

**ИСЛОМ КАРИМОВ номидаги ТОШКЕНТ ДАВЛАТ ТЕХНИКА
УНИВЕРСИТЕТИ «ФАН ВА ТАРАҚҚИЁТ» ДАВЛАТ УНИТАР
КОРХОНАСИ ИЛМИЙ ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ
DSc.03/30.12.2019.К/Т.03.01 РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ**

НАВОИЙ ДАВЛАТ КОНЧИЛИК ИНСТИТУТИ

ТУРОБОВ ШАХРИДДИН НАСРИТДИНОВИЧ

**ТЕХНОГЕН ЧИҚИНДИЛАРДАН ВАНАДИЙ АЖРАТИБ ОЛИШ
ТЕХНОЛОГИЯСИНИ ТАДҚИҚ ҚИЛИШ ВА ЯРАТИШ**

**05.02.01- Машинасозликда материалшунослик. Қуймачилик. Металларга термик ва
босим остида ишлов бериш. Қора, рангли ва ноёб металлар металлургияси
(техника фанлари)**

**ТЕХНИКА ФАНЛАРИ БЎЙИЧА ФАЛСАФА ДОКТОРИ (PhD)
ДИССЕРТАЦИЯСИ АВТОРЕФЕРАТИ**

Фалсафа доктори (PhD) диссертацияси автореферати мундарижаси

Оглавление автореферата диссертации доктора философии (PhD)

Content of dissertation abstract of doctor of philosophy (PhD)

Туробов Шахриддин Насритдинович

Техноген чиқиндилардан ванадий ажратиш олиш технологиясини тадқиқ қилиш ва яратиш.....3

Туробов Шахриддин Насритдинович

Исследование и разработка технологии извлечения ванадия из техногенных отходов.....23

Turobov Shaxriddin Nasritdinovich

Research and development of technology for extracting vanadium from industrial waste 43

Эълон қилинган ишлар рўйхати

Список опубликованных работ

List of published works.....46

**ИСЛОМ КАРИМОВ номидаги ТОШКЕНТ ДАВЛАТ ТЕХНИКА
УНИВЕРСИТЕТИ «ФАН ВА ТАРАҚҚИЁТ» ДАВЛАТ УНИТАР
КОРХОНАСИ ИЛМИЙ ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ
DSc.03/30.12.2019.К/Т.03.01 РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ**

НАВОИЙ ДАВЛАТ КОНЧИЛИК ИНСТИТУТИ

ТУРОБОВ ШАХРИДДИН НАСРИТДИНОВИЧ

**ТЕХНОГЕН ЧИҚИНДИЛАРДАН ВАНАДИЙ АЖРАТИБ ОЛИШ
ТЕХНОЛОГИЯСИНИ ТАДҚИҚ ҚИЛИШ ВА ЯРАТИШ**

**05.02.01- Машинасозликда материалшунослик. Қуймачилик. Металларга термик ва
босим остида ишлов бериш. Қора, рангли ва ноёб металлар металлургияси
(техника фанлари)**

**ТЕХНИКА ФАНЛАРИ БЎЙИЧА ФАЛСАФА ДОКТОРИ (PhD)
ДИССЕРТАЦИЯСИ АВТОРЕФЕРАТИ**

Тошкент – 2022

Фалсафа доктори (PhD) диссертацияси мавзуси Ўзбекистон Республикаси Вазирлар Маҳкамаси ҳузуридаги Олий аттестация комиссиясида В2021.4.PhD/T2490 рақам билан рўйхатга олинган.

Докторлик диссертация Навоий давлат кончилик институтида бажарилган.

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

Илмий раҳбар: **Ҳасанов Абдурашид Салиевич**
техника фанлари доктори, профессор

Расмий оппонентлар: **Абед Нодири Сойибжоновна**
техника фанлари доктори, профессор

Пирматов Эшмурат Азимович
техника фанлари доктори

Етакчи ташкилот: **Миллий технологик тадқиқотлар университети**
«МИСиС»нинг Олмалиқ шаҳридаги филиали

Диссертация ҳимояси Ислоҳ Каримов номидаги Тошкент давлат техника университети «Фан ва тараққиёт» ДУК ҳузуридаги DSc.03/30.12.2019.К/Т.03.01 рақамли Илмий кенгашнинг 2022 йил «03» февраль соат 14⁰⁰ даги мажлисида бўлиб ўтади. (Манзил: 100174, Тошкент шаҳри, Мирзо Ғолиб кўчаси, 7а-уй. Тел.: (99871) 246-39-28; факс: (99871) 227-12-73; e-mail: www.gupft.uz «Фан ва тараққиёт» ДУК биноси, 2-қават, анжуманлар зали).

Диссертация билан «Фан ва тараққиёт» ДУКнинг Ахборот-ресурс марказида танишиш мумкин (33-рақам билан рўйхатга олинган). (Манзил: 100174, Тошкент шаҳри, Мирзо Ғолиб кўчаси, 7а-уй. Тел.: (99871) 246-39-28; факс: (99871) 227-12-73).

Диссертация автореферати 2022 йил «19» январь куни тарқатилди.
(2021 йил «13» декабрдаги №33 2021 -рақамли реестр баённомаси).



[Handwritten signature]

С.С. Негматов

Илмий даражалар берувчи илмий кенгаш раиси,
ЎзРФА академиги, т.ф.д., профессор

[Handwritten signature]

М.Э. Икрамова

Илмий даражалар берувчи илмий
кенгаш илмий котиби, т.ф.д., к.и.х.

[Handwritten signature]

А.М. Эминов

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

КИРИШ (фалсафа доктори (PhD) диссертацияси аннотацияси)

Диссертация мавзусининг долзарблиги ва зарурати.

Дунёда ноёб металлларни ажратиш олиш замонавий гидрометаллургия саноатида дастлабки хомашё ва ажратиш олинаётган маҳсулотлар сифатини оширишда ва техноген чиқиндилардан ванадийни куйдириш ва танлаб эритиш жараёни кенг қўлланилиб келинмоқда. Бунда паст ҳароратли куйдириш ва сульфат кислотали танлаб эритиш, жумладан: аммиакли, электрокимёвий, экстракциялаш, мембранали ва бошқа усуллар билан биргаликда қўллаш нафақат экологик талабларга риоя қилишни, балки қимматбаҳо компонентларни қайта тикланиши билан ҳам катта аҳамиятга эга.

Жаҳон амалиётида ванадий темир ишлаб чиқариш саноати тошқолларидан ва титан марганецли рудалар таркибидан ажратиш олиниши ҳамда содда технологик ечимлар ишлаб чиқиш бўйича илмий изланишлар олиб борилмоқда. Бу борада ванадийни ишлатилган катализаторларидан ажратиш олиш усулини ишлаб чиқиш, пиро ва гидрометаллургик қайта ишлаш йули билан ванадийни ажратиш олишнинг янги технологияларини яратиш ва мавжуд технологияларни такомиллаштириш муҳим аҳамият касб этади.

Республикада кон-металлургия саноати иккиламчи хом ашёдан фойдаланган ҳолда барча қимматбаҳо металлларни комплекс тарзда ажратиш олишнинг янги инновацион ва такомиллаштирилган технологияларини яратиш бўйича маълум бир чора-тадбирларни амалга ошириб, муайян натижаларга эришилмоқда. Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантириш бўйича Ҳаракатлар стратегиясининг тўртинчи бандида «...саноатни сифат жиҳатдан янги босқичга кўтариш, маҳаллий хомашё манбаларини чуқур қайта ишлаш, тайёр маҳсулотлар ишлаб чиқаришни жадаллаштириш, янги турдаги маҳсулотлар ва технологияларни ўзлаштириш...»¹ бўйича муҳим вазифалар белгилаб берилган. Бу жиҳатдан техноген чиқиндилардан ванадий ажратиш олиш ва мис саноати тошқолларидан темирни ажратиш олган ҳолда юқори сифатли пўлат олиш учун легирловчи қотишма ишлаб чиқаришнинг ресурстежамкор технологиясини яратиш ва мавжуд технологияларни такомиллаштириш муҳим аҳамиятга эга.

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 23 июлдаги ПҚ 4401-сон «Ер қаърини геологик жиҳатдан ўрганишни янада такомиллаштириш ва хомашё базасини ривожлантириш ва қайта тиклаш давлат дастурини амалга ошириш чора – тадбирлари тўғрисида», 2019 йил 4 октябрдаги ПҚ 4477 – сон, «2019-2030 йиллар даврида Ўзбекистон

¹ Ўзбекистон Республикаси Президентининг ПФ-4947-сон «2017-2021 йилларда Ўзбекистон Республикасини ривожлантиришнинг бешта устувор йўналишлари бўйича Ҳаракатлар стратегияси» тўғрисидаги Фармони

Республикаси «яшил» иктисодиётига ўтиш стратегиясини тасдиқлаш тўғрисида»ги қарорлари ҳамда ҳамда мазкур фаолиятга тегишли бошқа меъёрий-ҳуқуқий ҳужжатларда белгиланган вазифаларни амалга оширишга мазкур диссертация тадқиқоти муайян даражада хизмат қилади.

Тадқиқотнинг республика фан ва технологиялари ривожланишининг устувор йўналишларига мослиги. Мазкур тадқиқот республика фан ва технологияларни ривожлантиришнинг VII. «Ер тўғрисидаги фанлар (геология, геофизика, сейсмология ва минерал хом ашёларни қайта ишлаш)» устувор йўналишига мувофиқ бажарилган.

Муаммонинг ўрганилганлик даражаси. Рангли металллар сақлаган рудалар, чиқинди хомашёлари ва иккиламчи маҳсулотларидан ноёб ва қимматбаҳо металлларни ажратиб олиш саноати ривожига маҳаллий ва хорижий қуйидаги олимлар ўзларининг хиссаларини қўшганлар: Григорян В.А., Роцин В.Е., Уточкин Ю.И., Дуб В.С., Зеликман А.Н., Коршунов Б.Г., Палант А.А., Трошкина И.Д., Чекмараев А.М., Шарипов Х.Т., Негматов С.С., Санакулов К.С., Петухов О.Ф., Мухиддинов Б.Ф., Юсупходжаев А.А., Тураходжаев Н, Расулов С., Хасанов А.С., Dutrizac J., Cooper W., Набойченко С.С., Степанов В.П., Смирнов М.П., Грейвер Т.Н. ва бошқалар.

Мавжуд ишлар таҳлиliga кўра, шуни таъкидлаш лозимки, таркибида ноёб ва нодир металллар сақлаган чиқинди маҳсулотларидан ва минерал хом ашёлардан ноёб ва нодир металлларни комплекс ажратиб олишнинг қатор муаммолари мавжуд ва бунда кон металлургия саноати амалиёти ва фанининг ўрни катта. Ушбу диссертация сульфат кислота ишлаб чиқариш саноатининг техноген чиқиндиларидан ванадий ажратиб олиш ва мис тошқолларининг флотацияси чиқиндиларидан темир олиш, шунингдек, 110Г13Л маркали пўлатини легирлаш учун ванадий асосида қотишмалар олиш технологиясини яратишга бағишланган.

Диссертация мавзусининг диссертация бажарилган олий таълим муассасасининг илмий-тадқиқот ишлари режалари билан боғлиқлиги.

Диссертация тадқиқоти Навоий давлат кончилик институти илмий тадқиқот режасига мувофиқ, №2-2015-сон «Табиий сульфидли хомашёлар ва саноат маҳсулотларини қайта ишлаш учун тезкор куйдириш усули ва қурилмасини яратиш» (2015-2016 йй.), шунингдек Инновацион ривожланиш Вазирлигининг №А-ОТ-2019-4- «ОКМК ИИЧБ чиқиндилари ва оралик маҳсулотларидаги қимматбаҳо компонентларни (W, Mo, V, Fe, Re, Au, Ag, Cu) техник ва минералогик баҳолаш ва уларни ажратиб олиш ва тайёр маҳсулотларни - переннат аммоний, молибденли аммоний шаклда ҳамда таркибида нодир металлларни сақлаган мис бойитмаларини олиш, технологиясини ишлаб чиқиш» (2019-2021 йй.) мавзуларидаги илмий тадқиқот лойиҳалари доирасида бажарилган.

Тадқиқотнинг мақсади техноген чиқиндилар таркибидан ванадий ажратиб олиш технологиясини тадқиқ қилиш ва яратишдан иборат.

Тадқиқотнинг вазифалари:

ишлатилган ванадийли катализаторларни пиро- ва гидрometаллургик

қайта ишлаш билан ванадийни ажратиб олиш технологиясини ишлаб чиқиш;
пирометаллургия йўли билан 110Г13Л маркали пўлатини модификациялаш учун ванадий асосидаги қотишмалар олишда ишлатилган ванадийли катализаторларини қайта ишлаш бўйича тадқиқ қилиш;

мис тошқолларининг флотацияси чиқиндилари ва тошқоллардан темир олиш имкониятини ўрганиш;

темир таркибли қотишмаларни олишнинг оқилона технологиясини ишлаб чиқиш;

оптимал ҳароратларда углеродли кокс ёки кўмир билан темир оксидларини тиклаш кинетикасини тадқиқ қилиш ва ўрганиш.

Тадқиқотнинг объекти сифатида «Олмалиқ кон-металлургия комбинати» АЖ МЭЗ сульфат кислота ишлаб чиқариш саноатининг ишлатилган ванадийли катализаторлари ва МБФ-2 нинг мис тошқоллари флотациясининг темир таркибли чиқиндилари олинган.

Тадқиқотнинг предметини ишлатилган ванадийли катализаторлардан ванадийни ажратиб олиш ва саноат чиқиндиларидан темир олиш технологиясини ишлаб чиқиш ташкил этган.

Тадқиқотнинг усуллари. Диссертация ишини бажаришда замонавий комплекс тадқиқот усуллари рентгенофазавий таҳлил, геолого-технологик хариталаш усуллари, тажриба саноат синовлари, гранулометриқ таҳлил, пробиркали, кимёвий, минерологик ва фазали таҳлил усулларида фойдаланилган.

Тадқиқотнинг илмий янгилиги қуйидагилардан иборат:

ванадий катализаторларини пиро- ва гидрOMETаллургик қайта ишлашнинг асосий технологик параметрлари аниқланган;

пўлатни модификациялаш маҳсулотини олиш учун ванадий таркибли чиқиндиларни тикловчи куйдиришнинг асосий омиллари аниқланган;

қаттиқ фазали тиклаш йўли билан мис тошқоллари флотацияси чиқиндиларидан ва тошқоллардан темир олишнинг асосий қонуниятлари асосланган;

паст ҳароратли тиклаш йўли билан тошқол флотациясининг чиқиндилари ва тошқоллардан темирни комплекс олиш технологияси ишлаб чиқилган;

печларда углеродли кокс ва кўмир билан темирни тиклашнинг оптимал режими аниқланган;

техноген чиқиндилардан олинган ванадий ва темир асосида пирометаллургия усулида ванадий қотишмаси билан модификацияланган 110Г13Л пўлат олиш технологияси ишлаб чиқилган.

Тадқиқотнинг амалий натижалари қуйидагилардан иборат:

эски ишлатилган ванадий катализаторларини куйдириш ва турли ҳарорат ҳамда концентрацияларда кислотали танлаб эритиш йўли билан қайта ишлашнинг пиро- ва гидрOMETаллургия жараёнларининг технологик режими аниқланган;

ванадий катализаторларини пирометаллургик усулда қайта ишлаш

технологияси ишлаб чиқилган;

ишлатилган ванадий катализаторларини куйдириш ва ванадий қотишмасини олишнинг асосий технологик параметрлари аниқланган;

темир таркибли чиқиндилардан темир олиш учун тиклаш ва ҳарорат режимининг асосий параметрлари аниқланган;

паст ҳароратли қайтираш жараёнида темир таркибини ошириш учун оптимал режим ишлаб чиқилган.

Тадқиқот натижаларининг ишончилиги катта миқдордаги лаборатория ва ярим саноат синовлари, синов натижаларининг лаборатория тадқиқотлари билан яқинлашиши, техноген чиқиндиларни қайта ишлашдан олинган маҳсулотларнинг сифати, шунингдек лаборатория ва тажриба синовлари акти билан тасдиқланган..

Тадқиқотнинг илмий ва амалий аҳамияти

Тадқиқот натижаларининг илмий аҳамияти ишлатилган катализаторларда ванадийнинг жойлашиш шакллари аниқлаш ва улардан ванадийни олишнинг технологик схемасини, шунингдек, техноген чиқиндилардан темирни қайтаришнинг оптимал параметрлари танланганлиги, назарий ва амалий жиҳатдан асосланганлиги билан изоҳланади.

Тадқиқот натижаларининг амалий аҳамияти янги ванадий қотишмасини олиш учун темир ва ванадийни ажратиб олиш ҳамда олинган маҳсулотлар 110Г13Л маркали пўлат учун модификатор бўлиб хизмат қилиши ва қўймаларнинг ишлаш муддатини оширилганлиги билан изоҳланади.

