



(51) МПК
C22B 34/12 (2006.01)
C22B 1/02 (2006.01)
C22B 3/04 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2016115876, 25.04.2016

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
 25.04.2016

Дата регистрации:
 27.06.2017

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 25.04.2016

(45) Опубликовано: 27.06.2017 Бюл. № 18

Адрес для переписки:

119334, Москва, Ленинский пр-т, 49, ФГБУН
 Институт металлургии и материаловедения им.
 А.А. Байкова Российской академии наук (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 бюджетное
 учреждение науки Институт металлургии и
 материаловедения им. А.А. Байкова
 Российской академии наук (ИМЕТ РАН)
 (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
 о поиске: RU 2068393 C1 27.10.1996. RU
 2264478 C1 20.11.2005. RU 2097321 C1
 27.11.1997. US 5458864 A 17.10.1995. US
 5885536 A 23.03.1999. GB 1008676 A 03.11.1965.
 EP 0717783 A1 16.03.1995.

(54) СПОСОБ ПЕРЕРАБОТКИ ЛЕЙКОКСЕНОВОГО КОНЦЕНТРАТА

(57) Реферат:

Изобретение относится к переработке титановых концентратов с высоким содержанием кремния, например лейкоксеновых концентратов. Способ переработки лейкоксеновых концентратов включает плавление концентрата совместно с содой. При этом содержащийся в концентрате диоксид кремния взаимодействует с содой с образованием растворимых в воде силикатов. Продукт плавления подвергают измельчению и

выщелачиванию водой. В результате образуется шлам на основе диоксида титана, пригодный для дальнейшей переработки по традиционным технологиям с получением пигментного диоксида титана, металлического титана и другой титановой продукции. Техническим результатом является снижение экологической опасности за счет исключения использования кислот и щелочей. 1 табл.

RU 2 623 564 C1

RU 2 623 564 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C22B 34/12 (2006.01)
C22B 1/02 (2006.01)
C22B 3/04 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: **2016115876, 25.04.2016**

(24) Effective date for property rights:
25.04.2016

Registration date:
27.06.2017

Priority:

(22) Date of filing: **25.04.2016**

(45) Date of publication: **27.06.2017** Bull. № 18

Mail address:

119334, Moskva, Leninskij pr-t, 49, FGBUN Institut metallurgii i materialovedeniya im. A.A. Bajkova Rossijskoj akademii nauk (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 byudzhethoe uchrezhdenie nauki Institut metallurgii i materialovedeniya im. A.A. Bajkova Rossijskoj akademii nauk (IMET RAN) (RU)

(54) **METHOD OF PROCESSING LEUKOXENE CONCENTRATE**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: processing method of leucoxene concentrates includes melting concentrate together with soda. While contained in concentrate silicon dioxide interacts with soda with the formation of water-soluble silicates. Melting product is subjected to grinding and leaching with water. The result is a sludge based on

titanium dioxide, suitable for further processing on traditional technologies with the receipt of pigment titanium dioxide, titanium metal and other titanium products.

EFFECT: reducing environmental risks by eliminating the use of acids and alkalis.

1 tbl

RU 2 623 564 C1

RU 2 623 564 C1

Изобретение относится к переработке рудных концентратов, а более конкретно титановых концентратов с высоким содержанием кремния, например лейкоксеновых концентратов Ярегского месторождения. Ярегский концентрат содержит в среднем около 50% оксидов титана и 45% диоксида кремния, остальное примеси оксидов железа, алюминия и других элементов. Выделение титана из упомянутого концентрата осложнено тем, что оксиды титана и кремния образуют взаимопроникающую структуру и трудно поддаются разделению. В данном изобретении предложен способ, позволяющий отделить от концентрата кремний и получить синтетический рутил.

Известен 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).

Недостатками указанного 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).

Известен 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 SiO₂ восстанавливается до монооксида SiO, который, являясь летучим соединением, испаряется из концентрата (Б.А. Голдин, П.В. Истомина, Ю.И. Рябков, Н.А. Секушин, Г.П. Швейкин. Способ обогащения лейкоксенового концентрата. Патент РФ №2075529).

Недостатками рассмотренного способа являются необходимость помола концентрата, изготовление брикетов, создание вакуума и высокие энергозатраты на восстановление и испарение оксида кремния.

Известны и применяются гидрометаллургические способы выделения титана из лейкоксенового концентрата. Известен способ, включающий обработку 93,5%-ной серной кислотой при температуре 260-270°C (В.А. Резниченко, В.С. Устинов, И.А. Карязин, А.Н. Петрунько. Электрометаллургия и химия титана. М., Наука, 1982, 280 с.).

Известны гидрометаллургические способы получения синтетического рутила, включающие предварительную пирометаллургическую обработку концентрата, например магнетизирующий обжиг перед обработкой щелочью (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.).

Наиболее близким аналогом заявляемого изобретения является гидрометаллургический способ, включающий плавку концентрата с кальцийсодержащей добавкой перед обработкой концентрированной серной кислотой. Плавка с кальцийсодержащей добавкой позволяет снизить температуру кислотного разложения до 200°C (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).

Недостатком известных гидрометаллургических способов является необходимость

использования опасных химически агрессивных реагентов - горячих кислот и щелочей, что снижает ресурс работы оборудования, ухудшает условия труда и экологические показатели процесса.

