

**НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ  
ИНСТИТУТ ГЕОМЕХАНИКИ И ОСВОЕНИЯ НЕДР  
ЖАЛАЛ-АБАДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ**

**Диссертационный совет Д.25.19.587**

На правах рукописи  
УДК 622.06:552.331.4(043)

**САДЫРАЛИЕВА УУЛБОЛСУН ЖЕЕНКУЛОВНА**

**РАЗРАБОТКА КОМПЛЕКСНОЙ ТЕХНОЛОГИИ ПЕРЕРАБОТКИ  
НЕФЕЛИНОВЫХ СИЕНИТОВ МЕСТОРОЖДЕНИЯ САНДЫК**

**Специальность: 25.00.13 – «Обогащение полезных ископаемых»**

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Бишкек – 2019

Работа выполнена в Институте горного дела и горных технологий им. У.Асаналиева при Кыргызском государственном техническом университете им. И.Раззакова МОиН КР

**Научные руководитель:** доктор технических наук  
Тастанов Ербулат Адиятович

**Официальные оппоненты:**

**Ведущая организация:**

Защита состоится « » \_\_\_\_\_ 2019 г. в \_\_\_\_\_ часов на заседании Диссертационного Совета Д.25.19.587 в Институте Геомеханики и освоения недр НАН КР и Жалал – Абадском государственном университете по адресу: 720035, г. Бишкек, ул. Медерова, 98.

Факс +996(312)54-11-82

E-mail: ifmgp@yandex.ru

С диссертацией можно ознакомиться на сайте института [www.igion.megaline.kg](http://www.igion.megaline.kg)

Ученый секретарь  
диссертационного совета  
к.ф-м.н., доцент

Исаева Г.С.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность темы диссертации.** Основным сырьем, на котором базируется алюминиевая промышленность, являются высококачественные бокситы. Из них глинозем производят наиболее простым и экономичным способом Байера. Однако растущая потребность в производстве алюминия и продуктов на его основе, с одной стороны, и некоторая ограниченность запасов бокситов, с другой, вызвали необходимость использования других видов глиноземсодержащего сырья. Сырьевая база алюминиевой, химической и фарфоро-фаянсовой промышленности значительно расширилась благодаря другим разведанным видам глиноземсодержащего сырья. К таким видам сырья относятся нефелины, глины, каолины, алуниты, аргиллиты, бентониты, низкокачественные бокситы, запасы которых имеются в достаточно больших количествах и месторождения их повсеместно распространены. Эти виды сырья, несмотря на сравнительно низкое содержание глинозема, содержат помимо алюминия другие полезные компоненты. Промышленная переработка данных руд может быть целесообразной при комплексном использовании сырья.

С этой точки зрения актуальна работа по изучению возможности разработка комплексной технологии переработки нефелиновых сиенитов месторождения Сандык Республики Кыргызстан.

### **Связь темы диссертации с научными программами, темами.**

1. Программа «Научно-технологическое обоснование развития редкометалльной отрасли в Казахстане на 2011 - 2014 годы». Госрегистрация №0112РК00741).

2. Программа: Технологии обогащения и переработки труднообогатимого и низкокачественного сырья на 2014-2016 годы. Госрегистрация № 0114РК00477).

**Цель диссертационной работы:** Разработка комплексной технологии переработки нефелиновых сиенитов Сандыкского месторождения.

### **Задачи исследований:**

1. Исследование химического, гранулометрического, минералогического состава нефелиновых сиенитов.
2. Изыскание возможности предварительной магнитной сепарации руды с целью отделения железа, кремнезема и других компонентов, мешающих процессу извлечения глинозема при химическом обогащении.
3. Определение энергоэффективных способов предварительной активации нефелиновой руды перед химическим обогащением.
4. Разработка технологии переработки алюмокарбонатного галлийсодержащего осадка с целью извлечения галлия.
5. С целью получения содо-бикарбонатного рубидийсодержащего раствора переработка обескремненного силикатного раствора от обогащения нефелиновой руды способом карбонизации.

6. Разработка аммиачной технологии получения пентаоксида ванадия из ванадиевого кека.

**Научная новизна работы:** *(по специальности: 25.00.13 – «Обогащение полезных ископаемых»)*

1. Разработан способ химического обогащения нефелинов включающий измельчение, термическую обработку в паровоздушной среде при температуре 350-500°C с последующим автоклавным щелочным выщелачиванием.

2. Определены условия интенсификации процесса активации нефелиновой руды перед обогащением способом обработки материала содовым раствором с концентрацией 120-150 г/л в пределах интервалов температуры от 100 до 150°C.

3. Разработан способ переработки алюмокарбонатного галлийсодержащего осадка методом обработки алюминатным раствором с получением осадка гидроксида алюминия и последующей карбонизацией отфильтрованного раствора газом, содержащим CO<sub>2</sub>.

#### **Практическая и экономическая значимость полученных результатов.**

Разработанная технологическая схема позволит вовлечь в переработку нефелиновые руды месторождения Сандык с получением в виде готовой продукции товарный глинозем, рубидиевые квасцы, пентаксид ванадия, галлий, также в виде побочных продуктов гидросиликаты натрия и кальция применяющиеся в производстве строительных материалов.

#### **Основные положения диссертации, выносимые на защиту:**

*(по специальности 25.00.13 – «Обогащение полезных ископаемых»)*

1. Разработанный способ обогащения нефелиновой руды с предварительной активацией паровоздушной смесью и содовым раствором.
2. Усовершенствованная технологическая схема химического обогащения нефелиновых сиенитов с получением глинозема и белого шлама.
3. Разработанная технологическая схема получения концентратов галлия и ванадия из обескремненного силикатного раствора методом трехстадийной карбонизации.
4. Разработанная аммиачная технология получения пентаоксида ванадия из ванадиевого кека, включающая операций получения метаванадата аммония, поливанадата аммония и пентооксида ванадия.
5. Разработанный способ концентрирования рубидия в маточном поташном растворе методами упаривания и стадийной кристаллизации соды и поташа.

**Личный вклад автора состоит:** В анализе современного состояния технологий переработки нефелинов; в анализе вещественного состава; в

разработке физико-химических исследований с целью установления влияния щелочей на процесс обогащения; непосредственное выполнение лабораторных исследований по магнитной сепарации, активации и автоклавному выщелачиванию нефелинового сырья; в разработке комбинированной технологии комплексной переработки руд месторождения Сандык и проведении укрупненных лабораторных испытаний на укрупненно-лабораторном оборудовании научно-исследовательского института АО «ЦНЗМО» г. Алматы Республики Казахстан. По результатам укрупненно-лабораторных испытаний проведен предварительный технико-экономический расчет технологии комплексной переработки нефелиновых сиенитов месторождения Сандык.

**Апробация результатов исследований.** Результаты исследований докладывались и обсуждались на Международном конгрессе «Прогрессивные методы обогащения и комплексная переработка природного и техногенного минерального сырья» приуроченное к 5-летию КазНАЕН и созданию Евразийского экономического союза, на научно-практических конференциях Кыргызского государственного технического университета им. И.Раззакова, в Республиканских научно-теоретических конференциях. Результаты исследований докладывались на заседаниях кафедры «Металлургия и металлургические процессы. В завершеном виде работа докладывалась на расширенном заседании кафедры «Металлургия и металлургические процессы» Института горного дела и горных технологий им. У. Асаналиева.

