

АННОТАЦИЯ

диссертационной работы на тему:

«ПЕРЕРАБОТКА БЕДНЫХ ТРУДНООБОГАТИМЫХ КОМПЛЕКСНЫХ СВИНЦОВО-ЦИНКОВЫХ РУД И ПРОМПРОДУКТОВ ОБОГАЩЕНИЯ»,

представленной на соискание степени доктора философии (PhD)

по специальности 6D070900 – «Металлургия»

МЕРКИБАЕВА ЕРИКА СЕРИКОВИЧА

Цель работы.

Целью диссертационной работы является совершенствование технологии переработки бедных труднообогатимых комплексных свинцово-цинковых руд и промпродуктов обогащения за счет применения предварительной, активирующей, высокотемпературной сульфидизации окисленных соединений свинца и цинка пиритом в печи кипящего слоя на воздушном дутье, в неокислительной среде в неподвижном слое и промышленных продуктов обогащения в неподвижном слое.

Задачи исследования

- провести технологическую оценку исходной бедной цинк-олигонитовой руды Жайремского месторождения и свинцово-цинковых хвостов обогащения Риддерской обогатительной фабрики на предмет целесообразности переработки с помощью предварительной активации сульфидирующим обжигом;
- провести патентно-информационный поиск и анализ литературы по возможному использованию различных сульфидизаторов и методов активации, интенсифицирующих процесс извлечения свинца и цинка;
- провести термодинамический анализ возможных реакций, обосновать выбор пирита в качестве сульфидизатора; определить оптимальные условия обжига с точки зрения термодинамики;
- изучить методику сульфидирующего обжига и провести кинетический анализ процесса, определить стадиальность и скорость химических реакций взаимодействия окисленных соединений с пиритом; разработать рекомендации по сульфидированию окисленных свинцово-цинковых руд карбонатного и силикатного составов;
- провести лабораторные и укрупненные испытания технологии активирующего, высокотемпературного, сульфидирующего обжига в печи кипящего слоя; определить свойства, получаемых пирротинов методами ЯМР и ЭПР;
- провести лабораторные испытания термической активации промышленных свинцово-цинковых продуктов обогащения в неподвижном слое, содержащих пирит в собственном составе; провести укрупненные испытания магнитной сепарации просульфидированных огарков свинцово-цинкового промпродукта обогащения;

– выполнить математическое моделирование и экономическую оценку применения высокотемпературной активации посредством сульфидирующего обжига.

На основании проведенных исследовательских работы, представленные методики и решаемые задачи в настоящей диссертационной работе направлена на достижение общей поставленной цели.

Объектом исследований являются:

Объект исследования – цинк-олигонитовая руда Жайремского месторождения и свинцово-цинковые хвосты обогащения Риддерской обогатительной фабрики ТОО "Казцинк".

Методы модернизации объектов:

– в работе разработана технология термической активации цинк-олигонитовой руды в печи КС;

– получены результаты высокотемпературного сульфидирования, оксидных соединений свинца и цинка цинк-олигонитовой руды в неокислительной атмосфере в неподвижном слое;

– получены результаты разработки технологии термической активации промышленных продуктов обогащения в неподвижном слое.

Методы исследования объектов

В работе использованы цифровые комплексы обработки данных по термодинамике процесса - программа HSC Outocumpru Ou, по кинетике процесса - программа Thermokinetics NETZSCH; современное аналитическое оборудование: ДСК - термогравиметрический анализ (STA 409, 449 PC/PG NETZSCH), рентгенофазовый анализ (рентгеновский дифрактометр BRUKER D2), сканирующая электронная микроскопия (SEM) в сочетании с энергодисперсионной спектроскопией (EDS) JEOL-JSM-6010PLLS / LA, каппаметр KLY-2 (Чехия), ЯГР анализ – установка ЯГРС-4 в многоканальном анализаторе типа IP-4840 фирмы "Nokia" (Финляндия), ЭПР анализ проводился на установке JES-FA 200 (Jeol, Япония), сорбтометрия - СОРБОМЕТР-М, электрокинетический анализ - метод макроэлектрофореза.

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

1. Результаты термодинамического анализа процесса сульфидирования.
2. Результаты кинетического анализа процесса сульфидирования.
3. Результаты разработки способа термической активации цинк-олигонитовой руды в печи КС.
4. Результаты способа высокотемпературного сульфидирования, оксидных соединений свинца и цинка цинк-олигонитовой руды в неокислительной атмосфере в неподвижном слое.
5. Результаты разработки способа термической активации свинцово-цинковых промышленных продуктов обогащения в неподвижном слое.

Работа выполнена на кафедре «Металлургические процессы, теплотехника и технология специальных материалов» КазННТУ им.К.И. Сатпаева, г. Алматы.

