirish amalga oshiriladi. Keyinchalik, hosil bo'lgan kislota asosida ozuqabop monokalsiyfosfat ishlab chiqariladi.



2-rasm. Plastinkasimon konsentratorida EFKni bug'latish va ftorsizlantirish hamda uning asosida ozuqabop monokalsiyfosfat olish texnologiyasi: 1, 10 - markazdan qochma nasoslar; 2, 6, 9, 12 - sig'imli idishlar; 3 - bosimli idish; 4 - yoqilg'i; 5 - plastinasimon konsentrator; 7 – tomchi ushlagich; 8 - absorbsion minora; 11 - kondensatsion minora; 13 - sovutgich; 14 - tomchi ushlagichli Venturi skrubberi; 15 – shnekli aralashtirgich; 16 - BDQ; 17 - ta'minlagich; 19 - absorber

Texnologiyada ishlab chiqilgan bug'latgich uskunasi intensiv turdagi issiqlik va massa uzatish, uning takomillashtirilishi asosan ish intensivligini oshirishga olib keldi. Shunday qilib, uchta bosqichni bitta uskunada birlashtirib, yonishdan hosil bo'lgan gazlar, sovutish havosi oqimlarini va alohida bosqichlarning qarshiliklarini yig'ish orqali konsentratorning umumiy qarshiligi oshirildi. Gaz taqsimlash

likopchalari konstruksiyasi uskunaning ishlash intensivligi nuqtai nazaridan katta ahamiyatga ega. O'zgaruvchan to'g'ri kesimli likopchasimon turidagi erkin gaz taqsimlash qurilmasi ishlatildi, u uchlari qattiq mahkamlanmagan va ish paytida vertikal o'zaro harakatni amalga oshiradigan alohida panjaralardan yig'ilgan.

Ishlab chiqilgan texnologiya "Elektrokimyozavod" QK AJ-da sinovdan o'tkazildi, natijada tarkibidagi ozuqabop monokalsiyfosfat olindi (og'ir.%): P_2O_{5sumum} . -52,11; $P_2O_{5o'zl}$. -51,91; P_2O_{5suv} . -51,76; CaO-27,11; F-0,10. Sinovlar ftorsizlantirilgan monokalsiyfosfat olish jarayonlarining texnologik parametrlari bo'yicha laboratoriya tadqiqotlari natijalarining aynan takrorlanishi va olingan mahsulotlarning sifatini ko'rsatdi. Dastlabki texnik-iqtisodiy hisob-kitob natijalari shuni ko'rsatdiki, ozuqabop monokalsiyfosfatning har bir tonnasidan import qilinadiganiga nisbatan 8,57 million so'm tejaladi.

Dissertatsiyaning "Monoammoniyfosfat eritmasi, ohaktosh va ekstraksiyon fosfor kislotasi asosida ozuqabop kalsiy-ammoniyfosfat olish jarayonini o'rganish" nomli to'rtinchi bobida turli xil xomashyo birikmalari bilan ozuqabop kalsiy-ammoniyfosfat olish bo'yicha tadqiqotlar o'tkazildi.

70°C optimal haroratda va 40 daqiqa parchalash jarayoni davomiyligida monoammoniyfosfat: ohaktoshning massa nisbati va dastlabki monoammoniyfosfatning pH muhitiga bog'liq, ohaktoshni monoammoniyfosfat aralashmasi bilan parchalash yo'li orqali ozuqabop monoammoniyfosfat olish jarayoni o'rganildi. Ozuqabop kalsiy-ammoniyfosfatning kimyoviy tarkibi 4-jadvalda keltirilgan.

4-jadval

Monoammoniyfosfat massa nisbati: ohaktosh va monoammoniy fosfatning boshlang'ich eritmasining pH neytrallanish darajasi ozuqa va kalsiy-ammoniyfosfat mineral qo'shimchalarining kimyoviy tarkibiga ta'siri

№	Massa nisbat MAF:ohak. (g.)	Kimyoviy tarkibi, og'ir. %										P_2O_{5eruv} P_2O_{5sumum} x100%
		P_2O_{5sumum}	$P_2O_{5o'zl}$	P_2O_{5suv}	N	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃	F	
MAF dastlabki eritmasi, pH=3,44												
1	100:6,0	52,13	51,36	33,88	5,14	11,30	1,47	0,76	0,35	0,0056	0,135	64,99
2	100:8,4	51,86	51,10	29,37	4,62	15,77	1,52	0,79	0,37	0,0056	0,127	56,63
3	100:10,8	51,59	50,84	24,89	4,11	20,24	1,57	0,82	0,38	0,0057	0,122	48,24
4	100:12,0	51,45	50,71	22,63	3,85	22,47	1,60	0,84	0,39	0,0057	0,118	43,98
MAF dastlabki eritmasi, pH=4,07												
5	100:5,9	54,96	54,13	37,67	5,39	10,82	1,45	0,27	0,08	0,0055	0,073	68,54
6	100:8,3	54,75	53,92	32,90	5,20	15,02	1,48	0,29	0,09	0,0055	0,071	60,09
7	100:10,7	54,54	53,72	28,14	5,01	19,21	1,51	0,30	0,10	0,0056	0,068	51,88
8	100:11,8	54,45	53,61	25,75	4,91	21,31	1,53	0,31	0,10	0,0056	0,066	47,29
MAF dastlabki eritmasi, pH=4,76												
9	100:5,8	55,16	54,34	38,51	6,27	10,77	1,43	0,26	0,07	0,0053	0,034	69,81
10	100:8,1	55,06	54,23	33,72	5,86	14,92	1,46	0,28	0,07	0,0053	0,032	61,24
11	100:10,4	54,97	54,12	28,94	5,45	19,07	1,49	0,29	0,08	0,0054	0,030	52,65
12	100:11,6	54,92	54,06	26,55	5,26	21,15	1,51	0,30	0,09	0,0054	0,029	48,34

Olingan ma'lumotlar shuni ko'rsatdiki, boshlang'ich eritmaning pH qiymatining oshishi va monoammoniyfosfat: ohaktoshning massa nisbati kamayishi bilan P_2O_5 va ftor miqdori kamayadi hamda azot miqdori ortadi. Shunday qilib, massa nisbati 100:(5,8-6,0) dan 100:(11,6-12,0) gacha kamayishi va dastlabki eritmaning pH qiymatining 3,44 dan 4,76 gacha oshishi bilan P_2O_5 miqdori 55,16 dan 51,45% gacha, ftor esa 0,135 dan 0,029% gacha kamayadi. Azot miqdori, aksincha, 3,85 dan 6,27% gacha oshadi va MgO, Al_2O_3 , Fe_2O_3 miqdori biroz oshadi. Quritgandan so'ng, deyarli barcha namlikni olib tashlash hisobiga kalsiy-ammoniyfosfat ozuqa qo'shimchasining barcha komponentlari tarkibida o'sish kuzatiladi. Olingan ozuqa qo'shimchalarida P_2O_5 , N va CaO kabi asosiy ozuqabop komponentlar mavjud bo'lib, ularning umumiy miqdori pH = 4,07 da 71,17 dan 80,67% gacha va pH = 4,7 da - 72,20 dan 80,47% gacha. Bunday holda, ozuqa qo'shimchasining suvda eruvchan qismi monoammoniyfosfat va kalsiy-ammoniyfosfatning bilan ifodalanadi. Suvda erimaydigan qismi alyuminiy, temir va dikalsiyfosfatning murakkab fosfat tuzlari hisoblanadi.

P_2O_5 ning suvda eruvchan shakli yuqori bo'lgan ozuqabop kalsiy-ammoniyfosfatni olish uchun ohaktoshning monoammoniyfosfat eritmalari bilan parchalanish jarayoni bug'langan EFK ishtirokida amalga oshirildi, bu esa pulpa pHni kamaytirishga imkon beradi, mahsulotda alyuminiy, temir va boshqa kationlar va anionlar, dikalsiy fosfat va murakkab fosfat tuzlari shakllanishini oldini olish orqali P_2O_5 suvda eruvchan shakli tarkibini oshiradi. Tadqiqot natijalari 5-jadvalda keltirilgan.

5-jadval

Monoammoniyfosfat massa nisbati:ohaktosh: H_3PO_4 va pulpa pH ning ozuqa mineral qo'shimchasi kalsiy-ammoniyfosfat kimyoviy tarkibiga ta'siri

№	MAF ning og'irlik nisbati: $CaCO_3$: H_3PO_4 (g)	pH	Kimyoviy tarkibi, og'ir. %										$\frac{P_2O_{5eruv}}{P_2O_{5um.}} \times 100\%$
			$P_2O_{5um.}$	$P_2O_{5oz.}$	$P_2O_{5eruv.}$	N	CaO	MgO	Al_2O_3	Fe_2O_3	SO_3	F	
1	100:15,8:42	3,0	56,71	55,46	51,14	6,38	9,87	2,47	0,57	0,31	0,12	0,100	90,18
2	100:22,1:56		56,59	55,29	50,31	5,63	11,94	2,04	0,64	0,36	0,19	0,109	88,91
3	100:28,5:70		56,48	55,07	49,41	4,88	14,01	1,59	0,71	0,42	0,26	0,117	87,49
4	100:31,6:84		56,42	54,89	48,53	4,51	15,05	1,37	0,74	0,44	0,30	0,120	86,02
5	100:15,8:35	3,5	56,12	54,88	47,85	6,62	9,91	2,40	0,53	0,28	0,13	0,093	85,26
6	100:22,1:47		56,01	54,67	47,41	5,90	12,18	2,11	0,59	0,33	0,19	0,101	84,65
7	100:28,5:59		55,91	54,40	47,02	5,17	14,42	1,79	0,66	0,38	0,25	0,106	84,11
8	100:31,6:71		55,85	54,32	46,65	4,81	15,54	1,64	0,69	0,40	0,27	0,110	83,52
9	100:15,8:29	4,0	55,52	54,24	45,95	6,86	9,95	2,39	0,49	0,26	0,15	0,086	82,77
10	100:22,1:39		55,43	54,05	45,39	5,81	12,38	2,20	0,56	0,30	0,19	0,092	81,89
11	100:28,5:49		55,35	53,91	44,81	5,46	14,81	2,01	0,63	0,35	0,22	0,098	80,95
12	100:31,6:58		55,30	53,80	44,24	5,11	16,02	1,92	0,65	0,37	0,24	0,100	80,04

