



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **82530** (13) **U**
(51) МПК (2013.01)
C01G 49/00
B03C 1/015 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2013 06303	(72) Винахідник(и): Пономаренко Олександр Миколайович (UA), Брик Олександр Борисович (UA), Дудченко Наталія Олександрівна (UA), Янишпольський Віктор Васильович (UA), Юшин Олександр Олександрович (UA)
(22) Дата подання заявки: 21.05.2013	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 12.08.2013	(73) Власник(и): ІНСТИТУТ ГЕОХІМІЇ, МІНЕРАЛОГІЇ ТА РУДОУТВОРЕННЯ ІМ. М.П. СЕМЕНЕНКА НАН УКРАЇНИ, пр. Палладіна, 34, м. Київ-142, 03680 (UA)
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 12.08.2013, Бюл.№ 15	(74) Представник: Янишпольський Віктор Васильович

(54) СПОСІБ ПЕРЕТВОРЕННЯ МАГНІТНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ СЛАБОМАГНІТНИХ ОКИСЛЕНИХ ЗАЛІЗНИХ РУД І ЗАЛІЗОРУДНИХ ВІДХОДІВ ДЛЯ МАГНІТНОЇ СЕПАРАЦІЇ

(57) Реферат:

Спосіб перетворення магнітних властивостей слабомагнітних окислених залізних руд і залізорудних відходів для магнітної сепарації включає подрібнення сировини до розміру менше 0,1 мм з наступною обробкою водними розчинами солей і основ та нагрівом мікрохвильовими електромагнітними полями. Обробку проводять розчином солі двовалентного заліза і нагрів проводять електромагнітними хвилями сантиметрового діапазону.

UA 82530 U

Корисна модель належить до способів створення магнітних матеріалів, а саме матеріалів, що можуть вилучатися з середовища при накладанні магнітного поля, і може бути віднесена до гірничорудної промисловості, а саме до способів розділення твердих матеріалів за допомогою магнітної сепарації та вилучення в концентрат слабомагнітних мінералів для збільшення мінерально-сировинного ресурсу гірничодобувних і збагачувальних підприємств залізорудних родовищ, а також для створення магнітокерованих сорбентів, каталізаторів та пігментів на основі оксиду заліза.

Відомий спосіб [1] омагнічування оксидів заліза за випал-магнітною технологією, який заснований на використанні відновників, а саме суміші монооксиду вуглецю та водню та значних температур (900-1450 °C). Проте, цей спосіб потребує значних енергетичних затрат. Також, величина намагніченості отриманих продуктів в патенті не наведена.

Відомий також спосіб [2] омагнічування гематитових руд та залізорудних відходів, що включає нагрів при 500-700 °C впродовж 45-75 хв. при вакуумі (0,133-6,65·10⁻³ Па). Очевидно, що для здійснення цього способу необхідне спеціальне обладнання, а значні енергозатрати пов'язані як з нагрівом, так і зі створенням високого вакууму. Також, величина намагніченості отриманих продуктів в патенті не наведена.

Відомий також спосіб [3] омагнічування залізовмісної сировини, що включає нагрів при 300-600 °C в атмосфері водню тиском 0,59-0,61 МПа впродовж 5-30 хв. Цей спосіб також потребує значних енергетичних затрат та завдяки наявності водню при високих температурах та тиску може створювати небезпечні умови праці. Також, величина намагніченості отриманих продуктів в патенті не наведена.

Прототипом (найближчим аналогом) корисної моделі є спосіб приготування магнетиту з бідних залізних руд [4], що включає вилуговування тривалентного заліза з бідних руд кислим розчином, часткове відновлення тривалентного заліза до двовалентного та осадження суміші отриманих солей шляхом додавання лужного розчину та отримання магнетитових частинок. Хоча цей спосіб не такий енергозатратний, як способи, наведені вище, проте, процес дуже багатостадійний та потребує дорогих реагентів (боргідрид натрію та літію), що робить його економічно неефективним при великомасштабному виробництві.

В основу способу, що пропонується, поставлено задачу вдосконалення способу омагнічування слабомагнітної залізорудної сировини (оксидів/гідроксидів заліза, бідних окислених залізних руд, залізорудних відходів та ін.), при якому створюються умови для переведення слабомагнітних оксидів/гідроксидів заліза до магнітних оксидів внаслідок утворення магнітних фаз шляхом послідовної обробки сировини солями двовалентного заліза та основами.