Тадқиқот натижаларининг жорий қилиниши. Техноген чиқиндилардан ванадий ажратиб олиш технологиясини тадқиқ қилиш ва яратиш бўйича олинган илмий натижалар асосида:

чиқинди ванадий катализаторларидан ванадийни қайтариш ва ажратиб олиш йўли билан темир ишлаб чиқаришнинг такомиллаштирилган янги технологик схемаси «Олмалиқ кон-металлургия комбинати» АЖнинг Марказий механик таъмирлаш заводи Ферроқотишма ишлаб чиқариш бўлимида жорий этилган («Олмалиқ кон-металлургия комбинати» АЖнинг 2021 йил 9 декабрдаги №АС-010096-сон маълумотномаси). Натижада, 110Г13Л маркали пўлатдан олинган қўйма деталларнинг хусусиятларини ва уларнинг умрбоқийлигини 20% га ошириш имконини берган;

мис эритиш заводи сульфат кислота ишлаб чиқариш цехининг ишлатилган ванадий катализаторларини куйдиришдан сўнг танлаб эритиш орқали ванадийли қотишма олиш технологияси «Олмалиқ кон-металлургия комбинати» АЖнинг Марказий механик таъмирлаш заводи Ферроқотишма ишлаб чиқариш бўлимида жорий этилган («Олмалиқ кон-металлургия комбинати» АЖнинг 2021 йил 9 декабрдаги №АС-010096-сон маълумотномаси). Натижада темир таркибли чиқиндилардан тиклаш усули орқали темирни ва сульфат кислота ишлаб чиқариш цехининг ишлатилган ванадий катализаторларидан 86-88 % ванадий ажратиб олиш имконини берган.

Тадқиқот натижаларининг апробацияси. Мазкур тадқиқотнинг натижалари 4 та халқаро ҳамда 3 та республика миқёсидаги илмий-амалий анжуманларда апробациядан ўтказилган.

Тадқиқот натижаларининг эълон қилиниши. Диссертация мавзуси бўйича жами 13 та илмий иш чоп этилган, шулардан Ўзбекистон Республикаси Олий аттестация комиссиясининг диссертациялар асосий илмий натижаларини чоп этиш тавсия этилган илмий нашрларда 4 та мақола, жумладан 2 та республика ва 2 та хорижий журналларда нашр этилган.

Диссертациянинг тузилиш ва ҳажми. Диссертация таркиби кириш, тўртта боб, хулоса, фойдаланилган адабиётлар рўйхати ва иловалардан иборат. Диссертациянинг ҳажми 110 бетни ташкил этган.

ДИССЕРТАЦИЯНИНГ АСОСИЙ МАЗМУНИ

Кириш қисмида олиб борилган тадқиқотнинг долзарблиги ва унга бўлган талаб, тадқиқот мақсади ва вазифалари асосланган, тадқиқот объекти ва предмети тавсифланган, тадқиқотнинг республика фан ва технологиялари ривожланишининг устувор йўналишларига боғлиқлиги кўрсатилган, тадқиқотнинг илмий янгилиги ва амалий натижалари баён қилинган, олинган натижаларнинг илмий ва амалий аҳамияти очиб берилган, тадқиқот натижаларининг амалиётга қўлланиш бўйича тавсиялар, нашр қилинган ишлар ва диссертация тузилиши келтирилган.

«Ванадийли техноген чиқиндиларни қайта ишлаш ва мис тошқоли ва тошқол флотациясини чиқиндиларидан тўғридан-тўғри темир олишнинг замонавий технологиялари бўйича адабиётлар таҳлили» деб номланган биринчи бобида адабиётлар таҳлили келтирилган бўлиб, бунда бугунги кунда қўлланилаётган ванадий ва темирни ажратиб олиш технологиясининг афзалликлари ва камчиликлари муҳокама қилиниб, ишлатилган ванадий катализаторлари ва мис тошқоли флотацияси чиқиндиларини қайта ишлашнинг анъанавий технологиялари таҳлил қилинди.

Таҳлилий шарҳда ишлатилган ванадий катализаторлари (ИВК) ва таркибида темир бўлган чиқиндиларни қайта ишлаш бўйича мавжуд технологияларнинг афзалликлари ва камчиликлари, шунингдек, ишлатилган катализаторлардан гидрометаллургик усулда ванадий ажратиб олиш, шунингдек, паст ҳароратда тиклаш йўли билан темир олиш бўйича хорижий тажрибалар кўриб чиқилган.

Адабиётларни таҳлилий кўриб чиқиш шуни кўрсатадики, саноат чиқиндиларидан ванадийни пиро-гидрометаллургия усулида ва чиқиндилардан темирни паст ҳароратли тиклаш йўли билан олиш бўйича тадқиқ қилиш долзарб вазифалардан эканлигини белгилаб беради.

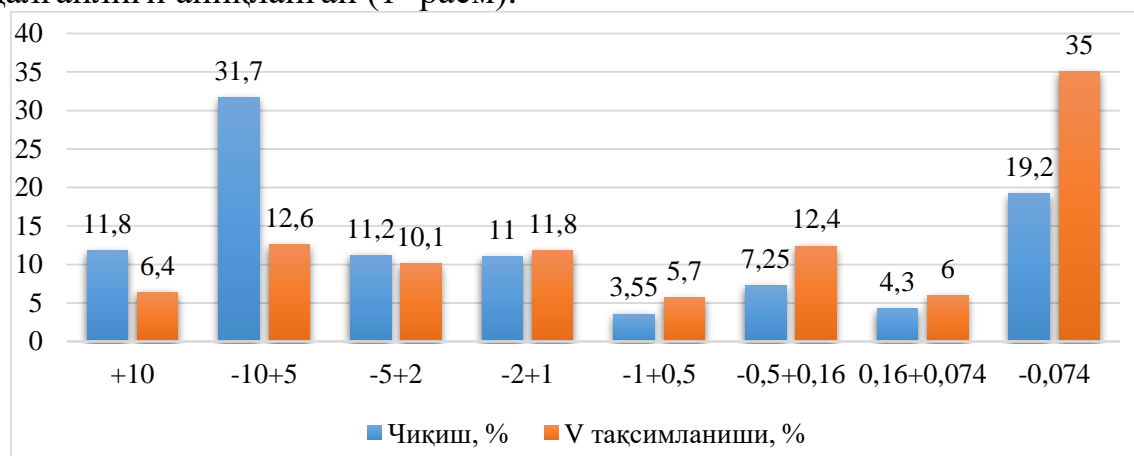
«Саноат чиқиндиларидан ванадий ва металлургия чиқиндиларидан темир олиш технологиясини ишлаб чиқиш бўйича тадқиқот объектлари ва тажрибалар ўтказиш усуллари танилаш ва асослаш» деб номланган иккинчи бобида қаттиқ чиқиндиларнинг шаклланиши бўйича тадқиқот

обектлари аниқланди, ўрганилаётган материалларнинг кимёвий ва минералогик таркиби - тадқиқот обектлари ўрганилди ва таҳлил қилинди, кимёвий ва минералогик таҳлил маълумотлари асосида, ишлатилган катализаторлардан қимматбаҳо компонентлар ва мис тошқоллари флотацияси чиқиндиларидан темир олиш учун тадқиқот усуллари ишлаб чиқилди, ҳар бир ўтказилган тажриба учун, яъни, ванадийни куйдириш ва танлаб эритиш, эритмалардан ванадийни чўктириш, темирни қаттиқ фазали олиш. иш кетма-кетлиги ишлаб чиқилди.

Темирли тошқоллар 1 мм дан кам бўлган йирикликгача янчилган, уларнинг таркиби ҳар бир намунанинг таркиби ўртачалаштирилган. «Олмалиқ КМК» АЖ чиқиндиларидан темирнинг қаттиқ фазали тикланишини ўрганиш учун лаборатория қурилмаларида амалга оширилди, жумладан: лаборатория электр печи ва айланувчи қувурли печ; ҳароратни назорат қилиш тизими; шихтани аралаштириш учун кураклар; магнитли фракцияни олиш учун магнит сепаратор. Олинган материал совитилади ва икки қисмга бўлинади: чоракка ажратилгандан сўнг, бир қисми кимёвий таҳлилга юборилади; қолган материаллар металл фракцияни ажратиш учун магнит саралашга юборилади.

Олмалиқ кон-металлургия комбинати АЖнинг Марказий механик таъмирлаш заводи Ферроқотишма ишлаб чиқариш бўлимида ишлатилган ванадийли катализаторлардан ва мис тошқоллари флотацияси чиқиндиларидан ванадий ҳамда темир ажратиб олиш технологиясини ишлаб чиқиш бўйича тадқиқотлар ўтказиш учун услуб ишлаб чиқилди.

Диссертациянинг «Ишлатилган ванадий катализаторларини қайта ишлаш ва саноат чиқиндиларидан темирни тиклашнинг технологик параметрларини тадқиқ қилиш ва аниқлаш» деб номланган учинчи бобида ишлатилган катализаторларнинг гранулометриқ таркиби аниқланди ва ванадийнинг энг катта миқдори - 0,074 мм синфдаги намуналарда тарқалганлиги аниқланган (1- расм).



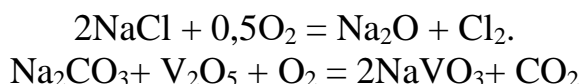
1-расм. Намунанинг гранулометриқ таркиби ва ундаги ванадийнинг тақсимланиши

Шундан сўнг катализаторларни натрий тузлари кўшилган ҳолда куйдуриш бўйича бир қатор тажрибаларни ўтказиш шартлари олиб борилган,

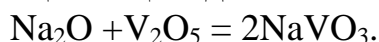
бу реагентлар ванадий пентоксидини сульфат кислотада осон эрийдиган натрий ванадатларига айлантириши ва ванадийнинг ажралиши аниқланган, чўктиришдан кейин ажралиши 89% га етади.

ИВК ни NaCl ёки сода Na₂CO₃ билан куйдиришда ванадий сувда эрувчан натрий ванадатга (NaVO₃) айланади.

Оксидловчи атмосферада 700-750°C ҳароратда куйдаги реакция давом этади:



Реакция натижасида натрий оксиди Na₂O ҳосил бўлади ва хлор газни чиқади. Олинган натрий оксид Na₂O реакцияга кўра ванадий билан реакцияга киришади ва натрий ванадатни ҳосил қилади:



1- жадвал

Турли хил натрий таркибли компонентлар кўшилиши билан куйдириш натижалари

Na ₂ CO ₃ миқдори, %	Технологик эритма		Куйиндининг чиқиши	
	рН	г	ε, %	
Na ₂ CO ₃ , 1 %	7,5	254	83,8	
Na ₂ CO ₃ , 2 %	7,8	257	83,9	
Na ₂ CO ₃ , 4 %	8,0	262	83,9	
Na ₂ CO ₃ , 5 %	8,2	268	85	
Na ₂ CO ₃ , 7 %	8,5	282	87,8	
Na ₂ CO ₃ , 7,5 %	8,45	287	88,9	
Na ₂ CO ₃ , 8 %	8,8	289	89,1	
Na ₂ CO ₃ , 10 %	9,4	291	88,1	
Na ₂ CO ₃ , 12 %	9,8	280	83,3	
Na ₂ CO ₃ , 14 %	10,2	282	82,4	

Материални куйдириш ва кейинчалик ванадийни сувда танлаб эритиш кинетикаси бўйича натижалар 2-жадвалда келтирилган.

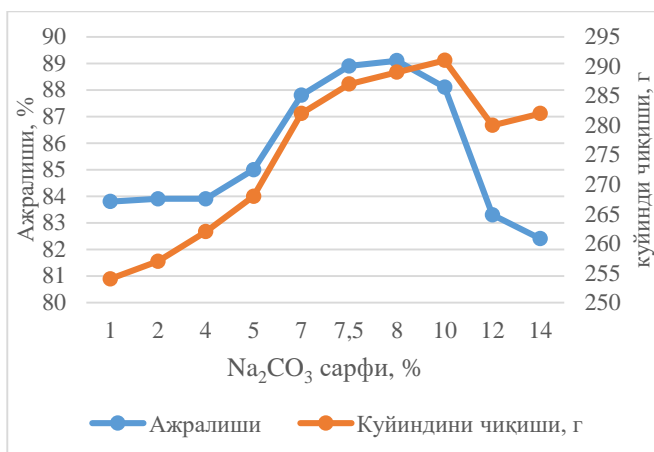
2 - жадвал

Турли ҳароратларда катализаторни куйдириш натижалари

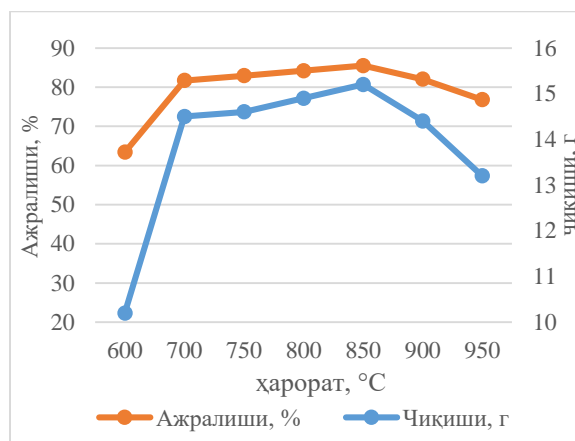
Куйдириш вақти, с	Т, °С	рН	Сувли эритма	
			V чиқиши	ε, %
3	600	8,2	10,2	63,4
3	700	8,4	14,5	81,7
3	750	8,5	14,6	82,9
3	800	8,5	14,9	84,2
3	850	8,1	15,2	85,5
3	900	8,1	14,4	82
3	950	7,9	13,2	76,8

Реакция натижасида ҳосил бўлган натрий ванадати сувда яхши эрийди. Куйдириш жараёнининг оптимал шароити NaCl ёки Na₂CO₃ 8-10%, ҳарорат 700-750°C.

Шундан сўнг, ванадийни кейинги сувли танлаб эритиш учун материални куйдиришнинг оптимал вақти аниқланди. Куйдириш 50 кг/т материал учун Na₂CO₃ нинг аниқланган сарфида ва 700°C ҳароратда амалга оширилди.



2-расм. Куйиндининг ажралиши ва чиқишини Na₂CO₃ нинг сарфига боғлиқлиги



3-расм. Куйдириш ҳароратининг ванадийнинг чиқишига ва ажралишига таъсири

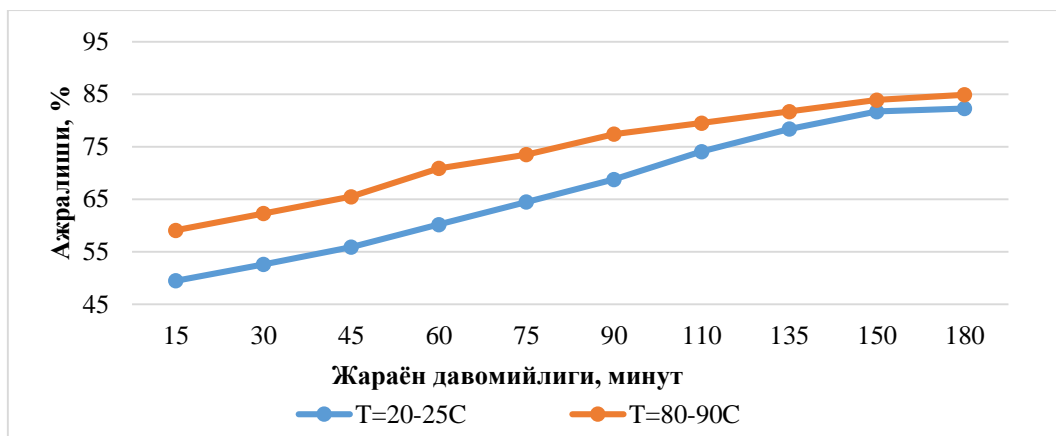
Куйиндини кейинги сув билан танлаб эритиш қуйидаги режимда амалга оширилди: Қ: С = 1: 3, ҳарорат 80-90 °С, вақт - 3 соат.

