

**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**

ТОШКЕНТ КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ

ТОЖИЕВ РУСТАМБЕК РАСУЛОВИЧ

**КАРАУМБЕТ ВА БОРСАКЕЛМАС КЎЛЛАРИ РАПАЛАРИДАН
БИШОФИТ ОЛИШ ТЕХНОЛОГИЯСИНИ ЯРАТИШ**

02.00.13 – Ноорганик моддалар ва улар асосидаги материаллар технологияси

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

Тошкент - 2017

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

Тожиев Рустамбек Расулович

Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларидан
бишофит олиш технологиясини яратиш..... 3

Тожиев Рустамбек Расулович

Разработка технологии получения бишофита из
рапы озер Караумбет и Барсакелмес..... 22

Tojiev Rustambek Rasulovich

Working out of technology of reception bischofit
from lakes Karaumbet and Barsakelmes..... 40

Эълон қилинган ишлар рўйхати

Список опубликованных работ
List of published works..... 43

**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**

ТОШКЕНТ КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ

ТОЖИЕВ РУСТАМБЕК РАСУЛОВИЧ

**КАРАУМБЕТ ВА БОРСАКЕЛМАС КЎЛЛАРИ РАПАЛАРИДАН
БИШОФИТ ОЛИШ ТЕХНОЛОГИЯСИНИ ЯРАТИШ**

02.00.13 – Ноорганик моддалар ва улар асосидаги материаллар технологияси

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

Тошкент - 2017

Фалсафа доктори (PhD) диссертацияси мавзуси Ўзбекистон Республикаси Вазирлар Маҳкамаси ҳузуридаги Олий аттестация комиссиясида B2017.2.PhD/T174 рақам билан рўйхатга олинган.

Диссертация Тошкент кимё-технология институтида бажарилган.

Диссертация автореферати уч тилда (ўзбек, рус, инглиз (резюме)) Илмий Кенгаш веб-саҳифасида ҳамда «Ziynet» Ахборот-таълим порталида (www.ziynet.uz) жойлаштирилган.

Илмий раҳбар:

Мирзакулов Холтура Чориевич
техника фанлари доктори, профессор

Расмий оппонентлар:

Сейтназаров Атаназар Рейпназарович
техника фанлари доктори, катта илмий ходим

Каипбергенов Атабек Тулепбергенович
техника фанлари доктори

Етакчи ташкилот:

Наманган муҳандислик - технология 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 «__» _____ 2017 йил соат «__» 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 (___ рақам билан рўйхатга олинган). (Манзил: 100170, Тошкент шаҳри, Мирзо Улуғбек кўчаси, 77-а. Тел.: (+99871) 262-56-60).

Диссертация автореферати 2017 йил «__» _____ куни тарқатилди.
(2017 йил «__» _____ даги №__ 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 қошдаги илмий
семинар раиси, к.ф.д. профессор, академик

КИРИШ (фалсафа доктори (PhD) диссертацияси аннотацияси)

Диссертация мавзусининг долзарблиги ва зарурати. Бугунги кунда дунёда қишлоқ хўжалигини келгусидаги ривож тупроққа ишлов беришнинг янги технологияларини жорий этиш, техник экинларнинг юқори ҳосилдор навларини яратиш, минерал ўғитлар, ўсимликларни ҳимоя қилиш воситалари, дефолиантлар ва бошқа препаратлар ишлатилишини қамраб оладиган комплекс чора-тадбирларни қўлланилиши ҳисобига ҳосилдорлик ва унинг сифатини ошириш билан боғлиқдир. Шунинг учун кейинги йилларда пахтачилик учун дефолиантлар, уруғларга дастлабки ишлов бериш препаратларининг янги, юқори самарадор, хавфсиз турларини яратишга алоҳида эътибор қаратилмоқда. Кўпчилик янги дефолиантлар ва уруғларга дастлабки ишлов бериш препаратлари магний хлорат ва хлоридларининг қўлланилишига асослангандир.

Бугунги кунда жаҳонда мавжуд қўлларнинг шўрсувли тўйинган эритмалари, денгиз сувлари, табиий ташландиқлар тарзидаги хомашё манбаларини ишлаб чиқаришга қамраб олиш орқали тоза тузлар ва магний оксид олиш технологияларини яратишга алоҳида эътибор қаратилмоқда. Бу борада Караумбет ва Борсакелмас кўли рапаларидан (рапа – кўп компонентли тузларнинг сувли эритмаси) магний хлорид олиш технологиясини ишлаб чиқиш долзарб вазифалардан ҳисобланади. Қўллар рапаларини қайта ишлаш технологиясини яратишда қатор, жумладан, қуйидаги йўналишларда тегишли илмий ечимларни асослаш зарур: рапада мавжуд қўшимчалардан тозаланган, магний хлориднинг тўйинган эритмаларини олишнинг самарадор усулларини яратиш, бишофит олиш технологиясини ишлаб чиқиш кабилар илмий-амалий аҳамиятга эга бўлиб, долзарб масалалардан ҳисобланади.

Республикамиз мустақилликка эришганидан буён кимё саноатида ишлаб чиқаришни модернизациялаш ва диверсификациялаш, инновацион технологияларни жорий қилиш, экспортга йўналтирилган рақобатбардош маҳсулотлар, жумладан дефолиантлар, уруғларга дастлабки ишлов бериш препаратлари ҳажми ва ассортиментини кўпайтириш бўйича муайян ютуқларга эришилди. Мазкур йўналишда амалга оширилган чора-тадбирлар асосида кам зарarli дефолиантлар ишлаб чиқаришни ривожлантириш ва қишлоқ хўжалигида уларни қўлланилиши борасида муҳим натижалар олинди. Шу билан биргаликда, магнийли хомашёларнинг янги конларини ўзлаштириш ҳамда уларни саноат миқёсида ишлаб чиқаришга етарли эътибор қаратилмаган. Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантиришга қаратилган Ҳаракатлар стратегиясининг учинчи йўналишида «саноатни юқори технологияли қайта ишлаш тармоқларини, энг аввало, маҳаллий хомашё ресурсларини чуқур қайта ишлаш асосида юқори қўшимча қийматли тайёр маҳсулот ишлаб чиқариш»га қаратилган муҳим вазифалар белгиланган. Бу борада, жумладан магнийли хомашёларнинг янги конларини ўзлаштириш ҳамда уларни саноат миқёсида ишлаб чиқаришига жалб қилиш,

Республикани керакли кимёвий маҳсулотлар билан таъминлаш муҳим ўрин эгаллайди.

Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2015 йил 4 мартдаги № ПФ-4707-сонли «2015-2019 йилларда ишлаб чиқаришни таркибий ўзгартириш, модернизация ва диверсификация қилишни таъминлаш бўйича чоратadbирлар дастури тўғрисида»ги, 2017 йил 7 февралдаги № ПФ-4947-сонли «2017-2021 йилларда Ўзбекистон Республикасини ривожлантиришнинг бешта устувор йўналиши бўйича Ҳаракатлар стратегияси» тўғрисидаги Фармонлари ва 2017 йил 23 августдаги № ПК-3236-сонли «2017-2021 йилларда кимё саноатини ривожлантириш дастури тўғрисида»ги қарори ҳамда мазкур фаолиятга тегишли бошқа меъёрий-ҳуқуқий ҳужжатларда белгиланган вазифаларни амалга оширишга ушбу диссертация тадқиқоти муайян даражада хизмат қилади.

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

Муаммоларнинг ўрганилганлик даражаси. Илмий-техник ва патент адабиётларида магнийли хомашё манбаларини бишофит ва бошқа магний бирикмаларига қайта ишлаш бўйича катта ҳажмдаги илмий материаллар ва усуллар мавжуддир. Хлорид-сульфатли эритмаларни қайта ишлаш масалалари билан Лепешков И.Н., Бергман А.Г., Здановский А.Б., Денс-Литовский А.И., Хожамамедов А.В., Кульмаксимов А.Х. ва бошқалар шуғулланишган.

Магнийли хомашё манбалари хилма хил ва таркибининг бир-биридан фаркланиши уларнинг хусусиятини белгилаб беради. Шу сабабли барча турдаги хомашёлар учун алоҳида илмий ва технологик ёндошув, нисбатан мос келадиган қайта ишлаш усуллари танлаш зарур бўлади. Жаҳон амалиётидаги маълум бўлган технологияларни Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини қайта ишлаш учун тадбиқ этиб бўлмайди.

Илмий адабиётларда Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларининг захираси, уларнинг таркиби, натрий хлорид ва бишофитга қайта ишлаш ҳақидаги маълумотлар мавжуд, лекин уларни қайта ишлаш технологияси, рапаларни қўшимчалардан тозалаш, бишофит олиш бўйича маълумотлар йўқ.

Тадқиқотнинг диссертация бажарилган олий таълим муассасасининг илмий-тадқиқот ишлари режалари билан боғлиқлиги. Диссертация тадқиқоти Тошкент кимё-технология институтининг илмий тадқиқот режасининг А-6-27 рақамли «Қорақалпоғистон Республикаси Караумбет кўли рапасини комплекс қайта ишлаш» (2006-2008 йй.) мавзусидаги амалий лойиҳа, ИД-2-003 рақамли «Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларидан натрий хлорид, натрий сульфат, магний хлорид ва магний оксид ишлаб чиқаришни тажриба-синовларини ўзлаштириш» (2009-2010 йй.) мавзусидаги инновация тадқиқоти доирасида бажарилган.

Тадқиқотнинг мақсади Караумбет ва Борсакелмас кўли рапаларини «Кўнғирод сода заводи» УК чиқиндиси – дистиллер суюқлиги билан

сульфатсизлантирувчи реагент сифатида ишлатган ҳолда бишофит ишлаб чиқаришнинг мақбул технологиясини ишлаб чиқишдан иборат.

Тадқиқот вазифалари:

Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларининг кимёвий ва тузли таркиби, физик-кимёвий хоссаларини аниқлаш;

Рападаги галит ва мирабилитнинг қишки ва ёзги мавсумда чўкиш жараёнига ҳудуд об-ҳаво шароитининг таъсирини таҳлил қилиш;

Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини буғлатиш жараёнини тадқиқ қилиш;

Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини сульфатсизлантириш жараёнини тадқиқ қилиш;

сульфатсизлантирилган эритмалардаги қолдиқ сульфатлар ва кальцийдан қўшимча тозалаш жараёнини аниқлаш;

тозаланган эритмаларни буғлатиш, ажралиб чиққан чўкмани ажратиш жараёнларини тадқиқ қилиш;

бишофит суюқланмасини кристаллантириш жараёнини тадқиқ қилиш;

тажриба-ишлаб чиқариш шароитида Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини магний хлоридга комплекс қайта ишлаш технологиясини синовдан ўтказиш;

бишофит ишлаб чиқариш технологик схемаларини яратиш, моддий балансини тузиш, технологик регламентини тайёрлаш ва дастлабки техник иқтисодий самарадорлигини ҳисоблаш.

Тадқиқотнинг объекти Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапалари, дистиллер суюқлиги, кальцинирланган сода, натрий ва кальций сульфатлари, галит, бишофит ҳисобланади.

Тадқиқотнинг предмети Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини қўшимча компонентлардан тозалаш ва рапаларни комплекс қайта ишлаб бишофит, галит, кимёвий чўктирилган гипс ва бўр олиш технологиялари ҳисобланади.

Тадқиқотнинг усуллари. Кимёвий, физик-кимёвий, оловли-фотометрик, рентгенографик, ИК-спектроскопик.

Диссертация тадқиқотининг илмий янгилиги қуйидагилардан иборат:

биринчи мартаба бир пайтнинг ўзида сода ишлаб чиқариш чиқиндиси – дистиллер суюқлигини утилизациялаш йўли билан Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини магний хлоридга комплекс қайта ишлаш усули ишлаб чиқилган;

рапалар кимёвий таркиби ва хоссаларига об-ҳавонинг таъсири аниқланган;

технологик омилларни рапаларни сульфатсизлантириш, реологик хоссалари ва таркибига таъсири аниқланган;

сульфатсизлантирилган рапаларни қолдиқ сульфат ва кальцийдан тозалаш жараёнини самарадорлигини ошириш техник ечимлари ишлаб чиқилган;

Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини кўшимча кимёвий чўктирилган гипс, кальций карбонат, галит олиш билан магний хлоридга қайта ишлашнинг комплекс ва самарадор технологияси яратилган.

Тадқиқотнинг амалий натижалари қуйидагилардан иборат:

бишофит ишлаб чиқаришга маҳаллий хомашё сифатида Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини қамраб олиш мумкинлиги очиб берилди;

Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини бир пайтнинг ўзида кимёвий чўктирилган гипс, бўр, галит олиш билан магний хлоридга комплекс қайта ишлаш технологияси ишлаб чиқилди;

«Фарғонаазот» АЖда Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини магний хлоридга комплекс қайта ишлаш технологияси синовдан ўтказилди;

Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларидан бишофит олиш технологиясини ўзлаштириш саноат ишлаб чиқаришига маҳаллий хомашёларни жалб этиш, импорт ўрнини босадиган экспортбоп маҳсулотга бўлган эҳтиёжни таъминлаш имкониятини яратади.

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

Тадқиқот натижаларининг илмий ва амалий аҳамияти. Тадқиқот натижаларининг илмий аҳамияти мамлакат иқтисодиёти учун зарур бўлган импорт ўрнини босадиган кимёвий маҳсулот – магний хлорид ишлаб чиқаришга Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини қамраб олиш учун асос яратилиши билан изоҳланади. Галитнинг ёзги ва мирабилитнинг қишки ажратилиши йўли билан Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини комплекс қайта ишлаш бўйича маълумотлар олинди.

Тадқиқот натижаларининг амалий аҳамияти сода заводининг кўп тоннали чиқиндиси – дистиллер суюқлигини ишлатиш орқали рапаларни сульфатлардан кальций сульфат тарзида чўктириш йўли билан ҳамда сульфатсизлантирилган эритмаларни кальцинацияланган сода ва барий хлорид билан кўшимча тозалаш орқали бишофитга қайта ишлаш мумкинлиги очиб берилди.

Тадқиқот натижаларининг жорий қилиниши. Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини магний хлоридга комплекс қайта ишлаш технологиясини яратиш бўйича олинган илмий натижалар асосида:

таркибида натрий ва магний хлорид ва сульфат тузлари бўлган табиий рапани қайта ишлаш усулига Ўзбекистон Республикаси Интеллектуал мулк агентлигининг ихтирога патенти олинган (№ IAP 04356). Натижада натрий ва магний хлорид ва сульфат тузлари бўлган рапаларни дистилляция суюқлиги билан сульфатсизлантириш, эритмани кальцинацияланган сода билан чуқур тозалаш, буғлатиш ва натрий хлоридни ажратиш орқали магний хлорид олиш имконини берган;

Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини сульфатлар, кальций, натрийдан тозалаш, галитни ажратиб олиш ва кристалл магний хлорид олиш технологияси «Фарғонаазот» АЖда амалиётга жорий этилган («Ўзкимёсаноат» АЖнинг 2017 йил 01 декабрдаги 01/3-6016/П-сон маълумотномаси). Натижада импорт ўрнини босувчи ва экспортбоп кимёвий

махсулот олиш, саноатни қимматбаҳо кимёвий хомашё билан таъминлаш, валюта заҳирасини тежаш имконини берган.

Тадқиқот натижаларининг апробацияси. Мазкур тадқиқот натижалари, жумладан 2 та халқаро ва 10 та республика илмий-амалий анжуманларида муҳокамадан ўтказилган.

