

На правах рукописи

Епишин Артем Юрьевич

**СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ОБЖИГА ЛИСАКОВСКОГО  
ЖЕЛЕЗОРУДНОГО КОНЦЕНТРАТА ВО ВРАЩАЮЩЕЙСЯ ПЕЧИ**

Специальность 05.16.02 – Metallургия черных, цветных и редких металлов

**АВТОРЕФЕРАТ**

Диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Екатеринбург – 2013

Работа выполнена на кафедре «Теплофизика и информатика в металлургии» ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» и в ОАО «ВНИИМТ»

**Научный руководитель:** доктор технических наук, профессор  
Зайнуллин Лик Анварович

**Официальные оппоненты:** Дмитриев Андрей Николаевич  
доктор технических наук, профессор  
Федеральное государственное бюджетное  
учреждение науки Институт металлургии  
Уральского отделения Российской академии наук,  
главный научный сотрудник лаборатории  
пирометаллургии черных металлов

Кобелев Владимир Андреевич  
кандидат технических наук,  
Открытое акционерное общество «Уральский  
институт металлов» (ОАО «УИМ»),  
исполнительный директор НИЦ подготовки сырья  
и рудотермических процессов

**Ведущая организация:** Открытое акционерное общество «Научно-исследовательский и проектный институт обогащения и механической обработки полезных ископаемых «УРАЛМЕХАНОБР» (ОАО «УРАЛМЕХАНОБР»)

Защита диссертации состоится **«27» сентября 2013** года в 16.00 часов на заседании диссертационного совета Д 212.285.05 на базе Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н.Ельцина» по адресу: 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, Главный учебный корпус, ауд. I (зал Ученого совета).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина».

Автореферат разослан «\_\_» \_\_\_\_\_ 2013 г.

Ученый секретарь диссертационного совета,  
доктор технических наук,  
профессор

Карелов  
Станислав Викторович

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность работы.** В промышленных масштабах железорудные концентраты должны соответствовать необходимым требованиям по содержанию железа и количеству примесей. Многочисленные исследования ученых и специалистов в области дефосфорации бурожелезняковых руд на стадии подготовки к металлургическому переделу, в том числе Лисаковского месторождения в Казахстане, не имеют рационального решения. Процедура удаления фосфора в сталеплавильном производстве является экономически затратной. Наиболее близко к решению проблемы обезфосфоривания лисаковского гравитационно-магнитного концентрата подошли специалисты ЗАО «Механобринжиниринг» (г. Санкт-Петербург). Они предложили технологию, которая включает окислительный обжиг концентрата при температуре 800 – 1000 °С и последующее выщелачивание фосфора водным раствором серной кислоты. Одной из основных операций в процессе дефосфорации является высокотемпературная обработка материала, от которой зависит степень извлечения фосфора из концентрата при выщелачивании. Фосфор после обжига становится свободным и легко реагирует с серной кислотой, а железо в основном не растворяется и остается в твердой фазе.

В связи с этим актуальным становится определение оптимальных параметров высокотемпературного окислительного обжига материала и установление механизма термического воздействия на фосфорсодержащий компонент.

**Целью диссертационной работы является** совершенствование технологии высокотемпературного окислительного обжига лисаковского железорудного концентрата во вращающейся печи перед стадией сернокислотного выщелачивания с обеспечением остаточного содержания фосфора в выщелоченном концентрате не более 0,2 %.

Для достижения цели настоящего исследования следует обеспечить решение следующих **задач**:

1. Разработка методики и оборудования для проведения лабораторного эксперимента при различных условиях обжига лисаковского железорудного концентрата и сернокислотного выщелачивания фосфора.

2. Изучение поведения частиц лисаковского железорудного концентрата под влиянием высоких температур.

3. Исследование поведения фосфорсодержащего компонента в условиях высокотемпературной обработки концентрата.

4. Выбор оптимальных параметров обжига концентрата перед сернокислотным выщелачиванием.

5. Определение оптимальных параметров сернокислотной обработки прокаленного концентрата для достоверной оценки качества предварительного обжига.

6. Внедрение технологии обжига лисаковского железорудного концентрата в промышленные условия на базе результатов лабораторных экспериментов.

**Методы исследования.** Исследования выполнены в лабораторном масштабе и подтверждены опытно-промышленными испытаниями. При обработке данных эксперимента использован расчетно-теоретический анализ.

Исследование поведения фосфорсодержащего компонента в лисаковском железорудном концентрате при нагревании образца проводили термогравиметрическим методом. Для изучения влияния высоких температур на частицы концентрата использовали микроскопический анализ. Содержание фосфора в железорудном концентрате определяли по ГОСТ 23581.19 – 91.

#### **Научная новизна результатов работы:**

1. Впервые установлено, что фосфор в лисаковском железорудном концентрате находится в виде гидратного фосфорсодержащего компонента, который разлагается при высоких температурах (730 – 1000 °С). Удаление гидратной влаги при разложении фосфорсодержащего компонента происходит ступенчато: при соответствующей температуре выделяется ее определенная доля.

2. Впервые установлено время разложения гидратного фосфорсодержащего компонента для температур обжига концентрата 800, 850, 900, 950 и 1000 °С, уточнены данные о поведении частиц лисаковского железорудного концентрата после прокаливания при различных температурах. На основании этих данных определена энергия активации процесса.

3. Впервые определен оптимальный режим обжига лисаковского железорудного концентрата (температура, длительность выдержки), обеспечивающий получение остаточного содержания фосфора в выщелоченном концентрате не более 0,2 %.