Полученные результаты диссертации реализованы:

1. В укрупненно-промышленной лаборатории научно-исследовательского института Акционерного общества «Центр наук о земле металлургии и обогащения», г. Алматы Республики Казахстан (Акт укрупненно-лабораторных испытаний по комплексной переработке нефелиновых сиенитов месторождения Сандык от 22.05.2015г.);
2. В ОсОО «Информационно-Исследовательский центр» г. Кара-Балта, Кыргызская Республика (Акт о реализации научных результатов, полученных в диссертации Садыралиевой У.Ж. на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 25.00.13 «Обогащение полезных ископаемых» на тему «разработка комплексной технологии переработки нефелиновых сиенитов месторождения «Сандык»).

#### **Полнота отражения результатов диссертации в публикациях.**

Результаты исследований и положения, отражающие основное содержание диссертационной работы опубликованы в 10 печатных работах и получены 2 патента по теме диссертации.

**Структура и объем диссертации.** Диссертационная работа состоит из введения, четыре глав и выводов, изложенных на 125 страницах, содержит 41 рисунок, 46 таблицы, 72 наименований литературы.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**В первой главе** проведен краткий обзор известных способов переработки глиноземсодержащих материалов (химического обогащения спекания, гидрохимического вскрытия) показал, что с учетом эффективности предпочтение отдана химическому обогащению гидрохимическому способу вскрытия минералов, как более экономичному, исключающему высокотемпературное спекание и менее энергоемкому. Исследовано современное состояние и перспективы мирового производства и рынков рубидия, галлия, ванадия и РЗЭ.

Представлены результаты исследований физико-химического анализа представительной пробы руды – нефелиновых сиенитов месторождения Сандык, участка Чечекты которые показали, что в руде повышенное содержание кремнезема -54,5%, сравнительно низкое содержание оксида алюминия -19.0% и щелочей 7,5% (с преобладанием калиевой щелочи – 5,6%). Наряду с  $Al_2O_3$  и  $SiO_2$ , обнаружены соединения РЗЭ ( $La_2O_3$ ,  $Pr_2O_3$ ,  $Nd_2O_3$ ,  $Dy_2O_3$ ,  $Yb_2O_3$ ,  $Gd_2O_3$ ,  $Y_2O_3$ ,  $Cs_2O_3$ ) и редких металлов – галлия и ванадия что подтвердило целесообразность проведения исследований комплексной переработки руды нефелиновых сиенитов.

**Вторая глава** диссертационной работы посвящена разработке технологии химического обогащения руды нефелиновых сиенитов. Представлен комплекс исследований по изучению химического, минералогического и гранулометрического состава руды.

Методом магнитной сепарации получено магнитная фракция состава:  $Fe_2O_3$  – 61,796%,  $TiO_2$  – 3,205%,  $V_2O_5$ – 0,116%. Выход магнитной фракции составил 16,1%. Фракция может служить сырьем для производства чугуна.

Представлены результаты исследований по разработке технологии химического обогащения нефелинов с предварительной активацией методом термической обработкой руды паровоздушной смесью при температуре 350 – 500°C и методом обработки руды содовым раствором с концентрацией  $Na_2CO_3$  120 – 150 г/дм<sup>3</sup> при температуре 150°C в автоклаве при Ж:Т = 4,0:1,0.

В результате обогащения нефелиновой руды после активации раствором, содержащим 240 г/дм<sup>3</sup>  $Na_2O_{кв}$  при температуре 240°C и продолжительности 90 мин., получен нефелиновый концентрат, масс %:  $Na_2O$  17,76;  $K_2O$  0,65;  $Al_2O_3$  20,4;  $SiO_2$  19,9;  $Fe_2O_3$  5,4;  $TiO_2$  0,63;  $Rb_2O$  0,005; Ga 0,001;  $V_2O_5$  0,009;  $\sum_{REO}$  0,035. Степень извлечения  $SiO_2$  в раствор составила 72,0 %.

Для разделения натриевой и калиевой щелочей в растворе обогащения использован процесс образования НКГС при обескремнивании. Для получения эффективного разделения щелочей получен раствор с молярным отношением

$\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2 = 1,0:1,0$ . Разделение натриевой и калиевой щелочей в растворе с выделением в осадок НКГС составило 92,9 %  $\text{Na}_2\text{O}$ , при этом степень обескремнивания раствора - 91,6 %.

Регенерация щелочи из осадка НКГС проведена содовым раствором с содержанием  $60 \text{ г/дм}^3 \text{ Na}_2\text{O}_{\text{кб}}$  при температуре  $100^\circ\text{C}$  в течение 10-12 часов при Ж:Т=6:1. Степень регенерации щелочи составила 93,0 %.

**В третьей главе** приведены исследования по разработке технологической схемы гидрохимической переработки нефелинового концентрата.

Представлены исследования по изучению влияния основных технологических параметров на извлечение глинозема из нефелинового концентрата.

Результаты экспериментов по исследованию влияния концентрации щелочи на извлечение  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в процессе выщелачивания при температуре  $280^\circ\text{C}$  и продолжительности 90 мин. показали, что с увеличением концентрации щелочного раствора извлечение глинозема увеличивается от 69,13; до 93,0 %. Наиболее оптимальной концентрацией щелочного раствора является  $C_{\text{Na}_2\text{O}} - 500,0 \text{ г/дм}^3$ .

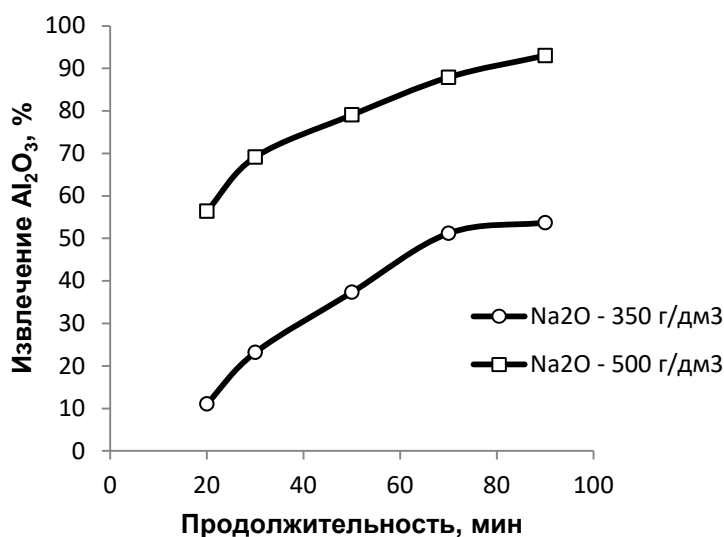


Рис. 1. Влияние концентрации раствора на извлечение глинозема

При изучении влияния количества оксида кальция на степень извлечения глинозема из нефелинового концентрата эксперименты проводили при постоянной температуре –  $280^\circ\text{C}$ , продолжительности 90 мин., концентрации исходного раствора –  $500,0 \text{ г/дм}^3$  при м.о.  $\text{CaO}:\text{SiO}_2 = (1,0\div 1,5) : 1,0$ .