Поставлена задача вирішується тим, що в способі омагнічування слабомагнітних оксидів/гідроксидів заліза, бідних окислених залізних руд та залізорудних відходів, що включає подрібнення сировини, згідно з корисною моделлю, поміщають подрібнену сировину в розчин солей двовалентного заліза, додають до цієї суміші розчин лугу, нагрівають до температури 50-100 °C за допомогою мікрохвильового електромагнітного поля сантиметрового діапазону та витримують за цієї температури до досягнення постійної намагніченості (5-30 хв. в залежності від температури). Даний спосіб відрізняється тим, що при утворенні магнітної фази не змінюється співвідношення двовалентного та тривалентного заліза, тобто спосіб не може бути віднесений до відновлювального омагнічування. Мольне співвідношення двовалентного заліза, що додається до вмісту заліза в сировині має складати 0,5. Мольне співвідношення лугу до доданого двовалентного заліза має становити більше 2 та забезпечити створення необхідного значення pH (вище 10). Використання для нагріву мікрохвильових електромагнітних хвиль дозволяє інтенсифікувати процес фазового переходу за рахунок більш швидкого та рівномірного нагріву по всьому об'єму реакційної суміші.

В порівнянні з прототипом, в запропонованому способі, крім подрібненої залізовмісної сировини омагнічування здійснюється в одну стадію з використанням двох реагентів (сіль двовалентного заліза та луг). З метою підвищення економічної ефективності процесу як джерело солі двовалентного заліза можуть використовуватися відходи (травильні розчини) сталепрокатного виробництва.

Даний спосіб є особливо ефективним для омагнічування високодисперсних порошоків оксидів/гідроксидів заліза, високодисперсних відходів (шлами, хвости та ін.) збагачувальних комбінатів (високодисперсний гематит), що дає змогу одержувати магнітні мінерали для подальшого збагачення та покращувати екологічний стан прилеглих територій, зокрема Криворізьського залізорудного басейну.

Спосіб, що пропонується, ілюструється схемою (Фіг. 1) та наступними прикладами омагнічування слабомагнітних бідних окислених залізних руд.

Вихідний зразок слабомагнітної бідної окисленої гетитової руди Криворізьського басейну (фіг. 1, п. 1) подрібнили до розміру менше 0,1 мм (фіг. 1, п. 2), 12 г зразка помістили в 60 мл 10 % розчину сульфату заліза (II) в воді (фіг. 1, п. 3). Через 5 хвилин додали 72 мл 7,5М аміаку (фіг. 1, п. 4). Після цього, суміш нагрівали в мікрохвильовій пічці (випромінювання частотою 2,45 ГГц) впродовж 30 хвилин (фіг. 1, п. 5). Після завершення реакції отриманий зразок осаджували за допомогою магніту NdFeB надосадову рідину зливали. Зразок тричі промивали водою по 60 мл шляхом ресуспендування зразка у воді та осадженні його за допомогою магніту. Отриманий магнітний зразок висушували за кімнатної температури для подальших досліджень.

Як видно з кривих намагнічування (фіг. 2 - крива намагнічування вихідної слабомагнітної бідної окисленої гетитової руди Криворізьського басейну) намагніченість вихідної руди складає приблизно $1,4 \text{ A} \cdot \text{m}^2/\text{kg}$ (фіг. 2а), а намагніченість омагніченої руди $30 \text{ A} \cdot \text{m}^2/\text{kg}$ (фіг. 2б - крива намагнічування тієї ж руди, що наведена на фіг. 2а, омагніченої за допомогою способу, що пропонується). Відповідно до даних рентгенівських дифрактограм (фіг. 3) різниця намагніченості вихідної руди (фіг. 3а - порошкова рентгенограма вихідної слабомагнітної бідної окисленої гетитової руди Криворізьського басейну) та омагніченої руди (фіг. 3б - порошкова рентгенограма тієї ж руди, що наведена на фіг. 3а, омагніченої за допомогою способу, що пропонується) обумовлена фазовим переходом гетит \rightarrow магнетит.

Приклад 2. Вихідний зразок слабомагнітної бідної окисленої гематитової руди Криворізьського басейну подрібнили до розміру менше 0,1 мм. 12 г зразка помістили в 60 мл 10 % розчину сульфату заліза (II) в воді. Через 5 хвилин додали 72 мл 7,5М аміаку. Після цього, суміш нагрівали в мікрохвильовій пічці (випромінювання частотою 2,45 ГГц) впродовж 30 хвилин. Після завершення реакції отриманий зразок осаджували за допомогою магніту NdFeB, надосадову рідину зливали. Зразок тричі промивали водою по 60 мл шляхом ресуспендування зразка у воді та осадженні його за допомогою магніту. Отриманий магнітний зразок висушували за кімнатної температури для подальших досліджень.