Тадқиқот натижаларининг эълон қилиниши. Диссертация мавзуси бўйича жами 19 та илмий иш чоп этилган, шулардан, Ўзбекистон Республикаси Олий аттестация комиссиясининг докторлик диссертациялари асосий илмий натижаларини чоп этиш тавсия этилган илмий нашрларда 6 та мақола, жумладан, 3 таси республика ва 3 таси хорижий журналларда нашр этилган ҳамда 1 та ихтирога ЎзР патенти олинган.

Диссертациянинг тузилиши ва ҳажми. Диссертация таркиби кириш, тўртта боб, хулоса, фойдаланилган адабиётлар рўйхати ва иловалардан иборат. Диссертациянинг ҳажми 120 бетни ташкил этган.

ДИССЕРТАЦИЯНИНГ АСОСИЙ МАЗМУНИ

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

Диссертациянинг **«Бишофит ишлаб чиқариш ва қўлланилиш соҳасининг ҳозирги замондаги ҳолати»** деб номланган биринчи бобида хомашё ресурсларининг тавсифи, магний хлориднинг қўлланилиши ва уни олиш усуллари келтириб ўтилган. Турли хил эритмалар ва намақоблардан бишофит олишни асослаб берадиган системалар кўриб чиқилган. Чоп этилган натижаларни чуқур ва батафсил таҳлили асосида тадқиқотнинг мақсад ва вазифалари шакллантирилган.

Диссертациянинг **«Дастлабки хомашёлар, оралик ва тайёр маҳсулотлар тавсифи»** деб номланган иккинчи бобида минерал тузлар конлари, Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларининг тавсифи, маълум вақт оралиғида тўйинган эритмалар таркибининг ўзгариши, дистиллер суюқлигининг таркиби ҳамда тажрибани, кимёвий ва физик-кимёвий таҳлилларни ўтказиш методикалари ҳақидаги маълумотлар келтирилган.

Диссертациянинг **«Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини бегона қўшимчалардан тозалаш»** деб номланган учинчи бобида Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларининг таркиби ва физик-кимёвий хоссалари ҳақидаги маълумотлар, минерал тузлар конлари бўйича геолого-минералогик маълумотлар келтирилган.

Ишлаб чиқаришга яроқли бўлган Караумбет кўлидаги кристаллараро рапа заҳираси 1506,3 минг тоннани ташкил этади. Караумбет кўлининг

тасдиқланган захираси 700 минг тонна MgCl_2 ёки 295 минг тонна MgO ҳисобида баҳоланган. Караумбет кўли рапаси таркибида NaCl – 20,3-22,7%, MgCl_2 – 6,2-6,7% ва MgSO_4 – 5,2-8,3% бўлади.

Борсакелмас кўли рапаси асосан натрий ва магний хлорид тузларидан иборат бўлиб, унинг таркибида: NaCl – 26,3-29,0%, MgCl_2 – 2,3-5,0% ва MgSO_4 – 1,8-3,5% бўлади. Борсакелмас кўли рапасидаги магний тузларининг захираси 2470 минг тонна MgCl_2 ёки 1040 минг тонна MgO ташкил этади. Борсакелмас кўли рапасининг зичлиги $1,190 \text{ г/см}^3$ дан $1,220 \text{ г/см}^3$ гача ўзгаради, pH қиймати 6,4-7,0, 20°C ҳароратдаги қовушқоқлиги 2,04-2,77 сПз ташкил этади. Эритмаларнинг қайнаш ҳарорати 103 дан 106°C гача ўзгаради.

Караумбет кўли рапаси таркибидаги магний ва сульфат ионлари миқдори нисбатан кўп бўлади. Караумбет рапаси таркибидаги магний миқдори 2-3 марта кўп бўлиб, MgO ҳисобида 4,55 дан 6,27% гачани ташкил этади. Караумбет кўли рапасининг физик тавсифи кам фарқланади ва: pH 6,3-6,8, зичлиги $1,24$ - $1,29 \text{ г/см}^3$, қовушқоқлиги 3,07-4,87 сПз ни ташкил қилади. Қайнаш ҳарорати 104 - 106°C . Рапаларни табиий буғланиши бўйича тадқиқотлар лаборатория шароитида ва Караумбет кўли яқинидаги очик майдонда ўтказилди. Кузатиш давомийлиги 80 суткани ташкил этди. Бунинг учун металл сиғимларга Караумбет кўли рапасидан $0,424 \text{ м}^3$ ва Борсакелмас кўли рапасидан $0,546 \text{ м}^3$ ҳажмда қуйилди.

Тадқиқот учун таркибида (оғ. %): Na_2O - 11,98; CaO - 0,11; MgO - 4,59; Cl^- - 16,90; э.қ. - 0,23; SO_4^{2-} - 3,46; MgCl_2 - 6,88; NaCl - 22,65; MgSO_4 - 5,31; э.қ. - 0,23 бўлган Караумбет кўли рапаси ҳамда Na_2O - 14,38; MgO - 1,59; CaO - 0,045; Cl^- - 17,90; SO_4^{2-} - 1,90; MgCl_2 - 3,80; NaCl - 24,82; Na_2SO_4 - 2,81; pH - 6,6; ρ - $1,200 \text{ г/см}^3$; η - 2,74 сПз бўлган Борсакелмас кўли рапасидан фойдаланилди.

Кузатиш даврида Караумбет кўли рапаси баландлигининг 31,60 см дан 10,30 см гача пасайиши, ҳажми эса $0,2902 \text{ м}^3$ гача камайиши, MgCl_2 концентрациясининг 6,88% дан 17,41% гача ортиши кузатилди. Тўйинган эритма зичлиги $1,222 \text{ г/см}^3$ дан $1,288 \text{ г/см}^3$ гача ортади. Шунча вақт давомида Борсакелмас кўли рапасининг ҳажми $0,5646 \text{ м}^3$ дан $0,2561 \text{ м}^3$ гача камайди, баландлиги 40,33 см дан 18,29 см гача пасайиши, MgCl_2 концентрацияси 3,80% дан 17,33% гача ортади, 24,98% NaCl чўкмаси ажратиб олинди.

Паст ҳароратда Na_2SO_4 чўкиш жараёнини моделлаштириш ва мақбул кўрсаткичларни аниқлаш мақсадида NaCl ни ёзги чўкишидан сўнг олинган эритмадан $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ чўкиш жараёнига ҳароратнинг таъсири ўрганилди.

Караумбет кўли рапаси 30°C дан -10°C гача совутилганда эритмада натрий ионлари ва сульфат ионлари камаяди ҳамда эритма магний ва хлор ионларига бойийди. Na_2SO_4 миқдори 7,11% дан 0,54% гача, NaCl 3,94% дан 1,61% гача камаяди, MgCl_2 миқдори эса 19,69% дан 23,31% гача ортади. Чўкмада NaCl ва MgSO_4 қўшимчалари бўлган асосан $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ бўлади.

1-жадвалда Борсакелмас кўли рапаси совутилишидан ҳосил бўладиган суюқ фаза таркиби бўйича маълумотлар келтирилган бўлиб, бу рапаларни минус 5 - 10°C ҳароратгача совутилганда рападаги Na_2SO_4 миқдорини 0,09% гача камайтирилишидан ҳамда натрий хлорид миқдори 26,20-26,43% ни,

магний хлорид микдори 4,01-4,05% ни ташкил этишидан далолат беради. Натрий сульфат унуми $-5 \div -10^{\circ}\text{C}$ ҳароратда бошланғич эритма массасининг 81,14-95,37% ни ташкил этади.

1-жадвал

Борсакелмас кўли рапаси совутилганда ҳосил бўладиган суюқ фазанинг кимёвий таркиби

Ҳарорат, $^{\circ}\text{C}$	Кимёвий таркиби, оғ. %				Тузли таркиби, оғ.%			Na ₂ SO ₄ чиқиши, %
	Na ⁺	Mg ²⁺	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻	MgCl ₂	NaCl	Na ₂ SO ₄	
30,0	10,67	0,96	17,90	1,90	3,80	24,82	2,81	0,00
25,0	10,67	0,96	17,90	1,90	3,80	24,82	2,81	0,00
20,0	10,67	0,96	17,90	1,90	3,80	24,82	2,81	0,00
15,0	10,67	0,96	17,90	1,90	3,80	24,82	2,81	0,00
10,0	10,67	0,96	17,90	1,90	3,80	24,82	2,81	0,00
5,0	10,65	0,96	17,97	1,78	3,82	24,94	2,63	6,41
2,5	10,64	0,97	18,05	1,66	3,83	25,04	2,45	12,81
0,0	10,61	0,97	18,17	1,45	3,86	25,23	2,14	23,84
-2,5	10,52	1,00	18,64	0,72	3,96	25,88	1,07	61,92
-5,0	10,47	1,01	18,87	0,36	4,01	26,20	0,53	81,14
-7,5	10,45	1,02	19,00	0,18	4,03	26,36	0,27	90,39
-10,0	10,44	1,02	19,06	0,09	4,05	26,43	0,13	95,37

Олинган маълумотлар Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини табиий концентрлаш ҳамда натрий хлоридни чўктириш йўли билан рападаги магний хлорид микдорини 3,80-6,88% дан 17%гача ошириш, сўнгра кейинги қишки чўктириш натижасида олинган рападан глауберитни ажратиб олиш, бунинг натижасида натрий сульфат микдорини 0,53%гача камайтириш, шунга мувофиқ ҳолда магний хлорид микдорини 23%гача ошириш мумкинлигидан далолат беради. Рапани табиий буғлатиш ва мирабилитни қишки чўктириш жараёнлари анча узоқ вақт талаб этади. Шунинг учун кўллар рапаларини ишлаб чиқариш шароитида тўғридан-тўғри концентрлаш мумкинлиги тадқиқ қилинди.

Рапаларни буғлатиш 90°C ҳароратда, унча катта бўлмаган вакуум шароитида (40 мм сим. уст.) ва мунтазам аралаштириб турган ҳолда амалга оширилди. Рапа зичлиги белгиланган қийматга эришгач, 40 и 20°C ҳароратгача совутилди, суюқ ва қаттиқ фазалар филтрлаш йўли билан ажратилди. Караумбет кўли рапалари бошланғич зичлиги $1,240 \text{ г/см}^3$ дан суспензия зичлиги $1,550 \text{ г/см}^3$ бўлгунча концентрланганда ҳамда 40°C гача совутилганда суюқ фазадаги магний хлорид микдори 7,20% дан 28,24% гача ортади. Бунда натрий ионлари микдори 8,01% дан 0,91% гача, SO_4^{2-} эса 6,66% дан 5,63% гача камайдди. Совутиш ҳарорати 20°C бўлганда бу кўрсаткичлар, мувофиқ ҳолда: магний хлорид учун 7,20-28,98% ни, натрий ионлари учун 8,01-0,96% ни, SO_4^{2-} ионлари учун 6,66-5,72% ни ва Na:Mg нисбати учун 2,45-0,14 ни ташкил этади.

Караумбет кўли рапаларининг таркиби уни буғлатиш даражасига боғлиқ бўлади ва уни совутиш ҳароратига боғлиқ бўлмайди. Караумбет кўлининг 1,51-1,55 г/см³ зичликдаги буғлатилган рапаларидан ажратиб олинган қаттиқ фаза кимёвий таркиби кўп миқдорда натрий хлорид ва бишофит, оз миқдорда натрий сульфат кристаллогидратлари бўлишидан далолат беради. Рапалар концентрланганда қаттиқ фазадаги сульфатлар миқдори буғлатилган бўтқа зичлиги 1,360 г/см³ бўлганда 0,18-0,36% дан зичлиги 1,550 г/см³ бўлганда 2,67-3,54% гача ортади.

2-жадвалда Борсакелмас кўли рапалари суяқ ва қаттиқ фазалари таркибининг ўзгариш ҳақидаги маълумотлар келтирилган.

2-жадвал

Борсакелмас кўли рапаларини концентрлаш жараёнининг айланма эритма таркибига ҳамда 40°C ҳароратгача совутилганда тузли чўкиндиси таркибига таъсири

т/р	с.ф., г/см ³	Суяқ фаза таркиби, оғ. %					Na:Mg	Қаттиқ фаза таркиби, оғ. %		
		Na ⁺	Mg ⁺²	Cl ⁻	SO ₄ ⁻²	MgCl ₂		Na ⁺	Mg ⁺²	Cl ⁻
1	1,245	8,90	2,77	16,9	4,21	10,9	3,21	38,93	0,13	60,83
2	1,246	6,40	2,97	12,9	4,66	11,6	2,16	42,56	0,15	57,30
3	1,276	6,20	2,97	15,9	4,68	11,6	2,09	43,41	0,11	55,20
4	1,290	5,01	3,72	13,9	6,01	14,6	1,35	43,60	0,15	54,90
5	1,295	4,44	4,46	15,8	7,58	17,5	1,00	43,30	0,18	54,90
6	1,288	3,38	4,29	15,7	7,69	16,8	0,79	38,93	0,13	57,30

Буғлатиш даражасига боғлиқ ҳолда суяқ фаза зичлиги 1,245 дан 1,295 г/см³ гача ўзгартирилди, бу бўтқа зичлигининг 1,245 дан 1,340-1,345 г/см³ гача ўзгаришига мувофиқ келади. Магний хлорид миқдори 10,9 дан 16,8% гача ортади, натрий ионлари миқдори 8,90 дан 3,38% гача камаяди, SO₄⁻² миқдори 4,21 дан 7,69% гача ортади ҳамда Na:Mg нисбат 3,21 дан 0,79 гача камаяди. Борсакелмас кўли рапалари буғлатилган намуналарини 40°C гача совутилишидан ажратиб олинадиган қаттиқ фаза амалда тоза натрий хлоридга мувофиқ келади. Натрий хлориди кристаллари устида қисман магний хлориди суяқлиги бўлади. Унинг миқдори 0,18% дан ортмайди. Сульфат ионлари умуман бўлмайди.

3-жадвалда Борсакелмас кўли рапаларини икки босқичда концентрлаш натижалари келтирилган. Бошланғич рапани буғлатиш биринчи босқичда суспензия 1,38 и 1,40 г/см³ зичликгача, иккинчи босқичда эса биринчи босқичдан ажритиб олинган суяқлик 1,34-1,35 г/см³ зичликгача буғлатилади.

Олинган натижалар шундан далолат берадики, рапалар 1,34-1,35 г/см³ зичликка эришгунча буғлатилганда чўкмада фақат натрий хлорид бўлади. Суяқ фазанинг кейинги 1,38-1,40 г/см³ зичликка эришгунча буғлатилганда чўкмага сульфатлар ҳам ажралади. Рапа зичлиги 1,34-1,35 г/см³ га эришгунга қадар иккинчи босқич буғлатишдан сўнг чўкмага фақат натрий хлорид ажралади.

Борсакелмас кўли рапаларини айланма эритмалари ва тузли чўкиндиси таркибига буғлатиш жараёнининг таъсири

№	сусп., г/см ³	с.ф., г/см ³	Суюқ фаза таркиби, оғ. %					Қаттиқ фаза таркиби, оғ. %			
	г/см ³	г/см ³	Na ⁺	Mg ⁺²	Cl ⁻	SO ₄ ⁻²	MgCl ₂	Na ⁺	Mg ⁺²	Cl ⁻	SO ₄ ⁻²
Буғлатишнинг I-босқичи											
1	1,245	1,245	8,90	4,60	16,90	4,21	10,62	-	сл.	-	-
2	1,345	1,295	6,01	5,24	14,60	6,21	14,95	38,46	сл.	49,72	сл.
3	1,380	1,270	5,55	6,41	14,97	7,10	15,13	40,17	сл.	50,33	0,94
4	1,400	1,300	4,12	8,53	15,40	7,15	20,14	42,21	сл.	49,05	1,72
Буғлатишнинг II-босқичи											
5	1,340	1,296	3,90	8,27	16,12	6,87	19,54	39,35	сл.	48,92	сл.
6	1,350	1,297	3,68	8,18	14,73	7,33	19,35	37,10	сл.	50,63	сл.