4. Для оценки качества высокотемпературной обработки концентрата установлены параметры сернокислотного выщелачивания фосфора: длительность процесса, концентрация серной кислоты в водном растворе, соотношение твердого вещества и жидкой фазы в пульпе, температура пульпы.

#### **Практическая значимость работы:**

Разработаны и внедрены практические рекомендации по реализации оптимального режима обжига лисаковского железорудного концентрата во вращающейся печи.

**Личный вклад автора** заключается в постановке целей и задач исследования, разработке методов исследования, планировании и выполнении эксперимента, обработке и анализе экспериментальных данных.

#### **На защиту выносятся:**

1. Результаты экспериментальных исследований обжига лисаковского железорудного концентрата в стационарном и пересыпающемся слое при различных режимах высокотемпературной обработки материала;

2. Результаты термогравиметрического анализа и лабораторной оценки процесса выщелачивания фосфора слабым водным раствором серной кислоты из обожженного концентрата;

3. Рекомендации по обжигу и охлаждению мелкозернистых материалов на установке «Вращающаяся печь – барабанный охладитель» и результаты опытно-промышленных испытаний.

**Апробация работы.** Основные положения диссертационной работы доложены и обсуждены на следующих конференциях: 16-й уральской международной конференции молодых ученых по приоритетным направлениям развития науки и техники. Екатеринбург, 2009; 10-й всероссийской научно-практической конференции студентов, аспирантов и специалистов. Магнитогорск, 2009; 8-м конгрессе обогатителей стран СНГ. Москва, 2011; всероссийской научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «ТИМ'2012» и «ТИМ'2013» с международным участием. Екатеринбург, 2012, 2013 гг.

**Публикации.** По результатам работы опубликовано 8 научных работ, в том числе 3 статьи в рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК.

**Структура и объем диссертации.** Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и двух приложений, изложена на 137 страницах машинописного текста и содержит 26 таблиц, 42 рисунка и список использованной литературы, содержащий 94 наименования.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** обоснована актуальность темы диссертации, сформулированы цели и задачи работы, указана ее научная новизна и практическая значимость.

**В первой главе** рассмотрены существующие способы обесфосфоривания железных руд на стадии подготовки к металлургическому переделу.

Специалистами ЗАО «Механобринжиниринг» (Беликов В.В, Огородов В.Б, Ядрышников А.О, Михайловина Н.А, Чоп С.В) разработан наиболее перспективный способ очистки железорудных концентратов от примесей фосфора, включающий обжиг материала при температурах 800 – 1000 °С, его охлаждение и выщелачивание минеральной кислотой. На предприятии ТОО «ОРКЕН» (г. Лисаковск, Казахстан) в 2001 году данная технология была испытана в опытном масштабе, при этом рекомендуемая температура окислительного обжига концентрата 900 °С перед выщелачиванием фосфора была установлена эмпирическим путем без попыток охарактеризовать механизм термического воздействия на фосфорсодержащий компонент.

Подготовка железорудных концентратов к металлургическому переделу путем улучшения их качества за счет удаления примесей фосфора является с экономической точки зрения выгодной процедурой, так как двойной переплав в сталеплавильном процессе – дорогостоящий процесс.

Между тем, не определены оптимальные параметры предварительного окислительного обжига концентрата (температура, длительность выдержки) для наиболее полного извлечения фосфора в процессе сернокислотного выщелачивания.

Для характеристики поведения фосфорсодержащего компонента в процессе высокотемпературной обработки лисаковского железорудного концентрата обоснован и выбран термометрический метод исследования.

Для реализации прокаливания лисаковского гравитационно-магнитного концентрата в промышленных условиях рассмотрены типовые установки обжига сыпучих материалов. Установлено, что наиболее подходящим агрегатом для высокотемпературной обработки концентрата (крупностью не более 1 мм) выступает вращающаяся трубчатая печь, так как она способна работать при больших производительностях и обеспечивает достаточно высокое качество готового продукта. После окислительного обжига лисаковского железорудного концентрата требуется его охлаждение перед процедурой сернокислотного выщелачивания. В промышленных масштабах при высокой производительности по обожженному концентрату – до 10 000 т/сут, целесообразно применять барабанный охладитель.

**Во второй главе** приведена характеристика исходного лисаковского гравитационно-магнитного концентрата, разработана методика проведения научного эксперимента для различных условий обжига концентрата и сернокислотного выщелачивания фосфора с описанием лабораторного

оборудования, приведены результаты исследований обжига лисаковского железорудного концентрата в лабораторных условиях.

Исходный состав лисаковского гравитационно-магнитного концентрата представлен в таблице 1.

Таблица 1

Химический состав исходного концентрата

Содержание, %							
Fe <sub>общ.</sub>	FeO	SiO <sub>2</sub>	CaO	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	P	S
49,0	0,36	10,8	0,28	0,31	4,6	0,79	0,018

Гранулометрический состав лисаковского гравитационно-магнитного концентрата представлен в таблице 2.

