

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Эксперта диссертационного совета Д.25.19.587 по защите диссертаций на соискание ученой степени кандидата технических наук при Институте геомеханики и освоения недр НАН КР и Жалал-Абадском государственном университете по диссертации **Садыралиевой Уулболсун Жеенкуловны** на тему **«Разработка комплексной технологии переработки нефелиновых сиенитов месторождения «Сандык»** представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 25.00.13 «Обогащение полезных ископаемых».

Эксперт диссертационного совета: к.т.н. Кожонов Алмаз Кыргызбаевич, рассмотрев представленную соискателем Садыралиевой У.Ж. кандидатскую диссертацию на тему «Разработка комплексной технологии переработки нефелиновых сиенитов месторождения «Сандык» по специальности 25.00.13 «Обогащение полезных ископаемых» пришел к следующему заключению:

1. Соответствие работы специальности, по которой дано право диссертационному совету проводить защиту

Представленная Садыралиевой У.Ж. кандидатская диссертация на тему «Разработка комплексной технологии переработки нефелиновых сиенитов месторождения «Сандык» соответствует профилю Диссертационного совета Д.25.19.587.

В работе представлены результаты исследования предварительной активации минерального сырья перед химическим обогащением и химическое обогащение нефелиновых руд месторождения «Сандык» с решением вопросов комплексной переработки, что в полной мере отвечает паспорту специальности 25.00.13 - «Обогащение полезных ископаемых».

Целью диссертационной работы является разработка комплексной технологии переработки нефелиновых сиенитов Сандыкского месторождения.

В диссертации для достижения цели решены следующие задачи:

1. Исследование вещественного, гранулометрического, минералогического составов нефелиновых сиенитов;
2. Изыскание возможности предварительной магнитной сепарации руды с целью отделения железа, кремнезема и компонентов, мешающих процессу извлечения глинозема при химическом обогащении;
3. Определение энергоэффективных способов предварительной активации нефелиновой руды перед химическим обогащением;
4. Разработка технологии переработки алюмокарбонатного галлий содержащего осадка с целью извлечения галлия;
5. Переработка обескремненного силикатного раствора от обогащения нефелиновой руды способом карбонизации с целью получения содо-бикарбонатного рубидий содержащего раствора;
6. Разработка аммиачной технологии получения пентаоксида ванадия из ванадиевого кека.

Объект исследования диссертации – руды месторождения «Сандык».

Предмет исследования:

1. Диссертантом установлено, что при 200 °С извлечение кремнезема в раствор составляет 15,9 %, тогда как при температуре 280°С извлечение кремнезема увеличивается до 38,55 %.
2. Для снижения энергозатрат при термической активации нефелиновой руды термическую обработку проводили паровоздушной смесью при температуре 350-500°С. Применение паровоздушной смеси при термической обработке нефелиновой руды позволило получить высокую степень химического обогащения 60,0 – 65,0 %. Термическая обработка руды в паровоздушной смеси при более низкой температуре (350 – 500°С) по сравнению с обжигом (1000°С) делает способ менее энергозатратным.
3. Физико-химическим анализом установлено, что при активации нефелиновой руды в содовом растворе происходит изменение химического и минералогического состава осадков. В раствор при активации переходят щелочные составляющие нефелиновой руды. При активации руды происходит изменение минералогического состава - уменьшается содержание микроклина с 56,6 % до 38,5 %, увеличивается содержание иллита с 9,4 % до 17,3 %.
4. Установлено положительное влияние предварительной активации нефелиновой руды на извлечение SiO_2 в раствор, т.к. при температуре обогащения 150-200°С достигается степень извлечения SiO_2 в раствор 72,1%, что выше, чем при использовании предварительной термической обработки паровоздушной смесью и обжигом. Более низкая температура, необходимая для проведения активации содовым раствором делает ее предпочтительной. Оптимальными условиями являются проведение активации при температуре 150°С, при которой количество K_2O переходящее в раствор незначительно и составляет 0,36 % от исходного содержания.
5. В процессе обескремнивания при взаимодействии гидроксида кальция с силикатом натрия образуется натриево-кальциевый гидросиликат (НКГС) – $\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{CaO} \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Данное соединение является устойчивым в растворах при температуре 150°С, в которых концентрация Na_2O превышает 145 г/л. После обескремнивания раствора из неустойчивого соединения НКГС при гидролизе регенерируется щелочь с получением осадка без щелочного силиката кальция. Полученный раствор обогащения содержит также натриевой калиевую щелочь, входящий в состав нефелиновой руды. В процессе обескремнивания при образовании НКГС происходит разделение калиевой и натриевой щелочей, так как калиевая щелочь соединения типа НКГС не образует.
6. Установлено, что при дозировке оксида кальция $\text{CaO}:\text{SiO}_2 = 1,1 : 1,0$ выход глинозема в раствор составляет 71,11 г/л при степени извлечения глинозема – 98,86 %
7. Установлено, что оптимальным режимом для переработки нефелинового концентрата являются: температура – 280°С, концентрация щелочного раствора – 500 г/л,

