

**СЕЙДАХМЕТОВА НАЗИРА МАХМУТОВНАНЫҢ**  
6D070900 – «МЕТАЛЛУРГИЯ» мамандығы бойынша  
философия докторы (PhD) дәрежесін алу үшін ұсынылған  
**«ҚАЗАҚСТАННЫҢ ҚАРА ТАҚТАТАСТЫ КЕНІН КЕШЕНДІ ӨНДЕУ**  
**ТЕХНОЛОГИЯСЫН ӘЗІРЛЕУ»** тақырыбындағы диссертациялық жұмысының  
**АНДАТПАСЫ**

**Ғылыми немесе ғылыми-техникалық мәселелердің қазіргі жағдайын бағалау.** Қазіргі кезде іргелі және қолданбалы ғылымдардың дамуы арқасында әлемде сирек отқа төзімді және сирек жер металдарын тұтыну қарқынды өсуде.

Ванадий - заманауи өндірістің әртүрлі салаларында кеңінен қолданылатын ең құнды сирек металдардың бірі.

Ванадийге арналған негізгі коммерциялық қолданыстар болатта болып табылады, мұнда оның карбидтер түзу қабілеті болатқа қаттылық пен тозуға төзімділікті арттыру қабілеті құнды. Әлемде өндірілетін барлық ванадийдің 90% - дан астамы легірлеуге жұмсалады, қалған 10%-ы түсті металлургия, химия және т.б. салаларда қолданылады.

Болаттар мен қорытпалардың әр түрлі кластарын өндіруде ванадий ең мықты легірлеуші элементтердің бірі табылады, ол вольфрам, молибден, ниобий, никель және басқа металдардың орнын басады. Таза ванадийдің меншікті салмағы 5,96 г/см<sup>3</sup>, метал өте қатты, бірақ өндеуге икемді. Ванадийді қосу нәтижесінде болат біркелкі құрылымға, икемділікке, иілгіштілікке, тозуға және соққыға төзімділікке, коррозияға төзімділікке, қаттылық пен температуралық жүктемелер кезінде ыстыққа төзімділікке ие болады.

Соңғы уақыттарда атом, ғарыш, авиация, машина жасау және кеме жасауда қолданылатын титанға негізделген суперқорытпаларды алу үшін ванадий көбірек жұмсалады. Өткізгіш магниттер үшін ванадийдің кремниймен, титанмен және галлиймен қорытпалары мен қосылыстары қолданылады. Сондай-ақ, ванадийдің ірі тұтынушысы химиялық орта болып табылады, ол ванадий (V) оксидін улы ортада жұмыс істейтін катализаторлар жасау үшін қолданады. Ванадийдің ұсақ тұтынушылары - шыны, тоқыма және керамика өнеркәсібі болып табылады, мұнда ванадий оксидтері тұрақты химиялық пигменттер ретінде қолданылады; ауыл шаруашылығында ванадий фунгицид ретінде қолданылады; фото және кинематографияда әзірлеушілер ретінде, медицинада ванадий қосылыстары дәрі-дәрмектерді дайындау үшін қолданылады.

Мұнай және газ құбырлары үшін жоғары беріктігі бар ванадийлі болаттарды, оның ішінде бұрғылау, дәнекерленген және тойтармалы металл құрылымдарын пайдалану болашағы зор болып табылады. Ванадий қоспалары болаттардан басқа көптеген түсті және асыл металдардың қасиеттерін жақсартады. Күміс-ванадий қорытпалары резервтік батареяларды өндіру үшін қолданылады. Күрделі бөлшектер өндірісінде 0,5% ванадий қосылған қола мен жез қолданылады.

Ванадий-тотықсыздандырғыш батареяны (VRB) тұтыну өседі деп күтілуде. VRB батареясы - химиялық энергияны сақтау үшін әртүрлі тотығу дәрежелеріндегі ванадий иондарын қолданатын қайта зарядталатын ағынды батареяның бір түрі.

Acumen Research and Consulting жүргізген зерттеулерге сәйкес, ванадий нарығы 2020 - 2026 жылдарға арналған болжамды кезеңге қарағанда 6,6% өседі деп күтілуде және әлемдік ванадий нарығының көлемі 2026 жылға қарай 56 миллиард АҚШ долларына жетеді деп күтілуде.

Ванадий өнімдері әлемнің 20 елінде өндіріледі, бұл ретте әлемдік өндірістің 75% - дан астамын әлемнің дамыған елдері өндіреді.