3- жадвал

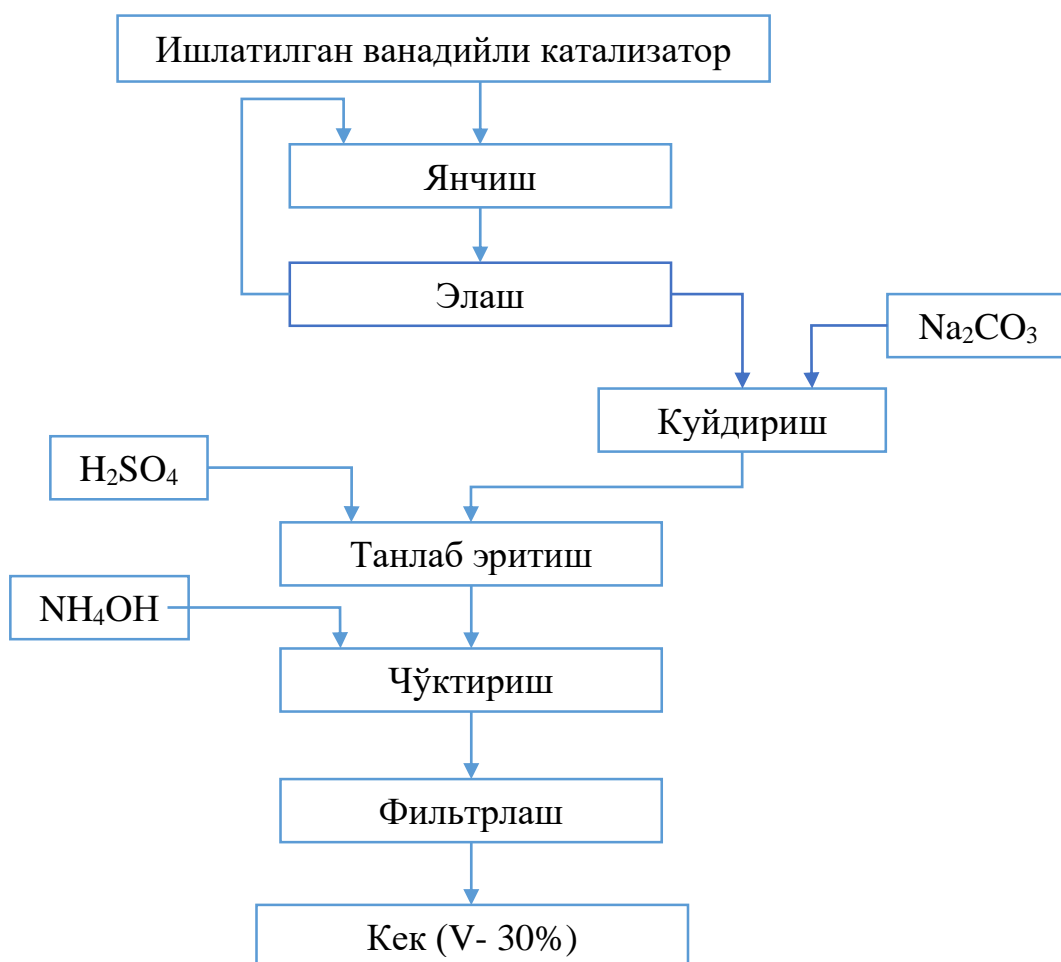
Куйиндини сульфат кислота билан танлаб эритиш кинетикаси

Вақти, с	t = 20-25°С		t = 80-90°С	
	чиқинди, г/т	Е, %	чиқинди, г/т	Е, %
0,5	4700	49,5	3800	59,1
1	4400	52,6	3500	62,3
1,5	4100	55,9	3200	65,5
2	3700	60,2	2700	70,9
2,5	3300	64,5	2450	73,5
3	2900	68,8	2100	77,4
3,5	2400	74,1	1900	79,5
4	2000	78,4	1700	81,7
4,5	1700	81,7	1500	83,9
5	1650	82,3	1400	84,9

Материални сода билан куйдириш учун оптимал вақт 3 соатни ташкил этиши аниқланди. Бунда ванадийнинг сувли эритмага ўтиши 85% ни ташкил этди. Танлаб эритиш жараёнида ванадийнинг ажралишини ошириш учун куйиндини сульфат кислота билан танлаб эритиш ишлатилган. Танлаб эритиш шароити: [H₂SO₄] = 40 г/л; Қ:С=1:3; рН 0,8÷1, n = 600 айл/дақ.



4-расм. ИВК дан ванадийни танлаб эритиш учун синов натижалари



5-расм. Ишлатилган ванадий катализаторларини пиро- ва гидрометаллургик усуллар билан қайта ишлашнинг технологик схемаси

Кейин мис тошқоллари флотацияси чиқиндиларидан темирни паст ҳароратда тиклаш бўйича тажрибалар ўтказилди.

Биринчи босқичда чиқиндиларни қайта ишлаш жараёнининг оптимал параметрларини аниқлаш учун лаборатория тажрибалари ўтказилди. Тикловчи сифатида майдаланган кокс ва Ангрен кўмири ишлатилган.

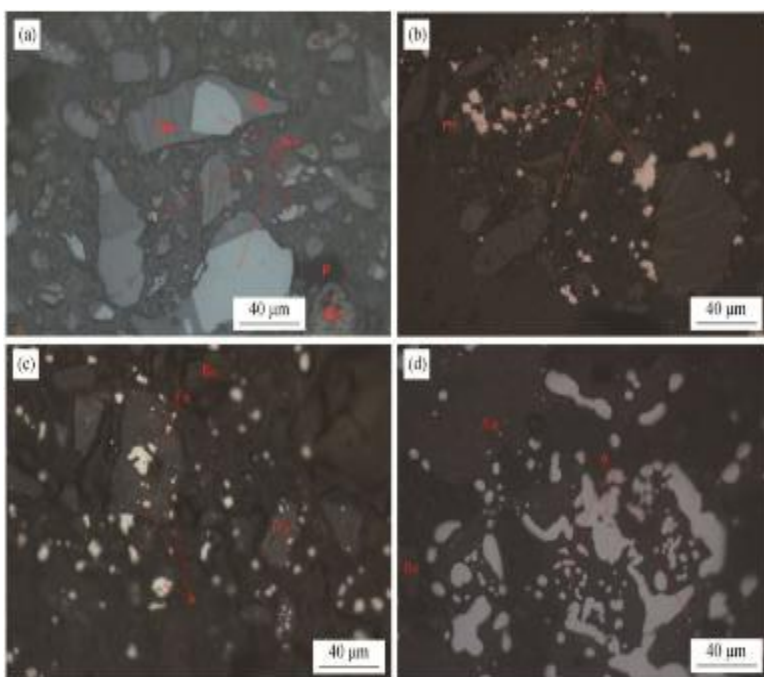


6 -расм. Турли ҳароратларда тикланган гранулаларнинг тасвирлари: (a) 600°C; (b) 800°C; (c) 900°C; (d) 1000°C.

Лаборатория пачида кварц трубкаларда тиклаш жараёнида фақат назорат тажрибалари ўтказилди, бу кокс ёки Ангрен кўмири билан чиқиндилардан темирни паст ҳароратда тиклашнинг фундаментал имкониятларини кўрсатди.

Тошқол чиқиндиларидан темирни тиклашнинг максимал даражаси 900-1000 °C ҳароратда, тикловчининг сарфи 20% да, изотермик ушлаб туриш вақти 120 дақиқада эришилди.

Қайта тиклашга кўмирнинг миқдори унча таъсир қилмади; аммо темирнинг концентрацияси тикловчининг миқдори ишиши билан ортди; бундан келиб чиқадики тикловчининг оптимал сарфи 20% ни ташкил этди.



7-расм. Турли ҳароратларда тикланган гранулаларнинг оптик микроскопик тасвирлари: (a) 600°C; (b) 800°C; (c) 900°C; (d) 1000°C. А - металл фаза; Bc - кўмир; Frr - феррит; Fa - фаялит; P - ғовак; Slg - тошқол

Изотермик ушлаб туриш вақтининг чиқиндиларнинг тикланиш даражасига таъсири лаборатория тажрибаларида қуйидаги параметрлар билан аниқланган: ҳарорат 900-1000°C, тикловчининг сарфи темирни ўз ичига олган тошқол массасининг 20%, изотермик ушлаб туриш вақти 90, 120 дақиқа.

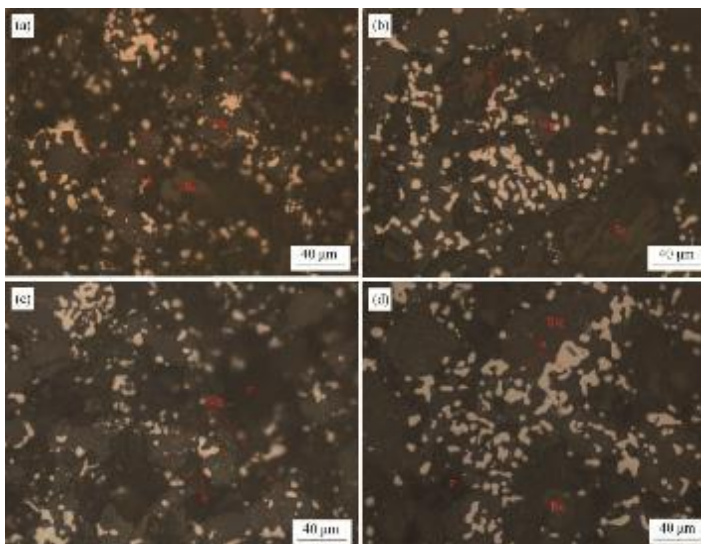
Олинган натижалар асосида асосий боғлиқликларнинг графиклари тузилди. 1000°C да тикланган гранулалар максимал физик ва механик хусусиятларни кўрсатди, масалан, зич сирт, яхши мустаҳкамлик ва юқори антиоксидантлик. Бирок, ҳароратнинг янада ошиши билан (1200°C) тикланган гранулалар эриб бирикиб бошлади ва

саноат шароитида барқарор ишлашга халақит берган. Мисол учун, никел ва темир каби металлларни тиклаш учун кенг тарқалган ускуна бўлган айланма қувурли печда махсулот айланма печнинг деворига осонгина ёпишади.

Бундан ташқари, намуналарни сув билан тоблашдан сўнг, 1200 °С да олилган намуна осонгина оксидланади. Ушбу натижаларга асосланиб тиклашнинг оптимал ҳарорати, 1000°С эканлиги аниқланди. Бойитма таркибидаги темир миқдори тикланиш вақтининг ошиши билан ортиб борди ва 120 дақиқадан сўнг энг юқори чўққига чикди, шу билан бирга тикланиш деярли ўзгармади.

Бойитма таркибидаги темир миқдори тикланиш вақтининг ошиши билан ортиб борди ва 120 дақиқадан сўнг энг юқори чўққига чикди, шу билан бирга тикланиш деярли ўзгармади. Юқори сифатли бойитмани олиш учун оптимал тикланиш вақти 120 минут деб белгиланди.

Асосан, олинган натижалар ферроникел ишлаб чиқаришда темир ва темир силикат материалларининг қаттиқ фазали тикланиши ҳақидаги маълумотларга мос келади.



8-расм. Турли тикланиш вақтларида тикланган материалларнинг оптик микроскопик тасвирлари: (а) 60 мин; (б) 80 мин; (с) 90 мин; (д) 120 мин. А - металл фаза; Slg - тошқол; Вс - кўмир; Р – ғовак

маълум бўлди, унга қуйидагилар киради:

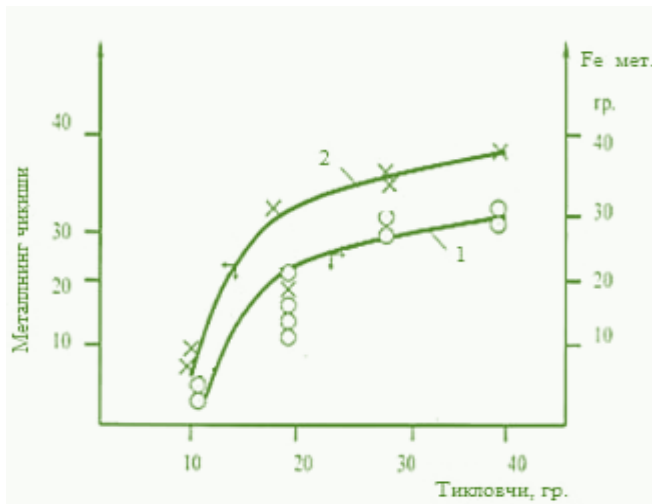
темир таркибли чиқиндилардан темирни айланма қувурли печда қаттиқ тикловчи восита билан олиш;

металли бойитмаларни чўян ёки темир қотишмаларида қайта ишлатиш;

Углероддан фойдаланиш паст сифатли тикловчи моддаларни, шу жумладан кокс ёки антрацит ўрнини босувчи маҳаллий Ангрен кўмирини ёки катта миқдорда қўллаш имконини беради.

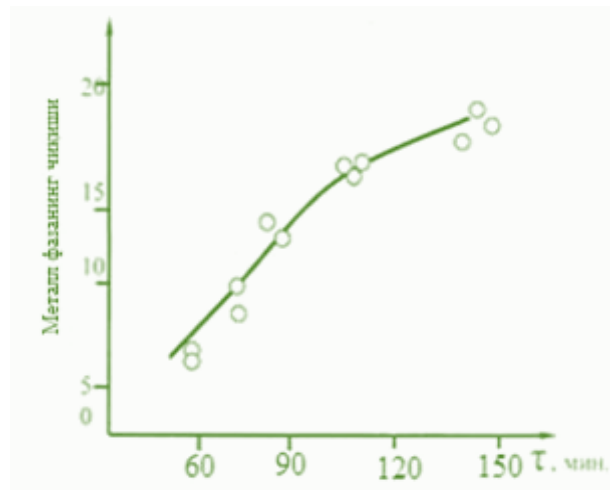
Иссиқлик мувозанатини таъминлаш учун тикловчининг сарфини 10-15% га ошириш керак. Олинган темир тақрибли фракцияни брикетлашдан кейин темир қотишмаси ёки чуян олиш учун қайта эритилиши мумкин. Ишнинг асосий мақсади легирланган пўлат ишлаб чиқариш учун ярқли бўлган темирли қотишмаларни олишда паст ҳароратли тиклаш усулларини қўллаб техноген чиқиндилардан темирни комплекс ажратиб олишининг технологиясини яратиш.

Кўмир ёрдамида паст ҳароратли тиклаш энг истиқболли йўналиш эканлиги



1-кокс 2-Ангрен кўмири

9-расм. Тикловчининг сарфидан металл фракциянинг чиқишига боғлиқлиги



10-расм. $T=1000^{\circ}\text{C}$ ва тикловчининг сарфи 25% бўлганда магнитли фракция чиқишининг тиклаш давомийлигига боғлиқлиги



11-расм. Темирни қаттиқ фазали тиклаш йўли билан мис тошқолларининг флотацияси чиқиндиларини қайта ишлашнинг технологик схемаси

Техник жараённинг якуний натижасига ҳарорат режими, вақт режими, шихта таркиби ва чиқиндиларни тайёрлаш усулининг таъсирини аниқлаш мақсадида лаборатория тажрибалари ўтказилди.

Тажриба саноат синовлари натижасида қуйидагилар аниқланди:

жараённинг оптимал ҳарорати - 900 -1000°C;

тикловчининг оптимал сарфи - 25%;

оптимал ушлаб туриш вақти - 90-120 дақиқа.

Олинган натижалар темир силикат хом ашёсидан феррованадийли темир қотишмасини ишлаб чиқариш бўйича адабиёт маълумотларига мос келади.

Жаҳон амалиётида чиқиндилардан темир олишда паст ҳароратли тиклаш технологиясидан кенг фойдаланилаётганлигини ҳисобга олиб, лаборатория тажрибалари натижалари уни саноатга жорий этишнинг технологик схемасини ишлаб чиқиш учун тавсия этиш имконини беради.

Диссертациянинг «**Тикланган темир маҳсулоти асосида қотишмалар олиш ва ванадийли қотишма олиш орқали техноген чиқиндиларидан ванадий ажратиб олиш технологиясини ишлаб чиқиш**» деб номланган тўртинчи бобда тикловчи куйдириш бўйича тажриба синовлари тақдим этилган, уларнинг мақсади ванадий таркибли чиқиндиларини ИВК қайта ишлаш, бунинг натижасида ванадий асосий материалга тўлиқ чиқарилади ва маҳсулот таркибидаги олтингугурт қайта ишланади.

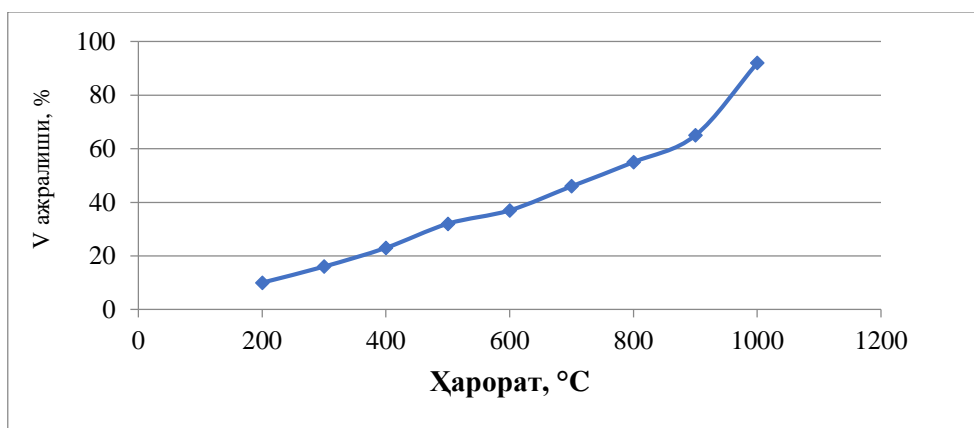
Кўрсатилган усул сульфат кислота ишлаб чиқаришнинг зарарли чиқиндиларидан (ишлатилган ванадий катализаторлари) фойдаланиш ва шу билан бирга ванадий таркибли хом ашё билан боғлиқ муаммоларни ҳал қилади. Усул ишлатилган катализатор таркибидаги бирикмаларнинг эриш ҳароратидан паст ҳароратда куйдиришни ўз ичига олади. 900-1100°C ҳарорат оптимал ҳисобланади.