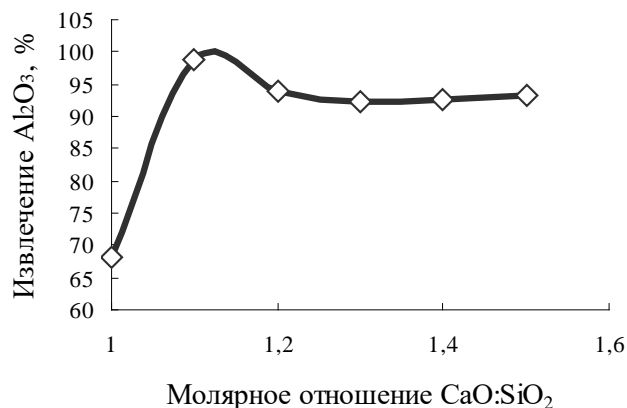


Рис. 2. Влияние дозировки оксида кальция на извлечение глинозема

Установлено, что при дозировке оксида кальция  $\text{CaO}:\text{SiO}_2 = 1,1 : 1,0$  выход глинозема в раствор составляет  $71,11 \text{ г/дм}^3$  при степени извлечения глинозема –  $98,86 \%$ .

Изучено влияние температуры на извлечение глинозема при концентрации  $C_{\text{Na}_2\text{O}} - 500,0 \text{ г/дм}^3$  и продолжительности 90 минут.

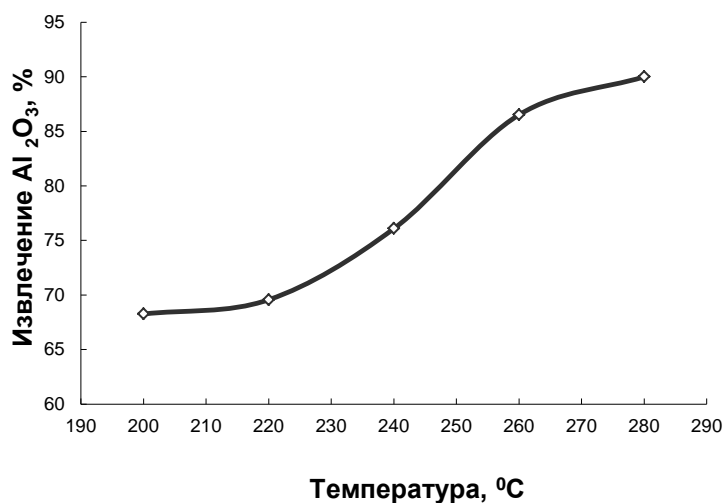


Рис. 3. Влияние температуры выщелачивания на извлечение глинозема

При температуре выщелачивания  $280^\circ\text{C}$  получено максимальное содержание алюминия в жидкой фазе - составило  $73,32 \text{ г/дм}^3$ , при этом извлечение глинозема -  $93,04\%$ .

Из полученных данных исследования влияния продолжительности на процесс извлечения глинозема следует, что максимальное извлечение глинозема происходит при 90 мин, дальнейшее увеличение времени приводит к снижению степени извлечения.





Рис. 4. Зависимость извлечения глинозема от продолжительности

Проведенными исследованиями установлено, что оптимальным режимом для переработки нефелинового концентрата являются: температура – 280<sup>0</sup>С, концентрация щелочного раствора – 500,0 г/дм<sup>3</sup>, дозировка оксида кальция CaO : SiO<sub>2</sub> = 1.5 : 1.0, продолжительность 90 мин. В этих условиях извлечение глинозема в раствор составило 93,04%.

Физико-химические исследования шлама после выщелачивания нефелинового концентрат показали, что основными фазами являются: аннит (K<sub>0.956</sub>Fe<sub>2.918</sub>(AlSi<sub>3</sub>O<sub>10</sub>)(OH)<sub>2</sub>), натриево-кальциевый силикат (NaCaHSiO<sub>4</sub>), алюмосиликат и алюмокарбонат натрия (Na<sub>8</sub>A<sub>16</sub>Si<sub>6</sub>O<sub>24</sub>(CO<sub>3</sub>)<sub>0.5</sub>(OH)·3H<sub>2</sub>O), свободный оксид кремния (SiO<sub>2</sub>), соединения железа – ферропаргазит (NaCa<sub>2</sub>Fe<sub>4</sub>Al(Si<sub>6</sub>Al<sub>2</sub>)O<sub>22</sub>(OH)<sub>2</sub>), гематит (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) и магнетит (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), а также кальцит (CaCO<sub>3</sub>).

Химический анализ шлама после промывки от щелочи и сушки (105<sup>0</sup>С) масс. %: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> -1,6; Na<sub>2</sub>O - 15,8; SiO<sub>2</sub> - 27,1; Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 12,9; CaO - 15,1; TiO<sub>2</sub> 1,45; Rb<sub>2</sub>O 0,01; Ga 0,0023; V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 0,021; Σ<sub>REO</sub> 0,081.

Алюминатный раствор после гидрохимической переработки нефелинового концентрата имел следующий состав, г/дм<sup>3</sup>: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 73,32; Na<sub>2</sub>O - 409,20; SiO<sub>2</sub> - 5,00; α<sub>к</sub> – 9,2.

Извлечение алюминия в раствор при выщелачивании нефелинового концентрата составило – 93,04 %.

На основании анализа существующих способов выделения гидрооксида алюминия из алюмощелочных растворов выбран метод кристаллизации гидроалюмината натрия (ГАН) с получением обратного высокомолекулярного, высокощелочного раствора.

Для устранения отрицательного влияния кремнезема на процесс кристаллизации ГАН проведены исследования обескремнивания

предварительно разбавленного до содержания  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{ку}}$  – 245,0 г/дм<sup>3</sup> раствора оксидом кальция.

Получено, что при температуре 150°C и дозировке оксида кальция  $\text{CaO}:\text{SiO}_2 = 3,0 : 1,0$  за 180 мин. алюминатный раствор обескремнивается до содержания  $\text{SiO}_2$  в растворе 0,6 г/дм<sup>3</sup>. С повышением температуры до 200°C процесс несколько замедляется, содержание кремнезема в растворе увеличивается до 1,6 г/дм<sup>3</sup>. Наиболее целесообразно проводить обескремнивание при температуре 150°C.

Исследование влияния продолжительности на обескремнивание исходного раствора при постоянной температуре – 150°C и дозировке кальция  $\text{CaO} : \text{SiO}_2 = 5:1$  показало, что за 60 мин. процесса обескремнивания содержание кремния в растворе уменьшилось до 0,08 г/дм<sup>3</sup>, кремневый модуль при этом составил 474,0.

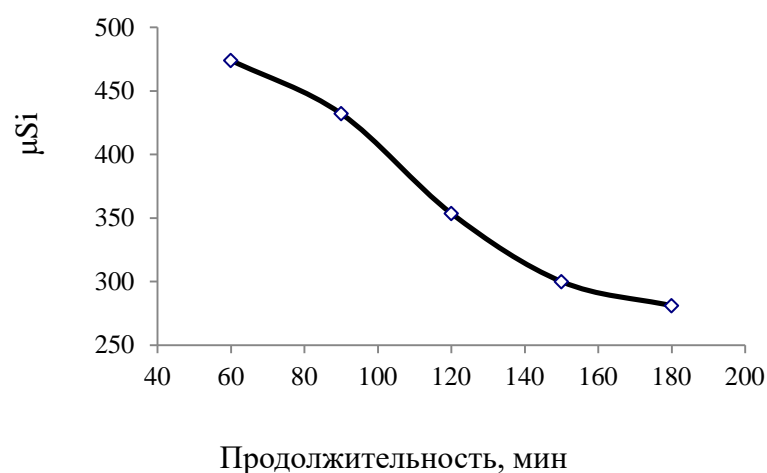


Рис. 5. Зависимость степени обескремнивания от продолжительности процесса

Установлено, что оптимальными условиями процесса обескремнивания алюминатного раствора оксидом кальция являются: температура - 150°C; дозировка оксида кальция  $\text{CaO}:\text{SiO}_2 = 5 : 1$ ; продолжительность 60 мин.

