



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 101300

(13) C2

(51) МПК

C01G 23/08 (2006.01)

C09C 1/36 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(21) Номер заявки:	а 2008 06732	(72) Винахідник(и):	Фрейтас Ліну Родрігіс ді (BR), Орта Раналду Мореїра ді (BR), Туді Жуан Алберту Лесса (BR)
(22) Дата подання заявки:	20.09.2006	(73) Власник(и):	КОМПАЊЯ ВАЛЕ ДУ РІУ ДОСЕ, BR 262 - KM 296, Distrito de Santa Luzia - Minas Gerais, 33030-970, Brazil (BR)
(24) Дата, з якої є чинними права на винахід:	25.03.2013	(74) Представник:	Мошинська Ніна Миколаївна, реєстр. №115
(31) Номер попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	PI 0504385-9	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою:	GB 2305913 A, 23.04.1997 GB 565349 A, 07.11.1944
(32) Дата подання попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	17.10.2005		
(33) Код держави-учасниці Паризької конвенції, до якої подано попередню заявку:	BR		
(41) Публікація відомостей про заявку:	25.07.2008, Бюл.№ 14		
(46) Публікація відомостей про видачу патенту:	25.03.2013, Бюл.№ 6		
(86) Номер та дата подання міжнародної заявки, поданої відповідно до Договору РСТ	PCT/BR2006/000190, 20.09.2006		

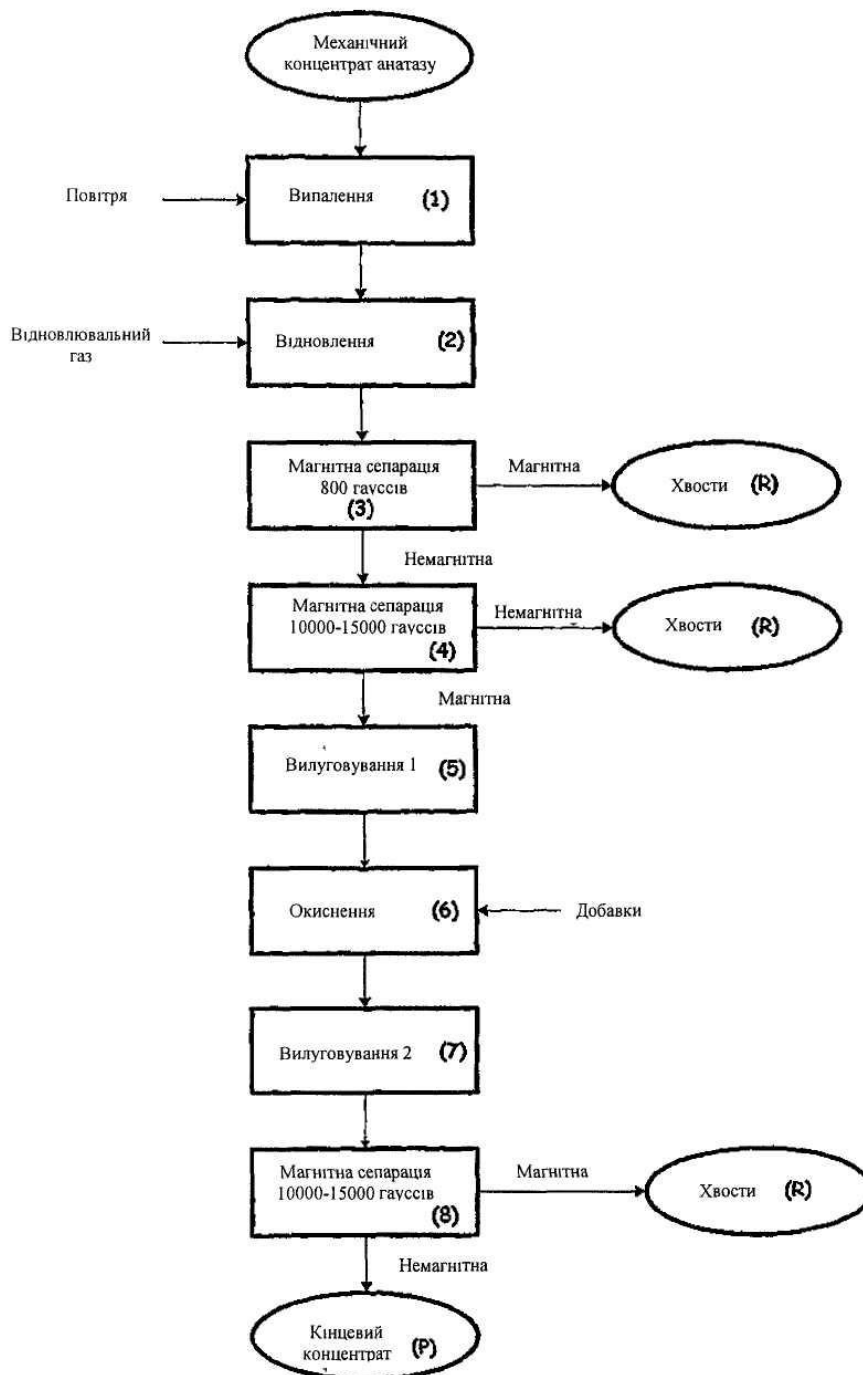
(54) СПОСІБ ЗБАГАЧЕННЯ МЕХАНІЧНИХ КОНЦЕНТРАТІВ АНАТАЗУ ДЛЯ ОТРИМАННЯ СИНТЕТИЧНОГО РУТИЛУ З НИЗЬКИМ ВМІСТОМ РІДКІСНОЗЕМЕЛЬНИХ І РАДІОАКТИВНИХ ЕЛЕМЕНТІВ

(57) Реферат:

Спосіб отримання синтетичного рутилу з низьким вмістом рідкісноземельних і радіоактивних елементів з механічних концентратів анатазу, що включає наступну послідовність операцій: випалення (1) концентрату анатазу в печі з псевдозрідженим шаром або барабанній печі, причому гідратовані оксиди заліза перетворюються в гематит після видалення гідратної води, забезпечуючи зниження часу, необхідного для наступного етапу; відновлення (2) випаленого продукту в печі з псевдозрідженим шаром або барабанній печі, використовуючи водень, природний газ або будь-який відновник на основі вуглецю, в тому числі такий, як металургійний кокс, деревне вугілля, нафтовий кокс, графіт, результатом чого є перетворення гематиту в магнетит; суху або мокру сепарацію (3) відновленого продукту в слабкому магнітному полі; сепарацію (4) в сильному, високоградієнтному магнітному полі немагнітної фракції від сепарації в слабкому магнітному полі, з витяганням силікатів, вторинних фосфатів, моназиту, кальцититу, цирколініту і мінералів, що містять уран і торій; вилуговування (5) магнітної фракції від сепарації в сильному, високоградієнтному магнітному полі в змішувальних резервуарах або колонах з псевдозрідженим шаром розчином, що забезпечує розчинення домішок, багатих залізом, алюмінієм, фосфатами, магнієм, барієм, кальцієм, стронцієм, рідкісноземельними елементами, ураном і торієм; фільтрацію вилугованого продукту; сушіння відфільтрованого продукту; окиснення (6) висушеного продукту в присутності суміші наступних

UA 101300 C2

речовин: сульфати лужних металів, головним чином літію, натрію і калію, карбонати лужних металів, головним чином літію, натрію і калію, фосфорна кислота (H_3PO_4) і, можливо, хлорид натрію; швидкого охолодження окисненого продукту у воді або стисненому повітрі; вилуговування (7) швидкоохолодженого продукту в змішувальних резервуарах або колонах; фільтрацію продукту з другого вилуговування (7) на стрічковому фільтрі і сушіння відфільтрованого продукту в ротатійній сушарці або сушарці з псевдозрідженим шаром; суху сепарацію (8) продукту з другого вилуговування в сильному, високоградієнтному магнітному полі в сепараторі з рідкісноземельним постійним магнітом, з відкиданням магнітної фракції і виділенням немагнітної фракції як кінцевого продукту (P), тобто синтетичного рутилу.