Соңғы онжылдықта Қытай әлемдегі ванадийдің негізгі өндірушісі және негізгі тұтынушысы болды. Жеткізілім мөлшерлемелері бойынша Қытай бүгінде дүниежүзілік жабдықтау нарығының шамамен 58% -ын және әлемдік ванадийді тұтынудың кем дегенде 30% -ын алады. Экономикалық дағдарыс кезінде (2009 ж.) ол ішкі шикізат бағытын өзгерту және басқа металдардың импортын ұлғайту арқылы өзінің шикізат саласын сақтап, кеңейтті. Бүгінгі күні Қытай ванадий өндірісін ұлғайтып келеді және әлемдік өндірісте үнемі өсіп келе жатқан рөл атқарады.

Ванадий өндірісі ТМД елдерінде Ресейде шоғырланған (23%).

Қазақстанның титаномагнетит кендері қазіргі уақытта өңделмейді. Өскемен титан-магний комбинатында Сәтбаев кен орнының ильменит кендерінен ванадий (V) оксиді титанды шлактармен ілеспе алынады. Алайда, алынған ванадийдің барлық өнімі авиациялық құрылыста қолданылатын титанды легирлеуге бағытталады.

Осылайша, ванадийге деген сұраныс бар деген қорытынды жасауға болады, егер болжамдарға сенетін болсақ, онда жыл сайын металға деген сұраныс артады.

Ванадийдің маңызды кені болып құрамында 0,05-0,8% ванадий және 0,03-0,1% ванадий бар фосфорлы темір кендері бар титаномагнетиттер болады. Титаномагнетиттер АҚШ, Канада, Африка, Австралия және бұрынғы совет кеңестік елдерінде кең таралған.

Ванадий титан-магнетиттерден, шлактардан және қалдықтардан алынады, содан кейін ( $V_2O_5$  және  $V_2O_3$ ) түріне өткізіледі. Ванадий (V) оксидінің көп бөлігі феррованадийге немесе азотталған ванадийге айналады, ол легирлеу үшін қолданылады. Құрамында ванадий бар материалдарды алу процесінің барлық кезеңдерінде ванадий (V) оксидінің шикізат құрамымен бағаланады. Ванадий (V) оксидінің мөлшері әдетте 1 фунт ванадий (V) оксидінің құны 98% немесе феррованадийдегі немесе басқа ванадийдің негізгі қорытпасындағы 1% ванадийдің құны ретінде белгіленеді.

Сирек және сирекжер металдарына деген жоғары сұраныс және оларды өнеркәсіптің әртүрлі салаларында пайдалану өндіріске жаңа шикізат көздерін тартуды талап етеді. Қазіргі уақытта өнеркәсіптік әзірлеуде тек негізгі компоненттерді алатын қатардағы, кешенді-сульфидті кендер ғана бар.

Қазақстан - әлемдегі ең бай ванадий кен орындары орналасқан елдердің бірі. Шикізаттағы металдың конъюнктурасы келесідей: 1 - Үлкен Қаратау тақтатастары

69,4%; 2 - титаномагнетиттер 13,0%; 3 мұнай - 12,3%; 4 - боксит 4,1%; 5 - ильмениттер 1,2%.

Демек, Қазақстандағы ванадийдің негізгі және жаппай шикізат көзі Үлкен Қаратаудың қара тақтатас кендері болып табылады.

Жоғарыда айтылғандарға байланысты шешіліп отырған ғылыми мәселенің қазіргі жағдайын бағалау уақытылы және өзекті болып табылады.

**Тақырыпты дамытуға арналған негіздер мен бастапқы мәліметтер.** Ванадий, уран, молибден және СЖМ шикізат қорлары бойынша Қазақстанның көшбасшы позициясы жалпыға танылған. Қазақстанның сирек металдардың әлемдік нарығындағы бәсекелестік артықшылығы - өзінің шикізаты мен өз кәсіпорындарының табысты жұмыс тәжірибесінің болуы.

Үлкен Қаратаудың қара тақтатастарында ванадий, уран, молибден және сирек кездесетін металдардың көп мөлшері шоғырланған. Үлкен көлемдер оларды ванадий, уран, молибден және сирек жер металдарының өндірістік көзі ретінде қарастыруға мүмкіндік береді.

Қара тақтатас кендерін өндеудің әзірленген технологиясы нарықта тұрақты сұранысқа ие ванадий (V) оксиді, уран, молибден, сирек кездесетін металдар мен көміртегі концентратының қосылыстарын өндіруге мүмкіндік береді.

