

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

УМУМИЙ ВА НООРГАНИК КИМЁ ИНСТИТУТИ

СУЛТОНОВ БОХОДИР ЭЛБЕКОВИЧ

**МАРКАЗИЙ ҚИЗИЛҚУМ ПАСТ НАВЛИ ФОСФОРИТЛАРИНИ
ЮҚОРИ САМАРАДОР ВА ТЕЖАМКОР УСУЛДА КИМЁВИЙ
БОЙИТИШ ТЕХНОЛОГИЯСИ**

02.00.13 – Ноорганик моддалар ва улар асосидаги материаллар технологияси

**ТЕХНИКА ФАНЛАРИ ДОКТОРИ (DSc)
ДИССЕРТАЦИЯСИ АВТОРЕФЕРАТИ**

Тошкент– 2017 йил

Фан доктори (DSc) диссертацияси автореферати мундарижаси
Оглавление автореферата диссертации доктора наук (DSc)
Content of the abstract of dissertation doctor of science

Султонов Боходир Элбекович

Марказий Қизилқум паст навли фосфоритларини юқори самарадор ва тежамкор усулда кимёвий бойитиш технологияси..... 3

Султонов Боходир Элбекович

Высокоэффективная и ресурсосберегающая технология химического обогащения низкосортных фосфоритов Центральных Кызылкумов..... 29

Sultonov Bokhodir Elbekovich

High-performance and resource-saving technology of chemical enrichment of Central Kyzylkum low-grade phosphorite..... 55

Эълон қилинган ишлар рўйхати

Список опубликованных работ
List of published works..... 59

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

УМУМИЙ ВА НООРГАНИК КИМЁ ИНСТИТУТИ

Султонов Боходир Элбекович

**МАРКАЗИЙ ҚИЗИЛҚУМ ПАСТ НАВЛИ ФОСФОРИТЛАРИНИ
ЮҚОРИ САМАРАДОР ВА ТЕЖАМКОР УСУЛДА КИМЁВИЙ
БОЙИТИШ ТЕХНОЛОГИЯСИ**

02.00.13 – Ноорганик моддалар ва улар асосидаги материаллар технологияси

**ТЕХНИКА ФАНЛАРИ ДОКТОРИ (DSc)
ДИССЕРТАЦИЯСИ АВТОРЕФЕРАТИ**

Тошкент– 2017 йил

Фан доктори (DSc) диссертацияси мавзуси Ўзбекистон Республикаси Вазирлар Маҳкамаси ҳузуридаги Олий аттестация комиссиясида B2017.1.DSc/T1 рақам билан рўйхатга олинган.

Диссертация иши Умумий ва ноорганик кимё институтида бажарилган.

Диссертация автореферати уч тилда (Ўзбек, рус, инглиз (резюме)) Илмий кенгаш веб-саҳифасида www.ionx.uz ва «ZiyoNet» Ахборот таълим порталида (www.ziyounet.uz) жойлаштирилган.

Илмий маслаҳатчи:

Закиров Бахтиёр Собиржанович
кимё фанлари доктори

Расмий оппонентлар:

Дадаходжаев Абдулло Турсунович,
техника фанлари доктори, профессор,

Искандарова Мастура Искандаровна
техника фанлари доктори, профессор,

Жуманиязов Максуд Жабблевич,
техника фанлари доктори, профессор

Етакчи ташкилот:

Фарғона политехника институти

Диссертация ҳимояси Умумий ва ноорганик кимё институти ва Тошкент кимё-технология институти ҳузуридаги DSc.27.06.2017.K/T.35.01 рақамли Илмий кенгашнинг «21» 07 2017 йил соат 10⁰⁰ даги мажлисида бўлиб ўтади. (Манзил: 100170, Тошкент шаҳри, Мирзо Улуғбек кўчаси, 77-а. Тел.: (+99871) 262-56-60; факс: (+99871) 262-79-90, e-mail: ionxanruz@mail.ru).

Диссертация билан Умумий ва ноорганик кимё институтининг Ахборот-ресурс марказида танишиш мумкин (2 рақами билан рўйхатга олинган). (Манзил: 100170, Тошкент шаҳри, Мирзо Улуғбек кўчаси, 77-а. Тел.: (99871) 262-56-60).

Диссертация автореферати 2017 йил «10» 07 куни тарқатилди.
(2017 йил «20» 07 даги № 1 рақамли реестр баённомаси).



Б.С. Закиров

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

Д.С. Салиханова

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

С.Тухтаев

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

КИРИШ (фан доктори (DSc) диссертацияси аннотацияси)

Диссертация мавзусининг долзарблиги ва зарурати. Ҳозирда дунёда экинга яроқли ерларни камайиши ва аҳолини ўсиши туфайли озиқ-овқат муаммоси кучаймоқда. Шу жиҳатдан озиқ-овқат ва қишлоқ хўжалиги саноатининг устувор вазифаларидан бири аҳолини озиқ-овқат билан таъминлашдан иборат. Бу ўринда қишлоқ хўжалиги экинларидан юқори ва сифатли ҳосил етиштиришнинг асосий омилларидан бири бўлган минерал ўғитлар ишлаб чиқаришга катта эътибор берилмоқда.

Мустақилликка эришгандан кейин мамлакатимизда мавжуд бўлган хом ашё ресурслари асосида янги техник ечим ва технологияларни қўллаш орқали сифатли фосфат хом ашёси тайёрлашга катта эътибор қаратилмоқда. Хусусан «Мавжуд бўлган фосфат хомашёсини бойитиш бўйича ишлаб чиқаришни кенгайтириш» лойиҳасини амалга ошириш доирасида Қизилқум фосфорит комбинатида (КФК) ювиб куйдирилган фосфорит концентрати (ЮКФК) ишлаб чиқариш қуввати ўртача 26% P_2O_5 тутган 716 минг тоннагача оширилди. Бу эса фосфорли ўғитлар ишлаб чиқарувчи корхоналарини сифатли фосфорит хом ашёси билан таъминланишига имкон бермоқда.

Жаҳонмиқёсида паст навли фосфоритларни бойитишнинг янги усуллари ишлаб чиқишга алоҳида эътибор қаратилиб, бу борада амалга оширилаётган илмий изланишларда нитрат ва хлорид кислоталаридан фойдаланиб юқори сифатли фосфорит концентрати олиш технологиясини ишлаб чиқиш муҳим вазифалардан бири ҳисобланади. Паст навли фосфоритларини бу кислоталар билан бойитиш технологиясини ишлаб чиқишда қатор, жумладан, куйидаги йўналишларда тегишли илмий ечимларни асослаш зарур: паст навли фосфат хом ашёсини кимёвий бойитишнинг самарали усуллари ишлаб чиқиш; юқори карбонатли фосфоритларини нитрат ва хлорид кислотаси билан бойитишда ҳосил бўладиган кальций нитрати ва хлоридини фосфоконцентратдан ажратиб олиш жараёнини мақбул шароитларини аниқлаш; кимёвий бойитилган сифатли фосфоконцентратдан экстракцион фосфат кислота, преципитат ва фосфорли ўғитлар олиш технологияларини яратиш. Диссертация мавзусининг долзарблиги ушбу йўналишларда илмий изланишларни амалга ошириш билан изоҳланади.

Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2015 йил 4 мартдаги ПФ-4707-сон «2015-2019 йилларда ишлаб чиқаришни таркибий ўзгартириш, модернизация ва диверсификация қилишни таъминлаш бўйича чоратадбирлар дастури тўғрисида»ги Фармони ва Ўзбекистон Республикаси Вазирлар Маҳкамасининг 2015 йил 22 январдаги 8-сон «Саноатда ишлаб чиқариш харажатларини қисқартиришга ва маҳсулот таннархини пасайтиришга доир қўшимча чора-тадбирлар тўғрисида»ги қарори, ҳамда мазкур фаолиятга тегишли бошқа меъерий-ҳуқуқий ҳужжатларда белгиланган вазифаларни амалга оширишга ушбу диссертация тадқиқоти муайян даражада хизмат қилади.

Тадқиқотнинг республика фан ва технологиялари ривожланишининг асосий устувор йўналишларига боғлиқлиги. Мазкур тадқиқот республика фан ва технологиялар ривожланишининг VII. «Кимёвий технологиялари ва нанотехнологиялар» устувор йўналишига мувофиқ ҳолда бажарилган.

Диссертация мавзуси бўйича хорижий илмий-тадқиқотлар шарҳи¹. Фосфат хом ашёни бойитиш ва концентратини қайта ишлаш асосида оддий ва комплексли фосфорли ўғитлар олиш бўйича йўналтирилган илмий изланишлар жаҳоннинг етакчи илмий марказлари ҳамда олий таълим муассасалари, жумладан Florida Industrial and Phosphate Research Institute (АҚШ), Engineering Dobersek GmbH (Германия), Fertilizer Research Institute (Польша), The Chemical Society of Japan (Япония), University of Science and Technology (Хитой), Department of Chemistry (Ҳиндистон), Department of Mining & Metallurgical Engineering (Эрон), «ФосАгро-Череповец» АЖ қошидаги «Ўғитлар ва инсектофунгицидлар илмий-тадқиқот институти» АЖ (Россия) ҳамда Умумий ва ноорганик кимё институтида (Ўзбекистон) олиб борилмоқда.

Фосфат хом ашёсини бойитиш усуллари ишлаб чиқиш ҳамда уларни такомиллаштиришга доир жаҳонда олиб борилган тадқиқотлар натижасида қатор, жумладан, қўйидаги натижалар олинган: флотореагентлар ёрдамида апатит рудасидаги қўшимчалардан фосфат минерали ажратиб олишда флотацион бойитиш усули ишлаб чиқилган (Florida Industrial and Phosphate Research Institute, АҚШ; «ФосАгро-Череповец» АЖ қошидаги «Ўғитлар ва инсектофунгицидлар илмий-тадқиқот институти» АЖ, Россия); фосфорит рудаларини юқори ҳароратда (900-1000°C) бойитишнинг усули яратилган (Department of Chemical Engineering, Иордания; Engineering Dobersek GmbH, Германия); фосфат хом ашёсини биофлотацион, биосорбцион, биоконверсион, биофаоллаштириш ва биокимёвий усулларни ўз ичига олган микробиологик бойитиш усули ишлаб чиқилган («ФосАгро-Череповец» АЖ қошидаги «Ўғитлар ва инсектофунгицидлар илмий-тадқиқот институти» АЖ, Россия); фосфоритларни механик усулда бойитиш технологиясини илмий асослари яратилган (University of Science and Technology, Хитой).

Дунёда апатит ва фосфорит рудаларини турли хил усулларда бойитиш бўйича қатор, жумладан, қуйидаги устувор йўналишларда тадқиқотлар олиб борилмоқда: фосфат хом ашёсини минерал кислоталар (нитрат, хлорид ва фосфат кислоталари ёрдамида) ёрдамида бойитиш усуллари ишлаб чиқиш; фосфоритни флотацион бойитиш жараёнида қўлланиладиган янги флотореагентлар яратиш; юқори карбонатли фосфоритларни кислоталар билан бойитишда ҳосил бўладиган кальцийли тузларни айланма эритмалар иштирокида ажратиш усуллари ишлаб чиқиш; карбонатли фосфат хом ашёсини термик бойитиш усулини янада такомиллаштириш; фосфорит

¹Диссертация мавзуси бўйича хорижий илмий-тадқиқотлар шарҳи: <https://www.fipr.state.fl.us>, <https://www.dobersek.com>, <https://www.ichp.pl>, <https://www.csj.jp>, <https://en.ustc.edu.cn>, <https://chem.iitm.ac.in>, <https://dmpe.aut.ac.ir>, <https://www.niuif.ru>, <https://www.ionx.uzva> бошқа манбалар асосида ишлаб чиқилган.

концентратини минерал ўғитларга қайта ишлашнинг янги технологияларини яратиш.

Муаммонинг ўрганилганлик даражаси. Илмий-техник адабиётларда юқори карбонатли МК фосфоритларини минерал кислоталар ёрдамида кимёвий бойитиш бўйича кенг маълумотлар манбаи мавжуд (Набиев М.Н., Кармышов В.Ф., Амирова А.М., Намазов Ш.С., Мадалиева С.Х., Паганяс И.К., Пягай А.Г.). Аммо Қизилқум фосфоритларидаги карбонатларни минерал кислоталар эритмалари ёрдамида танлаб йўқотишга уринишлар ижобий натижа бермаган, модомики бу кислоталар бир вақтнинг ўзида фосфат минералини ҳам эритади.

Дунёдаги кўпгина тадқиқотлар турли фосфоритларни органик кислоталар ёрдамида кимёвий бойитишга бағишланган (Григорян Г.О., Ashraf M., Zafar Z.I., Ansari T.M., Gharabaghi M., Irannajad M., Noaparast M.). Бу бойитиш усули арзондай туюлсада маҳаллий органик кислота ва уларни регенерация қилиш нархларига боғлиқ бўлган ҳолда ҳар бир фосфат рудаси учун иқтисодий баҳолашни талаб этади.

Юқори карбонатли МК фосфоритларини нитрат кислотали бойитишни этанол ёрдамида олиб бориш технологияси (Дехқанов З.Қ., Намазов Ш.С.) бир қатор камчиликларга эга: технологияни мураккаблиги; филтрланиш тезлигини камлиги; олинган фосфоконцентрат таркибида кўп миқдорда $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ни қолиб кетиши; уни ажратишда тез алангаланувчан этил спиртини ишлатилиши ва фосфоконцентратни ювиш учун этанолни циклга қайтариш зарурати ҳисобига кўшимча энергияни сарфланишидир.

Бу бойитиш технологиясини асосий моҳияти шундан иборатки, фосфоритларни нитрат кислотали парчалаш маҳсулотларидан $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ни этанол билан эмас балки аввал $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ нинг айланма эритмаси билан, кейин эса сув билан ажратиб олинади. Бунда фосфорит концентратини сифати сезиларли даражада яхшиланади ва технологик схема қисқаради. Илмий-техник адабиётларда Қизилқум фосфоритларни нитрат ва хлорид кислоталари ёрдамида бойитиш, кейинчалик бўтқадан кальций нитрат ва хлоридларни $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, CaCl_2 эритмалари ва сув ёрдамида ажратиб олиш бўйича маълумотлар мавжуд эмас.

Диссертация мавзусининг диссертация бажарилаётган илмий-тадқиқот муассасининг илмий-тадқиқот ишлари билан боғлиқлиги. Диссертация тадқиқоти Умумий ва ноорганик кимё институтининг илмий-тадқиқот ишлари режасининг ФА-А12-Т171 рақамли «Марказий Қизилқум фосфоритларини кимёвий бойитишнинг самарадор, ресурстежамкор технологиясини ишлаб чиқиш ва юқори концентранган фосфорли ўғитлар олиш» (2012-2014 йй.), ФТҚФ Т.4-14 рақамли «Ўғитли преципитат олиш жараёнларини физик-кимёвий асосларини ишлаб чиқиш» (2014-2015 йй.) ва ФА-Ф12-138 «Паст сифатли Марказий Қизилқум фосфоритларини хлорид кислотали қайта ишлаш асосида ўғитли преципитат олиш технологиясини ишлаб чиқиш» (2015-2017 йй.) мавзуларидаги фундаментал ва амалий лойиҳалар доирасида бажарилган.

Тадқиқотнинг мақсади Марказий Қизилқум паст навли фосфоритлари ва уларнинг чиқиндиларини нитрат ва хлорид кислоталари ёрдамида кимёвий бойитишнинг самарадор ва тежамкор технологияларини ишлаб чиқиш ва олинган фосфорит концентратини ўғитли преципитат ва комплекс ўғитларга қайта ишлашданиборат.

Тадқиқот вазифалари:

МҚ фосфоритларини нитрат ва хлорид кислоталар билан бойитишнинг мақбул шароитларини топиш;

МҚ фосфоритларини хлорид кислотали бойитишда кўпик ҳосил бўлиш жараёнларини ўрганиш;

олинган кимёвий бойитилган фосфорит концентратларни (КБФК) седиментацион таҳлил этиш;

К-9 ва полиакриламид (ПАА) коагулянтларининг нитрокальцийфосфат ва хлоридкальцийфосфат суспензияларини филтрланиш тезлигига таъсирини ўрганиш;

кимёвий бойитилган фосфоконцентратларнинг баъзи физик-кимёвий хоссаларини аниқлаш;

бойитилган фосфоконцентратдан дигидратли усулда ЭФК олиш жараёнларини ўрганиш. Асосий технологик катталикларнинг КБФК ни парчаланиш, P_2O_5 ни ажратиб олиш, ювилиш даражаси ва технологик чиқишига таъсирини аниқлаш;

МҚ фосфоритларини бойитишда ҳосил бўладиган нитрокальцийфосфат суспензиялари асосида комплекс ўғитлар олиш жараёнини тадқиқ қилиш;

КБФК асосида ўғитли преципитат ва аммоний тузлари иштирокида NP-ўғитлар олиш жараёнларини ўрганиш;

кимёвий бойитилган фосфорит концентратлари олиш жараёнларини лаборатория ва йириклаштирилган курилмаларда синовдан ўтказиш;

КБФК ишлаб чиқариш технологиясини яратиш, материал оқими ва уларни ишлаб чиқишга тадбиқ этишнинг иқтисодий самарадорлигини ҳисоблаш.

Тадқиқотнинг объекти: МҚ фосфоритлари, нитрат, хлорид ва сульфат кислоталари, нитрокальцийфосфат суспензияси (НКФС) ва хлоридкальцийфосфат суспензияси (ХКФС), КБФК, ЭФК, ўғитли преципитат, аммоний тузлари, оддий ва мураккаб фосфорли ўғитлар.

Тадқиқотнинг предмети. МҚ фосфоритларни бойитиш ва КБФК ни ЭФК, оддий фосфорли ва мураккаб ўғитларга кимёвий қайта ишлаш жараёнлари.

Тадқиқотнинг усуллари. Диссертацияда кимёвий (аналитик кимё), физик-кимёвий таҳлил усуллари қўлланилган.

Тадқиқотнинг илмий янгилиги қуйидагилардан иборат:

биринчи мартаба юқори карбонатли МҚ фосфоритларини нитрат кислотаси билан бойитиш, ҳосил бўлган кальций нитратни НКФС ни филтрлаш орқали ажратиш ва нам фосфорит концентратини айланма $Ca(NO_3)_2$ эритмаси ва сув билан ювиш мумкинлиги кўрсатилган, ҳамда фосфорит концентрати таркибини нитрат кислота меъёри ва

концентрациясига, фосфоритни 10% ли кальций нитрат эритмаси, сувга оғирлик нисбати ва ювиш карралигига ўзаро боғлиқлиги аниқланган ва турли навли Қизилқум фосфоритларини бойитишни мақбул шароитлари топилган;

минераллашган массани хлорид кислотали бойитишдаги кўпикланиш жараёнларига хлорид кислота меъёри, концентрацияси ва айлантиргич тезлигини таъсири тўғрисида янги илмий маълумотлар олинди, юқори P_2O_5 ва кичик кальцийли модулга эга бўлган фосфорит концентратлари олиш жараёнларининг мақбул шароитлари топилган;

ўғитли преципитат таркибини HCl ни меъёри, концентрацияси, чўктирувчи $Ca(OH)_2$ ни меъёри ва фосфорит: H_2O нинг оғирлик нисбатларига ўзаро боғлиқ муносабатлари аниқланган;

бойитилган фосфоритларни аммоний тузлари билан фаоллаштириш асосида мураккаб-аралаш ўғитлар олишни самарадор технологияси ишлаб чиқилган.

Тадқиқотнинг амалий натижалари қуйидагилардан иборат:

МҚ фосфоритларини нитрат ва хлорид кислотаси билан кимёвий бойитишда кичик кальций модулига эга бўлган КБФК олинади ва бу эса хом ашёни ЭФК га қайта ишлашда танқис сульфат кислота сарфини сезиларли даражада камайтириш имконини беради;

бойитиш жараёнларида чиқинди сифатида ҳосил бўлган $Ca(NO_3)_2$ эритмасини суюқ азоткальцийли ўғит сифатида ишлатиш ёки донадорланган кальций нитратга қайта ишлаш ёки бўлмаса уни CO_2 ва NH_3 ёрдамида аммоний нитрати ва бўрга айлантирилиш тавсия этилади;

хлорид кислотали бойитиш натижасида олинган КБФК самарали фосфорли ўғит – преципитат ва аммоний тузлари иштирокида мураккаб-аралаш ўғитлари ишлаб чиқариш учун асосий хом ашё сифатида ишлатилиши мумкин;

хлорид кислотали бойитиш ва преципитат олишда мос равишда Қизилқум фосфорит комбинатидаги ювиб куйдирилган фосфорит концентрати ва “Навоиазот” АЖ даги каустик сода ишлаб чиқариш чиқиндилари бўлган минераллашган масса ва хлорид кислотаси ишлатилади.

Тадқиқот натижаларининг ишончлилиги. Фойдаланилган кимёвий (аналитик кимё) ва физик-кимёвий таҳлил натижалари тажриба-саноат қурилмаларида синовдан ўтганлиги билан тасдиқланади.

Тадқиқот натижаларининг илмий ва амалий аҳамияти. Тадқиқот натижаларининг илмий аҳамияти юқори карбонатли МҚ фосфоритларини нитрат ва хлорид кислоталари билан бойитиш технологияси ва юқори сифатли КБФК олишни назарий асосларини яратиш; НКФС ва ХКФС ларни филтрлаш жараёнини жадаллаштириш; хлорид кислотали бойитишда кўпикланишни бартараф этиш ва олинган КБФКларни айрим физик-кимёвий хоссаларини ўрганиш; КБФК ни ЭФК га қайта ишлаш; КБФК дан ўғитли преципитат ва аммоний тузлари иштирокида NP -ўғитлар олиш жараёнларини тадқиқ этишдан иборат эканлиги билан белгиланади.

Тадқиқот натижаларининг амалий аҳамияти МҚ фосфоритларини кимёвий бойитишнинг юқори самарадор ва тежамкор технологияси ишлаб

чиқиш, кимёвий бойитилган фосфоконцентратни фосфорли ўғитларга қайта ишлаш натижасида қишлоқ хўжалигининг минерал ўғитларга бўлган эҳтиёжини қаноатлантиради. КБФКда кальций модулни кам қўрсаткичларга эга бўлиши, ушбу хом ашёни ЭФК га қайта ишлашда сульфат кислотаси сарфини сезиларли даражада камайтириш имконини беради. Нитрат кислотали бойитишнинг қўшимча маҳсулоти сифатида айниқса шўрланган тупроқларда пахта ва бошқа экинларга жуда зарур бўлган муҳим физиологик ишқорий ўғит – кальций нитрат эритмаси олинади. Кимёвий бойитилган фосфоконцентрат экспортга йўналтирилган турли хил донадорланган ўғитлар олиш учун ишлатилиши мумкин. КБФК да юқори нисбий миқдордаги ўсимлик ўзлашувчан фосфор бўлганлиги туфайли уларни аммоний тузлари билан концентрланган мураккаб-аралаш донадор ўғитларга қайта ишлашга имкон беради.

Тадқиқот натижаларининг жорий қилиниши. МҚ фосфоритларини нитрат ва хлорид кислоталари билан бойитиш, ҳосил бўлган фосфоконцентратни ЭФК, преципитат ва комплекс ўғитларга қайта ишлаш технологиясини ишлаб чиқиш бўйича олинган илмий натижалар асосида:

МҚ фосфоритларини нитрат кислотаси билан бойитиш усулига Ўзбекистон Республикаси Интеллектуал мулк агентлиги томонидан ихтиро патенти олинган (№ IAP 02846). Натижада паст навли МҚ фосфоритидаги кальций модулини 2,48 дан 1,71–1,78 гача камайтириш ва шу орқали уни қайта ишлашда ишлатиладиган ўта танқис сульфат кислотаси сарфини 35% га қисқартириш имконияти яратилади;

МҚ паст навли фосфоритларини нитрат кислотали бойитиш технологияси «Самарқандкимё» акциядорлик жамиятида амалиётга тадбиқ этилиб, янги турдаги юқори сифатли фосфат хом-ашёси олинган («Ўзкимёсаноат» АЖнинг 2017 йил 7 июлдаги 01-2805/П-сон маълумотномаси). Ушбу натижаларни амалиётга жорий қилиш фосфоконцентрат таннархини амалдаги ювиб куйдирилган фосфоконцентратидан 1,2 баробарга арзонлаштириш имкониятини беради.

