

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫ БІЛІМ ЖӘНЕ ҒЫЛЫМ МИНИСТРЛІГІ

Қ.И. Сәтбаев атындағы Қазақ ұлттық техникалық зерттеу университеті

Ө.А.Байқоңыров атындағы Тау – кен металлургия институты

«Металлургиялық процестер, жылу техникасы және арнайы материалдар
технологиясы» кафедрасы

Еламан Гульжазира Рахатқызы

Титанды шаймалау процесіне тотықсыздандырғыштар әсерін зерттеу

ДИПЛОМДЫҚ ЖҰМЫС

5B070900 – Металлургия мамандығы

Алматы 2022

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫ БІЛІМ ЖӘНЕ ҒЫЛЫМ МИНИСТРЛІГІ

Қ.И. Сәтбаев атындағы Қазақ ұлттық техникалық зерттеу университеті

Ө.А.Байқоңыров атындағы Тау – кен металлургия институты

«Металлургиялық процестер, жылутехникасы және арнайы материалдар технологиясы» кафедрасы



ҚОРҒАУҒА ЖІБЕРІЛДІ:

МІЖЖАМТ кафедрасының меңгерушісі
қауымд. проф. Ph.D., тех.ғыл.канд,
Чепуштанова Т.А.
«_____» _____ 2022 ж.

ДИПЛОМДЫҚ ЖҰМЫС

Тақырыбы: “Титанды шаймалау процесіне тотықсыздандырғыштар әсерін зерттеу”


5B070900 - Металлургия мамандығы

Орындаған

Еламан Г.Р.

Пікір беруші
«ҚАЗМЕХАНОБР» «ҚР МШКҚӨҰО»
РМК аға ғылыми қызметкері,
PhD

Ғылыми жетекші
қауымд. проф. PhD


Суримбаев Б.Н.
«_____» _____ 2022 ж.


Байгенженов О.С.
«_____» _____ 2022 ж.

Алматы 2022

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫ БІЛІМ ЖӘНЕ ҒЫЛЫМ МИНИСТРЛІГІ

Қ.И. Сәтбаев атындағы қазақ ұлттық техникалық зерттеу университеті

Ө.А.Байқоңыров атындағы Тау – кен металлургия институты

«Металлургиялық процестер, жылутехникасы және арнайы материалдар технологиясы» кафедрасы

5B070900 – Металлургия



кафедрасының меңгерушісі

проф. Д.Д. Техн. ғыл. канд.

Чесуштанова Т.А.

2022 ж.

Дипломдық жұмысты орындауға

ТАПСЫРМА

Білім алушы: Еламан Гүльжазира Рахатқызы.

Тақырып: Титанды шаймалау процесіне тотықсыздандырғыштар әсерін зерттеу.

Университет ректорының 2021 жылғы "24" желтоқсан №489–П/Ө-6 бұйрығымен бекітілген

Аяқталған жұмысты тапсыру мерзімі: «28» мамыр 2022 ж.

Дипломдық жұмыстың бастапқы берілістері: Титанды шаймалау үшін берілетін тотықсыздандырғыштар.

Дипломдық жұмыста қарастырылатын мәселелер тізімі:

а) Зерттеу жұмысында қолданылатын реагенттер мен жабдықтар;

б) Обуховское кенін физика-химиялық құрамын анықтау;

в) Ильменит кендерін гидрометаллургиялық шаймалау;

г) Титанды шаймалау процесіне тотықсыздандырғыштардың әсерін зерттеу;

д) Жұмыстың экономикалық тиімділігі мен жұмысқа кеткен шығындарды есептеу;

ж) Жұмыс істеу кезіндегі қауіпсіздік қорғау бөлімін қарастыру;

Сызба материалдар тізімі (міндетті сызбалар дәл көрсетілуі тиіс)


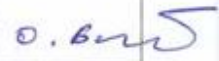
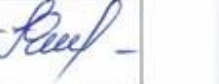
Жұмыстың тақырыбы бойынша қорытындыны қоса 13 слайд.

Ұсынылатын негізгі әдебиет 25 атаудан тұрады

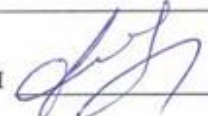
Дипломдық жұмысты даярлау
КЕСТЕСІ

Бөлім атаулары, дайындалатын сұрақтардың тізімі	жетекшіге, кеңесшілерге өткізу мерзімі	Ескерту
Кіріспе	16.02.2022 ж.	
Аналитикалық бөлім	03.03.2022 ж.	
Тәжірибелік бөлім	27.04.2022 ж.	
Экономикалық бөлім	11.05.2022 ж.	
Еңбекті қорғау	18.05.2022 ж.	
Қорытынды	25.05.2022 ж.	
Норма бақылау	03.06.2022 ж.	

Дипломдық жұмыс (жоба) бөлімдерінің кеңесшілері мен норма бақылаушының аяқталған жұмысқа (жобаға) қойған қолтаңбалары

Бөлімдер атауы	Кеңесшілер, аты, әкесінің аты, тегі (ғылыми дәрежесі, атағы)	Қол қойылған күні	Қолы
Экономика бөлімі	Қауымд. профессор, Ph.D. О.С. Байгенженов	13.05.2022 ж.	
Еңбекті қорғау	Қауымд. профессор, Ph.D. О.С. Байгенженов	23.05.2022 ж.	
Норма бақылау	Сениор-лектор, т.ғ.к. С.С. Коныратбекова	03.06.2022 ж.	

Ғылыми жетекші  Байгенженов О.С.

Студент тапсырманы орындауға алды  Еламан Г.Р.

Күні "02" 02 2022 ж.

АҢДАТПА

Дипломдық жұмыс компьютермен терілген, 40 беттен, 4 бөлімнен, 10 суреттен, 20 кестеден тұрады. Оның ішінде тапсырма, кіріспе, титанды шаймалау процестерін қарастыру, тәжірибелік бөлімі, экономикалық бөлімі, қауіпсіздік және еңбек қорғау бөлімі, қорытынды және пайдаланылған әдебиеттер тізімі келтірілген. Пайдаланылған әдебиеттер тізімі 25 аталымнан тұрады.

Дипломдық жұмыстың мақсаты – титанды шаймалау процесін тәжірибелік тұрғыдан анықтай отырып, оған тотықсыздандырғыштардың әсерін зерттеу.

Зерттелетін нысан: Обуховское кен орнының титаномагнетиттері.

Титанды шаймалау процесін қарастыру, оған тотықсыздандырғыштардың әсерін зерттеу, шаймалау процесіне әсер ететін параметрлер бойынша әдеби шолу, аскорбин және күкірт қышқылын пайдалана отырып шаймалау процесін жүзеге асыру, сонымен қатар олардың концентрацияға, уақыт ұзақтығына және температураға әсерін зерттей отырып, нәтижелерін талдау, зерттеу жұмысын жасау кезінде қолданылған реагенттердің экономикалық есептеулері, еңбек қорғау және техникалық қауіпсіздік шаралары көрсетілген.

Өзекті сөздер: тотықсыздандырғыштар, қышқылдар, ильменит, рутил, күкірт қышқылы және аскорбин қышқылы.

АННОТАЦИЯ

Дипломная работа набрана компьютером, состоит из 40 страниц, 4 разделов, 10 рисунков, 20 таблиц. В том числе задание, введение, рассмотрение процессов выщелачивания титана, практическая часть, экономическая часть, отдел безопасности и охраны труда, заключение и список использованной литературы. Список использованной литературы состоит из 25 наименований.

Цель дипломной работы-изучить влияние восстановителей на нее, экспериментально определив процесс выщелачивания титана.

Исследуемый объект: Титаномагнетиты Обуховского месторождения.

Рассмотрение процесса выщелачивания титана, изучение влияния на него восстановителей, литературный обзор по параметрам, влияющим на процесс выщелачивания, осуществление процесса выщелачивания с использованием аскорбиновой и серной кислоты, а также анализ результатов с изучением их влияния на концентрацию, продолжительность времени и температуру, экономические расчеты реагентов, использованных при выполнении исследовательской работы, меры охраны труда и техники безопасности.

Ключевые слова: восстановители, кислоты, ильменит, рутил, серная кислота и аскорбиновая кислота.

ANNOTATION

The thesis is typed by a computer, consists of 40 pages, 4 sections, 10 figures, 20 tables. Including assignment, introduction, review of titanium leaching processes, practical part, economic part, occupational safety and Health department, conclusion and list of references. The list of references consists of 25 titles.

The purpose of the thesis is to study the effect of reducing agents on it by experimentally determining the process of titanium leaching.

The studied form: Titanomagnetites of the Obukhovskoye deposit.

Consideration of the titanium leaching process, study of the effect of reducing agents on it, a literature review on the parameters affecting the leaching process, implementation of the leaching process using ascorbic and sulfuric acid, as well as analysis of the results with a study of their effect on concentration, duration of time and temperature, economic calculations of reagents used in research work, labor protection measures and safety precautions.

Keywords: reducing agents, acids, ilmenite, rutile, sulfuric acid and ascorbic acid.

МАЗМҰНЫ

	Кіріспе	9
1	Титан өндірісі бойынша әдеби шолу	11
1.1	Титанның қасиеттері	11
1.2	Титанның табиғатта кездесуі	11
1.3	Титанның минералогиясы және пайда болуы	12
1.3.1	Титан минералогиясы	12
1.4	TiO ₂ синтетикалық рутил мен пигментін өндіру	14
1.4.1	Сульфат процесі	14
1.4.2	Хлорид процесі	15
1.5	Ильменитті синтетикалық рутилге айналдыру	17
1.6	Күкіртқышқылды шаймалауға әсер ететін факторлар	20
1.6.1	Қышқыл концентрациясының әсері	20
1.6.2	Температураның әсері	20
1.6.3	Механикалық активтендіру	21
1.7	Тұз қышқылымен шаймалауға әсер ететін факторлар	21
1.7.1	Бөлшектердің мөлшерінің әсері	21
1.7.2	Қышқыл концентрациясының әсері	22
1.7.3	Температураның әсері	23
1.7.4	Қатты және сұйық фазалардың қатынасының әсері	24
2	Тәжірибелік бөлім	26
2.1	Обуховское кенінің физика – химиялық құрамы	26
2.2	Зерттеуде қолданылатын реагенттер мен жабдықтар	27
3	Экономикалық бөлім	33
3.1	Шикізат пен реактивтер шығындарын есептеу	33
3.2	Электр энергиясының шығынын есептеу	33
3.3	Ыдыс шығындарының амортизациялық төлемдері	34
3.4	Су шығындарының есебі	34
3.5	Жалпы шығындар саны	34
4	Қауіпсіздік және еңбек қорғау бөлімі	35
	Қорытынды	38
	Пайдаланылған әдебиеттер тізімі	39

КІРІСПЕ

Ғылыми – техникалық мәселенің қазіргі жағдайы мен қысқаша сипаттамасы. Титан диоксиді мен металды титан үшін әртүрлі металлургиялық процестер қарастырылған болатын, негізінен қазіргі таңда гидрометаллургиялық процестердің болашақ дамуына баса назар аударылып жатыр. Табиғи рутилдің тез сарқылуына байланысты ильмениттің маңызы артып келе жатқаны жалпыға белгілі. Ильменитті синтетикалық рутилге айналдыру үшін көптеген процестер сапалы түрде қолданылады немесе ұсынылады. Бұл процестердің көпшілігі пирометаллургия мен гидрометаллургияның үйлесімін қамтиды және әдетте қымбатқа түседі.

Тікелей гидрометаллургиялық шаймалау процестері бай ильменит кендерін өңдеуде тиімді болып табылады. Сонымен қатар, энергия мөлшері аз кетеді және TiO_2 пигментті өнімдерінің кең спектрі мен үлкен сұранысқа ие болуын қамтамасыз етеді. VNP Billiton компаниясының жаңа сульфатты процестері шаймалау, еріткіш экстракция арқылы металдарды бөлу, қалдықтарды азайту және қышқылдарды қайта өңдеу стратегияларын жақсарту үшін жасалынған және болашақта коммерциялық мақсатта қолдануға өте перспективалы болып табылады. Тікелей хлоридті шаймалау процестері, оның ішінде еріткіш арқылы экстракциямен тазарту және HCl гидролизімен немесе пирогидролизімен қалпына келтіру процестері қарқынды түрде зерттелді. Сондай-ақ, титан диоксидінің жоғары селективтілігі мен нанотехнологиясы бар каустикалық шаймалау технологиясы жасалды. Титан пигменті мен металды өндіру үшін еріткішті экстракциямен бірге ильменитті тікелей шаймалауды одан әрі дамыту ұсынылады.