дозировка оксида кальция $\text{CaO}:\text{SiO}_2 = 1,5 : 1,0$, продолжительность 90 мин. В этих условиях извлечение глинозема в раствор составило 93,04 %.

8. Основными фазами шлама выщелачивания нефелинового концентрата являются: аннит ($\text{K}_{0.956}\text{Fe}_{2.918}(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH})_2$), натриево-кальциевый силикат (NaCaHSiO_4), алюмосиликат и алюмокарбонат натрия ($\text{Na}_8\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}(\text{CO}_3)_{0.5}(\text{OH}) \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), свободный оксид кремния (SiO_2), соединения железа – ферропаргазит ($\text{NaCa}_2\text{Fe}_4\text{Al}(\text{Si}_6\text{Al}_2)\text{O}_{22}(\text{OH})_2$), гематит (Fe_2O_3) и магнетит (Fe_3O_4), а также кальцит (CaCO_3). Образовавшиеся фазы являются в некоторой степени источниками потерь щелочей и незначительного количества алюминия, что подтверждается химическими анализами. Полученный промытый шлам может служить компонентом для производства высококачественного цемента.
9. Определено, что за 60 мин. процесса обескремнивания содержание кремния в растворе уменьшается до 0,08 г/л, кремневый модуль при этом составляет 474,0. 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.
10. Определены технологические режимы процесса кристаллизации гидроалюмината натрия (ГАН): температура – $40\text{-}42^\circ\text{C}$; затравка (2,5 % от веса раствора), продолжительность - 50 ч.
11. Степень разложения алюминатного раствора с затравочным отношением гидроксида алюминия 0,1 через 24 ч составила 23,1 %, через 48 ч степень разложения достигла 52,9 %. Увеличение затравочного отношения до 0,3 способствует повышению выхода глинозема в твердую фазу. Степень разложения через 24 ч составила 39,6 %, через 48 ч – 57,9 %. Следовательно, глубина разложения раствора с увеличением количества затравки возрастает. В данном случае степень разложения увеличилась через 48 ч на 5 %. Кристаллооптическим анализом определено, что осадки гидроксида алюминия аналогичны друг другу. Монофаза гидроксида бесцветная, двусная положительная $2V(+)$, $N \sim 1,587$. В гидроксиде много зерен размером от 20 до 50 мкм. Реже встречаются крупные непрозрачные зерна размером 100 – 120 мкм.
12. Разработан способ переработки АКО карбонизацией в три стадии с попутным выделением гидроксида алюминия. разработанный способ переработки галлий-ванадийсодержащего АКО позволяет получать 20 – 40 % товарного гидроксида алюминия и уменьшить содержание вредных примесей.
13. Условиями для выделения метаванадата аммония являются концентрация в растворе V_2O_5 30,0 – 35,0 г/л, температура $15\text{-}20^\circ\text{C}$, pH 7-8, выдержка в течение 4-7 часов, расход сульфата аммония из расчета 2,5 – 3,0 моля $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ на 1,0 моль V_2O_5 . Степень осаждения ванадия в осадок метаванадата составила 94,2 - 96,9 %. Степень осаждения ванадия в осадок поливанадата аммония из раствора метаванадата с содержанием V_2O_5 в пульпе 50,0-65,0 г/л при температуре 90 – 95°C и pH 2 составило 97,7 – 99,3 %.

