

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Некоммерческое акционерное общество «Казахский национальный исследовательский  
технический университет имени К.И.Сатпаева»



Горно – металлургический институт имени О.А. Байконурова

Кафедра Металлургия и обогащение полезных ископаемых

Джункураев Еркебулан Эрикович

Изучение гидрометаллургической переработки пиритно-кобальтовых концентратов и  
схемы автоматизации процесса

**МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ**

7М07201 – «Автоматизация и цифровизация металлургических процессов»

Алматы 2026

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Некоммерческое акционерное общество «Казахский национальный исследовательский  
технический университет имени К.И.Сатпаева»

Горно металлургический институт имени О.А. Байконурова

Кафедра Металлургия и обогащение полезных ископаемых

УДК 669.053.4:669.3(043)


На правах рукописи

Джункураев Еркебулан Эрикович

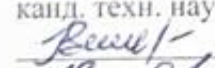
МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

На соискание академической степени магистра

Название диссертации	Изучение гидрометаллургической переработки пиритно-кобальтовых концентратов и схемы автоматизации процесса
Направление подготовки	7M07201 – «Автоматизация и цифровизация металлургических процессов»

Научный руководитель  
Д-р Ph.D, канд. техн. наук,  
профессор  
 Т.А. Тепуштанова  
«13» 07 2026 г.

Рцензент  
Д-р тех. наук, зав. лабораторией  
пирометаллургии АО «ИМиО»  
кадрла  Квятковский С.А.  
«15» 07 2026 г.

Нормоконтроль  
канд. техн. наук, ст. преподаватель  
 Коныратбекова С.С.  
«19» 07 2026 г.

ДОПУЩЕН К ЗАЩИТЕ  
НАО «КазННТУ им.К.И.Сатпаева»  
Горно-металлургический институт  
им. О.А. Байконурова

ДОПУЩЕН К ЗАЩИТЕ  
Канд. техн. наук, заведующая кафедрой  
МиОПИ  
 Барменшинова М.Б.  
«19» 07 2026 г.

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Некоммерческое акционерное общество «Казахский национальный исследовательский  
технический университет имени К.И.Сатпаева»

Горно металлургический институт имени О.А. Байконурова

Кафедра Металлургия и обогащение полезных ископаемых

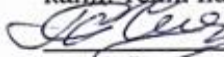
7М07201 – «Автоматизация и цифровизация металлургических процессов»

УТВЕРЖДАЮ

Заведующая кафедрой

МПТиТСМ, PhD

канд. техн. наук, профессор

 Чепуштанова Т.А.

« 28 » 03 2024 г.

**ЗАДАНИЕ**

**на выполнение магистерской диссертации**

Магистранту Джункураеву Еркебулану Эриковичу

Тема Изучение гидрометаллургической переработки пиритно-кобальтовых концентратов и схемы автоматизации процесса.

Утверждена приказом Ректора Университета №133-П/О от «28» марта 2024 г.

Срок сдачи законченной диссертации «28» декабря 2025г.

Исходные данные к магистерской диссертации: научная, учебная и методическая литература по теме диссертации, материалы по опытно – промышленным испытаниям выщелачивания шлако-штейновых расплавов, полученных при содовой электроплавке.

Перечень подлежащих разработке в магистерской диссертации вопросов:

- а) современное состояние рассматриваемой проблемы недостатка тепла на печах Ванюкова и в целом автогенных плавов;
- б) проведение опытно – промышленных испытаний на ПВ по восполнению тепла углем класса «орешек» и антрацита на БМЗ.

Перечень графического материала не менее 23 слайдов с результатами исследований.

Рекомендуемая основная литература:

1 Отчет Инв.№ 0324РК00562. Разработка технологии комплексной переработки пиритных концентратов с получением железистых пигментов и ультрадисперсных порошков металлов». Промежуточный ИРН № 23490117, 2024.




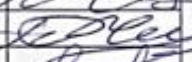
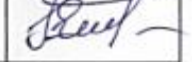

2 Отчет Инв.№ 0321РК00225. Исследование процессов обжига, магнитного и флотационного обогащения получаемых продуктов. Промежуточный ИРН № AP08052829.




**ГРАФИК**  
подготовки магистерской диссертации

Наименование разделов, перечень разрабатываемых вопросов	Сроки предоставления научному Руководителю	Примечание
Введение	02.10.2025 г.	
Аналитический обзор литературы	21.11.2025 г.	
Практическая часть	21.11.2025 г.	
Термодинамический анализ	11.11.2025 г.	
Заключение	21.12.2025 г.	

**Подписи**  
консультантов и нормоконтролера на законченную магистерскую диссертацию с указанием относящихся к ним разделов работы

Наименование разделов	Консультанты, И.О.Ф. (уч. степень, звание)	Дата подписания	Подпись
Введение	Т.А.Чепуштанова д-р ph.D., канд. техн. наук, ассоц.профессор	02.10.2025	
Аналитический обзор литературы		21.11.2025	
Термодинамический анализ		21.11.2025	
Экспериментальная часть		21.11.2025	
Заключение		21.12.2025	
Нормоконтролер	С.С. Кобыратбекова канд. техн. наук	15.01.2026	

Научный руководитель  Чепуштанова Т.А.

Задание принял к исполнению обучающийся  Джункураев Е.Э.

Дата «28 03» 2024 г.

## АНДАТПА

Магистрлік диссертациялық жұмыс пиритті-кобальтты концентраттарды гидрометаллургиялық қайта өңдеуді және процесті автоматтандыру сұлбасын зерттеуге арналған, атап айтқанда «ССГПО» АҚ пиритті-кобальтты концентраттарынан алынған шлак-штейнді балқыманы шаймалау процесін қарастырады. Жұмыстың мақсаты пиритті-кобальтты концентраттарды гидрометаллургиялық қайта өңдеу технологиясын зерттеу және «ССГПО» АҚ жағдайында сульфидті кекті қайта өңдеу процесін автоматтандыру сұлбасын әзірлеу болып табылады. Шлак-штейнді балқыманы шаймалау бойынша технологиялық нәтижелер алынды. Су арқылы шаймалау кезінде мырыштың 98,5 %-ы қатты қалдықта қалатыны, ал алғашқы шаймалау сатысында 1–1,5 %-ы ерітіндіге өтетіні анықталды. Магистрлік диссертация 57 беттен тұрады, 11 кестені, 8 суретті қамтиды.

## АННОТАЦИЯ

Магистерская диссертационная работа посвящена изучению гидрометаллургической переработки пиритно-кобальтовых концентратов и схемы автоматизации процесса, а именно процессу выщелачивания шлако-штейнового расплава, полученного из пиритно-кобальтовых концентратов АО ССГПО. Целью работы являлось изучение технологии гидрометаллургической переработки пиритно-кобальтовых концентратов и разработки схемы автоматизации процесса переработки сульфидного кека в условиях АО ССГПО. Получены технологические результаты по выщелачиванию шлако-штейнового расплава. Установлено, что цинк при водном выщелачивании пылей на 98,5 % остается в твердом остатке и на 1-1,5 % переходит в раствор на первой стадии выщелачивания. Магистерская диссертация изложена на 57 страницах, 11 таблиц, 8 рисунков.

## ANNOTATION

The master thesis is devoted to the study of the hydrometallurgical processing of pyrite–cobalt concentrates and the automation scheme of the process, specifically the leaching process of a slag–matte melt obtained from pyrite–cobalt concentrates of JSC SSGPO. The aim of the study was to investigate the technology of hydrometallurgical processing of pyrite–cobalt concentrates and to develop an automation scheme for the processing of sulfide cake under the conditions of JSC SSGPO. Technological results were obtained for the leaching of the slag–matte melt. It was established that during aqueous leaching of dust, 98.5 % of zinc remains in the solid residue, while 1–1.5 % passes into the solution at the first stage of leaching. The master’s thesis is presented in 57 pages, 11 tables, 8 figures.

## СОДЕРЖАНИЕ

Введение	6
1 Критический анализ литературных и патентных данных	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
1.1 Переработка пиритно-кобальтовых концентратов	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
1.2 Аналитический обзор методов переработки никель-кобальтовых продуктов	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
1.2.1 Переработка никелевых штейнов и файнштейнов	<b>Error! Bookmark not defined.5</b>
1.2.2 Сероводородное выщелачивание	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
2 Экспериментальная часть	19
2.1 Объекты исследования	19
2.2 Плавка смеси сульфидов никеля, кобальта, железа и цинка	19
2.2.1 Методика плавки сульфидов никеля, кобальта, железа и цинка	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
2.3 Выщелачивание шлако-штейнового расплава	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
3 Автоматизации и управления технологическими процессами	27
3.1 Автоматизация процесса переработки сульфидного кека	27
3.2 Алгоритмы управления и межблокировки	33
3.3 Иерархия архитектуры АСУ ТП	35
3.4 Индустриальная сеть и кибербезопасность	37
3.5 Архитектура АСУ ТП переработки сульфидного кека	37
3.6 Кибербезопасность АСУ ТП (IEC 62443)	39
Заключение	41
Список использованной литературы	43
Приложение А	47
Приложение Б	49
Приложение В	49
Приложение Г	<b>Error! Bookmark not defined.</b>

## ВВЕДЕНИЕ

*Современное состояние научно-технической проблемы.* Современное состояние переработки никель-кобальт-железосодержащих сульфидных продуктов характеризуется отсутствием высокоэффективных и промышленно отработанных технологий их комплексной переработки. Существующие гидрометаллургические схемы позволяют извлекать цветные металлы из руд и концентратов, однако отличаются высокой многостадийностью, сложностью аппаратного оформления и значительными эксплуатационными затратами.

Особую проблему представляют продукты, образующиеся при солянокислотной переработке пиритно-кобальтовых концентратов Соколовско-Сарбайского месторождения, а именно сульфидные кеки сложного состава, содержащие никель, кобальт, железо и цинк. Стандартные технологии никелевых заводов не обеспечивают их комплексную переработку, прежде всего из-за присутствия сульфида цинка, который ухудшает селективность и эффективность традиционных гидрометаллургических операций.

Таким образом, проблема комплексного извлечения никеля, кобальта, железа и цинка из сульфидных кеков остаётся актуальной и требует разработки новых технологических решений, сочетающих пирометаллургические и гидрометаллургические методы с последующей автоматизацией процессов.

Целью работы являлось изучение технологии гидрометаллургической переработки пиритно-кобальтовых концентратов и разработки схемы автоматизации процесса переработки сульфидного кека в условиях АО ССГПО.

Для достижения поставленной цели в работе решались следующие задачи:

- 1) Анализ существующих технологий переработки никель-кобальт-железосодержащих продуктов и выявление их ограничений.
- 2) Исследование состава и свойств пиритно-кобальтовых концентратов и сульфидного кека.
- 3) Экспериментальное изучение плавки смеси сульфидов никеля, кобальта, железа и цинка с содой и углеродом.
- 4) Определение оптимальных параметров плавки (температура, расход соды и углерода).
- 5) Исследование процесса выщелачивания шлако-штейнового расплава.
- 6) Оценка распределения металлов между продуктами плавки и выщелачивания.
- 7) Разработка технологической схемы комплексной переработки сульфидного кека.

8) Формирование архитектуры автоматизированной системы управления технологическим процессом.

*Научная новизна работы заключается* в разработке методики и нового технологического подхода к переработке сульфидных кеков сложного состава с использованием содово-углеродной плавки и способа регенерации флюса (сода) за счёт гидрометаллургической переработки шлако-штейнового расплава (80–85 %).

Установлено, что общая щелочность трехстадийного выщелачивания составляет 2 – 3 процента, выход кека при выщелачивании составляет 25 – 30 % от веса расплава.

Установлено, что в результате выщелачивания шлако-штейнового расплава состав кека может быть следующим: 4,37 % Ni, 3,9 % Co, 12,31 % железа, 9,61 % цинка, 23 % серы, что показывает, что цинковый кек с успехом может быть переработан по известной технологии с получением катодного цинка, а щелочной раствор совместно с растворами от выщелачивания шлако-штейнового расплава использован для регенерации соды или получения сернистого натрия.

Разработана интеграция технологического процесса с современными принципами автоматизации (ISA-95, ISA-88).

*Актуальность проблемы обусловлена:*

- необходимостью вовлечения в переработку труднообогатимых и техногенных сырьевых ресурсов;
- дефицитом комплексных технологий переработки никель-кобальтовых продуктов;
- потребностью в снижении потерь цветных и редких металлов;
- задачами повышения ресурсной и энергетической эффективности металлургических производств;
- переходом промышленности к цифровизации и автоматизации технологических процессов.

*Теоретическая и методологическая основа написания работы.* Выполнение настоящей работы основано на владении знаниями по выщелачиванию шлако-штейнового расплава, выполнении химического и спектрального анализов кека, анализа составов продуктов выщелачивания, составлении и разработки схемы автоматизации процесса.

*Практическая база написания работы.* Исследования проводились в лаборатории спецкурсов (аудиториях 301 и 306 ГМК корпуса) кафедры «Металлургические процессы, теплотехника и технология специальных материалов», кафедры «Металлургии и обогащения полезных ископаемых» с использованием современного лабораторного оборудования и качественных химических реагентов, физико-химические исследования образцов выполнялись в лабораториях Инжинирингового центра, лаборатории 6.

*Обоснование необходимости выполнения работы.* Отсутствие стандартных промышленных технологий переработки сульфидных кеков с



высоким содержанием никеля и кобальта приводит к потерям ценных компонентов и образованию трудноутилизируемых отходов. Разработка предлагаемой технологии позволяет: обеспечить комплексное извлечение всех ценных металлов; получить товарные продукты; вовлечь железо в полезный оборот; снизить экологическую нагрузку; создать предпосылки для внедрения автоматизированных, цифровых производств.

Магистерская диссертационная работа выполняется в рамках проекта ГФ ИРН 23490117 «Разработка технологии комплексной переработки пиритных концентратов с получением железистоокисных пигментов и ультрадисперсных порошков металлов» на 2024-2026 гг.

## **1 Критический анализ литературных и патентных данных**

### **1.1 Переработка пиритно-кобальтовых концентратов**

В железо-магние-вых рудах, добываемых в Казахстане и за рубежом, находится значительное количество пирита, в кристаллическую решетку которого изоморфно включено либо эмульсионно вкраплено различное количество цветных и благородных металлов. При переработке железомagnetитовых руд пиритный концентрат обычно не выделяется и пирит теряется в хвостах магнитного обогащения. Хвосты магнитного обогащения не перерабатываются. Таким образом, на действующих железорудных горно-обогатительных предприятиях сложилась такая практика работы, при которой десятки миллионов тонн рудного материала разведанного, добытого и измельченного выбрасывается в отвал. Требуются колоссальных размеров специально оборудованные хвостохранилища для сбора хвостов магнитного обогащения. При этом из добытой руды извлекают лишь около 75 % железа, а остальное железо и все содержащиеся в руде цветные металлы и сера идут в отвал; стоимость неизвлекаемых компонентов в ряде случаев превышает стоимость извлеченного железа, идущего в товарную продукцию предприятия [1-10].

Большое число научно-исследовательских работ посвящено изысканию эффективных способов комплексного использования железо-магнетитовых руд. Наиболее радикальным средством явилось бы вовлечение в переработку всей массы хвостов магнитной сепарации. При использовании хвостов магнитной сепарации комплексность использования руд Соколовско-Сарбайского горно-обогатительного комбината значительно бы поднялась. Дополнительно можно было бы извлекать около 2,3 млн. тонн железа, около 1 млн. тонн серы и значительное количество цветных металлов в год. Однако, пока отсутствуют отработанные рентабельные технологии переработки материалов с таким невысоким содержанием железа.

С целью концентрации наиболее ценной части руд можно обогатить хвосты магнитной сепарации флотацией и выделить самостоятельный пиритный концентрат. Вместе с пиритом при флотации будут извлекать сульфидные минералы и других металлов.

В пиритных концентратах, получающихся при флотационном обогащении хвостов магнитной сепарации Соколовско-Сарбайского горно-обогатительного комбината, содержит до 43,6 % - железа и около 50,0 % серы. Кроме них в концентрате в небольших количествах присутствует медь, никель, кобальт, свинец, цинк. Дополнительными перечистками можно уменьшить содержание в пиритном концентрате цветных металлов, и даже выделить их в виде небольшого количества полиметаллического концентрата, однако, полностью освободить пиритный концентрат от примесей цветных металлов не удастся.

В связи с этим целесообразность выделения самостоятельного полиметаллического концентрата выглядит весьма проблематичной.

Подавляющее количество пиритных концентратов, перерабатываемых в стране, используется для извлечения из них серы в виде серной кислоты. В результате окислительного обжига образуется сернистый газ и пиритные огарки, в которые переходят цветные металлы и пустая порода концентратов и в которых остается некоторое количество серы.

