



ГБОУ ВПО Международный университет
природы, общества и человека Дубна



Магнитогорский государственный технический университет им. Г. И. Носова

ФГУП Всероссийский научно-исследовательский институт минерального
сырья им. Н.М.Федоровского

РЕНТГЕНОВСКАЯ МИКРОТОМОГРАФИЯ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ТЕХНОГЕННЫХ ОТХОДОВ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРОИЗВОДСТВ – ШЛАКОВ И ОКАТЫШЕЙ

Якушина О.А., Горбатова Е.А.,
Ожогина Е.Г., Хозяинов М.С.

Дубна – Магнитогорск - Москва

РТ ТЕХНОГЕННЫХ ОТХОДОВ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРОИЗВОДСТВ – ШЛАКОВ И ОКАТЫШЕЙ

Снижение техногенной нагрузки на окружающую среду может быть достигнуто сокращением объема отвалов металлургических предприятий за счет вторичной переработки по новым технологиям, обеспечивающим наиболее полное извлечение всех полезных компонентов. Существенный объем промышленных металлургических отходов, скопившийся в отвалах «в шаговой доступности», является перспективным техногенным сырьем.

По некоторым оценкам, при современном уровне развития технологии не менее 9% исходного сырья уходит в отходы, складываемые в виде отвалов, выбрасывается в атмосферу или в виде промышленных стоков вод.

Целесообразность вторичной переработки: не требуются материальные затраты на добычу и транспортировку сырья к месту переработки, уменьшается техногенная нагрузка на окружающую среду. Кроме того, способствует решению социальных проблем – загрузки мощностей и занятости кадров на давно работающих производственных предприятиях.



РТ ТЕХНОГЕННЫХ ОТХОДОВ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРОИЗВОДСТВ – ШЛАКОВ И ОКАТЫШЕЙ

При прогнозировании технологических характеристик шлаков металлургического передела необходимо учитывать их существенные отличия от природных руд по составу и свойствам.

Среди специфических особенностей состава и строения –

- макроскопическая однородность;
- гранулометрический состав рудных фаз и
- сложный характер их срастаний как между собой, так и нередко со шлакообразующим материалом, приводящий к образованию неоднородных, часто ультратонких полиминеральных агрегатов;
- присутствие значительного количества рентгеноаморфных фаз; широко развитый изоморфизм минералов группы шпинелей, которые достаточно часто являются главными рудными минералами.

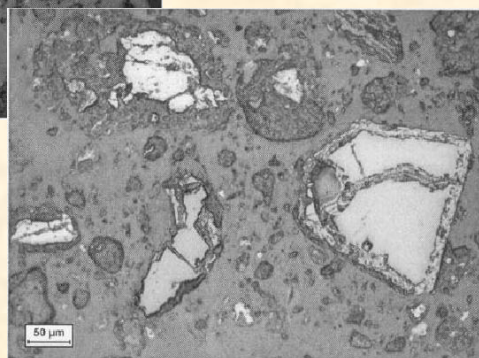
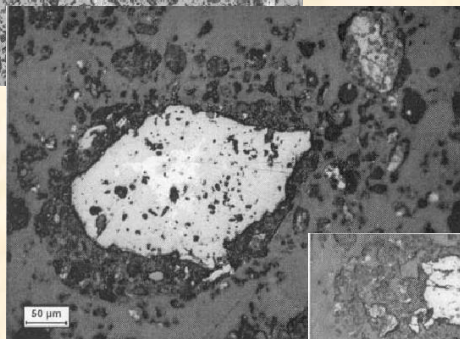
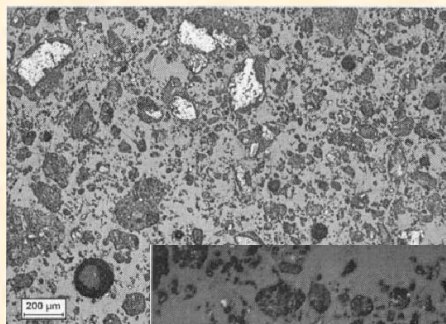
Использование РТ позволило повысить эффективность минералогических исследований.