Қара тақтатастың орасан зор ресурстары және оларды өндеуге қолайлы технологиялардың болмауы осы ғылыми-зерттеу жұмыстарын жүргізу қажеттілігінің себебі болды.

### **Осы зерттеу жұмысының қажеттілігін негіздеу.**

Бұл ғылыми-зерттеу жұмыстарын жүргізу қажеттілігі қазіргі кезде қара тақтатас кен орындарын өндеуге тартуға кешенді, үнемді және жеткілікті толықтығымен мүмкіндік беретін технологиялар жоқтығымен байланысты.

Қара тақтатас кендерін өндеудің технологиялық сызбалардың көпшілігі: үйінділерде сілтілендіру, жоғары температурада күйдіру, төмен температуралы сульфаттандыру өздерінің техникалық-экономикалық мүмкіндіктерінің шегіне жетті.

**Диссертациялық жұмысты метрологиялық қамтамасыз ету туралы ақпарат.**

Жұмыс физика-химиялық зерттеулер мен талдау әдістерінің кешенін қолдану арқылы жүргізілді: рентген-дифрактометриялық, термиялық, ИҚ-спектроскопиялық, атомдық-эмиссиялық спектрометрия; технологиялық зерттеулердің нәтижелері.

Зерттеу жұмысы кезінде метрологиялық қамтамасыз ету қолданылды:

- «Химиялық технологияның жетекші ғылыми-зерттеу институты» АҚ –ның жанындағы сараптамалық-аналитикалық орталық, сараптама және сертификаттау орталығында техникалық құзыреттілігі үшін аккредиттелген - аккредиттеу туралы куәлік № ROSS RU.0001.511072 (Ресей Федерациясы, Мәскеу қ.);

- Ұлттық сараптау және сертификаттау орталығында техникалық құзыреттілікке аккредиттелген «Қазақстан Республикасының минералды шикізатын кешенді қайта өндеу ұлттық орталығы» Республикалық мемлекеттік кәсіпорнының физикалық-аналитикалық әдістер зертханалары - зертханадағы өлшемдер күйін

бағалау туралы No 35/16 сертификат (07.07.2016 ж. берілген, 07.07 дейін қолданылады) 2019).

### **Диссертация тақырыбының өзектілігі мен жаңалығы.**

Үлкен Қаратаудың қара тақтатас кендерінде бағалы компоненттердің жалпы саны келесідей бағаланады:  $V_2O_5$  – 3200 мың тонна, U – 130 мың тонна, Mo – 200 мың тонна, РЗМ – 630 мың тонна.

Қазіргі кезде Үлкен Қаратаудың қара тақтатас кендері технологияның жоқтығынан өңделмеген, бұл кешенді, үнемді және қайта өңдеуге тартуға толықтай мүмкіндік беретін технологияның жоқтығы.

Бұл шикізатты өндіріске тарту елдің ванадий мен басқа компоненттерге деген ішкі қажеттіліктерін қамтамасыз етеді. Сондықтан қара тақтатас кен орындарын қайта өңдеуге тартуға кешенді, үнемді және жеткілікті толықтай мүмкіндік беретін технологияны әзірлеу мәселесі өзекті болып табылады.

Республикалық шекаралар шеңберінде осы технологияны енгізу және көбейту өнеркәсіптік игеруге тартуға Баласауысқандық, Құрымсақ, Жебағлы кенорындарын және концентраттарды шетелден үнемі іздеуді болдырмауға мүмкіндік береді. Технологияны өнеркәсіптік енгізу жаңа кіші саланы, атап айтқанда сирек және сирек-жер металдар металлургиясын ұйымдастыруға ықпал етеді.

**Тақырыптың жаңалығы** кенді атмосфералық- автоклавты әдісімен ашу арқылы ванадий, уран, молибден және сирек жер металдарын шығарумен қара тақтатастарды өңдеудің кешенді технологиясын жасауға негізделген.

Алынған нәтижелердің ғылыми жаңалығы:

- алғашқы рет қара тақтатастар құрылымында белгілі антроксолит пен карбонатты көміртектен басқа көміртектің гетерогенді каталитикалық ендірілген  $CO_2$  түріндегі үшінші фазасы болатындығы көрсетілді;

- алғаш рет қара тақтатас кенін ашудың атмосфералық- автоклавты әдісі жасалды, оның ішінде атмосфералық шаймалаумен қатар ванадий, уран, молибден және сирек жер металдарын ерітіндіге ауыстыра отырып тотықтырғыш қоспай автоклавты шаймалау;