14. Разработана технологическая схема комплексной переработки нефелиновых сиенитов.
15. Разработана технологическая схема производства концентратов галлия и ванадия из обескремненного силикатного раствора.
16. Разработана технологическая схема получения пентаоксида ванадия.
17. Разработана технологическая схема концентрирования рубидия из обескремненного раствора обогащения нефелиновой руды.

2. 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 фарфорофаянсовой 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 является целесообразной при комплексном использовании сырья. С этой точки зрения актуальна работа по изучению возможности разработки комплексной технологии переработки нефелиновых сиенитов месторождения Сандык Кыргызской Республики.

3. Научные результаты

В работе представлены следующие новые научно обоснованные экспериментальные результаты, совокупность которых имеет существенное значение для развития направления обогащения полезных ископаемых:

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

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

Результат 3. Разработан способ переработки алюмокарбонатного галлийсодержащего осадка методом обработки алюминатным раствором с получением осадка гидроксида алюминия и последующей карбонизацией отфильтрованного раствора газом, содержащим CO₂.

4. Степень обоснованности и достоверности каждого результата (научного положения), выводов и заключения соискателя, сформулированных в диссертации

Результат 1. Обоснован экспериментальными исследованиями на представительной пробе руды месторождения «Сандык» и воспроизводимость опытов подтверждены методами математического планирования экспериментов с выводом уравнения регрессии для проверки воспроизводимости;

Результат 2. Обоснованность и достоверность данного научного результата доказана тем, что определенные условия интенсификации процесса активации нефелиновой руды перед обогащением путем обработки материала содовым раствором с концентрацией 120÷150 г/л в пределах интервалов температуры от 100 до 150^oC обеспечивают максимальный уровень извлечения кремнезема. Воспроизводимость результатов подтверждены методами математического планирования экспериментов;

Результат 3. Обоснованность доказана результатами экспериментальных исследований и согласованностью полученных данных с установленными уровнями извлечения в обогащении полезных ископаемых и обеспечением комплексности извлечения основных компонентов минерального сырья.

Обоснованные новые научные результаты, полученные диссертантом, достоверны и имеют существенное значение для обогащения полезных ископаемых.

Методы, использованные автором для обоснования выводов, научных положений

В диссертационной работе использованы:

- Для определения минералогического состава руды были использованы кристаллооптический, рентгенофазовый и термический методы анализа. Кристаллооптический анализ нефелиновой руды проводился под микроскопом МИН-8 при 320х увеличении, а также под микроскопом OLYMPUS при 400х увеличении в проходящем свете и под инвертированным микроскопом Leica в отраженном свете. При 400х увеличении под микроскопом OLYMPUS были изготовлены микрофотографии проб в проходящем свете в иммерсионной среде и 300х при увеличении изготовлены микрофотографии полированных шлифов под микроскопом Leica. Рентгенофазовый анализ проводился на дифрактометрах D8Advance (BRUKER) и с использованием прибора «DERIVATOGRAPHQ-1500».
- При проведении опытов по химическому обогащению применены термические, химические способы предварительной обработки материала, обработка паровоздушной смесью и химическими веществами, также методы выщелачивания в жидких средах.

5. Степень новизны каждого научного результата (положения), выводов и заключения соискателя, сформулированных в диссертации

Результат 1. Результат новый, поскольку ранее предварительная термическая обработка материала перед химическим обогащением проводили методом обжига при температуре 1000⁰С. Подтвержден Патентом РК № 2014/0698.1 РК от 10 февраля 2015 г.: «Способ химического обогащения нефелинов». Тастанов Е.А., Абдулвалиев Р.А., Садыралиева У. Ж., Гладышев и др.

