



(51) МПК
C22B 34/12 (2006.01)
C01B 33/00 (2006.01)
C22B 5/12 (2006.01)
C22B 9/22 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2014151120/02, 17.12.2014

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
 17.12.2014

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 17.12.2014

(45) Опубликовано: 10.06.2016 Бюл. № 16

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2075529 C1, 20.03.1997. US 3202524 A, 24.08.1965. WO 95/28503 A1, 26.10.1995. US 5885536 A, 23.03.1999. US 5085837 A, 04.02.1992. GB 1568333 A, 29.05.1980. NO 960917 B1, 10.01.2005.

Адрес для переписки:

119334, Москва, Ленинский пр-кт, 49, ИМЕТ
 РАН

(72) Автор(ы):

Николаев Анатолий Владимирович (RU),
 Николаев Андрей Анатольевич (RU),
 Кирпичев Дмитрий Евгеньевич (RU),
 Самохин Андрей Владимирович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное учреждение
 науки Институт металлургии и
 материаловедения им. А.А. Байкова
 Российской академии наук (ИМЕТ РАН)
 (RU)

(54) СПОСОБ ПЕРЕРАБОТКИ ЛЕЙКОКСЕНОВОГО КОНЦЕНТРАТА И УСТРОЙСТВО ДЛЯ ЕГО ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к переработке лейкоксовых концентратов с высоким содержанием кремния. Способ и устройство для переработки упомянутых концентратов основаны на плазменно-дуговой восстановительной плавке концентрата при температуре 2500-3000 К и атмосферном давлении. При этом диоксид кремния восстанавливают до монооксида, который испаряется из концентрата. Используют дисперсные и газообразные углеродсодержащие восстановители, суммарное содержание углерода в которых составляет 10-15% от массы концентрата. Устройство включает плазменно-дуговую печь, гранулятор синтетического рутила,

утилизатор тепловой энергии и фильтрующее устройство для сбора порошка диоксида кремния. Полученный в результате плавки расплав синтетического рутила поступает в гранулятор, откуда в виде гранул направляется в сборник. Отходящий из печи горячий газ, содержащий SiO₂, подают в утилизатор тепловой энергии для охлаждения, а затем в фильтрующее устройство для сбора ультрадисперсного порошка на основе диоксида кремния. Техническим результатом является упрощение переработки концентрата и повышение экономичности процесса за счет сокращения операций. 2 н.п. ф-лы, 2 ил.

RU 2 586 190 C1

RU 2 586 190 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.

C22B 34/12 (2006.01)*C01B* 33/00 (2006.01)*C22B* 5/12 (2006.01)*C22B* 9/22 (2006.01)(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2014151120/02, 17.12.2014

(24) Effective date for property rights:
17.12.2014

Priority:

(22) Date of filing: 17.12.2014

(45) Date of publication: 10.06.2016 Bull. № 16

Mail address:

119334, Moskva, Leninskij pr-kt, 49, IMET RAN

(72) Inventor(s):

Nikolaev Anatolij Vladimirovich (RU),
Nikolaev Andrej Anatolevich (RU),
Kirpichev Dmitrij Evgenevich (RU),
Samokhin Andrej Vladimirovich (RU)

(73) Proprietor(s):

Federalnoe gosudarstvennoe uchrezhdenie nauki
Institut metallurgii i materialovedeniya im. A.A.
Bajkova Rossijskoj akademii nauk (IMET RAN)
(RU)

(54) **METHOD FOR PROCESSING LEUCOXENE CONCENTRATE AND DEVICE THEREFOR**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to processing of leucoxene concentrates with high content of silicon. Method and apparatus for processing said concentrates based on plasma arc smelting reduction of concentrate at a temperature of 2,500-3,000 K and atmospheric pressure. Silica is then reduced to monoxide which evaporates from concentrate. Method uses particulate and gaseous carbonaceous reducing agents, total carbon content of which is 10-15 % of weight of concentrate.

Apparatus comprises a plasma-arc furnace, synthetic rutile granulator, heat exchanger and filter device for collection of silica powder. Resulting synthetic rutile melt is fed to granulator, where in form of granules is directed to a collector. Hot gas from furnace containing SiO is fed to heat exchanger for cooling and then to a filter device for collecting ultrafine silica powder.

EFFECT: simplified processing of concentrate and higher efficiency due to reduction of operations.