За рубежом пиритные огарки в основном используются для получения железа. Сложность подготовки пиритных огарков к доменному переделу зависит от содержания цветных металлов и серы, от гранулометрического состава огарков. В Советском Союзе были проведены промышленные опыты по непосредственному использованию пиритных огарков в качестве железной руды. Однако, использование огарков в доменном процессе прекратилось в связи с получением тонкодисперсных концентратов и повышенным содержанием в них свинца и цинка. Использование пиритных огарков в цементной промышленности не решает проблему комплексного использования руд.

Проблему комплексного использования пиритных огарков можно было бы решить путем низкотемпературного и высокотемпературного хлорирующего обжига. Однако, как показали промышленные испытания, пиритные огарки отечественных предприятий по своему гранулометрическому и химическому составу не подходят для переработки низкотемпературным хлорированием. Способ же высокотемпературного хлорирования пока не отработан, кроме того он не позволяет с достаточной полнотой извлекать некоторые цветные металлы, например, кобальт.

Так как в пиритных концентратах обычно содержатся заметные и даже значительные количества цветных металлов проблема комплексного использования может быть решена только с решением проблемы полного извлечения цветных металлов.

Переработка пиритных концентратов только с целью извлечения из них серы в виде сернистого газа крайне нецелесообразна, экономически целесообразно извлекать ее в элементарной форме.

Элементарную серу в промышленном масштабе из пиритов получают на ряде заводов Финляндии, Швеции, Испании и других стран. Элементарная сера может быть получена при термическом разложении пиритного концентрата в неокисляющей атмосфере. Процесс может осуществляться с плавкой сернистого железа или без плавки. В Японии предлагается проводить разложение пирита в вакууме. Есть и другие варианты проведения процесса без плавки. В Советском Союзе различные исследовательские и проектные институты также проработали вопрос о целесообразности проведения разложения пирита с плавлением и без плавления сернистого железа. Однозначного вывода нет. Целесообразность того или иного способа термической диссоциации пирита обосновывается только составом

перерабатываемого концентрата и способом дальнейшей переработки разложенного материала.

Большое число исследователей склоняется к выводу, что второй атом серы пирита, оставшийся в концентрате после термической диссоциации, целесообразно извлекать гидрометаллургическим способом. Работами Гипроникеля, Казахского политехнического института и др. советских научно-исследовательских организаций, а также результатами исследований ряда канадских и американских фирм показано, что кислотное выщелачивание термически разложенного концентрата с переводом серы в сероводород, а металл в растворе является одним из наиболее перспективных способов. Стандартными приемами, широкораспространенным в промышленности, сероводород перерабатывается на химически чистую элементарную серу.

В значительной степени решает проблему комплексного использования пиритных концентратов сульфатизирующий обжиг с восстановлением образующегося сернистого газа и гидрометаллургической переработкой просульфатизированного огарка. Но железо из этих огарков не извлекается в кондиционные продукты ввиду повышенного содержания в них серы и некоторых цветных металлов.

Наиболее соответствующей требованиям комплексности переработки является схема, предусматривающая процесс термического разложения с последующей гидрометаллургической переработкой разложенного продукта. Применение кислотного выщелачивания к термически разложенным концентратам, использование в процессе сероводорода, образующего при выщелачивании, позволяет выделить из раствора цветные металлы практически нацело и получать растворы солей закисного железа, не содержащие примесей цветных металлов. Так, например, при переработке по способу сернокислотного автоклавного выщелачивания термически разложенных пиритных концентратов или по способу солянокислотного безавтоклавного выщелачивания после очистки сероводородом железистые растворы содержат 100-180 г/л закисного железа, при содержании до 5-10 мг/л цветных металлов.

Выделенный сульфидный концентрат цветных металлов является подходящим сырьем для самостоятельной переработки.

И, наконец, раствор хлоридов или сульфатов железа легко может быть переработан с получением окислов или металлического железа с регенерацией кислоты. Для получения окисла нужно проводить низкотемпературный или высокотемпературный гидролиз растворов закисного железа.

При применении сернокислого выщелачивания получающиеся окислы железа содержат большое количество серы (до 12-14 %). Поэтому требуется сложная дополнительная обработка этих окислов для удаления серы.

Во многих работах, посвященных проблеме переработки бедных железных руд, предлагается использовать соляную кислоту. В частности,

химический метод получения железа из бедных руд разработан в Канаде. Руда обжигается в восстановительной атмосфере; обожженный материал растворяется в соляной кислоте, раствор фильтруется. Из раствора кристаллизуется хлористое железо с последующим восстановлением водородом. Соляная кислота при этом регенерируется. Полученное таким образом железо очень чистое (более 99 %)-практически не содержит примесей. Железный порошок не пирофорен, в полне пригоден для порошковой металлургии. Эти данные подтверждаются исследованиями института ЦНИИчермет, которым определено, что получающиеся при восстановлении хлористого железа водородом порошок по качеству значительно превосходят порошки марки ПЖ-1.

В США разработан процесс высокотемпературного гидролиза растворов хлористого железа с получением чистейших оксидов железа и с регенерацией соляной кислоты. Во всех работах одним из основных преимуществ способа переработки отмечается полная очистка железосодержащих растворов от серы.

Резюмируя вышеизложенное можно заключить, что комплексную переработку пиритных концентратов следует проводить следующим образом. Вначале необходима термически разложить пирит для выделения одного атома серы в элементарном виде и подготовки концентрата к последующей гидрометаллургии. Разложенный концентрат необходима подвергнуть солянокислотному выщелачиванию с извлечением металлов в раствор, а серы в сероводород. Из коллективного раствора следует осадить цветные металлы (очень эффективно осаждение сероводородом при создании определенной рН среды). Растворы хлористого железа необходимо переработать на окислы или металл с регенерацией соляной кислоты.

Предыдущими исследованиями были установлены технологические параметры проведения основных операций по переработке пиритно-кобальтовых концентратов, таких как, термическое разложение или плавка пиритного концентрата; безавтоклавное выщелачивание; осаждение цветных металлов из растворов хлористого железа, содержащих никель, кобальт, цинк и др., последующие выщелачивание.

## **1.2 Аналитический обзор методов переработки никель-кобальтовых продуктов**

Технология комплексной переработки никелевых руд является одной из сложных в цветной металлургии из-за трудности разделения никеля и кобальта.

Широкое распространение получила схема, предусматривающая электроплавку руд и концентратов на штейн, продувку его в конвертерах на

файнштейн с последующей флотационной переработкой, при которой получают медный и никель-кобальтовый сульфидные концентраты.

Никелевый концентрат обжигается до закиси никеля, последний восстанавливается в электропечах. Восстановленный никель для очистки от кобальта и других цветных металлов подвергается электролитическому рафинированию. Несмотря на то, что на большинстве заводов принята такая технология, она далеко не совершенна и имеет ряд недостатков, основным из которых является низкое извлечение металлов, обусловленное большим количеством операций и, как следствие этого, невысокие технико-экономические показатели.

В решении задач по совершенствованию технологии переработки никелевых продуктов применяют пиро и гидрометаллургические процессы.

В пирометаллургии никеля основными направлениями совершенствования технологии является: доменная плавка на низколегированный чугун, электроплавка на ферроникель, кричный процесс, избирательный восстановительный обжиг с добавками и последующее выделение концентрата методами обогащения. В гидрометаллургии – процессы, безавтоклавное выщелачивание.

Над решением задач по совершенствованию и разработке новой технологии переработки никелевых и медно-никелевых руд и концентратов работают многие научно-исследовательские учреждения страны.

В НИТУ МИСиС в союзе с Гипроникелем и Гинцветметом (Россия) разработан процесс плавки сульфидных медных и медно-никелевых концентратов в жидкой ванне с получением черного металла или штейна. Процесс обладает такими значительными преимуществами, как высокая производительность агрегата, использование теплотворной способности сульфидов, полное извлечение серы и т.д.

Металлургия меди и никеля является одной из отраслей металлургической технологии, где преобладают пирометаллургические процессы. Однако, в последнее время начинают находить применение в технологии извлечения меди, никеля и кобальта гидрометаллургические процессы, обеспечивающие комплексное исследование всех ценных составляющих исходного продукта.

В Гипроникеле и в Гинцветмете (Россия) были разработаны различные технологические схемы переработки никелевых и медно-никелевых руд, концентратов и полупродуктов металлургического производства автоклавным аммиачным солевым или серноокислотным выщелачиванием.

По опыту работы завода фирмы Шеррит Гордон Майнз в Канаде (г.форт Саскачеван) наиболее успешно с экономической выгодой аммиачным выщелачиванием могут перерабатываться полупродукты металлургического производства, достаточно богатые для этого никелем [4]. На этом заводе рудный концентрат обогатительной фабрики, к которому добавляют никельный штейн, подвергают окислительному аммиачному выщелачиванию



при температуре 77 – 82 °С и давление 0,7 – 0,77 Мн/м<sup>2</sup> (7 – 7, 7 ат) с переводом в раствор 90 – 95 % Ni, 88 – 92 % Cu, 50 – 75 % Co и 60 – 75 % S. Раствор очищается от меди вначале под разряжением с постепенным повышением температуры от 93 до 110 °С. При нагреве из раствора отгоняются пары аммиака, что приводит к развитию реакции осаждения сульфида меди. Сульфидный медный кек, содержащий 70 % Cu, 0,75 % Ni, 20 % S направляют на медиплавильный завод. Глубокую очистку раствора от меди проводят сероводородом в автоклавах при 107–121 °С. Никель и кобальт осаждаются в автоклавах водородом. Извлечение никеля в целом по схеме составляет 90 %, кобальта 45 %, меди 89 %, серы 75 %.

Исходное сырье содержит небольшие количества платиноидов, извлечение некоторого количества которых в последние годы налажено на заводе. Предприятие отличается высокой производительностью, полной механизацией и автоматизацией процесса.

Результаты аммиачного выщелачивания штейнов и фاینштейнов одного из заводов России не привели к получению высокого и устойчивого извлечения платиноидов, хотя было достигнуто извлечение в раствор никеля 96 – 98 % и кобальта 92 – 95 %. Сложность проблемы усугубляется также тем, что в настоящее время не имеется надежных методов селективного выделения платиноидов из растворов от выщелачивания [1].

В работах Масленицкого И.Н. и др. [12] отмечается целесообразность применения автоклавного аммиачного выщелачивания к многосернистым материалам даже при отсутствии в них платиновых металлов. Это объясняется тем, что медно-никелевые сульфидные концентраты Советского Союза отличаются низким содержанием никеля при относительно высоком содержании меди.

Переработка такого сырья по схеме завода форт Саскачеван потребовало бы больших объемов аппаратуры высокого давления, усложнения операции обезмеживания растворов и повышенного расхода аммиака. Отдаленность наших никелевых предприятий от основных сельскохозяйственных районов и особенность почв большинства районов Советского Союза, не позволяющая использовать такое удобрение, как сульфат аммония, также определяют неэкономичность аммиачных схем. Существенным недостатком аммиачного выщелачивания продуктов с высоким содержанием кобальта является образование при этом наряду с растворимым пентаамином кобальта нерастворимого гексамина, в результате чего снижается извлечение кобальта в раствор.

По данным Кульниченко Л.С. [13] наиболее экономически эффективно методом аммиачного выщелачивания может быть переработан никелевый концентрат флотации фاینштейна. Высокое содержание никеля в нем определяет сравнительно небольшой объем аппаратуры и относительно малый выход сульфата аммония.

Возможность применения автоклавного аммиачного выщелачивания в схемах переработки никель-кобальт содержащих материалов, рассматривается в работах института «Гипроникель» [15]. Предлагается бедный ферроникель, содержащий никель и кобальт, после обогащения конвертированием до содержания 50-70 % Ni, выщелачивать аммиачно-карбонатным раствором. Процесс проводится при температуре 80 °С и давлении кислорода около 0,5 М<sub>н</sub> / м<sup>2</sup> (5 ат) с извлечением около 95 % никеля и кобальта в раствор. Технологическая схема характеризуется практически полным оборотом основных реагентов-аммиака и углекислоты, возможностью широкой механизации.

При аммиачном выщелачивании хорошие технико-экономические показатели могут быть получены только после предварительного восстановительного обжига, который позволяет разрушить нерастворимые соединения кобальта и никеля.

Нашли практическое применение и проводят большие исследовательские работы по разработке методов серноокислотного выщелачивания полупродуктов никелевого производства.

В г. Моа (Куба) работает автоклавный завод по переработке окисленных никелевых руд. Выщелачивание проводится при 240 – 254 °С под давлением 3,6 – 3,8 М<sub>н</sub>/м<sup>2</sup> (36 – 38 ат) серной кислотой. Никель и кобальт из раствора осаждаются сероводородом. Конечным продуктом завода является сульфидный концентрат, содержащий: 53 – 55 % Ni, 4,5 – 5,5 % Co, 0,3 – 0,6 % Fe, 0,3 – 0,6 % Cu, 3 % Zn, 34 – 36 % S. При серноокислом выщелачивании окисленных руд серная кислота помимо взаимодействия с соединениями никеля и кобальта реагирует с окисью магния и окисью кальция. Образуется при этом сульфаты щелочноземельных металлов в условиях серноокислого выщелачивания гидролизу не подвергаются, что вызывает бесполезный расход серной кислоты. Следовательно, материалы с высоким содержанием CaO и MgO для серноокислотного выщелачивания непригодны [32].

### **1.2.1 Переработка никелевых штейнов и файнштейнов**

При переработке никелевых штейнов обычными пирометаллургическими методами с целью обогащения его никелем и кобальтом шлакуют основную массу железа, что приводит к увеличению безвозвратных потерь кобальта. Разработанная Доброхотовым Г.Н. [30] автоклавная схема переработки никелевого штейна кобината "Южуралникель" позволяет хорошо отделить основную массу железа от кобальта и никеля, вследствие чего на 10 – 15 % увеличивается извлечение кобальта в товарную продукцию. Выщелачивание серной кислотой проводят при температуре 135 – 140 °С и давлении воздуха 1 – 1,5 М<sub>н</sub>/м<sup>2</sup>.

Подобные схемы переработки кобальтсодержащих промпродуктов были разработаны фирмой Шерритт-Гордон (Канада) [41] и на заводе фирмы "Нейшил Лед К°" (г. Фредериктаун, штат Монтана, США). Кобальтовый сульфидный концентрат, содержащий 32 % Ni ; 3,5 % Cu ; 16 % Co; 13 % Fe; 30 % S, подвергают автоклавному выщелачиванию при температуре 120 °С и давлении 0,7 М<sub>н</sub>/м<sup>2</sup>. Очистку раствора, в который переходит 98,5 % Ni, 98 % Co и 90 % Si от железа производят окислением его воздухом и осаждением аммиака, а медь удаляют цементацией ее кобальтовым порошком при рН ≈ 2,8. Нужно указать на определенные трудности, возникающие при сернокислотном выщелачивании высокосернистых материалов. При автоклавном выщелачивании бедных штейнов серной кислотой около 50 % серы окисляется до элементарного состояния. Выделившаяся элементарная сера оказывает существенное влияние на кинетику растворения сульфидов, особенно если выщелачивание осуществляется при температурах выше температуры ее плавления (112 °С). Жидкая сера смачивает сульфиды, препятствуя проникновению растворенного кислорода и ионов водорода к их поверхности. Диффузионные затруднения при выщелачивании создают также и ферригидраты, образующиеся при гидролизе сульфата трехвалентного железа. Недостатком сернокислотного выщелачивания является также практическая невозможность получения растворов, свободных от железа. Содержание его тем больше, чем ниже температура выщелачивания. По экспериментальным данным, в раствор извлекаются от 1 до 10 % железа. Таким образом, очистка раствора от железа после автоклавного выщелачивания остается обязательной операцией. Наконец, сернокислые растворы при высоких температурах и давлениях очень агрессивны, поэтому и предъявляются очень жесткие требования к материалу автоклава. [11]

На комбинате "Североникель" осуществлен в промышленном масштабе процесс сернокислотного выщелачивания никелевого концентрата от разделения файнштейна [31]. Причем автоклавному выщелачиванию подвергают часть никелевого концентрата, получаемого на комбинате, с целью пополнения дефицита раствора сульфата никеля в цехе электролитического рафинирования черного никеля. Процесс выщелачивания ведется при температуре 135–140 °С и давлении 1,5–1,6 М<sub>н</sub>/м<sup>2</sup> с извлечением в раствор до 90 % никеля. Остаток от выщелачивания перерабатывают вместе с основным потоком никелевого концентрата на комбинате, что позволяет снизить требования к извлечению никеля в раствор и этим резко увеличить производительность автоклава [14].

Большие исследовательские работы проводятся для решения одной из сложных проблем - нахождения более эффективной, чем существующая, технологии переработки медно-никелевых рудных концентратов Норильска. В некоторых богатых рудных месторождениях содержание меди в несколько раз превышает содержание никеля, что заметно ухудшает показатели флотационного разделения измельченного файнштейна на медный и никелевые

концентраты по методу Масленицкого И.Н. Поэтому исследователями был начат поиск химического пути разделения основных компонентов этих материалов взамен механического, в результате чего были предложены несколько оригинальных технологических схем [29].

