

**ҚАРАТАУ ФОСФОРИТТЕРІНІҢ ҚҰРАМЫНАН ТЕМІР ЖӘНЕ МАРГАНЕЦ  
ҚОСЫЛЫСТАРЫН БӨЛУ ЖӘНЕ КӨМІРТЕКТІ ТЕМІР-МАРГАНЕЦ  
ҚҰРАМДЫ НАНОБӨЛШЕКТЕРДІ СИНТЕЗДЕП АЛУ**

**САДИЕВА Х.Р., НУРЛЫБАЕВА А.Н., МАРХАБАТОВ Н.**

*М.Х. Дулати атындағы Тараз өңірлік университеті*

*Аңдатпа:* Мақалада Қаратау фосфориттерінің құрамынан темір және марганец қосылыстарын бөліп алу үрдістері қарастырылған. Зерттеу жұмысы барысында Қаратау фосфориттері қалдықтарынан бөлінген темір-марганец қосылыстарын бөліп алып, «CN-CVD-100» әдісімен көміртегі нанотүтікшесінде көміртекті темір-марганец құрамды нанобөлшектер алынды.

*Түйінді сөздер:* фосфор шикізаты, темір, марганец, атомдық-эмиссиялық спектроскопия, нанотүтікше

**РАЗДЕЛЕНИЕ СОЕДИНЕНИЙ ЖЕЛЕЗА И МАРГАНЦА ИЗ СОСТАВА  
ФОСФОРИТОВ КАРАТАУ И СИНТЕЗ НАНОЧАСТИЦ УГЛЕРОДНОГО ЖЕЛЕЗО-  
МАРГАНЦЕВОГО СОСТАВА**

*Аннотация:* В статье описан процесс отделения соединений железа и марганца из состава фосфоритов Каратау. Извлечено железо-марганецсодержащих соединений из отходов фосфоритов Каратау и получения наночастиц углеродных нанотрубок железа марганцевого состава методом «CN-CVD-100».

*Ключевые слова:* фосфорное сырье, железо, марганец, атомно-эмиссионная спектроскопия, нанотрубки

**SEPARATION OF IRON AND MANGANESE COMPOUNDS FROM KARATAU  
PHOSPHORITES AND SYNTHESIS OF CARBON IRON MANGANESE  
NANOPARTICLES**

*Abstract:* The article describes the process of separating iron and manganese compounds from the composition of Karatau phosphorites. Extracted iron-manganese-containing compounds from waste of Karatau phosphorites and preparation of carbon nanotubes of manganese iron composition by the "CN-CVD-100" method.

*Key words:* phosphoric raw materials, iron, manganese, atomic emission spectroscopy, nanotubes

Жамбыл облысындағы Қаратау кен орнындағы күрделі және тұрақты емес кендердің құрамы; біріншіден, зиянды қоспалардың және екінші кезекте – доломит қосылысы түріндегі магнийдің болуы кендерді экстракциялау тәсілі арқылы фосфор қышқылына тікелей өндеу барысын қиындата түседі.

Қаратау кен орнының фосфоритті шикізатын бұл жағдайда сары фосфорға өндеудің электротермиялық әдісінің кең таралуына басты себептердің біріне айналды. Сонымен қатар Қазақстан Республикасының Ақтөбе облысында Богданов және Шилісай кен орындары кездеседі. Бұл кендердің фосфориттері

электротермиялық өңдеу үшін әлеуетті көз ретінде қарастыра алады. Фосфоркұрамды кендердің орташа химиялық құрамы келесідей (%):  $P_2O_5$  -12; е.қ.-53,36;  $CO_2$  -2,83; CaO-20,54;  $H_2O$  -0,85;  $TiO_2$  -0,07;  $SiO_2$  -52,34;  $Fe_2O_3$  -2,23; MnO-0,03 [1].

Фосфоритті өңдеу кезінде түзілетін қатты қалдықтардың құрамын атомды-эмиссиялық

спектроскопиялық талдау нәтижелері 1-кестеде көрсетіледі. Зерттеу келесідей жүргізілді: 250 мл конусты колбаға 2,5 г анықталатын заттан өлшеп алып, оған 5 мл дистилденген су, 50 мл азот және тұз қышқылын ( $HNO_3$  (65-68% масс.) – HCl (32-35% масс.) 1:3 қатынасында құйып тұнба ерігенше 30-40 минут қайнатылады, алынған ерітіндіні фильтр

