

ISSN 2518-170X (Online),
ISSN 2224-5278 (Print)

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫ
ҰЛТТЫҚ ҒЫЛЫМ АКАДЕМИЯСЫНЫҢ

Х А Б А Р Л А Р Ы

ИЗВЕСТИЯ

НАЦИОНАЛЬНОЙ АКАДЕМИИ НАУК
РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

NEWS

OF THE ACADEMY OF SCIENCES
OF THE REPUBLIC OF KAZAKHSTAN

ГЕОЛОГИЯ ЖӘНЕ ТЕХНИКАЛЫҚ ҒЫЛЫМДАР
СЕРИЯСЫ



СЕРИЯ
ГЕОЛОГИИ И ТЕХНИЧЕСКИХ НАУК



SERIES
OF GEOLOGY AND TECHNICAL SCIENCES

4 (424)

ШІЛДЕ – ТАМЫЗ 2017 ж.
ИЮЛЬ – АВГУСТ 2017 г.
JULY – AUGUST 2017

ЖУРНАЛ 1940 ЖЫЛДАН ШЫҒА БАСТАҒАН
ЖУРНАЛ ИЗДАЕТСЯ С 1940 г.
THE JOURNAL WAS FOUNDED IN 1940.

ЖЫЛЫНА 6 РЕТ ШЫҒАДЫ
ВЫХОДИТ 6 РАЗ В ГОД
PUBLISHED 6 TIMES A YEAR

АЛМАТЫ, ҚР ҰҒА
АЛМАТЫ, НАН РК
ALMATY, NAS RK

Б а с р е д а к т о р ы

э. ғ. д., профессор, ҚР ҰҒА академигі

И.К. Бейсембетов

Бас редакторының орынбасары

Жолтаев Г.Ж. проф., геол.-мин. ғ. докторы

Р е д а к ц и я а л қ а с ы:

Абаканов Т.Д. проф. (Қазақстан)
Абишева З.С. проф., академик (Қазақстан)
Алиев Т. проф., академик (Әзірбайжан)
Бакиров А.Б. проф., (Қырғыстан)
Беспәев Х.А. проф. (Қазақстан)
Бишимбаев В.К. проф., академик (Қазақстан)
Буктуков Н.С. проф., академик (Қазақстан)
Булат А.Ф. проф., академик (Украина)
Ганиев И.Н. проф., академик (Тәжікстан)
Грэвис Р.М. проф. (АҚШ)
Ерғалиев Г.Х. проф., академик (Қазақстан)
Жуков Н.М. проф. (Қазақстан)
Кенжалиев Б.К. проф. (Қазақстан)
Қожахметов С.М. проф., академик (Қазақстан)
Конторович А.Э. проф., академик (Ресей)
Курскеев А.К. проф., академик (Қазақстан)
Курчавов А.М. проф., (Ресей)
Медеу А.Р. проф., академик (Қазақстан)
Мұхамеджанов М.А. проф., корр.-мүшесі (Қазақстан)
Нигматова С.А. проф. (Қазақстан)
Оздоев С.М. проф., академик (Қазақстан)
Постолатий В. проф., академик (Молдова)
Ракишев Б.Р. проф., академик (Қазақстан)
Сейтов Н.С. проф., корр.-мүшесі (Қазақстан)
Сейтмуратова Э.Ю. проф., корр.-мүшесі (Қазақстан)
Степанец В.Г. проф., (Германия)
Хамфери Дж.Д. проф. (АҚШ)
Штейнер М. проф. (Германия)

«ҚР ҰҒА Хабарлары. Геология мен техникалық ғылымдар сериясы».

ISSN 2518-170X (Online),

ISSN 2224-5278 (Print)

Меншіктенуші: «Қазақстан Республикасының Ұлттық ғылым академиясы» РҚБ (Алматы қ.).

Қазақстан республикасының Мәдениет пен ақпарат министрлігінің Ақпарат және мұрағат комитетінде 30.04.2010 ж. берілген №10892-Ж мерзімдік басылым тіркеуіне қойылу туралы куәлік.

Мерзімділігі: жылына 6 рет.

Тиражы: 300 дана.

Редакцияның мекенжайы: 050010, Алматы қ., Шевченко көш., 28, 219 бөл., 220, тел.: 272-13-19, 272-13-18, <http://nauka-nanrk.kz/geology-technical.kz>

© Қазақстан Республикасының Ұлттық ғылым академиясы, 2017

Редакцияның Қазақстан, 050010, Алматы қ., Қабанбай батыра көш., 69а.

мекенжайы: Қ. И. Сәтбаев атындағы геология ғылымдар институты, 334 бөлме. Тел.: 291-59-38.

Типографияның мекенжайы: «Аруна» ЖК, Алматы қ., Муратбаева көш., 75.

Г л а в н ы й р е д а к т о р
д. э. н., профессор, академик НАН РК

И. К. Бейсембетов

Заместитель главного редактора

Жолтаев Г.Ж. проф., доктор геол.-мин. наук

Р е д а к ц и о н н а я к о л л е г и я:

Абаканов Т.Д. проф. (Казахстан)
Абишева З.С. проф., академик (Казахстан)
Алиев Т. проф., академик (Азербайджан)
Бакиров А.Б. проф., (Кыргызстан)
Беспаяев Х.А. проф. (Казахстан)
Бишимбаев В.К. проф., академик (Казахстан)
Буктуков Н.С. проф., академик (Казахстан)
Булат А.Ф. проф., академик (Украина)
Ганиев И.Н. проф., академик (Таджикистан)
Грэвис Р.М. проф. (США)
Ергалиев Г.Х. проф., академик (Казахстан)
Жуков Н.М. проф. (Казахстан)
Кенжалиев Б.К. проф. (Казахстан)
Кожаметов С.М. проф., академик (Казахстан)
Конторович А.Э. проф., академик (Россия)
Курскеев А.К. проф., академик (Казахстан)
Курчавов А.М. проф., (Россия)
Медеу А.Р. проф., академик (Казахстан)
Мухамеджанов М.А. проф., чл.-корр. (Казахстан)
Нигматова С.А. проф. (Казахстан)
Оздоев С.М. проф., академик (Казахстан)
Постолатий В. проф., академик (Молдова)
Ракишев Б.Р. проф., академик (Казахстан)
Сейтов Н.С. проф., чл.-корр. (Казахстан)
Сейтмуратова Э.Ю. проф., чл.-корр. (Казахстан)
Степанец В.Г. проф., (Германия)
Хамфери Дж.Д. проф. (США)
Штейнер М. проф. (Германия)

«Известия НАН РК. Серия геологии и технических наук».

