FOSFOGIPS CHIQINDISINI FTORID KISLOTA BILAN KONVERSIYA QILISH NATIJASIDA OLINGAN $(NH_4)_2SO_4$ HAMDA CaF_2 SEM–EDS TAHLILI

To'raxonov Ravshanbek Sattorxon o'g'li
Tayanch doktorant, Namangan davlat texnika universiteti
E-mail: ravshanbekturaxonov@gmail.com

Sherquziyev Doniyor Shermamatovich
Texnika fanlari doktori, professor.
Namangan davlat texnika universiteti
https://doi.org/10.5281/zenodo.21302301

Annotatsiya. Ushbu ish jarayonida ekstraksion fosfor kislota chiqindisi fosfogipsni ammiak (NH_3) hamda ftorid kislota(HF) bilan konversiya qilish orqali ammoniy sulfat $(NH_4)_2SO_4$ hamda kalsiy ftorid (CaF_2) olish jarayoni, ularning tarkibi va mikrostrukturasi SEM-EDS tahlili jarayonida o'rganilgan.

Tadqiqot jarayonida fosfogips ftorid kislota ishtirokida konversiya qilindi, hosil bo'layotgan sulfat-ionlar ammiakli tizimda $(NH_4)_2SO_4$ tuziga, kalsiy esa CaF_2 cho'kmalariga o'tkazildi. SEM-EDS tahlili yordamida har ikki mahsulotning tarkibi va mikrostrukturasi o'rganilgan.

Kalit so'zlar: Fosfogips, ftorid kislota, ammoniy sulfat, kalsiy ftorid, konversiya, SEM-EDS

Аннотация. В данной работе методом SEM-EDS анализа изучены процесс преобразования отходов фосфорнокислотной экстракции фосфогипса с помощью аммиака (NH_3) и фтористоводородной кислоты (HF) для получения сульфата аммония $(NH_4)_2SO_4$ и фторида кальция (CaF_2), а также их состав и микроструктура.

В ходе исследования фосфогипс подвергался преобразованию в присутствии плавиковой кислоты, образующиеся сульфатные ионы превращались в соль $(NH_4)_2SO_4$ в аммиачной системе, а кальций в осадок CaF_2. Состав и микроструктура обоих продуктов изучались с помощью анализа SEM-EDS.

Ключевые слова: фосфогипс, фтороводородная кислота, сульфат аммония, фторид кальция, конверсия, SEM-EDS

Abstract. In this work, the process of converting the extraction phosphoric acid waste phosphogypsum with ammonia (NH3) and hydrofluoric acid (HF) to produce ammonium sulfate $(NH_4)_2SO_4$ and calcium fluoride (CaF_2), their composition and microstructure were studied by SEM-EDS analysis.

In the research process, phosphogypsum was converted in the presence of hydrofluoric acid, the resulting sulfate ions were converted to $(NH_4)_2SO_4$ salt in an ammonia system, and calcium was converted to CaF_2 precipitates. The composition and microstructure of both products were studied using SEM-EDS analysis.

Key words: Phosphogypsum, hydrofluoric acid, ammonium sulfate, calcium fluoride, conversion, SEM-EDS

Kirish. Hozirgi kunda fosforli o'g'itlar ishlab chiqarish hajmining ortishi bilan bir qatorda fosfogips $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ chiqindilari miqdori ham keskin ko'payib bormoqda [1]. Fosfogipsning katta hajmlarda to'planishi ekologik xavflarni kuchaytiradi, xususan, yer resurslarining band bo'lishi, yer osti suvlarining ifloslanishi va tarkibidagi ftorli hamda og'ir

metall qo‘shimchalari sababli atrof-muhitga salbiy ta’sir ko‘rsatadi [2]. Shu bois fosfogipsni qayta ishlash va undan iqtisodiy jihatdan qimmatli mahsulotlar olish dolzarb ilmiy-texnologik muammolardan biri hisoblanadi.

Fosfogipsni kimyoviy konversiya qilish usullari orasida ftorid kislota ishtirokida qayta ishlash istiqbolli yo‘nalish sifatida ajralib turadi. Mazkur yondashuv fosfogips tarkibidagi kaltsiy va sulfat ionlarini maqsadli mahsulotlarga aylantirish, xususan, ammoniy sulfat $(NH_4)_2SO_4$ va kaltsiy ftorid (CaF_2) olish imkonini beradi. Ammoniy sulfat azot va oltingugurt manbai sifatida yuqori agrokimyoviy qiymatga ega bo‘lsa, kaltsiy ftorid esa ftorli birikmalar ishlab chiqarishda muhim xomashyo hisoblanadi [3,4]. Hosil bo‘lgan mahsulotlarning fazaviy va elementar tarkibini aniqlashda skanerlovchi elektron mikroskopiya (SEM) va energiya-dispersiyali rentgen spektroskopiyasi (EDS) usullari keng qo‘llaniladi. Ushbu usullar yordamida olingan $(NH_4)_2SO_4$ va CaF_2 mahsulotlarining mikrostrukturaviy xususiyatlari hamda elementlar taqsimoti tahlil qilinadi.

