



Внуков А. А.,
Головачев А. Н.,
Белая А. В.

ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ПЕРЕРАБОТКИ ПРОКАТНОЙ ОКАЛИНЫ НА МОРФОЛОГИЮ ЧАСТИЦ ВОССТАНОВЛЕННОГО ЖЕЛЕЗНОГО ПОРОШКА

Рассмотрены предпосылки использования прокатной окалины в качестве сырьевого материала для производства железного порошка. Исследовано влияние свойств прокатной окалины и режимов восстановления на морфологию частиц железного порошка, предназначенного для получения спеченных изделий различного функционального назначения. Результаты исследований могут быть использованы при разработке эффективной ресурсосберегающей технологии переработки отходов прокатного производства.

Ключевые слова: переработка отходов, прокатная окалина, железный порошок, морфология частиц, спеченные порошковые материалы.

1. Введение

В основных направлениях экономического и социального развития Украины подчеркивается необходимость повышения эффективности использования материальных ресурсов и снижения материалоемкости продукции.

Для решения поставленных задач важно дальнейшее изучение основ структурообразования, создание на базе последних достижений науки и техники новых эффективных материалов из вторичных продуктов и сырья, энергосберегающих технологий и конструкций с высокими теплотехническими характеристиками.

В Украине ежегодно образуется около 1 млрд. т техногенных отходов, из которых только 10–15 % используются как вторичные ресурсы, а остальные поступают в различные хранилища. К ним относятся железно- и углеродсодержащие отходы черной металлургии и машиностроения, главными из которых являются различные виды прокатной окалины (чешуйчатые частицы различной толщины, состоящие, в основном, из окислов железа).

2. Объект исследований и его технологический аудит

Объектом данного исследования является процесс получения восстановленных железных порошков из отходов прокатного производства с заданным комплексом физических и технологических свойств. Такие порошковые материалы применяются для создания спеченных порошковых изделий различного назначения с высоким уровнем эксплуатационных характеристик.

В Украине промышленное производство железного порошка восстановлением было осуществлено на Броварском заводе порошковой металлургии (БЗПМ) и Днепровском алюминиевом заводе (ДАЗ). При этом каждая из используемых технологических схем имеет свои конструктивные и технологические особенности, достоинства и недостатки, анализ и правильная оценка которых необходимы для создания новых более совершенных технологических схем.

На БЗПМ восстановителями служили конвертированный природный газ и сажа. Основным недостатком этой технологии является то, что каменноугольный пек, добавляемый в качестве связующего при брикетировании шихты, является высокотоксичным веществом, а продукты его сгорания оказывают разрушающее действие на кладку печей.

На ДАЗе железный порошок производили восстановлением окалины за счет твердого углерода (древесный уголь, каменноугольный пек), входящего в состав шихты и конвертированного природного газа, подаваемого в печь. Основным недостатком пека является его токсичность, а продукты его сгорания загрязняют окружающую среду.

В связи с этим основным направлением совершенствования существующих технологических схем является применение газового восстановления. Кроме того, значительный интерес представляет вопрос о степени количественного влияния параметров подготовки шихты и процесса восстановления, а также совместного действия различных факторов на комплекс технологических и физико-химических свойств железных порошков, что ранее учитывалось не всегда. Однако для регулирования свойств порошка железа и эффективного управления процессами его синтеза с требуемыми и прогнозируемыми свойствами необходимо понимать механизмы совместного влияния основных параметров процесса.

3. Цель и задачи исследования

Целью исследований является получение восстановленного порошка железа с максимальным уровнем физических и технологических характеристик.

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

1. Изучить совместное влияние режимов размола прокатной окалины, а также температуры и времени восстановления на морфологию частиц восстановленного железного порошка.
2. Провести сравнительный анализ среднего размера и формы частиц исследуемых восстановленных железных

порошков, и выбрать режимы синтеза, позволяющие наиболее эффективно влиять на их технологические свойства.

4. Анализ литературных данных

Восстановление оксидов железа — один из методов получения железных порошков, который может быть как самостоятельным технологическим процессом (когда сырьем является окалина, руда, концентрат, пек), так и завершающей частью технологического процесса при производстве порошков из распыленного сырья, полученного в результате дробления расплавов сталей водой или сжатым воздухом с образованием в процессе распыления того или иного количества оксидов в частицах порошка [1, 2].