ISSN 2518-170X (Online),

ISSN 2224-5278 (Print)

Собственник: Республиканское общественное объединение «Национальная академия наук Республики Казахстан (г. Алматы)

Свидетельство о постановке на учет периодического печатного издания в Комитете информации и архивов Министерства культуры и информации Республики Казахстан №10892-Ж, выданное 30.04.2010 г.

Периодичность: 6 раз в год

Тираж: 300 экземпляров

Адрес редакции: 050010, г. Алматы, ул. Шевченко, 28, ком. 219, 220, тел.: 272-13-19, 272-13-18,

<http://наука-нанрк.kz/geology-technical.kz>

© Национальная академия наук Республики Казахстан, 2017

Адрес редакции: Казахстан, 050010, г. Алматы, ул. Кабанбай батыра, 69а.

Институт геологических наук им. К. И. Сатпаева, комната 334. Тел.: 291-59-38.

Адрес типографии: ИП «Аруна», г. Алматы, ул. Муратбаева, 75

E d i t o r i n c h i e f

doctor of Economics, professor, academician of NAS RK

I. K. Beisembetov

Deputy editor in chief

Zholtayev G.Zh. prof., dr. geol-min. sc.

E d i t o r i a l b o a r d:

Abakanov T.D. prof. (Kazakhstan)
Abisheva Z.S. prof., academician (Kazakhstan)
Aliyev T. prof., academician (Azerbaijan)
Bakirov A.B. prof., (Kyrgyzstan)
Bespayev Kh.A. prof. (Kazakhstan)
Bishimbayev V.K. prof., academician (Kazakhstan)
Buktukov N.S. prof., academician (Kazakhstan)
Bulat A.F. prof., academician (Ukraine)
Ganiyev I.N. prof., academician (Tadjikistan)
Gravis R.M. prof. (USA)
Yergaliev G.Kh. prof., academician (Kazakhstan)
Zhukov N.M. prof. (Kazakhstan)
Kenzhaliyev B.K. prof. (Kazakhstan)
Kozhakhmetov S.M. prof., academician (Kazakhstan)
Kontorovich A.Ye. prof., academician (Russia)
Kurskeyev A.K. prof., academician (Kazakhstan)
Kurchavov A.M. prof., (Russia)
Medeu A.R. prof., academician (Kazakhstan)
Muhamedzhanov M.A. prof., corr. member. (Kazakhstan)
Nigmatova S.A. prof. (Kazakhstan)
Ozdoyev S.M. prof., academician (Kazakhstan)
Postolatii V. prof., academician (Moldova)
Rakishev B.R. prof., academician (Kazakhstan)
Seitov N.S. prof., corr. member. (Kazakhstan)
Seitmuratova Ye.U. prof., corr. member. (Kazakhstan)
Stepanets V.G. prof., (Germany)
Humphery G.D. prof. (USA)
Steiner M. prof. (Germany)

News of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan. Series of geology and technology sciences.

ISSN 2518-170X (Online),

ISSN 2224-5278 (Print)

Owner: RPA "National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan" (Almaty)

The certificate of registration of a periodic printed publication in the Committee of information and archives of the Ministry of culture and information of the Republic of Kazakhstan N 10892-Ж, issued 30.04.2010

Periodicity: 6 times a year

Circulation: 300 copies

Editorial address: 28, Shevchenko str., of. 219, 220, Almaty, 050010, tel. 272-13-19, 272-13-18,
<http://nauka-nanrk.kz/geology-technical.kz>

© National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan, 2017

Editorial address: Institute of Geological Sciences named after K.I. Satpayev
69a, Kabanbai batyr str., of. 334, Almaty, 050010, Kazakhstan, tel.: 291-59-38.

Address of printing house: ST "Aruna", 75, Muratbayev str, Almaty

NEWS

OF THE NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES OF THE REPUBLIC OF KAZAKHSTAN

SERIES OF GEOLOGY AND TECHNICAL SCIENCES

ISSN 2224-5278

Volume 4, Number 424 (2017), 192 – 199

M. I. Onayev, S. M. Ulasyuk, M. A. Naimanbayev, Ye. K. Markayev, K. K. Kasyzhanov

JSC "Institute of Metallurgy and Ore Benefication", Almaty, Kazakhstan.

E-mail: ulasyuks@mail.ru

**EXTRACTION OF IRON AND CHROME
FROM ILMENITE CHROMIUM-CONTAINING CONCENTRATE**

Abstract. The high content of chromium in the ilmenite concentrate makes it difficult to process further into titanium-containing slag, titanium tetrachloride and titanium sponge. The most widespread industrial application is obtained by methods based on preliminary carbon-thermal reduction of ilmenite concentrates at 900-1200°C with the subsequent separation of reduced iron and chromium from them by electromagnetic separation, and the nonmagnetic titanium chromium fraction is sent to hydrochemical treatment for purification from chromium and other impurities. It has been established that solid-phase selective reduction of chromium-containing ilmenite concentrate should be carried out at a temperature of 1250°C and an retention time of 2 hours. The addition of 8% in the charge of sodium chloride accelerates the process of reducing iron from ilmenite. In this case, recovery of reduced iron in the magnetic fraction is 76,1%, chromium 55,8%, titanium 15,3%. To separate titanium compounds from chromium, the titanium chromium fraction is sintered with a calculated amount of soda at 850°C for 2 hours and leached with hot water (S:L ratio = 1: 4) at a temperature of 95-100°C and stirred for 120 minutes. The recovery into the chromium solution is 83,6%. Enriched by titanium concentrate contains 6,2% iron, 36,2% titanium and 0,42% chromium.

Key words: ilmenite concentrate, high chromium content, reductive roasting, magnetic separation, special coke, soda, sodium chloride, leaching.

