

**ЕСЕНГАЗИЕВ АЗАМАТ МУРАТОВИЧТИҢ**  
6D070900 – "Металлургия" мамандығы бойынша  
философия докторы (PhD) дәрежесін алу үшін ұсынылған  
**«ТИТАН-МАГНИЙ ӨНДІРІСІНДЕГІ ҚАЛДЫҚТАРДАН ТИТАН  
ДИОКСИДІ МЕН КАЛЬЦИЙ СЕЛИТРАСЫН ҚАЙТА ӨНДЕП АЛУ  
ТЕХНОЛОГИЯСЫН ЖАСАУ»**  
тақырыбындағы диссертациялық жұмысына  
**АҢДАТПА**

**Диссертациялық жұмыстың мақсаты** титан диоксиді мен кальций селитрасын ала отырып, "ӨТМК" АҚ шламжинақтағыштарының қатты қалдықтарын кешенді өңдеу технологиясын әзірлеу болып табылады.

**Зерттеу міндеттері:**

- химиялық, спектрлік, рентгенофазалық әдістермен титан-магний өндірісіндегі шламның және әзірленген технология бойынша алынған өнімдердің сынамалық заттық құрамын зерттеу;
- азот қышқылымен титаномагний өндірісінің шламын шаймалау процесінің кинетикалық заңдылықтарын зерттеу;
- азот қышқылымен титаномагний өндірісінің шламын шаймалау процесінің оңтайлы жағдайларын анықтау;
- шламды шаймалауда алынған кекті фтораммонийлік қайта өңдеу процесін зерттеу;
- возгондар мен қалдық күйінділердің сілтілік гидролизін жүргізу;
- қоспалардан тазарту және титан диоксиді өнімін алу;
- титан-магний өндірісі шламын шаймалаудан кейін ерітінділерді қоспа компоненттерден тазарту;
- шламды шаймалауда алынған тазартылған ерітінділерден кальций селитрасын кристалдау және түйіршіктеу процестерін жүргізу;
- титан-магний өндірісі шламынан титан диоксиді мен кальций нитратын алудың әзірленген технологиясын ірілендіріп-зертханалық сынау.

**Зерттеу әдістері.**

Диссертациялық жұмысты орындау кезінде қолданылатын зерттеулер мен талдаулардың негізгі әдістеріне мыналар жатады:

- рентгендік эксперименттік деректер BRUKER D8 ADVANCE аппаратында мыс сәулеленуінде 36 кВ үдеткіш кернеуде, 25 mA токта алынды;
- рентгенофлуоресценттік талдау Venus 200 PAnalytical B. V. (Голландия) толқынды дисперсиясы бар спектрометрде жүзеге асырылды;
- үлгілерді химиялық талдау Optima 200 DV (АҚШ, Perkin Elmer) индуктивті байланысқан плазмасы бар оптикалық эмиссиялық спектрометрде орындалған;

– үлгілердің элементтік және фазалық құрамын картаға түсіру JEOL фирмасының (Жапония) JXA-8230 электронды – зондты микроанализаторында жүргізілді;

– энергодисперсионный рентгенофлуоресцентный анализ проводили на приборе ORBIS MICRO-XRF компании EDAX (Жапония);

– термиялық талдау STA 449 F3 Jupiter синхронды термиялық талдау құралын қолдану арқылы жүргізілді. Өлшеу құралдары мен құралдары мемлекеттік тексеруден өтті;

– Outokumpu Technology Engineering Research компаниясының HSC Chemistry 8.0 термодинамикалық есептеу бағдарламасын қолдану арқылы орындалған кектің негізгі компоненттерінің аммоний бифторидімен өзара әрекеттесуінің ықтимал реакцияларының термодинамикалық сипаттамаларын есептеу.

Сондай-ақ келесі зертханалық және ірілендірілген-зертханалық жабдықтар пайдаланылды: LOIP LF-50/500-1200 көлденең құбырлы пеші, температура реттегіші бар электр плитасы, табақша гранулятор, зертханалық жоғарғы жетекті араластырғыш, шыны зертханалық тоңазытқыш, вакуумдық сорғы, термометр, аргон баллоны.