Ишнинг мақсади қуйидагича. Ишлатилган ванадий катализаторида ванадий йўқолишнинг барча пунктларини самарали равишда бартараф этиш ва кейинчалик ванадий қотишмалари ва пўлатларни ишлаб чиқариш учун ишлатилиши мумкин бўлган оралиқ маҳсулотларни олиш учун чиқиндиларнинг материаллардаги олтингугурт камайтиради ва уни сульфат кислота ишлаб чиқаришга юборилади, шунингдек, тегишли тарзда куйдириш жараёнини амалга ошириш керак.

Куйдириш босқичида ёнувчи газ печга кирганда, у катализатор таркибидаги сульфатнинг парчаланишига олиб келади ва ванадий пентоксиддан тўрт валентгача камаяди ва ванадийли бронза ҳосил қилади. Бу ерда ёниш ҳарорати ҳам муҳим рол ўйнайди, чунки ажратилган олтингугурт чиқинди газга киришидан олдин сульфат бутунлай парчаланиши керак.

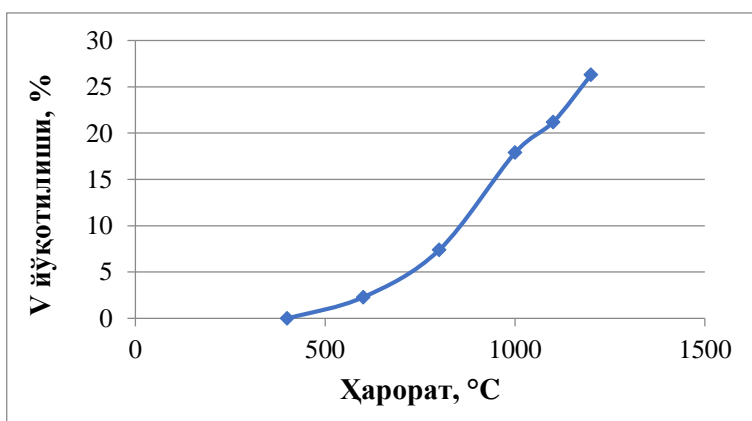
Металлургик эритишда ванадий маҳсулотида кўп миқдорда олтингугурт ва металл гидроксидлари бўлишига йўл қўйилмайди. Шу сабабли, куйдириш шундай амалга оширилиши керакки, улар маҳсулотдан учиб кетади ва натижада олтингугурт миқдори ванадийнинг оғирлиги бўйича 30% дан кам бўлиши керак ва металл гидроксидлари миқдори ярмидан бир оз кўпроқ бўлиши керак.

Тажрибалар шуни кўрсатдики, агар объект 900°С дан паст ҳароратда бўлса, олтингугурт осонгина ажралади ва 1100° С дан юқори ҳароратда ванадий йўқолиши мумкин.



12-расм. Ажралиш даражасининг ИВК нинг куйдириш ҳароратига боғлиқлиги

Шунга асосланиб, 900° С ҳароратда ишлов берилганда материалнинг фокфдшқр даражаси 65%, маълум бир ҳароратда (900-1100 °С) бажарилганда 80-95% ни ташкил қилади деган хулосага келинди.

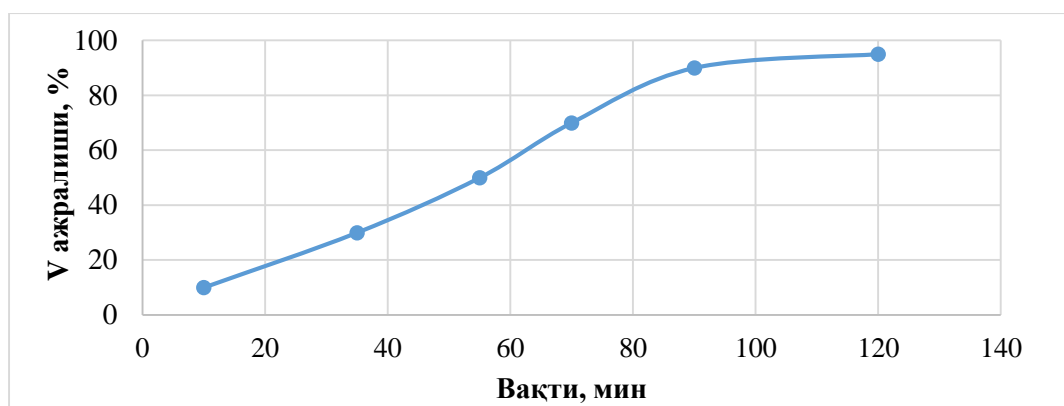


13-расм. Ванадий йўқотилишининг ҳароратга боғлиқлиги

Агар куйдириш ҳарорати 1100°С дан ошса, чиқинди газлар билан 20% дан ортиқ ванадий йўқолади. Ушбу усул ёрдамида материални қайта ишлаш ишлатилган ванадий катализаторларидан ванадийни йўқотишнинг олдини олади. Бундан ташқари, ишлатилган

катализаторлардан олинган ванадийли маҳсулотлар ферроқотишма ишлаб чиқариш учун мавжуд ассортимент кенгайтирилмоқда. Ушбу усулнинг техникаси экстракция жараёнини ва ноорганик кислоталардан фойдаланишни талаб қилмайди.

Ишлатилган ванадий катализаторини қайта ишлаш усули юқори ванадийли ва олтингугурт таркибли маҳсулотларни ажратиш учун юқори ҳароратда контакт массасини куйдиришни ўз ичига олади ва маҳсулот олинмагунча куйдириш ҳарорати 900-1100°С бўлиши билан фарқланади, таркибида деярли бир хил миқдорда ванадий ва олтингугурт мавжуд бўлиб, ажратилган олтингугурт таркибли газ сульфат кислота ишлаб чиқаришга юборилади.



14-расм. Ажралиш даражасининг куйдириш вақтига боғлиқлиги

Ванадий қотишмасини олиш бўйича тажрибалар ўтказилди. Феррованадийни экспериментал эритиш "блокда" эритиш йўли билан амалга оширилди. Ванадий пентоксида ва мураккаб кремний-алюминий тикловчи, металл стружка ва оҳакдан иборат шихта юкланган.

Эритиш тигелни қиздириш билан бошланди, бунинг учун унинг пастки қисмига йирик кокс бўлаклари қуйилди ва унинг устига ёй ёқилди. Тигел 900 - 1000°C ҳароратгача қиздирилган. Тигелни қиздиргандан сўнг, шихталанган материаллар аралашмаси дарҳол қисмларга бўлиб кўшилди. Шихта материаллари колошник қисми эришининг олдини оладиган тарзда юкланган. Электр печининг тигелига барча керакли шихта материаллари тўплами юборилгандан ва юқори қисмини эритиб бўлгандан сўнг, печ ўчирилди ва тигелни совитиш учун қолдирилди.

4-жадвал

Олинган ванадий қотишмаларининг кимёвий таркиби

Номи	V	Fe	SiO ₂	CaO	P	C	S
Феррованадий	44,55	36,64	9,07	2,08	-	4,44	0,7
Феррованадий	39	31,69	6,05	2,89	-	2,58	0,28
Феррованадий	42,61	9,55	19,01	7,15	0,03	3,51	0,3

Натижада қуйидаги кимёвий таркибга эга ванадий қотишмаси олинди.

Олинган натижалар асосида 110Г13Л пўлатни эритиш технологиясини яратиш бўйича ишлар олиб борилди. ДСП-3-ИЗ типдаги электр ёйли печларида пўлат эритилди.

110Г13Л маркали пўлат тоғ-кон саноати ва энергетикада (экскаватор ковши тишлари, майдалагич плиталари, тегирмон зирхлари ва бошқалар) қўйма ишлаб чиқариш учун хизмат қилади.

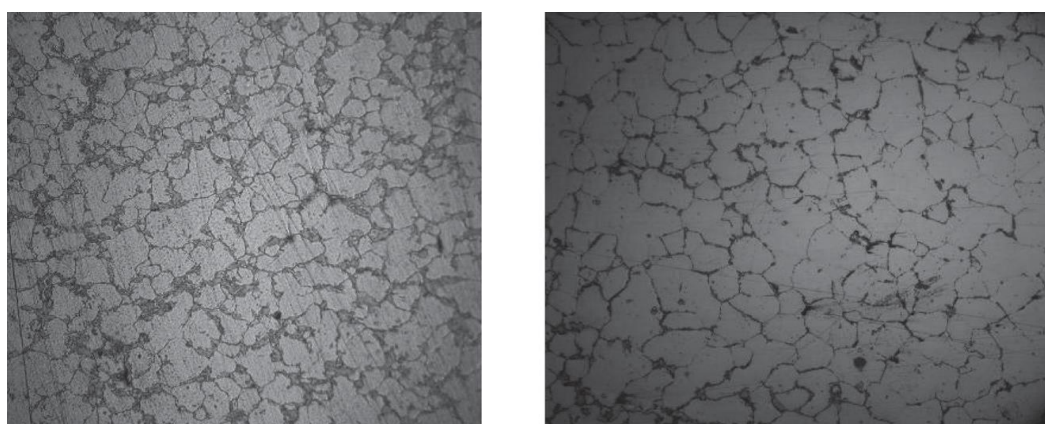
Металлнинг тузилиши ва хусусиятларини таҳлил қилиш шуни кўрсатдики, қўймани қайта ишлаш учун ванадий қотишмаси ишлатилганда, қуйишдан кейин металлнинг тузилиши анъанавий тарзда эритилган пўлат билан солиштирилганда тоза дон чегараси кўринади.

Олинган намуналарнинг кимёвий таркиби, %

	C	Mn	Si	Cr	V	S	P
110Г13Л	1.25	14,02	0.69	0.28	-	0.05	0.05
Намуна	2	11	1.4	0.4	0.2	0.1	0.05
Намуна	2.4	11.33	1.7	0.5	0.4	0.05	0.05
Намуна	1.14	11	1	0.5	0.6	0.05	0.05
Намуна	1.038	10.5	0.8	0.5	0.8	0.05	0.05

Эгилишга текшириш учун намунани қўйишда, ишлатилаётган нисбатан қисқариш бўшлиғи кўринишидаги нуқсонлар кузатилмади.

Таҳлилларга асосланиб, қўйманинг механик хусусиятлари, ейилишга бардошлилиги 20% га яхшиланган деган хулосага келиш мумкин.



а

б

**15-расм. Пўлат структураси: а - анъанавий усул бўйича;
б - ванадий қўшилгандан кейин**

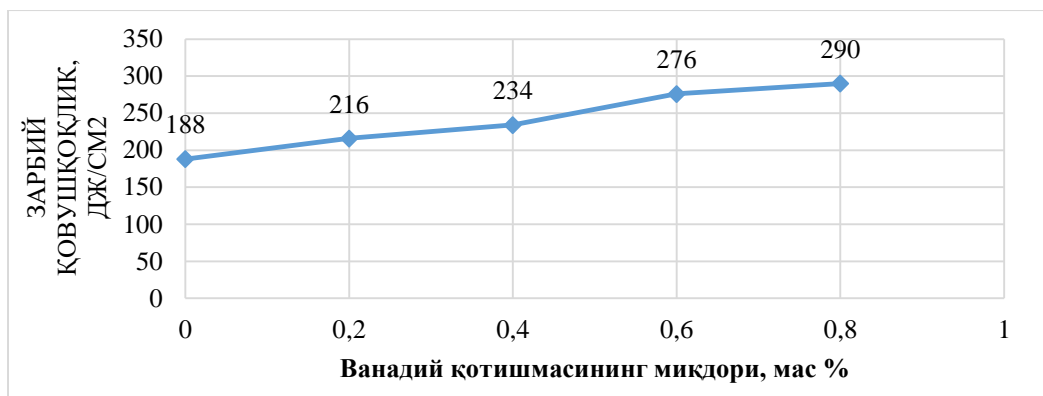
Механик хусусиятлар таҳлили шуни кўрсатдики, модификация туфайли зарбага чидамлик анъанавий қайта эритиш билан солиштирганда 10-15% га ошди. Нисбий чўзилиш кучи ҳам ошди.

6-жадвал

Намуналарни мустаҳкамлик учун синовдан ўтказишнинг қиёсий кўрсаткичлари

Кўрсаткич	Анъанавий усул бўйича	Ванадий қўшилгандан кейин
Вақтинчалик қаршилик σ_b , МПа	450–500	700–810
Нисбий чўзилувчанлик δ , %	12–16	21–16
Зарбий қовушқоқлик КСУ, Дж/см ²	150–200	250–290

«Олмалиқ КМК» АЖ Марказий ремонт механика заводи (МРМЗ) да 110Г13Л пўлатни модификациялаш технологиясининг жорий этилиши илгари оксидланиш усулида ишлаб чиқарилган муҳим қўймаларнинг бир қисмини қайта эритиш усулига ўтказиш имконини берди.



16-расм. Қўшилган ванадий миқдоридан зарбий қовушқоқликнинг ўзгариши

Лаборатория тадқиқотлари ва ишлаб чиқариш шароитида олиб борилган экспериментал тажриба натижалари шуни кўрсатдики, пўлатни ванадий қотишмаси билан легирлаш карбид қўшимчаларини майдалашни ва қуйма ҳолатида уларнинг сонини камайтиришни осонлаштиради. Модификацияланган қуймаларни термик ишлов бериш карбидларнинг деярли тўлиқ эришига олиб келди, бу уларнинг хизмат қилиш муддатини ошишига ёрдам беради.

7-жадвал

Олинган қуймаларни механик хусусиятларининг кўрсаткичлари

Кўрсаткич	Анъанавий усул		Модификациялаш усули	
	№ 1 эритиш	№ 2 эритиш	№ 3 эритиш	№ 4 эритиш
Вақтинчалик қаршилик σ_b , МПа	565,5	570,1	685,0	730,0
Оқувчанлик чегараси $\sigma_{0.2}$, МПа	327	330	355	355
Нисбий чўзилувчанлик δ , %	17,1	19,2	25,0	28,0
Нисбий эгилювчанлик Ψ , %	15	15	18	22
Зарбий қовушқоқлик КСУ, Дж/см ²	170	170	220	230

110Г13Л пўлатини ванадий билан модификациялаш технологиясининг жорий этилиши қуймаларнинг структуравий ҳолати ва уларнинг эксплуатацион хусусиятларига оид шикоятларни бартараф этганлиги аниқланди.

ХУЛОСА

1. Ишлатилган ванадий катализаторларини куйдириш ва сульфат кислота билан танлаб эритиш йўли билан ванадийни 90% гача олиш имконини берадиган қайта ишлаш технологияси ишлаб чиқилди.

2. Ванадийнинг ажралиши 92% га етган ва ванадий таркиби 45% қотишмасини олиш учун мақбул бўлган ишлатилган ванадий катализаторларини куйдириш ҳарорати ва вақтига қараб тикловчи куйдиришнинг оптимал режими ишлаб чиқилди.

3. Мис тошқоллари ва тошқолларни флотацияси чиқиндилари ҳолатини ўрганиш асосида мустақил рудалар йўқлиги сабабли улар темирнинг қимматбаҳо хом ашёси бўлиб, мустақил равишда қайта ишлаш мумкинлиги аниқланди.

4. Мис тошқоллари ва тошқолларни флотациялаш чиқиндиларини қайта ишлашнинг истиқболли усули темирни паст ҳароратли қаттиқ фазали тиклаш ва ундан кейинги темир таркибли маҳсулотларни ажратиш учун мақбул режим тавсия этилди.

5. Тикловчининг тури, миқдори ва изотермик ушлаб туриш вақтига ҳамда ҳароратига қараб чиқиндилардандан темирни олиш қонуниятлари: жараённинг оптимал ҳарорати 900-1000°C, тикловчининг оптимал сарфи - 20%, жараён давомийлиги 90-120 дақиқа бўлиши аниқланди.

6. Мис тошқоллари флотация чиқиндилари ва мис тошқолларини паст ҳароратда тиклаш ва ундан кейинги магнит сепарация билан қайта ишлаш технологияси тавсия қилинди.

7. Ванадий қотишмаси ва темирнинг қаттиқ фазали тикланиши натижасида олинган пўлатни қайта ишлаш технологияси ишлаб чиқилган.

