



UDK: 666.92

Gulzar E. IZBASKANOVA,

Kichik ilmiy xodim, O'zbekiston Respublikasi Fanlar akademiyasi Qoraqalpog'iston bo'limi Qoraqalpoq tabiiy fanlar ilmiy tadqiqod instituti, Nukus, O'zbekiston

E-mail: izbaskanovagulzar24@gmail.com, ORCID: 0009-0005-5066-9946

Dotsent B.Ch. Nurimbetov taqrizi asosida

INVESTIGATION INTO THE EFFECTS OF CALCINATION TEMPERATURE REGIMES ON THE MICROSTRUCTURE AND COMPOSITION OF CALCIUM OXIDE

Annotation

The decomposition stages of the Aktau deposit limestone and the elemental composition of the products were investigated using DTA, SEM, and EDS methods. Intensive decarbonization occurs in the temperature range of 680-770 °C. It was found that the optimal porous CaO structure with a high content of target elements forms at 1000 °C, whereas further heating to 1100–1200 °C causes particle sintering.

Keywords: limestone, decarbonization, calcium oxide, calcination temperature, DTA, SEM, EDS, Aktau deposit.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕМПЕРАТУРНЫХ РЕЖИМОВ ОБЖИГА НА МИКРОСТРУКТУРУ И СОСТАВ ОКСИДА КАЛЬЦИЯ

Аннотация

Методами ДТА, СЭМ и ЭДА исследованы стадии разложения известняка Актауского месторождения и элементный состав продуктов. Интенсивная декарбонизация протекает при 680-770 °C. Установлено, что оптимальная пористая структура CaO с высоким содержанием целевых элементов формируется при 1000 °C, а нагрев до 1100-1200 °C вызывает спекание частиц.

Ключевые слова: известняк, декарбонизация, оксид кальция, температура обжига, ДТА, СЭМ, ЭДА, Актауское месторождение.

KUYDIRISH HARORATI REJIMLARINING KALSIY OKSIDI MIKROSTRUKTURASI VA TARKIBIGA TA'SIRINI TADQIQ ETISH

Annotatsiya

DTA, SEM va EDA usullari yordamida Aktau koni ohaktoshining parchalanish bosqichlari va mahsulotlarning elementar tarkibi o'rganildi. Jadal dekarbonizatsiya 680-770 °C oralig'ida kechadi. Maksimal maqbul g'ovakli CaO strukturasi va maqsadli elementlarning yuqori miqdori 1000 °C da shakllanishi, 1100-1200 °C gacha qizdirish esa zarralar pishishiga (birlashishiga) olib kelishi aniqlandi.

Kalit so'zlar: ohaktosh, dekarbonizatsiya, kalsiy oksidi, kuydirish harorati, DTA, SEM, EDA, Aktau koni.

Введение. Оксид кальция является одним из важнейших вяжущих материалов, в строительной и химической промышленности, получаемым термическим разложением природного известняка по реакции: $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2\uparrow$. Свойства образующегося CaO определяются температурным режимом обжига. Повышение температуры увеличивает содержание свободного оксида кальция, однако чрезмерный нагрев вызывает спекание частиц и укрупнение кристаллической структуры, что снижает его реакционную способность при гидратации. Известно, что процесс декарбонизации карбонатного сырья начинается при температурах около 700 °C и наиболее интенсивно протекает в интервале 850-1000 °C [1-3]. Наряду с режимом термообработки важную роль играют индивидуальные особенности исходного сырья. Целью настоящей работы являлось изучение процесса термического разложения известняка Актауского месторождения при различных температурных режимах обжига для установления оптимальных условий получения оксида кальция с высокой реакционной способностью.

Материалы и методы исследования. В качестве сырья использовали природный известняк Актауского месторождения (Республики Каракалпакстан) физико-химические свойства которого изучены ранее [4]. Термическое разложение исследовали методом дифференциально-термического и термогравиметрического анализа (ДТА/ТГ). Исследования выполняли на синхронном термоанализаторе Shimadzu DTG-60 (Япония) в атмосфере аргона при скорости подачи газа 80 мл/мин. Нагрев образцов осуществляли со скоростью 10 °C/мин до температуры 1000 °C с выдержкой в конечной точке в течение 2 мин. Масса исследуемой навески составляла 5,477 мг.