Тадқиқот натижаларининг апробацияси. Диссертация ишининг материаллари куйидаги Халқаро ва Республика илмий-амалий конференцияларда «Europejska nauka XXI wieku - 2013» (Przemysł, Poland, 2013); V-Международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых по химии и химической технологии (Киев, 2014); «Перспективы науки и производства химической технологии в Узбекистане» (Навоий, 2014); «Горно-металлургический комплекс: Проблемы и их решения» (Олмалик, 2015); «The Development of Science in the 21st Century: Natural and Technical Sciences» (New York, 2015); Горно-металлургический комплекс: достижения, проблемы и современные тенденции развития (Навоий, 2015, 2016, 2017); «Перспективы развития научных исследований в 21 веке» (Махачкала, 2016); «Естественные и технические науки в современном мире» (Москва, 2016); «Ресурсосберегающие технологии переработки фосфоритов Центральных Кызылкумов в фосфорсодержащие удобрения и фосфорные соли» (Олмалик, 2016); «Актуальные проблемы аналитической химии»

(Термиз, 2017); 2017йил 5 июлда Умумий ва ноорганик кимё институти ва Тошкент кимё-технология институти хузуридаги илмий даражалар берувчи DSc.27.06.2017.К/Т.35.01 рақамли Илмий кенгаш қошидаги 02.00.13 – Ноорганик моддалар ва улар асосидаги материаллар технологияси ихтисослиги бўйича илмий семинарда муҳокамадан ўтган.

Тадқиқот натижаларнинг эълон қилиниши. Диссертация мавзуси бўйича жами 32 та илмий иши чоп этилган, шулардан, Ўзбекистон Республикаси Олий аттестация комиссиясининг докторлик диссертациялари асосий илмий натижаларини чоп этиш тавсия этилган илмий нашрларда 14 та мақола, жумладан, 12 таси республика ва 2 таси хорижий журналларда нашр этилган ҳамда 1 та ихтирога патент олинган.

Диссертациянинг тузилиши ва ҳажми. Диссертация таркиби кириш, тўртта боб, хулоса, фойдаланилган адабиётлар рўйхати ва иловалардан иборат. Диссертациянинг ҳажми 191 бетни ташкил этган.

ДИССЕРТАЦИЯНИНГ АСОСИЙ МАЗМУНИ

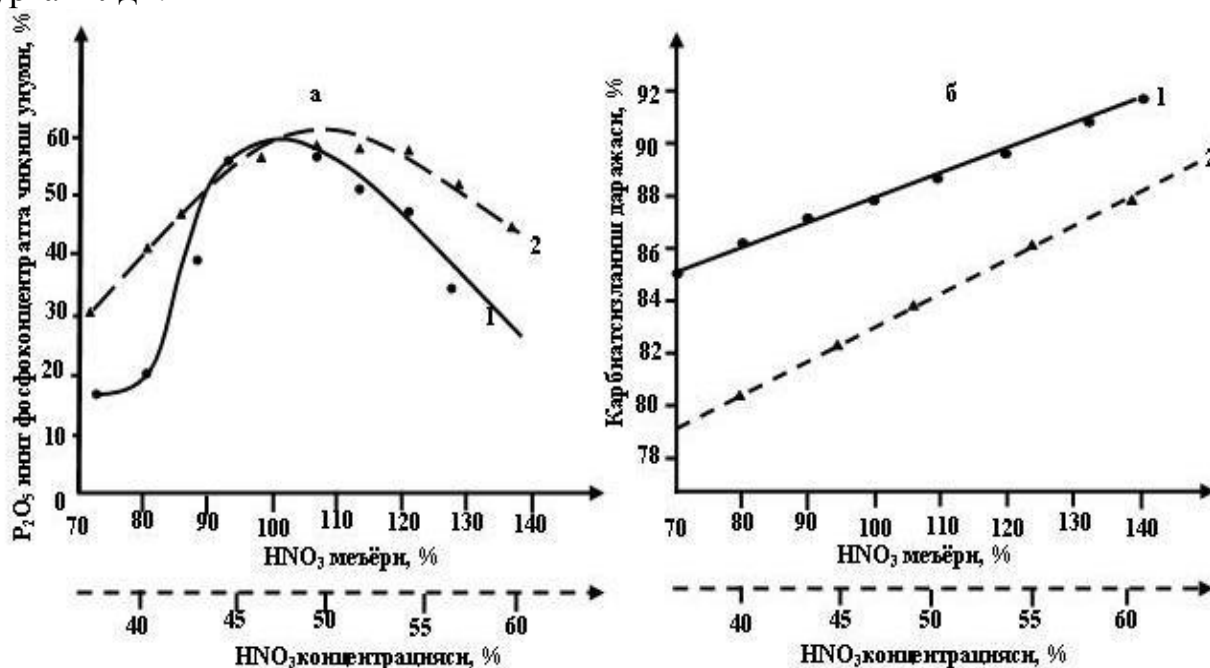
Кириш қисмида ишнинг долзарблиги ва зарурати асосланган, тадқиқотнинг мақсади ва асосий вазифалари тавсифланган, Ўзбекистон Республикаси фан ва технологияси тараққиётининг устивор йўналишларига мослиги, тадқиқотнинг илмий янгилиги ва амалий натижалари баён қилинган, олинган натижаларнинг илмий ва амалий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

Диссертациянинг «**Қизилқум фосфоритлари: уларни бойитиш ва фосфорли ўғитларга қайта ишлаш йўллари**» деб номланган биринчи бобида МКҚ фосфоритларини тавсифи ва уларни бошқа фосфат хом ашёсидан ўзига хос фарқлари, флотацион, термик ва кимёвий бойитиш усуллари, ҳамда Қизилқум фосфоритлари ва уларни бойитилган фосфоконцентратларини фосфорли ўғитларга қайта ишлаш усуллари баён қилинган. Фосфат хом ашёсини бойитиш бўйича тадқиқотлар мажмуаси батафсил ва чуқур танқидий таҳлил қилинган ҳолда мазкур ишнинг мақсад ва вазифалари шакллантирилган.

Диссертациянинг «**Марказий Қизилқум фосфоритларини нитрат кислотаси билан кимёвий бойитиш жараёнларини тадқиқ этиш**» деб номланган иккинчи бобида Марказий Қизилқум фосфоритларини кимёвий бойитиш жараёнларини ўрганиш натажалари келтирилган. Лаборатория шароитида бойитиш жараёнларини тадқиқ этиш учун (оғир,%): 18,80 P₂O₅; 46,71 СаО; СаО:P₂O₅=2,48; 15,19 СО₂; 1,60 SO₃; 1,05 Fe₂O₃; 1,24 Al₂O₃; 1,75 MgO; 2,0 F; 0,1 Cl; ва 1,94 эримайдиган қолдиқтаркибли фосфат хом ашёсидан фойдаланинди. HNO₃ нинг меъёри фосфат хом ашёдаги (ФХА) СаСО₃ ни парчалашга нисбатан 68 дан 136,5% гача ва унинг концентрацияси эса 40 дан 60% гача олинди. Жараён нитрат кислотани паст меъёрларида олиб борилганлиги туфайликатта ҳажмдаги кўпик ҳосил бўлиши кузатилмади. Парчаланиш маҳсулотларидан Са(NO₃)₂ ни аввал кальций

нитрат эритмаси билан кейин эса сув билан ажратиб олдик. Тажрибалар асосида ювувчи кальций нитрат эритмасининг мақбул концентрацияси – 10% эканлиги топилди. Тажрибани қуйидагича олиб бордик: парчаланиш маҳсулотларига 10% ли $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ эритмаси қўшилди. ФХАни 10%-ли $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ эритмасига оғирлик нисбати 1:2,5 га тенг. Компонентлар аралашмаси аралаштирилгандан сўнг олинган бўтқани декантация орқали ажратилди. Қуюқ қисм эса ФХА: H_2O =1:2 оғирлик нисбатда сув билан ювилди. Бу ҳолатда ҳам бўтқалар декантация орқали ажратилди. Бўтқаларни тиниш вақти - 3 дақиқа. Олинган натижалар 1а-расмда келтирилган. Натижалардан кўриниб турибдики, 52,5%-ли HNO_3 нинг мақбул меъёри 90,88-108,0% ораликда бўлади. Бунда P_2O_5 нинг фосфоконцентратга чиқиш унуми 50,63-52,25% тенг бўлиб унинг таркибида 26,79-26,90% P_2O_5 , 46,64-47,30% CaO , 4,13-6,15% CO_2 бўлиб, кальцийли модуль 1,74-1,76 тенг. HNO_3 нинг келтирилган меъёри ва концентрацияларида фосфат хом ашёсини карбонатсизланиш даражаси мос равишда 85,17 дан 90,26% гача ва 79,21 дан 88,00% гача бўлади (1б-расм). Олинган тадқиқот натижалари МҚ фосфоритларини нитрат кислота билан бойитиш мумкинлигини кўрсатади. Юқори карбонатли фосфоритларни бойитиш усулига ЎзР патенти (№02846 IAP») олинган.

Юқори карбонатли МҚ фосфоритларини кимёвий бойитиш технологиясининг асосий бўғини қаттиқ ва суюқ фазаларни ажратиш ҳисобланади. Маълумки, мавжуд бўлган ажратиш усулларида иқтисодий жиҳатидан самаралироқ бўлгани бу декантация усулидир. Шунинг учун кейинги тадқиқотларда қаттиқ ва суюқ фазаларни декантация усулида ажратиш жараёнларида фосфоконцентрат сифатига тиниш вақтини таъсири ўрганилди.



1-расм. HNO_3 ни меъёри (1) ва концентрациясини (2) P_2O_5 нинг фосфоконцентратга чиқиш унумига (а) ва карбонатсизланиш даражасига (б) таъсири.

Тажрибаларни ўтказиш шароитлари қуйидагича бўлди: нитрат кислота меъёрлари 90,88 ва 102,30%, ФХА:10%-ли $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ эритмаси оғирлик нисбати 1:2,5. Тиндириш вақтлари 3 дан 10 дақиқагача бўлди. Тажриба натижалари 1-жадвалда келтирилган.

1-жадвал

Икки босқичли ювишда фосфоконцентрат сифатига тиндириш вақтини таъсири

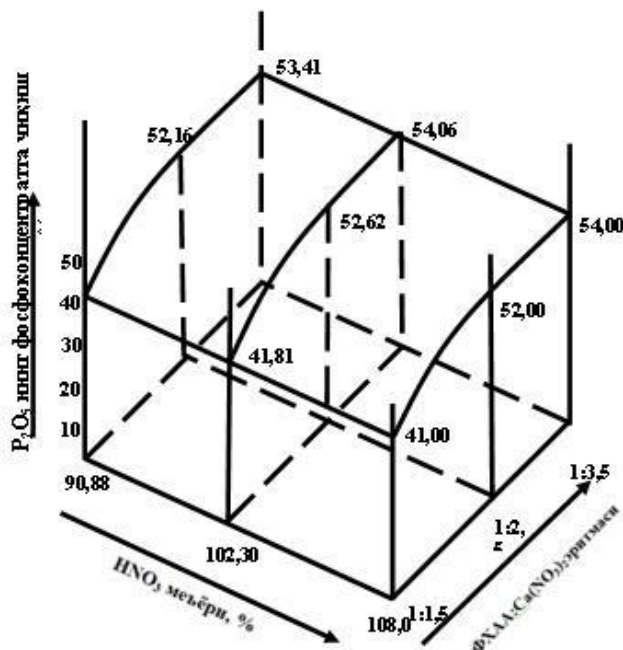
Таж. рақ.	HNO_3 меъёри, %	Тин. вақти, дақ.	Асосий моддалар миқдори, %					$\text{CaO}:\text{P}_2\text{O}_5$	Фосфо-концентратнинг чиқиш унуми, %	P_2O_5 ни фосфо-концентратга чиқиш унуми, %
			P_2O_5 умум.	P_2O_5 ўз.	CaO умум.	CO_2	N			
1	90,88	3	26,68	1,94	46,96	6,22	0,67	1,76	36,80	52,22
2		4	26,70	1,92	47,26	6,20	0,64	1,77	37,44	53,17
3		5	26,74	1,88	47,60	6,04	0,62	1,78	38,40	54,62
4		6	26,77	1,87	47,92	5,93	0,60	1,79	38,56	54,91
5		10	26,00	1,79	46,80	5,85	0,56	1,80	39,04	53,99
6	102,30	3	26,71	2,37	47,01	4,96	0,75	1,76	36,72	52,17
7		4	26,74	2,32	47,06	4,81	0,72	1,76	37,36	53,14
8		5	26,78	2,30	48,20	4,40	0,70	1,80	38,32	54,59
9		6	26,80	2,28	48,51	4,32	0,69	1,81	38,48	54,85
10		10	26,01	2,17	47,08	4,22	0,66	1,81	39,00	53,96

Олинган натижалардан кўриниб турибдики, нитрат кислотани меъёри ва тиндириш вақтини мос равишда 90,88-102,30% ва 3-10 дақиқа оралиғида ўзгариши билан фосфоконцентратнинг асосий кўрсаткичларини бир мунча ўзгариши кузатилади.

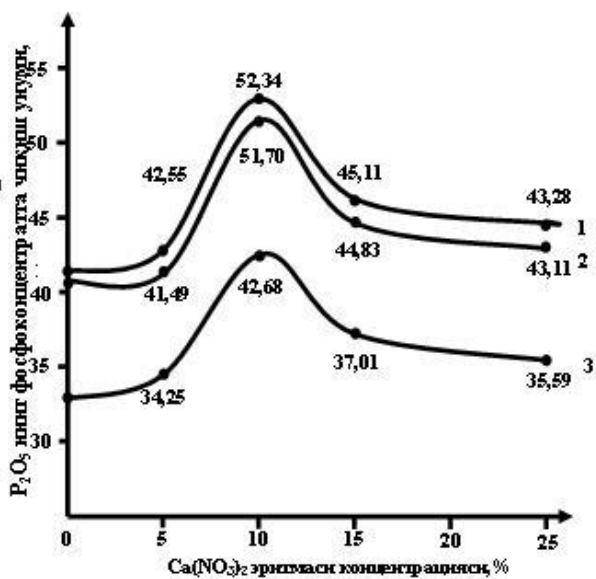
Кислота меъёри 90,88% ва тиндириш вақти 3-4 дақ. бўлганда КБФКни чиқиш унуми 36,80-37,44%, P_2O_5 ни фосфоконцентратга чиқиш унуми эса 52,22-53,17% ни ташкил этади, бунда фосфоконцентратда P_2O_5 нинг миқдори 26,68-26,70% ва кальцийли модуль эса 1,76-1,77 га тенг бўлади. Тиндириш вақтини 5-6 дақиқага ортиши билан фосфоконцентратни чиқиш унуми ва P_2O_5 ни фосфоконцентратга чиқиш унуми сезиларли даражада кўтарилиши кузатилади ва у мос равишда 38,40-38,56% ва 54,62-54,91% га, фосфоконцентратдаги P_2O_5 нинг миқдори эса 26,74-26,77% га тенг бўлади. Бунда кальцийли модуль сезиларли даражада ўзгармайди ва у 1,78-1,79 бўлган оралиқда ётади. Тиндириш вақтини 10 дақиқага ортиши фосфоконцентратнинг асосий кўрсаткичларига деярли таъсир кўрсатмайди. Нитрат кислотани меъёри 102,30% бўлганда юқоридаги каби ўхшаш ҳолат кузатилади.

Олинган натижалардан шундай хулосага келиш мумкинки, қаттиқ фазани чўкиши эркин ҳолда бўлиб, $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ эритмаси ва сув билан ювишда ҳосил бўлган суспензияларни тиниш вақти 5-6 дақиқа оралиғи фосфат хом ашёсини нитрат кислотали бойитишни мақбул катталиклари бўлиб ҳисобланади. Кейинги тадқиқотларда $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ эритмаси оғирлик миқдорини олинган КБФКни сифат кўрсаткичлари таъсирини тадқиқ этиш мақсадга

мувофикдир. Шунингучун нитрат кислотани 90,88, 102,30 ва 108,0% меъёрларида парчаланиш маҳсулотлари 10%-ли $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ эритмаси билан фосфорит хом ашёсига нисбатан 1:(1,5-3,5) бўлган ораликда ювилиши ўрганилди (2-расм). Натижалардан кўриниб турибдики, P_2O_5 ни фосфоконцентратга чиқиш унумига асосан HNO_3 меъёри ва $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ эритмасининг миқдори кўрсатади. ФХА:10%-ли $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ эритмаси=1:2,5 нисбатда HNO_3 меъёрини 90,88 дан 102,30% ортиши натижасида P_2O_5 ни фосфоконцентратга чиқиш унуми бор-йўғи 52,16 дан 52,62% га, ФХА:10%-ли $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ эритмаси=1:3,5 нисбатда эса 53,41 дан 54,06% га қадар ортиши



2-расм. HNO_3 меъёри ва ФХА: $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ эритмаси нисбатини P_2O_5 ни фосфоконцентратга чиқиш унумига таъсири.



3-расм. P_2O_5 ни фосфоконцентратга чиқиш унумига $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ эритмаси концентрациясини таъсири. HNO_3 меъёри, %: 1 – 90,88; 2 – 102,30; 3 – 113,63.

кузатилади холос. $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ эритмаси концентрациясини P_2O_5 ни фосфоконцентратга чиқиш унумига таъсирини ўрганиш учун ҳам бир қатор лаборатория тажрибалари ўтказилди. Бунинг учун $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ни кимёвий тоза намунасида 5; 10; 15; ва 25%-ли эритмалари тайёрланди. HNO_3 нинг меъёри фосфат хом ашёдаги CO_2 га нисбатан 90,88, 102,30 ва 113,63% деб олинди. Лаборатория тажрибаларини натижалари 3-расмда келтирилган. HNO_3 меъёри ва $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ эритмасини концентрациясини ортиши билан P_2O_5 ни фосфоконцентратга чиқиш унуми камайиши аниқланди.

Юқори карбонатли МК фосфоритларини нитрат кислотаси билан кимёвий бойитилганда кислотали маҳсулотларни $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ эритмаси ва сув билан икки босқичли ювишда фосфоконцентрат бир қаторда таркибида 9,69% CaO , 2,94% P_2O_5 , 2,8% N и 70,35% H_2O бўлган нитрокальцийфосфат суспензияси (НКФС) ҳосил бўлади. НКФС ни NPSa -ўғитга қайта ишлаш учун унга керакли миқдорда 52,5%-ли нитрат кислота кўшиб, олинган

аралашма ёрдамида 46,70% CaO, 18,80% P₂O₅ ва 15,19% CO₂ таркибга эга бўлган МК фосфорити 50°C ҳароратда парчланди. Бажарилган тажрибаларда эритмани рН муҳити 0,5-3,0 ва ФХА:НКФС нисбати 1:0,5 дан 1:1,0 бўлган ораликларда олинди. Парчаланишдан ҳосил бўлган бўтқалар НРСa-комплекс ўғит олиш мақсадида қуритилди ва донадорланди. НРСa-комплекс ўғит олишнинг мақбул катталиклари аниқланди: НКФС ни рНи 1,0 ва ФХА:НКФС нисбати 1:0,75. Бунда таркибида 15,17% P₂O₅_{сумум.}; лимон кислотаси бўйича 8,20% P₂O₅_{ўз.}; трилон-Б бўйича 6,83% P₂O₅_{ўз.}; 9,38% CaO_{суб.} ва 4,70% N бўлган НРСa-комплекс ўғити олинади.

Юқори карбонатли МК фосфоритларини юқорида келтирилган бойитиш усулининг асосий камчиликлари қуйидагилардир: мақсадли маҳсулот - фосфоконцентратнинг чиқиш унумини пастлиги (35-36%); P₂O₅ ни фосфоконцентратга чиқиш унуми пастлиги (56-60%) ва бойитишда ҳосил бўлган НКФСларни қайта ишлашни қийинчилиги.

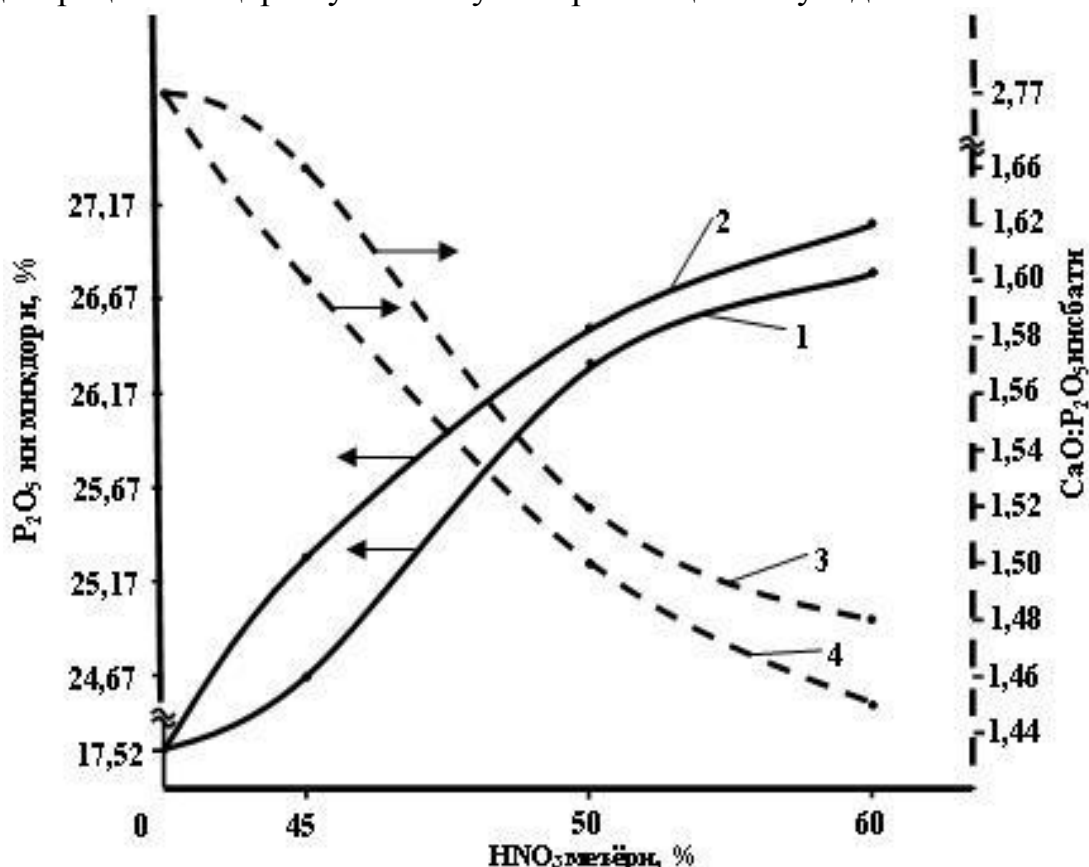
МК паст навли фосфоритларини нитрат кислотали кимёвий бойитишдаги юқорида келтирилган камчиликларни бартараф этиш ва юқори самарадор бойитиш технологиясини яратиш учун бу муаммо устида биз тарафдан мунтазам тадқиқотлар олиб борилди. **«Марказий Қизилқум фосфоритларини нитрат кислотаси билан кимёвий бойитишни такомиллашган технологиясини ишлаб чиқиш»** деб номланган учинчи боби ушбу масалаларга бағишланган.