**НАУЧНЫЙ СОВЕТ DSc.03/30.12.2019.К/Т.03.01 ПО ПРИСУЖДЕНИЮ
УЧЕНЫХ СТЕПЕНЕЙ ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО
ПРЕДПРИЯТИЯ «ФАН ВА ТАРАККИЁТ» ТАШКЕНТСКОГО
ГОСУДАРСТВЕННОГО ТЕХНИЧЕСКОГО УНИВЕРСИТЕТА
имени ИСЛАМА КАРИМОВА**

НАВАЙСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ГОРНЫЙ ИНСТИТУТ

ТУРОБОВ ШАХРИДИН НАСРИТДИНОВИЧ

**ИССЛЕДОВАНИЕ И РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ИЗВЛЕЧЕНИЯ
ВАНАДИЯ ИЗ ТЕХНОГЕННЫХ ОТХОДОВ**

**05.02.01 – Материаловедение в машиностроении. Литейное производство.
Термическая обработка и обработка металлов давлением. Металлургия черных,
цветных и редких металлов (технические науки)**

**АВТОРЕФЕРАТ ДИССЕРТАЦИИ ДОКТОРА ФИЛОСОФИИ (PhD)
ПО ТЕХНИЧЕСКИМ НАУКАМ**

Ташкент– 2022

Тема диссертации доктора философии (PhD) зарегистрирована в Высшей аттестационной комиссии при Кабинете Министров Республики Узбекистан под номером В2021.4.PhD/Т2490.

Диссертация выполнена в Навоийском государственном горном институте.

Автореферат диссертации на трех языках (узбекский, русский и английский (резюме)) размещен на веб-странице (www.gupft.uz) и информационно-образовательном портале «ZIYONET» (www.ziyonet.uz).

Научный руководитель:

Хасанов Абдурашид Солиевич
доктор технических наук, профессор

**Официальные
оппоненты:**

Абед Нодира Сойибжоновна
доктор технических наук, профессор

Пирматов Эшмурат Азимович
доктор технических наук

Ведущая организация:

**Алмалыкский филиал Национального
исследовательского технологического университета
«МИСиС»**

Защита диссертации состоится «03» февраля 2022 года в 14⁰⁰ часов на заседании Научного совета DSc.03/30.12.2019.К/Т.03.01 при ГУП «Фан ва тараққийот» Ташкентского государственного технического университета имени Ислама Каримова (Адрес: 100174, г. Ташкент, ул. Мирзо Голиба 7а. тел.: (99871) 246-39-28; факс: (99871) 227-12-73; e-mail: fan_va_taraqqiyyot@mail.ru, в здании ГУП «Фан ва тараққийот», 2 этаж, зал конференций).

С диссертацией можно ознакомиться в Информационно-ресурсном центре ГУП «Фан ва тараққийот» (Зарегистрированный номером №33). (Адрес: 100174, г. Ташкент, ул. Мирзо Голиба, 7а. Тел. (99871) 246-39-28, факс: (+99871) 227-12-73).

Автореферат диссертации разослан «19» января 2022 года.
(протокол реестра №33 от 13 декабря 2021 г.).



С.С. Негматов

Председатель научного совета по присуждению
ученых степеней, академик АН РУз, д.т.н., профессор

М.Э. Икрамова

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

А.М. Эминов

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 извлечение редких металлов широко используется в современной гидрометаллургической промышленности для улучшения качества сырья и получаемых продуктов, а также в процессе обжига и выщелачивания ванадия из техногенных отходов. В этом аспекте использование низкотемпературного обжига и селективного выщелачивания серной кислотой, в том числе: аммиачных, электрохимических, экстракционных, мембранных и других методов, важно не только для соблюдения экологических требований, но и для извлечения ценных компонентов.

В мире проводятся научные исследования по извлечению ванадия из шлаков металлургической промышленности и состава титано-марганцевых руд, а также разработка простых технологических решений. В связи с этим актуальна разработка способа извлечения ванадия из отработанных катализаторов, создание новых технологий выделения ванадия пиро- и гидрометаллургической переработкой и совершенствование существующих технологий.

В республике горно-металлургическая промышленность страны добывается создания и внедрения новых инновационных и усовершенствованных технологий комплексного извлечения всех драгоценных металлов с использованием вторичного сырья. В Стратегии действия по дальнейшему развитию Республики Узбекистан определены задачи «...повышения промышленности на качественно новый уровень, глубокой переработки местных источников сырья, ускорения производства готовой продукции, освоения новых видов продукции и технологий...»¹. В этом аспекте научное исследование, направленное усовершенствованию и разработке новых технологий для полного извлечения ванадия и железа в восстановленном виде из отработанных ванадиевых катализаторов и хвостов флотации шлаков медного производства с получением сплава ванадия для легирования высокопрочной стали, имеет важное значение.

Данное диссертационное исследование в определенной степени направлено на выполнение 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 действий по пяти приоритетным

¹ Указ Президента Республики Узбекистан №УП-4947 «О Стратегии действий по пяти приоритетным направлениям развития Республики Узбекистан в 2017-2021 годах»

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. В области развития производства редких и драгоценных металлов из техногенного сырья цветных металлов, а также извлечения их из отходов и вторичного сырья внесли свой значительный вклад такие зарубежные и отечественные ученые: Григорян В.А., Роцин В.Е., Уточкин Ю.И., Дуб В.С., Зеликман А.Н., Коршунов Б.Г., Палант А.А., Трошкина И.Д., Чекмараев А.М., Шарипов Х.Т., Негматов С.С., Санакулов К.С., Петухов О.Ф., Мухиддинов Б.Ф., Юсупходжаев А.А., Тураходжаев Н, Расулов С., Хасанов А.С., Dutrizac J., Cooper W., Набойченко С.С., Степанов В.П., Смирнов М.П., Грейвер Т.Н. и др.

Вместе с тем, существуют проблемы, имеющие важное значение для науки и практики горно-металлургического производства редких металлов, которые связаны с проблемами комплексной переработкой минерального сырья и охраной окружающей среды, в частности, доизвлечением редких и благородных металлов. Исследованию и разработке технологии извлечения ванадия из техногенных отходов производства серной кислоты и железа из хвостов флотации шлаков медного производства, а также получения сплавов на основе ванадия для легирования марганцовистой стали 110Г13Л посвящена настоящая диссертационная работа.

Связь диссертационного исследования с планами научно-исследовательских работ высшего учебного учреждения. Диссертационное исследование выполнено в рамках плана научно-исследовательских работ Наваийского государственного горного института в рамках проекта: 2-2015 – «Разработка способа и установки высокоскоростного обжига по переработке природного сульфидного сырья и промпродуктов» (2015-2016 гг.), а также в рамках проекта прикладных исследований Министерства инновационного развития – А-ОТ-2019-4- «Технико-минералогическая оценка ценных компонентов (W, Mo, V, Fe, Re, Au, Ag, Cu) в отходах и полупродуктов НПО АГМК и разработка технологии их извлечения и получения товарной продукции - перрената аммония AP-O, аммония молибденовокислого и медного концентрата, содержащего благородные металлы» (2019-2021 гг.).

Целью исследования является исследование и разработка технологии извлечения ванадия из техногенных отходов.

Задачи исследования:

разработка технологии пиро- и гидрометаллургической переработки отработанных ванадиевых катализаторов с извлечением ванадия;

исследование по переработке отработанных ванадиевых катализаторов с получением сплавов на основе ванадия для модификации стали 110Г13Л пирометаллургическим способом;

проведение исследования возможности получения железа из шлаков и хвостов флотационного обогащения медных шлаков;

разработка рациональной технологии получения железосодержащих сплавов;

исследование и изучение кинетики восстановления оксидов железа углеродсодержащим коксом или углем при оптимальных температурах.

Объектом исследований является отработанные ванадиевые катализаторы сернокислотного производства МПЗ АО «Алмалыкский ГМК» и железосодержащие хвосты флотации медных шлаков МОФ-2.

Предметом исследования является разработка технологии извлечения ванадия из отработанных ванадиевых катализаторов и получения железа из техногенных отходов.

Методы исследования. При выполнении диссертационной работы широко применены современные комплексные методы исследований, электронная микроскопия, рентгеноструктурный анализ, пробирный, химический и фазовый методы анализа.

Научная новизна исследования заключается в следующем:

определены основные технологические параметры пиро и гидromеталлургической переработки ванадиевых катализаторов;

выявлены основные параметры восстановительного обжига ванадийсодержащих отходов с получением продукта модификации стали;

обоснованы основные закономерности получения железа из хвостов флотации шлаков медного производства и шлаков твердофазным восстановлением;

разработана технология комплексного извлечения железа из шлаков и хвостов флотации шлаков низкотемпературным восстановлением;

определены оптимальный режим восстановления железа углеродсодержащим коксом и углем в печах ;

разработана технология получения стали 110Г13Л модифицированная ванадиевой лигатурой пирометаллургическим способом на основе полученного железа и ванадия из техногенных отходов.

Практические результаты исследования заключается в следующем:

установлен технологический режим пиро и гидromеталлургических процессов переработки лежалых отработанных ванадиевых катализаторов обжигом и сернокислотным выщелачиванием при разных температурах и концентрациях;

разработана технология переработки ванадиевых катализаторов пирометаллургическим способом;

определены основные технологические параметры восстановительного обжига отработанных ванадиевых катализаторов и получения ванадиевого сплава;

определены основные параметры восстановления и температурный режим при получении железа из железосодержащих отходов;

разработан оптимальный режим с целью увеличения содержания металлического железа в процессе низкотемпературного восстановления с получением металлического железа для модифицирования стали.

Достоверность полученных результатов обоснована значительным объемом лабораторных и полупромышленных испытаний, сходимостью результатов испытаний с лабораторными исследованиями, качеством полученных продуктов переработки техногенных отходов, а также актами лабораторных и опытно-промышленных испытаний.

Научная и практическая значимость результатов исследования.

Научная значимость результатов исследования заключается в определении форм нахождения ванадия в лежалых отработанных катализаторах и выбора технологической схемы извлечения ванадия из техногенного сырья, а также оптимальных параметров восстановления железа из техногенных отходов теоретически и практически оправданы.

Практическая значимость результатов исследования заключается в извлечении железа и ванадия с получением нового сплава ванадия, который продукция служит модификатором для стали 110Г13Л и увеличивает срок работы выплавленных изделий.

Внедрение результатов исследования. На основе полученных научных результатов исследований по разработке технологии извлечения ванадия из техногенных отходов:

предложена усовершенствованная новая технологическая схема получения железа из техногенных отходов восстановлением и извлечения ванадия из лежалых отработанных ванадиевых катализаторов с внедрением на ЦРМЗ участке получения ферросплавов АО «Алмалыкский ГМК» (справка АО «Алмалыкский ГМК» №АС-010096 от 9 декабря 2021 года). В результате обеспечено повышение свойств получаемых отливок из стали 110Г13Л и увеличение их срока работы на 20%;

разработанная технология сернокислотного растворения ванадия после обжига ванадиевых катализаторов цеха по производству серной кислоты в медеплавильном заводе, с получением ванадиевых лигатур внедрена в ЦРМЗ УПФ АО «Алмалыкский ГМК» (справка АО «Алмалыкский ГМК» №АС-010096 от 9 декабря 2021 года). В результате технология позволила извлечь железо из железосодержащих отходов восстановительным способом и ванадия из отработанных катализаторов производства серной кислоты на 86-88 %.

Апробация результатов исследования. Апробация результатов данного исследования произведена на 4 международных и 3 республиканских научно-практических конференциях.

Опубликованность результатов исследования. По теме диссертации опубликованы 13 научных работ, из них в научных изданиях, рекомендованных для опубликования основных научных результатов

диссертаций Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан, опубликованы 4 статей, в том числе 2 из которых в республиканских и 2 в зарубежных журналах.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, четырёх глав, заключения, списка использованной литературы и приложений. Объем диссертации составляет 110 страниц компьютерного текста.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обосновывается актуальность и востребованность проведенного исследования, цель и задачи исследования, характеризуется 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, внедрение в практику результатов исследования, сведения по опубликованным работам и структуре диссертации.

В первой главе **«Аналитический обзор литературы современных технологий переработки техногенных ванадиевых отходов и прямого получения железа из шлаков и хвостов флотации медных шлаков»** проведен литературный анализ работ, обсуждаются достоинства и недостатки технологии извлечения ванадия и железа, используемых на сегодняшний день, а также были анализированы традиционные технологии переработки отработанных ванадиевых катализаторов и хвостов флотации медных шлаков.

В аналитическом обзоре рассмотрены преимущества и недостатки существующих технологий переработки отработанных ванадиевых катализаторов и железосодержащих хвостов, также зарубежный опыт извлечения ванадия из отработанных катализаторов гидрометаллургическим способом, а также получения железа низкотемпературным восстановлением. Аналитический обзор литературы свидетельствует о том, что исследования по извлечению ванадия из техногенных отходов пиро- и гидрометаллургическим способом, и железа из хвостов низкотемпературным восстановлением являются актуальными.

Во второй главе **«Выбор и обоснование объектов исследования и методики проведения экспериментов по разработке технологии извлечения ванадия из техногенных отходов и железа из отходов металлургического производства»** были определены объекты исследования по образованию твердых отходов, изучены и анализированы химические и минералогический состав исследуемых материалов – объектов исследований, на основе данных химического и минералогического анализа разработаны методики проведения исследований по извлечению ценных компонентов из отработанных катализаторов и хвостов флотации медных шлаков,

разработана последовательность выполнения работ для каждого проводимого эксперимента, т.е. для проведения испытаний обжига и выщелачивания ванадия, осаждение ванадия из растворов, твердофазного получения железа.

Железистые шлаки измельчались до крупности мелкооты менее 1 мм, состав каждой пробы усреднили. Исследование твердофазного восстановления железа из хвостов АО «Алмалыкский ГМК» проводилось на лабораторных установках, включающих в себя: лабораторную электрическую печь и вращающуюся трубчатую печь; систему регулирования температуры; лопатки для перемешивания шихты; магнитный сепаратор для получения магнитной фракции. Полученный восстановленный материал остывает и делится на две части: часть направляется на химический анализ после квартования; остальные материалы подвергаются магнитной сепарации для выделения металлической фракции.

На участке по производству ферросплавов Центрального ремонтно-механического завода АО «Алмалыкский ГМК» разработана методика по технологии извлечения ванадия из отработанных ванадиевых катализаторов и железа из хвостов флотации медных шлаков.

В третьей главе диссертации «Исследование и определение технологических параметров процесса переработки отработанных ванадиевых катализаторов и восстановления железа из техногенных отходов» определен гранулометрический состав отработанных катализаторов и определено что, в составе проб в классе -0.074 мм распределено наибольшее количество ванадия (рис. 1).

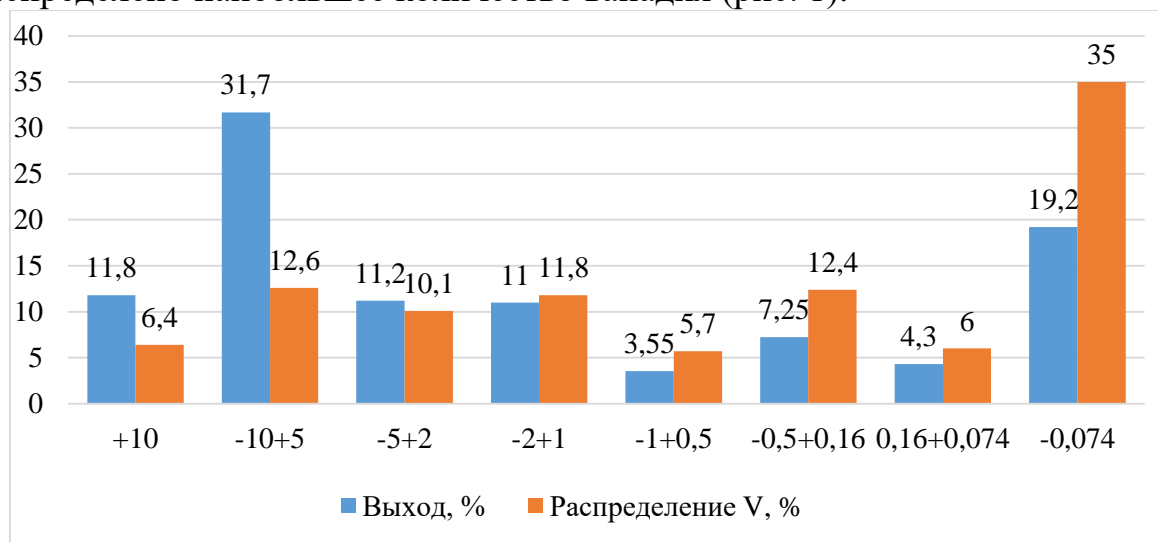
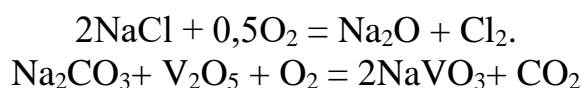


Рис.1. Гранулометрический состав и распределение ванадия в пробе

Далее описаны условия проведения ряда экспериментов обжигу катализаторов с добавлением натриевых солей определено, что эти реагенты переводят пентаоксид ванадия в ванадаты натрия, являющиеся легкорастворимыми в серной кислоте и извлечение ванадия после осаждения достигает 89%. При обжиге ОВК с NaCl или содой Na₂CO₃ ванадий переходит в водорастворимый ванадат натрия (NaVO₃). При температуре 700-750°C в окислительной атмосфере протекает реакция:



В результате реакции образуется перекись натрия Na_2O , а газообразный хлор удалится. Образующаяся перекись натрия Na_2O реагирует с ванадием по реакции:

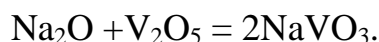


Таблица 1

Результаты по обжигу с добавками различных натрийсодержащих компонентов

Добавка и расход, Na_2CO_3 , %	Технологический раствор	Выход огарка	
	pH	г	ε, %
Na_2CO_3 , 1 %	7,5	254	83,8
Na_2CO_3 , 2 %	7,8	257	83,9
Na_2CO_3 , 4 %	8,0	262	83,9
Na_2CO_3 , 5 %	8,2	268	85
Na_2CO_3 , 7 %	8,5	282	87,8
Na_2CO_3 , 7,5 %	8,45	287	88,9
Na_2CO_3 , 8 %	8,8	289	89,1
Na_2CO_3 , 10 %	9,4	291	88,1
Na_2CO_3 , 12 %	9,8	280	83,3
Na_2CO_3 , 14 %	10,2	282	82,4

Образующийся в результате реакции ванадат натрия хорошо растворим в воде. Оптимальными условиями обжига являются расход NaCl или Na_2CO_3 8-10%, температура 700-750°C.