Жұмыс мақсаты мен мәселелері. Жұмыстың негізгі мақсаты – титаномагнетит кендерін шаймалау процесінің тиімді параметрлерін анықтау және шаймалау процесіне аскорбин қышқылының әсерін зерттеу.

Жұмыстың жаңашылдығы. Жұмыстың жаңашылдығы ретінде титаномагнетит кендерін гидрометаллургиялық әдіспен өңдеу тәсілін және шаймалау процесінің нәтижелерін айтуға болады.

Жұмыстың өзектілігі. Жұмыстың өзектілігі ретінде титан кендерін өңдеудің гидрометаллургиялық әдісінің жоқтығымен және қолданыстағы пирометаллургиялық әдістердің кемшіліктерімен байланыстыруға болады. Гидрометаллургияда титанды шаймалау процесі арқылы бөліп алу, сонымен қатар оларға әртүрлі тотықсыздандырғыштардың әсерін зерттеу болып табылады.

Жұмыстың жалпы міндеттері:

- титанды шаймалау процесінің тиімді параметрлерін анықтау;
- титанды шаймалау процесіне тотықсыздандырғыштардың әсерін зерттеу;
- орындалған зерттеулерді экономикалық бағалау;
- еңбек қорғау және техникалық қауіпсіздік шараларын көрсету.

Зерттеу жұмысының практикалық базасы – «Металлургиялық

процестер, жылу техникасы және арнайы материалдар технологиясы»
кафедрасы, Satbayev University.

1 Титан өндірісі бойынша әдеби шолу

1.1 Титанның қасиеттері

Титан – ең көп таралған тоғызыншы элемент және бүкіл жер қыртысының шамамен 0,6 % құрайды [1]. Ол коррозияға төзімді, өте жеңіл және өте берік, көлемі бойынша салмағы 60 % болаттан тұрады [2]. Осы қасиеттерінің арқасында бұл металл ұшақтардың бөлшектерін, ғарыш кемесін, зымыранды және кемеңі жасау үшін қолданылады [3]. Сонымен қатар, биосәйкестік қасиеті бойыншы ерекшеленеді, өйткені адам ағзасының тіндері оның болуына жақсы төзеді, сондықтан қазіргі уақытта ол медицинада қолданылатын материалдарды өндіру үшін кеңінен қолданылады, мысалы, жамбас және тізе протездері, сүйек бұрандалары, пластиналардың жарақаттануынан қорғау құралдары, тіс импланттары, жүрек клапандары және кардиостимуляторларда көп қолданылады. Сонымен қатар, бұл металл скальпельдер, қайшылар және қапсырмалар сияқты хирургиялық құралдардың негізгі құрамдас бөлігі болып табылады [4]. Алайда, титан металының жоғары өндірістік шығындары оны кейбір салаларда қолдануды шектетеді [5]. Соған қарамастан, титанды қолданудың артықшылығы құнынан асып түсетін аэроғарыш және биохимиялық өнеркәсіп салаларында қолданылады [2].

1.2 Титанның табиғатта кездесуі

Титан таза металл түрінде табиғатта көп кездеспейді. Титанның негізгі шоғырланған көздері – ильменит минералдары (FeOTiO_2) және аз мөлшерде рутил, анатаз, лейкоксен және брукит сияқты құм кен орындарының минералдары, барлығы TiO_2 формуласымен сипатталады [3, 5, 6]. Титан құмдарының маңыздылығы пайда болу түріне, элементтерді алу қабілетіне және өнеркәсіптік қызығушылық тудыратын белгілі бір табиғи өнімдерді (мысалы, рутил, циркон және ильменит) пайдалануға байланысты [3]. Әлемдік титан өндірісінің көп бөлігі (95 %) жарықты шашырау үшін ақ титан диоксидін пигмент ретінде алуға кетеді [5]. Бұл пигмент екі түрлі жолмен шығарылады: сульфат процесі (TiO_2 жалпы өндірісінің 40 %) және хлорид процесі (TiO_2 жалпы өндірісінің 60 %) [5, 7]. Хлорлау процестерінде, әдетте, тотығуды болдырмау үшін аргон атмосферасында ұсақталған магнийі бар тетрахлоридті қалпына келтіруден тұратын Кролл әдісі қолданылады. TiCl_4 алдымен 700 - 1200 °C температурада түзілген хлоридтері дистилляция бөлетін хлорлау процесі арқылы алынады [8]. Бұл элементті ильмениттен алудың тағы бір әдісі – концентрацияланған H_2SO_4 минералын 170 - 200 °C температурада жабық ыдыста өңдеу, салыстырмалы түрде таза сусыздандырылған TiO_2 аламыз [4]. Бегум және басқа да ғалымдар зерттеу жүргізу барысында титанды еріту үшін қара құмды қышқыл ортада сілтілендірді. Олардың жүргізген сынақтарында күйдіру процестері кезінде 0,5 г сусыз Na_2CO_3 қосып, 1000 °C

температурада 6 сағат ішінде жүргізілді, содан кейін күйдірілген материал температураны, қышқыл концентрациясын және қатты – сұйық қатынасын өзгертіп, H_2SO_4 - пен байланысты. Соңында, олар құмдағы титанның 60 % алынуына қол жеткізу үшін 5 моль/л H_2SO_4 бар үлгіні 80 °C температурада 120 минутқа төтеп берді деген қорытындыға келді [3].

Екінші жағынан, тұз қышқылын титанды концентраттарды жақсы ерітуге бағытталған шаймалалаушы агент ретінде қолдану, реактивтік қабілеті әртүрлі құрам концентраттарына, құрылымдар мен текстураларға бағытталған, сондықтан әр түрлі қасиетке ие. Олардың ішінде HCl - да шаймалау Fe және Ti - ға қатысты таңдамалы деп тапқан Тедеско мен Румидің жұмыстары деп атауға болады [9]. Сол ортада Тавани құмдағы барлық Fe - ді ерітіп, Ti қалдығына шоғырлады [10]. Жылдар өткен соң, Сарно мен Аванза титан құмдарын шаймалаудың қолайлы әдісін ұсынды, ол HCl төмен концентрациясында шаймалауға бағытталған, осылайша Fe еруін арттырады, бірақ Ti - ға қарағанда төмендейді, сол арқылы процестің селективтілігіне жетеді. Дәл сол ғалымдар кинетикалық зерттеулер жүргізді, онда олар эксперименттерді нәтижелері үлгісінің күрделілігі үшін дизайнда тек зерттелетін айнымалылар ауқымында қолдануға жарамды әр нақты жағдай мақсатында жүргізуді ұсынды [11].

Бұл жұмыста қышқыл ортадағы титан құмдарынан титанды алу реакциясы қарастырылған. Орта салыстырмалы түрде зерттелген. Сонымен қатар, зертханалық автоклавтың көмегімен шаймалау реакциясының жұмыс параметрлерінің әсері зерттелді. Төмен сұрыпты минералдардан титан алу үшін жаңа қондырғы жасау, бұл қоршаған ортаға зияны аз тау – кен ресурстарын пайдаланатын процесті қолдануға мүмкіндік береді.

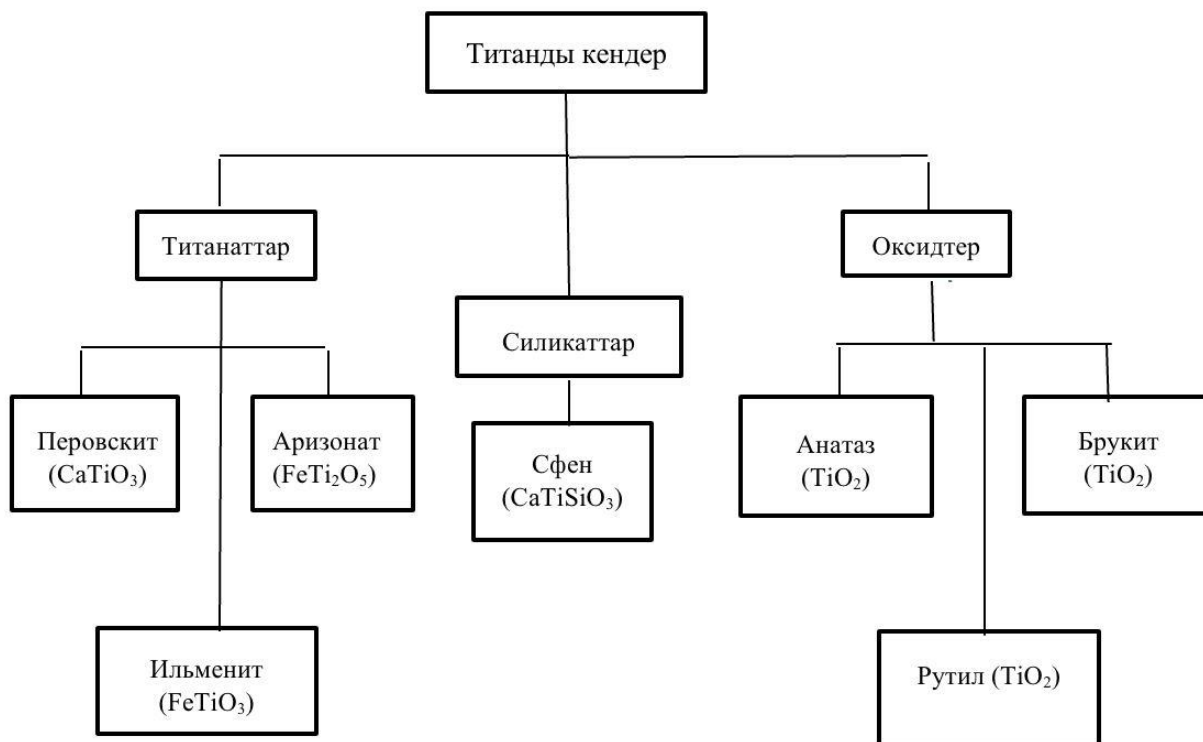
1.3 Титанның минералогиясы және пайда болуы

1.3.1 Титан минералогиясы

Титанды алғаш рет Уильям Грегор есімді ғалым 1791 жылы Англияның Манаккан алқабынан ильменитті ашқан . Тек 1946 жылдың аяғында металды пайдалана келе таныла бастады және коммерциялық негізде шығарылды. Титанды магмалық және метаморфты жыныстардан және олардың шөгінділерінен табуға болады. Негізгі минералогиялық көріністер - кремний, темір, кальций және магний құрамына байланысты оксидтер, титанаттар және силикаттитанаттар болып табылады [12].

1.1 сурет – титан минералдары мен олардың компоненттерінің жіктелуі көрсетілген. Кремнийге бай және негізі нашар тау жыныстары магмалары (темір және магний) құрамында оксид түрінде титан бар. Олар үш түрлі минералогиялық формадағы титан диоксидінен (TiO_2) тұрады (анатаз, брукит және рутил). Кальций мен кремнийдің салыстырмалы түрде жоғары үлесі кальций титанатын (перовскит $CaTiO_3$) береді, ал жоғары темір және қышқыл

түзетін оксидтің (кремний) мөлшері ильменит сияқты темір титанаттарының пайда болуына әкеледі [13].



1.1 Сурет – Титан минералдары мен олардың компоненттерінің жіктелуі

Титанның барлық минералдарының ішінде рутил – құрамындағы титанның жоғары пайызына байланысты өндіру шахтасы үшін ең пайдалы минерал болып табылады. Алайда, ол магмалық жыныстарда, ильменит типіндегі кен орындарында аз концентрацияда болады. Сондай-ақ, рутил кен орындарының жетіспеушілігі ильменит кенінің пайда болуына әкеледі. Мұның титан металын және титан диоксидін өндірудің негізгі ресурсы ақ пигмент болып табылады. Ильменит табиғатта үш формада кездеседі:

- 1) массивті ильменит немесе тау жынысы түрінде;
- 2) көбінесе жағажай құмдарының құрамындағы магнетит немесе гематит сияқты басқа минералдармен біріктірілген кен орындары;
- 3) тау жыныстарындағы аксессуарлық минерал ретінде.

Коммерциялық маңызы бар екі форма – салыстырмалы түрде сирек кездесетін массивтік шөгінділер және жағажай құмының кең таралған шөгінділері [12].