Анализы по методам исследования выполняются в соответствии с отраслевыми нормативными документами Научного совета по методам минералогических исследований (НСОММИ) - перечень Методических рекомендаций и Инструкций насчитывает сегодня более 250 наименований

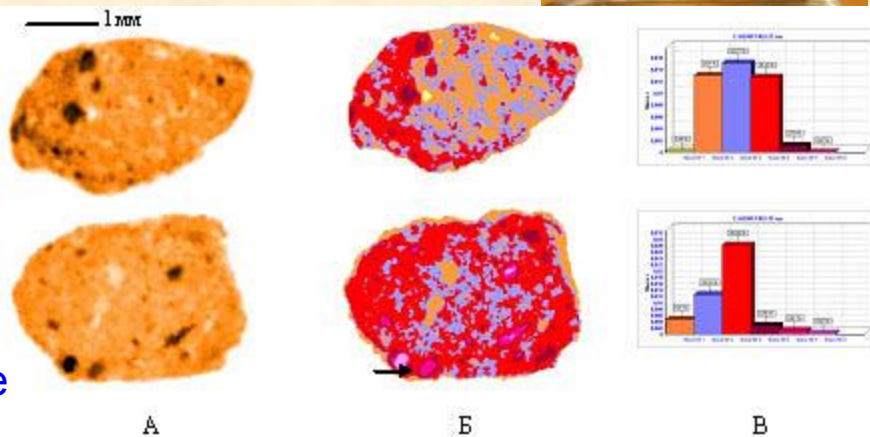
Техногенное минеральное сырье, прогноз свойств на примере Fe-содержащих металлургических шлаков



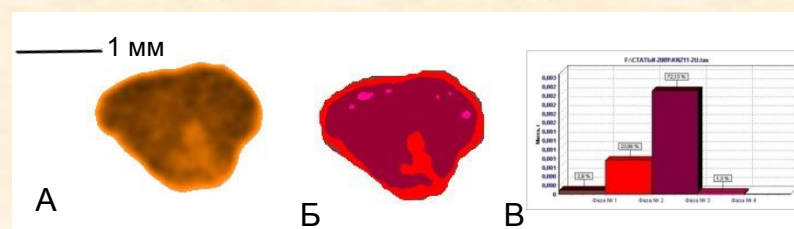
Характер распределения (эвтектические колонии), гетерогенное строение основных рудных фаз показывают, что физические методы обогащения будут неэффективны, целесообразно использовать химические методы



Форма выделения магнетита, (искусств. полиров. шлифы, николи —



Томограммы агрегатов магнетита: оливин – оранжевое, две фазы магнетита -голубое и красное, две фазы треворита - коричневое и малиновое, Ni в треворите – сиреневое (образец сравнения- алюминий марки А97 по ГОСТ 11069-85)



Томограмма: кристаллы магнетита в Fe-шлаках (красное и фиолетовое – магнетит)

Fe-содержащие металлургические шлаки

Fe-шлаки были более сложными по составу и строению. Их рудная составляющая представлена шпинелидами непрерывного изоморфного ряда шпинель-магнетит-хромит, диагностические линии которых недостаточно хорошо разрешимы на дифрактограммах (ФГУП «ВИМС», РФА), поэтому для исследования фазового состава и текстурно-структурной микронеоднородности была применена рентгеномография.

РТ-анализом в шлакообразующей матрице диагностированной как железосодержащий оливин, четко наблюдалось пятнистое, каемчатое сложение агрегатов, имеющее явно вторичное происхождение, связанное с техногенными процессами. В основном зерна магнетита отличаются неоднородностью и по существу их можно отнести к агрегатам, в которых соотношение рудообразующих фаз варьирует, но преобладающей фазой всегда является магнетит.

Зональность магнетита, фиксируемая на томограммах, как и в отраженном свете в искусственных шлифах-брикетах, может быть связана с частичным окислением магнетита, что приводит к образованию сильномагнитного минерала – маггемита $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, вследствие этого наблюдается тонкая переходная зональность изменений величин ЛКО. Вхождение в кристаллическую структуру шпинели Ni приводит к образованию собственной минеральной фазы – треворита, установленного РФА, что на томограммах фиксируется как сильнопоглощающие участки размером 10-30 мкм.

