

УДК 669.53.2.001(574)(043.2)

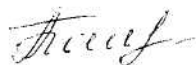
На правах рукописи

БОШКАЕВА ЛАЙЛЯ ТУРСУНОВНА

**Совершенствование технологии электротермической плавки
ильменитовых концентратов Казахстана с флюсующими добавками**

05.16.02 – Metallургия черных, цветных и редких металлов

Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук



Республика Казахстан
Алматы 2010

Работа выполнена в Казахском национальном техническом университете имени К.И. Сатпаева

Научные руководители:

доктор технических наук
Алыбаев Ж.А.

кандидат технических наук
Шаяхметова Р.А.

Официальные оппоненты:

доктор технических наук
Квятковский С.А.

кандидат технических наук
Килибаев Е.О.

Ведущая организация: ДГП «Химико-металлургический институт им. Ж.Абишева» РГП «Национальный центр по комплексной переработке минерального сырья Республики Казахстан»

Защита состоится «25» ноября 2010 г. в 14⁰⁰ часов на заседании диссертационного совета Д 14.17.02 при Казахском национальном техническом университете имени К.И. Сатпаева по адресу: 050013, г. Алматы, ул. Сатпаева, 22а, корпус Институт машиностроение, 304 ауд., факс 8 (7272) 926025, тел. 8(7272) 577185, e-mail: www.kazntu.kz

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Казахского национального технического университета имени К.И. Сатпаева по адресу: 050013, г. Алматы, ул. Сатпаева, 22, корпус ГМК, 172 ауд.

Автореферат разослан «25» октября 2010 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 14.17.02
доктор технических наук



Б.Т. Сазамбаева

ВВЕДЕНИЕ

Общая характеристика работы. Диссертационная работа посвящена усовершенствованию технологии электроплавки сатпаевских ильменитовых концентратов с повышенным содержанием оксидов железа и кремния с добавкой новых комплексных флюсующих материалов, обеспечивающей получение титанового шлака, соответствующего по составу требованиям дальнейшего его хлорирования.

Исследован процесс электроплавки низкосортных и трудновосстановимых сатпаевских ильменитовых концентратов с добавкой в качестве комплексных флюсующих материалов осадков шламонакопителей, являющихся отходами титанового производства. Предложен возможный механизм реакций взаимодействия компонентов шихты из сатпаевского ильменитового концентрата и осадков шламонакопителей при низко- и высокотемпературном восстановлении с твердым углеродом, создающий условия для уменьшения содержания оксида железа и повышения степени оксидов титана в шлаке.

На основании комплекса исследований усовершенствована и апробирована в опытно-промышленном масштабе технология электроплавки низкокачественных сатпаевских ильменитовых концентратов с повышенным содержанием оксидов железа и кремния с подшихтовкой осадков шламонакопителей в шихту электроплавки в РТП, обеспечивающая улучшение технико-экономических показателей процесса за счет получения высокотитанистого шлака с лучшими физико-химическими свойствами и решение экологических вопросов региона за счет утилизации отходов.

Актуальность темы. Производство титана в последние годы развивается в условиях ухудшения качества перерабатываемого сырья, что требует кардинального усовершенствования используемых технологий.

На отечественных и зарубежных заводах, работающих по традиционной бесфлюсовой схеме (рудно-термическая плавка – хлорирование – магниетермическое восстановление), перерабатывают ильменитовые концентраты с содержанием диоксида титана не менее 60 %, оксида железа (II) не более 23 % и диоксида кремния не более 2 %. В процессе плавки низкокачественных ильменитовых концентратов (с низким содержанием диоксида титана и высоким содержанием оксидов железа (II, III) и диоксида кремния) возникают проблемы, связанные с образованием вязких и тугоплавких расплавов, нарушающих и усложняющих технологический процесс, что приводит к значительным энергетическим затратам и снижению технико-экономических показателей процесса. Ильменитовые концентраты с повышенным содержанием оксидов железа (II, III) и диоксида кремния на металлургических заводах практически не перерабатываются самостоятельно. Флюсовая плавка в основном не используется из-за высокой себестоимости получаемого губчатого титана.

Многие вопросы, связанные с теорией и практикой переработки трудновосстановимых, низкосортных ильменитовых концентратов с

повышенным содержанием железа (II, III) и кремния в производстве титана, мало исследованы.

Производство низкокачественных ильменитовых концентратов в настоящее время непрерывно растет, что делает задачу их переработки особенно актуальной.

Цель работы – проведение комплекса исследований и создание на этой основе теоретических предпосылок для совершенствования технологии переработки низкосортных и трудновосстановимых сатпаевских ильменитовых концентратов с повышенным содержанием оксидов железа и кремния с добавкой комплексных флюсующих материалов – осадков шламонакопителей, являющихся отходами титанового производства, обеспечивающей получение высокотитанового шлака с улучшенными технико-экономическими показателями.

Научная новизна работы. Процесс электроплавки сатпаевского ильменитового концентрата с комплексной добавкой флюсующих материалов изучен впервые. При этом впервые получены следующие новые теоретические и практические данные:

- теоретически и экспериментально доказано, что при добавке комплексных модифицирующих кальций-магнийсодержащих флюсующих материалов – осадков шламонакопителей происходит разрушение связи оксидов титана и железа в титанате железа и образование орто- и метатитанатов кальция и магния с замещением железа в титанате, что препятствует образованию низших оксидов и твердых растворов сложного состава;

- установлены новые закономерности процессов твердо- и жидкофазного восстановления низкокачественных и трудновосстановимых ильменитовых концентратов с повышенным содержанием оксидов железа (II, III) и кремния с добавкой комплексных модифицирующих добавок, которые улучшают физические свойства расплавов: снижаются вязкость до 0,5 Па·с, электропроводность до $20 \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$, температура кристаллизации до 1723 К, сокращается продолжительность процесса на 1 ч и улучшаются процессы разделения шлаковой и металлической фаз;

- экспериментально получены новые данные восстановительной электроплавки сатпаевских ильменитовых концентратов с добавкой комплексных модифицирующих флюсов, при этом степень восстановления оксидов железа в металлическую фазу увеличивается до 96 %, остаточное содержание железа в шлаке составляет не более 3,5–4,5 мас.% (для сравнения: на АО «УК ТМК» содержание железа в титановом шлаке 6,5–8,0 мас.%);

- определены оптимальные количества комплексной флюсующей добавки (осадков шламонакопителей) и твердого углеродистого восстановителя (антрацита) при электроплавке сатпаевского ильменитового концентрата, которые составляют 15 % от массы концентрата и 15-16 % от масс концентрата и флюса соответственно, при этом снижается расход электроэнергии на 1,5-2 %.

Положения, выносимые на защиту:

- результаты термодинамических исследований процессов твердо- и жидкофазного восстановления ильменитов без добавки и с добавкой флюсов;

- результаты исследования физико-химических свойств, фазовых и минералогических составов сатпаевского концентрата, осадков шламонакопителей и титанового шлака, полученного при флюсовой плавке;

- результаты изучения кинетических закономерностей и последовательности твердо- и жидкофазных процессов восстановления сатпаевских ильменитовых концентратов без добавки и с добавкой комплексных флюсующих материалов (осадков шламонакопителей);

- результаты технологического исследования по разработке способа электроплавки сатпаевских ильменитовых концентратов с добавкой комплексных флюсующих материалов;

- результаты опытно-промышленных испытаний по электроплавке сатпаевских ильменитовых концентратов с добавкой комплексных флюсующих материалов в промышленной рудно-термической печи РКЗ-16,5 в условиях АО «УК ТМК».