Фіг. 1

Суть винаходу

Даний винахід стосується способу отримання синтетичного рутилу з низьким вмістом рідкісноземельних і радіоактивних елементів з механічних концентратів анатазу, що включає наступну послідовність операцій: випалення (1) концентрату анатазу в псевдозрідженому шарі або барабанній печі при температурі між 400°C і 600°C протягом періоду часу від 15 до 60 хвилин, причому гідратовані оксиди заліза після видалення гідратної води перетворюються в гематит, забезпечуючи зменшення часу, необхідного для наступного етапу; відновлення (2) випаленого продукту в печі з псевдозрідженим шаром або барабанній печі при температурі між 400°C і 600°C протягом періоду часу від 5 до 30 хвилин, використовуючи як відновник водень, природний газ або будь-який відновник на основі вуглецю, в тому числі такий, як металургійний кокс, деревне вугілля, нафтовий кокс, графіт, результатом чого є перетворення гематиту в магнетит; суха або мокра сепарація (3) відновленого продукту в слабкому магнітному полі в діапазоні між 600 і 800 гауссами в барабанних магнітних сепараторах з постійним магнітом, при якій магнітну фракцію, що утворилася на етапі відновлення, відкидають; сепарація (4) в сильному, високоградієнтному магнітному полі немагнітної фракції від сепарації в слабкому магнітному полі, у валкових або барабанних сепараторах з рідкісноземельним постійним магнітом в діапазоні напруження магнітного поля від 10000 до 15000 гауссів, з витяганням силікатів, вторинних фосфатів, моназиту, кальцититу, цирколініту і мінералів, що містять уран і торій; вилуговування (5) магнітної фракції від сепарації в сильному, високоградієнтному магнітному полі в змішувальних резервуарах або колонах з псевдозрідженим шаром розчином 20-25 %-ної (мас/мас) HCl, при ваговому відношенні твердої і рідкої фаз 1/2, температурі між 90°C і 107°C протягом часу знаходження на вилуговуванні від 2 (двох) до 4 (чотирьох) годин, забезпечуючи розчинення домішок, багатих залізом, алюмінієм, фосфатами, магнієм, барієм, кальцієм, стронцієм, рідкісними землями, ураном і торієм; фільтрація вилугованого продукту на стрічковому фільтрі; сушіння відфільтрованого продукту в ротаційній сушарці або сушарці з псевдозрідженим шаром; окиснення (6) висушеного продукту в барабанній печі або реакторі з псевдозрідженим шаром при температурі в діапазоні від 900°C до 1200°C в присутності суміші наступних речовин: сульфати лужних металів (головним чином літію, натрію і калію), карбонати лужних металів (головним чином літію, натрію і калію), фосфорна кислота (H₃PO₄) і, можливо, хлорид натрію; швидке охолодження окисненого продукту у воді або стиснутому повітрі; вилуговування (7) швидкоохолодженого продукту в змішувальних резервуарах або колонах таким чином, щоб вказане вилуговування можна було провести, використовуючи або 25,0 %-ний (мас/мас) розчин соляної кислоти (HCl) при ваговому відношенні твердої і рідкої фаз 1:2, при температурі від 90°C до 107°C, протягом від 2 (двох) до 4 (чотирьох) годин, або 55,0 %-ний (мас/мас) розчин сірчаної кислоти (H₂SO₄) при ваговому відношенні твердої і рідкої фаз 1:2 протягом від 2 (двох) до 4 (чотирьох) годин при температурі 135°C; фільтрація продукту з другого вилуговування (7) на стрічковому фільтрі; і сушіння відфільтрованого продукту в ротаційній сушарці або сушарці з псевдозрідженим шаром; суха сепарація (8) продукту з другого вилуговування в сильному, високоградієнтному магнітному полі у валкових або барабанних сепараторах з рідкісноземельним постійним магнітом (10000-15000 гауссів), з відкиданням магнітної фракції і виділенням немагнітної фракції як кінцевого продукту (P), тобто шуканого синтетичного рутилу.

Опис винаходу

Даний винахід стосується способу отримання концентратів титану, придатних для застосування як сировини для хлоридного способу виробництва пігменту діоксиду титану з концентратів анатазу, отриманих за допомогою процесів механічного концентрування.

У Бразилії є великі запаси титанової руди, присутні в так званих лужних трубках в штатах Minas Gerais і Goiás. Однак, мінерал, що зустрічається в бразильських родовищах, є анатазом, а не рутилом або ільменітом, які частіше зустрічаються в інших місцях. До цього часу деякі обмеження технічного порядку і технічні вимоги на продукти перешкоджали промисловій експлуатації бразильських запасів анатазу. Сюди належить і надзвичайно високий вміст домішок в кінцевому концентраті, який вищий технічних вимог хлоридного способу виробництва пігменту діоксиду титану. Домішками, що найчастіше зустрічаються, є лужноземельні елементи, рідкісні землі і мінерали, що містять уран і торій. Потрібно підкреслити, що в цей час отримання пігментів TiO₂ являє собою найголовніше промислове застосування титанвмісної сировини.

Щоб подолати ці труднощі і щоб отримати маючий комерційну цінність продукт на основі анатазу, пропонувалося декілька способів. Однак такі способи мають ряд недоліків, або тому що вони не забезпечують виділення продукту, що відповідає ринковим вимогам, або в зв'язку з високою вартістю необхідних для цього одиничних операцій.

Таким чином, одна із задач даного винаходу полягає в тому, щоб запропонувати спосіб збагачення механічних концентратів анатазу, отримуючи тим самим синтетичний рутил з низьким вмістом рідкісноземельних і радіоактивних елементів. У результаті виходить продукт високої якості при менших витратах на виробництво, ніж витрати, пов'язані з традиційними технологічними схемами.

Нижче даний винахід буде описаний з посиланнями на прикладені креслення, на яких:

фігура 1 показує технологічну схему процесу збагачення механічних концентратів анатазу для отримання синтетичного рутилу з низьким вмістом рідкісноземельних і радіоактивних елементів;

фігура 2 показує варіант зображеної на фігурі 1 технологічної схеми процесу збагачення механічних концентратів анатазу для отримання синтетичного рутилу з низьким вмістом рідкісноземельних і радіоактивних елементів; і

фігура 3 показує інший варіант зображеної на фігурі 1 технологічної схеми процесу збагачення механічних концентратів анатазу для отримання синтетичного рутила з низьким вмістом рідкісноземельних і радіоактивних елементів.

Даний винахід відрізняється унікальними комбінаціями окремих операцій, відомих на сучасному рівні переробки мінералів, результатом чого є отримання синтетичного рутилу з низьким вмістом рідкісноземельних і радіоактивних елементів з механічних концентратів анатазу.

Для цілей даного винаходу механічний концентрат анатазу визначається як матеріал, що отримується в результаті застосування наступної послідовності окремих операцій при переробці вихідних анатазних руд: дезагрегування, подрібнення, просіювання, розмелювання і сортування по розмірах частинок в діапазоні між 0,074 і 1,000 мм, магнітні сепарації в слабкому (800 гауссів) і середньому (2000 гауссів) магнітних полях, причому механічний концентрат анатазу являє собою немагнітну фракцію, отриману в результаті сепарації при 2000 гауссів.

Запропонований тут спосіб починається з випалення механічного концентрату анатазу, що здійснюється при температурі в діапазоні між 400 і 600 °C, протягом періоду часу від 15 до 60 хвилин в присутності повітря, з подальшим відновленням воднем, моноксидом вуглецю, газом, що отримується від спалювання природного газу, або будь-яким твердим відновником на основі вуглецю - металургійним коксом, деревним вугіллем, нафтовим коксом, графітом - в тому ж діапазоні температур протягом 5-15 хвилин. Мета таких об'єднаних операцій випалення і відновлення полягає в тому, щоб сприяти частковому відновленню оксидів і гідроксидів заліза, що містяться в руді, з подальшим отриманням магнетиту таким чином, щоб цю фазу можна було легко видалити за допомогою магнітної сепарації. У способі, описаному в бразильському патенті PI-9501272-9, згадується "намагнічувальне відновлення", однак, такий операції не передують етап випалення. Крім того, час знаходження на відновному етапі, наведений у вказаному патенті, складає від 30 до 60 хвилин. Було показано, що проведенням операції випалення перед відновленням можна знизити час відновлення з 60 хвилин до значень між 5 і 15 хвилинами, що впливає згодом позитивним чином на інший процес збагачення, оскільки це означає підвищення ефективності на подальших етапах вилуговування.

Відновлений продукт подається на етап сепарації в слабкому магнітному полі (600-1000 гауссів), який може проводитися або сухим, або мокрим способом, причому магнітна фракція, яка містить по суті синтетичний магнетит, відкидається, а немагнітна фракція утворює шуканий матеріал. Потім ця фракція спрямовується на операцію сухої сепарації в сильному, високоградієнтному магнітному полі (10000-15000 гауссів), яка дає два продукти: немагнітну фракцію, багату силікатами, вторинними фосфатами і мінералами, що містять цирконій, уран і торій, яка відкидається, і магнітну фракцію, багату титаном, яка відділяється для наступних технологічних етапів. Альтернативно, ця сепарація в сильному магнітному полі може бути замінена гравітаційною сепарацією, яка може бути проведена у відцентровій відсаджувальній установці. У цьому альтернативному варіанті легка фракція, яка отримана з етапу відсадження і містить, поряд з мінералами, що містять цирконій, уран і торій, високі кількості силікатів, слюди, вторинних фосфатів, відкидається, а важка фракція, багата титаном, переводиться на наступні технологічні етапи.