Таблица 2

Гранулометрический состав исходного концентрата

<b>Крупность, мм</b>	+1,0	-1,0+0,6	-0,6+0,3	-0,3+0,15	-0,15+0,074	-0,074
<b>Содержание, %</b>	0,1	5,1	68,3	25,5	1,0	0,0

Лабораторные исследования обжига лисаковского железорудного концентрата выполнялись на экспериментальной базе ОАО «ВНИИМТ» с использованием трех теплотехнических установок: муфельная электрическая печь, типовая шахтная лабораторная печь сопротивления и лабораторная вращающаяся трубчатая печь. Лабораторные печи различной конструкции и назначения позволяют проводить высокотемпературный обжиг концентрата в условиях стационарного и пересыпающегося слоя, с продувкой через слой материала газообразной среды и без продувки, а также дают возможность поиска оптимального температурного режима высокотемпературной обработки материала перед сернокислотным выщелачиванием фосфора.

Работа по выщелачиванию предварительно обожженного концентрата для оценки качества обжига проводилась в химической лаборатории ОАО «ВНИИМТ» с использованием лабораторной верхнеприводной мешалки для перемешивания пульпы, состоящей из слабого водного раствора серной кислоты и обожженного лисаковского железорудного концентрата. Выщелачивание фосфора слабым водным раствором серной кислоты из предварительно обожженного концентрата позволяет определить качество высокотемпературной обработки материала. При этом важно в лабораторных условиях установить оптимальные параметры проведения процедуры сернокислотного выщелачивания фосфора из прокаленного материала для достоверной оценки предварительного обжига.

Лабораторные исследования на экспериментальной базе центра коллективного пользования «УНИКУМ» Уральского Федерального Университета проводились термометрическим методом на приборе NETZSCH STA 449 C Jupiter. Исследование технологии обжига лисаковского железорудного концентрата термометрическим методом перед стадией сернокислотного выщелачивания фосфора позволило установить характер поведения фосфорсодержащего компонента в процессе высокотемпературной обработки материала.

Экспериментальные исследования показали, что в лисаковском концентрате содержится значительное количество гидратной влаги (до 12 %). Большая часть влаги находится в виде гидратов железа и разлагается при умеренной температуре 320 – 350 °С (низкотемпературная гидратная влага). Другая часть связана с фосфорсодержащим компонентом, разлагающимся при повышенной температуре. При этом в процессе окислительного обжига происходит образование свободного оксида фосфора. Уменьшить содержание фосфора в прокаленном материале можно за счет выполнения процедуры выщелачивания слабым водным раствором серной кислоты, так как фосфор после обжига, находясь в свободном виде, легко реагирует с серной кислотой.

При помощи оптической микроскопии получена характеристика частиц лисаковского железорудного концентрата после обжига при различных температурах. Важным внешним признаком, характерным для высоких температур прокаливания лисаковского концентрата является трещинообразование, приводящее во многих случаях к расколу оолитов на мелкие части.

При 400 °С на частицах концентрата трещины не образуются, а поверхностный слой имеет пористую структуру, что вызвано выделением большого количества низкотемпературной гидратной влаги. При увеличении температуры обжига материала происходит уплотнение частиц и повышение их прочностных характеристик.

При 800 °С на частицах образуются мелкие неглубокие трещины, которые с дальнейшим повышением температуры становятся более крупными. Образование трещин обусловлено выделением высокотемпературной гидратной влаги из частиц в процессе разложения гидратного фосфорсодержащего компонента. Уплотненная поверхность разрушается под давлением водяных паров.

Сравнение частиц обожженного концентрата в стационарном слое лабораторной печи и на промышленной установке «Вращающаяся печь – барабанный охладитель» (г. Лисаковск, Казахстан) не выявила существенных различий между частицами по внешним признакам.

Термогравиметрический анализ лисаковского гравитационно-магнитного концентрата по заданному режиму нагрева образца (рисунок 1) позволил определить кинетику разложения фосфорсодержащего компонента. В качестве образца использовали фракцию лисаковского гравитационно-магнитного концентрата массой около 5 г, имеющего округлую форму, крупностью 0,160 –



0,315 мм. Нагрев пробы производили по следующему режиму: от комнатной температуры до 700 °С со скоростью 50 °/мин, далее следовала выдержка до постоянного веса, после чего с такой же скоростью увеличивали температуру до 800 °С с выдержкой 30 минут и затем ступенчато через 50 °С до температуры 1000 °С с выдержками по 30 минут на каждой температурной ступени. Внешняя и низкотемпературная гидратная влага, а также органические примеси удалялись в ходе нагрева пробы до 700 °С.