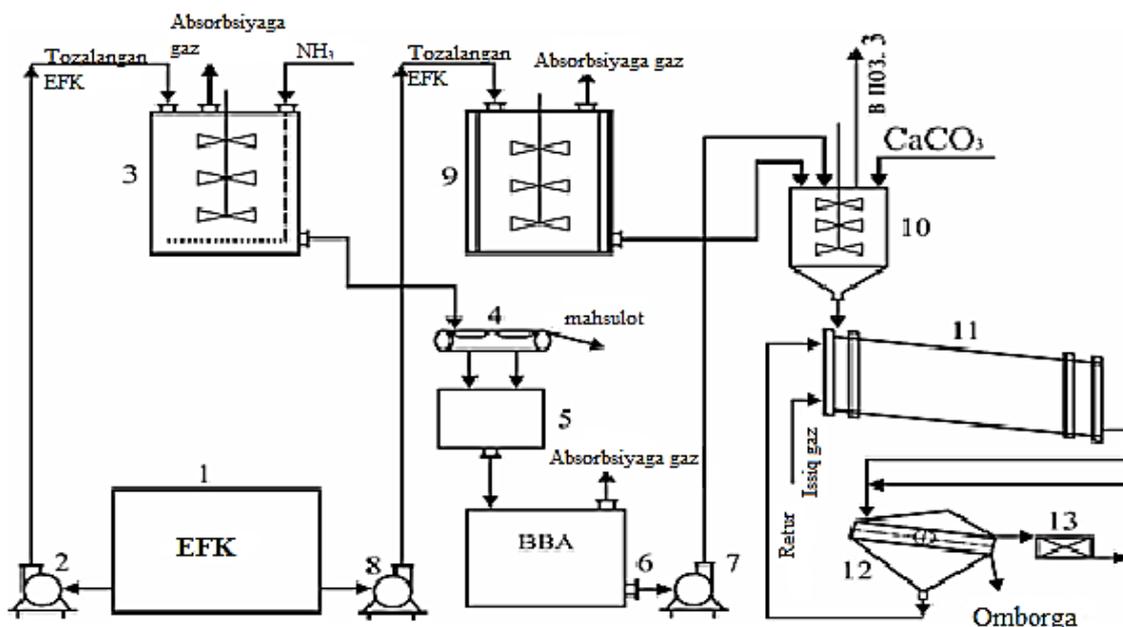
Tadqiqotda qo'shiladigan EFK miqdori va pulpa pHning kalsiy-ammoniyfosfatdagi P_2O_5 ning suvda eruvchan shakli tarkibiga ta'sirini o'rganib chiqildi. Monoammoniyfosfat:ohaktosh: H_3PO_4 ning har xil massa nisbatida va monoammoniyfosfat eritmasi (P_2O_5 -45%), ohaktosh, ftorsizlantirilgan, bug'langan EFK asosidagi pH ning ozuqabop kalsiy-ammoniyfosfatning kimyoviy tarkibi va xususiyatlariga ta'siri ham o'rganildi. Monoammoniyfosfat:ohaktosh: H_3PO_4 massa nisbatining 100:15,8:42 dan 100:31,6:84 gacha kamayishi bilan va pH-3,0 da $P_2O_{5\text{umum}}$ tarkibi 56,7-54,89%, N - 6,38-4,51%, CaO - 9,87-15,05%, ftor - 0,10-0,12% bo'ladi, MAF:ohaktosh: H_3PO_4 massa nisbatining 100:15:2.8. dan 100:31,6:58 gacha kamayishi bilan va pH - 4,0 da: $P_2O_{5\text{umum}}$ tarkibi 55,30-55,52% ni tashkil qiladi; N - 5,11-6,86%, CaO - 9,95-16,02%, ftor - 0,086-0,10%. Olingan ma'lumotlardan ma'lum bo'lishicha, barcha hollarda yuqori miqdorda umumiy, o'zlashtiriladigan va P_2O_5 suvda eriydigan yuqori sifatli kalsiy-ammoniyfosfatli ozuqa qo'shimchalari olinadi, so'ngisining nisbiy tarkibi 80,04 dan 90,18% gacha tashkil etadi.

Ushbu tahlil natijalariga ko'ra, kalsiy-ammoniyfosfat ozuqa qo'shimchasining tuz tarkibi hisoblab chiqildi. Hisob-kitoblar shuni ko'rsatdiki, kalsiy-ammoniyfosfat ozuqasini olishda pulpa pH ning oshishi bilan monoammoniyfosfat tarkibi ortadi va $Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$ miqdori kamayadi. Bu pulpaning pH darajasi oshganda, EFK ammiak bilan reaksiyaga kirishib, monoammoniyfosfat hosil qiladi va shu bilan yakuniy mahsulotdagi massa miqdorini oshiradi va tabiiy ravishda monokalsiyfosfat miqdorining pasayishiga olib keladi. pHning 3,0 dan 4,0 gacha oraliqda olingan mahsulotlarda monoammoniyfosfatning tuz tarkibi 36,43-40,79% oralig'ida; monokalsiyfosfat - 31,95-43,45%; dikalsiyfosfat ($CaHPO_4 \cdot nH_2O$) - 8,86-13,30%; magniyammoniyfosfat ($MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$) - 6,85-9,70%; alyuminiy fosfatlar - 2,29-2,06%; temir fosfatlar - 1,03-0,87%; kalsiy sulfat angidriti - 0,51-0,65% va diammoniyfosfat - 0,74-0,83%. pH ning 3,0 dan 4,0 gacha oshirilishi $CaHPO_4$ tarkibining sezilarli darajada oshishiga va alyuminiy, temir, ammoniy (diammoniy fosfat) va kalsiy sulfat angidritning pasayishiga olib keladi.

MQ fosforitlaridan olingan bug'langan EFK, ohaktosh va monoammoniyfosfatdan ozuqabop kalsiy-ammoniyfosfat olishning texnologik sxemasi ishlab chiqildi (3-rasm).

Ishlab chiqilgan texnologiya asosan quyidagi bosqichlarni o'z ichiga oladi:

- monoammoniyfosfat eritmasining bug'lanishi, monoammoniyfosfat ftordan qisman tozalangan va bug'langan kalsiy karbonatning parchalanishi;
- dastlabki yoki ftorsizlantirilgan va sulfatsizlantirilgan EFKning bug'lanishi;
- bug'langan ftorsizlantirilgan EFKdan kalsiy-ammoniyfosfat pulpasining qo'shimcha parchalanishi;
- ozuqabop kalsiy-ammoniyfosfatni retur mavjudligida quritish va granulyatsiya.



3-rasm. Monoammoniyfosfat, EFK va ohaktosh eritmasidan kalsiy-ammoniyfosfat, ozuqa mineral qo'shimchalar olishning asosiy texnologik sxemasi: 1 – EFK konteyneri; 2, 7, 8 - nasoslar; 3 - tezkor reaktor (TAB); 4 - filtr; 5 – oraliq yig'gich; 6 – vakuumli bug'latgich; 9 – bug'latgich; 10 - forreaktor; 11 - quritish barabani; 12 – tasniflagich; 13 - maydalagich.

Texnologiyaning mohiyati kalsiy karbonatning bug'langan monoammoniyfosfat bilan parchalanishi (P_2O_5 - 40-45%), stexiometriyaning 95-100% me'yorida, 80°C haroratda, 30-60 daqiqa jarayonning davomiyligida, bug'langan EFK (45-50% P_2O_5) yordamida kalsiy-ammoniyfosfat pulpasining qo'shimcha parchalanishi, agar kerak bo'lsa, va hosil bo'lgan pulpaning bug'lanishida va 105-110°C haroratda quritishdadir. Ishlab chiqilgan texnologiyani sinovdan o'tkazish quyidagicha amalga oshirildi: ohaktosh 80°C da bug'langan EFK va monoammoniyfosfat eritmasi namunasi bilan reaktorga qo'shildi. Parchalanish jarayonining davomiyligi 30-60 daqiqa.

Bug'langan monoammoniyfosfat bilan ftordan tozalangan kalsiy karbonatning parchalanishi natijasida stexiometriyaning 98% kislota me'yorida va qo'shiladigan komponentlarni 20-30 daqiqa davomida doimiy aralashtirish natijasida pulpa olindi. Nam holatgacha bug'latildi va retur mavjudligida 105°C haroratda quritildi. Olingan mineral qo'shimcha, ozuqabop kalsiy-ammoniyfosfatning, quyidagi kimyoviy tarkibga ega (%): $P_2O_{5\text{umum}}$ - 56,71; $P_2O_{5\text{suv}}$ - 51,14; $P_2O_{5\text{suv}}/P_2O_{5\text{umum}}$ x100 - 90,18; N - 6,38; CaO - 9,87; F - 0,1 (1-namuna) va $P_2O_{5\text{umum}}$ - 56,12; $P_2O_{5\text{suv}}$ - 47,85; $P_2O_{5\text{o'zl.}}/P_2O_{5\text{umum}}$ x100 - 85,26; N - 6,62; CaO - 9,91; F - 0,093 (2-namuna). P_2O_5 ning suvda eruvchan shakllarining nisbiy tarkibi 85,26-90,18% ni tashkil qiladi, bu DSt-2399-80 bo'yicha ozuqabop fosfatlar uchun belgilangan talabdan oshadi (suvda eruvchan shaklning nisbiy tarkibi kamida 80% bo'lishi kerak).

XULOSA

Dissertatsiya ishi mavzusi bo'yicha olib borilgan ilmiy-amaliy tadqiqotlar natijalari asosida quyidagi xulosalar shakllantirildi:

1. MQdan olingan, dastlabki va oldindan ftorsizlantirilgan va sulfatsizlantirilgan EFKning bug'lanish jarayonining ta'siri o'rganildi va tarkibida 0,76% SO₄; 0,15% F va 60% gacha P₂O₅ bo'lgan va reologik xususiyatlari: zichligi 1,622 g/sm³ va yopishqoqligi 41,640 mPa·s bo'lgan tozalangan EFK olindi.

2. Kislotada eruvchan kremniyni o'z ichiga olgan reagent - diatomitning ftorsizlantirilgan va sulfatsizlangan EFKni chuqur ftorsizlantirishga ta'siri o'rganildi, kremniyftoridda (SiF₄²⁺) ftor birikmalarini hosil qilishga 100-120% me'yorda diatomit ishtirokida hamda barbotajli va likopchali bug'latgich uskunasi foydalangan holda, 96,5-98,5% gacha ftorsizlantirish darajasiga ya'ni 0,008% gacha qoldiq ftor miqdoriga erishildi.

3. Texnologik parametrlarning likopchali bug'latgich uskunasi yordamida kislotada eriydigan kremniyni o'z ichiga olgan reagent – diatomit mavjudligida, 1,17-1,25% ftorni o'z ichiga olgan dastlabki EFKni ftorsizlantirishga ta'siri o'rganildi, dastlabki EFKning ftorsizlantirish darajasi 97-98% ga yetishi ko'rsatildi; bunda EFKdagi qoldiq ftor miqdori 0,06-0,12% ni tashkil qiladi. Barbotajli va likopchali bug'latgich uskunasi yordamida diatomit ishtirokida EFKni chuqur ftorsizlantirish jarayonining optimal texnologik ko'rsatkichlari aniqlandi.

