

АННОТАЦИЯ

диссертационной работы на тему:

«РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПЕРЕРАБОТКИ ОТХОДОВ ТИТАНОМАГНИЕВОГО ПРОИЗВОДСТВА С ПОЛУЧЕНИЕМ ДИОКСИДА ТИТАНА И КАЛЬЦИЕВОЙ СЕЛИТРЫ»

представленной на соискание степени доктора философии (PhD)

по специальности 6D070900 – «Металлургия»

ЕСЕНГАЗИЕВА АЗАМАТА МУРАТОВИЧА

Целью диссертационной работы является разработка технологии комплексной переработки твердых отходов шламонакопителей АО «УКТМК» с извлечением диоксида титана и кальциевой селитры.

Задачи исследования:

- исследование вещественного состава проб шлама титаномагниевого производства и получаемых продуктов по переделам разработанной технологии методами химического, спектрального, рентгенофазового анализа;
- исследование кинетических закономерностей процесса выщелачивания шлама титаномагниевого производства азотной кислотой;
- определение оптимальных условий процесса выщелачивания шлама титаномагниевого производства азотной кислотой;
- исследование процесса фтороаммонийной переработки кека от выщелачивания шлама;
- проведение щелочного гидролиза возгонов и огарка;
- очистка от примесей и получение продукта диоксида титана;
- очистка растворов после выщелачивания шлама титаномагниевого производства от примесных компонентов;
- проведение процессов кристаллизации и грануляции кальциевой селитры из очищенных растворов от выщелачивания шлама;
- укрупненно - лабораторные испытания разработанной технологии получения диоксида титана и кальциевой селитры из шлама титаномагниевого производства.

Методы исследования.

К числу основных методов исследований и анализов, применяемых при выполнении диссертационной работы, относятся:

- рентгеновские экспериментальные данные, полученные на аппарате BRUKER D8 ADVANCE на медном излучении при ускоряющем напряжении 36 кВ, токе 25 mA;
- рентгенофлуоресцентный анализ осуществляли на спектрометре с волновой дисперсией Venus 200 PANalytical B.V. (Голландия);
- химический анализ образцов выполнен на оптическом эмиссионном спектрометре с индуктивно-связанной плазмой Optima 200 DV (США, Perkin Elmer);

- картирование элементного и фазового состава образцов проводили на электронно-зондовом микроанализаторе JXA – 8230 фирмы JEOL (Япония);
- энергодисперсионный рентгенофлуоресцентный анализ проводили на приборе ORBIS MICRO-XRF компании EDAX (Япония);
- термический анализ выполняли с использованием прибора синхронного термического анализа STA 449 F3 Jupiter. Приборы и средства измерения прошли госпроверку;
- расчет термодинамических характеристик возможных реакций взаимодействия основных компонентов кека с бифторидом аммония, выполненный с применением программы термодинамических расчетов HSC Chemistry 8.0 компании Outokumpu Technology Engineering Research.

Также были использованы следующие лабораторные и укрупненно-лабораторные оборудования: горизонтальная трубчатая печь LOIP LF-50/500-1200, электрическая плита с регулятором температуры, тарельчатый гранулятор, лабораторная верхнеприводная мешалка, стеклянный лабораторный холодильник, вакуумный насос, термометр, баллон с аргоном.

Все исследования проведены в аккредитованных лабораториях с использованием различных приборов и средств измерений, прошедших государственную метрологическую поверку.

Основные положения (доказанные научные гипотезы и другие выводы, являющиеся новыми знаниями), выносимые на защиту:

- результаты физико-химических методов анализа шлама титаномагниевого производства и получаемых продуктов по переделам разработанной технологии;
- результаты исследований кинетических закономерностей процесса выщелачивания шлама титаномагниевого производства азотной кислотой;
- результаты исследований по определению оптимальных условий азотнокислого выщелачивания шлама титаномагниевого производства;
- результаты исследований процесса фтороаммонийной переработки кека от выщелачивания шлама;
- результаты проведения щелочного гидролиза возгонов и огарка;
- результаты очистки от примесей и получение продукта диоксида титана;
- результаты очистки растворов после выщелачивания шлама титаномагниевого производства от примесных компонентов;
- результаты проведения процессов кристаллизации и грануляции кальциевой селитры из очищенных растворов от выщелачивания шлама;
- результаты укрупненных лабораторных испытаний по комплексной переработке шлама титаномагниевого производства.

Описание основных результатов исследования.

1. Исследован вещественный состав шлама титаномагниевого производства и получаемых продуктов по переделам разработанной технологии методами химического, спектрального, рентгенофазового анализа.

2. Изучена кинетика процесса выщелачивания шлама титаномагниевого производства азотной кислотой.

3. Изучено влияние основных параметров процесса выщелачивания шлама титаномагниевого производства азотной кислотой, таких как концентрация азотной кислоты, соотношение Т:Ж, температура и продолжительность, на степень извлечения кальция, титана и других сопутствующих компонентов.

4. Проведена фтороаммонийная переработка кека от азотнокислого выщелачивания шлама. После щелочного гидролиза и прокалки получены продукты диоксидов титана и кремния с содержанием 96,2 % TiO_2 , 88 % SiO_2 , соответственно, а также ниобийсодержащий промежуточный продукт с содержанием 11,6 % Nb_2O_5 .

5. Получены соли нитрата кальция при проведении процесса кристаллизации с добавлением нитрата аммония. Установлены оптимальные условия процесса кристаллизации.