Практическая ценность работы. Разработан способ переработки низкокачественных трудновосстановимых сатпаевских ильменитовых концентратов с повышенным содержанием железа и кремния, основанный на применении комплексных флюсующих добавок – осадков шламонакопителей №№ 1–3 АО «УК ТМК», что позволяет расширить сырьевую базу титанового производства Казахстана благодаря вовлечению в процесс некондиционного сырья. При этом содержание FeO в шлаке уменьшается от 6,5–8,0 % (АО «УК ТМК») до 3,5–4,5 % за счет замещения ионов железа в титанатах ионами кальция и магния. Улучшаются технико-экономические показатели процесса – уменьшается удельный расход электроэнергии на 0,1–0,2 МВт за счет сокращения продолжительности плавки на 1 ч и снижения вязкости шлаков от 1,6–1,8 до 0,5 Па·с, электропроводности от 118–125 до 20–30 Ом⁻¹·см⁻¹, плавкости от 1823–1923 до 1623–1673 К, обеспечивая нормальный ход работы электропечи. Кроме того, использование осадков шламонакопителей – отходов самого титанового производства в качестве оборотных материалов позволяет решить экономические и экологические проблемы АО «УК ТМК» за счет сокращения потери титана с ними, а также исключения применения флюсующих на основе чистых соединений щелочных и щелочноземельных металлов и утилизации отходов.

Согласно ориентировочному технико-экономическому расчету при условной производительности 50 тыс. тонн титанового шлака в год ожидаемый экономический эффект (без учета снижения транспортных затрат на перевозку и доставку титанового сырьевого импорта, а также затрат на захоронение отходов титанового производства) составит ~26 млн. тенге.

Техническая новизна разработок и технологических решений подтверждена инновационным патентом РК № 20560, С22В 34/12, 15.12.2008; бюл. № 12.

Результаты исследований используются в учебном процессе при изучении дисциплин «Металлургия легких и редких металлов» и «Новые технологии в металлургии легких и редких металлов» при подготовке специалистов по

направлению 050709 – «Металлургия» в Казахском национальном техническом университете имени К.И. Сатпаева.

Апробация практических результатов. Основные материалы диссертационной работы доложены на научно- практических конференциях: I международной научно-практической конференции «Горное дело в Казахстане» (Алматы, 2001); международной научно-практической конференции «Инженерное образование и наука в XXI веке» (Алматы, 2004); II международной научно-практической конференции «Горное дело в Казахстане» (Алматы, 2006); международной научно- практической конференции, посвященной юбилею А.И. Беляева (Москва, 2006); международной научно- практической конференции, посвященной 75-летию КазНТУ имени К.И. Сатпаева (Алматы, 2009), а также опубликованы в сборниках научных трудов и в изданиях, рекомендованных ККСОН РК.

Публикации. Основное содержание диссертации изложено в четырех научных статьях и шести докладах на международных научно-практических конференциях.

Личный вклад автора заключается в постановке и проведении экспериментов, анализе и обсуждении полученных результатов, оформлении статей и заявки на изобретение.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, списка использованных источников. Содержит 143 страницы машинописного текста, 31 рисунок и 28 таблиц, приложение. Список литературы включает 140 публикаций отечественных и зарубежных авторов.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснованы актуальность и необходимость проведения исследований, раскрыты цель, новизна и практическая ценность работы и положения, выносимые на защиту.

1 Состояние вопроса и постановка задачи

В настоящее время на АО «УК ТМК» в целях получения титановых шлаков требуемого состава с необходимыми физико-химическими свойствами применяется технология совместной рудно-термической плавки ильменитовых концентратов Вольногорского и Сатпаевского месторождений. Отдельная рудно-термическая плавка сатпаевского ильменитового концентрата по традиционной технологии связана с некоторыми трудностями, приводящими к образованию титановых шлаков с нежелательными физическими свойствами, нарушающими или усложняющими технологический процесс, а также к значительным энергетическим и материальным затратам, которые увеличивают себестоимость губчатого титана. В связи с этим исследования, направленные на получение высокотитанистых шлаков, пригодных для дальнейшего их хлорирования, из низкосортных и трудновосстановимых сатпаевских ильменитовых концентратов и улучшение технико-экономических показателей

процесса электроплавки, приобретают большое значение в производстве казахстанского титана.

В научно-технической литературе довольно подробно освещены низко- и высокотемпературные процессы восстановления титановых руд, в том числе процессы обжига и плавки титаносодержащих руд в присутствии флюсов – чистых соединений щелочных и щелочноземельных металлов, но отсутствуют данные по взаимодействию и влиянию комплексных флюсующих добавок – оксидов щелочных и щелочноземельных металлов на фазовые составы, термодинамические и кинетические параметры процесса.

Анализ литературных данных показал, что самыми малоизученными являются процессы восстановления и шлакообразования при обжиге и плавке сатпаевских ильменитовых концентратов с добавкой оксидов щелочных и щелочноземельных металлов, играющие важную роль в восстановлении оксидов железа и титана, формировании качественного титанистого шлака как по составу, так и по структуре. Известен способ твердофазного восстановления сатпаевского ильменитового концентрата с добавкой чистых хлоридов щелочных и щелочноземельных металлов (NaCl , KCl , MgCl_2 , CaCl_2 , KMgCl_3), которые позволяют получить обогащенные по титану концентраты.

На основании литературного обзора сформулированы цель, основные задачи исследований, пути их решения и направленность технологических испытаний.

2 Описание и результаты физико-химических методов исследования

В разделе представлена характеристика сатпаевских ильменитовых концентратов и осадков шламонакопителей полей №№ 1–3 АО «УК ТМК». Для изучения вещественного и фазового составов исследуемых образцов применялись современные физико-химические методы анализа: минералогический, рентгенофазовый, термогравиметрический – с использованием следующих приборов: поляризационного микроскопа МИН-8, дифрактометра ДРОН-2, спектрометра, дериватографа Q-1000.

Минерально-сырьевая база титанового производства Казахстана представлена ильменитовыми концентратами Сатпаевского, Обуховского, Шокашского месторождений. Из них наиболее освоенным является Сатпаевское месторождение, ильменитовые концентраты которого характеризуются высоким содержанием оксидов железа и кремния (таблица 1).

Физико-химическими методами исследования были установлены количественный и фазовые составы осадков трех шламонакопителей, мас. %: карбонат кальция CaCO_3 45-55; кварц 1,5-2,5; рутил 8-10; гематит Fe_2O_3 10-15; пренит $\text{Ca}_2\text{Al}[\text{AlSi}_3\text{O}_{10}](\text{OH})_2$ 5-10. Основа образцов осадков трех полей одинаковая и состоит из агрегативной фазы бурого цвета с тонкодисперсной присыпкой карбоната кальция. Отличительной чертой их является значительное содержание ценных компонентов, таких, как TiO_2 , Fe_2O_3 , CaCO_3 , CaO , MgO , Nb_2O_5 (таблица 2).

Таблица 1 – Химический состав некоторых ильменитовых концентратов

Вид концентрата	Содержание компонентов в концентрате, мас.%												
	TiO ₂	FeO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃	MgO	MnO	CaO	P ₂ O ₅	V ₂ O ₅	ZrO ₂	Nb ₂ O ₅
Сатпаевский	49,65	16,77	26,46	4,5	1,15	0,10	0,20	0,35	0,3	0,05	0,2	0,25	0,02
Обуховский	51,70	7,48	26,33	2,70	2,47	4,15	1,22	1,95	-	0,12	0,33	1,14	0,10
Шокашский	54,00	33,93	2,40	1,44	2,04	2,25	1,53	0,90	0,20	0,10	0,36	0,25	0,06
Иршанский	58,21	15,27	22,43	1,09	0,56	0,20	0,27	0,46	0,20	0,08	0,24	0,2	0,04
Вольногорский	64,15	27,22	-	1,32	1,78	0,96	1,57	1,07	0,20	0,06	0,21	0,22	0,06

Таблица 2 – Вещественный состав осадков шламонакопителей АО «УК ТМК»