- алғаш рет тотықтырғыштарды пайдаланбай қара тақтатас кендерін күкірт қышқылды автоклавты сілтісіздендіру кезінде оңтайлы технологиялық режимдерде металдардың ерітіндіге өтуінің жоғарғы дәрежесі көрсетілді (94% V, 98% U, 85% Mo және 80% СЖМ): күкірт қышқылының концентрациясы – 140-150 г/дм<sup>3</sup>; үрдіс температурасы – 150 °С; автоклавтағы қысым – 1,0-1,1 МПа; сілтісіздендіру ұзақтығы – 2 сағат; қою мен сұйықтың қатынасы 1;0, 8 тең;

- термодинамикалық зерттеулермен расталған төменгі тотығу күйіндегі ванадий қосылыстарының тотығу процесінің ықтимал механизмдері алғаш рет ұсынылды, оған сәйкес  $H_2SO_4$  ортасында 140-160 °С температурада және 1,0-1,1 МПа қысымда  $V^{2+}/V^{3+}$  төмен тотығы  $V^{3+}/V^{4+}$  дейін тотығуы байқалады; екінші техникалық нәтижеге әрекет етуші реагенттердің бір бөлігін – темір (+III), ванадий (+IV) иондарын және бастапқы кеннің құрамына кіретін сульфидті минералдардың

бұзылуы кезіндегі күкірт қышқылын алу есебінен қол жеткізіледі, бұл ретте темірдің (+III) гидратталған нысандарының тотықтырғыш ретінде шешуші рөлі атап өтілді.

**Зерттеудің мақсаты** - Баласауысқандық кен орнынан қара тақтатаас кендерін қайта өңдеудің ванадий (V) оксиді, -СЖМ, -уран, -молибден бар аралық және көміртекті концентратын алудың кешенді технологиясын жасау.

**Зерттеу нысаны** - Үлкен Қаратаудың қара тақтатаас кендері, Баласауысқандық кен орны.

**Зерттеу пәні** - қара тақтатастардың құрылымы, атмосфералық-автоклавы сілтісіздендіру кезіндегі фазалық түрленулердің физикалық-химиялық зерттеулері және ванадийді ураннан, молибденнен және сирек кездесетін металдардан, қоспалардан сорбциялық бөлу.

**Зерттеудің міндеттері, олардың жалпы ғылыми-зерттеу жұмысын жүзеге асырудағы орны:**

- қара тақтатаас кенінің құрылымдық компонентін зерттеу;
- ванадийді, уранды, молибденді, сирек кездесетін металдарды тотықтырғыш қоспай-ақ күкірт қышқылымен шаймалаудың атмосфералық -автоклавы технологиясын зерттеу және әзірлеу;

- қара тақтатаас кендерін автоклавпен ашу процесінің механизмін ғылыми тұрғыдан негіздеу;

- ванадийді ураннан, молибденнен, сирек кездесетін металдардан және басқа қоспалардан тиімді сорбциялық бөлу технологиясын әзірлеу;

- қара тақтатаас кендерін ванадий (V) оксиді, - СЖМ, - уран, - құрамында молибден бар аралық және көміртекті концентрат өндірісімен кешенді өңдеудің технологиялық сызбасын ұсыну;

- қара тақтатаас кендерін кешенді өңдеудің әзірленген технологиясына экономикалық бағалау жүргізу.

Жоғарыда көрсетілген және осы диссертациялық жұмыста шешілген міндеттер бір-бірімен логикалық байланысты және қойылған зерттеу мақсатына жетуге бағытталған.

**Әдістемелік база.** Диссертациялық жұмысты орындау барысында қолданылатын зерттеу мен талдаудың негізгі әдістеріне мыналар жатады:

- автоматтандырылған ДРОН-3 дифрактометрдегі алғашқы сынамамен алынған өнімдерге рентген-дифрактометриялық талдау;

- Жапондық Joel компаниясының Superprobe 733 электронды зондты микроанализаторындағы рентгендік спектрлік микроанализ;

- Q-1500D дериватографындағы термиялық талдау;

- стандартты техниканы қолдана отырып, автордың жеке сәулелену спектрометріндегі (VARIANAА 240SS) және автордың стандартты үлгідегі химиялық талдау;

- 400-3600 см<sup>-1</sup> диапазонында UR-20 екі сәулелі инфрақызыл спектрофотометрде ИҚ-спектроскопиялық талдау,

- ағылшындық «Oxford Instruments» компаниясының Inca Energy энергетикалық-дисперсті спектрометріндегі микроскопиялық зерттеулер;
- Outokumpu HSC бағдарламасының Chemistry 5:1 нұсқасының термодинамикалық есептеу бағдарламасын қолдана отырып жүргізілетін реакциялардың термодинамикалық сипаттамаларын есептеу.