1.4 TiO₂ синтетикалық рутилi мен пигментiн өндiру

1.4.1 Сульфат процесi

Титан диоксидi пигменттерiн өндiрудiң сульфаттық процесi ең алғаш қолданылған процесс болды, ол алғаш рет 1916 жылы Ниагара-Фолста, Нью-Йоркте және 1915 жылы Норвегияда қолданылды [14]. 1950 жылдардың аяғына дейiн барлық пигмент өндiрушiлер сульфат процесiн қолданды. Қазiргi уақытта барлық TiO₂ пигменттерiнiң 43 % сульфат процесi арқылы шығарылады. Әдетте сульфат процесiнiң шикiзаты төмен сапалы ильмениттен (44 % TiO₂) немесе титан шлагынан (> 70 % TiO₂) тұрады. Алайда, ильмениттi тiкелей сiлтилендiру күкiрт қышқылы TiO₂-нiң белгiлi бiр түрiн қажет етпейдi, яғни синтетикалық рутилдi алу үшiн ильмениттi байыту процесiн жоққа шығаруы мүмкiн. Осылайша, ильменит кендерiнiң әртүрлi түрлерi 1976 жылдан бастап соңғы уақытқа дейiн көптеген елдерде күкiрт қышқылын сiлтiсiздендiру арқылы өнделдi [15].

Сульфат процесi – бұл салыстырмалы түрде қарапайым жалғыз операциялардың көп мөлшерiн қолданатын мерзiмдi процесс. Агрегаттың негiзгi операциялары:

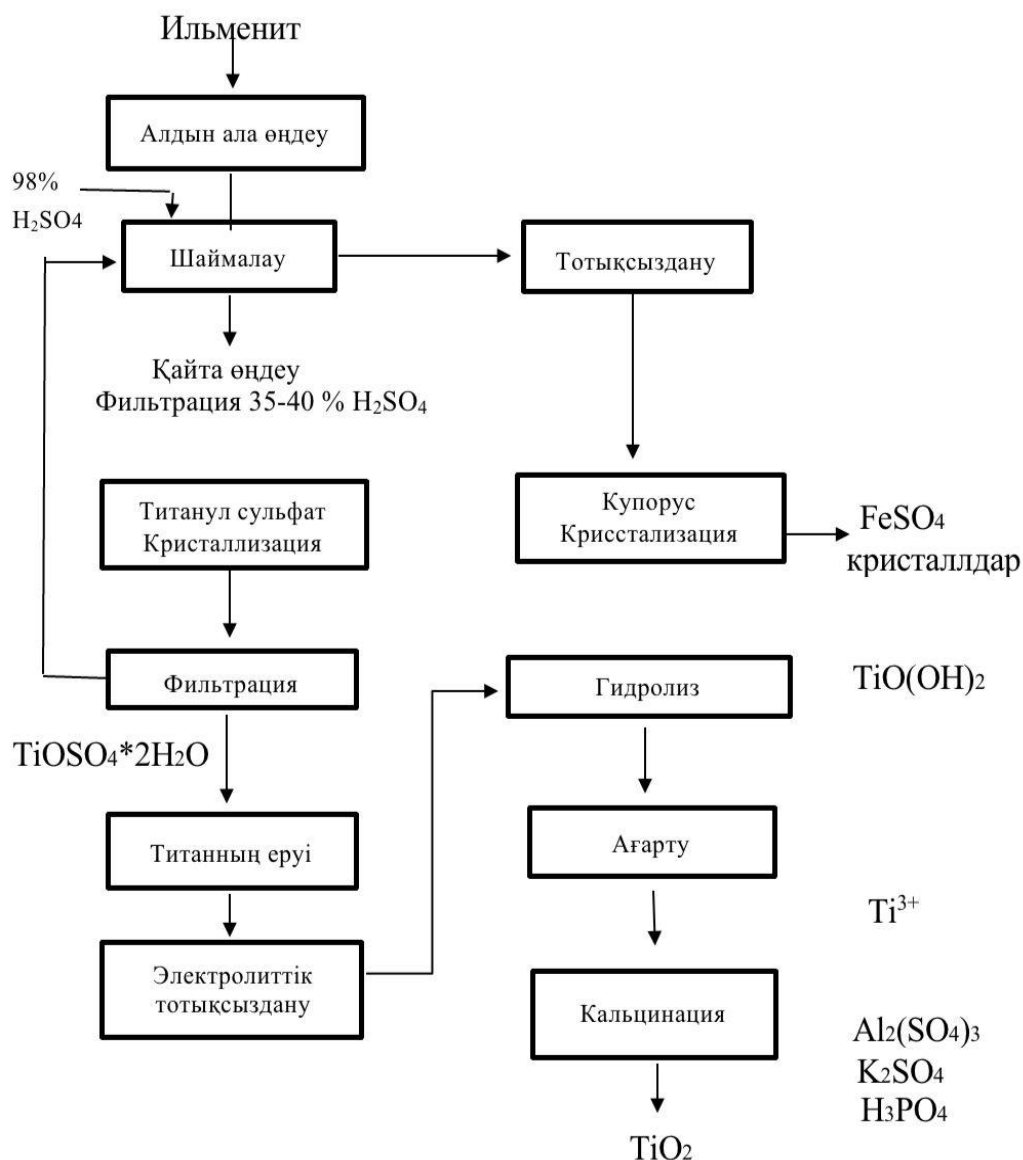
1) Қайнату: ұсақталған ильменит немесе титан шлагы концентрацияланған күйiнде күкiрт қышқылымен титан мен темiрдi ерiту үшiн 150-180°C температурада қайнатылады



2) Тұндыру: ерiтiндiдегi темiр иондары темiр сынықтарымен екi валенттi темiрге дейiн тотықсызданады. Сульфат содан кейiн салқындатылып, FeSO₄·7H₂O түрiнде тұндырылады.

3) Кальцинация: таза TiO₂ кристалдарының термиялық түзiлуi

Сульфат процесiнiң әсерiнен пайда болған экологиялық проблемалар мен экономикалық мәселелер бұл процестi қолайсыз етедi. Жаңадан ВНР Billiton зерттеушiлерi әзiрлеген сульфат процесiнiң технологиялық схемасы 1.2 – суретте көрсетiлгендей күкiрт қышқылындағы ильмениттiң еру кинетикасы баяу (бiр партияға 10 - 12 сағат), қымбат және темiр сульфатының жанама өнiмi сатылмайды, бiрақ қоршаған ортаға қауiп төндiредi.



Сурет 1.2 – ВНР Billiton зерттеушілері әзірлеген сульфат ағынының схемасы

1.4.2 Хлорид процесі

1950 жылы ойлап табылған TiO_2 пигменттерін өндірудің хлоридті процесі. Титанды негізгі минералдан титан тетрахлориді ($TiCl_4$) түрінде бөледі, оны тазартады, тотығу реакторындағы TiO_2 пигментіне айналады және хлор өңдейді. Агрегаттың негізгі операциялары:

1) Хлорлау

Хлор мен құрамында титаны бар минералдың қалпына келтіру жағдайындағы реакциясы, әдетте, теңдеуде көрсетілген реакцияға сәйкес $800 - 1000\text{ }^\circ\text{C}$ - қа дейінгі температурада болады.

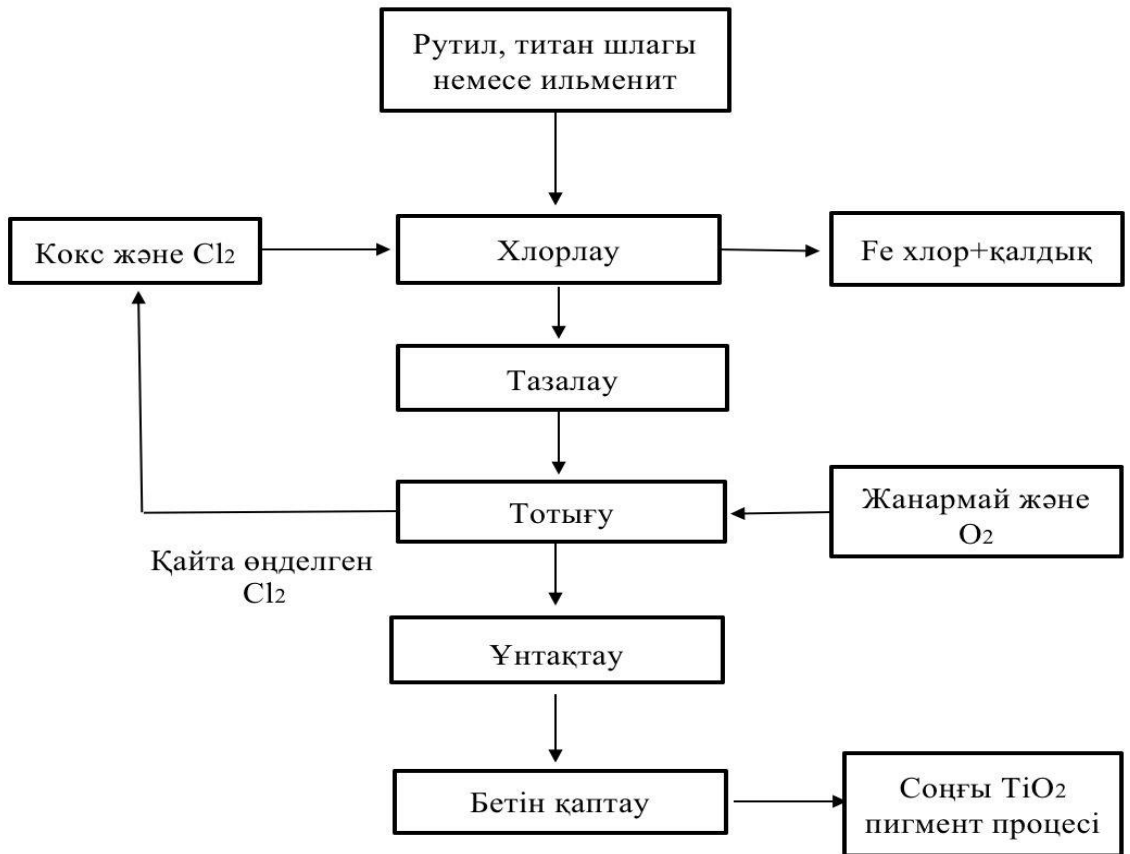


2) Конденсация және тазарту

Титан тетрахлориді басқа хлоридтерді алып тастау үшін фракциялық дистилляциямен тазартылады, өйткені минералдағы барлық зат хлорланған.

3) Тотығу

Тазалаудан кейін титан тетрахлориді таза TiO_2 алу үшін оттегі болған кезде $1000\text{ }^\circ\text{C}$ дейін қыздырылады. Хлор газы реакцияда қалпына келтіріледі бастапқы хлорлау кезінде қолдану үшін қайта өңделеді [12]. Хлоридті процестің технологиялық схемасы 1.3 – суретте көрсетілген.



1.3 Сурет – Хлоридті процестің технологиялық схемасы

Титан диоксидін алудың хлоридті әдісі 1958 жылы АҚШ-та қолға алынды. Оның күрделілігі мен құрылымдық материалдарға қойылатын талаптарына байланысты хлоридті процесті сәтті коммерциялық пайдалану 4 онжылдықта орнатылды. Содан бері хлоридті процесс титан диоксиді өндірісінің негізгі процесі болды. Алайда, осы екеуінің кейбір артықшылықтары мен кемшіліктері бар процестер салыстыруға жатады [14].

Процестің сипаттамалары 1.1 – кестеде салыстырылады.

1.5 Ильменитті синтетикалық рутилге айналдыру

Бұрын сипатталғандай, титан диоксиді пигментті түрде сульфат процесі және хлорид процесі арқылы өндіріледі. Хлорид процесінде рутил (TiO_2) шикізат ретінде қолданылады. Алайда, табиғи рутилдің жетіспеушілігіне байланысты ильменитті жоғары титан шлагына немесе синтетикалық рутилге айналдыру бойынша көптеген зерттеулер жүргізілді, бұл іс жүзінде хлорлау процесі үшін негізгі шикізат болып табылады. Бұл шикізаттың пирометаллургиялық өндірісі негізінен ильменитті балқыту мен күйдіруді қамтиды. Балқыту кезінде құрамында титан мөлшері жоғары шлак және марганец мөлшері аз жанама өнім пайда болады. Екінші жағынан, қатты күйді қалпына келтіру бірнеше процестерді қамтиды: Бехер процесі (Австралияда жобаланған), АҚШ - та қолданылатын Бенилит процесі, Мурсо процесі, Данн процесі, Катаок процесі (Жапония) және Аустпак процесі [16].