Бойитиш жараёнларини тадқиқ этиш учун (оғир.,%): P₂O₅-17,52; CaO-47,53; CO₂-15,23; SO₃-2,00; Fe₂O₃-1,24; Al₂O₃-1,05; F-2,00; Cl-0,1; CaO:P₂O₅=2,71 ва эримайдиган қолдиқ -7,8 таркибли юқори карбонатли МК фосфат хом ашёси ва HNO₃нинг 58,78%-ли эритмасидан фойдаланилди. HNO₃ нинг меъёри ФХАдаги CaCO₃ ни парчалашга нисбатан 107; 119 ва 143% деб олинди, бу эса хом ашёдаги CaO га нисбатан 45; 50 ва 60% ни ташкил этади. P₂O₅ ни эритмага ўтиб кетишини бартараф этиш мақсадида НКФС аввал муҳит рН=3 бўлгунча аммиак газини билан нейтралланади ва сўнгра суюқ ва қаттиқ фаза вакуум остида филтрлаш усулида ажратилади. Аммиак газини билан нейтраллаганда монокальций фосфат, кальций нитрат ва аммиак ўртасида қуйидаги реакция содир бўлади:



Бунда CaHPO₄ тузи чўкмага тушади ва аммоний нитрат ҳосил бўлади. Вакуум остида филтрланиш пайтида дикальцийфосфат тузи қаттиқ фазада қолиши ҳисобига амалий жиҳатдан барча фосфор фосфоконцентрат таркибида қолади. Бу эса HNO₃ ни юқори меъёрларини ишлатишга ва олинган фосфоконцентрат таркибидаги кальцийли модулни (CaO:P₂O₅) эса янада камайишига олиб келади. Бойитилган фосфоконцентратда кальцийли модуль қанча кам бўлса, унга сульфат кислотали қайта ишлашда шунча кам кислота талаб этилади ва шунча кам миқдорда фосфогипс чиқиндиси ҳосил бўлади. HNO₃ меъёрини ўрганилган ФХА:10%-ли Ca(NO₃)₂ эритмаси нисбатларида фосфоконцентрат таркибидаги P₂O₅ миқдори ва кальцийли модулга таъсири 4-расмда келтирилган. Натижалардан кўриниб турибдики, ФХА:10%-ли Ca(NO₃)₂ эритмаси нисбати 1:2,5 да HNO₃ ни меъёри 45 дан

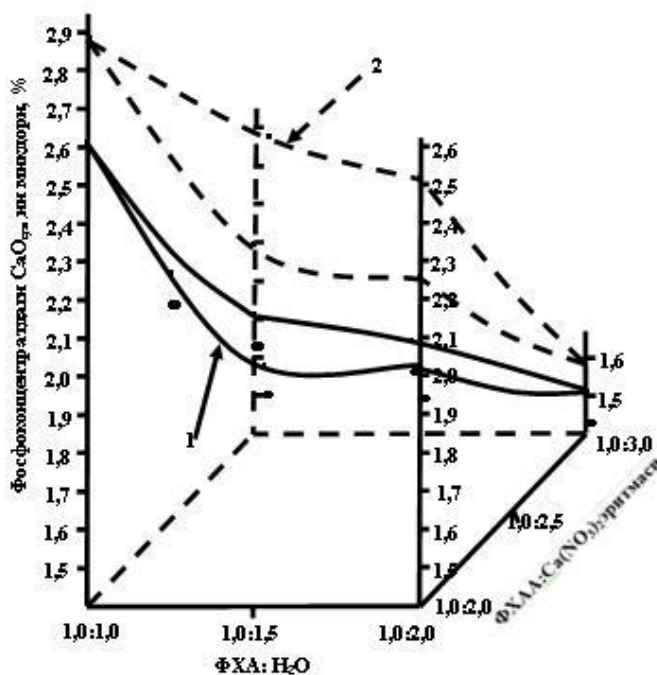
60% гача ортиши натижасида олинган фосфоконцентрат таркибида $P_2O_{5\text{умум}}$ миқдори 24,67 дан 26,67% гача ортади (1-чизик) ва кальцийли модуль эса 1,66 дан 1,48 гача камаяди (3-чизик). ФХА:10%-ли $Ca(NO_3)_2$ эритмаси нисбати 1:3,0 да олинган фосфоконцентрат таркибида $P_2O_{5\text{умум}}$ миқдори 25,36 дан 26,96% гача ортади (2-чизик) ва кальцийли модуль эса 1,60 дан 1,45 гача камаяди (4-чизик). Олинган натижалар асосида бойитиш жараёнларини мақбул катталиклари аниқланди: HNO_3 меъёри - 50%; $Ca(NO_3)_2$ ни ювувчи эритмаси концентрацияси-10% ва ФХА: $Ca(NO_3)_2$ эритмаси нисбати 1:2,5. Бунда 26,25% $P_2O_{5\text{умум}}$; лимон кислотаси бўйича 11,88% $P_2O_{5\text{ўз}}$; трилон-Б бўйича 7,99% $P_2O_{5\text{ўз}}$; 39,81% $CaO_{\text{умум}}$; лимон кислотаси бўйича 18,50% $CaO_{\text{ўз}}$; 2,32% CO_2 ва 0,92% N бўлган таркибга эга бўлган фосфоконцентрат ҳосил бўлади. Бу фосфоконцентрат 1,52 кальций модулига эга бўлиб, унинг $Ca(NO_3)_2$ дан ювилиш даражаси 94,41% тенг. Сифатли фосфоконцентрат ва янада концентрланган кальций нитрат эритмаларини олиш учун кальций нитратни ажратиб олувчи эритмаларни концентрациясини таъсири тадқиқ этилди. Тажриба натижалари шуни кўрсатдики, ажратиб олувчи кальций нитрат эритмасининг концентрацияси ортиши билан чиқиб кетаётган суюқ фазалар аралашмасидаги унинг концентрацияси ортади. Жараённи мақбул катталикларда олиб борилганда таркибида 6,42% $CaO_{\text{сув}}$ бўлган концентрацияси юқори бўлган ювувчи эритма ҳосил бўлади.



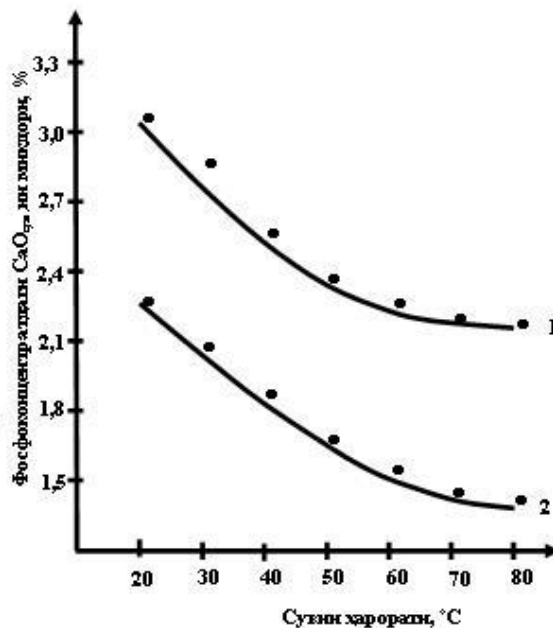
4-расм. рН=3 бўлганда HNO_3 меъёрини фосфоконцентрат таркибидаги P_2O_5 миқдори ва кальцийли модулга таъсири. 1,3-ФХА:10%-ли $Ca(NO_3)_2$ эритмаси нисбати 1:2,5; 2,4- ФХА:10%-ли $Ca(NO_3)_2$ эритмаси нисбати 1:3,0.

Кимёвий бойитиш натижасида олинган фосфоконцентратни ягона камчилиги бу унинг таркибида $\text{CaO}_{\text{сув}}$ ни кўплигидир. Бу эса уни ёпишқоқлигини оширади. Шунинг учун кейинги тажрибаларда сувнинг миқдори ва ҳароратини фосфоконцентрат сифатига таъсири ўрганилди. ФХА: H_2O ва ФХА: $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ эритмаси нисбатини КБФК даги $\text{CaO}_{\text{сув}}$ нинг миқдорига таъсири 5-расмда келтирилган. Бундан кўринадики, сув миқдорини ортиши билан фосфоконцентратдаги $\text{CaO}_{\text{сув}}$ нинг миқдори сезиларли даражада камаяди. Сув миқдори қанча кўп бўлса фосфоконцентратдаги $\text{CaO}_{\text{сув}}$ нинг миқдори шунча кам бўлади. Демак бунда сувнинг миқдори ортиши билан фосфоконцентратдаги $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ни миқдори камаяди, яъни фосфоконцентратнинг ювилиш даражаси ортади ва кальций модули камаяди.

Шуни таъкидлаш лозимки, юқорида келтирилган ФХА: H_2O нисбатларда КБФКдан $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ни тўлиқ ажратиб бўлмайди. Ювувчисув миқдорини ортиши билан ҳосил бўлаётган $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ эритмасини концентрацияси камаяди. Нам ҳолдаги КБФК ни ювишда сувнинг миқдоридан ташқари унинг ҳарорати ҳам муҳим роль ўйнайди. Маълумки, $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ нинг сувдаги эрувчанлиги ҳароратга боғлиқдир. Масалан, 20°C да 100 г сувда 128,8 г $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ эриса, 30°C да 149,4 г, 40°C да 189,0 г, 60°C да 359,0 г ва 100°C да 363,0 г эрийди. Бу маълумотларга асосланиб ювувчи сувнинг ҳароратини КБФК сифатига таъсири ўрганилди. ФХА: $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ни 10%-ли эритмаси нисбати 1:2,0 ва 1:2,5 бўлганда ювувчи сув ҳароратини фосфоконцентрат таркибидаги $\text{CaO}_{\text{сув}}$ ни миқдорига таъсири натижалари 6-расмда келтирилган.



5-расм. ФХА: H_2O ва ФХА: $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ эритмаси нисбатини фосфоконцентрат таркибидаги $\text{CaO}_{\text{сув}}$ ни миқдорига таъсири. HNO_3 меъёри, %: 1- 45; 2-50.



6-расм. Ювувчи сувни ҳароратини фосфоконцентрат таркибидаги $\text{CaO}_{\text{сув}}$ ни миқдорига таъсири. ФХА: $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ни 10%-ли эритмаси нисбати 1:2,0 (1) ва 1:2,5 (2)

6-расм маълумотлардан кўриниб турибдики, ювувчи сув ҳарорати кўтарилиши билан КБФК даги $\text{CaO}_{\text{суб.}}$ миқдори камаяди. КБФК даги $\text{CaO}_{\text{суб.}}$ миқдорисувни ҳарорати $60-70^{\circ}\text{C}$ да энг кам қийматларга эга бўлади. Бу эса нам фосфоконцентратни ювишда яна бир бор сувни ҳарорати юқорида кўрсатилган ҳароратда бўлиши лозимлигини тасдиқлайди. Бунда $\text{P}_2\text{O}_{5\text{умум.}}=27,04-27,10\%$; лимон кислотали $\text{P}_2\text{O}_{5\text{ўз.}}=12,26-12,28\%$; трилон-Б ли $\text{P}_2\text{O}_{5\text{ўз.}}=8,25-8,29\%$; $\text{CaO}_{\text{умум.}}=39,10-39,21\%$; лимон кислотали $\text{CaO}_{\text{ўз.}}=18,24-18,27\%$; $\text{CaO}_{\text{суб.}}=1,48-1,54\%$; $\text{CO}_2=2,38-2,39$; $\text{N}=0,74-0,77$; $\text{CaO}:\text{P}_2\text{O}_5=1,44-1,45$ таркибга эга бўлган фосфоконцентратлар ҳосил бўлади. Фосфоконцентратларни $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ дан ювилиш даражаси эса $95,68-95,88\%$ га тенг. Кейингитажрибаларда 2-жадвалда келтирилган турли хил таркибли фосфоритларни бойитиш жараёнлари ўрганилди.

2-жадвал

Турли навли Марказий Қизилқум фосфоритларини кимёвий таркиби

Фосфат хом ашёси тури	Асосий моддаларнинг миқдори, %			Бошқалар	$\text{CaO}:\text{P}_2\text{O}_5$
	P_2O_5	CaO	CO_2		
Минер. масса (ММ)	15,06	44,27	14,11	26,56	2,94
Фосфорит уни (ФУ)	16,33	47,13	17,23	19,31	2,89

Маълумки, ММ ювиб куйдирилган фосфорит концентрати ишлаб чиқаришда катта миқдорларда чиқинди сифатида ҳосил бўлади. Юқорида келтирилган фосфоритларни ишлатилган ҳолда ўтказилган лаборатория тажрибалари натижасида уларни бойитишни мақбул шароитлари аниқланди: ФУ учун HNO_3 нинг меъёри 50% ва ММ учун эса 60% ; $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ эритмасини концентрацияси – 10% ва ФХА: $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ эритмаси нисбати $1:2,5$. КБФК нинг таркиби ва бошқа кўрсаткичлари 3-жадвалда келтирилган.

Бу жадвал маълумотлардан кўриниб турибдики, кальцийли модуль ММ ва ФУ асосида олинган фосфоконцентратларда дастлабки фосфоритларга нисбатан мос равишда $1,88$ ва $1,82$ марта камаяди. Улардаги P_2O_5 нинг 2% -ли лимон кислотали шаклини нисбий миқдори мос равишда $45,47$ ва $45,32\%$ га тенг.

3-жадвал

Фосфоконцентратларни кимёвий таркиби

Фосфат хом ашёси тури	Асосий моддаларнинг миқдори, %					$\text{CaO}:\text{P}_2\text{O}_5$	P_2O_5 ни ф/кга чиқиш унуми, %	Ф/К ни $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ дан юв. дар., %
	P_2O_5 умум	P_2O_5 ўзл.	CaO умум.	CO_2	N			
ММ	24,54	11,16	38,28	2,23	1,07	1,56	100	93,47
ФУ	25,02	11,34	39,38	2,38	0,99	1,59	100	94,25

Бу ҳолат шундан далолат берадики, олинган фосфоконцентрат нафақат сульфат кислотали қайта ишлашга яроқли, балки бошқа турдаги фаоллаштирилган фосфор тутган ўғитлар олиш учун ҳам тайёр ярим маҳсулотдир. Маълумки, юқорикарбонатли МК фосфоритларидан нитрат кислота ёрдамида КБФК олишда энг секин босқичи бу НКФС ларни филтрланиш тезликларидир. Шу сабабли кейинги кейинги ишларда НКФС ни филтрланиш тезликлари ўрганилди (4-жадвал). Жадвалдаги маълумотлардан кўриниб турибдики, нитрат кислотани 45-50% меъерларида фосфоконцентрат заррачаларининг ўлчами 19,84 мкм га тенг, 60% ли меъерда эса у 15,68 мкм га тенг. Демак HNO_3 меъерини ортиши билан КБФК заррачаларини ўлчами сезиларли даражада камаяди. КБФК заррачаларини ўлчами кичиклиги туфайли фосфорит суспензиясини HNO_3 нинг мақбул меъерларида (45-50%) филтрланиш тезлиги 212,6-232,0 кг/с·м² га тенг бўлади, бу эса фосфаткислотагипсли бўтқанинг филтрланиш тезлигидан 3-4 марта камдир.

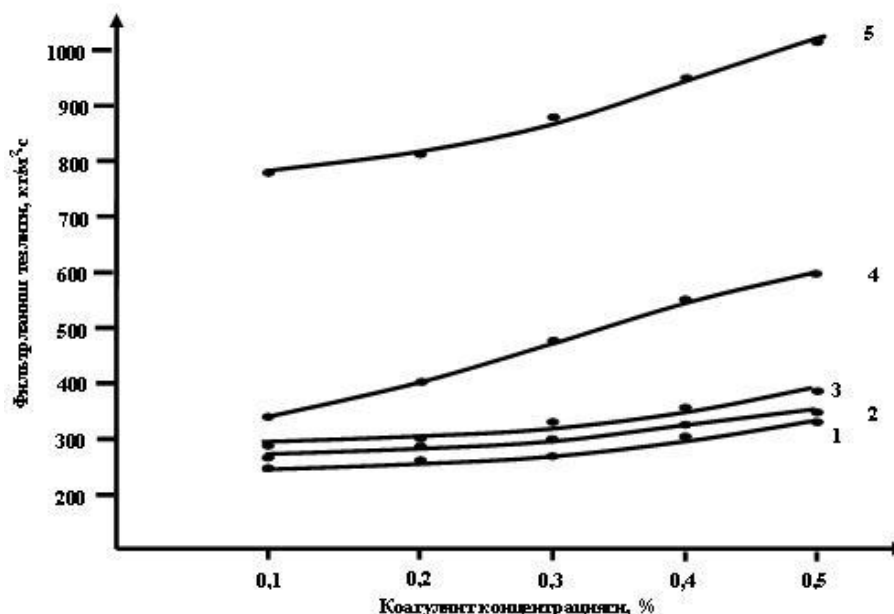
4-жадвал

Фосфоконцентратларни дисперс таркибини уларни филтрланиш тезликлари ва кальций нитратдан ювилиш даражаларига таъсири

HNO_3 меъери, %	Заррачаларни ўлчами _{ўрт.} , мкм	Филтрланиш тезлиги, кг/с·м ²	Ф/К ни $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ дан юв. даражаси, %
35-40	13,03	183,6	93,35
45-50	19,84	232,0	94,60
60	15,68	212,6	94,11

Шу туфайли кейинги тадқиқотларимизда НКФС ларни турли хил коагулянтлар ёрдамида филтрланиш тезликларини оширишга ҳаракат қилдик. Маълумки, коагулянтлар заррачаларни йириклашишига олиб келади ва натижада филтрланиш тезликлари ортади. Тадқиқотлар учун тур хил коагулянтлар танлаб олинди: Гипан-УМ, $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, РС-2-3, К-9 ва полиакриламид (ПАА). Коагулянтларнинг концентрацияларини 0,1 дан 0,5% гача олинди. Коагулянтлар концентрациясини НКФС ларни филтрланиш тезликларига таъсири 8-расмда кўрсатилган. 8-расмдаги келтирилган натижалардан кўриниб турибдики, танлаб олинган коагулянтлардан К-9 ва ПАА НКФС ни филтрланиш тезлигига энг кўп таъсир кўрсатади. К-9 қўлланилганда унинг сувли эритмасини концентрацияси 0,1 дан 0,5% гача ортганда филтрланиш тезлиги 350 дан 525 кг/с·м²гача ва ПАА нинг концентрацияси 0,1 дан 0,5% га ортганда эса филтрланиш тезлиги 786 дан 1029 кг/с·м²гача ортиши кузатилади. ПАА қўлланилиши натижасида ҳосил бўлган КБФК да $\text{CaO}_{\text{суб.}}$ нинг миқдори 0,65 дан 1,35% гача ортиши кузатилади. $\text{P}_2\text{O}_{5\text{сумум.}}$ ва $\text{CaO}_{\text{сумум.}}$ миқдорлари эса сезиларли даражада ўзгармайди. Аммо ПАА концентрацияси 0,3 дан 0,5% гача бўлганда олинган КБФК даги $\text{CaO}_{\text{суб.}}$ миқдори ортади.

Шунинг учун ПАА нинг мақбул концентрациясини 0,1 ва 0,2% деб ҳисоблаш мумкин.



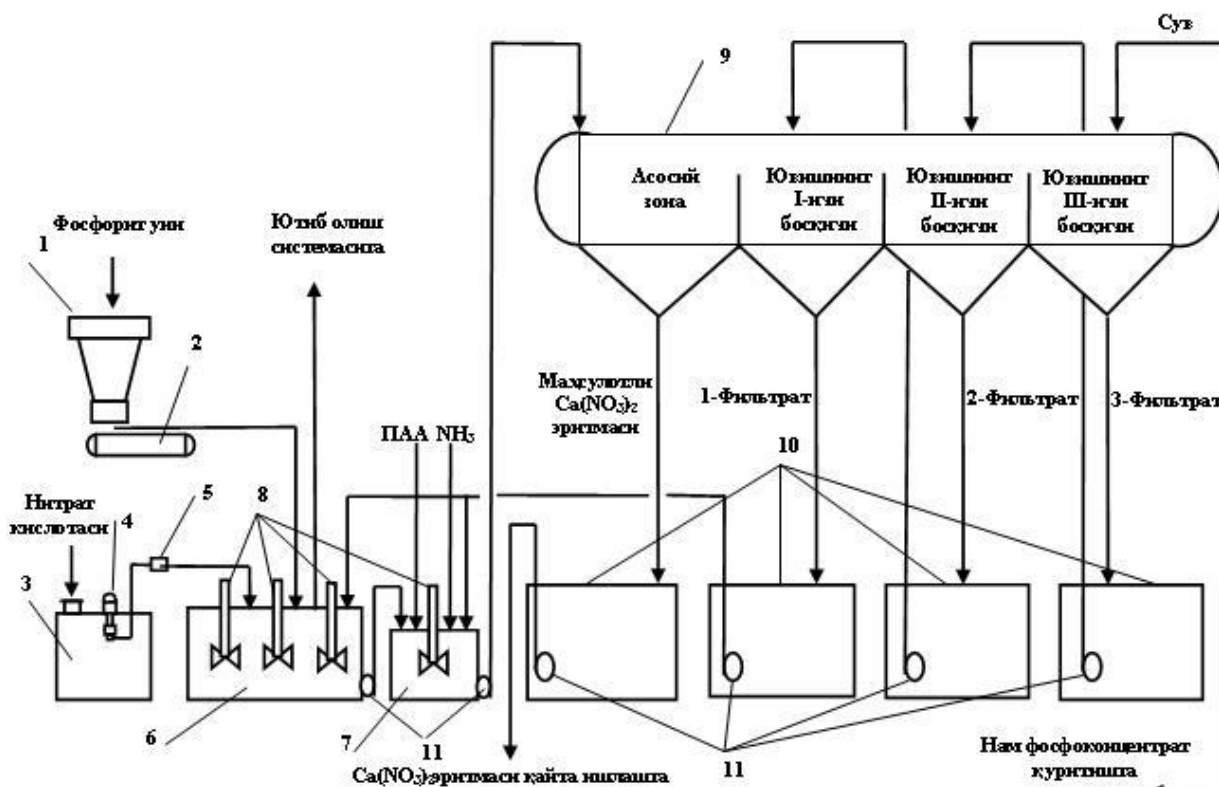
7-расм. Коагулянтлар концентрацияларини НКФС ларни филтрланиш тезликларига таъсири: Гипан-УМ (1); $Al_2(SO_4)_3$ (2); РС-2-3 (3); К-9 (4); ПАА (5).

Юқоридаги келтирилган тадқиқот натижаларидан кўриниб турибдики, мақбул катталикларда олинган КБФК таркибида 4,4-4,5% $Ca(NO_3)_2$ сақлайди. Шу туфайли КБФК ёпишиб қолади, бу эса фосфоконцентратларни сақлаш, ташиш ва уни ўғитларга қайта ишлашда қийинчиликларни келтириб чиқаради. Олинган КБФК да $Ca(NO_3)_2$ ни миқдорини энг кам бўлишини таъминлаш мақсадида нам КБФК ни ЭФК технологиясида қўлланиладиган фосфогипсни уч босқичли ювиш жараёнидан фойдаланилди. Яъни нам ҳолдаги фосфорит чўкмасини ювишда аввалги циклда ҳосил бўладиган иккинчи ва учинчи филтратлар билан, охирида эса (учинчи ювиш) сув билан ювилади. Бу эса биринчидан, КБФК ни $Ca(NO_3)_2$ дан юқори даражада ювилишига, иккинчидан эса КБФК ни ювиш учун сув сарфини камайтирилишига ва учинчидан, мақсадли маҳсулотларга қайта ишланиши осон бўладиган концентрацияси анча юқори бўлган $Ca(NO_3)_2$ эритмасини олинишига имкон беради. Олинган натижалар 5-жадвалда келтирилган. Натижалардан кўриниб турибдики, агар нам КБФК ФХА: $Ca(NO_3)_2$ эритмаси =1,0:(1,60; 2,29; 2,97) нисбатда ва нитрат кислотанинг меъёри 50% бўлганда уч босқичли ювиш жараёнида таркиби $P_2O_{5\text{умум.}}=25,90-26,11\%$; лимон кислотали $P_2O_{5\text{ўз.}}=11,92-12,32\%$; трилон-Б ли $P_2O_{5\text{ўз.}}=8,16-8,48\%$; $CaO_{\text{умум.}}=39,94-41,13\%$; лимон кислотали $CaO_{\text{ўз.}}=19,12-19,37\%$; $CaO_{\text{сув.}}=0,34-1,08\%$; $CO_2=2,29-2,34$; $N=0,17-0,55$; $CaO:P_2O_5=1,53-1,59$ бўлган фосфоконцентратлар олинади. Бу ерда КБФК ни $Ca(NO_3)_2$ дан ювилиш даражаси 96,52-98,92% га тенг ва олинган кальций нитратнинг концентрацияси 19,91 дан 35,01% оралиғида бўлади.

Уч мартали ювишни қўллаш натижасида олинган кимёвий бойитилган фосфоконцентратларни таркиби

ФХА: Ca(NO ₃) ₂ эритмаси нисбати	Қуритилган ҳолдаги фосфоконцентратларни кимёвий таркиби, %								CaO: P ₂ O ₅	Ф/К ни Ca(NO ₃) ₂ дан юв даража..%
	P ₂ O ₅ умум.	Лим. к- тали P ₂ O ₅ ўзл.	Тр-Б ли P ₂ O ₅ ўзл.	CaO умум.	CaO ўзл.	CaO сув.	N умум.	CO ₂		
Аввалги таклиф этилган технологик схема бўйича (2-мартали ювиш)										
1,0:2,0	25,63	11,55	7,54	40,53	18,32	2,52	1,25	2,45	1,58	92,00
1,0:2,5	26,25	11,88	7,99	39,81	18,50	1,86	0,92	2,32	1,52	94,41
1,0:3,0	26,50	12,06	8,17	39,62	18,60	1,71	0,85	2,27	1,50	94,97
Янги таклиф этилаётган технологик схема бўйича (3-мартали ювиш)										
1,0:1,60	25,90	11,92	8,16	41,13	19,12	1,08	0,55	2,34	1,59	96,52
1,0:2,29	26,02	12,19	8,32	40,01	19,20	0,42	0,20	2,32	1,54	98,66
1,0:2,97	26,11	12,32	8,48	39,94	19,37	0,34	0,17	2,29	1,53	98,92

Лаборатория тажрибалари ва синовлари натижалари асосида лаборатория ва «Самарқандкимё» АЖ даги йириклаштирилган тажриба-синов қурилмаларида паст навли МК фосфоритларини нитрат кислотали кимёвий бойитишни асосий технологик кўрсаткичлари аниқланди.