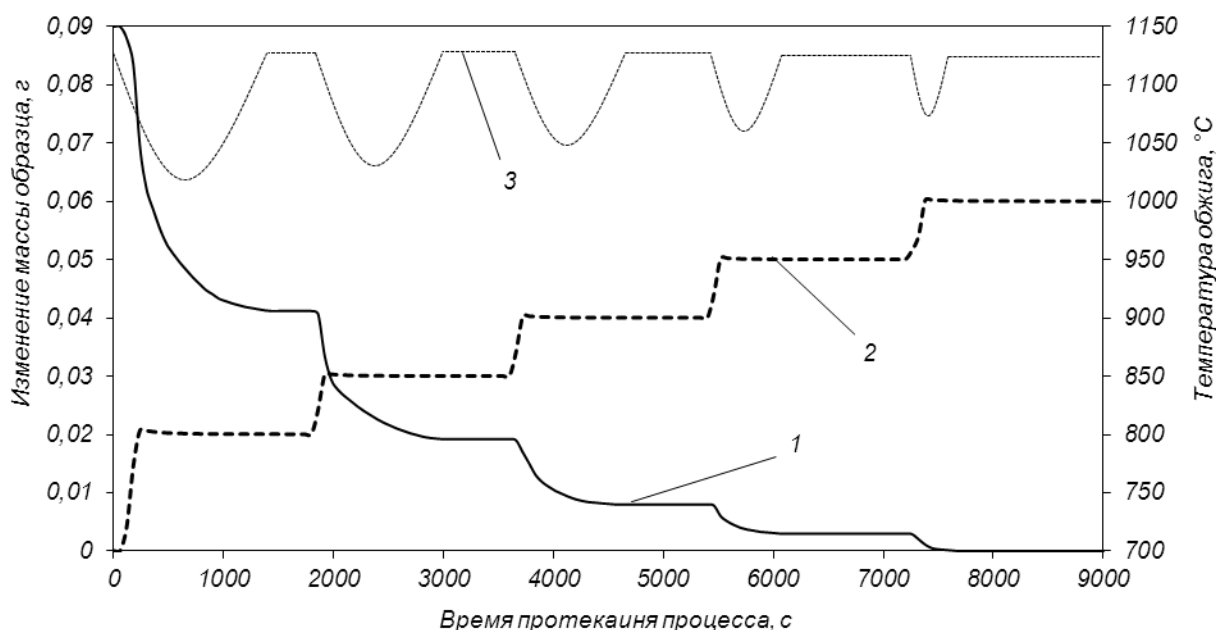


Рис. 1. Данные термического анализа лисаковского концентрата:  
1 – изменение массы образца, 2 – режим нагрева образца, 3 – кривая тепловых эффектов

Как видно из рисунка 1 выделение высокотемпературной гидратной влаги из лисаковского концентрата происходит ступенчато: при каждой температуре выделяется определенная доля гидратной влаги. Если за 100 % принять суммарную массу высокотемпературной гидратной влаги, выделившейся в диапазоне температур 800 – 1000 °С, то доля такой гидратной влаги, удаленной при разных температурах, составляет, %: 54,5 – при 800 °С, 24,4 – при 850 °С, 12,2 при 900 °С, 5,6 – при 950 °С и 3,3 – при 1000 °С.

Более половины от общей высокотемпературной гидратной влаги выделяется при 800 °С. С увеличением температуры доля выделившейся гидратной влаги на каждой температурной ступени резко уменьшается и при 1000 °С составляет всего 3,3 %. Если полученные данные проэкстраполировать в область температур выше 1000 °С, то последняя порция высокотемпературной гидратной влаги будет удалена при 1050 – 1100 °С. Однако, в этой области температур уже начинает проявляться процесс спекания

лисаковского концентрата, что не позволяет проводить прямые измерения при таких повышенных температурах.

На рисунке 2 представлены кривые изменения скорости высокотемпературной дегидратации лисаковского концентрата во времени при различных температурах. С увеличением температуры величина максимальной скорости процесса уменьшается. Такой характер зависимости объясняется некоторым замедлением диффузии водяных паров при дегидратации через слой уже дегидратированного материала, который при увеличении температуры претерпевает твердофазное уплотнение. Частично диффузия водяных паров через слой дегидратированного материала облегчается при образовании трещин в этом слое, которые появляются на частицах концентрата при высоких температурах.

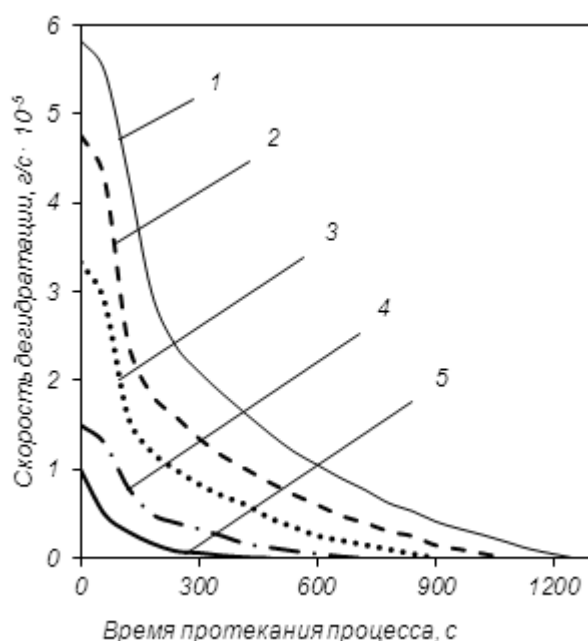


Рис. 2. Зависимость скорости высокотемпературной дегидратации лисаковского концентрата от времени протекания процесса при различных температурах:  
1 – 800 °C, 2 – 850 °C, 3 – 900 °C, 4 – 950 °C, 5 – 1000 °C

Для каждой температурной ступени рассчитали изменение степени высокотемпературной дегидратации во времени (доли единиц) как отношение массы удаленной гидратной влаги от начала температурной стадии до текущего времени процесса к общей массе выделившейся гидратной влаги на данной температурной ступени.

Определение времени окончания дегидратации методом взвешивания массы был затруднен вследствие достижения предела точности электронных весов. Поэтому длительность высокотемпературной дегидратации на различных температурных стадиях была определена следующим способом.

Известно, что процессы дегидратации подчиняются закономерностям гетерогенных реакций, в которых образование реакционной зоны протекает очень быстро по сравнению со скоростью химической реакции и не лимитирует последнюю. Для таких реакций скорость процесса монотонно уменьшается во времени, что и видно на рисунке 2. Поэтому кинетика дегидратации твердых сферических частиц лисаковского концентрата подчиняется закону:

$$1 - (1 - \alpha)^{1/3} = K_i \tau, \quad (1)$$

где  $\alpha$  – степень высокотемпературной дегидратации, доли единицы;

$\tau$  – время протекания процесса дегидратации, с;

$K_i$  – константа скорости высокотемпературной дегидратации,  $\text{с}^{-1}$  (в расчете на 1 г исходного материала).