Восстановление оксидов железа в окалине производится твердыми или газообразными восстановителями. В качестве твердого восстановителя используются сажа, сажистый углерод, древесный уголь, каменноугольный пек, термоштыб или порошок графит. В качестве газообразных восстановительных сред применяют окись углерода, водород, их комбинации, а также различные промышленные среды, содержащие смесь этих газов, в том числе конвертированный природный газ, диссоциированный аммиак, доменные, эндо- и экзогазы [3–6].

Основными недостатками действующих технологий, влияющими на качество и себестоимость продукции, являются [1, 2, 7, 8]:

- неполнота восстановления и вторичное окисление восстановленного губчатого железа в период его охлаждения, в связи с чем, необходима энергоемкая операция самообезуглероживающего отжига;
- большие потери тепла на нагрев вагонеток, капсулей и восстановительной смеси;
- низкий коэффициент использования восстановителя, так как он, помимо своего основного назначения, играет также роль защитного слоя и загружается в капсули с большим избытком, поэтому углерод, содержащийся в восстановителе, полезно используется только на 20 %, а остальное выбрасывается вместе с отработанной восстановительной смесью;
- большая длительность восстановительного процесса в капсулях, объясняемая сравнительно низкой теплопроводностью капсулей и отсутствием тесного контакта твердого восстановителя с окалиной;
- низкая стойкость и большой расход капсулей.

В связи с этим, перспективными являются исследования, посвященные поиску путей усовершенствования технологических процессов производства железных восстановленных порошков с применением газовых восстановителей, и оптимизации технологии синтеза с использованием средств математической статистики [3–5, 9].

5. Материалы и методы исследования

Экспериментальные исследования проводили в соответствии с планом полного факторного эксперимента (ПФЭ) 2^3 , а также с использованием корреляционно-регрессионного анализа.

Фазовый состав исходного сырья и готового продукта определяли с применением установки ДРОН-2. Химический состав материалов определяли с применением метода масс-спектропии. Морфологию частиц окалины и железного порошка определяли с применением средств растровой электронной микроскопии.

Для синтеза восстановленного порошка железа использовали окалину трубного прокатного цеха № 4 ОАО «Интерпайп-НТЗ». Фазовый и химический состав использованной прокатной окалины представлены на рис. 1 и в табл. 1.

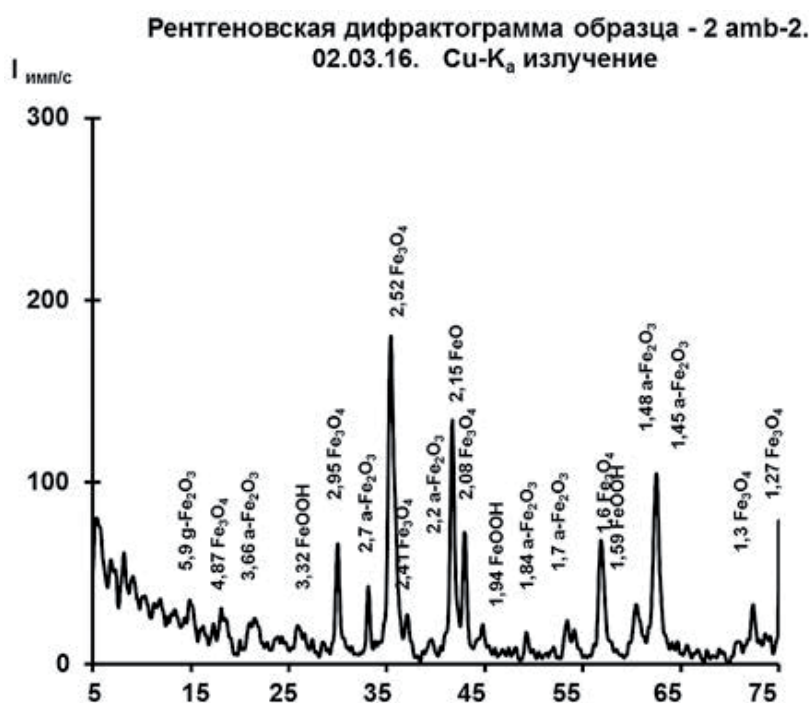


Рис. 1. Дифрактограмма прокатной окалины

Таблица 1

Химический состав прокатной окалины

Содержание компонентов, мас. %								
Fe _{общ.}	Fe ₂ O ₃	FeO	SiO ₂	MnO	S	P	C	O ₂
72,5	37,15	59,65	0,45	0,51	0,02	0,05	0,31	22,35

