

## Микрофотографии оолитов:

Таблица 1 – Влияние температуры и обработки жидким углеводородом на изменение массы, магнитные свойства и фазовый состав продукта ТКВД ГМК

№	T, °C	Концентрация углеводорода, %	τ, мин	Потеря массы, %	Намагниченность, * де	Фазовый состав
1	500	0,75	45	13,7	0,14	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , гидрогетит
2	600	0,75	45	14,6	0,61	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>
3	650	0,75	45	14,5	0,81	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>
4	700	0,75	45	14,7	0,84	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>
5	600	без обработки	45	2,0	0	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , гидрогетит
6	650	без обработки	45	6,54	0	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , гидрогетит
7	700	без обработки	45	8,3	0	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , гидрогетит

\*Относительно чистого магнетита

Таблица 2 – Элементный состав оолитов исходного ЛГМК, огарка и кека

Элементный состав исходного оолита, %								
Точки	O	Al	Si	P	Ca	Mn	Fe	Итого
1 (центр)	39,87	2,54	1,23	0,78	0,24	0,16	55,19	100,00
2	40,19	3,11	1,13	0,97	0,15	0,19	54,26	100,00
3	40,05	3,16	0,90	0,76	0,18	0,12	54,82	100,00
4	40,88	2,75	1,28	0,94	0,23	0,17	53,75	100,00
5 (крайн.)	42,12	2,22	1,34	0,88	0,25	0,27	52,91	100,00
Среднее	40,62	2,75	1,18	0,87	0,21	0,18	54,19	100,00
Огарок, %								
Точки	O	Al	Si	P	Ca	Mn	Fe	Итого
1 (центр)	29,98	3,05	1,65	0,92	0,40	0,28	63,00	100,00
2	31,15	3,02	1,69	0,92	0,31	0,26	62,09	100,00
3	31,18	3,09	1,70	0,87	0,31	0,24	62,08	100,00
4	30,24	3,41	1,68	0,96	0,31	0,26	62,50	100,00
5 (крайн.)	29,17	3,22	1,66	0,88	0,35	0,20	63,92	100,00
Среднее	30,34	3,16	1,68	0,91	0,33	0,25	62,72	100,00
Кек, %								
Точки	O	Al	Si	P	Ca	Mn	Fe	Итого
1 (центр)	28,16	2,62	1,79	0,23	0,15	0,21	66,43	100,00
2	28,91	2,35	1,82	0,29	0,21	0,14	65,92	100,00
3	29,04	2,55	1,67	0,33	0,21	0,14	65,44	100,00
4	30,66	3,64	1,92	0,24	0,18	0,18	62,47	100,00
5 (крайн.)	33,39	3,19	2,04	0,30	0,21	0,10	60,24	100,00
Среднее	30,03	2,87	1,85	0,28	0,19	0,16	64,10	100,00

Из рисунка 1,б видно, что оолит огарка имеет овальную, обломочную структуру, наблюдаются микротрещины на всей поверхности рассматриваемого фрагмента. Как показал анализ, фосфор распределен равномерно по всей поверхности среза, а его среднее содержание соответствует 0,91 %.

На микрофотографии среза оолита кека выщелачивания (рисунок 1, в) наблюдаются изменения поверхности образца, которая приобрела матовый оттенок, из трещин высвечивается кварц. Оолит кека в отличие от огарка имеет пористую, искаженную поверхность, за счет миграции частиц металла. В центре оолита обнаружено незначительное количество гематита. Среднее содержание фосфора в срезе оолитика согласно анализу составляет 0,28 %. Распределение фосфора по точкам также имеет равномерный характер.

