

УДК 661.631.4

А.М. Игнатова

Пермский национальный исследовательский политехнический университет

**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ СОЕДИНЕНИЙ ФТОРА
НА ВОССТАНОВЛЕНИЕ ЖЕЛЕЗА В ПРОЦЕССЕ ПЛАВКИ
ЖЕЛЕЗОСИЛИКАТНЫХ ШИХТ**

Представлены результаты экспериментальной оценки влияния соединений фтора на восстановление железа при электродуговой восстановительной плавке железосиликатных шихт. Установлено, что процесс протекает с образованием металлического сплава железа, углерода и кремния.

Ключевые слова: ликвация, каменное литье, петругические материалы, кристаллизация, текстура, фтор, доменный шлак, техногенное сырье.

A.M. Ignatova

Perm National Research Polytechnic University

**RESEARCH OF INFLUENCE OF FLUORINE ON THE REDUCED
IRON IN MELTING PROCESS FERRUM-SILICATE RAW**

The article presents the results of experimental evaluation of the impact of fluoride on the reduction of iron in electric smelting reduction ferriferous batches showed that the process is fairly complete with the formation of a metal alloy of iron, carbon and silicon.

Keywords: segregation, stone molding, petrugical materials, crystallization, texture, fluorine, blast furnace slag, technogenic raw materials.

Железосиликатные неорганические соединения природного и техногенного происхождения перспективны прежде всего как сырье для извлечения из железа. В последнее время и силикатная часть, отделенная от железосодержащих компонентов, представляет интерес для производства волокна и некоторых разновидностей синтетических минеральных сплавов [1]. Проблема заключается в поиске наиболее рационального и эффективного способа сепарации железистой и силикатной части, основное требование к которому заключается в обеспечении возможности получения максимально чистых продуктов, поскольку железистое сырье в принципе должно быть отчищено от

примесей, а силикатное сырье с примесями оксидов железа имеет ограниченное применение и непригодно для получения волокна. Одним из наиболее эффективных методов разделения металлической и силикатной части является метод восстановительной электродуговой плавки, реализуемый в рудовосстановительных печах [2, 3].

Для повышения выхода железа и одновременного очищения силикатной части от его оксидов при электродуговой восстановительной плавке используются различные добавки, например Na_2CO_3 и ряд других [4]. Однако исследования авторов в области синтеза синтетических минеральных сплавов (технологии, которая предполагает электродуговую плавку базальтовых и габбро-диабазовых пород) указывает на то, что наиболее эффективно сепарации силикатной и металлической части способствуют соединения фтора [5]. Это объясняется тем, что сродство фтора к железу при высоких температурах выше, чем у кислорода*.

Мы ставили целью экспериментально оценить влияние соединений фтора на восстановление железа при электродуговой восстановительной плавке железосиликатных шихт. Объектом исследования в качестве железосиликатного сырья являлись хвосты мокрой магнитной сепарации титаномагнетитовых руд Качканарского рудного поля.

Минералогический анализ хвостов мокрой магнитной сепарации титаномагнетитовых руд показал, что они представлены пироксенами (42–72 мас. %), плагиоклазами (7–25 мас. %), эпидотом (5–15 мас. %), амфиболом (2–15 мас. %), титаномагнетитом (1–2 мас. %) и оливином (1 мас. %). Химический состав продуктов дробления хвостов, мас. %:

SiO_2	TiO_2	Al_2O_3	FeO	MnO	CaO	MgO	Na_2O	K_2O	P_2O_5	V	S	Cr	As
44,77	0,72	7,94	10,40	0,11	20,12	13,32	1,20	0,07	0,02	0,03	0,02	0,01	0,001

Методами термического анализа были получены характеристики процессов нагревания и охлаждения (таблица).

Характеристика процессов нагревания и охлаждения

Нагревание				Охлаждение	
Начало плавания, °С	Пик плавания, °С	Конец плавания, °С	Энергозатраты, Дж/г	Пик кристаллизации, °С	Энергозатраты, Дж/г
1200	1279,7	1343	-576,2	1150,4	+278,7

* Chyung Kenneth, M. Fenn Philip. Glass-ceramics suitable for ring laser gyros. US Patent 4, 707, 458. Nov. 17, 1987.

