

**НАВОИЙ ДАВЛАТ КОНЧИЛИК ИНСТИТУТИ ҲУЗУРИДАГИ
ИЛМИЙ ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ DSc.17/30.12.2019.Т.06.01
РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ**

НАВОИЙ ДАВЛАТ КОНЧИЛИК ИНСТИТУТИ

САНАКУЛОВ УМИДЖАН КУВАНДИКОВИЧ

**МЕТАЛЛУРГИЯ ИШЛАБ ЧИҚАРИШ КОРХОНАЛАРИ САНОАТ
ЧИҚИНДИЛАРИДАН ТЕМИРНИ АЖРАТИБ ОЛИШ
ТЕХНОЛОГИЯСИНИ ИШЛАБ ЧИҚИШ**

04.00.14 – Фойдали қазилмаларни бойитиш

**Техника фанлари бўйича фалсафа доктори (PhD) диссертацияси
АВТОРЕФЕРАТИ**

Навоий – 2020

**Техника фанлари бўйича фалсафа доктори (PhD) диссертацияси
автореферати мундарижаси**

**Оглавление автореферата диссертации доктора философии (PhD)
по техническим наукам**

**Contend of dissertation abstract of doctor of philosophy (PhD)
of technical sciences**

Санакулов Умиджан Кувандикович

Металлургия ишлаб чиқариш корхоналари саноат чиқиндиларидан
темир ажратиб олиш технологиясини ишлаб чиқиш..... 3

Санакулов Умиджан Кувандикович

Разработка технологии извлечения железа из промышленных отходов
металлургических производств 21

Sanakulov Umidzhan Kuvandikovich

Development of technology for extracting iron from industrial waste of
metallurgical production..... 39

Эълон қилинган ишлар рўйхати

Список опубликованных работ
List of published works 42

**НАВОИЙ ДАВЛАТ КОНЧИЛИК ИНСТИТУТИ ҲУЗУРИДАГИ
ИЛМИЙ ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ DSc.17/30.12.2019.Т.06.01
РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ**

НАВОИЙ ДАВЛАТ КОНЧИЛИК ИНСТИТУТИ

САНАКУЛОВ УМИДЖАН КУВАНДИКОВИЧ

**МЕТАЛЛУРГИЯ ИШЛАБ ЧИҚАРИШ КОРХОНАЛАРИ САНОАТ
ЧИҚИНДИЛАРИДАН ТЕМИРНИ АЖРАТИБ ОЛИШ
ТЕХНОЛОГИЯСИНИ ИШЛАБ ЧИҚИШ**

04.00.14 – Фойдали қазилмаларни бойитиш

**Техника фанлари бўйича фалсафа доктори (PhD) диссертацияси
АВТОРЕФЕРАТИ**

Навоий – 2020

Техника фанлари бўйича фалсафа доктори (PhD) диссертацияси мавзуси Ўзбекистон Республикаси Вазирлар Маҳкамаси ҳузуридаги Олий аттестация комиссиясида №В2020.2.PhD/Т1555 рақам билан рўйхатга олинган.

Докторлик диссертацияси Навоий давлат кончилиқ институтида бажарилган.

Диссертация автореферати уч тилда (ўзбек, рус, инглиз (резюме) Илмий кенгашнинг веб-саҳифасида (www.ndki.uz) ва «Ziyonet» Ахборот таълим порталида (www.ziyonet.uz) жойлаштирилган.

Илмий раҳбар: **Эргашев Улуғбек Абдурасулович**
техника фанлари доктори

Расмий оппонентлар: **Абдурахмонов Сойиб Абдурахмонович**
техника фанлари доктори, профессор

Муҳиддинов Баходир Фахриддинович
кимё фанлари доктори, профессор

Етакчи ташкилот: **«Минерал ресурслар институти» ДК**

Диссертация ҳимояси Навоий давлат кончилиқ институти ҳузуридаги DSc.17.30.12.2019.Т.06.01 рақамли илмий кенгашнинг 2020 йил 27 октябр соат 14⁰⁰ даги мажлисида бўлиб ўтади. Манзил: 210100, Навоий шаҳри, Ғалаба шоҳ кўчаси, 127-уй. Тел.: 0 (436) 223-23-32; факс: 0 (436) 223-49-66; e-mail: info@ndki.uz, nsmi@gmail.com).

Диссертация билан Навоий давлат кончилиқ институти Ахборот-ресурс марказида танишиш мумкин (58 рақам билан рўйхатга олинган). Манзил: 210100, Навоий шаҳри, Ғалаба шоҳ кўчаси, 127-уй, Тел.: 0 (436) 223-23-32; факс: 0 (436) 223-49-66.

Диссертация автореферати 2020 йил 13 октябр куни тарқатилди.
(2020 йил 13 октябрдаги 21 рақамли реестр баённомаси)



Б.Р.Раимжанов
Илмий даражалар берувчи
илмий кенгаш раиси ўринбосари, т.ф.д., профессор

Ш.Ш.Заиров
Илмий даражалар берувчи
илмий кенгаш илмий котиби, т.ф.д., профессор

И.Т.Мислибаев
Илмий даражалар берувчи
илмий кенгаш қошидаги илмий семинар
раиси, т.ф.д., профессор

КИРИШ (фалсафа доктори (PhD) диссертацияси аннотацияси)

Диссертация мавзусининг долзарблиги ва зарурати. Жаҳонда энг кўп ишлатиладиган металл бўлган темир истеъмоли йилига 1 миллиард тоннадан ошади ва унинг жаҳон металл бозоридаги улуши ярмидан кўпини ташкил этади. Металлларни қазиб олишда ва ишлатишда темирнинг етакчи ўрни халқнинг иқтисодий ва маданий барча соҳаларини ривожлантириш учун зарур бўлган пўлат ва қўйма темир каби қурилиш материалларига бўлган эҳтиёжининг доимий равишда ошиб бориши билан боғлиқ. Пўлат эритиш учун темир рудаларининг конлари дунёнинг 100 дан ортиқ мамлакатларида аниқланган. Дунёда темир рудаларининг умумий захираси қарийб 400 миллиард тоннани ташкил этади, шундан ярми тасдиқланган захирадир. Шу билан бирга, минерал хомашё базасининг муҳим қисми камбағал ва ўрта сифатли маъданлар билан ифодаланади.

Дунёда камбағал рудалардан юқори сифатли концентрат олишнинг кўплаб технологиялари ишлаб чиқилган, аммо уларнинг рентабеллиги пастлиги сабабли улар кам қўлланилади. Металлургияда ишлаб чиқариш сезиларли миқдордаги турли хил чиқиндиларнинг шаклланиши билан бирга келади. «Олмалиқ кон-металлургия комбинати» АЖда (ОКМК) мис шлаклари уюмлари 13 миллион тоннадан зиёдни ташкил қилади. Навоий кон-металлургия комбинатида (НКМК) олтин биометаллургияси ташланма кислотали эритмаларининг чиқиши соатига минг м³ дан ортиқ бўлиб, улар нейтраллангандан сўнг, чиқиндихонага юборилади. Мис ишлаб чиқариш саноатидаги шлаклар таркибида катта миқдорда темир мавжуд ва унинг миқдори 18-40% ташкил этади. Олтин биометаллургиясининг ташланма кислотали эритмалари таркибида 15-20 г/л темир мавжуд. Бу кунига 360-480 тонна темирни ташкил этади. Яъни, бу чиқиндиларни темир ишлаб чиқаришнинг қўшимча манбалари деб ҳисоблаш мумкин. Шуни эътиборга олиш керакки, темирни қора (шлаклар, шламлар, прокат ишлаб чиқариш чиқиндилари ва бошқалар) ва рангли металлургия чиқиндиларидан (мис эритиш саноати шлаклари, шламлар, бойитиш фабрикаларининг турли хил чиқиндилари) ажратиб олиш бўйича тадқиқотлар етарли даражада олиб борилди, аммо темирни оқова сувдан ва ҳар хил келиб чиқадиган кислотали оқова сувлардан ажратиб олиш ҳали ҳам яхши ўрганилмаган. Мавжуд темир рудалари захираларининг пасайиш тенденцияси туфайли ва ушбу металга бўлган талабнинг ўсиб бориши билан болиғ ҳолда, металлургик ишлаб чиқариш саноат чиқиндиларидан темирни олиш технологиясини ишлаб чиқиш долзарб вазифа бўлиб муҳим аҳамият касб этади.

Республикамизда икки юздан зиёд кичик ва йирик темир рудалари конлари мавжуд. Ўзбекистондаги темир рудалари конларининг тахминий манбалари 4,708 миллиард тоннани ташкил этади ва тасдиқланган захиралари 1,0 миллиард тоннадан ортиқ бўлиб, улар 150 йилдан ортиқ вақт давомида пўлат ишлаб чиқариш учун хом ашё билан таъминлаши мумкин. Катта конлар Тебинбулоқ, Мингбулоқ, Сюрен-ота, аммо саноат рудаларида темир миқдори кам ва 18-22% ни ташкил этади. Республикамизда мавжуд

технологияларни жорий этиш ва такомиллаштириш, жараённинг самарадорлигини ошириш ва ҳосил бўлган маҳсулотларнинг таннархини пасайтириш, принципиал янги йўналишларни, ноанъанавий усулларни ишлаб чиқиш ва металлургияда ишлаб чиқаришининг мавжуд технологияларини такомиллаштириш, мамлакатнинг минерал хомашё ресурсларини кенгайтириш ва бошқалар бўйича илғор илмий асосланган чора-тадбирларни жорий қилиб, бир қатор илмий-амалий натижаларга эришилмоқда. Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантириш Ҳаракатлар стратегиясида «Инвестиция лойиҳаларини амалга оширишда минерал хомашё ресурсларини чуқур қайта ишлаш дастурлари тадбирларини ўз вақтида амалга ошириш ва ишлаб чиқаришни маҳаллийлаштиришни рағбатлантириш сиёсатини давом эттириш»¹ бўйича муҳим вазифалар белгиланган. Ушбу вазифалардан келиб чиққан ҳолда хом ашёдан комплекс фойдаланиш, иккиламчи қолдиқлардан металларни ажратиб олиш ва чиқиндисиз технологияларга ўтиш муаммоларини ҳал қилиш катта илмий ва амалий аҳамият касб этади.

Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2017 йил 24 июлдаги ПФ-3145-сон «Фойдали қазилмалар конларини саноат йўли билан ўзлаштириш соҳасидаги лойиҳа-қидирув ва илмий тадқиқот ишлари бошқарувини такомиллаштириш чора-тадбирлари тўғрисида» Фармонида, 2019 йил 17 январдаги ПҚ-4124-сон «Кон-металлургия тармоғи корхоналари фаолиятини янада такомиллаштириш чора-тадбирлари тўғрисида»ги Қарорида ҳамда 2017 йил 7 февралдаги ПФ-4947-сон «Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантириш бўйича ҳаракатлар стратегияси тўғрисида» Фармони ҳамда мазкур соҳага тегишли бошқа меъёрий ҳужжатларда белгиланган вазифаларни амалга оширишга ушбу диссертация тадқиқоти муайян даражада ҳизмат қилади.

Тадқиқотнинг Республика фан ва технологиялари ривожланишининг устувор йўналишларига мувофиқлиги. Мазкур тадқиқот иши республика фан ва технологияларни ривожлантиришнинг VIII. «Ер тўғрисидаги фанлар (геология, геофизика, сейсмология ва минерал хомашёларни қайта ишлаш)» устувор йўналишларига мувофиқ бажарилган.

Муаммонинг ўрганилганлик даражаси. Жаҳон олимлари Губина В.Г., Зоря В.Н., Иванченко В.В, Кекух А.В., Лыкасов А.А., Мишурина О.А., Поволотский В.Д., Потапов К.О., Роцин В.Е., Рысс Г.М., Санакулов К.С., Санкаранараян С.Р., Сидоренко А.А., Славин В.И., Соумия Т., Супрун Ю.М., Суреш Б., Таджибаев Д.Ю., Толочко А.И., Трушко О.В., Хайрутдинов Р.М., Шеремет В.А., Эргашев У.А. ва бошқалар томонидан хомашёлардан комплекс фойдаланишнинг илмий асосларини ишлаб чиқишда ва темирни саноат чиқиндиларидан олиш технологиясини ўрганишга доир илмий тадқиқотлар ва изланишлар амалга ошорилган. Проф. Санакулов Қ.С. ва

¹ Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2017 йил 7 февралдаги ПФ-4947-сон «Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантириш бўйича Ҳаракатлар стратегияси тўғрисида»ги Фармони

проф. Хасанов А.С. раҳбарликларида «Олмалиқ кон-металлургия комбинати» АЖ мутахассислари ва олимлари металлургия ишлаб чиқаришнинг саноат чиқиндиларидан темирни олиш усуллари тадқиқ қилишда ва технологиясини яратишда кўплаб муваффақиятларга эришганлар.

Хорижий амалиётда Суреш Б., Соумия Т. ва Санкаранараянан С.Р. лар металлургик чиқиндилардан темир оксидини синтез қилиш билан шуғилланишган, улар шлам, шлак, чиқиндиларни ва камбағал рудаларни кимёвий бойитиш бўйича кенг қамровли тадқиқотлар олиб борган. Пекин фан ва технология университетининг хитойлик тадқиқотчилари мис эритиш саноати чиқиндиларидан масса улиши 96% бўлган темир кукуни олиш бўйича тадқиқотлар ўтказганлар. Рус олимлари Толочко А.И., Славин В.И., Супрун Ю.М., Хайрутдинов Р.М., Мишурина О.А. ва бошқалар қора металлургик чиқиндилардан темирни қўшимча равишда ажратиб олиш ва мис, темир ва марганецни ажратиб олиш учун саноат оқова сувларини қайта ишлаш технологиясини ишлаб чиқиш бўйича юқори натижаларга эришганлар.

Маҳаллий ва хорижий тадқиқотчиларнинг илмий ишларининг таҳлили уларнинг темир олиш учун саноат чиқиндиларини қайта ишлашга қўшган бекиёс ҳиссасини кўрсатади, аммо темирни оқова сув ва кислотали оқова сувлардан олишни ўрганиш даражаси тор доирадаги тадқиқотларни қамраб олади ва шу билан ушбу диссертация ишининг долзарблигини таъкидлайди.

