

*А.А. Хилько¹, Л.М. Симонян¹, А.А. Лысенко²,
О.В. Асташкина², А.А. Михалчан²*

¹ Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

² Санкт-Петербургский государственный университет технологии и дизайна

МОРФОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ЭЛЕКТРОСТАЛЕПЛАВИЛЬНОЙ ПЫЛИ

Аннотация. Изучен дисперсный состав и морфология электросталеплавильной пыли при помощи оптической электронной сканирующей микроскопии. Рассмотрена возможность выделения ультрадисперсных частиц и отделение крупных механическим перемешиванием в воде. Проведено седиментационное разделение частиц на три фракции и определена характеристика частиц пыли из каждой фракции.

Ключевые слова: электросталеплавильная пыль, морфология, частицы пыли, легкая фракция, сканирующая микроскопия, суспензия.

MORPHOLOGICAL FEATURES OF THE ELECTRIC STEEL DUST

Abstract. Dispersed composition and morphology of the electric steel dust have been studied by optical scanning electron microscopy. Possibility of allocating ultrafine particles and separation of large mechanical stirring in water was considered. Sedimentation separation of particles into three fractions was conducted and dust particles characterization from each fraction was determined.

Keywords: electric steel furnace dust, morphology, dust particles, light fraction, scanning microscopy, suspension.

Металлургическая пыль представляет собой дисперсный порошок, размеры частиц которого могут варьироваться от нескольких нанометров до сотен микрон. При этом частицы пыли могут быть плотными, рыхлыми, полыми, пористыми, состоять из кристаллических образований [1 – 4]. Морфологические особенности дисперсных материалов являются одним из наиболее важных факторов, определяющих их свойства и возможности дальнейшего использования.

В ранее выполненных работах [5 – 7] по изучению электросталеплавильной пыли [из рукавного фильтра за шахтной дуговой сталеплавильной печи (ДСП)] авторами было показано, что значительная доля частиц размером 200 – 500 нм имеет правильную шаровидную форму с дефектами («вмятинами»), напоминающими усадочную раковину. Подобные морфологические особенности свидетельствуют о том, что частицы образованы при конденсации паров металлов и их оксидов в печном пространстве. Предшествующие эксперименты [5 – 7] показали наличие в пыли более легкой фракции, состоящей из осколков частиц неправильной формы и образований в виде кристаллов, на которых были отчетливо видны скопления мелких шарообразных частиц размером 200 нм и менее. Это позволило предположить, что легкая фракция состоит из пыли сыпучих материалов и мелких фрагментов частиц графита, на которых осела ультрадисперсная пыль оксидов металлов. Однако выделить в этих экспериментах ультрадисперсную составляющую пыли было невозможно. Известно, что мелкие частицы, находящиеся во взвешенном состоянии в жидкостях и газах, могут образо-

вать рыхлые хлопьевидные скопления, так называемые флоккулы, которые имеют разную форму [8]. Исследование морфологии этих образований позволяет пролить свет на ультрадисперсную составляющую электросталеплавильной пыли.

Целью настоящей работы было изучение дисперсного состава и морфологии электросталеплавильной пыли при помощи оптической и электронной сканирующей микроскопии.

Исследование дисперсного состава пыли методом оптической микроскопии проводили на комплексе аппаратурно-программной визуализации морфологии препаратов, анализа и регистрации их морфологических особенностей AXIOSKOP-40, Германия, увеличение 1450. Для этого навеску полидисперсного порошка наносили равномерным слоем на предметное стекло и при помощи программного обеспечения прибора выделяли области, соответствующие индивидуальным частицам или небольшим агломератам. Основные сложности в проведении эксперимента были связаны с равномерным нанесением порошка на предметное стекло и с идентификацией отдельных частиц. Усредненные результаты пяти параллельных экспериментов с числом идентифицированных частиц в каждом случае от 8 до 19 представлены в табл. 1.