4. Ftorsizlantirilgan EFK va kalsiy karbonat asosida ularning turli massa nisbatlarida ozuqabop monokalsiyfosfat olish jarayoni o'rganildi. Ular 55,30 dan 56,71% gacha umumiy P₂O₅, asosan suvda eruvchan shakldagi (P₂O₅_{suv.}:P₂O₅_{umum.} mos ravishda 80-91% oralig'ida joylashgan), CaO 10 dan 16 % gacha, ftor 0,086-0,12% gacha o'zgarishi aniqlandi. Sintezlangan ozuqabop tozalikdagi Ca(H₂PO₄)₂·H₂O tarkibi va xususiyatlari bo'yicha ozuqa fosfatlarining ko'rsatkichlariga muvofiq va GOST 23999-80 talablariga javob beradi.

5. Turli nisbatlarda NH₄H₂PO₄ eritmalari, karbonat xomashyosi (ohaktosh) va yuqori konsentrlangan EFKdan ozuqabop kalsiy-ammoniyfosfat olishga texnologik parametrlarning ta'siri o'rganildi. Mahsulotda 80-91% suvda eriydigan shaklda P₂O₅, 4-7% azot, 10-16% CaO va 0,086-0,120% ftor mavjudligi aniqlandi. Olingan ozuqabop kalsiy-ammoniyfosfat namunalari ozuqabop fosfatlarga qo'yilgan talablarga mos keladi.

6. Rentgenografik, IQ-spektroskopik, skanerlovchi elektron mikroskopik fizik-kimyoviy tahlil usullari yordamida ozuqabop monokalsiyfosfat va kalsiy-ammoniyfosfatning tuz tarkibi va fizik-kimyoviy xususiyatlari aniqlandi hamda kimyoviy tahlillar natijalari bilan tasdiqlandi.

7. O'tkazilgan tadqiqotlar monoammoniyfosfat eritmalari va ohaktoshdan tozalangan MQ YuKFKdan olingan sulfatsizlantirilgan va ftorsizlantirilgan bug'langan EFK-dan ozuqabop Ca(H₂PO₄)₂·H₂O va kalsiy-ammoniyfosfat ishlab chiqarish material oqimlarini aniqlash va texnologik sxemasi uchun asos bo'lib xizmat qildi. Tavsiya etilgan texnologiyalar ishlab chiqarish sharoitidagi model

qurilmada muvaffaqiyatli sinovdan o'tkazildi, ular asosida ishlab chiqarishning texnologik rejimi me'yorlari ishlab chiqildi.

8. MQ YuKFKdan olingan EFK asosida ozuqabop monokalsiyfosfat va kalsiy-ammoniyfosfat ishlab chiqarishni tashkil etishning yuqori iqtisodiy samaradorligi va maqsadga muvofiqligini ko'rsatuvchi texnik-iqtisodiy hisob-kitoblar o'tkazildi. Yiliga 10 ming tonna ozuqabop monokalsiyfosfat va kalsiy-ammoniyfosfat ishlab chiqarishdan olingan iqtisodiy samara import qilinadiganlariga nisbatan mos ravishda 85,66 va 64,97 milliard so'mni tashkil etdi.

**НАУЧНЫЙ СОВЕТ DSc.02/05.05.2023.К/Т.35.02 ПО ПРИСУЖДЕНИЮ
УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ ПРИ ИНСТИТУТЕ ОБЩЕЙ И
НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ**

ТАШКЕНТСКИЙ ХИМИКО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

НАСРИДИНОВ АЪЗАМЖОН УМАРАЛИЕВИЧ

**РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ МИНЕРАЛЬНЫХ
ДОБАВОК, КОРМОВОГО КАЛЬЦИЙАММОНИЙФОСФАТА НА
ОСНОВЕ КАРБОНАТА КАЛЬЦИЯ, АММИАКА И ФОСФОРИТОВ
ЦЕНТРАЛЬНЫХ КЫЗЫЛКУМОВ**

02.00.13 – Технология неорганических веществ и материалов на их основе

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

Ташкент – 2024

ВВЕДЕНИЕ (аннотация диссертации доктора (PhD))

Актуальность и востребованность темы диссертации. Во всем мире, несмотря на громадные достижения в земледелии и животноводстве, проблема обеспечения населения продовольствием к началу XXI века остается нерешенной. Одним из наиболее эффективных способов решения этой проблемы является дальнейшее повышение урожайности сельскохозяйственных культур и производительности животноводства, птицеводства, рыбоводства. В связи с этим большое значение имеет обеспечение агропромышленного комплекса высокоэффективными сортами зерновых культур, минеральными и органоминеральными удобрениями, внедрение передовых агротехнических и агрохимических технологий, применение минеральных кормовых добавок, комбикормов, среди которых особое место занимают кормовые добавки, содержащие водорастворимые формы фосфоркальция и азотфосфоркальция, которые необходимы для интенсивного развития, животноводства, птицеводства и рыбоводства.

В мире проводятся научные исследования по разработке современных технологий по глубокому обесфториванию экстракционной фосфорной кислоты (ЭФК), являющейся сырьем для производства фосфорной продукции, а также для переработки ее в эффективные азотфосфоркальцийсодержащие минеральные добавки, кормовые фосфаты в водорастворимой форме. В связи с этим особое внимание уделяется разработке эффективных способов одновременного обесфторивания и концентрирования экстракционной фосфорной кислоты из фосфоритов, интенсификации процесса глубокого обесфторивания и концентрирования ЭФК; установление оптимальных параметров получения монокальцийфосфата кормовой чистоты; изучение процесса получения кормового фосфата кальций-аммония (ФКА), содержащего в водорастворимой форме питательные компоненты в одном продукте; установление оптимальных технологических параметров процесса получения кормового ФКА с высоким содержанием питательных компонентов в водорастворимой форме и улучшенными физико-химическими и товарными свойствами.

В Республике достигнуты научные и практические результаты по разработке технологий производства различных фосфорных удобрений и различных кормовых и чистых солей фосфатов путем очистки ЭФК, получаемых из местного фосфоритного сырья. В стратегических планах по развитию Узбекистана до 2026 года определены актуальные задачи, нацеленные на «продолжение реализации промышленной политики, направленной на обеспечение стабильности национальной экономики, увеличение доли промышленности в валовом внутреннем продукте и роста объема производства». В связи с этим огромное значение приобретает производство минеральных, пищевых добавок монокальцийфосфата и кальций-аммонийфосфата на основе ЭФК, полученной из мытого обожженного фосконцентрата (МОК) Централных Кызылкумов (ЦК).

Данное диссертационное исследование в определенной степени служит выполнению задач, предусмотренных в Указе Президента Республики Узбекистан № УП-60 от 28 января 2022 года «О стратегии развития Нового Узбекистана на 2022-2026 годы» и в Постановлениях Президента Республики Узбекистан № ПП-4265 от 3 апреля 2019 года «О мерах по дальнейшему реформированию и повышению инвестиционной привлекательности

химической промышленности», № ПП-4937 от 28 декабря 2020 года «О мерах по реализации инвестиционной программы Республики Узбекистан на 2021-2023 годы», № 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» и № ПП-4005 от 6 ноября 2018 года «О дополнительных мерах по дальнейшему развитию рыбноводческой отрасли», а также других нормативно-правовых документах, принятых в данной сфере.

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

Степень изученности проблемы. В научной литературе выявлен большой объем исследований по получению ЭФК из фосфатного сырья различного месторождения, а на её основе производства фосфорсодержащих удобрений, кормовых и более чистых фосфатных солей, включая богатые по P_2O_5 апатиты и более бедные фосфориты, отличающихся друг от друга химическим и минералогическим составом (М.Е.Позин, В.Ф.Кармышов, Б.А.Дмитревский, С.П.Кочетков, А.А.Hanna, D.Touabia, А.А.El-Asmy, Н.М.Serag, Б.М.Беглов, Ш.С.Намазов, А.У.Эркаев, Х.Ч.Мирзакулов, Т.И.Нурмуродов, В.Ф.Искулов, А.А.Киселев, М.А.Шаймарданова и др.). Их работы направлены в основном на получение ЭФК, одинарных и сложных фосфорсодержащих удобрений, чистых солей фосфорной кислоты. Совершенно отсутствуют сведения по получению кальцийаммонийфосфата и монокальцийфосфата кормовой чистоты на основе ЭФК, полученной из фосфоритов ЦК.

Технические решения исследователей для получения кормовых фосфатов кальция и аммония сводятся к нейтрализации исходной или упаренной ЭФК известняком и аммиаком с получением фосфатов кальция и аммония, основными компонентами которых являются монокальцийфосфат и моноаммонийфосфат, содержащие до 4% фтора, что превышает в 20 раз количество фтора в кормовом фосфате.

Разработки в области получения кормового ФКА, содержащего кальций и фосфор в водорастворимой форме, в основном, включают нейтрализацию термическую (ТФК) или экстракционную H_3PO_4 . Для этого ЭФК предварительно подвергается очистке с помощью солей кальция и аммония, как например, известняк, $NH_4H_2PO_4$ и NH_4NO_3 . Необходимы новые научно-обоснованные технические решения для получения минеральных добавок, кормового монокальцийфосфата и ФКА из местных сырьевых ресурсов, приемлемых для Республики, и снижение себестоимости за счет интенсификации и усовершенствования, а также применения энерго- и ресурсосберегающих новых технологий.

Связь темы диссертационной работы с научно-исследовательскими работами, где выполнена диссертация. Диссертационное исследование осуществляется в соответствии с планом научно-исследовательских работ Ташкентского химико-технологического института «Разработка технологии фосфорных и азотно-фосфорных минеральных кормовых добавок для рыбной отрасли, альтернативных аммофосу» и «Опытно-промышленное освоение технологии кормовых фосфатов калия и кальция на основе экстракционной

фосфорной кислоты Центральных Кызылкумов» в рамках прикладных и инновационных проектов.

Целью исследования является разработка ресурсосберегающей технологии получения минеральных добавок, кормового монокальцийфосфата и ФКА на основе карбоната кальция, аммиака и ЭФК из фосфоритов ЦК.