Автоклавное сернокислотное выщелачивание медно-никелевого, содержащего кобальт фاینштейна, было предложено Гинцветметом [5–9]. Выяснилось, что присутствие в фاینштейне крупных кристаллов металлической фазы приводит к снижению извлечения никеля и кобальта в раствор при выщелачивании. Для избежания образования металлической фазы в фاینштейне было предложено резкое охлаждение последнего грануляцией его в воде. Охлажденный таким образом фاینштейн подвергали выщелачиванию серной кислотой при температуре 130–140°C и давлении 0,7–1,0 Мн/м<sup>2</sup>. При переработке фاینштейна, содержащего 37,5 % Ni, 33,8 % Cu, 0,43 % Co, 5,3 % Fe и 23,3 % S в раствор извлекалось 96 % Ni и 90 % Co, при содержании в нем не более 30 мг/л Cu и практически полном отсутствии железа. Платиновые металлы концентрировались в медном сульфидном кеке, содержащем 57,7 % Cu, 2,4 % Ni, 0,07 % Co, 9,3 % Fe и 20 % S.

Нужно отметить, что практическая реализация автоклавного выщелачивания штейнов и фاینштейнов связана с определенными трудностями. Они вызваны прежде всего повышенной их плотностью по сравнению с рудой и концентратом, трудностью измельчения в связи с их металлизацией и т.д. [42].

Для переработки рудных сульфидных концентратов Кольского полуострова в Гипроникеле была разработана технологическая схема, имеющая следующую особенность: концентрат, содержащий 4 – 5 % Ni, 1,5 – 2 % Cu, 23 – 26 % Fe и 10 – 15 % S, выщелачивают серной кислотой при 120 – 130 °C и давлении кислорода 0,2 – 2 Мн/м<sup>2</sup>. При этом в раствор переходят никель, кобальт и часть железа. Сульфидная сера переходит в элементарную и частично в сульфатную. Пульпа поступает во второй автоклав, где при температуре 150 °C и отсутствии окислителя происходит гидролиз серы, причем образующиеся сероводород и ненасыщенные соединения серы осаждают перешедшую в раствор из первой стадии выщелачивания медь. Сульфиды меди и элементарную серу в дальнейшем отделяют от железистых хвостов обогащением и перерабатывают с извлечением серы, меди и металлов спутников. Никель и кобальт из раствора восстанавливают в автоклавах водородом [43].

### 1.2.2 Сероводородное выщелачивание

Автоклавная технология сероводородного выщелачивания была предложена Масленицким И.Н. и для переработки анодных шламов никелевого электролиза [28]. В шламах медь и большая часть никеля

находятся в виде сульфидов и лишь около 10 % никеля в виде ферритов  $\text{NiO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ . Отделение плохо растворимого в кислотах феррита никеля электромагнитной сепарацией и последующая флотация немагнитной фракции позволяет извлечь в пенный продукт вместе с сульфидами 98 % всех платиновых металлов. Этот продукт подвергается автоклавному выщелачиванию при температуре 115 °С и давлении кислорода 1 М<sub>н</sub>/м<sup>2</sup> (10 ат). В результате практически полного удаления при этом из шламов меди, никеля и серы содержание платиноидов в конечном продукте увеличивается в 10-12 раз по сравнению с исходным шламом и составляет в сумме 82 – 83 %, что значительно выше требуемого для афинажных заводов.

### **Выводы по разделу 1:**

– установлено, что гидрометаллургические схемы в целом обеспечивают комплексную переработку руд, концентратов и промпродуктов, но их главными недостатками являются многостадийность и сложное аппаратное оформление. Для переработки промпродуктов медно-никелевого производства в настоящее время имеет промышленное значение карбонильный процесс. На практике этот процесс, например, применяется для разделения металлов, присутствующих в файнштейне. Для отделения никеля от меди, железа, кобальта, платины и платиноидов используется повышенная устойчивость карбонила этого металла. В реакторе высокого давления (до 200 ат) файнштейн, содержащий 12 – 15 % серы обрабатывается окисью углерода. Общая продолжительность обработки 26 часов. В карбонил извлекается 96 – 98 % Ni, от его содержания в исходном продукте и лишь незначительные количества железа и кобальта. Остаток обжигается для удаления серы, далее подвергается восстановительной плавке на аноды и электролизу анодов с получением катодной меди, кобальтового концентрата и шлама, содержащего платиновые металлы. Недостатком процесса является большой расход топлива, необходимость тщательной герметизации аппаратуры, малая скорость процесса, неизбежность выделения небольших количеств ядовитых газов - окиси углерода и карбонила.

– приведенный литературный обзор показывает, что к настоящему времени нет разработанной высокоэффективной технологии комплексной переработки никель – кобальт – железосодержащих продуктов. Тем более отсутствуют эффективные стандартные методы переработки материалов, аналогичных получаемым при солянокислотной технологии переработки пиритно-кобальтовых концентратов, содержащих 20 – 25 % кобальта, 15 – 20 % никеля, 4 – 8 % цинка, 15 – 20 % железа и 30 – 35 % серы.

## **Экспериментальная часть**

### **2.1 Объекты исследования**

Исходными материалами являлась Железо-магнетитовая руда Соколовско-Сарбайского месторождения Кустанайской области после магнитного обогащения. Хвосты мокрой магнитной сепарации (ММС) содержат около 35 % железа, 4 % серы и сотне доли процента никеля, кобальта, меди, свинца и цинка. На первой стадии хвосты ММС подвергаются флотационному обогащению с получением пиритно-кобальтового концентрата.

Исходный состав коллективного сульфидного концентрата, следующий: 20 – 25 %, кобальта; 15 – 20 %, никеля; 4 – 8 %, цинка; 30 – 35 % серы и 15 – 20 % железа. Стандартных промышленных технологий переработки таких концентратов на товарный продукт нет, поэтому представляет интерес создание экономически целесообразной технологии переработки.

Состав получаемого штейна при термическом разложении концентрата с плавлением FeS: железа – 97 %, кобальта – 98,5 %, никеля – 98,2 %. В раствор при выщелачивании штейна извлекается: кобальта – 99,2 – 99,8 %, никеля – 99,0 – 99,5 %, железа – 99,6 – 99,8 %. Расчётный выход сульфидного кека после осаждения цветных металлов 8 – 15 кг на тонну исходного концентрата.

### **2.2 Плавка смеси сульфидов никеля, кобальта, железа и цинка**

Кобальт, никель, цинк и часть железа в результате гидрометаллургической переработки термически разложенных пиритных концентратов концентрируются в сульфидном кеке после осаждения их сероводородом из раствора.

В настоящее время не имеется эффективного способа дальнейшей переработки этого сульфидного материала с комплексным извлечением никеля, кобальта, железа и цинка. Присутствие сульфида цинка в продукте не позволяет перерабатывать его по стандартной технологии никелевых заводов. В гидрометаллургических переделах никель-кобальтовых предприятий операция очистки раствора от цинка в достаточной мере освоена. По одному из методов очистки растворов цинк выделяют вместе с медью при pH 6,5 - 6,8. Однако при этих значениях pH в осадок переходит много кобальта и никеля. Получившиеся оборотные кеки, содержащие 3,3 – 4,1 % Co, 1,4 – 1,7 % Cu, 14 – 17 % Ni подвергают кислой репульпации. При избыточной кислотности из раствора гипохлоритом натрия высаживается кобальт. Раствор состава



0,6 – 1,5 г/л Co, 25 – 30 Ni, 1,3 – 2,0 г/л Cu и 50 – 76 мг/л Zn направляют в агломерационный цех для упрочения гранул. Извлечение цинка по приведенной схеме составляет 30 – 35 % [2].

Целью экспериментальных работ была проверка возможности переработки сульфидного кека совместной плавкой с содой и углеродом.

На возможность выделения металлического цинка из его сульфида действием карбоната натрия при температурах выше 1200 °С указывается в работах Сушкова К.В. [16]. При содовой электроплавке концентратов, разработанной Сушкова К.В. [17], при температуре процесса 1000 – 1050 °С цинк присутствующий в концентрате почти полностью остается в шлако-штейновом расплаве. При выщелачивании расплава цинк переходит в раствор в незначительных количествах и в основном остается в кеках. Далее по технологической схеме этот кек подвергается специальной переработке с целью извлечения из него всех ценных составляющих компонентов. В частности, для извлечения цинка, предлагается провести сульфатизирующий или окислительный обжиг кеков с последующим выщелачиванием соединений цинка в раствор, откуда цинк выделяется электролизом.

Процесс извлечения из шлаков цветной металлургии цинка в возгоны, а никеля, кобальта железа и меди в виде легированного чугуна исследован в институте химических наук Шелудяковым Л.Н. еще в 70-е годы [2]. Автором рассмотрены теоретические основы метода комплексной переработки шлаков цветной металлургии на основе метода цементации металлов из силикатных расплавов углеродом, растворенным в жидком чугуне.

При цементационной переработке шлаков, получают легированные медью, никелем и кобальтом чугуны, а цинк и свинец выделяются из шлаков в виде возгонов.

### **2.2.1 Методика плавки смеси сульфидов никеля, кобальта, железа и цинка**

Целью наших опытов, по плавке вышеуказанного сульфидного кека, содержащего на сухую массу около 19 % Fe, 25 % Co, 17 % Ni, 6 % Zn и 33 % S, с содой и углеродом, было установление возможности получения никеля, кобальта и железа в виде металлического сплава, а цинка в виде отдельного продукта в возгонах и частично в шлако-штейновом расплаве.

Плавке подвергалась смесь сульфидов никеля, кобальта, железа и цинка. Соотношение сульфидов в смеси было подобрано в соответствии с их отношением в сульфидном кеке, полученном при переработке пиритных концентратов Соколовско-Сарбайского месторождения [10]. Опыты проводились с навесками в неподвижном слое в эклектической печи Zhengzhou Brother Furnace Co. Ltd (BR-17AM-5), давление -0,05 МПа, схема установки приведена на рисунке 1.



Рисунок 1 – Установка для плавки смеси металлов, эклектическая печь Zhengzhou Brother Furnace Co. Ltd (BR-NT)

При составлении шихты плавки были использованы сульфиды никеля, кобальта, железа и цинка, составы которых приведены в таблице 1.

Опыты проводились при различных расходах соды, которые менялись в пределах 100 – 150 % от стехиометрически необходимого количества.

Результаты плавки приведены в таблице 1. Необходимо отметить, что опыты при каждом расходе соды были трехкратно продублированы и показали достаточно хорошую сходимость в результатах. По данным таблицы 1 видно, что железо, никель и кобальт коллектируются в металлическом сплаве, а цинк в основном возгоняется и, частично, переходит в шлако-штейновый расплав. Такое отделение цинка от остальных металлов происходит в результате малой его растворимости в железо-кобальт-никелевом сплаве и высокой упругости паров цинка при температуре плавки (1450 °C).

Содержание цинка в металлическом сплаве было проверено как химически, так и спектральными методами анализов.

Извлечение никеля, кобальта и железа в сплав достаточно высокое, даже при расходе соды 110 %.

На основании полученных данных, можно предложить технологическую схему дальнейшей переработки сульфидного кека, полученного из кобальтсодержащих пиритных концентратов Соколовско-Сарбайского горно-обогачительного комбината, рисунок 2.

Цинк при плавке извлекается на 80 % в пыль, которая содержит незначительные количества никеля, кобальта (0,01 - 0,05 %) и железа (0,05 - 0,1 %). Выход пыли составляет 7 – 8 % от веса шихты, задаваемой в плавку, и содержит до 25 % цинка. В дальнейшем, при водном выщелачивании, цинк не переходит в раствор и в кеках содержание его повысится до 60 – 70 %. Из этого кека цинк легко может быть извлечен по известной технологии [18–27].

Шлако-штейновый расплав содержит 0,5 – 1,0 % Ni, Co 1,5 – 2 % Fe и Zn, остальное соли натрия: 1 – 2,5 %  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  40 – 50 %  $\text{Na}_2\text{S}$  и избыточная щелочь. Как показал анализ расплава, при водной вытяжке в раствор переходит только весьма небольшая часть железа и цинка. В основном все металлы в шлако-штейновом расплаве находятся в виде сульфидов и при

водном выщелачивании расплава, никель, кобальт и основная часть железа и цинка останутся в нерастворимом кеке, который после совместной грануляции с регенированной частью соды возвращается на электроплавку для дополнительного извлечения никеля, кобальта и железа в металлический сплав, а цинка в возгоны.

Попутно, из выделяющегося при карбонизации сероводородного газа извлекается элементарная сера по известной технологии.



Рисунок 2 – Схема переработки сульфидного кека

Баланс и распределение металлов между продуктами плавки смеси сульфидов никеля, кобальта, железа и цинка с содой и углеродом представлен в Приложении А.

Металлический сплав, полученный при электроплавке предлагается использовать как основу для получения легированных сталей и специальных сплавов.

Установлено, что в металлическом сплаве содержится Ni – 26 %, Co – 42 %, Fe – 30 % и S – 0,074 % и как видно, он с успехом может быть переработан в приведенные виды специальных сплавов.

Не исключается возможность разделения из металлического сплава никеля, кобальта и железа с целью получения их в чистом виде. Одним из способов такого разделения может служить, например, экстракционный метод.

### **2.3 Выщелачивание шлако-штейнового расплава**

Продуктами плавки сульфидного кека с содой являются металлический сплав, пыль и шлако-штейновый расплав.

Шлако-штейновый расплав по своему составу представляет сложную многокомпонентную систему, содержащую в основном соединения натрия и небольшие количества никеля, кобальта, железа и цинка.

Натрий в расплаве присутствует в виде  $\text{Na}_2\text{S}$  (до 50 %),  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (1 – 2 %),  $\text{Na}_2\text{O}$ .

Учитывая, что щелочные соединения шлако-штейнового расплава хорошо растворяются при водном выщелачивании, расплавы подвергались гидрометаллургической переработке с целью перевода в раствор натриевых соединений и отделения никеля, кобальта, железа и цинка в виде кека в отдельный продукт. Щелочной раствор, полученный при этом в последующем может быть переработан на соду или использован для получения сульфида натрия. Кек, содержащий ценные металлы, возвращается на плавку для извлечения никеля, кобальта и железа в металлический сплав, а цинка в возгоны. Это позволит повысить общее извлечение металлов при плавке в металлический сплав и возгоны.

Процесс выщелачивания шлако-штейновых расплавов, полученных при содовой электроплавке различных полиметаллических концентратов, изучался ранее на кафедре МПТиТСМ. Учитывая полученные ранее результаты, для начала работ за основу были приняты следующие параметры процесса: выщелачивание водное трехстадийное, температура 60 °С, время выщелачивания на 1 стадии – 1 час, 2 стадии – 30 мин, и 3 стадии – 30 мин.

Исходным материалом для исследований служили шлако-штейновые расплавы, полученные ранее при плавке сульфидного кека с содой и углеродом. Химический состав расплавов следующий (%): общая щелочность 90 – 95,  $\text{Na}_2\text{S}$  – 44 – 48,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  – 1 – 2,3, Ni – 0,5 – 1,0, Co – 0,1 – 1,4, Fe – 1,4 – 1,9, Zn – 0,9 – 1,8.

Исследования по выщелачиванию расплавов проводились на установке, состоящей из реакционного сосуда, помещенного в термостат и снабженного мешалкой. Скорость вращения мешалки регулировалась изменением силы тока электродвигателя мешалки с помощью автотрансформатора ЛАТР–1. Во всех опытах скорость вращения мешалки поддерживалась постоянной и составляла 330 об/мин. Температура воды в термостате устанавливалась в начале опыта и в течение опыта поддерживалась автоматически.

Исследования проводились с навесками расплава 100 г при крупности до 2 мм.

До начала опыта необходимое количество воды подогревалось до заданной температуры, а затем засыпалась навеска шлакоштейнового расплава. стакан с пульпой устанавливался в термостат на выщелачивание. После окончания каждой стадии выщелачивания пульпа фильтровалась, кек поступал на следующую стадию выщелачивания, а раствор после замера его количества анализировался на общую щелочность и основные ее составляющие. Кроме щелочных соединений, в растворах определялось содержание железа, цинка, никеля и кобальта.

Кек после окончания выщелачивания анализировался на общую щелочность, железо, никель, кобальт, цинк и серу.

Выщелачивание расплавов проводилось при отношении Т:Ж – 1:8 в каждой стадии. Результаты проведенных опытов представлены в таблице 1. Данные по содержанию различных компонентов взяты как средневзвешенные по ряду опытов.

Как видно из данных таблицы основная масса соединений натрия (83,5) переходит в раствор в первой стадии выщелачивания, во второй стадии переходит 13,6 % и в третьей стадий около 3 %.