Анализ полученных данных показал, что средняя площадь частиц колеблется от 1,5 до 2,2 мкм². Фактор круга, который является показателем формы частиц и характеризует приближение формы частиц к идеальному кругу, был в пределах от 0,74 до 0,93 (фактор идеального круга равен 1). Значения данного показате-

Таблица 1

Характеристика частиц пыли в сухом порошке

Число частиц	Площадь, мкм ²	Фактор круга, отн. ед.
8	1,50	0,87
19	1,80	0,88
13	2,17	0,88
8	1,86	0,74
13	2,05	0,93

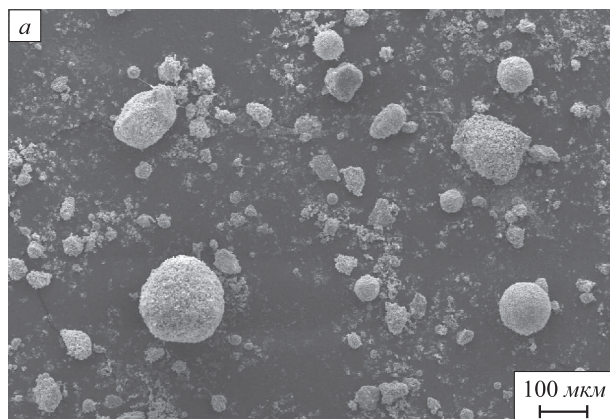
ля с большой вероятностью характеризуют форму частиц как сферическую.

С целью увеличения точности измерений и выделения индивидуальных частиц из агломератов, порошки электросталеплавильной пыли диспергировали в хорошо смачивающей их жидкости (воде) путем интенсивного механического перемешивания. Очевидно, что седиментация частиц различной плотности и размера происходит с разной скоростью. Это позволило отобрать по высоте пробирки три различные фракции: из верхней части, из середины и из осадка. Выделенные фракции помещали на предметное стекло и высушивали. Подготовленные препараты исследовали на приборе AXIOSKOP-40. Усредненные результаты двух параллельных экспериментов с числом идентифицированных частиц в каждом случае от 51 до 111 представлены в табл. 2.

Таблица 2

Характеристика частиц пыли из различных фракций суспензии

Фракция	Число частиц	Площадь, мкм ²	Фактор круга, отн. ед.
Верх	77 – 111	0,95 – 1,03	0,88 – 0,93
Середина	55 – 79	1,05 – 1,20	0,80 – 0,83
Осадок	51 – 70	1,14 – 1,25	0,93 – 0,95



Форма идентифицированных частиц во всех фракциях очень близка к сферической. Можно предположить, что легкая фракция, взятая с поверхности суспензии, с большой долей вероятности состоит из рыхлых (пористых или полых) образований, которые также могут иметь термическую природу. Авторы работы [1] также указывают на наличие полых сферических частиц в пылевых образованиях ДСП. Сравнивая полученные результаты измерений размеров частиц из сухого порошка и из его суспензий (табл. 3), следует отметить, что диспергирование в воде позволяет идентифицировать большее число индивидуальных частиц и определить их средний размер с большей точностью.

Таблица 3

Характеристика частиц пыли в сухом порошке и водных суспензиях

Параметр	Сухой порошок	Водная суспензия		
		осадок	середина	верх
Площадь, мкм ²	1,50 – 2,20	1,14 – 1,25	1,05 – 1,2	0,95 – 1,03
Фактор круга	0,74 – 0,93	0,93 – 0,95	0,8 – 0,83	0,88 – 0,93

Анализ морфологических особенностей частиц пыли до и после суспендирования проводили при помощи электронной сканирующей микроскопии на микроскопе JSM 6390 фирмы JEOL, Япония, при увеличении от 100 до 30 000. На рис. 1 представлены фотографии частиц порошка до суспендирования. При малом увеличении (рис. 1, а) видны очень крупные агломераты размером более 100 мкм. Эти агломераты состоят из мелких частиц, размеры которых лежат в пределах от 180 до 680 нм, что хорошо видно при увеличении 20 000 (рис. 1, б).