Fosfogipsni qayta ishlash samaradorligini oshirish, chiqindi hisoblangan florli komponentlarni iqtisodiy qiymatga ega bo‘lgan CaF_2 ko‘rinishida ajratib olish hamda olingan ammoniy sulfat o‘g‘itining sifat ko‘rsatkichlarini ilmiy asoslaydi [5,6,7].

TADQIQOT METODI

Fosfogips asosida ammoniy sulfat $(NH_4)_2SO_4$ hamda kalsiy ftorid CaF_2 olish uchun 25%li ammiak (NH_3), 40% li ftorid kislotasi (HF) dan foydalanildi. Namunani tayyorlash uchun dastlab 40,8 gr. 25%li ammiak (NH_3) hamda 40 %li ftorid kislotasi (HF)ni 1:3 nisbatda analitik tarozida tortib olib, muzli vannada ammoniy ftorid (NH_4F) hosil qilindi. Fosfogips chiqindisidan 13,6 gr. olib idishga solindi, ustiga hosil bo’lgan ammoniy ftorid (NH_4F) sekin asta tomchilab quyib aralashtirilib, konversiya jarayoni 180 daqiqa davom etdi. Tayyor bo’lgan suyuq bo’tqa shaklidagi namunani ikki qavatli filtr qog’ozidan o’tkazildi. Filtrdan o’tgan suyuqlikni 80^0C haroratda bug’latib ammoniy sulfat $(NH_4)_2SO_4$ ajratib olindi. Filtrda qolgan cho’kma kalsiy ftorid (CaF_2) ni quritish pechida 12 soat davomida 80^0C haroratda quritib har ikki namuna CEM-EDS tahlili uchun tayyorlandi.