Таким образом, методом рентгеноспектрального микроанализа изучен локальный химический состав оолитов исходного ЛГМК, огарка термодегидратации и восстановления концентрата и кека его выщелачивания серноокислотным раствором. Установлено, что в результате выщелачивания огарок дефосфорится на 70 %, остаточное содержание фосфора в кеке составило 0,28 %.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Кантемиров М.Д., Бобир Б.Л., Левинтов С.К., Намазбаев С.К. Изучение механизма активации фосфора в оолитовых минералах в циклическом процессе «обжиг-выщелачивание» при различных температурах // Комплексное использование минерального сырья. 2007. № 5. С. 72-79.
2. Кантемиров М.Д., Левинтов С.К., Намазбаев С.К., Бургарт С.А. Анализ состояния и перспективы развития технологии обогащения и обесфосфоривания бурожелезняковых концентратов Казахстана // Тр. Междунар. конф. «Металлургия XXI века. Состояние и стратегия развития». Алматы, 3-5 октября 2006 г. С. 134-137.
3. Мухтар А.А., Кочегина Е.В., Байкенов М.И. Исследование жидкого углеводорода при термической подготовке бурожелезнякового сырья к магнитному обогащению // Новости Науки Казахстана. Научно-техн. сб. / Каз НИИНТИ. Алматы, 2006. № 4. С. 56-59
4. Предпат. 16 681 С 22В1/02 от 15.12.2005 г. Способ подготовки бурожелезняковых руд и концентратов к магнитной сепарации.

УДН 669.4.04.003.18(47)

ДИХАНБАЕВ Б.М.

**Энергохимическая аккумуляция газов – эффективный способ оптимизации технологического режима в агрегате «реактор инверсии фаз – трубчатая печь»**

В отвалах предприятий Республики Казахстан накопились десятки миллионов тонн «бедных» по цин-

ку (Zn ≤ 5 %) шлаков [1, 2].

Для их эффективной переработки на основе прин-

ципально нового плавильно-восстановительного агрегата «реактор инверсий фаз – трубчатая печь» (РИФ-ТП) [3] в г. Шымкент была построена пилотная установка производительностью по шлаку 2 т/ч (рисунок 1). Научной базой для создания такого агрегата служит комбинация двух новых, интенсивных способов – «пересыпающийся слой материалов в закрученном потоке газов – слой расплава с инверсией фаз» [4].

В процессе испытаний были выявлены следующие недостатки в работе установки.

1. Переокисление, перегрев и частичное расплавление шлака в трубчатой печи из-за подсоса воздуха в месте сопряжения ТП с РИФ и высокой интенсивности теплообмена между нагретым шлаком и высокотемпературным, закрученным потоком реакторных газов и связанные с этими остановки установки.

2. Высокая скорость газов (~10 м/с) вследствие подсоса в ТП атмосферного воздуха и связанный с этим увеличенный вынос мелкодисперсной части шлака (до 10 %).

3. Недостаточный температурный уровень в воздухоподогревателе (ВЗП), 280-320 °С вместо требуемого  $t \geq 600$  °С, вынуждающего применение кислорода на процесс.

Проведенные эксперименты показали существенные изменения в химическом составе шлака в трубчатой печи (таблица).

Текущий состав шлаков

№	Компоненты шлака	Начальный шлак, %	Шлак после трубчатой печи, %	Шлак после реактора инверсий фаз, %
1	Zn	10,55	10,46	3,99
2	SiO <sub>2</sub>	25,19	23,56	29,56
3	CaO	12,77	10,16	12,77
4	FeO	14,55	12,98	22,89
5	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,44	9,09	11,59
6	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	14,44	9,4	0,08

Как видно из таблицы, в результате переокисления шлака в ТП количество FeO уменьшается в 1,15, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> – в 1,5 раза, а Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> увеличивается в 4 раза, что указывает на переход цинкатов FeO·ZnO в прочное ферритное соединение – ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, подвергающееся разложению при температуре выше 1400 °С [5].

Для предотвращения переокисления и перегрева шлака были проведены следующие мероприятия.

1. Герметичное уплотнение мест соединений РИФ и ТП.

2. Охлаждение шлака в ТП нагнетательным воздухом, паром или впрыском воды.