**1 кесте – Қаратау фосфориттерінің құрамындағы элементтерді атомдық-эмиссиялық спектроскопиялық әдіспен анықтау**

Сынама	Элементтің өлшемі (нм)	Концентрация	Өлшем бірлігі
Бастапқы фосфорит			
1	Se (196,026 nm)	0,38	mg/L
2	Zn (213,857 nm)	0,05	mg/L
3	Cd (228,802 nm)	0,02	mg/L
4	Sr (407,771 nm)	0,25	mg/L
5	Ba (455,403 nm)	0,12	mg/L
6	Cu (324,754 nm)	0,01	mg/L
7	Ni (352,454 nm)	0,00	mg/L
8	As (193,695 nm)	0,84 u	mg/L
9	Co (340,512 nm)	0,00 u	mg/L
10	Pb (405,781 nm)	0,06	mg/L
11	K (766,491 nm)	0,14	mg/L
12	Mo (379,825nm)	0,01	mg/L
13	Mn (403,076nm)	0,15	mg/L
14	Cr (425,433 nm)	0,04	mg/L
15	Al (396,152 nm)	1,66	mg/L

**2 кесте – Қаратау фосфориттерін өңдеу кезіндегі қатты қалдықтардың құрамын атомдық-эмиссиялық спектроскопиялық әдіспен анықтау**

Сынама	Элементтің өлшемі (нм)	Концентрация	Өлшем бірлігі
Бастапқы фосфорит			
1	Se (196,026 nm)	0,29	mg/L
2	Zn (213,857 nm)	0,01	mg/L
3	Cd (228,802 nm)	0,01	mg/L
4	Sr (407,771 nm)	0,15	mg/L
5	Ba (455,403 nm)	0,01	mg/L
6	Cu (324,754 nm)	0,01	mg/L
7	Ni (352,454 nm)	0,03	mg/L
8	As (193,695 nm)	0,45u	mg/L
9	Co (340,512 nm)	0,00 u	mg/L
10	Pb (405,781 nm)	0,03	mg/L
11	K (766,491 nm)	0,04	mg/L
12	Mo (379,825nm)	0,00	mg/L
13	Mn (403,076nm)	0,02	mg/L
14	Cr (425,433 nm)	0,00	mg/L
15	Al (396,152 nm)	0,31	mg/L

қағазымен 250 мл өлшеуіш колбаға сүзеді. Фильтр қағазындағы тұнбаны ыстық сумен шайып, өлшеуіш колбаның белгісіне дейін дистилденген суды құяды. Алынған ерітіндіден 1 немесе 2 мл аликвота алып 100 мл өлшеуіш колбаға орналастырып, дистилденген суды белгісіне жеткізеді. Алынған ерітіндіні атомды-эмиссиялық спектроскопиялық әдіспен зерттейді.

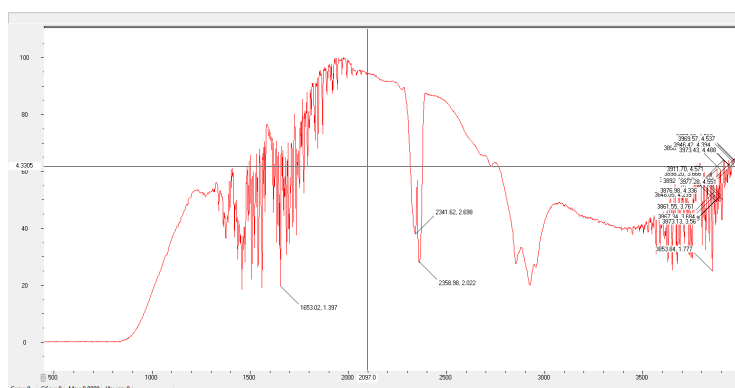
Сонымен қатар салыстырмалы түрде Қаратау фосфоритінің құрамындағы элементтер атомды-эмиссиялық спектроскопиялық әдіспен зерттелінді. Зерттеу нәтижелері 2-кестеде берілген.

1-2 кестеде көрсетілгендей, Қаратау фосфориттерін өңдеу кезіндегі қатты қалдықтардың құрамын атомды-эмиссиялық спектроскопиялық әдіспен анықтау кезіндегі сынамада элементтер аз мөлшерде екені байқалады. Аталған марганец концентрациясы  $\sim 0,15 \text{ mg/L}$  –  $0,02 \text{ mg/L}$ -ға дейін төмендегені көрінеді.