Упаренный раствор до содержания 500 г/дм<sup>3</sup> охлаждали до температуры 40 – 42°C, при которой осуществляли кристаллизацию. Для ускорения процесса кристаллизации в раствор ввели свежесажленную затравку алюмината натрия, в количестве - 2,5 % от веса раствора затравки.

После кристаллизации получены твердая фаза – гидроалюминат натрия состава, %: 22,3  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; 42,0  $\text{Na}_2\text{O}$ ; 3,6  $\text{SiO}_2$ , и 32,1 п.п. и маточный раствор, г/дм<sup>3</sup>:  $\text{Al}_2\text{O}_3$  - 16,1;  $\text{Na}_2\text{O}$  - 490;  $\text{SiO}_2$  - 0,12.

Химический состав осадка ГАНа, масс, %: 22,3  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; 42,0  $\text{Na}_2\text{O}$ ; 3,6  $\text{SiO}_2$ , и 32,1 п.п.

Полученный после растворения ГАНа алюминатный раствор с  $\alpha_{\text{к}}$  – 1,6 подвергали выкручиванию с введением затравки  $\text{Al}(\text{OH})_3$ .

Технологические параметры выкручивания: продолжительность 48 час., скорость перемешивания пульпы ~ 70 об/мин; начальная температура 62°C с постепенным снижением до 44 °С.

Выкручивание проводили с введением затравки гидроксида алюминия.

Выбрана величина затравочного отношения равное 0,3.

Степень разложения раствора через 48 ч – 57,9 %.

Проведенный рентгенофазовый анализ гидроксида алюминия показал, что основная фаза представлена гиббситом.

В результате кальцинации гидроксида алюминия в трубчатой вращающейся печи при температуре 1050°C, продолжительности 1 ч. получен глинозем.

Проведены исследования по комплексной переработке нефелиновых сиенитов с получением концентратов редких металлов. Разработан способ трехстадийной переработки галлий-ванадийсодержащего алюмокарбонатного осадка (АКО), полученного из обескремненного силикатного раствора. Выделен осадок, масс %: 30,0  $Al_2O_3$  0,96 Ga и 18,5  $V_2O_5$ , который является концентратом галлия, ванадия и товарный гидроксид алюминия в количестве 40,0 % от содержащегося в АКО.

На первой стадии карбонизации АКО обрабатывают алюминатным раствором до концентрации  $Na_2O_{ку}$  в растворе 25 – 40 г/дм<sup>3</sup> и осаждают ~ 40 % от общей массы гидроксида. Этот прием обеспечивает условия, препятствующие выделению в осадок алюмосиликата натрия и других малых примесей, что обеспечивает чистоту получаемого гидроксида алюминия. Вредность малых примесей (Fe, Cu, Pb, Zn) определяется не только требованиями, предъявляемыми к чистоте гидроксида алюминия, сортности глинозема, но и тем, что они отрицательно влияют на развитие зерен гидроксида алюминия в процессе кристаллизации. В разработанном способе содержание примесей в гидроксида алюминия, получаемом на первой стадии, не превышает, %:  $SiO_2$  0,009; Fe 0,0015; Pb 0,0015; Zn 0,006 и этот продукт является товарным.

На второй стадии осаждают ~ 50 % массы гидроксида алюминия карбонизацией фильтрата I –й стадии газом, содержащим  $CO_2$ , до  $Na_2O_{ку}$  4 – 10 г/дм<sup>3</sup>. Этот осадок в наибольшей степени загрязнен кремнеземом и в нем же концентрируется основное количество малых примесей.

На третьей стадии, после отделения основной массы гидроксида алюминия (примерно 90 %) выделяют галлий и ванадий в концентрат карбонизацией при достижении в растворе концентрации  $Na_2O_{бкб}$  20 – 25 г/дм<sup>3</sup>.

В результате переработки АКО после третьей стадии карбонизации был получен осадок, масс %: 30,0  $Al_2O_3$  0,96 Ga и 18,5  $V_2O_5$ , который является концентратом для получения галлия и пентаоксида ванадия.

Для отделения ванадиевого концентрата и получения галлийсодержащего раствора проведено вскрытие концентрата в щелочном растворе с содержанием 240,0 г/дм<sup>3</sup>  $Na_2O_{ку}$  при Ж : Т = 3 : 1, температуре 90°C в течение 1 часа.

Получили содощелочной раствор, следующего состава, г/дм<sup>3</sup>: 150,9 Na<sub>2</sub>O<sub>общ</sub>; 2,8 Ga; 55,5 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

Из раствора от выщелачивания концентрата при его охлаждении до 15-20°C кристаллизован ванадиевый кек, пригодный для дальнейшей переработки в пентаоксид ванадия.

Химический состав ванадиевого кека, масс %: V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 34,3; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1,44; Na<sub>2</sub>O 30,0; Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 35,6; CaO 0,5.

В полученном растворе содержание галлия 2,8 г/дм<sup>3</sup>, которое удовлетворяет требованиям для эффективного электроосаждения металлического галлия.

Электроосаждение галлия из полученного галлийсодержащего раствора провели на опытном электролизере АО «ЦНЗМО» с дисковым вращающимся галлированным катодом с площадью поверхности 30 см<sup>2</sup> провели при температуре 50 – 70 °С, плотности тока 50 мА/см<sup>2</sup>, скорости вращения катодных дисков 1 м/сек. В результате получена степень извлечения галлия в металл 98,2 %, при выходе по току 23,4 % и расходе электроэнергии 54 кВт/кг.

Для переработки ванадиевого кека в исследованиях был использован аммиачный метод.

Ванадиевый кек растворили в дистиллированной воде при температуре 90 – 95°C из расчета получения в растворе концентрации V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 30-35,0 г/дм<sup>3</sup>.

Растворы охлаждали до температуры 35-45°C, нейтрализовали концентрированной серной кислотой до pH 8,0-9,0 и вводили необходимое количество сульфата аммония из расчета 2,5 – 3,0 моля (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> на 1,0 моль V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Затем раствор охлаждали до температуры кристаллизации 15-20°C и выдерживали при этой температуре 4-7 часов.

Из раствора выделяли осадок метаванадата аммония (NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub>). Осадок отделяли от раствора, промывали холодной водой и использовали для переработки на поливанадат аммония. Остаточное содержание пентаоксида ванадия в растворе составило 0,33 г/дм<sup>3</sup>.

Для получения поливанадата аммония метаванадат репульпировали в горячей дистиллированной воде из расчета получения концентрации V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> в пульпе 50,0 – 65,0 г/дм<sup>3</sup>, после чего пульпу нейтрализовали серной кислотой при температуре 90-95°C до pH равное 2. В этих условиях происходила реакция гидролиза метаванадата аммония:



Гидролиз проводили в присутствии затравки, которая представляет собой часть поливанадата аммония от предыдущего опыта.