2 cl, 2 dwg

RU 2 586 190 C1

RU 2 586 190 C1

Изобретение относится к переработке рудных концентратов, а более конкретно лейкоксеновых концентратов с высоким содержанием кремния, например Ярегского месторождения, с получением синтетического рутила и порошка диоксида кремния. Ярегский концентрат содержит в среднем около 50% оксидов титана и 45% оксидов кремния. Доля оксидов железа, алюминия, магния и кальция и др. элементов составляет около 5%. Оксиды титана и кремния образуют сложную взаимопроникающую структуру, которая затрудняет их разделение известными промышленными способами. В предлагаемом изобретении предложен способ и устройство для выделения из лейкоксенового концентрата диоксида титана в виде синтетического рутила и диоксида кремния в виде ультрадисперсного порошка.

Известны и применяются гидрометаллургические способы разложения лейкоксенового концентрата, основанные, например, на сернокислотной обработке (В.А. Резниченко, В.С. Устинов, И.А. Карязин, А.Н. Петрунько. Электрометаллургия и химия титана. - М.: Наука, 1982, 280 с.).

Гидрометаллургическое разложение сопряжено с рядом трудностей и может быть облегчено путем предварительной подготовки концентрата. Так, известен способ подготовки посредством магнетизирующего обжига в восстановительной атмосфере и последующей частичной магнитной сепарации оксидов титана и кремния (Г.Б. Садыхов. Новые подходы к решению проблемы использования комплексного титанового и других видов труднообогатимого рудного сырья России. В кн. «Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН - 75 лет». Сб. научных трудов под редакцией академика К.А. Солнцева. - М.: Интерконтакт Наука, 2013, 792 с.).

Известен способ предварительной подготовки концентрата путем плавки в электропечи с кальцийсодержащей добавкой и углеродом. Это позволяет снизить температуру последующего кислотного разложения (Л.Ф. Алексеев, Н.А. Ватолин, А.Н. Дмитриев, Л.И. Леонтьев, Т.А. Пряхина, Г.Г. Самойлова, Т.В. Сапожникова, А.В. Ченцов, С.В. Шаврин, Е.Х. Шахпазов. Способ переработки лейкоксенового концентрата. Патент РФ №2068393, кл. C01G 23/00, заявка 11.01.1993 г.).

Недостатками гидрометаллургических способов являются большой расход вредных химических реагентов - серной кислоты, щелочи, опасно высокая температура гидрометаллургического разложения концентрата, сложная система утилизации отходов, относительно низкая степень разделения оксидов титана и кремния, необходимость предварительной подготовки концентрата.

Известен также способ разделения оксидов титана и кремния, составляющих лейкоксеновый концентрат, гидродинамическим методом. Для этого концентрат измельчают механически или ультразвуком до размера частиц <75 мкм. После этого разделение оксидов производят посредством тяжелых жидкостей или водного потока на винтовых шлюзах (Б.А. Остащенко, И.Н. Бурцев, Н.Н. Усков. Способ переработки лейкоксеновых концентратов, Патент РФ №2032756(13) C1, кл. 6 C22B 34/12, B03B 5/00, заявка 06.16.1992 г.).

Недостатками гидродинамического способа являются низкая степень разделения оксидов, использование сложного малопроизводительного и энергоемкого оборудования для измельчения концентрата и использование большого количества жидкости - воды, тяжелых жидкостей (3-4 т жидкости на 1 т концентрата).

Таким образом, известные гидрометаллургические и гидродинамические способы являются экологически опасными, материалоемкими, многостадийными, состоящими из отдельных этапов, которые трудно объединить в единую автоматизированную систему. Все это делает способы сложными и дорогостоящими, наносящими урон

окружающей среде.

Более безопасным и экономичным способом обогащения лейкоксенового концентрата и наиболее близким аналогом заявляемого изобретения является пирометаллургический способ, включающий помол концентрата, приготовление смеси концентрата с углеродом, изготовление брикетов путем прессования и обжиг брикетов в вакууме при температуре 1300-1500°C. При этом диоксид кремния SiO_2 восстанавливается до монооксида SiO , который, являясь летучим соединением, испаряется из концентрата (Б.А. Голдин, П.В. Истомин, Ю.И. Рябков, Н.А. Секушин, Г.П. Швейкин. Способ обогащения лейкоксенового концентрата. Патент РФ №2075529, классификация по МПК C22B, публикация 20.03.1997 г.).

Недостатками рассмотренного способа являются необходимость помола концентрата, изготовление брикетов и создание вакуума. Все это усложняет и удорожает технологию разделения оксидов титана и кремния, содержащихся в концентрате.