Шламонакопитель	Содержание, мас.%											
	TiO ₂	Fe _{общ}	CaO	CaCO ₃	MgO	MnO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Nb ₂ O ₅	Cu	V	Прочие
Поле № 1	9,40	9,15	4,32	46,50	3,6	2,0	2,8	2,8	0,13	1,10	0,2	18,0
Поле № 2	10,1	14,1	2,27	48,95	0,3	0,9	1,9	1,96	0,01	1,12	0,2	18,1
Поле № 3	8,0	16,9	4,0	47,61	1,85	1,6	0,04	1,4	0,25	1,15	0,2	17,0

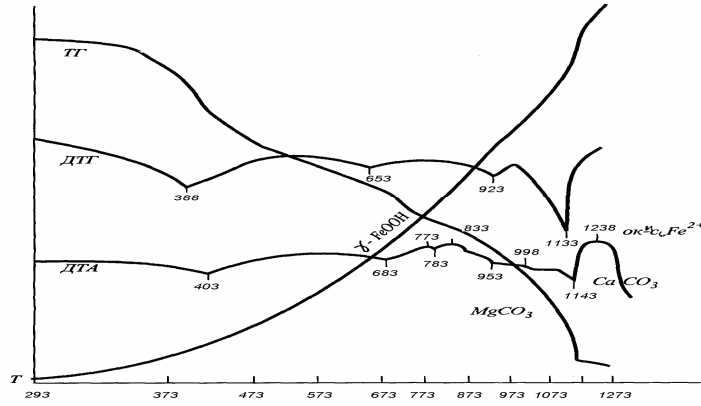


Рисунок 1 – Дериватограмма осадка шламонакопителя из поля № 1

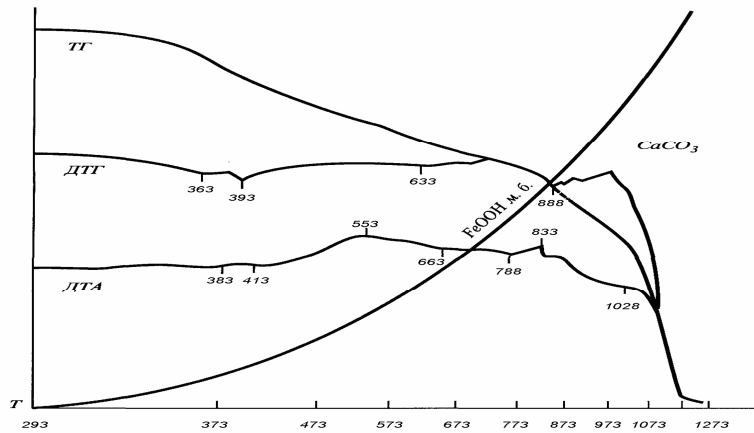


Рисунок 2 – Дериватограмма осадка шламонакопителя из поля № 2

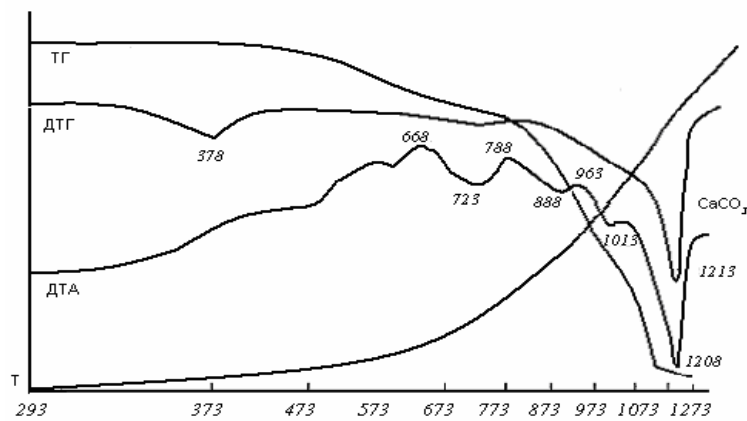


Рисунок 3 – Дериватограмма осадка шламонакопителя из поля № 3

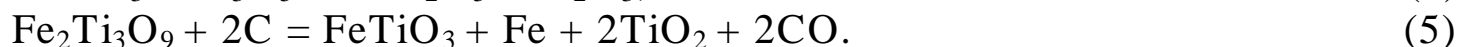
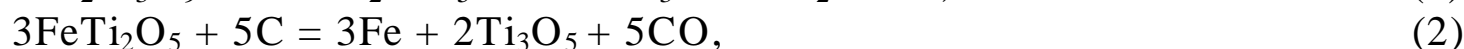
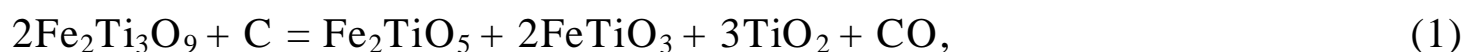
Спектральный анализ остатка образцов осадков шламонакопителей после дериватографического исследования (рисунки 1-3) показал наличие в нем CaCO_3 в больших количествах. Это свидетельствует о том, что диссоциация кальцита может протекать при температурах более 1273 К.

Результаты проведенных анализов сатпаевского ильменитового концентрата указывают на присутствие в нем повышенных содержаний оксидов железа (FeO – 16,77 % и Fe_2O_3 – 26,46 %) и кремния (до 4,5 %), которые приводят к затруднениям в процессах восстановления и шлакообразования, меняя состав и структуру конечных продуктов.

3 Термодинамические и кинетические закономерности процесса восстановительной электроплавки сатпаевского ильменитового концентрата с добавкой комплексных флюсующих материалов

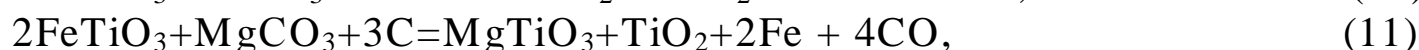
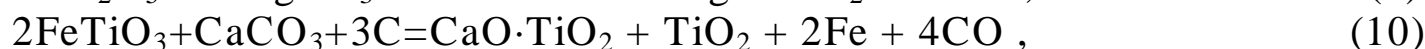
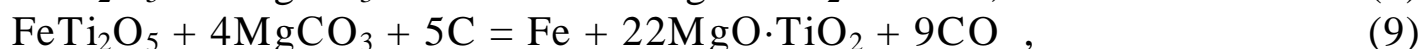
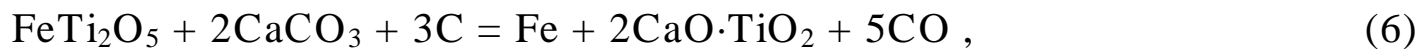
С помощью программного комплекса “АКТАН” (включающего базы данных программных комплексов HSC, FАCT, ТРИПТИХ, термические константы веществ МГУ, ключевые значения CODATA и др.) и «Программы расчета термодинамических величин окислительно-восстановительных реакций», разработанной профессором, доктором технических наук Ш.Б. Байысбековым и доцентом, кандидатом технических наук Г.Ж. Жунусовой, выполнен расчет изменения энергии Гиббса реакций восстановления оксидов железа и титана из сатпаевского ильменитового концентрата без добавки и с добавкой комплексных флюсующих материалов (ФМ), состоящих из оксидов и карбонатов кальция и магния в интервалах температур 973–1473 и 1573–1873 К, соответствующих твердо- и жидкофазному восстановлению.

Из результатов термодинамического и рентгенофазового анализов следует, что при твердофазном восстановлении сатпаевских ильменитовых концентратов без добавки ФМ возможно протекание следующих реакций, приводящих к образованию низших оксидов титана и тугоплавких твердых растворов на основе титана:



Образование тугоплавких твердых растворов при плавке возможно за счет взаимодействия невосстановленной части ильменита с низшими оксидами титана (реакция 4). Образующиеся низшие оксиды титана и твердые растворы на их основе ухудшают физические свойства и качество получаемых титановых шлаков: повышаются вязкость, электропроводность, плавкость шлаков, получаются шлаки с повышенным содержанием железа и низким TiO_2 , а также из-за плохой жидкотекучести расплава металлические и шлаковые фазы практически не отделяются друг от друга, причем при увеличении содержания диоксида кремния это будет проявляться в большей степени.