На рис. 2 представлен общий вид (а) и морфология (б) частиц из верхней части суспензии. Для данного образца характерно отсутствие крупных агломератов частиц,

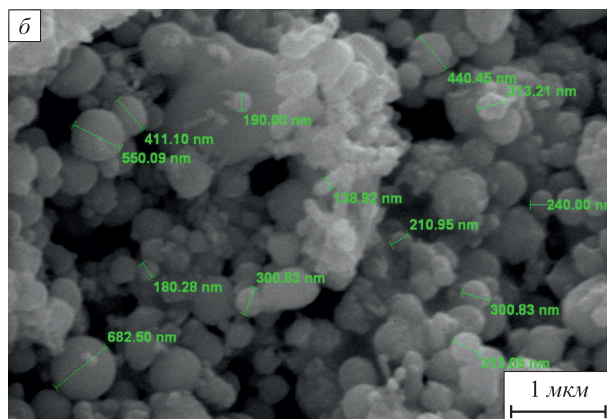


Рис. 1. Морфология исходного порошка

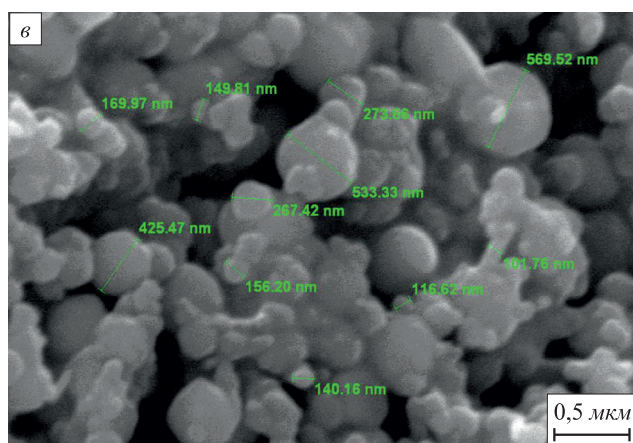
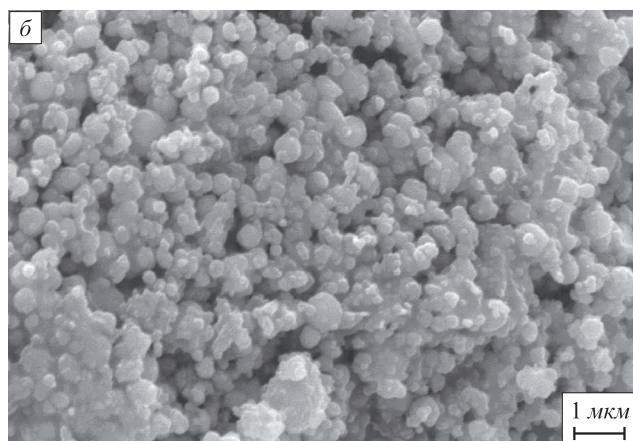
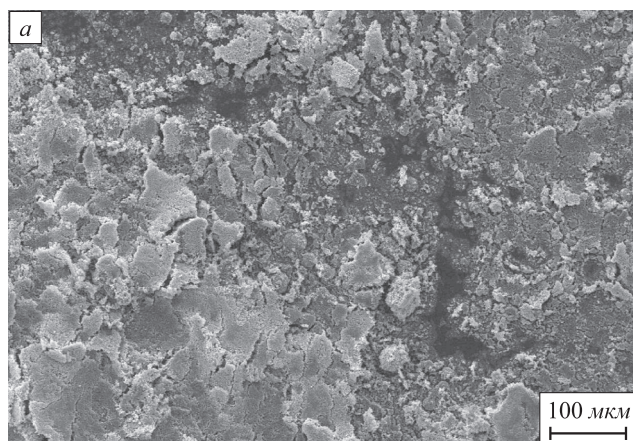