Далее было определено (уточнено) оптимальное время обжига материала для последующего водного выщелачивания ванадия. Обжиг проводили при установленном оптимальном расходе Na_2CO_3 50 кг/т материала и температуре 700°C.

Последующее водное выщелачивание огарка осуществляли в режиме: Т:Ж = 1:3, температура 80-90°C, время – 3 ч. Результаты по кинетике обжига материала и последующему водному выщелачиванию ванадия представлены в табл.2.

Таблица 2

Результаты обжига катализатора при различных температурах

Время обжига, ч	Т, °С	pH	Водный раствор	
			Выход V	ε, %
3	600	8,2	10,2	63,4
3	700	8,4	14,5	81,7
3	750	8,5	14,6	82,9
3	800	8,5	14,9	84,2
3	850	8,1	15,2	85,5
3	900	8,1	14,4	82
3	950	7,9	13,2	76,8

Оптимальное время обжига материала с натриевой содой составляет 3 часа. При этом извлечение ванадия в водный раствор составило 85%.

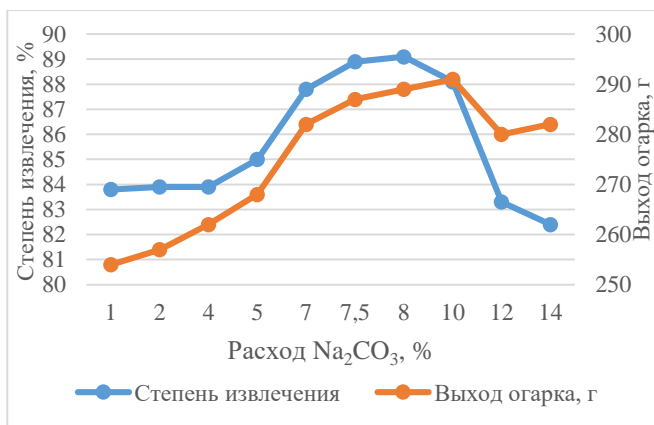


Рис.2. Зависимость степени извлечения и выхода огарка от расхода Na₂CO₃

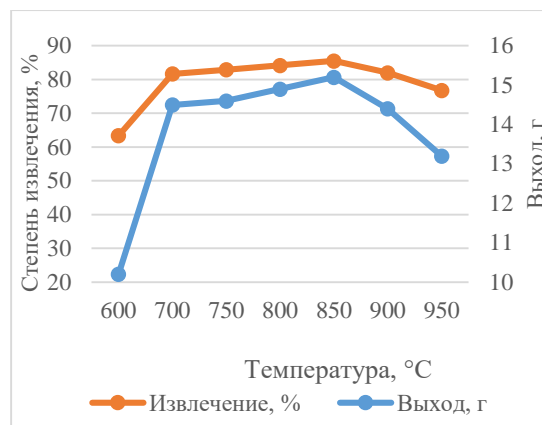


Рис.3. Влияние температуры обжига на выход и извлечение ванадия

Для повышения извлечения ванадия на операции выщелачивания было применено сернокислотное выщелачивание огарка. Условия выщелачивания: [H₂SO₄] = 40 г/л; Т:Ж=1:3; рН 0,8÷1, n = 600 об/мин .

Таблица 3

Кинетика сернокислотного выщелачивания огарка

Время, Ч	t = 20-25°С		t = 80-90°С	
	Тв. хвосты, г/т	Е, %	Тв. хвосты, г/т	Е, %
0,5	4700	49,5	3800	59,1
1	4400	52,6	3500	62,3
1,5	4100	55,9	3200	65,5
2	3700	60,2	2700	70,9
2,5	3300	64,5	2450	73,5
3	2900	68,8	2100	77,4
3,5	2400	74,1	1900	79,5
4	2000	78,4	1700	81,7
4,5	1700	81,7	1500	83,9
5	1650	82,3	1400	84,9

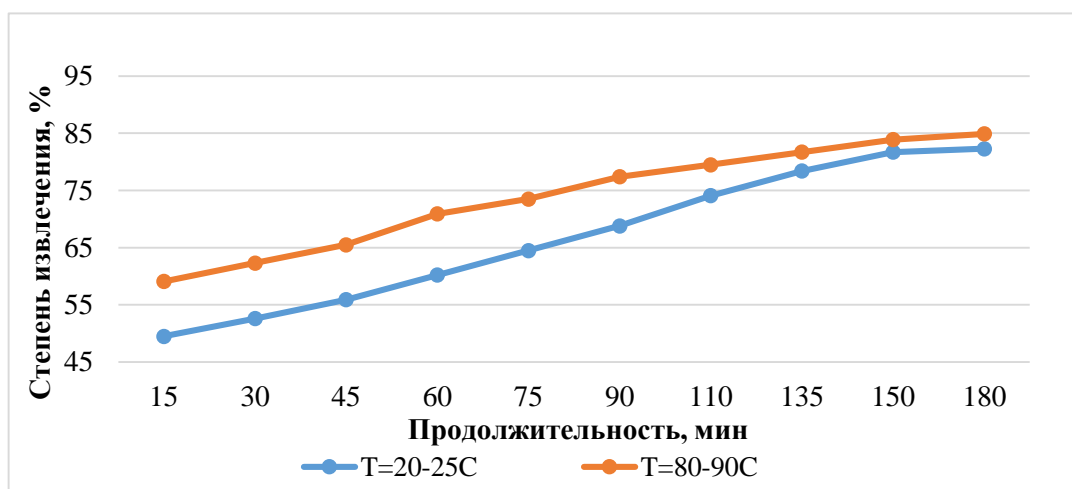


Рис.4. Результаты испытаний по выщелачиванию ванадия из ОВК

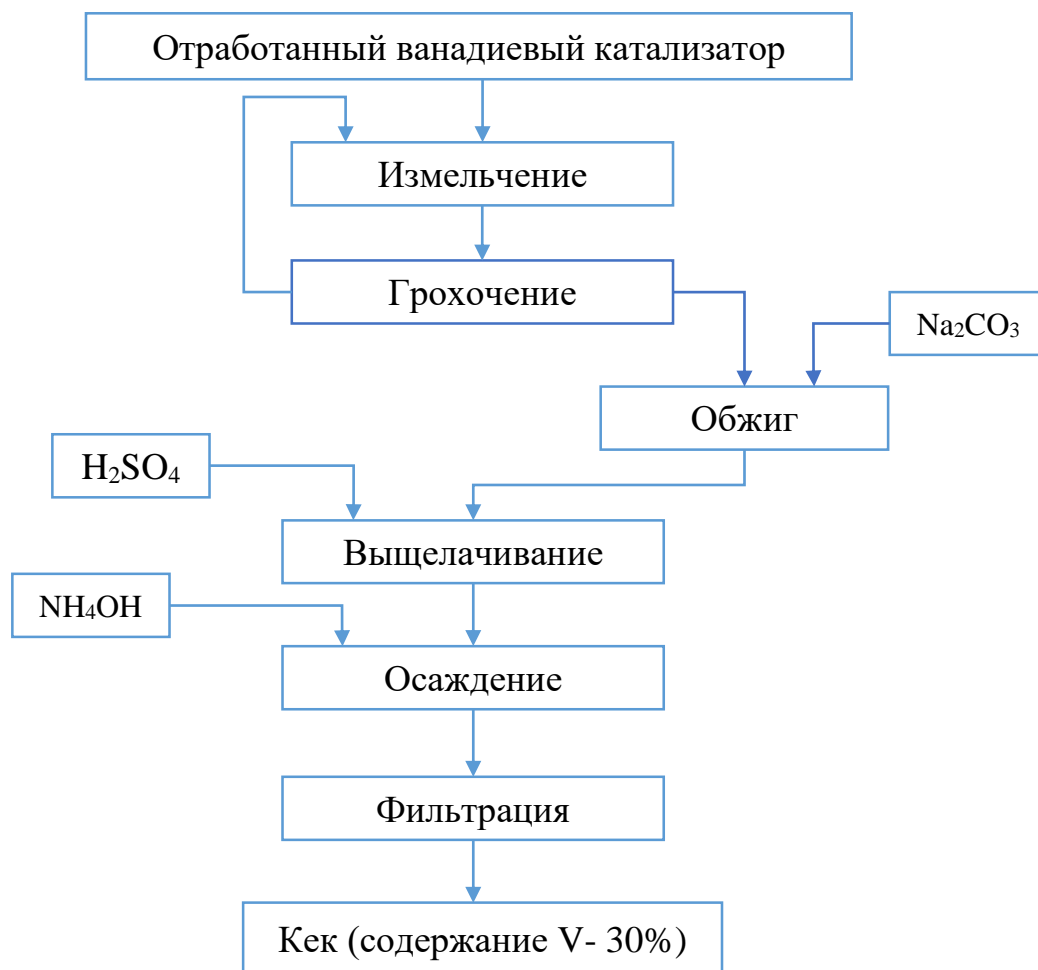


Рис.5. Технологическая схема переработки отработанных ванадиевых катализаторов пиро- и гидрометаллургическим методами

Далее проводили эксперименты по низкотемпературному восстановлению железа из хвостов флотации медных шлаков.

На первом этапе проводились лабораторные опыты по установлению оптимальных параметров процесса восстановления хвостов. В качестве восстановителя использовался измельченный коксик и Ангренский уголь.

На лабораторной печи при восстановлении в кварцевых трубках были проведены только контрольные опыты, показывающие принципиальную возможность низкотемпературного восстановления железа из хвостов коксиком или Ангренским углем.

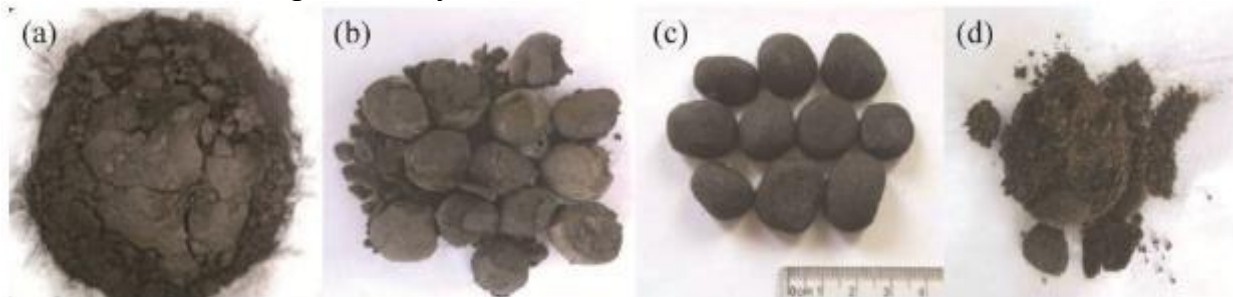


Рис.6. Фотографии гранул, восстановленных при различных температурах: (a) 600°C; (b) 800°C; (c) 900°C; (d) 1000°C

Максимальная степень восстановления хвостов достигалась при температуре 900-1000°C, расходе восстановителя 20%, времени изотермической выдержки 120 минут для хвостов из отходов шлака.

Опыты проводились при расходе восстановителя 10, 15, 25 % от массы материала при времени изотермической выдержки 90-120 минут и температуре 900-1000°C.

На коэффициент извлечения незначительно влияла дозировка угля; однако концентрация железа повышается с увеличением дозировки восстановителя; следовательно, оптимальная дозировка восстанавливающего агента составляла 20%.

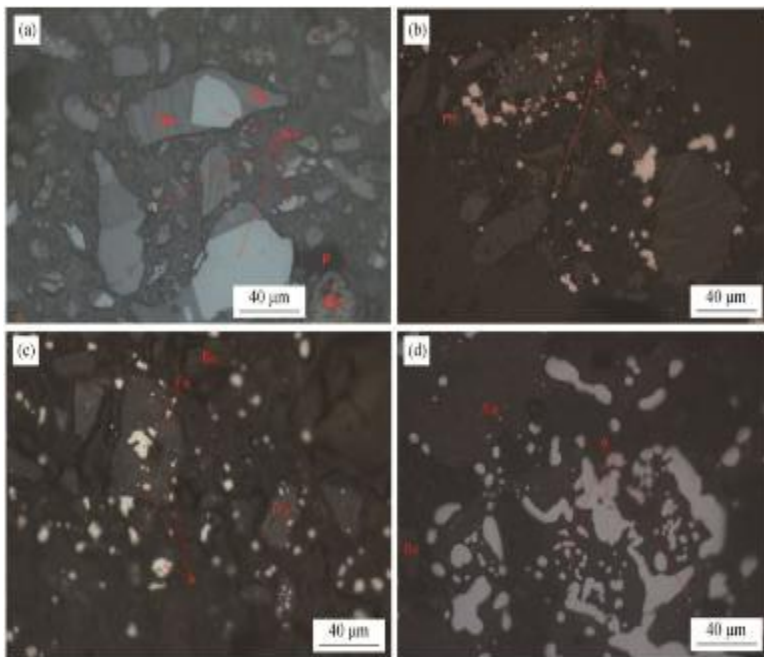


Рис.7. Оптическая микроскопия гранул, восстановленных при различных температурах: (a) 600 °C; (b) 800 °C; (c) 900 °C; (d) 1000 °C. А - металлическая фаза; Вс - уголь черный; Frr - феррит; Fa - фаялит; P - поры; Slg - шлак;

прочность и высокую антиоксидантную способность. Однако при дальнейшем повышении температуры (1200°C) восстановленные окатыши спекались и становились полурасплавленными, что мешало стабильной работе в промышленных условиях. Например, в случае вращающейся печи, которая является обычным оборудованием для восстановления металлов, таких как никель и железо, спеченный материал легко прилипает к стенке вращающейся печи.

Помимо этого, после закалки образцов водой образец, восстановленный при 1200°C, легко окислялся в окружающей среде. На основании этих результатов была определена оптимальная температура восстановления 1000°C.

Влияние времени изотермической выдержки на степени восстановления для хвостов было уточнено в лабораторных опытах при следующих параметрах: температура 900-1000°C, расход восстановителя 20 % от массы железосодержащих хвостов и шлака, время изотермической выдержки 90, 120 минут. По полученным результатам были построены графики основных зависимостей.

Гранулы, восстановленные при 1000°C, показали отличные физико-механические свойства, например, плотную поверхность, хорошую

Содержание железа в концентрате увеличивалось с увеличением времени восстановления и достигло пика через 120 минут, в то время как извлечение практически не изменилось.

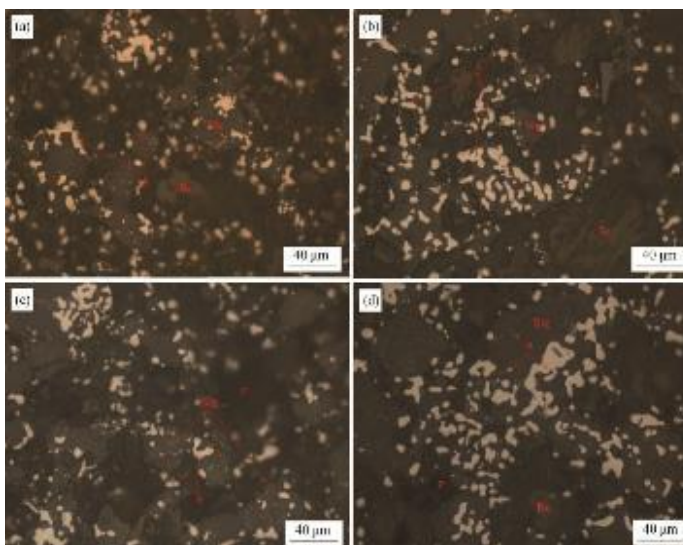
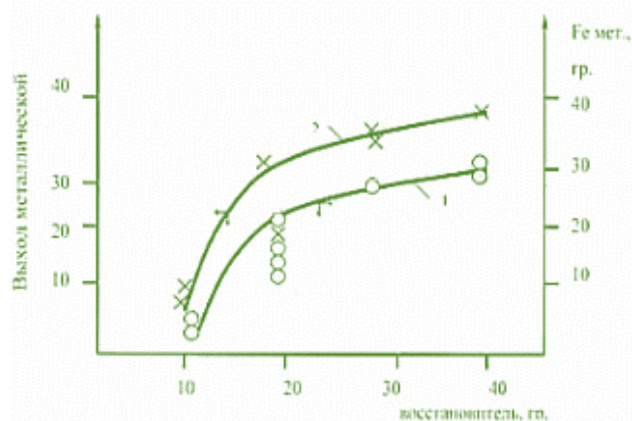


Рис.8. Оптические микроскопические изображения восстановленных материалов при разном времени восстановления: (a) 60 мин; (b) 80 мин; (c) 90 мин; (d) 120 мин. А-металлическая фаза; Slg - илак; Вс уголь черный; P – поры



1-кокс 2-Ангренский уголь
Рис.9. Зависимость выхода металлической фракции от расхода восстановителя

Оптимальное время восстановления для обеспечения высокого качества концентрата было определено равным 120 минут.