Фильтрация пульпы проводилась на воронках Бюхнера через слой фильтровальной бумаги. При разряжении 300 мм рт. столба. Толщина набираемых кеков на фильтрах составляла 15–20 мм. Нужно отметить, что фильтрация была достаточно быстрой и качественной.

При проведении опытов изучалось распределение отдельных компонентов расплава (Ni, Co, Fe, Zn) по продуктам выщелачивания: в растворах и кеках (табл. 2 и 3)

Таблица 1 – Результаты водного выщелачивания шлако-штейнового расплава по степени перехода водорастворимых соединений натрия в раствор

Стадии процесса выщелачивания	Получено		Содержание					Распределение соединений натрия в растворе, %
	Раствора, мл	Кека, г	В растворе, г/л				В кеке %	
			Общ. щелоч.	NaOH	Na <sub>2</sub> S	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Общ. щелоч.	
1	293	-	207,8	109,2	154,83	4,69	-	83,5
2	305	-	30,74	18,8	8,19	8,19	-	13,6
3	312	-	4,35	2,16	0,62	0,62	-	2,9
Итого	910	27,4	-	-	-	-	2,6	100

Таблица 2 – Распределение никеля и кобальта по продуктам выщелачивания шлако-штейнового расплава

Распределение %			
Ni		Co	
В раствор	В кеках	В раствор	В кеках
2,3	97,7	1,1	98,9

Таблица 3 – Распределение железа и цинка по продуктам выщелачивания шлако-штейнового расплава

Распределение %			
Fe		Zn	
в раствор	в кеках	в раствор	в кеках
6,1	93,9	1,4	98,6

Как видно из данных таблицы 2,3 основная масса металлов остается в кеках, а переход в раствор Fe составляет 6,1 %, Ni – 2,3 %, Zn – 1,4 % и Co около 1 %.

В среднем состав полученных кеков был следующий 4,37 % Ni, 3,9 % Co, 12,31 % железа, 9,61 % цинка, 23 % серы.

Общая щелочность трехстадийного выщелачивания составляет 2 – 3 %. Выход кека при выщелачивании составляет 25 – 30 % от веса расплава. Переход в раствор небольших количеств железа и цинка происходит в основном (90 – 95 %) на первой стадии выщелачивания, а никеля и кобальта постепенно на всех трех стадиях этого процесса, хотя наблюдается уменьшение их содержания в растворах от первой и третьей стадии выщелачивания. Как уже отмечалось в разделе по плавке сульфидного кека с



содой, цинк при этом на 80 % переходит в возгоны и улавливается в пылевой камере. Наряду с водным выщелачиванием расплавов проводились опыты по выщелачиванию этих возгонов, содержащих (%): 57,24 общая щелочность, 1,17  $\text{Na}_2\text{S}$ , 0,1  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , 26 % Zn, 0,07 Ni, 0,05 Co, 1,2 Fe.

Опыты проводились при указанных выше условиях по выщелачиванию шлако-штейнового расплава. Цинк при водном выщелачивании пылей на 98,5 % остается в твердом остатке и только на 1-1,5% переходит в раствор на первой стадии выщелачивания. Состав полученных продуктов по основным составляющим: цинковый кек - 49,5 %, цинка, 3,76 % серы, 1,97 % железа; щелочной раствор – 194 г/л  $\text{Na}_2\text{O}$ , 1,56 г/л  $\text{Na}_2\text{S}$ , 0,02 г/л  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  и 0,66 г/л цинка.

Цинковый кек с успехом может быть переработан по известной технологии с получением катодного цинка, а щелочной раствор совместно с растворами от выщелачивания шлако-штейнового расплава использован для регенерации соды или получения сернистого натрия.

#### **Выводы по разделу 2:**

– на основании тигельных плавов показана возможность выделения металлического никеля, кобальта, железа и меди из их сульфидов действием карбоната натрия в присутствии углерода. Оптимальный расход углерода при плавке составляет 7 – 8 % от веса сульфида.

При расходе соды 130 – 140 % от теоретически необходимого количества и т-ре 1450 °C извлечение в металл составляет: железа 96,5 %, никеля 94,3 % и кобальта 97,5 %.

Для меди максимальное извлечение – 93,2 % достигается при расходе соды равном 180 %.

Никель, кобальт и медь при этом получают с содержанием более 98,99 % металла и незначительным количеством серы, а железо в виде чугуна с содержанием 94 – 96 % железа и серы 0,06–0,4.

– плавке с содой были подвергнуты такие различные сульфидные материалы, как штейн, файнштейн, синтетические смеси сульфидов, аналогичные составам этих заводских продуктов никелевого концентрата, получаемого при флотации медно-никелевого файнштейна. В результате плавов с содой и углеродом при 1450 °C этих сульфидных материалов были получены различного состава металлические сплавы никеля, кобальта, железа и меди, которые могут служить основой получения, легированной стали и специальных сплавов.

Установлено, что извлечение в металлический сплав составило: никеля – 94 – 96 %, кобальта – 98 – 99 %, железа – 80 – 90 %, меди – 16 – 20 %.

Предложена технологическая схема переработки сульфидных материалов, в которых содержатся сульфиды никеля, кобальта и железа, и отсутствуют благородные металлы, на металлический сплав, служащий основой получения специальных сплавов. Возможность регенерации единственного флюса плавки соды на 80 – 85 % гидрометаллургической

переработкой получаемого шлако-штейнового расплава, позволяет экономически эффективно перерабатывать указанные сульфидные продукты данным способом. Необходимо отметить, что при этом извлекается в товарный продукт и железо, которое при существующей технологии не используется.

– при переработке пиритных кобальтсодержащих концентратов ССГОКа по солянокислотной технологии, получается сульфидный кек, содержащий сульфиды никеля, кобальта, железа и цинка. Плавка этого продукта с содой при 1450 °С приводит к высокому извлечению никеля, кобальта и железа в металлический сплав, а цинка в возгоны и, частично, в шлако-штейновом расплаве.

Предложена технологическая схема переработки данного материала с комплексным извлечением составляющих сульфидного кека.

### **3 Автоматизация и управления технологическими процессами**

#### **3.1 Автоматизация процесса переработки сульфидного кека**

Цель раздела – разработать структуру АСУ ТП, определить контуры регулирования и перечень КИПиА, а также выполнить расчёт диапазонов измерения/регулирования и нагрузок по ключевым узлам (плавка, газоочистка, выщелачивание, карбонизация, упаривание, грануляция).

Структура автоматизации:

##### **1) Объект автоматизации и технологические узлы**

Объектом автоматизации является технологическая линия переработки сульфидного кека, включающая:

Узел 1 – плавка в электропечи (дозирование кека, соды и угля; управление мощностью/температурой; контроль состава/потерь);

Узел 2 – газоочистка и пылеулавливание (управление разрежением, температурой, перепадом давления на аппаратах);

Узел 3 – выщелачивание и фильтрация пыли (рН/Eh, температура, соотношение Ж:Т, давление/вакуум фильтра);

Узел 4 – выщелачивание и фильтрация основной массы (получение раствора и кека);

Узел 5 – карбонизация (управление подачей газов/CO<sub>2</sub> и рН до заданной точки);

Узел 6 – упаривание и фильтрация (температура, вакуум/давление, уровень, плотность/концентрация);

Узел 8 – грануляция кека с дозированием соды (влажность, скорость гранулятора, производительность).

##### **2) Требования к АСУ ТП**

Ключевые требования:

– стабильность качества: минимизация потерь Ni/Co/Zn, воспроизводимость состава растворов и гранул;

– безопасность: межблокировки по температуре, давлению, разрежению, отказоустойчивое отключение печи и останов газопотока;

– энергоэффективность: оптимизация мощности печи и режима упаривания;

– трассируемость: архивирование трендов (Т, рН, Eh, F, L, ΔР), отчёты по сменам, контроль отклонений.

##### **3) Контуры регулирования**

Узел 1 (электропечь):

– ТИС–101 – регулирование температуры печи по ТТ–101 изменением мощности РWR-101;

– FIC–101/FIC–102 — дозирование соды и угля (массовые дозаторы/шнеки) по заданию рецепта;

– FIC–103 – дозирование сульфидного кека.

Узел 2 (газоочистка):

– PIC–201 – поддержание разрежения (вытяжной вентилятор/дымосос) по PT–201;

– DPAL–201 – сигнализация засорения по  $\Delta P$  на фильтре/циклонном аппарате.

Узел 3–4 (выщелачивание/фильтрация):

– pHIC–401 – поддержание pH по pH–401 дозированием реагента (кислота/щелочь);

– ORPIC–401 – контроль Eh (при необходимости) дозированием окислителя/восстановителя;

– TIC–401 – поддержание температуры пульпы;

– PIC–401 – давление/вакуум фильтра.

Узел 5 (карбонизация):

– pHIC–501 – доведение pH до точки осаждения/нейтрализации подачи  $CO_2$ /газов (FIC–501);

– LIC–501 – уровень аппарата.

Узел 6 (упаривание):

– TIC–601 – температура кипения; PIC–601 – вакуум; LIC–601 – уровень;

– DIC–601 – плотность (коррекция на концентрацию) как критерий окончания упаривания.

Узел 8 (грануляция):

– FIC–801 – дозирование соды в гранулятор;

– WIC–801 – влажность (онлайн/NIR или расчётная);

– SIC–44801 – скорость гранулятора.

#### 4) Расчётная часть

Расчёт схемы автоматизации целесообразно выполнить в виде определения диапазонов измерений/регулирования и нагрузок исполнительных механизмов на основе материального и теплового балансов.

Рекомендуемая последовательность:

4.1) Принять производительность по сырью  $G_{\text{кек}}$  (кг/ч) и состав кека (как на рис. 4).

4.2) Материальный баланс плавки: определить расход соды  $G_{\text{соды}}$  и угля Гуголь по стехиометрии/опыту; задать коэффициенты выхода газов/пыли и распределение элементов по продуктам.

4.3) Для каждого узла определить: расход потоков ( $m^3/ч$  или кг/ч)  $\rightarrow$  диапазоны FT/FIC; объёмы аппаратов и время пребывания  $\tau \rightarrow$  уровнемеры LT/LIC; требуемые температуры/давления  $\rightarrow$  TT/TIC, PT/PIC; pH/Eh и дозирование реагента  $\rightarrow$  pH-метры, ORP, дозирующие насосы.

4.4) Подбор исполнительных механизмов:

– дозаторы (шнек/лента) – по максимальному расходу с запасом 20–30%;

– регулирующие клапаны – расчёт  $C_v$  по  $Q$ ,  $\Delta P$ ,  $\rho$  (для жидкостей) или по стандартным газовым формулам;

– насосы – по  $Q$  и напору  $H$  (с учётом потерь в трубопроводе);

- вентилятор/дымосос – по расходу газа и требуемому разрежению.

Пример формул, которые можно включить:

- Диапазон расходомера:  $Q_{\min} = 0,2 \cdot Q_{\text{раб}}$ ;  $Q_{\max} = 1,5 \cdot Q_{\text{раб}}$
- Время пребывания:  $\tau = V_{\text{апп}} / Q_{\text{пульпы}}$
- Дозирование реагента по pH:  $G_{\text{реаг}} = (C_{\text{экв}} \cdot Q_{\text{раствора}}) \cdot K_{\text{зап}}$ , где  $C_{\text{экв}}$  – эквивалентная потребность (моль/л).
- Тепловая нагрузка упаривания:  $\dot{Q} = G_{\text{исп.г}} + G_{\text{раств.ср}} \cdot \Delta T$ .
- Требуемый расход вентилятора:  $Q_{\text{газ}} = (G_{\text{газ}}/\rho_{\text{газ}}) \cdot K_{\text{зап}}$ .

## 5) Архитектура АСУ ТП

Рекомендуемая архитектура:

Уровень 0: датчики и исполнительные механизмы (ТТ, РТ, ФТ, ЛТ, pH, ОРР, ΔР; клапаны, дозаторы, насосы, привод вентиляторов, тиристорный регулятор мощности печи).

Уровень 1: ПЛК (Siemens S7–1200/1500, Schneider M340/M580 или экв.) с модулем аналоговых входов/выходов; частотные преобразователи для насосов/вентиляторов; локальные панели оператора.

Уровень 2: SCADA (WinCC, iFix, Ignition и др.) — мнемосхема, тренды, алармы, журналы, отчёты. Кибербезопасность и резервирование критичных контуров (печь/газоочистка).

## б) Схема функциональной автоматизации

Ниже приведена функциональная схема автоматизации (укрупнённо) с привязкой к узлам процесса и типовыми тегами КИПиА.

Режимы плавки (1450 °С; сода 100–150 % стех.), выход пыли 7–8 %, извлечение Zn ~80 % в пыль, составы потоков, 3-стадийное выщелачивание расплава (60 °С; 1 ч + 30 мин + 30 мин; Т:Ж=1:8; мешалка 330 об/мин), вакуум фильтрации 300 мм рт.ст., таблицы 4 – 6, составы растворов, распределения металлов и т.д.

В разделе разработаны: (i) перечень измеряемых параметров и контуров регулирования по узлам процесса; (ii) расчётные основы выбора диапазонов КИПиА и исполнительных механизмов, привязанные к экспериментальным данным по совместной плавке сульфидного кека с содой и углеродом и гидрометаллургической переработке продуктов плавки; (iii) функциональная схема автоматизации.

Исходные данные для расчёта автоматизации

Технологически проверена возможность переработки сульфидного кека совместной плавкой с содой и углеродом. Цель плавки — получение Ni, Co и Fe в виде металлического сплава, а Zn — в виде отдельного продукта в возгонах (пыли) и частично в шлако-штейновом расплаве. Температура плавки: 1450 °С. Расход соды изменяли в пределах 100–150 % от стехиометрически необходимого. В таблице - 4 указана принятая база расчета

Таблица 4 – Принятая база расчёта

База расчёта	1 т сухого сульфидного кека (для масштабирования на производительность)
Состав кека, % (сух.)	Fe $\approx$ 19; Co $\approx$ 25; Ni $\approx$ 17; Zn $\approx$ 6; S $\approx$ 33

Для выполнения автоматизации процесса принимаем:

1) Экспериментально установленные технологические характеристики:

– извлечение Zn при плавке:  $\sim$ 80% в пыль (возгоны), остальное — частично в шлако-штейновый расплав;

– выход пыли: 7–8 % от веса шихты; содержание Zn в пыли: до 25 %; Ni, Co: 0,01–0,05 %; Fe: 0,05–0,1 %;

– при водном выщелачивании пылей Zn на 98,5 % остаётся в твёрдом остатке;

шлако-штейновый расплав: общая щелочность 90–95 %; Na<sub>2</sub>S 44–48 %; Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1–2,3 %; Ni 0,5–1,0 %; Co 0,1–1,4 %; Fe 1,4–1,9 %; Zn 0,9–1,8;

– водное выщелачивание расплава: 3 стадии; T=60°C;  $\tau_1$ =1 ч;  $\tau_2$ =30 мин;  $\tau_3$ =30 мин; T:Ж=1:8 (каждая стадия); мешалка 330 об/мин;

– фильтрация на воронке Бюхнера: разрежение 300 мм рт.ст.; толщина кека 15–20 мм;

– распределение металлов при выщелачивании расплава: Ni в раствор 2,3 % (в кеках 97,7 %); Co в раствор 1,06 % (в кеках 98,9 %); Fe в раствор 6,4 % (в кеках 93,9 %); Zn в раствор 1,4 % (в кеках 98,6 %);

– выход кека при выщелачивании расплава: 25–30% от веса расплава; состав кека (средний): 4,37 % Ni; 3,9 % Co; 12,31 % Fe; 9,61 % Zn; 23 % S; общая щелочность 2–3 %.

2) Расчёт схемы автоматизации (диапазоны, нагрузки, контроль качества):

– Материальный контроль по ключевым потокам (на базе 1 т сухого кека)

Для увязки диапазонов измерений и автоматизированного балансового контроля принимается база: 1 т сухого кека. Масса цинка во входе:  $m(\text{Zn})_{\text{вх}} = 0,06 \cdot 1000 = 60$  кг.

– По данным опытов, извлечение Zn в пыль составляет около 80%:  $m(\text{Zn})_{\text{пыль}} \approx 0,8 \cdot 60 = 48$  кг. Одновременно указано, что выход пыли равен 7–8% от шихты, а Zn в пыли — «до 25 %». Эти величины могут относиться к различным режимам; поэтому в автоматизации вводится онлайн-контроль массы пыли (WIT-202) и её состава по Zn (XRF/AIT-202) для непрерывного балансового согласования. Балансовая оценка по Zn и пыли приведена в таблице – 5.