Осадок поливанадата аммония фильтровали, промывали дистиллированной водой и прокаливали при 560°C для получения пентаоксида ванадия. Химический состав полученного пентаоксида ванадия, масс %: 98,9 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>; 0,8V<sub>2</sub>O<sub>4</sub>; 0,11Na<sub>2</sub>O; 0,005 NH<sub>4</sub><sup>+</sup>; п.п.п 0,145.

Степень осаждения ванадия в осадок поливанадата аммония составила 97,7 – 99,3 %.

В результате карбонизации обескремненного силикатного раствора после обогащения нефелиновой руды получили содо-бикарбонатный рубидий содержащий раствор, состава, г/дм<sup>3</sup>: Na<sub>2</sub>O<sub>кб</sub> 27,0; Na<sub>2</sub>O<sub>бкб</sub> 2,9; K<sub>2</sub>O<sub>кб</sub> 120,4; K<sub>2</sub>O<sub>бкб</sub> 6,0; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,2; SiO<sub>2</sub> 1,8; Rb<sub>2</sub>O 2,3; Ga 0,0009; V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 0,0165, плотность 1,14 г/дм<sup>3</sup>. Исследована возможность концентрирования рубидия в растворе.

В работе проведено концентрирование рубидия из поташного маточного раствора путем стадийной выпарки и нейтрализации раствора.

Для получения маточного поташного раствора бикарбонатный раствор, полученный после карбонизации обескремненного силикатного раствора процесса обогащения нефелиновой руды выпаривали с выделением соды и поташа.

Бикарбонатную щелочь раствора нейтрализовали каустиком до pH 7,0 и провели концентрирующую выпарку до получения плотности раствора 1,3 г/дм<sup>3</sup>, затем провели содовую выпарку до плотности 1,48-1,5 г/дм<sup>3</sup> без снижения температуры и первое сгущение с отделением моногидрата соды, далее провели второе сгущение со снижением температуры до 35°C с выделением в осадок безводной соды.

Химический состав раствора после выделения соды, г/дм<sup>3</sup>: Na<sub>2</sub>O<sub>кб</sub> 5,9; K<sub>2</sub>O<sub>кб</sub> 126,4; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,2; SiO<sub>2</sub> 1,8; Rb<sub>2</sub>O 2,3.

В результате из раствора выделили 81,3 % соды в пересчете на Na<sub>2</sub>O<sub>кб</sub>. Раствор после отделения соды выпаривали до плотности 1,63 – 1,68 г/дм<sup>3</sup> с отделением осадка двойной содопоташной соли Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>\*K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.

Химический состав раствора после выделения двойной содопоташной соли, г/дм<sup>3</sup>: Na<sub>2</sub>O<sub>кб</sub> 0,9; K<sub>2</sub>O<sub>кб</sub> 121,4; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,2; SiO<sub>2</sub> 1,8; Rb<sub>2</sub>O 2,3.

Выделенный осадок двойной соли направили на содовую выпарку. Фильтрат направили на выпарку до плотности 1,63-1,68 г/дм<sup>3</sup> и кристаллизацию поташа после охлаждения раствора до 50°C.

После отделения поташа получили маточный поташный раствор, состава, г/дм<sup>3</sup>: K<sub>2</sub>O<sub>кб</sub> 18,1; Rb<sub>2</sub>O 5,9, в котором процентное отношение K<sub>2</sub>O: Rb<sub>2</sub>O ~ 3,0. Полученный раствор может служить исходным сырьем для получения рубидиевых квасцов.

**Четвертой** главе приведены разработанная технологическая схема комплексной переработки нефелиновых сиенитов и технологические схемы получения концентратов галлия и ванадия, пентаоксида ванадия и концентрирования рубидия из обескремненного раствора обогащения нефелиновой руды. В описании технологических схем указаны определенные в исследованиях режимы проведения основных операций.