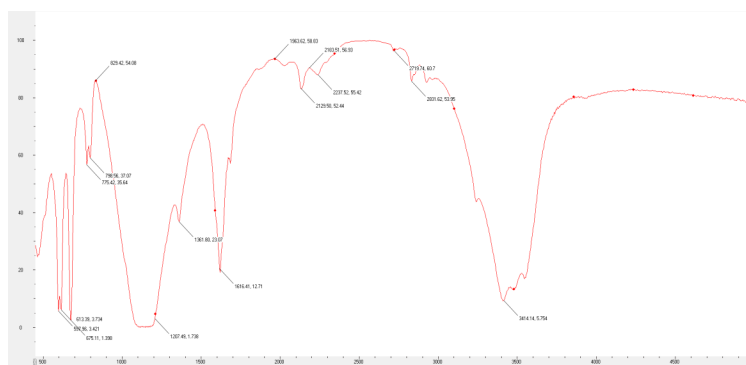
Фосфоритті өңдеу кезінде түзілетін қатты қалдықтардың құрамын ИҚ-спектроскопиялық әдісімен анықтау келесідей жүргізілді:

Қатты қалдықтан 0,003 г және 0,297 г калий бромнан аналитикалық таразыда өлшеп алып, 3-4 минут престеліп таблетка жасалынып ИҚ Фурье аппаратында түсірілді. Нәтижелері 1-2-суретте көрсетілген.

Суреттен көрініп тұрғандай,  $2454 \text{ cm}^{-1}$  жиіліктегі әлсіз көрсетілген жолақтар фосфор қышқылына тән,  $643 \text{ cm}^{-1}$  жиіліктегі орташа көрсетілген жолақтар сульфат иондарына тән. Әлсіз  $500 \text{ cm}^{-1}$ ,  $782 \text{ cm}^{-1}$  жиіліктердегі жолақтар силикат ионына,  $1612 \text{ cm}^{-1}$  жиіліктегі қарқынды,  $644 \text{ cm}^{-1}$  жиіліктегі әлсіз жолақтар қатары – темір сульфаты ионына,  $550 \text{ cm}^{-1}$  жиіліктегі қарқынды жолағы – стронций хлорид ионына,  $2184 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1328 \text{ cm}^{-1}$  жиіліктердегі әлсіз жолақтары – марганец сульфаты ионына және  $598 \text{ cm}^{-1}$  жиіліктегі күшті жолағы мен  $831 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1966,7 \text{ cm}^{-1}$  жиіліктегі әлсіз жо-



1 сурет – Эталон ретінде  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  алынды және осы эталон арқылы Қаратау фосфориттерін өңдеу кезіндегі қатты қалдықтардың құрамынан темір иондары 2-суреттен салыстырмалы түрде анықталды



2 сурет – Қаратау фосфориттерін өңдеу кезіндегі қатты қалдықтардың құрамын ИҚ-спектроскопиялық әдісімен зерттеу

лақтары – магний фосфаты ионына,  $608 \text{ см}^{-1}$  жиіліктегі күшті жолақтары алюминий сульфаты ионына сәйкес келеді. Жасалынған химиялық сараптамада көрсетілгендей, темір, марганец, алюминий, магний, стронций қосылыстары – сульфат, хлорид және фосфат қосылыстары түрінде болуы мүмкін.

Азот қышқылы мен тұз қышқылында ыдыратылған фосшикізат және фосфорит қалдықтарын сүзіп бөліп алған соң, сұйық фазаға 10-15% NaOH ерітіндісін құйған кезде, темір және марганец қосылыстары тұнбаға түседі. Содан кейін тұнбаны сүзіп, кептіріп темір және марганец құрамды қосылыстардан таблеткалар жасалынды. Осы таблеткаларды «ULVAC JAPAN, Ltd.» компаниясының көміртегі нанотүтікшесі құрылғысында «CN-CVD-100» әдісімен зерттеу жүргізілді. Бұл құрылғы зерттелетін қосылыстарды немесе заттарды таблетка ретінде пресстеп дайындап көлемі  $1 \text{ см}^2$  болатын металл төсегіште (металлической подложке) қойып, көміртегі нанотүтікшесінде өсіруге негізделген. Дайын болған таблеткаларды көміртегі нанотүтікшесінде 1 сынаманы 7 минут уақытқа және 2 сынаманы 10 минутқа қойып, зерттеу жүргізілді. Құрылғы 3 жүйеден тұрады; 1) Өсіру жүйесі, 2) Вакуумдық жүйе, 3) Электрлі жүйе.

Өсіру камерасының ішкі диаметрі 55 мм ұзындығы 240 мм. Камераның ішкі жағында салқындатқыш ауа үрлейтін вентилятормен жабдықталған металл экраны болады. Зерттелетін заттарды диаметрі 1 дюйм (25 мм) болатын металл төсегішке орналастырады. Вакуумдық жүйе өнімділігі 100 л/мин форвакуумдық насоспен жабдыкталады. Өлшегіш

құрылғыда – диафрагменді вакуумметр орнатылған. Газдарды жіберу (беру) жүйесінде 2 газ өлшеуіш болады. Газ өлшеуіштер сутегі –  $H_2$  және метан –  $CH_4$  газдарының босатылуы (берілуі) қамтамасыз етіп отырады. Басқару жүйесіндегі вакуумдық айдау сенсорлы экран арқылы қолмен басқарылады.