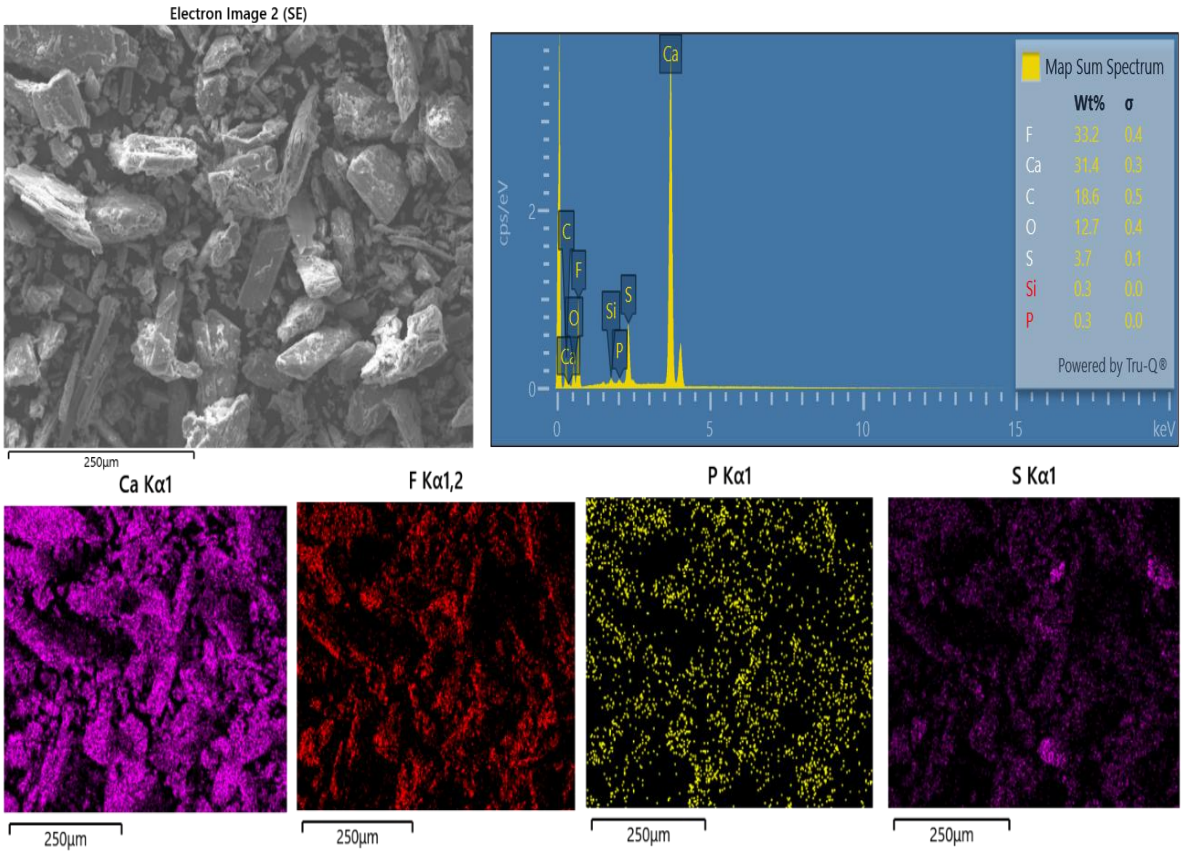
1-jadval

Quyidagi jadvalda olingan namunalar tarkibi va ularning massasi ko’rsatilgan

№	Namuna nisbati	Fosfogips (PG), gr.	Ammiak (NH_3), gr.	Ftorid kislota(HF), gr.
1	1:0,5	13,6	6,8	2,5
2	1:1	13,6	13,6	5,0
3	1:1,5	13,6	20,4	7,5
4	1:2	13,6	27,2	10,0
5	1:2,5	13,6	34,0	12,5
6	1:3	13,6	40,8	15,0

MUHOKAMA VA NATIJALAR

Olingan namunalardan 1:3 nisbatdagi ammoniy sulfat $(NH_4)_2SO_4$ hamda CaF_2 ning CEM-EDS tahlili qilindi.



1-rasm. Fosfogipsni ftorid kislota bilan konversiya qilish natijasida olingan CaF_2 ning SEM–EDS tasviri

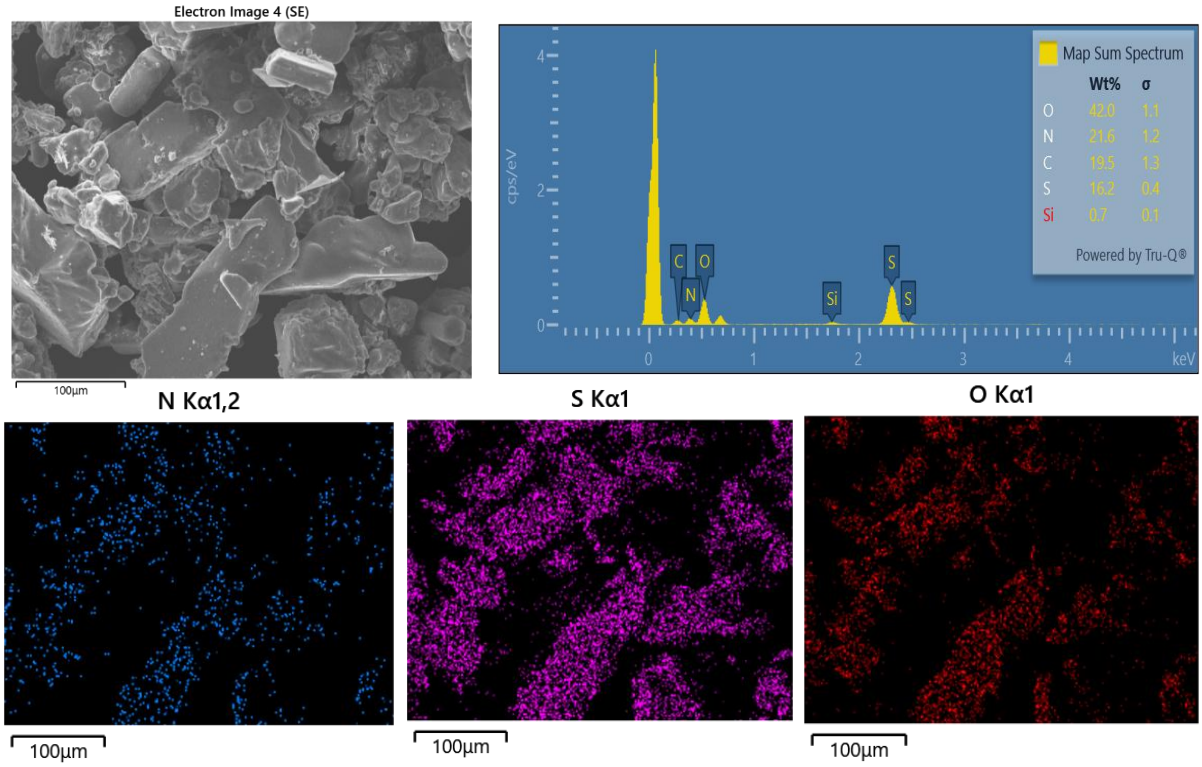
1-rasmda fosfogipsni ftorid kislota bilan qayta ishlash natijasida olingan mahsulotning mikrostrukturaviy va elementar tahlili konversiya jarayonining yuqori samaradorlik bilan kechganini ilmiy asosda tasdiqladi. SEM tasvirlari ayrim yirik va prizmali shakldagi kristall zarrachalar bilan birga submikron o‘lchamli mayda fragmentlarning ham mavjudligini ko‘rsatdi. Bu morfologik ko‘rinish CaF_2 ning kristallanish jarayonida tez cho‘kish, ikkilamchi kristall o‘sish va zarrachalarning aglomeratsiyalanishi bilan izohlanadi.