Диссертация мавзусининг диссертация бажарилган олий таълим муассасасининг илмий-тадқиқот ишлари режалари билан боғлиқлиги. Диссертация тадқиқоти Навоий давлат кончилик институти ва Ислон Каримов номидаги Тошкент давлат техника унверситети илмий-тадқиқот режасининг «Маҳаллий минерал ресурслар ва техноген захираларни қайта ишлаш учун ресурс ва энергия тежайдиган технологияларни ишлаб чиқиш» (2015-2017 йй.), «ГМЗ-3 биоксидланиш маҳсулотини нейтраллаш вақтида оҳак сутидан фойдаланишни истисно қилиш ва ГМЗ-3 чиқиндиларини йиғиш жойига нейтрализация маҳсулотларини чиқарилишини истисно қилиш мақсадида суюқ фазасини ўрганиш» (2017 й.) ва «Флотаконцентратни бактериал оксидланиш жараёнида кимёвий ва физик-кимёвий жараёнларни ўрганиш» (2016-2018 йй.) мавзуларидаги амалий лойиха доирасида бажарилган.

Тадқиқотнинг мақсади мис ишлаб чиқариш шлакларидан ва сульфидли олтин таркибли концентратларни биоксидланиш жараёнидан кислотали оқова сувларни қайта ишлаш усуллари ишлаб чиқиш орқали металлургия саноатининг саноат чиқиндиларидан темирни ажратиб олишдан иборат.

Тадқиқотнинг вазифалари:

турли хил реагентлар ёрдамида биоксидлаш жараёнининг кислотали чиқиндиларидан темирни ажратиб олишни тадқиқ қилиш;

темирдан ажралиши учун мышьякни кислотали эритмаларда селектив чўктиришни ўрганиш;

сульфидли олтин таркибли концентратларни бактериал оксидлаш жараёнини ташланма кислотали эритмаларидан темирни ажратиш олиш усуллари ишлаб чиқиш;

бактериал эритиш ускунасининг кислотали оқова сувларидан темир гидроксидларини олиш бўйича саноат тажриба синовлари ўтказиш;

темирни ажратиш олиш учун металлургик шлакларни қайта ишлаш усуллари ишлаб чиқиш.

Тадқиқотнинг объекти сифатида «Навоий кон-металлургия комбинати» ДК ва «Олмалиқ кон-металлургия комбинати» АЖ металлургия заводларининг чиқиндилари белгиланган.

Тадқиқотнинг предмети – металлургик ишлаб чиқариш саноат чиқиндиларидан темирни ажратиш олиш технологияси ҳисобланади.

Тадқиқотнинг усуллари. Диссертация ишини бажаришда металлургия саноатининг саноат чиқиндиларидан темирни ажратиш олиш бўйича илмий-техник маълумотларни таҳлил қилиш, аналитик, график-аналитик ва статистик усуллардан фойдаланган ҳолда назарий тадқиқотлар, лаборатория тажрибалари, тажриба-саноат синовлари ва ишлаб чиқилган усулларни ишлаб чиқариш шароитида текшириш, математик статистика усуллари ва замонавий компьютер техникасидан ёрдамида олинган натижаларни корреляцион таҳлил қилиш комплекс тадқиқот усулларидан фойдаланган.

Тадқиқотнинг илмий янгилиги қуйидагилардан иборат:

турли хил реагентларни қўллаган ҳолда рН муҳитининг ўзгариши ҳисобига кислотали эритмаларда мишьякни темирдан чўктириш усули билан ажратиш қонуниятлари аниқланган;

кислотали эритмаларнинг натрий ишқори билан нейтраллаш натижасида мишьякнинг 8 дан юқори рН кўрсаткичида тесқари эриш самарадорлиги биринчи бор ўрнатилди ва темир бирикмалари чўкмаларини олишнинг технологик схемаси ишлаб чиқилган;

янги УД-19 реагентидан фойдаланиб, муҳитнинг рН қийматига қараб кислотали эритмалар таркибидаги мишьякдан темирни ажратишни оптимал режими яратилган;

темир олиш мақсадида мис эритиш саноатининг кўп компонентли силикатли ва феррит системали шлакларини алоҳида оксидларга ажратиш бўйича илк бор ускуна ва унинг тузилиши ишлаб чиқилган.

Тадқиқотнинг амалий натижалари қуйидагилардан иборат:

кислотали ташланма эритмалардан темир ва мишьякни аммиак суви ёрдамида чўктириш ва мишьякни чўкмадан ўювчи натрий иштирокида эритиб йўқотиш асосида бактериал оксидлаш ташланма кислотали эритмаларини қайта ишлашнинг технологик схемаси ишлаб чиқилган;

янги УД-19 реагенти ёрдамида биоксидланиш жараёнининг сульфат кислотали эритма чиқиндиларидан мишьякни темирдан ажратиш усули ишлаб чиқилган;

мис эритиш саноатининг техноген чиқиндилари бўлмиш шлакни кремнийсизлантириш жараёни чўкмасини олиш, темирни магнитли саралаш

ва кейинги индукцион печда эритиб 98,5% тозаликда ажратиб олиш имконини берадиган темир ишлаб чиқариш усули ишлаб чиқилган.

Тадқиқот натижаларининг ишончлилиги кенг миқёсда ўтказилган лаборатория ва ярим-саноат тажрибалари мис ишлаб чиқариш техноген захираларини қайта ишлашнинг оптимал режимлари аниқланганлиги билан, олтин концентратларини биооксидлаш жараёни кислотали оқова сувларидан темирни ажратиб олиш, турли хил реагентларни қўллаган ҳолда кислотали эритмалардан мишьякни темирдан ажратиш усули ғояларининг тасдиқланганлиги билан ва қониқарли мос келадиган назарий ҳисоблар ва саноат синовлари ижобий натижалари асосида, таклиф этилган кислотали эритмалардан темирни ажратиб олишнинг технологик схемаси ишлаб чиқариш миқёсида текширишлар ўтказиш орқали исботланган.

Тадқиқотнинг илмий ва амалий аҳамияти.

Тадқиқот натижаларининг илмий аҳамияти кислотали эритмаларнинг натрий ишқори билан нейтраллаш натижасида мишьякнинг 8 дан юқори рН кўрсаткичида тескари эриш самарадорлиги тадқиқ қилиш ва ўрнатиш, шунингдек, темир оксидининг кремнийдан ажратилиш шароити ўрганилганлиги назарий ва амалий жиҳатдан асосланганлиги билан изоҳланади.

Тадқиқот натижаларининг амалий аҳамияти сульфидли олтин концентратларини биооксидлаш жараёни ташланма кислотали эритмаларидан темирни ажратиб олиш технологиясини ишлаб чиқилганлиги ва мис ишлаб чиқариш саноати шлакларини қайта ишлашнинг технологияси ишлаб чиқилганлиги билан тавсифланади.

Тадқиқот натижаларининг жорий қилиниши. Металлургия саноатининг саноат чиқиндиларини қайта ишлаш жараёнида темирни ажратиб олишни илмий асослаш бўйича олинган илмий натижалар асосида:

таркибида олтин бўлган концентратларни биооксидлаш жараёнининг кислотали оқова сувларидан темирни ажратиб олишнинг технологик схемаси «Навоий кон-металлургия комбинати» ДКда амалиётга жорий этилган («Навоий кон-металлургия комбинати» ДКнинг 2020 йил 3 сентябрдаги 02-02-06/9282-сон маълумотномаси). Натижада, кислотали оқова сувлар таркибидаги темирнинг 90% дан ортиғи кейинчалик фойдаланиш учун темир гидроксиди шаклида тиклаш имконини берган;

темир ажратиб олиш учун металлургик шлакларни қайта ишлаш усули «Олмалиқ кон-металлургия комбинати» АЖда амалиётга жорий этилган («Олмалиқ кон-металлургия комбинати» АЖнинг 2020 йил 8 сентябрдаги АИ-56163-сон маълумотномаси). Натижада, минерал хомашёдан комплекс фойдаланиш, жараённинг юқори интенсивлигига эришиш, ишлаб чиқаришнинг экологик тозалигини ошириш, чиқиндихоналар майдонини камайтириш, техноген чиқиндиларни ишлаб чиқаришга жалб қилиш ва темирни ажратиб олиш даражасини 90% гача ошириш имконини берган.

Тадқиқот натижаларининг апробацияси. Мазкур тадқиқот натижалари 3 та халқаро ва 2 та республика илмий-амалий ва илмий-техникавий анжуманларда муҳокамадан ўтказилган.

Тадқиқот натижаларининг эълон қилиниши. Диссертация мавзуси бўйича жами 16 та илмий иш чоп этилган, шундан 2 та ихтиро учун патент, Ўзбекистон Республикаси Олий аттестация комиссиясининг докторлик диссертациялари асосий илмий натижаларини чоп этиш тавсия этилган илмий нашрларда 5 та мақола, жумладан, 1 таси республика ва 4 таси хорижий журналларда нашр этилган.

Диссертациянинг тузилиши ва ҳажми. Диссертация таркиби кириш, бешта боб, хулоса, фойдаланилган адабиётлар рўйхати ва иловалардан иборат. Диссертациянинг ҳажми 116 бетни ташкил этган.

ДИССЕРТАЦИЯНИНГ АСОСИЙ МАЗМУНИ

Кириш қисмида диссертация мавзусининг долзарблиги асосланган, муаммонинг ўрганилганлик даражаси баён этилган, тадқиқотнинг мақсади ва вазифалари, объекти ва предмети аниқланган, тадқиқот ишининг фан ва технологияларни ривожлантиришнинг муҳим йўналишларига мослиги кўрсатилган ҳамда тадқиқотнинг илмий янгилиги, натижаларнинг ишончлилиги, назарий ва амалий аҳамияти, натижаларнинг амалиётга жорий этилиши, эълон қилинганлиги, ишнинг тузилиши бўйича маълумотлар келтирилган.

Диссертациянинг **«Металлургик ишлаб чиқаришнинг саноат чиқиндиларидан темир олиш технологияларини ривожлантиришнинг замонавий тенденциялари»** деб номланган биринчи бобида олтин таркибли концентратларни биооксидлаш жараёни кислотали чиқинди сувларини ва чиқинди кислоталарни зарарсизлатиришнинг замонавий аҳволи таҳлили, ташланма кислотали эритмалардан мишьякни йўқотиш усуллари, кислотали эритмалардан темирни турли реагентлар ёрдамида чўктириш ва мис эритиш жараёни шлақларидан темир олиш усуллари келтирилган.

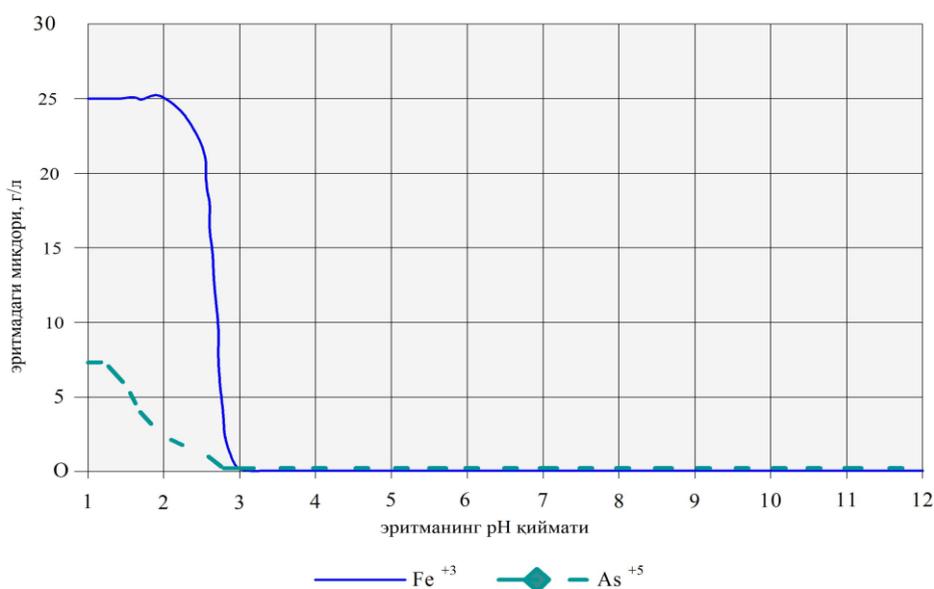
Тадқиқотлар натижасида турли реагентлар билан нейтраллаш жараёнида кислотали эритмалардан темир аморф гидроксид кўринишида чўкиши ҳамда у билан бирга мишьяк ҳам чўкиши аниқланди. Асосий эътиборни тортадиган жиҳат нейтраллаш жараёнида бўтанани рН қиймати тезда ўзгартирилганда қаттиқ фазага чўкадиган беқарор мишьяк сақловчи бирикмалар улуши ортишидир.

Сульфидли реагентлар билан қайта ишлашда мишьякнинг As_2S_3 кўринишида чўкиш жараёни ўрганилди, бироқ бу жараёнда мишьяк (III) сульфид билан бир қаторда мишьякнинг бир қисми мишьяк (V) сульфид As_2S_5 , кўринишида чўкмага ўтади ва мишьяк сульфидлари аралашмасини ҳосил қилади. Шу сабабли биринчи босқичда As (V) ни As (III) гача қайтариш тавсия этилади.

Диссертациянинг **«Турли рагентлар ёрдамида биооксидлаш жараёнининг кислотали чиқиндиларидан темирни мишьякдан**

ажратишни тадқиқ қилиш» деб номланган иккинчи бобида сульфидли олтин таркибли концентратларни бактериал танлаб эритиш жараёни ташланма кислотали эритмалардан темирни ажратиб олиш бўйича лаборатория тадқиқотлари натижалари келтирилган. Тадқиқотлар НКМК биооксидлаш ускунасидан олинган эритмада ўтказилди. Ташланма кислотали эритмаларни қайта ишлашнинг оптимал параметрларини аниқлаш ва эритмадан темирни мишьяк қўшимчаларисиз олиш асосий вазифа бўлиб ҳисобланди. Темирни чўктириш учун оҳакли сув, аммиакли сув ва ўювчи натрийдан фойдаланилди.