Задачи исследования:

исследование процесса получения глубоко обесфторенной и концентрированной ЭФК из МОФК ЦК без и в присутствии кислотнорастворимого диоксида кремния – диатомита с применением упарки и продувки, а также изучение ее реологических свойств;

исследование процесса получения кормового монокальцийфосфата на основе глубоко обесфторенного и концентрированного ЭФК и известняка и установление оптимальных технологических параметров;

разработка и апробация технологии, составление материального баланса и норм технологического режима производства кормового монокальцийфосфата на основе глубоко обесфторенного и концентрированного ЭФК и известняка;

исследование процесса концентрирования раствора моноаммонийфосфата, изучение их реологических свойств и получения кормового фосфата - ФКА на основе моноаммонийфосфата и известняка с определением наилучших условий проведения технологического процесса;

синтез кормового ФКА с высоким содержанием водорастворимой формы питательных компонентов (P_2O_5 , CaO, N) на основе моноаммонийфосфата, известняка и концентрированного, обесфторенного ЭФК и изучение их реологических свойств;

технично-экономическое обоснование эффективности получения кормового монокальцийфосфата и ФКА.

Объектами исследования являются обесфторенная и обессульфаченная ЭФК, карбонат кальция (мел, известняк), аммиак, моноаммонийфосфат, монокальцийфосфат, ФКА.

Предметом исследования являются разработка технологии очистки ЭФК от сульфата и фтора, переработки в моноаммонийфосфат, монокальцийфосфат и ФКА соли.

Методы исследования. В диссертации использованы химические и физико-химические (рентгенофазовый, ИК-спектроскопический, сканирующий электронно-микроскопический) методы анализа, а также статическая обработка экспериментальных данных.

Научная новизна диссертационного исследования заключается в следующем:

выявлены оптимальные технологические параметры процесса разложения известняка глубоко обесфторенной и концентрированной ЭФК и получения кормового монокальцийфосфата на их основе;

впервые доказано закономерности влияния технологических параметров и выявлены оптимальные условия процесса получения кормового ФКА, содержащего в водорастворимой форме питательные компоненты на основе моноаммонийфосфата, известняка и глубоко обесфторенной и концентрированной ЭФК из МОФК ЦК;

выявлены физико-химические характеристики и товарные свойства кормового монокальцийфосфата и ФКА в зависимости от технологических параметров получения на основе глубоко обесфторенной и концентрированной ЭФК, раствора моноаммонийфосфата и известняка;

разработана принципиальная технологическая схема и рассчитаны материальные потоки синтеза кормового монокальцийфосфата и ФКА переработкой известняка глубоко обесфторенной и концентрированной ЭФК и/или растворами $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$.

Практические результаты исследования заключаются в следующем:

разработана технология получения кормового монокальцийфосфата путем переработки известняка глубоко обесфторенной и концентрированной ЭФК из МОФК ЦК;

разработана технология получения кормового ФКА, содержащего питательные компоненты в водорастворимой форме путем переработки известняка раствором моноаммонийфосфата и глубоко обесфторенной и концентрированной ЭФК из МОФК ЦК.

Достоверность результатов исследования. Предлагаемые минеральные добавки кормовой монокальцийфосфат и ФКА подтверждаются результатами современных химических и физико-химических анализов, а также лабораторными опытами и испытаниями, проведенными на модельных установках СП АО «Электрохимзавод»

Научная и практическая значимость результатов исследования.

Научная значимость результатов исследования заключается в том, что при производстве минеральных добавок с помощью интенсивной технологии удалось создать научную основу для использования ценных для экономики страны импортозамещающих химических продуктов – монокальцийфосфата и кальций-аммонийфосфата кормовой чистоты в водорастворимой форме, полученных из глубоко обесфторенной концентрированной ЭФК и раствора моноаммонийфосфата

Практическая значимость результатов исследований заключается в глубоком обесфторивании ЭФК и переработке очищенной ЭФК в пищевые монокальцийфосфатные и кальциево-аммонийфосфатные минеральные добавки, которые служат для удовлетворения потребностей страны в импортируемых химических продуктах с высокой добавленной стоимостью.

Внедрение результатов исследования. На основе полученных научных данных по разработке технологии получения минеральных добавок, содержащих питательные компоненты в водорастворимой форме, монокальцийфосфата и ФКА кормовой чистоты:

технология получения кормового монокальцийфосфата путем переработки известняка концентрированной и глубоко обесфторенной ЭФК по интенсивной энергосберегающей технологии включена в «Перечень перспективных, внедряемых разработок в 2024-2026 годах» СП-АО «Электрохимзавод» (справка СП-АО «Электрохимзавод» от 10 июля 2023 года №99). Результаты дают возможность организации производства кормового монокальцийфосфата из известняка и концентрированной глубоко обесфторенной ЭФК по интенсивной и энергосберегающей технологии;

технология получения минеральных добавок, содержащих три вида питательных компонентов (NPSa) в водорастворимой форме, кормового ФКА на основе раствора моноаммонийфосфата, известняка и очищенной ЭФК,

включена в «Перечень перспективных, внедряемых разработок в 2024-2026 годах» СП-АО «Электрохимзавод» (справка СП-АО «Электрохимзавод» от 10 июля 2023 года №99). Результаты дают возможность организации производства ФКА, содержащего в одном продукте три вида питательных компонентов с водорастворимой формой для животноводства, птицеводства и рыбководства.

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

Опубликованность результатов исследования. По теме диссертации опубликовано 13 научных работ, из них 4 научных статей, в том числе, 3 в республиканских и 1 в зарубежном журналах, рекомендованных Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан для публикации основных научных результатов диссертаций (PhD).

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка использованной литературы, приложения. Объем диссертации составляет 115 страниц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении изложена актуальность и востребованность проведенного исследования, цель и задачи исследования, характеризуется объект и предмет исследования, показано соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологий республики, излагаются научная и практическая значимость полученных результатов, внедрение в практику, сведения по опубликованным работам и структуре диссертации.

В первой главе диссертации «Тенденция развития производств очищенной экстракционной фосфорной кислоты и ее кормовых солей» приводится литературный обзор, в котором приводятся сведения по применению, спросу и масштабам производства чистых солей фосфатов аммония и кальция. Описаны различные способы полной и глубокой очистки продуктов от примесей, в том числе аммофоса методом последовательных перекристаллизаций с получением моноаммонийфосфата (МАФ) реактивных марок «ч», «чда» и «хч». Сделан анализ литературных данных, относящихся к вопросам получения кормовых и более чистых ортофосфатов аммония и кальция из фосфатного сырья различных месторождений.

Во второй главе диссертации «Характеристика исходных и промежуточных продуктов и физико-химические методы исследований» даны характеристика использованных материалов и методики выполнения химических анализов, определения физических свойств, проведения физико-химических исследований и экспериментов.

В третьей главе диссертации «Интенсификации обесфторивания экстракционной фосфорной кислоты из фосфоритов Центральные Кызылкумов и получение кормового монокальцийфосфата» в отличие от известных методов обесфторивания ЭФК осуществлялось одновременно с ее концентрированием, что позволяет значительно снизить энергозатраты.

Для этого в начале для концентрирования и глубокого обесфторивания ЭФК использовали метасиликат и карбонат натрия и обессульфаченную ЭФК, полученную из фосфоритов ЦК методом осаждения. После предварительной очистки ЭФК содержит пониженное до 0,23% количество сульфатов и до 0,30% фтора, однако, соединения алюминия, железа, кальция, магния в виде фосфатных солей остаются в растворе и могут образовывать с фтором труднорастворимые комплексы. Перед началом экспериментов по обесфториванию и концентрированию предварительно обессульфаченной исходной ЭФК проводилась ее упарка в модельных установках, имитирующих производственные условия, при постоянном перемешивании. Полученные данные (табл. 1) показывают, что с увеличением концентрации P_2O_5 упариваемой ЭФК с 17,12 до 59,95% степень обесфторивания кислоты (γ_F) достигает не более 81,17%. Повышение концентрации P_2O_5 свыше 59,50% приводило к образованию плохотекучей массы.

Таблица 1

Химический состав упаренной ЭФК из фосфоритов ЦК

№	Химический состав, масс. %							γ_F , (%)
	P_2O_5	CaO	MgO	Fe_2O_3	Al_2O_3	SO_4^{2-}	F	
1	17,12	0,37	0,49	0,36	0,43	0,31	1,20	-
2	25,08	0,56	0,72	0,47	0,61	0,41	1,02	15,00
3	35,20	0,80	1,01	0,62	0,83	0,55	0,71	40,83
4	40,19	0,91	1,15	0,70	0,94	0,62	0,55	45,83
5	45,12	1,04	1,30	0,77	1,04	0,69	0,40	66,67
6	50,29	1,14	1,44	0,83	1,11	0,74	0,30	75,83
7	55,11	1,25	1,59	0,88	1,18	0,79	0,24	80,07
8	59,95	1,39	1,73	0,95	1,27	0,82	0,22	81,17

Таким образом, результаты экспериментов доказали, что для повышения степени обесфторивания необходимо добавлять в процесс кислотнорастворимые кремнийсодержащие добавки с целью образования неустойчивого в кислых средах соединения фтора. В связи с этим в последующих опытах в качестве кремнийсодержащей добавки использовался диатомит ДП-02-10, содержащий примерно 78% SiO_2 в кислотнорастворимой форме с удельной поверхностью 32-34 m^2/c (0,5-1,0%, от общей массы ЭФК) для образования ионов кремнефторида (SiF_4^{2-}), который легко удаляется при упарке кислоты (норма от стехиометрии на образование SiF_4^{2-} -120%) (табл.2).

Из полученных экспериментальных данных видно, что в присутствии кислотнорастворимого оксида кремния при концентрировании предварительно обесфторенной ЭФК содержание всех компонентов кислоты увеличивается пропорционально повышению концентрации P_2O_5 за исключением фтора, содержание которого уменьшается с исходного 0,30 % до 0,008%, т.е. при концентрации 59,75% P_2O_5 содержание фтора уменьшается в 17,5 раза, а при 50% P_2O_5 - в 17 раз.

Таблица 2

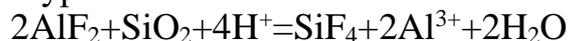
**Химический состав упаренной ЭФК, полученной из фосфоритов ЦК
в присутствии диатомита (N – 120%)**

№	Химический состав, масс. %							γ _F , (%)
	P ₂ O ₅	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SO ₄ ²⁻	F	
1	35,14	0,72	0,99	0,51	0,74	0,47	0,025	98,15
2	40,18	0,83	1,11	0,58	0,86	0,53	0,015	98,55
3	45,12	0,98	1,27	0,65	0,96	0,60	0,012	99,02
4	50,19	1,09	1,40	0,70	1,05	0,64	0,010	99,45
5	55,21	1,18	1,54	0,74	1,09	0,69	0,009	99,59
6	59,75	1,30	1,68	0,83	1,21	0,74	0,008	99,77

Одним из преимуществ одновременного обесфторивания и концентрирования ЭФК предположительно может быть совмещение процесса в одном барботажном или тарельчатом выпарном аппарате. Процесс проводили в лабораторных условиях при температуре 90-100⁰С барботированием воздуха со скоростью подачи 1,3 л/мин, выдержке постоянной концентрации P₂O₅ путем добавления дистиллированной воды. Выделяющиеся при дефторивании газы в виде HF и SiF₄ поглощали щелочными растворами с дальнейшими их анализами.