1 Газды жіберу (беру) жүйесінде газды жіберу (беру) жылдамдығы бақылауда болады,  $100 \text{ см}^3/\text{секунда}$  сутегі мен метан газы жіберіліп отырады. Газ тәрізді азот технологиялық газды сұйылту үшін қолданады, газды жіберу жылдамдығы 20 л/минут болуы керек.

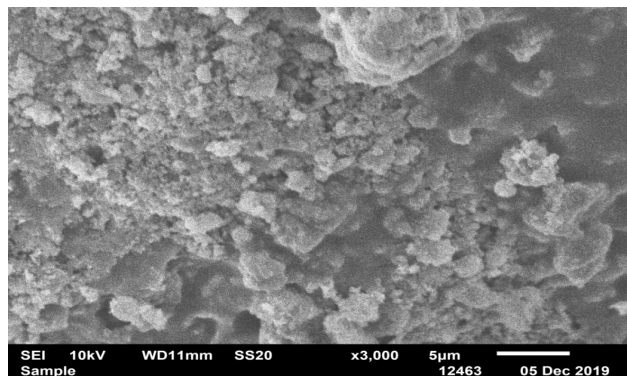
2 Төменгі болтты бұрап, кварцты шыны түтікшені орнату қажет. Төменгі болтты босатқан соң половинді фланец орнатылып, салқындатқыш вентилятор қосылады.

3 Құрылғыға зерттелетін затты орнатып көміртегі нанотүтікшені іске қосқан соң сенсорлы экранда «CN-CVD-100» әдісімен зерттеуге дайындығы сигнал арқылы белгілі болады.

4. Зерттеуге дайындалған заттарды металл төсегішке қойып, оны құрылғыға бекітіп, плазмамен жабдықталған кварцты шыны түтікшені көміртегі нанотүтікшесіне бағыттап іске қосқан соң, газ жіберу жүйесінен 260-280 кПа қысыммен метан газы беріледі,  $600^\circ\text{C}$  температурада метан газы жанып, сутегі ыдырайды, түзілген көміртегі темір төсегіште орнатылған зерттелетін заттың бетіне біртіндеп көміртегі қонып өсіп жетіледі. Дайындалған таблетканы көміртегі нанотүтікшесі құрылғысында «CN-CVD-100» әдісімен зерттеу жүргізілді. Зерттелетін қосылыстарды металл төсегішке орналастырып, көміртегі нанотүтікшесінде 15 минут

### 3 кесте – Тұз қышқылында ыдыратылған және темір-титан құрамды фосфошикізат сынамасын рентгенфазалық әдіспен зерттеу нәтижелері

Спектрлер	C	O	Na	Mg	Al	Si	P	S	Cl	Ca	Ti	Fe	Ni	Барлығы
Спектр 1	12,69	38,63	13,78	1,81	1,99	0,22	4,63	0,07	7,47	13,95	0,07	4,64	0,07	100
Спектр 2	17,68	34,83	13,04	1,02	1,54	0,39	4,14	0,20	9,87	12,08	0,32	4,69	0,19	100
Спектр 3	16,42	34,98	14,52	1,26	1,59	0,21	4,49	0,07	11,25	11,81	0,05	3,19	0,16	100
Арифметикалық ортасы	15,60	36,15	13,78	1,36	1,70	0,27	4,42	0,11	9,53	12,61	0,15	4,17	0,14	100



3 сурет – «CN-CVD-100» әдісімен көміртегі нанотүтікшесі өсірілген

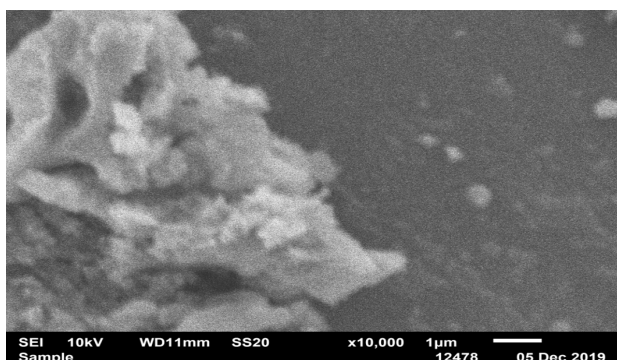
уақытқа қойылып 280 кПа қысыммен метан газы беріледі, 600°C температурада метан газы жанып, сутегі ыдырайды. Түзілген көміртегі темір төсегіште орнатылған зерттелетін заттың бетіне біртіндеп көміртегі қонып өсіп жетіледі. Зерттеу нәтижесінде таблетканың түсі қара түске өзгерді. Таблетканы құрылғыдан түсіріп, суытып, растрлы электрондық микроскопиялық әдіспен оның микроқұрылымын және рентгентфазалық құрамын зерттеу жұмысы жүргізілді.