Для изучения влияния температуры на процесс декарбонизации, известняк подвергали термической обработке в лабораторных муфельных печах SNOL 8,2/1100 и МП-1200 (IN-TEST). Обжиг проводили при температурах 800, 900, 1000, 1100 и 1200 °C с последующим определением потерь при прокаливании и степени декарбонизации. Микроструктуру продуктов обжига исследовали методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Изменение элементного состава образцов в зависимости от температуры термообработки оценивали с использованием энергодисперсионного рентгеноспектрального анализа (EDS).

Результаты и их обсуждение. Термическое разложение известняка по данным ДТА/ТГ

Для определения температурных интервалов разложения карбонатного сырья и оценки характера протекающих процессов был выполнен комплексный термический анализ исходного известняка (рис.1).



Рисунок 1 – Кривые ДТА и ТГ исходного известняка

Для определения температурных интервалов разложения карбонатного сырья и оценки характера протекающих процессов был выполнен комплексный термический анализ исходного известняка. Анализ дериватограммы показал, что при нагревании образца до 1000 °С происходят последовательные изменения, сопровождающиеся потерей массы и тепловыми эффектами различной интенсивности. В начальном температурном диапазоне до 550 °С наблюдается незначительное снижение массы образца. Данный участок связан преимущественно с удалением физически связанной влаги, а также незначительного количества адсорбированных веществ, присутствующих в структуре сырья. Тепловые эффекты в указанном интервале выражены слабо, что свидетельствует об отсутствии существенных фазовых превращений. Наиболее интенсивные изменения зафиксированы в области температур 680-770 °С [5]. В этом диапазоне наблюдается выраженный эндотермический эффект, обусловленный разложением карбоната кальция с выделением диоксида углерода и образованием оксида кальция. Максимальная скорость декарбонизации достигается при температуре около 735 °С, что соответствует основному этапу разрушения карбонатной структуры известняка. Потеря массы на данной стадии практически совпадает с теоретическим значением для реакции разложения CaCO_3 [6] что указывает на высокое содержание карбонатной составляющей в исследуемом сырье. После завершения декарбонизации дальнейшее повышение температуры не сопровождается существенным изменением массы образца. В области выше 800 °С кривая термогравиметрического анализа приобретает практически горизонтальный характер, что свидетельствует о завершении основных химических превращений. В этих условиях подводимая тепловая энергия расходуется преимущественно на структурные изменения сформировавшегося оксида кальция, связанные с ростом кристаллов и постепенным уплотнением материала. Полученные результаты подтверждают, что процесс образования оксида кальция протекает в несколько последовательных стадий, среди которых определяющее значение имеет температурный интервал интенсивной декарбонизации. Именно в данной области формируется основное количество оксида кальция и закладываются структурные особенности будущего продукта обжига.

Влияние температуры обжига на степень декарбонизации известняка. Для оценки влияния температуры на полноту разложения карбоната кальция были проведены исследования образцов, подвергнутых термической обработке в диапазоне от 800 до 1200 °С. Эффективность процесса оценивали по величине потерь при прокаливании и степени декарбонизации, рассчитанной по результатам экспериментальных измерений.

Таблица 1 – Влияние температуры на термическое разложение исследуемых образцов известняка

Температура обжига, °С	Время выдержки, мин	Потери при прокаливании (п.п.п), %	Степень декарбонизации, %
800	120	31,30	71,21
900		36,80	83,50
1000		42,20	95,92
1100		43,33	98,48
1200		43,60	99,24

Таблица 1 показывает, что с повышением температуры обжига наблюдается закономерное увеличение потерь при прокаливании, обусловленное более полным удалением диоксида углерода из структуры карбонатного сырья. При температуре 800 °С степень декарбонизации остается сравнительно низкой, что свидетельствует о неполном протекании процесса разложения карбоната кальция. Повышение температуры до 900 °С приводит к заметному увеличению степени декарбонизации, однако в образцах всё ещё сохраняется часть неразложившегося карбоната кальция. Наиболее существенные изменения наблюдаются при температуре 1000 °С. В этих условиях степень декарбонизации достигает 95,92 %, что свидетельствует о практически полном завершении процесса разложения карбонатной составляющей. Дальнейшее повышение температуры до 1100 и 1200 °С сопровождается лишь незначительным ростом данного показателя, тогда как энергозатраты на проведение обжига существенно возрастают. Полученные результаты показывают, что увеличение температуры выше 1000 °С не обеспечивает существенного повышения степени разложения карбоната кальция.