Магнітна фракція, що отримується в результаті сепарації в сильному магнітному полі, або важка фракція, що витягується при гравітаційній сепарації, подається на перше вилуговування, яке може проводитися в змішувальних резервуарах або колонах (вилуговування в псевдозрідженому шарі), соляною кислотою HCl з концентрацією 20-25 % мас/мас, при ваговому відношенні твердої і рідкої фаз 1:2, температурі в діапазоні від 90 °C до 107 °C, протягом від 2 (двох) до 4 (чотирьох) годин. При цьому вилуговуванні відбувається істотне розчинення домішок, що містяться в концентраті, особливо заліза, алюмінію, марганцю,

фосфору, лужноземельних елементів (кальцій, магній, барій і стронцій), рідкісноземельних елементів і торію.

Після промивання, розділення на тверду і рідку фази і сушіння вилугований залишок окислюється в барабанній печі або печі з псевдозрідженим шаром протягом періоду часу від 30 до 120 хвилин при температурі між 900 °C і 1200 °C в присутності суміші добавок, які будуть більш детально описані нижче. При цій операції істотно підтримувати атмосферу з високим рівнем окиснення, що досягається безперервним введенням повітря або кисню.

Суміш добавок, що використовується на етапі окиснення, повинна включати наступні речовини: сульфати лужних металів (головним чином літію, натрію і калію), карбонати лужних металів (знову ж, головним чином літію, натрію і калію), фосфорну кислоту (H_3PO_4) і, можливо, хлорид натрію. Відносні кількості цих речовин будуть деталізовані в прикладах, що даються в кінці даної заявки. Мета цієї суміші добавок полягає в тому, щоб поєднатися з домішками, що містяться в руді, утворюючи фази, які будуть видалені з багатих титаном мінералів на подальших операціях вилуговування і сепарації в сильному магнітному полі. При окисненні анатаз безповоротно перетворюється в рутил, стаючи результатом титановою фазою.

Окиснений продукт повинен бути "загашений", що проводиться шляхом швидкого охолодження, переважно у водяній ванні при кімнатній температурі.

Концентрат з окиснення піддається другому етапу вилуговування, знову в змішувальних резервуарах або колонах, причому вилуговувальним агентом може бути або соляна кислота (HCl), або сірчана кислота (H_2SO_4). Умови цього другого вилуговування: тривалість, температура, концентрація кислоти і щільність пульпи, - будуть вказані в прикладах, що наводяться в кінці тексту. На другому вилуговуванні домішки, що залишилися, такі як залізо, алюміній, фосфор, кальцій, рідкісноземельні елементи, що залишилися, уран і торій, розпадаються і переводяться в розчин, із збагаченням твердого залишку титаном, що є наслідком цього.

У способі, детально описаному в патентній заявці PI-0304443-2 (Бразилія) авторів даного винаходу, описується послідовність окиснення/вилуговування, подібна до тієї, що описується і тут. Однак, через те, що добавки, що використовуються на етапі високотемпературного окиснення, містять суміш оксиду кремнію/фториду натрію (SiO_2/NaF), вилуговування, що йде за окисненням, є ефективним тільки в тому випадку, якщо воно проводиться в присутності HF або NaF, тобто вилуговування в присутності фторид-іону (F^-). Крім того, у випадку використання при окисненні суміші NaF/ SiO_2 для видалення домішок при подальшому вилуговуванні ефективна тільки соляна кислота. Несподівано було виявлено, що великою перевагою використання суміші вказаних вище добавок сульфат/карбонат лужних металів + фосфорна кислота і, можливо, хлорид натрію при високотемпературному окисненні є те, що при подальшому вилуговуванні не треба використовувати фторид-іони, крім того, що як вилуговувальний агент можуть ефективно використовуватися HCl або H_2SO_4 .

Після промивання, розділення на тверду і рідку фазу і сушіння, залишок від другого вилуговування піддається сухій сепарації в сильному, високоградієнтному магнітному полі (10000-15000 гауссів), мета якої полягає в тому, щоб відділити в магнітній фракції матеріал з високим вмістом заліза, марганцю, кальцію і інші уран і торій, який потім відкидають. Немагнітна фракція - синтетичний рутил, який збагачений TiO_2 і має низький вміст домішок, шкідливих для хлоридного способу виробництва титанового пігменту, складає шуканий продукт.

Природу і об'єм даного винаходу можна буде краще зрозуміти на основі наступних прикладів. Потрібно зазначити, що ці приклади є виключно ілюстративними і не повинні розглядатися як такі, що обмежують даний спосіб.

Приклад 1

Послідовність окремих операцій, що належить даному прикладу, показана на фігурі 1. Пробу механічного концентрату анатазу з масою 1000 грамів і хімічним складом, вказаним в таблиці 1, піддавали послідовним етапам випалення на повітрі при 500°C протягом 15 хвилин і відновлення воднем при 500°C протягом 5 хвилин, причому обидва етапи проводили в одній і тій же електронагрівальній печі лабораторного масштабу, в якій містилася вертикальна піч з нержавіючої сталі (з псевдозрідженим шаром). Продукт з відновлення охолоджували в реакторі з псевдозрідженим шаром в атмосфері азоту, щоб запобігти повторному окисненню магнітних фаз, утворених при відновленні. Цей продукт масою 945 г потім піддавали сепарації в слабкому магнітному полі, що проводиться в лабораторному мокрому барабанному сепараторі з постійним магнітом, при напруженні поля 800 гауссів. Багату магнетитом магнітну фракцію масою 269 г відкидали, а немагнітна фракція після сушіння масою 676 г і хімічним складом, вказаним в таблиці 1, утворювала головну пробу для наступного етапу сепарації в сильному магнітному полі. Цю сепарацію проводили в лабораторному сухому валковому сепараторі з

рідкісноземельним постійним магнітом у високоградієнтному магнітному полі з напруженням, що дорівнює 10000 гауссів. Два матеріали, отримані в результаті цієї операції: 32 г немагнітного матеріалу з високим вмістом домішок, особливо фосфору, кремнію і кальцію, який відкидався, і 644 г магнітного матеріалу, хімічний склад якого наведений в таблиці 1. Магнітну фракцію подавали на наступний етап вилуговування, який проводили в апараті лабораторного масштабу, що включає нагрівальну сорочку, всередині якої був вміщений реактор з протитоком і механічним перемішуванням, при наступних умовах: температура 105°C, час 4 (чотири) години, вилуговувальний агент 25 %-на (мас/мас) соляна кислота, вагове відношення твердої і рідкої фаз 1/2. Після етапів промивання, фільтрації і сушіння було виділено 417 г концентрату, що має хімічний склад, показаний в таблиці 1. Потім суміш, що містить 45 частин сульфату натрію (Na_2SO_4), 43 частини карбонату натрію (Na_2CO_3) і 12 частин концентрованої фосфорної кислоти (H_3PO_4) (85 %) змішували з вилугованим продуктом в кількості, що складає 15 % від маси концентрату. Після гомогенізації отриману суміш подавали на етап окиснення, який проводили в горизонтальній печі лабораторного масштабу, всередину якої була вміщена мулітова труба, з'єднана з пристроєм, який забезпечував безперервне обертання навколо осі труби. Температуру в печі встановлювали на 1000 °C, і робочі умови обладнання піч/труба (швидкість обертання і кут нахилу) регулювали, щоб сприяти часу знаходження шихти руда/добавка в нагрітій зоні печі приблизно 1 (одна) годину. Приймач, що містить воду, вміщували на виході мулітової труби, з метою сприяння швидкому охолодженню окисненого продукту. Отриманий матеріал після фільтрації і сушіння вилуговували розчином 25 % мас/мас HCl , при ваговому відношенні твердої і рідкої фаз 1:2, температурі 105°C, протягом 4 годин в стендовому скляному реакторі з протитоком і механічним перемішуванням. Після промивання, фільтрації і сушіння виділили 279 г проміжного концентрату, що має хімічний склад, показаний в таблиці 1. Нарешті, вилугований продукт піддавали сухій сепарації в сильному магнітному полі в лабораторному сепараторі (валковий, з рідкісноземельним постійним магнітом, високоградієнтним полем напруження 15000 гауссів). В результаті цієї сепарації отримано два матеріали: магнітна фракція масою 8 г, яка відкидалася, і немагнітна фракція масою 271 г, хімічний склад якої показаний в таблиці 1 і яка складала шуканий синтетичний рутіл. Можна бачити, що цей продукт має високий вміст TiO_2 і дуже низькі вмісти Fe, Al, Mn, лужноземельних металів (Ca, Ba і Sr), рідкісноземельних елементів, проілюстрованого вмістами Ce і La, в доповнення до кількостей урану і торію ($\text{U} + \text{Th} < 100$ м.ч. (мільйонних часток)), що повністю сумісно з його застосуванням як сировини для хлоридного способу виробництва діоксиду титану. Ця вимога низького вмісту U і Th узгоджується із законодавством про охорону навколишнього середовища, діючим зараз у всьому світі, що стосується використання сировини і утилізації відходів промисловості по виробництву пігменту TiO_2 .