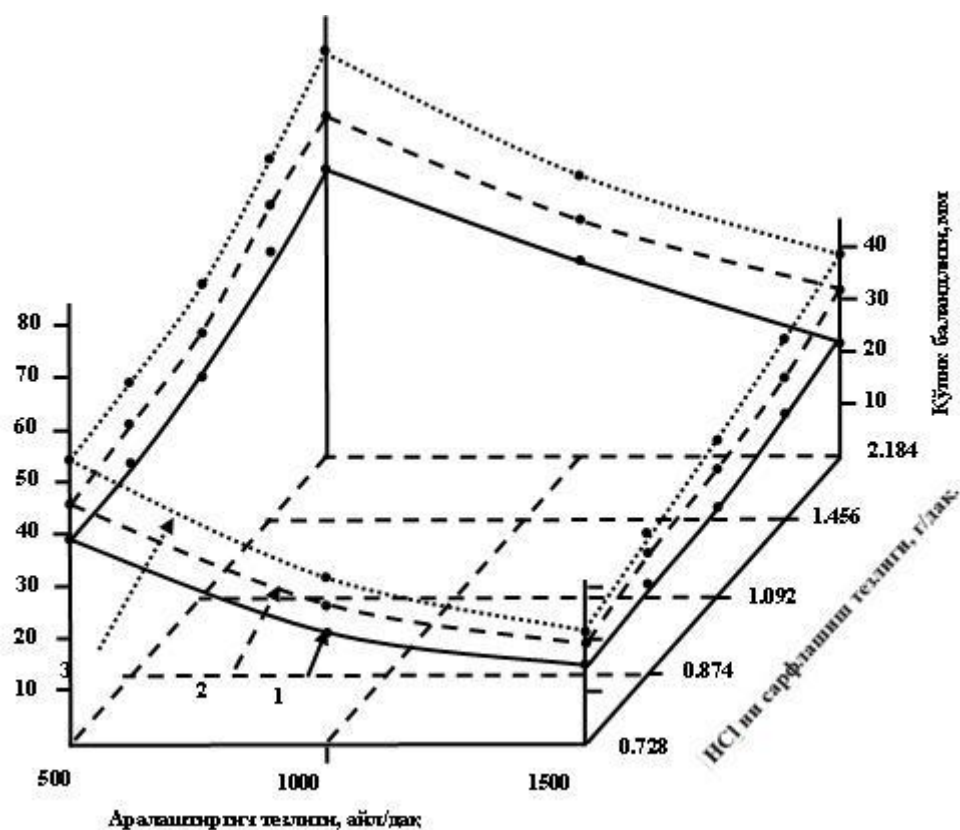
8-расм. Марказий Қизилқум фосфоритларини нитрат кислотали кимёвий бойитишни технологик тизими: 1-фосфорит учун бункер; 2-лентали оғирлик сарфлагич; 3-ННО₃учун босимли бак; 4-ботирилган насос; 5-ННО₃учун сарфлагич; 6-фосфоритни карбонатсизлантириш реактори; 7-аралаштиргичли репульсатор; 8-аралиштиргичлар; 9-вакуумли филтър; 10-филтратлар учун йиғичлар; 11-марказдан қочма насослар.

Юқори карбонатли МК фосфоритларидан КБФК ишлаб чиқаришни моддий оқими ҳисобланди ва технологик схемаси таклиф этилди (8-расм).

Бунда нисбатан концентрацияси юқори бўлган $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ эритмаси ҳосил бўлади ва уни суяқ ўғит сифатида тўғридан-тўғри ишлатиш ёки аммиак ва карбонат ангидрид иштирокида конверсия қилиб аммиакли селитра ва бўрга айлантириш мумкин. Фосфоритларни нитрат кислотали бойитишда олинган 26% ли P_2O_5 бир тонна КБФК нинг таннарни 213 104 сўм бўлиб, у ЮКФК га нисбатан 28 016 сўм арзон.

Диссертациянинг «**Марказий Қизилқум паст навли фосфоритларини хлорид кислотали кимёвий бойитиш**» деб номланган тўртинчи бобида турли навдаги фосфоритларни хлорид кислотали қайта ишлашда кўпикланиш ва бу фосфоритларни бойитиш жараёнлари, олинган КБФК ларни баъзи физик-кимёвий хоссалари ва улар асосида фосфорли ўғитлар олиш маълумотлари келтирилган.

Маълумки, юқори карбонатли МК фосфоритларини минерал кислоталар, айниқса хлорид кислота билан реакциялари катта тезликда ва жуда кўп даражада кўпиклар ҳосил бўлиши билан боради. Шу сабабли юқори карбонатли МК фосфоритларини хлорид кислотали қайта ишлаш жараёнларида ҳосил бўладиган кўпикланиш ҳолатларига турли технологик катталикларни таъсири ўрганилди. Лаборатория тажрибалари ўтказиш учун P_2O_5 -14,60%, CaO -43,99%, CO_2 -14,11% таркибли ММ дан фойдаланилди. Фосфатли хом ашёни хлорид кислотали парчалашда кўпикнинг карралиги ва карбонатсизланиш даражаси ўрганилди. Бунда асосий технологик катталиклар сифатида хлорид кислота меъёри ва концентрацияси, унинг сарфланиш ва аралаштиргични тезлиги олинди. HCl нинг меъёри CaCO_3 га нисбатан 95,36 дан 143,04% гача (CaO га қайта ҳисоблаганда 40 дан 60% гача), унинг 10, 16 ва 32%ли концентрацияси, HCl нинг сарфланиш тезлиги 0,728-2,184 г/дақ. ва аралаштиргич тезлиги 500-1500 айл./дақ. бўлган ораликда олинди. Олинган натижалар шуни кўрсатадики, бундай ҳолдаги бойитиш усулида кўпик ҳосил бўлиши сезиларли даражада камаяди. Кўпикни энг катта даражадаги қиймати ва карралиги жараённинг 5-21 дақиқаларида содир бўлади, чунки бу вақт оралиғида фосфорит жадал парчаланаяди ва ҳосил бўлган газсимон моддалар (CO_2 , HF и SiF_4) энг кўп миқдорда бўлади. Вақтнинг кейинги ҳолатларида эса бу газсимон моддаларни миқдорини камайиши туфайли кўпикнинг ҳосил бўлиши камаяди. Ўтказилган тажрибалар шуни кўрсатадики, тадқиқ этилган кислотанинг барча меъёрларида ва унинг сарфланиш тезлигида кўпиклар аралаштиргич тезликларига жуда сезгирдир (9-расм). Бу ҳажмий диаграммадан кўринадики, аралаштиргични тезлигини ортиши билан кўпикнинг баландлиги камаяди.

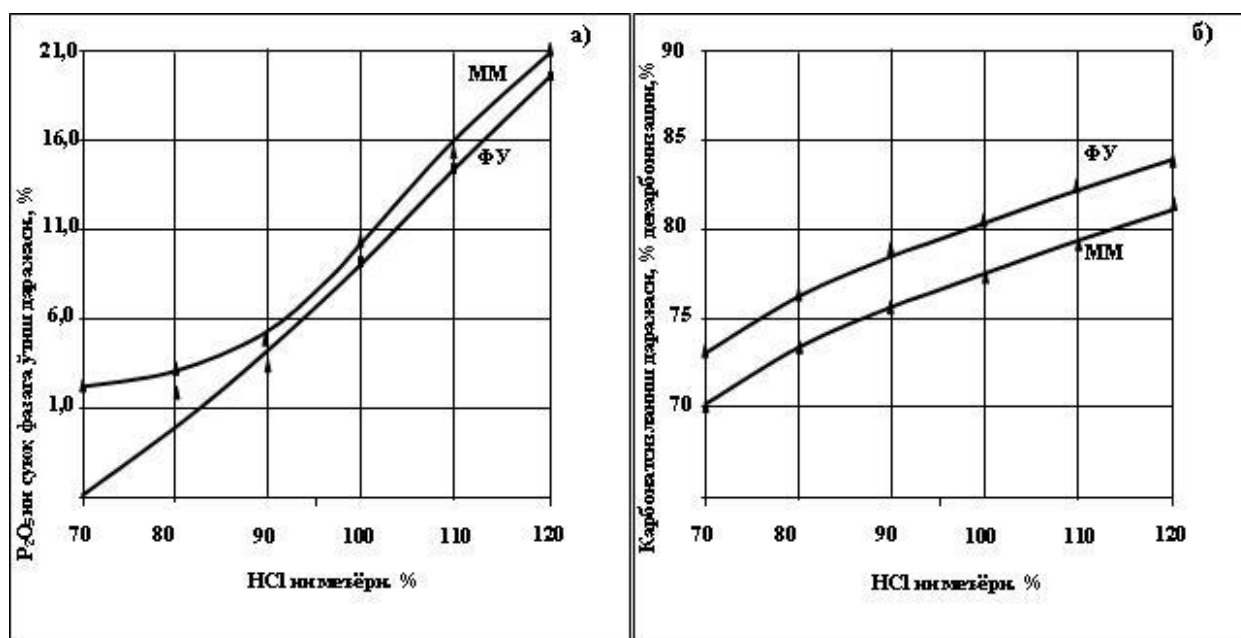


9-расм. Аралаштиргич ва HCl ни сарфланиш тезлигини кўпик баландлигига таъсири. HCl меъёри, %: 1 - 40; 2 - 50 ва 3 - 60.

Масалан, аралаштиргич тезлиги 500 айл/дақ. ва HCl нинг сарфланиш тезлиги 0,728 г/дақ. бўлганда кўпикни баландлиги ва карралиги HCl нинг 40% ли меъёрида 39,0 мм ва 2,05 га, 50% лисида 46,0 мм ва 2,42 га, ҳамда 60% ли меъёрда эса 54,0 мм ва 2,08 га тенг бўлиши кузатилди. Кислота сарфи тезлигини ортиши билан кўпикни баландлиги ва карралигини сезиларли даражада ортиши кузатилди. Масалан, аралаштиргич тезлиги 500 айл/дақ. бўлганда кислота сарфи тезлигини 0,728 дан 2,184 г/дақ. гача ортиши натижасида кислотани 40, 50 ва 60% меъёрларига мос равишда кўпик баландлиги ва карралиги 39,0 дан 55,0 мм гача ва 2,05 дан 2,89 гача; 46,0 дан 65,0 мм гача ва 2,42 дан 3,42 гача; 54,0 дан 77,0 гача ва 2,84 дан 4,05 гача ортади. Аралаштиргич тезлигини ортиши натижасида эса кўпикнинг баландлиги ва карралиги сезиларли даражада камайиши кузатилади. HCl ни сарфланиш тезлиги 0,728 г/дақ.да ва унинг 40, 50 ва 60% меъёрларида аралаштиргич тезлигини 500 дан 1500 айл/дақ. гача ортиши натижасида кўпик баландлиги ва карралиги мос равишда 39,0 дан 16,0 мм гача ва 2,05 дан 0,84 гача; 46,0 дан 19,0 мм гача ва 2,42 дан 1,00 гача; 54,0 дан 22,0 мм гача ва 2,84 дан 1,16 гача камайиши кузатилди. Бу маълумотлардан кўринадики, аралаштиргични тезлиги 1000 айл/дақ. дан кам бўлмаслиги керак.

Кейинги тадқиқотларда турли хил фосфат хом ашёларини хлорид кислотали бойитиш жараёнлари ўрганилди. Аввал P_2O_5 -17,09%, CaO-

45,36%, CO_2 -14,89% ($\text{CaO}:\text{P}_2\text{O}_5=2,65$) таркибли ФУ хлорид кислотали бойитилди. Бунда «Навоийазот» АЖнинг каустик сода ишлаб чиқаришда кўшимча маҳсулот сифатида ҳосил бўладиган хлорид кислотанинг 32%-ли эритмасидан фойдаланилди. Хлорид кислотали бойитишга P_2O_5 -14,60%, CaO -43,99%, CO_2 -14,11% ($\text{CaO}:\text{P}_2\text{O}_5=3,01$) таркибли хлордан ювишдан олдин фосфорит рудасини саралашда ҳосил бўладиган чиқинди руда деб аталувчи ММ ҳам учратилди. Ҳозирда бундай турдаги чиқиндининг миқдори 10 млн. тоннадан ортади. Тажриба натижалари кўрсатадики, кислота меъёрини ортиши билан P_2O_5 ни суюқ фазага ўтиши мос равишда ММ ва ФУ учун 21,14 ва 20,11% ортади (10а-расм). Унинг суюқ фазага ўтиши натижасида олинadиган КБФК лардаги P_2O_5 нинг миқдори камаяди. 10б-расмда турли хил фосфат хом ашёларини хлорид кислотани меъёрларига боғлиқ равишда карбонатсизланиш даражаларини ўзгариши келтирилган.



10-расм. HCl нинг турли меъёрларида P_2O_5 ни суюқ фазага ўтиш (а) ва карбонатсизланиш (б) даражасига таъсири.

Тажриба натижалари кўрсатадики, кислота меъёри 70 дан 120% гача ортганда ММ ва ФУ ларнинг карбонатсизланиш даражаларини ортиши кузатилиб, у фосфат хом ашёларга мос равишда 70,00 дан 81,42% гача ва 73,75 дан 83,26% гача ортиши аниқланди. Олинadиган КБФК да P_2O_5 ни миқдорини ошириш, яъни уни суюқ фазага ўтиб кетишини камайтириш мақсадида хлорид кислотани меъёрлари ва нейтралловчи модда турлари, ҳамда сувнинг ҳароратини КБФК ни сифат катталикларига таъсири ўрганилди. ММ ни бойитиш жараёнларида олинган натижалар шуни кўрсатадики, нейтралловчи модда сифатида $\text{Ca}(\text{OH})_2$ дан фойдаланиш натижасида кислота меъёрини 40 дан 60% гача оширилганда P_2O_5 ни суюқ фазага ўтиши атиги 0,61% га, яъни уни йўқолиши 2,04 дан 2,65% гача ортади

холос. Аммо бунда олинган КБФК даги $P_2O_{5\text{умум}}$ ни миқдори 22,09 дан 23,24% гача ортиши ва аксинча $CaO_{\text{умум}}$ ни эса 39,79 дан 38,45% гача камайиши кузатилади. Олинган КБФК лардаги $CaO_{\text{сув}}$ ва Cl ларни миқдорлари мос равишда 1,25 дан 1,46% гача ва 1,56 дан 1,85% гача тенг бўлади. Кальцийли модулни 1,80 дан 1,65 гача камайиши кузатилди. Олинган бўтқаларни газсимон NH_3 нейтраллаганда P_2O_5 ни суяқ фазага ўтиши батамом тўхтатилади, яъни P_2O_5 ни барчаси КБФК да қолади. Бунда ҳосил бўлган фосфоконцентрат таркибида P_2O_5 ва CaO мос равишда 22,58 дан 23,87% гача ва 37,59 дан 38,52% гача бўлади. Кальцийли модуль 1,71 дан 1,57 гача камаяди. Олинган фосфоконцентратлардаги $CaO_{\text{сув}}$ ва Cl ларни миқдорлари мос равишда 1,13 дан 1,37% гача ва 1,43 дан 1,74% гача бўлади. Бунда фосфоконцентратни сифати бир оз яхшиланади. Шу каби ҳолатлар ФУ ни бойитишда ҳам кузатилади. Лекин шунга қарамай, олинган КБФК да кўп миқдорда $CaO_{\text{сув}}$ ва Cl қолади.

Маълумки кальций ва аммоний хлорид тузларини сувдаги эрувчанлиги сезиларли даражада ҳароратга боғлиқдир. Масалан, $20^\circ C$ да кальций ва аммоний хлориди тузларини эрувчанлиги мос равишда 74,5 г ва 37,2 г га тенг ва $100^\circ C$ да эса 158 г ва 78,6 г га тенг. Шунинг учун кейинги лаборатория тадқиқотларида нам фосфоконцентратларни ювиш учун ҳарорати $80-85^\circ C$ бўлган сув ишлатилди. Бундай ҳароратдаги сувни ишлатилиши натижасида оддий ҳароратли ($20-25^\circ C$ ли) сувни ишлатилишига нисбатан КБФК даги хлорни 2,19-2,25 марта камайишига олиб келади. Таркибида 0,66-0,79% Cl тутган КБФК сульфат кислотали қайта ишлашга яроқли бўлмасада, концентранган фосфорли ўғит - преципитат ва бошқа турдаги фаоллаштирилган фосфор тутган комплекс ўғитлар олиш учун ишлатилиши мумкин.

КБФК ишлаб чиқаришни моддий оқими ҳисобланди ва технологик тизими таклиф этилди. Хлорид кислотали бойитишда олинган бир тонна КБФК ни таннархи 203 959 сўм бўлиб, у ЮКФК га қараганда 37 161 сўмга арзондир.

ММ асосида олинган КБФК дан ўғитли преципитат олишнинг мақбул технологик параметрлари аниқланди: HCl меъёри 100%; HCl концентрацияси 25-32%; $Ca(OH)_2$ нинг меъёри 100-110%; қуруқ чўкма: H_2O нисбати 1:2,5 ва 1:2,0. Бунда преципитатланиш даражаси 94,79-97,41% оралиғида бўлади ва олинган преципитат намуналарининг таркиби қуйидагича (оғир., %): $P_2O_{5\text{умум}}$ 26,02-26,47; $P_2O_{5\text{ўзл}}$ лимон кислотаси бўйича 22,24-22,73; $P_2O_{5\text{сув.эрув}}$ 1,02-1,28; $CaO_{\text{умум}}$ 28,01-29,41; $CaO_{\text{ўзл}}$ лимон кислотаси бўйича 24,18-25,20; $CaO_{\text{сув.эрув}}$ 1,20-1,30; Cl 0,96-1,10. КБФК ни аммоний тузлари билан аралаштириш асосида NP -таркибли мураккаб-аралашмали ўғитлар олинди. Олинган ўғитлар таркибидаги озуқа компонентлари ($NP\text{Ca}$) $N:P_2O_5$ нинг нисбатига боғлиқ равишда (1,0:0,3 дан 1,0:1,0 гача) 27,60 дан 41,71% гача

бўлади. NP -ўғит доналари етарли мустаҳкамликга эга(3,02 дан 4,31 МПа гача).

ХУЛОСА

Диссертация ишини бажаришда олинган асосий илмий ва амалий натижалар куйидагилар ҳисобланади:

1. Ҳар хил турдаги юқори карбонатли МК фосфоритларини нитрат кислотани фосфат хом ашёсидаги CaO га қайта ҳисоблаганда 30 дан 60% гача меъёрларида қайта ишлаб, сўнгра нитрокальцийфосфат бўтқасидан кальций нитратни айланма $Ca(NO_3)_2$ эритмаси билан ажратиш, қаттиқ ва суюқ фазаларни тиндириш орқали ажратиш ва қуюқ қисмни сув билан ювиш орқали нитрат кислотали бойитиш бўйича мунтазам тадқиқотлар олиб борилди. Ўтказилган тажрибалар асосида жараённинг мақбул шароитлари аниқланди: $Ca(NO_3)_2$ эритмасини концентрацияси – 10%; 10%-ли $Ca(NO_3)_2$ эритмасини ФХА га оғирлик нисбати 2,5:1; HNO_3 ни – 40-50%; HNO_3 концентрацияси 52,5-57,0%; тиндириш вақти – 5-6 дақиқа. Мақбул шароитларда P_2O_5 нинг фосфоконцентратга чиқиш унуми 54,59-54,91%, ундаги P_2O_5 нинг миқдори – 26,74-26,80% га тенг ва кальций модуль эса 1,78-1,81 ораликда бўлади.

Қизилқум фосфоритларини бу бойитиш усулини асосий камчиликлари куйидагилардир: мақсадли маҳсулотни чиқиш унумини пастлиги (35-36%) ва P_2O_5 ни КБФК га чиқиш унумини камлиги (56-60%), бойитишда кўшимча маҳсулот сифатида ҳосил бўлган суюқ НКФСларни қайта ишлашни қийинчилиги.

2. Қизилқум фосфоритларини нитрат кислотани паст меъёрларида парчалаб, сўнгра нитрокальцийфосфат бўтқасига айланма кальций нитрат эритмаси (АКНЭ) кўшиб, олинган НКФС ни $pH=3$ гача аммиак билан нейтраллаб, ундан $Ca(NO_3)_2$ ни фильтрация йўли билан ажратиш ва нам фосфорит концентратини аввал АКНЭ билан, сўнгра сув билан ювишга асосланган кимёвий бойитишнинг мукамаллашган технологияси яратилди. $Ca(NO_3)_2$ ни миқдори ва кальцийли модуль ўзгаришини HNO_3 меъёри, ФХА: $Ca(NO_3)_2$ эритмаси нисбати ва ювувчи сувнинг ҳароратига боғлиқлиги аниқланди. КБФК ларда $Ca(NO_3)_2$ кўринишдаги $CaO_{суб.}$ шаклини энг кам миқдорга тушириш учун ЭФК ишлаб чиқариш технологиясида фосфогипсни ювишда кенг қўлланиладиган схемани нам фосфоконцентратни ювишга тадбиқ этиш тавсия этилади. Фосфоконцентратни ювишда аввалги циклда ҳосил бўладиган иккинчи ва учинчи филтратлар билан, охирида эса (учинчи ювиш) сув билан ювилади. Бу усулнинг асосий устунлиги куйидагилардир: $Ca(NO_3)_2$ ни фосфоконцентратдан кўпроқ ажратиб олиш ва унинг нисбатан концентрацияси юқори бўлган эритмасини олиш. Фосфоконцентратни уч каррали ювиш схемасида ФХА: $Ca(NO_3)_2$ эритмасига оғирлик нисбати 1,0 :

1,60; 1,0 : 2,29; 1,0 : 2,97 билан мос равишда ва HNO_3 меъёри 50% бўлганда (оғир. %): 25,90-26,11 $\text{P}_2\text{O}_{5\text{ум}}$; лимон кислотаси бўйича 11,92-12,32 $\text{P}_2\text{O}_{5\text{ўзл}}$; трилон-Б бўйича 8,16-8,48 $\text{P}_2\text{O}_{5\text{ўзл}}$; 39,94-41,13 $\text{CaO}_{\text{ум}}$; 19,12-19,37 $\text{CaO}_{\text{ўзл}}$; 34-1,08 $\text{CaO}_{\text{сув}}$; 2,29 CO_2 ; 0,17-0,55 N; $\text{CaO} : \text{P}_2\text{O}_5 = 1,53-1,59$. Бунда $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ нинг ювилиш даражаси 96,52 дан 98,92% гача ортади.

3. Юқори карбонатли МК фосфоритларини нитрат кислотали бойитиш жараёнлари лаборатория тажриба-синов қурилмасида синовдан ўтказиш орқали лаборатория тадқиқотлари натижалари тўла тасдиқланди. «Самарқандкимё» АЖ нинг тажриба-саноат қурилмасида Қизилқум фосфоритларини нитрат кислотали кимёвий бойитиш технологияси синовдан ўтказилди, бунинг натижасида бойитишнинг асосий технологик катталиклари аниқланди. Юқори карбонатли МК фосфоритларидан КБФК ишлаб чиқаришни моддий оқими ҳисобланди ва ишлаб чиқаришнинг технологик регламенти ишлаб чиқилди. HNO_3 нинг ҳар бир 40 ва 50% меъёрлари учун мос равишда фосфоконцентратнинг 200 кгдан тажриба партияси ишлаб чиқарилди.

4. ММ нитрид кислотали бойитишда кўпикланиш жараёнида кўпик карралигига HCl нинг меъёри, концентрацияси ва узатиб бериш тезлиги, ҳамда аралаштиргич тезлигининг таъсири ўрганиш бўйича тадқиқотлар ўтказилди. Бойитишни мақбул шароитлари аниқланди: HCl меъёри 50-60%; HCl концентрацияси 25% дан кам эмас; HCl ни узатиб бериш тезлиги 0,728-1,092 г/дақ.; аралаштиргич тезлиги 1000 айл/дақ. дан кам эмас. Хлоридкислотали бўтқани кальций гидроксид суспензияси ёки аммиак билан нейтраллаб, кальцийхлоридфосфат эритмасидан кальций хлоридни филтрлаш орқали ажратиш ва қаттиқ фазани CaCl_2 нинг айланма эритмаси билан ювиш орқали ММ дан (оғир. %): 22,74 P_2O_5 ; 39,00 CaO ; 3,52 CO_2 ; 0,78 Cl ; $\text{CaO}:\text{P}_2\text{O}_5=1,72$ ва ФУ дан 26,36 P_2O_5 ; 40,07 CaO ; 3,60 CO_2 ; 0,79 Cl ; $\text{CaO}:\text{P}_2\text{O}_5=1,52$ таркибли фосфорит концентратлари олиш мумкинлиги кўрсатилди.

5. ММ асосида олинган КБФК дан ўғитли преципитат олишнинг мақбул технологик параметрлари аниқланди: HCl нинг меъёри ва концентрацияси мос равишда 100 ва 25-32%; чўктирувчи $\text{Ca}(\text{OH})_2$ нинг меъёри 100-110%; чўкма: H_2O нинг оғирлик нисбатлари 1:2,5 ва 1:2,0. Бунда преципитатланиш даражаси ўтказилган тажриба шароитларига қараб 94,79-97,41% оралиғида бўлади. Олинган преципитатларнинг таркиби (оғир. %): $\text{P}_2\text{O}_{5\text{ум}}$ 26,02 дан 26,47 гача; $\text{P}_2\text{O}_{5\text{ўзл}}$ лимон кислотаси бўйича 22,24 дан 22,73 гача; $\text{P}_2\text{O}_{5\text{сув}}$ 1,02 дан 1,28 гача; $\text{CaO}_{\text{ум}}$ 28,01 дан 29,41 гача; $\text{CaO}_{\text{ўзл}}$ 24,18 дан 25,20 гача $\text{CaO}_{\text{сув}}$ 1,20 дан 1,30 гача; Cl 0,96 дан 1,10 гача ўзгаради.