УДК 549.641.23:541.1

М. И. Онаев, С. М. Уласюк, М. А. Найманбаев, Е. К. Маркаев, К. К. Касымжанов

АО «Институт металлургии и обогащения», Алматы, Казахстан

**ИЗВЛЕЧЕНИЕ ЖЕЛЕЗА И ХРОМА ИЗ ИЛЬМЕНИТОВОГО
ХРОМСОДЕРЖАЩЕГО КОНЦЕНТРАТА**

Аннотация. Высокое содержание хрома в ильменитовом концентрате затрудняет процессы дальнейшей переработки его на титансодержащий шлак, тетрахлорид титана и губчатый титан. Наиболее широкое промышленное применение получают способы, основанные на предварительном углетермическом восстановлении ильменитовых концентратов при 900-1200°C с последующим выделением из них восстановленного железа и хрома с помощью электромагнитной сепарации, а немагнитная титанохромовая фракция отправляется на гидрохимическую обработку с целью очистки от хрома и др. примесей. Установлено, что твердофазное селективное восстановление ильменитового хромсодержащего концентрата необходимо проводить при температуре 1250°C и выдержке 2 часа. Добавка в шихту хлорида натрия в количестве 8% ускоряет процесс восстановления железа из ильменита. При этом извлечение восстановленного железа в магнитную фракцию составляет 76,1 %, хрома 55,8%, титана 15,3%. Для отделения соединений титана от хрома титанохромовую фракцию спекают с расчетным количеством соды при температуре 850°C в течение 2 ч и выщелачивают горячей водой (Т:Ж = 1:4) при температуре 95-100°C и перемешивании в течение 120 мин. Извлечение в раствор хрома составляет 83,6%. Обогащенный по титану концентрат содержит 6,2% железа, 36,2% титана и 0,42% хрома.

Ключевые слова: ильменитовый концентрат, повышенное содержание хрома, восстановительный обжиг, магнитная сепарация, спецкокс, сода, хлорид натрия, выщелачивание.

Введение. Ввиду дефицита в Казахстане титанового сырья, актуальным становится переработка хромсодержащих ильменитовых концентратов ряда месторождений (Обуховское, Шокаш), имеющих в стране. Высокое содержание хрома в ильменитовом концентрате затрудняет процессы дальнейшей переработки его на титансодержащий шлак, тетрагидрид титана и губчатый титан из-за перехода хрома в отходы производства, что осложняет условия их хранения и утилизации. Поэтому наиболее широкое промышленное применение получают способы, основанные на предварительном углетермическом восстановлении ильменитовых концентратов при 900-1200°C с последующим выделением из них восстановленного железа и хрома с помощью электромагнитной сепарации, а немагнитная титанохромовая фракция отправляется на гидрохимическую обработку с целью очистки от хрома и др. примесей. Получаемые при этом обогащенные по титану концентраты содержат до 94-98% TiO_2 .

Цель данной работы – разработка эффективного способа переработки ильменитовых хромсодержащих концентратов, снижение содержания хрома в титансодержащем концентрате.

Методика проведения эксперимента. Исследование состава исходной пробы ильменитового концентрата было проведено с применением следующих методов анализа: химического, минералогического (микроскоп МИН-8 (проходящий свет) и инвертированный микроскоп Deica (отраженный свет)) и электронно-зондового (электронный растровый микроскоп с микроанализатором JEOL JXA-8230 фирмы JEOL, Япония).

Опыты по восстановительному обжигу проводили в горизонтальной трубчатой электропечи Nabertherm B180.

Методика проведения опытов по восстановительному обжигу. Навеску концентрата 100 г смешивали с порошком восстановителя и связующего бентонитовой глины и прессовали в виде брикетов размером 15 x 18 мм. Расход восстановителя составлял 20% от массы концентрата, крупность -0,074 мм. В качестве восстановителя использовали шубаркольский спецкокс. Из работы [1] известно, что при восстановительном обжиге ильменитового концентрата с повышенным содержанием хрома лучшей реакционной способностью обладает Шубаркольский спецкокс. Интервал температур обжига составлял 600-1300°C с шагом 100°C, время обжига 2 час. Брикеты засыпали в графитовый тигель, который помещали в рабочую зону печи. Для создания восстановительной атмосферы печь продували аргоном. Нагревали до требуемой температуры со скоростью 15 град/мин и выдерживали заданное время. Затем печь отключали, продолжая подавать аргон, до снижения температуры до 500°C, далее подачу аргона отключали и продолжали охлаждение. Затем лодочку с огарком вынимали из печи, взвешивали огарок. Полученный огарок измельчали до крупности 80 % по классу – 0,044 мм и подвергали магнитной сепарации с целью выделения восстановленного железа. Сепарацию проводили на высокоинтенсивном магнитном сепараторе (производства США). Величина индукции магнитного поля составляла 8 мТл.

Выщелачивание титанохромовой фракции проводили в термостатированном стакане водой. Условия выщелачивания: Т:Ж= 1:4, температура выщелачивания – 95-100°C, время – 2 ч. Перемешивание пульпы осуществляли со скоростью 600 об/мин при использовании механической мешалки марки ИКА RW 14 basic.

Экспериментальная часть и обсуждение результатов. Объектом исследования стал ильменитовый концентрат Обуховского месторождения, имеющий следующий химический состав, % (мас.): 58,8 TiO_2 , 26,29 Fe_2O_3 , 3,08 FeO , 4,39 Cr_2O_3 , 1,24 SiO_2 , 2,76 Al_2O_3 , 1,03 MgO , 1,18 MnO , 0,13 V_2O_5 , 0,58 ZrO_2 , 0,32 P_2O_5 , 0,20 прочие. По результатам химического анализа ильменитовый концентрат состоит на 88,17% из оксидов титана и железа. Причем железо в нем находится в трехвалентной форме (Fe_2O_3), а содержание оксида железа (FeO) составляет всего лишь 3%. В качестве примесей в нем присутствуют оксиды хрома, алюминия, марганца, кремния.

Основной титансодержащий минерал - ильменит в результате вторичных процессов частично преобразовался в псевдуритил ($Fe\ Cr$) $_2O_3 \cdot 3TiO_2$. По минералогическому составу концентрат представлен железом-титановыми минералами в виде ильменита и псевдуритила – 87 %, рутила – 1%, циркона – 2%, хром – минералами группы хромовой шпинели, а именно, алюмохромитом и хромитом в количестве 8%. Кроме того, возможно, что хром изоморфно замещает железо в псевдуритиле. Остальное представлено нерудными минералами - кварц, полевые шпаты. По гранулометри-

ческому составу ильменитовый концентрат представлен на 96% тонкозернистым материалом крупностью $-0,056+0,040$ мм.