Таблиця 1

Приклад 1 - Вміст (мас. %) основних компонентів руди на різних етапах процесу збагачення

Матеріал Маса, г	(1) 1000	(2) 676	(3) 644	(4) 417	(5) 279	(6) 271
TiO_2	53,80	67,60	68,60	87,70	94,95	94,70
Fe (загалом)	16,40	10,60	11,80	3,89	<1,40	<1,40
Al_2O_3	5,98	4,68	4,56	1,58	<0,15	<0,15
CaO	0,97	1,02	0,80	0,25	0,10	0,10
BaO	1,13	1,07	1,03	<0,10	<0,10	<0,10
SrO	0,44	0,31	0,31	<0,05	<0,05	<0,05
P_2O_5	5,31	5,03	5,09	3,11	0,78	0,75
SiO_2	2,15	1,21	1,07	0,72	0,62	0,56
MnO	0,81	0,68	0,71	0,23	0,05	0,05
CeO_2	1,01	0,98	0,90	0,30	<0,08	<0,08
La_2O_3	0,44	0,43	0,43	0,10	0,04	0,04
U (м.д.)	124	130	132	>150	58	45
Th (м.д.)	359	415	417	213	81	53

(1) - механічний концентрат

(2) - концентрат після сепарації в слабкому магнітному полі

(3) - концентрат після сепарації в сильному магнітному полі

(4) - концентрат після першого вилуговування HCl

(5) - концентрат після другого вилуговування HCl

(6) - кінцевий синтетичний рутил

Приклад 2

Послідовність окремих операцій, використаних в цьому прикладі, показана на фігурі 1. Пробу масою 1000 грамів того ж механічного концентрату анатазу, який описаний в прикладі 1, піддавали послідовним етапам випалення при 500 °С протягом 30 хвилин і відновлення сумішшю газів, що містить CO-H₂-CO₂-N₂, протягом 15 хвилин, причому обидва ці етапи проводили в одному і тому ж лабораторному реакторі з псевдозрідженим шаром. Далі пробу піддавали тій же послідовності окремих операцій, які описані в прикладі 1 до етапу окиснення, тобто: мокра сепарація в слабкому магнітному полі, сушіння, сепарація в сильному, високоградієнтному магнітному полі і вилуговування 25 %-ною (мас/мас) соляною кислотою при 105°С, при ваговому відношенні твердої і рідкої фаз 1:2, протягом 4 годин. Концентрат масою 411 г, отриманий в результаті вилуговування, після промивання, фільтрації і сушіння продемонстрував хімічний склад, вказаний в таблиці 2. Цей матеріал потім змішували з тими ж добавками, які деталізовані в прикладі 1 (Na₂SO₄/Na₂CO₃/H₃PO₄) і окиснювали в горизонтальній обертій печі лабораторного масштабу з безперервним потоком кисню при 1000°С протягом 60 хвилин. Продукт з окиснення швидко охолоджували у воді і потім вилуговували в 55,0 %-ій (мас/мас) H₂SO₄, при ваговому відношенні твердої і рідкої фаз 1/2, протягом 4 годин, при температурі 135°С, на обладнанні лабораторного масштабу, аналогічному описаному в прикладі 1. Після етапів промивання, розділення на тверду і рідку фракцію і сушіння було отримано 296 г матеріалу, хімічний склад якого вказаний в таблиці 2. Продукт з другого вилуговування піддавали кінцевій операції сепарації в сильному, високоградієнтному магнітному полі на тому ж обладнанні, яке вказане в попередньому прикладі. В результаті цієї операції було отримано два матеріали: магнітна фракція, що має масу 10 г, яка відкидалася, і немагнітна фракція вагою 286 г. Остання фракція, хімічний склад якої наведений в таблиці 2, утворює шуканий продукт. Можна бачити, що використання замість чистого водню відновлювальної газової суміші на основі CO-H₂ і використання при другому вилуговуванні сірчаної кислоти замість соляної кислоти привело до отримання кінцевого продукту, що має якість, еквівалентну якості продукту, отриманого в попередньому прикладі.

Таблиця 2

Приклад 2 – Вміст (мас. %) основних компонентів руди на різних етапах процесу концентрування

Матеріал	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)
Маса, г	1000	674	640	411	296	286
TiO ₂	53,80	68,00	68,90	87,35	92,05	92,80
Fe (загалом)	16,40	10,50	11,70	4,48	1,85	1,70
Al ₂ O ₃	5,98	1,29	1,45	1,48	<0,15	<0,15
CaO	0,97	1,07	0,72	0,24	0,07	0,06
BaO	1Д3	1,02	1,03	<0,10	<0,10	<0,10
SrO	0,44	0,28	0,29	<0,05	<0,05	<0,05
P ₂ O ₅	5,31	4,31	4,18	3,02	0,55	0,48
SiO ₂	2,15	1,54	0,95	0,74	<0,20	<0,20
MnO	0,81	0,73	0,77	0,23	0,07	0,07
CeO ₂	1,01	1,01	0,94	0,23	<0,08	<0,08
La ₂ O ₃	0,44	0,41	0,42	0,11	0,06	0,06
U (м.ч.)	124	145	141	>150	39	43
Th (м.ч.)	359	455	431	222	55	49

(1) - механічний концентрат

(2) - концентрат після сепарації в слабкому магнітному полі

(3) - концентрат після сепарації в сильному магнітному полі

(4) - концентрат після першого вилуговування HCl

(5) - концентрат після другого вилуговування H₂SC>4

(6) - кінцевий синтетичний рутил

Приклад 3

Послідовність окремих операцій цього прикладу проілюстрована на фігурі 2.

Пробу механічного концентрату анатазу масою 1000 г, склад якої вказаний в таблиці 3, піддавали тій же послідовності окремих операцій, яка описана в прикладі 1 до етапу окиснення, тобто: випалення в присутності повітря протягом 15 хвилин, відновлення воднем протягом 5 хвилин, обидва ці етапи при 500°С і в одному і тому ж реакторі з псевдозрідженим шаром,

мокра сепарація в слабкому магнітному полі, суха сепарація в сильному, високоградієнтному магнітному полі і вилуговування в 25 %-на (мас/мас) HCl при 105°C протягом 4 годин, причому всі ці операції проводили в лабораторному масштабі. Після вилуговування, промивання, розділення на тверду і рідку фази і сушіння виділили 407 г проміжних матеріалів з хімічним складом, вказаним в таблиці 3. Потім вилугований продукт змішували з наступними добавками, в пропорції, що складала 15 % від маси вилугованого концентрату: 42 вагові частини сульфату натрію (Na_2SO_4), 40 вагових частин карбонату натрію (Na_2CO_3), 12 вагових частин фосфорної кислоти (H_3PO_4) і 6 вагових частин хлориду натрію (NaCl). Отриману суміш піддавали окисненню, яке проводили в безперервному режимі в тому ж обладнанні і в тих же експериментальних умовах, які детально описані в попередніх прикладах (час знаходження 60 хвилин і температура 1000°C). Окиснений продукт швидко охолоджували у воді і після етапів фільтрації і сушіння пропускали через той же сепаратор лабораторного масштабу з сильним, високоградієнтним магнітним полем, який вказаний в попередніх прикладах. Отримана магнітна фракція відкидалася, а немагнітну фракцію переводили на кінцевий етап вилуговування HCl. Це вилуговування проводили на лабораторному обладнанні, схожому з описаним в попередніх прикладах, при наступних умовах: концентрація HCl=25 % мас/мас, вагове відношення твердої і рідкої фаз = 1/2, температура = 105°C, час = 4 години. Після промивання, фільтрації і сушіння залишку від вилуговування було виділено 304 г кінцевого продукту, що має хімічний склад, вказаний в таблиці 3. Можна бачити, що альтернативний варіант з проведенням кінцевої магнітної сепарації перед другим вилуговуванням, а також використання хлориду натрію на етапі окиснення привело до отримання високочистого синтетичного рутилу, що має якість, еквівалентну вказаній в попередніх прикладах.

Таблиця 3

Приклад 3 - Вміст (мас. %) основних компонентів руди на різних етапах процесу концентрування

Матеріал	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)
Маса, г	1000	658	629	407	304
TiO_2	52,40	65,31	66,63	85,55	94,13
Fe (загалом)	15,95	11,87	11,33	4,12	<1,40
Al_2O_3	5,52	2,69	2,50	1,57	<0,15
CaO	1,20	1,08	0,82	0,22	0,08
BaO	1,16	1,03	1,03	<0,10	<0,10
SrO	0,46	0,29	0,28	<0,05	<0,05
P_2O_5	5,61	4,33	4,16	3,12	0,65
SiO_2	1,20	0,78	0,40	0,97	0,49
MnO	0,94	0,81	0,81	0,25	0,10
CeO_2	1,07	0,92	0,91	0,27	<0,08
La_2O_3	0,45	0,40	0,41	0,14	0,03
U (м.д.)	119	>150	>150	>150	43
Th (м.д.)	441	474	465	227	54

- (1) - механічний концентрат
 (2) - концентрат після сепарації в слабкому магнітному полі
 (3) - концентрат після сепарації в сильному магнітному полі
 (4) - концентрат після першого вилуговування HCl
 (5) - кінцевий синтетичний рутил

Приклад 4

Послідовність окремих операцій цього прикладу показана на фігурі 3. Пробу в 1000 грамів того ж механічного концентрату анатазу, який вказаний в прикладі 3, піддавали наступній послідовності окремих операцій: випалення з безперервним потоком повітря протягом 15 хвилин, відновлення за допомогою H_2 протягом 10 хвилин, обидва етапи при 500°C і в одному і тому ж реакторі з псевдозрідженням шаром, і мокра сепарація в слабкому магнітному полі, причому всі ці операції в лабораторному масштабі. Далі, немагнітну фракцію від сепарації в слабкому магнітному полі подавали на гравітаційну сепарацію, що проводиться на відцентровій відсаджувальній установці лабораторного масштабу. Важку фракцію масою 642 г, витягнуту з цієї установки, піддавали вилуговуванню HCl, що проводиться на тому ж лабораторному обладнанні і в тих же умовах, які описані в попередніх прикладах: концентрація HCl=25 % мас/мас, вагове відношення твердої і рідкої фаз = 1/2, температура = 105°C, час = 4 години.