В принципе полученные результаты согласуются с данными по твердофазному восстановлению железа и железосиликатных материалах при производстве ферроникеля. Для обеспечения теплового баланса необходимо увеличение расхода восстановителя на 10-15%.

Полученная железосодержащая фракция может быть переплавлена после брикетирования с получением железного сплава или чугуна.

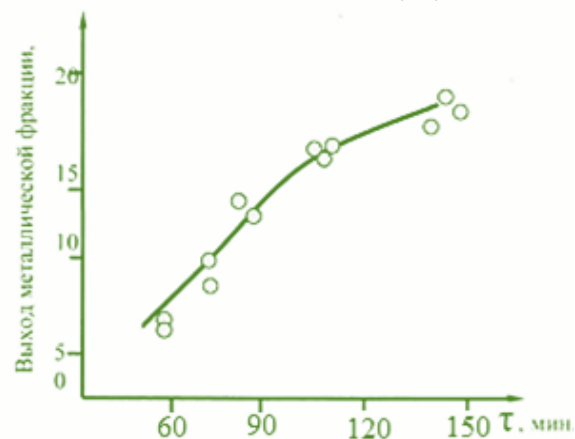


Рис.10. Зависимость выхода магнитной фракции от продолжительности восстановления при T=1000°C и расходе восстановителя 25%

Основной целью работы явилась разработка технологии комплексного извлечения железа из техногенных отходов с применением методов низкотемпературного восстановления, обеспечивающих получение железных сплавов, пригодных для производства легированных сталей. Выявлено, что наиболее перспективным направлением является низкотемпературное восстановление с использованием угля, включающая в себя:

восстановление железа из железосодержащих хвостов во вращающейся трубчатой печи твердым восстановителем;

переработка металлического концентрата на чугуны или железные сплавы;

Применение углерода позволяет работать с применением низкокачественных восстановителей, в том числе местного Ангреновского угля, в качестве заменителя коксика или антрацита в значительном объеме.

Лабораторные опыты проводились с целью определения влияния температурного режима, временного режима, состава шихты и способа подготовки хвостов на конечный результат технического процесса.

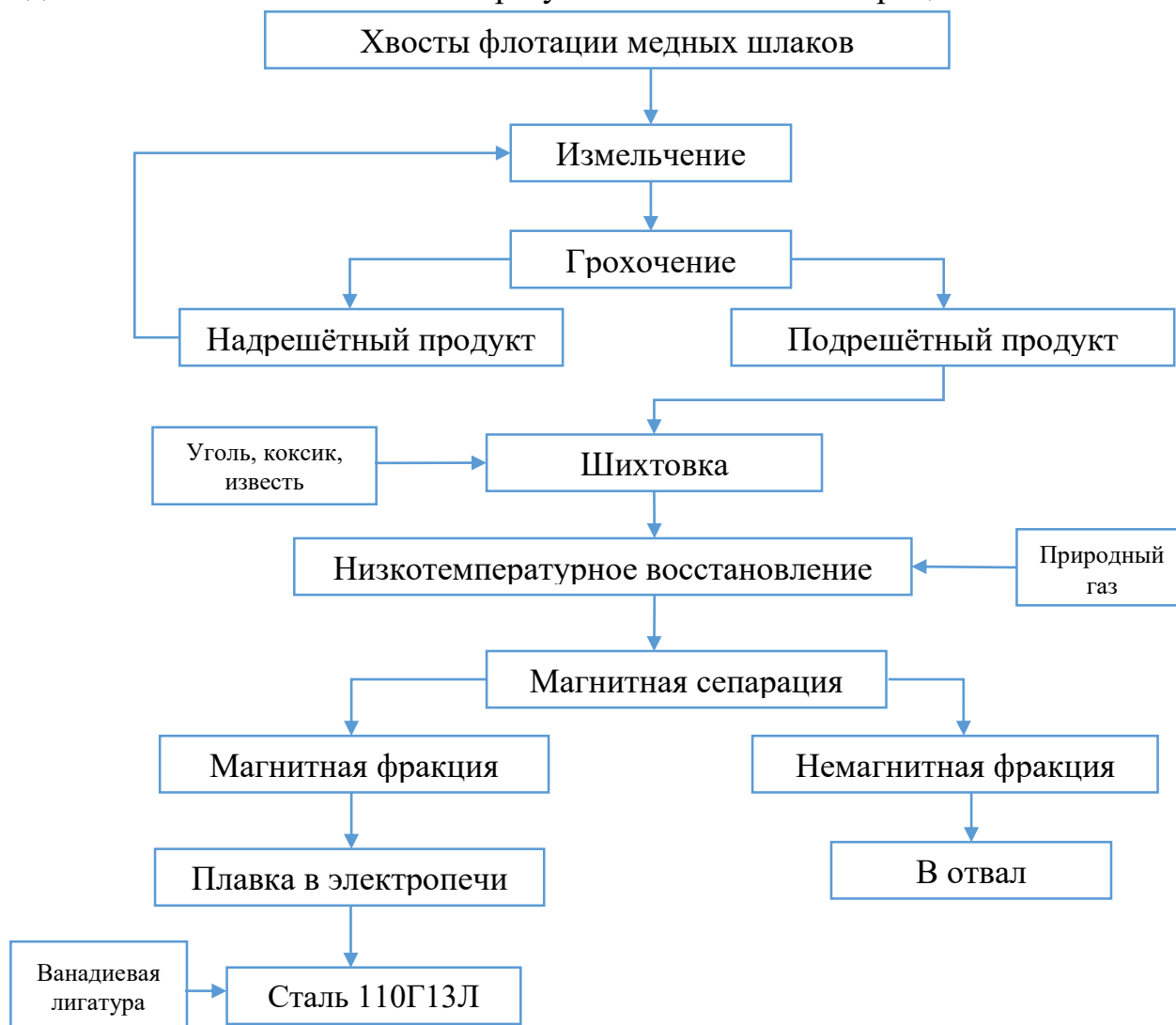


Рис.11. Технологическая схема переработки хвостов флотации медных шлаков твердофазным восстановлением железа

В результате опытно-промышленных испытаний установлено, что:
оптимальная температура процесса - 900 -1000°С;
оптимальный расход восстановителя - 25%;
оптимальное время выдержки - 90-120 мин.

Полученные результаты согласуются с известными литературными данными по получению железного сплава в феррованадие из железосиликатного сырья.

С учетом широкого применения технологии низкотемпературного восстановления в мировой практике для получения железа из хвостов, результаты лабораторных опытов позволяют рекомендовать ее для разработки технологической схемы с целью промышленного внедрения.

В четвертой главе диссертации «**Разработка технологии извлечения ванадия из техногенных отходов с получением ванадиевой лигатуры и получения сплавов на основе восстановленного железосодержащего материала**» приведены опытно-промышленные испытания по восстановительному обжигу целью которой является выработка устаревшего содержащего ванадий отход ОВК, вследствие чего ванадий полностью извлекается в основной материал, а сера которая находится в продукте перерабатывается.

Метод, о котором говорится утилизирует ядовитые отходы производства серной кислоты (отработанные ванадиевые катализаторы) и вместе с тем решает проблемы с сырьём содержащего ванадий. Метод включает в себя обжиг отработанного катализатора при температуре меньше, чем температура плавления соединений, содержащихся в ней. Температура 900-1100° С является оптимальной.

Суть заключается в следующем. Чтобы эффективно устранить все пункты потери ванадия в отработанном катализаторе ванадия и получить промежуточные продукты, которые затем можно использовать для производства ванадиевых лигатур и легированных сталей, сера в контактных материалах отходов снижается и используется, чтобы отправить ее на производство серной кислоты, а также каким-то образом должен проводиться процесс обжига.

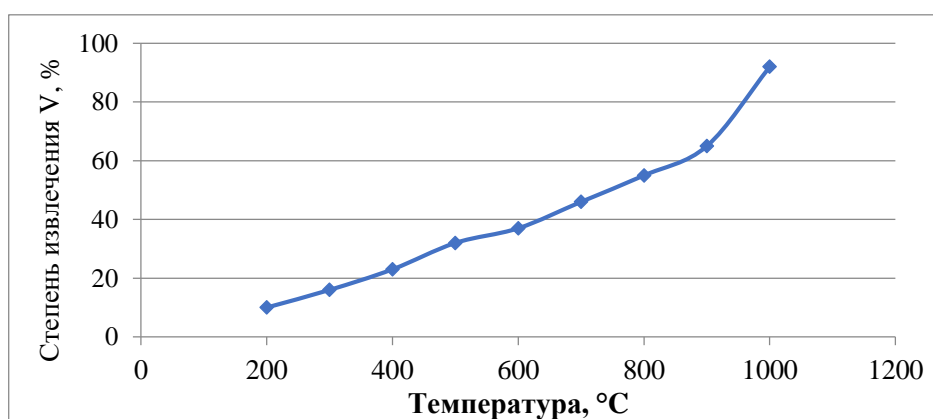


Рис.12. Зависимость степени извлечения от температуры обжига ОВК

Когда горючий газ поступает на стадию обжига в печь, он вызывает разложение содержащегося в катализаторе сульфата, и ванадий восстанавливается с пентаоксида до четырехвалентного, образуя ванадиевую бронзу. Температура горения также играет здесь значимую роль, потому что

сульфат должен полностью разложиться, прежде чем отделенная сера сможет попасть в выхлопной газ. При металлургической плавке в ванадиевом продукте не допускается большого количества серы и щелочных металлов. По этой причине обжиг должен проводиться таким образом чтобы они улетучивались из продукта, и конечном итоге количество серы должно быть менее 30% от массы ванадия и количество щелочных металлов чуть более половины.

Эксперименты показали, что если объект будет находиться при температуре ниже 900°C, то может легко улетучиваться сера, а при температурах выше 1100°C может теряться ванадий.

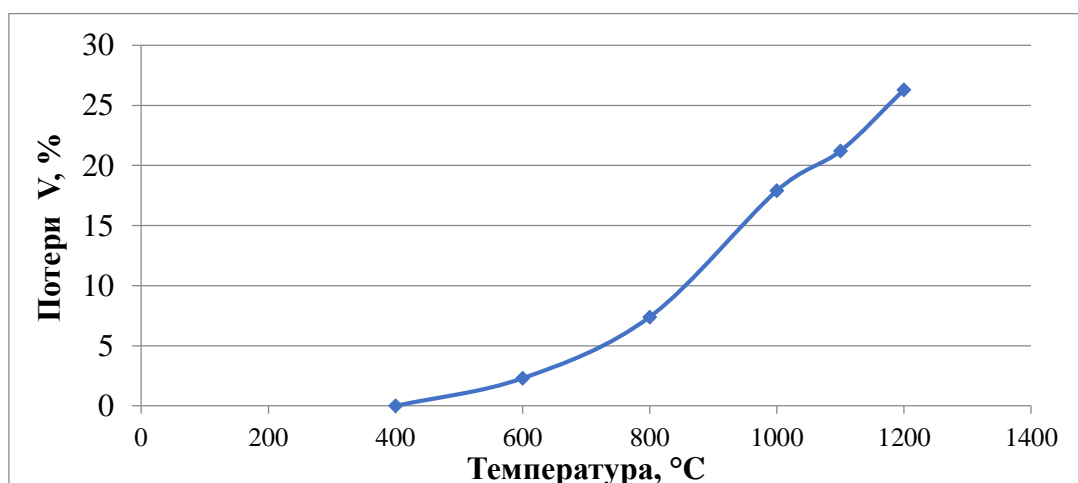


Рис.13. Зависимость потери ванадия от температуры

Исходя из этого можно сделать вывод, степень извлечения материала, когда процесс выполняется при температуре 900°C, составляет 65%, а при выполнении при заданной температуре (900-1100°C) составляет 80-95%.

Если температура обжига превышает 1100°C, то в процессе ванадий теряется больше, чем 20% с улетучивающимися газами.

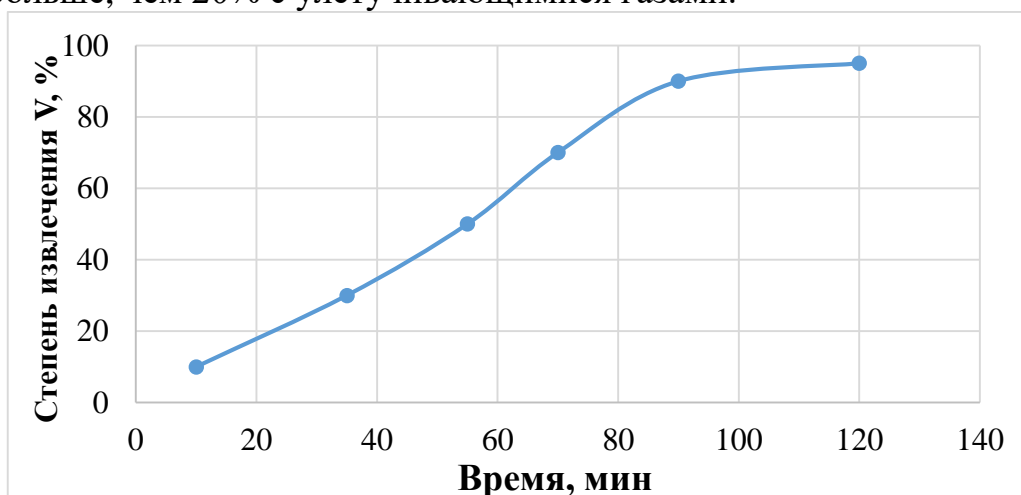


Рис.14. Зависимость степени извлечения от времени обжига

Переработка материала с помощью этого метода предотвращает потерю ванадия из отработанных ванадиевых катализаторов. Кроме того, продукты ванадия, полученные из отработанных катализаторах, доступны

для получения ферросплавов и существующий ассортимент расширяется. Техника этого метода не требует процесса экстракции и использования неорганических кислот.

Способ обработки отработанного ванадиевого катализатора включает обжиг контактной массы при высокой температуре для разделения продуктов с высоким содержанием ванадия и серосодержащих продуктов, и отличается тем, что температура обжига составляет 900-1100° С, пока не получится продукт в котором содержится почти одинаковое количество ванадия и серы, а отделенный серосодержащий газ направляется на производство серной кислоты.

Проведены опыты по получению ванадиевой лигатуры. Проведенные опытные выплавки феррованадия вели плавкой «на блок». Загружали шихту, состоящую из пентаоксида ванадия и комплексного кремне-алюминиевого восстановителя, металлической стружки и извести.

Плавку начинали с прогрева тигля, для чего на подину засыпали крупный коксик и на нем зажигали дугу. Тигель прогревали до температуры 900 - 1000°С. После разогрева тигля сразу начинали задавать порциями смесь шихтовых материалов. Загрузку шихтовых материалов вели таким образом, чтобы не допускать проплавления колошника.

После подачи в тигель электропечи всей необходимой навески шихтовых материалов и проплавления колошника печь отключали и тигель оставляли до остывания.

В результате получали ванадиевый сплав следующего химического состава.

Таблица 4

Химический состав полученных ванадиевых сплавов

Наименование	V	Fe	SiO ₂	CaO	P	C	S
Феррованадий	44,55	36,64	9,07	2,08	-	4,44	0,7
Феррованадий	39	31,69	6,05	2,89	-	2,58	0,28
Феррованадий	42,61	9,55	19,01	7,15	0,03	3,51	0,3

На основе полученных результатов проведены работы по созданию технологии выплавки стали 110Г13Л.

Выплавка стали производится в электродуговых сталеплавильных печах типа ДСП-3-ИЗ.

Таблица 5

Химический состав образцов

Показатели	C	Mn	Si	Cr	V	S	P
110Г13Л	1.25	14,02	0.69	0.28	-	0.05	0.05
Сплав 1	2	11	1.4	0.4	0.2	0.1	0.05
Сплав 2	2.4	11.33	1.7	0.5	0.4	0.05	0.05
Сплав 3	1.14	11	1	0.5	0.6	0.05	0.05
Сплав 4	1.038	10.5	0.8	0.5	0.8	0.05	0.05

Сталь 110Г13Л пригодна для производства отливок в горнодобывающей промышленности и энергетике (зубья экскаваторов, дробящие плиты, брони футеровок и т. д.).