Компонент	Содержание, %
Na ₂ O	<0,2
MgO	8,16
Al ₂ O ₃	6,76
SiO ₂	9,62
P ₂ O ₅	0,12
S _{общ}	<0,1
SO ₃	<0,05
K ₂ O	<0,2
CaO	0,25
TiO ₂	0,22
V ₂ O ₅	0,063
Cr ₂ O ₃	3,15
MnO	0,78
Fe _{общ}	42,50
FeO	11,80
Fe ₂ O ₃	47,60
Co	0,08
Ni	0,40
C _{общ}	1,23
C _{орг}	0,89
CO ₂	1,08
п.п.п.	10,0
H ₂ O ⁻	6,38
H ₂ O ⁺	1,27

Fe-содержащие металлургические шлаки

Продукты магнитной сепарации Fe-шлаков

РТ на начальном этапе исследований выявила фазовую неоднородность и особенности строения, характер распределения основных полезных техногенных фаз в шлакообразующей массе, количественное соотношение выделенных фаз.

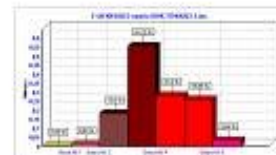
Полученные данные позволили дать прогнозную оценку технологических свойств металлургических шлаков – использование физических методов обогащения будет для них неэффективно, целесообразно использовать химические методы, принимая во внимание характер распределения и морфоструктурные характеристики техногенных фаз, гетерогенное строение основных рудных фаз треворит-магнезиоферрита и магнетита и их агрегатов.\

Неоднородность строения рудных фаз и агрегатов обусловлены как изоморфизмом, так и тесными срастаниями непосредственно фаз, в целом негативно влияет на обогащение физическими методами, но может способствовать «облагораживанию» материала для химического обогащения

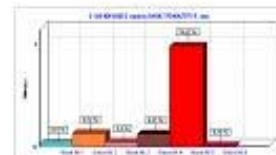
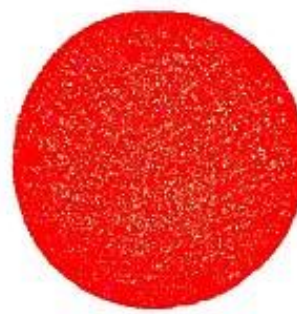
Ш16А 1-1