Після промивання, фільтрації і сушіння залишок від вилуговування піддавали окисненню в присутності тих же добавок (суміш $\text{Na}_2\text{SO}_4/\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$), в тих же відносних пропорціях і кількостях, які вказані в прикладах 1 і 2. Цю операцію проводили на тому ж обладнанні лабораторного масштабу, яке описане в попередніх прикладах. Окиснений продукт, після швидкого охолодження у воді, вилуговували в 25 %-ній (мас/мас) HCl , при ваговому відношенні твердої і рідкої фаз 1/2 і температурі 105°C , протягом 4 годин, на обладнанні лабораторного масштабу, аналогічному згаданому в попередніх прикладах. Залишок з вилуговування після промивання, фільтрації і сушіння піддавали кінцевій сепарації в сильному, високоградієнтному магнітному полі на обладнанні, аналогічному описаному в попередніх прикладах. В результаті цієї операції було отримано два продукти: магнітна фракція масою 11 г, яка відкидалася, і немагнітна фракція масою 301 г. Ця немагнітна фракція відповідає шуканому синтетичному рутилу для цілей способу, що описується тут. Можна бачити, що застосування гравітаційної сепарації замість сепарації в сильному магнітному полі для видалення домішок, багатих силікатами, вторинними фосфатами і мінералами, що містять цирконій, уран і торій, забезпечує виділення синтетичного рутилу, що володіє такою ж якістю, як і продукти, вказані в попередніх прикладах, тобто високою концентрацію TiO_2 і низьким вмістом забруднювачів, шкідливих для хлоридного способу виробництва пігменту діоксиду титану.

Таблиця 4

Приклад 4 - Вміст (мас . %) основних компонентів руди на різних етапах процесу концентрування

Матеріал	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)
Маса, г	1000	667	642	420	312	301
TiO_2	52,40	65,60	66,40	85,10	91,80	92,30
Fe (загалом)	15,95	10,90	11,60	3,52	<1,40	<1,40
Al_2O_3	5,52	2,20	2,00	0,88	<0,15	<0,15
CaO	1,20	1,07	0,89	0,25	0,11	0,11
BaO	1,16	1,04	1,01	<0,10	<0,10	<0,10
SrO	0,46	0,29	0,29	<0,05	<0,05	<0,05
P_2O_5	5,61	4,34	4,18	3,41	0,78	0,75
SiO_2	1,20	0,84	0,35	0,83	0,96	0,95
MnO	0,94	0,77	0,85	0,20	0,06	0,06
CeO_2	1,07	0,94	0,87	0,32	<0,08	<0,08
La_2O_3	0,45	0,40	0,42	0,10	0,04	0,04
U (м.ч.)	119	108	106	>150	58	52
Th (м.ч.)	441	479	468	199	63	49

(1) - механічний концентрат

(2) - концентрат після сепарації в слабкому магнітному полі

(3) - концентрат після гравітаційної сепарації

(4) - концентрат після першого вилуговування HCl

(5) - концентрат після другого вилуговування HCl

(6) - кінцевий синтетичний рутил

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

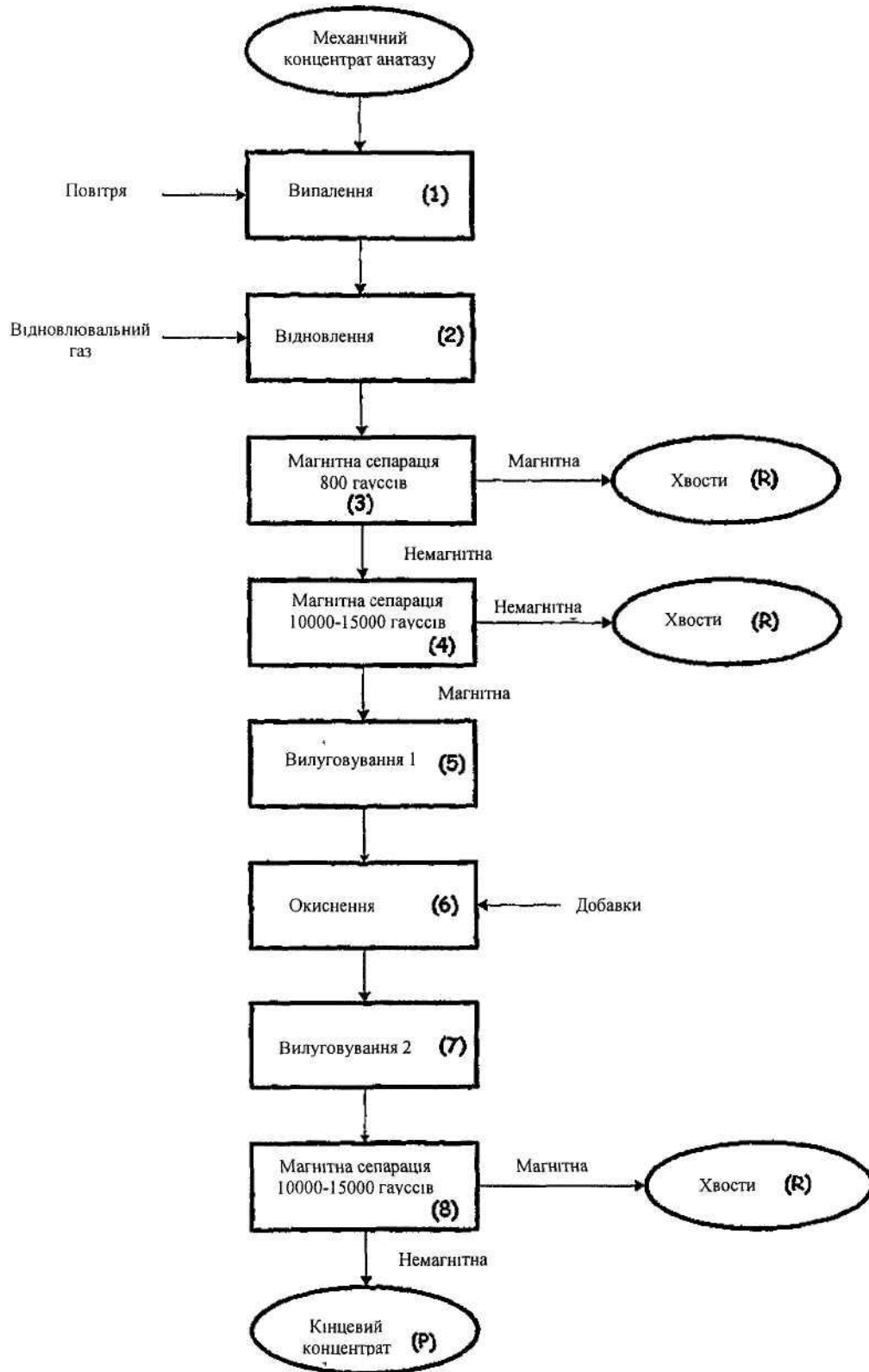
1. Спосіб збагачення механічних концентратів анатазу для отримання синтетичного рутилу з низьким вмістом рідкісноземельних і радіоактивних елементів, який відрізняється вмістом наступної послідовності окремих операцій: випалення (1) концентрату анатазу в печі з псевдозрідженим шаром або в барабанній печі, при температурі між 400°C і 600°C протягом періоду часу від 15 до 60 хвилин, причому гідратовані оксиди заліза після видалення гідратної води перетворюються в гематит, забезпечуючи зменшення часу, необхідного для наступного етапу, відновлення (2) випаленого продукту в печі з псевдозрідженим шаром або в барабанній печі, при температурі між 400°C і 600°C протягом періоду часу від 5 до 30 хвилин, з використанням як відновника водню, природного газу або будь-якого відновника на основі вуглецю, результатом чого є перетворення гематиту в магнетит, сухої або мокрої сепарації (3) відновленого продукту в слабкому магнітному полі в магнітних сепараторах, забезпечених постійним магнітом і барабаном, в діапазоні напруження магнітного поля від 600 до 800 гаус, причому магнітну фракцію, що утворилася на етапі відновлення, відкидають, сухої сепарації (4) в сильному, високоградієнтному магнітному полі немагнітної фракції від сепарації в слабкому