3-суретте «CN-CVD-100» әдісімен көміртегі нанотүтікшесі өсірілген тұз қышқылында ыдыратылған және натрий гидроксидімен тұнбаға түсірілген фосшикізат сынамасын растрлы электронды микроскоппен түсірілген микроқұрылымы 3000 есе үлкейтілген 5 нанометрмен өлшеніп көрсетілген.

Көміртегі ферромарганец өндірісі бұрын домна пештерінде жүргізілген, алайда электр қуаты арзандаған сайын, кокс тапшылығы жоғарылап, марганец кені өндірісі төмен жә-

не сапасы төмен өндіріске тартылу қажеттілігі туындады, ферромарганец электр пештерінде ерітілді [2].

Көміртекті ферромарганец екі жолмен шығарылады – ағынды және ағынсыз. Осы әдістердің екіншісінің бірқатар артықшылықтары бар, атап айтқанда кеннен марганец алу және жоғары балқытылған пештердің өнімділігі жоғарылайды, тазартылған ферромарганецте фосфордың мөлшері төмен, өйткені оны балқыту кезінде пайда болған марганец қожын пайдалану кезінде көміртегі ферромарганецін өндірудің ағынсыз әдісі. Алайда нашар кендерден көміртегі ферромарганецті тек флюс әдісімен алуға болады, өйткені бұл рудада кремний көп. Ферромарганецті балқыту кезінде MnO марганецінің азаюы редукция процестерінде үлкен роль атқарады, өйткені жоғары марганец оксиді жоғары температурада ыдырайды: 480°C, марганец пероксиді  $MnO_2$  реакция арқылы марганец оксидіне айналады:



4 сурет – «CN-CVD-100» әдісімен көміртегі нанотүтікшесі өсірілген

#### 4 кесте – Тұз қышқылында ыдыратылған және темір-марганец құрамды фосфориттің қалдығы сынамасын рентгентфазалық әдіспен зерттеу нәтижелері

Спектр-лер	C	O	Na	Mg	Al	Si	P	S	Cl	Ca	Ti	Mn	Fe	Zn	Барлығы
Спек1	21,51	22,81	14,90	1,26	1,58	0,20	4,89	0,49	14,58	13,58	0,00	0,11	3,63	0,41	100
Спек2	21,80	22,51	14,82	1,29	1,62	0,22	4,21	0,46	15,44	13,00	0,10	0,11	4,07	0,35	100
Спек 3	21,35	24,15	14,56	1,17	1,67	0,23	4,38	0,32	14,04	12,79	0,05	0,06	3,96	0,28	100
Ариф ортасы	21,89	23,16	14,76	1,24	1,62	0,22	4,49	0,42	14,69	13,14	0,05	0,09	3,89	0,34	100



4-суретте «CN-CVD-100» әдісімен көміртегі нанотүтікшесі өсірілген тұз қышқылында ыдыратылған және натрий гидроксидімен тұнбаға түсірілген фосфорит қалдығы сынамасын растрлы электронды микроскоппен түсірілген микроқұрылымы 10 000 есе үлкейтілген 1 нанометрмен өлшеніп көрсетілген.

$2\text{MnO}_2 \rightarrow \text{Mn}_2\text{O}_3 + 1/2 \text{O}_2$ ; 950°C-та  $\text{Mn}_2\text{O}_3$  марганец оксиді азот оксидіне реакция арқылы ыдырайды:

$3\text{Mn}_2\text{O}_3 \rightarrow 2\text{Mn}_3\text{O}_4 + 1/2 \text{O}_2$ , ал 777°C-та марганец оксиді реакция нәтижесінде марганец оксидіне толығымен айналады:

$\text{Mn}_3\text{O}_4 \rightarrow 3\text{MnO} + 1/2 \text{O}_2$ ; Жоғары марганец оксиді төмен температурада көміртегі тотығымен толықтай азаяды.  $\text{MnO}_2$ -нің CO-мен әрекеттесуі кезінде  $\text{Mn}_3\text{O}_4$  өте тез қалыптасады, 70-105°C температурада,  $\text{Mn}_2\text{O}_3$  марганец оксиді CO-ны шамамен 200°C қалпына келтіре бастайды. Ол көміртек тотығымен және марганец  $\text{Mn}_3\text{O}_4$ -мен азаяды, бірақ MnO технологиялық температурада көміртегі тотығымен азаяды. Көміртекпен жоғары марганец оксидтерінің тікелей төмендеуі 250-300°C температурадан басталып, 600-800°C температура аралығында аяқталады. Марганец оксиді реакциялармен төмендейді:

$2\text{MnO} + 2\text{C} \rightarrow 2\text{Mn} + 2\text{CO}$ ;  $G^\circ = 575\ 270 - 339,77\ \text{T Дж/моль}$  (137 400 - 81,157 кал/моль);

$2\text{MnO} + 8/3\text{C} \rightarrow 2/3 \text{Mn}_3\text{C} + 2\text{CO}$ ,  $G^\circ = 510\ 814 - 340,82\ \text{Дж/моль}$  (122 000 - 81,407 кал/моль), осы реакциялардан азаюдың теориялық температурасы 1420°C және 1227°C-қа тең. Сондықтан марганец оксиді көміртегімен тотықсызданған кезде, карбидтің азаюына реакциясы қорытпадағы көміртектің жоғары мөлшерін анықтайтын болады.

Темір марганец құрамды көміртекті нанокұрылымды таблеткаларға термографиялық сараптама жасалынды. №1 және №2 үлгілерге термиялық талдау МОМ компаниясының Ф.Паулик, Дж.Паулик және Л.Эрдей жүйесінің Q-1000 / D дериватографында (Будапешт) жүргізілді. Түсіру ауада, 20-1000°C температурада болды, қыздыру режимі динамикалық болды ( $dT / dt = 10$ ), сілтеме субстанциясы  $\text{Al}_2\text{O}_3$  кальцийленді, сынаманың салмағын өзгерту үшін шкаланың

құнды бөлуімен 500 мг өлшенді - 500 мкВ. Баланстың сезімталдығы 100 мг, басқа өлшеу жүйелерінің сезімталдығы: DTA = 250 мкВ, DTG = 500 мкВ, TG = 500 мкВ T = 500 мкВ.

Қолданылған әдіс қыздырғанда пайда болатын заттың термохимиялық және физикалық параметрлеріндегі өзгерістерді тіркеуге негізделген. Үлгінің термохимиялық күйі қисықтармен сипатталады: T (температура), DTA (дифференциалды термоаналитикалық), TG (термогравиметриялық) және DTG (дифференциалды термогравиметриялық), соңғы қисық TG функциясының туындысы болып табылады. Талдау ауада жүргізілді, температура диапазоны 20-дан 1000°C-қа дейін, қыздыру режимі сызықты болды ( $dT/dt=10$ ), анықтамалық зат  $\text{Al}_2\text{O}_3$  кальцийленді. [3]

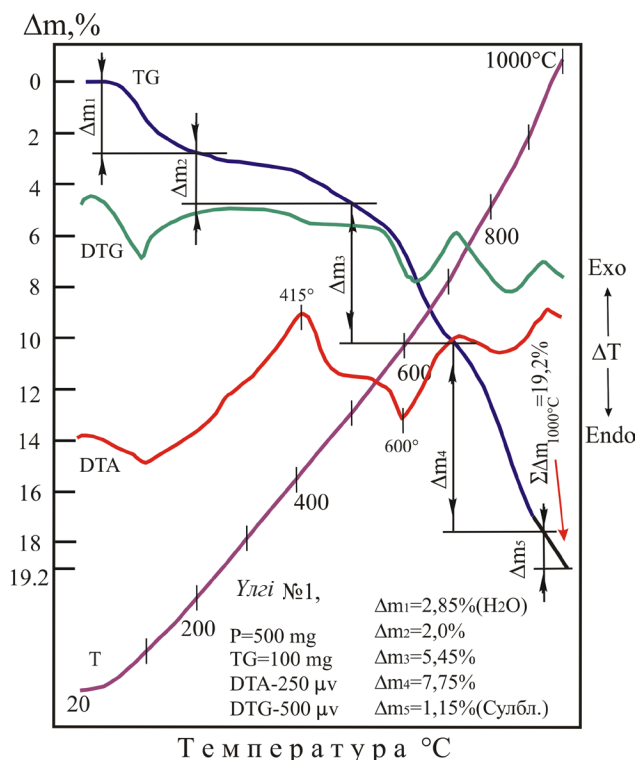
Дифференциалды термиялық және термогравиметриялық зерттеулердің тақырыбы үлгінің термиялық әрекетін анықтау және оның құрамын анықтау болды. Алғашқы жақындау кезінде зерттелетін үлгінің термохимиялық параметрлері оның құрамы мен термохимиялық қасиеттерінің тұтынушының мәліметтеріне сәйкес келуін айқындады.