В качестве добавки, повышающей количество восстанавливаемого железа и повышающей качество отчистки силикатной части от железа и его оксидов, использовался кремнефтористый калий K_2SiF_6 .

Для того чтобы оценить влияние кремнефтористого калия на восстановление железа при плавлении, была подготовлена шихта: 87 % – отсев после магнитной сепарации Качканарского сырья, 13 % – кремнефтористый калий.

Электродуговая восстановительная плавка осуществлялась на лабораторной установке (рис. 1) [6–8]. Время плавки составило 30 мин на токах 150 А, температура 1100 °С.

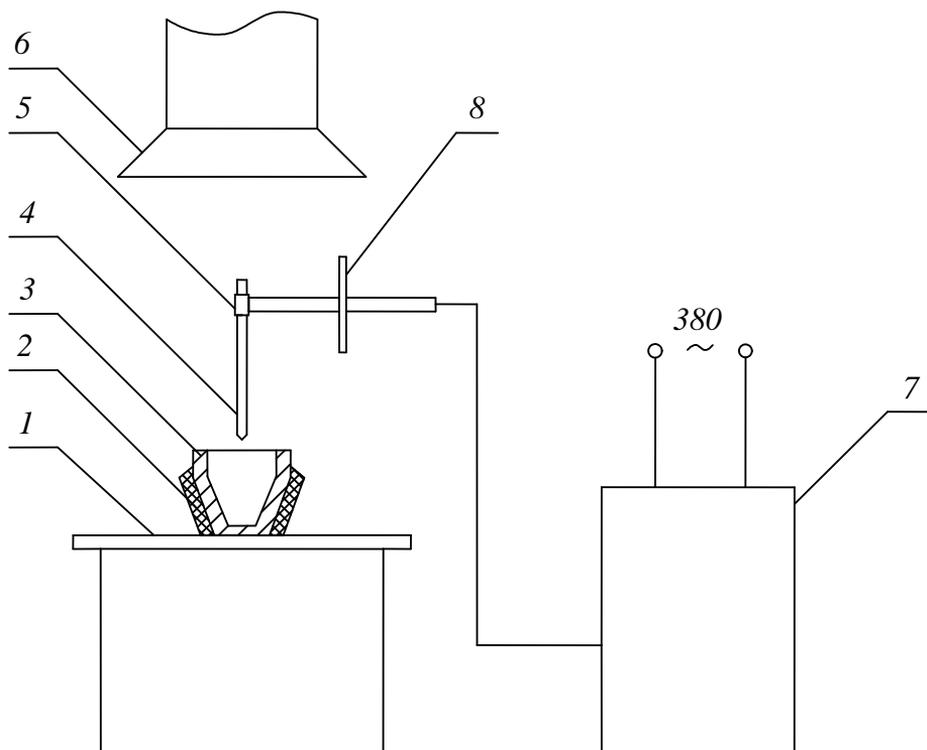


Рис. 1. Лабораторная установка: 1 – сварочный стол; 2 – теплоизоляционный асбестовый кожух тигля; 3 – графитовый тигель; 4 – электрод; 5 – электрододержатель; 6 – вытяжной зонт; 7 – сварочный трансформатор; 8 – защита от теплового излучения

По окончании плавки расплав был залит в ненагретую изложницу, для того чтобы обеспечить необходимую скорость охлаждения и затвердевания полученного образца.

Полученные образцы были переведены в порошковое состояние, в этом состоянии они были исследованы методом сканирующей растровой электронной микроскопии (микроскоп S-3400N), состав отдельных частиц был установлен методом рентгеноспектрального анализа, который был проведен с помощью приставки для микроскопа XFlash®.

Полученные результаты и их обсуждение. После затвердевания в образце визуально обнаруживались сферические включения с характерным металлическим блеском размером 1–2 мм, которые легко отделялись от основной силикатной массы. Часть этих включений была исследована отдельно.

Электронной микроскопией в порошковой пробе удалось обнаружить три вида частиц: чешуйчатые, осколочные и сферические (рис. 2).