Добавки оксидов кальция и магния в шихту электроплавки сокращают образование низших оксидов титана и способствуют разрушению твердых растворов титана за счет замещения ионов железа в титанате ионами кальция и магния:

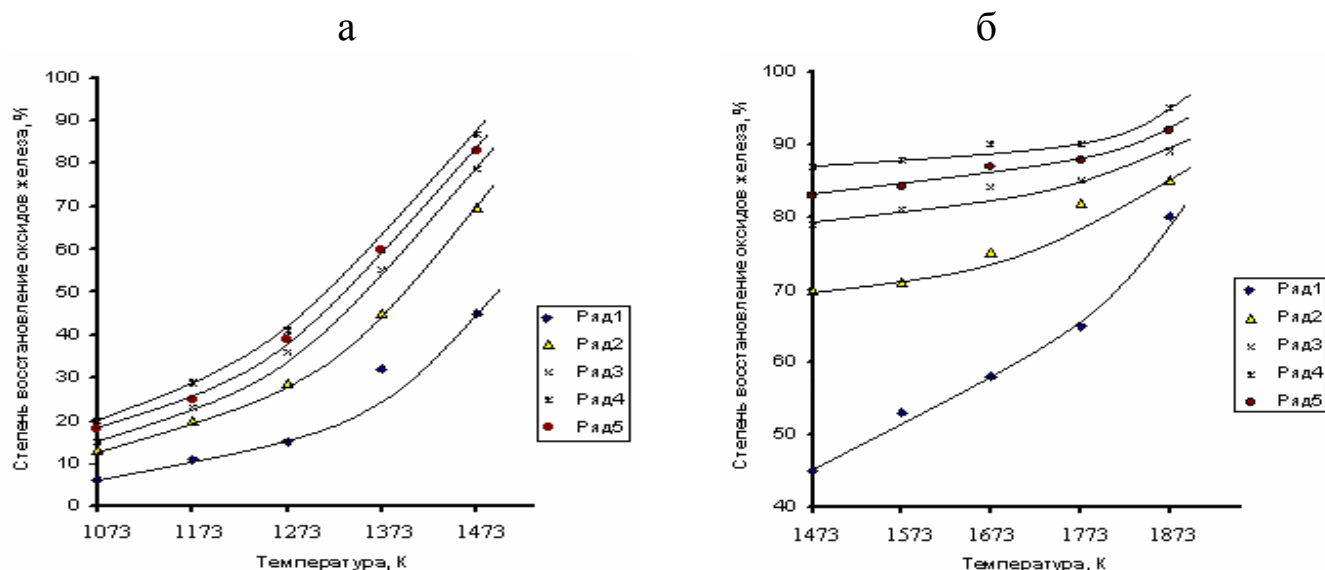


Для определения константы скорости реакций восстановления оксидов железа из ильменитового концентрата можно использовать кинетическое уравнение Н.Н. Постникова:

$$\left[1 - \sqrt[3]{\frac{100 - \alpha}{100}} \right]^2 = k \cdot \tau$$

где α – степень восстановления, %; k – константа скорости; τ – время, мин.

На рисунке 4 приведены графические зависимости степени восстановления оксидов железа при восстановлении сатпаевского ильменитового концентрата без добавки и с добавкой 5, 10, 15, 20 % осадков шламонакопителей от массы концентрата в интервалах температур 1173–1473 и 1473–1873 К, соответствующих твердо- и жидкофазному восстановлению.



Ряд 1 – без добавки; ряд 2 – 5 % ФМ; ряд 3 – 10 % ФМ;
ряд 4 – 15 % ФМ; ряд 5 – 20 % ФМ

Рисунок 4 – Зависимость степени восстановления оксидов железа от состава шихты в интервале температур 1173–1473 К (а) и 1473–1873 К (б)

Из рисунка 4 видно, что 15 %-ная добавка осадка шламонакопителя от массы концентрата способствует повышению степени восстановления оксидов железа при твердофазном восстановлении шихты (в интервале температур 1073–1473 К) от 48 до 85 %, а при жидкофазном (в интервале температур 1473–1873 К) – от 77 до 95 %.

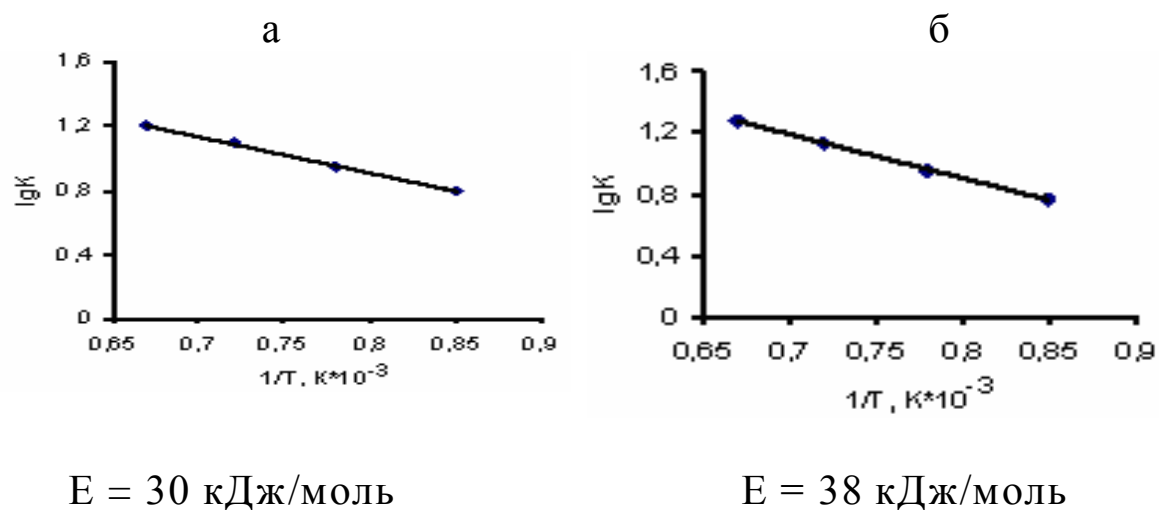


Рисунок 5 – Зависимость логарифма скорости твердофазного восстановления оксидов железа из ильменитового концентрата от обратной температуры (1173–1473 К) без добавки ФМ (а) и с 15 %-ной добавкой ФМ (б)

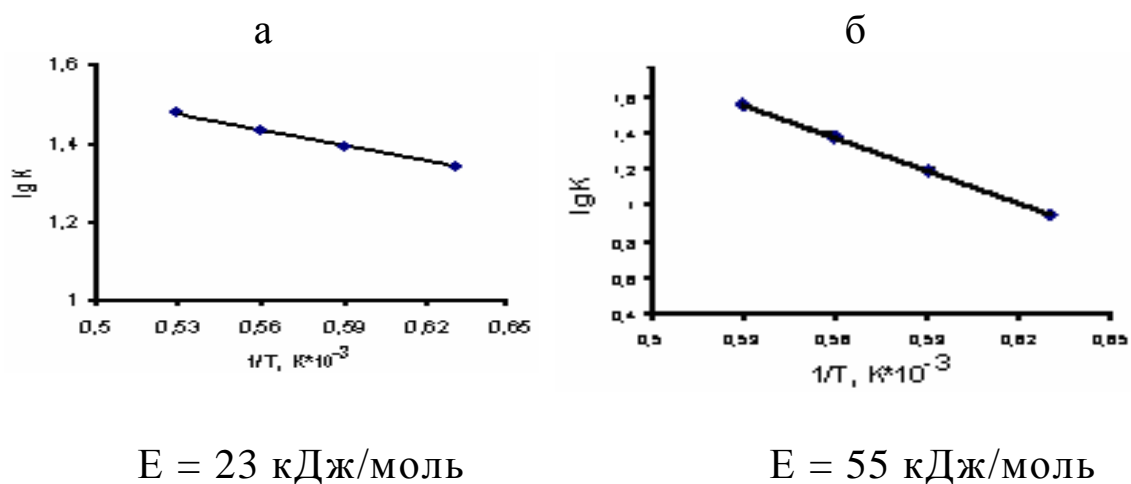


Рисунок 6 – Зависимость логарифма скорости жидкофазного восстановления оксидов железа из ильменитового концентрата от обратной температуры (1573–1873 К) без добавки ФМ (а) и с 15 %-ной добавкой ФМ (б)

Величины условных энергий активации (E , кДж/моль) реакций восстановления оксидов железа из сатпаевского ильменитового концентрата в разных интервалах температур определены графически (рисунки 5, 6) и составляют: 1) при 1173–1473 К: без добавки ФМ – 30 кДж/моль, при 15 %-ной добавке – 38 кДж/моль; 2) при 1473–1873 К: без добавки ФМ – 23 кДж/моль, при 15 %-ной добавке – 55 кДж/моль. Найденные величины условной энергии активации в интервалах температур 1173–1473 и 1473–1873 К соответствуют

прохождению процессов восстановления в диффузионной и смешанной областях.