Ұнтақ үлгілеріндегі минералдарды сәйкестендіру TG - сызықтарының тиісті термогравиметриялық көрсеткіштерін қолдана отырып, эндо және экзотермиялық эффект интенсивтілігінің жылу қисықтарының морфологиясына және сандық мәндеріне сәйкес жүргізілді.

Талдау нәтижелері пайдалы қазбалар мен тау жыныстарының жылу қисықтарының атластарында келтірілген мәліметтермен салыстырылды және басқа сілтеме көздерінде көрсетілген және осы зерттеулерді жүргізген зертхананың деректер банкінде жинақталған мономинералды үлгілердің термиялық сипаттамасымен салыстырылды.

№1 динамикалық қыздыру режимінде (1/1 қоспасы) термиялық қисықтарда әртүрлі қосындылардың эндотермиялық жойылуынан және үлгі компонентінің экзотермиялық тотығу реакциясынан туындаған бірқатар көріністер келтірілген, 5-сурет. 20-200°C аралығында DTA қисық сызығында атап өтілген эндотермиялық әсер ұсақ ұнтақтың бөл-

шектерімен сіңірілген молекулалық судың атмосферасына ұсақ судың түсуіне байланысты.

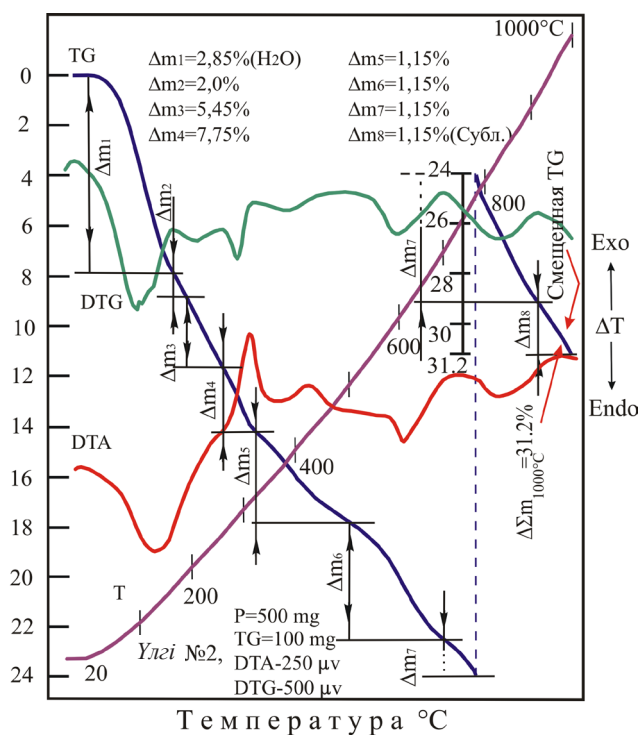


5 сурет – №1 сынама үлгісінің дериватограммасы

Бұл жағдайда салмақ жоғалту үлгінің салмағы бойынша 2,85% құрайды. Әрі қарай, 200-500°C диапазонда, сынама компонентінің ыдырауы нәтижесінде ұнтақтың салмағы тағы 2% төмендейді. Осы температура диапазонында DTA қисығы 415°C температурада экзотермиялық әсер береді. Темірдің және марганец оксидінің тотығуынан реакция болуы мүмкін, олар үлгінің ыдыраған құрамдас бөлігі болып табылады. Сынаманы 1000°C-қа дейін қыздыру 500-700 және 700-940°C аралығындағы екі айқын эндотермиялық көрін-

істерге әкеледі. Осы температура диапазонында DTA және DTG қисық сызықтары қираған құрылымдардың қосындылары жүйесінен шығарылу нәтижесінде пайда болатын 600 және 840°C төмен екі шынды белгіледі. Сынамның салмақ жоғалтуы сәйкесінше  $\text{Figm3} = 2$  және  $\Delta m_4 = 5.45\%$  болды, 5-сурет, №5 кестеде көрсетілген. Сонымен 940-1000°C диапазонында болатын үлгінің массасының соңғы төмендеуі ( $3m=2\%$ ) қатысушы заттың термальді сублимациясымен тікелей байланысты.