На рисунке 3 представлена зависимость величины  $A = 1 - (1 - \alpha)^{1/3}$  от времени протекания процесса высокотемпературной дегидратации  $\tau$  при различных температурах.

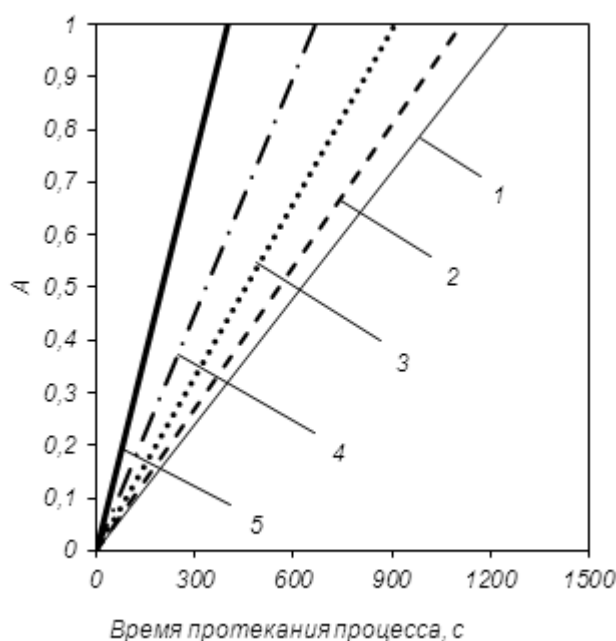


Рис. 3. Зависимость величины  $A = 1 - (1 - \alpha)^{1/3}$  от времени протекания процесса высокотемпературной дегидратации при различных температурах:  
 1 – 800 °C, 2 – 850 °C, 3 – 900 °C, 4 – 950 °C, 5 – 1000 °C

Экстраполируя эти линейные зависимости до величины  $A = 1,0$  (при  $\alpha = 1,0$ ), определили значения длительности ( $\tau_i$ , с) дегидратации при разных температурах. С увеличением температуры от 800 до 1000 °C время протекания процесса высокотемпературной дегидратации на каждой температурной ступени уменьшается от 1250 до 420 с. Указанные времена для каждой

температуры коррелируют с окончанием проявления эндотермических эффектов, зарегистрированных калориметрической системой прибора.

В сводной таблице 3 приведены результаты исследования кинетики высокотемпературной дегидратации лисаковского железорудного концентрата.

Таблица 3

Результаты исследования кинетики высокотемпературной дегидратации лисаковского железорудного концентрата

Температура обжига концентрата, °С	800	850	900	950	1000
Количество выделившейся высокотемпературной гидратной влаги, %	54,5	24,4	12,2	5,6	3,3
Максимальная скорость высокотемпературной дегидратации, г/с · 10 <sup>-5</sup>	5,8	4,8	3,3	1,5	1,0
Длительность высокотемпературной дегидратации, с	1250	1110	910	670	420
Константа скорости высокотемпературной дегидратации, умноженная на 10 <sup>-5</sup> , К <sub>i</sub>	2,5	1,5	1,1	0,9	0,8

Как видно из этой таблицы константа скорости высокотемпературной дегидратации К<sub>i</sub>, значения которой рассчитаны по линейным зависимостям рисунка 3, увеличивается с возрастанием температуры обжига и подчиняется закону Аррениуса:

$$K_i = K_0 \exp(-E/RT), \quad (2)$$

где К<sub>0</sub> – предэкспоненциальный коэффициент;

Е – энергия активации, Дж/моль;

R – газовая постоянная, 8,314 Дж/(К · моль);

T – абсолютная температура, К.

Эта зависимость в полулогарифмических координатах изображена на рисунке 4 и имеет линейный вид.

Из уравнения прямой, представленной на рисунке 4, рассчитали энергию активации процесса высокотемпературной дегидратации Е = 143,7 кДж/моль и коэффициент К<sub>0</sub> = 1,3.

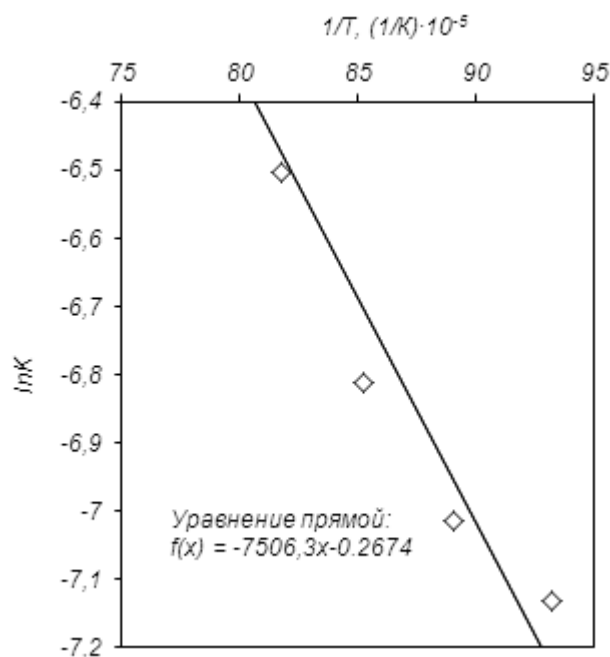


Рис. 4. Зависимость величины логарифма константы скорости дегидратации от обратного значения температуры концентрата

Потери массы при прокаливании лисаковского железорудного концентрата (*ПМПП*, %) – величина, которая определяет степень разложения гидратного фосфорсодержащего компонента. При этом величина остаточных *ПМПП* показывает то количество высокотемпературной гидратной влаги, которое не удалось из концентрата при заданной температуре. Для ее определения в лабораторных условиях провели ряд опытов с использованием муфельной печи «Накал» ПЛ – 14/10. На рисунке 5 показаны зависимости величин остаточных *ПМПП* от времени прокаливания концентрата при различных температурах.