1.1 Кесте – Ильменитті синтетикалық рутилге айналдыру процестері

Процесс/ел	Шикізат (% TiO ₂)	Пиро-өңдеу	Шаймалау	SR (% баға)	Артықшылықтары	Кемшіліктері	Ақпараттар
Бехер процесі/ Батыс Австралия	40-65 (қалғаны темір оксиді)	Темір Fe ₂ O ₃ -ке дейін тотығып, 1200°C-та көмірмен Fe-ге дейін тотықсызданады	(a) 1% NH ₄ Cl/O ₂ (b) 0.5M H ₂ SO ₄	90	Әртүрлі ильменитті кендерді шикізат ретінде қолдану	көп сатылы түрлендірулер және шаймалау; жоғары куат тұтыну;	Бехер және т.б., 1965; Чжань және т.б., 2011
Бенилит процесс/АҚШ, Малайзия	55-62	Көміртек- термоазайту	қысыммен шаймалау 18-20% HCl бар	95	Түрлендіруге бір қадам	Ильмениттің шектеулі мөлшері Көміртегіні жойғыш компонент ретінде енгізіледі	Димитриос және Гийом, 2009
Мурсо процесі		Алдын ала тотығу сатысы; сутегіге бай тотықсыздандырғыш	20% HCl	95-96	Сұйылтылған төсем арқылы тиімділікті арттыру; Сульфатқа қарағанда, HCl-ды қайта өндеген жеңілірек	Бехер процесіне ұқсас	Синха, 1973; Чжань және т.б., 2011
Ауспакт процесі		Магниттелу ильменит 800 - 1000°C	25% HCl	>97	Магниттік сепарация >97% TiO ₂ үшін	Жоғары концентрациялы қышқыл – маг- ниттік формада қалған темірді жою үшін қажет	Димитриос және Гийом, 2009

1.1 Кесте жалғасы

Процесс/ел	Шикізат (% TiO ₂)	Пиро-өңдеу	Шаймалау	SR (% баға)	Артықшылықтары	Кемшіліктері	Ақпараттар
Данн процесі		Темірді Cl ₂ бар ильменитте таңдамалы түрде хлорлау			Cl ₂ қайта өңдеу FeCl ₂ -ден Fe ₂ O ₃ дейін тотығады	Cl ₂ жоғары коррозиялық өңдеу	Чжань және т.б., 2011
Катаока процесі /Жапония		Темірлі формаға түрлендіру	H ₂ SO ₄	95	HCl карағанда H ₂ SO ₄ азырақ қолданады; Шаймалау температурасы төмен	Сульфаттық қалдықтардың көп шығуы	Чжань және т.б., 2011

1.6 Күкіртқышқылды шаймалауға әсер ететін факторлар

1.6.1 Қышқыл концентрациясының әсері

Концентрацияланған күкірт қышқылындағы ильменитті шаймалаудың жалпы реакциясы 1.4 – теңдеуімен ұсынылған. Қышқылдың күші титанның да, темірдің де еруіне айтарлықтай әсер етеді. Егер күкірт қышқылының концентрациясы 14 М - ден аз болса және температура 200 °С - тан төмен болса, TiOSO_4 және FeSO_4 өнімдері шығарылады [17]. Осылайша еру процесі келесі теңдеумен көрсетілуі мүмкін



Имахаши мен Такамацу (1976) ильмениттің күкірт қышқылды ортада шаймалануын зерттеді. Қышқылдар (0,3 – 1,0 М) және темір мен титанды стехиометриялық арақатынасқа дейін ерітеді. Ерітілген титан күкірт қышқылының 20 % баяу гидролизденіп, өте ықшам өнім түзеді, ол 30 минуттан кейін одан әрі еруіне жол бермейтін реакцияланбаған ильменит кенін жабады. Сондай-ақ, күкірт қышқылының ерітіндісімен концентрациясы 50 % - дан аз титанның жоғары экстракциясын алу өте қиын екенін анықтады [18]. Алайда, қышқыл концентрациясының диапазоны 450 г/л - ден 600 г/л - ге дейін, қышқыл концентрациясының жоғарылауымен тек еріту жылдамдығы біршама жоғарылайтынын анықтады [19].

1.6.2 Температураның әсері

Имахаши мен Такамацу ильмениттің күкірт қышқылына 40 °С – тан 90 °С - қа дейінгі температурада сілтіленуін зерттеді. Олар титан мен темір иондары ерітіндіге ауысады деген қорытындыға келді, яғни, гидратталған протондар қатты затқа бөлініп, күкірт қышқылының ерітінділеріндегі минералды иондардың сілтілену жылдамдығын арттырады. Ли және басқалар шаймалау температурасының 70 - тен 100 °С - қа дейінгі ұсақталған үлгілерге әсерін зерттеді [18].

Олар темір мен титанның еруі бастапқы кезеңдерде тез жүретінін, темірдің шығарылуы температураның көтерілуімен жоғарылағанын және титанның шығарылуы төмендегенін анықтады. Жоғары температура ерітіндідегі титанның тұрақсыздығына әкелді, сондықтан титан иондарының гидролизінің жоғарылауы және көрінетін дәреженің төмендеуі титан өндірісі болып табылды. Чжань мен Николь нәтижелері температураның ильмениттің еру жылдамдығына 85 °С - тан 100 °С - қа дейінгі аралықта айтарлықтай әсерін көрсетті. Титан мен темірдің бір мезгілде еруін көрсететін температура жалпы

реакциямен көрінеді. Күкірт қышқылының төмен концентрациясында шаймалау кезінде пайда болатын өнім қатты емес деп болжалды [19].

1.6.3 Механикалық активтендіру

Механоактивацияның ұсақ түйіршікті шаймалауға әсері ұсақталған минералдар да өздеріне назар аударған болатын. Механикалық активтендіру фазалық түрлендірулерді, құрылымдық ақауларды, деформацияны және өзгерістерді енгізеді, осылайша, минералды беттің сипаттамалары шаймалау жылдамдығын арттырады. Қатты және сұйық фазалардың қатынасы 1:10 - да белсендірілген ильменит үлгісі жағдайында титан иондарының гидролизі едәуір жоғары температурада ($> 70\text{ }^{\circ}\text{C}$), ұзақ сілтілену уақыты (> 45 мин) және төмен концентрация қышқылдығы. Велхам мен Левеллин механикалық активтендіру арқылы төмен температурада ($80\text{ }^{\circ}\text{C}$) болса да, күкірт қышқылында ильмениттің еру жылдамдығының сегіз есе өскенін хабарлады. Олар кәдімгі шар диірменін қолдана отырып, 100 сағаттан астам уақыт бойы тәжірибе жұмыстарын жасады [20].

Сасикумар және т.б. зерттеулері барысында күкірт қышқылымен механикалық белсендірілген ильменитті шаймалау кинетикасы бойынша титан темір сияқты стехиометрияда емес, басқаша еритінін көрсетті. Ли және басқалар бір мезгілде ұнтақтау мен ерітуді зерттеді және ильмениттің механикалық активтенуі темірдің де, титанның да шаймалау жылдамдығының артуына әкелгенін анықтады. Механикалық активтендіру арқылы шаймалау кинетикасын жақсарту беткі қабаттың немесе құрылымдық тәртіптің ұлғаюына немесе екеуіне де байланысты болуы мүмкін [21].

1.7 Тұз қышқылымен шаймалауға әсер ететін факторлар

1.7.1 Бөлшектердің мөлшерінің әсері

Темір мен титанның экстракция жылдамдығы бөлшектердің өлшемінің азаюымен жоғарылайды. 20 - 37 мкм фракциясының бөлшектерінен темірдің максималды еруі 300 минуттан кейін шамамен 67 % құрады. Сонымен қатар, 58 % титан, оның ішінде 75 мкм – ден кіші өлшемді ильменитті кендер және 2,5 мкм өлшемде синтетикалық рутил ериді. Бұл өнім хлорлау процесі үшін қажетті спецификациядан жақсы (> 50 мкм). Алайда, бірнеше зерттеушілер бөлшектердің мөлшерінің ильмениттің тұз қышқылында шаймалау жылдамдығына әсері туралы хабарлады. Бұл бөлшектердің мөлшерінің әсерін байқамағандықтан болуы мүмкін. Өлшемі бойынша кішірек бөлшектер жылдам шаймалау кинетикасын қамтамасыз етеді [22].

1.2 Кесте – Ильменитті шаймалауға кен бөлшектерінің мөлшерінің әсері

Бөлшек өлшемі (мкм)	Т (°С)	Шаймал ау уақыты (сағ)	[HCl] (М)	Қатты сұйықтық арақатынасы	Бөліп алу дәрежесі (%)		Анықтамалар
					Fe	Ti	
20 - 37 37 - 53 53 - 74	70	6	7,2	0,3	67 60 54	58 52 46	Оланпекун, 1999

1.7.2 Қышқыл концентрациясының әсері

Қышқылдың әртүрлі концентрациясында алдыңғы зерттеушілер алған ильмениттен темір мен титанның максималды алынуы 1.3 – кестеде келтірілген. Махмуд және т.б. қышқыл концентрациясының 15 % - дан 20 % - ға дейін артуы темірдің еруін 72 % - дан 99,9 % - ға дейін арттырғанын анықтады [23]. Себебі, қышқылдың жоғары концентрациясы гидролиз реакциясын болдырмады, бұл еріген титанның ішінде қалуына көмектесті. Алайда, қышқыл концентрациясы 20 % - дан жоғары болған кезде, TiO_2 қалпына келтіру төмендеді. 30 % қышқылда TiO_2 экстракциясы шамамен 27,5 % құрады, сондықтан 20 % HCl қолайлы қышқыл концентрациясы ретінде таңдады. Ли және басқалары сонымен қатар қышқылдың оңтайлы концентрациясын 20 % ұсынды, өйткені HCl құбылмалылығы қышқыл концентрациясының көтерілуімен жоғарылайтыны белгілі [18]. Қышқылдың шамадан тыс жоғары концентрациясын қолдану шаймалауды жақсартпаса да, бұл HCl қалпына келтіру жүйесіне ауыр жүктеме әкеледі. Ильмениттің тұз қышқылымен темірдің жоғары мөлшері сілтісізденуі зерттелді. Қышқылдың жоғары концентрациясы минералдың торлы құрылымынан темірдің шығарылуын арттырады деп хабарланды. Бұл темірді алудың үш есе артуы 8-ден 12 м-ге дейін қышқыл концентрациясының жоғарылауымен 17,5 % - дан 55,4 % - ға дейін. Рутилдің шамамен 89 %-ы ильмениттен 90 °С температурада 4 сағаттық араластырудан кейін шығарылды. Қатты және сұйық фазалардың қатынасы 1 : 5 (масса/көлем). TiO_2 және жалпы темірдің ерігіштігі қышқыл концентрациясына қатты тәуелді екенін көрсетті [24].

12 М HCl титан мен темірдің шамамен 92 % - ын ерітеді, бірақ 7 М HCl темірдің еруі титанның еруінен екі есе көп болды. 7 М HCl-де TiO_2 -нің төмен еруі гидролизге және тұндыруға байланысты болуы мүмкін, ал салыстырмалы түрде төмен қышқылдықты білдіреді.