Тоза натрий хлорид ва нисбатан юқори концентрацияли магний хлорид эритмаси (19-19.5%) олиш учун рапани икки босқичда буғлатиш керак. Биринчи босқичда бўтқа зичлиги 1,34-1,35 г/см³ бўлгунга қадар ва сўнгра натрий хлоридни ажратиб олиш орқали буғлатилади. Ҳосил қилинган зичлиги 1,29-1,30 г/см³ бўлган айланма эритма ҳам худди шундай зичлиги 1,34-1,35 г/см³ бўлгунга қадар буғлатилади. Бунда амалда тозаллиги 98% дан юқори бўлган натрий хлорид чўкмага тушади.

Рапа таркибида сульфат ионларининг бўлиши уни натрий хлорид олиш учун тўғридан-тўғри ишлатишга тўсқинлик қилади. Рападан бишофит олиш учун уни сульфат ионларидан тозалаш зарур ҳисобланади. Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини сульфатсизлантириш бўйича тадқиқотлар дистиллер суюқлиги билан амалга оширилди. Дистиллер суюқлигининг меъёри SO₄⁻²:Ca⁺² нисбатидан келиб чиққан ҳолда ҳисобланди.

4-жадвалда СаО ҳисобида дистиллер суюқлиги меъёри 100% бўлганда Караумбет кўли рапаларини таркиби ва сульфатсизланиш даражасига жараён давомийлиги ва ҳароратнинг таъсири бўйича тадқиқот натижалари келтирилган.

Ҳарорат 20⁰С да жараён давомийлиги 5 дан 20 минутга узайтирилганда сульфатсизланиш даражаси кескин ортади. 5, 20 ва 30 минутдан сўнг сульфатсизланиш даражаси мос равишда 58,37%, 88,59 % ва 89.80%ни ташкил этади. Жараёни 180 минутгача давом этиши эса сульфатсизланиш даражасининг сезиларли даражада ортишига олиб келмайди.

Ҳарорат оширилганда сульфатсизланиш даражаси нисбатан пасаяди. 20, 40 и 60⁰С ҳароратда рапанинг сульфатсизланиш даражаси мос ҳолда 5 минут давомида – 58,9; 54.93 ва 50,88%, 30 минутдан сўнг – 89,80; 84.50 ва 78,27%, 60 минутдан сўнг – 90,33; 85.40 ва 79,21% ни ташкил этади.

4-жадвал

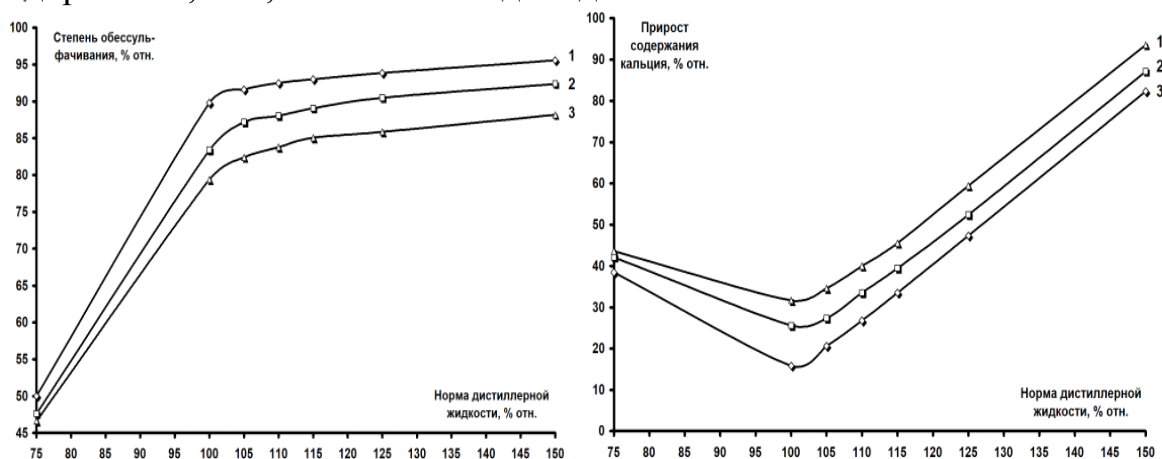
**Дистиллер суюқлиги меъёри 100% бўлганда Караумбет кўли
рапаларини таркиби ва сульфатсизланиш даражасига жараён
давомийлиги ва ҳароратнинг таъсири**

Вакт, мин	С.ф. ионли таркиби, оғ. %					С.ф. тузли таркиби, оғ. %				$\gamma_{so_4^{2-}}$, %
	Na ⁺	Mg ²⁺	Ca ²⁺	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻	MgCl ₂	NaCl	CaCl ₂	MgSO ₄	
Сульфатсизланиш ҳарорати 20°С										
5	5,67	2,33	0,40	15,24	0,96	8,27	14,43	1,12	1,20	58,37
10	5,72	2,35	0,22	15,36	0,52	8,79	14,55	0,60	0,65	77,85
15	5,74	2,36	0,14	15,41	0,34	8,99	14,60	0,40	0,42	85,49
20	5,75	2,36	0,11	15,43	0,27	9,08	14,62	0,32	0,33	88,59
30	5,75	2,36	0,10	15,44	0,24	9,11	14,62	0,28	0,30	89,80
60	5,75	2,36	0,10	15,44	0,23	9,13	14,63	0,27	0,28	90,33
180	5,75	2,36	0,09	15,45	0,22	9,14	14,63	0,26	0,27	90,81
Сульфатсизланиш ҳарорати 40°С										
5	5,67	2,33	0,44	15,22	1,04	8,18	14,41	1,21	1,30	54,93
10	5,71	2,35	0,25	15,34	0,60	8,69	14,53	0,71	0,76	74,07
15	5,73	2,35	0,19	15,38	0,46	8,85	14,56	0,54	0,58	80,27
20	5,73	2,35	0,17	15,40	0,40	8,93	14,58	0,46	0,49	83,08
30	5,74	2,36	0,15	15,41	0,36	8,97	14,59	0,43	0,45	84,50
60	5,74	2,36	0,14	15,41	0,34	8,99	14,60	0,40	0,43	85,40
180	5,74	2,36	0,14	15,42	0,33	9,01	14,60	0,38	0,41	86,07
Сульфатсизланиш ҳарорати 60°С										
5	5,66	2,32	0,47	15,19	1,13	8,08	14,39	1,32	1,42	50,88
10	5,68	2,33	0,37	15,26	0,87	8,38	14,46	1,02	1,09	62,36
15	5,70	2,34	0,29	15,32	0,69	8,59	14,50	0,80	0,86	70,45
20	5,71	2,35	0,25	15,34	0,60	8,70	14,53	0,69	0,74	74,46
30	5,72	2,35	0,21	15,37	0,51	8,80	14,55	0,59	0,63	78,27
60	5,72	2,35	0,20	15,37	0,49	8,83	14,56	0,57	0,61	79,21
180	5,72	2,35	0,20	15,38	0,47	8,84	14,56	0,55	0,59	79,79

Караумбет кўли рапалари сульфатсизланиш жараёни, суюқ фаза ионли ва тузли таркиби, сульфатсизланиш даражасига кальций ионлари ва ҳароратнинг таъсири бўйича тадқиқот натижалари шуни кўрсатадики, бунда дистиллер суюқлиги меъёри 75% дан 100 % га ортганда сульфатсизланиш даражаси 39,9%га ортади, меъёрнинг янада 100 дан 150%га ортганда сульфатсизланиш даражаси атиги 5,76%га ортади. Бундан ташқари, дистиллер суюқлиги меъёри 100%дан ортганда рапа таркибида кальций хлорид микдорининг кескин ортишига олиб келади.

Дистиллер суюқлиги меъёри ва ҳароратга боғлиқ ҳолда сульфатсизланиш даражаси ва ионлари микдорининг ўзгариши бўйича

худди шундай қонуният Борсакелмас кўли рапалари билан ўтказилган тадқиқот натижаларида ҳам сақланади. Дистиллер суюқлигининг меъёри 75% дан 110% гача оширилганда сульфатсизланиш даражаси ортади ва бу 100% меъёргача тўғри чиқиқли боғлиқ бўлади (1а-расм). Жараён ҳароратининг 20°C дан 60°C гача оширилиши сульфатсизланиш даражасининг камайишига олиб келади. Масалан, дистиллер суюқлигининг меъёри 100-110% бўлганда сульфатсизланиш даражаси Борсакелмас кўли рапалари учун 20°C да 89,80–92,50%, 40°C да 83,14-85,64% ва 60°C да 65,23-72,47% ни ташкил этади, бу кальций сульфат эрувчанлигининг ортиши билан тушунтирилади. Бунда рападаги кальцийнинг нисбий миқдори дистиллер суюқлигининг 100% меъёригача камаяди, сўнгра ортади (1б-расм). Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини сульфатсизлантиришнинг макбул меъёри: ҳарорат 20-30°C, дистиллер суюқлиги меъёри 100-105%, жараён давомийлиги 30 минут ҳисобланади. Бунда сульфатсизлантирилган рападаги сульфат ионларининг миқдори 0,29-0,85% ни, кальция ионлари миқдори эса 0,12-0,15% ни ташкид этади.



Расм. 1. Рапани сульфатсизлантириш даражаси (а) ва ундаги кальций миқдорига (б) дистиллер суюқлиги меъёрининг ва ҳароратнинг таъсири: 1 – 20° С; 2 – 40° С; 3 – 60° С.

Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапалари сульфатсизлантирилганда 90-95% сульфатлар $\text{Ca}_2\text{SO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ тарзида чўкмага тушади. Чўкмани ажратиб олиш учун рапаларни сульфатсизлантиришда ҳосил бўладиган суспензияларнинг тиниш даражаси ва чўкиш тезлигини, филтрлаш тезлигини ўрганиш ҳамда эритмани барий хлорид ва кальцинирланган сода билан тўлиқ тозалаш бўйича тадқиқотлар ўтказилди.

Тиндириш жараёни давомийлиги оширилганда тиниш даражаси секинлашади, ҳарорат оширилганда эса кескин ортади. Масалан, 10 минутдан сўнг тиниш даражаси 59,17% ни ташкил этади, 30 минутдан сўнг у 92,88% га етади, яъни 20 минут ичида у 33,71%га ортади. Шу пайтда ҳарорат 20 дан 60°Cгача оширилиши 10 минутдан сўнг суспензиянинг тиниш даражасини 59,17%дан 89,22%гача ортишини таъминлайди. Тиндириш жараёни давомийлигининг 10 дан 30 минутгача оширилиши тиниш тезлигининг 0,62

м/соат дан 0,09 м/соат гача камайишига, ҳароратнинг оширилиши эса тезликнинг 0,62 м/соат дан 1,44 м/соат га ортишига олиб келади. Бу ҳарорат оширилганда эритма қовушқоқлигининг камайиши билан изоҳланади.

$\text{Ca}_2\text{SO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ чўкмасининг филтрлаш тезлиги чўкма бўйича 781 кг/м²·с ни, бўтқа бўйича – 2733,5 кг/м²·с ни ташкил этади. Филтрдаги чўкма баландлиги ортганда филтрлаш тезлиги чўкма бўйича ҳам, бўтқа бўйича ҳам сезиларли даражада камаяди.

Дистиллер суюқлиги билан рапаларни сульфатсизлантириш жараёнининг давомийлиги 5 дан 180 минутга узайтирилиши 20°C да суюқ фаза зичлигининг 1,206 г/см³ дан 1,193 г/см³ гача камайишига олиб келади. Сульфатсизланиш босқичи ҳарорати 20 дан 40 ва 60°C гача оширилганда суюқ фаза зичлиги амалда ўзгармайди ва сульфатсизлантириш давомийлиги 30 минут ва ундан кўп вақт давомида 1,195-1,197 г/см³ ни ташкил қилади. Ҳарорат оширилганда эритма зичлиги сезиларсиз даражада ўзгаради. Сульфатсизлантириш жараёни давомийлиги ва ҳарорат ортганда эритма қовушқоқлиги ҳам камаяди.

Караумбет кўли рапасини «Кўнғирот сода заводи» УК дистеллер суюқлиги билан сульфатсизлантириш натижасида олинган эритмадаги кальций ионлари миқдори ортади, бу эса натрий хлорид ва бишофитни ифлослантиради. Қолдиқ кальций ионларини йўқотиш учун натрий карбонатдан фойдаланилди, унинг меъёрини кальций карбонат ҳосил бўлишига мувофиқ келадиган стехиометрик миқдорга нисбатан 75% дан 125% оралиғида олинди. Натрий карбонат меъёри 75 дан 105% гача оширилганда суюқ фазадаги кальций хлорид миқдори сезиларли даражада 0,87 дан 0,67% гача камаяди. Натрий карбонат меъёрининг кейинги 125% гача оширилиши суюқ фазадаги кальций хлорид миқдорининг сезиларли даражада камайишига олиб келмайди. Бошқа компонентлар – магний ва натрий хлориди ҳамда магний сульфат миқдори ҳам кам даражада ўзгаради ва улар миқдори мувофиқ ҳолда қуйидаги чегарада ўзгаради (оғ. %): 9,106-9,151; 15,223- 15,665 ва 0,227-0,228.

SO_4^{2-} ионлари қолдиқ миқдорини чўктиришни 25 °C ҳароратда 70-105% меъёрдаги барий хлорид билан 30 минут жараён давомийлигида ўтказилди.

Барий хлорид меъёри 70 дан 100% гача оширилганда рапа сульфатсизланиш даражасининг пропорционал суратда ортиши кузатилади. Барий хлорид меъёри 100% га етганда сульфатсизланиш жараёни якунланади. Бунда сульфатсизланиш даражаси 99,50% га етади ва рападаги қолдиқ SO_4 миқдори 0,001% дан ортмайди.

Ортиқча барий хлорид тарзидаги қўшимчалар бўлмаслиги учун кейинги тадқиқотларда барий хлорид меъёри 95-98% чегарасида олинди. Бунда SO_4^{2-} ионларининг чўкиш даражаси 96,25-98,63% га етади ва эритмадаги қолдиқ SO_4^{2-} ионлари миқдори 0,0036-0,0086% ни ташкил этади, бу эса бишофит учун белгиланган талабларга жавоб беради.

IV. Диссертациянинг «Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини қайта ишлаш жараёнининг тадқиқи» деб номланган

тўртинчи бобида тозаланган рапани магний хлоридга қайта ишлаш бўйича тадқиқот маълумотлари келтирилган.

Сульфат ва кальцийдан тозаланган рападаги натрий хлорид микдорининг кўплигига боғлиқ ҳолда буғлатиш 100 °C ҳарорат ва 40 мм сим. уст. вакуум шароитида икки босқичда – натрий хлорид чўкмасини босқичма-босқич ажратиб олиш билан амалга оширилди.