Задача, на решение которой направлено наше изобретение, заключается в создании пирометаллургического способа и устройства для переработки лейкоксенового концентрата, в котором для отделения оксидов титана от оксидов кремния и получения синтетического рутила ($\text{TiO}_2 \geq 90$ масс. %) не используют помол концентрата, не изготавливают брикеты и не применяют вакуум, в результате чего упрощается переработка концентрата, улучшаются экологические показатели процесса и условия труда, повышается степень обогащения концентрата и улучшается экономичность процесса в целом.

Техническим результатом изобретения, направленного на отделение оксидов титана от оксидов кремния с получением синтетического рутила, является отсутствие при переработке концентрата использования кислот, щелочей и активирующих добавок, возможность применения газообразных углеродсодержащих восстановителей, переработка концентрата без создания вакуума и отсутствие какой-либо предварительной подготовки концентрата: измельчения, изготовления брикетов, магнитной и гидродинамической сепараций.

Положительные особенности изобретения обусловлены следующими факторами:

- при пирометаллургическом способе переработки концентрата кислоты, щелочи и активирующие добавки не применяются;
- при восстановительной плавке концентрата помимо твердого углеродсодержащего восстановителя возможно использовать углеродсодержащие газы, например природный газ;
- восстановительная плавка происходит при температуре, достаточной для эффективного испарения монооксида кремния при атмосферном давлении, поэтому использование вакуума не требуется;
- измельчение концентрата и изготовление из него брикетов не требуется благодаря тому, что восстановление диоксида кремния ведется при расплавленном концентрате, что обеспечивает эффективный физико-химический контакт с восстановителем;
- восстановительная плавка концентрата одноэтапно обеспечивает получение синтетического рутила, поэтому предварительная подготовка концентрата, включающая магнитную или гидродинамическую сепарацию, не требуется

Технический результат достигается тем, что в способе переработки лейкоксенового концентрата, включающем углетермическое восстановление диоксида кремния, содержащегося в концентрате, до монооксида и испарение последнего из концентрата с получением синтетического рутила, согласно изобретению восстановление диоксида кремния до монооксида и испарение его из концентрата происходят при плавлении

концентрата при атмосферном давлении, температуре 2500-3000 К и при использовании дисперсных и газообразных углеродсодержащих восстановителей, суммарное содержание углерода в которых составляет 10-15% от массы концентрата.

Устройство для осуществления предложенного способа переработки лейкоксенового концентрата, содержащее электрический источник теплоты и контейнер для восстановительной плавки, согласно изобретению устройство включает: плазменно-дуговую печь, производящую посредством восстановительной плавки лейкоксенового концентрата синтетический рутил и оксид кремния, гранулятор синтетического рутила, снабженный приемником гранул, утилизатор тепловой энергии отходящего от печи газа, фильтрующее устройство для извлечения из газа порошка диоксида кремния, снабженное приемником порошка; источником теплоты печи является плазменная дуга, горящая между электродом плазмотрона и расплавом в тигле; концентрат и дисперсный углеродсодержащий восстановитель подают в ванну расплава через осевой канал в электроде плазмотрона или (и) через сопло плазмотрона вместе с плазмообразующим, он же транспортирующим углеродсодержащим газом.

Сущность изобретения

В заявленном способе переработки лейкоксенового концентрата осуществляется одноэтапное плазменно-дуговое отделение оксидов кремния от оксидов титана с получением синтетического рутила без использования кислотных и щелочных технологий, вакуума, какой-либо предварительной подготовки концентрата, в том числе помола, прессования, обжига, магнитной или гидродинамической сепарации и т.д. Помимо синтетического рутила получается ультрадисперсный порошок диоксида кремния (фиг. 1). Синтетический рутил и порошок диоксида кремния перерабатываются по известным технологиям в пигментный диоксид титана, металлический титан, карбид кремния и др. продукты. При этом экологические, экономические и эксплуатационные показатели производства этих продуктов из лейкоксенового концентрата улучшаются.