1.3 Кесте – Ильмениттің шаймалануына HCl концентрациясының әсері

[HCl] (М)	Т (°С)	Бөлшек өлшемі (мкм)	Шаймалау уақыты (сағ)	Қышқылдың кенге арақатынас	Бөліп алу дәрежесі (%)		Анықтамалар
					Fe	Ti	
7.2 8.4 9.6	70	53 - 74	6	1:300	52.5 70.0 82.5	42.5 60.0 75.8	Оланипекун, 1999
1.7 3.4 5.2	75		1	1:100	47.0 48.5 49.5		Саркер және т.б., 2006
3.4 5.2 6.9 8.6	100		4	1:5.5	8.8 3.2 1.5 1.6	85.1 91.4 93.3 93.1	Ли және т.б., 2008
5.2 6.2 6.9 8.6 10.3	110	- 75	6	1:7.23	17.3 2.3 0.5 0.1 0.1	70.1 95.4 97.5 75.8 72.4	Махмуд және т.б., 2004
6.9 9.2	80		4	1:0.01	10.0;56.0 ^b 18.0;70.0 ^b	5.0;23.0 ^b 10.0;43.0 ^b	Сасикумар және т.б., 2007

1.7.3 Температураның әсері

Жоғары температураның ильмениттен титанды темірге және шаймалауға оң әсері 1.4 – кестеде қарастырылған. Саркер және т.б. барлық температурада сілтілеу жылдамдығы басында өте жоғары болғанын, бірақ 20 минуттан кейін төмендегенін анықтады [25]. Эль-Хазек және басқалар шаймалаудың оңтайлы жағдайында бөлме температурасынан 100 °С - қа дейінгі температураның өзгеруінің әсерін зерттеді. Темір мен титанның еруі бөлме температурасында сәйкесінше 25 % және 38 % болды, бірақ 50 °С кезінде сәйкесінше 78 % және 100 % дейін өсті. Титанның еруі 80 °С кезінде 98 % болса да, ол полимерлеу және гидролиз арқылы 100 °С-та төмендеді, ал темірдің еруіне әсер етпеді. Осылайша, Эль-Хазек және басқалар температура еріген гидролизінде маңызды рөл атқарады деген қорытындыға келіп, 80 °С ильменитті еріту үшін оңтайлы температура деп саналды. Басқа зерттеушілер шаймалау тиімділігі жоғары температурада көтеріледі деп келісті, бірақ олар басқа жағдайларға байланысты 70 °С-дан 110 °С-қа дейін әр түрлі оңтайлы температураны алды [24].

1.4 Кесте – Ильмениттің шаймалануына температураның әсері

T (°C)	Бөлшек өлшемі (мкм)	[HCl] (M)	Шаймалау уақыты (сағ)	Қышқылдың кенге арақатынасы	Бөліп алу дәрежесі (%)		Анықтамалар
					Fe	Ti	
30 50 75		3.4	1	1:100	45 48 49		Саркер және т.б. 2006
25 50 80 100	-75	4	2.5	1:7.23	38 78 98 100	25 99 100 30	Эль Хазек және т.б. 2007
65 75 85 95	33-38	9.44	4	1:50	40.0 64.0 83.0 99.0		Ван және т.б., 2009
85 95 105 110	-75	7	6	1:7.23	49.2 51.2 52.7 99.4	19.6 22.8 27.1 97.5	Махмуд және т.б., 2004
70 80 90	53-74	7.2	6	1:300	50 69 84	46 60 75	Оланпекун, 1999
80 90 100		7	4	1:5.5	4.5 2.5 1.5	89.1 91.9 93.3	Ли және т.б., 2008
50 60 70 80 100		9.2	4	1:10	25.0 38.0 50.0 64.0 86.0	33.1 37.7 45.7 41.4 16.0	Сасикумар және т.б., 2007

1.7.4 Қатты және сұйық фазалардың қатынасының әсері

Қатты және сұйық фазалардың қатынасы тағы бір маңызды фактор болып табылады. Ильмениттен темір мен титанның максималды шығарылуына әсер ететін параметр. Ван Дайк және т.б. жүргізген эксперименттер бойынша, 1:4 қатты және сұйық фазалардың төмен қатынасы 105 °C температурада тек 5 % титанның еруіне әкелгенін көрсетті. Ерітіндідегі Ti (IV) концентрациясы жоғары болған кезде H₂O сілтіленуді баяулатты, ал тұндыру TiO₂ сілтіленген қатты заттың кеуектерінде немесе сілтіленудегі ұсақ бөлшектер түрінде қабылданған шешім болды. Бұл салыстырмалы түрде

төмен бастапқы моль қатынасы қышқыл/қатты және жоғары температурада полимерлеу реакциясы, өнімнің қолданыстағы қабатына өте тез енетінін көрсетеді [22].

Эль Хазек және басқалар бұрынғыға қарағанда қатты және сұйық фазалардың төмен қатынасын қолданды. Темір де, титан да, сондай-ақ титанды еріген күйде сақтау мақсатында 80 °С температурада 12 М HCl қолдану, қатты және сұйық фазалардың қатынасы 1: 10 және 0,1 кг металл темір/кг ильменит, титанның еруі 1,5 сағаттан кейін 90 % жетті. Гидролизге байланысты ерітіндідегі титан концентрациясының төмендеуі орын алды. Қатты және сұйық фазалардың қатынасы 1:7 болған кезде титанның тек 42 % ерігені анықталды [24]. Ли және басқалар сонымен қатар экспериментте алынған синтетикалық рутилдің сапасы ильменит/қышқыл арақатынасының төмендеуімен жақсаратынын анықтады. Ильменит/қышқылдың жоғары қатынасы қатты және сұйық фазалардың бөлінуін шөгінді бөлшектердің өте аз мөлшеріне байланысты қиындатты [18].

1.5 Кесте – Қатты сұйықтық қатынасының ильменитті шаймалауға әсері

Қышқылдың кенге арақатынасы	Бөлшек өлшемі (мкм)	Т (°С)	Шаймалау уақыты (сағ)	[HCl] (М)	Бөліп алу дәрежесі (%)		Анықтамалар
					Fe	Ti	
1:4 1:60	-106	105	8	6		2.5 50.0	Ван Дайк және т.б., 2002
1:6.1 1:7.2 1:8.8 1:10.8 1:11.5	-75	110	6	6.9	97.3 99.4 99.5 99.6 99.7	86.6 88.0 89.8 90.1 90.4	Махмуд және т.б., 2004
1:5 1:10 1:20 1:30		80	5	12	75 80 90 90	10 40 90 90	Эль-Хазек және т.б., 2007
1:11 1:7.3 1:5.5 1:4.4		100		6.9	1.0 1.2 1.5 2.9	93.9 93.6 93.3 91.6	Ли және т.б., 2008

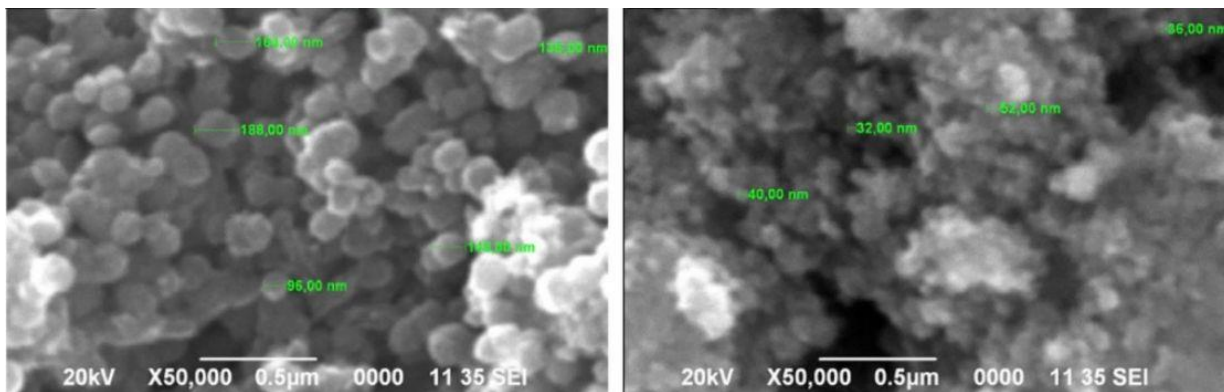
2 Тәжірибелік бөлім

2.1 Обуховское кенінің физика – химиялық құрамы

Обуховское кен орны Көкшетау облысында, Көкшетау қаласынан солтүстікке қарай 35 км жерде, Березовка ауылына жақын жерде орналасқан. Кен орнының солтүстігінде карьерден жоғарғы протерозойдың рутилді және цирконды құмтастары анықталды. Құмдарға орташа түйіршік мөлшері 0,079-0,102 мм және сұрыптау коэффициенті 0,083-0,123 тән. Бірінші циклдің кен горизонты – теңіздің регрессиясы кезінде эрозиядан сақталған бастапқы жағалау – теңіз шұңқырларының қалдықтары. Кенді құмдардың ауыр фракциясының минералдық құрамы келесідей: ильменит – 30 %, циркон – 18 %, лейкоксен – 15 %, рутил – 10 %, басқа минералдар – 27 %. Сонымен қатар, кенді құмдардың минералды құрамы тұрақты. Олар 85 % кварцтан, 9 % сазды материалдан және 6 % ауыр фракциялық минералдардан тұрады. Ауыр фракцияның құрамы: ильменит – 36 %, циркон – 26 %, лейкоксен – 8 %, рутил – 4 %, басқа минералдар – 21 %. Кенді горизонттың қалыңдығы бірнеше метрден 15-18 м-ге дейін (орташа 2-3 м). Ондағы кен денелерінің қалыңдығы 1-1,5 м, ісінуі 5 м-ге дейін жетеді. Кен денелерінің ені 2,5 км-ге дейін 5 км-ге созылады. Екінші шөгуге циклі Құтанбұлақ түзілімінің жоғарғы бөлігіне сәйкес келеді. Мұнда кеннің минералдануы оқтын-оқтын жүреді және жоғарғы кен горизонтының практикалық маңызы жоқ. Кен орнының үш шұңқырының жалпы ауданы 80 км² - ден асады. Негізгі Обуховское шұңқыры линза тәрізді пішінді, ені 0,4-3 км қалыңдығы 0,5-15 м 11 км-ге созылған. Кенді денелердің үстіңгі қабатының қалыңдығы орта есеппен 6,8 м ал орталық бөлігі 0,2 м ал қапталдарында 12-20 м-ге дейін жетіп жатыр. Бай кендер 2,5 % -дан жоғары ауыр фракциялық шығымдылығымен және 50 кг/м³ - ден астам шартты ильмениттік құрамымен ерекшеленеді. Кен денелерінің шеткі бөліктерін құрайтын ильменит мөлшері 30-50 кг/м³ құрайды.

Кен орны қоры жағынан үлкен, құрамы бойынша ильменит – цирконийдің орташа мөлшеріне жақын. Жалпы кен орнындағы кенді минералдардың мөлшері (кг/м³): ильменит – 21,97-24,7; рутил – 3,81-4,15; лейкоксен – 3,6, циркон – 3,98-5,82, монацит – 0,5-5,0, дистен – 3,17, андалузит - 0,09. Титан диоксидінің барланған қоры 1 500000 тоннадан асады. Ильменит концентратының химиялық құрамы (%): TiO₂ - 54,2, ZrO₂ - 0,56, Cr₂O₃ - 4,41, SiO₂ - 1,4, Al₂O₃ - 3,52, Fe₂O₃ - 30,71, V₂O₅ - 0,05, P₂O₅ – 0,46, Mn -0,06, H₂O -0,55. Қазіргі таңда «Севказруда» тау-кен өндіру кәсіпорны кен орнында Өскемен титан-магний комбинаты үшін титан шикізатын алу және байыту бойынша қуаттарды құруда. 2001 жылға қарай кен құмдарын өндіруді 800 000 м³-ге дейін, титан диоксиді бойынша титан минералдарын - 88 000 тоннаға дейін жеткізу жоспарлануда. Өңдеу цехының құрылысы басталғанға дейін Лисаковская өңдеу зауытына 8000 тонна сусымалы концентратты жеткізе отырып, 50 000 м³ құм (5500 тонна титан диоксиді)

өндіру жоспарлануда. Жоспарланған көлемге жеткенде барланған қорлар 20 жылға жетеді. Салынып жатқан Обуховский титан-цирконий кенішінің одан әрі перспективалары Қарағай-Орлиногорск аймағын барлаумен байланысты. Мұндағы ұңғымалар ильменит пен цирконға бай аумақтары бай екені анықталды. Жақын маңдағы эклогиттер мен олардың бойындағы рутилді үгілу қыртысын зерттеумен байланысты, мөлшері 60 кг/м дейін, ал тереңдігі (50-100 м) бор құмдарымен циркон мен ильменит мөлшері 40 кг/м³ дейін анықталды. Кәсіпорынның тиімділігін арттыру силикат кірпіш өндіру үшін кварц құмын байланысты өндіру есебінен мүмкін болады.