- магнітному полі, у валкових або барабанних сепараторах з рідкісноземельним постійним магнітом в діапазоні зміни напруження магнітного поля від 10000 до 15000 гаус, з витяганням силікатів, вторинних фосфатів, моназиту, кальцититу, цирколініту і мінералів, що містять уран і торій, вилуговування (5) магнітної фракції від сепарації в сильному магнітному полі в змішувальних резервуарах або колонах з псевдозрідженим шаром розчином 20-25 %-ої по масі HCl при ваговому відношенні твердої і рідкої фаз 1:2, при температурі між 90 °C і 107 °C і протягом часу знаходження на вилуговуванні від 2 (двох) до 6 (шести) годин, що сприяє розчиненню домішок, багатих залізом, алюмінієм, фосфатами, магнієм, барієм, кальцієм, стронцієм, рідкісноземельними елементами, ураном і торієм, фільтрації вилугованого продукту на стрічковому фільтрі, сушіння відфільтрованого продукту в ротаційній сушарці або сушарці з псевдозрідженим шаром, окиснення (6) висушеного продукту в барабанній печі або реакторі з псевдозрідженим шаром в діапазоні температур від 900 °C до 1200 °C в присутності суміші наступних добавок: сульфатів лужних металів, карбонатів лужних металів, фосфорної кислоти (H_3PO_4), швидкого охолодження окисненого продукту у воді або стисненому повітрі в барабанному пристрої охолодження або при зануренні у воду, вилуговування (7) швидкоохолодженого продукту в змішувальних резервуарах або колонах, або 20-30 %-ою по масі соляною кислотою (HCl) при масовому відношенні твердої і рідкої фаз 1:2, при температурі у діапазоні від 90 °C до 107 °C протягом від 2 до 6 годин, або 30-60 %-ою по масі сірчаною кислотою (H_2SO_4) при масовому відношенні твердої і рідкої фаз 1:2 протягом від 2 до 6 годин, при температурі 110-140 °C, фільтрації продукту з другого вилуговування (7) на стрічковому фільтрі, сушіння відфільтрованого продукту в ротаційній сушарці або сушарці з псевдозрідженим шаром, і кінцевої сухої сепарації (8) продукту з другого вилуговування в сильному, високоградієнтному магнітному полі у валкових або барабанних сепараторах з рідкісноземельним постійним магнітом 10000-15000 гаус, з відкиданням магнітної фракції і виділенням немагнітної фракції як кінцевого продукту (P), тобто синтетичного рутилу.
2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що етап випалення (1) проводять в атмосфері, багатій повітрям або киснем, в діапазоні температур від 400 °C до 600 °C, переважно 500 °C, протягом від 15 до 60 хвилин, переважно 15 хвилин.
3. Спосіб за п. 1 або 2, який **відрізняється** тим, що етап високотемпературного окиснення продукту з першого вилуговування (5) проводять в атмосфері, багатій повітрям або киснем, в присутності суміші 35-45 масових частин сульфатів лужних металів, головним чином літію, натрію і калію, 35-45 масових частин карбонатів лужних металів, головним чином літію, натрію і калію, і 10-30 масових частин фосфорної кислоти (H_3PO_4).
4. Спосіб за будь-яким з пп. 1-3, який **відрізняється** тим, що суміш добавок на етапі окиснення (6) включає до 10 масових частин хлориду натрію (NaCl).
5. Спосіб за будь-яким з пп. 1-4, який **відрізняється** тим, що суміш використовуваних добавок присутня в кількості, еквівалентній 5-20 % від маси концентрату, що подається на етап окиснення, переважно від 10 до 15 %.
6. Спосіб за будь-яким з пп. 1-5, який **відрізняється** тим, що етап окиснення (6) проводять при температурі, що становить між 900 °C і 1200 °C, переважно від 1000 °C до 1100 °C.
7. Спосіб за будь-яким з пп. 1-6, який **відрізняється** тим, що етап високотемпературного окиснення (6) шихти руда/добавка проводять протягом часу знаходження від 15 до 120 хвилин, переважно від 30 до 60 хвилин.
8. Спосіб за будь-яким з пп. 1-7, який **відрізняється** тим, що етап вилуговування (7) проводять, використовуючи соляну кислоту з концентрацією 25 % по масі, протягом 4 годин, при температурі 105 °C.
9. Спосіб за будь-яким з пп. 1-7, який **відрізняється** тим, що етап вилуговування (7) проводять, використовуючи сірчану кислоту з концентрацією 55 % по масі, протягом 4 годин, при температурі 135 °C.
10. Спосіб збагачення механічних концентратів анатазу для отримання синтетичного рутилу з низьким вмістом рідкісноземельних і радіоактивних елементів, що характеризується наступною послідовністю окремих етапів: випалення (1) концентрату анатазу в печі з псевдозрідженим шаром або в барабанній печі, при температурі між 400 °C і 600 °C протягом періоду часу від 15 до 60 хвилин, відновлення (2) випаленого продукту в печі з псевдозрідженим шаром або в барабанній печі, при температурі між 400 °C і 600 °C протягом періоду часу від 5 до 30 хвилин, з використанням як відновника водню, природного газу або будь-якого відновника на основі вуглецю, у тому числі такого як металургійний кокс, деревне вугілля, нафтовий кокс, графіт, сухої або мокрої сепарації (3) відновленого продукту в слабкому магнітному полі в магнітних сепараторах, забезпечених постійним магнітом і барабаном, в діапазоні напруження магнітного поля від 600 до 800 гаус, при якій магнітну фракцію, що утворилася на етапі відновлення,