Рис. 2. Морфология образца из верхней части суспензии

частицы формируют равномерный слой (рис. 2, *а*). При ближайшем рассмотрении (рис. 2, *б*, $\times 10\,000$) видно, что состав данной фракции относительно однороден. При увеличении $30\,000$ (рис. 2, *в*) различимы частицы со средними размерами от 150 до 570 нм, однако также присутствуют частицы с размером 101 – 116 нм и менее, формирующие агломераты вокруг более крупных частиц.

Общий вид образца, взятого из средней части суспензии, представлен на рис. 3, *а*. В этой фракции присутствуют агломераты частиц с размерами от 1 мкм и менее до 20 мкм и более, что все равно значительно

меньше размеров агломератов в исходном порошке. При большем увеличении (рис. 3, *б*, $\times 15\,000$) видно, что размер частиц находится в интервале от 120 до 375 нм, однако сами частицы окружены аморфной массой, что может свидетельствовать о наличии аморфных примесей в порошке.

Исследование осадка, т.е. самой тяжелой фракции суспензии показало, что в нем частицы находятся в форме либо крупных шаровидных агломератов, либо в виде достаточно плотной массы размером от 20 до 50 мкм (рис. 4, *а*, $\times 1000$). Для данной фракции, также как и для фракции из середины суспензии, характерно наличие плотной аморфной массы. При большем увеличении (рис. 4, *б*, $\times 20\,000$) в аморфной массе удастся выделить отдельные частицы размером от 140 до 800 нм и более.

Результаты, полученные при помощи оптической и сканирующей микроскопии, хорошо сопоставимы и дополняют друг друга. И крупные агломераты частиц, и индивидуальные частицы имеют сферическую форму, что подтверждается большими значениями фактора круга ($0,80$ – $0,95$), близкими к 1 . Размеры агломератов частиц в сухом порошке доходят до 100 мкм и более. Однако они легко разбиваются механическим перемешиванием в воде. Подобные результаты были получены авторами методом лазерной дифракции на анализаторе

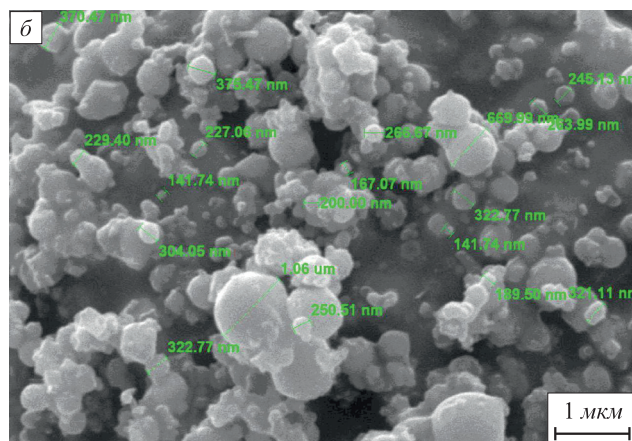
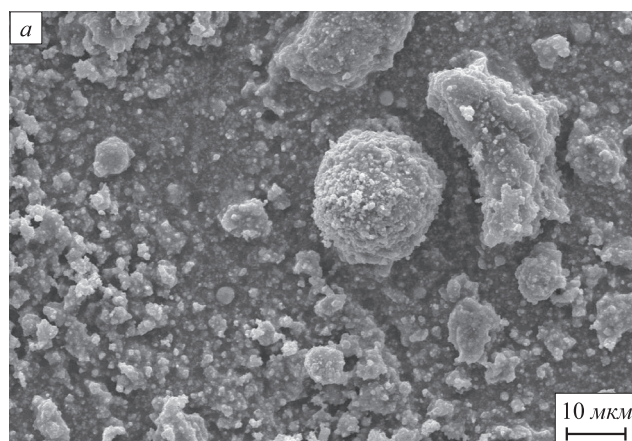


