Изв. НАН я ГИУ Армения (сер. ТП), т. L. № 3, 1997, с. 175-181.

УДК 621.762

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

С.Г.АГБАЛЯН, В.Л.КАСЬЯН, А.Н.КАЗАРЯН, Г.А.ТУМАНЯН, А.А.ФРАНГУЛЯН. Л.Г.ГАЛСТЯН

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ПОЛУЧЕНИЯ ЖЕЛЕЗНОГО ПОРОШКА ИЗ РУД РАЗДАНСКОГО И КАПУТАНСКОГО МЕСТОРОЖДЕНИЙ

Ուսումիասերվել են 🔨 երկաթե համարդիստերի իկմիասկանի հակարերությունը և ռուրից ուն մարզությունը գտեղը, որվանությունները, որոնք հնարավորություն էս devided transmission burganan adatamiyungani dalamanyuni a danapunge biraatkula պարուհակությունը հատգինը մինչև 68%։ Չերճածանրաչափական և ածանգագրական մեթողներով նատըիումի կարբոնատի առկայության դեպքու հետագրավել են ասրբեր վերականգնիչներով երկաթի խտանյութի վելականգնման մնիածնիզմը և կինետիկան Ուսումնասիրվել է թաց տաղնիսական տարանջատման գործըթացը ն ընտրվել են humpungdinh muhapuju ntahailith Uzufulla t tulungungan 199.6. 99.8% Pe) avrugalah լյայց և մաննալ իպարու հերունսում 🗌 ծայիմների որը երկրորների կամ հերացիս ជាល្ងៃ សារបំពាយសាយសារ ដែលប្រយល់

Рассмотрены основные месторождения железных руд РА и технологические особенности их обогащения обеспечивающие получение из Разданских и Капутанских руд концентрата с 68% 🖬 Методами термогравиметрии и дериватографии исследованы механизм и кинетика восстановления жолезорудного концентрата различными восстановителями) присутствии карбоната натрия. Изучены процессы магнитной мокрой сепарации и выбраны оптимальные режимы обогащения. Разработаны принципиально новая технология получения железного порошка (99,6...99,8% Fe), основанная на содовом рафинировании и магнитной мокрой сепарации.

Ил 6. Библиогр.: 4 назв.

The main from ore deposits of Armenia and technological peculiarities of their enrichment that provide production of fron-ore concentrate with 68% Fe based on Razdan's and Kaputan's ores are studied. Based on thermodynamics analysis the reducing mechanism and kinetics of the iron are concentrate by the different reducing agent and under presence of Natriuum Carbonate are investigated. The wet magnetic separation processes are studied and the regimes of the ore enrichment are chosen. A refinement and wet magnetic separation is developed.

III.6. Ref.4.

Целью исследования является разработка технологии получения железного порошка технической чистоты (99.0 .99.8% Fe) из руд Разданского и Капутанского месторождений методами восстановления и содового рафинирования

Прогнозные запасы Разданских руд оцениваются в размере 250.. 300 млн.: при среднем содержании железа 30..35%, а Капутанского месторождения соответственно 300...400 млн т и 32...38% [1]. Месторождения характерны гранат-эпидотовыми скарнами, в различной стелени обогащенными магнегитом. Фазовыя анализ показывает, что железная руда состоит из магнетита (64,9

Fe O₁) гематита (12,0% Fe₂O₁) и различных минералов (23%). При магнитном мокром обогащении большая часть редких земель попадает в хвосты и не представляет промышленного интереса.

Исследована обогатимость Разданской руды в зависимости от гранулометрического состава и напряженности магнизного поля селаратора (рис. 1). С увеличением напряженности поля содержание выхода концентрата у и извлечение Ес в концентрате 3 значительно возрастают, тогда как содержание. Ре в концентрате В значительно падает. Эта закономерность наблюдается для всех фракций. Чем выше степень раскрытия минералов, тем меньше примесей в концентрате (кривые $\beta_1 - \beta_4$ и $\gamma_4 - \gamma_4$). Извлечение Fc в концентрато є фактически не зависит от дисперсности руды и для всех четырех фракций практически остается одинаковым: при 400, 800 и 12003-ε=70,2, 78,6 и 83%. По этим значениям построена общая кривая Е, Лабораторные опытно-промышленные исследования по обогатимости Разданских и Капутанских руд показали, что для получения концентратов с 67...,69% Fe требуется тонкий помол (-0,053 мм).