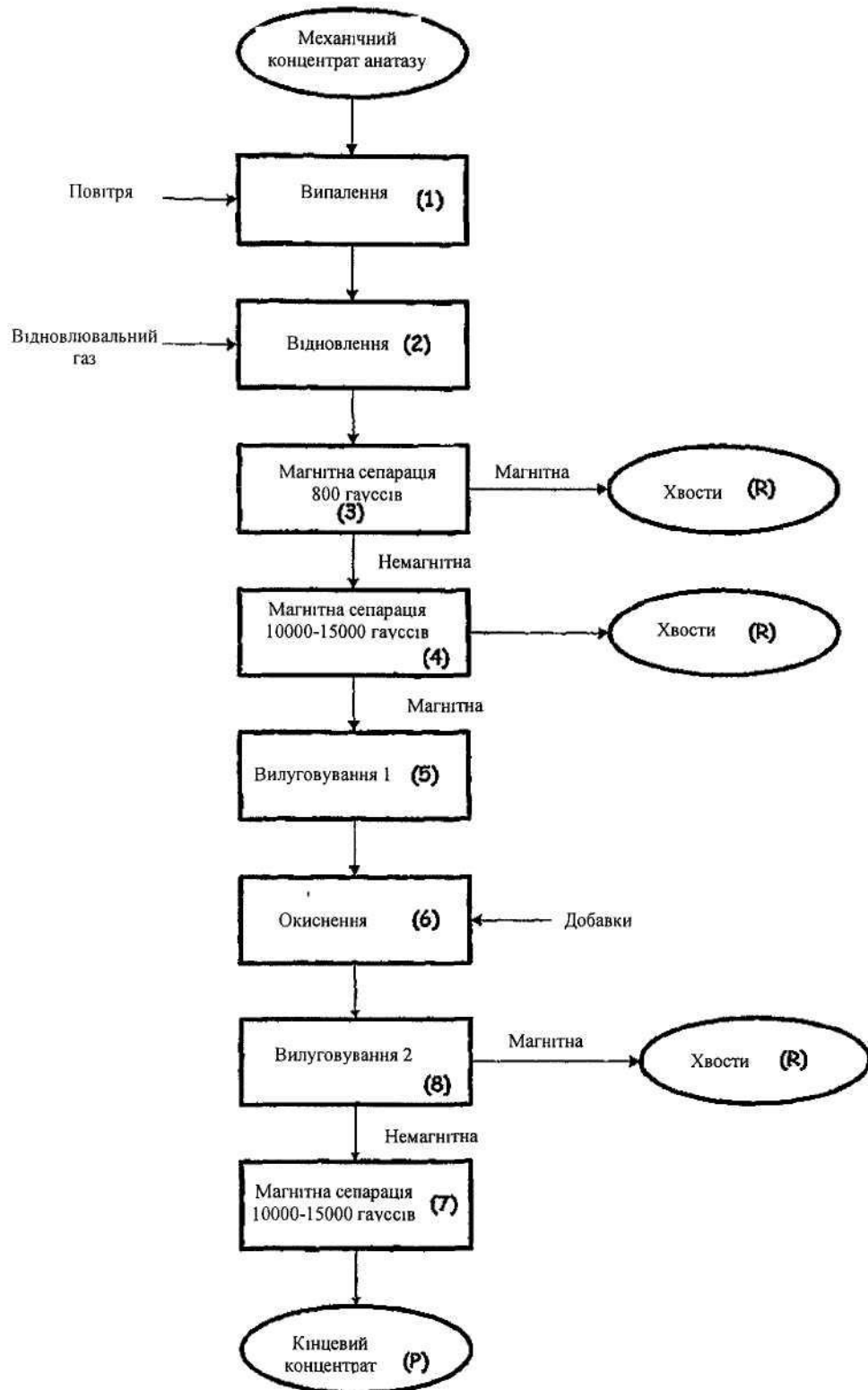
- відкидають, сухої сепарації (4) в сильному, високоградієнтному магнітному полі немагнітної фракції, отриманої в результаті сепарації в слабкому магнітному полі, у валкових або барабанних сепараторах з рідкісноземельним постійним магнітом в діапазоні зміни напруження магнітного поля від 10000 до 15000 гаус, з витяганням силікатів, вторинних фосфатів, моназиту, кальцититу, цирколініту і мінералів, що містять уран і торій, вилуговування (5) магнітної фракції, одержаної в результаті сепарації в сильному магнітному полі, в змішувальних резервуарах або колонах з псевдозрідженим шаром розчином 20-25 %-ої по масі соляної кислоти при масовому відношенні твердої і рідкої фаз 1:2, при температурі між 90 °C і 107 °C і протягом часу знаходження на вилуговуванні від 2 до 4 годин, фільтрації вилугованого продукту на стрічковому фільтрі, сушіння відфільтрованого продукту в ротаційній сушарці або сушарці з псевдозрідженим шаром, окиснення (6) висушеного продукту в барабанній печі або реакторі з псевдозрідженим шаром, при температурі в діапазоні від 900 °C до 1200 °C у присутності суміші наступних добавок: сульфатів літію, натрію і калію, карбонатів літію, натрію і калію, фосфорної кислоти і, можливо, хлориду натрію, швидкого охолодження окисненого продукту у воді або стисненому повітрі в барабанному пристрої охолодження або при зануренні у воду, кінцевої сухої сепарації (8) в сильному, високоградієнтному магнітному полі, з відкиданням магнітної фракції і виділенням немагнітної фракції, яку направляють на наступне друге вилуговування (7), вилуговування (7) швидкоохолодженого продукту в змішувальних резервуарах або колонах, або 20-30 %-ою по масі соляною кислотою при масовому відношенні твердої і рідкої фаз 1:2, при температурі у діапазоні від 90 °C до 107 °C, протягом від 2 до 6 годин, або 30-60 %-ою по масі сірчаною кислотою, протягом від 2 до 6 годин, при температурі від 110 °C до 140 °C, фільтрації продукту з другого вилуговування (7) на стрічковому фільтрі та сушіння відфільтрованого продукту в ротаційній сушарці або сушарці з псевдозрідженим шаром.
11. Спосіб за п. 10, який **відрізняється** тим, що етап випалення (1) проводять в атмосфері, багатій повітрям або киснем, в діапазоні температур від 400 °C до 600 °C, переважно 500 °C, протягом від 15 до 60 хвилин, переважно 15 хвилин.
12. Спосіб за п. 10 або 11, який **відрізняється** тим, що етап високотемпературного окиснення продукту з першого вилуговування (5) проводять в атмосфері, багатій повітрям або киснем, в присутності суміші 35-45 масових частин сульфатів лужних металів, головним чином літію, натрію і калію, 35-45 масових частин карбонатів лужних металів, головним чином літію, натрію і калію, і 10-30 масових частин фосфорної кислоти (H_3PO_4).
13. Спосіб за будь-яким з пп. 10-12, який **відрізняється** тим, що суміш добавок на етапі окиснення (6) включає до 10 масових частин хлориду натрію ($NaCl$).
14. Спосіб за будь-яким з пп. 10-13, який **відрізняється** тим, що суміш використовуваних добавок присутня в кількості, еквівалентній 5-20 % від маси концентрату, що подається на етап окиснення, переважно від 10 до 15 %.
15. Спосіб за будь-яким з пп. 10-14, який **відрізняється** тим, що етап окиснення (6) проводять при температурі, що становить між 900 °C і 1200 °C, переважно від 1000 °C до 1100 °C.
16. Спосіб за будь-яким з пп. 10-15, який **відрізняється** тим, що етап високотемпературного окиснення (6) шихти руда/добавка проводять протягом часу знаходження від 15 до 120 хвилин, переважно від 30 до 60 хвилин.
17. Спосіб за будь-яким з пп. 10-16, який **відрізняється** тим, що етап вилуговування (7) проводять, використовуючи соляну кислоту з концентрацією 25 % по масі, протягом 4 годин, при температурі 105 °C.
18. Спосіб за будь-яким з пп. 10-16, який **відрізняється** тим, що етап вилуговування (7) проводять, використовуючи сірчану кислоту з концентрацією 55 % по масі, протягом 4 годин, при температурі 135 °C.
19. Спосіб збагачення механічних концентратів анатазу для отримання синтетичного рутилу з низьким вмістом рідкісноземельних і радіоактивних елементів, що характеризується наступною послідовністю окремих етапів: випалення (1) концентрату анатазу в печі з псевдозрідженим шаром або в барабанній печі, при температурі між 400 °C і 600 °C протягом періоду часу від 15 до 60 хвилин, відновлення (2) випаленого продукту в печі з псевдозрідженим шаром або в барабанній печі, при температурі між 400 °C і 600 °C протягом періоду часу від 5 до 30 хвилин, з використанням як відновника водню, природного газу або будь-якого відновника на основі вуглецю, у тому числі такого як металургійний кокс, деревне вугілля, нафтовий кокс, графіт, сухої або мокрої сепарації (3) відновленого продукту в слабкому магнітному полі в магнітних сепараторах, забезпечених постійним магнітом і барабаном, в діапазоні напруження магнітного поля від 600 до 800 гаус, при якій магнітну фракцію, що утворилася на етапі відновлення, відкидають, гравітаційно сепарації (9) з відділенням домішок, багатих залізом, силікатами, вторинними фосфатами, моназитом, кальциритом, цирконолітом і мінералами, що містять уран

- і торій, вилуговування (5) важкої фракції, отриманої в результаті гравітаційної сепарації, в змішувальних резервуарах або колонах з псевдозрідженим шаром розчином 20-25 %-ої по масі соляної кислоти при масовому відношенні твердої і рідкої фаз 1:2, при температурі між 90 °C і 107 °C і протягом часу знаходження на вилуговуванні від 2 до 4 годин, фільтрації вилугованого
- 5 продукту на стрічковому фільтрі, сушіння відфільтрованого продукту в ротаційній сушарці або сушарці з псевдозрідженим шаром, окиснення (6) висушеного продукту в барабанній печі або реакторі з псевдозрідженим шаром, при температурі в діапазоні від 900 °C до 1200 °C у присутності суміші наступних добавок: сульфатів літію, натрію і калію, карбонатів літію, натрію і калію, фосфорної кислоти і, можливо, хлориду натрію, швидкого охолодження окисненого
- 10 продукту у воді або стисненому повітрі в барабанному пристрої охолодження або при зануренні у воду, вилуговування (7) швидкоохолодженого продукту в змішувальних резервуарах або колонах, або 20-30 %-ою по масі соляною кислотою при масовому відношенні твердої і рідкої фаз 1:2, при температурі у діапазоні від 90 °C до 107 °C протягом від 2 до 6 годин, або 30-60 %-ою по масі сірчаною кислотою, протягом від 2 до 6 годин при температурі в діапазоні від 110 °C
- 15 до 140 °C, фільтрації продукту з другого вилуговування (7) на стрічковому фільтрі, сушіння відфільтрованого продукту в ротаційній сушарці або сушарці з псевдозрідженим шаром, та кінцевої сухої сепарації (8) продукту з другого вилуговування в сильному, високоградієнтному магнітному полі у валкових або барабанних сепараторах з рідкісноземельним постійним магнітом при 10000-15000 гаус, з відкиданням магнітної фракції і виділенням немагнітної фракції
- 20 як кінцевого продукту (P), тобто синтетичного рутилу.
20. Спосіб за п. 19, який **відрізняється** тим, що етап випалення (1) проводять в атмосфері, багатій повітрям або киснем, в діапазоні температур від 400 до 600 °C, переважно 500 °C, протягом від 15 до 60 хвилин, переважно 15 хвилин.
21. Спосіб за п. 19 або 20, який **відрізняється** тим, що етап високотемпературного окиснення
- 25 продукту з першого вилуговування (5) проводять в атмосфері, багатій повітрям або киснем, в присутності суміші 35-45 масових частин сульфатів лужних металів, головним чином літію, натрію і калію, 35-45 масових частин карбонатів лужних металів, головним чином літію, натрію і калію, і 10-30 масових частин фосфорної кислоти (H_3PO_4).
22. Спосіб за будь-яким з пп. 19-21, який **відрізняється** тим, що суміш добавок на етапі окиснення (6) включає до 10 масових частин хлориду натрію (NaCl).
23. Спосіб за будь-яким з пп. 19-22, який **відрізняється** тим, що суміш використовуваних добавок присутня в кількості, еквівалентній 5-20 % від маси концентрату, що подається на етап окиснення, переважно від 10 до 15 %.
24. Спосіб за будь-яким з пп. 19-23, який **відрізняється** тим, що етап окиснення (6) проводять
- 35 при температурі, що становить між 900 °C і 1200 °C, переважно від 1000 °C до 1100 °C.
25. Спосіб за будь-яким з пп. 19-24, який **відрізняється** тим, що етап високотемпературного окиснення (6) шихти руда/добавка проводять протягом часу знаходження від 15 до 120 хвилин, переважно від 30 до 60 хвилин.
26. Спосіб за будь-яким з пп. 19-25, який **відрізняється** тим, що етап вилуговування (7)
- 40 проводять, використовуючи соляну кислоту з концентрацією 25 % по масі, протягом 4 годин, при температурі 105 °C.
27. Спосіб за будь-яким з пп. 19-25, який **відрізняється** тим, що етап вилуговування (7) проводять, використовуючи сірчану кислоту з концентрацією 55 % по масі, протягом 4 годин, при температурі 135 °C.
28. Спосіб збагачення механічних концентратів анатазу для отримання синтетичного рутилу з
- 45 низьким вмістом рідкісноземельних і радіоактивних елементів, який **відрізняється** тим, що має наступну послідовність окремих операцій: випалення (1) концентрату анатазу в печі з псевдозрідженим шаром або в барабанній печі, при температурі між 400 °C і 600 °C протягом періоду часу від 15 до 60 хвилин, причому гідратовані оксиди заліза після видалення гідратної
- 50 води перетворюються в гематит, забезпечуючи зменшення часу, необхідного для наступного етапу, відновлення (2) випаленого продукту в печі з псевдозрідженим шаром або в барабанній печі, при температурі між 400 °C і 600 °C протягом періоду часу від 5 до 30 хвилин, з використанням як відновника водню, природного газу або будь-якого відновника на основі вуглецю, результатом чого є перетворення гематиту в магнетит, сухої або мокрої сепарації (3)
- 55 відновленого продукту в слабкому магнітному полі в магнітних сепараторах, забезпечених постійним магнітом і барабаном, в діапазоні напруження магнітного поля від 600 до 800 гаус, причому магнітну фракцію, що утворилася на етапі відновлення, відкидають, сухої сепарації (4) в сильному, високоградієнтному магнітному полі немагнітної фракції від сепарації в слабкому магнітному полі, у валкових або барабанних сепараторах з рідкісноземельним постійним магнітом в діапазоні зміни напруження магнітного поля від 10000 до 15000 гаус, з витяганням
- 60