Эксперименты по обесфториванию неупаренной (18-20% P₂O₅, 1,2-1,3% F) ЭФК показали, что обесфторивание до содержания фтора 0,1-0,2% достигалось при значительных расходах пара. При этом кислота упаривалась до концентрации 50-55% P₂O₅. Это объясняется тем, что пар, проходя через кислоту, не конденсируется, следовательно, не используется теплота парообразования. Поэтому более экономичным оказался процесс с предварительной упаркой кислоты. Применение для обесфторивания нагретого воздуха оказалось нежелательным, поскольку кислота быстро концентрируется, вязкость ее повышается, что замедляет процесс обесфторивания. В дальнейшем использовался перегретый пар с температурой до 500⁰С и его смесь с воздухом.

Наличие в фосфорнокислых растворах фторкомплексов алюминия и фторфосфорных кислот уменьшает упругость паров фтористых соединений над ЭФК и замедляет процесс ее обесфторивания. Поэтому интенсификация процесса отдувки фтора из ЭФК может быть достигнута только при создании условий, способствующих разрушению фторкомплексов алюминия и фторфосфорных кислот. Такими условиями являются: повышение температуры, увеличение концентрации P₂O₅ и H₂SO₄ в растворе, введение кремнийсодержащих добавок. В частности, активная роль диатомита в данном случае обусловлена снижением устойчивости монофторфосфорной кислоты и протеканием процесса по уравнению:



Для ускорения процесса обесфторивания необходимо создать условия, обеспечивающие эффективный способ выделения и отдувки SiF₄ и HF из ЭФК в газовую фазу за счет интенсивной турбулизации газового потока и его дробления. В связи с этим были проведены исследования по концентрированию и глубокому обесфториванию предварительно упаренной

ЭФК методом отдувки, обеспечивающей интенсивную турбулизацию газового потока и дробление (в имитирующих условиях барботажного выпарного аппарата) в присутствии диатомита в зависимости от нормы кислотнорастворимого диоксида кремния, времени обесфторивания и концентрирования предварительно упаренной кислоты (табл.3).

Таблица 3

**Влияние технологических параметров на обесфторивание
предварительно упаренной (P₂O₅ – 45-55%) ЭФК методом отдувки в
присутствии диатомита**

Опыт	Время обесфторивания, (мин)	Состав кислоты, (%)				Степень обесфторивания, (%)
		упаренной		обесфторенной		
		P ₂ O ₅	F	P ₂ O ₅	F	
Норма SiO ₂ (диатомит) 100%						
1	30	45,12	0,40	54,21	0,012	98,79
2	40			54,80	0,011	98,82
3	50			55,32	0,0085	98,88
4	30	50,29	0,29	53,85	0,0067	99,17
5	40			55,36	0,0063	99,21
6	50			55,89	0,0058	99,24
Норма SiO ₂ (диатомит) 125%						
7	30	45,12	0,40	54,17	0,0082	99,79
8	40			54,82	0,0077	99,81
9	50			55,29	0,0065	99,84
10	30	50,29	0,29	53,72	0,0047	99,88
11	40			55,31	0,0041	99,89
12	50			55,94	0,0041	99,89
13	30	55,11	0,22	56,03	0,0035	99,91
14	40			56,15	0,0035	99,91
15	50			56,87	0,0029	99,93
Норма SiO ₂ (диатомит) 150%						
16	30	45,12	0,40	54,27	0,0081	99,81
17	40			54,88	0,0075	99,83
18	50			55,34	0,0063	99,86
19	30	50,29	0,29	53,86	0,0045	99,89
20	40			55,38	0,0040	99,90
21	50			55,97	0,0039	99,92

По полученным данным установлено, что при методе отдувки и в присутствии диатомита с увеличением нормы кислотнорастворимого диоксида кремния от 100 до 150% и от 125 до 150% при времени обесфторивания 30 минут степень обесфторивания увеличивается до 98,89% и до 99,83% при 40 минут, соответственно. Содержание фтора при этом уменьшается при 30 минутах от 0,9 до 0,02% и при 40 минутах - от 0,0081 до 0,0025%, соответственно. Результаты лабораторных исследований были испытаны на модельной установке (рис.1), имитирующей производственные условия.

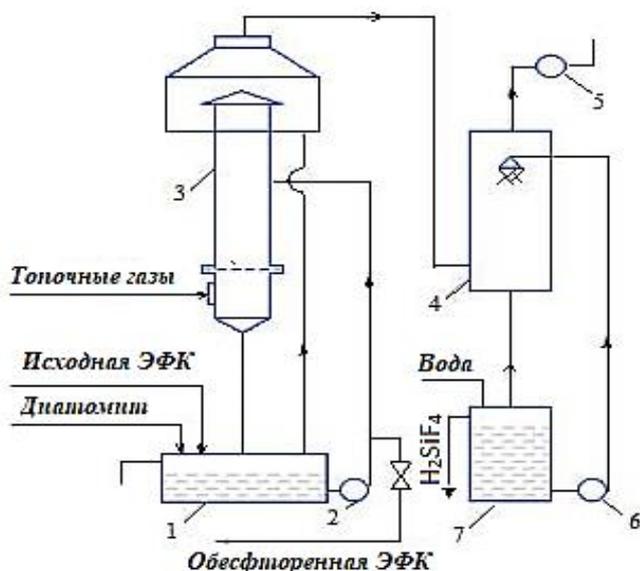


Рис. 1. Принципиальная технологическая схема модельной установки по обесфториванию исходного ЭФК в присутствии диатомита: 1-расходный сборник; 2-насос дозатор; 3-аппарат обесфторивания; 4-абсорбер; 5-вентилятор; 6-насос; 7-сборник.

Проведенные испытания на модельной установке (рис.1) подтвердили возможность обесфторивания дигидратной ЭФК, полученной из МОФК ЦК методом отдувки воздухом (парогазовой смеси) в барботажном или эрлифтном дефтораторе до остаточного содержания фтора в кислоте менее 0,2%, причем было показано, что фтор может отдуваться как в виде SiF_4 , так и в виде HF . Наиболее интенсивно процесс отдувки протекал в присутствии фтора в кислоте в виде кремнефторид-иона. Выполненные исследования на модельной установке в аппарате тарельчатого типа по обесфториванию ЭФК, полученной из МОФК ЦК методом отдувки топочными газами с использованием

диатомита показал перспективность данного способа для промышленного получения обесфторенной ЭФК, содержащей менее 0,2% F и пригодной для получения кормовых фосфатов.

Для изучения процесса получения кормового монокальцийфосфата из известняка и глубоко обесфторенной ЭФК исследовали влияние температуры и продолжительности процесса на степень разложения известняка (0,1-2 мм) при норме кислоты 100% и концентрации 40, 50%. Повышение температуры процесса с 20 до 80⁰С существенно повышает степень разложения известняка для всех значений на данный период времени.

Для получения монокальцийфосфата кормовой чистоты необходимо проводить более глубокую очистку от фтора ЭФК из фосфоритов ЦК. Для разложения известняка использовали обесфторенные, обессульфаченные и упаренные от 45 до 60% P_2O_5 кислоты. Увеличение продолжительности процесса разложения, повышение температуры и уменьшение диаметра частиц известняка также способствуют повышению степени разложения. Увеличение концентрации ЭФК способствует незначительному снижению содержания фтора в готовом продукте.

Для определения минералогического и химического состава полученного кормового монокальцийфосфата образцы были подвергнуты рентгенофазовому, ИК-спектроскопическому и энергодисперсионному микроскопическому анализу.

На рентгенограмме гранулированного монокальцийфосфата имелись дифракционные максимумы, характерные для монокальцийфосфата ($\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) с межплоскостными расстояниями 11,75; 4,93; 3,007; 2,95 Å,

стерреттит $(Al_6(PO_4)_2(OH)_6 \cdot 5H_2O)$ – 3,79 Å, железистый лазулит $(Mg,Fe)Al_2(PO_4)_2(OH)_2$ – 3,20 Å, а также 3,84 и 3,68 Å, отнесенные к $Mg(H_2PO_4)_2 \cdot 6H_2O$ и $NaH_2PO_4 \cdot H_2O$. На ИК-спектре обнаружены частоты колебаний, характеризующие колебания PO_4 и кристаллической воды.

Энергодисперсионный микроскопический анализ монокальцийфосфата показал следующее содержание элементов: (масс.%): 0-51,28; F-0,11; Na-1,51; Mg-1,89; Al-0,92; Si-0,11; P-23,28; Ca-19,68; S-0,31; что соответствует ИК содержанию в кормовом монокальцийфосфате.

Разработана принципиальная технологическая схема (рис. 2) получения концентрированной и глубоко обесфтореной ЭФК путем упаривания исходной ЭФК, содержащей 16-18% P_2O_5 и 1,17-1,25% F, до концентрации P_2O_5 в ЭФК 45-55%, затем одновременным проведением концентрирования ЭФК и глубокого обесфторивания в присутствии кислотнорастворимого кремнийсодержащего реагента - диатомита с применением тарельчатого выпарного аппарата и подачи парогазовой смеси. Далее на основе полученной кислоты производится кормовой монокальцийфосфат.