Рис. 1. Зависимость содержания Fe в концентрате (β), явихода концентрата (γ) и извлечения Fe в концентрат (ε) от напряженности магнитного поля селаратора и тонкости помола руды: 1. 50% фракции - 0.053 мм; 2 - 60%; 3 - 70%; 4 - 90%

Кинстика восстановления изучалась на термогравиметрической установке конструкции ИПМ НАН Украины. Степень восстановления (X оценивалась отношением Fe_{мет}:Fe_{общ}: Результаты экспериментов (рис. 2) показали, что восстанавливаемость концентрата древесным углем ниже, чем прокатной окалины, перерабатываемой Сулинским металлургическим заводом. Так, в течение 25 мин окалина полностью восстанавливается при 1050 С. тогда как концентрат за это же время при 1150 С - всего лишь на 92%. Это объясняется плотным строением природного магнетита, а также наличием сложных оксидных соединений железа в виде эпидота, граната и др. Согласно сравнительным экспериментам, реакционная способность нефтяного кокса (ГОСТ 22898-78) выше древесного угля. При 1150 С (35 мин) восстанавливаемость концентрата коксом составляет 100%, а древесным углем - 95%. Лучшими восстановительными свойствами обладает синтез-газ при 1050°С (30 мин) достигается 100%- ое восстановление.



Рис.2. Кинетика восстановления концентрата и прокатной окалины древесным углем: 1. 2 · 850°С: 3, 4 - 950 С 5 · 1050 С 6 - 1150°С Кривые 1. 3, 5 - прокатняя окалина: 2 4, 6 концентрат

С целью выявления механизма и кинетики восстановления концентрата нефтяным коксом с участием соды (в качестве активатора) выполнен комплекс дериватографических исследований Шихта, состоящая из концентрата, кокса и соды, подвергалась грануляции и сушке при 100 С. Процессы восстановления изучались в интервале 25...1200°С для шихт, содержащих 0...15% соды.

Первый минимум на дериватограммах (дериватограф Q-1500D. рис.3) проявляется при -130 С и воспроизводится независимо от концентрации соды. Процесс сопровождается поглощением тепла и уменьшением массы навески. Следующий минимум также является характерным для всех составов шихт и фиксируется на кривых DTA и DTG при 57617°С. Процесс протекает в интервале 340...650 С и относится к первой стадии восстановления: Fc.O₃ → Fe₄O₄. С повышением темлературы (650...790 С, минимум при 750°С) происходит взаимодействие соды (Na₂CO₃) с примесями концентрата.

$$Na_{1}CO_{1} + AlO_{1} \rightarrow Na_{2}Al_{2}O_{1} + CO_{2}$$

Одновременно развиваются реакции второй стадии восстановления: $Fe_1O_3 \rightarrow FeO$, как по механизму твердофазной диффузии ($Fe_3O_3 + C \rightarrow FeO + CO$), так и через газовую фазу ($Fe_1O_3 + CO \rightarrow FeO + CO_3$). 5%-я концентрация соды соответствует стехиометрическому количеству, достаточному для полного взаимодействия с примесями шихты (концентрата).



Рис. 3. Дериватограмма шихты. содержащей 5% Na₂CO₃:1,2,3,4 · кривые температуры (Т), дифференциального термического анализа (DTA), термогравиметрического анализа (TG) и деривативной термогравиметрии (DTG) при нагревании образцов. 1°, 2°, 3°, 4° - кривые Т, DTA, TG и DTC при охлаждении образцов (шихты)

В температурном интервале 790...900°С регистрируется еще один минимум. также относящийся к процессам Fe₁O₁ \rightarrow FeO и FeO \rightarrow Fe C увеличением содержания соды скорость этих процессов возрастает, что объясняется взаимодействием соды с примесями и раскрытием связанных оксидов железа.