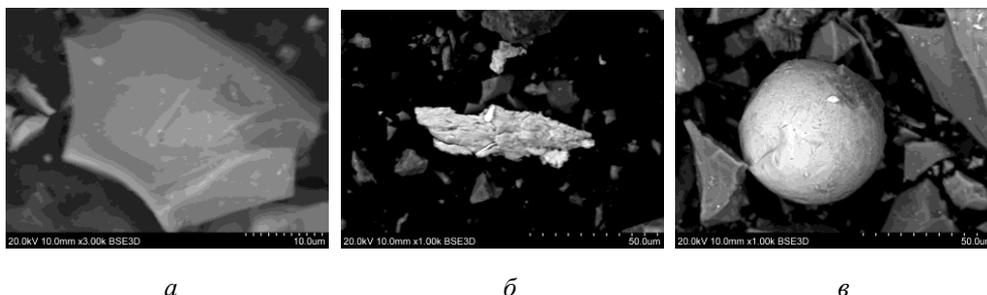


Рис. 2. Частицы образцов железосиликатного сырья после восстановительной электродуговой плавки: *а* – осколочная; *б* – чешуйчатая; *в* – сферическая

Осколочные частицы имели признаки аморфного строения, следы железа в их составе не были обнаружены (см. рис. 2, *а*). Чешуйчатые и сферические частицы (см. рис. 2, *б*, *в*), как показал микрозондовый анализ (см. рис. 3, *а*, *б*), представляли собой кристаллическое вещество с долей содержания железа до 60 %. В состав частиц помимо железа входят углерод и кремний, иногда фиксируется кислород. Углерод и кремний не являются нежелательными компонентами сплава на основе железа, а высокая доля их концентрации может быть снижена, что позволяет рассматривать выявленные частицы как удовлетворительный результат поставленного эксперимента.

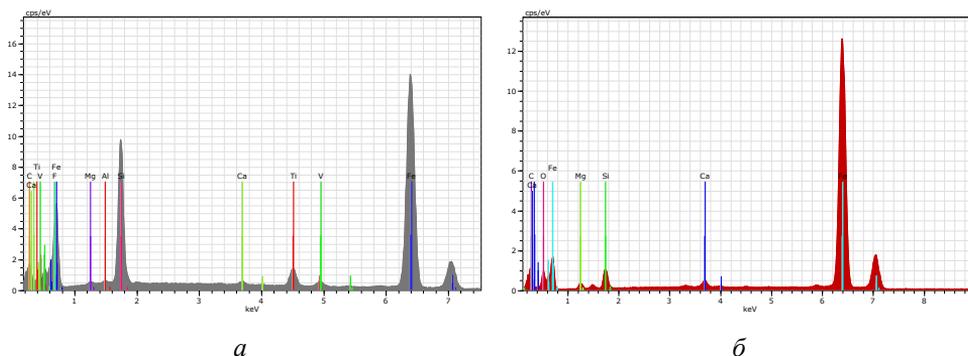


Рис. 3. Спектральный анализ частиц: *а* – чешуйчатой; *б* – сферической

При исследовании механически отделенных сфер (рис. 4) установлено, что они имеют размер 400–900 мкм, слоистое строение. Внешняя оболочка толщиной 50–100 мкм представлена силикатной частью в аморфном состоянии, под оболочкой находится частица металлической части. Очевидно, что оболочка вокруг металлической частицы сформировалась уже в процессе затвердевания за счет смачиваемости. Четкие границы между оболочкой и основной частью указывают на то, что восстановленная металлическая часть не вступает в реакцию с силикатной.