Влияние температуры обжига на потерю веса навески смеси ильменитового концентрата и шубаркольского спецкокса представлено на рисунке 1.

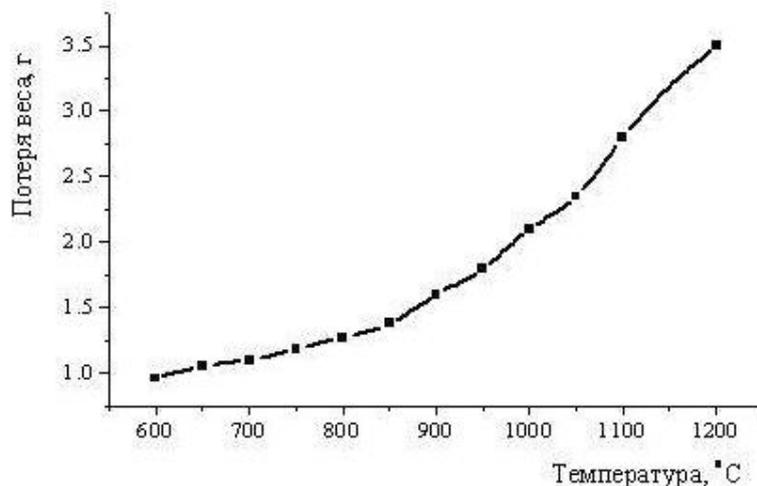


Рисунок 1 – Влияние температуры обжига на потерю веса навески смеси ильменитового концентрата и спецкокса

Figure 1 – Influence of the roasting temperature on the weight loss of a mixture of ilmenite concentrate and special coke

Как следует из рисунка 1, скорость восстановления после 850 °C начинает резко увеличиваться, очевидно, за счет восстановления железа в псевдорутиле и ильмените.

На рисунке 2 показано влияние температуры восстановительного обжига на выход магнитной и немагнитной фракции.

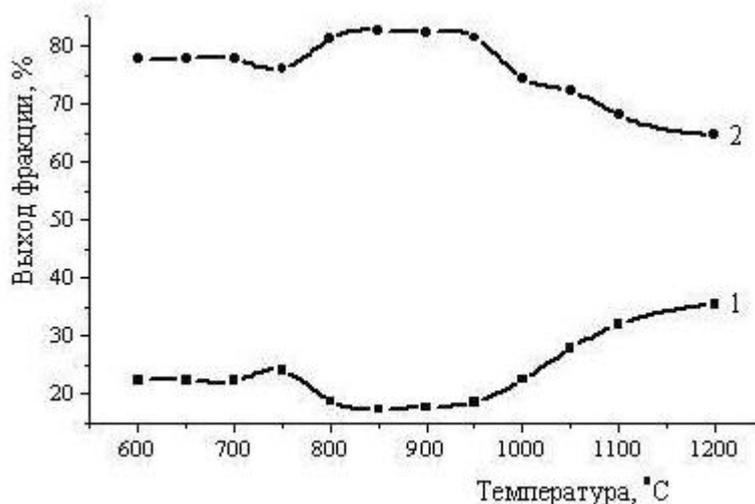


Рисунок 2 – Влияние температуры восстановительного обжига ильменитового концентрата на выход магнитной (1) и немагнитной (2) фракции

Figure 2 – Influence of the reductive roasting temperature of ilmenite concentrate on the yield of magnetic (1) and non-magnetic (2) fractions

На рисунке 2 видно, что при температуре 800–950 °C на кривой 1 наблюдается плато, которое можно объяснить развитием процесса восстановления железа из псевдорутила и ильменита.

Результаты магнитной сепарации показали, что разделить восстановленный продукт на металл и шлак методом магнитной сепарации не возможно. Весь восстановленный продукт является магнитным. Он был подвергнут минералогическому анализу, результаты которого представлены на рисунке 3.

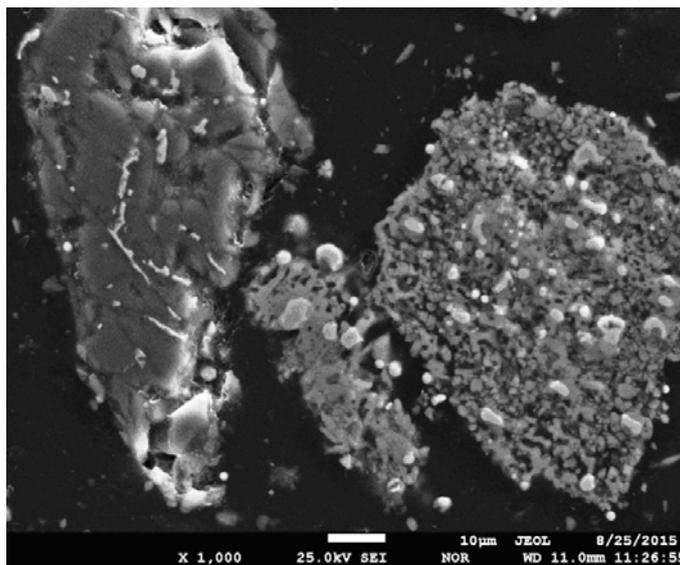


Рисунок 3 – Выделение металлической фазы (светлое) на поверхности зерен после восстановительного обжига ильменитового концентрата (увеличение 1000)

Figure 3 – Extraction of the metallic phase (light) on the surface of grains after reductive roasting of ilmenite concentrate (zoom 1000)

Из рисунка 3 видно как в процессе восстановительного обжига при твердофазном восстановлении происходит выделение металлического железа (светлое) на поверхности минералов в виде дисперсной фазы – мельчайших корольков округлой (оплавленной) формы.

Таким образом, в виду чрезвычайно дисперсной фазы, образовавшейся внутри зерен после восстановительного обжига ильменитового концентрата, разделить металл и шлак методом магнитной сепарации не представляется возможным.

В работах [2-7] показано, что при высоких температурах металлическая фаза образуется путем слияния отдельных мельчайших металлических гранул. Но при ведении процесса восстановления в низкотемпературных областях, до начала плавления шлаковых составляющих, металлические гранулы не успевают объединиться в крупные образования, способные выделяться в твердой фазе. Дополнительное введение реакционных добавок может, во-первых, увеличить скорость восстановления железа и, во-вторых, изменить ход и последовательность кристаллохимических превращений, характер диффузионных процессов. К таким добавкам относятся карбонаты и хлориды щелочных и щелочно-земельных соединений: NaCl , CaCl_2 , Na_2CO_3 .