Заявляемый способ переработки лейкоксенового концентрата включает плавление концентрата при атмосферном давлении и температуре 2500-3000 К, восстановление диоксида кремния углеродом при расходе последнего 10-15% от массы концентрата. Как следует из термодинамического расчета по программной системе ТЕРРА, при данных температуре и расходе углерода титан остается в расплаве в виде оксидов, а диоксид кремния восстанавливается до монооксида, который испаряется и с отходящим газом удаляется из концентрата. Вместе с кремнием из концентрата испаряются и удаляются вредные для синтетического рутила примеси: железо и алюминий. При содержании углерода меньше 10 масс. % диоксид кремния восстанавливается и испаряется не полностью, а при содержании углерода больше 15 масс. % будет частично восстанавливаться титан с образованием карбида титана, что ухудшит качество получаемого продукта - синтетического рутила. Что касается указанного диапазона температуры, то при температуре ниже 2500 К из концентрата не будут удаляться вредные примеси, а при температуре более 3000 К будут иметь место испарение оксидов титана и неоправданные затраты энергии.

Таким образом, заявляемые способ и устройство для переработки лейкоксенового концентрата позволяют получить два продукта - синтетический рутил и ультрадисперсный порошок диоксида кремния, которые используются для производства по известным технологиям пигментного диоксида титана, металлического титана, карбида кремния и других продуктов.

Используемые термины и определения

Дисперсный углеродсодержащий восстановитель - дисперсные уголь, графит, коксик,

сажа, другие дисперсные углеродсодержащие материалы.

Плазменно-дуговая печь - металлургический агрегат, главным источником теплоты в котором является плазменная дуга.

5 Плазменная дуга - стабилизированный в пространстве газовым потоком, магнитным полем дуговой разряд, характеризующийся низким напряжением $10-10^3$ В и большим током 10^2-10^5 А.

Плазмообразующий газ - газ, подаваемый в область дуги, который может быть углеродсодержащим, например метан, природный газ и др.

10 Плазмотрон - устройство для создания плазменной дуги и подачи в дугу дисперсного углеродсодержащего восстановителя и плазмообразующего газа.

Электрод - деталь плазмотрона, являющаяся электродом дугового разряда, электрод может быть графитовым, угольным, графитированным, металлическим, сплошным или с осевым каналом.

15 На фиг. 2 изображено устройство для осуществления переработки лейкоксенового концентрата, позволяющее в одну стадию получать синтетический рутил и ультрадисперсный диоксид кремния. Устройство включает следующие структурные элементы: плазменно-дуговую печь для пирометаллургической переработки концентрата, гранулятор синтетического рутила, утилизатор тепловой энергии отходящего газа, фильтрующее устройство для сбора диоксида кремния (конструкции гранулятора, утилизатора и фильтрующего устройства на фиг.2 не показаны, т.к. их устройства описаны в литературе, например, в Энциклопедическом словаре по металлургии (М.: Интермет Инжиниринг, 2000, т. 1, 412 с. и т. 2, 409 с.)).

25 Плазменно-дуговая печь включает плазмотрон 4 с электродом 6 и соплом 7 для подачи перерабатываемого концентрата 1, дисперсного углеродсодержащего восстановителя 2 и плазмообразующего газа 3, камеру 8, водоохлаждаемый металлический тигель 20 с эркерным сливным устройством 15 для слива расплава 23, содержащегося в тигле (конструкция сливного устройства на фиг. 2 не показана). Электрод 6 и тигель 20 подключают к источнику тока 21. Пространственную стабилизацию дуги 19 и перемешивание расплава 23 осуществляют посредством продольного магнитного поля, создаваемого соленоидом 22. Электрод 6 имеет осевой канал, в котором расположен охлаждаемый трубопровод 5 для подачи дисперсного углеродсодержащего восстановителя 2 и лейкоксенового концентрата 1. Плазмотрон 4 и тигель 20 расположены соосно в камере 8.

35 Печь снабжена гранулятором 16 для производства гранул 17 из расплава 23, утилизатором 10 тепловой энергии отходящего газа 9, поступающего в фильтрующее устройство 11, из которого выходит очищенный и охлажденный газ 12. Печь также снабжена приемниками 18 и 14 для сбора соответственно гранул синтетического рутила 17 и ультрадисперсного порошка диоксида кремния 13 из фильтрующего устройства 11.

40 Устройство, представленное на фиг. 2, функционирует следующим образом. Вначале плазменную дугу 19, стабилизированную магнитным полем соленоида 22, возбуждают на дно тигля 20 методом касания электродом 6. При подаче в тигель 20 дисперсного углеродсодержащего восстановителя 2, лейкоксенового концентрата 1 и плазмообразующего газа 3 через трубопровод 5 или (и) сопло 7 в результате теплового воздействия дуги 19 в тигле 20 наводят ванну расплава 23. Устанавливают ток дуги, при котором температура расплава в окрестности пятна нагрева дуги составляет 2500-3000 К. Расплав выдерживают при температуре 2500-3000 К в течение времени,

необходимого для полного восстановления диоксида кремния SiO_2 до монооксида SiO и испарения его из расплава в газовую фазу. Завершение испарения контролируют по составу расплава 23 или газа 9. Скорость испарения на лабораторной установке составляла около 3 т/(ч. м³) объема тигля. При завершении испарения SiO расплав 23 представляет собой расплав синтетического рутила, который при помощи сливного устройства 15 сливают в гранулятор 16, откуда гранулы рутила 17 поступают в приемник 18.