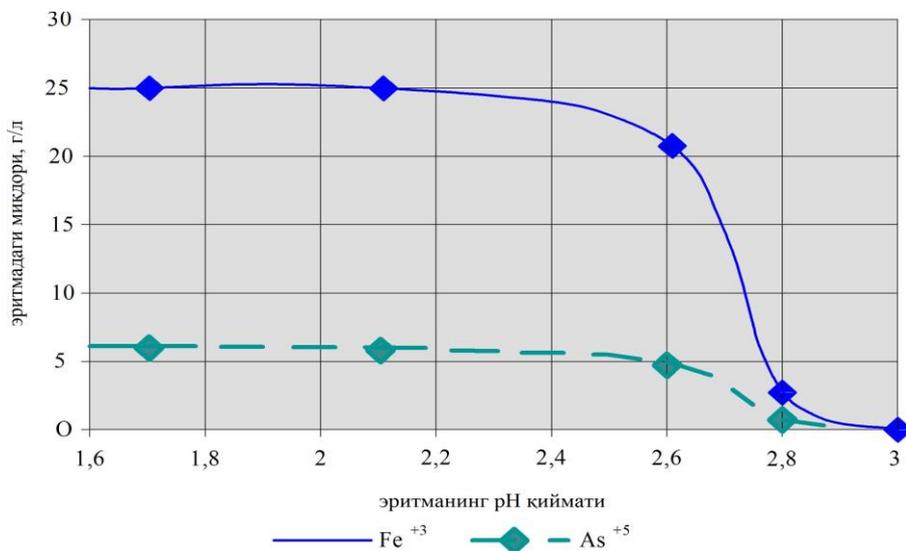
Темирни оҳакли сув билан чўктириш бўйича ўтказилган тажрибалар натижаси 1-расмда кетирилган бўлиб, кўриниб турибдики темир ва мишьяк бир пайтда чўкади ва $pH=2,8$ бўлганда темир ва мишьякнинг барчаси чўкади. pH қийматини кўтаришда давом этилганда мишьякнинг қайта эриб эритмага ўтиши кузатилмайди. Темир арсенат ҳосил бўлиши ҳисобига кутилган темир ва мишьякнинг ажралоши тахмини амалга ошмади, шунинг учун темирни чўкиши натижасида темир арсенат эмас, балки темир гидроксид ҳосил бўлди деб ҳисоблаш мумкин ва бу темир гидроксид ўзида барча мишьякни сорбциялаган.



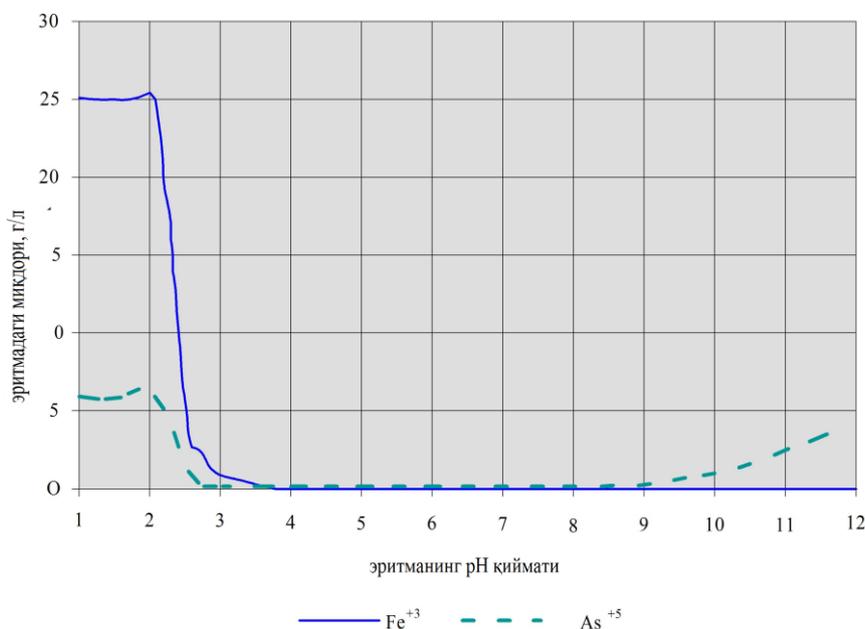
1-расм. Дастлабки НКМК эритмасида оҳакли сув билан чўктиришда темир ва мишьяк концентрациялари ўзгариши

Темирни аммиакли сув билан чўктириш бўйича ўтказилган тажрибалар натижалари 2-расмда келтирилган. Нейтраллаш жараёнининг дастлабки босқичида темир ва мишьякнинг концентрациялари эркин кислотанинг нейтралланиши ҳисобига деярли ўзгармайди. pH қиймати 2,6 дан ошганда темирнинг ҳамда у билан бирга мишьякнинг ҳам жадал чўкиши бошланади. Графикда кўриниб турганидек темир ва мишьяк бир пайтда чўкади ва $pH=2,8$ бўлганда чўкиш якунига етади. Кейинчалик pH қийматини оширишда давом этилганда темир ва мишьяк чўқмада қолади.

Темирни ўювчи натрий билан чўктириш бўйича ўтказилган тажрибалар натижалари 3-расмда келтирилган. Кўриниб турибдики $pH=2,8-3,0$ гача бўлганда $NaOH$ дан фойдаланилганда темир ва мишьяк бир хил миқдорда чўкади. Кейинчалик pH қиймати оширилганда $pH=8$ дан бошлаб мишьякнинг қайта эриши кузатилади. Темир эса чўкмада қолади (3-расм). Металл гидроксид чўкмаси сарғиш-жигарранг бўлиб, бир жинсли, ғовак, аморф массадан иборат. Майиндисперсли чўкма олинади.



2-расм. Дастлабки НКМК эритмасида аммиакли сув билан чўктиришда темир ва мишьяк концентрациялари ўзгариши



3-расм. Дастлабки НКМК эритмасида ўювчи натрий билан чўктиришда темир ва мишьяк концентрациялари ўзгариши

Шундай қилиб, биооксидлаш маҳсулотининг суяқ фазаси ўзида етарли миқдорда уч валентли темир (25 г/л) сақлаши ижобий бўлиб, маълум

миқдордаги беш валентли мишьяк (6 г/л) сақлаши эса салбий ҳисобланади. Суюқ фазани нейтраллашда чўктириш жараёни орқали темир ва мишьякни ажратиб бўлмади. $pH=2,0$ бўлганда темир ва мишьякнинг чўкиши бир вақтда бошланади ва $pH=2,8$ етганда бутунлай тўхтайтиди. Темир сақловчи эритмани ўювчи натрий билан нейтраллашда pH қиймати 8 дан ошганда мишьякнинг қайта эриш эффекти кузатилди.

Диссертациянинг «Кислотали эритмаларда олтингугурт газини ва янги реагент УД-19 қўллаш орқали мишьякни селектив чўктириш имкониятларини ўрганиш» деб номланган учинчи бобида сульфат кислота заводи газларини ва янги ишлаб чиқилган УД-19 реагентини мишьякни селектив чўктириш учун қўллаш бўйича тажриблар натижалари келтирилган.

Сульфат кислота заводи газлари таркибидаги олтигугурт (IV) оксиди таъсири натижасида мишьяк (V) кислотали эритмаларда As (III) гача қайтарилиши ва олтингугуртли реагентлар ёрдамида As_2S_3 кўринишида чўкиши кутилган эди. Кейин эса мишьякдан тозаланган темир таркибли қолдиқлар темир гидроксид олиш учун юборилади. Жараённинг кўрсаткичлари ва параметрларини аниқлаш мақсадида синовлар лаборатория шароитида ва ишлаб чиқариш миқёсида тажриба сифатида ўтказилди.

Мишьякни қайтариш бўйича тадқиқотлар лаборатория шароитида НКМК 3-гидрометаллургия заводнинг (ГМЗ-3) биооксидлаб эритиш ускунасининг 6-реакторидан олинган кислотали эритмаларидан олинган реал намуналарда (1-жадвал) ўтказилди. Таркибида 9,0-9,5% олтингугурт (IV) оксиди бўлган сульфат кислота заводи олтингугуртли газлари ёрдамида мишьяк (V) ни қайтариш даражаси ўрганилди.

1-жадвал

Дастлабки кислотали эритманинг кимёвий таркиби

pH	SO_4^{2-} , г/л	Fe^{3+} , г/л	Fe^{2+} , г/л	As^{5+} , г/л	As^{3+} , г/л
1,1	74,3	24,9	0,4	5,6	0,1

Тажриба учун 1л дастлабки кислотали эритмадан олинди ва кимёвий стаканга солиниб у орқали олтингугурт газини ўтказилди. Тажриба давомийлиги 1 соат бўлиб, беш ва уч валентли мишьяк концентрациясини таҳлил қилиш учун маълум вақт оралиғида намуналар олиб турилди. Тажрибалар натижасида 2-жадвалда келтирилган.

2-жадвал

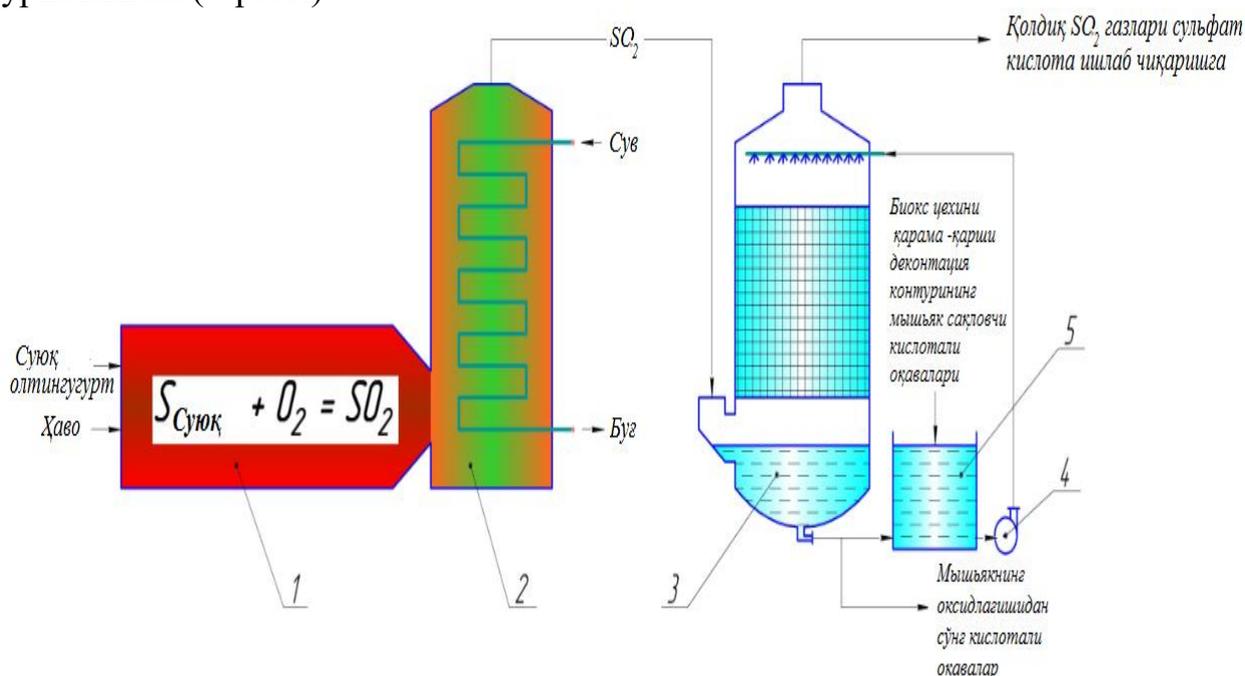
Лаборатория шароитида мишьякни қайтариш бўйича тажрибалар натижалари

Қайтарилиш вақти, мин	As^{5+} , мг/л	As^{3+} , мг/л
Дастлабки эритма	5600	100
5	3481	2119
15	3180	2530
30	3040	2640
60	2980	2635

2-жадвалдан кўриниб турибдики беш валентли мишьякни уч валентли мишьякка қайтарилиш даражаси 45%дан ошмаган. Мишьякнинг паст даражада қайтарлиши олтингугурт газининг эриш тезлиги катта эмаслиги ва таъсирлашиш усулига(пуфлаш ёки томчилатиш), газнинг парциал босимига ва газ пуфакчаларининг дисперслигига боғлиқлиги билан тушунтирилади

Эритмага газ пуркалганда зарур таъсирлашиш амалга ошмай, газнинг асосий қисми атмосферага ингичка оқим бўлиб чиқиб кетади

Икки фазанинг(газ – суюқлик) таъсирлашиши тўлиқлигини ошириш мақсадида абсорбердан фойдаланиш учун саноат-ишлаб чиқариш қурилмаси ўрнатилган.(4-расм).



- 1 – олтингугуртни ёқиш печи; 2 – иссиқлик котел-утилизатори;
 3 – олтингугурт (IV) оксиди билан қислотали оқаваларни таъсирлашишини ошириш учун абсорбер; 4 – циркуляция насоси; 5 – оралиқ идиш

4-расм. Биооксидлаш цехи кислотали оқавалари таркибидаги мишьякни олтингугурт (IV) оксиди билан тиклашнинг технологик схемаси

Саноат-ишлаб чиқариш синовлари натижалари кўрсатдики, суюқ ва газ фазаларининг таъсирлашишини абсорбер (томчилатиш усули) ёрдамида яхшилаш беш валентли мишьякни уч валентли мишьякка қайтарилиш даражасинининг тўлиқлигини оширади ва 45% ўрнига 65% ни ташкил этади. Лекин бу қайтарилиш даражаси беш валентли мишьякнинг қолдиқ концентрацияси юқорилиги сабабли кондицион темир маҳсулотини олиш имконини бермайди.

УД-19 янги реагенти ёрдамида темирдан мишьякни селектив ажратиб олиш бўйича тадқиқотлар натижалари келтирилган. Сульфат кислота

эритмалари УД-19 реактиви билан қайта ишланганда чўкмада мишьякнинг олтингугуртли бирикмалари ҳосил бўлади. Чўкманинг ҳосил бўлишини мишьякнинг УД-19 реагенти билан қайтарилиши натижаси деб тушунтириш мумкин, бунда темир эритмада қолади, мишьяк эса чўкмада. Таъкидлаш жоизки, мишьякнинг темирдан ажралиши фақат сульфат кислота эритмаларида қўлланилади. Нейтрал ва ишқорли эритмаларда УД-19 реагенти ёрдамида темирдан мишьякни ажратиб олиш тавсия этилмайди, сабаби бунда темир ҳам мишьяк билан бирга чўкмага ўтади.

Ишлаб чиқариш шароитларида биооксидлаш жараёни мишьяк таркибли кислотали эритмаларини тозалаш технологиясини ишлаб чиқиш бўйича тадқиқотлар икки босқичда ўтказилди.

Биринчи босқич биооксидлаш жараёни сульфат кислотали чиқиндиларини УД-19 реагенти ёрдамида қайта ишлаб As_2S_3 ни кислотали эритмалардан чўктиришни ўз ичига олган. Бунда темир кислотали эритмада қолади. Таъриба натижалари 3-жадвалда келтирилган, бу ерда УД-19 сарфи биооксидлаш жараёни кислотали чиқиндисининг 1 литри учун кўрсатилган.