Для ускорения процесса восстановления железа из ильменита были использованы добавки хлорида натрия и карбоната натрия в количестве 8 и 12% от массы концентрата. Из смеси концентрата и добавок флюсов изготавливали брикеты при давлении 50 кг/см^2 . Восстановление брикетов проводили в условиях быстрого нагрева до заданной температуры 1200°C и выдержке при заданной температуре в течение 2 час. Полученный огарок измельчали до крупности 80% класса $-0,044 \text{ мм}$ и подвергали мокрой магнитной сепарации. Результаты представлены в таблице.

Анализ полученных результатов магнитной сепарации показал что, при введении флюсовых добавок в виде NaCl (8%) и температуре восстановительного обжига 1200°C извлечение металлического железа в магнитную фракцию составило 61,89%; хрома 50,39%, титана 37,17%. Увеличение расхода флюса NaCl до 12% не дало положительных результатов. При добавке в шихту смеси хлорида натрия и соды при соотношении 1:1 (8 и 8%) и 3:1 (12 и 4%) и температуре восстановительного обжига 1200°C извлечение металлического железа в магнитную фракцию составило 72,46 и 75,39%, хрома – 63,18 и 54,14%, соответственно. Но при этом в магнитную фракцию увеличивается извлечение титана 67,11 и 63,16%, соответственно.

Известно [8-10], что оптимальная температура восстановления железа находится в пределах $1250\text{-}1300^\circ\text{C}$. Поэтому были проведены опыты по восстановительному обжигу смеси концентрата и флюса NaCl в количестве 8%, при температурах 1250 и 1300°C (таблица).

Результаты магнитной сепарации продуктов восстановительного обжига ильменитового концентрата с добавлением флюсов

Results of magnetic separation of regenerative roasting products of ilmenite concentrate with addition of fluxes

| Условия опыта | Наименование продукта | Содержание, % | | | | Извлечение, % | | | |
|---|-----------------------|-------------------|-------------------|-------|------|-------------------|-------------------|-------|-------|
| | | Fe _{общ} | Fe _{мет} | Ti | Cr | Fe _{общ} | Fe _{мет} | Ti | Cr |
| T- 1200 °C NaCl- 8 % | Магнит. фр. | 28,5 | 19,7 | 30,3 | 3,27 | 62,77 | 61,89 | 37,17 | 50,39 |
| | Немагнит. фр. | 13,1 | 9,4 | 40,4 | 2,54 | 37,23 | 38,11 | 62,83 | 49,61 |
| | Итого | 20,02 | 14,03 | 35,94 | 2,73 | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 100,0 |
| T- 1200 °C NaCl- 12 % | Магнит. фр. | 28,5 | 10,5 | 32,97 | 3,65 | 47,24 | 57,57 | 31,8 | 48,32 |
| | Немагнит. фр. | 18,1 | 4,4 | 40,2 | 2,22 | 52,76 | 42,43 | 68,2 | 51,68 |
| | Итого | 21,87 | 6,61 | 37,57 | 2,74 | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 100,0 |
| T -1200 °C NaCl- 8 % Na ₂ CO ₃ - 8 % | Магнит. фр. | 21,1 | 12,9 | 39,6 | 2,85 | 68,39 | 72,46 | 67,11 | 63,18 |
| | Немагнит. фр. | 19,3 | 9,7 | 38,4 | 3,2 | 31,61 | 27,54 | 32,89 | 36,82 |
| | Итого | 20,5 | 11,82 | 39,14 | 2,97 | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 100,0 |
| T- 1200 °C NaCl- 12 % Na ₂ CO ₃ - 4 % | Магнит. фр. | 20,8 | 13,4 | 37,8 | 2,54 | 66,1 | 75,39 | 63,16 | 54,14 |
| | Немагнит. фр. | 18,3 | 7,5 | 37,8 | 3,69 | 33,9 | 24,61 | 36,84 | 45,86 |
| | Итого | 19,88 | 11,22 | 37,80 | 2,96 | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 100,0 |
| T- 1250 °C NaCl- 8 % | Магнит. фр. | 47,56 | 45,0 | 17,7 | 4,99 | 76,14 | 76,1 | 15,3 | 55,8 |
| | Немагнит. фр. | 7,44 | 7,04 | 48,9 | 1,97 | 23,86 | 23,9 | 84,7 | 44,2 |
| | Итого | 20,8 | 19,68 | 38,51 | 2,98 | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 100,0 |
| T-1300 °C NaCl- 8 % | Магнит. фр. | 49,05 | 45,98 | 28,33 | 5,27 | 79,5 | 78,6 | 26,7 | 61,4 |
| | Немагнит. фр. | 6,64 | 6,57 | 40,81 | 1,74 | 20,5 | 21,4 | 73,3 | 38,6 |
| | Итого | 21,23 | 20,14 | 36,52 | 2,95 | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 100,0 |

Анализ полученных результатов показал, что с увеличением температуры твердофазного восстановления концентрата до 1250°C извлечение восстановленного железа в магнитную фракцию составило 76,1%, хрома – 55,8%, титана 15,3%. При увеличении температуры восстановления до 1300°C извлечение в магнитную фракцию железа составляет 78,6%, хрома 61,4%, титана 26,7%, т.е. при увеличении температуры до 1300°C начинает восстанавливаться титан, что нежелательно. Поэтому за оптимальную температуру восстановления была принята температура 1250°C.

Полученные продукты были сданы на минералогический и электронно-зондовый микроанализ, результаты которого приведены на рисунке 4.