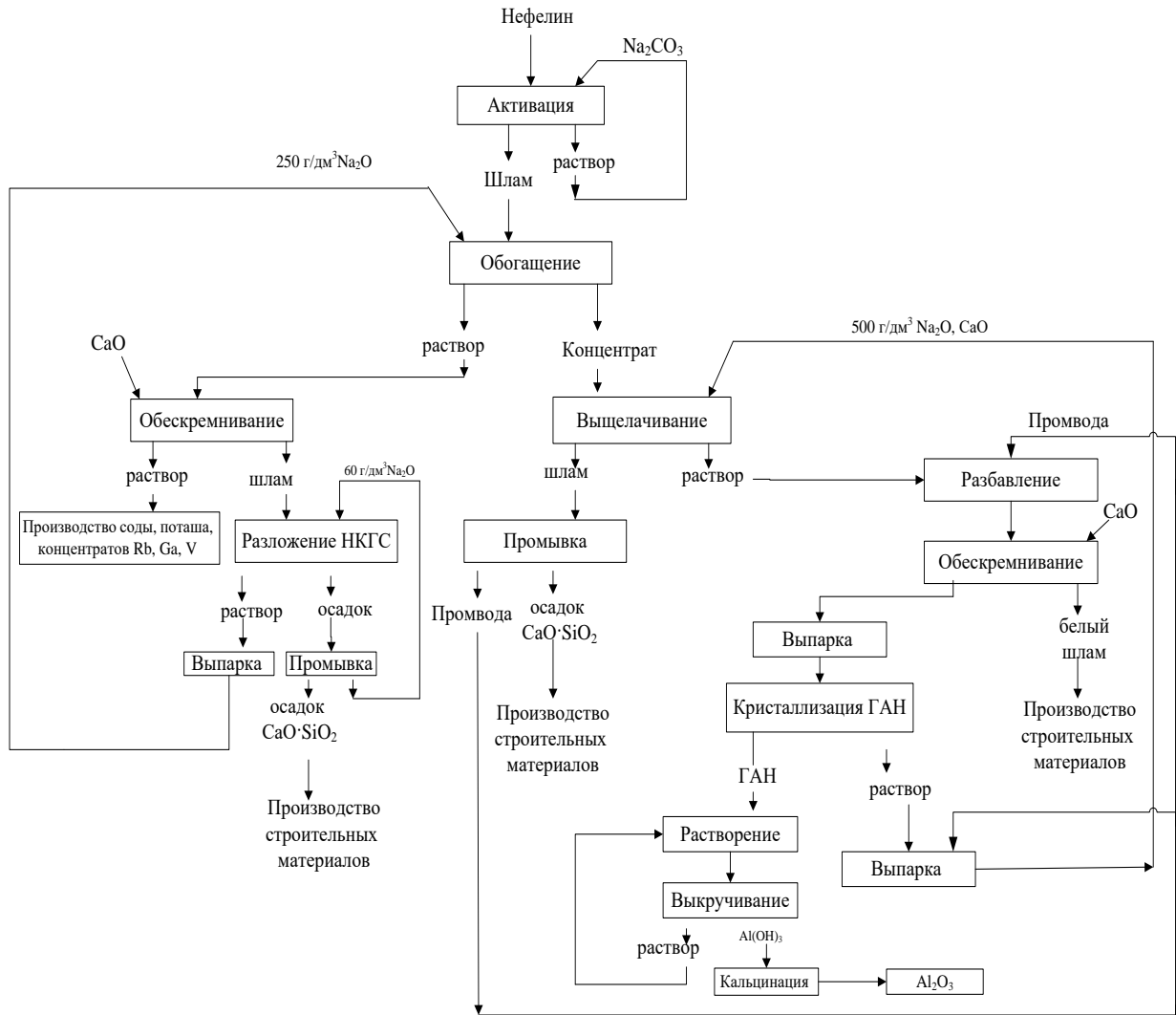


Рис.6. Технологическая схема комплексной переработки нефелиновых сиенитов

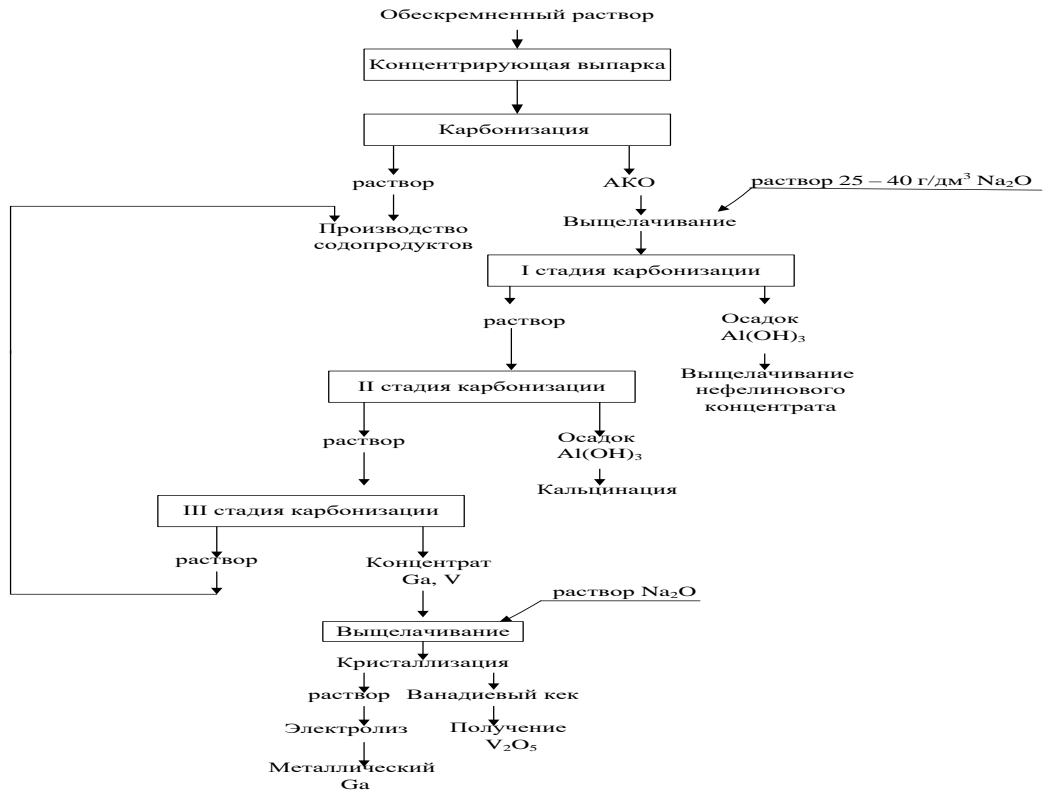


Рис. 7. Технологическая схема получения концентратов галлия и ванадия

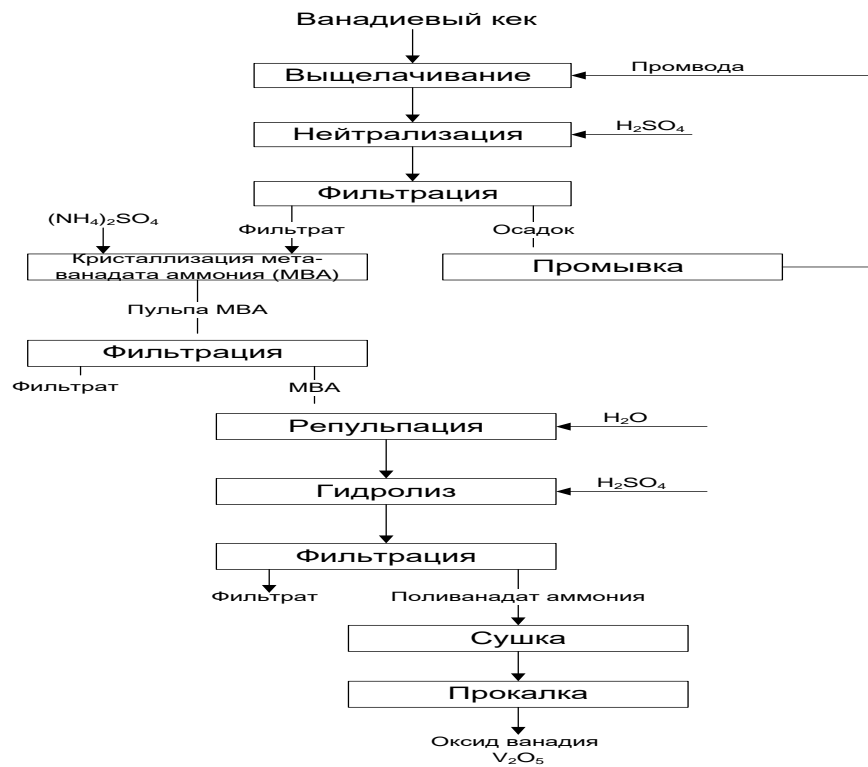


Рис. 8. Технологическая схема получения пентаоксида ванадия

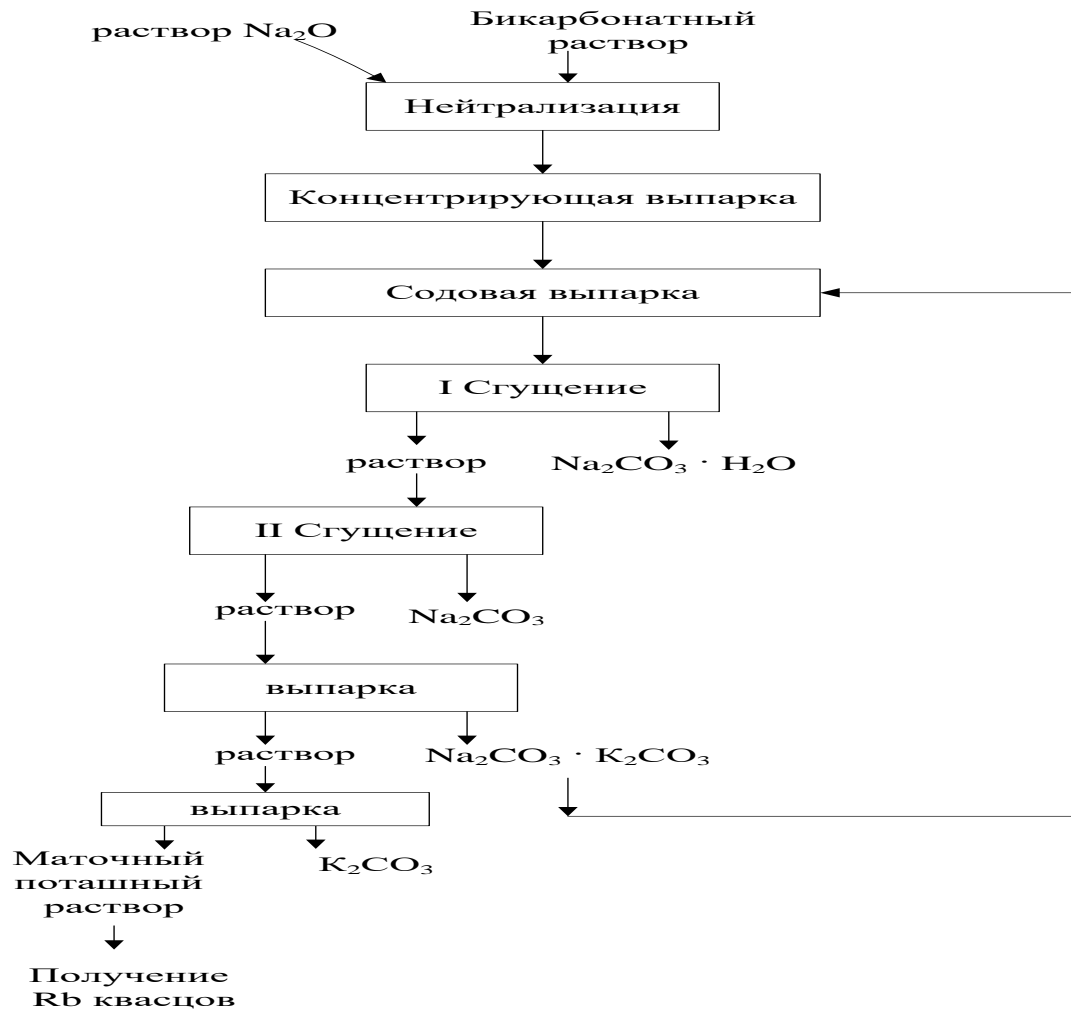


Рис. 9. Технологическая схема концентрирования рубидия из обескремненного раствора обогащения нефелиновой руды

В результате укрупненно-лабораторных испытаний обогащение нефелиновой руды переработано 200 кг руды, получено 170 кг нефелинового концентрата и 110,4 дм<sup>3</sup> раствора обогащения. После обескремнивания получено 69 дм<sup>3</sup> раствора и 74,24 кг осадка натриево-кальциевого гидросиликата. Извлечение SiO<sub>2</sub> при обогащении нефелиновой руды в раствор составило 72,0 %. При обескремнивании получено разделение натриевой и калиевой щелочей с выделением в осадок 92,9 % Na<sub>2</sub>O. Степень регенерации натриевой щелочи при обработке осадка натриево-кальциевого гидросиликата содовым раствором составила 93,0 %.

Проведен предварительный технико-экономический расчет технологии комплексной переработки нефелиновых сиенитов месторождения Сандык, где определена производительность предприятия, которая может перерабатывать 1 млн. тонн нефелиновой руды в год, содержащей следующую продукцию в тоннах: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 190000,0; Na<sub>2</sub>O 23000,0; K<sub>2</sub>O 76000,0; Ga 50,0; V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 200,0. Это может служить основанием для разработки проекта по переработке нефелиновых сиенитов.



## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. На основе анализа известных способов переработки глиноземсодержащих материалов выбран щелочной гидрохимический способ для переработки нефелиновых сиенитов месторождения Сандык, участка Чечекты которые характеризуются повышенным содержанием кремнезема -54,5%, низким содержанием оксида алюминия -19.0% и щелочей 7,5% (с преобладанием калиевой щелочи – 5,6).

2. Разработаны способы химического обогащения нефелинов с предварительной активацией руды путем термической обработки паровоздушной смесью при температуре 350-500°C и путем обработки руды содовым раствором с концентрацией  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  120 – 150 г/л при температуре 150°C в автоклаве при Ж:Т = 4,0:1,0.

3. Для разделения натриевой и калиевой щелочей в растворе обогащения использован процесс образования НКГС при обескремнивании известью. Разделение натриевой и калиевой щелочей в растворе с молярным отношением  $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2 = 1,0:1,0$  с выделением в осадок НКГС, составило 92,9 %  $\text{Na}_2\text{O}$ , при степени обескремнивания раствора - 91,6 %.

4. Установлено, что оптимальным режимом для переработки нефелинового концентрата являются: температура – 280°C, концентрация щелочного раствора – 500,0 г/л, дозировка оксида кальция  $\text{CaO}:\text{SiO}_2 = 1,5 : 1,0$ , продолжительность 90 мин. Извлечение глинозема в раствор составило 93,04 %.

5. Разработан способ переработки галлий-ванадийсодержащего АКО методом трехстадийной карбонизации.