Таблица 5 – Балансовая оценка по Zn и пыли (контроль согласованности данных)

Параметр	Обозначение	Значение	Комментарий для автоматизации
Zn во входе (1 т кека)	m(Zn)вх	60 кг	используется в балансовом контроле
Zn в пыль (80 %)	m(Zn)пыль	48 кг	задаёт целевую долю извлечения по тренду
Выход пыли (7–8 %)	mпыль	70–80 кг	измерять WIT-202, архивировать
Zn в пыли (до 25 %)	w(Zn)пыль	≤ 25 %	онлайн XRF; при росте/падении — коррекция режима

3) Расчёт режимов и диапазонов КИПиА для 3-стадийного выщелачивания расплава.

Эксперименты проводились с навеской расплава 100 г (крупность до 2 мм) при Т:Ж=1:8 в каждой стадии. Объёмы растворов по стадиям составили 293, 305 и 312 мл (итого 910 мл) при получении 27,4 г кека. Исходные экспериментальные данные по выщелачиванию для таблицы -1 указаны в таблице – 6.

Таблица 6 – Исходные экспериментальные данные по выщелачиванию

Стадия	Раствора, мл	Кека, г	Общ. щелочн., г/л	NaOH, г/л	Na <sub>2</sub> S, г/л	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , г/л	Распределение общ. щелочн., %
1	293	-	207,8	109,2	154,83	4,69	83,5
2	305	-	30,74	18,8	8,19	8,19	13,6
3	312	-	4,35	2,16	0,62	0,62	2,9
Итого	910	27,4	-	-	-	-	100

Таблица 7 — Распределение Ni и Co

Металл	В раствор, %	В кеках, %
Ni	2,3	97,7
Co	1,06	98,9

Таблица 8— Распределение Fe и Zn

Металл	В раствор, %	В кеках, %
Fe	6,4	93,9
Zn	1,4	98,6

Таблица 9 – Рекомендуемые диапазоны КИПиА по экспериментальным режимам

Узел	Параметр	Тег	Рабочее значение	Рекомендуемый диапазон	Назначение
Электрод	Температура	TT-101/TIC-101	1450°C	0–1600°C	регулирование мощности, защита
Электрод	Расход соды	WIC/FIC-102	100–150% стех.	0–1,5 · G <sub>сода,расч</sub>	рецептурное дозирование
Газоочистка	Разрежение	PT/PIC-201	по регламенту	0–5000 Па (или 0–500 мм вод.ст.)	безопасность/улавливание
Газоочистка	ΔP на фильтре	DP-201/DPAL-201	рост при засорении	0–3000 Па	аларм/переход на регенерацию
Пыль/возгоны	Масса пыли	WIT-202	7–8% шихты	0–0,2 · G <sub>шихты</sub>	баланс Zn, потери
Пыль/возгоны	Zn в пыли	XRF/AIT-202	до 25% (вариаб.)	0–70%	качество продукта/баланс
Выщелачивание	Температура воды	TT/TIC-501	60°C	0–100°C	воспроизводимость кинетики
Выщелачивание	Скорость мешалки	SIC-501	330 об/мин	0–500 об/мин	массообмен, стабильность
Фильтрация	Разрежение	PT/PIC-402	300 мм рт.ст.	0–760 мм рт.ст.	качество фильтрации
Упаривание	Плотность	DIC-701	по завершению	0,9–1,4 г/см³	критерий концентрации/окончания
Карбонизация	pH	pHIC-601	по регламенту	8–14	управление CO <sub>2</sub> , выделение H <sub>2</sub> S
Грануляция	Дозирование соды	FIC-801	по рецепту	0–G <sub>сода,рег</sub>	возврат гранул на плавку

На основании табл. 6–8 в автоматизацию вводится: (i) пооперационный контроль щелочности/плотности раствора после каждой стадии; (ii) баланс металлов по твёрдому остатку (кек) — как критерий эффективности возврата металлов на плавку; (iii) контроль температуры 60°C и постоянства скорости мешалки 330 об/мин; (iv) контроль разрежения фильтра 300 мм рт.ст.

4) Расчёт диапазонов измерения и выбор КИПиА (укрупнённо). Рекомендуемые диапазоны КИПиА по экспериментальным режимам представлены в таблице – 9.

### 3.2 Алгоритмы управления и межблокировки

Ключевые алгоритмы:

Электропечь: каскад TIC–101 → PWR–101; рецепт дозирования WIC/FIC–102–104; защита по TT–101, PT, аварийное отключение питания.

Газоочистка: PIC–201 (разрежение) с частотным управлением дымососа; DPAL-201 (ΔP) – переключение на регенерацию/обход.

Выщелачивание расплава: поддержание  $T=60^{\circ}\text{C}$  (TIC–501), скорость мешалки 330 об/мин (SIC–501), учёт стадий по таймерам  $\tau_1/\tau_2/\tau_3$ ; в конце каждой стадии — измерение щелочности/плотности (лаборат./онлайн) и архив. Фильтрация: поддержание разрежения 300 мм рт.ст. (PIC–402), контроль толщины кека по ΔP/времени. Карбонизация: pHIC–601 (подача CO<sub>2</sub>), газоанализ H<sub>2</sub>S (AL–602) и блокировка вентиляции.

Упаривание: TIC–701 + PIC–701 (вакуум), DIC–701 как критерий окончания; передача регенерированной соды на грануляцию.

Грануляция: FIC–801 (сода) + WIC–802 (кек) + WIC–803 (влага); гранулы направляются на возврат в плавку. Схема автоматизации представлена на рисунке – 3



Рисунок 3 – Функциональная схема автоматизации

### *Принятая производительность:*

В ваших опытах по выщелачиванию шлако-штейнового расплава режим задан жёстко:

- 3 стадии: 60 мин + 30 мин + 30 мин = 2 часа активного выщелачивания
- $T = 60\text{ }^{\circ}\text{C}$
- $T:Ж = 1:8$  в каждой стадии
- мешалка 330 об/мин
- фильтрация при разрежении 300 мм рт. ст.

Для оформления листа ЕСКД/ГОСТ нужна одна принятая производительность. По схеме (рис. 3) процесс предполагает непрерывную/полунепрерывную работу, поэтому корректно принять пилотную/опытно-промышленную производительность, согласованную с 3–стадийностью:

Принято:  $G_{\text{кек}} = 10\text{ т/сут}$ , то есть 0,417 т/ч.

Основание (логика масштабирования):

- суммарное время выщелачивания по регламенту = 2 ч;
- при наличии трёх реакторов по стадиям (Р-501/1.../3) линия может работать последовательно-поточно;
- производительность задаётся как “пилотная” для магистерского проекта, с дальнейшим масштабированием пропорционально (т/сут).

В исходном тексте есть потенциальная балансовая несостыковка (выход пыли 7–8 % и одновременно извлечение  $Zn \sim 80\%$  при  $Zn$  в пыли “до 25 %”). Поэтому в лист схемы автоматизации я заложил обязательный балансовый контроль по улавливаемой пыли и её составу (WIT + XRF/AIT) — это корректное инженерное решение для реального объекта. Рисунок лист схемы автоматизации (ЕСКД/ГОСТ) приведены в дополнении Б. Также рисунок спецификации контрольно-измерительных приборов и средств автоматизации приведен в приложении В

## **3.3 Иерархия архитектуры АСУ ТП**

Иерархия архитектуры АСУ ТП:

- полевая уровень (Level 0) – КИПиА и исполнительные механизмы

Назначение: первичные измерения, локальные защиты, реализация воздействия.

Датчики и анализаторы (пример по узлам):

- ЭП-101 Электропечь: ТТ-101 (температура), ток /напряжение/ мощность (электротехнические измерения), при необходимости датчики уровня/загрузки.
- ГО-201 Газоочистка: РТ-201 (разрежение), ДР-201 ( $\Delta P$  фильтра), ТТ-201 (Т газа), WIT-202 (масса пыли), при необходимости XRF/AIT для  $Zn$  в пыли (балансовый контроль).

– Р–501/1–3 Выщелачивание: ТТ–501 (60 °С), SIC–501 (330 об/мин), расход воды/Ж (FIT), опционально pH/электропроводность/плотность раствора для оперативного контроля стадий.

– Ф–502 Фильтр: РТ/РІС (вакуум 300 мм рт. ст.), ΔР/индикация засорения.

– КР–601 Карбонизация: pH–601, расход CO<sub>2</sub>/газов (FIC–601), газоанализ H<sub>2</sub>S (AL–602) + вентиляция/блокировки.

– УП–701 Упаривание: ТТ/ТІС, РІС (вакуум/давление), DІС–701 (плотность как критерий окончания), уровни.

– ГР–801 Грануляция: WIC–801 (кек), FIC–801 (сода), контроль влажности/скорости гранулятора.

Исполнительные механизмы:

- тиристорный регулятор/трансформатор печи (PWR–101),
- шнековые/ленточные дозаторы (сода/уголь/кек),
- регулирующие клапаны (CO<sub>2</sub>/вода/потoki),
- частотные приводы (дымосос, насосы, мешалки, гранулятор),
- вакуум-насос/эжектор для фильтрации.

Уровень управления (Level 1) – ПЛК/RTU и распределённые контуры

Назначение: замкнутые контуры регулирования, межблокировки, последовательности стадий, сбор “сырой” телеметрии.

Структура:

ПЛК–Печь (PLC–FURN): TIC–101→PWR–101, рецептурное дозирование WIC/FIC, защиты по перегреву/аварийным состояниям, фиксация режимов плавки (1450 °С).

ПЛК–Газоочистка (PLC–GAS): РІС–201 (разрежение), DP–алармы, управление регенерацией/переключениями, контроль пыли WIT–202 и (желательно) Zn–анализатора.

ПЛК–Гидромет (PLC–HYDRO):

– 3–стадийный цикл выщелачивания (таймеры 60/30/30), поддержание 60 °С, 330 об/мин, Т:Ж=1:8 (через расход/дозирование воды);

– вакуум-фильтрация: поддержание разрежения 300 мм рт. ст.;

– карбонизация: pH–контур, дозирование CO<sub>2</sub>, сигнализация/блокировки H<sub>2</sub>S;

– упаривание: TIC/РІС + критерий окончания по DІС–701;

– грануляция: дозирование соды/кека, контроль влажности, возврат гранул на плавку.

Локальная безопасность (минимум):

- аппаратные E-Stop, аварийное отключение печи,
- блокировки по разрежению/ΔР в газоочистке,
- блокировки по H<sub>2</sub>S (вентиляция, останов подачи, сигнализация),
- аварийная остановка мешалок/насосов при сухом ходе/перегреве.

Уровень диспетчеризации (Level 2) – SCADA/HMI и архив

Назначение: операторское управление, мнемосхемы, тревоги, тренды, отчётность.

Функции SCADA:

- единая мнемосхема линии (по рис. 4) + “экраны узлов”,
- алармы/события:  $\Delta P$  фильтров, отклонение  $T=60\text{ }^{\circ}\text{C}$ , вакуум 300 мм рт. ст.,  $\text{H}_2\text{S}$ , перегрев печи,
- тренды: TT–101, PT–201, DP–201, WIT–202, TT–501, SIC–501, PT–520, pH–601, DIC–701, FIC–801,
- отчёты смены/суток: масса кека, пыли, гранул, удельный расход соды, распределение Zn,
- рецепты дозирования (100–150 % стех.) с журналированием.

Архив/историк:

- отдельный сервер Historian (или встроенный в SCADA) для долгосрочных трендов и балансов.

Уровень производственного управления (Level 3) – MES /ЛИМС/ качество

Назначение: управление производством, качеством, партиями, лабораторией, учёт.

Типовые подсистемы:

- MES (учёт партий/плавов/циклов): партия кека → плавка → продукты (сплав/пыль/шлако-штейн) → циклы выщелачивания → возвраты.
- LIMS (лаборатория): подтверждение состава сплава (Ni 26 %, Co 42 %, Fe 30 %, S 0,074 %), контроль пыли/кека/растворов.
- Балансовый модуль: “материал-баланс” с учётом спорных данных (выход пыли vs извлечение Zn). Здесь критично:
  - WIT–202 (масса пыли) + анализ Zn (XRF/лаборатория),
  - массы кека/гранул, возврат на плавку,
  - отчёты по извлечениям Ni/Co/Fe и Zn.

Уровень предприятия (Level 4) – ERP и корпоративная аналитика

Назначение: планирование, закупки, склад, финансы, KPI завода.

Интеграции:

ERP получает агрегированные данные из MES: выпуск сплава/пыли/гранул, расход соды/угля, энергоёмкость плавки, простои, отклонения качества.

### **3.4 Индустриальная сеть и кибербезопасность**

Сетевая сегментация (минимальный рекомендуемый вариант):

- OT-сеть Level 0–1 (ПЛК/частотники/КИП): изолирована, промышленный Ethernet, резервированные коммутаторы.
- DMZ между OT и IT: шлюзы, сервер обновлений, OPC-сервер/историк репликации.

– IT-сеть Level 3–4: MES/ERP/аналитика.

Протоколы/интеграция:

– внутри цеха: Profinet/Modbus TCP/RTU (зависит от вендора),

– наверх: OPC UA (предпочтительно) через DMZ.

Надёжность:

– резервирование SCADA/историка,

– UPS для серверов и сетевого ядра ОТ,

– регламент резервного копирования (тренды/рецепты/алармы).

Рекомендуемая “функциональная разбивка” процесса. Чтобы архитектура выглядела “заводской”, удобно оформлять по участкам:

1) Участок плавки (ЭП–101 + дозирование)

2) Участок газоочистки и пыли (ГО-201)

3) Гидрометаллургический участок (Р–501/1-3, Ф–502, КР–601, СЕ–602, УП–701)

4) Участок грануляции и возврата (ГР–801)

5) Центральная диспетчерская (SCADA/Historian)

6) Лаборатория и качество (LIMS + интерфейс к MES)

### **3.5 Архитектура АСУ ТП переработки сульфидного кека**

Архитектура автоматизированной системы управления технологическим процессом (АСУ ТП) предприятия по переработке сульфидного кека разработана в соответствии с моделью ISA–95, обеспечивающей иерархическое разделение функций управления.

#### **3.5.1 Иерархия архитектуры АСУ ТП по модели ISA–95**

Модель ISA-95 выделяет уровни автоматизации от полевого уровня до уровня управления предприятием. Иерархия архитектуры АСУ ТП (ISA–95) указана в рисунке – 4.

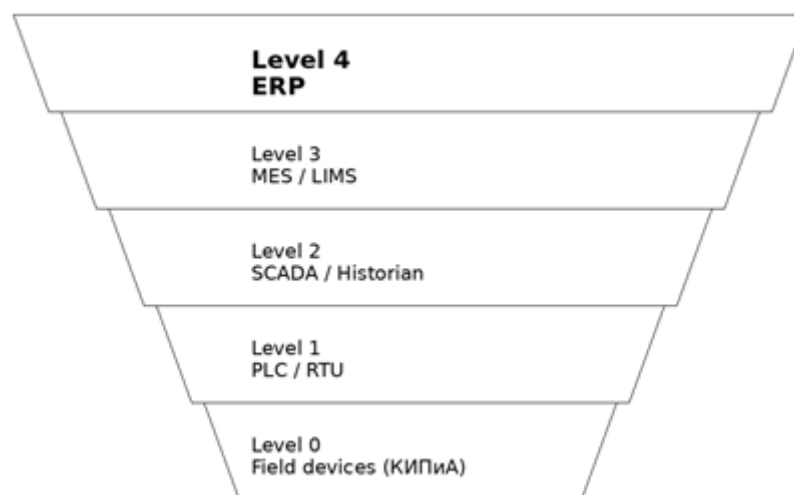


Рисунок 4 – Иерархия архитектуры АСУ ТП (ISA–95)

Уровень 0 включает датчики и исполнительные механизмы технологических узлов. Уровень 1 представлен ПЛК, реализующими контуры регулирования и межблокировки. Уровень 2 (SCADA) обеспечивает диспетчерское управление и архивирование. Уровень 3 (MES/LIMS) выполняет производственный учёт и контроль качества. Уровень 4 (ERP) отвечает за планирование и экономический анализ.

### 3.5.2 Сетевая архитектура ОТ/DMZ/IT

Сетевая архитектура АСУ ТП реализована с разделением на ОТ–сеть, DMZ и IT-сеть. Сетевая топология ОТ/DMZ/IT показано в рисунке – 5

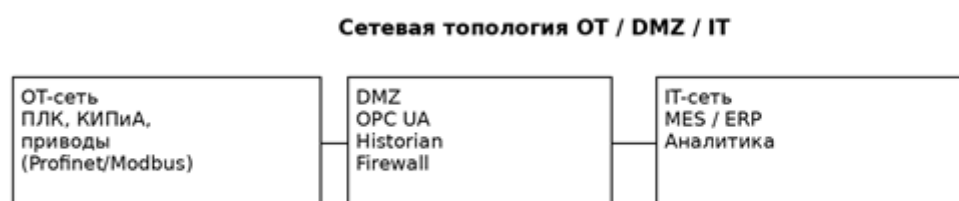


Рисунок 5 – Сетевая топология ОТ/DMZ/IT

Таблица 10 – Распределение функций по уровням архитектуры

Уровень	Функции	Узлы и системы	Данные и интерфейсы
0	Измерение и воздействие	КИПиА, приводы, клапаны	Аналог/дискрет
1	Контуры регулирования	ПЛК узлов процесса	Profinet, Modbus
2	Визуализация и архив	SCADA, Historian	OPC UA
3	Учёт и балансы	MES, LIMS	SQL, OPC UA



4	Планирование	ERP	Web-API
---	--------------	-----	---------

Сетевая архитектура ОТ / DMZ / IT. Описана сегментация сети для АСУ ТП.

