



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **122545** (13) **U**
(51) МПК (2017.01)

C22B 3/04 (2006.01)

C22B 3/16 (2006.01)

C21B 15/00

C22B 3/22 (2006.01)

МІНІСТЕРСТВО
ЕКОНОМІЧНОГО
РОЗВИТКУ І ТОРГІВЛІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2017 08522**

(22) Дата подання заявки: **19.08.2017**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **10.01.2018**

(46) Публікація відомостей **10.01.2018, Бюл.№ 1**
про видачу патенту:

(72) Винахідник(и):

Хлопицький Олексій Олександрович
(UA),

Савенков Анатолій Сергійович (UA),

Макарченко Наталія Петрівна (UA),

Піоваров Олександр Андрійович (UA),

Немировський Андрій Валентинович
(UA)

(73) Власник(и):

ДЕРЖАВНИЙ ВИЩИЙ НАВЧАЛЬНИЙ

ЗАКЛАД "УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ

ХІМІКО-ТЕХНОЛОГІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ",

просп. Гагаріна, 8, м. Дніпро, 49005 (UA)

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ОКСАЛАТУ ЗАЛІЗА З ВІДХОДІВ ЗБАГАЧЕННЯ ЗАЛІЗНОЇ РУДИ

(57) Реферат:

Спосіб одержання оксалату заліза з відходів збагачення залізної руди включає вилуговування заліза кислотою. При цьому проводять попереднє розділення відходів на фракції просіюванням в межах 0,25-0,5 мм, сухою та мокрою магнітною сепарацією при напруженості магнітного поля 0,09-0,11 Тл, вилуговування одержаної магнітної фракції здійснюють оксалатною кислотою концентрацією 5-25 % в інтервалі температур 25-95 °С впродовж часу 20-90 хв.

UA 122545 U

Корисна модель належить до способу одержання оксалату заліза з відходів збагачення залізної руди шляхом їх фракційного розділення на магнітну і немагнітну фракції та вилучення заліза із магнітної фракції вилуговуванням оксалатною кислотою з його одержанням у вигляді оксалату, який може бути використаний для виробництва високочистого заліза, а також адсорбентів та каталізаторів і сполук різного функціонального призначення, немагнітна фракція у свою чергу може бути використана у виробництві різного виду будівельних матеріалів.

Відомий спосіб отримання гетерогенного ґрунтового композиту з відходів збагачення залізних руд, що реалізується керованим двостадійним синтезом в реакторі, де на першій стадії в результаті обробки відходів збагачення залізної руди технічною соляною кислотою HCl з концентрацією 33 % утворюється гідратований хлорид заліза, при цьому кількість соляної кислоти визначається виходячи з розрахунку повної взаємодії з залізовмісними компонентами у відходах, тобто в стехіометричному співвідношенні. Після завершення 1-ї стадії отриману суміш, що включає інертну частину відходів і гідратований хлорид заліза, нейтралізують лужним з'єднанням, наприклад розчином гідрату окису калію KOH, або гідрату окису натрію NaOH, або карбонату натрію Na_2CO_3 , або хлористого амонію NH_4OH , або суспензією карбонату кальцію CaCO_3 , в результаті чого осідає гідроксид заліза. Контроль нейтралізації здійснюють стандартним індикаторним папером до досягнення нейтральної середовища: $\text{pH}=7$. Потім після відстоювання протягом 1 години видаляють рідку фазу, наприклад, відбирають сифонною трубкою. Можуть бути використані й інші способи: декантація, центрифугування, фільтрування і т. п. Другим компонентом, який утворюється на другій стадії, є водорозчинні солі - хлориди лужних металів або хлорид амонію, які при необхідності легко видаляються промиванням. Зневоднення готового продукту проводять до вологості, що відповідає повній вологоємності продукту у пастоподібному стані для забезпечення зручності подальшого використання. [Пат. 25325852 РФ, МПК (2006.01) E21F 5/06. Способ получения гетерогенного грунтового композита из отходов обогащения железных руд [Текст] / Сергеев С. В., Болтенкова О. Е., Добрынин В. Е. (РФ); заявитель и патентообладатель Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Белгородский государственный национальный исследовательский университет". - № 2013143413/03; заявл. 25.09.2013; опубл. 20.12.2014, Бюл. № 35].