Барлық зерттеулер аккредиттелген зертханаларда мемлекеттік метрологиялық тексеруден өткен әртүрлі аспаптар мен өлшеу құралдарын қолдана отырып жүргізілді.

**Қорғауға шығарылатын негізгі қағидалар (дәлелденген ғылыми гипотезалар және жаңа білім болып табылатын басқа да тұжырымдар):**

– титан-магний өндірісі шламын және әзірленген технология бойынша алынған өнімдерді талдаудағы физика-химиялық әдістердің нәтижелері;

– азот қышқылымен титаномагний өндірісінің шламын шаймалау процесінің кинетикалық заңдылықтарын зерттеу нәтижелері;

– титан-магний өндірісінің шламын азотқышқылды шаймалаудың оңтайлы жағдайларын анықтау бойынша зерттеу нәтижелері;

– шламды шаймалаудан кейінгі кекті фтораммонийлік қайта өңдеу процесін зерттеу нәтижелері;

– возгондар мен қалдық күйінділердің сілтілі гидролизін жүргізу нәтижелері;

– қоспалардан тазарту нәтижелері және титан диоксиді өнімін алу;

– титан-магний өндірісі шламын шаймалаудан кейін ерітінділерді қоспа компоненттерден тазарту нәтижелері;

– шламдарды шаймалаудан тазартылған ерітінділерден кальций селитрасын кристалдау және түйіршіктеу процестерін жүргізу нәтижелері;

– титан-магний өндірісінің шламын кешенді өңдеу бойынша іріленген зертханалық сынақтардың нәтижелері.

### **Зерттеудің негізгі нәтижелерінің сипаттамасы.**

1. Химиялық, спектрлік, рентгенофазалық талдау әдістерімен әзірленген технология бойынша титан-магний өндірісі шламының және алынатын өнімдердің заттық құрамы зерттелді.

2. Азот қышқылымен титаномагний өндірісінің шламын шаймалау процесінің кинетикасы зерттелді.

3. Азот қышқылы концентрациясы, Т:Ж қатынасы, температура және ұзақтық сияқты негізгі параметрлердің титан-магний өндірісі шламын шаймалау процесінде кальций, титан және басқа да ілеспе компоненттерді бөліп алу дәрежесіне әсері зерттелді.

4. Шламды азот қышқылды шаймалауда алынған кекті фтораммонийлі қайта өңдеу жүргізілді. Сілтілі гидролизден және қыздырудан кейін құрамында 96,2%  $TiO_2$ , 88%  $SiO_2$  бар титан және кремний диоксиді өнімдері, сондай-ақ құрамында ниобий бар 11,6%  $Nb_2O_5$  аралық өнім алынды.

5. Аммоний нитраты қосылған кристалдану процесі кезінде кальций нитратының тұздары алынды. Кристалдану процесінің оңтайлы шарттары белгіленді.

6. Екі әдіс бойынша тауарлық кальций нитратын алу процесі зерттелді: қайнаған қабаттағы түйіршіктеу және табақшада түйіршіктеу. Құрамында нормаланған фракциялары -7+1 мм-ден 91,0% - ға дейін бар табақшада түйіршіктеу арқылы қабыршақ түрінде құрғатылған кальций нитраты алынды.

7. Кальций селитрасын, титан диоксидін, аморфты кремнеземді және құрамында ниобий бар өнімді ала отырып, титан-магний өндірісінің шламын кешенді қайта өңдеудің әзірленген технологиясы бойынша ірілендірілген-зертханалық сынақтар жүргізілді. Титан-магний өндірісінің шламын кешенді өңдеудің технологиялық схемасы жасалды.

### **Алынған нәтижелердің жаңалығы мен маңыздылығын негіздеу.**

Тақырыптың жаңалығы "ӨТМК" АҚ шламжинақтағыштарының қатты қалдықтарын азот қышқылымен шаймалауда алынған ерітіндіден кальций селитрасын және кектен фтораммонийлі жолымен титан диоксидін ала отырып, кешенді қайта өңдеу технологиясын әзірлеуден тұрады.