3-жадвал

УД-19 реагенти ёрдамида мишьякни чўктириш

Намуна рақами	$As_{\text{умум}}$, мг/л	pH	Мишьякнинг ажралиши, %	УД-19 сарфи, мл/л
1 (исходная)	1742	1,2	0	–
2	1373	1,5	21,2	20
3	1384	1,7	20,6	50
4	1300	3,1	25,4	70
5	441	4,0	74,7	100
6	125	6,3	92,8	120
7	635	6,4	63,5	150
8	717	6,9	58,8	200

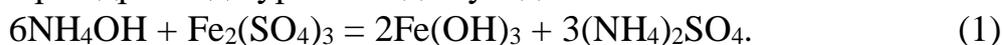
Биооксидлаш жараёни сульфат кислотали чиқиндиларини УД-19 реагенти ёрдамида чўктириш бўйича қайта таърибалар ўтказилганда, pH=6,1 бўлганда мишьякни чўкиши максимал бўлиши аниқланди ва бу рентгено-радиометрик таҳлил ёрдамида ўз тасдиғини топган. Таъриба натижалари 4-жадвалда келтирилган

4-жадвал

УД-19 реагенти ёрдамида мишьякни чўктириш таҳлили натижалари

№	Маҳсулот номи	Миқдори	
		As	Fe
1	Дастлабки намуна, г/л	5,7	26,2
2	УД-19 реагенти билан қайта ишлашдан кейинги чўкма, %	5,8	5,0
3	УД-19 реагенти билан қайта ишлашдан кейинги фильтрат, г/л	–	19

Иккинчи босқич ўз ичига кучсиз кислотали эритма (фильтрат)дан $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ ни чўктириш учун аммиак (25%) билан қайта ишлашни ўз ичига олади.Натижада, темир, кучсиз кислотали эритмани аммиак билан ишланганда темир гидроксид кўринишида чўкади:



Темир чўкканидан сўнг чўкма қуритилди, 800°C да қиздирилди ва такрорий кимёвий анализ ўтказилди,бунда темир оксиди таркибида мишьяк аниқланмади.Бундан келиб чиқадики, биооксидлаш жараёни сульфат кислотали чиқиндиларини УД-19 реагенти ёрдамида икки босқичли қайта ишлаш орқали темирни ажратиш мумкин

Шундай қилиб, биринчи марта биооксидлаш жараёни сульфат кислотали чиқиндилари таркибидаги темирдан мишьякни ажратишнинг содда схемаси ишлаб чиқилди. Ишлаб чиқилган усул мишьякни янги УД-19 реагенти ёрдамида чўктиришга асосланган бўлиб,жараённинг рентабеллиги ва тежамколиги оширилди.Натижада кислотали эритмаларни УД-19 реагенти ёрдамида қайта ишланганда саноат чиқиндилари ҳажми камаяди. Ишлаб чиқилган усул мишьякни зарарсиз ҳолда утилизация қилиб экологик муаммоларни ҳам ечиб беради.

Диссертациянинг **«Биооксидлаш жараёни кислотали ташланма эритмаларини қайта ишлашнинг технологик схемасини ишлаб чиқиш ва тажриба-саноат синовлари»** деб номланган тўртинчи бобида ишлаб чиқилган сульфидли флотоконцентратларни биооксидлаш жараёнининг кислотали ташланма эритмалари қайта ишлаш усулининг тажриба-саноат синовлари натижалари келтирилган

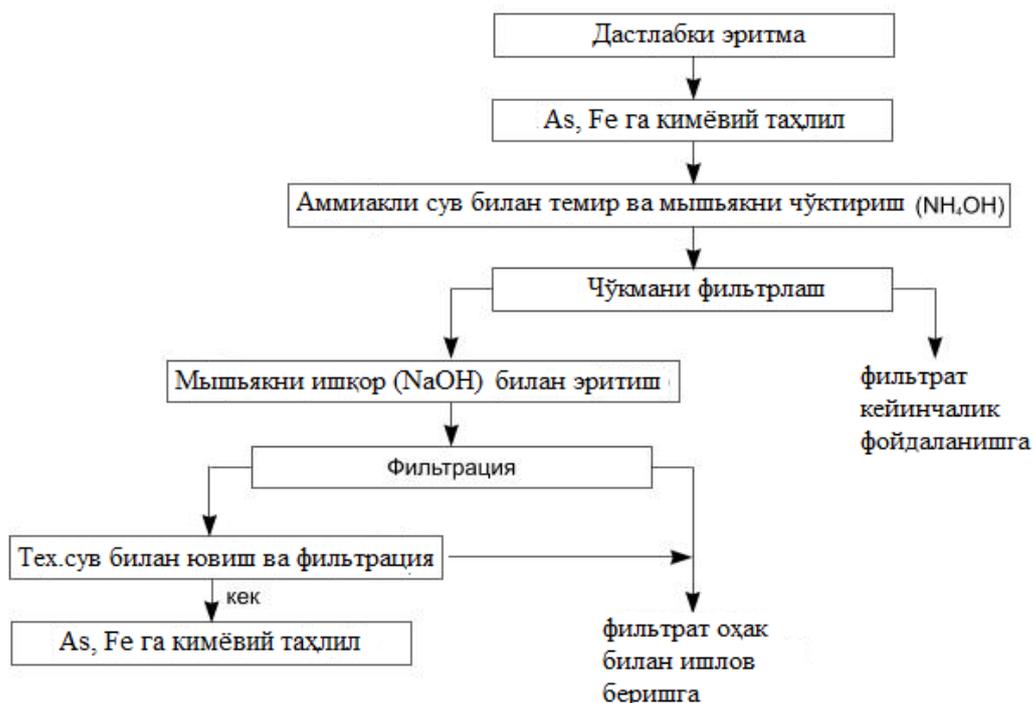
Тажриба тадқиқотлари натижаларига кўра темир ва мишьякни кислотали ташланмалардан аммиакли сув билан чўктиришни ва чўкмадан мишьякни ўювчи натрий билан эритиб йўқотишни ўз ичига олувчи НКМК 3-ГМЗда тадбиқ этилган технологик схема тавсия этилди (5-расм).

Ўтказилган синовларнинг асосий мақсади ташланма кислотали эритмаларни қайта ишлашнинг оптимал параметрларини аниқлаш ва эритмадан темирни мишьяк қўшимчаларисиз олиш эди.

Эритмани нейтраллаш ва металл гидрооксидларини чўктириш учун 25% ли аммиакнинг сувли эритмасидан фойдаланилди. Тажриба-саноат синовлари шароитида эритманинг рН қийматининг биооксидлаш эритмасини аммиакли эритма билан нейтраллашда пульпанинг суяқ фазасидаги металллар миқдорига таъсири ўрганилди.Тадқиқотлар натижасида маълум рН қийматида чўктириш усули орқали темирни мишьякдан ажралиши содир бўлмаслиги аниқланди,сабаби улар бирга чўкади

Мишьякни йўқотиш мақсадида чўкма ишқорли қайта ишлашга жўнатилди.Тажрибалар натижасида ҳарорат, NaOH концентрацияси ва бўтананинг зичлигининг чўкмани NaOH эритмаси билан белгиланган вақтда

танлаб эритиш орқали чўкмадан мишьякни ажратиб олиш кўрсаткичларига таъсири текшириб кўрилди



5-расм. Биооксидлаш жараёни кислотали ташланма эритмаларини қайта ишлашнинг тавсия этилган технологик схемаси

Металл гидроксидлари чўкмасидан мишьякни танлаб эритиш бўйича жараёни боришида қуйидаги оптимал параметрларда назорат тажрибалар ўтазилди:

- $P_{\text{нам чўкма}} : V_{\text{NaOH}} = 1:4$ ($K:C=1:24$);
- қўшиладиган эритмадаги NaOH концентрацияси – 150 г/л (умумий намлик ҳисобга олинганда – 125 г/л);
- босқичлар учун танлаб эритиш давомийлиги – 2 соат;
- босқичлар сони – 2;
- жараёни боришидаги ҳарорат – 40, 60 ва 80°C.

Бўтананинг қаттиқ фазасидаги металл гидроксидларидан мишьякни ажратиб олиш кўрсаткичлари 5-жадвалда кўрсатилган.

5-жадвалдан келиб чиқадики, металл гидроксидлари чўкмасини ишқорли қайта ишлашда мишьякни ажратиб олиш кўрсаткичларига ҳарорат ҳал қилувчи омил сифатида таъсир этади. Мишьякнинг умумий ажралиши барча тажрибаларда ҳароратга боғлиқ бўлиб, 80°C да умумий ажралиш 98,6%ни ташкил этди.

Шундай қилиб, сульфидли флотоконцентратларни биооксидлаш жараёнининг кислотали ташланма эритмаларини қайта ишлаш усули ишлаб чиқилди, бу усул ўз ичига 2 босқичли нейтраллаш жараёнини, 2-босқичда натрий гидроксид билан нейтраллаш, 2-босқичда ҳосил бўлган чўкмани эритмадан ажратиш, 1-босқичда нейтраллаш учун аммиакнинг 20% ли

эритмасидан, 2-босқичда эса 6% ли натрий гидроксид эритмасидан 20⁰Сда фойдаланиши билан фарқ қилади.

5-жадвал

Бўтананинг қаттиқ фазасидаги металл гидроксидларидан мишьякни ажратиб олиш кўрсаткичлари (Қ:С=1:24; Босқичлар учун танлаб эритиш давомийлиги– 2соат; NaOH концентрацияси= 125 г/л)

Т.р.	Тажриба харорати, °С	Босқич рақами	Қаттиқ намунадаги As миқдори, %		Ажралиши, %	
			дастлабки	чиқинди	жараёндан	умумий
1.	40	1	6,6	1,6	75,8	75,8
		2	1,6	1,1	31,3	7,6
2.	60	1	6,6	1,3	80,3	80,3
		2	1,3	0,5	61,5	12,1
3.	80	1	6,6	1,1	83,3	83,3
		2	1,1	0,09	91,8	15,3

Ишлаб чиқилган усул мишьяк таркибли кислотали чиқидилардан темирни ажратиб олиш, металлургик-саноат корхоналари таъсир доирасида мишьяк таркибли чиқидиларни салбий таъсирини қамайтириш, атроф-муҳитга экологик таъсирни, жараённинг энергетик ва иқтисодий харажатларини қамайтириш имконини беради.

Ишлаб чиқилган усул тажриба-саноат синовларида (НКМК 3-ГМЗ) қуйидагилар ўрнатилди:

– маълум бир рН қийматида чўктириш усули орқали мишьякдан темирни ажратиш имкони бор деб ҳисобланмайди, сабаби улар биргаликда чўкмага тушади. Тажриба-саноат шароитларида темир ва мишьяк гидроксидлари чўкмага ўтиши рН=3,0-3,2 бўлганда бошланади;

– 2 босқичда танлаб эритишдан сўнг назорат тажрибаларида эритиш чиқиндисидан мишьяк миқдори 0,09% бўлганда мишьякнинг ажралиши 98,6% ташкил этди.

«Мис эритиш жараёни техноген чиқиндиларидан темирни олиш усулини ишлаб чиқиш ва тажриба-саноат синовлари» деб номланган бешинчи бобда мис эритиш жараёни металлургик шлаklarини қайта ишлаш усули ишлаб чиқилган ва тажриба-саноат синовлари натижалари келтирилган.

Темир ажратиб олиш учун металлургик шлаklarни қайта ишлаш усули ишлаб чиқилди, унга кўра шлаklarдаги силикатлар умумий миқдорининг стехиометрик нисбатида аммоний фториди ёрдамида 300⁰С да шлаklar кремнийдан тозаланиб, олинган қаттиқ аммоний гексафторосиликат ва газ ҳолатида ажраладиган аммиак ва сув пари ажратилди, қолган чўкмадан темирни ажратиб олишнинг фарқи шундаки, темирни ажратиб олиш магнит саралагич ёрдамида металл қисми қолган чўкмадан ажратиш ва ажратилган металл қисми индукцион печьда 1300-1310⁰С да эритиш билан амалга оширилади.

Мис эритиш жараёни шлаklarини куйдириш учун герметик курилма конструкцияси яратилди.

Шундай қилиб, темир олиш мақсадида биринчи бор мис эритиш жараёни шлаklarидаги кўп таркибли силикатли ва ферритли тизимларни алоҳида оксидларга парчалаш курилмаси ишлаб чиқилди. Тадқиқотлар натижасида шлаklarга аммоний фторид тузининг таъсирлашиши натижасида улардаги кремний миқдорининг йўқолиши, бунда кремний билан бириккан темир тозаланиши аниқланди. Магнит саралагич ёрдамида темир бошқа кўшимчалардан ажратилиши ва тайёр маҳсулот олиш мақсадида эритишни индукцион печда амалга ошириш мумкинлиги ўрнатилди.

Тажриба-саноат синовлари натижасида ишлаб чиқилган технология «Олмалиқ кон-металлургия комбинат» АЖ шлаklarидан кремний ва темирни ажратишнинг галогенаммоний усули ёрдамида темирнинг металлургик чиқиндилардан ажралиши 90% атрофида бўлишига эришилган.

ХУЛОСА

«Металлургия ишлаб чиқариш корхоналари саноат чиқиндиларидан темирни ажратиш олиш технологиясини ишлаб чиқиш» мавзусидаги фалсафа доктори (PhD) диссертацияси бўйича олиб борилган тадқиқотларга асосланган ҳолда, назарий ва амалий аҳамиятга эга бўлган қуйидаги хулосалар тақдим этилди:

1. Олтин таркибли концентратларни биооксидлаш технологик жараёнида таркибида темир, олтингугурт, мышьяк ва бошқа металлар бўлган кислотали эритмалар юзага келади. Ушбу моддалар ҳар бири алоҳида фойдали ҳисобланади. Бироқ уларнинг бирикмаси ушбу моддаларнинг фойдали компонент сифатида ишлатишга тўсқинлик қилади. Шу сабабли бугунги кунда НКМК ДК да ушбу эритмалар оҳақтош ёрдамида нейтраллаштирилади ва чиқиндихонага юборилади.

2. Турли реагентлар ёрдамида биооксидлаш жараёнидаги кислотали оқаваларда темир ва мышьякнинг чўкиши ва чўкма таркибида уларнинг миқдори рН кўрсаткичига боғлиқлик қонуниятлари ўрганилди. Кислотали оқаваларни нейтраллашда мышьяк ва темирни чўкиши бир вақтда рН=2,8-3,6 да тўлиқ яқунланади.