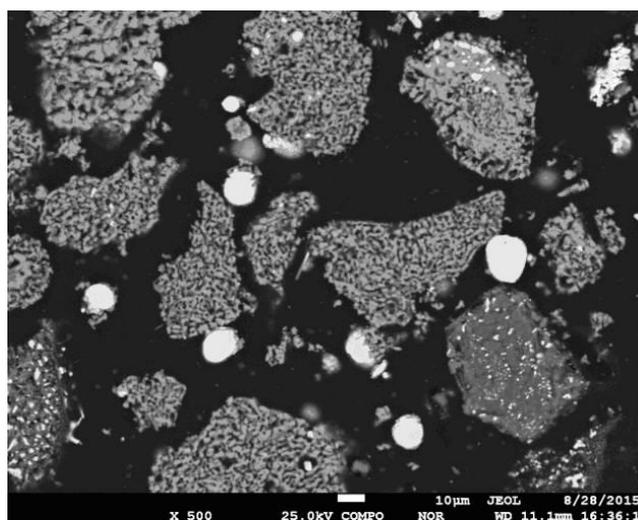


Рисунок 4 – Выделение металлической фазы (светлое) на поверхности зерен после восстановительного обжига ильменитового концентрата с добавкой флюса NaCl (8%) (увеличение 500)

Figure 4 – Extraction of the metallic phase (light) on the surface of grains after regenerative roasting of ilmenite concentrate with the addition of NaCl flux (8%) (zoom 500)

Из рисунка 4 видно, что при восстановительном обжиге шихты с добавками хлорида натрия (8%) происходит разрыхление структуры минерала ильменита, что облегчает слияние мельчайших восстановленных частичек железа в более крупные агрегаты (светлое), которые выделяются из зерен минералов.

По данным энергодисперсионного анализа металлическая фаза состоит из железа 89,31% с примесью титана 4,4%, хрома 2,66%.

Результаты микроанализа с площади пробы немагнитной титанохромовой фракции, приведенные на рисунке 5, показывают распределение примесей в ней. В среднем содержание элементов по площади брикета, представленного на рисунке 5, составило:

| Элемент | Fe | Ti | Cr | Mn | O | Al | Si | Mg |
|---------------|------|-------|-----|------|-------|------|------|------|
| Содержание, % | 8,42 | 30,47 | 2,6 | 1,56 | 50,49 | 4,05 | 1,29 | 1,11 |

Немагнитная титанохромовая фракция содержит 50,78% TiO_2 и 3,8% Cr_2O_3 , но помимо этого в ней остаются соединения кальция, магния, марганца, остатков железа. Для отделения соединений титана от хрома титанохромовую фракцию спекают с расчетным количеством соды при температуре 850°C в течение 2 ч и выщелачивают в горячей воде (Т:Ж = 1:4) при 95-100°C и перемешивании в течение 120 мин. В результате этих действий Cr^{+3} окисляется до Cr^{+6} и после фильтрации и промывки кека отделяется от соединений титана и переходит в раствор. Извлечение в раствор хрома составляет 83,6%. Обогащенный по титану концентрат содержит 6,2% железа, 36,2% титана и 0,42% хрома.

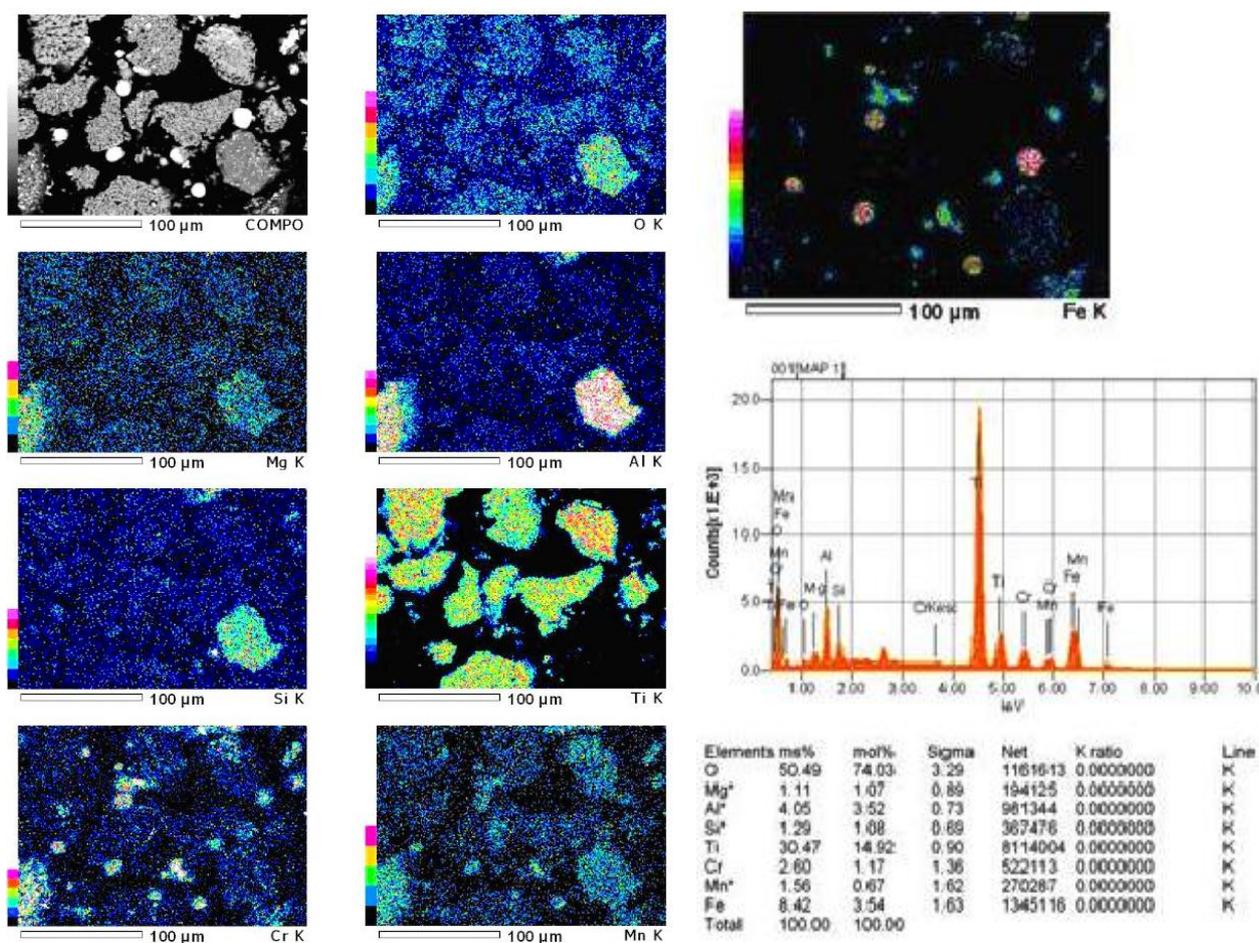


Рисунок 5 – Распределение элементов в немагнитной титанохромовой фракции (увеличение 500)