5-жадвал

Биринчи ва иккинчи босқич буғлатишдан сўнг суюқ фаза таркибига буғлатиш жараёнининг таъсири

Буғлатиш босқичи	Буғланган сув, %	Суюқ фаза оғирлиги, оғ. %				C:K
		MgCl ₂	NaCl	CaCl ₂	MgSO ₄	
I	0	9,12	15,49	0,67	0,23	1,250
	30	12,21	18,52	0,59	0,21	1,271
	31,5	13,18	17,67	0,55	0,20	1,279
	32,6	13,90	17,08	0,51	0,20	1,286
	33,5	14,54	16,54	0,49	0,19	1,292
	35,9	16,08	15,11	0,46	0,18	1,308
	38,7	18,06	13,65	0,41	0,15	1,332
	40,0	19,18	12,58	0,40	0,14	1,347
	42,5	21,04	10,62	0,36	0,12	1,373
	45,6	24,01	8,01	0,32	0,11	1,422
II	0	24,01	8,01	0,32	0,11	—
	19,2	25,53	7,42	0,29	0,10	28,97
	38,4	32,14	3,67	0,21	0,08	11,41
	42,1	34,26	2,61	0,18	0,07	8,91
	45,9	37,28	1,55	0,14	0,06	7,39
	49,0	40,05	0,90	0,10	0,05	6,45
	52,0	43,10	0,25	0,05	0,04	5,69
	55,2	46,15	0,11	0,03	0,04	4,87
	56,9	46,92	0,09	0,03	0,03	4,84

Биринчи босқич буғлатиш ва натрий хлорид ажратилган сўнг олинган филтрат 52% сув буғлангунча буғлатилди. Рапани концентрлашнинг, биринчи ва иккинчи босқичда буғлатишга таъсири бўйича маълумотлар 5-жадвалда келтирилган.

Буғлатилган сув микдорининг 45,6% гача ортиши C:Kнинг 3,86 га камайишига олиб келади ва бунда эритмадаги магний хлорид концентрацияси 24,01% гача ортади, натрий хлорид микдори эса унинг чўкмага тушиши ҳисобига 8,01% гача камаяди, бу эса натрий ва магний хлоридлар эрувчанликларининг фарқланиши билан изоҳланади. Кальций хлорид концентрацияси 0,67% дан 0,32% гача, магния сульфат концентрацияси эса 0,23% дан 0,11% гача камаяди. Суюқ фаза зичлиги 1,250 г/см³ дан 1,422 г/см³ гача ортади. Иккинчи босқич буғлатишда 52,0-55,2% микдордаги сув буғлатилгандан ва натрий хлорид ажратилгандан сўнг

магний хлорид концентрацияси 43,10-46,92% га етади, бу эса таркибида 91,94-97,06% магний хлорид гексагидрати бўлган маҳсулот сифатидаги бишофитга мувофиқ келади. Қўшимчалар миқдори бўйича бишофит давлат стандарти (ДАСТ) 7759-73 талабларига мувофиқ келади. Натрий хлорид миқдори 0,09-0,25% дан ошмайди. Бунда кальций хлорид концентрацияси 0,05-0,03% гача, магний сульфат концентрацияси 0,03% гача камаяди, С:К 4,84-5,69 қийматга етади.

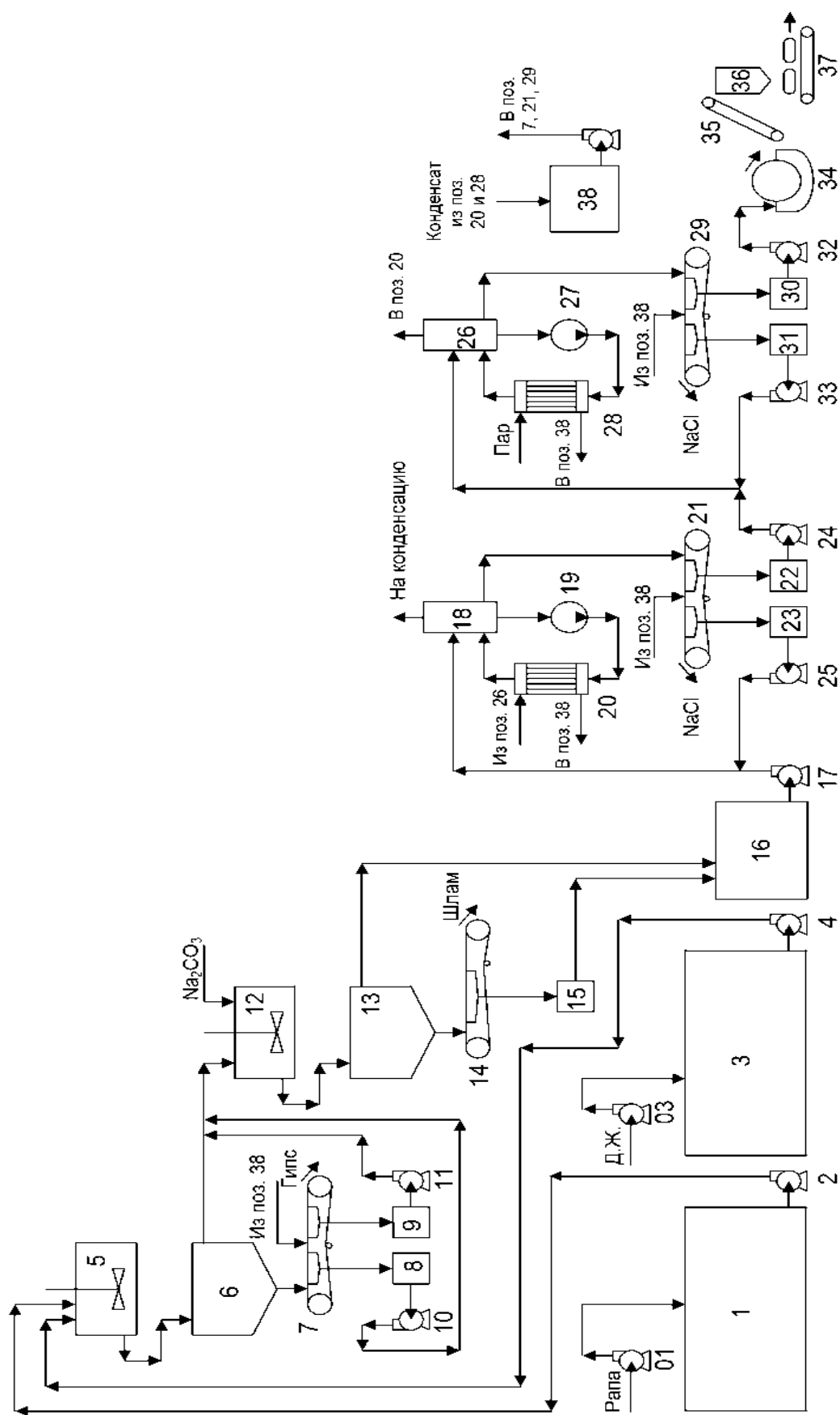
6-жадвал

Биринчи ва иккинчи босқич буғлатишда NaCl чўкмали бўтқанинг фильтрланиши

Буғлатиш босқичи	С:К	Чўкма баландлиги, мм	Фильтрланиши ($\Phi \cdot 10^{-5}$), $\text{м}^4/\text{Н} \cdot \text{с}$	Фильтрланиш тезлиги, $\text{кг}/\text{м}^2 \cdot \text{с}$		
				Бўтқа бўйича	Чўкма бўйича	Фильтрат бўйича
I	3,5:1	21,7	0,851	11474	3828	7646
		14,6	0,651	13064	4356	8708
		7,3	0,352	14152	4716	9436
	4,0:1	15,8	1,021	16877	4219	12658
		10,6	0,766	19952	4990	14962
		5,3	0,384	21233	5310	15923
	4,5:1	12,9	1,111	21096	4248	16848
		8,7	0,862	24264	4860	19404
		4,3	0,497	27507	5663	22644
II	5,0:1	10,1	0,259	7232	3811	5425
		6,8	0,205	8492	2124	6368
		3,5	0,117	9436	2358	7078
	5,5:1	8,1	0,287	9374	1876	7499
		5,5	0,235	11322	2264	9058
		2,8	0,128	12132	2426	9706
	6,0:1	7,5	0,320	13255	2074	9432
		5,1	0,268	14155	2552	11603
		2,6	0,164	16985	3064	13921

Натрий ва магний хлоридлар эритмаси буғлатилганда ҳосил бўладиган бўтқани фильтрлаш жараёнини ўрганиш кўрсатдики, қолдиқ босим 84 кПа ва фильтрлаш сатҳи $63,59 \cdot 10^{-4} \text{ м}^2$ бўлганда фильтрлаш тезлиги катта бўлади (6-жадвал).

Ўтказилган лаборатория тадқиқотлари асосида бир пайтда кимёвий чўктирилган гипс, бўр ва натрий хлорид олиш билан Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини магний хлоридга комплекс қайта ишлаш технологик схемаси ишлаб чиқилди (2-расм).



Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини комплекс қайта ишлаш блок-схемаси ишлаб чиқилди, моддий оқимлар схемаси ва моддий баланси тузилди, технологик режим меъёри аниқланди, Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларидан бишофит ишлаб чиқаришнинг самарадорлиги бўйича дастлабки техник-иқтисодий ҳисоблар амалга оширилди. Ишлаб чиқариш регламенти, бишофит ишлаб чиқаришни лойиҳалаш учун дастлабки маълумотлар тайёрланди.

ХУЛОСА

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

1. Караумбет ва Борсакелмас кўли рапаларининг кимёвий таркиби, шунингдек айрим физик хоссаларини ўрганиш орқали тузли таркибининг бир-биридан кескин фарқланиши, бунда Борсакелмас кўли рапасига нисбатан Караумбет кўли рапасида туз миқдори 1,2 мартадан ортиқ кўп бўлиши аниқланди. Эритма тузли таркибининг кескин фарқ қилганда ҳам уларнинг физик хоссалари кам фарқланади.

Борсакелмас кўли рапасининг зичлиги 1,190 дан 1,221 гача, Караумбет кўли рапасининг зичлиги эса 1,240 дан 1,290 г/см³ гача, Борсакелмас кўли рапаси учун қовушқоқлик 1,40 дан 1,187 гача, Караумбет кўли рапаси учун қовушқоқлик 3,07 дан 4,87 сПз гача ўзгаради, рН муҳити эса 6,3 дан 7,0 гача ўзгаради.

2. Илк маротоба NaCl-H₂O, Na₂SO₄-H₂O системаси ва 2Na⁺, Mg²⁺//2Cl⁻, SO₄-H₂O тўртламчи сувли системасининг таҳлилига асосан галитнинг ёзги чўкиши ва мирабалитнинг қишки чўкиши назарий асосланди. Олинган экспериментал ва илмий маълумотлар ҳудуднинг табиий климатик шароитида кўллар рапаларида концентрланиш жараёнлари содир бўлиши ҳамда шарт-шароитларини асослаб беришни таъминлайди. Караумбет кўли рапаларини табиий буғлатиш йўли билан 22% гача натрий хлоридни ажратиб олиш мумкинлиги ва бунда магний оксид миқдори 4,59% дан 9,45% гача, 3,46% дан сульфатлар миқдори 4,25% гача ортиши кўрсатиб берилди. Кальций оксид миқдори 0,11 дан 0,08% гача камаяди. Борсакелмас кўли рапаларининг таркиби ҳам бойийди ва таркибидаги магний хлорид миқдори 17,33% га натрий сульфат миқдори эса 8,72% га етади. Қишки чўкиш рапалардан мирабилитнинг ажралишини ва бу эса Na₂SO₄ миқдорини 0,13-0,53% гача камайишини ва ёзги табиий чўкишдан сўнг эса рапа таркибидаги магний хлоридни 19,69 - 23,31 % гача ошишига олиб келади.

3. Саноат ишлаб чиқариши шароитида Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини концентрлаш жараёнлари тадқиқ қилинди ва рапаларни буғлатишни икки босқичда ўтказиш мақсадга мувофиқлиги кўрсатиб ўтилди. Рапани биринчи босқичда 1,34-1,40 г/см³ зичликкача буғлатиш, натрий хлорид ажратилгандан сўнг суюқ фазани иккинчи босқичда 1,34-1,35 г/см³ зичликкача буғлатиш керак. Бунда натрий хлориднинг концентрацияси

биринчи босқич буғлатишдан сўнг 15-16% ни, иккинчи босқичдан сўнг эса 19,0-19,5% ни ташкил этади.

4. Сода ишлаб чиқариш чиқиндисиди – дистиллер суюқлигидан фойдаланган ҳолда Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини сульфатсизлантириш жараёнлари ўрганилди. Технологик жараённинг оптимал меъёри аниқланди: дистиллер суюқлиги меъёри – 100-102%, жараён ҳарорати – 20-30° С, жараён давомийлиги – 20-30 минутни ташкил этади. Бунда рапанинг сульфатсизланиш даражаси ва суюқ фазадаги қолдиқ кальций ионлари миқдори мос ҳолда 88-91% ва 0,14-0,21% ни ташкил қилади. Ҳосил бўладиган суспензия етарли даражада яхши ажралади (чўкиш тезлиги 0,5-0,9 м/соат ни ташкил этади). 30 минутдан сўнг суспензияни тиниш даражаси 92,88% га етади. Қуюқ чўкма бўйича кальций сульфат чўкмасини филтрлаш тезлиги 781 кг/м²·с ни ташкил этади.

5. Караумбет ва Борсакелмас кўллари қисман сульфатсизлантирилган рапаларини қолдиқ сульфатлар ва кальций миқдоридан барий хлорид ва натрий карбонат билан қўшимча тозалаш тадқиқ қилинди. Жараёнда иштирок этувчи реагентлар нисбатининг чегараси аниқланди. Натрий карбонатнинг мақбул меъёри 100-105% ҳисобланиши кўрсатиб берилди. Бунда кальций ионларининг чўкиш даражаси 59,4-60,5% ни ташкил этади. Барий хлориднинг мақбул (оптимал) меъёри 95-98% ҳисобланади. Бунда рападаги сульфатлар миқдори 0,001% дан ошмайди.

6. Олдиндан тозаланган магний ва натрий хлоридлари эритмаларини буғлатиш жараёнини ўрганиш орқали таркибида 43,10-46,92 % магний хлорид бўлган суюқланма олиш мумкинлиги кўрсатиб берилди. Бунинг учун буғлатишни икки босқичда амалга ошириш мақсадга мувофиқдир. Биринчи босқичда 45,6% гача сув буғлатилади ва таркибида 24,01 % гача магний хлорид ва 8,01% гача натрий хлорид бўлган эритма олинади. Суюқ фаза зичлиги бунда 1,250 г/см³ дан 1,422 г/см³ гача ортади. Биринчи босқич буғлатишдан ва натрий хлорид ажратилгандан сўнг иккинчи босқич буғлатишда қолган сувнинг 55,2% миқдори буғланади. Олинган суюқланма таркибида 0,09-0,25% натрий хлорид, 0,03-0,05% кальций хлорид, 0,03% гача магний сульфат бўлади. Натрий хлорид чўкмаси яхши филтрланади. Филтрланиш тезлиги чўкма бўйича С:Қ нисбатига ва филтрдаги чўкма қатлами қалинлигига боғлиқ ҳолда биринчи босқичда 3823-5663 кг/м²·с ни ва иккинчи босқичда 1807-3064 кг/м²·с ни ташкил этади.

7. Лаборатория ва модел қурилмалардаги тажриба ишлари асосида бишофит олиш технологик схемаси ишлаб чиқилди, моддий баланси тузилди, ишлаб чиқаришнинг технологик регламенти, йиллик қуввати 15 минг т бўлган ишлаб чиқариш қурилмасини лойиҳалаш учун дастлабки маълумотлар тайёрланди. Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларини қайта ишлаш бўйича амалий тадқиқотлар натижалари бишофит ишлаб чиқариш технологиясини синашга асос бўлиб хизмат қилди, бу эса синов ишлари «Fargonaazot» АЖда тажриба намуналари ишлаб чиқариш билан мувоффақиятли ўтказилди.