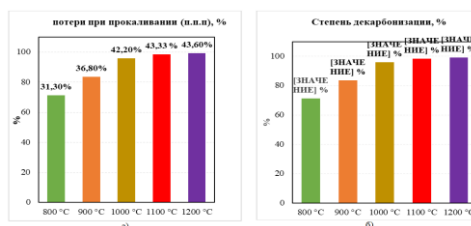


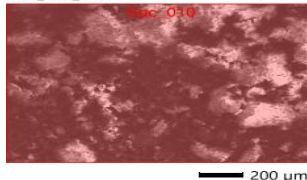
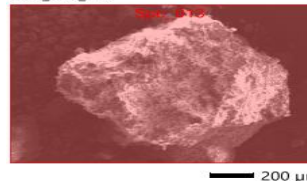
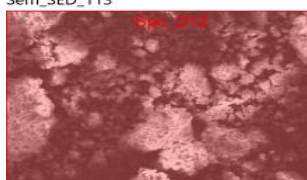
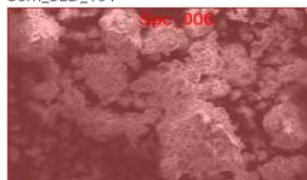
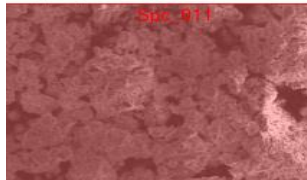
Рисунок 2 - Зависимость потерь при прокаливании (а) и степени декарбонизации (б) известняка от температуры обжига

Визуальный анализ зависимостей, представленных на рисунке 2, наглядно демонстрирует **стабилизацию показателей** декарбонизации после прохождения температурного порога в 1000 °С. В связи с этим температуру 1000 °С можно рассматривать как рациональный режим термической обработки, обеспечивающий высокую степень декарбонизации при отсутствии необходимости дальнейшего повышения температуры обжига [7-8].

Изменение микроструктуры и элементного состава продуктов обжига

Для оценки структурных изменений, происходящих в процессе термической обработки известняка, были проведены исследования продуктов обжига методом сканирующей электронной микроскопии и энергодисперсионного анализа. Результаты исследования представлены в таблице 2.

Таблица 2. Влияние температуры обжига на микроструктуру и элементный состав продуктов

T, °C	Ca, %	O, %	Описание структуры	Микрофотография (SEM)
Сырой	45,51	53,51	Плотная, монолитная матрица	
900	49,80	49,50	Начало деструкции, первичные поры	
1000	53,96	45,27	Развитая пористость, губчатая структура	
1100	55,08	43,79	Начало агрегации (слипания) частиц	
1200	54,37	44,34	Плотное спекание, укрупнение зерен	

Анализ микрофотографий показывает, что характер структуры существенно зависит от температуры обжига. Исходный образец характеризуется плотным строением с незначительным количеством пор, что соответствует структуре карбонатного сырья до начала интенсивной декарбонизации. После обжига при температуре 900 °С в материале появляются первые признаки разрушения исходной карбонатной матрицы. Формируются отдельные поры и микропустоты, возникающие вследствие выделения диоксида углерода в процессе разложения карбоната кальция. При этом структурные преобразования ещё не охватывают весь объём материала. Наиболее выраженные изменения наблюдаются в образцах, полученных при температуре 1000 °С. Для данного режима характерно формирование развитой пористой структуры с большим количеством взаимосвязанных пустот. Возникновение такой структуры обусловлено интенсивным протеканием процесса декарбонизации и удалением значительного количества газообразных продуктов реакции. Одновременно с этим фиксируется увеличение содержания кальция в локальных участках образца, что

свидетельствует о формировании оксида кальция как основной фазы продукта обжига [9]. Повышение температуры до 1100 °С сопровождается началом уплотнения структуры. На микрофотографиях наблюдается сближение и частичное срастание отдельных частиц. Несмотря на высокую степень декарбонизации, происходит уменьшение количества открытых пор вследствие развития процессов агрегации. При температуре 1200 °С процессы спекания становятся более выраженными. Структура приобретает более плотный характер, наблюдается укрупнение отдельных зерен и частичное закрытие порового пространства. Подобные изменения могут приводить к уменьшению удельной поверхности оксида кальция и снижению его реакционной способности при последующей гидратации [10]. Полученные результаты согласуются с данными термогравиметрического анализа и исследованиями степени декарбонизации. Совокупность физико-химических характеристик свидетельствует о том, что температура 1000 °С обеспечивает наиболее благоприятные условия для формирования высокопористой структуры оксида кальция при практически полном разложении карбонатной составляющей.