Ш16Б 1-1

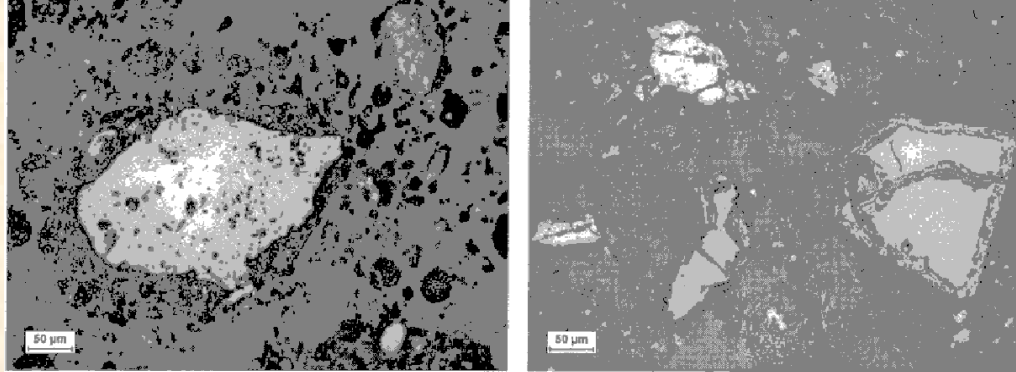


Ш17/1мф. 1-1



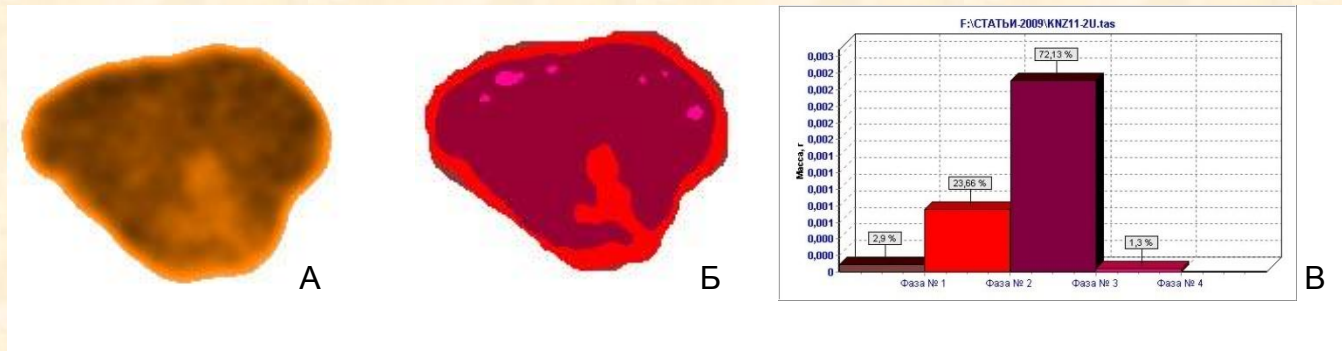


Комплексирование РТ и оптической минералогии на примере исследования металлургических шлаков



1 MM

Форма выделения магнетита, (искусств. полиров. шлифы: увел. x 50, николи –).



Томограмма кристаллов магнетита в Fe-шлаках: красное и фиолетовое – магнетит (образец сравнения- алюминий марки А97 по ГОСТ 11069-85).



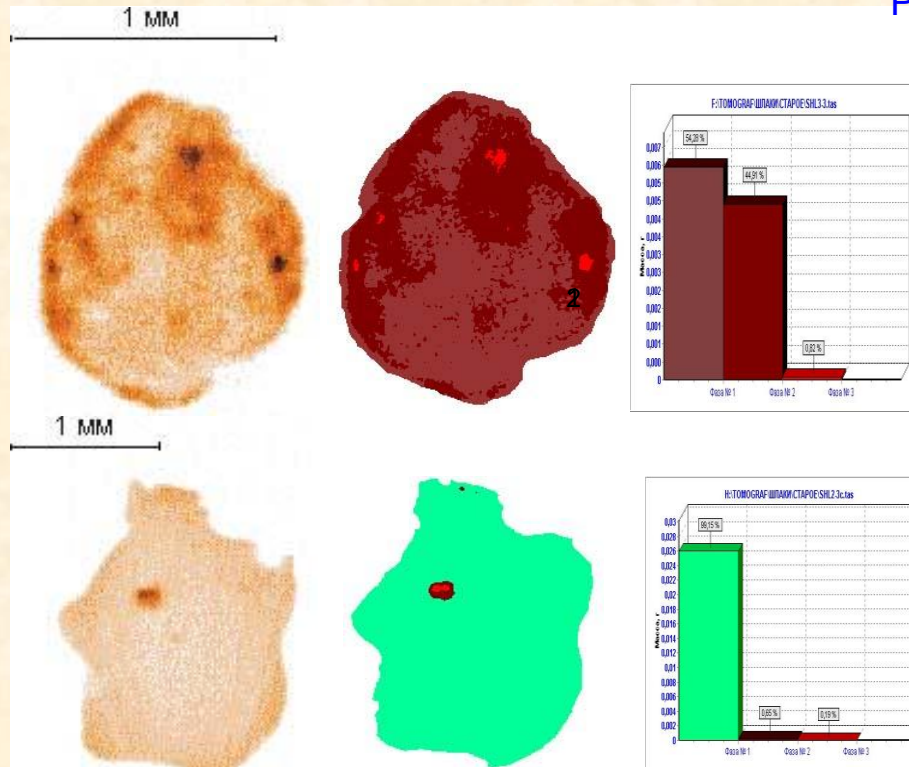
Рентгеномографическое исследование металлургических железосодержащих шлаков