3. Тадқиқотлар натижаларига кўра кислотали оқаваларни натрий гидрооксиди билан нейтраллашда мышьякнинг тескари эриш эффекти рН 8 дан юқори бўлганда рўй бериши аниқланди. Бунда мышьякнинг чўкмадан эритмага ўтиши жараёнга берилган тартибга боғлиқ ҳолда 93,3 дан 98,6 % гачани ташкил этади.

4. Ўтказилган тадқиқотлар асосида сульфидли флотоконцентратларни биооксидлаш жараёни кислотали ташландиқ эритмаларни қайта ишлаш усули ишлаб чиқилди. Аммиак суви ёрдамида темирни ва мышьякни кислотали оқавалардан чўктириш ва чўкмадан мышьякни натрий гидрооксиди ёрдамида эритиш йўли билан йўқотиш орқали темирни ажратиш олиш технологик схемаси тақлиф қилинади.

5. Чўкмадаги мышьякни натрий гидрооксиди ёрдамида эриш жараёнига натрий гидрооксидининг миқдори, жараённинг давомийлиги, ҳароратнинг таъсири тадқиқ қилинди. рН 8 дан юқори бўлганда мышьякнинг эриши температуранинг ошиши ва натрий гидрооксид миқдорининг ошиши билан жадал ошиши аниқланган.

6. Парлантириш орқали аммоний сульфат тузи ўғитини олиш учун дастлабки кислотали эритмаларга аммиакли ишлов беришдан сўнгги филтратни қайта ишлаш схемаси , ҳамда дастлабки биооксидлаш кислотали эритмалардан темираммонийли квасцлар олиш, кейинги босқичда мавжуд схема орқали қолдиқ эритмаларни нейтраллаш усули таклиф қилинади.

7. Биринчи мартаба биооксидлаш жараёни олтингугурт кислотали чиқиндилардаги мышьяк ва темирни ажратишнинг қисқартирилган схемаси ишлаб чиқилди. Ишлаб чиқилган усул олтингугурт кислотали эритмаларидан мышьякни янги реагент УД-19 ёрдамида чўктиришга асосланган бўлиб рентабелликнинг ошиши ва жараённинг тежамкорлигига олиб келади. Кислотали оқаваларга икки босқичли ишлов бериш схемаси таклиф қилинди ва бу орқали юқори тозаликдаги темир оксидини олиш таъминланади.

8. Кислотали чиқиндиларни УД-19 реагенти кўллаган ҳолда қайта ишлаш орқали саноат чиқиндилари ҳажми камаяди. Ишлаб чиқилган усул мышьякни хавфсиз усулда экологик муаммоларни ҳал қилган ҳолда утилизациялаш имконини беради.

9. Мис ишлаб чиқаришда пайдо бўладиган металлургик шлакларни қайта ишлашда, темир олиш мақсадида, аммоний фториди ёрдамида шлаклардаги кремнийни йўқотиш ва қолган чўкмадан темирни ажратиб олиш устида тадқиқотлар амалга оширилди. Биринчи мартаба темир олиш мақсадида мис эритиш жараёни шлакларидаги кўп таркибли силикатли ва ферритли тизимларни алоҳида оксидларга парчалаш қурилмаси ишлаб чиқилди. Тадқиқотлар натижасида шлакларга аммоний фторид тузининг таъсирлашиши натижасида улардаги кремний миқдорининг йўқолиши, бунда кремний билан бириккан темир тозаланиши аниқланган.

**НАУЧНЫЙ СОВЕТ DSc.17/30.12.2019.Т.06.01
ПО ПРИСУЖДЕНИЮ УЧЕНЫХ СТЕПЕНЕЙ ПРИ
НАВОЙСКОМ ГОСУДАРСТВЕННОМ ГОРНОМ ИНСТИТУТЕ**

НАВОЙСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ГОРНЫЙ ИНСТИТУТ

САНАКУЛОВ УМИДЖАН КУВАНДИКОВИЧ

**РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЖЕЛЕЗА ИЗ
ПРОМЫШЛЕННЫХ ОТХОДОВ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ
ПРОИЗВОДСТВ**

04.00.14 – Обогащение полезных ископаемых

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации доктора философии по техническим наукам (PhD)

Навои – 2020

Тема диссертации доктора философии (PhD) зарегистрирована в Высшей аттестационной комиссии при Кабинете Министров Республики Узбекистан за №B2020.2.PhD/T1555.

Диссертация выполнена в Навоийском государственном горном институте.

Автореферат диссертации на трех языках (узбекский, русский, английский (резюме)) размещен на веб-странице научного совета (www.ndki.uz) и на информационно-образовательном портале «ZiyoNet» (www.ziyo.net).

Научный руководитель: Эргашев Улугбек Абдурасулович
доктор технических наук

Официальные оппоненты: Абдурахмонов Сойиб Абдурахмонович
доктор технических наук, профессор

Мухиддинов Баходир Фахриддинович
доктор химических наук, профессор

Ведущая организация: ГП «Институт минеральных ресурсов»

Защита диссертации состоится 27 октября 2020 года в 14⁰⁰ часов на заседании научного совета DSc.17.30.12.2019.T.06.01 (адрес: 210100, г. Навои, ул. Галаба шох, 127. Зал заседаний Навоийского государственного горного института. Тел.: 0 (436) 223-23-32; факс: 0 (436) 223-49-66; e-mail: info@ndki.uz, nsmi@gmail.com).

С диссертацией можно ознакомиться в Информационно-ресурсном центре Навоийского государственного горного института (зарегистрирован за №58). Адрес: 210100, г. Навои, ул. Галаба шох, 127. Тел.: 0 (436) 223-23-32; факс: 0 (436) 223-49-66.

Автореферат диссертации разослан 13 октября 2020 года.

(реестр протокола рассылки №21 от 13 октября 2020 года).





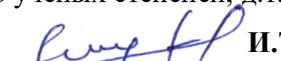
Б.Р.Раимжанов

Заместитель председателя научного совета по присуждению ученых степеней, д.т.н., профессор



Ш.Ш. Заиров

Ученый секретарь научного совета по присуждению ученых степеней, д.т.н., профессор



И.Т.Мислибаев

Председатель научного семинара при научном совете по присуждению ученых степеней, д.т.н., профессор

ВВЕДЕНИЕ (аннотация диссертации доктора философии (PhD))

Актуальность и востребованность темы диссертации. В мире потребление железа, являющегося наиболее используемым металлом, превышает 1 млрд. т в год, а доля на мировом рынке металлов составляет более половины. Ведущее место железа в добыче и использовании металлов связано с постоянным повышением потребностей людей в конструкционных материалах, таких как сталь и чугун, необходимых для развития всех отраслей экономики. Месторождения железных руд для выплавки стали выявлены в более 100 странах мира. Общие запасы железных руд в мире составляют около 400 млрд. т, в том числе половина из них является подтвержденными запасами. Однако, значительная часть минерально-сырьевой базы представлена бедными и средними по качеству рудами.

На сегодняшний день во всем мире разработано множество технологий получения качественного концентрата из бедных руд, но из-за низкой рентабельности они мало используются. Вместе с тем, металлургическое производство сопровождается образованием значительного количества различных отходов. В АО «Алмалыкский горно-металлургический комбинат» (АГМК) отвалы медных шлаков составляют более 13 млн. т. В Навоийском горно-металлургическом комбинате (НГМК) сбросы кислых растворов биометаллургии золота составляет более тысячи м³/час которые после нейтрализации направляются в хвостохранилище. Шлаки медного производства содержат довольно значительные количества железа, его содержание в шлаках находится в пределах 18-40 %. Сбросные кислые растворы биоометаллургии золота содержат 15-20 г/л железа. Это 360-480 тонн железа в сутки. Т. е. эти отходы можно рассматривать как дополнительные источники получения железа. В достаточной степени проведены исследования по извлечению железа из отходов черной (шлаки, шламы, прокатные окалины и др.) и цветной металлургии (шлаки медеплавильного производства, шламы, различного рода хвостовые отходы обогатительных фабрик), однако извлечение железа из сточных вод и кислых стоков различного происхождения до сих пор малоизучено. В связи с наблюдающейся тенденцией снижения легкодоступных запасов железной руды и неумолимо растущим спросом на этот металл особенно актуальной задачей становится разработка технологии извлечения железа из промышленных отходов металлургических производств.

На территории Республики Узбекистан имеется более двухсот мелких и крупных месторождений железной руды. Прогнозные ресурсы месторождений железных руд в Узбекистане оцениваются в 4,708 млрд. т, а подтвержденные запасы составляют более 1,0 млрд. т, которые могут обеспечить сырьем производство стали более чем на 150 лет. Крупными месторождениями являются Тебинбулок, Мингбулок, Сюрень-ота, однако содержание железа в промышленных рудах низкое и составляет 14-22 %. В Республике выполнен ряд научно-практических работ по внедрению и совершенствованию действующих технологий, повышению эффективности

процесса и снижению себестоимости получаемой продукции, разработке принципиально новых направлений, нетрадиционных способов и усовершенствованию существующих технологий металлургического производства, расширению минерально-сырьевых ресурсов страны и др. В Указе Президента Республики Узбекистан¹ определены важные задачи по «своевременному выполнению мероприятий программ по глубокой переработке минерально-сырьевых ресурсов при реализации инвестиционных проектов и продолжению политики стимулирования локализации производства...». В связи с этим становится актуальным решение задач по комплексному использованию сырья, извлечению металлов из вторичного лома и переходу на безотходные технологии.

Данное диссертационное исследование в определенной степени служит выполнению задач, предусмотренных в Постановлении Президента Республики Узбекистан ПП-3145 от 24 июля 2017 года «О мерах по совершенствованию управления научно-исследовательскими и проектно-изыскательскими работами в сфере промышленного освоения месторождений рудных полезных ископаемых», в Указе Президента Республики Узбекистан УП-4124 от 17 января 2019 года «О мерах по дальнейшему совершенствованию деятельности предприятий горно-металлургической отрасли», в Указе Президента Республики Узбекистан УП-4947 от 7 февраля 2017 года «О Стратегии действия по пяти приоритетным направлениям развития Республики Узбекистан в 2017-2021 годах», а также в других нормативно-правовых документах, принятых в этой сфере.

Соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологий республики. Данное исследование выполнено в соответствии с приоритетным направлением развития науки и технологий республики VIII. «Науки о земле (геология, геофизика, сейсмология и переработка минерального сырья)».

Степень изученности проблемы. Значительный вклад в развитие научных основ по комплексному использованию сырья и разработке технологий по извлечению железа из промышленных отходов внесли Губина В.Г., Зоря В.Н., Иванченко В.В., Кекух А.В., Лыкасов А.А., Мишурина О.А., Поволотский В.Д., Потапов К.О., Роцин В.Е., Рысс Г.М., Санакулов К.С., Санкаранараянан С.Р., Сидоренко А.А., Славин В.И., Соумия Т., Супрун Ю.М., Суреш Б., Таджибаев Д.Ю., Толочко А.И., Трушко О.В., Хайрутдинов Р.М., Шеремет В.А., Эргашев У.А. и другие ученые.

Большой вклад в технологию извлечения железа из промышленных отходов металлургических производств внесли специалисты и ученые АО «Алмалыкский горно-металлургический комбинат» под руководством проф. Санакулова К.С. и проф. Хасанова А.С.

¹ Указ Президента Республики Узбекистан №УП-4947 от 7 февраля 2017 г. «О стратегии действий по дальнейшему развитию Республики Узбекистан» // Сборник правовых документов Республики Узбекистан. – Т., 2017. – 103 с.

В зарубежной практике синтезом оксида железа из металлургических отходов занимались Суреш Б., Соумия Т. и Санкаранараянан С.Р., которыми проведены комплексные исследования по химическому обогащению шламов, шлаков, окалины и бедных руд. Китайскими исследователями из Пекинского университета науки и технологии проведены исследования по получению порошкообразного железа с массовой долей 96 % из отходов медеплавильного производства. Российскими учеными Толочко А.И., Славиным В.И., Супруном Ю.М., Хайрутдиновым Р.М., Мишуриной О.А. и др. получены результаты по доизвлечению железа из отходов черной металлургии и разработке технологии переработки техногенных стоков с целью извлечения меди, железа и марганца.

Анализ научных трудов отечественных и зарубежных исследователей указывает на их неоценимый вклад в области переработки промышленных отходов с целью извлечения железа, однако, степень изученности извлечения железа из сточных вод и кислых стоков охватывает узкий спектр исследований, тем самым подчеркивая востребованность данной диссертационной работы.

Связь диссертационного исследования с планами научно-исследовательских работ высшего образовательного учреждения, где выполнена диссертация. Исследование выполнено в рамках плана научно-исследовательских работ Навоийского государственного горного института и Ташкентского государственного технического университета им. Ислама Каримова на темы: «Разработка ресурсо- и энергосберегающих технологий переработки местных минеральных ресурсов и техногенных образований» (2015-2017 гг.); «Исследование жидкой фазы продукта биоокисления ГМЗ-3 с целью исключения применения известнякового молока при нейтрализации и исключении сброса продуктов нейтрализации в хвостохранилище ГМЗ-3» (2017 г.) и «Исследование химических и физико-химических процессов при бактериальном окислении флотоконцентрата» (2016-2018 гг.).

Целью исследования является извлечение железа из промышленных отходов металлургических производств путем разработки способов переработки кислых стоков процесса биоокисления сульфидных золотосодержащих концентратов и шлаков медного производства.

Задачи исследования:

исследование извлечения железа из кислых отходов биоокисления с применением различных реагентов;

исследование селективного осаждения мышьяка в кислых растворах для его разделения от железа;

разработка способа извлечения железа из кислых сбросных растворов процесса биоокисления сульфидных золотосодержащих концентратов;

опытно-промышленные испытания получения гидроокислов железа из кислых стоков установки биовыщелачивания;

разработка способа переработки металлургических шлаков для извлечения железа.

Объектом исследования являются промышленные отходы металлургических производств ГП «Навоийский горно-металлургический комбинат» и АО «Алмалыкский горно-металлургический комбинат».

Предмет исследования технология извлечения железа из промышленных отходов металлургических производств.

Методы исследований. Работа выполнена с применением комплексных методов исследований, включающих анализ научно-технической информации по извлечению железа из промышленных отходов металлургических производств, теоретические исследования с использованием аналитического, графоаналитического и статистического методов, лабораторные эксперименты, опытно-промышленные испытания и проверку разработанных методик в производственных условиях, а также методов математической статистики и корреляционного анализа результатов испытаний с применением современной компьютерной техники.