4 Усовершенствование технологической схемы переработки сатпаевских ильменитовых концентратов с добавкой комплексных флюсующих материалов

Для получения высокотитанистого шлака с низким содержанием железа необходимо предотвратить образование твердых растворов на основе низших оксидов титана, образующихся в процессе электроплавки ильменитовых концентратов, и разработать технологию в целях вовлечения в производство низкосортных сатпаевских ильменитовых концентратов, что позволит расширить сырьевую базу титановой промышленности.

Титановые шлаки требуемого состава из сатпаевского ильменитового концентрата с повышенным содержанием оксидов железа и кремния могут быть получены при оптимизации состава шихты, загружаемой на электроплавку, путем добавки комплексных кальций-магнийсодержащих флюсов – осадков шламонакопителей.

В данном разделе приведены результаты экспериментальных исследований процесса флюсовой электроплавки низкосортных сатпаевских ильменитовых концентратов в РТП.

Для определения оптимального режима процесса восстановительной плавки сатпаевского ильменитового концентрата опыты проводились в зависимости от состава шихты (без добавки и с добавкой ФМ), температуры и продолжительности. Химический состав шихты (без восстановителя) приведен в таблице 3.

Таблица 3 – Химический состав шихты, мас. %

№ ших-ты	Добавка ФМ, %	TiO ₂	FeO	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	MnO	Прочие
1	К-Т+0	49,65	28,67	0,5	4,5	1,25	0,3	0,7	14,43
2	К-Т+5	50,02	29,2	1,71	4,58	1,33	0,37	1,76	11,03
3	К-Т+10	50,39	29,73	2,21	4,66	1,41	0,44	2,82	7,63
4	К-Т+15	50,76	30,26	2,71	4,74	1,49	0,51	3,88	4,13
5	К-Т+20	51,13	30,79	3,21	4,82	1,57	0,58	4,94	0,83

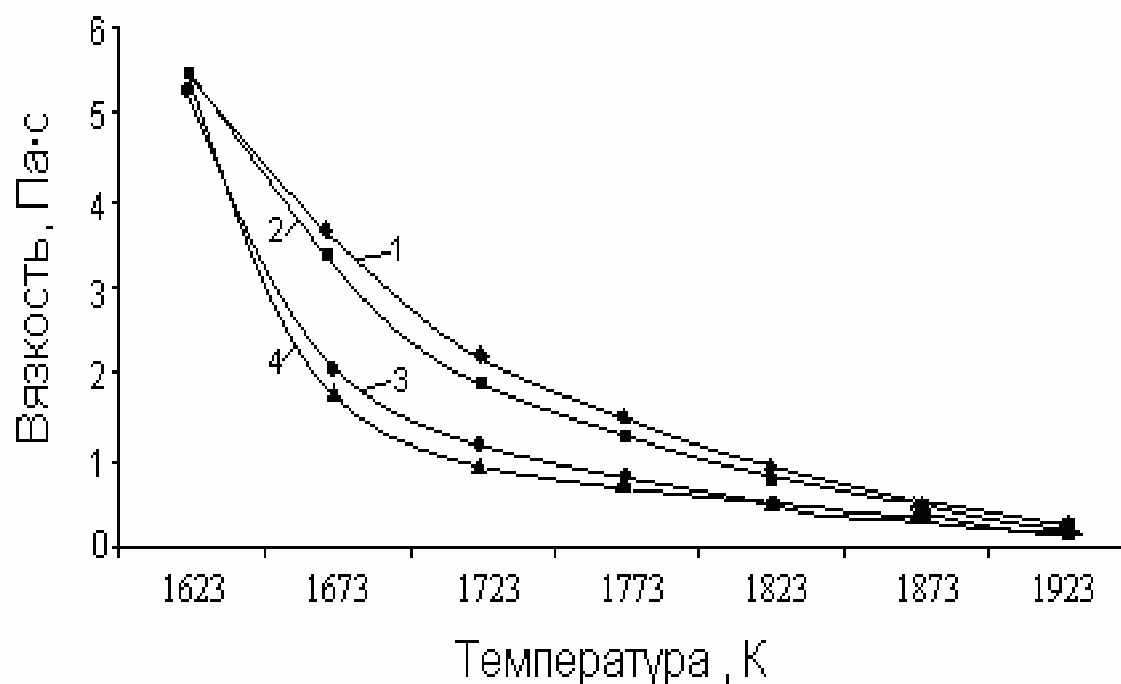
Твердофазное восстановление шихт (с составом, приведенным в таблице 3) проводили в режиме их нагрева до температуры 1523 К и выдержке при этой температуре 3 и 4 ч (опыты № 1 и № 2 соответственно). Плавку полученных спеков проводили с 1- и 2-часовой выдержкой (опыты № 3 и № 4) при температуре 1873–1923 К. Жидкофазное восстановление шихт проводили при температуре 1873–1923 К с 3-, 4- и 5-часовой выдержкой при этой температуре (опыты № 5, 6, 7 соответственно). Степень восстановления оксидов железа в образцах приведена в таблице 4, из которой следует, что высокой степени

восстановления оксиды железа получились в опытах № 4 и № 6 при 15 %-ной добавке ФМ.

Таблица 4 – Степень восстановления оксидов железа при плавке сатпаевского ильменита с добавкой 0, 5, 10, 15, 20% флюсующего материала при разных температурах и времени выдержки