Третья стадия восстановления FeO → Fe протекает при 900 .. 1000 С. На дериватограммах это проявляется в виде экстремумов на кривых DTA и DTG (970°C) и участков на кривых TG. Эксперименты показали, что при содержании соды no 5% наблюдается резгое снижение конечной температуры и времени восстановления. Для шихты с 10% Na₂CO₃ конечная температура восстановления на 130 150°C ниже, чем для шихты без Na₂CO₃. Кроме toro. нa -- 20% сокращается продолжительность восстановления

Последний минимум при 1100°С на кривых DTA шихт с 3% Na₂CO₃ и более относится к вторичным твердофазным реакциям:

 $Na_3SiO_4 = Na_2Al_2O_4 \rightarrow 2Na_3O \cdot Al_2O_3 \cdot SiO_4$

$3CaO \cdot AI_{2}O_{1} + 2AI_{2}O_{2} \rightarrow 3(CaO \cdot AI_{2}O_{1}).$

Выполнен комплекс термогравиметрических исследований, целью которых являлось изучение кинетики восстановительных реакций и выяснение механизма ускоряющего действия соды. Эксперименты проводились на установке Самсонова-Дороховича (ИПМ НАН Украины). При повышении температуры процесс смецается из кинетической области в переходную и диффузионную рис. 4) В области температур до 750 С наблюдается торможение восстановления цихт, содержащих соду. Это объясняется блокирующим действием соды на реакции прямого восстановления, когда они являются еще лимитирующими. Причиной могут служить как поверхностное обволакивание, так и реакции силикатообразования. продукты которых прелятствуют термодиффузионным процессам. В области средних температор (750...800 С и выше), когда интенсифицируются процесты газификации углерода, степень восстановления шихты значител но возрастает - кривые 2-4 располагаются выше кривой 1.



Рис. 4. Зависимость степнии восстановления концентрата и шихты нефтяным коксом от температуры (т = 30 мин) 1. концентрат 2. 3 и 4 - шихта с 5. 10 и 15% Na₂CO₃

Результаты кинетических исследований позволили установать зависимость скорости реакции V от степени восстановления и (рис.5). Реакции протекают в видо самостоятельных этапог соответствующих отдельным стадиям процесса и ответающих адсорбционно-автокатали ическим превращениям. Поскольку содержание Fe,O, небольшое по сравнению с Fe,O, то первая стадия $Fe_{i}O_{i} \rightarrow Fe_{i}O_{j}$ совмещается со второй. $Fe_{i}O_{j} \rightarrow FeO_{i}$ стадии восстановления протекают медленно Начальные (индукционный период), затем с развитием реакционной поверхности они заметно возрастают. Кинетика первых двух стадии обладает признаками автокатализа. Реакция Fc.O. -> Fc.O. характеризуется экзотермичностью и высокой скоростью восстановления. Реакция Ес.О. ЕсО эндотермическая газовал фаза СО обедняется, скорость восстановления замедляется. Минимальная скорость реакции соответствует степеням восстановления, равным 20...25%, т.с. полному переходу $Fe_{\tau}O_{t} \rightarrow FeO_{t}$

В третьей стадии $FeO \rightarrow Fe$ сохраняется эндотермичность процесса, содержание CO, падает, а следовательно, затрудняется реакция C - CO \rightarrow 2CO (газификация углерода). Несмотря на эти условия, скорость реакции $FeO \rightarrow Fe$ возрастает и достигает максимума при α =70% (рис. 5, кривая 1). Это объясняется каталитическим воздействием образующегося Fe на газификацию углерода [2, 3] Активация процесса C - CO. \rightarrow 2CO объясняется внедрением fe в решетку графита и его разрыхлением



Рис 5 Кинетика восстановления концентрата и шихты нефтяным коксом при 1050 С. 1 - концентрат, 2. 3 и 4 - шихта с 5, 10 и 15% Na₃CO₃