Як видно з кривих намагнічування (фіг. 4) намагніченість вихідної руди складає приблизно $2 \text{ A} \cdot \text{m}^2/\text{kg}$ (фіг. 4а - крива намагнічування вихідної слабомагнітної бідної окисленої гематитової руди Криворізьського басейну), а намагніченість омагніченої руди $15 \text{ A} \cdot \text{m}^2/\text{kg}$ (фіг. 4б - крива намагнічування тієї ж руди, що наведена на фіг. 4а, омагніченої за допомогою способу, що пропонується). Як видно з рентгенівських дифрактограм (фіг. 5) різниця намагніченості вихідної руди (фіг. 5а - порошкова рентгенограма вихідної слабомагнітної бідної окисленої гематитової руди Криворізьського басейну) та омагніченої руди (фіг. 5б - порошкова рентгенограма тієї ж руди, що наведена на фіг. 5а, омагніченої за допомогою способу, що пропонується) обумовлена фазовим переходом гематит \rightarrow магнетит.

Наведені приклади підтверджують досягнення технічного результату, а саме, збільшення намагніченості зразку, при здійсненні способу, що заявляється.

Таким чином, запропонований спосіб омагнічування слабомагнітної залізовмісної сировини має наступні переваги над прототипом: дає можливість зменшити кількість стадій омагнічування слабомагнітної залізовмісної сировини; дає можливість зменшити кількість реагентів; дає можливість збільшувати мінерально-сировинний ресурс гірничодобувних і збагачувальних підприємств; дозволяє понизити енерговитрати на омагнічування слабомагнітної залізовмісної сировини.

Посилання

1. Патент US № 3954444, МПК C21B5/06, 1976, "Process for the direct reduction of iron ores", W. Wenzel, P. Speih, F.H. Franke, B. Dreyer.

2. Патент України № 74515, МПК B03B7/00, 25.10.2012, Бюл. № 20, "Спосіб збагачення гематитових руд і залізрудних відходів", Г.П. Брехаря, Н.П. Бондарь, В.А. Дехтяренко, О.І. Павлюченков, М.Б. Бєдарєв.

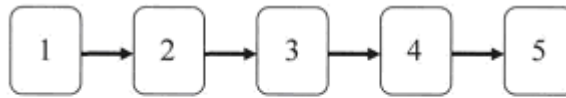
3. Патент України № 70556, МПК B03B7/00, 11.06.2012, Бюл. № 11, "Спосіб збагачення залізовмісної сировини" Г.П. Брехаря, В.А. Дехтяренко, М.Б. Бєдарєв, Н.П. Бондарь, І.О. Павлюченков, Т.В. Прядко

4. Патент US № 8337805, МПК C01G49/00, 25.12.2012, "Method for preparing magnetite nanoparticles from low-grade iron ore and magnetite nanoparticles preparing by the same" Y.J.Suh, M.E.Ju, D.S.Kil, H.D.Jang

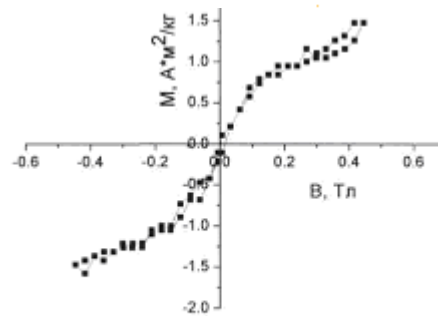
ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб перетворення магнітних властивостей слабомагнітних окислених залізних руд і залізрудних відходів для магнітної сепарації, що включає подрібнення сировини до розміру менше 0,1 мм з наступною обробкою водними розчинами солей і основ та нагрівом

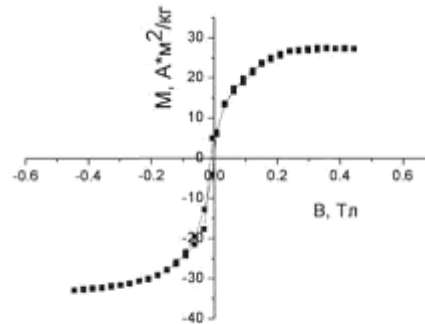
мікрохвильовими електромагнітними полями, який **відрізняється** тим, що обробку проводять розчином солі двовалентного заліза і нагрів проводять електромагнітними хвилями сантиметрового діапазону.