8. Бишофит ишлаб чиқаришнинг самарадорлиги бўйича дастлабки техник-иқтисодий ҳисоблар амалга оширилди, бу Караумбет ва Борсакелмас кўллари рапаларидан бишофит ишлаб чиқаришнинг юқори самарадорлигини кўрсатди. Маҳсулот таннарни 737,78 минг сўмни, улгуржи нархи эса 1106,66 минг сўмни ташкил этади. Йилига 15 минг тонна бишофит ишлаб чиқарилганда иқтисодий самарадорлик 5,533 млрд. сўмни ташкил этади ва йилига 8,25 млн. доллар иқтисод қилинади. Ундан ташқари қўшимча маҳсулотлар натрий хлориди, кимёвий чуқтирилган гипс ва мелни сотишдан ҳам иқтисодий самарадорлик олинади ва қўшимча ишчи ўринлари яратилади.

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

ТАШКЕНТСКИЙ ХИМИКО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

ТОЖИЕВ РУСТАМБЕК РАСУЛОВИЧ

**РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ БИШОФИТА
ИЗ РАПЫ ОЗЕР КАРАУМБЕТ И БАРСАКЕЛЬМЕС**

02.00.13 – Технология неорганических веществ и материалов на их основе

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

Ташкент – 2017

Тема диссертации доктора философии (PhD) зарегистрирована в Высшей аттестационной комиссии при Кабинете Министров Республики Узбекистан за номером B2017.2.PhD/T174.

Диссертация выполнена в Ташкентском химико-технологическом институте.

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

Научный руководитель:

Мирзакулов Холтура Чориевич
доктор технических наук, профессор

Официальные оппоненты:

Сейтназаров Атаназар Рейпназарович
доктор технических наук, старший научный сотрудник

Каипбергенов Атабек Тулепбергенович
доктор технических наук

Ведущая организация:

Наманганский инженерно - технологический институт

Защита диссертации состоится «___» _____ 2017 г. в «___» часов на заседании Научного совета 16.07.2013.К/Т.14.01 при Институте общей и неорганической химии и Ташкентском химико-технологическом институте (Адресу: 100170, г. Ташкент, ул. Мирзо Улугбек, 77-а. Тел.: (+99871) 262-56-60; факс: (+99871) 262-79-90; e-mail: ionxanruz@mail.ru).

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

Автореферат диссертации разослан «___» _____ 2017 года.
(реестр протокола рассылки №___ от «___» _____ 2017 года).

Б.С. Закиров

Председатель научного совета по присуждению
ученых степеней, д.х.н.

Д.С. Салиханова

Ученый секретарь научного совета по присуждению
ученых степеней, д.т.н.

С. Тухтаев

Председатель Научного семинара при научном совете
по присуждению ученых степеней, академик

ВВЕДЕНИЕ (аннотация диссертации доктора философии (PhD))

Актуальность и востребованность темы диссертации. В мире главная перспектива развития сельского хозяйства связана с повышением урожайности и качества за счет внедрения новейших технологий обработки почвы и выращивания сельхозкультур, созданием высокоурожайных сортов технических культур и конечно, применением комплексных мер, включающих применение минеральных удобрений, средств защиты растений, дефолиантов и др. препаратов. Поэтому, в последнее время уделяется большое внимание разработке новых, высокоэффективных, безопасных видов дефолиантов для хлопчатника, протравителей семян. Большинство новых дефолиантов и протравителей основано на применении хлората и хлорида магния.

На сегодняшний день в мире особое внимание уделяется разработкам технологии получения чистых солей и оксида магния с вовлечением в производство имеющихся сырьевых источников в виде рассолов, соляных озер, морской воды, природных залежей. В этом аспекте, важной задачей является разработка технологии получения хлористого магния из рапы озер Караумбет и Барсакельмес. Для разработки технологии переработки рапы озер необходимо обосновать для научных решений, в том числе по следующим направлениям: разработка эффективного метода получения насыщенных, очищенных от сопутствующих примесей растворов хлористого магния из рапы, переработка очищенных растворов на хлористый магний, разработка технологии получения бишофита.

За годы независимости в химической промышленности Республики достигнуты высокие результаты по модернизации и диверсификации производств, внедрению инновационных технологий, увеличению объемов и расширению ассортимента экспортоориентированной, конкурентоспособной продукции, в том числе, дефолиантов, протравителей семян. В результате реализации конкретных мер достигнуты высокие результаты научных исследований по развитию технологий производства малотоксичных дефолиантов и обеспечению ими сельского хозяйства. Вместе с этим не уделено достаточного внимания освоению новых месторождений магнийсодержащего сырья и вовлечению их в промышленное производство. В третьем направлении стратегии развития Республики Узбекистан отмечены важные задачи, направленные на опережающие «развитие высокотехнологичных обрабатывающих отраслей, прежде всего по производству готовой продукции с высокой добавленной стоимостью на базе глубокой переработки местных сырьевых ресурсов». В этом отношении освоение новых месторождений магнийсодержащего сырья и вовлечение их в промышленное производство и занимают особое место в обеспечении Республики нужными химическими продуктами.

Данное диссертационное исследование в определенной степени служит выполнению задач, предусмотренных в Указах 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», № УП-4947 от 7 февраля 2017 года «Стратегия действий по пяти приоритетным направлениям Республики Узбекистан в 2017-2021 годах», Постановлением Президента Республики Узбекистан № ПП-3236 от 23 августа 2017 года «О программе развития химической промышленности на 2017-2021 годы», а также 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 в республике VII. «Химические технологии и нанотехнологии».

Степень изученности проблемы. В научно – технической и патентной литературе имеется большой объем научных материалов и способов переработки магнийсодержащих сырьевых источников на бишофит и другие соединения магния. Вопросами переработки хлоридно- сульфатных растворов занимались Курнаков Н.С., Валяшко М.Г., Лепешков И.Н., Бергман А.Г., Здановский А.Б., Денс-Литовский А.И., Хожамамедов А.В., Кульмаксимов А.Х. и др.

Сырьевые ресурсы магния разнообразны, имеют свойственный только им состав, отличный один от другого. Поэтому необходимо для каждого вида сырья проведение отдельных научных и технологических подходов, выбор наиболее подходящих методов переработки. Известные в мировой практике технологии не приемлемы для переработки рапы озер Караумбет и Барсакельмес.

Имеются сведения о запасах рапы озер Караумбет и Барсакельмес, их составах и возможности переработки их на хлористый натрий и бишофит, но совершенно нет данных по технологии переработки, очистке рапы от примесей, получению бишофита.

Связь диссертационного исследования с планами научно-исследовательских работ научно-исследовательского учреждения, где выполнена диссертация. Диссертационное исследование выполнено в рамках прикладного проекта № А-6-274 «Комплексная переработка рапы озера Караумбет Республики Каракалпакстан» на 2006-2008 гг. и инновационного проектов № ИД-2-003 «Опытно – промышленное основание производств хлорида натрия, сульфата натрия, хлорида магния и оксида магния из рапы озер Караумбет и Барсакельмес на 2009-2010 гг.

Целью исследования является разработка приемлемой технологии получения бишофита, используя в качестве обессульфачивающего реагента дистиллерную жидкость – отход УП «Кунградский содовый завод».

Задачи исследования:

изучение химического и солевого состава, физико-химических свойств рапы озер Караумбет и Барсакельмес;

исследование влияния погодных условий региона на процессы летней и зимней садки галита и мирабилита;

исследование процесса выпарки рапы озер Караумбет и Барсакельмес

исследование процесса обессульфачивания рапы озер Караумбет и Барсакельмес;

исследование процесса доочистки обессульфаченных растворов от остаточных количеств сульфатов и кальция;

исследование процессов выпарки очищенных растворов, отделения выпавших осадков;

исследование процесса кристаллизации плава бишофита;

апробация технологии комплексной переработки рапы озер Караумбет и Барсакельмес на хлористый магний в опытно-промышленных условиях;

разработка технологической схемы, составление материального баланса, подготовка технологического регламента, проведение предварительных технико-экономических расчетов.

Объектом исследования являются рапа озер Караумбет и Барсакельмес, дистиллерная жидкость, кальцинированная сода, сульфаты натрия и кальция, галит, бишофит.

Предметом исследования являются технологии очистки рапы озер Караумбет и Барсакельмес от мешающих примесей и комплексной переработки рапы с получением бишофита, галита, химически осажденных гипса и мела.

Методы исследования. Химический, физико-химический, пламенно-фотометрический, рентгенографический, ИК-спектроскопический.

Научная новизна диссертационного исследования заключается в следующем:

впервые разработан способ комплексной переработки рапы озер Караумбет и Барсакельмес на хлористый магний с одновременной утилизацией дистиллерной жидкости – отхода содового производства;

выявлено влияние климатических факторов региона на изменения состава рапы;

выявлено влияние технологических факторов на степень обессульфачивания, реологические свойства и состав рапы;

разработаны технические решения, позволяющие повысить степень очистки обессульфаченной рапы от остаточных количеств сульфатов и кальция;

создана комплексная и эффективная технология переработки рапы озер Караумбет и Барсакельмес на хлористый магний с попутным получением химически осажденного гипса, карбоната кальция, галита.

Практические результаты исследования определяются тем, что открывается возможность вовлечения рапы озер Караумбет и Барсакельмес в производство бишофита в качестве местного сырья;

разработана комплексная технология переработки рапы месторождений Караумбет и Барсакельмес на хлористый магний с одновременным получением гипса, мела и галита;

на УП «Кунградский содовый завод» и АО «Ферганаазот» проведены испытания технологии комплексной переработки рапы озер Караумбет и Барсакельмес на хлористый магний;

освоение технологии получения бишофита из рапы озер Караумбет и Барсакельмес позволит вовлечь в промышленное производство местное сырье, обеспечить потребности страны в импортозамещающей продукции.

Достоверность результатов исследования. Результаты химических и физико-химических методов анализа подтверждены при проведении испытаний в опытно-промышленных условиях.

Научная и практическая значимость результатов исследования. Научная значимость результатов исследований заключается в том, что она заложила основы для вовлечения рапы озер Караумбет и Барсакельмес в производство важного для экономики страны импортозамещающего химического продукта – хлористого магния. Получены сведения по комплексной переработке рапы озер Караумбет и Барсакельмес путем летней садки галита и зимней садки мирабилита.

Практическая значимость исследований позволяет использовать многотоннажные отходы содового производства – дистиллерную жидкость, показана возможность очистки рапы от сульфатов осаждением в виде сульфата кальция и доочистки обессульфаченных растворов кальцинированной содой и хлористым бариумом.

Внедрение результатов исследования. На основе полученных научных данных по разработке технологии комплексной переработки рапы озер Караумбет и Барсакельмес на хлористый магний:

получен патент Агентства по интеллектуальной собственности Республики Узбекистан на «Способ переработки природных рассолов, содержащих хлориды и сульфаты натрия и магния» (№ IAP 04356). В результате появляется возможность получения хлорида магния из растворов, содержащих хлориды и сульфаты натрия и магния путем обработки обессульфаченных дистиллерной жидкостью растворов кальцинированной содой, выпаркой и отделением хлорида натрия;

технология очистки рапы озер Караумбет и Барсакельмес от сульфатов, кальция, натрия, выделения галита и получения кристаллического хлористого магния внедрена на АО «Ферганаазот» (Справка АО «Узкимесаноат» от 01 декабря 2017 года № 01/3-6016/П). В результате этого позволит получить импортозамещающую и экспортоориентированную химическую продукцию, обеспечить химическую промышленность в ценном химическом сырье, экономить валютные средства.

Апробация результатов исследования. Результаты данного исследования были доложены и обсуждены на 2 международных и 10 республиканских научно-практических конференциях.

Опубликованность результатов исследования. По теме диссертации опубликовано 19 научных работ. Из них 6 научных статей, из которых 3 в республиканских и 3 в зарубежных журналах, рекомендованных Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан для публикации основных научных результатов диссертаций, а также получен 1 патент РУз.

Структура и объем диссертации. Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, заключения, списка использованной литературы и

приложения. Объем диссертации включает 120 страниц.

ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обоснована актуальность и востребованность темы диссертации, сформулированы цель и задачи, выявлены объекты и предметы исследования, определено соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологий Республики Узбекистан, изложены научная новизна и практические результаты исследования, раскрыты научная и практическая значимость полученных результатов, приведены сведения о состоянии внедрений результатов исследований в практику, опубликованным работам и структуре диссертации.

В первой главе диссертации **«Современное состояние в области производства и применения бишофита»** дана характеристика сырьевым ресурсам, применению хлористого магния и способам его получения. Рассмотрены системы, обосновывающие получение бишофита из различных растворов и рассолов. На основе детального и глубокого анализа опубликованных материалов сформулированы цель и задачи исследования.

Во второй главе диссертации **«Характеристики исходных, промежуточных и готовых продуктов»** приведены сведения о месторождениях минеральных солей, характеристика рапы озер Караумбет и Барсакельмес, об изменениях состава рапы, происходящих во времени, приведены состав дистиллерной жидкости и методики проведения экспериментов, химических и физико-химических анализов.

В третьей главе **«Очистка рапы озер Караумбет и Барсакельмес от мешающих примесей»** приведены данные о составе и физико-химических свойствах рапы озер Караумбет и Барсакельмес, геолого-минералогические сведения о месторождениях минеральных солей.

Запасы межкристаллической рапы в озере Караумбет в контуре разведанных промышленных запасов составляют 1506,3 тыс. т. Утвержденные запасы озера Караумбет оцениваются в 700 тыс. т MgCl_2 или 295 тыс. т MgO . Рапы озера Караумбет содержит NaCl – 20,3-22,7%, MgCl_2 – 6,2-6,7% и MgSO_4 – 5,2-8,3%.

Рапа озера Барсакельмес представлена в основном хлоридами натрия, магния и сульфатом магния, содержание которых составляет: NaCl – 26,3-29,0%, MgCl_2 – 2,3-5,0% и MgSO_4 – 1,8-3,5%. Запасы солей магния в рапе озера Барсакельмес оцениваются в количестве 2470 тыс. т MgCl_2 или 1040 тыс. т MgO . Плотность рапы озера Барсакельмес изменяется от 1,190 г/см³ до 1,220 г/см³, pH составляет 6,4-7,0, вязкость 2,04-2,77 сПз при 20 °С. Температура кипения растворов изменяется от 103 до 106°С.

Рапа озера Караумбет имеет более высокое содержание магния и сульфат – ионов. Содержание магния в рапе озера Караумбет в 2-3 раза выше и составляет от 4,55 до 6,27 % в пересчете на MgO . Физические характеристики рапы озера Караумбет незначительно отличаются от рапы озера Барсакельмес и составляют: pH 6,3-6,8, плотность 1,24-1,29 г/см³,

вязкость 3,07-4,87 сПз. Температура кипения 104-106 °С.

Исследования по естественному испарению рапы проводили в опытных условиях на открытой площадке, вблизи озера Караумбет. Продолжительность наблюдений составляла 80 суток. Для этого в металлическую емкость была залита рапа озера Караумбет в объеме 0,424 м³ и Барсакельмес в объеме 0,546 м³. Для исследований использовали рапу озера Караумбет состава (масс. %): Na₂O - 11,98; CaO - 0,11; MgO - 4,59; Cl⁻ - 16,90; н.о. - 0,23; SO₄²⁻ - 3,46; MgCl₂ - 6,88; NaCl - 22,65; MgSO₄ - 5,31; н.о. - 0,23 и рапу озера Барсакельмес состава (масс. %): Na₂O - 14,38; MgO - 1,59; CaO - 0,045; Cl⁻ - 17,90; SO₄²⁻ - 1,90; MgCl₂ - 3,80; NaCl - 24,82; Na₂SO₄ - 2,81; pH - 6,6; ρ - 1,200 г/см³; η - 2,74 сПа.