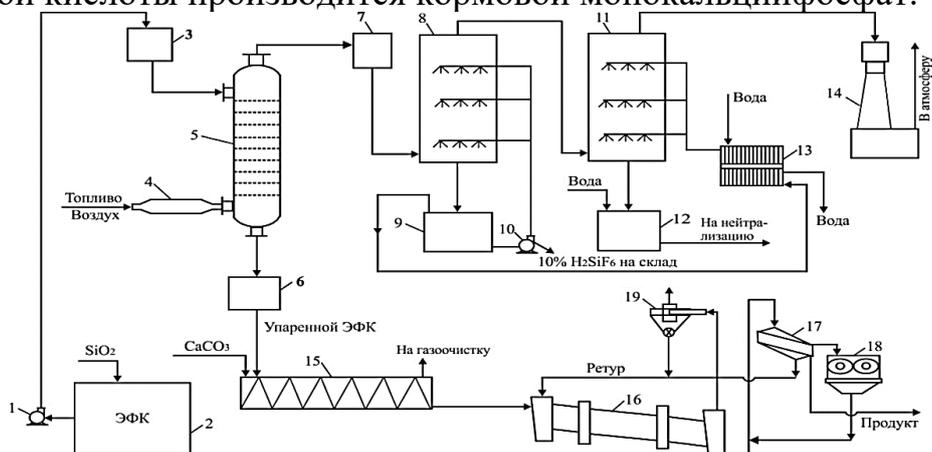


Рис. 2. Технологическая схема выпаривания и обесфторивания ЭФК в тарельчатом концентрате и получение на их основе кормового монокальцийфосфата: 1 - центробежные насосы; 2, 6, 9, 11 - сборники; 3 - напорный бак; 4 - топка; 5 - тарельчатый концентратор; 7 - брызгоуловитель; 8 - полая абсорбционная башня; 10 - полая конденсационная башня; 12 - холодильник; 13 - скруббер Вентури с брызгоуловителем; 14 - вентилятор; 15 - шнековый смеситель; 16 - БГС; 17 - классификатор; 18 - дробилка; 19 - абсорбер

Разрабатываемый в технологии выпарной аппарат относится к типу с интенсивным теплообменом, его усовершенствование сводилось, в основном, к повышению интенсивности его работы. Так, совмещая в одном аппарате три ступени, увеличивали общее сопротивление концентратора за счет суммирования потоков топочных газов и охлаждающего воздуха и сопротивлений отдельных ступеней. Конструкция газораспределительных тарелок имеет немалое значение с точки зрения интенсивности работы аппарата. Была использована газораспределительная тарелка провального типа с изменяемым свободным сечением, которое набирается из отдельных колосников, не закрепляемых жестко по концам и совершающих в процессе работы вертикальные возвратно-поступательные движения. Разработанная

технология прошла испытания в СП-АО «Электрохимзавод», в результате которых получен кормовой монокальцийфосфат состава, (масс.%): $P_2O_{5\text{общ.}}$ -52,11; $P_2O_{5\text{усв.}}$ -51,91; $P_2O_{5\text{вод.}}$ -51,76; CaO-27,11; F-0,10. Испытания показали адекватную воспроизводимость результатов лабораторных исследований относительно технологических параметров осуществления процессов получения обесфторенного монокальцийфосфата и качества получаемой продукции. Результаты предварительного технико-экономического расчета показали, что экономия с каждой тонны кормового монокальцийфосфата составит по сравнению с импортируемым - 8,57 млн сум.

В четвертой главе диссертации «Исследование процесса получения кормового кальций-аммонийфосфата на основе раствора моноаммонийфосфата, известняка и экстракционной фосфорной кислоты» проведены исследования по получению кормового ФКА при различных сочетаниях сырьевых компонентов.

Исследован процесс получения кормового ФКА путем разложения известняка раствором МАФ в зависимости от pH исходного МАФ и массового соотношения МАФ:известняк при установленных оптимальных температурах - 70 °С и продолжительности процесса разложения - 40 мин. Химический состав кормового ФКА приведен в табл. 4.

Таблица 4

Влияние массового соотношения МАФ:известняк и степени нейтрализации pH исходного раствора моноаммонийфосфата на химический состав кормовых, минеральных добавок ФКА

№	Массовое соотношение МАФ:изв. (в г.)	Химический состав, масс. %										$\frac{P_2O_{5\text{вод}}}{n}$ $P_2O_{5\text{общ}} \times 100\%$
		$P_2O_{5\text{общ}}$	$P_2O_{5\text{усв}}$	$P_2O_{5\text{вод}}$	N	CaO	MgO	Al_2O_3	Fe_2O_3	SO_3	F	
исходный раствор МАФ, pH=3,44												
1	100:6,0	52,13	51,36	33,88	5,14	11,30	1,47	0,76	0,35	0,0056	0,135	64,99
2	100:8,4	51,86	51,10	29,37	4,62	15,77	1,52	0,79	0,37	0,0056	0,127	56,63
3	100:10,8	51,59	50,84	24,89	4,11	20,24	1,57	0,82	0,38	0,0057	0,122	48,24
4	100:12,0	51,45	50,71	22,63	3,85	22,47	1,60	0,84	0,39	0,0057	0,118	43,98
исходный раствор МАФ, pH=4,07												
5	100:5,9	54,96	54,13	37,67	5,39	10,82	1,45	0,27	0,08	0,0055	0,073	68,54
6	100:8,3	54,75	53,92	32,90	5,20	15,02	1,48	0,29	0,09	0,0055	0,071	60,09
7	100:10,7	54,54	53,72	28,14	5,01	19,21	1,51	0,30	0,10	0,0056	0,068	51,88
8	100:11,8	54,45	53,61	25,75	4,91	21,31	1,53	0,31	0,10	0,0056	0,066	47,29
исходный раствор МАФ, pH=4,76												
9	100:5,8	55,16	54,34	38,51	6,27	10,77	1,43	0,26	0,07	0,0053	0,034	69,81
10	100:8,1	55,06	54,23	33,72	5,86	14,92	1,46	0,28	0,07	0,0053	0,032	61,24
11	100:10,4	54,97	54,12	28,94	5,45	19,07	1,49	0,29	0,08	0,0054	0,030	52,65
12	100:11,6	54,92	54,06	26,55	5,26	21,15	1,51	0,30	0,09	0,0054	0,029	48,34

Полученные данные показали, что с увеличением рН исходного раствора и уменьшением массового соотношения МАФ:известняк содержание P_2O_5 и фтора уменьшаются, а азота - увеличиваются. Так, с уменьшением массового соотношения от 100:(5,8-6,0) до 100:(11,6-12,0) и увеличением рН исходного раствора от 3,44 до 4,76 уменьшается содержание P_2O_5 от 55,16 до 51,45%, а фтора - от 0,135 до 0,029%. Содержание азота, напротив, возрастает с 3,85 до 6,27%, а содержание MgO , Al_2O_3 , Fe_2O_3 увеличивается незначительно. После сушки отмечается повышение содержания всех компонентов кормовой добавки ФКА за счет удаления практически всей влаги. Полученные кормовые добавки содержали такие основные питательные компоненты, как P_2O_5 , N и CaO в суммарном количестве от 71,17 до 80,67% при рН=4,07 и при рН=4,7 - от 72,20 до 80,47%. В данном случае водорастворимая часть кормовой добавки представлена МАФ и МКФ. Водонерастворимой частью являются комплексные фосфатные соли алюминия железа и дикальцийфосфата.

Для получения кормового ФКА с высоким содержанием водорастворимой формы P_2O_5 в конечном продукте процесс разложения известняка растворами МАФ проводили в присутствии упаренной ЭФК, что позволяет уменьшить рН пульпы, увеличивает содержание водорастворимой формы P_2O_5 в продукте путем препятствия образованию дикальцийфосфата и комплексных солей фосфатов алюминия, железа и других катионов и анионов. Результаты исследований приведены в таблице 5.

Таблица 5

Влияние массового соотношения МАФ:известняка: H_3PO_4 и рН пульпы на химический состав кормовой минеральной добавки ФКА

№	Массовое соотношение МАФ:CaCO ₃ :H ₃ PO ₄ (в г.)	рН	Химический состав, масс. %										$\frac{P_2O_{5\text{вод}}}{P_2O_{5\text{общ}}} \times 100\%$
			$P_2O_{5\text{об}}$ щ.	$P_2O_{5\text{yc}}$ в	$P_2O_{5\text{вод}}$.	N	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃	F	
1	100:15,8:42	3,0	56,71	55,46	51,14	6,38	9,87	2,47	0,57	0,31	0,12	0,100	90,18
2	100:22,1:56		56,59	55,29	50,31	5,63	11,94	2,04	0,64	0,36	0,19	0,109	88,91
3	100:28,5:70		56,48	55,07	49,41	4,88	14,01	1,59	0,71	0,42	0,26	0,117	87,49
4	100:31,6:84		56,42	54,89	48,53	4,51	15,05	1,37	0,74	0,44	0,30	0,120	86,02
5	100:15,8:35	3,5	56,12	54,88	47,85	6,62	9,91	2,40	0,53	0,28	0,13	0,093	85,26
6	100:22,1:47		56,01	54,67	47,41	5,90	12,18	2,11	0,59	0,33	0,19	0,101	84,65
7	100:28,5:59		55,91	54,40	47,02	5,17	14,42	1,79	0,66	0,38	0,25	0,106	84,11
8	100:31,6:71		55,85	54,32	46,65	4,81	15,54	1,64	0,69	0,40	0,27	0,110	83,52
9	100:15,8:29	4,0	55,52	54,24	45,95	6,86	9,95	2,39	0,49	0,26	0,15	0,086	82,77
10	100:22,1:39		55,43	54,05	45,39	5,81	12,38	2,20	0,56	0,30	0,19	0,092	81,89
11	100:28,5:49		55,35	53,91	44,81	5,46	14,81	2,01	0,63	0,35	0,22	0,098	80,95
12	100:31,6:58		55,30	53,80	44,24	5,11	16,02	1,92	0,65	0,37	0,24	0,100	80,04

При исследовании изучали влияние количества добавляемой ЭФК и рН пульпы на содержание водорастворимой формы P_2O_5 в ФКА. Также изучено влияние при различных массовых соотношениях МАФ:известняк: H_3PO_4 и рН

на основе раствора МАФ (P_2O_5 -45%), известняка, обесфторенной, упаренной ЭФК из фосфоритов ЦК на химический состав и свойства кормового ФКА. При уменьшении массового соотношения МАФ:известняк: H_3PO_4 с 100:15,8:42 до 100:31,6:84 и рН-3,0 содержание $P_2O_{5\text{общ}}$ составляет 56,71 - 54,89%, N - 6,38-4,51%, CaO - 9,87-15,05%, фтора - 0,10-0,12%, а при уменьшении массового соотношения МАФ:известняк: H_3PO_4 с 100:15,8:29 до 100:31,6:58 и рН - 4,0, содержание $P_2O_{5\text{общ}}$ составляет 55,30-55,52%; N - 5,11-6,86%, CaO - 9,95-16,02%, фтора - 0,086-0,10%. Из полученных данных видно, что во всех случаях получают высококачественные кальций-аммонийфосфатные кормовые добавки с высоким содержанием общего, усвояемого и водорастворимого P_2O_5 , относительное содержание последнего составляет от 80,04 до 90,18%.

Исходя из результатов данного анализа, рассчитан солевой состав кормовой добавки ФКА. Проведенными расчетами установлено, что с повышением рН пульпы при получении кормового ФКА содержание МАФ увеличивается, а содержание $Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$ уменьшается. Это объясняется тем, что при повышении рН пульпы ЭФК реагирует с аммиаком, образуя МАФ, тем самым увеличивая его массовое содержание в конечном продукте что, естественно, приводит к уменьшению содержания монокальцийфосфата. В продуктах, полученных в пределах рН от 3,0 до 4,0, солевое содержание МАФ находится в диапазоне 36,43-40,79%; монокальцийфосфата - 31,95-43,45%; дикальцийфосфата - ($CaHPO_4 \cdot nH_2O$) - 8,86-13,30%; шестиводного магний аммонийфосфата - ($MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$) - 6,85-9,70%; фосфатов алюминия - 2,29-2,06%; фосфатов железа - 1,03-0,87%; ангидрита сульфата кальция - 0,51-0,65% и диаммонийфосфата - 0,74-0,83%. Увеличение рН с 3,0 до 4,0 также приводит к значительному повышению содержания $CaHPO_4$, и уменьшению фосфатов алюминия, железа, аммония (диаммонийфосфата) и ангидрита - сульфата кальция.