КБФК ни аммоний тузлари билан аралаштириш асосида таркибидаги озуқа компонентлари 27,60 дан 41,71% гача NP -таркибли мураккаб-аралашмани ўғитлар олинди. Барча турдаги NP -ўғит доналари етарли даражада мустаҳкамликга эга (3,02 дан 4,31 МПа гача).

6. Юқори карбонатли МК фосфоритларини нитрат ва хлорид кислоталари ёрдамида бойитишни техник-иқтисодий ҳисоблари амалга оширилди. Нитрат ва хлорид кислота асосида олинган 26% P_2O_5 тутган бир тонна КБФК нинг таннарни 213104 ва 203959 сўм бўлиб, у ЮКФК-26 га нисбатан мос равишда 28016 ва 37161 сўмга арзон.

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

ИНСТИТУТ ОБЩЕЙ И НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

СУЛТОНОВ БОХОДИР ЭЛБЕКОВИЧ

**ВЫСОКОЭФФЕКТИВНАЯ И РЕСУРСОСБЕРЕГАЮЩАЯ
ТЕХНОЛОГИЯ ХИМИЧЕСКОГО ОБОГАЩЕНИЯ НИЗКОСОРТНЫХ
ФОСФОРИТОВ ЦЕНТРАЛЬНЫХ КЫЗЫЛКУМОВ**

02.00.13 - Технология неорганических веществ и материалов на их основе

**АВТОРЕФЕРАТДИССЕРТАЦИИ
ДОКТОРА ТЕХНИЧЕСКИХ НАУК (DSc)**

Ташкент - 2017 год

Тема диссертации доктора наук(DSc) зарегистрирована под номером B2017.1.DSc/T1 Высшей аттестационной комиссии при Кабинете Министров Республики Узбекистан.

Диссертация выполнена в Институте общей и неорганической химии.

Автореферат диссертации на трех языках (узбекский, русский, английский (резюме)) размещен на веб-странице Научного семинара (www.ionx.uz) и Информационно-образовательном портале «Ziyonet» (www.ziyonet.uz).

Научный консультант:

Закиров Бахтиёр Собиржанович

доктор химических наук

Официальные оппоненты:

Дадаходжаев Абдулло Турсунович,

доктор технических наук, профессор,

Искандарова Мастура Искандаровна

доктор технических наук, профессор,

Жуманиязов Максуд Жаббиевич,

доктор технических наук, профессор

Ведущая организация:

Ферганский политехнический институт


Защита состоится «21» 07 2017 г. в «10⁰⁰» часов на заседании Научного совета DSc.27.06.2017.K/T.35.01 при Институте общей и неорганической химии и Ташкентском химико-технологическом институте по адресу: 100170, г.Ташкент, ул. Мирзо Улугбек, 77-а.Тел.: (+99871) 262-56-60; факс: (+99871) 262-79-90; e-mail: ionxanruz@mail.ru

Диссертация зарегистрирована в Информационно-ресурсном центре Института общей и неорганической химии за № 1, с которой можно ознакомиться в информационно-ресурсном центре (100170, г. Ташкент, ул. Мирзо Улугбек, 77-а. Тел.: (+99871) 262-56-60).

Автореферат диссертации разослан «10» 07 2017 года.

(протокол рассылки № 1 от 10.07 2017 г).


Закиров Б.С.
Председатель научного совета по присуждению
учёной степени, д.х.н.


Салиханова Д.С.
Учёный секретарь научного совета по присуждению
учёной степени, д.т.н.


Тухтаев С.
Председатель научного семинара при научном совете
по присуждению учёной степени, д.х.н., проф., академик

Введение (аннотация диссертации доктора наук (DSc))

Актуальность и востребованность темы диссертации. В настоящее время с уменьшением пахотно-пригодных земель и ростом населения в мире обостряется продовольственная проблема. В связи с этим одним из приоритетных задач пищевой и сельскохозяйственной промышленности является обеспечение населения продовольствием. Поэтому в последнее время большое внимание уделяется производству минеральных удобрений – основному фактору выращивания высокого и качественного урожая сельскохозяйственных культур.

После обретения независимости в нашей стране большое внимание уделяется подготовке качественного фосфатного сырья с применением новых технических решений и технологий на основе существующих сырьевых ресурсов. В частности, в рамках реализации проекта «Увеличение производства по обогащению существующего фосфатного сырья» на Кызылкумском фосфоритовом комбинате (КФК) увеличена мощность производства мытого обожженного фосфоконцентрата (МОФК) со средним содержанием P_2O_5 26% до 716 тыс. т в год, позволяя обеспечить качественным фосфоритным сырьём предприятия, производящие фосфорные удобрения.

В мире особое внимание уделяется разработке новых способов обогащения низкосортных фосфоритов, в этом аспекте наиболее важной задачей является разработка технологии получения высококачественного фосфоритного концентрата с использованием азотной и соляной кислот. При разработке технологии обогащения низкосортных фосфоритов этими кислотами необходимо обосновать ряд соответствующих научных решений, в том числе по следующим направлениям: разработка эффективных способов химического обогащения низкосортного фосфатного сырья; определение оптимальных условий процесса выделения нитратов и хлоридов кальция из промежуточных продуктов, образующихся при обогащении высококарбонатных фосфоритов азотной и соляной кислотами; разработка технологии получения экстракционной фосфорной кислоты, преципитата и фосфорных удобрений из качественного химически обогащенного фосфоконцентрата. Актуальность тематики диссертации определяется необходимостью выполнения научных исследований в данном направлении.

Данное диссертационное исследование в определенной степени служит выполнению задач, предусмотренных в указе и постановлении Президента Республики Узбекистан № УП-4707 от 4 марта 2015 года «О программе мер по обеспечению структурных преобразований, модернизации и диверсификации производства на 2015-2019 годы» и постановления Кабинета Министров Республики Узбекистан № 8 от 22 января 2015 года «О дополнительных мерах по сокращению производственных затрат и снижению себестоимости продукции в промышленности», а также в других

нормативно-правовых документах, принятых в данной сфере.

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

Обзор иностранных научных исследований по теме диссертации¹

Научные исследования, направленные на обогащение фосфатного сырья и получение простых и комплексных фосфорных удобрений на основе переработки фосфоконцентрата, осуществляются в ведущих научных центрах и высших образовательных учреждениях мира, в том числе, Florida Industrial and Phosphate Research Institute (США), Engineering Dobersek GmbH (Германия), Fertilizer Research Institute (Польша), The Chemical Society of Japan (Япония), University of Science and Technology (Китай), Department of Chemistry (Индия), Department of Mining & Metallurgical Engineering (Иран), АО «Научно-исследовательский институт по удобрениям и инсектофунгицидам» при АО «ФосАгро-Череповец» (Россия), а также Институте общей и неорганической химии (Узбекистан).

В результате исследований, проведенных в мире по разработке методов обогащения фосфатного сырья и их усовершенствованию, получен ряд научных результатов, в том числе: разработан флотационный способ обогащения для разделения фосфатного минерала в апатитовых рудах при помощи флотореагентов (Florida Industrial and Phosphate Research Institute, США; АО «Научно-исследовательский институт по удобрениям и инсектофунгицидам» при АО «ФосАгро-Череповец», Россия); создан способ обогащения фосфатных руд при высокой температуре (900-1000°C) (Department of Chemical Engineering, Иордания; Engineering Dobersek GmbH, Германия); разработан микробиологический способ обогащения фосфатного сырья, включающий биофлотационные, биосорбционные, биоконверсионные, биоактивационные и биохимические способы (АО «Научно-исследовательский институт по удобрениям и инсектофунгицидам» при АО «ФосАгро-Череповец», Россия); созданы научные основы механического способа обогащения фосфоритов (University of Science and Technology, Китай).

В мире по обогащению апатитовых и фосфоритовых руд различными способами по ряду приоритетных направлений проводятся исследования в том числе: по разработке способов обогащения фосфатного сырья при помощи минеральных кислот (с помощью азотной, соляной и фосфорной кислот); созданию новых флотореагентов, используемых в процессе флотационного обогащения фосфорита; разработка методов выщелачивания кальциевых солей, образующихся при обогащении высококарбонатных фосфоритов кислотами с помощью обратных растворов; усовершенствованию метода термического обогащения карбонатного фосфатного сырья; созданию новых технологий переработки фосфоритного концентрата в минеральные удобрения.

Степень изученности проблемы. В научно-технической литературе имеется большой объём материалов по химическому обогащению фосфоритов ЦК минеральными кислотами (Набиев М.Н., Кармышов В.Ф., Амирова А.М., Намазов Ш.С., Мадалиева С.Х., Паганяс И.К., Пягай А.Г.). Однако попытки селективно удалить карбонаты из Кызылкумских фосфоритов путем обработки последних растворами неорганических кислот не дали положительных результатов, поскольку кислоты одновременно растворяют фосфатные минералы.

Многие исследования в мире посвящены химическому обогащению различных фосфоритов при помощи органических кислот (Григорян Г.О., Ashraf M., Zafar Z.I., Ansari T.M., Gharabaghi M., Irannajad M., Noaparast M.). Этот способ обогащения кажется дешевым, но полная экономическая оценка требуется для каждой руды, зависящей от местной цены на используемые органические кислоты и стоимости их регенерации.

Технология азотнокислотного обогащения высококарбонатных фосфоритов ЦК в присутствии этанола (Дехканов З.К., Намазов Ш.С.) имеет ряд недостатков: сложность технологии; низкая скорость фильтрации; большое содержание $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ в полученных фосфоконcentратах; использование легкогорючего вещества – этилового спирта при выщелачивании; необходимость регенерации этанола и возвращение его в технологический цикл для промывки фосфоконцентрата, что требует дополнительной энергозатраты.

Основная суть предлагаемой технологии обогащения является выщелачивание нитрата кальция из продуктов разложения фосфатного сырья азотной кислотой осуществляется не этанолом, а циркулирующим раствором $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ и водой. При этом значительно улучшается качество фосфоритного концентрата и упрощается технологическая схема. В научно-технической литературе отсутствуют сведения по обогащению Кызылкумских фосфоритов с помощью азотной и соляной кислот с последующим выщелачиванием нитратов и хлоридов кальция из получаемых пульп соответственно циркулирующими растворами $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, CaCl_2 и водой.

Связь темы диссертационной работы с научно-исследовательскими работами, где выполняется диссертация. Диссертационное исследование выполнено в рамках плана научно-исследовательских работ фундаментальных и научно-технических проектов Института общей и неорганической химии АН РУз: ФА-А12-Т171 «Разработка эффективной ресурсосберегающей технологии химического обогащения фосфоритов Центральных Кызылкумов и получение высококонцентрированных фосфорсодержащих удобрений» (2012-2014 гг.), ФПФИ Т.4 - 14 «Разработка физико-химических основ процесса получения удобрительного преципитата» (2014-2015 гг.) и ФА-Ф12-138 «Разработка технологии получения удобрительного преципитата на основе солянокислотной переработки некондиционных фосфоритов Центральных Кызылкумов» (2015-2017 гг.).

Целью исследования является разработка высокоэффективной и ресурсосберегающей технологии химического обогащения высококарбонизированных фосфоритов Центральных Кызылкумов азотной и соляной кислотами и переработки полученных фосфоритных концентратов в удобрительный преципитат и комплексные удобрения.

Задачи исследования:

нахождение оптимальных условий обогащения фосфоритов ЦК азотной и соляной кислотами;

изучение процесса пенообразования при солянокислотном обогащении фосфоритов ЦК;

седиментационный анализ полученного химически обогащенного фосфоритового концентрата (ХОФК);

определение влияния коагулянтов К-9 и полиакриламида (ПАА) на скорость фильтрации нитрокальцийфосфатных и хлоридкальцийфосфатных суспензий;

определение некоторых физико-химических свойств химически обогащенных фосфоцентратов;

исследование процесса получения экстракционной фосфорной кислоты (ЭФК) из обогащенного фосфоцентрата дигидратным способом. Определение влияния основных технологических параметров на коэффициенты разложения ХОФК, извлечения P_2O_5 , отмывки и технологического выхода.

исследование процесса получения комплексного удобрения из нитрокальцийфосфатной суспензии, образующейся при обогащении фосфоритов ЦК;

изучение процессов получения удобрительного преципитата и NP-удобрений на основе переработки ХОФК аммонийными солями;

испытание процессов получения химически обогащенных фосфоцентратов на лабораторной модельной и укрупненной установках;

разработка технологических схем ХОФК, материальных балансов и экономическая оценка эффективности их реализации в производство.

Объект исследования. Фосфориты ЦК, азотная и соляная кислоты, ХОФК, ЭФК, серная кислота, нитрокальцийфосфатные суспензии (НКФС) и хлоридкальцийфосфатные суспензии (ХКФС), ХОФК, ЭФК, удобрительный преципитат, аммонийные соли, одинарные фосфорные и комплексные удобрения.

Предмет исследования. Процессы обогащения фосфоритов ЦК и химическая переработка ХОФК в ЭФК, одинарные фосфорные и комплексные удобрения.

Методы исследования. В диссертации применены химические (аналитическая химия), физико-химические методы анализа.

Научная новизна исследования заключается в следующем:

впервые показана возможность химического обогащения высококарбонизированных фосфоритов ЦК азотной кислотой с

последующим выделением образующегося нитрата кальция путем фильтрации НКФС и промывки влажного фосфоритного концентрата циркулирующим раствором $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ и водой. Установлена корреляционная зависимость изменения состава фосфоритных концентратов от нормы и концентрации азотной кислоты, весового соотношения фосфорита к 10 %-ному раствору нитрата кальция, промывной воде и кратности промывки и найдены оптимальные условия обогащения различных видов Кызылкумских фосфоритов;

получены новые научные данные по выявлению влияния концентрации, нормы соляной кислоты и скорость вращения мешалки на процесс пенообразования при солянокислотном обогащении минерализованной массы, найдены оптимальные условия ведения процесса получения фосфоритных концентратов с высоким содержанием P_2O_5 и низким значением кальциевого модуля;

установлены отношения изменения состава удобрительных преципитатов от нормы, концентрации HCl , нормы осадителя $\text{Ca}(\text{OH})_2$ и весового соотношения фосфорит: H_2O ;

разработана эффективная технология получения сложно-смешанных удобрений на основе активации обогащенных фосфоритов с аммонийными солями.

Практические результаты исследования заключаются в следующем:

при химическом обогащении фосфоритов ЦК азотной кислотой получается ХОФК с низким кальциевым модулем, что позволяет существенно снизить расход дефицитной серной кислоты при его переработке в ЭФК;

раствор нитрата кальция, являющегося отходом процесса обогащения рекомендуется использовать в качестве жидкого азотнокальциевого удобрения или перерабатывать в гранулированный нитрат кальция или же путем его конверсии с CO_2 и NH_3 в аммиачную селитру и мел;

ХОФК, полученный на основе солянокислотного обогащения фосфоритов является основным сырьем для производства эффективного фосфорного удобрения - преципитата и активированных сложно-смешанных удобрений с использованием аммонийных солей;

при солянокислотном обогащении фосфоритов и получения преципитата используются некондиционное фосфатное сырье – минерализованная масса и соляная кислота, являющиеся отходами соответственно производств мытого обожженного концентрата на Кызылкумском фосфоритовом комбинате и каустической соды на АО «Навоиазот».

Достоверность полученных результатов. Результаты химических (аналитическая химия) и физико-химических методов анализа подтверждены проведением испытаний на опытно-промышленном оборудовании.

Научная и практическая значимость результатов исследования.

Научная значимость работы заключается в создании научной основы технологии обогащения высококарбонатных фосфоритов ЦК азотной и соляной кислотами с получением высококачественных ХОФК; ускорении скорости фильтрации НКФС и ХКФС; предотвращении пенообразования при солянокислотном обогащении и изучении некоторых физико-химических свойств полученных ХОФК; переработки ХОФК в ЭФК; исследовании процессов получения удобрительного преципитата и NP-удобрений на основе переработки ХОФК аммонийными солями.

Практическая значимость работы заключается в разработке высокоэффективной и ресурсосберегающей технологии обогащения фосфоритов ЦК, переработки химически обогащенного фосфоконцентрата в фосфорсодержащие удобрения, для обеспечения потребности сельского хозяйства в минеральных удобрениях. Низкое значение кальциевого модуля в ХОФК позволяет существенно снизить расход серной кислоты при его переработке в ЭФК. В качестве побочного продукта азотнокислотного обогащения получается раствор нитрата кальция - физиологически щелочного удобрения, крайне необходимого хлопчатнику и другим культурам, особенно на засоленных почвах. Химически обогащенный фосфоконцентрат может применяться для получения различных видов экспортоориентированных гранулированных удобрений. Наличие повышенного содержания усвояемой формы фосфора в ХОФК также позволяет их перерабатывать в концентрированные сложно-смешанные удобрения с использованием аммонийных солей.

Внедрение результатов исследования. На основе полученных научных результатов по разработке технологии химического обогащения фосфоритов ЦК азотной и соляной кислотами, переработки полученного фосфоконцентрата на ЭФК, преципитат и комплексные удобрения:

получен патент Агентства интеллектуальной собственности Республики Узбекистан на способ обогащения фосфоритов ЦК азотной кислотой (№ IAP 02846). В результате достигается понижение кальциевого модуля от 2,48 до 1,71-1,78 в низкосортных фосфоритов ЦК и появляется возможность сокращения на 35% остродефицитной серной кислоты, используемой при его переработке;

технология обогащения низкосортных фосфоритов ЦК азотной кислотой прошла апробацию на АО «Самаркандкимё» и получен новый вид высококачественного фосфатного сырья (Справка АО «Узкимёсаноат» от 7 июля 2017 года 01-2805/П). Внедрение данных результатов в практику позволит снизить себестоимость фосфоконцентрата по сравнению с себестоимостью мытого обожженного фосфоконцентрата в 1,2 раза.

Апробация результатов исследования. Материалы диссертационной работы представлялись на Международных и Республиканских научно-практических конференциях, симпозиумах: «Europejska nauka XXI wieku - 2013» (Przemysł, Poland, 2013); V-Международная конференция студентов,

аспирантов и молодых ученых по химии и химической технологии (Киев, 2014); «Перспективы науки и производства химической технологии в Узбекистане» (Навои, 2014); «Горно-металлургический комплекс: Проблемы и их решения» (Олмалик, 2015); «The Development of Science in the 21st Century: Natural and Technical Sciences» (NewYork, 2015); Горно-металлургический комплекс: достижения, проблемы и современные тенденции развития (Навои, 2015, 2016, 2017); «Перспективы развития научных исследований в 21 веке» (Махачкала, 2016); «Естественные и технические науки в современном мире» (Москва, 2016); «Ресурсосберегающие технологии переработки фосфоритов Центральных Кызылкумов в фосфорсодержащие удобрения и фосфорные соли» (Алмалык, 2016); «Актуальные проблемы аналитической химии» (Термиз, 2017); на научном семинаре научного совета DSc.27.06.2017.К/Т.35.01 по присуждению учёной степени при Институте общей и неорганической химии и Ташкентском химико-технологическом институте от 5 июня 2017 года по специальности 02.00.13 -Технология неорганических веществ и материалов на их основе.

Опубликованность результатов. По теме диссертации опубликовано 32 научные работы. Из них 14 научных статей, в том числе 12 в республиканских и 2 в зарубежных журналах, рекомендованных Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан для публикации основных научных результатов докторских диссертаций, а также получен 1 патент РУз.

Структура и объем диссертации. Структура диссертации состоит из введения, четырех глав, заключения, списка использованной литературы, приложений. Объем диссертации составляет 191 страниц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обоснована актуальность работы, сформулированы цель и задачи исследований. Показано соответствие исследований приоритетным направлениям развития науки и технологий Республики Узбекистан, излагаются научная новизна и практические результаты исследования, раскрывается научная и практическая значимость полученных результатов, внедрение в практику результатов исследования, приводятся сведения по опубликованным работам и структуре диссертации.

В первой главе диссертации по теме «**Кызылкумские фосфориты: пути их обогащения и переработки в фосфорсодержащие удобрения**» дана характеристика фосфоритов Центральных Кызылкумов (ЦК) и их отличительные особенности от других видов фосфатного сырья, описаны флотационные, термические и химические методы обогащения фосфоритов, также переработка Кызылкумских фосфоритов и их обогащенных фосфоконцентратов в фосфорсодержащие удобрения. На основе детального и глубокого критического анализа результатов комплексных исследований по

обогащению фосфатного сырья сформулированы цель и задачи настоящей работы.

Во второй главе диссертации **«Исследование процесса химического обогащения фосфоритов Центральных Кызылкумов азотной кислотой»** приведены основные результаты изучения химического обогащения высококарбонизированных фосфоритов ЦК. Для проведения экспериментов в лабораторных условиях было использовано фосфатное сырье следующего состава (масс.,%): 18,80 P_2O_5 ; 46,71 CaO; CaO: P_2O_5 =2,48; 15,19 CO_2 ; 1,60 SO_3 ; 1,05 Fe_2O_3 ; 1,24 Al_2O_3 ; 1,75 MgO; 2,0 F; 0,1 Cl и 1,94 нерастворимого остатка. Норма азотной кислоты взята от стехиометрии на разложение $CaCO_3$ от 68 до 136,5% в фосфатном сырье, а концентрация HNO_3 – от 40 до 60%. Из-за осуществления процесса разложения фосфатного сырья при пониженной норме HNO_3 практически не наблюдалось обильного пенообразования. Выщелачивание $Ca(NO_3)_2$ из продуктов разложения проводили сначала раствором нитрата кальция, а затем водой. На основании опытов найдена оптимальная концентрация нитрата кальция в промывном растворе – 10 %. Опыты проводили следующим образом: к продуктам разложения добавляли 10 %-ный раствор нитрата кальция. Массовое соотношение фосфатного сырья (ФС) к 10 %-ному раствору $Ca(NO_3)_2$ было равным 1:2,5. После перемешивания смеси компонентов полученную пульпу разделяли декантированием. Сгущенная часть промывалась водой, взятой в весовом соотношении $ФС:H_2O=1:2$. Пульпы разделялись также посредством декантации. Время отстаивания пульпы - 3 мин. Результаты экспериментов приведены на рис.1а. Из данных видно, что оптимальная норма HNO_3 находится в пределах 90,88-108,0% при концентрации 52,5%. Выход P_2O_5 в фосфоконцентрате при этом составляет 50,63-52,25%, а в его составе $P_2O_{5\text{общ}}$ 26,79-26,90%, CO_2 4,13-6,15%, кальциевый модуль равен 1,74-1,76. Степень декарбонизации в изученном интервале норм и концентраций кислоты колеблется в пределах от 85,17 до 90,26% и от 79,21 до 88,00% соответственно (рис.1б).

Результаты проведенных исследований свидетельствуют о принципиальной возможности химического обогащения фосфоритов Центральных Кызылкумов с помощью азотной кислоты. На способ обогащения высококарбонизированных фосфоритов получен патент РУз (№ 02846 IAP).

Одним из важных узлов технологического процесса химического обогащения высококарбонатных фосфоритов Центральных Кызылкумов является разделение жидкой и твердой фазы.

Известно, что существуют различные виды разделения суспензий на жидкую и твердую фазы, из которых наиболее экономичным является метод декантации. Поэтому в дальнейших исследованиях для определения влияния времени отстоя на качество фосфоконцентрата разделение пульпы на жидкую и твердую фазы проводили методом декантации.