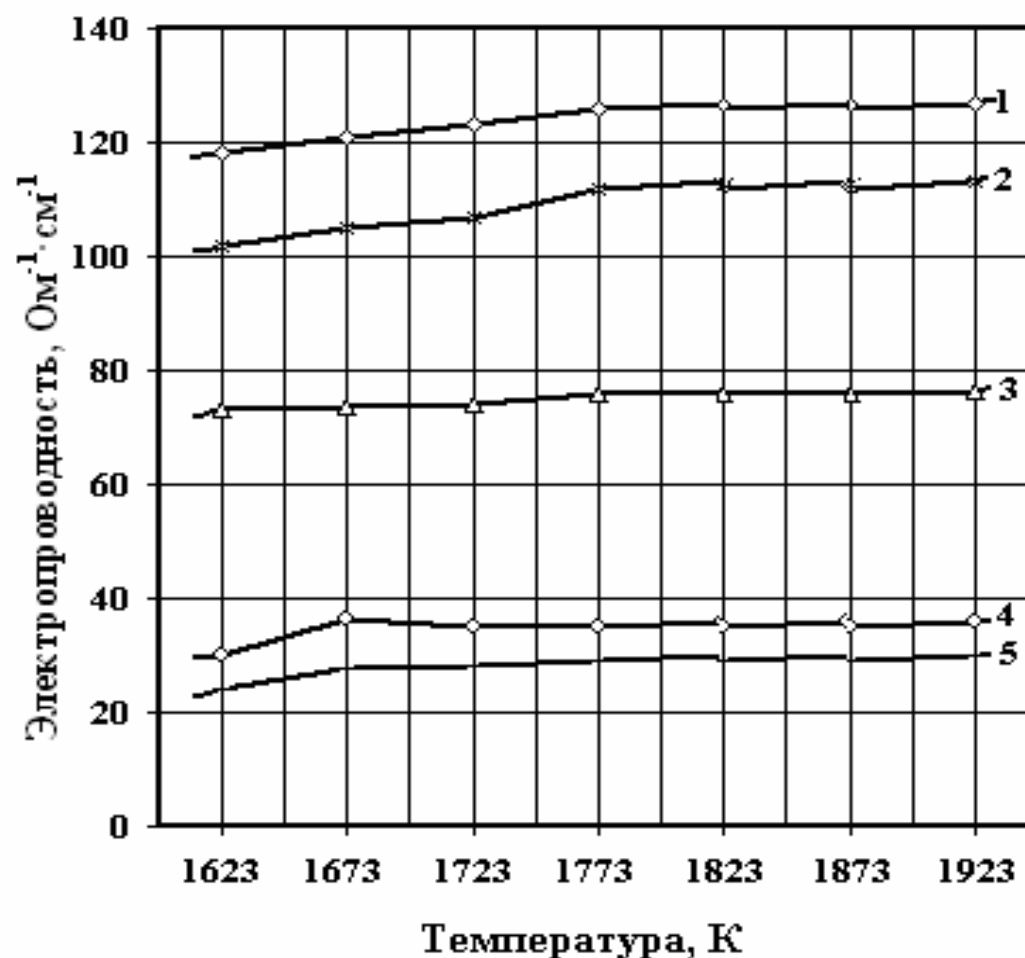
Расход ФМ, %	Степень восстановления железа, %						
	Опыт № 1	Опыт № 2	Опыт № 3	Опыт № 4	Опыт № 5	Опыт № 6	Опыт № 7
0	41,2	48,7	56,0	60,2	63,4	57,1	57,1
5	45,4	53,8	61,3	65,6	68,5	64,7	64,7
10	57,3	64,1	67,0	81,5	79,2	82,2	82,2
15	63,5	76,4	85,8	93,2	87,5	95,1	92,6
20	58,3	61,7	68,4	72,7	70,4	73,1	73,0

Для определения вязкости и электропроводности расплавов при электроплавке шихты (состав см. в таблице 3) нами была использована установка для одновременного измерения указанных свойств, состоящая из вибрационного вискозиметра и прибора для измерения электропроводности расплава методом охлаждения. Полученные зависимости вязкости и электропроводности расплава представлены на рисунках 7 и 8.



1 – 0 % ФМ; 2 – 10 % ФМ ; 3 – 15 % ФМ; 4 – 20 % ФМ.

Рисунок 7 – Зависимость вязкости расплава от температуры



1– 0 % ФМ; 2– 5 % ФМ ; 3– 10 % ФМ; 4– 15 % ФМ; 5– 20 % ФМ.

Рисунок 8 – Зависимость электропроводности расплава от температуры

Результаты проведенных исследований показали, что при добавке в шихту электроплавки осадков шламонакопителей 10 и 15 % от массы сатпаевского концентрата вязкость расплавов при 1923 К составляет 0,5 и 0,55 Па·с соответственно из-за снижения кислотности расплава от 2,1 до 1,7. При этом уменьшается электропроводность расплава в 2–3 раза и создаются условия для более спокойного режима электроплавки.

Результаты опытно-промышленных испытаний восстановительной плавки сатпаевских ильменитовых концентратов с добавкой флюсующих материалов в рудно-термической печи АО «УК ТМК» подтвердили позитивное влияние заданного содержания осадков шламонакопителей на технологические показатели процесса.

На основании проведенных теоретических и технологических исследований предложена усовершенствованная схема переработки сатпаевских ильменитовых концентратов с повышенным содержанием оксидов железа и кремния с применением в качестве комплексного флюсующего материала осадков шламонакопителей АО «УК ТМК» (рисунок 9).

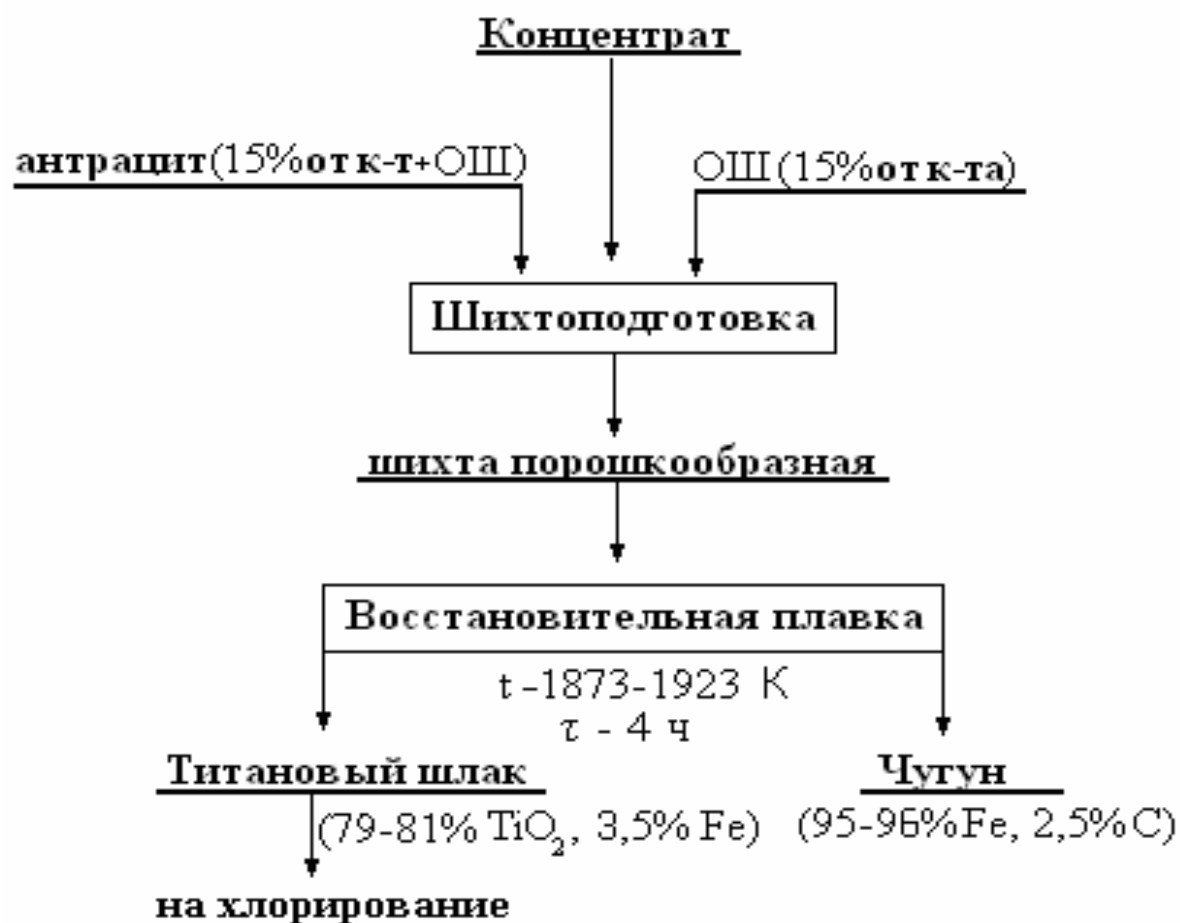


Рисунок 9 – Технологическая схема переработки сатпаевских ильменитовых концентратов с повышенным содержанием оксидов железа и кремния с добавкой флюсующих материалов – осадков шламонакопителей

Заключение

Краткие выводы по результатам диссертационного исследования

1 Анализ состояния способов переработки титансодержащих концентратов показал отсутствие эффективных и экономически целесообразных способов переработки трудновосстановимых и низкосортных сатпаевских ильменитовых концентратов с повышенным содержанием железа и кремния.