Алынған негізгі нәтижелер:

– алғаш рет кальцийдің шығарылуын қамтамасыз етуге және титанмен байытылған кек алуға мүмкіндік беретін оңтайлы жағдайларды белгілей отырып, шламжинақтағыштардың тұнбаларын азот қышқылымен шаймалау процесі қолданылды;

– азот қышқылымен титан-магний өндірісінің шламын шаймалаудың кинетикалық заңдылықтары анықталды процесс жылдамдығы гель түзілумен байланысты ішкідиффузиялық тежеулермен шектелетіні анықталды; кальций үшін 6,04 кДж/моль активтендірудің айқын энергиясының шамасы және азот қышқылы

бойынша реакция тәртібі 0,83 болатын ішкідиффузиялық режимде процестің жүруін айғақтайды;

– титан өндірісі шламжинағыштары тұнбаларын шаймалауда алынған кекке фтораммонийлі өңдеу әдісін қолдану, алғаш рет кремний және титан фторидтерін ретімен айдау процестерінің оңтайлы технологиялық режимдерін айқындау, одан әрі гидролизбен және сублимация өнімдерін тазарту, рутильді нысандағы титан диоксидін алуға мүмкіндік берді;

–  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 - \text{H}_2\text{O}$  жүйесінде сусыз кальций нитратының тұрақты нысанын алу тәсілі әзірленді, ол үшін кальций нитратының жалпы мөлшерінен 5%  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  қосып, тазартылған ерітінділерді буландыру жолымен,  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  құрамының 90% балқымасына дейін жеткізе отырып, нитрат тұзын одан әрі кристалдау мен түйіршіктеу арқылы қол жеткізіледі.

### **Ғылымды дамыту бағыттарына немесе мемлекеттік бағдарламаларға сәйкестігі.**

Диссертация Қ. И. Сатпаев атындағы ҚазҰТЗУ-дың «Металлургия және пайдалы қазбаларды байыту» кафедрасында және «Металлургия және кен байыту институты» АҚ-ның титан және сирек баяу балқитын металдар зертханасында, «Титан өндірісінің шламын кешенді қайта өңдеу технологиясын әзірлеу» (2018-2020 жылдарға арналған 02.03.2018 ж. № АР05130436 ҒЗЖ) Қазақстан Республикасы білім және ғылым министрлігі қаржыландыратын "Ғылыми зерттеулерді гранттық қаржыландыру" кіші бағдарламасы шеңберінде "Табиғи ресурстарды ұтымды пайдалану, шикізат пен өнімді қайта өңдеу" басымдығы бойынша орындалды.

### **Докторанттың әр жарияланымды дайындауға қосқан үлесінің сипаттамасы.**

Докторанттың жеке қатысуы жұмыстың барлық кезеңдеріне тікелей қатысудан тұрады:

- зерттеу мақсатын және зерттеу тақырыбы бойынша нақты міндеттерді қою;
- бастапқы заттар мен алынатын өнімдерге эксперименттер, талдаулар жүргізу үшін үлгілерді дайындау;
- зерттеу тақырыбы бойынша эксперименттер жүргізу, алынған деректерді өңдеу және талдау;
- кектің негізгі компоненттерінің аммоний бифторидімен өзара әрекеттесуі мүмкін реакцияларының термодинамикалық сипаттамаларын есептеу;
- диссертация тақырыбы бойынша мақалалар жазу;
- зерттеу нәтижелерін жалпылау, тұжырымдарды және ғылыми жаңалықты қорытындылау.

Диссертациялық жұмыстың нәтижелері бойынша 12 баспа жұмысы жарияланды, оның ішінде Scopus деректер базасына рецензияланатын журналдарда

2 мақала, ҚР БҒМ БҒСБК ұсынған журналдар тізімінен 4 мақала, халықаралық ғылыми басылымда 1 мақала, өнертабысқа 1 патент алынды.

Диссертациялық жұмыстың негізгі қағидалары халықаралық ғылыми-практикалық конференцияларда баяндалып, талқыланды:

1. Есенгазиев А.М., Ультаракова А.А., Кенжалиев Б. К., Бернс П., Улдаханов О.Х. Исследование физико-химических свойств хлоридных отходов титаномагниевого 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. Ulதாகова А., Kenzhaliyev В., Onayev M., Yessengaziyeв А., 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.