Окалину отжигали для удаления жировых загрязнений и подвергали размолу в планетарной мельнице при скоростях вращения барабана 100–300 об./мин. Морфология частиц прокатной окалины, полученной при различных скоростях размолу, приведена на рис. 2.

Изучали совместное влияние на средний размер частиц ($d_{ср}$, мкм) порошка железа следующих технологических факторов его синтеза: скорость вращения барабана мельницы при размолу окалины (v , об/мин), температура восстановления (t , °C) и время восстановления (τ , час).

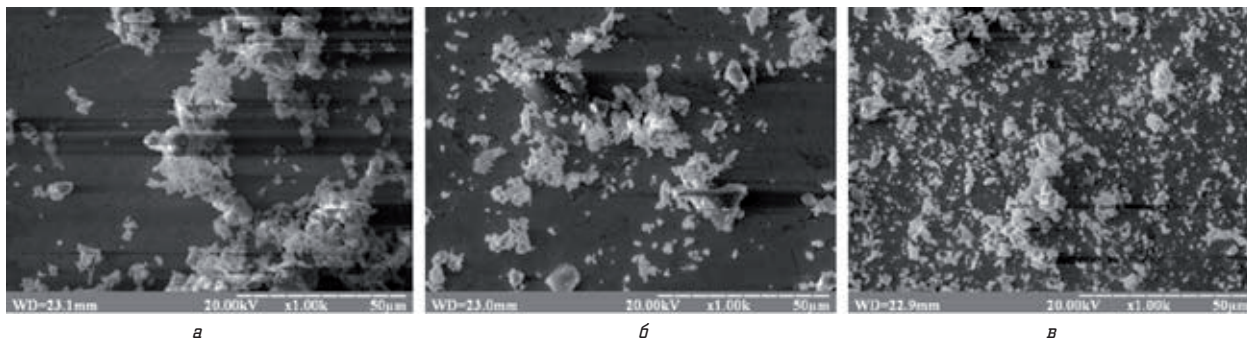


Рис. 2. Морфология частиц прокатной окалины, полученной при различных скоростях размола: а — 100 об/мин; б — 200 об/мин; в — 300 об/мин

Уровни факторов, матрица плана эксперимента и результаты его реализации в первой серии опытов представлены в табл. 2, 3.

Таблица 2

Уровни факторов

Интервал варьирования и уровень факторов	Скорость вращения барабана, v , об/мин	Температура восстановления, t , °C	Время восстановления, τ , час
Кодовое обозначение	X_1	X_2	X_3
Нулевой уровень $X_i = 0$	200	1000	1,5
Интервал варьирования ΔX_i	100	100	0,5
Нижний уровень $X_i = -1$	100	900	1,0
Верхний уровень $X_i = +1$	300	1100	2,0

Таблица 3

План и результаты эксперимента

№	Факторы			Функция отклика
	v , об/мин	t , °C	τ , час	d_{cp} , мкм
1	300	1100	2	35
2	100	1100	2	57
3	300	900	2	38
4	100	900	2	65
5	300	1100	1	42
6	100	1100	1	72
7	300	900	1	45
8	100	900	1	80

Размолотую окалину восстанавливали в водороде при температурах 900–1100 °C в течение 1–2 часов. Охлажденную восстановленную железную губку измельчали в планетарной мельнице в течение 2 часов при скорости вращения барабана 200 об/мин. После чего изучали морфологию полученных частиц железного порошка.

При размолу на скоростях выше 200 об/мин из-за высоких контактных температур частицы порошковых материалов на железной основе начинают припекаться друг к другу и, как следствие, коалесцироваться. В результате уровень технологических и физических характеристик таких порошковых материалов резко падает [10].