2 Теоретически обоснована и экспериментально подтверждена возможность реализации процесса электроплавки сатпаевских ильменитовых концентратов с добавкой комплексных флюсующих материалов в рудно-термической печи.

3 Выполнен расчет изменения энергии Гиббса реакций восстановления оксидов железа и титана из сатпаевского ильменитового концентрата без добавки и с добавкой комплексных флюсующих материалов, состоящих из оксидов и карбонатов кальция и магния, в интервалах температур 973–1473 и 1573–1873 К, охватывающих условия твердо- и жидкофазного восстановления.

4 Выбраны оптимальные условия электроплавки сатпаевских ильменитовых концентратов с повышенным содержанием оксидов железа и кремния с добавкой комплексных флюсующих материалов – осадков

шламонакопителей, содержащих оксиды и карбонаты кальция и магния и являющихся отходами титанового производства.

5 Установлено, что введение 15 %-ной добавки осадков шламонакопителей в шихту электроплавки способствует уменьшению содержания оксидов железа от 6,5–8,0 до 3,5–4,5 мас.% и достижению содержания диоксида титана в конечном продукте – титановом шлаке до 79–81 мас.%.

6 Предложен возможный механизм реакций взаимодействия компонентов сатпаевского ильменитового концентрата и осадков шламонакопителей, объясняющий уменьшение содержания оксидов железа в конечном продукте при электроплавке за счет образования титанатов кальция и магния, предотвращающих образование тугоплавких расплавов.

7 Установлено, что добавка 15 % осадков шламонакопителей в шихту электроплавки способствует при последующем высокотемпературном восстановлении шихты снижению вязкости расплавов до 0,5 Па·с за счет уменьшения кислотности расплава до 1,7, а также снижению электропроводности расплава в 2–3 раза и создает условия для более спокойного режима электроплавки.

8 Усовершенствована технологическая схема процесса получения высокотитанистого шлака из трудновосстановимых и низкосортных сатпаевских ильменитовых концентратов с повышенным содержанием оксидов железа и кремния за счет применения осадков шламонакопителей в качестве комплексной флюсующей добавки.

Оценка полноты решения поставленных задач. В результате проведенных исследований усовершенствована технология флюсовой электроплавки низкосортных и трудновосстановимых сатпаевских ильменитовых концентратов с повышенным содержанием оксидов железа и кремния в РТП, позволяющая расширить сырьевую базу и снизить количество отходов титанового производства благодаря вовлечению в процесс некондиционного сырья и утилизации отходов, а также улучшить технико-экономические показатели технологии электротермической плавки.

Разработка рекомендаций и исходных данных по конкретному использованию результатов. Предложенные в работе технологические разработки могут быть использованы на АО «УК ТМК» и других металлургических заводах, перерабатывающих титановые концентраты.

Оценка технико-экономической эффективности внедрения усовершенствованной технологии электротермической плавки низкосортных и трудновосстановимых сатпаевских ильменитовых концентратов с повышенным содержанием оксидов железа и кремния с добавкой флюсующих материалов – осадков шламонакопителей в РТП в условиях АО «УК ТМК» составит ~26 млн. тенге при условной производительности 50 тыс. тонн титанового шлака в год (снижение транспортных затрат на перевозку и доставку титанового сырьевого импорта, а также на захоронение отходов титанового производства не учтено).

Оценка научного уровня выполненной работы в сравнении с лучшими достижениями в данной области.

Проведенные теоретические и технологические исследования в области поставленных задач обеспечили усовершенствование схемы получения высокотитанистых шлаков при переработке низкосортных и трудновосстановимых сатпаевских концентратов с повышенным содержанием оксидов железа и кремния.

Научная новизна выполненной работы и ее практическая значимость, полученный инновационный патент РК на изобретение, проведенный обзор научно-технической литературы позволяют сделать вывод о том, что работа соответствует современному научно-техническому уровню.

Список опубликованных работ по теме диссертации

1 Бошкаева Л.Т., Худайбергенов Т.Е. Эколого-экономическая оценка осадков шламонакопителей УК ТМК //Труды I международ. научно-практ. конф. «Горное дело в Казахстане». - Алматы, 2001. –Т.2. - С. 551-553.

2 Бошкаева Л.Т., Худайбергенов Т.Е. Термографическое исследование проб осадков шламонакопителей УК ТМК //Вестник КазНТУ. - 2001. - № 2. - С. 35-39.

3 Алыбаев Ж.А., Шаяхметова Р.А., Бошкаева Л.Т. Шламжинақтаушы тұнбаларын іске асыра отырып қазақстан ильмениттерін тотықсыздандырып балқыту //Труды I международ. конф. «Инженерное образование и наука в XXI веке». - Алматы, 2004. - С. 14-17.

4 Бошкаева Л.Т., Худайбергенов Т.Е., Лохова Н.Г. Исследование способов гидрометаллургической переработки осадков шламонакопителей УК ТМК //КИМС. -2004. -№ 5-6. -С. 41-47.

5 Бошкаева Л.Т., Алыбаев Ж.А., Шаяхметова Р.А., Худайбергенов Т.Е. Исследование технологии получения титанового шлака с попутной утилизацией осадков шламонакопителей №№ 1, 2 и 3 АО «УК ТМК» //Труды II международ. научно-практ. конф. «Горное дело в Казахстане». - Алматы, 2006. –Т.2. - С. 120-123.

6 Алыбаев Ж.А., Бошкаева Л.Т., Шаяхметова Р.А. Восстановительная плавка ильменитов Казахстана //Труды II международ. научно-практ. конф. «Горное дело в Казахстане». - Алматы, 2006. –Т.2. - С. 225-227.

7 Алыбаев Ж.А., Бошкаева Л.Т. Некоторые особенности восстановительной плавки сатпаевских ильменитов с использованием флюсующих добавок //Труды международ. научно-практ. конф., посвященной юбилею А.И. Беляева. –М., 2006. -С. 125-128.

8 Патент инновационный № 20560, С22И 34/12. РК. Способ переработки титановых концентратов /Шаяхметова Р.А., Бошкаева Л.Т., Шаяхметов Б.М., Алыбаев Ж.А., Харламов А.С.; опубл. 15.12.2008, Бюл. № 12.

9 Бошкаева Л.Т., Байысбеков Ш.Б. Технология восстановительной плавки сатпаевского ильменитового концентрата на титановый шлак с добавкой осадков шламонакопителей // Труды международ. научно-практ. конф. посвященный 75-летию КазНТУ имени К.И. Сатпаева. - Алматы, 2009. - С. 120-123.

10 Бошкаева Л.Т. Изучение термодинамических характеристик процесса восстановления ильменит-аризонитовых концентратов с добавкой оксидов и карбонатов кальция и магния //Поиск. -2010. -№ 4(2).

11 Бошкаева Л.Т., Алыбаев Ж.А., Даулетбаков Т.С. Изучение кинетических закономерностей процесса восстановления ильменит-аризонитовых концентратов с добавкой оксидов и карбонатов кальция и магния //Поиск. -2010. -№ 4(2).

ТҮЙІНДЕМЕ

Бошқаева Ләйлә Тұрсынқызы

Қазақстанның ильменитті концентраттарын флюстеуші қоспалар қоса отырып электротермиялық балқыту технологиясын жетілдіру

Диссертация жаңа кешенді флюстеуші материалдар қоса отырып сәтбаев ильменитті концентраттарын электробалқыту технологиясын жетілдіруге арналған.

Қойылған міндетті шешу үшін зерттеулер кешені жүргізіліп, сәтбаев ильменитті концентраттарын электробалқыту шихтасына шламжинақтаушылар тұнбасын қоса отырып балқыту технологиясы жетілдіріліп, тәжірибелік-өнеркәсіптік масштабта сыналды.

Зерттеу нысаны – Сәтбаев кен орнының ильменитті концентраттары, «Ө ТМК» АҚ шламжинақтаушылар тұнбасы (№№ 1-3), қатты және сұйық фазалы тотықсыздандыру процестері және сәтбаев ильменитті концентраттарын кешенді флюстеуші материалдар қоса отырып электробалқыту.