Результат 2. Результат частично новый, так как изменены только условия интенсификации процесса активации нефелиновой руды перед обогащением путем обработки материала содовым раствором с концентрацией 120÷150 г/л в пределах интервалов температуры от 100 до 150⁰С;

Результат 3. Новый, подтвержден Патентом РК № 2014/0603.1 РК от 20 января 2015 г «Способ переработки алюмокарбонатного галлийсодержащего осадка» / [Текст] Тастанов Е.А., Абдулвалиев Р.А., Садыралиева У. Ж., Гладышев // и др.

6. Оценка внутреннего единства и направленности полученных результатов на решение соответствующей актуальной проблемы, теоретической и прикладной задачи

В диссертационной работе Садыралиевой Уулболсун Жеенкуловны на тему «Разработка комплексной технологии переработки нефелиновых сиенитов месторождения «Сандык» дано решение актуальной научно-технической задачи – разработка эффективной комплексной технологии переработки нефелиновых сиенитов месторождения «Сандык» с предварительной активацией руды перед обогащением нефелиновой руды и технология получения концентратов галлия, ванадия и рубидия из силикатных растворов обогащения.

Результаты подтверждены экспериментальными данными и воспроизводимость результатов подтверждены методами математического планирования экспериментов. Полученные результаты взаимосвязаны, практические результаты экспериментов и методы обоснованы с учетом известных параметров обогащения глиноземного сырья.

Работа содержит новые разработки по теме и полученные результаты имеют логическое единство, что доказывает объемного авторского вклада диссертанта. Разработанные технологические схемы аргументированы на достаточном уровне и критически оценены в сравнении с известными способами переработки типичного сырья.

7. Практическая значимость полученных результатов:

- разработан способ химического обогащения нефелинов включающий: измельчение, термическую обработку в паровоздушной среде при температуре 350-500⁰С с последующим автоклавным щелочным выщелачиванием;
- определены условия интенсификации процесса активации нефелиновой руды перед обогащением путем обработки материала содовым раствором с концентрацией 120÷150 г/л в пределах интервалов температуры от 100 до 150⁰С;

- разработан способ переработки алюмокарбонатного галлийсодержащего осадка методом обработки алюминатным раствором с получением осадка гидроксида алюминия и последующей карбонизацией отфильтрованного раствора газом, содержащим CO₂.
- полученные в диссертационной работе результаты исследований апробированы 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.);
- полученные в диссертационной работе результаты исследований реализованы 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»).

8. Подтверждение опубликования основных положений, выводов диссертации

Содержание диссертации отражено в следующих публикациях соискателя:

1. Садыралиева У. Ж. Заключение о выдаче положительного решения по заявке № 2014/0698.1 РК от 10 февраля 2015 г.: «Способ химического обогащения нефелинов». Тастанов Е.А., Абдулвалиев Р.А., Садыралиева У. Ж., Гладышев и др.
2. Садыралиева У. Ж. Заключение о выдаче положительного решения по заявке № 2014/0603.1 РК от 20 января 2015 г «Способ переработки алюмокарбонатного галлийсодержащего осадка» / [Текст] Тастанов Е.А., Абдулвалиев Р.А., Садыралиева У. Ж., Гладышев // и др.
3. Садыралиева У.Ж., Гидрохимическое вскрытие нефелиновых сиенитов Сандыкского месторождения КР / Ногаева К.А., Тастанов Е.А. // Успехи современной науки. Белгород 2017. Том2. №6. С.86-90.
4. Садыралиева У.Ж. Физико-химическое исследование нефелиновых сиенитов Кыргызстана (на примере Сандыкского месторождения) / Ногаева К.А., Орозова Г.Т // Иновации и инвестиции. Москва 2017. №8. С.130-131.
5. Садыралиева У.Ж. Изучение гранулометрического состава нефелино-сиенитовых руд / Тастанов Е.А., Акматова М.Р // Известия КГТУ, №23, Бишкек, 2011, С.228-231.
6. Садыралиева У.Ж. Исследование целесообразности комплексной переработки нефелино-сиенитовых руд месторождения Сандык // Технические науки – от теории к практике. Новосибирск 2016. №12.(60). С.41-45.
7. Садыралиева У.Ж. Изучение возможности выщелачивания редкоземельных элементов из нефелиновых сиенитов различными кислотами / Ногаева К.А // Технические науки –

от теории к практике. Новосибирск 2016. №12.(60). С.45-51.