2.1 Сурет – Кен үлгісінің микрофотографиясы

2.2 Зерттеуде қолданылатын реагенттер мен жабдықтар

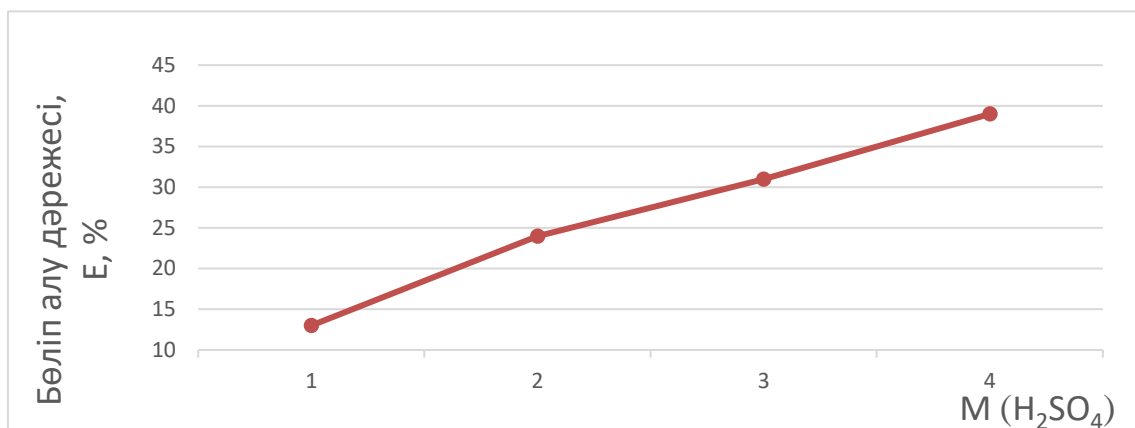
Жүргізілген зерттеу жұмысының мақсаты – титанды шаймалау процесіне аскорбин қышқылының әсерін зерттеу.

Бұл тәжірибелік зерттеу жұмысында орындау кезінде аскорбин қышқылы (C₆H₈O₆) және күкірт қышқылы (H₂SO₄) пайдаланылды.

2.1 Кесте – H₂SO₄ шаймалау кезіндегі концентрация әсері

M (H ₂ SO ₄)	ε % , бөліп алу дәрежесі
1	13
2	24
3	31
4	39

2.1 – кесте бойынша зерттеу жұмысын қарастырар болсақ, күкірт қышқылының 1 мен 4 моль аралығында централиялар берілген. (T = 80 °C; t = 80 мин; Қ : Ж = 1 : 3).

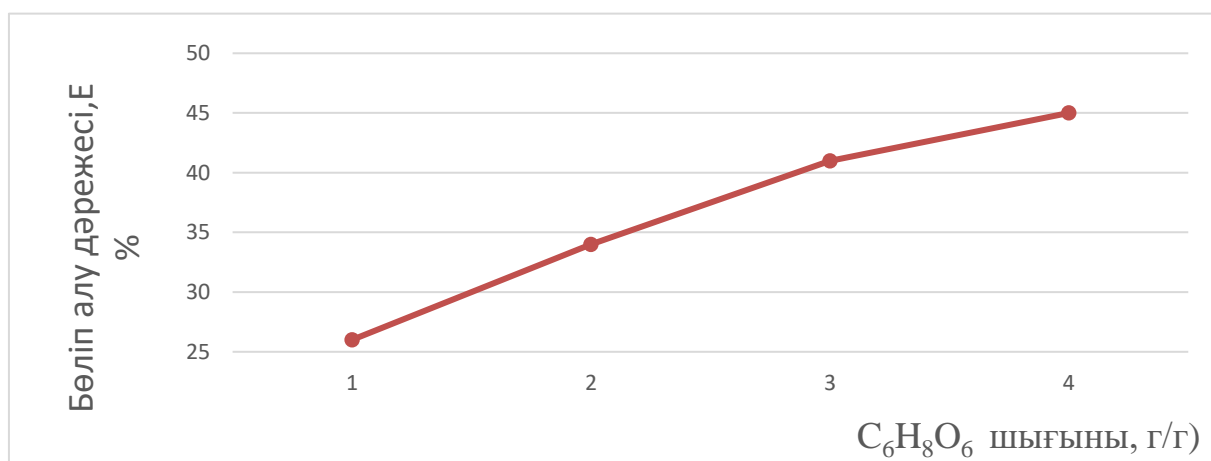


2.2 Сурет – H₂SO₄ шаймалау кезіндегі концентрация әсері

2.2 Кесте – H₂SO₄ және C₆H₈O₆ қоспасымен шаймалау кезіндегі концентрацияның әсері

C ₆ H ₈ O ₆ шығыны	ε % , бөліп алу дәрежесі
1	26
2	34
3	41
4	45

2.2 – кесте бойынша зерттеу жұмысын қарастырар болсақ, күкірт қышқылы мен аскорбин қышқылының араластырылған қоспасының 1 және 4 моль аралығындығы концентрациялар берілген. (C_{H₂SO₄} = 4 М; T = 80 °C; t = 80 мин)



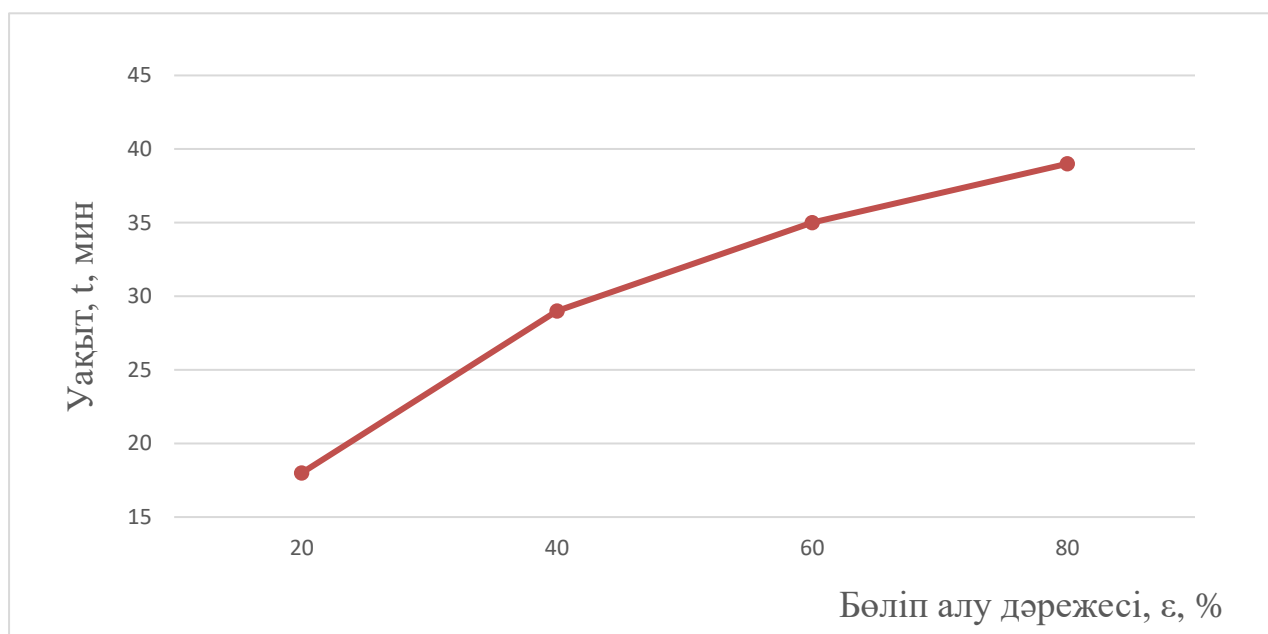
2.3 Сурет – H₂SO₄ және C₆H₈O₆ қоспасымен шаймалау кезіндегі концентрация әсері

2.2 және 2.3 – суретті салыстыра қарастыратын болсақ, тек күкірт қышқылының қатысуымен жасалған зерттеу кезіндегі 4 М күкірт қышқылынан 39 % титанның ерітіндісі өтті. Ал, аскорбин қышқылының қатысуымен өткен зерттеу жұмысында 4 М концентрациядан 45 % титанның ерітіндісі өткен болатын. Бұл дегеніміз, шаймалау процесі үшін аскорбин қышқылын қолдану анағұрлым эффективті екенің байқадық.

2.3 Кесте – H_2SO_4 шаймалау процесіне уақыт ұзақтығының әсері

t, мин	ε % , бөліп алу дәрежесі
20	18
40	29
60	35
80	39

2.3 – кесте бойынша зерттеу жұмысын қарастырар болсақ, күкірт қышқылымен шаймалау процесі кестеде көрсетілген уақыт аралықтарында жүргізіліп, бөліп алу дәрежелері бақыланып отырды. ($T = 80\text{ }^\circ\text{C}$; $C_{H_2SO_4} = 4\text{ M}$)



2.4 Сурет – H_2SO_4 шаймалау процесіне уақыт ұзақтығының әсері

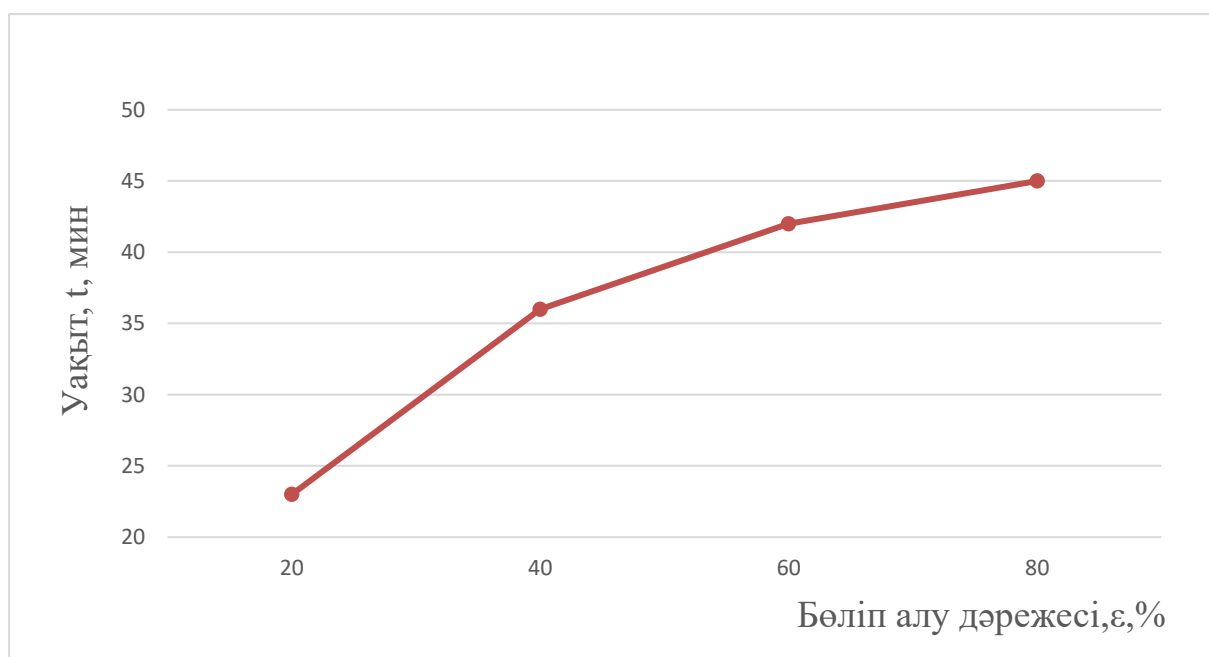
2.4 Кесте – H_2SO_4 және $C_6H_8O_6$ қоспасымен шаймалау процесіне уақыт ұзақтығының әсері

t, мин	ε % , бөліп алу дәрежесі
20	23
40	36

2.4 кестенің жалғасы

t, мин	ε % , бөліп алу дәрежесі
60	42
80	45

2.4 – кесте бойынша зерттеу жұмысын қарастырар болсақ, күкірт қышқылы мен аскорбин қышқылының араластырылған қоспасының қатысуымен жүзеге асырылған шаймалау процесі кестеде көрсетілген уақыт аралықтарында жүргізіліп, бөліп алу дәрежелері бақыланып отырды. (C H₂SO₄ - 4 M; C₆H₈O₆ шығыны – 4 г/г)



2.5 Сурет – H₂SO₄ және C₆H₈O₆ қоспасымен шаймалау процесіне уақыт ұзақтығының әсері

2.4 және 2.5 – суретті салыстыра қарастыратын болсақ, зерттеу жұмысы 20; 40; 60; 80 минут уақыт аралықтарында жүргізіліп отырды. Тек күкірт қышқылының қатысуымен жасалған зерттеуде 80 минутта бөліп алу дәрежесі 39 % – ды көрсетті. Ал, аскорбин қышқылының қатысуымен өткен зерттеу жұмысында 80 минут кезінде 45 % титанның ерітіндісі өткен болатын. Бұл дегеніміз, шаймалау процесі үшін аскорбин қышқылын қолдану анағұрлым эффективті екенің байқадық.