Испарившийся монооксид кремния SiO в составе горячего газа 9 покидает камеру 8 и направляется в теплообменник 10, где происходит охлаждение газа и конденсация SiO с образованием ультрадисперсного порошка SiO_2 13, поступающего из фильтра 11 в приемник 14.

Охлажденный и очищенный от порошка газ 12, который включает CO , а при использовании метана в составе плазмообразующего газа и H_2 , используют в металлургических, химических и энергетических технологиях.

Соотношение углерода, входящего в состав дисперсного углеродсодержащего восстановителя и плазмообразующего газа, определяют из анализа ряда факторов. Расход плазмообразующего газа должен обеспечивать устойчивое горение плазменной дуги и работу фильтрующего устройства, учитываются также экономические факторы (цены углеродсодержащих дисперсных и газообразных восстановителей), принимаются во внимание энергетические и экологические факторы использования отходящего газа.

Энергоемкость плазменно-дуговой переработки лейкоксенового концентрата при тепловом КПД плазменно-дуговой печи 50% (50% энергии дуги передается расплаву) составляет 16 МДж/кг концентрата.

Предлагаемое изобретение позволяет получить из лейкоксенового концентрата два продукта - синтетический рутил и ультрадисперсный диоксид кремния, при этом упрощается способ переработки концентрата, улучшаются экологические показатели процесса, улучшаются условия труда, повышается степень обогащения концентрата и улучшается экономичность процесса в целом.

Изобретение может быть использовано на металлургических предприятиях для переработки лейкоксенового концентрата и производства синтетического рутила и ультрадисперсного диоксида кремния, которые используются для производства по известным технологиям пигментного диоксида титана, металлического титана, карбида кремния и других продуктов.

Промышленная применимость изобретения, как это следует из описания устройства для осуществления предлагаемого способа, обеспечивается широким использованием в промышленности отдельных элементов изобретения, но в других сочетаниях и с другими техническими результатами.

Формула изобретения

1. Способ переработки лейкоксенового концентрата, включающий углетермическое восстановление диоксида кремния, содержащегося в концентрате, до монооксида и испарение последнего из концентрата с получением синтетического рутила, отличающийся тем, что углетермическое восстановление диоксида кремния до монооксида и испарение его из концентрата проводят в плазменно-дуговой печи при плавлении концентрата при атмосферном давлении, температуре 2500-3000 К и с использованием дисперсных и газообразных углеродсодержащих восстановителей, суммарное содержание углерода в которых составляет 10-15% от массы концентрата,

при этом источником нагрева является плазменная дуга, горящая между электродом плазмотрона и расплавом в тигле, а концентрат и дисперсный углеродсодержащий восстановитель подают в ванну расплава через осевой канал в электроде плазмотрона и/или через сопло плазмотрона вместе с транспортирующим, плазмообразующим и
5 углеродсодержащим газом.

2. Устройство для переработки лейкоксенового концентрата способом по п. 1, характеризующееся тем, что оно содержит плазменно-дуговую печь для плавления концентрата и получения синтетического рутила и оксида кремния, плазмотрон с электродом, гранулятор синтетического рутила с приемником гранул, утилизатор
10 тепловой энергии отходящего газа от печи, фильтрующее устройство для извлечения из газа порошка диоксида кремния и приемник порошка, при этом плазмотрон выполнен с соплом, а электрод плазмотрона - с осевым каналом для подачи в ванну расплава концентрата и углеродсодержащего газа.