Образец,		Выделяемые фазы и их α , (к Al – образцу сравнения)											
Исходный шлак	1-1	0,66			2,20-2,32	2,54	2,93	3,10		3,56		4,40	
	2-1			1,56-1,80	2,19		2,72	3,24-3,28			4,20		
	2-2		1,10-1,16	1,52-1,80	2,00	2,58-2,60		3,14-3,36		3,72		4,40	
	2-3			1,46-1,60	2,00-2,10		2,70			3,73			
	3-1			1,72	2,24	2,48	2,64-2,80						
	стекло		0,90-1,10										
Продукты обогащения	11-1			1,69-1,80		2,58-2,62	2,80						
	11-2				2,30	2,66				3,87	4,16		
	11-4				2,37		2,85	3,20		3,85	4,08		5,26
	11-3н						2,88		3,47				
	7/1	0,60	0,95	1,32	2,20-2,28	2,40							
	6/3-1		1,14	1,44-1,58	2,18-2,25	2,30							
	ТП*6/1			1,75	2,00-2,10	-	2,95-3,00		3,45			4,30	5,30
	ТП7/1			1,40	2,04-2,19	2,60	2,87			3,60		4,23	
	ТПсмс-1												
	ТПсмс-2											4,20	4,61
	ТП9/6исх. НМФ* $\rho > 3,2 \text{ г/см}^3$	0,56			2,18	2,51	2,87			3,85			
	ТП9/6исх. НМФ $\rho < 3,2 \text{ г/см}^3$	0,50-0,60	1,10		2,20	2,46							
	ТП10/5исх. НМФ $\rho > 3,2 \text{ г/см}^3$		1,20 кальцит	1,65	2,20	2,55	2,80						5,54
ТП10/5исх. НМФ $\rho < 3,2 \text{ г/см}^3$	0,55	1,05	1,89	2,20	2,50								
цвет	голубое	желтое	оранжевое	лососевое	васильковое	коричнево е	красное	т-кор	малиновое	треворит			
Минералы	альбит, лизардит, кварц		оливин, амфиболы	Fe- оливин	шпинель	хромит	магнетит, маггемит		магнетит	сиреневое			

* ТП – технологическая проба, НМФ – немагнитная фракция.
Образец сравнения - алюминий марки А97 по ГОСТ 11069-85



Техногенное минеральное сырье, прогноз свойств Ni-содержащих металлургических шлаков