До недоліків відомого рішення відноситься: складність технологічного процесу, використання концентрованої соляної кислоти, яка приводить до корозії устаткування, неповне використання одержаних рідких та твердих фракцій, що призводить до отримання неякісного заліза.

Відомий спосіб переробки відходів збагачення залізних руд, що включає магнітну сепарацію при напруженості магнітного поля 15-17 тис. ерстед з отриманням магнітної і немагнітної фракції і класифікацію, гравітаційне збагачення в апараті Кнелльсона, з виділенням легкої фракції і концентрату благородних, рідкісних, розсіяних, платинових металів, що направляється на подвійну послідовну переробку в апараті Кнелльсона, легкі фракції, отримані на концентраторі об'єднують і розділяють у важкій суспензії з виділенням мінералів граніту і піску з питомою вагою менше $3,0 \text{ г/см}^3$, який класифікацією за крупністю розділяють на фракції (0,50-0,15 мм), (5-0,5 мм) і (0-0,15 мм) та використовують у виробництві будівельних матеріалів в якості піску і заповнювачів бетону. Концентрат, отриманий в апараті Кнелльсона, що містить кольорові метали піддається послідовно трьом переробкам для подальшого вилучення цінних компонентів. [Пат. 2452581 РФ, МПК (2006.01) B03B 9/06. Способ переработки отходов обогащения железных руд [Текст] / Коробейников А. П., Филин А. Н., Барыльников В. В., Нуждова О. А., Артемьева А. А. (РФ); заявитель и патентообладатель Коробейников Анатолий Прокопьевич. - № 2010131214/03; заявл. 26.07.2010; опубл. 10.02.2012, Бюл. № 4].

До недоліків відомого способу слід віднести:

складність технологічного і апаратурного оформлення;

використання малого значення напруженості магнітного поля, що призводить до неповного вилучення заліза з відходів;

неможливість одержання чистого заліза для потреб промисловості.

Найбільш близьким до запропонованої корисної моделі, являється спосіб отримання високодисперсних порошків заліза, який включає змішування розчинів, що містять іони заліза та полісахариди з водним розчином осаджувача, осадження металоорганічної сполуки заліза проводять при 20°C з наступною термообробкою у відновлювальній атмосфері, відрізняється тим, що в якості осаджувача використовують водний розчин щавлевої кислоти, а осадження проводять в присутності оцтової кислоти та спиртів з різною кількістю OH-груп в вуглеводневому радикалі [Пат. 2110366 РФ, МПК (1995.01) B22F 9/26. Способ получения высокодисперсных порошков железа [Текст] / Швеи Т. М., Куцевская Н. Ф., Максименко Т. С. (РФ); заявитель и

патентообладатель Швец Тамара Михайловна, Куцевская Нина Федоровна, Максименко Тамара Сергеевна. - № 96104509/02; заявл. 16.03.1996; опубл. 10.05. 1998]. (прототип).

До недоліків прототипу слідє віднести, що даний винахід призначений в основному для одержання оксалату заліза із чистих розчинів заліза та серії розчинів з великою кількістю органічних добавок, які змішуються у певній послідовності, все це призводить до економічно-технологічних затрат та апаратурного оформлення, що призводить не до конкурентоспроможності даного винаходу.

В основу корисної моделі поставлена задача одержання оксалату заліза фракційним розділенням відходів шляхом використання певної послідовності методів розділення з поступовим вилуговуванням магнітної фракції оксалатною кислотою, що забезпечує одержання основного продукту та фракцій, відмінних за хімічним складом, густиною та кольором.

Поставлена задача вирішується тим, що у відомому способі одержання оксалату заліза вилуговуванням, що включає вилучення заліза кислотою, відповідно до корисної моделі проводять попереднє розділення відходів на фракції просіюванням в межах 0,25-0,5 мм, сухою та мокрою магнітною сепарацією при напруженості магнітного поля 0,09-0,11 Тл, вилуговування одержаної магнітної фракції здійснюють оксалатною кислотою концентрацією 5-25 % в інтервалі температур 25-95 °С впродовж часу 20-90 хв.