SEM tasvirlaridagi yirik zarrachalar yuzasida ko‘plab mayda yoriqlar, radial o‘sish izlari va notekis qalinlashishlar kuzatilib, bu HF bilan aloqada bo‘lgan hududlarda ion almashinuvining tez kechishi, Ca^{2+} ionlarining bir zumda ftorid bilan reaksiyaga kirishib, eruvchanligi juda past bo‘lgan CaF_2 kristallarini hosil qilishi bilan bog‘liqdir. Bunday morfologiya CaF_2 ning sanoatda uchraydigan gidrotermal yoki yuqori haroratli sintezlariga yaqin bo‘lib, konversiya jarayonining tabiiy kristall kimyoviy transformatsiya xususiyatlarini namoyon qiladi.

EDS spektri orqali aniqlangan elementar tarkib CaF_2 ning asosiy mahsulot sifatida shakllanganini qat’iy tasdiqlaydi. Ftor (33.16%) va kalsiy (31.37%) umumiy massaning qariyb 65 foizini tashkil etib, namunada CaF_2 ning ustun faza ekanini ko‘rsatadi. S, Si va P elementlarining nihoyatda past ulushi fosfogipsga xos aralashmalar va reaksiyaga kirishmagan $CaSO_4$ qoldiqlari mavjudligini tasdiqlaydi. Ularning foiz miqdorini pastligi konversiya jarayonining 90-96% oralig‘ida samarali kechganini anglatadi. Uglerodning nisbatan yuqoriroq miqdori SEM tayyorlov jarayonida qo‘llanilgan karbon qoplama, organik qoldiq yoki aralashmalar sabab bo‘lishi mumkin.

Olingan natijalar fosfogipsning ftorid kislotada qayta ishlanishi orqali kimyoviy jihatdan barqaror, sanoat ahamiyatiga ega bo‘lgan CaF_2 mahsulotini olish jarayoni samarali kechganini ko‘rsatadi. Shu asosda aytish mumkinki, taqdim etilgan SEM–EDS natijalari fosfogipsni HF yordamida konversiya qilish orqali yuqori sifatli CaF_2 olish imkoniyatini

to‘liq tasdiqlaydi. Jarayonning mikrostrukturaviy, kimyoviy hamda kristallografik ko‘rsatkichlari kelgusida mahsulot sifatini yanada oshirish, filtrlashning optimallashtirilishi va kristallanish sharoitlarini boshqarish bo‘yicha ilmiy-uslubiy tavsiyalarni ishlab chiqishga ham asos bo‘la oladi.



2-rasm. Fosfogipsni ftorid kislota bilan konversiya qilish natijasida olingan $(NH_4)_2SO_4$ ning SEM–EDS tasviri

2-rasmda fosfogipsni konversiya qilish orqali hosil qilingan ammoniy sulfat mahsulotining mikrostrukturaviy hamda elementar tahlillari jarayonning yuqori samaradorlik bilan amalga oshganini, kristall fazaning to‘g‘ri shakllanganini va yakuniy mahsulotning kimyoviy tozaligi yuqori darajada ekanini ishonchli ilmiy dalillar bilan tasdiqlaydi.

SEM tasvirlarining turli mashtabda o‘rganilishi kristallar shakli bir xil emasligini va bir necha bosqichda rivojlanganini ko‘rsatdi. Past mashtabda ko‘rinadigan turli o‘lchamdagi granulalar esa konversiya jarayoni notekis muhitda kechganini hamda ammoniy sulfat eritmadan tez kristallangani uchun katta va kichik yadro kristallari bir vaqtda hosil bo‘lganini bildiradi.