Жұмыстың мақсаты – зерттеулер кешенін жүргізу және алынған теориялық алғышарттардың негізінде құрамында темір және кремний тотықтарының мөлшері көп төменгі сортты және қиын балқытын сәтбаев ильменитті концентраттарын кешенді флюстеуші материалдар – шламжинақтаушылар тұнбаларын қоса отырып өңдеу технологиясын жетілдіру. Шламжинақтаушы тұнбалары титан өндірісінің қалдығына жататындықтан бұл технология флюстеуші материалдар ретінде таза сілтілік және сілтілік жер металдарын қолданбай жоғарытитанды шлактар алуға мүмкіндік береді.

Зерттеу әдістері. Жұмыста келесі жаңаша физика-химиялық талдау әдістер қолданылды: минералогиялық, рентгенофазалық, термогравиметриялық, сондай-ақ келесі жабдықтар қолданылды: МИН-8 поляризациялық микроскобы, ДРОН-2 дифрактометр, спектрометр, Q-1000 дериватографы.

Жұмыстың ғылыми жаңалығы. Сәтбаев ильменитті концентраттарын флюстеуші материалдарды кешенді қоса отырып электробалқыту процесі алғаш зерттелініп отыр. Осы ретте келесі жаңа теориялық және тәжірибелік көрсеткіштер алынды:

- кешенді модификациялаушы кальций-магнийқұрамды флюстеуші материалдарды – шламжинақтаушылар тұнбаларын қосу кезінде ильмениттегі титан және темір тотықтарының байланысы бұзылып, титанның төменгі тотықтары мен күрделіқұрамды қатты ерітінділерінің түзілуіне кедергі жасаушы кальций және магний орто- және метатитанаттары түзілетіні теориялық және тәжірибелік дәлелденді;

- төменгісапалы және қиынбалқытын ильменитті концентраттарды кешенді модификациялайтын қоспалар қоса отырып қатты және сұйық фазаларда тотықсыздандыру процестерінің жаңа заңдылықтары тағайындалды,

бұл ретте балқыманың келесі физикалық қасиеттері төмендейді: тұтқырлығы 0,5 Па·с-қа, электрөткізгіштігі $20 \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$ -қа, кристалдану температурасы 1723 К-ға; процестің ұзақтығы 1 с-қа төмендейді және шлақты–металдық фазалардың бөлінуі жақсарады;

- тәжірибелік жолмен сәтбаев ильменитті концентраттарын кешенді модификациялаушы флюстер қоса отырып электробалқытудың жаңа көрсеткіштері алынды: темір тотықтарының металдық фазаға тотықсыздану дәрежесі 96 %-ға өседі; титанды шлақтағы оның қалдық құрамы 3,5–4,5 мас.% құрайды (салыстыру үшін: «Ө ТМК» АҚ-да титанды шлақтағы темір тотықтарының құрамы 6,5–8,0 мас.%);

- кешенді флюстеуші қоспалардың және қатты көміртекті тотықсыздандырғыштың тиімді мөлшерлері анықталды: бұл сәйкесінше 15 % концентрат массасынан және 15-16 % концентрат пен флюстің қосынды массасынан тұрады, көрсетілген жағдайда электр энергиясының меншікті шығыны 1,5-2 %-ға төмендейді.

Жұмыстың тәжірибелік құндылығы. Құрамында темір және кремний тотықтарының мөлшері көп төменгі сапалы және қиынбалқитын сәтбаев ильменитті концентраттарын кешенді флюстеуші қоспалар – «Ө ТМК» № 1–3 шламжинақтаушы тұнбаларын қоса отырып балқыту әдісі өңделді. Бұл өндіріске жарамсыз шикізаттарды тарту арқылы Қазақстандағы титан өндірісінің шикізат базасын кеңейтуге, шламжинақтаушы тұнбалары тәрізді өндірістік қалдықтарды қайтымды материалдар ретінде пайдалана отырып кәсіпорындағы негізгі металдың шығынын қысқартуға және флюстеуші материалдар ретінде таза сілтілік және сілтілік жер металдарын қолданбауға мүмкіндік береді.

Болжамды техника-экономикалық есеп бойынша шартты өнімділік жылына 50 мың тонна титанды шлақ болған жағдайда ~26 млн. теңге құрайды (импортты титанды шикізатқа кететін транспорттық және өндірістік қалдықтарды сақтауға кететін шығындарды есепке алмағанда).

Өңдеменің техникалық жаңалығы және технологиялық шешімдері инновациялық патенттер беру жөніндегі ҚР № 20560, С22И 34/12, 15.12.2008; бюл. № 12 о шешімімен расталған.

RESUME

Boshkaeva Laylya Tursunovna

The improvement of technology the thermal-electric melt of ilmenite concentrates of Kazakhstan with fluxing additives

The dissertation is devoted to improvement the technology of electrosmelting the Satbaev ilmenite concentrates with additive of new complex fluxing materials.

For solution the assigned task there was carried out the research complex, improved and tested in experimental-industrial scale the technology of electrosmelting of low-quality Satbaev ilmenite concentrates with additional charging of sediments of slime-storages in charge of electrosmelting

Objects of research – the ilmenite concentrate of Satbaev deposit, the sediments of slime-storages (No 1-3) “UK TMK” Co., the solid and liquid-phase process of reduction and electrosmelting Satbaev ilmenite concentrate with additive of complex fluxing material.

The work purpose: the holding of research complex and creation on this base the theory preconditions for improvement the technology of processing the low-grade and hard-reducible Satbaev ilmenite concentrates with elevated of iron and silicon oxides with additive of complex fluxing materials of sediments of slime-storages, which is waste products of titan production, which is supplied the receipt of high-titaniferous slag and use exception of clear connections of alkali and alkali-earthmetasls.

Research methods: There were applied the modern physicochemical analysis methods in this work: mineralogical, X-ray phase, thermogravimetric with use of following devices: polarization microscope MIN-8, diffractometer DRON-2, spectometr, derivatograph Q-1000.

Scientific novelty of work: the process of electrosmelting of Satbaev ilmenite concentrate with complex additive of fluxing materials is learned for the first time. In this case there were got following new theory and practical dates:

- thermodynamic and experimentally proved that by additive complex modifying calcium-magnesium comprising fluxing materials of sediments of slime-storages there is the result of connection destruction of iron and titan oxides in titanate of iron and formation of ortho and metatatanates of calcium and magnesium with substitution the iron in titanate that prevents the formation of lower oxide and solid solution of titan;

- there is set up the new conformities of processes of solid and liquid-phase concentrates with elevated content of iron oxides (II,III) and silicon with additive of complex modifying additive, which improve physical property of melts: reduced the viscosity to 0.5 Pas, electroconductivity to 20 ohm $^{-1}$ cm $^{-1}$, the temperature of crystallization tp 1723 K, decreased the process duration on 1 hour. And improved the processes of division the slag and metal phases.

- experimentally obtained new dates of restoration electromelt of Satbaev ilmenite concentrates with additive of complex modifying fluxes, in this case the

degree of restoration of iron oxides in slag is more than 3.5-4.5 mass % (for comparison: on “UK TMK” Co., the content of iron in titanite slag is 6.5-8.0 mass %);

- there is defined optimum quantities of complex fluxing additive and solid carbonaceous reducer (anthracite) by electrosmelting Satbaev ilmenite concentrates, which is 15% from concentrate mass and 15-16% from concentrate mass and flux in accordance, by this the electroenergy consumption is reduced on 1.5-2%.

Practical value of the work. According to reference technical and economic calculation by relative productivity 50 thousand tonne of titanite slag in year the expected economic effect (without taking into account the decrease of transport costs on conveyance and delivery titanite raw import and also costs on waste disposal titanite production) is ~26 millions tenge.

Technical novelty of development and technology solutions is confirmed by innovation patent RK No 20560, C22I 34/12, 15.02.2008; bull. No 12