6. Результаты исследований

По результатам экспериментальных исследований синтезирована регрессионная модель, адекватно описывающая изучаемые зависимости:

$$d_{cp} = 89,278 - 0,106 \cdot v - 0,005 \cdot t - 5,953 \cdot \tau - 0,016 \cdot v \cdot \tau, \text{ мкм.}$$

Из рассмотренных факторов процесса получения железного порошка наиболее значительное влияние на исследуемую функцию отклика имеют скорость размола прокатной окалины и время восстановления. Это подтверждают как математические расчеты, так и результаты экспериментальных исследований морфологии частиц железного порошка при помощи средств ретроэлектронной микроскопии. На рис. 3, 4 приведены микрофотографии частиц исследованных железных порошковых материалов.

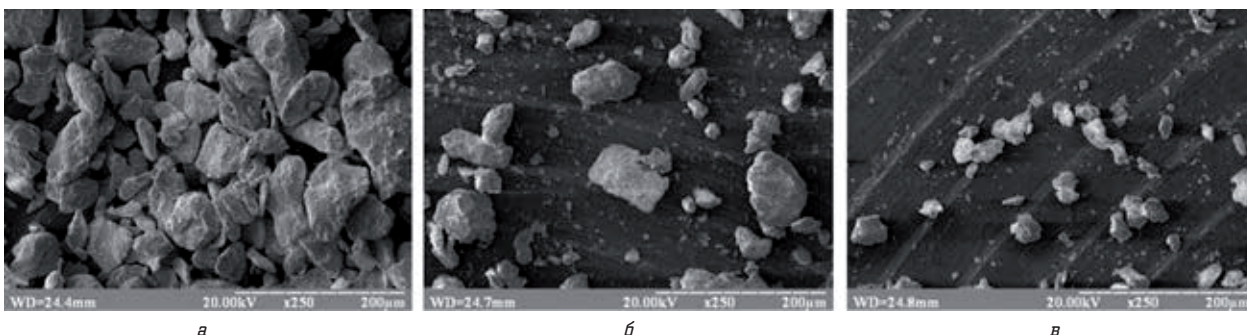


Рис. 3. Морфология частиц железного порошка, синтезированного при различных скоростях размола окалины: а — 100 об/мин; б — 200 об/мин; в — 300 об/мин ($t = 1000$ °C, $\tau = 1,5$ часа)

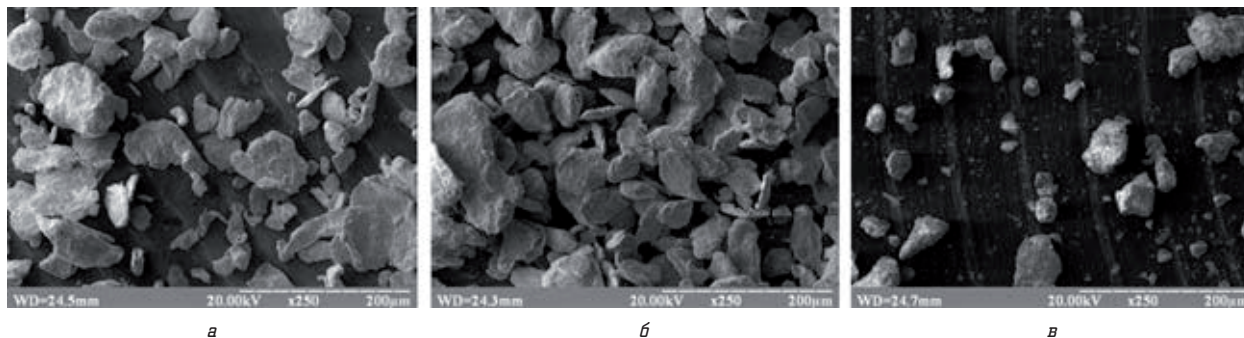


Рис. 4. Морфология частиц железного порошка, синтезированного при различном времени восстановления окалины: *а* — 1 час; *б* — 1,5 часа; *в* — 2 часа ($t = 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, $v = 200\text{ об/мин}$)

Повышение скорости размола и времени изотермической выдержки при восстановлении приводит к уменьшению среднего размера частиц железного порошка (рис. 3, *в* и рис. 4, *в*). Кроме того, по данным микроскопического анализа установлено, что повышение уровня данных факторов в пределах заданных интервалов варьирования приводит к более узкому распределению частиц порошка железа по размеру. Установлено наличие незначительного синергетического эффекта совместного влияния на размер частиц железа скорости размола окалины и времени восстановления. При одновременном увеличении этих параметров наблюдается определенное снижение среднего размера частиц железного порошка.