№2 үлгі (бастапқы), жоғарыда сипатталған объектінің антидеривативті түрі, оның жылу қисықтарында №1 үлгімен бір-



6 сурет – №2 (бастапқы) сынама үлгісінің дериватограммасы

### 5 кесте – №1 сынама үлгісінің 20-1000°C температура аралығындағы (ТГА-термографиялық) көрсеткіштері

Салмақ жоғалтудың реттілігі	Салмақ жоғалту мөлшері, %	Қыздырудан кейінгі ұшып кететін өнімдер	Ыдырау сатысының температуралық диапазоны, °C
$\Delta m_1$	2.85	$H_2O$	20-200
$\Delta m_2$	2.0		200-500
$\Delta m_3$	5.45		500-700
$\Delta m_4$	7.75		700-940
$\Delta m_5$	1.15		940-1000
$\Sigma \Delta m_{1000^\circ C}$	19.2	$H_2O + \dots$	20-1000

**6 кесте – №2 бастапқы сынама үлгісінің 20-1000°C температура аралығындағы TGA (термографиялық) көрсеткіштері**

Салмақ жоғалтудың реттілігі	Салмақ жоғалту мөлшері %	Қыздырудан кейінгі ұшып кететін өнімдер	Ыдырау сатысының температуралық диапазоны, °C
$\Delta m_1$	7.9	H <sub>2</sub> O	20-165
$\Delta m_2$	0.95		165-190
$\Delta m_3$	2.8		190-260
$\Delta m_4$	2.0		260-325
$\Delta m_5$	3.65		325-500
$\Delta m_6$	4.65		500-700
$\Delta m_7$	6.55		700-780
$\Delta m_8$	2.1		780-1000
$\Sigma \Delta m_{1000^\circ C}$	31.2	Сублимация H <sub>2</sub> O+ ?+Субл.	20-1000

дей көріністер көрсетті. Ерекшеліктері – бұл жүйелер қызған кезде эндо және экзотермиялық реакциялар дамуының әртүрлі қарқындылығы және DTA қисық сызығында 310°C-та басқа экзотермиялық шыңның пайда болуы, 6-суретте берілген. Осы температура аймағындағы көрсетілген шың әдетте гетитті (FeO·OH) береді, ол алдымен гидроксидті жоғалтады, содан кейін жоғары оксидтерге дейін тотықтырады.

Органикалық көміртекті аталған температураға жақын жерде жағу мүмкіндігі жоққа шығарылмайды, немесе басқа тұжырымды растау үшін RFA басқару элементін анықтау қажет. Қалған барлық реакциялар №1 үлгі қыздырылған кезде пайда болатын процестерге сәйкес келеді. Айырмашылығы тек №6 кестеде көрсетілген термогравиметриялық қисықтың көрсеткіштері болуы мүмкін.

Қорытындылай келе, термиялық анализдің алынған нәтижелері рентген фаза-лық талдаудың (XRD) деректері болған кезде анағұрлым маңызды болатындығын атап өту

керек. Бұл объектінің кристалдық құрамын анықтайды және (DTA және DTG анықтау нәтижелері бойынша) үлгі компоненттерінің бұзылу процестерін айқындауға ықпал етеді.

Қаратау фосфориттерін өңдеу кезіндегі түзілетін қатты қалдықтарға жасалынған химиялық сараптамада көрсетілгендей – темір, марганец қосылыстары – сульфат, хлорид және фосфат қосылыстары түрінде болуы мүмкін. Осындай болжамды негізге ала отырып, Қаратау фосфориттерін өңдеу кезінде түзілетін қатты қалдықтар құрамынан темір, марганецтің қосылыстарын бөлу мүмкіншілігін және оның құрылымын өзгерте отырып, ұтымды технологиясын жасау үшін арнайы зерттеулерді жүргізудің қажеттілігі туындайды. Сондықтан дайындалған көміртекті нанотемір-марганец қосылыстарынан ферромарганец қорытпасын алу кезінде балқу температурасын 940°-1000°C температураға дейін төмендетіп, электр энергияны үнемдеуге болады деген ұсыныс жасаймыз.

### ПАЙДАЛАНЫЛҒАН ӘДЕБИЕТТЕР

1. Х.Р. Садиева, Д.Г. Балтабаева, А. Елеукен, Н. Төлеген, Г. Рыспаева//Разложение фосфоритов Каратау минеральными кислотами и извлечение редкоземельных элементов из вторичных концентратов//Фонд Первого Президента РК-ЕЛБАСЫ, XI Между-я науч.конф-я, Инновационные развитие и востребованность науки в современном Казахстане, 2017 г. стр.55-59
2. Дереккөз: [http://emchezgia.ru/ferrosplavy/22proizvodstvo\\_FeMn.php](http://emchezgia.ru/ferrosplavy/22proizvodstvo_FeMn.php) MCH-ZGI.RU ©
3. Иванова В.П. и др. Термический анализ минералов и горных пород. Ленинград. 1974 г. – 398 с.