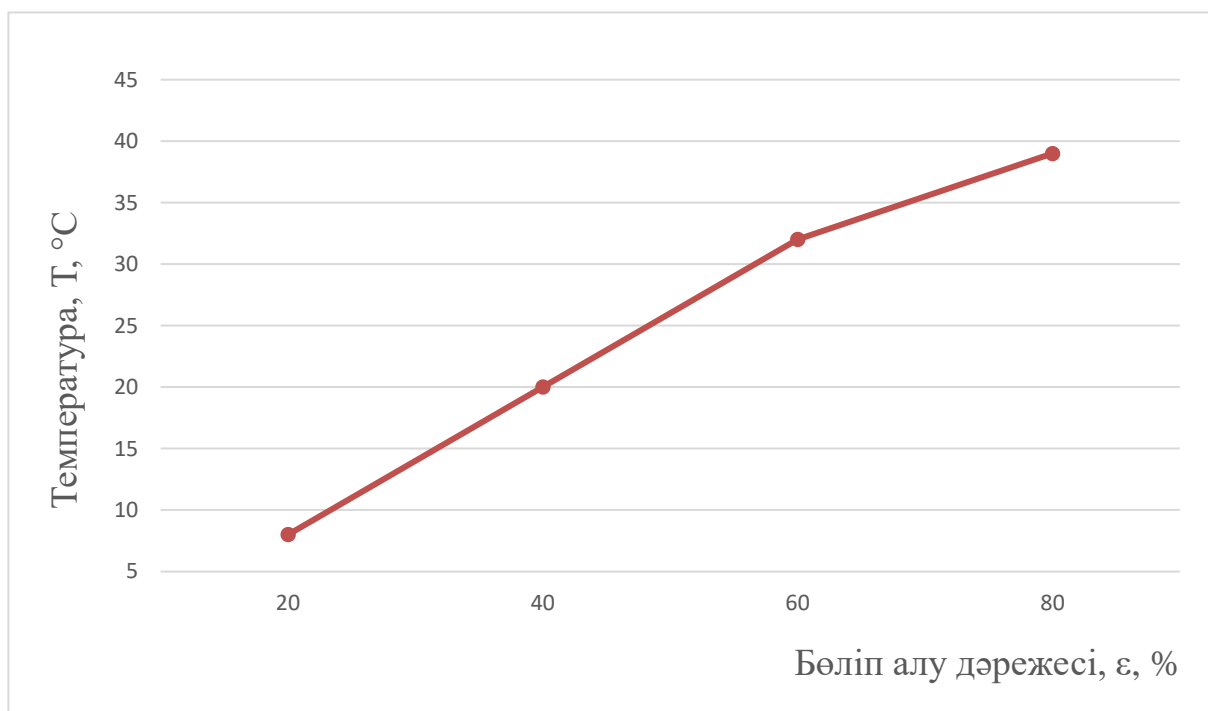
2.5 Кесте – H₂SO₄ шаймалау процесіне температураға әсерін зерттеу

T, °C	ε % , бөліп алу дәрежесі
20	8
40	20

2.5 кестенің жалғасы

T, °C	ε % , бөліп алу дәрежесі
60	32
80	39

2.5 – кесте бойынша зерттеу жұмысын қарастырар болсақ, шаймалау процесі белгілі бір температура аралықтарында жүргізіліп, бөліп алу дәрежелері бақыланып отырды. (C H_2SO_4 - 4 M; t = 80 мин)

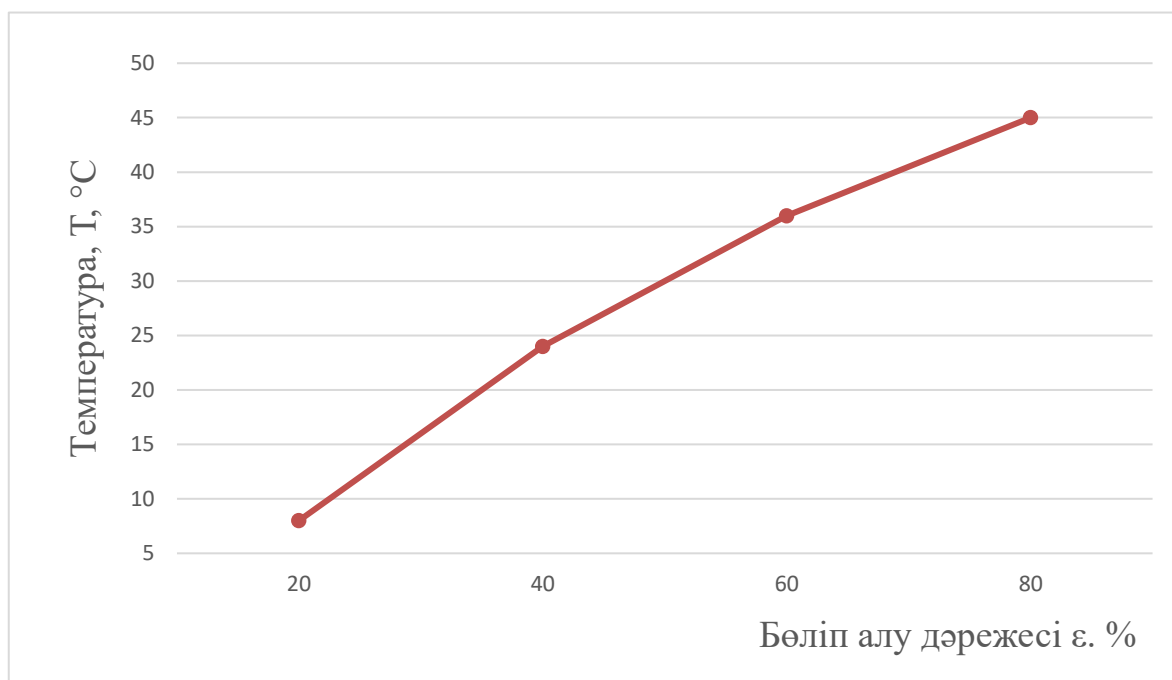


2.6 Сурет – H_2SO_4 шаймалау процесіне температураға әсерін зерттеу

2.6 Кесте – H_2SO_4 және $C_6H_8O_6$ қоспасымен шаймалау процесіне температураның әсері

T, °C	ε % , бөліп алу дәрежесі
20	8
40	24
60	36
80	45

2.6 Кесте бойынша зерттеу жұмыстарын қарастырар болсақ, күкірт қышқылы мен аскорбин қышқылының араластырылған қоспасының шаймалау процесіне температураның әсерін зерттей отырып, бөліп алу дәрежелерін бақылап отырдық. (C H_2SO_4 - 4 M; $C_6H_8O_6$ шығыны – 4 г/г; t = 80 мин)



2.7 Сурет – H_2SO_4 және $C_6H_8O_6$ қоспасымен шаймалау процесіне температураның әсері

2.6 және 2.7 – суретті салыстыра қарастыратын болсақ, зерттеу жұмысы $20\text{ }^\circ\text{C}$; $40\text{ }^\circ\text{C}$; $60\text{ }^\circ\text{C}$; $80\text{ }^\circ\text{C}$ температураларда жүргізіліп отырды. Тек күкірт қышқылының қатысуымен жасалған зерттеуде $T = 80\text{ }^\circ\text{C}$ кезіндегі күкірт қышқылынан 39% титанның ерітіндісі өтті. Ал, аскорбин қышқылының қатысуымен өткен зерттеу жұмысында $T = 80\text{ }^\circ\text{C}$ кезінде 45% титанның ерітіндісі өткен болатын. Бұл дегеніміз, шаймалау процесі үшін аскорбин қышқылын қолдану анағұрлым эффективті екенің байқадық.

Бұл зерттеу жұмысында күкірт қышқылы мен аскорбин қышқылы арқылы шаймалау процесін жүргізе отырып, үш негізгі параметрге әсерін зерттедік. Біріншісі – концентрацияға әсері; екіншісі – уақыт ұзақтығына әсері; үшіншісі – температураға әсерін қарастырып, мәндерін кестеге енгізіп, график тұрғызылды. Қорытындылай келе, күкірт қышқылына аскорбин қышқылын қосу арқылы шаймалау процесін жүргізу тиімді екенін байқалды.

3 Экономикалық бөлім

Дипломдық жұмыста экономикалық бөлімінде зерттеу жүргізудің экономикалық шығындары есептелген болатын, нақты айтсақ:

- шикізат пен реактивтерге кеткен шығындар;
- электр энергиясының шығыны;
- ыдыс шығындары;
- су шығындары;
- жалпы институт шығындарының көлемі.

3.1 Шикізат пен реактивтер шығындарын есептеу

Зерттеулер жүргізу кезінде реактивтер, әртүрлі шикізаттар және ерітінділер қолданылды. Шикізат пен реактивтер және құралдар шығыны 3.1 – 3.2 кестеде көрсетілген.

3.1 Кесте – Қондырғылар шығыны

Қондырғылар	Қуаты, кВт*сағ	Электр энергия бағасы	Жұмыс сағат саны	Шығыны, тг
Шаймалаушы лабораториялық реактор	380	28,32	8	3040
Шарлы диірмен	380	28,32	8	3040

3.2 Кесте – Шикізат пен реактивтер шығыны

Аты	Мөлшері, г	Шартты баға, тг	Шығындары, тг
Күкірт қышқылы	200	2000	400
Аскорбин қышқылы	200	1200	240
Барлығы :			640

3.2 Электр энергиясының шығынын есептеу

Электр энергия шығынын есептеу, тәжірибелік жұмыс қондырғыда, араластырғышта жүргізілді. Есептеу мәндері 3.4 – кестеде көрсетілген.

3.3 Кесте – Электр энергиясы шығыны

Қондырғылар	Қуаты кВт/сағ	Жұмыс сағат саны	Шығыны, тг
Шарлы диірмен	2,2	8	17,6
Араластырғыш	1,80	8	279,936
Барлығы:			314,536

1кВт сағатқа тариф - 19,44 тг.

3.3 Ыдыс шығындарының амортизациялық төлемдері

Тәжірбиелік жұмысқа әртүрлі ыдыстар: колбалар, пипеткалар, химиялық стакандар қолданылды. Ыдыс шығындарының амортизациялық есебі 3.5 – кесте көрсетілген.

3.4 Кесте – Ыдыс шығындарының амортизациялық төлемдері

Ыдыстың аты	Саны	Бағасы, тг	Шығыны, тг
Өлшегіш колбалар	2	200	400
Пипетка	1	100	100
Химиялық стакан	2	100	200
Барлығы:			700

3.4 Су шығындарының есебі

Тәжірибелік жұмыста жұмсалатын су мөлшері 3.6 – кестеде келтірілген.

3.5 Кесте – Су шығындарының есебі

Су шығыны, м ³ /сағ	1 м ³ бағасы, тг	Жұмыс сағат саны	Шығыны, тг
0,3	80	8	2,4
Барлығы:			2,4

3.5 Жалпы шығындар саны

3.6 Кесте – Жалпы шығындар саны

Шикізаттар аты	Шығын саны, тг	Салмақ үлесі, %
Шикізат шығыны	640	8,27
Электроэнергия шығыны	314,536	4,06
Ыдыс шығыны	700	9,05
Шикізат пен реактивтер шығындарын есептеу	6080	78,6
Барлығы	7735	100

4 Қауіпсіздік және еңбек қорғау бөлімі

Дипломдық жұмыстың зерттеу жұмыстары негізінен Қ.И. Сәтбаев атындағы Қазақ Ұлттық Техникалық Зерттеу Университетінің «Металлургиялық процестер, жылу техникасы және арнайы материалдар технологиясы» кафедрасындағы зертханасында жүргізілді. Қауіпсіздік техникасы зертхана меңгерушісінің қарауымен жүргізілді.