Отдельный рисунок сетевой топологии:

- ОТ-сеть (ПЛК, КИПиА, приводы)
- DMZ (OPC UA, Historian, Firewall)
- IT-сеть (MES / ERP / аналитика)
- Корректная терминология для защиты (кибербезопасность, изоляция уровней)

### 3.6 Кибербезопасность АСУ ТП (IEC 62443)

Кибербезопасность АСУ ТП предприятия реализуется в соответствии с требованиями серии стандартов IEC 62443, ориентированных на защиту промышленных систем автоматизации и управления. Основным принципом является разделение системы на зоны и каналы (zones & conduits), а также реализация многоуровневой защиты (defense in depth).

В рамках проектируемой АСУ ТП выделяются следующие зоны безопасности:

- зона управления технологическим процессом (ОТ-сеть: ПЛК, КИПиА, приводы);
- демилитаризованная зона (DMZ) для обмена данными через OPC UA и исторические серверы;
- корпоративная IT-зона (MES, ERP, аналитика).

Взаимодействие между зонами осуществляется через промышленные межсетевые экраны и шлюзы безопасности.

К основным мерам кибербезопасности относятся: контроль доступа пользователей по ролям, сегментация сети, резервное копирование конфигураций ПЛК и SCADA, журналирование событий безопасности, а также запрет прямого удалённого доступа к полевым устройствам из IT-сети.

Для управления процессом плавки сульфидного кека целесообразно использовать подход ISA-88, интегрированный с иерархией ISA-95. Стандарт ISA-88 описывает рецептурное управление периодическими и полунепрерывными процессами, что полностью соответствует операции электроплавки.

В соответствии с ISA-88 процесс плавки представляется в виде процедурной модели:

Процедура: Электроплавка сульфидного кека;

Операции: загрузка шихты, нагрев, выдержка при температуре, выпуск продуктов;

Фазы: дозирование соды и углерода, управление мощностью печи, контроль температуры 1450 °С.

Рецепт плавки содержит параметры: расход соды (100–150 % от стехиометрии), соотношение компонентов шихты, уставки температуры и времени выдержки.

Связь ISA–88 и ISA–95 обеспечивает передачу рецептов с уровня MES на уровень ПЛК, а также возврат фактических данных плавки для анализа качества и оптимизации режимов.

Информационные потоки АСУ ТП. Информационные потоки АСУ ТП отражают движение технологических и производственных данных между уровнями автоматизации. Информационные потоки АСУ ТП показаны на рисунке - 6

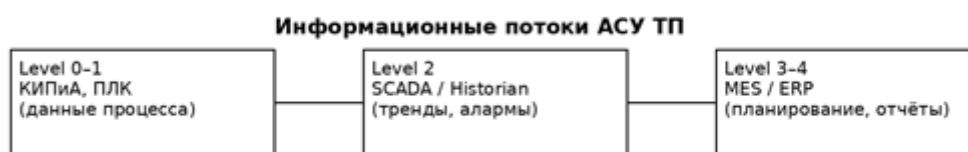


Рисунок 6 – Информационные потоки АСУ ТП

### **Выводы по разделу 3:**

По итогам разработки схемы автоматизации процесса:

1) Разработана архитектура АСУ ТП (ISA–95) сформированная в соответствии с иерархической моделью ISA–95, обеспечивающей разделение уровней управления, анализа и полевого оборудования.

2) Сформирована сетевая архитектура промышленной автоматизации, основанная на разграничении уровней ОТ / DMZ / IT, что позволяет обеспечить надежный обмен технологическими и производственными данными при сохранении изоляции критически важных контуров управления.

3) Разработана спецификация контрольно-измерительных приборов и автоматики (КИПиА), обеспечивающая контроль ключевых технологических параметров процесса, включая температуру, продолжительность стадий, щёлочность раствора и выход твёрдого остатка.

4) Рассмотрены и учтены требования промышленной кибербезопасности в соответствии со стандартом IEC 62443, направленные на снижение рисков несанкционированного доступа и повышение устойчивости автоматизированной системы управления.

5) Реализованы принципы рецептурного управления технологическим процессом на основе стандарта ISA–88, что обеспечивает воспроизводимость режимов переработки, гибкость управления стадиями и адаптацию процесса к изменению свойств сырья.

6) Определены и структурированы информационные потоки автоматизированной системы, включая потоки технологических данных,

управляющих воздействий и аналитической информации, необходимые для устойчивого и эффективного функционирования процесса.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате выполненных исследований получен комплекс научно-технических выводов, характеризующих современное состояние и перспективы переработки никель-кобальт-железосодержащих сульфидных материалов.

Установлено, что существующие гидрометаллургические схемы в целом позволяют осуществлять комплексную переработку руд, концентратов и промпродуктов, однако им присущи существенные недостатки, прежде всего многостадийность процессов и сложное аппаратное оформление. В промышленной практике для переработки промпродуктов медно-никелевого производства наибольшее значение в настоящее время имеет карбонильный процесс, применяемый, в частности, для разделения металлов фанштейна. Высокая термодинамическая устойчивость никелевого карбонила обеспечивает селективное извлечение никеля от меди, железа, кобальта и металлов платиновой группы. При этом фанштейн с содержанием серы 12–15 % обрабатывается оксидом углерода в реакторах высокого давления (до 200 ат) в течение до 26 часов, что позволяет извлекать 96–98 % никеля. Остаточный продукт подвергается обжигу, восстановительной плавке и электролизу с получением катодной меди, кобальтового концентрата и платинометалльного шлама. Вместе с тем данный процесс характеризуется высокой энергоемкостью, низкой скоростью, повышенными требованиями к герметичности оборудования и рисками, связанными с выделением токсичных газов.

Проведенный анализ научно-технической литературы показал отсутствие на сегодняшний день высокоэффективных технологий комплексной переработки никель-кобальт-железосодержащих продуктов, а также стандартных решений для переработки материалов, аналогичных продуктам солянокислотной технологии пиритно-кобальтовых концентратов с высоким содержанием кобальта, никеля, железа, цинка и серы.

Экспериментальными тигельными плавками доказана принципиальная возможность восстановления никеля, кобальта, железа и меди из их сульфидов с использованием карбоната натрия в присутствии углерода. Установлено, что оптимальный расход углерода составляет 7–8 % от массы сульфидного сырья. При температуре 1450 °С и расходе соды 130–140 % от стехиометрически необходимого достигается высокое извлечение железа (до 96,5 %), никеля (до 94,3 %) и кобальта (до 97,5 %). Для меди максимальное извлечение (до 93,2 %) наблюдается при увеличении расхода соды до 180 %. Полученные никель, кобальт и медь характеризуются высокой чистотой (более 98,99 %), тогда как железо извлекается в виде чугуна с содержанием 94–96 % Fe.

Плавке с содой и углеродом были подвергнуты различные типы сульфидных материалов, включая штейны, фанштейны и синтетические смеси, имитирующие промышленные продукты. В результате получены

металлические сплавы никеля, кобальта, железа и меди различного состава, потенциально пригодные для производства легированных сталей и специальных сплавов. Извлечение металлов в сплав составило: никеля 94 – 96 %, кобальта 98 – 99 %, железа 80 – 90 %, меди 16 – 20 %.

Предложена технологическая схема переработки сульфидных материалов, не содержащих благородных металлов, с получением металлического сплава как товарного продукта. Существенным преимуществом схемы является возможность регенерации флюса (соды) на 80–85 % за счет гидрометаллургической переработки шлако-штейнового расплава, что повышает экономическую эффективность процесса и обеспечивает извлечение железа, ранее не используемого в существующих технологиях.

Для пиритных кобальтсодержащих концентратов ССГОКа, перерабатываемых по солянокислотной технологии, показано, что сульфидный кек эффективно перерабатывается плавкой с содой при 1450 °С с высоким извлечением никеля, кобальта и железа в металлический сплав, а цинка — преимущественно в возгоны. Разработана схема комплексной переработки данного продукта.

В рамках автоматизации технологического процесса сформированы архитектура АСУ ТП (ISA–95), сетевая структура ОТ/DMZ/IT, спецификация КИПиА, решения по кибербезопасности (IEC 62443), рецептурное управление (ISA–88) и система информационных потоков.

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

- 1 Yaylali, B., Deveci, H., Yazici, E. Y., & Celep, O. (2023). Extraction of cobalt from a cobaltiferous pyrite concentrate using H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-NaNO<sub>3</sub> lixiviant system. *Minerals Engineering*, 198, 108077.
- 2 The Business Research Company. Sulfuric Acid Global Market Report 2025. 2024. Available online: <https://www.thebusinessresearchcompany.com/report/sulfuric-acid-global-market-report> (accessed on 25 May 2025).
- 3 Research and Markets. Sulfuric Acid Market by Raw Material, Application and Region – Global Forecast to 2027. *BusinessWire*, 2022. Available online: <https://www.businesswire.com/news/home/20220928005916/en/The-Worldwide-Sulfuric-Acid-Industry-is-Projected-to-Reach-%2428.5-Billion-by-2027> ResearchAndMarkets.com (accessed on 25 May 2025).
- 4 Landers, M., & Usher, B. (2015). Management of spontaneous combustion for metalliferous mines.
- 5 Kolesnikov, A. S., Ye Zhakipbaev, B., Zhanikulov, N. N., Kolesnikova, O. G., Akhmetova, E. K., Kuraev, R. M., & Shal, A. L. (2021). Review of technogenic waste and methods of its processing for the purpose of complex utilization of tailings from the enrichment of non-ferrous metal ores as a component of the raw material mixture in the production of cement clinker. *Rasayan Journal of Chemistry*, 14(2).
- 6 Alajoki, J., Karppinen, A., Rinne, T., Serna-Guerrero, R., & Lundström, M. (2024). Leaching strategies for the recovery of Co, Ni, Cu and Zn from historical tailings. *Minerals Engineering*, 217, 108967.
- 7 Fomchenko, N., & Muravyov, M. (2020). Sequential bioleaching of pyritic tailings and ferric leaching of nonferrous slags as a method for metal recovery from mining and metallurgical wastes. *Minerals*, 10(12), 1097.
- 8 Hammerschmidt, J., Wrobel, M., Mozaffari, S., & Harris, D. MORE OUT OF TAILINGS: METAL AND ACID PRODUCTION, CIRCULARITY AND ENERGY TRANSITION. *ALTA 2024 Nickel-Cobalt-Copper*, 268-279.
- 9 Luganov, V. A., Chepushtanova, T. A., Guseynova, G. D., Merkitabeyev, Y. S., Mamyrbaeva, K. K., & Mishra, B. (2020). PROCESSING OF PYRITE CONCENTRATES WITH THE EXTRACTION OF NONFERROUS METALS: NICKEL AND COBALT TECHNOLOGY ELABORATION. *Sustainable Extraction and Processing of Raw Materials*, (1), 53-58.
- 10 Stanley, R. W., Monette, S., & Harris, B. (1984). U.S. Patent No. 4,457,897. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- 11 United Nations Comtrade Database. Pyrites, Unroasted (HS Code 2502). Available online: [https://data.un.org/Data.aspx?d=ComTrade&f=\\_11Code%3A27](https://data.un.org/Data.aspx?d=ComTrade&f=_11Code%3A27) (accessed on 25 May 2025).
- 12 Manzoor, U., Mujica Roncery, L., Raabe, D., & Souza Filho, I. R. (2025). Sustainable nickel enabled by hydrogen-based reduction. *Nature*, 1-9.

- 13 Tumiwa, J. R., & Mizik, T. (2025). Advancing nickel-based catalysts for enhanced hydrogen production: Innovations in electrolysis and catalyst design. *International Journal of Hydrogen Energy*, 109, 961-978.
- 14 Maisel, F., Neef, C., Marscheider-Weidemann, F., & Nissen, N. F. (2023). A forecast on future raw material demand and recycling potential of lithium-ion batteries in electric vehicles. *Resources, Conservation and Recycling*, 192, 106920.
- 15 Tajne, A., Gupta, T. V. K., Ramani, H., & Joshi, Y. (2024). A critical review on the machinability aspects of nickel and cobalt based superalloys in turning operation used for aerospace applications. *Advances in Materials and Processing Technologies*, 10(2), 833-866.
- 16 Mohapatra, J., Xing, M., Elkins, J., & Liu, J. P. (2020). Hard and semi-hard magnetic materials based on cobalt and cobalt alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 824, 153874.
- 17 Lopéz, R., Jordão, H., Hartmann, R., Ämmälä, A., & Carvalho, M. T. (2019). Study of butyl-amine nanocrystal cellulose in the flotation of complex sulphide ores. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 579, 123655.
- 18 Alksnis, A. (2019). Kinetics of Roasting of Pyrrhotite. University of Toronto (Canada).
- 19 Parpan, G., Andrieu, B., Vidal, O., Delannoy, L., Le Boulzec, H., Gervais, M., ... & Delalande, S. (2025). Examining copper supply feasibility in decarbonization pathways: a mine-level dynamic approach.
- 20 Yin, S. H., Chen, W., Fan, X. L., Liu, J. M., & Wu, L. B. (2021). Review and prospects of bioleaching in the Chinese mining industry. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, 28, 1397-1412.
- 21 Cháidez, J., Parga, J., Valenzuela, J., Carrillo, R., & Almaguer, I. (2019). Leaching chalcopyrite concentrate with oxygen and sulfuric acid using a low-pressure reactor. *Metals*, 9(2), 189.
- 22 Chepushtanova, T.A.; Luganov, V.A.; Motovilov, I.Yu.; Guseinova, G.D. Kompleksnaya pererabotka bednykh okislennykh nikelovykh rud s polucheniem poroshkov okislov zheleza [Complex processing of low-grade oxidized nickel ores to obtain iron oxide powders]. In *Proceedings of the XIV Russian International Conference "Physicochemistry and Technology of Inorganic Materials"*, Moscow, Russia, 2017; IMET RAS: Moscow, Russia, pp. 303–304.
- 23 Motovilov I.Y., Luganov V.A., Chepushtanova T.A., Guseynova G.D. Processing of metallurgical wastes with obtaining iron oxides nanopowders // *The international conference wastes:solutions, treatments and opportunities*, Portugal, Porto, 2017. - P. 191-197.
- 24 Abikak, Y. B., Kenzhaliev, B. K., Gladyshev, S. V., & Abdulvaliev, R. A. (2022). Development of Technology for Processing Pyrite Cinder to Produce Non-Ferrous Metal Concentrate. *Teknomekanik*, 5(1), 35-41.
- 25 Chepushtanova, T.A.; Motovilov, I.Yu.; Luganov, V.A.; Guseinova, G.D.; Toktagulova, A.K. Poluchenie nanoporoshkov okislov zheleza metodom

vosstanovleniya khloridov zheleza [Synthesis of iron oxide nanopowders by iron chloride reduction method]. Promyshlennost Kazakhstana, 2017, 1(100), 78–82.

26 Karimov, K.A. Avtoklavnaya pererabotka piritnogo kontsentrata [Autoclave processing of pyrite concentrate]; Ph.D. Thesis, Ural Federal University Named after the First President of Russia B.N. Yeltsin: Ekaterinburg, Russia, 2016; 136 p.

27 Dyachenko, V.T. Alternativnye metody pererabotki pirrotinovykh kontsentratov Noril'ska [Alternative methods for processing Noril'sk pyrrhotite concentrates]. Tsvetnye Metally, 2004, 5, 47–50.

28 Mikhailov, V.I. Poluchenie i fiziko-khimicheskie svoystva materialov na osnove nanodispersnykh oksidov alyuminiya i zheleza (III) [Synthesis and physicochemical properties of materials based on nanodispersed aluminum and iron(III) oxides]; Dr. Sci. Thesis, Syktyvkar, Russia, 2016.

29 Motovilov, I.Yu.; Luganov, V.A. Vysokotemperaturnyi gidroliz khlorida zheleza (II) [High-temperature hydrolysis of ferrous chloride]. Gornyi Zhurnal Kazakhstana, 2016, 1, 41–46.

30 Motovilov, I.Y.; Luganov, V.A.; Mishra, B.; Chepushtanova, T.A. Oxide powders production from iron chloride. CIS Iron and Steel Review, 2018, 15(1), 28–32.