Данные зависимости четко отражают характер разложения высокотемпературной гидратной влаги. При температурах прокаливания 800, 850, 900 °С значения остаточных *ПМПП* превышают 0,25 %, а для выхода на постоянную величину требуется продолжительность обжига 30 – 40 минут. При температуре прокаливания концентрата 950 °С величина остаточных *ПМПП* достигает минимального значения 0,15 % уже за 20 минут обжига.

Также в лабораторных условиях с использованием лабораторной шахтной печи было установлено наличие гидратной влаги, которая выделяется при высокотемпературном обжиге лисаковского гравитационно-магнитного концентрата, что свидетельствует о разложении именно гидратированного фосфорсодержащего компонента. Влагопоглощающий компонент силикагель в процессе опыта сорбировал влагу в количестве 2,2 % от общей массы материала при температуре более 700 °С.

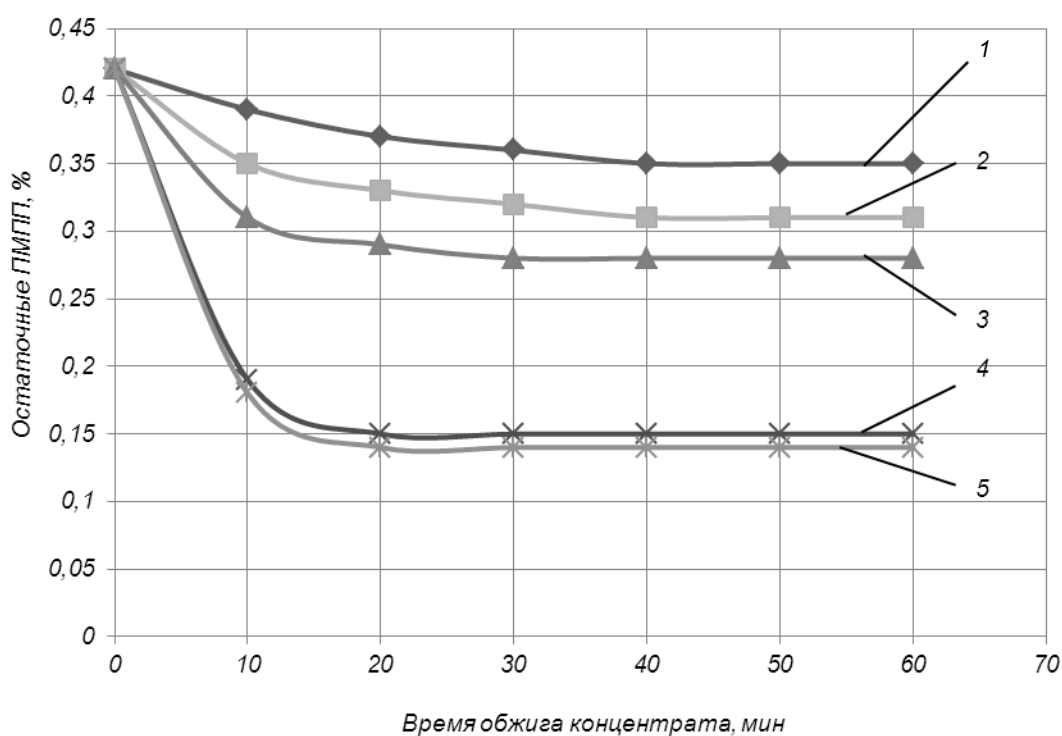


Рис. 5. Зависимость величины остаточных ПМПП от времени обжига при различных температурах:  
 1 – 800 °С, 2 – 850 °С, 3 – 900 °С, 4 – 950 °С, 5 – 1000 °С

В третьей главе представлены результаты исследования по выщелачиванию фосфора из обожженного лисаковского железорудного концентрата в лабораторных условиях. В первой серии опытов предварительный обжиг железорудного концентрата проводили в лабораторной муфельной печи при температурах с различной длительностью выдержки при заданной температуре (800, 850, 900, 950, 1000, 1050, 1100 °С). Затем охлажденный обожженный концентрат подвергали процедуре выщелачивания слабым водным раствором серной кислоты при условиях, используемых для оценки качества обжига материала в промышленном масштабе (массовой концентрацией 5 % при соотношении твердого материала к жидкой фазе Т:Ж = 1:1). Пульпу активно перемешивали в течение 120 минут при комнатной температуре. При этом через заданные промежутки времени (10, 30, 60, 90, 120 минут) отбирали пробу на анализ фосфора.

При температуре 800 °С даже для длительности обжига 240 минут остаточное содержание фосфора в концентрате остается достаточно большим, а увеличение времени выщелачивания от 30 до 120 минут снижает величину остаточного фосфора лишь с 0,58 до 0,51 %.