Figure 5 – Distribution of elements in the non-magnetic titanium chromium fraction (zoom 500)

Выводы. Таким образом, определены оптимальные условия восстановительного обжига ильменитового хромсодержащего концентрата. Для более полного восстановления железа и хрома твердофазное селективное восстановление ильменитового хромсодержащего концентрата необходимо проводить при температуре 1250°C при выдержке 2 часа. Добавка в шихту хлорида натрия в количестве 8% ускоряет процесс восстановления железа из ильменита. При этом извлечение восстановленного железа в магнитную фракцию составляет 76,1%, хрома 55,8%, титана 15,3%. Для отделения соединений титана от хрома титанохромовую фракцию спекают с расчетным количеством соды при температуре 850°C в течение 2 ч и выщелачивают горячей водой (Т:Ж = 1:4) при температуре 95-100°C и перемешивании в течение 120 мин. Извлечение в раствор хрома составляет 83,6%. Обогащенный по титану концентрат содержит 6,2% железа, 36,2% титана и 0,42% хрома.

Источник финансирования исследований. Статья подготовлена на основе гранта Министерства образования и науки Республики Казахстан.

ЛИТЕРАТУРА

[1] Найманбаев М.А., Уласюк С.М., Смирнов К.М., Онаев М.И., Касымжанов К.К. Исследование состава и технологических свойств ильменитового концентрата с повышенным содержанием хрома // Комплексное использование минерального сырья. – 2016. – № 2. – С. 33-39.

[2] Асанов А.В., Бухарина В.Е., Мальков Н.В., Сенин А.В., Рошин А.В. Термодинамический анализ процесса твердофазной металлзации железотитановых концентратов Копанского месторождения // Вестник ЮУрГУ. – 2008. – № 24. – С. 5-8.

[3] Рошин В.Е., Рошин А.В., Мальков Н.В. Механизм химического взаимодействия и превращения оксида в металл при твердофазном восстановлении вкрапленных хромитов // В сб. Проблемы и перспективы ферросплавного производства. – Актюбинск: Изд-во «Нобель», 2003. – С. 410-417.

[4] Белоножко Н.Д., Козлов В.А., Павлов А.В., Батракова Л.Х., Шаяхметова Р.А., Онаев М.А. Влияние добавок на процессы восстановительного обжига и селективного извлечения железа и титана из ильменита // Комплексное использование минерального сырья. – 2000. – № 3-4. – С. 34-40.

[5] Павлов А.В., Найманбаев М.А. Термодинамический анализ процесса восстановления ильменита // Труды V Международной конференции «Инновационные разработки и совершенствование технологий в горно-металлургическом производстве». – Усть-Каменогорск, 2009. – С. 289-293.

[6] Балхыбеков С.С., Павлов А.В., Кантемиров М.Д., Куламбаев Б.О., Онаев М.И., Степаненко А.С. О характере каталитического воздействия малых добавок хлоридов щелочных металлов и их влиянии на интенсификацию и полноту протекания процесса твердофазного карботермического восстановления ильменита // Материалы международной научно-практической конференции, посвященной 80-летию Е. А. Букетова. – Караганда, 2005. – С. 341-344.

[7] Чуфаров Г.И., Татиевская Е.П. Адсорбционно-каталитическая теория восстановления окислов металлов. – М.: Металлургия, 1970. – С.139-148.

[8] Кантемиров М.Д., Балхыбеков С.С. Кислотно-основной катализ малыми добавками хлоридов щелочных и щелочноземельных металлов при термическом восстановлении ильменита // Вестник КазНУ. Серия химии: номер посвящен 110-летию со дня рождения академика АН КазССР, д.т.н., проф. М. И. Усановича. – Алматы, 2004. – № 3(35). – С. 196-198.

[9] Резниченко В.А., Морозов А.А. Комплексное использование сырья в экологизированном замкнутом производстве // Сб. науч. трудов «Фундаментальные исследования физикохимии металлических расплавов». – М.: Академкнига, 2002. – С. 371-382.

[10] Рошин А.В., Грибанов В.П., Асанов А.В. Селективное восстановление и пирометаллургическое разделение металлов титаномагнетитовых руд // Вестник ЮУрГУ. – 2006. – № 10. – С. 49-55.

REFERENCES

[1] Naimanbaev M.A., Ulasiuk S.M., Smirnov K.M., Onaev M.I., Kasymzhanov K.K. Issledovanie sostava i tekhnologicheskikh svoistv il'menitovogo kontsentrata s povyshennym soderzhaniem khroma. Kompleksnoe ispol'zovanie mineral'nogo syr'ia. **2016**. N 2. P. 33-39 (in Russian).

[2] Asanov A.V., Bukharina V.E, Mal'kov N.V., Senin A.V., Roshchin A.V. Termodinamicheskii analiz protsessosa tverdogfaznoi metallizatsii zhelezotitanovykh kontsentratov Kopanskogo mestorozhdeniia. Vestnik IuUrGU. **2008**. N 24. P. 5-8 (in Russian).

[3] Roshchin V.E., Roshchin A.V., Mal'kov N.V. Mekhanizm khimicheskogo vzaimodeistviia i prevrashcheniia oksida v metall pri tverdogfaznom vosstanovlenii vkraplennykh khromitov. V sb. Problemy i perspektivy ferrosplavnogo proizvodstva. Aktiubinsk: Izd-vo «Nobel», **2003**. P. 410-417 (in Russian).

[4] Belonozhko N.D., Kozlov V.A., Pavlov A.V., Batrakova L.Kh., Shaiakhmetova R.A., Onaev M.A. Vliianie dobavok na protsessy vosstanovitel'nogo obzhiga i selektivnogo iz-vlecheniia zheleza i titana iz il'menita. Kompleksnoe ispol'zovanie mineral'nogo syr'ia. **2000**. N 3-4. P. 34-40 (in Russian).

[5] Pavlov A.V., Naimanbaev M.A. Termodinamicheskii analiz protsessosa vosstanovleniia il'menita. Trudy V Mezhdunarodnoi konferentsii «Innovatsionnye razrabotki i sovershenstvovanie tekhnologii v gorno-metallurgicheskom proizvodstve». Ust'-Kamenogorsk, **2009**. P. 289-293 (in Russian).