31 Zhatkanbaev, E.E.; Zhabykbaev, G.; Myltikbaeva, A.T.; Piramatov, E.A.; Mukusheva, A.S. Sposob pererabotki kobaltsoderzhashchikh promproduktov s ispolzovaniem ammoniaksoderzhashchikh reagentov [Method for processing cobalt-containing industrial products using ammonia-containing reagents]. Gornyi Informatsionno-Analiticheskii Byulleten (Nauchno-Tekhnicheskii Zhurnal), 2008, 5, 19–22.

32 Romanenko, V.F.; Kozlov, A.A.; Sidorov, V.P.; et al. Patent RU 2080398 C1. Sposob pererabotki kobaltovogo kontsentrata [Method for processing cobalt concentrate]; OAO "Gipronikel". Appl. 27 October 1992; Publ. 10 June 1997, Bulletin No. 16.

33 Motovilov, I.Yu.; Luganov, V.A.; Chepushtanova, T.A. Izuchenie protsessa vyshchelachivaniya shteina plavki piritnogo kontsentrata [Study of leaching of pyrite concentrate smelting matte]. Gornyi Zhurnal Kazakhstana, 2016, 11, 34–37.

34 Chepushtanova, T.A.; Luganov, V.A.; Motovilov, I.Yu.; Guseinova, G.D.; Killibayev, E.O. Tekhnologiya polucheniya poroshkov oksidov zheleza nanodispersnykh razmerov [Technology for obtaining nanosized iron oxide powders]. In Proceedings of the XII Russian Annual Conference of Young Scientists and Postgraduates "Physicochemistry and Technology of Inorganic Materials", Moscow, Russia, 2015; IMET RAS: Moscow, Russia, pp. 303–305.

35 Luganov, V.A.; Chepushtanova, T.A.; Motovilov, I.Yu.; Guseinova, G.D. Poluchenie poroshkov metallichesкого i okislennogo zheleza nanodispersnykh razmerov [Production of nanosized metallic and oxidized iron powders]; Monograph; Almaty, Kazakhstan, 2017; 150 p.



36 ZHANG, X. Research on the new process of preparing natural iron oxide red pigment by deep purification of specularite (2020).

37 Mohapatra M., Anand S. Synthesis and applications of nano-structured iron oxides/hydroxides // International Journal of Engineering, Science and Technology. – 2010. - Vol. 2, №8. - P. 127-146.

38 Hufschmid, R. Synthesis of phase-pure and monodisperse iron oxide nanoparticles by thermal decomposition / R. Hufschmid, H. Arami, R.M. Ferguson, M. Gonzales, E. Teeman, L.N. Brush, N.D. Browningb, K.M. Krishnan // Nanoscale. – 2015. – No. 25. – P. 11142–11154.

39 Uschakov, A.V. Plasma-chemical Synthesis of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles for Doping of High Temperature Superconductors / A.V. Uschakov, I.V. Karpov, A.A. Lepeshev // Journal of Superconductivity and Novel Magnetism. – 2017. – V. 30. – No. 2. – P. 311–316.

40 Adhav, K. D., Badgujar, N. P., Alswieleh, A., & Nagaraj, K. (2024). Sustainable synthesis of iron oxide nano pigments: Enhancing pigment quality through combined air oxidation and cavitation techniques. Journal of the Indian Chemical Society, 101(11), 101363.

41 Semenova, A.S. Sintez nanostrukturirovannogo okisda zheleza (III) metodom vysokotemperaturnogo gidroliza [Synthesis of nanostructured iron(III) oxide by high-temperature hydrolysis]. In Proceedings of the VI Scientific and Technical Conference of Students, Postgraduates and Young Scientists “Week of Science–2016”, 2016; p. 311.

42 Global iron oxide pigments market size of about USD 2.2 billion by 2020 (2021) Coating and Protection, 42 (4), p. 17.

43 Serebavina, T., Zhapakov, R., Murzalinov, D., Spivak, Y., Ussipov, N., Chepushtanova, T., ... & Tulegenov, A. (2024). The Analysis of the ZnO/Por-Si Hierarchical Surface by Studying Fractal Properties with High Accuracy and the Behavior of the EPR Spectra Components in the Ordering of Structure. Processes, 12(11), 2541.

## Приложение А

Таблица 11 – Баланс и распределение металлов между продуктами плавки смеси сульфидов никеля, кобальта, железа и цинка с содой и углеродом

№	Задано в плавку, г							Получено, г.			Состав металлического сплава, %				
плавки	$Ni_3S_2$	CoS	FeS	ZnS	$Na_2CO_3$	Древ. угля	Соды от необх.	метал сплав	шлако штейн	пыли	Ni	Co	Fe	Zn	S
100	46,0	76,0	60,0	18,0	224	15	100	110,1	183,0	33,0	26,30	42,07	30,53	0,075	0,15
101	46,0	76,0	60,0	18,0	224	15	110	114,5	184,9	37,1	25,90	41,64	30,52	0,025	0,16
102	46,0	76,0	60,0	18,0	280	15	125	116,6	193,0	36,8	26,13	42,3	30,56	0,014	0,18
103	46,0	76,0	60,0	18,0	336	15	150	117,0	218,0	40,4	25,93	42,02	30,22	0,012	0,07

*Продолжение таблицы 11*

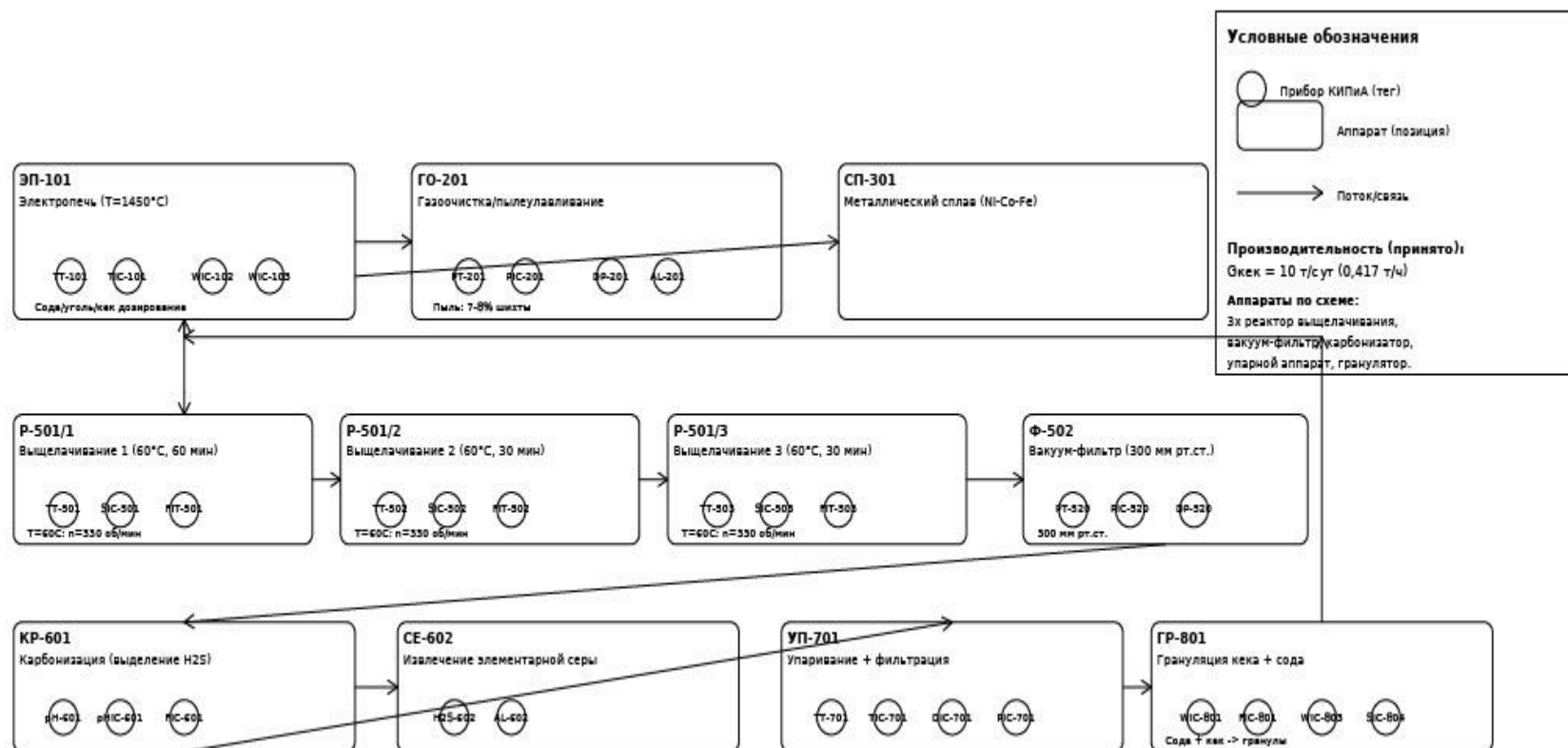
№	Извлечение в метелич. сплав,%			Состав шлако-штейнового расплава,%							Извлечено цинка в шлако-штейновый расплав.%
плавки	Ni	Co	Fe	Общая щелочность	$Na_2S$	$Na_2SO_4$	Ni	Co	Fe	Zn	
100	91,2	91,8	86,3	94,34	40,2	2,4	1,39	2,11	2,74	2,16	30,9
101	93,4	94,5	89,7	87,98	43,88	нет	1,07	1,37	1,87	1,76	26,4
102	96,0	97,8	91,5	92,2	45,43	2,31	0,64	0,56	1,69	1,29	20,6
103	96,2	98,1	91,4	94,34	48,75	1,21	0,54	0,41	1,39	0,93	16,8

*Продолжение таблицы*

№	Состав пыли, %							Извлечение цинка в пыль, %
плавки	Общая щелочность	$Na_2S$	$Na_2SO_4$	Ni	Co	Fe	Zn	
100	53,0	1,56	0,18	0,02	0,01	1,15	25,48	69,4
101	58,3	0,78	0,43	0,06	0,08	0,93	23,82	72,9
102	57,24	1,17	0,09	0,07	0,05	1,2	25,97	78,8
103	60,42	1,95	0,11	0,03	0,01	0,46	24,7	82,3

## Приложение Б

### Лист схемы автоматизации (ЕСКД/ГОСТ).



## Приложение В

### Спецификация контрольно-измерительных приборов и средств автоматизации

Поз.	Тег	Контролируемый параметр	Диапазон измерения	Класс точн.	Сигнал	Место установки	Исполнительный механизм
1	TT-101	Температура электропечи	0-1600 °С	1,0	4-20 мА	Электропечь ЭП-101	Тиристорный регулятор мощности
2	WIC-102	Расход соды	0-150 % стех.	1,5	4-20 мА	Подача соды в ЭП-101	Шнековый дозатор
3	WIC-103	Расход углерода	0-120 % стех.	1,5	4-20 мА	Подача углерода	Шнековый дозатор
4	PT-201	Разрежение газохода	0-500 мм вод.ст.	1,0	4-20 мА	Газоочистка ГО-201	Дымосос (ЧРП)
5	DP-201	Перепад давления на фильтре	0-3000 Па	1,5	4-20 мА	Фильтр ГО-201	—
6	WIT-202	Масса улавливаемой пыли	0-0,2 т/ч	2,5	Импульс	Пылеуловитель	—
7	TT-501	Температура выщелачивания	0-100 °С	1,0	4-20 мА	Р-501/1-3	Нагреватель термостата
8	SIC-501	Скорость мешалки	0-500 об/мин	2,5	4-20 мА	Р-501/1-3	Электропривод мешалки
9	PT-520	Разрежение фильтра	0-760 мм рт.ст.	1,5	4-20 мА	Ф-502	Вакуум-насос
10	pH-601	pH раствора карбонизации	8-14	0,1 pH	4-20 мА	КР-601	Клапан подачи СО <sub>2</sub>
11	TT-701	Температура упаривания	0-120 °С	1,0	4-20 мА	УП-701	Регулятор нагрева
12	DIC-701	Плотность раствора	0,9-1,4 г/см <sup>3</sup>	2,5	4-20 мА	УП-701	—
13	WIC-801	Расход кека	0-1 т/ч	2,5	4-20 мА	ГР-801	Питатель
14	FIC-801	Расход соды на грануляцию	0-0,3 т/ч	1,5	4-20 мА	ГР-801	Шнековый дозатор

**Приложение Г**  
**Оттиски публикаций по теме исследований**

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫ ҒЫЛЫМ ЖӘНЕ ЖОҒАРЫ БІЛІМ  
МИНИСТРЛІГІ

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН



Ө.А.Байқоңыров атындағы Тау-кен металлургия институты  
Горно-металлургический институт им. О. А. Байконурова

**ЕНБЕКТЕР ЖИНАҒЫ**

Халықаралық ғылыми-тәжірибелік конференциясының  
«ТАУ-КЕН МЕТАЛЛУРГИЯ САЛАСЫНДАҒЫ ТҰРАҚТЫ ДАМУ  
ЖӘНЕ ЗАМАНАУИ КЕШЕНДІ, РЕСУРСТАРДЫ ҮНЕМДЕЙТІН ЖӘНЕ  
ЭНЕРГИЯ СЫЙЫМДЫЛЫҚТЫ ТЕХНОЛОГИЯЛАР»  
22 қараша 2024 жылғы, Алматы

**СБОРНИК ТРУДОВ**

Международной научно-практической конференции  
«УСТОЙЧИВОЕ РАЗВИТИЕ И СОВРЕМЕННЫЕ КОМПЛЕКСНЫЕ,  
РЕСУРСОСБЕРЕГАЮЩИЕ И ЭНЕРГОЕМКИЕ ТЕХНОЛОГИИ В  
ГОРНО-МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОЙ ОТРАСЛИ»  
22 ноября 2024 года, Алматы

**PROCEEDINGS**

International Scientific and Practical Conference  
«SUSTAINABLE DEVELOPMENT AND MODERN INTEGRATED,  
RESOURCE-SAVING AND ENERGY-INTENSIVE TECHNOLOGIES IN  
THE MINING AND METALLURGICAL INDUSTRY »  
November 22, 2024, Almaty

Алматы 2024

УДК 669  
ББК 34.3  
У 81

«Устойчивое развитие и современные комплексные, ресурсосберегающие и энергоемкие технологии в горно-металлургической отрасли» Сборник трудов Международной научно-практической конференции. – Алматы: КазННТУ, 2024.  
– с.

ISBN 978-601-323-543-1

*В сборнике опубликованы доклады участников международной научнопрактической конференции «Устойчивое развитие и современные комплексные, ресурсосберегающие и энергоемкие технологии в горно-металлургической отрасли», проведенной 22 ноября 2024 г.: приглашённых зарубежных ученых, представителей вузов, предприятий горно-металлургического комплекса и научнотехнических организаций страны.*

*В сборнике рассматриваются актуальные вопросы металлургии, такие как вопросы управления и организации металлургических процессов, современные подходы к процессам прошлых лет, роль металлургии в развитии Казахстана и промышленности, актуальные вопросы биотехнологии в металлургии, а также важные аспекты развития металлургии.*

*Рассчитан на широкий круг технических работников, руководителей организаций по горнодобывающей промышленности, практических инженеров, преподавателей и студентов.*