Разработана принципиальная технологическая схема (рис.3) получения кормового ФКА из МАФ, известняка и упаренной ЭФК, полученной из фосфоритов ЦК. Разработанная технология включает в основном следующие стадии:

- упаривание раствора МАФ, разложение карбоната кальция упаренного и частично очищенного от фтора МАФ;
- упаривание исходной или обесфторенной и обессульфаченной ЭФК;
- доразложение пульпы ФКА с упаренной обесфторенной ЭФК;
- сушка и грануляция в присутствии ретура кормового ФКА.

Сущность технологии заключается в разложении карбоната кальция упаренным МАФ (P_2O_5 - 40-45%) при норме 95-100% от стехиометрии, температуре $80^{\circ}C$, продолжительности процесса - 30-60 минут, доразложении пульпы ФКА с использованием упаренной ЭФК (45-50% P_2O_5), при необходимости выпарки образующейся пульпы и сушке при температуре $105-110^{\circ}C$. Испытания разработанной технологии проводили следующим образом: известняк вносили при $80^{\circ}C$ в реактор с навеской раствора МАФ и упаренной ЭФК. Продолжительность процесса разложения-30-60 минут.

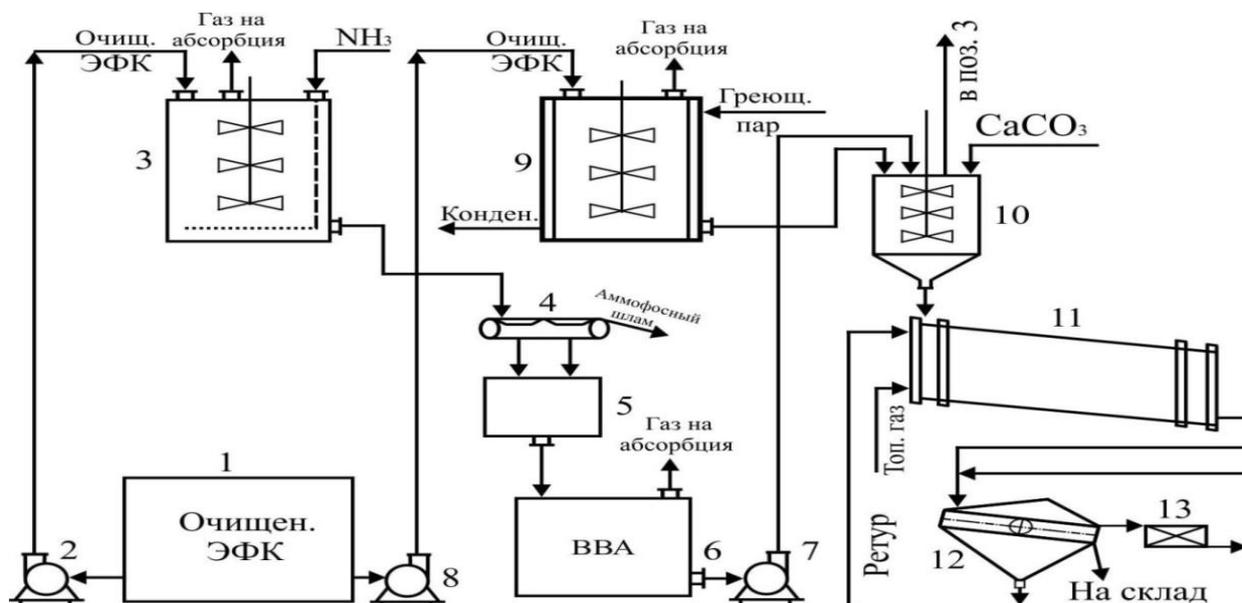


Рис. 3. Принципиальная технологическая схема получения минеральной добавки, кормового ФКА из раствора МАФ, ЭФК и известняка: 1 – емкость ЭФК; 2, 7, 8 – насосы; 3 – реактор-сатуратор (САИ); 4 – фильтр; 5 – промежуточный сборник; 6 – вакуум-выпарной аппарат; 9 – выпарной аппарат; 10 – форреактор; 11 – сушильный барабан; 12 – классификатор; 13 – дробилка.

В результате разложения карбоната кальция, очищенным от фтора упаренным МАФ при норме кислоты 98% от стехиометрии и постоянном перемешивании в течение 20-30 минут добавляемых компонентов получена пульпа, которую упаривали до влажного состояния и сушили при температуре 105⁰С в присутствии ретура. Полученная минеральная добавка, кормового ФКА имеет следующий химический состав, (%): P₂O₅общ-56,71; P₂O₅водн-51,14; P₂O₅водн/P₂O₅общ x100 - 90,18; N - 6,38; CaO - 9,87; F - 0,1 (обр.1) и P₂O₅общ - 56,12; P₂O₅водн - 47,85; P₂O₅водн/P₂O₅общx100 - 85,26; N - 6,62; CaO - 9,91; F - 0,093 (обр.2). Относительное содержание водорастворимых форм P₂O₅ составляет 85,26-90,18%, что превышает установленное требование, предъявляемое к кормовым фосфатам по ГОСТ 23999-80 (относительное содержание водорастворимой формы должно быть не менее 80%).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На основе результатов научно-практических исследований по теме диссертационной работы сформулированы следующие выводы:

1. Исследовано влияние процесса выпарки исходной и предварительно обесфторенной и обессульфаченной ЭФК, полученной из МОФК ЦК и показана возможность получения очищенной ЭФК с содержанием до 60% P_2O_5 ; 0,76% SO_4 ; 0,15% F и приемлемыми реологическими свойствами: плотность - 1,622 г/см³ и вязкость - 41,640 мПа·с.

2. Изучено влияние кислотнорастворимого кремнийсодержащего реагента – диатомита на глубокое дефторирование обесфторенных и обессульфаченных ЭФК и показано, что в присутствии диатомита при норме 100-120% на образование соединений фтора в виде кремнийфторида (SiF_4^{2+}) и с применением барботажного и тарельчатого выпарного аппарата можно достичь степени обесфторивания на 96,5-98,5%, т.е. остаточное содержание фтора составляет 0,008%.

3. Исследовано влияние технологических параметров на обесфторивание исходной ЭФК, содержащей 1,17-1,25% фтора, в присутствии кислотнорастворимого кремнийсодержащего реагента – диатомита с применением тарельчатого выпарного аппарата и показано, что степень обесфторивания исходной ЭФК достигает 97-98%, при этом остаточное содержание фтора в ЭФК составляет 0,06-0,12%. Установлены оптимальные технологические параметры процесса глубокого обесфторивания в присутствии диатомита с применением тарельчатого выпарного аппарата.

4. Исследован процесс синтеза кормового $Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$, обесфторенного с помощью ЭФК и карбоната кальция при различных массовых соотношениях. Показано, что продукты содержат от 55,30 до 56,71% $P_2O_{5\text{общ.}}$, причем в основном в водорастворимой форме ($P_2O_{5\text{водн.}}$: $P_2O_{5\text{общ.}}$ находятся в пределах 80-91%), от 10 до 16% CaO; 0,086-0,12% F. Синтезированный $Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$ кормовой чистоты по составу и свойствам соответствуют параметрам кормовых фосфатов и отвечает требованиям ГОСТ 23999-80.

5. Исследовано влияние технологических параметров на получение кормового ФКА из растворов $NH_4H_2PO_4$, карбонатного сырья (известняк) и высококонцентрированной ЭФК при различных их соотношениях. Установлено, что 80-91% пектаоксида фосфора находится в водорастворимой форме, содержит от 4 до 7% азота, от 10 до 16% оксида кальция, 0,086-0,120% фтора. Полученные образцы кормового ФКА соответствуют требованиям, предъявляемым к кормовым фосфатам.

6. Методами физико-химического анализа с применением рентгенографии, ИК-спектроскопии, сканирующей электронной микроскопии установлены солевые составы и физико-химические характеристики кормового МКФ и ФКА, которые подтверждены результатами химических анализов.

7. Выполненные исследования явились основой для создания технологической схемы и составления материальных потоков производства кормового $Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$ и ФКА из обессульфаченных и обесфторенных упаренных ЭФК, полученных из МОФК ЦК, очищенных растворов моноаммонийфосфата и известняка. Рекомендуемые технологии прошли успешные испытания в условиях производственных модельных установок, на

основании которых подготовлены нормы технологического режима производства.

8. Проведены технико-экономические расчеты, указывающие на высокую экономическую эффективность и целесообразность организации производства кормового монокальцийфосфата и ФКА на основе ЭФК из МОФК ЦК. Экономический эффект от производства 10 тыс. т в год кормового монокальцийфосфата и ФКА, по сравнению с импортируемым, составляет 85,57 и 64,97 млрд сум, соответственно.

**SCIENTIFIC COUNCIL AWARDING SCIENTIFIC DEGREES
DSc.02/05.05.2023.K/T.35.02 AT INSTITUTE OF
GENERAL AND INORGANIC CHEMISTRY**

TASHKENT CHEMICAL-TECHNOLOGICAL INSTITUTE

NASRIDINOV AZAMJON UMARALIEVICH

**DEVELOPMENT OF TECHNOLOGY FOR PRODUCING MINERAL
ADDITIVES, FEED CALCIUM AMMONIUM PHOSPHATE BASED ON
CALCIUM CARBONATE, AMMONIA AND PHOSPHORITES OF
CENTRAL KYZYLKUM**

02.00.13 – Technology of inorganic substances and materials on their basis

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

Tashkent – 2024

The dissertation topic of the Doctor of Philosophy (PhD) is registered under the number B2023.2.PhD/T3579 in the Higher Attestation Commission under the Ministry of Higher Education, Science and Innovation of the Republic of Uzbekistan

Dissertation was carried out at Tashkent Chemical-Technological Institute.