Серно кислотная обработка железорудного концентрата водным раствором в течение 30, 60, 90 и 120 минут после предварительного окислительного обжига материала при 850 °С и выдержке 60 минут дает практически

одинаковые результаты по остаточному содержанию фосфора: 0,30, 0,34, 0,35 и 0,33 % соответственно. Дальнейшее увеличение длительности прокаливания до 120 минут не улучшает показатели дефосфорации вне зависимости от времени выщелачивания.

При температуре обжига концентрата 900 °С результаты по остаточному содержанию фосфора располагаются в диапазоне 0,20 – 0,25 %. Варьируя длительность окислительного обжига и сернокислотного выщелачивания, не удалось получить остаточное содержание фосфора в выщелоченном концентрате ниже 0,2 %.

Процесс обжига концентрата, таким образом, играет основную роль в технологической цепочке «прокаливание – выщелачивание». По мере увеличения температуры от 800 до 900 °С гидратный фосфорсодержащий компонент разлагается и все больше фосфора удаляется при сернокислотном выщелачивании. Но и температуры 900 °С не достаточно для наиболее полного его разложения. Таким образом, при 900 °С увеличение длительности, как обжига, так и выщелачивания, не улучшает показателей по остаточному содержанию фосфора в концентрате после технологической обработки.

Наилучший результат по остаточному содержанию фосфора (0,11 %) для температуры обжига концентрата 950 °С достигнут при выдержке материала в печи в течение 240 минут и длительности выщелачивания 120 минут. При этом можно сократить время обжига до 20 минут и получить при этом 0,126 % фосфора в концентрате.

При температурах обжига 1000 и 1050 °С остаточный фосфор в концентрате после проведения процедуры сернокислотного выщелачивания в течение часа составляет порядка 0,11 %. Но при таких высоких температурах начинается процесс спекания частиц концентрата, что в промышленных условиях обжига неприемлемо, так как ведет к аварийному режиму работы обжиговой печи. С дальнейшим повышением температуры прокаливания до 1100 °С и выдержке 60 минут остаточное содержание фосфора повышается до 0,24 % при длительности выщелачивания 60 минут. Такой результат обусловлен значительным уплотнением частиц лисаковского железорудного концентрата, что препятствует проникновению раствора серной кислоты вглубь частиц и ухудшает степень дефосфорации материала.

Сравнительный анализ окислительного обжига лисаковского концентрата в стационарном слое муфельной лабораторной печи и пересыпающемся слое лабораторной вращающейся печи показал, что в области температур 900 °С и выше практически нет существенных различий по остаточному содержанию фосфора в выщелоченном концентрате. Так, например, прокаливание концентрата при температуре 950 °С с выдержкой 60 минут во вращающейся лабораторной печи и последующее выщелачивание водным раствором серной кислоты в течение 60 минут позволяет получить остаточное содержание фосфора 0,17 %, а при обжиге в муфельной печи при тех же условиях – 0,126 %.

В процессе исследований установлено, что оптимальными параметрами для успешного обесфосфоривания лисаковского гравитационно-магнитного концентрата являются: предварительный высокотемпературный окислительный обжиг материала при температуре 950 °С и выдержке не менее 20 минут. Для оценки качества высокотемпературной обработки концентрата необходимо выполнять процедуру выщелачивания длительностью 60 минут при концентрации серной кислоты в водном растворе 5 % массовых, соотношении твердого материала к жидкому Т:Ж = 1:1 и температуре пульпы не менее 25 °С. Для надежности проведения эксперимента также необходимо при выщелачивании обеспечивать активное перемешивание пульпы.

В **четвертой главе** представлена конструкция и принцип работы промышленной установки «Вращающаяся печь – барабанный охладитель» (ТОО «ОРКЕН», г. Лисаковск, Казахстан), предназначенной для обжига и охлаждения лисаковского гравитационно-магнитного концентрата перед процедурой сернокислотного выщелачивания фосфора.

Выполнены расчеты основных параметров работы существующей промышленной обжиговой вращающейся печи (ТОО «ОРКЕН», г. Лисаковск) для производительностей по обожженному концентрату 50, 57, 64 и 80 т/ч: расход природного газа на отопление печи и время пребывания материала по технологическим зонам.

Проведенные пуско-наладочные работы показали, что технология обжига концентрата с высоким содержанием фосфора во вращающейся печи реализуема и обеспечивает последующее сернокислотное выщелачивание фосфора до требуемых показателей по содержанию фосфора (менее 0,2 %).

Обжиг лисаковского гравитационно-магнитного концентрата во вращающейся печи был опробован в процессе пуско-наладочных работ при производительностях 50, 57 и 64 т/ч по обожженному концентрату. При производительности вращающейся печи по обожженному концентрату 57 т/ч удалось получить остаточное содержание фосфора 0,15 – 0,16 % после лабораторного выщелачивания пробы прокаленного материала (температура концентрата на выходе из печи 915 – 922 °С). Величина остаточных ПМПП в обожженном концентрате составила при этом 0,05 – 0,08 %.

В процессе эксплуатации установки обеспечивалось надежное охлаждение лисаковского гравитационно-магнитного концентрата в барабанном охладителе с тройной системой охлаждения (воздухом, наружным поливом корпуса водой и внутренним испарительным охлаждением) до необходимой технологической температуры – 80 °С.



## ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

1. Впервые установлено, что фосфор в лисаковском концентрате находится в виде гидратного фосфорсодержащего компонента, разложение которого происходит ступенчато при температурах более 730 °С.