За период наблюдений уровень рапы озера Караумбет снизился с 31,60 см до 10,30 см, объем уменьшился на 0,2902 м³, концентрация MgCl₂ повысилась с 6,88 % до 17,41 %. Плотность рапы повысилась с 1,222 г/см³ до 1,288 г/см³. За это же время объем рапы озера Барсакельмес уменьшился с 0,5646 м³ до 0,2561 м³, высота слоя рапы снизилась с 40,33 см до 18,29 см, концентрация MgCl₂ повысилась с 3,80% до 17,33%, выделено в осадок 24,98% NaCl.

Для моделирования процесса осаждения Na₂SO₄ при низких температурах и установления оптимальных параметров процесса изучено выделение Na₂SO₄·10 H₂O из растворов, после осаждения NaCl в летних условиях.

При охлаждении рапы озера Караумбет с 30°C до -10°C раствор обедняется ионами натрия и сульфат - ионами и обогащается ионами магния и хлора. Содержание Na₂SO₄ уменьшается с 7,11% до 0,53%, NaCl с 3,94% до 1,61%, а MgCl₂ - увеличивается с 19,69% до 23,31%. В осадке присутствует, в основном, Na₂SO₄·10H₂O с примесями NaCl и MgSO₄.

В таблице 1 приведены данные состава жидкой фазы, образующейся при охлаждении рапы озера Барсакельмес, которые свидетельствуют, что при охлаждении рапы до температуры минус 5 -10°C можно снизить содержание Na₂SO₄ в рапе до 0,13-0,53%, содержание хлорида натрия составляет 26,20-26,43%, хлорида магния 4,01-4,05%. Выход сульфата натрия составляет 81,14-95,37% от массы исходного раствора при температурах -5 ÷ -10°C.

Полученные данные свидетельствуют, что путем естественного испарения рапы озер Караумбет и Барсакельмес и садки хлорида натрия можно повысить содержание хлорида магния в рапе с 3,80-6,88% до 17%, а при последующей зимней садке полученных рассолов, выделить глауберит, тем самым снизить содержание сульфата натрия до 0,53% и, соответственно, повысить содержание хлорида магния до 23%.

Процессы естественного испарения рапы и зимней садки мирабилита очень длительные. Поэтому исследовали возможность концентрирования рапы озер в промышленных условиях.

Таблица 1

**Химический состав жидкой фазы, образующейся при охлаждении
рапы озера Барсакельмес**

Темпера- тура, °С	Химический состав, масс. %				Солевой состав, масс.%			Выход Na ₂ SO ₄ , %
	Na ⁺	Mg ²⁺	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻	MgCl ₂	NaCl	Na ₂ SO ₄	
30,0	10,67	0,96	17,90	1,90	3,80	24,82	2,81	0,00
25,0	10,67	0,96	17,90	1,90	3,80	24,82	2,81	0,00
20,0	10,67	0,96	17,90	1,90	3,80	24,82	2,81	0,00
15,0	10,67	0,96	17,90	1,90	3,80	24,82	2,81	0,00
10,0	10,67	0,96	17,90	1,90	3,80	24,82	2,81	0,00
5,0	10,65	0,96	17,97	1,78	3,82	24,94	2,63	6,41
2,5	10,64	0,97	18,05	1,66	3,83	25,04	2,45	12,81
0,0	10,61	0,97	18,17	1,45	3,86	25,23	2,14	23,84
-2,5	10,52	1,00	18,64	0,72	3,96	25,88	1,07	61,92
-5,0	10,47	1,01	18,87	0,36	4,01	26,20	0,53	81,14
-7,5	10,45	1,02	19,00	0,18	4,03	26,36	0,27	90,39
-10,0	10,44	1,02	19,06	0,09	4,05	26,43	0,13	95,37

Выпарку рапы осуществляли при температуре 90° С под незначительным разряжением (40 мм рт. ст.) и постоянном перемешивании. По достижении заданного значения плотности рапу охлаждали до температуры 40 и 20°С, жидкую и твердую фазы разделяли фильтрованием. При концентрировании рапы озера Караумбет с исходной плотностью 1,240 г/см³ до плотности суспензии 1,550 г/см³ и охлаждении до 40° С содержание хлорида магния в жидкой фазе повышается с 7,20% до 28,24%. При этом содержание ионов натрия снижается с 8,01% до 0,91%, SO₄²⁻ с 6,66% до 5,63%.

При температуре охлаждения 20°С эти показатели составляют, соответственно, для хлорида магния 7,20-28,98%, для ионов натрия 8,01-0,96%, для SO₄²⁻ 6,66 – 5,72 % и для соотношения Na:Mg 2,45-0,14.

Химический анализ твердых фаз, выделенных из упаренной рапы озера Караумбет при плотности 1,51-1,55 г/см³, свидетельствует о преимущественном содержании хлорида натрия и бишофита, при наличии незначительных количеств кристаллогидратов сульфата натрия.

Содержание сульфатов в твердой фазе, по мере концентрирование рапы, повышается с 0,28-0,36% при плотности упаренной пульпы 1,360 г/см³ до 2,67-3,54% при плотности 1,550 г/см³.

В таблице 2 приведены данные изменения состава жидкой и твердой фаз рапы озера Барсакельмес.

Плотность жидкой фазы от глубины выпарки изменяли от 1,245 до 1,295 г/см³, что соответствует плотности пульпы от 1,245 до 1,340-1,345 г/см³. Содержание хлорида магния повышается с 10,9% до 16,8%, ионов натрия снижается с 8,90% до 3,38%, SO₄²⁻ - повышается с 4,21% до 7,69% и отношение Na:Mg снижается с 3, 21 до 0,79.

Таблица 2

Влияние процесса концентрирования на состав маточных растворов и солевого осадка рапы озера Барсакельмес при температуре охлаждения 40°C

№ п/п	$\rho_{ж.ф.}, \text{ г/см}^3$	Состав жидкой фазы, масс. %					Na:Mg	Состав твердой фазы, масс. %		
		Na ⁺	Mg ⁺²	Cl ⁻	SO ₄ ⁻²	MgCl ₂		Na ⁺	Mg ⁺²	Cl ⁻
1	1,245	8,90	2,77	16,9	4,21	10,9	3,21	38,93	0,13	60,83
2	1,246	6,40	2,97	12,9	4,66	11,6	2,16	42,56	0,15	57,30
3	1,276	6,20	2,97	15,9	4,68	11,6	2,09	43,41	0,11	55,20
4	1,290	5,01	3,72	13,9	6,01	14,6	1,35	43,60	0,15	54,90
5	1,295	4,44	4,46	15,8	7,58	17,5	1,00	43,30	0,18	54,90
6	1,288	3,38	4,29	15,7	7,69	16,8	0,79	38,93	0,13	57,30

Твердая фаза, выделенная из упаренной рапы пробы озера Барсакельмес при охлаждении до 40°C, соответствует практически чистому хлориду натрия. Хлорид магния присутствует в виде окклюзированной жидкости в составе хлорида натрия. Его содержание не превышает 0,18%. Сульфат ионы полностью отсутствуют.

В таблице 3 представлены результаты концентрирования рапы озера Барсакельмес в две ступени. На первой стадии выпарку исходной рапы осуществляли до плотности суспензии 1,38 и 1,40 г/см³, на второй стадии жидкую фазу с I ступени, после отделения осадка, упаривали до плотности 1,34-1,35 г/см³.

Полученные результаты свидетельствуют, что при упаривании рапы до плотности 1,34-1,35 г/см³ в осадке присутствует только хлорид натрия. При дальнейшей выпарке пульпы до плотности 1,38-1,40 г/см³ в осадок выпадают и сульфаты. После отделения хлорида натрия и выпарки фильтрата на второй ступени выпарки до плотности рапы 1,34-1,35 г/см³ в осадок выпадает только хлорид натрия.

Для получения чистого хлорида натрия и более концентрированных растворов хлорида магния (19-19,5%) рапу необходимо выпаривать в две ступени. На первой стадии выпаривать до плотности пульпы 1,345-1,350 г/см³ с отделением хлорида натрия. Полученный маточный раствор с плотностью 1,29-1,30 г/см³ на второй стадии выпаривать также до плотности пульпы 1,345-1,350 г/см³. При этом в осадок выпадает практически чистый хлорид натрия с содержанием более 98 %.

Присутствие в составе рапы сульфат ионов препятствует прямому использованию ее для выделения хлорида магния. Поэтому, одним из путей использования рапы для получения бишофита является избавление от сульфат ионов. Исследования по обессульфачиванию рапы озер Караумбет и Барсакельмес проводили дистиллерной жидкостью. Норму дистиллерной жидкости рассчитывали исходя из соотношения SO₄⁻²:Ca⁺².

Таблица 3.

**Влияние процесса выпарки на состав маточных растворов и
солевого осадка рапы озера Барсакельмес.**

№	$\rho_{\text{сусп.,}}$	$\rho_{\text{ж.ф.,}}$	Состав жидкой фазы, масс. %					Состав твердой фазы, масс. %			
	г/см ³	г/см ³	Na ⁺	Mg ⁺²	Cl ⁻	SO ₄ ⁻²	MgCl ₂	Na ⁺	Mg ⁺²	Cl ⁻	SO ₄ ⁻²
I степень выпарки											
1	1,245	1,245	8,90	4,60	16,90	4,21	10,62	-	сл.	-	-
2	1,345	1,295	6,01	5,24	14,60	6,21	14,95	38,46	сл.	49,72	сл.
3	1,380	1,270	5,55	6,41	14,97	7,10	15,13	40,17	сл.	50,33	0,94
4	1,400	1,300	4,12	8,53	15,40	7,15	20,14	42,21	сл.	49,05	1,72
II степень выпарки											
5	1,340	1,296	3,90	8,27	16,12	6,87	19,54	39,35	сл.	48,92	сл.
6	1,350	1,297	3,68	8,18	14,73	7,33	19,35	37,10	сл.	50,63	сл.

В таблице 4 приведены результаты исследования влияния продолжительности процесса и температуры на состав и степень обессульфачивания рапы озера Караумбет при норме СаО дистиллерной жидкости 100 %.

С увеличением продолжительности процесса от 5 до 20 минут при температуре 20 °С степень обессульфачивания заметно повышается. Через 5 мин она составляет 58,37%, а через 20 мин. достигает 88,59 % и через 30 мин. составляет 89,80%. Дальнейшее увеличение продолжительности процесса до 180 минут не приводит к существенному увеличению степени обессульфачивания.

С увеличением температуры степень обессульфачивания незначительно снижается. При температуре 20, 40 и 60°С степень обессульфачивания рапы составляет через 5 мин. – 58,9; 54,93 и 50,88 %, через 30 мин. – 89,80; 84,50 и 78,27 % и через 60 мин. – 90,33; 85,40 и 79,21 %, соответственно.

Результаты исследований влияния нормы ионов кальция и температуры на процесс обессульфачивания рапы озера Караумбет, на ионный и солевой состав жидкой фазы, степень обессульфачивания показывают, что с увеличением нормы дистиллерной жидкости от 75 % до 100 % степень обессульфачивания повышается на 39,9 %, а с дальнейшим увеличением нормы от 100 до 150 % степень обессульфачивания возрастает всего лишь на 5,76 %. Кроме того, увеличение нормы дистиллерной жидкости более 100 % приводит к заметному увеличению содержания ионов кальция в жидкой фазе рапы, т.е. увеличивается содержание хлорида кальция.

Такая же закономерность изменения степени обессульфачивания и содержания ионов Са²⁺ в зависимости от нормы дистиллерной жидкости и температуры сохраняется в результатах экспериментов с рапой озера Барсакельмес.

Таблица 4

Влияние продолжительности процесса и температуры на состав и степень обессульфачивания рапы озера Караумбет при норме дистиллерной жидкости 100 %.

Время, мин	Ионный состав ж.ф., масс. %					Солевой состав ж.ф., масс. %				$\gamma_{\text{SO}_4^{2-}}$, %
	Na ⁺	Mg ²⁺	Ca ²⁺	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻	MgCl ₂	NaCl	CaCl ₂	MgSO ₄	
Температура обессульфачивания 20°С										
5	5,67	2,33	0,40	15,24	0,96	8,27	14,43	1,12	1,20	58,37
10	5,72	2,35	0,22	15,36	0,52	8,79	14,55	0,60	0,65	77,85
15	5,74	2,36	0,14	15,41	0,34	8,99	14,60	0,40	0,42	85,49
20	5,75	2,36	0,11	15,43	0,27	9,08	14,62	0,32	0,33	88,59
30	5,75	2,36	0,10	15,44	0,24	9,11	14,62	0,28	0,30	89,80
60	5,75	2,36	0,10	15,44	0,23	9,13	14,63	0,27	0,28	90,33
180	5,75	2,36	0,09	15,45	0,22	9,14	14,63	0,26	0,27	90,81
Температура обессульфачивания 40°С										
5	5,67	2,33	0,44	15,22	1,04	8,18	14,41	1,21	1,30	54,93
10	5,71	2,35	0,25	15,34	0,60	8,69	14,53	0,71	0,76	74,07
15	5,73	2,35	0,19	15,38	0,46	8,85	14,56	0,54	0,58	80,27
20	5,73	2,35	0,17	15,40	0,40	8,93	14,58	0,46	0,49	83,08
30	5,74	2,36	0,15	15,41	0,36	8,97	14,59	0,43	0,45	84,50
60	5,74	2,36	0,14	15,41	0,34	8,99	14,60	0,40	0,43	85,40
180	5,74	2,36	0,14	15,42	0,33	9,01	14,60	0,38	0,41	86,07
Температура обессульфачивания 60°С										
5	5,66	2,32	0,47	15,19	1,13	8,08	14,39	1,32	1,42	50,88
10	5,68	2,33	0,37	15,26	0,87	8,38	14,46	1,02	1,09	62,36
15	5,70	2,34	0,29	15,32	0,69	8,59	14,50	0,80	0,86	70,45
20	5,71	2,35	0,25	15,34	0,60	8,70	14,53	0,69	0,74	74,46
30	5,72	2,35	0,21	15,37	0,51	8,80	14,55	0,59	0,63	78,27
60	5,72	2,35	0,20	15,37	0,49	8,83	14,56	0,57	0,61	79,21
180	5,72	2,35	0,20	15,38	0,47	8,84	14,56	0,55	0,59	79,79

С повышением нормы дистиллерной жидкости от 75 % до 110 % степень обессульфачивания увеличивается и имеет прямолинейную зависимость до нормы 100 % (рис. 1, а). Повышение температуры процесса с 20°С до 60°С приводит к снижению степени обессульфачивания. Так, при норме дистиллерной жидкости 100 – 110% степень обессульфачивания составляет для рапы озера Барсакельмес при 20°С 89,80–92,50%, при 40°С 83,14-85,64% и при 60°С 65,23-72,47%, что объясняется увеличением растворимости сульфата кальция. При этом относительное содержание кальция в рапе снижается до нормы дистиллерной жидкости 100%, а затем повышается (рис. 1, б). Оптимальными условиями процесса обессульфачивания рапы озер Караумбет и Барсакельмес являются температура 20-30°С, норма дистиллерной жидкости 100-105 %,

продолжительности процесса 30 минут. При этом содержание сульфат ионов в обессульфаченной рапе составляет 0,29-0,85 %, а кальция 0,12-0,15 %.