Обоснование необходимости проведения научно-исследовательской и работы

Снижение содержания цинка с 5,0-5,7 % и свинца с 3,0-3,2 % в рудах и ликвидное содержание данных металлов в хвостах обогащения указывают на необходимость изыскания дополнительных мер и проведения научных исследований, направленных на повышение извлечения свинца и цинка и улучшения качества состава концентратов.

Описание основных результатов исследования

В первом разделе на основании критического анализа современного состояния комбинированных технологий переработки окисленных свинцово-цинковых руд и промпродуктов проведено обоснование и выбор направления научных исследований. Установлены ключевые проблемы минералогического состава руд и промпродуктов обогащения, предварительной активации такого вида сырья и последующего обогащения продуктов обжига.

Во втором разделе проведены исследования экспериментальной термодинамики процесса сульфидирования окисленных соединений свинца и цинка, проанализировано применение различных сульфидизаторов, таких как пирит, элементная сера, в которых варьировалось содержание добавок в виде С и Fe_2O_3 , определены оптимальные условия обжига с точки зрения термодинамики.

В третьем разделе получены результаты кинетического анализа процесса сульфидирования, определены стадийность и скорость химических реакций взаимодействия окисленных соединений с пиритом, получены результаты микрофлотации, прогнозирующие результаты обжига в укрупненном масштабе, показывающие агрегацию ZnS с $Fe_{1-x}S$ и образованием соединения $(Zn, Fe)S$ в форме $Fe_2Zn_3S_5$, разработаны рекомендации по сульфидированию окисленных свинцово-цинковых руд карбонатного и силикатного состава.

В четвертом разделе показаны результаты разработки технологии активирующего, высокотемпературного, сульфидирующего обжига в печи кипящего слоя с использованием пиритного концентрата (с содержанием серы - 45,15 %) в качестве сульфидизатора. Методами ЯМР и ЭПР установлены результаты изучения свойств намагниченности и структуры линейки магнитных пирроотинов $Fe_{0.855}S$, $Fe_{0.862}S$, $Fe_{0.877}S$, $Fe_{0.901}S$, $Fe_{0.911}S$, полученных разными способами. Разработан способ высокотемпературного сульфидирования оксидных соединений свинца и цинка в неокислительной атмосфере.

Приведены результаты технико-экономической оценки переработки цинк-олигонитовой руды с сульфидирующим обжигом и последующим обогащением огарка. Экономический эффект при этом достигается за счет увеличения извлечения цинка в немагнитный продукт до 88-90 %; свинца –

100 %; увеличения извлечения пирротинов в магнитный продукт свыше 90-92 %; увеличения извлечения цинка в пенный продукт до 90 % (при содержании 23,4 %) при соотношении пиритного концентрата и руды 2:1 при обжиге; а также за счет использования дешевого сульфидизатора, высокой производительности печи кипящего слоя и увеличением выпуска товарной продукции в виде магнитных пирротинов.

В пятом разделе показаны результаты термической активации промышленных свинцово-цинковых продуктов обогащения в неподвижном слое, содержащих пирит в собственном составе не менее 50-54 %, используемого в качестве сульфидизатора, с получением магнитных пирротинов $Fe_{0,855}S$; $Fe_{0,888}S$; $Fe_{0,909}S$. Установлено, что предварительная сульфидизация окисленных минералов свинца и цинка хвостов обогащения пирометаллургическим способом способствует повышению эффективности процесса флотационного обогащения более чем на 20 % по цинку и на 15 % по свинцу. Получены результаты укрупненных испытаний магнитной сепарации просульфидированных огарков свинцово-цинкового промпродукта обогащения. Технология высокотемпературной активации посредством сульфидирующего обжига рекомендована к полупромышленным испытаниям.

Обоснование новизны и важности полученных результатов

Новизна темы заключается в разработке технологии интенсификации процесса переработки бедных труднообогатимых комплексных свинцово-цинковых руд и промпродуктов обогащения за счет предварительной термической активации сульфидирующем обжигом.

Новые научные результаты заключается в следующем:

- Впервые установлено результатами термического анализа TG/DSC и (SEM) и (EDS) спектроскопией механизм сульфидирования окисленных соединений цинка пиритом: 1 стадия - первичное образование ZnS при температуре от 450 °C; 2 стадия - при максимальной степени сульфидизации при 700-750 °C происходит образование стабильной пленки ZnS с образованием при этом пирротинов состава $Fe_{1-x}S$, которые растворяются в ZnS с образованием соединения $(Zn, Fe)S$ в форме $Fe_2Zn_3S_5$ при температуре 750 °C; 3 – стадия при температуре обжига выше 750 °C с образованием минерала ZnS , который не только агрегирует с $Fe_{1-x}S$ с получением соединения $(Zn, Fe)S$ в форме $Fe_2Zn_3S_5$, но и с агрегацией с элементами пустой породы, что отрицательно влияет на эффективность флотации.