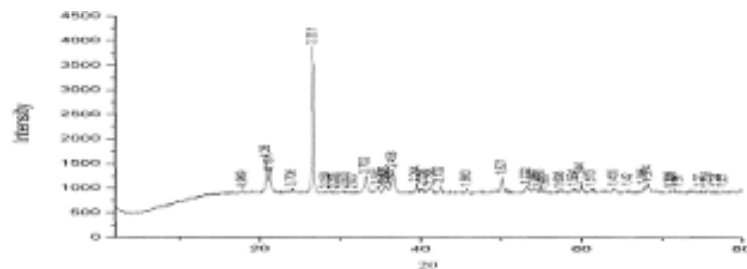
Фиг. 1



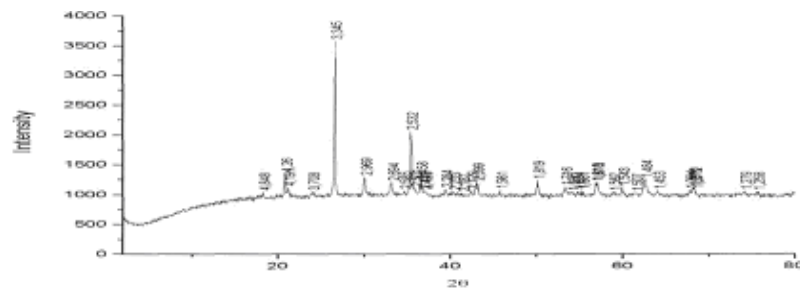
Фиг. 2a



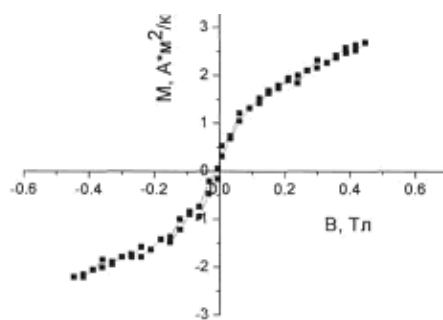
Фиг. 26



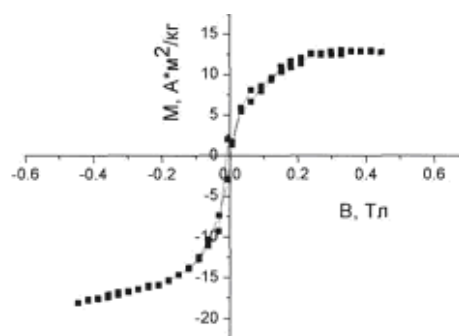
Фиг. 3a



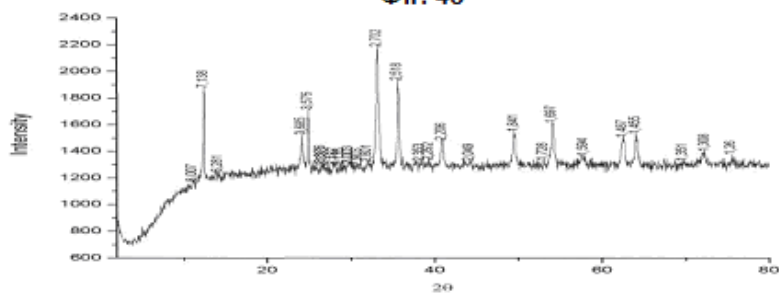
Фиг. 36



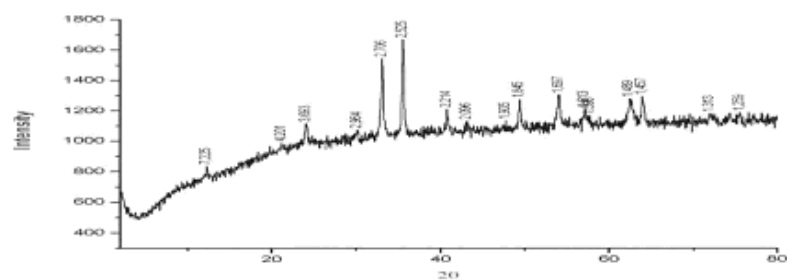
Фиг. 4a



Фиг. 4б



Фиг. 5a



Фиг. 5б

Комп'ютерна верстка В. Мацело

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