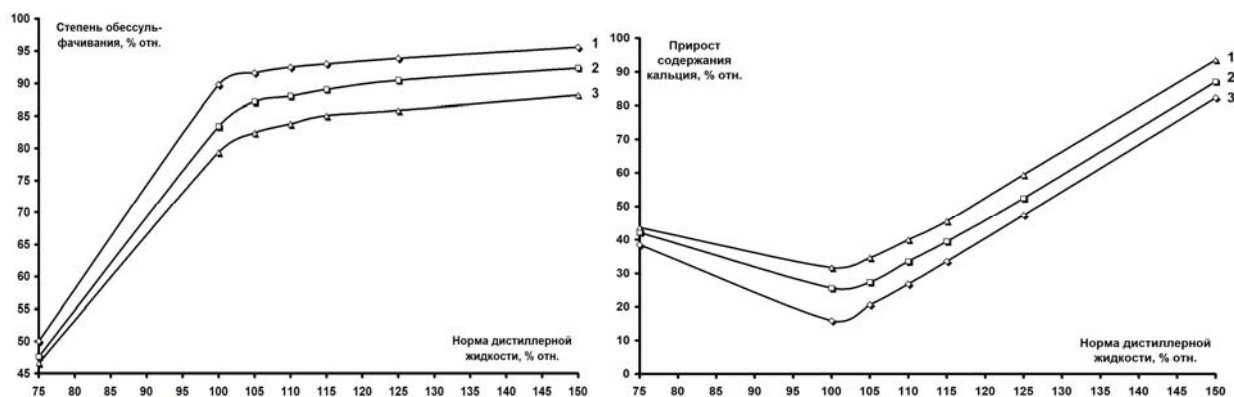


Рис. 1. Влияние нормы дистиллерной жидкости и температуры на степень обессульфачивания (а) и относительное содержание кальция (б) в рапе при температуре: 1 – 20°C, 2 – 40°C, 3 – 60°C

При обессульфачивании рапы озер Караумбет и Барсакельмес 90-95% сульфатов выпадает в осадок в виде дигидрата сульфата кальция. Для отделения осадка были проведены исследования по изучению степени и скорости осветления, скорости фильтрации, образующейся суспензии при обессульфачивании рапы растворами дистиллерной жидкости и доочистке растворов хлористым бариумом и кальцинированной содой.

С увеличением продолжительности процесса отстаивания степень осветления замедляется, а с повышением температуры заметно увеличивается. Так через 10 минут степень осветления составляет 59,17 %, а через 30 минут она достигает 92,88 %, т.е за 20 минут она повышается на 33,71 %. В то же время, повышение температуры с 20 до 60°C способствует увеличению степени осветления суспензии через 10 минут с 59,17 % до 89,22 %. Увеличение продолжительности процесса отстаивания с 10 до 30 минут приводит к снижению скорости осветления с 0,62 м/час до 0,09 м/час, а повышение температуры увеличивает скорость с 0,62 м/час до 1,44 м/час. Это объясняется снижением вязкости растворов с повышением температуры. Скорость фильтрации осадка дигидрата сульфата кальция по осадку составляет 781 кг/м².ч, по пульпе – 2733,5 кг/м².ч. С увеличением высоты осадка скорость фильтрации заметно снижается как по осадку, так и по пульпе.

Увеличение продолжительности процесса обессульфачивания рапы дистиллерной жидкостью с 5 до 180 минут приводит к снижению плотности жидкой фазы с 1,206 г/см³ до 1,193 г/см³ при 20°C. При повышении температуры стадии обессульфачивания с 20 до 40 и 60°C плотность жидкой фазы практически не изменяется и составляет 1,195-1,197 г/см³ при продолжительности обессульфачивания 30 и более минут. С повышением температуры плотность растворов снижается незначительно. Вязкость

растворов с увеличением продолжительности процесса и повышением температуры обессульфачивания также снижается.

В результате обессульфачивания рапы озера Караумбет дистиллерной жидкостью в полученном растворе повышается содержание ионов кальция, который будет загрязнять хлористый натрий и магний. Для удаления остаточных ионов кальция использовали карбонат натрия, норму которого варьировали от 75 % до 125 % от стехиометрии на образование карбоната кальция.

С увеличением нормы карбоната натрия от 75 до 105% содержание хлорида кальция в жидкой фазе заметно уменьшается с 0,87 до 0,67%. Дальнейшее повышение нормы карбоната натрия до 125% не приводит к существенному снижению содержания хлорида кальция в жидкой фазе. Содержания остальных компонентов - хлоридов магния, натрия и сульфата магния также изменяются незначительно и находятся в следующих пределах, (масс. %): 9,106-9,151; 15,223- 15,665 и 0,228, соответственно.

Осаждение остаточного количества ионов SO_4^{2-} проводили 10% раствором хлорида бария при температуре 25 °С, норме хлорида бария 70-105 % и продолжительности процесса 30 минут.

С увеличением нормы хлорида бария с 70 до 100 % наблюдается пропорциональное повышение степени обессульфачивания рапы. При достижении нормы хлорида бария 100 % процесс обессульфачивания завершается. При этом степень обессульфачивания достигнет 99,50 % и остаточное содержание SO_4 в рапе не превышает 0,001 %.

Для дальнейших исследований норму хлорида бария выбрали 95 - 98 %, чтобы не вносить дополнительные примеси в виде хлорида бария. При этом степень осаждения ионов SO_4^{2-} достигает 96,25 - 98,63 % и остаточное содержание SO_4^{2-} ионов в растворе составляет 0,0036-0,0086%, что удовлетворяет требованиям, предъявляемым к бишофиту.

В четвертой главе «Исследование процесса переработки рапы озер **Караумбет и Барсакельмес**» приводятся данные исследований по переработке очищенной рапы на хлористый магний.

В связи с высоким содержанием хлорида натрия в очищенной от сульфатов и кальция рапе выпарку осуществляли в две ступени, с промежуточным отделением осадка хлорида натрия, при температуре 100 °С и разрежении 40 мм рт. ст.

Увеличение количества выпаренной воды до 45,6 % приводит к снижению Ж:Т до 3,86 и при этом концентрация хлорида магния в растворе повышается до 24,01 %, а содержание хлорида натрия снижается до 8,01 % за счет выпадения его в осадок, что объясняется различной растворимостью хлоридов натрия и магния. Концентрация хлорида кальция снижается с 0,67 % до 0,32 %, а сульфата магния с 0,23 % до 0,11 %. Плотность жидкой фазы повышается с 1,250 г/см³ до 1,422 г/см³.

Фильтрат после первой ступени выпарки и отделения хлорида натрия упаривали до удаления 52% воды. Данные влияние первой и второй ступеней выпарки на концентрирование рапы приведены в таблице 5.

При испарении воды в количестве 52,0-55,2 % на второй ступени выпарки и после отделения хлорида натрия концентрация хлорида магния достигает 43,10-46,92 %, что соответствует товарному бишофиту с содержанием 91,94 - 97,06 % гексагидрата хлорида магния. По содержанию примесей бишофит соответствует ГОСТ 7759-73. Содержание хлорида натрия не превышает 0,09 - 0,25 %. При этом концентрация хлорида кальция снижается до 0,05 – 0,03 %, сульфата магния до 0,03 %, Ж:Т достигает значений 4,84 – 5,69.

Таблица 5.

Влияние процесса выпарки на состав жидкой фазы после первой и второй ступеней выпарки

Ступень выпарки	Испаряемая вода, %	Состав жидкой фазы, масс. %				Ж:Т
		MgCl ₂	NaCl	CaCl ₂	MgSO ₄	
I	0	9,12	15,49	0,67	0,23	1,250
	30	12,21	18,52	0,59	0,21	1,271
	31,5	13,18	17,67	0,55	0,20	1,279
	32,6	13,90	17,08	0,51	0,20	1,286
	33,5	14,54	16,54	0,49	0,19	1,292
	35,9	16,08	15,11	0,46	0,18	1,308
	38,7	18,06	13,65	0,41	0,15	1,332
	40,0	19,18	12,58	0,40	0,14	1,347
	42,5	21,04	10,62	0,36	0,12	1,373
II	45,6	24,01	8,01	0,32	0,11	1,422
	0	24,01	8,01	0,32	0,11	–
	19,2	25,53	7,42	0,29	0,10	28,97
	38,4	32,14	3,67	0,21	0,08	11,41
	42,1	34,26	2,61	0,18	0,07	8,91
	45,9	37,28	1,55	0,14	0,06	7,39
	49,0	40,05	0,90	0,10	0,05	6,45
	52,0	43,10	0,25	0,05	0,04	5,69
	55,2	46,15	0,11	0,03	0,04	4,87
	56,9	46,92	0,09	0,03	0,03	4,84

Исследования процесса фильтрации пульп, образующихся при выпарке растворов хлоридов натрия и магния, показали высокую скорость фильтрации при остаточном давлении 84 кПа и площади фильтра $63,59 \cdot 10^{-4}$ м² (табл. 6).

Таблица 6

Показатели фильтрации осадка NaCl на первой и второй стадиях выпарки

Степень выпарки	Ж:Т	Высота осадка, мм	Фильтруемость ($\Phi \cdot 10^{-5}$), м ⁴ /Н·ч	Скорость фильтрации, кг/м ² ·ч		
				по пульпе	по осадку	по фильтрату
I	3,5:1	21,7	0,851	11474	3828	7646
		14,6	0,651	13064	4356	8708
		7,3	0,352	14152	4716	9436
	4,0:1	15,8	1,021	16877	4219	12658
		10,6	0,766	19952	4990	14962
		5,3	0,384	21233	5310	15923
	4,5:1	12,9	1,111	21096	4248	16848
		8,7	0,862	24264	4860	19404
		4,3	0,497	27507	5663	22644
	5,0:1	10,1	0,259	7232	3811	5425
		6,8	0,205	8492	2124	6368
		3,5	0,117	9436	2358	7078
	II	8,1	0,287	9374	1876	7499
		5,5	0,235	11322	2264	9058
		2,8	0,128	12132	2426	9706
		7,5	0,320	13255	2074	9432
		5,1	0,268	14155	2552	11603
		2,6	0,164	16985	3064	13921

На основании проведенных лабораторных исследований разработана технологическая схема комплексной переработки рапы озер Караумбет и Барсакельмес на хлористый магний с попутным получением химически осажденного гипса, мела и хлористого натрия (рис. 2).

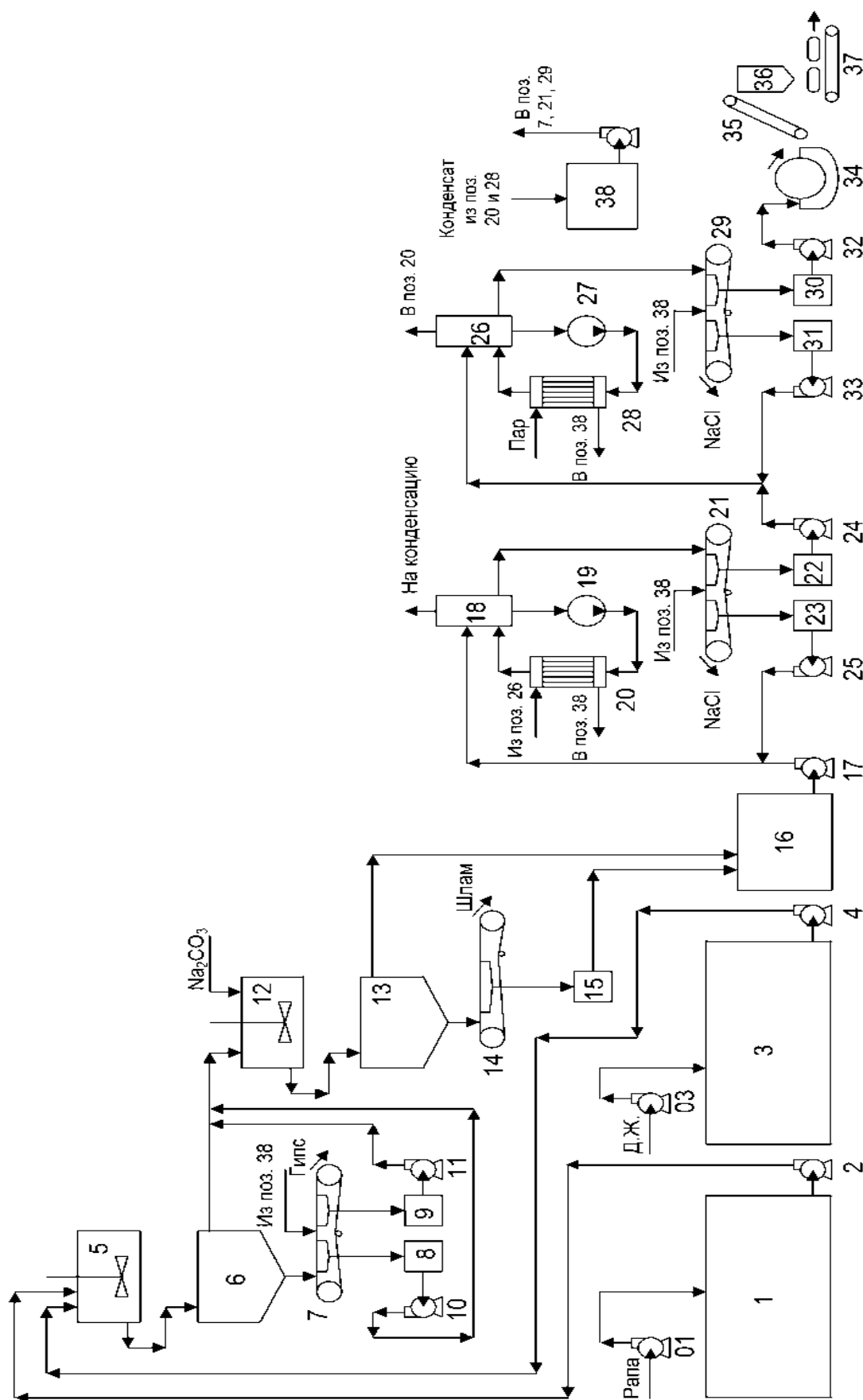


Рис. 2. Принципиальная технологическая схема производства бишофита.

Разработана блок-схема комплексной переработки рапы озер Караумбет и Барсакельмес, составлены схемы материальных потоков, материальный баланс, установлены нормы технологического режима, проведены предварительные технико-экономические расчеты эффективности производства бишофита из рапы озер Караумбет и Барсакельмес. Подготовлены регламент и исходные данные для проектирования.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

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

1. Изучением химического состава рапы озер Караумбет и Барсакельмес, а также некоторых их физических свойств. Выявлено существенное отличие в солесодержании, которое в рапе озера Караумбет в 1,2 раза выше, чем в рапе озера Барсакельмес. При значительном отличии солевых составов растворов их физические свойства отличаются незначительно.

Плотность рапы озера Барсакельмес изменяется от 1,190 до 1,221, а озера Караумбет от 1,240 до 1,290 г/см³, вязкость от 1,40 до 1,187 для рапы озера Барсакельмес и от 3,07 до 4,87 сПз для рапы Караумбет, pH изменяется от 6,3 до 7,0:

2. Впервые на основе анализа систем NaCl-H₂O, Na₂SO₄-H₂O и четверной взаимной водной системы 2Na⁺,Mg²⁺//2Cl⁻,SO₄-H₂O теоретически обоснованы процессы летней садки галита и зимней садки мирабилита. Полученные экспериментальные, научные данные позволяют обосновывать и прогнозировать условия протекания процессов концентрирования рапы озер в естественных климатических условиях региона. Показано, что путем естественного испарения рапы озера Караумбет можно выделить до 22 % хлористого натрия и при этом содержание окиси магния повышается с 4,59 % до 9,45 %, сульфатов с 3,46 % до 4,25 %. Содержания окиси кальция снижается с 0,11 до 0,08 %. Состав рапы озера Барсакельмес также обогащается и содержание хлористого магния достигает 17,33 %, сульфата натрия 8,72 %. Зимняя садка позволяет выделить из рапы мирабилит и тем самым снизить содержание сульфата натрия до 0,13-0,53 % и повысить содержание хлористого магния с 19,69 до 23,31 %.