8. Садыралиева У.Ж. Выщелачивание нефелиновых сиенитов с получением концентрата редкоземельных элементов // Известия КГТУ, №32, Бишкек 2014, С.191-194.
9. Садыралиева У.Ж. Магнитная сепарация твердой фазы химического обогащения нефелиновых сиенитов / Ногаева К.А., Дуйшонбаев Н.П. // Стратегии и тренды развития науки в современных условиях. Уфа 2016. С.99-103.
10. Садыралиева У.Ж. Химическое обогащение нефелиновых сиенитов с получением концентрата редкоземельных элементов // Известия Вузов, №2, Бишкек 2015, С. 45-47.
11. Садыралиева У.Ж. Переработка продуктов кристаллизации нефелинового сырья для глинозема / Ногаева К.А // Наука и новые технологии. Бишкек 2014. №5, С. 32-34.
12. Садыралиева У.Ж. Химическое обогащение нефелиновых сиенитов Сандыкского месторождения КР / Ногаева К.А., Дуйшонбаев Н.П.// Стратегии и тренды развития науки в современных условиях. Уфа 2016. С.103-109.
13. Садыралиева У.Ж. Исследования влияния различных параметров на щелочное выщелачивание глинозема из нефелиновых сиенитов / Ногаева К.А. // Наука и новые технологии. Бишкек 2014. №5, С. 29-31.

9. Соответствие автореферата содержанию диссертации

Автореферат полностью соответствует содержанию диссертации, поставленной в ней цели и задачи исследования. Автореферат имеет идентичное резюме на кыргызском, русском и английском языках.

10. Обоснованность предложения о назначении ведущей организации, официальных оппонентов

В качестве эксперта диссертационного совета предлагаю по кандидатской диссертации назначить:

- ведущей организацией предлагаю КГНУ им. Ж.Баласагына где работают опытные доктора и кандидаты наук, известные специалисты по химической технологии.

- в качестве первого официального оппонента предлагаю Тусупбаева Несипбай Кубандыковича, доктора технических наук по специальности 25.00.13 – Обогащение полезных ископаемых, профессора.

- в качестве второго официального оппонента рекомендую доктора технических наук по специальности 05.17.08 – Процессы и аппараты химической технологии, профессора Маймекова Зарлыка Капаровича соответствующий к специальности 25.00.13 – Обогащение полезных ископаемых по трудам, близким к задачам исследования:

1. Маймеков З.К. др. Физико-химическое моделирование процесса деструкции цианида натрия в среде: диоксид серы- метабисульфит натрия-кислород –вода с

участием катализатора. // Журнал «Вода: химия экология». - Москва, 2014. - №8. - С.79-87.

2. Maimekov Z.K. et.al. Concentration distribution of stibiumcontaining components and particles in oxycarboxylic acids solutions // WALIA journal? 2016/ - N032 (S2). – P/ 1-6 (Thomson Reuters (Scopus), импакт фактор 2,25).

3. Маймеков З.К. и др. Влияние содержания хлор-иона на концентрационное распределение катионов, анионов и растворенных газов в воде // Вода: химия и экология. – Россия, Москва, 2016. - №10. –С. 82-87.

Изучив диссертационную работу и автореферат, представленные документы рекомендую диссертационному совету при Институте геомеханики и освоения недр НАН КР и Жалал-Абадском государственном университете по защите диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук принять кандидатскую диссертацию Садыралиевой Уулболсун Жеенкуловны на тему «Разработка комплексной технологии переработки нефелиновых сиенитов месторождения «Сандык» представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 25.00.13 - «Обогащение полезных ископаемых».

Эксперт
Диссертационного Совета
Д.25.19.587,
к.т.н.



А. Кожонов

Подпись эксперта Кожонова *У. Садыралиева*



Ученый секретарь
Диссертационного совета,
К.физ. -мат. н.



Г.С. Исаева