Yuqori aniqlikdagi SEM tasvirlari kristallarning yassi, plastinkaga o‘xshash va tekis sirtli tuzilishga ega ekanini ko‘rsatadi. Bu ammoniy sulfatga xos rombik kristall tuzilishining shakllanganini tasdiqlaydi. Kristallar yuzasida ko‘rinadigan mayda g‘ovaklar kristall o‘sishi davomida ichki kuchlanishlar, quritish jarayonidagi harorat o‘zgarishlari yoki ion almashinuv reaksiyasi natijasida tuzilmaning qisman qayta shakllanganini bildiradi. Kristallarning ustiga yopishgan mayda zarrachalar esa ammoniy sulfatning ikki bosqichda kristallanganini - avval yadro kristallari hosil bo‘lgani, keyin esa ularning yuzasiga qo‘shimcha kristall qatlamlari o‘sganini ko‘rsatadi.

XULOSA VA TAKLIFLAR

EDS tahlili natijasida aniqlangan elementar tarkib (O, N, S va boshqalar) mahsulotning kimyoviy jihatdan ammoniy sulfat ekanini tasdiqlaydi. Azot va oltingugurtning yuqori miqdori ammoniy va sulfat guruhlarining yaxshi shakllanganini, ya’ni konversiya jarayoni to‘g‘ri kechganini ko‘rsatadi. Kislorod sulfat tuzilmasining barqarorligini aks ettiradi.

Aniqlangan uglerod esa SEM tahlil jarayonidagi qoplama yoki eritmadan qolgan uglerod izlari bilan bog‘liq bo‘lishi mumkin. Kremniyning juda kam miqdorda uchrashi fosfogipsdagi silikat aralashmalarining juda kam miqdordagi qoldiqlaridan dalolat beradi.

Ushbu mikrostrukturaviy va elementar natijalar fosfogips - ammoniy sulfat konversiya jarayoni yuqori samaradorlik bilan kechganini ko‘rsatadi. Natijalar shuningdek konversiya jarayonining ekologik va sanoat nuqtai nazaridan qiymatini oshiradi. Fosfogips kabi kimyoviy chiqindini qayta ishlash orqali yuqori sifatli mineral o‘g‘it olish mumkinligi resurslardan oqilona foydalanish, sanoat chiqindilarini kamaytirish va qayta ishlash texnologiyalarini takomillashtirishda muhim ahamiyatga ega.

Foydalanilgan adabiyotlar

1. Rutherford P.M., Dudas M.J., Samek R.A. Environmental impacts of phosphogypsum. Science of the Total Environment, 1994. https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/0048969794900027
2. Tayibi H., Choura M., López F.A., Alguacil F.J., López-Delgado A. Environmental impact and management of phosphogypsum. Journal of Environmental Management, 2009. https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0301479709000784
3. Havlin J.L., Tisdale S.L., Nelson W.L., Beaton J.D. Soil Fertility and Fertilizers. Pearson Education, 2014. https://www.researchgate.net/profile/Praveen-Kumar-521/publication/366175716_Soil_Fertility_and_Fertilizers_by_John_L_Havlin_z-liborg/links/63948fbde42faa7e75af15db/Soil-Fertility-and-Fertilizers-by-John-L-Havlin-z-liborg.pdf
4. R.S. To‘raxonov D.Sh. Sherquziyev “Fosfogips chiqindisi asosida $(NH_4)_2SO_4$ hamda caf2 olish jarayonini tadqiq qilish va ularning fazaviy tarkibini o‘rganish” Development Of Science 2025 / 12 Issue 12. Volume 1. https://devos.uz/article.php?id=2783
5. Mingyue Wu, Yuli Cui, Xinbo Wang “Study on the regulation of modified phosphogypsum's mechanical properties and volume stability by alkaline modifiers” https://doi.org/10.1016/j.cscm.2026.e06112 Case Studies in Construction Materials Volume 24, July 2026
6. Yizhen Xu, Zhiwen Lu, Yong Wang “Phosphogypsum foam to suppress leakage of Aluminum melt” Materials Chemistry and Physics Volume 356, 15 May 2026, 132355 https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2026.132355
7. J.Kholmurodov, U.Temirov, Sh.Namazov, R.Radjabov, Obtaining ammonium sulfate and calcium carbonate by processing natural gypsum and phosphogypsum. E3S Web of Conferences2024,563,02038. https://doi.org/10.1051/e3sconf/202456302038