3. Организация футерованного байпас-газохода между РИФ и ВЗП, минуя ТП.

4. Увеличение скорости вращения ТП, посредством частотного преобразователя скорости «Мицубиси», с 3 об/мин до 6 об/мин.

В результате первого мероприятия переокисление и перегрев шлака в ТП прекратились, вынос мелкодисперсной части шлака сократился с 10 до 5 %. Но вследствие того что дожигание отходящих газов ТП с температурой 500-550 °С и содержанием «СО» 5-6 %

не происходило, температура воздуха после ВЗП падала с 320 °С до 280 °С. Согласно [6] выжигание окиси углерода при содержании ее в отходящих газах (ОГ) до 12 % возможно только в огнеупорных насадках с температурой стенки  $t \geq 900$  °С и удельной поверхностью насадки  $S \geq 80$  м<sup>2</sup>/м<sup>3</sup>ог, что практически не выполнимо в условиях пилотной установки.

По второму мероприятию, при охлаждении ТП дутьевым воздухом остановлен перегрев шлака, но имели места следующие негативные последствия.

1. Остается проблема переокисления шлака.

2. В результате роста скорости газов увеличивается вынос мелких фракций шлака из ТП.

3. Из-за напряженного газодинамического режима слой материала в ТП движется неравномерно, увеличенный расход шлака чередуется с уменьшенной его дозой. В результате неравномерного питания шлаком в РИФ, нарушается режим плавки.

4. Увеличивается расход электроэнергии на нагнетатель воздуха.

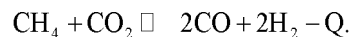
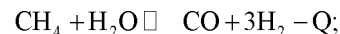
Охлаждение паром или впрыском воды в слой шлака ТП останавливает переокисление и перегрев, но приводит также к неравномерному питанию РИФ шлаком, снижению температуры дутьевого воздуха в ВЗП, появлению в отходящих газах продуктов неполного сгорания топлива и чрезмерному увлажнению возгонов цинка.

По третьему пункту мероприятия, организация футерованного байпас-газохода «РИФ-ВЗП» в связи с имеющейся на нем теплопотерей, снижается нагрев дутьевого воздуха с 320 °С до 280 °С.

В результате четвертого мероприятия, увеличение числа оборотов ТП с 3 об/мин до 6 об/мин не дало заметного уменьшения перегрева шлака в печи.

Таким образом, проведенные испытания не дали результатов, одинаково удовлетворяющих условия снижения окисления, перегрева шлака в ТП и увеличения температурного уровня в ВЗП.

Для одновременного и эффективного решения вопроса регламентированного охлаждения, предотвращения окисления шлака в ТП и повышения температуры дутьевого воздуха в ВЗП на пилотной установке был проведен эксперимент с применением нового способа – энергохимической аккумуляции газов (ЭХА) [7, 8]. Суть его заключается в эндотермической обработке окислительных компонентов высокотемпературных отходящих газов РИФ дополнительным количеством природного газа по реакции:



Трубчатая печь пилотной установки (рис. 1) состоит из двух жестко соединенных частей разных диаметров. Первая часть 2, по ходу реакторных газов,  $\ell = 5,5$  м,  $d_{\text{нар}}/d_{\text{ен}} = 1,4/0,88$  м, а вторая 3 –  $\ell = 3,5$  м,  $d_{\text{нар}}/d_{\text{ен}} = 1,0/0,68$  м. Первая часть предназначалась для проведения ЭХА-газов (реактор ЭХА), вторая – для дожигания горючих газов ЭХА (камера дожигания).

Подвод сжатого воздуха для дожигания ЭХА-газов осуществлялся через водоохлаждаемую трубу 10.

Ввод дополнительного природного газа произво-

дился через распределительный коллектор 6, вмонтированный на водоохлаждаемый цилиндрический кессон, соединяющий РИФ по отходящим газам с реактором ЭХА трубчатой печи. Зазоры 9 трубчатой печи со стороны РИФ уплотнялись смесью огнеупорной глины и конского хвоста.