- Впервые методами ЯМР и ЭПР установлена зависимость намагниченности пирротинов $Fe_{0,855}S$, $Fe_{0,862}S$, $Fe_{0,877}S$, $Fe_{0,901}S$, $Fe_{0,911}S$ от температуры обжига, установлено, что намагниченность увеличивается с 4,5 Гс·см³/г при 600 °C обжига до 12,5 Гс·см³/г при 800 °C с дальнейшим уменьшением до 3,0 Гс·см³/г и значений 0 Гс·см³/г при температурах выше 1000 °C за счет уменьшения числа вакансий в четных базисных плоскостях структуры пирротинов.

Технологическая новизна исследований:

- впервые разработан способ термической активации цинк-олигонитовой руды, включающей высокотемпературный, сульфидирующий обжиг в присутствии высокосернистого сульфидизатора в виде пиритного концентрата при соотношении к руде 2:1, в печи кипящего слоя на воздушном дутье при расходе от 10 до 20 л/мин, при температуре 650°C, с получением максимально магнитных пирроотинов, магнитная восприимчивость которых равна $1020 - 1330 \cdot 10^{-6}$ Си/г, при степени сульфидизации 88 % и извлечении их при магнитной сепарации в магнитную фракцию более чем на 90 %.

- впервые разработана технологическая схема активирующего сульфидирующего обжига цинксодержащих и свинецсодержащих промышленных продуктов обогащения в неподвижном слое, содержащих пирит в собственном составе не менее 50-54 %, использующегося в качестве сульфидизатора, с получением пирроотинов с максимальной магнитной восприимчивостью равной: $Fe_{0,855}S = 3,75$; $Fe_{0,888}S = 5,43$; $Fe_{0,909}S = 2,18$ единиц СИ.

Соответствие направлениям развития науки или государственным программам

Тема диссертационной работы соответствует приоритетному направлению развития науки «Экология, окружающая среда и рациональное природопользование»; соответствует специализированному научному направлению «Глубокая переработка минеральных и органических ресурсов» национального научного совета при Правительстве Республики Казахстан.

Область исследования в соответствии с Классификатором научных направлений «Инжиниринг и технологии; Инжиниринг материалов; Металлургия».

Диссертационная работа выполнялась в рамках проекта грантового финансирования на 2020-2022 гг. AP08052829 «Разработка гибридной технологии комплексной переработки окисленных, труднообогатимых цинк, свинецсодержащих руд и промпродуктов обогащения сульфидирующим обжигом с последующим обогащением огарка» и является продолжением исследований соискателя в качестве постдокторанта и руководителя в проекте «Жас ғалым» на 2022-2024 годы AP15473200 «Разработка технологии переработки окисленных руд с предварительной высокотемпературной сульфидизацией».

Личный вклад автора

Личный вклад автора заключается в выполнении экспериментальных исследований, изложенных в диссертационной работе, включая, методик экспериментальных исследований, проведение исследований, анализ и оформление результатов в виде публикаций и научных докладов.

Апробация работы По материалам диссертационной работы опубликовано 16 печатных работ, из них 4 статьи в международных рецензируемых научных журналах, входящие в БД Scopus/Web of Science:

1. **Y. Merkibayev**, M Panayotova, Luganov V., Panayotov V.A., Chepushtanova T.A. Sulphidation roasting as means to recover zinc from oxidised ores (article)

Comptes rendus de l'Acad'emie bulgare des Sciences. Tome 71, No 8, 2018, P. 1116-1123., ISSN 13101331, Procentile 32, Q3

2. T.Chepushtanova, **Y. Merkibayev**, I. Motovilov, K. Polyakov, S.Gostu, Flotation studies of the middling product of lead-zinc ores with preliminary sulfidizing roasting of oxidized lead and zinc compounds (article). Kompleksnoe Ispolzovanie Mineralnogo Syra, 323(4), 2022, P. 77–83, ISSN-L2616-6445, ESCI, JCT (Q3)

3. T.A. Chepushtanova, **Y. S. Merkibayev**, B. Mishra, I.E Kuldeyev. Processing of the Zinc-Lead-Bearing Flotation Middlings by Sulfidizing Roasting with Pyrrhotites Production by Predicted Properties (article). Non-ferrous Metals, 2, 2022, P. 15–24. 2022, DOI10.17580/nfm.2022.02.03. <https://rudmet.ru/journal/2173/article/36106/>, procentile 53.