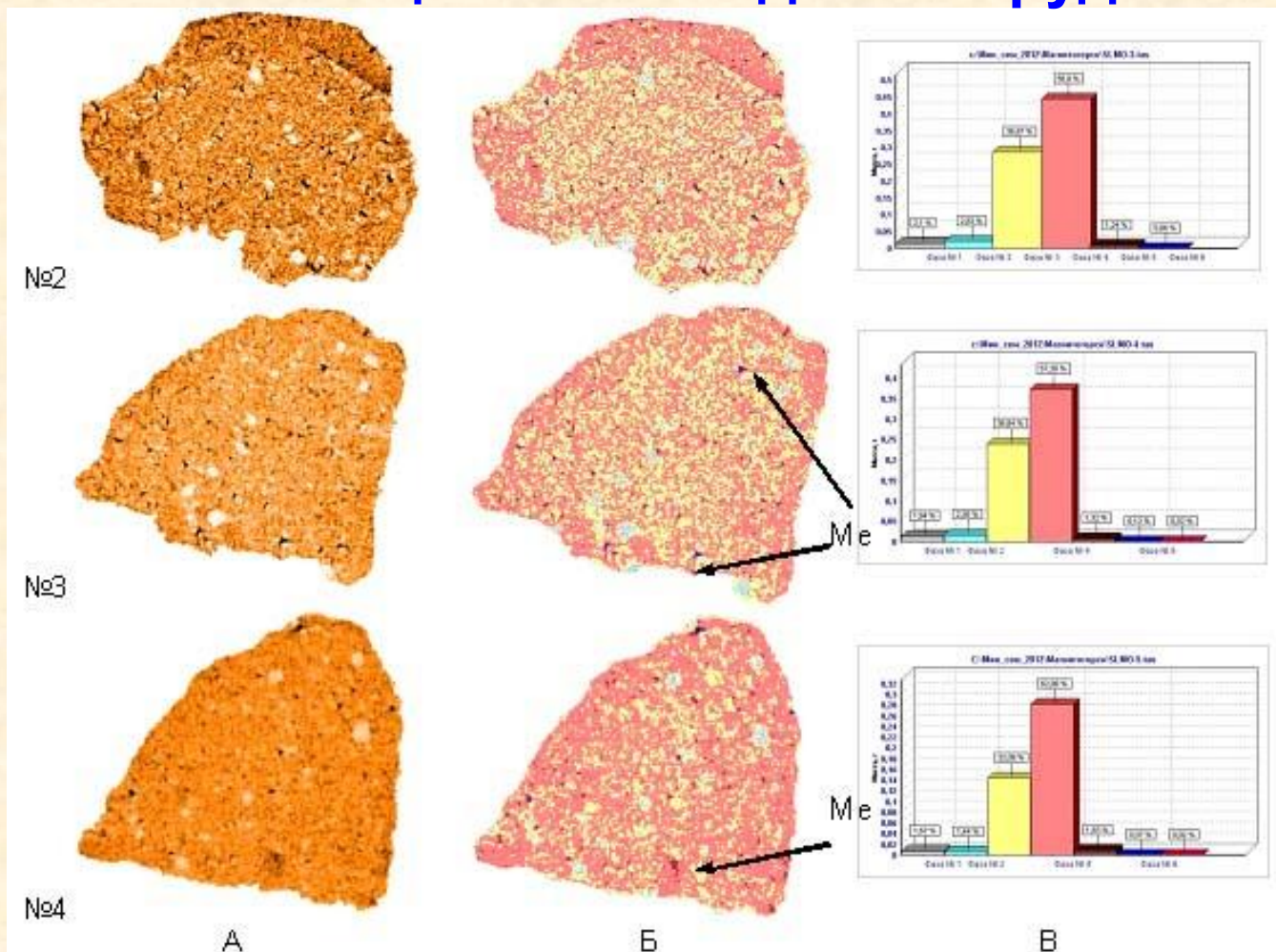
РТ никельсодержащих шлаков выполнена целью прогноза возможных направлений промышленной переработки, полученных после электроплавки силикатного сырья. Исследования проводились на материале исходной пробы крупностью более 1 мм, представленном стеклом (95%) серого, серо-черного и зеленовато-серого цвета, в котором неравномерно распределены включения рудных фаз (3%).

Фазы	α_z (Al- oc)
Стекло-I	0.70-0.95
Стекло-II (матрица)	1.57-1.72
Зональный инд.: внеш. зона 120 мкм внутр. зона 50 мкм	2.71 2.86; 3.43
Фаза-1	3.43
Фаза-2	4.12
Фаза-3	4.30
Фаза-4	20.02

РТ: агрегат треворита бурб-коричневого цвета, содержащий отдельные зерна магнезиоферрита (II) и осколок стекла черного цвета с двойной фазой треворит-магнезиоферрита в ореоле оксидов железа (I).

В магнезиоферрите присутствуют фазы, обладающие большим значением ЛКО, идентифицированные как треворит; отмечаются промежуточные фазы оксидов железа, образовавшиеся в результате замещения основной рудной фазы.