6. Исследован процесс получения товарной кальциевой селитры по двум методам: грануляция в кипящем слое и грануляция в тарели. Получен обезвоженный нитрат кальция в виде чешуек путем грануляции в тарели с содержанием нормированных фракций -7+1 мм до 91,0 %.

7. Проведены укрупненно-лабораторные испытания по разработанной технологии комплексной переработки шлама титаномагниевого производства с получением кальциевой селитры, диоксида титана, аморфного кремнезема и ниобийсодержащего продукта. Разработана технологическая схема комплексной переработки шлама титаномагниевого производства.

Обоснование новизны и важности полученных результатов.

Новизна темы заключается в разработке технологии комплексной переработки твердых отходов шламонакопителей АО «УКТМК» с получением кальциевой селитры из очищенного раствора и диоксида титана из кека от азотнокислого выщелачивания путем фтороаммонийной переработки.

Полученные основные результаты:

– впервые применен процесс азотнокислого выщелачивания осадков шламонакопителей с установлением оптимальных параметров, позволивший обеспечить удаление кальция и получить кек, обогащенный по титану;

– выявлены кинетические закономерности выщелачивания шлама титаномагниевого производства азотной кислотой; установлено, что скорость процесса лимитируется внутридиффузионными торможениями, связанными с гелеобразованием; величина кажущейся энергии активации для кальция 6,04 кДж/моль и порядок реакции по азотной кислоте 0,83, свидетельствуют о протекании процесса во внутридиффузионном режиме;

– впервые применен способ фтороаммонийной обработки для кеков от выщелачивания осадков шламонакопителей с определением оптимальных условий процессов последовательной возгонки фторидов кремния и титана, с дальнейшим гидролизом и очисткой продукта возгонки, что позволило получить диоксид титана рутильной формы;

– разработан способ получения стабильной формы безводного нитрата кальция в системе $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 - \text{H}_2\text{O}$, что достигается путем выпаривания из очищенных растворов с добавлением 5 % NH_4NO_3 от общего количества нитрата кальция, с доводкой до плава с 90 % содержанием $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ и дальнейшей кристаллизацией и грануляцией нитратной соли.

Соответствие направлениям развития науки или государственным программам.

Диссертационная работа выполнена на кафедре «Металлургия и обогащение полезных ископаемых» КазНТУ имени К.И. Сатпаева, и в лаборатории титана и редких тугоплавких металлов АО «Институт металлургии и обогащения», в рамках государственного гранта Комитета науки МОН РК по проекту на тему: «Разработка технологии комплексной переработки шлама титанового производства» (НИР № AP05130436 от 02.03.2018 на 2018-2020 годы), финансируемого Министерством образования и науки Республики Казахстан в рамках подпрограммы «Грантовое финансирование научных исследований» по приоритету «Рациональное использование природных ресурсов, переработка сырья и продукции».

Описание вклада докторанта в подготовку каждой публикации.

Личное участие докторанта заключается в непосредственном участии на всех этапах работы:

- постановке цели исследований и четких задач по теме исследований;
- подготовке образцов для проведения экспериментов, анализов исходных веществ и получаемых продуктов;
- проведении экспериментов по теме исследований, обработке и анализе полученных данных;
- расчет термодинамических характеристик возможных реакций взаимодействия основных компонентов кека с бифторидом аммония;
- написании статей по теме диссертации;
- обобщении результатов исследований, формулирования выводов и научной новизны.

По результатам диссертационной работы опубликовано 12 печатных работ, в том числе 2 статьи в журналах, рецензируемых базой данных Scopus, 4 статьи из списка журналов, рекомендованных КОКСОН МОН РК, 1 статья в международном научном издании, получен 1 патент на изобретение.

Основные положения диссертационной работы доложены и обсуждены на Международных научно-практических конференциях:

1. Есенгазиев А.М., Ультаракова А.А., Кенжалиев Б. К., Бернс П., Улдаханов О.Х. Исследование физико-химических свойств хлоридных отходов титано-магниевого производства // Матер. Межд. научно-практ. конф. «Эффективные технологии производства цветных, редких и благородных металлов». – Алматы, – 2018. – С.153-158.

2. Есенгазиев А.М., Онаев М.И., Ультаракова А.А., Улдаханов О.Х. Переработка отходов титаномагниевого производства // Труды конференции «Сатпаевские чтения 2019». – Алматы, – 2019. – Т.1. – С.728-733.

3. Ultarakova A., Kenzhaliyev B., Onayev M., Yessengaziyev A., Kasymzhanov K. Investigations of waste sludge of titanium production and its leaching by nitric acid // 19th International Multidisciplinary Scientific Geoconference & Expo SGEM 2019. – Albena. – 2019. – P.861-868.

4. Ультаракова А.А., Есенгазиев А.М., Касымжанов К.К., Улдаханов О.Х. Получение кальциевой селитры из растворов от выщелачивания азотной кислотой техногенных отходов титанового производства // Матер. XXV Межд. научно-техн. конф. «Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья». – Екатеринбург, – 2020. – С. 132-136.

5. Есенгазиев А.М., Ультаракова А.А., Касымжанов К.К., Улдаханов О.Х. Фтороаммонийная переработка кека от выщелачивания шламов титаномагниевого производства с извлечением диоксида титана // Международная научно-практическая конференция «Сатпаевские чтения-2021». – Алматы, – 2021. – Т.1. – С.1302-1306.