Дисперсність відходів впливає на процес розділення. Розмір частинок вихідного матеріалу в межах 0,1-0,5 мм призводить до максимального виділення першої та наступних фракцій. При збільшенні розміру частинок вище 0,5 мм, процес розділення знижується, а при зменшенні розміру менше 0,1 мм відбувається "захоплення" частинок, що призводить до зниження виходу розділеного матеріалу або фракції.

Напруженість магнітного поля - основний параметр процесу магнітної сепарації у якій використовуються електромагніти з різною величиною магнітного поля. Напруженість магнітного поля в інтервалі 0,09-0,11 Тл показала оптимальний вихід фракційної складової (%), результати наведені у в таблиця 1.

Таблиця 1

Вихід фракційної складової (%) залежно від напруженості магнітного поля

Вид фракційної складової	Напруженість магнітного поля, Тл		
	0,09	0,1	0,11
Магнітна фракція	68,2-70,4	69,5-72,3	69,8-71,9

Таким чином, всі ці параметри дають можливість одержання різних фракцій відмінних за хімічним складом, густиною та кольором.

Приводимо приклад конкретного виконання запропонованої корисної моделі.

Приклад

Як вихідну сировину використовували відходи збагачення залізної руди одного із українських ГЗК з високим вмістом заліза. Хімічний склад відходів представлений у таблиці 2.

Таблиця 2

Хімічний склад (%) відходів

№ пп.	Елемент	Концентрація, %	Похибка
1	Si	49,65-52,58	±0,271
2	Mn	0,19-0,55	±0,026
3	Fe	49,79-47,22	±0,269

Спочатку сировину сушили до постійної маси, потім просіювали на ситах різного діаметра 0,25-0,5 мм і направляли на стадію сухої та мокрої магнітної сепарації при напруженості магнітного поля 0,09-0,11Тл. Одержана при цьому магнітна фракція містила 68,2-72,3 % заліза, що значно більше, ніж у товарній руді українських гірничо-збагачувальних комбінатів. Одержану також немагнітну фракцію можна використовувати у виробництві різного виду будівельних матеріалів, для заміни піску та як основна складова важких бетонів та піногазобетонів. Магнітну фракцію з високою концентрацією заліза направляли на вилуговування оксалатною кислотою концентрацією 15 % в інтервалі температур 60 °С впродовж 30 хв. Одержаний оксалатний

розчин фільтрували, промивали слабким розчином оксалатної кислоти та просушували при температурі 105 °С до повного видалення води.

Чистота оксалату, заліза підтверджена спектральним аналізом, представлена у таблиці 3.

Таким чином, запропонований спосіб дає можливість одержання оксалату заліза чистотою 99,78 % з різних фракцій, відмінних за хімічним складом, густиною та кольором.

Таблиця 3

Спектральний аналіз отриманого зразка

№ пп.	Ат. номер	Елемент	Серія	Інтенсивність	Концентрація
1	26	Fe	K	273474	99,78 %
2	25	Mn	K	267	0,22 %

Одержаний оксалат заліза із відходів збагачення залізної руди може бути використаний для виробництва високочистого заліза, а також адсорбентів та каталізаторів і сполук різного функціонального призначення, немагнітна фракція, у свою чергу, може бути використана у виробництві різного виду будівельних матеріалів.

Заявлений спосіб може бути запропонований для використання на підприємствах металургії та будівельної галузі.

15 ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб одержання оксалату заліза з відходів збагачення залізної руди, що включає вилуговування заліза кислотою, який **відрізняється** тим, що проводять попереднє розділення відходів на фракції просіюванням в межах 0,25-0,5 мм, сухою та мокрою магнітною сепарацією при напруженості магнітного поля 0,09-0,11 Тл, вилуговування одержаної магнітної фракції здійснюють оксалатною кислотою концентрацією 5-25 % в інтервалі температур 25-95 °С впродовж часу 20-90 хв.

Комп'ютерна верстка Л. Бурлак

Міністерство економічного розвитку і торгівлі України, вул. М. Грушевського, 12/2, м. Київ, 01008, Україна

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