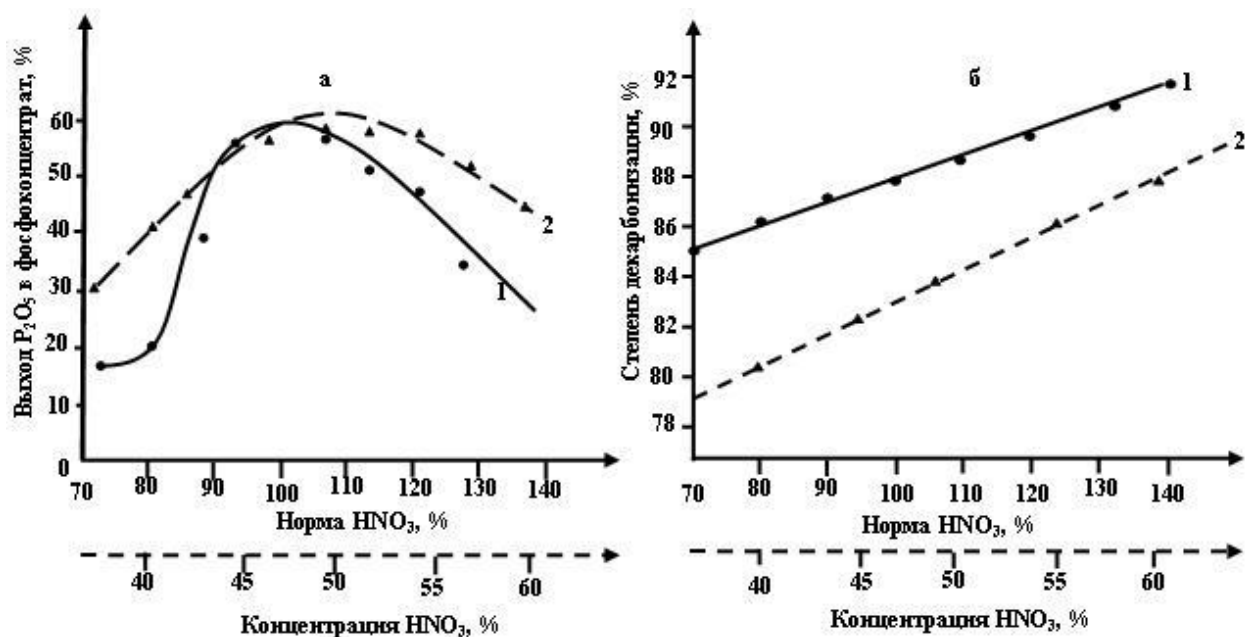


Рис.1. Выход фосфоконцентрата (а) и степень декарбонизации (б) в зависимости от нормы (1) и концентрации (2) азотной кислоты.

Условия опытов были следующие: норма азотной кислоты 90,88 и 102,30%, весовое соотношение ФС:10%-ный р-р $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2=1:2,5$. Время отстоя составляло от 3 до 10 мин. Результаты опытов сведены в таблице 1. Из полученных данных видно, что с увеличением нормы азотной кислоты и времени отстаивания суспензии соответственно в пределах 90,88-102,30% наблюдаются некоторые изменения основных показателей фосфоконцентрата. При норме азотной кислоты 90,88% и времени отстаивания 3-4 мин. выход ХОФК составляет 36,80-37,44%, выход P_2O_5 в концентрат 52,22-53,17%, содержание общего P_2O_5 в концентрате 26,68-26,70%, кальциевый модуль 1,76-1,77. С дальнейшим увеличением времени отстаивания до 5-6 минут происходит незначительное увеличение выхода ХОФК от 38,40 до 38,56%, выхода P_2O_5 в концентрат от 54,62 до 54,91%, содержания общего P_2O_5 в концентрате от 26,74 до 26,77%, а значение кальциевого модуля – от 1,78 до 1,79. Увеличение времени отстаивания до 10 мин. не приводит к существенному изменению основных показателей фосфоконцентрата. Аналогичная картина наблюдается и при норме азотной кислоты 102,30%.

Таблица 1

**Влияние времени отстоя на качество фосфоконцентрата
при двухстадийной промывке**

Но- мер опы- тов	Нор- ма HNO ₃ , %	Время отстоя, мин	Содержание основных компонентов, %					CaO: P ₂ O ₅	Выход фосфо- концен- трата, %	Выход P ₂ O ₅ в фосфо- концен- трата, %
			P ₂ O ₅ обш.	P ₂ O ₅ усв.	CaO обш.	CO ₂	N			
1	90,88	3	26,68	1,94	46,96	6,22	0,67	1,76	36,80	52,22
2		4	26,70	1,92	47,26	6,20	0,64	1,77	37,44	53,17
3		5	26,74	1,88	47,60	6,04	0,62	1,78	38,40	54,62
4		6	26,77	1,87	47,92	5,93	0,60	1,79	38,56	54,91
5		10	26,00	1,79	46,80	5,85	0,56	1,80	39,04	53,99
6	102,30	3	26,71	2,37	47,01	4,96	0,75	1,76	36,72	52,17
7		4	26,74	2,32	47,06	4,81	0,72	1,76	37,36	53,14
8		5	26,78	2,30	48,20	4,40	0,70	1,80	38,32	54,59
9		6	26,80	2,28	48,51	4,32	0,69	1,81	38,48	54,85
10		10	26,01	2,17	47,08	4,22	0,66	1,81	39,00	53,96

Результаты экспериментальных данных позволяют прийти к заключению, что при декантации твердой фазы наблюдается свободный режим осаждения, оптимальное время отстоя суспензии составляет 5-6 минут, при котором достигаются оптимальные параметры азотнокислотного обогащения фосфатного сырья с промывкой раствором Ca(NO₃)₂ и водой. При этом выход P₂O₅ в фосфоконцентрат в среднем составляет около 55%. Норма HNO₃ практически не оказывает влияния на качество ХОФК.

Далее изучили влияние весового соотношения исходного фосфатного сырья к раствору Ca(NO₃)₂ на качественные показатели ХОФК. В опытах весовое соотношение фосфатного сырья к 10%-ным растворам Ca(NO₃)₂ составляло 1:(1,5-3,5), а норма HNO₃ – 90,88, 102,30 и 108,0% (рис.2). Из данных видно, что незначительное влияние на выход P₂O₅ при прочих равных условиях оказывает норма HNO₃ и количество раствора Ca(NO₃)₂. Так, повышение нормы HNO₃ от 90,88 % до 102,30% при концентрации Ca(NO₃)₂ в растворе 10% и соотношения ФС:р-р Ca(NO₃)₂=1:2,5 приводит к увеличению выхода P₂O₅ всего лишь от 52,16 до 52,62%, при 1 : 3,5 – от 53,41 до 54,06%. Для установления влияния концентрации раствора Ca(NO₃)₂ на степень выхода P₂O₅ в ХОФК нами были проведены серии лабораторных экспериментов. Для этого приготовили 5; 10; 15 и 25 %-ные растворы из реактивного Ca(NO₃)₂ марки х.ч. Нормы азотной кислоты были взяты равными 90,88, 102,30 и 113,63% от стехиометрии на CO₂ в исходном сырье. Результаты лабораторных экспериментов приведены на рис.3. Выявлено, что с повышением нормы HNO₃ и концентрации Ca(NO₃)₂ соответственно уменьшается выход P₂O₅ в фосфоконцентрат.

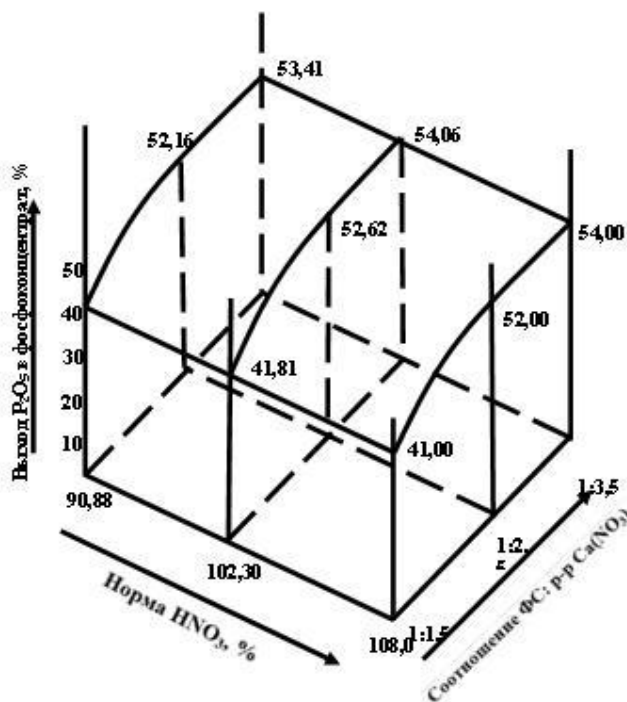


Рис. 2. Зависимость изменения выхода P_2O_5 в фосфоцентрат от нормы HNO_3 и соотношения ФС : раствор $Ca(NO_3)_2$.

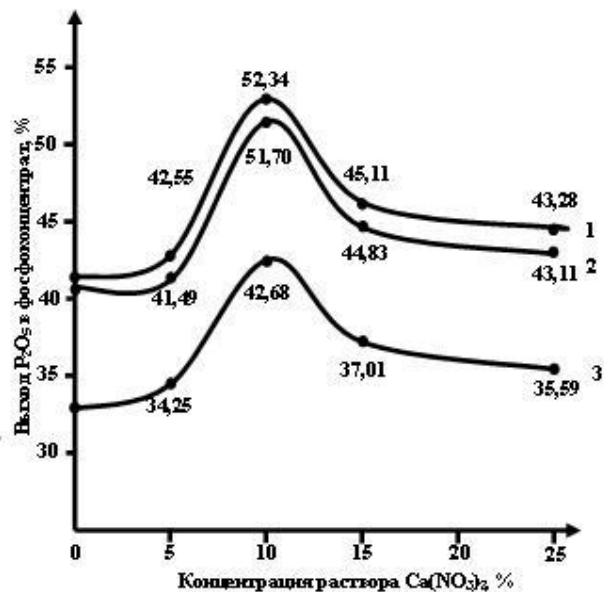


Рис. 3. Зависимость изменения выхода P_2O_5 в фосфоцентрат от концентрации раствора $Ca(NO_3)_2$. Норма HNO_3 , %: 1 - 90,88; 2 - 102,30; 3 - 113,63.

При химическом обогащении высококарбонатных фосфоритов ЦК азотной кислотой наряду с фосфоцентратом после его двухстадийной промывки раствором нитрата кальция и водой получается нитрокальцийфосфатная суспензия (НКФС), содержащая 9,69 % CaO , 2,94 % P_2O_5 , 2,8 % N и 70,35 % H_2O . Для переработки НКФС на NP Ca-комплексного удобрения, вначале к ней добавили необходимое количество 52,5%-ной азотной кислоты, затем полученной смесью разлагали фосфатное сырьё, содержащее 46,70% CaO , 18,80% P_2O_5 и 15,19% CO_2 при температуре 50°C. В приведенных экспериментах pH раствора варьировали в пределах 0,5-3,0, а соотношение НКФС к ФС – от 1:0,5 до 1:1,0. После разложения полученные пульпы сушили и гранулировали. Найдены оптимальные параметры получения NP Ca-комплексных удобрений: pH НКФС=1,0, а весовое соотношение НКФС:ФС=1:0,75. При этом получается NP Ca-комплексное удобрение состава (масс.%,): 15,17 $P_2O_{5\text{общ.}}$; 8,20 $P_2O_{5\text{усв.}}$ по лим. кислоте; 6,83 $P_2O_{5\text{усв.}}$ по трилону Б; 9,38 $CaO_{\text{водн.}}$ и 4,70 N .

Основными недостатками вышеуказанного способа химического обогащения высококарбонизированных фосфоритов ЦК являются: низкий выход (35-36%) целевого продукта – фосфоцентрата, низкая степень (56-60%) выхода P_2O_5 в фосфоритный концентрат и трудность утилизации НКФС, являющегося побочным продуктом процесса обогащения.

Для разработки высокоэффективной технологии обогащения высококарбонизированных фосфоритов ЦК, где будут исключены вышеуказанные недостатки, нами были проведены систематические

исследования по этой проблеме. Этому вопросу посвящена третья глава диссертации: **«Разработка усовершенствованной технологии химического обогащения фосфоритов Центральных Кызылкумов азотной кислотой».**

Для обогащения был использован высококарбонизированный фосфорит состава (масс.%,): 17,52 P₂O₅; 47,53 CaO; CaO:P₂O₅=2,71; 15,23 CO₂; 2,00 SO₃; 1,24 Fe₂O₃; 1,05 Al₂O₃; 1,99 F; 0,1 Cl; 7,8 нерастворимого остатка и 58,78%-ной азотной кислоты. Нормы азотной кислоты брали на разложение CaCO₃ 107, 119 и 143% от стехиометрии, что соответствует на CaO 45, 50 и 60%. С целью предотвращения потерь P₂O₅ в жидкой фазе, прежде чем разделить на жидкую и твердую фазы методом фильтрации под вакуумом, НКФС нейтрализуется газообразным аммиаком до значения pH=3. В процессе нейтрализации происходит взаимодействие между монофосфатом и нитратом кальция с NH₃, в результате чего образуется дикальцийфосфат и нитрат аммония по реакции:



При этом CaHPO₄ выпадает в осадок и образуется нитрат аммония. При разделении фаз вакуумной фильтрацией практически весь фосфор остается в составе фосфоконцентрата. Это дает возможность использовать для обогащения более высокую норму HNO₃ и тем самым значительно снизить значение кальциевого модуля в фосфатном сырье. Чем ниже значение CaO : P₂O₅ в обогащенном фосфорите, тем меньше требуется кислотного реагента при сернокислотной его экстракции, и тем меньшее количество фосфогипса выбрасывается в отвал. Зависимость изменения содержания P₂O₅ в фосфоконцентрате и значения кальциевого модуля от нормы HNO₃ при изученных соотношениях ФС:10 %-ный р-р Ca(NO₃)₂ изображена на рис.4. Из данных видно, что с повышением нормы HNO₃ от 45 до 60% и при соотношении ФС:10 %-ный р-р Ca(NO₃)₂=1:2,5 содержание P₂O₅общ. в полученных фосфоконцентратах увеличивается от 24,67 до 26,67% (1-линия), а кальциевый модуль уменьшается от 1,66 до 1,48 (3-линия). При соотношении ФС:10 %-ный раствор Ca(NO₃)₂=1:3,0 содержание P₂O₅общ. в полученных фосфоконцентратах увеличивается от 25,36 до 26,96% (2-линия), а кальциевый модуль уменьшается от 1,60 до 1,45 (4-линия). На основании результатов исследований определены оптимальные условия ведения процесса обогащения: норма HNO₃ - 50%; концентрация раствора Ca(NO₃)₂-10% и соотношение ФС:р-р Ca(NO₃)₂=1:2,5. При этом получается фосфоритный концентрат следующего состава, (масс.%) : P₂O₅общ. 26,25; P₂O₅усл. по лим. кис-те 11,88; P₂O₅усл. по тр. Б 7,99; CaO_{общ.} 39,81; CaO_{усл.} 18,50; CaO_{водн.} 1,86; CO₂ 2,32; N 0,92; кальциевый модуль 1,52; степень отмывки 94,41%. Для получения качественных фосфоконцентратов и более концентрированных растворов нитрата кальция исследовано влияние концентрации репульпирующих растворов Ca(NO₃)₂. Результаты опытов показали, что с увеличением концентрации Ca(NO₃)₂ в репульпирующих растворах увеличивается его концентрация в отходящей смеси жидких фаз.

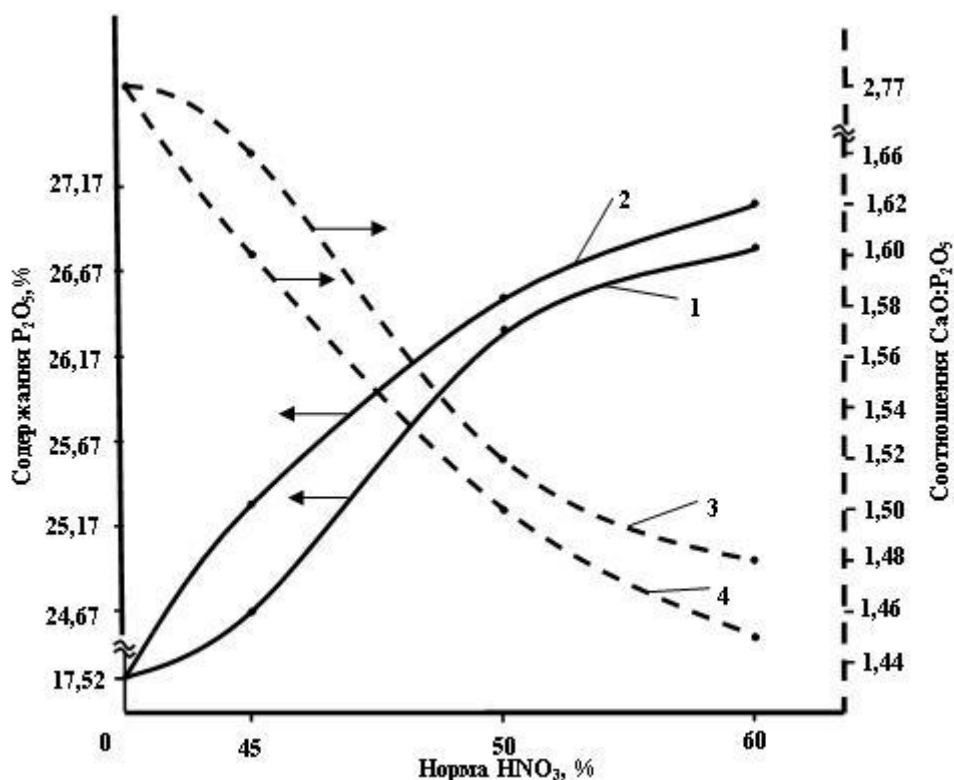


Рис. 4. Зависимость изменения содержания P_2O_5 в фосфоконцентрате и кальциевого модуля от нормы HNO_3 . ФС : р-р $Ca(NO_3)_2$: 1 : 2,5 (1, 3); 1 : 3,0 (2, 4).

При найденных оптимальных условиях ведения процесса образуется более концентрированный промывной раствор, содержащий 6,42% $CaO_{\text{водн.}}$.

Единственным недостатком ХОФК, полученного в результате химического обогащения, является повышенное содержание $CaO_{\text{водн.}}$ в виде нитрата кальция, который увеличивает слеживаемость фосфоконцентрата. В связи с этим далее мы изучили влияние количества и температуры промывной воды на качество фосфоконцентратов.

На рис. 5 представлена зависимость изменения содержания $CaO_{\text{водн.}}$ в ХОФК от соотношений ФС: H_2O и ФС:р-р $Ca(NO_3)_2$. Из рисунка видно, что с увеличением количества воды, взятой для промывки влажных фосфоритных концентратов, содержание $CaO_{\text{водн.}}$ в продуктах заметно уменьшается. Чем больше количество воды, тем меньше $CaO_{\text{водн.}}$ содержится в ХОФК. Значит, с увеличением количества воды содержание $Ca(NO_3)_2$ в ХОФК снижается, т.е. степень отмывки увеличивается, а кальциевый модуль уменьшается. Необходимо отметить, что при вышеуказанных соотношениях ФС: H_2O не удастся полностью отделить $Ca(NO_3)_2$ из влажного фосфоконцентрата. С увеличением количества промывной воды снижается концентрация раствора нитрата кальция. При промывке влажного ХОФК, кроме количества воды, важную роль играет и её температура. Как известно, растворимость $Ca(NO_3)_2$ в воде значительно зависит от температуры. Например, при $20^\circ C$ растворимость нитрата кальция равна 128,8 г в 100 г воды, при $30^\circ C$ 149,4 г, при $40^\circ C$ - 189 г, при $60^\circ C$ - 359 г, а при $100^\circ C$ - 363 г. С учетом этого обстоятельства мы изучили влияние температуры промывной воды на качество ХОФК. На рис.6 приведено влияние температуры

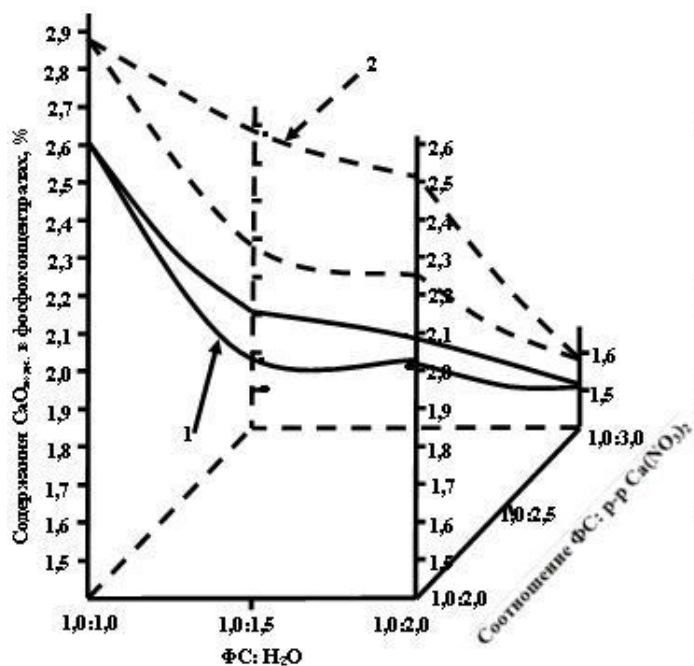


Рис. 5. Зависимость изменения содержания $\text{CaO}_{\text{водн.}}$ в фосфоконцентра-тах от соотношений $\text{FC} : \text{H}_2\text{O}$ и $\text{FC} : \text{p-p Ca}(\text{NO}_3)_2$. Норма HNO_3 , %: 1 - 45; 2 - 50.

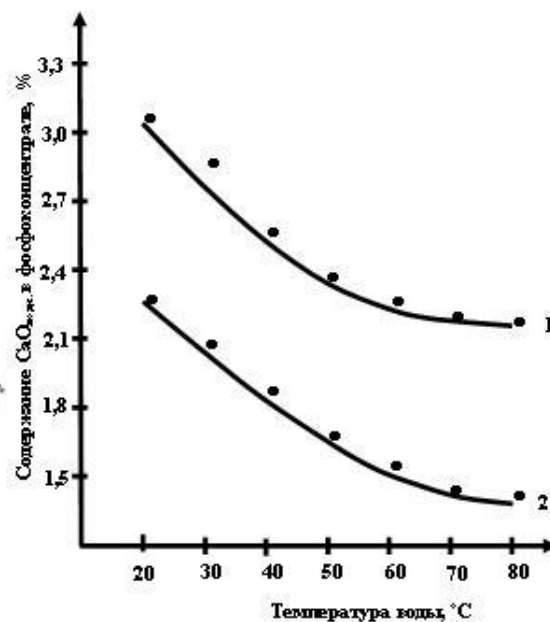


Рис. 6. Зависимость изменения содержания $\text{CaO}_{\text{водн.}}$ в фосфоконцентра-тах от температуры. $\text{FC} : 10\%$ -ный $\text{p-p Ca}(\text{NO}_3)_2$: 1 : 2,0 (1) и 1 : 2,5 (2).

промывной воды на содержание $\text{CaO}_{\text{водн.}}$ в ХОФК при соотношениях $\text{FC} : 10\%$ -ный $\text{p-p Ca}(\text{NO}_3)_2$ 1:2,0 и 1:2,5. Из данных рис.6 видно, что с повышением температуры промывной воды содержание $\text{CaO}_{\text{водн.}}$ в ХОФК уменьшается. Минимальное содержание $\text{CaO}_{\text{водн.}}$ получается при 60 и 70 $^{\circ}\text{C}$, и это обстоятельство ещё раз подтверждает, что промывку влажного ХОФК необходимо осуществлять промывной водой при указанных температурах. При этом получают ХОФК следующего состава (масс.%): $\text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}}$ 27,04-27,10; $\text{P}_2\text{O}_{5\text{усв.}}$ по лим. к-те 12,26-12,28; $\text{P}_2\text{O}_{5\text{усв.}}$ по тр. Б 8,25-8,29; $\text{CaO}_{\text{общ.}}$ 39,10-39,21; $\text{CaO}_{\text{усв.}}$ 18,24-18,27; $\text{CaO}_{\text{водн.}}$ 1,48-1,54; CO_2 2,38-2,39; N 0,74-0,77; $\text{CaO} : \text{P}_2\text{O}_5$ 1,44-1,45. Степень отмывки фосфоконцентратов от $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ варьирует в пределах 95,68-95,88%.

Дальнейшие эксперименты проводили с использованием различных видов фосфоритов ЦК, составы которых сведены в табл. 2.

Таблица 2

Химический состав различных видов фосфоритов

Центральных Кызылкумов

Фосфатное сырье	Содержание основных компонентов, %			Другие	$\text{CaO} : \text{P}_2\text{O}_5$
	P_2O_5	CaO	CO_2		
Мин.масса (ММ)	15,06	44,27	14,11	26,56	2,94
Фосфорит. мука (ФМ)	16,33	47,13	17,23	19,31	2,89

Как известно, что ММ является крупнотоннажным отходом производства мытого обожженного фосфоритного концентрата. В результате

проведенных лабораторных опытов с использованием вышеуказанных фосфоритов найдены следующие оптимальные условия их обогащения: норма HNO_3 50% для ФМ и 60% для ММ; концентрация раствора $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ - 10% и соотношение ФС:р-р $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2=1:2,5$. Состав и другие показатели фосфоритных концентратов сведены в табл.3.

Таблица 3

Химический состав фосфоconцентратов

Вид фосфатного сырья	Содержание основных компонентов, (масс.%)						CaO: P ₂ O ₅	Выход P ₂ O ₅ в фосфоconцентрат, %	Степень отмывки ф/к от Ca(NO ₃) ₂ , %
	P ₂ O ₅ общ.	P ₂ O ₅ усв.	CaO общ.	CaO водн.	CO ₂	N			
ММ	24,54	11,16	38,28	2,14	2,23	1,07	1,56	100	93,47
ФМ	25,02	11,34	39,38	1,97	2,38	0,99	1,59	100	94,25

Из данных таблицы видно, что значение кальциевого модуля (CaO:P₂O₅) в ХОФК снижается по сравнению с их значениями в исходных фосфоритах в 1,88 и 1,82 раза соответственно для ММ и ФМ. Относительное содержание P₂O₅ по 2 %-ной лимонной кислоте составляет 45,47 и 45,32% соответственно для ММ и ФМ. Это свидетельствует о том, что их можно использовать не только как ХОФК для сернокислотной экстракции, но и как полупродукт при получении других видов активированных фосфорсодержащих удобрений.