15

20

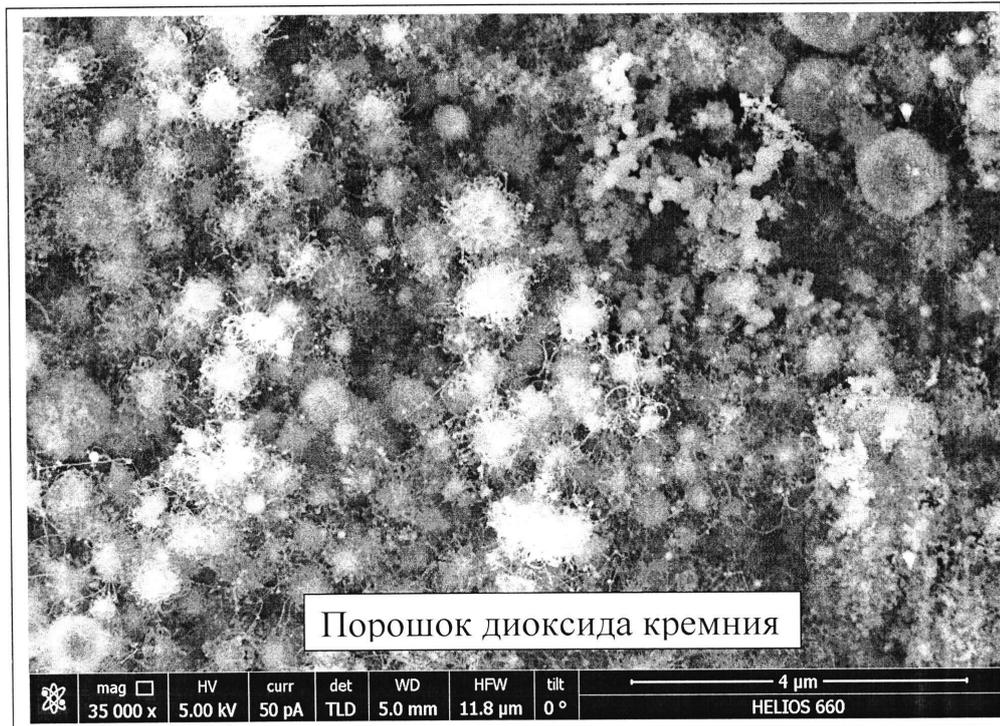
25

30

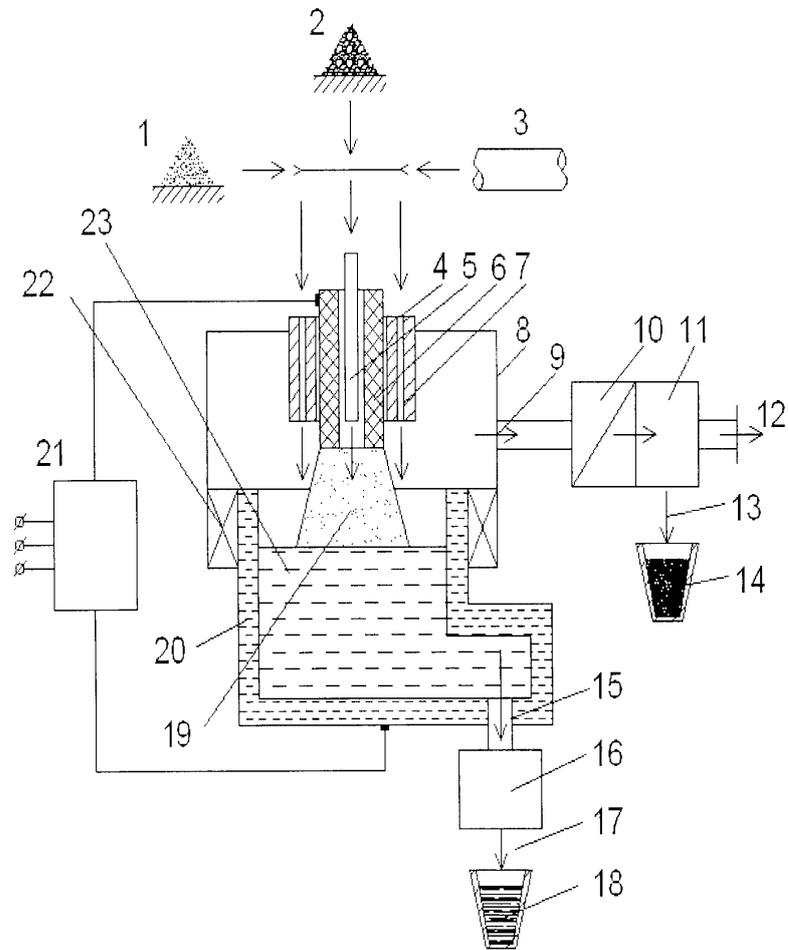
35

40

45



Фиг. 1



Фиг. 2