Анализ кривых 1-4 (рис. 5) показывает, что сода существенно увеличивает скорость восстановления При $\alpha = 1.0\%$ (Fe.O. \rightarrow Fe,O. \rightarrow FeO) скорость восстановления шихт, содержащих 5. 15% Na.CO (кривые 1-3) возрастает в 6.5. 7.5 раза; при $\alpha = 50-60\%$ (FeO \rightarrow Fe) - в 2 раза. Наибольшее влияние сода оказывает на ранних стадиях восстановления. Этим и объясняется сильное перекрывание стадий Fe.O. \rightarrow Fe.O. \rightarrow FeO и FeO \rightarrow Fe

(пунктирные линии на кривых 2-4). Поэтому при (X=20...25% скорость восстановления достаточно высока, что хорошо согласуется с результатами дериватографических исследований

Рафинирующее действие соды выявляется при магнитном мокром обогащении которое основано на использовании разности магнитной восприимчивости частиц порошка [4]. Исследование по обогащению пульпы проводилось на магнитном барабанном сепараторе типа 120Б-СЭ производительностью 75 кг/ч. С увеличением напряженности поля содержание Fe уменьшается: при H=600Э Fe=99,95%. Но в этом случае скорость сепарации снижается и хвосты обогащаются железом, в связи с чем за оптимальную напряженность можно принять H=900Э при Fe=99,75%.

Извлечение Fe также зависит и от соотношения "твердое тепо-жидкое тело" (Т'Ж) при Т.Ж=1/6 Fe=99.9%. Скорость сепарации может оставаться и высокой, однако выход Fe при этом падает, поэтому предпочтительным Т.Ж. можно считать интервал' 1/4. - 1/5

Эксперименты показывают, что превышение окружной скорости (например V>60 см с) приводит к загрязнению продукта обогащения, что объясняется механическим захватом примесей и быстрым выносом их из зоны сепарации. При V ниже оптимальных значений соответственно уменьшается центробежная сила, поэтому она становится недостат эчной для полного удаления слабомагнитных частиц, захваченных магнитной фракцией

На чистоту продукта оказывают влияние тонкость помола и кратность сепарации. Приемлемым можно считать dep=70 мкм, т.е фракцию 160 мкм. Первичная сепарация обеспечивает получение порошка с Fe=99.0%, а двукратная перечистка c Fe=99.7%.

Изучено также рафинирующее действие соды на чистоту железного порошка. Для шихты без соды чистота порошка соответствует 95% Fe. т.е. удаление примесей незначительное, тогда как с 10% Na.CO, она возрастает до 99,7% Fe.

По оптимальным параметрам составлен материальный баланс продуктов магнитного мокрого обогашения согласно весовому и Рис 6. Зависимость содержания химическому составам. Извлечение железа от напряженности поля Fe в продукт (порошок) равно 98,5%, и только лишь 1.5 Fe представляют потери.





На основе содового рафинирования и магниной мокрой сепарации разработана технология получения железного порошка технической чистоты (Fe-99,6. 99.8%), которая позволяет перерабатывать не только железорудные концентраты, но и прокатную окалину повышенной степени загрязненности. Сущность способа заключается в следующем. Шихта, состоящая из оксидов железа (концентрат, окалина), соды и твердого восстановителя (кокс, графит. сажа), подвергается восстановлению, полученное губчатое железо размалывается в жидкой среде (в воде) и рафинируется магнитной мокрой сепарацией. Этим предлагаемая технология принципиально отличается от существующих. В ней благоприятно реализуются процессы восстановления концентрата и очистки продукта от примесей.

(Работа выполнена в рамках финансирусмой госбюджетной научной темы РА № 94-191).

ЛИТЕРАТУРА

1 Гулян Э.Х., Дадаян Г.А. Железорудные месторождения Армении - среван: Луйс, 1963. - 91 с

2 Есин О.А., Гольд П.В. Физическая химия пирометаллургических процессов. - М. Металлургия, 1966. - 793 с.

З Механизм и кинетика восстановления металлов. Мат симп Под рол А.М. Самарина. М. Јаука, 1970. 248 с.

4. Дуррер Р. Металпургическая переработка железных руд. - М :-Металлургиздат, 1960. 176 с.

ГИУА

1.03.1997

With Martin

キリケルレアラ