3. Исследованы процессы концентрирования рапы озер Караумбет и Барсакельмес в производственных условиях и показано, что процесс выпарки рапы целесообразно вести в две ступени. На первой стадии рапу упаривать до плотности 1,34-1,35 г/см³, на второй стадии жидкую фазу, после отделения хлористого натрия, упаривать также до плотности 1,34-1,35. При этом концентрация хлористого натрия после первой стадии выпарки составляет 15-16 %, а после второй – 19-19,5 %.

4. Изучен процесс обессульфачивания рапы озер Караумбет и Барсакельмес с использованием отхода содового завода – дистиллерной

жидкости. Установлены оптимальные нормы технологического процесса: норма дистиллерной жидкости – 100-102 %, температура процесса – 20-30° С, продолжительность – 20-30 минут. При этом степень обессульфачивания рапы и остаточное содержание ионов кальция в жидкой фазе составляет, соответственно, 88-91 % и 0,14-0,21 %.

Образующаяся суспензия достаточно хорошо разделяется (скорость осаждения составляет 0,5-0,9 м/час). Через 30 минут степень осветления суспензии достигает 92,88%. Скорость фильтрации осадка дигидрата сульфата кальция по сгущенному осадку составляет 781 кг/м²·ч.

5. Исследованы процессы доочистки частично обессульфаченной рапы озер Караумбет и Барсакелмес от остаточных количеств сульфатов и кальция хлоридом бария и карбонатом натрия. Установлены предельные соотношения реагентов участвующих в процессах. Показано, что оптимальной нормой карбоната натрия является 100-105%. При этом степень осаждения ионов кальция составляет 59,4-60,5%. Оптимальной нормой хлорида бария является 95-98%. При этом остаточное количество сульфатов в рапе не превышает 0,001%.

6. Изучением процесса выпарки предварительно очищенных растворов хлоридов магния и натрия показана возможность получения плава с содержанием 43,10-46,92 % хлористого магния. Для этого выпарку целесообразно осуществить в две ступени. На первой ступени удалить до 45,6 % воды и получить раствор, содержащий до 24,01 % хлорида магния и до 8,01 % хлорида натрия. Плотность жидкой фазы при этом повышается с 1,250 г/см³ до 1,422 г/см³. На второй стадии фильтрат после первой ступени выпарки и отделения хлористого натрия упаривать до испарения 55,2 % воды от оставшегося количества. Полученный плав содержит 0,09-0,25 % хлористого натрия, 0,03-0,05 % хлорида кальция, до 0,03% сульфата магния. Осадок хлористого натрия хорошо фильтруется. Скорость фильтрации по осадку составляет 3823-5663 кг/м²·ч на первой ступени и 1807-3064 кг/м²·ч на второй ступени в зависимости от Ж:Т и высоты слоя осадка на фильтре.

7. На основании результатов лабораторных экспериментов, опытных работ на модельных установках разработана технологическая схема, составлен материальный баланс производства бишофита, подготовлены технологический регламент и исходные данные для проектирования установки мощностью 15 тыс. т в год.

Результаты прикладных исследований по переработке рапы озер Караумбет и Барсакелмес легли в основу испытаний технологии получения бишофита, которая успешно прошла апробацию на АО «Fargonaazot» с выпуском опытных партий.

8. Проведены предварительные технико-экономические расчеты эффективности производства бишофита из рапы озер Караумбет и Барсакельмес. Себестоимость продукции составляет 737,78 тыс. сум. Оптовая цена при этом составляет 1106,66 тыс. сум. При выпуске и

реализации 15 тысяч тонн бишофита экономический эффект составит 5,533 млрд. сум и будет сэкономлено 8,25 млн. долларов США. Кроме того, при реализации дополнительно полученных хлорида натрия, химически осажденных гипса и мела также имеется экономический эффект и создаются дополнительные рабочие места.

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

TASHKENT CHEMICAL TECHNOLOGICAL INSTITUTE

TOJIEV RUSTAMBEK RASULOVICH

**WORKING OUT OF TECHNOLOGY OF RECEPTION BISCHOFIT
FROM LAKES KARAUMBET AND BARSEKELMES**

02.00.13 – Technology of inorganic substances and materials on their basis

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

Tashkent – 2017

The theme of dissertation doctor of philosophy (PhD) was registered at the Supreme Attestation Commission at the Cabinet of Ministers of the Republic of Uzbekistan under number B2017.2.PhD/T174.

Dissertation was carried out at Tashkent Chemical Technological Institute and the Fergana Polytechnical Institute.

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

Research supervisors:

Mirzakulov Kholtura Chorievich
doctor of technical sciences, professor

Official opponents:

Seitnazarov Atanazar Reipnazarovich
doctor of technical science, senior scientific researcher

Kaipbergenov Atabek Tulepbergenovich
doctor of technical science

Leading organization:

Namangan engineering technological institute

The defense will take place “____” _____ 2017 at ____ o'clock at the meeting of scientific council No. DSc.27.06.2017.K/T.35.01 at General and Inorganic Chemistry, Tashkent Chemical Technological Institute, (Address: 100170, Tashkent city, Mirzo Ulug'bek district, Mirzo Ulug'bek street, 77-a. Tel./fax: (+99871) 262-56-60, (+99871) 262-79-90, e-mail: ionxanruz@mail.ru).

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

Abstract of dissertation sent out on “____” _____ 2017 y.
(mailing report No. ____ on “____” _____ 2017 y.).

B.S. Zakirov

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

D.S. Salikhanova

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

S. Tukhtaev

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

INTRODUCTION (abstract of PhD thesis)

The aim of the research work is the physical and chemical substantiation and working out of comprehensible technology of complex processing leach deposits Karaumbet and Barsakelmes to bischofit with reception myrabilit, plaster, a chalk and halite, using in quality desulfonation reagent distiller liquids - withdrawal UE «Kungrad soda factory».

The object of the research are leachs of likes Karaumbet and Barsakelmes, distiller liquid, soda ash, sodium and calcium sulphates, halite, bischofit.

The scientific novelty of dissertational research consists in the following:

for the first time, scientifically grounded data on the complex processing of the brine of Karaumbet and Barsakelmes lakes for magnesium chloride with simultaneous utilization of the distillation liquid - waste of soda production;

the influence of climatic factors of the region and evaporation on changes in wound composition;

the patterns of influence of technological factors on the degree of desulfuration, the rheological properties and composition of brine;

the technical solutions allowing to increase the degree of purification of desulfurized brine from residual amounts of sulphates and calcium;

developed a comprehensive and effective technology for processing the brine of Karaumbet and Barsakelmes lakes for magnesium chloride with the associated production of gypsum, calcium carbonate, halite.

Implementation of the research results. On the basis of the received scientific data on working out of technology of complex processing leach of likes Karaumbet and Barsakelmes to magnesium chloride:

patent of the Agency for Intellectual Property of the Republic of Uzbekistan on «Method for processing natural brines containing sodium and magnesium chlorides and sulphates» (No. IAP 04356). As a result, it becomes possible to obtain magnesium chloride from solutions containing sodium and magnesium chlorides and sulphates by treatment of solutions desalted with a distilled liquor by calcined soda, by evaporation and separation of sodium chloride;

the technology of clearing the leach of the Karambet and Barsakelmes lakes from sulphates, calcium, sodium, the separation of halite and the production of crystalline magnesium chloride has been tested with introduction on JSC «Ferganaazot» (The reference of Uzkimyosanoat from December 01, 2017 № 01/3-6016/II). As a result, this will make it possible to obtain import-substituting and export-oriented chemical products, will allow to provide the chemical industry with valuable chemical raw materials, save currency funds.

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 120 pages.

ЭЪЛОН ҚИЛИНГАН ИШЛАРИ РЎЙХАТИ
СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ
LIST OF PUBLISHED WORKS

I бўлим (I часть; part I)

Илмий мақолалар (научные статьи, scientific articles)

1. Тожиев Р.Р., Мирзакулов Х.Ч., Джураева Г.Х. Влияние нормы дистиллерной жидкости – отхода Кунградского содового завода – на процесс обессульфачивания рапы озера Караумбет // Химия и химическая технология. – Ташкент, 2009. – № 2. – С. 2-5. (02.00.00 № 3).

2. Тожиев Р.Р., Мирзакулов Х.Ч., Гиниятуллина Р.И., Синельникова Ю.В., Джураева Г.Х. Влияние продолжительности процесса на обессульфачивание рапы озера Караумбет с дистиллерной жидкостью // Химия и химическая технология. – Ташкент, 2009. – № 3. – С. 2-5. (02.00.00 № 3).

3. Тожиев Р.Р., Бобокулова О.С., Джураева Г.Х., Мирзакулов Х.Ч. Исследование процесса доочистки и концентрирования рапы озер Караумбет и Барсакельмес // Химия и химическая технология. – Ташкент, 2012. – № 3. – С. 12-14. (02.00.00 № 3).

4. Мирзакулов Х.Ч., Тожиев Р.Р., Бобокулова О.С., Меликулова Г.Э. Получение концентрированных растворов хлорида магния из рапы озер Караумбет и Барсакельмес в естественных условиях // Universum: Технические науки: электрон научн. журн.. 2017 № 8 (41). С. URL: <http://7universum.com/ru/tech/archive/item/5057>. (02.00.00 № 1).

5. Мирзакулов Х.Ч., Тожиев Р.Р., Бобокулова О.С. Исследование процессов упарки и фильтрации очищенной рапы озер Караумбет и Барсакельмес // Universum: Технические науки: электрон научн. журн. 2017 № 8 (41). С. URL: <http://7universum.com/ru/tech/archive/item/5059>. (02.00.00 № 1).

6. Tojiev Rustam, Bobokulova Oygul, Mirzalulov Kholtura. Use distiller liquid for clearing of leachs of lakes Karaumbet and Barsakelmes from sulfates // Austrian Journal of Technical and Natural Sciences. – Vienna, 2017. - № 7- 8. P. **63-66**. (02.00.00. № 2).

7. Патент № IAP 04356 UZ. Способ переработки природных рассолов, содержащих хлориды и сульфаты натрия и магния / Туробжонов С.М., Мирзакулов Х.Ч., Асомов Д.Д., Халмуминов С.А., Кузнецова Ж.Н., Бардин С.В., Тоджиев Р.Р., Джураева Г.Х. (UZ) / Оpub. 30.06.2011. – Бюллетень № 6.

II бўлим (II часть; part II)

8. Тожиев Р.Р., Бардин С.В., Мирзакулов Х.Ч., Сидиков А.С. Изучение процесса упаривания рап озер Караумбет и Барсакельмес с целью получения бишофита // Современные технологии переработки местного сырья и

продуктов: Сборник трудов республиканской научно-технической конференции. 23-24 октября, 2007 г. Ташкент 2007. - С. 237-239.

9. Тоджиев Р.Р., Мирзакулов Х.Ч., Джураева Г.Х. «Изучение процесса естественного испарения рапы озера Караумбет с садкой галита» // «Умидли кимёгарлар»: Труды - научно-технической конференции молодых ученых, научных сотрудников, магистрантов и студентов бакалавриата. II – том 8-11 апреля 2008 г. Т008. - С. 131-133.

10. Тоджиев Р.Р., Меликулова Г.Э., Мирзакулов Х.Ч., Джураева Г.Х. «Изучение процесса охлаждения рапы озера Караумбет после садки галита» // «Умидли кимёгарлар»: Труды - научно-технической конференции молодых ученых, научных сотрудников, магистрантов и студентов бакалавриата. II – том 8-11 апреля 2008 г. Ташкент 2008. - С. 134-135.

11. Мирзакулов Х.Ч., Тожиев Р.Р., Бардин С.В., Алиханов Б.Б. Техно-экономическая эффективность производства сульфата натрия из мирабилита Тумрюкского месторождения // Технологии переработки местного сырья и продуктов: Сборник трудов республиканской научно-технической конференции. 13-14 ноября, 2008 г. Ташкент 2008. - С. 143-144.

12. Тожиев Р.Р., Туробжонов С.М., Мирзакулов Х.Ч. Разработка технологии получения бишофита из рапы озера Барсакелмес с попутной утилизацией дистиллерной жидкости Кунградского содового завода // Технологии переработки местного сырья и продуктов: Сборник трудов республиканской научно-технической конференции. 13-14 ноября, 2008 г. Ташкент 2008. - С. 158-159.

13. Тожиев Р.Р., Мирзакулов Х.Ч., Бардин С.В., Пешехонов К.В.. Техно-экономическая эффективность производства бишофита из рапы озера Караумбет // Технологии переработки местного сырья и продуктов: Сборник трудов республиканской научно-технической конференции. 13-14 ноября, 2008 г. Ташкент 2008. - С. 160-161.

14. Тожиев Р.Р., Мирзакулов Х.Ч. Технология комплексной переработки рапы озера Караумбет с получением бишофита, хлорида натрия, гипса и мела // Технологии переработки местного сырья и продуктов: Сборник трудов республиканской научно-технической конференции. 22-23 октября, 2009 г. Ташкент 2009. - С. 154-155.

15. Мирзакулов Х.Ч., Тожиев Р.Р., Джураева Г.Х. Испытания технологии получения бишофита, галита и гипса из рапы озер Караумбет и Барсакельмес. «Актуальные проблемы инновационных технологий химической, нефтегазовой и пищевой промышленности». Сборник трудов Республиканской научно-технической конференции. 28-29 октября, 2010 г. Кунград 2010. - С. 144-145.

16. Мирзакулов Х.Ч., Тожиев Р.Р., Джураева Г.Х. Технология получения бишофита, галита и гипса из рапы озер Караумбет и Барсакельмес «Актуальные проблемы инновационных технологий химической, нефтегазовой и пищевой промышленности:». Сборник трудов Республиканской научно-технической конференции. 28-29 октября 2010. Кунград 2010. - С. 146-149.

17. Тожиев Р.Р., Жураева Г.Х., Мирзакулов Х.Ч. Исследование процесса доочистки обессульфаченной рапы озер Барсакельмес и Караумбет // Материалы региональной Центрально-азиатской международной конференции по химической технологии. Под редакцией: С.М. Турабджанова, Д.С. Кадыровой Ю.А. Заходяевой, В.В. Беловой. - Москва, 2012 г. - С. 39-40.

18. Бобокулова О.С., Шомуратова М.Р., Тожиев Р.Р., Айтмуратов Т.П. Исследование процесса комплексной переработки рапы озер Караумбет и Барсакелмес // Международный симпозиум «Химия для биологии, медицины, экологии и сельского хозяйства» ISCHEM 2015. 24-26 ноября 2015 г. Санкт-Петербург, 2015 г. - С. 92.

19. Тожиев Р.Р., Бобокулова О.С., Мирзакулов Х.Ч. Исследование процесса переработки рапы озер Караумбет и Барсакельмес на хлористый магния // «Аналитик кимё фанининг долзарб муаммоллари». V-Республика илмий-амалий анжумани илмий мақолалар тўплами. 26-28 апрель 2017йил. Термиз - 2017. 137-138 б.

Автореферат «Ўзбекистон кимё журна́ли» тахририятида
тахрирдан ўтказилди.

Бичими 60x84 ¹/₈. «Times New Roman» гарнитураси. Офсет усулида босилди.
Шартли босма табағи 3,25. Адади: 100. Буюртма: №33.

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