Анализ структуры и свойств металла показал, что, когда ванадиевый сплав используется для обработки расплава, структура металла после литья представляет собой чистую границу зерен по сравнению с стали, плавящейся традиционным способом.

При отливке образца на изгиб дефектов в виде усадочной полости не наблюдалось по сравнению действующей методикой.

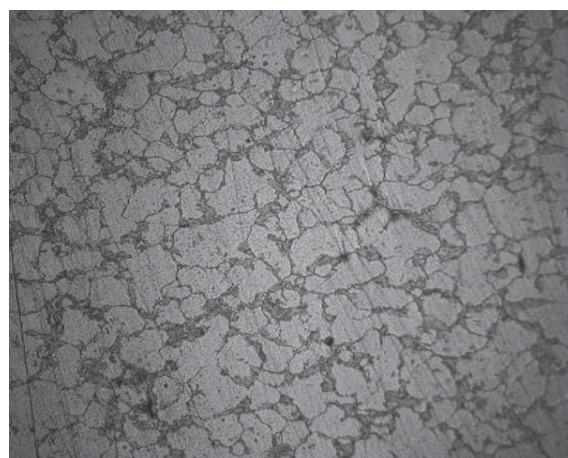
Исходя из анализов можно сделать вывод что, механические свойства, износостойкость отливки улучшилась на 20%.

Таблица 6

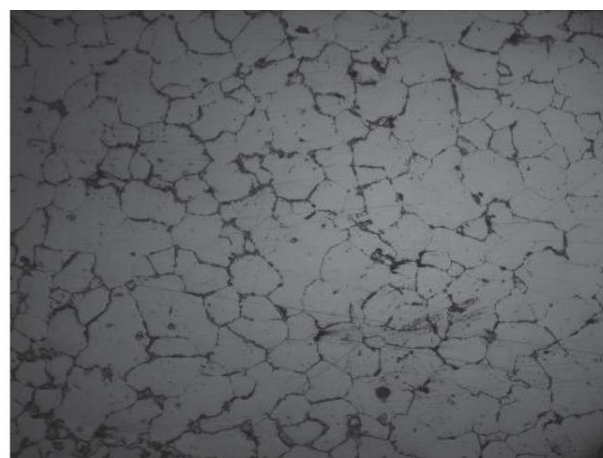
Сравнительные показатели испытаний образцов на прочность

Показатель	По действующей методике	После обработки ванадием
Временное сопротивление σ_b , МПа	450–500	700–810
Относительное удлинение δ , %	12–16	21–16
Ударная вязкость КСУ, Дж/см ²	150–200	250–290

Анализ механических свойств показал, что за счет модифицирования ударная вязкость по сравнению с обычным переплавом повысилась на 10 - 15%. Увеличился также предел прочности и относительное удлинение.



a



б

Рис.15. Структура стали: *a* – по действующей методике; *б* – после обработки ванадием

Внедрение технологии модифицирования стали 110Г13Л на ЦРМЗ АО «Алмалыкский ГМК» позволило перевести часть ответственных отливок, ранее изготавливаемых методом окисления, на метод переплава.

Результаты лабораторных исследований и опытных плавов, проведенных в производственных условиях, показали, что модифицирование стали ванадиевой лигатурой, способствует измельчению карбидных включений и уменьшению их количества в литом состоянии.

Термическая обработка модифицированных отливок привела практически к полному растворению карбидов, что способствует повышению их эксплуатационной стойкости.

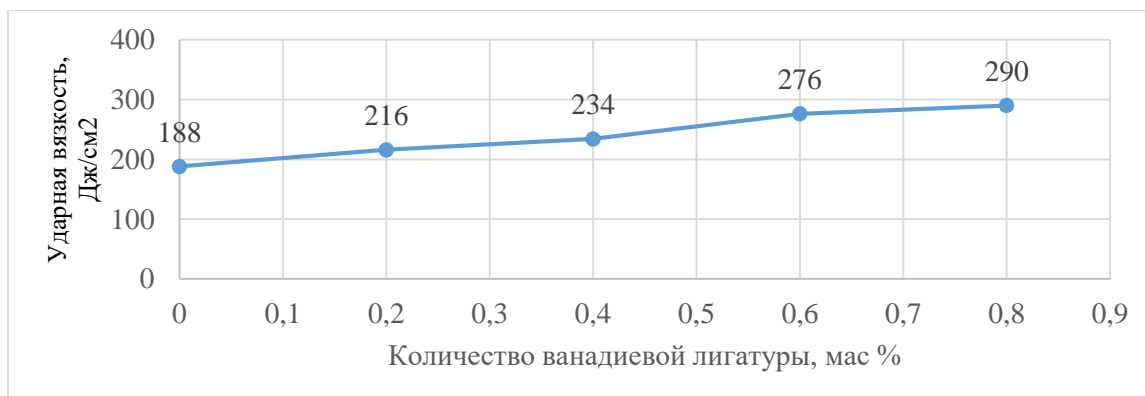


Рис.16. Изменение ударной вязкости от величины добавляемого ванадия

Таблица 7

Показатели механических свойств полученных отливок

Показатель	Переplав без модифицирования		Переplав с модифицированием	
	плавка № 1	плавка № 2	плавка № 3	плавка № 4
Временное сопротивление σ_b , МПа	565,5	570,1	685,0	730,0
Предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа	327	330	355	355
Относительное удлинение δ , %	17,1	19,2	25,0	28,0
Относительное сужение Ψ , %	15	15	18	22
Ударная вязкость КСУ, Дж/см ²	170	170	220	230

Внедрение технологии модифицирования стали 110Г13Л ванадием ликвидировало рекламации по структурному состоянию отливок и их эксплуатационных свойств.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Разработана технология переработки отработанных ванадиевых катализаторов методом обжига и сернокислотного выщелачивания, с извлечением ванадия до 90%.

2. Разработан оптимальный режим восстановительного обжига отработанных ванадиевых катализаторов, в зависимости от температуры и времени обжига, где извлечение ванадия достигает 92%, а также получен сплав 45% - ным содержанием ванадия.

3. Установлено возможность флотации шлаков и медных шлаков, на основании изучения состояния шлаков и хвостов, что они являются ценным

сырьем железа, в связи с отсутствием самостоятельных руд, и их можно подвергать самостоятельной переработке.

4. Предложен перспективный способ переработки медных шлаков и хвостов флотации лома как оптимальный режим низкотемпературного твердофазного извлечения железа и последующего разделения железосодержащих продуктов.

5. Установлены закономерности получения железа из хвостов в зависимости от температуры, вида и количества восстановителя и времени изотермической выдержки, оптимальная температура процесса - 900-1000°C, оптимальный расход восстановителя -20%, оптимальное время выдержки 90-120 минут.

6. Рекомендована технология переработки шлаков и хвостов флотации медных шлаков низкотемпературным восстановлением с последующей магнитной сепарацией.

7. Разработана технология обработки стали, полученной твердофазным восстановлением железа и ванадиевым сплавом.

**TASHKENT STATE TECHNICAL UNIVERSITY
NAMED AFTER ISLAM KARIMOV
SCIENTIFIC COUNCIL AWARDING SCIENTIFIC DEGREES
DSc.03/30.12.2019.K/T.03.01 AT STATE UNITARY ENTERPRISE
«FAN VA TARAKKIYOT»**

NAVOI STATE MINING INSTITUTE

TUROBOV SHAXRIDDIN NASRITDINOVICH

**RESEARCH AND DEVELOPMENT OF TECHNOLOGY FOR
EXTRACTING VANADIUM FROM INDUSTRIAL WASTE**

**05.02.01 – Materials science in mechanical engineering. Foundry. Heat treatment and
metal pressure treatment. Metallurgy of ferrous, non-ferrous and rare metals
(technical sciences)**

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

Tashkent – 2022

The theme of dissertation doctor of philosophy (PhD) was registered at the Supreme Attestation Commission at the Cabinet of Ministers of the Republic of Uzbekistan under B2021.4.PhD/T2490.

The dissertation has been carried out at the Navoi state mining institute.

The abstract of the dissertation is posted in three languages (uzbek, russian, English (resume)) on the scientific council website (www.gupft.uz) and on the website of «Ziyonet» information and educational portal (www.ziyonet.uz).

Research supervisor: **Xasanov Abdurashid Solievich**
doctor of technical sciences, professor

Official opponents: **Abed Nodira Sayibjanovna**
doctor of technical sciences, professor

Pirmatov Eshmurat Azimovich
doctor of technical sciences

Leading organization: **Almalyk branch of the National Technological Research University "MISiS"**

The defense of the thesis will take place on February «03» 2022 at 14⁰⁰ at the meeting of the scientific council DSc.03/30.12.2019.K/T.03.01 at the State Unitary Enterprise «Fan va tarakkiyot» of the Tashkent State Technical University named after Islam Karimov. (Address: 100174, Tashkent, Mirzo Golib st. 7a tel.: (99871) 246-39-28; fax: (99871) 227-12-73; e-mail: www.gupft.uz), in the building «Fan va tarakkiyot» SUE, 2nd floor, conference hall).

The dissertation can be viewed at the Information Resource Center of the State Unitary Enterprise «Fan va tarakkiyot» (registered number 33). (Address: 100174, Tashkent, Mirzo Golib str. 7a tel. : (99871) 246-39-28; fax: (99871) 227-12-73).

Abstract of dissertation sent out on January «19» 2022 y.
(mailing report No.33 of 13 December 2021y.)



S.S. Negmatov
S.S. Negmatov
Chairman of the scientific council
awarding scientific degrees,
doctor of technical sciences, professor

M.E. Ikramova
M.E. Ikramova
Scientific secretary of the scientific council
awarding scientific degrees,
doctor of technical sciences, s.r.a

A.M. Eminov
A.M. Eminov
Chairman of the academic seminar under the
scientific council awarding scientific degrees,
doctor of technical sciences, professor

INTRODUCTION (abstract of (PhD) thesis)

The aim of research work research and development of technologies for extracting vanadium from industrial waste.

The objects of the research work are, spent vanadium catalysts of sulfuric acid production of the Copper Smelting Plant and iron-containing tailings of flotation of copper slag of Copper Concentration Plant-2 of JSC «Almalyk MMC».

Scientific novelty of the research work is as follows:

the main technological parameters of pyro and hydrometallurgical processing of vanadium catalysts have been determined;

the main parameters of the reduction roasting of vanadium-containing waste to obtain a steel modification product have been identified;

investigated and revealed the main regularities of obtaining iron from the tailings of flotation of slags of copper production and slags by solid-phase reduction;

the technology of complex extraction of iron from slags and tailings of slag flotation by low-temperature reduction has been developed;

the optimal mode of iron reduction with carbon-containing coke and coal in furnaces has been determined;

a technology for obtaining steel 110G13L modified with a vanadium alloy by a pyrometallurgical method based on the obtained iron and vanadium from industrial waste was developed;

Implementation of the research results. Based on the results obtained on the development of technology for extracting vanadium and iron from industrial waste:

an improved new technological scheme for producing iron from industrial waste, reduced and extracting vanadium from old spent vanadium catalysts was proposed with the introduction of a ferroalloy production section at «Almalyk MMC» JSC at the CRMZ (certificate of «Almalyk MMC» JSC No. AS-010096 dated December 9, 2021). As a result, the quality of the obtained castings from steel 110G13L and their service life increased;

the developed technology of sulfuric acid dissolution of vanadium after firing vanadium catalysts of the sulfuric acid production shop at the Central Metallurgical Plant of the UPF JSC «Almalyk MMC» No. AS-010096 dated December 9, 2021. As a result, it was possible to extract iron from iron-containing waste by the reduction method and vanadium from spent catalysts for the production of sulfuric acid by 86-88%.

The structure and volume of the thesis. The dissertation consists of an introduction, four chapters, conclusions, lists of used literature and applications. The volume of the thesis is 110 pages of computer text.

ЭЪЛОН ҚИЛИНГАН ИШЛАР РЎЙХАТИ
СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ
LIST OF PUBLISHED WORKS

I бўлим (I часть, part I)

1. Туробов Ш.Н., Хасанов А.С., Шодиев А.Н. Исследование технологии извлечения ванадия из отходов сернокислотного производства // *Universum: технические науки: электронный научный журнал*, Выпуск 11(80), 2020, – С. 82-85 (02.00.00; №1).

2. Туробов Ш.Н., Хасанов А.С. Легирование сталей феррованадиевой лигатурой // *Universum: технические науки*. Выпуск: 8(89), 2021, – С. 16-18 (02.00.00; №1).

3. Turobov Sh.N., Hasanov A.S. An innovative method for processing of used vanadium catalysts for obtaining vanadium pentoxide // *Ўзбекистон республикаси инновацион ривожланиш вазирлиги илмий журнал “Илм-фан ва инновацион ривожланиш”*, 2021, №5, – С.86-96.

4. Хасанов А.С., Шодиев А.Н., Саидахмедов А.А., Туробов Ш.Н. Изучение возможности извлечения молибдена и рения из техногенных отходов // *Горный вестник Узбекистана*, г. Навои, 2019, №3, - С. 51-53 (05.00.00; №7).

II бўлим (II часть, part II)

5. Туробов Ш.Н., Хасанов А.С., Шодиев А.Н. Технология плавки сталей и легирования отработанным ванадиевым катализатором // *Journal of Advances in Engineering Technology* Vol.2(4) 2021, p 72-77.

6. Turobov Sh.N., Shodiyev A.N., Abdullayev Z.O. Vanadium catalyst as a raw material for extracting vanadium pentaoxide. *UzACADEMIA ilmiy-uslubiy jurnali* vol 2, issue 1 (17), june 2021 part – 2 P 118-123.

7. Voxhidov B.R., Hasanov A.S., Turobov Sh.N., Tongatarova M.T., Toshpulatov M.U., Faybullov Sh. Ўзбекистон шароитида ванадий ажртиб олишининг танлаш эритиш жараёнини тадқиқ қилиш. // Республиканская научно-практическая конференция «Современные проблемы и перспективы химии и химико-металлургического производства» – Навоий 2018. с. 197-199.

8. Vokhidov B.R., Ramazonov B.U., Aripov A.R., Khotamboyeva M.R., Turobov Sh.N., Mamaraimov G.F. Research of technological processes of vanadium distribution in uzbekistan. // XI international correspondence scientific specialized conference «International scientific review of the technical sciences, mathematics and computer science» Boston. USA. June 10-11, 2019 – P.56-62.

9. Туробов Ш.Н., Мирзанова З.А. Анализ современного состояния производства и переработки ванадий содержащего сырья. «Uchinchi

Renessans: ilm-fan va ta'lim taraqqiyoti istiqbollari» mavzusidagi ilmiy konferensiya materiallari. –Toshkent, Yanvar, 2021 yil. –181-184 b.

10. Turobov Sh.N., Xasanov A.S. Shodiev A.N., Kattabekova A.S., Azimova A.B. Current state of production and processing of vanadium containing raw materials // XX International correspondence scientific specialized conference «International scientific review of the technical sciences, mathematics and computer science» Boston. USA. March 11-12, 2021 P.38-41.

11. Туробов Ш.Н., Музаффаров Ф.Ф. Отработанные ванадиевые катализаторы, как сырье для извлечения пентаоксида ванадия // “Ilm-fan va ta'limda innovatsion yondashuvlar, muammolar, taklif va yechimlar” mavzusidagi 14-sonli respublika ilmiy-onlayn konferensiyasi 30-iyul, 2021-yil – 32-33 b.

12. Туробов Ш.Н., Хасанов А.С., Шодиев А.Н. Легирование серого чугуна отработанным ванадиевым катализатором серноокислотного производства // Материалы международной научно-практической конференции “Композиционные материалы на основе техногенных отходов и местного сырья: состав, свойства и применение” 16-17 сентябрь 2021г. Ташкент, - С. 119-120.

13. Туробов Ш. Н., Хасанов А. С. Изучение возможности утилизации отработанных катализаторов с получением пентаоксида ванадия // “Амалий ва инновацион илмий тадқиқотлар: долзарб муаммолар, ютуқлар ва янгиликлар (профессор А.А. Юсупходжаевнинг хотирасига бағишланган)” мавзусидаги халқаро миқёсидаги илмий ва илмий-техник анжуман материалари тўплами. 6 декабрь, - Тошкент, 2021 й.

Автореферат «Композицион материаллар» журналидан 25.08.2020 йилда тахрирдан ўтказилди.

Босмахона лицензияси:



9338

Бичими: 84x60 ¹/₁₆. «Times New Roman» гарнитураси.
Рақамли босма усулда босилди.
Шартли босма табағи: 3,5. Адади 100. Буюртма № 1/22.

Гувоҳнома № 851684.
«Тірографф» МЧЖ босмахонасида чоп этилган.
Босмахона манзили: 100011, Тошкент ш., Беруний кўчаси, 83-уй.