Келесі стандартты зертханалық жабдықтар пайдаланылды:

- Part instrument шығарған зертханалық автоклав (АҚШ);
- термостат (су);
- реттелетін жылдамдығы бар механикалық араластырғыштар;
- вакуумдық сорғы;
- кептіру шкафы;
- реактор, көлемі 2 дм<sup>3</sup>;
- 100 °С дейінгі контактілі термометр;
- тоңазытқыш;
- ротаметр;
- ауа ағынының реттегіші.

Барлық өлшеу және зерттеу нәтижелері мемлекеттік метрологиялық тексеруден өткен құралдар мен өлшеу құралдарының көмегімен алынды.

#### **Қорғаудағы басты қағидаттары:**

- гетерогенді каталитикалық ендірілген СО<sub>2</sub> болуын анықтауға мүмкіндік берген бастапқы қара тақтатастың құрылымдық құрылымын зерттеу нәтижелері;
- қара тақтатас кенін тотықтырғышсыз ашудың ашылған атмосфералық-автоклавты әдісі, бұл ванадий, уран, молибден және сирек жер металдарын ерітіндіге шығарудың жоғары дәрежесіне қол жеткізді;
- төменгі ванадий оксидтерінің тотығу механизмі, бұл 140-160 °С және Н<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ортада 1,0-1,1 МПа қысымы қамтамасыз етілгенде V<sup>2+</sup>/V<sup>3+</sup> жұбының V<sup>3+</sup>/V<sup>4+</sup> дейін тотығу механизмі;
- қара тақтатас кендерін ванадий (V) оксиді, -СЖМ, -уран, -молибден бар өнеркәсіп өнімдері мен тазалығы жоғары көміртекті концентратты алу үшін кешенді өңдеуді қамтамасыз ететін Баласауыскандық кен орнының кенін өңдеудің кешенді технологиясы.
- өтелу мерзімі есептелген қара тақтатас кендерді кешенді қайта өңдеудің технологиясының техникалық-экономикалық бағалануы.

**Жұмыс нәтижелерінің практикалық маңыздылығы.** Қара тақтатас кенінің құрылымдық компоненттерін, атмосфералық -автоклавты сілтісіздендіруді, тотығудың ең төменгі деңгейлеріндегі ванадий қосылыстарының атомдық оттегімен тотығу механизмін, ванадийдің ураннан, молибденнен, сирек жер металдарынан сорбциялық бөлінуін зерттеу нәтижелерінде ванадий (V), -СЖМ, -уран, -молибден бар аралық және көміртекті концентрат алу негізінде Баласауыскандық кен орнынан қара тақтатас кендерін өңдеудің кешенді технологиясы жасалды.

Ұсынылған технология «ВНИИХТ» АҚ-да ванадий, уран, молибден және сирек жер металдарын жоғары дәрежесімен алу мүмкіндігін растайтын ауқымды зертханалық сынақтар кезеңінен өтті.

**Жұмыстың апробациясы.** Диссертациялық жұмыстың негізгі ережелері туралы келесі конференцияларда баяндалды:

- «Елдің индустриалды-инновациялық дамуындағы тау-кен ғылымдары» халықаралық ғылыми-практикалық конференциясында, Алматы, 2015 ж.;

- «Тау-кен ісін ғылыми-техникалық қамтамасыз ету» халықаралық конференциясында, Алматы, 2016 ж.

Диссертация тақырыбы бойынша 12 жұмыс жарияланған, оның ішінде:

- 1 мақала Metallurgist журналында (Web of Science IF (2017 ж.) -0.144 (36% - процентилді)) және 2 мақала Фармацевтикалық, Биологиялық және Химия Ғылымдарының зерттеу журналы (Scopus SJR 0.19 базасы);

- 4 мақала ҚР БҒМ БжҒСБК ұсынған журналдарда;

- шетелдік халықаралық конференциялардың материалдарындағы 1 баяндама;

- Қазақстан аумағында және шетелдерде өткен халықаралық конференциялардың материалдарындағы 4 баяндама.

**Диссертациялық жұмыстың құрылымы мен көлемі.** Диссертация кіріспеден, 6 тараудан, қорытындыдан және 2 қосымшадан тұрады. Жұмыс 116 беттен тұрады, 45 кесте мен 34 суреттен тұрады. Пайдаланылған дереккөздер тізімі 100 атауды қамтиды.