Известно, что в процессе получения ХОФК на основе переработки высококарбонатных фосфоритов ЦК азотной кислотой основной лимитирующей стадией является скорость фильтрации НКФС. В связи с этим в дальнейшем нами была изучена фильтруемость НКФС (табл.4). Из данных таблицы видно, что размерность частиц ХОФК при норме HNO_3 45-50% составляет 19,84 мкм, а при норме HNO_3 60% - 15,68 мкм. Значит с увеличением нормы HNO_3 размер частиц ХОФК заметно снижается. Из-за маленькой размерности ХОФК скорость фильтрации фосфоритной суспензии при оптимальных нормах HNO_3 (45-60%) составляет 212,6-232,0 кг/ч·м², что в 3-4 раза меньше, чем скорость фильтрации фосфорнокислого гипсового пульпы.

Таблица 4

Скорость фильтрации и степень отмывки фосфоconцентратов от нитрата кальция в зависимости от их дисперсного состава

Норма HNO_3 , %	Размерность частиц r_{cp} , мкм	Скорость фильтрации, кг/ч·м ²	Степень отмывки ф/к от Ca(NO ₃) ₂ , %
35-40	13,03	183,6	93,35
45-50	19,84	232,0	94,60
60	15,68	212,6	94,11

В связи с этим, в дальнейших исследованиях мы попытались увеличить скорость фильтрации НКФС с использованием различных коагулянтов. Известно, что коагулянты способствуют укрупнению частиц и в результате этого скорость фильтрации повышается. В исследованиях были выбраны различные коагулянты: Гипан-УМ, $Al_2(SO_4)_3$, РС-2-3, К-9 и ПАА. Концентрацию коагулянтов варьировали от 0,1 до 0,5%. Зависимость скорости фильтрации НКФС от концентрации коагулянтов показана на рис.7.

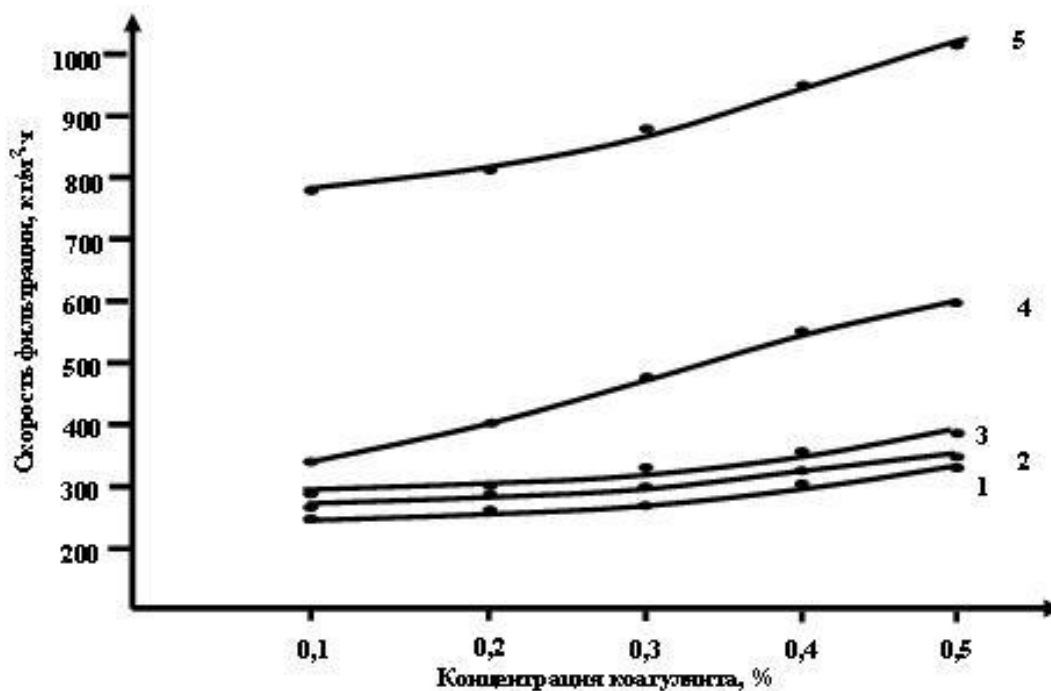


Рис.7. Зависимость изменения скорости фильтрации НКФС от концентрации коагулянтов. Коагулянты: Гипан-УМ (1); $Al_2(SO_4)_3$ (2); РС-2-3 (3); К-9 (4); ПАА (5).

Из приведенных данных на рис. 7 видно, что среди выбранных коагулянтов К-9 и ПАА наиболее эффективно воздействует на скорость фильтрации НКФС. Если скорость фильтрации при использовании К-9 в зависимости от его концентрации водного раствора от 0,1 до 0,5% составляет от 350 до 525 $кг/ч·м^2$, то в случае применения ПАА при тех же концентрациях скорость достигает от 786 до 1029 $кг/ч·м^2$. В ХОФК, полученных в случае применения коагулянта ПАА, содержание $CaO_{водн.}$ в зависимости от его концентрации увеличивается от 0,65 до 1,35%. Содержание $P_2O_{5общ.}$ и $CaO_{общ.}$ меняется незначительно. В случае использования ПАА с концентрацией 0,3 и 0,5%, содержание водной формы оксида кальция увеличивается. Исходя из этого, оптимальной концентрацией коагулянта ПАА можно считать 0,1 и 0,2%.

Из вышеприведенных исследований видно, что ХОФК, полученный при оптимальных условиях, содержит в своем составе более 4,4-4,5% $Ca(NO_3)_2$. Поэтому он слёживается при хранении, что создаёт ряд трудностей при транспортировке и его переработке на удобрения.

С целью доведения содержания $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ в ХОФК до минимального его значения в дальнейших исследованиях промывку влажного ХОФК от нитрата кальция осуществляли по трехкратной схеме, широко используемой при промывке фосфогипса в производстве ЭФК. То есть для промывки влажного фосфоритного осадка использовали второй и третий фильтраты предыдущего цикла, а в последнем (3-я промывка) - воду. Это позволяет, во-первых, достичь более полного удаления $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ из ХОФК, во-вторых, уменьшить расход воды для промывки ХОФК и, в-третьих, получить более концентрированный раствор $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, которые можно легко перерабатывать на целевые продукты с более низкими энергетическими затратами. Полученные данные сведены в табл.5.

Таблица 5

Состав химически обогащенных фосфоконцентратов, полученных с использованием трехкратной промывки

Соотношение ФС:р-р $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$	Химический состав высушенных фосфоконцентратов, %								CaO: P ₂ O ₅	Степень отмывки ф/к от $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, %
	P ₂ O ₅ общ	P ₂ O ₅ усл по лим. к-те	P ₂ O ₅ усл по тр. Б	CaOобщ	CaOусл	CaO вод	Nобщ	CO ₂		
По ранее предлагаемой технологической схеме (2-кратная промывка)										
1,0:2,0	25,63	11,55	7,54	40,53	18,32	2,52	1,25	2,45	1,58	92,00
1,0:2,5	26,25	11,88	7,99	39,81	18,50	1,86	0,92	2,32	1,52	94,41
1,0:3,0	26,50	12,06	8,17	39,62	18,60	1,71	0,85	2,27	1,50	94,97
По новой предлагаемой технологической схеме (трехкратная промывка)										
1,0:1,60	25,90	11,92	8,16	41,13	19,12	1,08	0,55	2,34	1,59	96,52
1,0:2,29	26,02	12,19	8,32	40,01	19,20	0,42	0,20	2,32	1,54	98,66
1,0:2,97	26,11	12,32	8,48	39,94	19,37	0,34	0,17	2,29	1,53	98,92

Из данных видно, что если влажный ХОФК промывается по трехкратной схеме при соотношении ФС : р-р $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ соответственно равными 1,0:1,60; 1:2,29; 1:2,97 и при норме HNO_3 50%, то получают фосфоконцентраты со следующими составами (мас.%): P₂O₅общ. 25,90-26,11; P₂O₅усл. по лим. кис-те 11,92-12,32; P₂O₅усл. по тр. Б 8,16-8,48; CaOобщ. 39,94-41,13; CaOусл. 19,12-19,37; CaOводн. 0,34-1,08; CO₂ 2,29-2,34; N 0,17-0,55; CaO : P₂O₅ 1,53-1,59. Здесь наблюдается возрастание степени отмывки ХОФК от $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ от 96,52 до 98,92%. Содержание $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ в полученных ХОФК составляет 1,00-3,16%, а растворы нитрата кальция имеют концентрацию 19,91-35,01% $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$.

На основе результатов лабораторных экспериментов и опытов на укрупненной лабораторной модельной установке и опытной установке АО «Самаркандкимё» установлены основные показатели технологического режима обогащения фосфоритов ЦК азотной кислотой. Составлен материальный баланс и предложена технологическая схема производства ХОФК (рис.8). При этом получается более концентрированный раствор $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, который можно перерабатывать в нитрат аммония и мел путем его конверсии с помощью аммиака и диоксида углерода. Полная себестоимость одной тонны ХОФК составляет 213104 сум, что на 28016 сум дешевле по сравнению с МОФК.

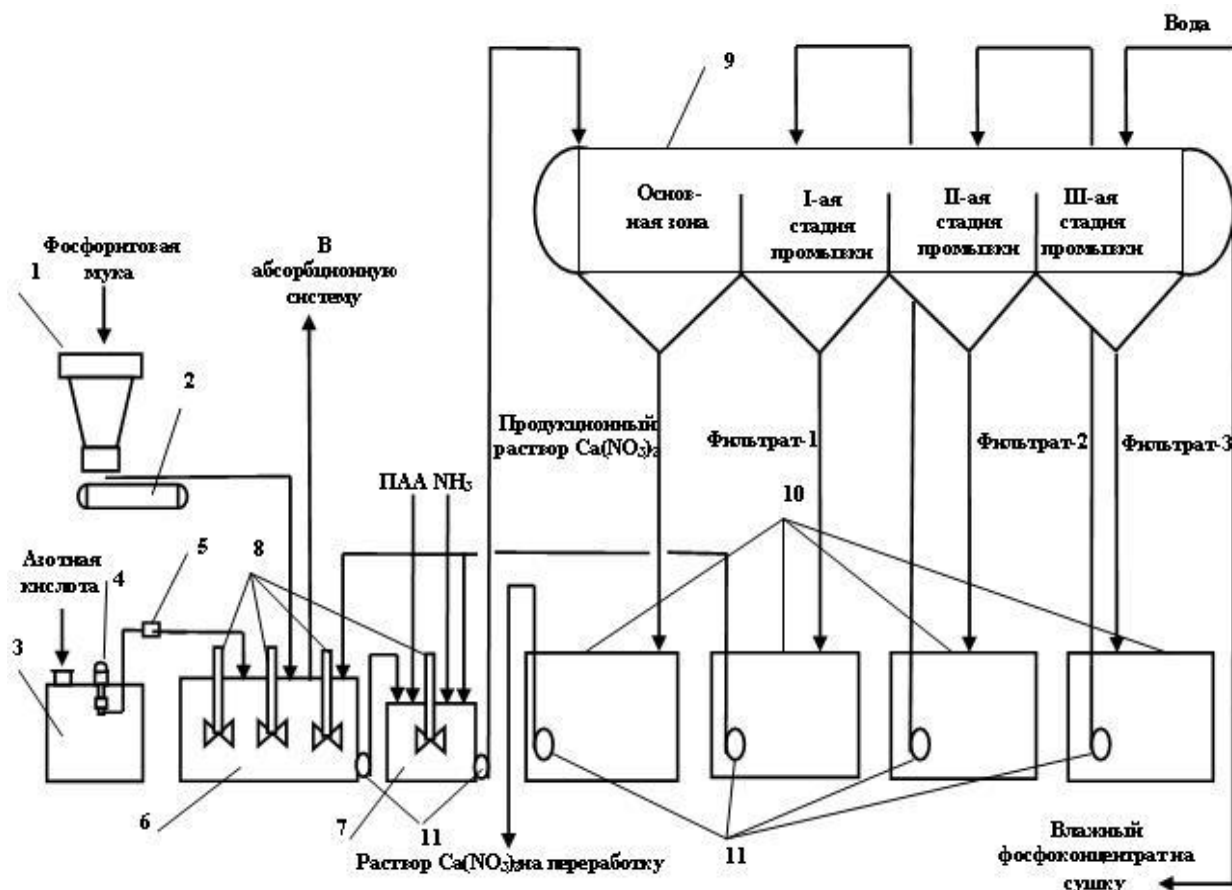


Рис. 8. Принципиальная технологическая схема химического обогащения фосфоритовой муки Центральных Кызылкумов азотной кислотой: 1 - бункер для фосфоритовой муки; 2 - ленточный весовой дозатор; 3 - напорный бак для HNO_3 ; 4 - погружной насос; 5 - расходомер для HNO_3 ; 6 - реактор для декарбонизации фосфорита; 7 - репульсатор-смеситель; 8 - мешалки; 9 - карусельный лотковый вакуум-фильтр; 10 - сборники для фильтратов; 11 - центробежные насосы.

Четвертая глава диссертации «Химическое обогащение низкосортных фосфоритов Центральных Кызылкумов соляной кислотой» посвящена изучению процессов пенообразования и химического обогащения различных видов ФС, физико-химическим свойствам ХОФК и получению фосфорсодержащих удобрений на их основе.

Известно, что при переработке высококарбонатных фосфоритов ЦК минеральными кислотами, особенно соляной кислотой, реакция протекает с высокой скоростью и сопровождается обильным пенообразованием. В связи с этим нами было изучено влияние различных технологических параметров на процесс пенообразования при солянокислотной переработке высококарбонатных фосфоритов ЦК. Для проведения лабораторных экспериментов использовали ММ состава: 14,60% P_2O_5 , 43,99% CaO , 14,11% CO_2 . Определены кратность пены и степень декарбонизации фосфорита в процессе солянокислотного разложения. Норму соляной кислоты от стехиометрии на CaCO_3 варьировали от 95,36 до 143,04% (в перерасчете на CaO от 40 до 60%). Концентрацию соляной кислоты брали 10, 16 и 32%. Скорость подачи HCl варьировали в интервале 0,728-2,184 г/мин. Скорость вращения варьировалась в интервале 500-1500 об/мин. Полученные данные

показывают, что при таком варианте обогащения пенообразование существенно снижается. Максимальная высота и кратность пены наблюдалась при продолжительности процесса 5-21 минут, так как на этом отрезке времени интенсивно разлагается фосфорит с выделением газообразных веществ (CO_2 , HF и SiF_4). При дальнейшем увеличении продолжительности времени наблюдается снижение высоты пены вследствие уменьшения выделения газообразных веществ. Как показывают результаты проведенных экспериментов, во всех исследованных диапазонах нормы HCl и скорости ее подачи, пена очень чувствительна к скорости вращения мешалки (рис.9). Из данных номограммы видно, что с увеличением скорости вращения мешалки высота пены уменьшается. Например, при скорости вращения мешалки 500 об/мин и скорости подачи HCl - 0,728 г/мин высота и кратность пены достигает 39,0 мм и 2,05; 46,0 мм и 2,42; 54,0 мм и 2,08 соответственно при нормах HCl - 40; 50 и 60 %. С увеличением скорости подачи кислоты заметно увеличивается высота и кратность пены. Например, при скорости вращения мешалки 500 об/мин с увеличением скорости подачи кислоты от 0,728 до 2,184 г/мин высота и кратность пены достигает от 39,0 до 55,0 мм и от 2,05 до 2,89; от 46,0 до 65,0 мм и от 2,42 до 3,42; от 54,0 до 77,0 мм и от 2,84 до 4,05, соответственно при нормах HCl - 40; 50 и 60 %. Увеличение скорости вращения мешалки способствует заметному уменьшению высоты и кратности пены. При скорости подачи кислоты 0,728 г/мин с увеличением скорости вращения мешалки от 500 об/мин до 1500 об/мин высота и кратность пены уменьшается от 39,0 до 16,0 мм и от 2,05 до 0,84; от 46,0 до 19,0 мм и от 2,42 до 1,00; от 54,0 до 22,0 мм и от 2,84 до 1,16; соответственно при нормах HCl - 40; 50 и 60 %. Из этих данных видно, что скорость вращения мешалки должна быть не менее 1000 об/мин. Далее нами была изучена возможность солянокислотного обогащения различных видов фосфатного сырья. Вначале для солянокислотного обогащения использовалась фосфоритовая мука составом 17,09% P_2O_5 , 45,36% CaO , 14,89% CO_2 ($\text{CaO}:\text{P}_2\text{O}_5 = 2,65$) и 32 %-ная соляная кислота, образующаяся как побочный продукт производства каустической соды АО «Навоиазот».

Солянокислотному обогащению подвергалась также ММ, так называемая забалансовая руда состава: 14,60% P_2O_5 , 43,99% CaO , 14,11% CO_2 ($\text{CaO}:\text{P}_2\text{O}_5=3,01$), которая образуется при сортировке фосфоритной руды перед стадией её промывки от хлора. В настоящее время объём накопившейся забалансовой руды составляет более 10 млн. т. Результаты опытов показывают, что с увеличением нормы кислоты наблюдается возрастание степени перехода P_2O_5 в жидкую фазу (рис.10а) до 21,14% и 20,11% соответственно для ММ и ФМ. Вследствие перехода в жидкую фазу его содержание в получаемых ХОФК снижается.

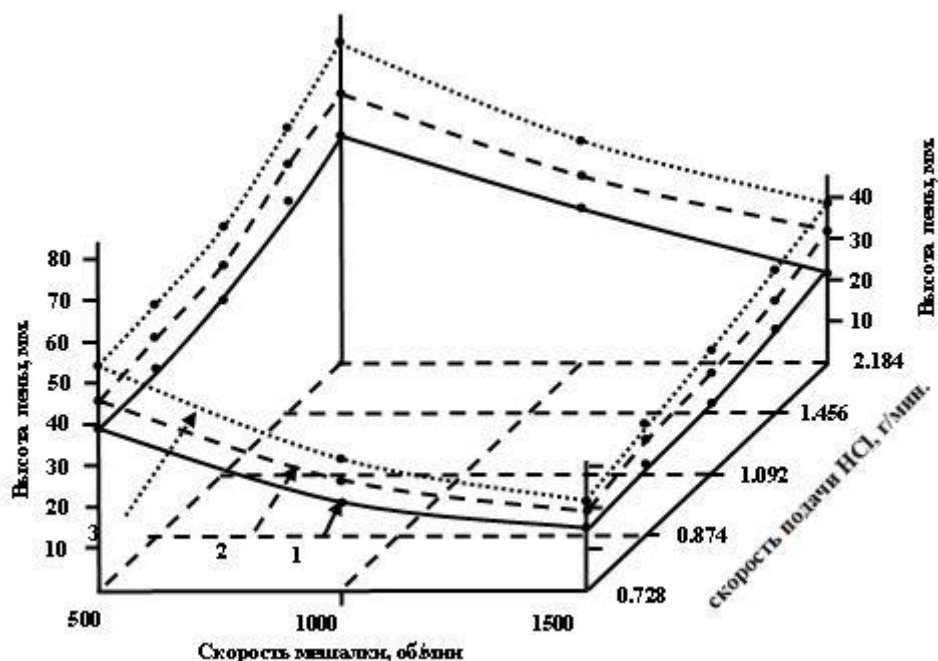


Рис. 9. Зависимость высоты пены от числа оборотов мешалки и скорости подачи HCl. Норма HCl, %: 1 - 40; 2 - 50 и 3 - 60.

На рис.10б показана зависимость изменения степени декарбонизации ММ и ФМ от нормы соляной кислоты. Результаты опытов показывают, что увеличение нормы кислоты от 70 до 120% приводит к увеличению степени декарбонизации ММ и ФМ от 70,00 до 81,42% и от 73,75 до 83,26%, соответственно. С целью увеличения содержания P_2O_5 в фосфоконцентраатах, т.е. для снижения потерь P_2O_5 в жидкую фазу, было изучено влияние нормы соляной кислоты и вида нейтрализующего агента, а также влияние температуры воды на качественные параметры ХОФК.

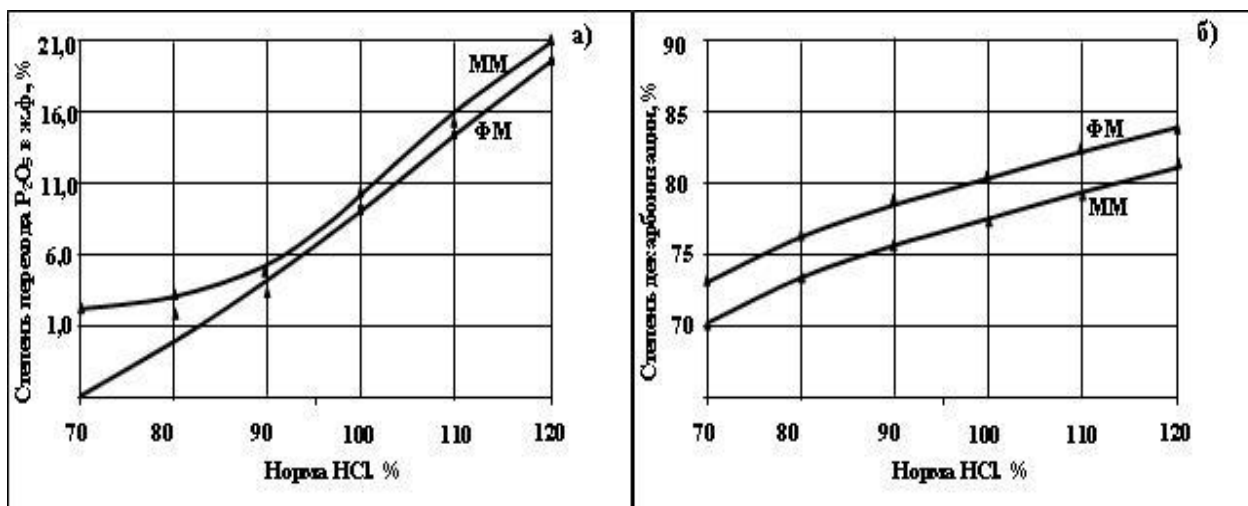


Рис. 10. Зависимость изменения степени перехода P_2O_5 в жидкую фазу (а) и степени декарбонизации (б) от нормы HCl.

Результаты, полученные при обогащении ММ показывают, что в случае нейтрализации солянокислотной пульпы $\text{Ca}(\text{OH})_2$ с увеличением нормы кислоты от 40 до 60%, степень перехода $\text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}}$ в жидкую фазу, т.е. потеря P_2O_5 общ. увеличивается всего лишь на 0,61%, т.е. от 2,04 до 2,65%. Но при этом содержание P_2O_5 в полученных ХОФК увеличивается от 22,09 до 23,24% и, наоборот, содержание $\text{CaO}_{\text{общ.}}$ уменьшается от 39,79 до 38,45%. Содержание $\text{CaO}_{\text{водн.}}$ и Cl в полученных ХОФК колеблется от 1,25 до 1,46% и от 1,56 до 1,85%, соответственно. Кальциевый модуль уменьшается от 1,80 до 1,65. В случае нейтрализации полученных пульп газообразным NH_3 полностью исключается переход P_2O_5 в жидкую фазу, т.е. весь P_2O_5 остается в ХОФК. Содержание P_2O_5 и CaO в полученных ХОФК колеблется от 22,58 до 23,87% и от 37,59 до 38,52% соответственно. Кальциевый модуль уменьшается от 1,71 до 1,57. Содержание $\text{CaO}_{\text{водн.}}$ и Cl в полученных ХОФК соответственно, колеблется от 1,13 до 1,37% и от 1,43 до 1,74%. При этом качество ХОФК незначительно улучшается. Аналогичная картина наблюдается при обогащении ФМ. Однако, в полученных ХОФК содержание $\text{CaO}_{\text{водн.}}$ и Cl остается высоким.

Известно, что растворимость хлорида кальция и аммония в воде значительно зависит от температуры. Например, при 20°C растворимость хлорида кальция и аммония соответственно равна 74,5 г и 37,2 г, а при 100°C они равны 158 г и 78,6 г. Поэтому в дальнейших лабораторных экспериментах для промывки влажных концентратов применяли воду с температурой 80-85°C. Использование воды с температурой 80-85°C для промывки ХОФК по сравнению с обычной водой, имеющей температуру 20-25°C, способствует снижению содержания хлора в 2,19-2,25 раза в зависимости от условий опытов. ХОФК, содержащий 0,66-0,79% хлора, хотя и непригоден для сернокислотной переработки, но может использоваться для производства концентрированного фосфорного удобрения - преципитата и других видов активированных фосфорсодержащих комплексных удобрений.