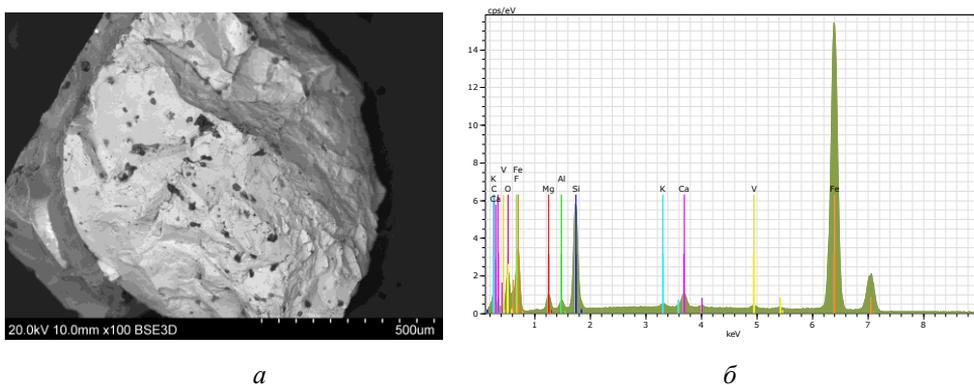


Рис. 4. Сферическое образование в образце железосиликатного сырья после восстановительной электродуговой плавки: *а* – внешний вид; *б* – спектральный анализ

Таким образом, экспериментальная оценка влияния соединений фтора на восстановление железа при электродуговой восстановительной плавке железосиликатных шихт показала, что процесс протекает с образованием металлического сплава железа, углерода и кремния.

Отделяющаяся в процессе плавления металлическая часть не взаимодействует с силикатной, в свою очередь силикатная часть практически полностью отчищается от соединений железа и становится пригодна для использования при производстве волокна и синтетических минеральных сплавов. Использование фтористых соединений для переработки железосиликатного сырья с разделением силикатной и металлической части методом восстановительного электродугового плавления является перспективным и требует подробного исследования.

Список литературы

1. Шелудяков Л.Н., Касьянов Э.А., Маркоренков Ю.А. Комплексная переработка силикатных отходов. – Алма-Ата: Наука, 1985. – 107 с.
2. Игнатова А.М. Окислительно-восстановительные реакции при синтезе силикатных шихт в электродуговых печах // *Фундаментальные исследования*. – 2012. – № 11–3. – С. 604–608.
3. Игнатова А.М. Закономерности формирования и разделения металлической и силикатной фаз расплава при условиях восстановительного плавления техногенного металлургического и нерудного сырья // *Научно-технический вестник Поволжья*. – 2012. – № 5. – С. 188–193.
4. Пат. РФ 2114797. Способ получения пористых стекломатериалов из металлургических шлаков / В.Ф. Павлов, С.Г. Баякин, В.Ф. Шабанов; опубл. 10.07.1998. Бюл. 19. – 9 с.
5. Павлов В.Ф. Физические основы технологии получения новых материалов с заданными свойствами на основе создания системы комплексного использования техногенного и нерудного сырья. – Новосибирск: Изд-во Сиб. отд-я РАН, 2005. – 196 с.
6. Попов В.Л., Антонов Б.Ю., Игнатова А.М. Эволюционное развитие и конструктивно-технологическая характеристика современной промышленной электродуговой печи для плавки петруггического сырья // *Научно-технический вестник Поволжья*. – 2013. – № 1. – С. 240–244.
7. Конструктивно-технологическая характеристика опытно-промышленной малогабаритной дуговой печи для плавки петруггического сырья / А.М. Игнатова, В.Л. Попов, Б.Ю. Антонов, М.Н. Игнатов // *Научно-технический вестник Поволжья*. – 2013. – № 1. – С. 185–189.
8. Проектно-планировочное решение модуля по производству плавленого сварочного флюса из техногенных образований камнели-

тейного производства / А.М. Игнатова, С.В. Наумов, М.М. Каминский, В.Л. Попов, Б.Ю. Антонов, М.Н. Игнатов, О.Ю. Шешуков // Научно-технический вестник Поволжья. – 2013. – № 2. – С. 115–119.

Получено 25.04.2014

Игнатова Анна Михайловна (Пермь, Россия) – кандидат технических наук, старший научный сотрудник Института безопасности труда, производства и человека Пермского национального исследовательского политехнического университета; e-mail: iampstu@gmail.com

Ignatova Anna Mihailovna (Perm, Russian Federation) – Ph.D. in Technical Sciences, Department of Labor Safety, Perm National Research Polytechnic University; e-mail: iampstu@gmail.com