Научная новизна исследования заключается в следующем:

исследовано закономерности разделения железа от мышьяка в кислых растворах методом осаждения с использованием различных реагентов в зависимости от рН среды;

при нейтрализации кислых растворов едким натром впервые установлен эффект обратного растворения мышьяка при значениях рН выше 8 и рекомендована технологическая схема получения кондиционных соединений железа;

установлен оптимальный режим селективного разделения железа от мышьяка, содержащегося в кислых растворах, в зависимости от рН среды с использованием нового реагента УД-19;

с целью получения железа впервые разработана конструкция и установка по разложению многокомпонентных силикатных и ферритных систем шлаков медеплавильного производства на отдельные оксиды.

Практические результаты исследований заключаются в следующем:

рекомендована технологическая схема обработки кислых сбросных растворов биоокисления, включающую осаждение железа и мышьяка из кислых стоков аммиачной водой и удаление мышьяка из осадка растворением едким натром;

разработан метод разделения мышьяка от железа в сернокислых отходах процесса биоокисления с применением нового реагента УД-19.

разработан способ получения железа из техногенных отходов медеплавильного производства, позволяющий получить железо чистотой 98,5% путем его выделения из осадка процесса обескремнивания шлаков магнитной сепарацией и последующей плавкой в индукционной печи.

Достоверность результатов исследования. Достоверность результатов исследований доказана значительным объемом лабораторных и промышленных экспериментов по определению оптимальных режимов переработки техногенных образований медеплавильного производства и извлечения железа из кислых стоков процесса биоокисления

золотосодержащих концентратов, количественным подтверждением идеи работы по разделению мышьяка от железа из сернокислых растворов с применением различных реагентов, удовлетворительной сходимостью теоретических расчетов и результатов промышленных испытаний, положительными результатами, полученными при проверке в промышленных условиях разработанной технологической схемы извлечения железа из кислых стоков и промышленной апробацией предложенных рекомендаций.

Научная и практическая значимость результатов исследования.

Научная значимость результатов исследования обосновывается теоретическим обобщением, исследованием и установлением эффекта обратного растворения мышьяка при значении рН выше 8 в процессе нейтрализации железо-мышьяк содержащего кислого раствора едким натром, а также условий отделения оксида железа от диоксида кремния.

Практическая значимость результатов исследования характеризуется разработкой способа технологии извлечения железа из кислых сбросных растворов процесса биоокисления сульфидных золотосодержащих концентратов и переработки металлургических шлаков медного производства.

Внедрение результатов исследования. На основе комплексного подхода извлечения железа при переработке промышленных отходов металлургических производств:

технологическая схема извлечения железа из кислых стоков процесса биоокисления золотосодержащих концентратов внедрена в ГП «Навоийский горно-металлургический комбинат» (справка ГП «Навоийский горно-металлургический комбинат» №02-02-06/9282 от 3 сентября 2020 г.). В результате более 90% железа сбросных кислых стоков извлечено в виде гидрооксида железа для дальнейшего использования;

способ переработки металлургических шлаков для извлечения железа внедрен в АО «Алмалыкский горно-металлургический комбинат» (справка АО «Алмалыкский горно-металлургический комбинат» №АИ-56163 от 8 сентября 2020 г.). В результате обеспечено комплексное использование минерального сырья, достигнута высокая интенсивность процесса, повышена экологическая чистота производства, сокращена площадь отвалов, вовлечены в производство техногенные отходы и увеличена степень извлечения железа до 90%.

Апробация результатов исследования. Апробация результатов данного исследования проведена на 2 республиканских и 3 международных научно-практических конференциях.

Опубликованность результатов исследования. По теме диссертации опубликовано 16 научных работ, из них 2 патента на изобретение, в научных изданиях, рекомендованных для издания основных научных результатов диссертаций Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан,

изданы 5 статей, в том числе 4 из которых в республиканском и 1 в зарубежных журналах.

Структура и объем диссертации. Структура диссертации состоит из введения, пяти глав, заключения, списка использованной литературы и приложений. Объем диссертации составляет 116 страниц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обосновывается актуальность и востребованность проведенного исследования, цель и задачи исследования, характеризуются объект и предмет, показано соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологий республики, излагаются научная новизна и практические результаты исследования, раскрываются научная и практическая значимость полученных результатов, рекомендации по внедрению в практику результатов исследования, сведения по опубликованным работам и структуре диссертации.

В первой главе **«Современные тенденции развития технологии извлечения железа из промышленных отходов металлургических производств»** проведены анализы современного состояния утилизации кислых стоков процесса биоокисления золотосодержащих концентратов, способов удаления мышьяка из сбросных кислых растворов, способов осаждения железа из кислых растворов с помощью различных реагентов и способов получения железа из медеплавильного шлака.

В результате исследований установлено, что в процессе нейтрализации с применением различных реагентов железо из кислых растворов осаждается в виде аморфных гидроксидов и вместе с ним осаждается мышьяк. Особое внимание заслуживает то, что при быстром изменении pH пульпы при реализации процесса нейтрализации увеличивается доля нестабильных мышьяксодержащих соединений, осажденных в твердую фазу.

Изучен процесс осаждения мышьяка в виде As_2S_3 при обработке сульфидными реагентами, однако при этом наряду с трисульфидом часть мышьяка переходит в осадок в составе пентасульфида As_2S_5 , образуя смесь сульфидов мышьяка, в связи с чем рекомендуется на первой стадии проводить восстановление As (V) до As (III).

Во второй главе диссертации **«Исследование разделения железа от мышьяка в кислых растворах биовыщелачивания с использованием различных реагентов»** приведены результаты лабораторных исследований по извлечению железа из кислых сбросных растворов процесса бактериального выщелачивания сульфидных золотосодержащих концентратов. Исследования проводили на растворе, отобранном с установки биоокисления НГМК. Основной задачей являлось определение оптимальных параметров переработки кислых сбросных растворов и выделение железа из раствора без примеси мышьяка. Для осаждения железа использовали известковое молоко, аммиачную воду и едкий натр.

Результаты проведенных экспериментов осаждения железа с

использованием известкового молока представлены на рис. 1, в котором видно, что железо и мышьяк осаждаются одновременно и при $pH=2,8$ осаждаются все железо и весь мышьяк. При дальнейшем увеличении pH обратного растворения мышьяка не происходит. Предполагаемого разделения железа и мышьяка за счет образования арсената железа не произошло, поэтому можно предположить, что при осаждении железа образовался не арсенат железа, а гидроксид железа, которая сорбировала на себя весь мышьяк.

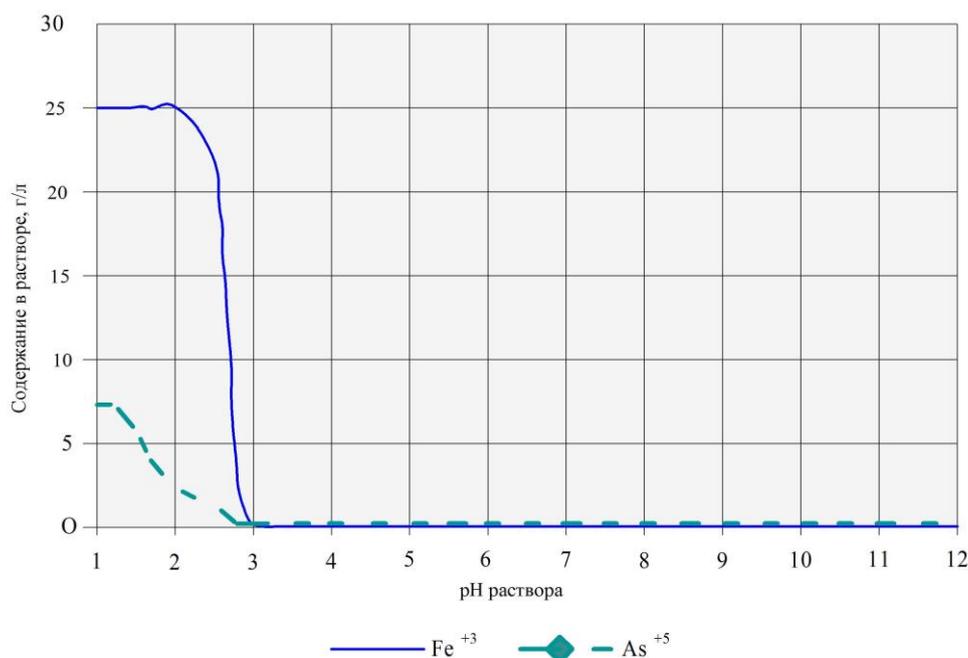


Рис. 1. Изменение концентраций железа и мышьяка в исходном растворе НГМК при осаждении известковым молоком

Результаты проведенных экспериментов осаждения железа аммиачной водой представлены на рис. 2. На начальной стадии нейтрализации концентрации железа и мышьяка изменяются незначительно в связи с нейтрализацией свободной кислоты. При достижении pH свыше 2,6 начинается обильное осаждение железа и вместе с ним мышьяка. Как видно из графика, железо и мышьяк осаждаются одновременно, осаждение заканчивается при $pH=2,8$. При дальнейшем увеличении pH железо и мышьяк остаются в осадке.

Результаты исследований по осаждению железа едким натром представлены на рис. 3. Как видно, при использовании $NaOH$, железо и мышьяк полностью осаждаются при значениях pH до 2,8-3,0. При дальнейшем увеличении pH , начиная с $pH=8$, происходит обратное растворение мышьяка. Железо остается в осадке (рис. 3). Осадок гидроксидов металлов представляет собой однородную, рыхлую, аморфную массу рыже-коричневого цвета. Осадок получается мелкодисперсный.

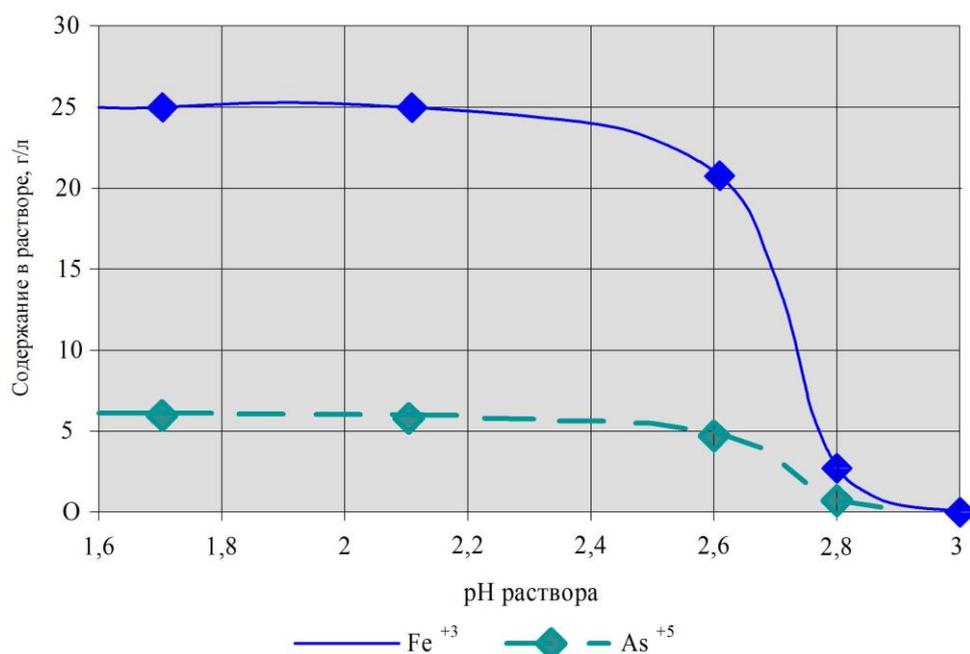


Рис. 2. Изменение концентраций железа и мышьяка в исходном растворе НГМК при осаждении аммиачной водой

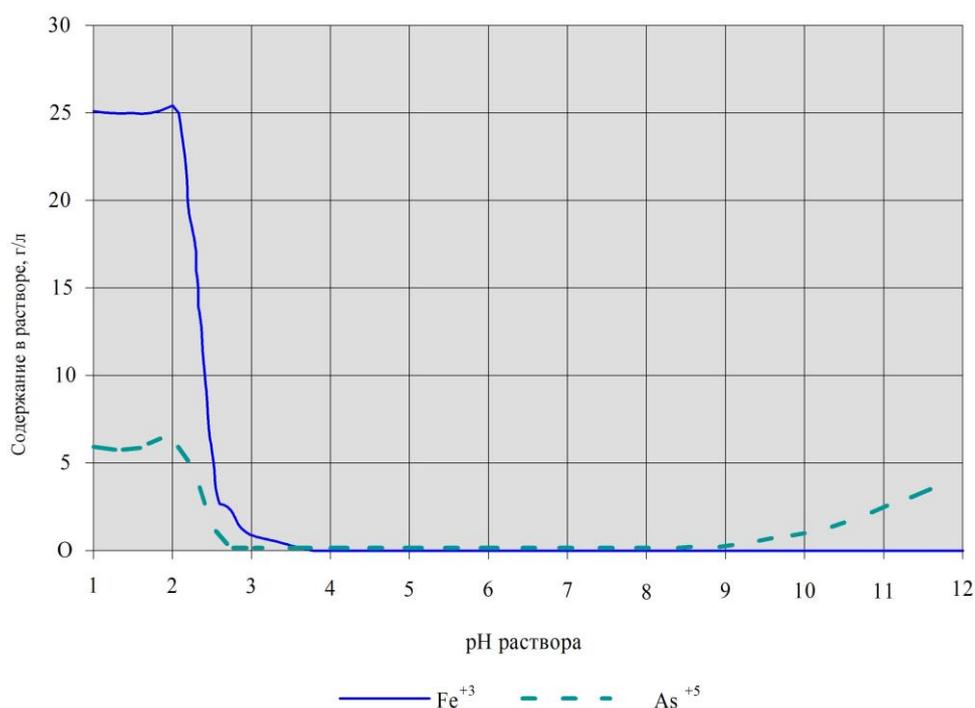


Рис. 3. Изменение концентраций железа и мышьяка в исходном растворе НГМК при осаждении едким натром

Таким образом, жидкая фаза продукта биоокисления содержит в себе значительное количество трехвалентного железа (25 г/л), что положительно, и определенное количество пятивалентного мышьяка (6 г/л), что отрицательно. Методом осаждения при нейтрализации жидкой фазы железом и мышьяком разделить не удалось. Осаждение железа и мышьяка начинается одновременно при pH=2,0 и уже при pH=2,8 заканчивается полностью. При

нейтрализации железосодержащего раствора едким натром обнаружен эффект обратного растворения мышьяка при значении рН выше 8.