Шлак с бункеров подавался по трубе 7 в камеру дожигания трубчатой печи.

Отбор проб шлака и газов производился через специальные отверстия в футеровке трубчатой печи во время кратковременной ее остановки.

Для предотвращения подсоса воздуха в реактор ЭХА в системе поддерживалось небольшое давление – 5–10 мм. вод. ст.

На случай взрыва газов в пылевой камере 4, воздухоподогревателе 5 и котельном пучке (нет на рис. 1)

пилотной установки были вмонтированы дополнительные взрывные клапаны.

В результате введения режима ЭХА-газов окисление шлака прекратилось, температура шлака на выходе из ТП снизилась до 850 °С, а температура дутьевого воздуха поднялась до 550 °С, что создавало возможность сократить расход кислорода на процесс с 120 нм<sup>3</sup>/ч до 20 нм<sup>3</sup>/ч. Расчеты показывают, что при нагреве дутьевого воздуха  $t \geq 600$  °С кислород можно не применять. На рисунке 2 показаны экспериментальные данные температурных режимов установки.

Применение способа ЭХА в агрегате РИФ-ТП открывает путь к двухступенчатому извлечению железа из его оксидов, содержащихся в шлаке: твердофазное восстановление  $Fe_2O_3$ ,  $Fe_3O_4$ , до  $FeO$  в трубчатой печи и жидкофазное –  $FeO$  до  $Fe$  в реакторе инверсии фаз.

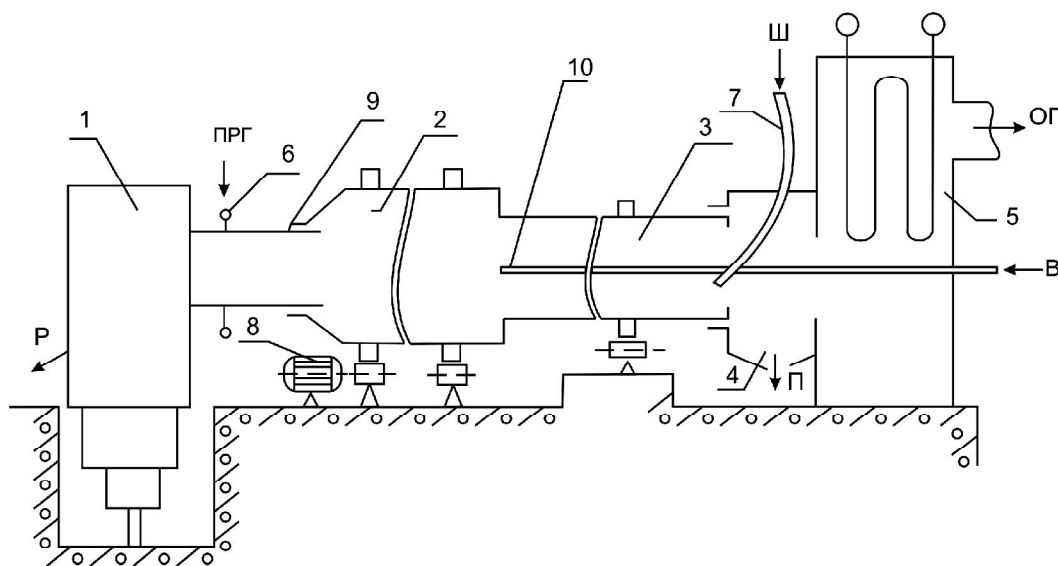


Рисунок 1 – Структурная схема пилотной установки для проведения процесса ЭХА:

1 – реактор инверсий фаз; 2 – реактор ЭХА; 3 – камера дожигания ЭХА-газов; 4 – пылевая камера; 5 – воздухоподогреватель; 6 – коллектор ввода дополнительного природного газа; 7 – шлакозагрузочная труба; 8 – привод трубчатой печи; 9 – уплотнение зазоров реактора ЭХА; 10 – водоохлаждаемая труба для подвода воздуха; ПРГ, В – природный газ и воздух; Ш, П – шлак и пыль; Р – расплав; ОГ – отходящие газы

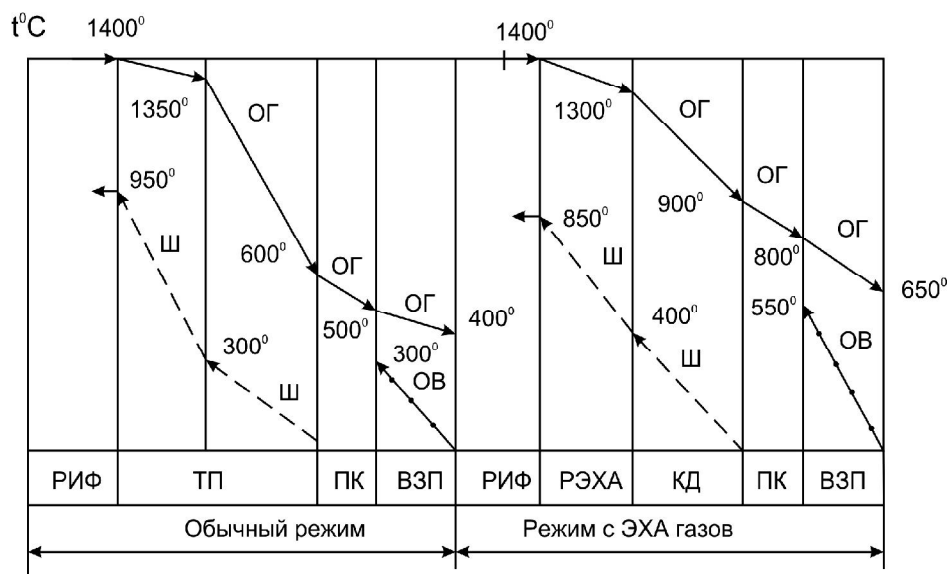


Рисунок 2 – Изменение температурного графика процесса переработки отвального шлака с применением ЭХА-газов:

ОГ – отходящие газы; ОВ – обогащенный кислородом дутьевой воздух; Ш – шлак;  
 ПК – пылевая камера; КД – камера дожигания ЭХА-газов; РЭХА – реактор ЭХА.  
 Расход дополнительного природного газа – 10 % от его исходного значения

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Такежанов С.Т., Абдеев М.А., Юсупов А.Н. и др. Комплексная переработка твердых шлаков свинцовой шахтной плавки / Ин-т Цветметинформация. М., 1975. С. 3-5.
2. Панфилов П.Ф., Польшинская А.М., Онаев И.А., Цефт А.Л., Шумаков В.В. Обеднение отвальных шлаков свинцовых заводов карбидом кальция / Ин-т Цветметинформация. М., 1964. С. 39-58.
3. Диханбаев Б.И. Пилотная установка на базе реактора инверсий фаз в системе переработки свинцово-цинковых руд // Промышленность Казахстана. 2000. № 4 (43). С. 28-32.
4. Пат. 13915 РК. Способ переработки цинксодержащих продуктов / Диханбаев Б.И., Жарменов А.А., Тельбаев С.А., Романов Г.А., Терликбаева А.Ж., Савельев А.Г., Диханбаев А.Б.; Опубл. 21.05.02. Бюл. № 22. 22 с.: ил.
5. Бабаджан А.А., Монтильо И.А., Ребевцов В.В., Ветренко Е.А. Влияние окиси кальция и кремнезема на ход процесса отгонки цинка из расплава // Цветные металлы. 1966. № 5. С. 39-42.
6. Юренев В.Н., Зубарев А.В., Алексеев В.П. Экспериментальные исследования дожигания газов с низким содержанием горючих компонентов // Тр. Моск. энерг. ин-та. Вып. 476. 1980. С. 82-85.
7. Ишполитов В.А., Русов О.Л. Энергетические характеристики процесса энергохимической аккумуляции отходящих газов ВТУ // Межвуз. сб. трудов. Моск. энерг. ин-т. 1990. № 235. С. 53-60.
8. Диханбаев Б.И. К расчету характеристик искусственного газа вырабатываемого из тепловых отходов реактора кипящего слоя расплава // Тр. Респуб. научно-практ. конф. «Теория и практика интенсификации ресурсо-энергосбережения в химической технологии и металлургии». Шымкент-Алматы. 2000. С. 107-109.