[6] Balkhybekov S.S., Pavlov A.V., Kantemirov M.D., Kulambaev B.O., Onaev M.I., Stepanenko A.S. O kharaktere kataliticheskogo vozdeistviia malykh dobavok khloridov shche-lochnykh metallov i ikh vliiani na intensivatsiiu i polnotu protsessii tverdogaznogo karbotermicheskogo vosstanovleniia il'menita. Materialy mezhdunarodnoi nauchno-prakticheskoi konferentsii, posviashchennoi 80-letiiu E.A. Buketova. Karaganda, **2005**. P. 341-344 (in Russian).

[7] Chufarov G.I., Tatievskaya E.P. Adsorbtsionno-kataliticheskaya teoriya vossta-novleniia okislov metallov. M.: Metallurgiya, **1970**. P.139-148 (in Russian).

[8] Kantemirov M.D., Balkhybekov S.S. Kislotno-osnovnoi kataliz malymi dobavkami khloridov shchelochnykh i shche-lochnozemel'nykh metallov pri termicheskom vosstanovlenii il'menita. Vestnik KazNU, seriya khimii: nomer posviashchen 110-letiiu so dnia rozhdeniia akademika AN KazSSR, d.t.n., prof. M.I. Usanovicha. Almaty, **2004**. N 3(35). P. 196-198 (in Russian).

[9] Reznichenko V.A., Morozov A.A. Kompleksnoe ispol'zovanie syr'ia v ekologizirovannom zamknutom proizvodstve. Sb. nauch. trudov «Fundamental'nye issledovaniia fizikokhimii metallicheskikh rasplavov». M.: Akademkniga, **2002**. P. 371-382 (in Russian).

[10] Roshchin A.V., Gribanov V.P., Asanov A.V. Selektivnoe vosstanovlenie i pirome-tallurgicheskoe razdelenie metallov titanomagnetitovykh rud. Vestnik IuUrGU. **2006**. N 10. P. 49-55 (in Russian).

М. И. Онаев, С. М. Уласюк, М. А. Найманбаев, Е. К. Маркаев, К. К. Касымжанов

«Металлургия және кен байыту институты» Акционерлік қоғамы, Алматы, Қазақстан

ИЛЬМЕНИТТИ ХРОМЫ БАР КОНЦЕНТРАТТАН ТЕМІР МЕН ХРОМДЫ АЛУ

Аннотация. Кеуекті титан және титан тетрахлоридті титан құрайтын қожды қайта өңдеудің процесін ильменитті концентраттағы хромның құрамының жоғары болуы қиындатады. Ильменитті концентрацияның 900-1200°C алдын-ала көмір термиялық қалпына келтіругенегізделген олардан келесі бөлуімен электромагнитті сепарация көмегімен тотыққан темір мен хромның ең көп өнеркәсіптік қолдану тәсілдер алады, ал магнитсіз титан хромды фракцияны хромнан және т.б. қоспалардан тазалау мақсатымен гидрохимиялық қазымдауға жіберіледі. Хромыбар ильменитті концентрациясының қатты фазалық селективті тотықсыздауын 1250°C температурада жүргізу қажет екені анықталды және ұстау ұзақтылығы 2 сағат. Шихтаға натрий хлоридінің 8% көлемін салу ильмениттен темірді тотықсыздау процесін жеделдетеді. Магнитті фракциядағы темірді тотықсыздап алу 76,1%, хром 55,8%, титан 15,3% құрайды. Титан хромды фракция хромнан титанның қосындысын бөлу үшін есептелген соданың құрамымен 850°C температурада 2 сағат аралығында күйе-жентектейді және ыстық сумен 95-100°C температурада ерітінділейді (Т:Ж=1:4) және 120 мин аралығында араластырады. Хромды ерітіндіге бөліп алу 83,6% құрайды. Байытылған титанды концентрат 6,2% темір, 36,2% титан және 0,42% хромды құрайды.

Түйін сөздер: ильменитті концентрат, хромның құрамының жоғары болуы, тотықсыздап күйдіру, магнитті сепарация, спецкокс, сода, натрий хлориді, ерітінділеу.

**Publication Ethics and Publication Malpractice
in the journals of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan**

For information on Ethics in publishing and Ethical guidelines for journal publication see <http://www.elsevier.com/publishingethics> and <http://www.elsevier.com/journal-authors/ethics>.

Submission of an article to the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan implies that the described work has not been published previously (except in the form of an abstract or as part of a published lecture or academic thesis or as an electronic preprint, see <http://www.elsevier.com/postingpolicy>), that it is not under consideration for publication elsewhere, that its publication is approved by all authors and tacitly or explicitly by the responsible authorities where the work was carried out, and that, if accepted, it will not be published elsewhere in the same form, in English or in any other language, including electronically without the written consent of the copyright-holder. In particular, translations into English of papers already published in another language are not accepted.

No other forms of scientific misconduct are allowed, such as plagiarism, falsification, fraudulent data, incorrect interpretation of other works, incorrect citations, etc. The National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan follows the Code of Conduct of the Committee on Publication Ethics (COPE), and follows the COPE Flowcharts for Resolving Cases of Suspected Misconduct (http://publicationethics.org/files/u2/New_Code.pdf). To verify originality, your article may be checked by the Cross Check originality detection service <http://www.elsevier.com/editors/plagdetect>.

The authors are obliged to participate in peer review process and be ready to provide corrections, clarifications, retractions and apologies when needed. All authors of a paper should have significantly contributed to the research.

The reviewers should provide objective judgments and should point out relevant published works which are not yet cited. Reviewed articles should be treated confidentially. The reviewers will be chosen in such a way that there is no conflict of interests with respect to the research, the authors and/or the research funders.

The editors have complete responsibility and authority to reject or accept a paper, and they will only accept a paper when reasonably certain. They will preserve anonymity of reviewers and promote publication of corrections, clarifications, retractions and apologies when needed. The acceptance of a paper automatically implies the copyright transfer to the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan.

The Editorial Board of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan will monitor and safeguard publishing ethics.

Правила оформления статьи для публикации в журнале смотреть на сайте:

www.nauka-nanrk.kz

ISSN 2518-170X (Online), ISSN 2224-5278 (Print)

<http://geolog-technical.kz/index.php/kz/>

Верстка Д. Н. Калкабековой

Подписано в печать 11.07.2017.

Формат 70x881/8. Бумага офсетная. Печать – ризограф.

18,2 п.л. Тираж 300. Заказ 4.