- силікатів, вторинних фосфатів, моназиту, кальцититу, цирколініту і мінералів, що містять уран і торій, вилуговування (5) магнітної фракції від сепарації в сильному магнітному полі в змішувальних резервуарах або колонах з псевдозрідженим шаром розчином 20-25 %-ої по масі HCl при масовому відношенні твердої і рідкої фаз 1:2, при температурі між 90 °C і 107 °C і
- 5 протягом часу знаходження на вилуговуванні від 2 (двох) до 6 (шести) годин, що сприяє розчиненню домішок, багатих залізом, алюмінієм, фосфатами, магнієм, барієм, кальцієм, стронцієм, рідкісноземельними елементами, ураном і торієм, фільтрації вилугованого продукту на стрічковому фільтрі, сушіння відфільтрованого продукту в ротаційній сушарці або сушарці з псевдозрідженим шаром, окиснення (6) висушеного продукту в барабанній печі або реакторі з
- 10 псевдозрідженим шаром в діапазоні температур від 900 °C до 1200 °C в присутності хлориду натрію, швидкого охолодження окисненого продукту у воді або стисненому повітрі в барабанному пристрої охолодження або при зануренні у воду, вилуговування (7) швидкоохолодженого продукту в змішувальних резервуарах або колонах, або 20-30 %-ою по масі соляною кислотою (HCl) при масовому відношенні твердої і рідкої фаз 1:2, при температурі
- 15 у діапазоні від 90 °C до 107 °C протягом від 2 до 6 годин, або 30-60 %-ою по масі сірчаною кислотою (H₂SO₄) при масовому відношенні твердої і рідкої фаз 1:2 протягом від 2 до 6 годин, при температурі в діапазоні від 110-140 °C, фільтрації продукту з другого вилуговування (7) на стрічковому фільтрі, сушіння відфільтрованого продукту в ротаційній сушарці або сушарці з псевдозрідженим шаром, та кінцевої сухої сепарації (8) продукту з другого вилуговування в
- 20 сильному, високоградієнтному магнітному полі у валкових або барабанних сепараторах з рідкісноземельним постійним магнітом при 10000-15000 гаус, з відкиданням магнітної фракції і виділенням немагнітної фракції як кінцевого продукту (P), тобто синтетичного рутилу.



Фіг. 1



Фіг. 2

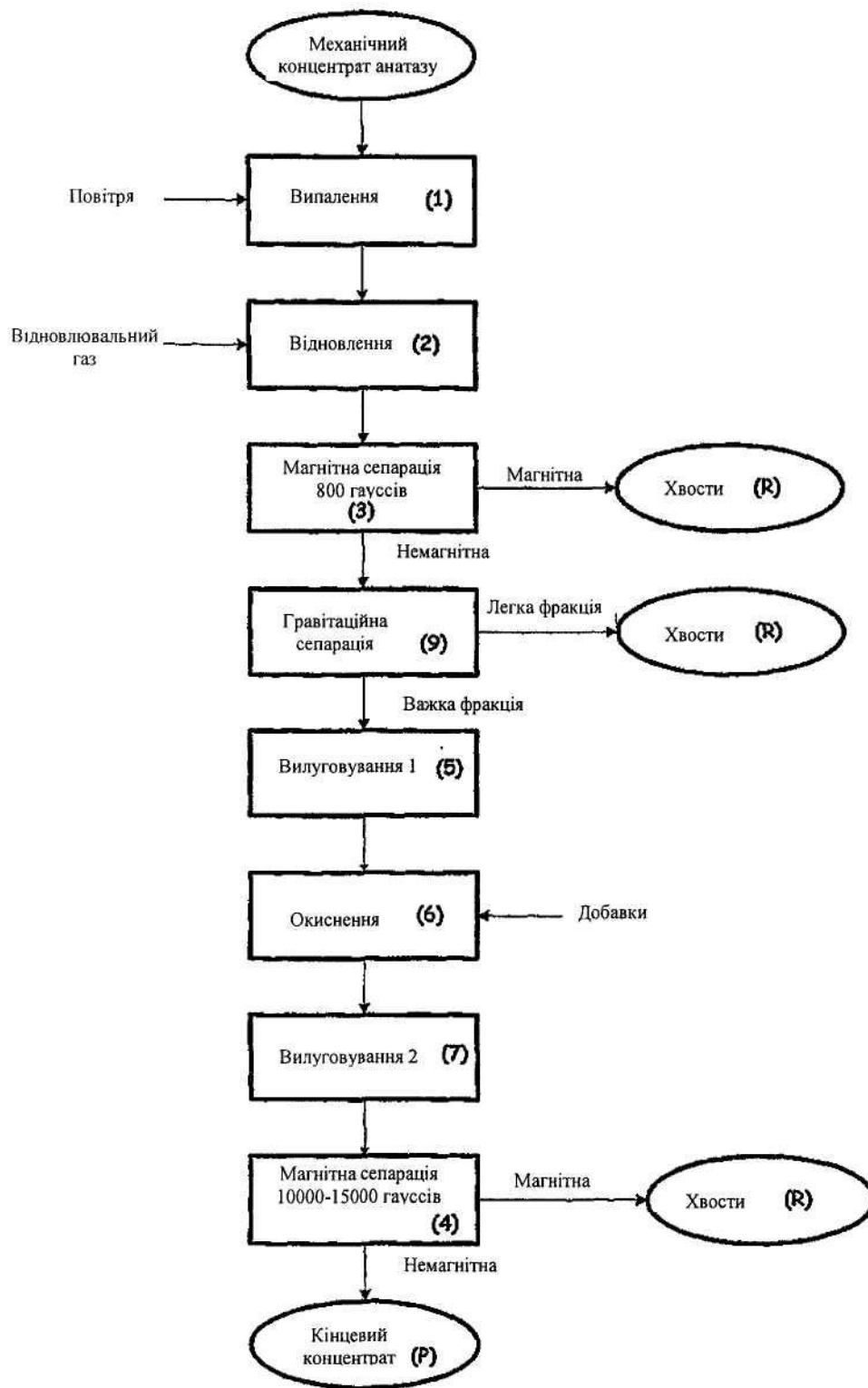


Fig. 3

Комп'ютерна верстка Г. Паяльніков

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601