Влияние температуры восстановления в заданных интервалах варьирования на функцию отклика менее значительно. Размер частиц окалины после размола позволяет производить полное ее восстановление при температурах до $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$. Повышение температуры восстановления до $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ способствует припеканию частиц железа друг к другу и затрудняет процесс размола. Это приводит к увеличению среднего размера частиц.

После размола железной губки в планетарной мельнице большинство частиц имеют осколочную форму со сглаженными краями (рис. 3, 4). Это должно благоприятно сказываться на технологических свойствах порошка железа.

7. SWOT-анализ результатов исследований

Исследования проведены с использованием эффективных методик и средств диагностики свойств порошковых материалов, в частности, средств растровой электронной микроскопии и рентгенофазового анализа. Обоснованно выбраны на основании ранее проведенных исследований режимы механической обработки прокатной окалины и восстановленного губчатого железа, а также интервалы варьирования параметров процесса восстановления.

Не исследовано влияние на свойства порошковых материалов некоторых основных режимов размола, а именно соотношения масс тел размола и размалываемого материала, а также времени размола. Водород, как восстановитель, является достаточно эффективной, но дорогостоящей газовой средой. Целесообразно рассмотреть использование других, более дешевых газовой восстановителей для рассмотренного процесса. Однако это может быть предметом последующих исследований.

Проведенные исследования могут быть полезны для специалистов в области порошковой металлургии и материаловедения при выборе оптимальных технологических

приемов переработки отходов прокатного производства для получения порошков железа различного функционального назначения с целью обеспечения максимального уровня их технологических и физических характеристик. Результаты исследований можно применить на предприятиях, которые специализируются на производстве спеченных порошковых материалов и изделий.

Проведенные исследования являются продолжением ранее проведенных работ (кафедра покрытий, композиционных материалов и защиты металлов Национальной металлургической академии Украины) по разработке эффективной ресурсосберегающей технологии переработки отходов прокатного производства.

Планируется продолжение данной работы с целью изучения возможности применения рассмотренных режимов переработки прокатной окалины для получения высококачественных железных порошковых материалов различного функционального назначения.

8. Выводы

1. Наиболее значительное влияние на средний размер порошка железа имеют скорость размола прокатной окалины и время восстановления. Установлено наличие незначительного синергетического эффекта совместного влияния на размер частиц железа скорости размола окалины и времени восстановления. Повышение уровня данных факторов в пределах заданных интервалов варьирования приводит к более узкому распределению частиц порошка железа по размеру.

2. Влияние температуры восстановления в заданных интервалах варьирования, на средний размер частиц порошка железа незначительно. Полученные данные позволяют сделать вывод о возможности применения при заданных условиях невысоких температур восстановления (до $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$).

Получена математическая модель, применение которой позволит целенаправленно регулировать параметры переработки прокатной окалины и синтезировать порошки восстановленного железа с регулируемыми структурными, физическими и функциональными свойствами.

Литература

- Акименко, В. Б. Железные порошки. Технология, структура, свойства, экономика [Текст] / В. Б. Акименко, В. Я. Буланов, В. В. Рукин. — М.: Наука, 1982. — 246 с.
- Греченко, В. Е. Свойства железных порошков производства Сулинского металлургического завода [Текст] / В. Е. Греченко, А. Ф. Чумаков, Н. А. Рославцев // Порошковая металлургия. — 1992. — № 2. — С. 101–106.