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

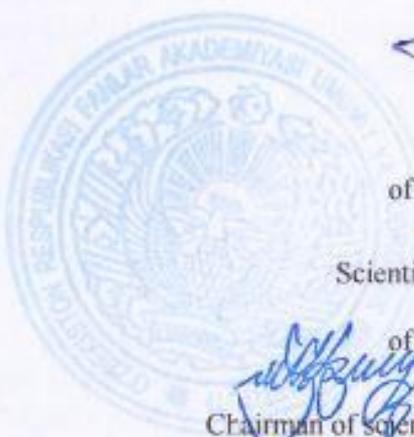
Research supervisors:	Mirzakulov Kholtura doctor of technical science, professor
Official opponents:	Seitnazarov Atanazar doctor of technical sciences, professor Sultanov Bokhodir doctor of technical sciences, professor
Leading organization:	Fergana Polytechnic Institute

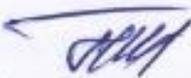
The defense will take place "12" July 2024 at 14⁰⁰ o'clock at the meeting of scientific council №. DSc. 02/05.05.2023.K/T.35.02 at institute of General and Inorganic Chemistry (Address: 100170, Tashkent city, Mirzo Ulug'bek district, Mirzo Ulug'bek street, 77-a. Tel.: (+99871) 262-56-60, fax: (+99871) 262-79-50, e-mail: ionxanruz@mail.ru).

The dissertation can be reviewed at the Information Resource Centre of the General and Inorganic Chemistry, (is registered under № 24). Address: 100170, Tashkent city, Mirzo Ulugbek street, 77-a. Tel./fax: (+99871) 262-56-60, (+99871) 262-79-90).

Abstract of dissertation was mailed on "25" june 2024 year.

(mailing report № 24 on "25" june 2024 year).




N.Kh. Usanbaev
Chairman of the scientific council
awarding scientific degrees, doctor
of technical sciences, senior researcher


J.S. Shukurov
Scientific secretary of the scientific council
awarding scientific degrees, doctor
of technical sciences, senior researcher


Sh.S. Namazov
Chairman of scientific seminar at scientific council on
awarding of scientific degrees, doctor of technical sciences,
professor, academician

INTRODUCTION (abstract of PhD thesis)

The aim of the research work the research is to develop a resource-saving technology for the production of mineral additives, feed monoammonium phosphate, monocalcium phosphate and calcium-ammonium phosphate based on calcium carbonate, ammonia and EPA from CC phosphorites.

The objects of research are defluorinated and desulfated EPA, calcium carbonate (chalk, limestone), ammonia, monoammonium phosphate, monocalcium phosphate, calcium-ammonium phosphate.

The scientific novelty of the dissertation is represented by the following features:

the optimal technological parameters for the process of decomposition of limestone with deeply defluorinated and concentrated EPA and the production of feed monocalcium phosphate based on them were identified;

for the first time, the patterns of the influence of technological parameters were established and the optimal conditions for the process of obtaining feed calcium-ammonium phosphate, containing in a water-soluble form nutritional components based on monoammonium phosphate, limestone and deeply defluorinated concentrated EPA from MOPC CC, were identified;

the physico-chemical characteristics and commercial properties of feed monocalcium phosphate and ammonium-calcium phosphate were identified depending on the technological parameters obtained on the basis of deeply defluorinated and concentrated EPA, a solution of monoammonium phosphate and limestone;

Experimental tests were carried out and material flows were calculated for the synthesis of feed monocalcium phosphate and ammonium-calcium phosphate by processing limestone with deeply defluorinated concentrated EPA and/or $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ solutions.

Implementation of research results. Based on the scientific data obtained on the development of technology for the production of mineral additives containing in a water-soluble form the nutritional components of monocalcium phosphate and calcium-ammonium phosphate of feed grade:

technology for producing feed monocalcium phosphate by processing limestone with concentrated and deeply defluorinated EPA is included in the "List of promising, implemented developments in 2024-2026" at JSC "Elektrokimyozavod" (certificate of JSC "Elektrokimyozavod" dated July 10, 2023 No. 99). The results make it possible to organize the production of feed monocalcium phosphate from limestone and concentrated deeply defluorinated EPA using intensive and energy-saving technology.

the technology for producing mineral additives containing three types of nutritional (NPCa) components in a water-soluble form of feed calcium-ammonium phosphate based on a solution of monoammonium phosphate, limestone and purified EPA is included in the "List of promising, implemented developments in 2024-2026" at JSC "Elektrokimyozavod" (certificate of JSC "Elektrokimyozavod" dated

July 10, 2023 No. 99). The results make it possible to organize the production of calcium-ammonium phosphate, containing in one product three types with a water-soluble form of food components, for livestock, poultry and fish farming.

Structure and scope of the dissertation. The dissertation consists of an introduction, four chapters, a conclusion, a list of references, and an appendix. The volume of the dissertation is 115 pages.

ЭЪЛОН ҚИЛИНГАН ИЛМИЙ ИШЛАР РЎЙХАТИ
СПИСОК ОПУБЛИКАВАННЫХ РАБОТ
LIST OF PUBLISHED WORKS

I бўлим; (I часть; part I)

1. Мирзакулов Х.Ч., Меликулова Г.Э., Садиқов Б.Б., Волынская Н.В., Насридинов А.У. Технология получения минеральных добавок, кормового кальцийаммонийфосфата на основе экстракционной фосфорной кислоты из фосфоритов Централъных Кызылкумов // Узбекский химический журнал (спец. номер / 2022), Ташкент, 2022. - С. 65-75. (02.00.00. №6).

2. Меликулова Г.Э., Насридинов А.У., Мирзакулов Х.Ч., Волынская Н.В., Садиқов Б.Б. Исследование процесса получения кормового фосфата кальция-аммония на основе растворов моноаммонийфосфата и известняка. Журнал “Вестник НУУз”, 2023,3/2/1. Серия естественных наук. - Тошкент. – 2023. - С. 521-524. (02.00.00. №12).

3. Насридинов А.У., Меликулова Г.Э., Мирзакулов Х.Ч., Таджиев Р.Р. Интенсификация процесса обесфторивания экстракционной фосфорной кислоты из фосфоритов Централъных Кызылкумов в присутствии соединений кислотнорастворимой оксида кремния. Universum: технические науки : электрон. научн. журн. 2024. 1(118). URL: <https://7universum.com/ru/tech/archive/item/16671>. С.44-49. (02.00.00. №1).

4. Мирзакулов Х.Ч., Насридинов А.У., Садиқов Б.Б., Меликулова Г.Э. Энергосберегающая технология производства кормового монокальцийфосфата на основе экстракционной фосфорной кислоты и известняка. Журнал “Вестник НУУз”, 2024, 3/1. Серия естественных наук. – Тошкент. – 2024. - С. 408-411. (02.00.00. №12).

II бўлим; (II часть; part II)

5. Гайнуллина А.Р., Меликулова Г.Э., Насридинов А.У., Мирзакулов Х.Ч. Фазовый состав и структура кормового кальций-аммонийфосфата. Журнал “GOLDEN BRAIN”, Volume 1 (issue 17), (2023). - С. 204–208. ISSN: 2181-4120.

6. Меликулова Г.Э., Насридинов А.У., Мирзакулов Х.Ч. Получение кормового фосфатов кальция-аммония // Республиканская научно-практическая конференция с участием зарубежных ученых «Инновационные технологии производства одинарных, комплексных и органоминеральных удобрений». 13-14 декабря 2022. Ташкент. - С. 81-83.

7. Меликулова Г.Э., Насридинов А.У., Мирзакулов Х.Ч. Физико-химические характеристики кормового фосфатов кальция-аммония. // Труды Республиканская научно-практическая конференция с участием зарубежных ученых «Инновационные технологии производства одинарных, комплексных и органоминеральных удобрений», посвященная 80-летию академика АН РУз,

д.т.н., проф. Намазова Шафоата Саттаровича. 13-14 декабря 2022 г. ИОНХ. Ташкент. -С. 84-86.

8. Меликулова Г.Э., Насридинов А.У., Мирзакулов Х.Ч., Арифджанова К.С. Изучение солевого состава кормовых фосфатов кальция и аммония, полученного на основе известняка и раствора моноаммонийфосфата и экстракционной фосфорной кислоты из фосфоритов Центральных Кызылкумов. “Globallashuv sharoitida noorganik moddalar va materiallar ishlab chiqarishda innovatsion texnologiyalarni rivojlantirish istiqbollari” Respublika ilmiy-amaliy konferensiyasi. Tashkent. TXTI. 9-10 noyabr 2023 yil. 28-29 b.

9. Насридинов А.У., Меликулова Г.Э., Мирзакулов Х.Ч., Арифджанова К.С. Интенсификация процесса упарки экстракционной фосфорной кислоты в присутствии соединений кислотнорастворимого окиси кремния. “Globallashuv sharoitida noorganik moddalar va materiallar ishlab chiqarishda innovatsion texnologiyalarni rivojlantirish istiqbollari” Respublika ilmiy-amaliy konferensiyasi. Tashkent. TXTI. 9-10 noyabr 2023 yil. 20-21 b.

10. Насридинов А.У., Меликулова Г.Э., Мирзакулов Х.Ч., Таджиев Р.Р. Исследование процесса получения кормового фосфата кальций-аммония на основе фосфоритов Центральных Кызылкумов и известняка. Международной научно-технической конференции: «Актуальные проблемы создания и использования высоких технологий переработки минерально-сырьевых ресурсов Узбекистана». - Ташкент. ИОНХ АН РУз. 16-17 ноября 2023 г. - С. 79-80.

11. Меликулова Г.Э., Мирзакулов Х.Ч., Насридинов А.У., Таджиев Р.Р. Исследование влияния кратности ретура на технологические показатели при производстве кормовых фосфатов кальция- аммония. Международной научно-технической конференции: «Актуальные проблемы создания и использования высоких технологий переработки минерально-сырьевых ресурсов Узбекистана». - Ташкент. ИОНХ АН РУз. 16-17 ноября 2023 г. - С. 77-79.

12. Насридинов А.У., Меликулова Г.Э., Садиков Б.Б. Физико-химические характеристики кормового монокальцийфосфата. Приоритетные направление развития науки и образования. Сборник XXI - международный научно-практический конференции. - Россия, Пенза. МЦНС «Науки и просвещение». - 2023. -С. 9-12.

13. Насридинов А.У., Меликулова Г.Э., Садиков Б.Б., Мирзакулов Х.Ч. Обесфторивания экстракционной фосфорной кислоты в присутствии диатомита. 21st -ICARHSE International Conference on Advance Research in Humanities, Applied Sciences and Education Hosted from New York, USA. <https://conferencea.org> January, 28th 2024. P.34-36.

Avtoreferat «O‘zbekiston kimyo» jurnali tahririyatida tahrirdan o‘tkazilib, o‘zbek, rus va ingliz tillaridagi matnlar o‘zaro muvofiqlashtirildi.

Bosmaxona litsenziyasi:



9338

Bichimi: 84x60^{1/16}. «Times New Roman» garniturası.
Raqamli bosma usulda bosildi.
Shartli bosma tabog‘i: 3,5. Adadi 100 dona. Buyurtma № 31/24.

Guvohnoma № 851684.
«Tipograff» MCHJ bosmaxonasida chop etilgan.
Bosmaxona manzili: 100011, Toshkent sh., Beruniy ko‘chasi, 83-uy.