В третьей главе диссертации «Исследование возможности селективного осаждения мышьяка в кислых растворах с применением сернистого газа и нового реагента УД-19» приводятся результаты исследований с применением газов сернокислотного завода и разработанного нового реагента УД-19 для селективного осаждения мышьяка.

Предполагалось, что при взаимодействии диоксида серы, содержащейся в газах сернокислотного завода, мышьяк (V) в кислых растворах восстанавливается до As (III) и осаждается в виде As_2S_3 с использованием сернистых реагентов. Далее очищенные от мышьяка железосодержащие стоки направляются для получения гидроксида железа.

В целях уточнения параметров и показателей процесса проводились испытания в лабораторных условиях и в опытно-промышленном масштабе.

В лабораторных условиях проведены исследования по восстановлению мышьяка на реальных пробах (табл. 1) из кислых растворов шестого реактора установки биовыщелачивания гидromеталлургического завода №3 (ГМЗ-3) НГМК. Изучена степень восстановления мышьяка (V) с помощью серосодержащих газов сернокислотного завода, содержащих 9,0-9,5% диоксида серы.

Таблица 1

Химический состав исходного кислого раствора

рН	SO_4^{2-} , г/л	Fe^{3+} , г/л	Fe^{2+} , г/л	As^{5+} , г/л	As^{3+} , г/л
1,1	74,3	24,9	0,4	5,6	0,1

Для опыта брали 1 л исходного кислого раствора, помещали в химический стакан и через него продували сернистый газ. Продолжительность опыта составляла 1 ч с отбором проб через определенные промежутки времени для анализа концентраций пяти- и трехвалентного мышьяка. Результаты опытов приведены в табл. 2.

Таблица 2

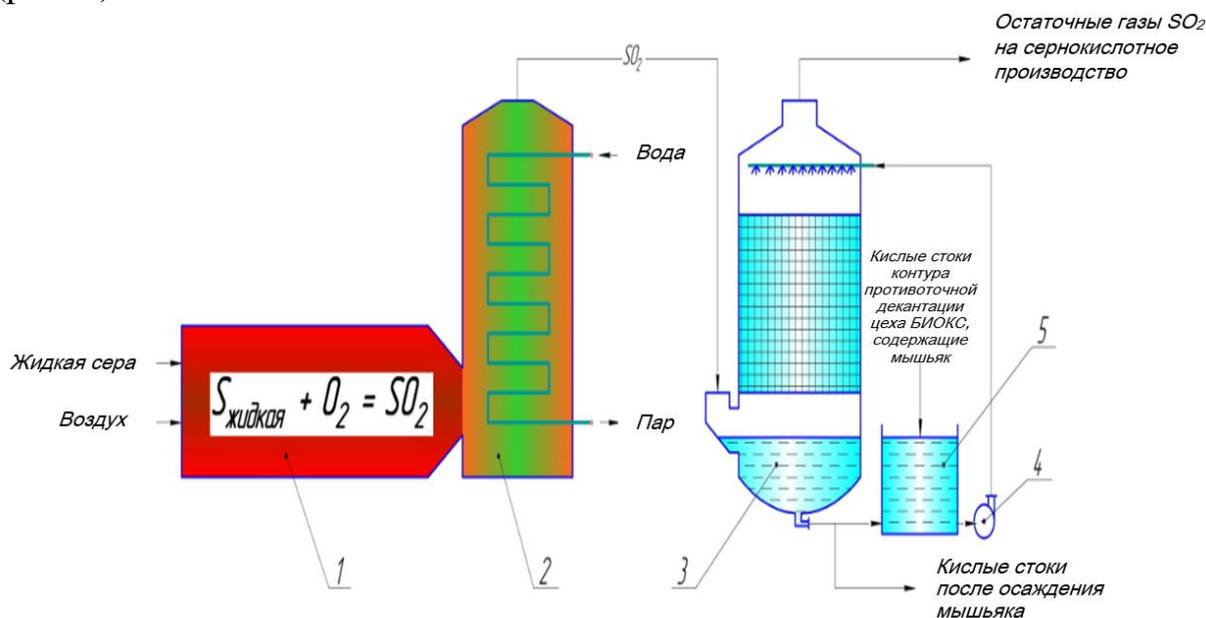
Результаты опытов по восстановлению мышьяка в лабораторных условиях

Время восстановления, мин	As^{5+} , мг/л	As^{3+} , мг/л
Исходный раствор	5600	100
5	3481	2119
15	3180	2530
30	3040	2640
60	2980	2635

Из табл. 2 видно, что восстановление пятивалентного мышьяка до трехвалентного достигало не более 45%. Низкая степень восстановления мышьяка объясняется тем, что скорость растворения сернистого газа невелика и зависит от способа контактирования (вдувание или орошение), парциального давления газа и дисперсности пузырьков газа.

Во время вдувания газа в раствор наблюдалось выделение основной части газа в атмосферу узкой струей, не обеспечивая должного контакта.

В целях повышения полноты контакта двух фаз (газ – жидкость) с использованием абсорбера смонтирована опытно-промышленная установка (рис. 4).



1 – печь сжигания серы; 2 – котел-утилизатор тепла; 3 – абсорбер для повышения контакта кислых стоков с диоксидом серы; 4 – циркуляционный насос; 5 – промежуточная емкость

Рис. 4. Технологическая схема восстановления мышьяка, содержащегося в кислых стоках цеха биоокисления диоксидом серы

Результаты опытно-промышленных испытаний показали, что улучшение контакта жидкой и газовой фаз с применением абсорбера (метод орошения) привело к повышению полноты восстановления пятивалентного мышьяка до трехвалентного, которая составила 65% вместо 45% в лабораторных условиях методом вдувания. Однако, эта степень восстановления в связи с высокой остаточной концентрацией пятивалентного мышьяка не позволяет получить кондиционные продукты железа.

Проведены исследования по селективному разделению мышьяка от железа с применением нового реагента УД-19. При обработке сернокислых растворов реактивом УД-19 образуются сернистые соединения мышьяка в осадке. Образование осадка можно объяснить восстановлением мышьяка реагентом УД-19, при этом железо остается в растворе, а мышьяк в осадке. Следует отметить, что разделение мышьяка от железа применяется только в сернокислом растворе. В нейтральных и щелочных растворах разделение железа от мышьяка с применением реагента УД-19 не рекомендуется, т.к. при этом железо тоже осаждается вместе с мышьяком.

При разработке технологии очистки мышьяксодержащих кислых отходов процесса биовыщелачивания в производственных условиях были проведены исследования в двух этапах.

Первый этап включал обработку сернокислых отходов процесса биоокисления реагентом УД-19 для осаждения As_2S_3 из кислого раствора. При этом железо остается в кислом растворе. Результаты эксперимента приведены в табл. 3, где расход реагента УД-19 приведен на 1 л кислого отхода процесса биоокисления.

Таблица 3

Осаждение мышьяка с помощью реагента УД-19

№ пробы	As _{общ} , мг/л	pH	Извлечение мышьяка, %	Расход УД-19, мл/л
1 (исходная)	1742	1,2	0	–
2	1373	1,5	21,2	20
3	1384	1,7	20,6	50
4	1300	3,1	25,4	70
5	441	4,0	74,7	100
6	125	6,3	92,8	120
7	635	6,4	63,5	150
8	717	6,9	58,8	200

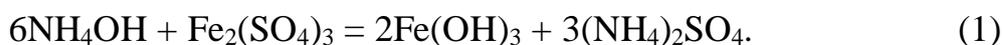
При проведении повторных лабораторных испытаний кислого раствора процесса биовыщелачивания реагентом УД-19 определено, что при pH=6,1 осаждение мышьяка максимальное, что подтверждается результатами рентгено-радиометрического анализа осадка. Результаты анализа приведены в табл. 4.

Таблица 4

Результаты анализа осаждения мышьяка реагентом УД-19

№	Наименование продукта	Содержание	
		As	Fe
1	Исходная проба, г/л	5,7	26,2
2	Осадок после обработки реагентом УД-19, %	5,8	5,0
3	Фильтрат после обработки реагентом УД-19, г/л	–	19

Второй этап включал обработку слабокислого раствора (фильтрата) аммиаком (25%) для осаждения $Fe_2(SO_4)_3$. В результате выщелачивания слабокислого раствора аммиаком, железо осаждается в виде гидроксида железа:



После осаждения железа осадок сушили, нагревали при 800°C и проводили повторный химический анализ, при этом мышьяк не обнаружился в оксиде железа. Отсюда следует, что железо можно разделить

двухступенчатой обработкой сернокислого раствора процесса биоокисления с применением реагента УД-19.

Таким образом, впервые разработана упрощенная схема разделения мышьяка от железа из сернокислых отходов процесса биоокисления. Разработанный метод основывается на осаждении мышьяка новым реагентом УД-19 из сернокислых растворов, увеличивая рентабельность и экономичность процесса. Вследствие переработки кислых отходов с применением реагента УД-19 уменьшаются объемы промышленных отходов. Разработанный способ позволяет утилизировать мышьяк в безопасном виде с решением экологических проблем.

В четвертой главе диссертации «**Разработка и опытно-промышленное испытание технологической схемы обработки кислых сбросных растворов биоокисления**» приведены результаты опытно-промышленных испытаний разработанного способа переработки кислых сбросных растворов процесса биоокисления сульфидных флотоконцентратов.

По результатам лабораторных исследований рекомендована внедренная в ГМЗ-3 НГМК технологическая схема, включающая осаждение железа и мышьяка из кислых стоков аммиачной водой и удаление мышьяка из осадка растворением едким натром (рис. 5).



Рис. 5. Рекомендуемая технологическая схема обработки кислых сбросных растворов биоокисления

Основной целью проведенных испытаний являлось определение оптимальных параметров переработки кислых сбросных растворов и выделение железа из раствора без примесей мышьяка.

Для нейтрализации раствора и осаждения гидроокисей металлов использовали 25%-ный водный раствор аммиака. В опытно-промышленных условиях изучено влияние рН раствора на содержание металлов в жидкой фазе пульпы при нейтрализации раствора биоокисления водным раствором аммиака. В результате исследований установлено, что разделение железа от мышьяка методом осаждения при определенном рН не представляется возможным, т.к. они осаждаются вместе.

В целях удаления мышьяка осадок подвергался щелочной обработке. В процессе испытаний было проверено влияние температуры, концентрации NaOH и плотности пульпы на показатели извлечения мышьяка из полученного осадка при выщелачивании осадка раствором NaOH в течение заданного времени.

Проведены заверочные опыты по выщелачиванию мышьяка из осадка гидроокисей металлов при следующих оптимальных параметрах ведения процесса:

- $P_{\text{влажного осадка}} \cdot V_{\text{NaOH}} = 1:4$;
- концентрация NaOH в добавляемом растворе – 150 г/л (с учетом общей влажности – 125 г/л);
- время выщелачивания на стадии – 2 ч;
- количество стадий – 2;
- температура ведения процесса – 40, 60 и 80°C.

Показатели извлечения мышьяка из твердой фазы пульпы гидроокисей металлов представлены в табл. 5.

Таблица 5

Показатели извлечения мышьяка из твердой фазы пульпы гидроокисей металлов

№ п/п	Температура опыта, °С	№ стадии	Содержание As в твердой пробе, %		Извлечение, %	
			исходное	хвосты	от операции	сквозное
1.	40	1	6,6	1,6	75,8	75,8
		2	1,6	1,1	31,3	7,6
2.	60	1	6,6	1,3	80,3	80,3
		2	1,3	0,5	61,5	12,1
3.	80	1	6,6	1,1	83,3	83,3
		2	1,1	0,09	91,8	15,3

Из табл. 5 следует, что при щелочной обработке осадка гидроокисей металлов температура оказывает решающее влияние на показатели извлечения мышьяка. Сквозное извлечение мышьяка во всех опытах зависело от температуры и при температуре 80°C общее извлечение составило 98,6%.

Таким образом, разработан способ переработки кислых сбросных растворов процесса биоокисления сульфидных флотоконцентратов, включающий их двухстадийную нейтрализацию, нейтрализацию на второй стадии гидроксидом натрия, отделение полученного после второй стадии осадка от раствора, отличающийся тем, что для нейтрализации на первой стадии используется 25%-ый раствор аммиака, на второй стадии используется 6%-ый раствор гидроксида натрия при 20⁰С.

Разработанный способ позволяет извлечь железо из техногенных мышьяксодержащих кислых отходов, минимизировать отрицательное воздействие мышьяксодержащих отходов в районе действия горно-металлургических предприятий, снизить экологическую нагрузку на окружающую среду, энергетические и материальные затраты на процесс.

При опытно-промышленном испытании разработанного способа в ГМЗ-3 НГМК установлено следующее:

– провести разделение железа от мышьяка методом осаждения при определенном рН не представляется возможным, т.к. они осаждаются вместе. В опытно-промышленных условиях начало выпадения осадка гидроокисей металлов железа и мышьяка происходит при рН=3,0-3,2;

– при проведении заверочных опытов после двух стадий выщелачивания извлечение мышьяка составило 98,6%, при содержании мышьяка в хвостах выщелачивания – 0,09%.

В пятой главе **«Разработка и опытно-промышленное испытание способа получения железа из техногенных отходов медеплавильного производства»** разработан способ переработки металлургических шлаков медеплавильного производства для извлечения железа и приведены результаты опытно-промышленного испытания.

Разработан способ переработки металлургических шлаков для извлечения железа, включающий обескремнивание шлаков фторидом аммония, взятым в стехиометрическом количестве по отношению к суммарному содержанию в шлаках силикатов, при 300⁰С, отделение полученного твердого гексафторосиликата аммония и выделяющихся газообразного аммиака и паров воды, последующее извлечение железа из оставшегося осадка, отличающийся тем, что извлечение железа осуществляют магнитной сепарацией с выделением металлической части из оставшегося осадка и последующей плавкой выделенной металлической части в индукционной печи при 1300-1310⁰С.

Сконструирована герметизированная установка для обжига шлаков медеплавильного производства.

Таким образом, с целью получения железа впервые разработана конструкция и установка по разложению многокомпонентных силикатных и ферритных систем шлаков медеплавильного производства на отдельные оксиды. Исследованиями установлено, что действием соли фтористого аммония на шлаки производилось их обескремнивание, при этом железо, связанное с кремнием очищается. Установлено, что действием магнитной

сепарации отделяется железо от остальных составляющих, плавку можно производить на индукционной печи с целью получения готовой продукции.