УДК 669  
ББК 34.3

ISBN 978-601-323-543-1

©КазННТУ им. К. И. Сатпаева, 2024



Алтымышбаева А.Ж., Чепуштанова Т.А. ТЕРМОДИНАМИЧЕСКОЕ ОБОСНОВАНИЕ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКОВ ОКСИДА $Fe$ , $Ni$ , $Co$ ИЗ ПИРИТНОГО КОНЦЕНТРАТА.....	218
Джункураев Е.Э., Сарсембеков Т.К., Т.А. Чепуштанова УСТАНОВЛЕНИЕ ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИХ УСЛОВИЙ ПРОЦЕССА ОБЖИГА ПИРИТНО- КОБАЛЬТОВОГО КОНЦЕНТРАТА.....	222
Бердыбаева А., Чепуштанова Т.А. О ПЕРЕРАБОТКЕ ПИРИТНЫХ КОНЦЕНТРАТОВ.....	226
Кезембаева Г.Б., Дюсенова Ж.А., Серікбай Д.А., Рафикова Р.Б., Козулин Д.И. ГОСУДАРСТВЕННЫЕ ИНСТРУМЕНТЫ РЕГУЛИРОВАНИЯ В ОБЛАСТИ ДОБЫЧИ И ИСПОЛЬЗОВАНИЯ МЕТАНА УГОЛЬНЫХ ПЛАСТОВ СЕКЦИЯ 3 - ИННОВАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И УСТОЙЧИВОЕ РАЗВИТИЕ В МАТЕРИАЛОВЕДЕНИИ И НАНОТЕХНОЛОГИЯХ.....	229
Ускенбаева А.М., Паничкин А.В., Кшибекова Б.Б., Мамасева А.А., Чукманова М.Т. СМАЧИВАНИЕ И ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ТИТАНАТА СТРОНЦИЯ С ТИТАНОВЫМ РАСПЛАВОМ.....	235
Жапаков Р.М., Жайсанбаев Ж.К. ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ ДЕФЕКТОВ $ZnO/POR-Si$ СТРУКТУР МЕТОДАМИ ЭПР И ФОТОЛЮМИНЕСЦЕНЦИИ.....	235
Сайлаубек А., Шонғалова А. ХАЛЬКОГЕНИДТЕРДІН СИНТЕЗІ ЖӘНЕ ОЛАРДЫҢ ҚҰРЫЛЫМДЫҚ ҚАСИЕТТЕРІН ЗЕРТТЕУ.....	242
Отунчи Е., Шонғалова А. $MoS_2$ ҚҰРЫЛЫМДЫҚ СИПАТТАМАЛАРЫН АЛУ ЖӘНЕ ЗЕРТТЕУ ӘДІСІН ӨЗІРЛЕУ.....	247
Шамшиденов М.К., Рахимова Б.У., Алтынов Е.А., Жантукеев Ү.Е., Бексейтова К.С., Құдайбергенов К.К. МИКРОКРИСТАЛДЫ ЦЕЛЛЮЛОЗАДАН НАНОЦЕЛЛЮЛОЗА АЛУ ЖӘНЕ ОНЫҢ ФИЗИКАЛЫҚ ЖӘНЕ ХИМИЯЛЫҚ ҚАСИЕТТЕРІ.....	249
Бегунов М.А., Жайсанбаев Ж.К. ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ФРАКТАЛЬНО-ИЕРАРХИЧЕСКОЙ ПОВЕРХНОСТИ $ZnO/POR-Si$ ПОЛУПРОВОДНИКОВ.....	250
Абай А.Р., Сапарәлі Б. Ә., Кемелбекова А.Е. МЫРЫШ ОКСИДІ МЕН СІРЕК ЖЕР ЭЛЕМЕНТТЕРІ НЕГІЗІНДЕ ЛЮМИНЕСЦЕНТТІ МАТЕРИАЛДАРДЫ АЛУ (ӨДЕБИ ШОЛУ).....	254
Бейсенов Ш., Рспаев Т., Анафия Н., Кажмуратов А., Абилябаев Х., Бейсебаева А.С. ТЕХНОГЕНДІК ҚАЛДЫҚТАРДАН АЛЫНҒАН МАТЕРИАЛДАРДЫҢ СИПАТТАМАЛАРЫН ЗЕРТТЕУ.....	259
СЕКЦИЯ 4 - ИННОВАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И УСТОЙЧИВОЕ РАЗВИТИЕ В АВТОМАТИЗАЦИИ И ЦИФРОВИЗАЦИИ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ.....	264
Абсатарова А.А., Абжанова Л.К. ӨНДІРІСТІК АҒЫНДЫ СУЛАРДЫ ТАЗАРТУ ПРОЦЕСІН БАСҚАРУҒА ЖАҒДАЙЫ: ӨЛЕМДІК ЖӘНЕ ҚАЗАҚСТАНДЫҚ ТӘЖІРІБЕ.....	269
Қуанышбаева Ә.Т., Абжанова Л.К. ИССЛЕДОВАНИЕ ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СИСТЕМЫ УПРАВЛЕНИЯ ЗДАНИЯМИ (BMS) ОБЩЕСТВЕННОГО, АДМИНИСТРАТИВНОГО И ПРОМЫШЛЕННОГО НАЗНАЧЕНИЯ.....	269
Аймаш Р.М., Сулейменов Б.А. А МАРКАЛЫ ФОСФОР ҚЫШҚЫЛЫН ӨНДІРУ КЕЗІНДЕ АБСОРБЕРДЕГІ ҚАЛДЫҚ ГАЗДАРДЫ КҮКІРТТІ СУТЕКТЕН ТАЗАРТУ ПРОЦЕСІН ОҢТАЙЛЫ БАСҚАРУДЫҢ ИНТЕЛЛЕКТУАЛДЫ АЛГОРИТМДЕРІН ӨЗІРЛЕУ ЖӘНЕ ЗЕРТТЕУ.....	274
Сулейменов Т.Ж., Муханов Б.К. РАЗРАБОТКА СИСТЕМЫ МОНИТОРИНГА ТЕПЛОВЫМИ СЕТЯМИ НА ОСНОВЕ IOT.....	280
	284

- 3 Komova, O. V., Odegova, G. V., Gorlova, A. M., Bulavchenko, O. A., Pochtar, A. A., Netskina, O. V., Simagina, V. I. (2019). Copper-iron mixed oxide catalyst precursors prepared by glycine-nitrate combustion method for ammonia borane dehydrogenation processes. *International Journal of Hydrogen Energy*. doi:10.1016/j.ijhydene.2019.07.137
- 4 L. Faure, F. Molinari, M. Carfantan, M. Maglione, M. Josse (2023). Synthesis of  $TiO(OH)_2$  precursor for low temperature sintering: A chemical and microstructural study, *Ceramics International*, <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.06.088>
- 5 Balaji, J., Roh, S.-H., Edison, T. N. J. I., Jung, H.-Y., Sethuraman, M. G. (2020). Sol-gel based hybrid silane coatings for enhanced corrosion protection of copper in aqueous sodium chloride. *Journal of Molecular Liquids*, 112551. doi:10.1016/j.molliq.2020.112551
- 6 Baklanova, I. V., Krasil'nikov, V. N., Tyutyunnik, A. P., Baklanova, Y. V. (2020). Precursor technology for the production of white and color phosphors based on  $Al_2O_3$ : Ln (Ln=Eu<sup>3+</sup>, Tb<sup>3+</sup> or Eu<sup>3+</sup>/Tb<sup>3+</sup>). *Journal of Solid State Chemistry*, 292, 121699. doi:10.1016/j.jssc.2020.121699
- 7 Hoque, M. A., Ahmed, M. R., Rahman, G. T., Rahman, M. T., Islam, M. A., Khan, M. A., Hossain, M. K. (2018). Fabrication and comparative study of magnetic Fe and  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles dispersed hybrid polymer (PVA + Chitosan) novel nanocomposite film. *Results in Physics*, 10, 434–443. doi:10.1016/j.rinp.2018.06.010
- 8 Nadar, A., Banerjee, A. M., Pai, M. R., Meena, S. S., Pai, R. V., Tewari, R., Bharadwaj, S. R. (2017). Nanostructured Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dispersed on SiO<sub>2</sub> as catalyst for high temperature sulfuric acid decomposition—Structural and morphological modifications on catalytic use and relevance of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> interactions. *Applied Catalysis B: Environmental*, 217, 154–168. doi:10.1016/j.apcatb.2017.05.045

#### УСТАНОВЛЕНИЕ ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИХ УСЛОВИЙ ПРОЦЕССА ОБЖИГА ПИРИТНО-КОБАЛЬТОВОГО КОНЦЕНТРАТА

Джункураев Е.Э., Сарсембеков Т.К., Т.А. Чепуштанова  
Satbayev University, г. Алматы, Казахстан

Республика Казахстан обладает огромными сырьевыми ресурсами, в том числе по никелю и кобальту. Например запасы только Шевченковского месторождения по никелю составляет 403,9 тыс.т., по кобальту - 23,4 тыс.т. Горностаевское месторождение по запасам категории С<sub>2</sub> содержит 500 тыс.т. никеля и 32,4 тыс.т. кобальта. Техногенным сырьем, содержащим более 7 тыс.т. никеля и 14 тысяч тонн кобальта в год, являются хвосты Соколовско-Сарбайского ГОКа (ССГПО). Несмотря на возрастающую мировую тенденцию в потреблении никеля и кобальта в Казахстане до настоящего времени не организовано извлечение этих металлов из отечественных руд. Организация собственного промышленного производства никеля и кобальта из имеющегося в Казахстане в значительном количестве никель- и кобальтсодержащего сырья и техногенных материалов бесспорно является актуальной задачей. Предлагается технология переработки хвостов мокрой магнитной сепарации (ММС) ССГПО для подтверждения возможности их экономически целесообразной переработки, апробация технологии переработки пиритных концентратов, получаемых при обогащении хвостов ММС, с извлечением кобальт, медь, никель в товарную продукцию.

При переработке сульфидно-магнетитовых руд ССГПО образуются отходы в виде хвостов мокрой магнитной сепарации (ММС), которые в количестве 8 млн. т в год складываются в отвалы. Хвосты мокрой магнитной сепарации (ММС) содержат серу, кобальт, цветные и благородные металлы предлагается подвергать флотационному обогащению с получением пиритных концентратов. Переработка только текущих хвостов ММС пиритных



концентратов позволит получать в год около 400 тыс. т серы, 400 тыс. т железа, 1,2 тыс. т кобальта, 3 тыс. т меди, 0,5 тыс. т никеля ежегодно.

Кроме того, к настоящему времени уже складировано более 400 млн. т лежалых хвостов, пригодных к переработке. Следует отметить, что благородные металлы сосредоточены именно в лежалых хвостах ММС. Вопрос комплексной переработки хвостов ММС решается уже более 35 лет.

Целью данной работы являлось установление термодинамических условий процесса обжига пиритно-кобальтового концентрата.

#### Термодинамическое обоснование

Химическое обогащение основано на различии в величинах растворимости (произведение растворимости) труднорастворимых соединений металлов. Величины произведений растворимости сульфидов металлов группы железа показывают, что  $\text{FeS}_2$  не может быть растворен в неокисляющих кислотах. В то же время низший сульфид железа обладает высоким значением произведения растворимости, что обуславливает возможность его перевода в раствор по реакции обменного типа. Наиболее перспективными при переработке пиритсодержащих материалов являются технологии, предусматривающие плавку или активирующий диссоциирующий обжиг исходных материалов с последующей гидро- или пирометаллургической переработкой огарка. При плавке бедных никельсодержащих руд с использованием в качестве сульфидизатора пиритных концентратов никель и кобальт концентрируются в штейне. Для большей полноты извлечения никеля и кобальта штейн должен быть бедным.

Установлено, что величины растворимости сульфидов никеля, кобальта и двухвалентного железа различаются значительно – в три порядка раз. Это позволяет, регулируя величину pH раствора, разделять в виде сульфидов. Регулируя кислотность раствора при осаждении сульфидов, можно количественно разделять катионы, принадлежащие к одной и той же аналитической группе.

Диссоциирующий обжиг пиритсодержащих материалов может быть осуществлен в различных условиях: в вакууме, в атмосфере инертных газов, продуктов сгорания топлива, сернистого газа, воздуха и т.д., при различных температурах, с плавлением и без плавления продуктов переработки, в различных обжиговых агрегатах и т.д. [1-3]. Наиболее перспективно дальнейшую переработку огарков или бедных штейнов осуществлять гидрометаллургическими методами, обеспечивающими высокую комплексность переработки разнообразных типов сырья. Выполненные нами исследования показали перспективность проведения процесса пирротинизирующего обжига пиритных концентратов на воздушном дутье в автогенном режиме.

Ниже приведены результаты термодинамических расчетов пирометаллургической подготовки исходного сырья.

Для термодинамического анализа процесса термообработки никель-кобальтсодержащего сульфидного сырья, нами проведены расчеты энергии Гиббса вероятных при этом основных реакций (таблица 1) и построены графики зависимости свободной энергии Гиббса реакций от температуры (рисунки 1-2).

Таблица 1 – Термодинамический анализ возможных реакций пирротинизирующего диссоциирующего обжига пиритно-кобальто-никелевых материалов

Химическая реакция	$\Delta G^0$ , кДж/моль	
	273 К	950 К
$\text{FeS}_2 + 1/2\text{O}_2 = 1/2\text{Fe}_2\text{S}_3 + 1/2\text{SO}_2$	-130,30	-143,15
$\text{FeS}_2 + 6/7\text{O}_2 = 1/7\text{Fe}_7\text{S}_8 + 6/7\text{SO}_2$	-203,90	-239,76
$\text{Fe}_7\text{S}_8 + \text{O}_2 = 7\text{FeS} + \text{SO}_2$	-266,49	-310,46
$\text{CoS}_2 + \text{O}_2 = \text{CoS} + \text{SO}_2$	-258,65	-276,65

$\text{CoS}_2 + 1,1\text{O}_2 = \text{CoS}_{0,89} + 1,1\text{SO}_2$	-287,03	-302,19
$\text{NiS}_2 + 2/3\text{O}_2 = 1/3\text{Ni}_3\text{S}_4 + 2/3\text{SO}_2$	-176,83	-190,96
$\text{NiS}_2 + 4/3\text{O}_2 = 1/3\text{Ni}_3\text{S}_2 + 4/3\text{SO}_2$	-351,78	-376,15
$\text{Ni}_3\text{S}_4 + \text{O}_2 = 3\text{NiS} + \text{SO}_2$	-266,46	-275,66
$\text{NiS} + 1/3\text{O}_2 = 1/3\text{Ni}_3\text{S}_2 + 1/3\text{SO}_2$	-86,13	-93,31
$\text{CoS} + 0,11\text{O}_2 = \text{CoS}_{0,89} + 0,11\text{SO}_2$	-28,94	-27,04
$2\text{NiO} + 3\text{FeS}_2 = 2\text{NiS} + 3\text{FeS} + \text{SO}_2$	130,7	-103,1
$2\text{CoO} + 3\text{FeS}_2 = 2\text{CoS} + 3\text{FeS} + \text{SO}_2$	112,4	-100,7
$2\text{FeS}_2 = 2\text{FeS} + \text{S}_2$	199,5	-16,8
$4\text{CoO} + 3\text{S}_2 = 4\text{CoS} + 2\text{SO}_2$	-373,7	-251,6
$4\text{NiS} + 3\text{S}_2 = 4\text{NiS} + 2\text{SO}_2$	-337,0	-256,5

Термодинамический анализ возможных реакций пирротинизирующего диссоциирующего обжига пиритно-кобальто-никелевых материалов (таблица 2, рисунки 1-2) показывает, что при разложении пирита и сульфидов никеля и кобальта в присутствии кислорода в газовой фазе возможно образование целого ряда сульфидов железа и цветных металлов.

При повышении температуры обжига процесс становится более вероятным.

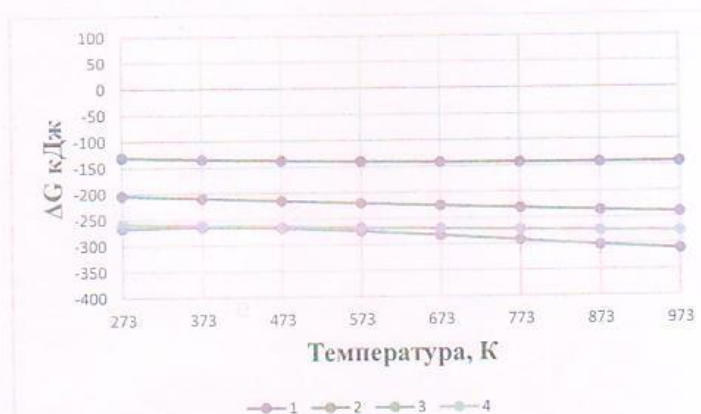


Рисунок 1- Зависимость свободной энергии Гиббса реакций от температуры

1 -  $\text{FeS}_2 + 1/2\text{O}_2(\text{г}) = 1/2\text{Fe}_2\text{S}_3 + 1/2\text{SO}_2(\text{г})$ ; 2 -  $\text{FeS}_2 + 6/7\text{O}_2(\text{г}) = 1/7\text{Fe}_7\text{S}_8 + 6/7\text{SO}_2(\text{г})$ ;  
3 -  $\text{Fe}_7\text{S}_8 + \text{O}_2(\text{г}) = 7\text{FeS} + \text{SO}_2(\text{г})$ ; 4 -  $\text{CoS}_2 + \text{O}_2(\text{г}) = \text{CoS} + \text{SO}_2(\text{г})$

При обжиге  $\text{FeS}_2$  в присутствии ограниченного количества кислорода могут быть получены по реакциям (1-3) сульфиды железа различного состава:  $\text{Fe}_{0,877}\text{S}$ ,  $\text{FeS}$ ,  $\text{Fe}_2\text{S}_3$ ,  $\text{Fe}_7\text{S}_8$  внутри области гомогенности. Кроме того по реакциям (2-3) в зависимости от условий обжига могут происходить взаимопревращения указанных выше сульфидов железа.

Аналогичным образом ведут себя сульфиды никеля и кобальта, так по реакциям 4 и 5 дисульфид кобальта может перейти в  $\text{CoS}_{0,89}$  и  $\text{CoS}$ , по реакциям 6,7 — дисульфид никеля переходит в  $\text{Ni}_3\text{S}_2$  и  $\text{Ni}_3\text{S}_4$ , по реакции 10, 8 происходит трансформация сульфидов кобальта и никеля внутри области гомогенности. При избытке кислорода образуются кислородсодержащие соединения железа, никеля и кобальта: оксиды и сульфаты металлов.