3. Pineau, A. Kinetics of reduction of iron oxides by H₂ [Text] / A. Pineau, N. Kanari, I. Gaballah // *Thermochimica Acta*. — 2006. — Vol. 447, № 1. — P. 89–100. doi:10.1016/j.tca.2005.10.004
4. Pineau, A. Kinetics of reduction of iron oxides by H₂ [Text] / A. Pineau, N. Kanari, I. Gaballah // *Thermochimica Acta*. — 2007. — Vol. 456, № 2. — P. 75–88. doi:10.1016/j.tca.2007.01.014
5. El-Geasy, A. A. Influence of Original Structure on the Kinetics and Mechanisms of Carbon Monoxide Reduction of Hematite Compacts [Text] / A. A. El-Geasy, M. I. Nasr // *ISI International*. — 1990. — Vol. 30, № 6. — P. 417–425. doi:10.2355/isijinternational.30.417
6. Aslanoglu, Z. Direct reduction of mechanically activated specular iron oxide [Text] / Z. Aslanoglu // *Mineral Processing and Extractive Metallurgy*. — 2005. — Vol. 114, № 4. — P. 240–244. doi:10.1179/037195505x81051
7. Mechachti, S. Preparation of iron Powders by Reduction of Rolling Mill Scale [Text] / S. Mechachti, O. Benchiheb, S. Serrai, M. Shalabi // *International Journal of Scientific & Engineering Research*. — 2013. — Vol. 4, № 5. — P. 1467–1472.
8. Martin, M. I. Obtainment of Sponge Iron by Reduction of a Steelmaking By-Product [Text] / M. I. Martin, F. A. Lopez, M. E. Rabanal, J. M. Torralba // 1st Spanish National Conference on Advances in Materials Recycling and Eco-Energy, Madrid, 12–13 November 2009. — Madrid, 2009. — P. 107–110.
9. Mondal, K. Reduction of iron oxide in carbon monoxide atmosphere-reaction controlled kinetics [Text] / K. Mondal, H. Lorethova, E. Hippo, T. Wiltowski, S. B. Lalvani // *Fuel Processing Technology*. — 2004. — Vol. 86, № 1. — P. 33–47. doi:10.1016/j.fuproc.2003.12.009
10. Внуков, А. А. Особенности применения процесса механического легирования для получения порошковых шихтовых материалов на основе системы Fe-Cu-C [Текст] / А. А. Внуков // *Технологический аудит и резервы производства*. — 2015. — № 6/1 (26). — С. 9–12. doi:10.15587/2312-8372.2015.53960

ВЛИВ ПАРАМЕТРІВ ПЕРЕРОБКИ ПРОКАТНОЇ ОКАЛИНИ НА МОРФОЛОГІЮ ЧАСТИНОК ВІДНОВЛЕНОГО ЗАЛІЗНОГО ПОРОШКУ

Розглянуто передумови використання прокатної окалини у якості сировини для виробництва залізного порошку. До-

сліджено вплив властивостей прокатної окалини та режимів відновлення на морфологію частинок залізного порошку, який використовують при одержанні спечених порошкових виробів різного функціонального призначення. Результати досліджень можуть бути використані при розробці ефективної ресурсозаощаджувальної технології переробки відходів прокатного виробництва.

Ключові слова: переробка відходів, прокатна окалина, залізний порошок, морфологія частинок, спечені порошкові матеріали.

Внуков Александр Александрович, кандидат технических наук, доцент, кафедра покрытий, композиционных материалов и защиты металлов, Национальная металлургическая академия Украины, Днепр, Украина, e-mail: alvnikov@yandex.ru.

Головачев Артем Николаевич, кандидат технических наук, доцент, кафедра электрометаллургии, Национальная металлургическая академия Украины, Днепр, Украина.

Бела Алена Викторовна, кандидат технических наук, кафедра покрытий, композиционных материалов и защиты металлов, Национальная металлургическая академия Украины, Днепр, Украина.

Внуков Олександр Олександрович, кандидат технічних наук, доцент, кафедра покриттів, композиційних матеріалів та захисту металів, Національна металургійна академія України, Дніпро, Україна.

Головачов Артем Миколайович, кандидат технічних наук, доцент, кафедра електрометалургії, Національна металургійна академія України, Дніпро, Україна.

Біла Олена Вікторівна, кандидат технічних наук, кафедра покриттів, композиційних матеріалів та захисту металів, Національна металургійна академія України, Дніпро, Україна.

Vnikov Olexandr, National Metallurgical Academy of Ukraine, Dnipro, Ukraine, e-mail: alvnikov@yandex.ru.

Golovachov Artem, National Metallurgical Academy of Ukraine, Dnipro, Ukraine.

Bela Olena, National Metallurgical Academy of Ukraine, Dnipro, Ukraine