Рис. 3. Морфология образца из средней части суспензии

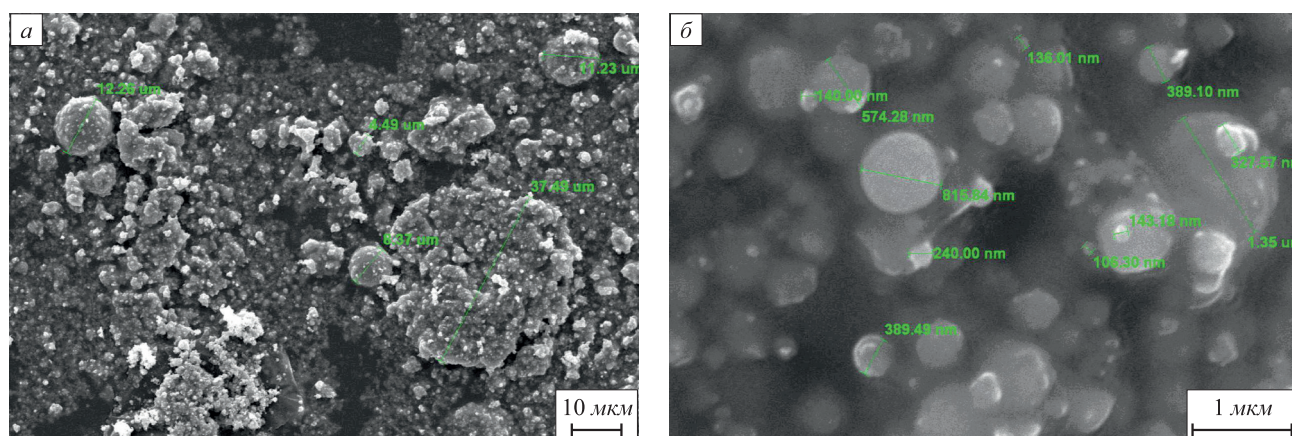


Рис. 4. Морфология образца из осадка

частиц ANALYSETTE 22 Micro Tec plus [9]. Это дает перспективную возможность фракционирования порошка с целью выделения ультрадисперсных частиц и отделения крупных частиц, а также удаления примесных и аморфных соединений, которые выпадают в осадок.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Guézennec A.-G., Huber J.-C., Patisson F., et al. // Powder Technology. 2005.
2. D' Souza N.S. Thermal remediation of stainless steel electric arc furnace (EAF) dust // Pro Quest Information and Learning. 1999.
3. Стовпченко А.П., Камкина Л.В., Пройдак Ю.С. и др. // Электromеталлургия. 2009. № 8. С. 29 – 36.
4. Деревцов И.В., Марковский С.Н., Фомичев В.Б. и др. // Цветные металлы. 2007. № 7. С. 38 – 44.
5. Симонян Л.М., Хилько А.А., Лысенко А.А. и др. // Изв. вуз. Черная металлургия. 2010. № 11. С. 68 – 75.
6. Симонян Л.М., Хилько А.А., Зубкова С.В. // Электromеталлургия. № 8. 2010. С. 24 – 28.
7. Симонян Л.М., Хилько А.А., Михалчан А.А. и др. // Изв. вуз. Технология легкой промышленности. 2011. № 2. С. 67 – 71.
8. Фукс Н.А. Механика аэрозолей. – М.: Изд-во АН СССР, 1955. – 353 с.
9. Симонян Л.М., Хилько А.А. Пылеобразование при выплавке стали (электросталеплавильное производство) // Lambert Academic Publishing, ISBN 978-3-8465-4256-9. 2011. – 99 с.

© 2013 г. А.А. Хилько, Л.М. Симонян, А.А. Лысенко,
О.В. Асташкина, А.А. Михалчан
Поступила 21 марта 2013 г.