В результате опытно-промышленных испытаний разработанной технологии отделения кремния и железа галогеноаммонийным способом из шлаков в АО «Алмалыкский горно-металлургический комбинат» обеспечено извлечение железа в пределах 90% из металлургических отходов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На основе проведенных исследований по диссертации доктора философии (PhD) по техническим наукам на тему: «Разработка технологии извлечения железа из промышленных отходов металлургических производств» сделаны следующие заключения, имеющие теоретическую и практическую значимость:

1. В технологическом процессе биоокисления золотосодержащих концентратов образуются кислые растворы, содержащих железо, серу, мышьяк и другие металлы. Каждый из этих веществ в отдельности является полезным. Однако их смесь не позволяет использовать эти вещества как полезные, необходимо разделить ценные компоненты и мышьяк. Поэтому, в настоящее время в ГП НГМК данные растворы нейтрализуются известняком и сбрасываются в хвостохранилище.

2. Изучены закономерности осаждения мышьяка и железа из кислых стоков процесса биоокисления различными реагентами и их содержания в осадке в зависимости от величины рН. Установлено, что при нейтрализации кислых стоков осаждение мышьяка и железа происходит одновременно и при рН=2,8-3,6 заканчивается полностью.

3. По результатам исследований нейтрализации кислых стоков едким натром обнаружен эффект обратного растворения при значении рН выше 8. При этом переход мышьяка из осадка в раствор составляет от 93,3 до 98,6 % в зависимости от заданных режимов процесса.

4. На основе проведенных исследований разработан способ переработки кислых сбросных растворов процесса биоокисления сульфидных флотоконцентратов. Рекомендована технологическая схема извлечения железа, включающая осаждение железа и мышьяка из кислых стоков аммиачной водой и удаление мышьяка из остатка растворением едким натром.

5. Исследовано влияние концентрации гидроксида натрия, продолжительности и температуры на процесс растворения мышьяка из осадка с использованием едкого натра. Установлено, что при значении рН выше 8 растворимость мышьяка резко увеличивается с повышением температуры и концентрации гидроксида натрия.

6. Предложена схема переработки фильтрата после аммиачной обработки исходных кислых растворов для получения соли удобрения сульфата аммония путем выпаривания, а также получение из исходных

кислых растворов биоокисления железоаммонийных квасцов с последующей нейтрализацией остаточных растворов по существующей схеме.

7. Впервые разработана упрощенная схема разделения мышьяка от железа из сернокислых отходов процесса биоокисления. Разработанный метод основывается на осаждении мышьяка новым реагентом УД-19 в сернокислом растворе, увеличивая рентабельность и экономичность процесса. Предложена двухступенчатая схема обработки кислых стоков, обеспечивающая получение оксида железа высокой чистоты.

8. Вследствие переработки кислых отходов с применением реагента УД-19 уменьшаются объемы промышленных отходов. Разработанный способ позволяет утилизировать мышьяк в безопасном виде с решением экологических проблем.

9. Проведены исследования по переработке металлургических шлаков, образующихся при производстве меди. С целью получения железа впервые разработана конструкция и установка по разложению многокомпонентных силикатных и ферритных систем шлаков медеплавильного производства на отдельные оксиды. Фтористый аммоний, взаимодействуя с кремнием, образует его соединения, высвобождая железо, связанное с кремнием.

**SCIENTIFIC ON AWARDING SCIENTIFIC DEGREES COUNCIL
DSc.17 /30.12.2019.T.06.01 AT NAVOI STATE MINING INSTITUTE**

NAVOI STATE MINING INSTITUTE

SANAKULOV UMIDJAN KUVANDIKOVICH

**DEVELOPMENT OF TECHNOLOGY FOR EXTRACTION OF IRON
FROM INDUSTRIAL WASTE OF METALLURGICAL PRODUCTIONS**

04.00.14 – Mineral processing

**DISSERTATION ABSTRACT
FOR THE DOCTOR OF PHILOSOPHY (PhD) OF TECHNICAL SCIENCES**

Navoi – 2020

The topic of the dissertation of a Doctor of Philosophy (PhD) is registered in the Higher Attestation Commission under the Cabinet of Ministers of the Republic of Uzbekistan under No. B2020.2.PhD/T1555.

The dissertation was completed at the Navoi State Mining Institute.

The abstract of the dissertation is posted in three languages (Uzbek, Russian, English (resume) is on the website of the Scientific Council (www.ndki.uz) and on the information and educational portal «ZiyoNet» (www.ziynet.uz).

Scientific supervisor: **Ergashev Ulugbek Abdurasulovich**
doctor of Technical Sciences

Official opponents: **Abdurahmonov Soyib Abdurahmonovich**
doctor of Technical Sciences, Professor

Muhiddinov Bahodir Fahriddinovich
doctor of Chemical Sciences, Professor

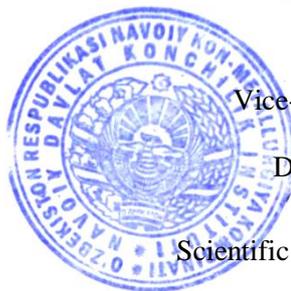
Leading organization: **SE «Institute of Mineral Resources»**

The defence of the dissertation will be held on 27 October 2020 at 14⁰⁰ at the meeting of of single of the Scientific council of scientific degrees DSc.17/30.12.2019.T.06.01 at the Navoi State Mining institute. Address: 210100, Navoi, Galaba street, 127. Phone: 0 (436) 223-23-32; fax: 0 (436) 223-00-55; e-mail: info@ndki.uz. nsmi@gmail.com.

The doctoral dissertation has been registered at the Information Resource Centre of the Navoi State Mining Institute under No 58 Address: 210100, Navoi, Galaba street, 127. Phone: 0 (436) 223-56-90; fax: 0 (436) 223-00-55.

The abstract of the dissertation is distributed on 13 October 2020.

Protocol at the register No 21 dated 13 October 2020.



B.R. Raimjanov

B.R.Raimjanov
Vice-chairman of the Scientific Council for
awarding the scientific degrees,
Doctor of Technical Sciences, Professor

Sh.Sh. Zairov

Sh.Sh. Zairov
Scientific Secretary of the Scientific Council for
Awarding the scientific degrees,
Doctor of Technical Sciences, Professor

I.T. Mislibaev

I.T.Mislibaev
Chairman of the scientific seminar under the Scientific
Council for awarding the scientific degrees,
Doctor of Technical Sciences, Professor

INTRODUCTION (abstract of the PhD dissertation)

The aim of the research work is to extract iron from industrial waste of metallurgical industries by developing methods for processing acidic effluents from the biooxidation process of sulfide gold-containing concentrates and slags of copper production.

The object of the research is industrial waste of metallurgical production of the State Enterprise «Navoi Mining and Metallurgical Combine» and JSC «Almalyk Mining and Metallurgical Combine».

The scientific novelty of the research is as follows:

the regularities of the separation of iron from arsenic in acidic solutions by precipitation with the use of various reagents, depending on the pH of the medium, was investigated;

when neutralizing acidic solutions with caustic soda, for the first time the effect of reverse dissolution of arsenic at pH values above 8 was established and a technological scheme for obtaining conditioned iron compounds was recommended;

the optimal mode of selective separation of iron from arsenic contained in acidic solutions was established, depending on the pH of the medium, using a new reagent UD-19;

with the aim of producing iron, for the first time, a design and installation for the decomposition of multicomponent silicate and ferrite slag systems of copper-smelting production into individual oxides was developed.

Implementation of research results. Based on an integrated approach to iron extraction during the processing of industrial waste from metallurgical industries:

the technological scheme for the extraction of iron from the acidic effluents of the biooxidation of gold-containing concentrates was implemented at the State Enterprise «Navoi Mining and Metallurgical Combine» (certificate of the State Enterprise «Navoi Mining and Metallurgical Combine» No. 02-02-06 / 9282 dated September the 3rd, 2020). As a result, more than 90% of the iron in the acid waste effluents is recovered in the form of iron hydroxide for further use;

a method for processing metallurgical slags for iron extraction has been introduced at Almalyk Mining and Metallurgical Combine JSC (certificate of Almalyk Mining and Metallurgical Combine JSC No. AI-56163 dated September the 8th, 2020). As a result, the complex use of mineral raw materials was ensured, a high intensity of the process was achieved, the ecological cleanliness of production was increased, the area of dumps was reduced, man-made wastes were involved in the production and the degree of iron extraction was increased to 90%.

The structure and volume of the dissertation. The structure of the dissertation consists of an introduction, five chapters, conclusion, list of references, appendices. The volume of the thesis is 116 pages.

ЭЪЛОН ҚИЛИНГАН ИШЛАР РЎЙХАТИ

СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ

LIST OF PUBLISHED WORKS

І бўлим (І часть, part I)

1. Патент РУз № IAP 04650. Способ переработки металлургических шлаков для извлечения железа // Эрназаров М., Усманов Н., Самадов А.У., Санакулов У.К. // Зарегистрирован в государственном реестре изобретений Республики Узбекистан 23.01.2013 г.

2. Самадов А.У., Эрназаров М., Санакулов У.К. Исследование извлечения железа из шлаков галогеноаммонийным способом // Горный вестник Узбекистана. – Навои, 2014. – №3. – С.104-105 (05.00.00; №7).

3. Санакулов К.С., Самадов А.У., Эрназаров М., Санакулов У.К. Термодинамические расчеты взаимодействия компонентов техногенного сырья с фторидами аммония // Горный журнал. Специальный выпуск. – Москва, 2017. – №2. – С. 121-126 (05.00.00; №28).

4. Патент РУз № IAP 05376. Способ переработки золотосодержащего сырья // Эрназаров М., Самадов А.У., Санакулов У.К., Раимжанов Б.Р., Бекмурзаев Б.Б., Хаспаладов В.Ш., Абдулхаметов А.А. // Зарегистрирован в государственном реестре изобретений Республики Узбекистан 24.03.2017 г.

5. Санакулов У.К., Тажибаев Д.Ю., Эргашев У.А. Извлечение железа из кислых сбросных растворов процесса биоокисления сульфидных золотосодержащих концентратов // Горный вестник Узбекистана. – Навои, 2020. – №3. – С. 73-75 (05.00.00; №7).

II бўлим (II часть; part II)

6. Якубов М.М., Худояров С.Р., Жураев Н., Санакулов У.К. Исследование процесса переработки отходов с содержанием благородных металлов // Композиционные материалы. – Ташкент, 2013. – №2. – С. 36-38.

7. Эрназаров М., Самадов А.У., Санакулов У.К. Металлургия корхоналари чиқиндиларини янги усулда қайта ишлаш имкониятлари // Материалы VI Международной научно-практической конференции на тему: «Современные техника и технологии горно-металлургической отрасли и пути их развития». – Навои, 14-16 мая 2013. – С. 111.

8. Самадов А.У., Эрназаров М., Санакулов У.К., Мавлонов Х., Мирджалилова С. Современный метод переработки техногенных отходов металлургического производства // Республиканская научно-техническая конференция на тему: «Современные проблемы рационального недропользования». – Ташкент, 2013. – С. 178-179.

9. Бердияров Б., Худояров С., Самадов А.У., Юсупходжаев А.А., Санакулов У.К., Валиев Х. Исследование восстановления феррита цинка при вельцевании цинковых кеков // Республиканская научно-техническая

конференция на тему: «Современные проблемы рационального недропользования». – Ташкент, 2013. – С. 224-225.

10. Самадов А.У., Бердияров Б., Худояров С., Юсупходжаев А.А., Санакулов У.К., Валиев Х. Исследование образования и предотвращения ферритов и силикатов цинка при обжиге сульфидных цинковых концентратов в печах кипящего слоя // Республиканская научно-техническая конференция на тему: «Современные проблемы рационального недропользования». – Ташкент, 2013. – С. 225-226.

11. Самадов А.У., Холикулов Д.Б., Худояров С.Р., Санакулов У.К., Бердияров Б.Т. Изучение возможности извлечения металлов из отходов металлургического производства // Республиканская научно-техническая конференция на тему: «Современные проблемы рационального недропользования». – Ташкент, 2013. – С. 227-230.

12. Эрназаров М., Самадов А.У., Санакулов У.К., Худояров С.Р., Бердияров Б.Т. Исследование извлечения железа из шлаков галогеноаммонийным способом // Республиканская научно-техническая конференция на тему: «Современные проблемы рационального недропользования». – Ташкент, 2013. – С. 231-232.

13. Якубов М.М., Самадов А.У., Эрназаров М., Санакулов У.К., Мавлонов Х., Дадаматова Н.Э. Исследование извлечения железа из шлаков галогеноаммонийным способом // «Янги композицион материаллар олиш учун махаллий ва иккиламчи хом ашёлардан тайёрланган ингредиентлар» Республика илмий-техникавий конференцияси материаллари. – Тошкент, 2014. – 301-303 б.

14. Эрназаров М., Раимжанов Б.Р., Самадов А.У., Санакулов У.К. Разработка технологии комплексной переработки хвостовых отвалов золотоизвлекательных фабрик // Сборник научных статей Международной научно-технической конференции на тему: «Проблемы и пути инновационного развития горно-металлургической отрасли». – Ташкент, 2014. – С. 156-159.

15. Патент РУз № FAP 05376. Способ переработки кислых сбросных растворов процесса биоокисления сульфидных флотоконцентратов // Санакулов У.К., Таджибаев Д.Ю. // Зарегистрирован в государственном реестре изобретений Республики Узбекистан 26.09.2018 г.

16. Санакулов У.К., Эргашев У.А. Опытные-промышленные испытания получения пигментов из кислых стоков установки биовыщелачивания // Материалы Международной научно-технической конференции на тему: «Достижения, проблемы и перспективы развития комплексного инновационного развития Зарафшанского региона». – Навои, 27-28 ноября 2019 г. – С. 204-206.



Автореферат «Ўзбекистон кончилик хабарномаси» журналидан таҳрирдан ўтказилди.

Бичими 60x84 ¹/₁₆. Офис қоғози. Рақамли босма усулда. Times гарнитураси.
Шартли босма табағи 2,5. Адади 60. Буюртма № 83

“NEXT MA'LUMOTLAR MARKAZI” МЧЖ босмахонасида чоп этилди.
Босмахона манзили: Навоий в., Навои ш., А.Авлоний кўчаси
14-сонли савдо маркази