Қауіпті және зиянды өндірістік факторларды талдау. Металлургия өнеркәсібі барлық салалар арасында атмосфералық шығарындылары бойынша екінші орында тұр. Тау-кен металлургия өнеркәсібі жергілікті және аймақтық ауқымда жер үсті және су ортасына айтарлықтай зиян келтіреді. Шахталар мен балқыту зауыттары құрлықта немесе су жүйесінде жойылуы тиіс үлкен көлемдегі қалдықтарды тудырады. Металлургиялық өндіріс қызметінің негізгі салдары ауаның, топырақтың, өзен суларының және жер асты суларының ауыр металдармен ластануымен байланысты. Ал табиғатқа тигізетін кері әсерді азайту үшін мұндай кәсіпорынға санитарлық-қорғау аймағының жобасын әзірлеуден бастап, атмосфераға шығарындыларды кешенді бақылауға дейін көп жұмыс істеу керек. Балқыту процесі кезінде кен құрамында металдар ғана емес, басқа да химиялық заттар бар. Осының нәтижесінде рудадан көптеген химиялық заттар атмосфераға таралады. Кейбір химиялық заттар жүрек айнуын тудыратын және атмосфераны ластайтын күкірт диоксиді мен фторид сутегін қамтиды. Мысалы, металлургия зауыттының атмосфераны ластауы нәтижесінде қышқыл жаңбыр пайда болады. Қышқыл күкірт диоксиді зауыттардан шығып, атмосфераға түсіп, ондағы сумен әрекеттеседі. Нәтижесінде, ауа райы құбылыстары қышқыл жаңбырды тудырады. Қышқылды жаңбырлар топырақ эрозиясын тездетеді және жанасу кезінде өсімдіктер мен жануарларға физикалық зақым келтіреді.

4.1 Кесте – Жұмыс аймағындағы зонада шекті рұқсат етілген концентрат (ШРК)

№	Атауы	Формуласы	N CAS	ШРК мг/м ³	Қауіптілік классы	Өндіріс жағдайында ауадағы басым агрегаттық жай-күй
1	Күкірт қышқылы	H ₂ SO ₄	7664- 93-9	1	2	а
2	Күкірт диоксиді +	SO ₂	7446- 09-5	10	2	п
3	Күкірт триоксиді +	SO ₃	7446- 11-9	1	2	п

4.1 кестенің жалғасы

№	Атауы	Формуласы	N CAS	ШРК мг/м ³	Қауіптілік классы	Өндіріс жағдайында ауадағы басым агрегаттық жай-күй
4	Тұз қышқылы	HCl	7664- 93-9	5	3	а
5	HCl газы	HCl	7665- 93-5	0,2	2	п
6	Cl ₂ газы	Cl ₂	7782- 50-5	1	2	п

Келесі белгілер қолданылды:

Ф - негізінен фиброгенді әсер ететін аэрозольдер

П - булар және / немесе газдар,

а - аэрозоль, п+а-бу мен аэрозоль қоспасы,

+ - жұмыс кезінде теріні және көзді арнайы қорғауды қажет ететін қосылыстар; таңба зат атауынан кейін қойылады.

4.2 Кесте - Жұмыс аймағындағы газдар мен қышқылдардың адам организміне әсер етуі

№	Атауы	Адам ағзасына әсер етуі
1	Күкірт қышқылы	Ауа жұтуы кезінде күкірт қышқылының буы ауыздың, мұрынның және тыныс жолдарының ішкі жағында ауыр химиялық күйік тудыруы мүмкін, бұл ауырсыну мен тыныс алудың қиындауына әкеледі.
2	Күкірт диоксиді +	сұйықтықтың жиналуын тудыруы мүмкін, ісіну, өкпе, бронхтар, көмей, пневмония, және Өкпенің созылмалы обструкциялық ауруына әкеліп соғады. Егер олар тыныс алуды нашарлататын болса, бұл белгілер өлімге әкелуі мүмкін.
3	Күкірт триоксиді +	Ол тыныс жолдарының созылмалы зақымдануын тудырады, сондай-ақ көмірсулар мен ақуыздар алмасуының барысын бұзуы мүмкін.
4	Тұз қышқылы	Тұз қышқылы адам денсаулығына өте қауіпті. Теріге тиген кезде қатты күйік тудырады, әсіресе көзге түсуі қауіпті. Тұз қышқылы теріге тиген кезде оны дереу мол су ағынымен 25-30 минут көлемінде жуу керек.

4.2 кесте жалғасы

№	Атауы	Адам ағзасына әсер етуі
5	HCl газы	Ауа жұту кезінде көптеген органдар мен жүйелердің ауыр асқынуларына әкелуі мүмкін. Оларға мыналар жатады: уытты гепатит - бауырдың қышқылмен зақымдалуына байланысты дамиды; асқазан - ішектен қан кету; қан тамырларын бұзады;

4.3 Кесте – Күкірт қышқылы және тұз қышқылымен уланған жағдайда көрсетілетін алғашқы көмек

Күкірт қышқылымен уланған жағдайда көрсетілетін алғашқы көмек	Тұз қышқылының буымен уланған жағдайда көрсетілетін алғашқы көмек
<p>1) Уланудың алғашқы белгілерінде науқас жарты стакан күнбағыс немесе зәйтүн майын ішуі керек.</p> <p>2) Асқазан аймағындағы ауырсыну - ды аздап жоюға суық сүт немесе мұздың кішкене бөліктері көмектеседі.</p> <p>3) Уланудың салдарын жою бойынша одан әрі шараларды дәрігерлер ауруханада жүргізуі керек.</p>	<p>1) Таза ауаға шығуды қамтамасыз етіңіз (терезелерді, есіктерді ашыңыз, тар киімдерді шешіңіз).</p> <p>2) Егер зардап шегуші есінен танып қалса, құсқан кезде құсудың аспирациясын болдырмау үшін оны бүйірінен немесе шалқасынан жатқызып, басын бір жағына қаратып қойыңыз.</p> <p>3) Мұрын мен ашық теріні 2 % сода ерітіндісімен (200 мл стакан суға 1 шай қасық сода) және көп ағынды сумен шайыңыз.</p> <p>4) Ұзақ уақыт (15-20 минут) және көп мөлшерде, ағынды сумен ашық көзді шайыңыз, 1-2 тамшы 2% новокаин ерітіндісін, 1-2 тамшы вазелин майын тамызыңыз.</p> <p>5) 2% сода ерітіндісімен ингаляция жасаңыз.</p> <p>6) Зардап шегушіге сілтілі сусын беріңіз (газсыз минералды су, сүт)</p>

ҚОРЫТЫНДЫ

Жылдар бойы титан диоксидінің және титан металының ақ пигментінің көп сұранысқа ие болуының әсерінен, ильменитті синтетикалық рутилге айналдыру процестері біршама ғылыми қызығушылықты арттырған болатын. Сульфатты немесе хлоридті шаймалау процестері тотықсыздандырғыштар – дың қатысымен болуы немесе болмауы ең жиі сыналған әдістер болып табылады. Алайда, хлоридті шаймалау процесі үнемді, сондықтан да ол қолайлы болып табылады. Ол салыстырмалы түрде ертінділердің қалдықтарын өңдеу, тиісінше регенерация және тұз қышқылын қайта өңдеуді жеңілдетеді.

Зерттеу жұмысы орындау барысында тұз қышқылың және аскорбин қышқылың қолдана отырып, титанды шаймалау процесіне олардың әсерін анықтадық. Алдымен, күкірт қышқылының өзің пайдалана отырып, кейін күкірт қышқылы мен аскорбин қышқылының қоспасын пайдалана отырып шаймалау процесің жүргіздік. Бірінші – концентрацияға әсерін, екінші – уақыт ұзақтығына әсерін, үшінші – температураға әсерін қарастырдық. Нәтижесінде аскорбин қышқылың пайдалана отырып шаймалау процесің жүргізу тиімді екенің анықтадық.

Дипломдық жұмыста жалпы титанның қасиеттері және минералогиясы туралы айтылып қана қоймай, сонымен қатар титанды сульфатты және хлоридті шаймалау процестері, оған тотықсыздандырғыштардың және бірнеше факторлардың әсер етуі қарастырылған. Университет зертханасында күкірт қышқылы мен аскорбин қышқылының шаймалау процесіне әсер етуін зерттей отырып, мәндерін кестеге енгізіліп, график тұрғызылды.

Дипломдық тақырып бойынша зерттеудің экономикалық есептемелері жүргізіліп, титанды шаймалау процесінен шығатын улы газдардың қоршаған ортаға және адам организміне тигізетін әсері, сонымен қатар жұмыс орнындағы шекті рұқсат етілген концентрациясы қарастырылды.

ПАЙДАЛАНЫЛҒАН ӘДЕБИЕТТЕР ТІЗІМІ

- 1 Дас Г.К., Пранолю Ю., Чжу З., Ченг К.Ю., Выщелачивание ильменитовых руд кислыми хлоридными растворами. 2013.
- 2 Агацини-Леонарду С., Устадакис П., Цакиридис Ч.П., Маркопулосет К.Х., Выщелачивание титана из красного шлама разбавленной серной кислотой при атмосферном давлении. 2008.
- 3 Begum N., Maisyara A., Bari F., Rafezi Ahmad K., Hidayah N., Leaching behaviour of Langkawi black sand for the recovery of titanium. 2012.
- 4 Habash F., Handbook of Extractive Metallurgy. 1997.
- 5 Nguyen T.H., Lee M.S., A review on the recovery of titanium dioxide from ilmenite ores by direct leaching technologies. 2018.
- 6 Хаверкамп Р.Г., Крюгер Д., Раджашекар Р., Жаңа Зеландия ильменитінің тұз қышқылымен ыдырауы. Гидрометаллургия. 2016.
- 7 Gazquez M.J., Bolívar J.P., Garcia-Tenorio R., Vaca F. A., Review of the production cycle of titanium dioxide pigment. 2014.
- 8 Хаускрофт К., Шарп А., Неорганическая химия, 2-е изд.
- 9 Тедеско П.Х., Руми В.Б., Изучение возможности извлечения титана из титаноносных песков экстракцией трибутилфосфатом 1978.
- 10 Тавани Э.Л., Тедеско П.Х., Кренкель Т.Г., Обогащение титаноносных песков залива Сан-Блас гидрометаллургическим путем. 1981.
- 11 Сарно М.С., Аванза Дж.Р., Кинетический анализ выщелачивания концентрированной руды. 1986.
- 12 McConnel S.R., Dissolution of ilmenite and related minerals in sulfuric acid. 1978.
- 13 Барксдейл Дж., Титан, его происхождение, химия и технология. 1966.
- 14 Эгертон Т.А., Соединения титана, неорганические вещества, Энциклопедия химической технологии. 2000.
- 15 Имахаши М., Такамацу Н., Растворение минералов титана в соляной и серной кислотах. 1976.
- 16 Димитриос Ф., Гийом Х., Удаление и извлечение железа в производстве диоксида титана и производстве пигментов. 2009.
- 17 Лян Б., Ли К., Чжан К., Чжан Ю., Кинетика выщелачивания ильменита Панжихуа в серной кислоте. Гидрометаллургия. 2005.
- 18 Ли С., Линг Б., Лу С., Растворение механически активированного ильменита Панжихуа в разбавленном растворе серной кислоты. Гидрометаллургия. 2007.
- 19 Чжан С., Николь М.Дж., Күкірт қышқылында ильмениттің тотықсыздануы мен еруін электрохимиялық зерттеу. Гидрометаллургия. 2009.
- 20 Welham N.J., Llewellyn D.J., Mechanical enhancement of the dissolution of ilmenite. Minerals Engineering. 1998.
- 21 Сасикумар К., Рао Д.С., Шрикант С., Мукхопадхьяй Н.К., Мехротра С.П., Исследования растворения механически активированного ильменита Манавалакуручи с помощью HCl и H₂SO₄. 2007.

22 Ван Дайк Дж.П., Вегтер Н.М., Писториус П.К., Кинетика растворения ильменита в соляной кислоте. Гидрометаллургия. 2002.

23 Mahmoud M.H., Afifi. A.I., Ibrahim I.A., Reductive leaching of ilmenite ore in hydrochloric acid for the preparation of synthetic rutile. 2004.

24 Эль-Хазек Н., Лашин Т.А., Эль-Шейх Р., Заки С.А., Розетта ильменитінен TiO_2 -ні тұз қышқылымен шаймалаудың гидрометаллургиялық критерийлері. 2007.

25 Саркер М.Қ., Рашид А.К., Курный А.С., Сұйылтылған тұз қышқылы ерітінділеріндегі тотыққан және тотықсызданған ильменитті шаймалау кинетикасы. 2006.