2. Впервые показано, что образование трещин на частицах концентрата в процессе разложения гидратного фосфорсодержащего компонента объясняется выделением высокотемпературной гидратной влаги, что приводит к растрескиванию уплотненной поверхности частиц под давлением водяных паров вплоть до разрушения.

3. Впервые определена кинетика высокотемпературного разложения гидратного фосфорсодержащего компонента и по полученным данным рассчитана энергия активации высокотемпературной дегидратации лисаковского железорудного концентрата, равная 143,7 кДж/моль.

4. Впервые установлены оптимальные параметры высокотемпературного окислительного обжига лисаковского концентрата для получения в нем остаточного фосфора не более 0,2 %: температура окислительного обжига материала 950 °С и выдержка не менее 20 минут. Возможно снижение температуры прокаливания до величины 920 °С, при этом длительность выдержки увеличивается до 25 – 30 минут.

5. Определены и экспериментально обоснованы параметры сернокислотного выщелачивания фосфора для достоверной оценки качества высокотемпературной обработки концентрата: длительность процесса выщелачивания 30 – 60 минут, концентрация серной кислоты в водном растворе не менее 5 % (масс.), соотношении твердого материала к жидкому Т:Ж = 1:1 (масс.), температуры пульпы не ниже 25 °С при условии активного перемешивания пульпы.

6. Определены и использованы в ходе пуско-наладочных работ основные параметры работы существующей промышленной обжиговой вращающейся печи (ТОО «ОРКЕН», г. Лисаковск), такие как расход природного газа на отопление печи и время пребывания материала по технологическим зонам для производительностей по обожженному концентрату 50, 57, 64 и 80 т/ч.

7. В ходе промышленных испытаний при производительности вращающейся печи по обожженному концентрату 57 т/ч (температура концентрата на выходе из печи 915 – 922 °С) получено остаточное содержание фосфора в выщелоченном концентрате по результатам лабораторных тестов – 0,15 – 0,16 %.

## ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Основное содержание работы отражено в следующих печатных работах:

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах и изданиях, определенных ВАК:

1. Карелин В.Г., Артов Д.А., Калюжин С.Л., Епишин А.Ю., Найденов В.А. Промышленная установка для обжига и охлаждения лисаковского концентрата // Известия Вузов. Черная Metallургия. № 12, 2009. С.65-67.

2. Карелин В.Г., Зайнуллин Л.А., Артов Д.А., Епишин А.Ю., Найденов В.А. Охлаждение обожженного мелкозернистого лисаковского концентрата во вращающемся барабане // Сталь. № 3, 2010. С.6-7.

3. Епишин А.Ю., Карелин В.Г., Зайнуллин Л.А. Поведение фосфорсодержащего компонента при высокотемпературном обжиге лисаковского железорудного концентрата // Известия Вузов. Черная Metallургия. № 12, 2012. С. 59 - 60.

Другие публикации:

4. Епишин А.Ю., Зайнуллин Л.А. Совершенствование промышленной установки «Вращающаяся печь – барабанный охладитель» для обжига лисаковского железорудного концентрата // Материалы Восьмой Международной конференции молодых ученых по приоритетным направлениям развития науки и техники. Екатеринбург: УГТУ–УПИ, 2009. С. 70-72.

5. Епишин А.Ю., Зайнуллин Л.А., Карелин В.Г. Исследование обжига лисаковского железорудного концентрата для определения температуры разложения гидратного фосфорсодержащего минерала // Материалы Десятой Всероссийской научно-практической конференции студентов, аспирантов и специалистов. Магнитогорск, 2009. С.144-147.

6. Епишин А.Ю., Зайнуллин Л.А., Карелин В.Г. О дефосфорации бурого железняка методом выщелачивания с предварительным обжигом // Сборник материалов Восьмого конгресса обогатителей стран СНГ. Москва, 2011. С.83-86.

7. Епишин А.Ю., Карелин В.Г., Зайнуллин Л.А. Влияние параметров сернокислотного выщелачивания на качество обесфосфоривания лисаковского железорудного концентрата // Сборник докладов I Всероссийской научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых (ТИМ'2012) с международным участием. Екатеринбург, 2012. С.50-53.

8. Епишин А.Ю., Карелин В.Г., Зайнуллин Л.А. Изменение структуры частиц лисаковского железорудного концентрата под влиянием высоких температур // Сборник докладов II Всероссийской научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых учёных (ТИМ'2013) с международным участием. Екатеринбург, 2013. С.54-58.

## **БЛАГОДАРНОСТИ**

Автор выражает благодарность за поддержку и ценные замечания научному руководителю, проф. д.т.н. Зайнуллину Л.А., действительному члену Академии инженерных наук РФ, проф. д.т.н. Ярошенко Ю.Г. и научному консультанту, к.т.н. Карелину В.Г.

Автор благодарит сотрудников ОАО «ВНИИМТ» и кафедры «Теплофизика и информатика в металлургии» Уральского Федерального Университета им. первого Президента России Б.Н.Ельцина за ценные замечания и помощь в подготовке диссертации.

Подписано в печать .2013  
Бумага 80 г/м<sup>2</sup>  
Уч.-изд. л.1,02

Цифровая печать  
Тираж 100 экз.

Формат 60x84 1/16  
Усл. печ. л. 1,39  
Заказ №

Отпечатано в учебной лаборатории  
полиграфических машин кафедры ДМ УрФУ  
620002, Екатеринбург, ул. Мира, 19, ауд. И-120.  
Тел.:(343) 375-41-43