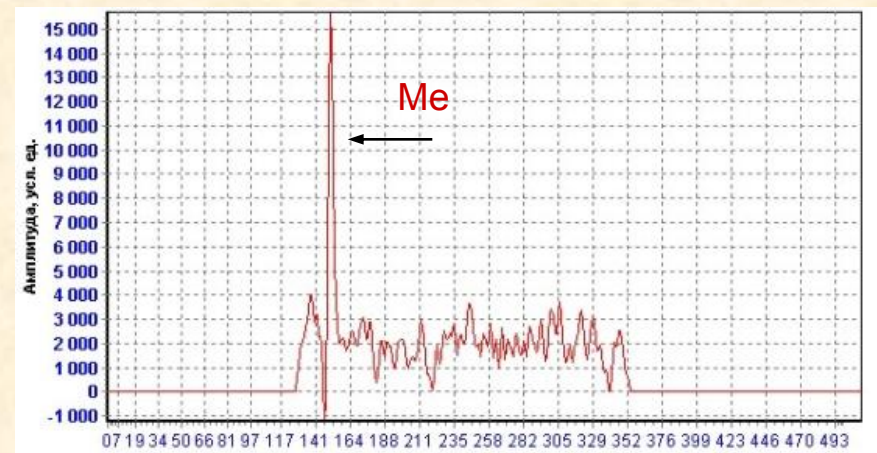
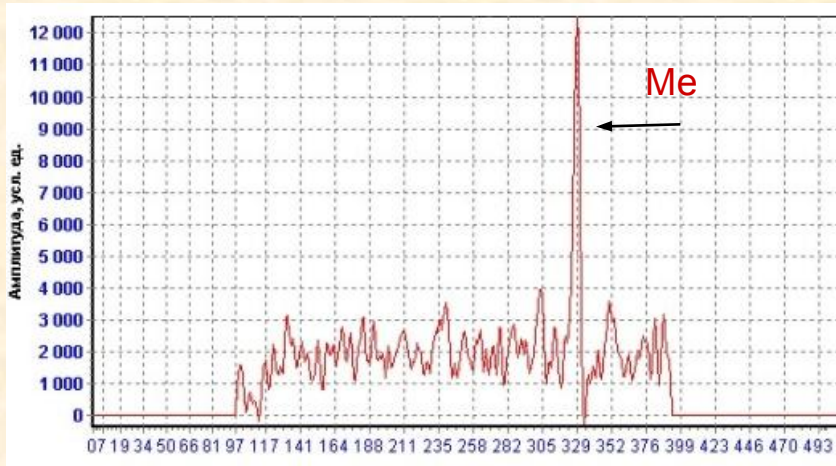
РТ исследование окомкованных хвостов обогащения колчеданных руд



РТ окомкованных хвостов обогащения колчеданных руд: томограмма (А); обработка по программе TomAnalysis –разделение на фазы (Б) и гистограмма процентного соотношения выделенных фаз (В) (микropоры – серое, гипс – голубое, кварц – желтое, тонкокристаллический пирит – лососевое, сфалерит – коричневое, халькопирит – синее, металл (Cu), показано стрелкой – малиновое.



РТ исследование окомкованных хвостов обогащения колчеданных руд



Графики распределения амплитуды ЛКО через место локализации металлической фазы (Cu)

РТ исследование окомкованных хвостов обогащения колчеданных руд

РТ исследование окомкованных хвостов обогащения колчеданных руд

Образец	Выделяемые фазы и α э (АI-образец сравнения)						
1	<0,3	0,8	0,90-1,1	3,8-3,95	5,6-5,7	6,8-7,0	
2	<0,3	0,8-0,9	1,10	3,8-3,95	5,8-5,9	6,9-7,2	
3	<0,3	0,8-0,9	1,04-1,1	3,95	5,7-6,0	7,0-7,5	15,0-15,6
4	<0,3	0,8-0,9	1,0-1,1	3,8-3,95	5,7-6,0	7,1-7,5	15,2-15,6
5	<0,3	0,8-0,9	1,0-1,1	3,8-3,95	5,7-6,2	7,2-7,5	
Содер., %	<5,0%	2,0-5,0%	31,5-37,0%	56,0-63,0%	1,2-2,0%	1,0-1,5%	~0,02%
Цвет рис.	серое	голубое	желтое	лососевое	синее	синее	малин.
Минералы	микропоры	гипс	кварц	пирит	сфалерит	халькопирит	металл (Cu)



Вывод:

метод рентгеновской микротомографии в исследовании техногенного минерального сырья – металлургических шлаков, окатышей – позволяет выявлять фазовую неоднородность, характер распределения и размер рудных техногенных фаз, их количество в шлакообразующей массе, устанавливать присутствие полезных фаз, давать экспрессную прогнозную оценку их технологических свойств при вовлечении во вторичную переработку.



Спасибо за внимание!