5 Задача, на решение которой направлено наше изобретение, заключается в снижении экологической опасности переработки лейкоксенового концентрата, улучшении условий труда и повышении ресурса работы оборудования.

Техническим результатом изобретения является получение из лейкоксенового концентрата синтетического рутила в качестве сырья титановой промышленности без использования кислот и щелочей.

10 Положительные особенности изобретения обусловлены тем, что переработка концентрата осуществляется без использования кислот, щелочей и других экологически опасных и химически агрессивных реагентов.

Технический результат достигается тем, что в способе переработки лейкоксенового концентрата, включающем плавку, измельчение и выщелачивание, согласно изобретению 15 плавку концентрата осуществляют при температуре 2000-2300 К совместно с содой, масса которой в 1,8 раз превышает массу диоксида кремния в концентрате, а измельченный продукт плавки выщелачивают водой с получением синтетического рутила.

Сущность изобретения в заявленном способе переработки лейкоксенового концентрата осуществляется получением из указанного концентрата синтетического рутила, предназначенного для дальнейшей переработки известными методами (Зеликман А.Н., Крейн О.Е., Самсонов Г.В. *Металлургия редких металлов*. М., *Металлургия*, 1978, 20 560 с.). Заявленный способ включает плавку концентрата при температуре 2000-2300 К совместно с содой, масса которой в 1,8 раз превышает массу диоксида кремния в концентрате. При этом диоксид кремния, содержащийся в концентрате, взаимодействует с содой с образованием силикатов натрия. В результате получается плав на основе оксидов титана и силикатов натрия. Поскольку силикаты натрия растворимы в воде, они удаляются после измельчения плава выщелачиванием водой по известным 25 технологиям.

30 Если количество соды превышает указанное, то происходит бесполезный расход соды и энергии на плавку. Если количество соды меньше указанного, то ее не хватит на полное удаление диоксида кремния.

Возможность образования силикатов натрия при взаимодействии лейкоксенового концентрата с содой, взятой в указанном количестве, подтверждена термодинамическим 35 расчетом с использованием программы «Терра» (Трусов Б.Г. *Компьютерное моделирование фазовых и химических равновесий*. Инженерный вестник, 2012, №8, с. 1-7). В таблице 1 в % по массе приведен расчетный состав плава, полученного из концентрата (раствора), содержащего 50% TiO_2 и 50% SiO_2 в диапазоне температур $T=1000-2500$ К.

40 Несмотря на то, что образование силикатов натрия при взаимодействии карбоната натрия и диоксида кремния возможно и при температурах меньше 2000 К (изменение энергии Гиббса реакции $SiO_2+Na_2CO_3=Na_2SiO_3+CO_2$ приобретает отрицательное значение при $T>600$ К), концентрат должен быть подвергнут плавлению, происходящему при 45 температуре 2000-2300 К. Плавление необходимо, так как известно, что образование силикатов натрия наиболее эффективно происходит именно при сплавлении диоксида кремния с карбонатом натрия (Глинка Н.Л. *Общая химия*. Л., *Химия*, 1977, 720 с.).

Нагрев концентрата до температуры выше 2300 К нежелателен, так как он приводит к существенному увеличению содержания диоксида кремния в продуктах плавки

(таблица 1).

При выщелачивании плава силикаты натрия и остатки соды перейдут в раствор и будут удалены. Синтетический рутил в виде оставшегося шлама согласно расчету будет включать всего 1-4% SiO_2 .

5 Используемые термины и определения

Синтетический рутил - материал, содержащий 85-90% TiO_2 , являющийся традиционным сырьем титановой промышленности и предназначенный для переработки по известным технологиям.

10 Плав - застывший оксидный расплав сложного состава.

Выщелачивание - обработка твердой смеси каким-либо растворителем, например водой, с удалением одного из компонентов путем растворения.

Сода - карбонат натрия Na_2CO_3 .

Силикаты натрия - химические вещества Na_2SiO_3 и $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$.

15 Предлагаемое изобретение позволяет получить из лейкоксенового концентрата синтетический рутил, при этом упрощается способ переработки концентрата, улучшаются экологические показатели процесса, улучшаются условия труда, повышается ресурс работы оборудования и улучшается экономичность процесса в целом.

Изобретение может быть использовано в титановой промышленности для 20 переработки лейкоксенового концентрата с получением синтетического рутила как сырья для производства по известным технологиям пигментного диоксида титана, металлического титана и другой титановой продукции.

Таблица 1

25

T, K	SiO_2	TiO_2	Na_2CO_3	Na_2SiO_3	$\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$
1000	0,757	32,6	3,15	60,3	3,19
1500	0,229	32,9	1,38	62,8	2,69
30 2000	0,389	33,5	0,202	61,2	4,68
2300	1,47	34,0	0,026	49,2	14,1
2500	3,84	34,8	0,005	33,9	25,4

35

(57) Формула изобретения

Способ переработки лейкоксенового концентрата, включающий плавление концентрата, измельчение плава и выщелачивание, отличающийся тем, что плавление концентрата осуществляют при температуре 2000-2300 К совместно с содой, масса 40 которой в 1,8 раз превышает массу диоксида кремния, содержащегося в концентрате, а измельченный плав выщелачивают водой с получением синтетического рутила.

45