Выводы. Методом комплексного термического анализа установлено, что процесс термического разложения известняка протекает последовательно и включает стадии удаления влаги, интенсивной декарбонизации и высокотемпературных структурных преобразований. Основной этап разложения карбоната кальция наблюдается в интервале температур 680-770 °С. Установлено, что повышение температуры обжига от 800 до 1200 °С способствует увеличению потерь при прокаливании и степени декарбонизации известняка. При температуре 1000 °С степень декарбонизации достигает 95,92 %, что свидетельствует о практически полном разложении карбонатной составляющей. Исследование микроструктуры продуктов обжига показало, что при температуре 1000 °С формируется развитая пористая структура оксида кальция, обусловленная интенсивным выделением диоксида углерода в процессе декарбонизации. Повышение температуры обжига до 1100-1200 °С приводит к развитию процессов агрегации и спекания частиц, сопровождающихся уплотнением структуры и уменьшением порового пространства. На основании результатов термического анализа, определения степени декарбонизации и исследования микроструктуры установлено, что температура 1000 °С является наиболее рациональным режимом обжига для получения оксида кальция с благоприятными структурными характеристиками.

ЛИТЕРАТУРА

1. Desmiarti R. The effect of calcination temperature on the quality of quicklime from different limestone mines in West Sumatera, Indonesia / R. Desmiarti, E. Sari, Firdaus [et al.] // *Journal of Applied Agricultural Science and Technology*. – 2022. – Vol. 6, No. 1. – P. 41–48.
2. Kuznecova T. V. *Fizicheskaya himiya vyazhushchih materialov: Uchebnik dlya vuzov* [Physical chemistry of binding materials: Textbook for universities] / T. V. Kuznecova, I. V. Kudryashov, V. V. Timashev. – Moskva: Arhitektura-S, 2022. – 360 p.
3. Qian X. Role of partial limestone calcination in carbonated lime-based binders / X. Qian, X. Zhou, C. Hu [et al.] // *Cement and Concrete Research*. – 2024. – Vol. 183. – Art. 107572.
4. Избасканова Г. Е. Физико-химические свойства известняка Актауского месторождения / Г. Е. Избасканова, Ш. Н. Туремуратов // *Universum: химия и биология : электрон. научн. журн.* – 2025. – № 5 (131). – С. 39–42.
5. Yang R. The decomposition and quantification of carbonates in cementitious materials by thermogravimetric analysis and mass spectrometry / R. Yang, J. Wang, J. Li // *Cement and Concrete Research*. – 2026. – Vol. 205. – Art. 108218.
6. Zhuang D. Thermal Decomposition of Calcium Carbonate at Multiple Heating Rates in Different Atmospheres Using the Techniques of TG, DTG, and DSC / D. Zhuang, B. Sun // *Crystals*. – 2025. – Vol. 15, № 2. – P. 108.
7. Usman A. S. Calcium Oxide Derived from Okpella Limestone as a Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Production: Synthesis, Characterisation and Stability Assessment / A. S. Usman, F. Aberuagba, M. A. Olutoye [et al.] // *FUDMA Journal of Engineering and Technology*. – 2025. – Vol. 1, Issue 2. – P. 863–875.
8. Izbaskanova G. E. Influence of Calcination Temperature on the Physicochemical Properties of Limestone from the Aktau Deposit / G. E. Izbaskanova, Sh. N. Turemuratov // *Chemical Science International Journal*. – 2025. – Vol. 34, Iss. 5. – P. 85–94.
9. Hanif I. Calcination of CaCO₃ and the subsequent sintering/densification of CaO directly visualized with in-situ SEM / I. Hanif, H. Wiinikka // *Materials Chemistry and Physics*. – 2026. – Vol. 356. – Art. 132296.
10. Избасканова Г. Е. Кальцинация известняка Актауского месторождения и морфология минеральных микронаполнителей известковых вяжущих / Г. Е. Избасканова, Ш. Н. Туремуратов // *Строительные материалы*. – 2026. – № 4. – С. 56–62.