6. Исследованы возможность концентрирования рубидия в маточный поташный раствор и извлечения РЗЭ при обработке нефелинового сырья растворами различных кислот (соляной, серной и азотной).

7. Разработана технологическая схема комплексной переработки нефелиновых сиенитов, включающая предварительное обогащение нефелиновой руды после активации, гидрометаллургическую щелочную переработку нефелинового концентрата с получением концентратов редких металлов из промпродуктов. Проведены укрупненно-лабораторные испытания обогащения руды нефелиновых сиенитов по разработанной комплексной технологии.

8. Проведен предварительный технико-экономический расчет технологии комплексной переработки нефелиновых сиенитов месторождения Сандык, где определена производительность предприятия, которая может перерабатывать 1 млн. тонн нефелиновой руды в год, содержащей следующую продукцию в тоннах:  $\text{Al}_2\text{O}_3$  190000,0;  $\text{Na}_2\text{O}$  23000,0;  $\text{K}_2\text{O}$  76000,0; Ga 50,0;  $\text{V}_2\text{O}_5$  200,0.

Это может служить основанием для разработки проекта по переработке нефелиновых сиенитов.

## **СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ:**

1. **Садыралиева У.Ж.** Изучение гранулометрического состава нефелино-сиенитовых руд [Текст] / Тастанов Е.А., Акматова М.Р. // Известия КГТУ, №23, Бишкек, 2011, с.228-231.
2. **Садыралиева У.Ж.** Исследование целесообразности комплексной переработки нефелино-сиенитовых руд месторождения Сандык [Текст] // Технические науки от теории к практике, Новосибирск 2016, с.41-45.
3. **Садыралиева У.Ж.** Изучение возможности выщелачивания редкоземельных элементов из нефелиновых сиенитов различными кислотами [Текст] / Ногаева К.А. // Технические науки от теории к практике, Новосибирск 2016, с.45-50.
4. **Садыралиева У.Ж.** Магнитная сепарация твердой фазы химического обогащения нефелиновых сиенитов [Текст] / Ногаева К.А., Дуйшенбаев Н.П. // Стратегии развития науки в современных условиях, Уфа 2016, с.99-103.
5. **Садыралиева У.Ж.** Химическое обогащение нефелиновых сиенитов Сандыкского месторождения КР. [Текст] / Ногаева К.А., Дуйшенбаев Н.П. // Стратегии развития науки в современных условиях, Уфа 2016, с.103-109.
6. **Садыралиева У.Ж.** Исследования влияния различных параметров на щелочное выщелачивание глинозема из нефелиновых сиенитов [Текст] / Ногаева К.А. / Наука и новые технологии №5 Бишкек 2014, с. 29-31.
7. **Садыралиева У.Ж.** Переработка продуктов кристаллизации нефелинового сырья для глинозема [Текст] / Ногаева К.А. // Наука и новые технологии, №5, Бишкек 2014. с.32-34.
8. **Садыралиева У.Ж.** Химическое обогащение нефелиновых сиенитов с получением концентрата редкоземельных элементов [Текст] // Известия ВУЗов, №2, Бишкек, 2015, с. 45-47.
9. **Садыралиева У.Ж.** Гидрохимическое вскрытие нефелиновых сиенитов Сандыкского месторождения КР [Текст] / Ногаева К.А., Тастанов Е.А. // Успехи современной науки, Том2, №6. Белгород 2017, с. 86-89.
10. **Садыралиева У.Ж.** Физико-химическое исследование нефелиновых сиенитов Кыргызстана (на примере Сандыкского месторождения) [Текст] / Ногаева К.А., Орозова Г.Т. // Инновации и инвестиции, №8 Москва 2017, с.130-132.