УДК 621.001.895

ЖЕТЕСОВА Г.С., ИСКАКОВ  
Б.К.

## Общая характеристика метода создания нанокластерного композита

При воздействии на металлические материалы: сплавы систем Fe-Cr-Ni, Ni-Cr, Cu-Ni, Fe-Cr, V-Cr-Ti и других систем, а также на чистые металлы Ti и Zr и другие металлы – ионными пучками высокой интенсивности в ускорителях или плазменных установках в некоторой области радиационных параметров (доз, температур мишени и плотностей ионного потока) формируется особое состояние вещества, обладающее необычными структурой и свойствами. Данное радиационно-индуцированное состояние имеет нанокластерную морфологию и характеризуется аномально большим изменением свойств материала.

Малые кластеры образуются в окрестности радиационных точечных дефектов и состоят из собственных атомов, однако могут иметь кристаллографическую симметрию, отличающуюся от матрицы. Эти кластеры армируют матрицу и, как следствие, формируется кластерный композит. Формирование нанокластерной морфологии сопровождается существенными изменениями формы рентгендифракционных линий, что может служить тестовым признаком появления кластерного композита и методически удобным способом регистрации области его существования на шкале радиационных параметров.

Наиболее характерным признаком радиационно-индуцированных структур является нанокластерная морфология.

Данные просвечивающей электронной микроскопии показывают, что материал в радиационно-поврежденном слое содержит кластеры размером несколько нанометров, занимающие значительную (порядка 40 %) часть объема. Кластеры состоят из собственных атомов матрицы, но обладают отличной от матрицы симметрией. Таким образом, в приповерхно-

стных слоях облученных материалов формируется кластерный композит. Это приводит к существенному изменению свойств материала, относящихся как к ионной, так и к электронной подсистемам металла.

Сплав системы Fe-Cr-Ni представляет собой сталь аустенитного класса Fe 18Cr 10Ni Ti с ГЦК-решеткой. Высокая коррозионная стойкость, немагнитность, вязкость в условиях криогенных температур, технологичность при изготовлении деталей, хорошие механические свойства обуславливают широкое применение аустенитных сталей системы Fe-Cr-Ni. Такие стали также находят широкое применение для конструкций и деталей, работающих в радиационном поле – в ядерной и термоядерной технике.

Сплав системы Fe-Cr представляет собой сталь ферритно-мартенситного класса Fe-12Cr-Si-Mo-W-V-Nb-B с ОЦК-решеткой. Сплавы системы Fe-Cr имеют широкое распространение в технике: при обработке материалов давлением, изготовлении медицинских инструментов, в автомобильной промышленности и многих других областях. Значительный интерес в настоящее время проявляется к данным сплавам в ядерной технике, поскольку они обладают рядом преимуществ по сравнению с широко применяемыми аустенитными сталями (отсутствие вакансионного распухания, что чрезвычайно важно для техники реакторов на быстрых нейтронах и термоядерных реакторов).

Для сплавов Fe-Cr важнейшей особенностью является их склонность к упрочнению и охрупчиванию. В значительной степени эти их свойства связаны с фазовыми переходами, присущими данной системе. В этих сплавах в некотором диапазоне радиационных параметров наблюдаются специфические дифракци-