4. T.A.Chepushtanova, **Y. S. Merkibayev**, O. S. Baigenzhenov, B. Mishra. Technology of high-temperature sulfidizing roasting of oxidized lead-zinc ore in a fluidized bed furnace (article). Non-ferrous Metals, 2, 2023, P. 3-10. DOI: 10.17580/nfm.2023.01.01.. <https://www.rudmet.ru/journal/2217/article/36738/>, procentile 53

Статьи в изданиях, рекомендованных Комитетом по обеспечению качества в сфере образования и науки МОН РК:

1. **Е.С. Меркибаев**, В.А. Луганов, Т.А.Чепуштанова, Г.Д.Гусейнова, Б.Мишра Термодинамическое обоснование высокотемпературного сульфидирования оксида цинка (статья). Вестник КазННТУ, №2, 2020 г, С. 761-765. ISSN 1680-9211

2. В.А. Луганов, Т.А.Чепуштанова, Г.Д.Гусейнова, И.Ю.Мотовилов, **Е.С. Меркибаев**. Установление термодинамических условий процесса обжига пиритно-кобальтового концентрата (статья). Вестник Национальной инженерной академии Республики Казахстан», № 1, 2020 г. С. 82-88. ISSN 1606–416X

3. В.А. Луганов, Т.А.Чепуштанова, Г.Д. Гусейнова, **Е.С. Меркибаев**, И.Ю.Мотовилов . Исследование влияния углерода на показатели сульфидирования золотомышьякового концентрата в условиях «кипящего слоя» (статья) Вестник КазННТУ 6(136)/2019, с. 888-893, ISSN 1680-9211

4. Т.А.Чепуштанова, **Е.С. Меркибаев**, И.Ю.Мотовилов, К.В. Поляков, Разработка гибридной технологии сульфидирующего обжига цинк, свинецсодержащих промпродуктов обогащения (статья)«Горный журнал Казахстана» № 10 - 2021 г. С. 28-35. ISSN 0017-2278

Статьи, опубликованные в других научных журналах и изданиях

1.Т.А.Чепуштанова, I.Y. Motovilov, **Y. S. Merkibayev**, M.S.Sarsenova, G. Sumedh. Technology of sulfidizing-pyrrhotizing roasting of lead flotation tailings (article). Journal Mining and geological science. Volume 63. P. 31-37. ISSN 2683-0027

Труды международных научно-практических конференций:

1. **Е.С. Меркибаев**, И.Ю. Мотовилов, В.А.Луганов, Ж.И.Ескен Термодинамическое обоснование технологии переработки окисленных полиметаллических руд (доклад). Труды Международных Сатпаевских чтений «Научное наследие Шахмардана Есенова» –Алматы. 2017. С. 174-179 ISSN:978-601-323-034-4

2. Т.А.Чепуштанова, **Е.С. Меркибаев**, К.В. Поляков. Технология переработка хвостов обогащения свинцово-цинковых руд методом активирующего, сульфидирующего обжига (доклад) 25^{-ая}Международная научно-практическая конференция «ИННОВАЦИЯ-2021». Г.Ташкент, Узбекистан. 26-27 октября 2021 года. ISSN 1561-6940

3. Т.А.Чепуштанова, **Е.С. Меркибаев**, И.Ю.Мотовилов В.А.Луганов, С.Г.Темірхан. Термическое сульфидирование поверхности окисленных цинковых и свинцовых минералов пиритом в присутствии восстановителя в трубчатой печи (доклад) ТРУДЫ МЕЖДУНАРОДНОЙ НАУЧНО-ПРАКТИЧЕСКОЙ КОНФЕРЕНЦИИ «САТПАЕВСКИЕ ЧТЕНИЯ – 2022. ТРЕНДЫ СОВРЕМЕННЫХ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ» 12 апреля 2022 г, стр. 139-144, ISBN 978-601-323-291-1

4. Т.А.Чепуштанова, **Е.С. Меркибаев**, М. С. Сарсенова, С.Г.Темірхан. Переработка сложных полиметаллических руд месторождения Жайрем с использованием процесса сульфидирования (доклад) «Перспективы развития науки и образования в условиях новой реальности» Сборник материалов Международных XXI Байконуровских чтений, стр. 317-322, ISBN 978-601-7971-70-8

Патенты

Т.А.Чепуштанова, **Е.С. Меркибаев**, В.А.Луганов. Способ переработки окисленной свинцово-цинковой руды . № 36282 от 30.06.2023

Монография, учебное пособие, книги

Т.А.Чепуштанова, **Е.С. Меркибаев**. Переработка окисленных, труднообогатимых цинк, свинецсодержащих руд и промпродуктов обогащения. Монография. – Алматы: 2022. – 100 с. ISBN 978-601-269-133-7.С 100.