Составлен материальный баланс и предложена технологическая схема производства ХОФК. Полная заводская себестоимость одной тонны МОФК составляет 241120 сум, а ХОФК 203959 сум, что на 37161 сум дешевле.

Найдены оптимальные технологические параметры процесса получения удобрительного преципитата на основе ХОФК из ММ. Норма HCl 100%; концентрация HCl 25-32 %; норма осадителя $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 100-110%; соотношение сухой осадок: H_2O =1:2,5 и 1:2,0. При этом степень преципитирования находится в пределах 94,79-97,41%. Состав продукта имеет (масс. %): $\text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}}$ 26,02-26,47; $\text{P}_2\text{O}_{5\text{усв.}}$ по лим. к-те 22,24-22,73; $\text{P}_2\text{O}_{5\text{водн.}}$ 1,02-1,28; $\text{CaO}_{\text{общ.}}$ 28,01-29,41; $\text{CaO}_{\text{усв.}}$ по лим. к-те 24,18-25,20; $\text{CaO}_{\text{водн.}}$ 1,20-1,30; Cl 0,96-1,10. На основе смешения ХОФК с аммонийными солями были получены сложно-смешанные NP-удобрения. В получаемых

продуктах содержание питательных компонентов (NРСа) в зависимости от соотношения N: P₂O₅ (от 1,0:0,3 до 1,0:1,0) колеблется от 27,60 до 41,71%. Гранулы всех марок NР-удобрений имеют достаточную прочность (от 3,02 до 4,31 МПа).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Основными научными и практическими результатами, полученными при выполнении диссертационной работы, являются:

1. Проведены систематические исследования по химическому обогащению высококарбонизированных фосфоритов ЦК путем их обработки азотной кислотой при её нормах от 30 до 60% от стехиометрии в пересчете на СаО в фоссырье с последующим отделением нитрата кальция из нитрокальцийфосфатной пульпы циркулирующим раствором Са(NO₃)₂, разделением жидкой и твердой фазы методом декантации и промывкой сгущенной части водой. На основании проведенных опытов установлены следующие оптимальные условия процесса: концентрация раствора Са(NO₃)₂ – 10%; весовое соотношение ФС:10% р-р Са(NO₃)₂=1:2,5, концентрация HNO₃ – 52,5-57,0%, время отстоя 5-6 мин. При оптимальных условиях выход P₂O₅ в фосфоритный концентрат составляет 54,62-54,92%, содержание в них P₂O₅ – 26,68-26,74%, а кальциевый модуль 1,78-1,81.

Основными недостатками разработанного способа обогащения Кызылкумских фосфоритов являются: низкий выход целевого продукта (35-36%) и низкий выход P₂O₅ (56-60%) в ХОФК, трудность утилизации слабого нитрокальцийфосфатного раствора, являющегося побочным продуктом обогащения.

2. Разработана усовершенствованная технология химического обогащения Кызылкумских фосфоритов методом их разложения пониженной нормой азотной кислоты с последующим добавлением к нитрокальцийфосфатной пульпе циркулирующего раствора нитрата кальция (ЦРНК), нейтрализацией полученной НКФС аммиаком до значения рН=3, выделением из неё Са(NO₃)₂ путем фильтрации и промывкой влажного фосфоритного концентрата вначале ЦРНК, затем водой. Установлена зависимость изменения содержания Са(NO₃)₂ и кальциевого модуля от нормы HNO₃, соотношения ФС:р-р Са(NO₃)₂ и температуры промывной воды. С целью снижения СаО_{водн.} в виде Са(NO₃)₂ в ХОФК до минимального его содержания промывки влажного фосфоконцентрата рекомендуется осуществлять по схеме, широко используемой при промывке фосфогипса в производстве ЭФК. Для промывки фосфоконцентрата используется второй и третий фильтраты предыдущего цикла, а в последнем (3-я промывка) – воду. Основными преимуществами данного способа промывки являются: достижение более полного извлечения Са(NO₃)₂ из фосфоконцентрата и

получение относительно концентрированного его раствора. При трёхкратной схеме промывки фосфоконцентрата при весовых соотношениях $\text{ФС} : \text{p-p Ca(NO}_3)_2$, соответственно равными 1,0:1,60; 1,0:2,29; 1,0:2,97 и норме HNO_3 50%, получают ХОФК следующего состава (вес. %): $\text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}}$ 25,90-26,11; $\text{P}_2\text{O}_{5\text{усв.}}$ по лим. к-те 11,92-12,32; $\text{P}_2\text{O}_{5\text{усв.}}$ по тр. Б 8,16-8,48; $\text{CaO}_{\text{общ.}}$ 39,94-41,13; $\text{CaO}_{\text{усв.}}$ 19,12-19,37; $\text{CaO}_{\text{водн.}}$ 0,34-1,08; CO_2 2,29; N 0,17-0,55; $\text{CaO} : \text{P}_2\text{O}_5 = 1,53-1,59$. При этом степень отмывки $\text{Ca(NO}_3)_2$ возрастает с 96,52 до 98,92%.

3. Результаты опытов по обогащению высококарбонизированных фосфоритов ЦК азотной кислотой на лабораторной модельной установке полностью подтвердили данные лабораторных опытов. На укрупненной опытной установке АО «Самаркандкимё» проведены испытания технологии азотнокислотного обогащения Кызылкумских фосфоритов, в результате которых установлены основные технологические параметры. Составлен материальный баланс процесса и разработан технологический регламент производства. Выпущены опытные партии ХОФК по 200 кг соответственно для нормы HNO_3 40 и 50%.

4. Проведено исследование по выявлению влияния концентрации, нормы, скорости подачи соляной кислоты и скорости вращения мешалки на процесс пенообразования при солянокислотном обогащении минерализованной массы (ММ). Найдены оптимальные условия обогащения: норма HCl 50-60% от стехиометрии в пересчете на CaO , её концентрация не менее 25%; скорость подачи HCl 0,728-1,092 г/мин; скорость вращения мешалки 1000 об/мин. При нейтрализации солянокислотной пульпы суспензией гидроксида кальция или аммиаком с последующим отделением из системы хлорида кальция путем фильтрации кальцийхлориднофосфатного раствора и промывкой твердой фазы циркулирующим раствором CaCl_2 показана принципиальная возможность получения фосфоритных концентратов состава (вес. %): P_2O_5 22,74; CaO 39,00; CO_2 3,52; Cl 0,78; $\text{CaO} : \text{P}_2\text{O}_5 = 1,72$ из ММ и P_2O_5 26,36; CaO 40,07; CO_2 3,60; Cl 0,79; $\text{CaO} : \text{P}_2\text{O}_5 = 1,52$ из ФМ.

5. Установлены оптимальные технологические параметры процесса получения удобрительного преципитата на основе ХОФК из ММ: норма и концентрация HCl соответственно 100 и 25-32%; норма осадителя Ca(OH)_2 100-110%; весовое соотношение осадок: $\text{H}_2\text{O}=1:2,5$ и $1:2,0$. При этом степень преципитирования в зависимости от условий опытов находится в пределах 94,79-97,41. Состав полученных преципитатов меняется (вес. %): $\text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}}$ от 26,02 до 26,47; $\text{P}_2\text{O}_{5\text{усв.}}$ по лим. к-те от 22,24 до 22,73; $\text{P}_2\text{O}_{5\text{водн.}}$ от 1,02 до 1,28; $\text{CaO}_{\text{общ.}}$ от 28,01 до 29,41; $\text{CaO}_{\text{усв.}}$ от 24,18 до 25,20; $\text{CaO}_{\text{водн.}}$ от 1,20 до 1,30; Cl от 0,96 до 1,10.

На основе смешения ХОФК с аммонийными солями получены сложно-смешанные NP удобрения с содержанием суммы питательных компонентов

от 27,60 до 41,71 %. Определено, что гранулы всех марок удобрений имеют достаточную прочность (от 3,02 до 4,31 МПа).

6. Проведены технико-экономические расчеты химического обогащения высококарбонизированных фосфоритов ЦК с помощью азотной и соляной кислот. Показано, что себестоимость одной тонны ХОФК, содержащего 26% P_2O_5 на основе азотно- и солянокислотного обогащения составляют 213104 и 203959 сум, что соответственно на 28016 и 37161 сум дешевле в сравнении с МОФК-26.

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

INSTITUTE OF GENERAL AND INORGANIC CHEMISTRY

SULTONOV BOKHODIR ELBEKOVICH

**HIGH-PERFORMANCE AND RESOURCE-SAVING TECHNOLOGY OF
CHEMICAL ENRICHMENT OF CENTRAL KYZYLKUM LOW-GRADE
PHOSPHORITE**

02.00.13 – Technology of inorganic substance and materials on their basis

**DISSERTATION ABSTRACT
OF DOCTOR OF SCIENCE IN TECHNICS**

Tashkent – 2017

The dissertation subject of doctor of science is registered at Supreme Attestation Commission of the Cabinet of Ministers of the Republic of Uzbekistan in number B2017.1.DSc/T1

Dissertation was carried out at Institute of General and Inorganic chemistry.

Abstract of dissertation in three languages (uzbek, russian and english (resume)) is placed on the web page (www.ionx.uz) and Information-educational portal of «ZiyoNet» (www.ziynet.uz).

Scientific consultant: **Zakirov Bakhtiyar Sabirjanovich**
doctor of chemical sciences

Official opponents: **Dadakhodjaev Abdullo Tursunovich**
doctor of technical sciences, professor,

Iskandarova Mastura Iskandarovna
doctor of technical sciences, professor,

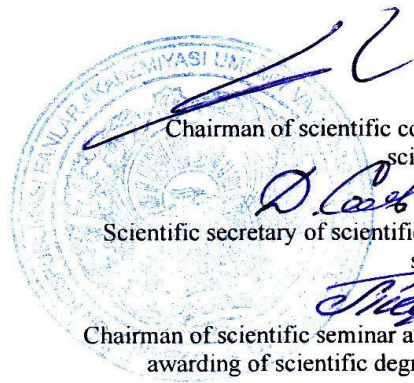
Jumaniyazov Maksud Jabbiyevich
doctor of technical sciences professor

Leading organization: **Fergana Polytechnical Institute**

Defense will take place on 21.07. 2017 at 10⁰⁰ o'clock at the meeting of scientific council DSc.27.06.2017.K/T.35.01 under Institute of General and Inorganic Chemistry and Tashkent chemical-technological Institute. Address: 100170, Tashkent, Mirzo Ulugbek district, Mirzo Ulugbek street, 77-a.tel.: (99871) 262-56-60, Fax: (99871) 262-79-90, e-mail: ionxanruz@mail.ru

Dissertation can be reviewed at the Information-resource centre at the Institute of General and Inorganic Chemistry of AS RUz (registration number 4).(Address: 100170, Tashkent, Mirzo Ulugbek street, 77-a.tel.: (99871) 262-56-60).

Abstract of dissertation sent out on "10" 07 2017 y.
(mailing report No. 4 on "10" 07. 2017 y.).



B.S. Zakirov
Chairman of scientific council on awarding of scientific degree, d.ch.s.

D.S. Salihanova
Scientific secretary of scientific council on award of scientific degree, d.t.s

S.Tuhtaev
Chairman of scientific seminar at scientific council on awarding of scientific degree, d.ch.s., professor, academician

INTRODUCTION (abstract of DSc. thesis)

The aim of the research work the aim of the research work is development of high-performance and resource-saving technology of chemical enrichment of Central Kyzylykum high calcareous phosphorite by nitric and hydrochloric acids and processing phosphorite concentrate obtained in precipitate and complex fertilizers.

The object of the research work the object of the research work are Kyzylykum phosphorite, nitric acid, hydrochloric acid, phosphoconcentrate, WPA, precipitate, NP-fertilizers.

Scientific novelty of the research work. The scientific novelty of the study consists of the following items:

For the first time there has been shown the possibility of chemical enrichment of high calcareous phosphorite from CK by nitric acid subsequent recovery of formed calcium nitrate by filtration of NCPS and washing wet phosphorite concentrate using recycling solution of $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ and water. It was established that correlation dependence of composition changing of the phosphorite concentrate upon norm and nitric acid concentration, weight ratio of phosphorite to 10% solution of calcium nitrate, wash water and washing multiplicity. The optimal conditions for beneficiation of various types of Kyzylykum phosphorites have been found;

there have been received the findings on revealing effect of hydrochloric acid concentration and rotational velocity of stirrer on the process of foaming at hydrochloric enrichment of MM. There have been found the optimal conditions of obtaining phosphorite concentrate with high content of P_2O_5 and low calcium module;

it was set that pattern of precipitate composition changing from norm, HCl concentration, $\text{Ca}(\text{OH})_2$ norm and weight ratio of phosphorite : H_2O ;

effective technology of complex-mixed fertilizers production based on activation of enriched phosphorite by ammonium salts has been developed.

Implementation of the research results based on the results of research on the development of the technology of chemical enrichment Central Kyzylykum phosphorites by nitric and hydrochloric acids, processing of received phosphorite concentrate for WPA, precipitate and complex fertilizers:

a patent of the Agency of Intellectual Property of the Republic of Uzbekistan for the method of enrichment of phosphorites of Central Kyzylykum (№ IAP 02846, 2005) was received. The result is achieved that reducing calcium module from 2.48 to 1.71-1.78 in low-grade phosphorites of the Central Kyzylykum and there is a possibility of decreasing by 35% in very short supply of sulphuric acid used in its processing;

technology enrichment of low-grade phosphorites of Central Kyzylykum by nitric acid, tested at JSC "Samarkandkimyo" and received a novel and high quality phosphate rock (The reference of «Uzkimyo sanoat» from July 7, 2017 №01-2805/II). The introduction of these results in practice will allow to reduce the

expenditure of phosphorite concentrate in comparison with that of washed and calcined phosphorite concentrate by 1.2 times.

The structure and volume of the thesis. The structure of the dissertation consists of an introduction, four chapters, conclusion, the list of references, applications. The volume of the dissertation is 191 pages.

ЭЪЛОНҚИЛИНГ АНИШЛАРИ ҲАТИ
СПИСОК ПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ
LIST OF PUBLISHED WORKS

I бўлим (I часть; part I)

1. Султонов Б.Э., Дежканов З.К., Намазов Ш.С., Беглов Б.М., Закиров Б.С. Влияние рН на процесс азотнокислотного обогащения высококарбонизированных фосфоритов Центральных Кызылкумов // Химическая технология. Контроль и управление. - Ташкент, 2012. - №4. - С.5-10. (02.00.00 №10)

2. Султонов Б.Э., Намазов Ш.С., Закиров Б.С. Изучение процесса химического обогащения минерализованной массы фосфоритов Центральных Кызылкумов // Узбекский химический журнал. - Ташкент, 2012. - №4. - С.45-48. (02.00.00 №6)

3. Султонов Б.Э., Намазов Ш.С., Закиров Б.С. Влияние количества промывной воды на качество химических фосфоконцентратов, полученных азотнокислотным обогащением фосфоритов Центральных Кызылкумов // Химическая технология. Контроль и управление. - Ташкент, 2012. - №6. - С.15-19. (02.00.00 №10)

4. Султонов Б.Э., Намазов Ш.С., Закиров Б.С., Беглов Б.М. Влияние концентрации раствора нитрата кальция на степень отмывки фосфоконцентратов, полученных при химическом обогащении высококарбонизированных фосфоритов Центральных Кызылкумов // Доклады АН РУз. - Ташкент, 2013. - №1. - С.51-54. (02.00.00 №8)

5. Султонов Б.Э., Намазов Ш.С., Закиров Б.С. Исследование химического обогащения фосфоритовой муки Центральных Кызылкумов // Химическая промышленность. - Санкт-Петербург, 2013. - №2. - С. 79-86. (02.00.00 №21)

6. Sultonov B.E., Namazov Sh.S., Zakirov B.S. Chemical enrichment of low-grade phosphorites of Central Kyzyl kum // Journal of Chemical Technology and Metallurgy, - Sofia, 2014. Volume 49, №3. - pp.288-292. (02.00.00 №1)

7. Султонов Б.Э., Намазов Ш.С., Хамраев С.С., Закиров Б.С. Дисперсные составы фосфоконцентратов, полученных при азотнокислотном обогащении фосфоритов Центральных Кызылкумов // Узбекский химический журнал. - Ташкент, 2014. - №1. - С.67-70. (02.00.00 №6)

8. Султонов Б.Э., Намазов Ш.С., Закиров Б.С., Ахмедов У.К. Изучение скорости фильтрации нитрокальцийфосфатных суспензий // Химическая промышленность. - Санкт-Петербург, 2013. - №2. - С. 57-62. (02.00.00 №21)

9. Султонов Б.Э., Намазов Ш.С., Закиров Б.С., Сейтназаров А.Р. Повышение эффективности азотнокислотного обогащения фосфоритов Центральных Кызылкумов // Химическая промышленность. - Санкт-Петербург, 2013. - №6. - С. 279-285. (02.00.00 №21)

10. Султонов Б.Э., Намазов Ш.С., Закиров Б.С. Химическое обогащение фосфоритов Центральных Кызылкумов соляной кислотой // Химическая промышленность. - Санкт-Петербург, 2014. - т. 91, №4. - С. 186-191. (02.00.00 №21)

11.Султонов Б.Э., Намазов Ш.С., Закиров Б.С. Изучение процесса солянокислотного обогащения фосфоритов Центральных Кызылкумов // Узбекский химический журнал. - Ташкент, 2014. - №4. - С. 27-32. (02.00.00 №6)

12.Султонов Б.Э., Намазов Ш.С., Ортикова С.С., Реймов А.М., Закиров Б.С. Солянокислотное обогащение фосфоритовой муки из фосфоритов Центральных Кызылкумов // Узбекский химический журнал. - Ташкент, 2015. - №4. - С. 55-60. (02.00.00 №6)

13.Sultonov B.E., Namazov Sh.S., Zakirov B.S. Investigation of nitric acid beneficiation of low grade phosphorites from Central Kyzylkum // Journal of Chemical Technology and Metallurgy. - Sofia, 2015. Volume 50, №1. - pp.26-34. (02.00.00 №1)

14.Султонов Б.Э., Намазов Ш.С., Закиров Б.С. Влияние температуры промывной воды на качество химических фосфоконцентратов, полученных азотнокислотным обогащением фосфоритов Центральных Кызылкумов // Горный вестник Узбекистана, Научно-технический и производственный журнал. - Навои, 2013. - №1. - С.66-69. (02.00.00 №16)

15.Патент IAP 02846. Способ обогащения высококарбонизированных фосфоритов / Намазов Ш.С., Эркаев А.У, Турсунова З.М., Салимов З.С., Султанов Б.Э., Евдокимов Л.А., Беглов Б.М., Раджабов Р., Закиров Б.С. и Таджиев С.М. Оpub. 31.10.2005. Бюллетень. №5.

II бўлим (II часть; part II)

16.Sultonov B.E., Namazov Sh.S. Alimov U. K., Zakirov B.S. Studying th process of hydrochloric acid enrichment of phosphorites of Central Kyzylkum // J. Chem. Eng. Chem. Res., USA, Volume 2, No. 4, 2015, pp. 556-564.

17.Sultonov B.E., Namazov Sh.S., Popova O.I., Giyasiddinov A.A. Preparation of complex fertilizers on the base of nitrocalciumphosphate slurries //J. Chem. Eng. Chem. Res. Vol. 2, No. 11, 2015, pp. 898-905, USA.

18.Sultonov B.E., Namazov Sh.S., Reymov A. M., Popova O.I., Kenjaeva T.Yu., Zakirov B.S. Investigation of foaming in hydrochlorid-acid beneficiation of low-grade phosphorites from Central Kyzylkum // Electronic Journal of New Materials, Energy and Environment, Sofia, Volume 1 No. 3, 2015, pp. 38-44.

19.Султонов Б.Э., Намазов Ш.С., Ортикова С.С., Закиров Б.С., Реймов А.М. Влияние технологических параметров на качество фосфоконцентратов, получаемых при солянокислотном обогащении фосфоритов Центральных Кызылкумов // Химический журнал Казахстана. - Алма-Аты, 2015. - №3. - С. 149-155.

20.Султонов Б.Э. Намазов Ш.С., Закиров Б.С. Изучение процесса азотнокислотного обогащения высококарбонизированных фосфоритов Центральных Кызылкумов // Materiały IX Międzynarodowej naukowo-praktycznej konferencji «Europejskanauka XXI powieką - 2013» Volume 24. Nauk biologicznych. Chemia i chemiczne technologic: Przemysł, Polska., 2013, str.70-72.

21. Султонов Б.Э., Намазов Ш.С., Закиров Б.С. Солянокислотное обогащение фосфоритов Центральных Кызылкумов // V-Международная конференция студентов, аспирантов и молодых учёных по химии и химической технологии. Сборник тезисов. г. Киев, 9-11 апреля 2014 г. - Киев, 2014. С. 16.

22. Султонов Б.Э., Намазов Ш.С., Закиров Б.С. Солянокислотная переработка высококарбонатных фосфоритов // «Перспективы науки и производства химической технологии в Узбекистане». Материалы научно-технической конференции. 23-24 мая 2014 г. г. Навои, С.23.

23. Sultonov B.E., Namazov S.Sh., Zakirov B.S. Some aspects of nitric acid beneficiation of Central Kyzylkum's phosphorites // The Development of Science in the 21st Century: Natural and Technical Sciences. The Collection of Scientific Papers. Part 2. Research in General & Inorganic Chemistry, pp. 126-129. RonBee&AssociatesNewYork 10.05. 2015.

24. Султонов Б.Э., Намазов Ш.С. О солянокислотном обогащении фосфоритов Центральных Кызылкумов // Материалы Республиканской научной-технической конференции «Горно-металлургический комплекс: проблемы и их решения», 08.04.2015. - г.Алмалык, - С. 171.

25. Султонов Б.Э., Намазов Ш. С, Попова О.И. О возможности получения преципитата из химически обогащенного фосфоритового концентрата. X-Международная научно-практическая конференция «Перспективы развития научных исследований в 21 веке», сборник материалов, г. Махачкала, Россия. 28.02.2016, С. 27-28.

26. Султонов Б.Э., Намазов Ш.С., Закиров Б.С., Попова О.И., Реймов А.М. Получение азотнофосфорных удобрений на основе химически обогащенного фосфоконцентрата. Материалы VIII-Международной научно-технической конференции горно-металлургический комплекс: достижения, проблемы и современные тенденции развития, 19-21 ноября, 2015 г., г. Навои, С. 325-326.

27. Sultonov B.E., Namazov Sh.S., Zakirov B.S. The nitric acid beneficiation of low grade phosphorites from Central Kyzylkum // V- Международная научно-практическая конференция «Естественные и технические науки в современном мире», сборник материалов, г. Москва, Россия. 03.07.2016, С.46-48.

28. Султонов Б.Э., Намазов Ш.С., Закиров Б.С. Азотнокислотное обогащение высококарбонатных фосфоритов Центральных Кызылкумов // Первая международная конференция «Ресурсосберегающие технологии переработки фосфоритов Центральных Кызылкумов в фосфорсодержащие удобрения и фосфорные соли», г. Алмалык, 10.10.2016 г., С.25.

29. Султонов Б.Э., Намазов Ш.С., Реймов А.М., Закиров Б.С. Химическое обогащение минерализованной массы соляной кислотой // Первая международная конференция «Ресурсосберегающие технологии переработки фосфоритов Центральных Кызылкумов в фосфорсодержащие удобрения и фосфорные соли», г. Алмалык, 10.10.2016 г., С.26.

30.Sultonov B.E., Namazov Sh.S., Reymov A.M., Popova O.I., Zakirov B.S. Investigation of foaming in hydrochlorid-acid beneficiation of mineralized mass. Материалы Республиканской научно-технической конференции горно-металлургический комплекс: достижения, проблемы и перспективы инновационного развития, 15-16 ноября, 2016 г., г. Навои, С. 314.

31.Султонов Б.Э., Намазов Ш.С., Реймов А.М. Реологические свойства нитрокальцийфосфатных суспензий из минерализованной массы«Актуальные проблемы аналитической химии» V Республиканская научно-практическая конференция, посвященная 70-летию академика А.Г. Ганиева. 26-28 апреля, 2017 г., г.Термиз, С.88-89.

32.Султонов Б.Э., Намазов Ш.С. К проблеме химического обогащения фосфоритов Центральных Кызылкумов. Материалы IX Международной научно-технической конференции: «Достижения, проблемы и современные тенденции развития горно-металлургического комплекса», 12-14 июня, 2017 г., г. Навои, С. 324.

Автореферат «Ўзбекистон кимё журналы» тахририятида
тахрирдан ўтказилди.

Бичими 60x84¹/₁₆, «Times New Roman» гарнитураси
Шартли босма табағи 4. Адади: 100. Буюртма: № 20.

«ЎзР Фанлар академияси Асосий кутубхонаси» босмахонасида чоп этилган,
100170, Тошкент, Зиёлилар кўчаси, 13 уй.