### **Патенты**

11. **Садыралиева У.Ж.** №87788 «Способ переработки алюмокарбонатного галлийсодержащего осадка» [Текст] / Тастанов Э.А., Абдулвалиев Р.А., Гладышев С.В., Бейсембекова К.О., Имангшалиева Л.М., Позмогов В.А. Алматы 2014.
12. **Садыралиева У.Ж.** №87702 «Способ химического обогащения нефелинов» [Текст] / Тастанов Э.А., Абдулвалиев Р.А., Гладышев С.В., Бейсембекова К.О., Имангшалиева Л.М., Позмогов В.А. Алматы 2014.

## Резюме

диссертации Садыралиевой Уулболсун Жеенкуловны на тему: «Разработка комплексной переработки нефелиновых сиенитов месторождения Сандык» на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 25.00.13- «Обогащение полезных ископаемых».

**Ключевые слова:** нефелин-сиенит, кремнезем, глинозем, кремневый модуль, санидин, апатит, концентрат.

**Объект исследования:**

Месторождение Сандык, участок Чечекты Кыргызская Республика.

**Цель исследования:** Разработка комплексной технологии переработки нефелиновых сиенитов Сандыкского месторождения.

**Методы исследования:** изучение вещественного состава руды; магнитная сепарация, активация нефелино – сиенитовой руды методом термической обработки паровоздушной смесью; метод предварительной активации нефелиновой руды содовом растворе; методами выщелачивания глинозема из нефелинового концентрата, метод получения концентратов галлия и ванадия.

**Аппаратура исследования:** микроскопом МИН-8 при 320х, OLYMPUS при 400х, DERIVATOGRAPHQ-1500, МДЩ 40х20, сепаратора 25Б-СЭ, электролизер, автоклав, фильтр-пресс XNS 200 – 10, термостатированный реактор.

**Полученные результаты:** разработан способ химического обогащения нефелинов включающий измельчение, термическую обработку в паровоздушной среде при температуре 350-500°С с последующим автоклавным щелочным выщелачиванием; определены условия интенсификации процесса активации нефелиновой руды перед обогащением способом обработки материала содовым раствором с концентрацией 120-150 г/л в пределах интервалов температуры от 100 до 150°С; разработан способ переработки алюмокарбонатного галлий содержащего осадка методом обработки алюминатным раствором с получением осадка гидроксида алюминия и последующей карбонизацией отфильтрованного раствора газом, содержащим CO<sub>2</sub>.

**Область применения:**

Комплексное обогащение и переработка труднообогатимого и низкокачественного редкометального, глиноземного и нефелинового сырья.

**Садыралиева Уулболсун Жеенкуловнанын 25.00.13 «Пайдалуу кендерди байытуу» адистиги боюнча «Сандык кен жатак жериндеги нефелиндик сиениттерди комплекстуу иштетууну иштеп чыгуу» деген темада техника илимдеринин кандидаты окумуштуулук даражасын издеп чыгуу учун жазылган дицсертациянын**

### **Резюмеси**

**Негизги сөздөр:** нефелин-сиенит, кремнезем, глинозем, кремний модулу, санидин, апатит, концентрат.

**Изилдөөнүн объектиси:** Кыргыз Республикасындагы Сандык кен жатак жери, Чечекти участогу.

**Изилдөөнүн максаты:** Сандык жер жатак жериндеги нефелиндик сиениттерди иштетуунун комплекстуу технологиясын иштеп чыгуу.

**Изилдөөнүн максаты:** кендин заттык курамын изилдөөнүн ыкмалары; магниттик сепарация; нефелин сиениттик кендерге буу аба аралашкан термикалык иштетүү ыкмасын активдештирүү ; нефелиндик кендерди соданын эритмесинде активдештирүү ыкмасы: нефелиндик концентраттардан глиноземду эритмеге өткөрүү ыкмасы; галлий жана ванадий концентраттарын алуунун ыкмасы.

**Изилдөөнүн аппараттары:** микроскоп МИН-8 320х, OLYMPUS 400х, DERIVATOGRAPHQ-1500, МДЦ 40х20, сепаратор 25Б-СЭ, электролизер, автоклав, фильтр-пресс XNS 200 – 10, термостатталган реактор.

**Алынган жыйынтыктары:** 350-500<sup>0</sup>С температура убагында буу аба чөйрөдө термикалык иштетүү, нефелиндик кендерди байытуунун алдында концентрациясы 120-120г/л болгон соданын эритмесинде температурасы 100<sup>0</sup>С дан 150<sup>0</sup>С интервалдык чегинде материалдарды иштетуу ыкмасын активдештирүү процессин интенцификациялоо шарттары аныкталды; алюминаттык эритмелерди иштетуу ыкмасында алюминий гидроксидинин чөкмөсүн алуу менен жана эритмелерди СО<sub>2</sub> кармалган газдан карбонизациялык филтрлөө менен галлий кармалган алюмокарбонаттык чөкмөлөрдү иштутүүыкмасы иштелип чыкты.

**Диссертациянын жыйынтыктарын колдонуу чөйрөсү:** Кыйынчылык менен байытылган төмөнкү сапатуу сейрек металлдын жана глинозем, нефелин камтыган чийки затты комплекстүү байытуу.

## Curriculum vitae

**Thesis of Sadyralieva Uulbolsun Zheenkulovna on the topic: "Development of complex processing of nepheline syenites from the Sandyk deposit" for the degree of candidate of technical sciences in the specialty 25.00.13- "Mineral processing"**

**Keywords:** nepheline-syenite, silica, alumina, silicon module, sanidine, apatite, concentrate.

**Object of study:** Sandyk field, area Chechekty Kyrgyz Republic.

**Research objective:** Development of an integrated technology for processing nepheline syenite from the Sandyk field.

**Research methods:** the study of the material composition of the ore; magnetic separation, activation of nepheline - syenite ore by heat treatment with steam-air mixture; method of pre-activation of nepheline ore soda solution; methods of leaching alumina from nepheline concentrate, a method for producing gallium and vanadium concentrates.

**Research equipment:** microscope MIN-8 at 320x, OLYMPUS at 400x, DERIVATOGRAPHQ-1500, MDSchch 40x20, separator 25B-SE, electrolyzer, autoclave, filter press XNS 200 - 10, thermostatically controlled reactor.

**Results obtained:** a method has been developed for chemical enrichment of nepheline, which includes grinding, heat treatment in a vapor-air medium at a temperature of 350-500°C, followed by autoclave alkaline leaching; the conditions for the intensification of the activation process of nepheline ore before enrichment by the method of treating the material with soda solution with a concentration of 120-150 g/l within temperature ranges from 100 to 150°C; A method was developed for processing gallium alumino carbonate-containing sediment by treating with an aluminate solution to obtain an aluminum hydroxide precipitate and then carbonizing the filtered solution with a gas containing CO<sub>2</sub>.

**Application area:** Complex enrichment and processing of hardly-rich and low-quality rare-metal, alumina and nepheline raw materials.