



УКРАЇНА

(19) UA (11) 74941 (13) C2
(51) МПК (2006)
C22B 5/00
C22B 4/00
F27B 14/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) МЕТАЛОТЕРМІЧНИЙ ПРОЦЕС ОДЕРЖАННЯ МАГНІЮ І ВАКУУМНА ІНДУКЦІЙНА ПІЧ ДЛЯ ЙОГО ЗДІЙСНЕННЯ

1

(21) 20040403072

(22) 26.04.2004

(24) 15.02.2006

(46) 15.02.2006, Бюл. № 2, 2006 р.

(72) Подольцев Александр Дмитриевич

(73) ФОС ІНТЕРНАТІОНАЛ С.А., МН

(56) CA 2104983, A, 28.02.1995

US 5698158, A, 16.12.1997

US 2165742, 11.07.1939

DE 4209964, A1, 30.09.1993

(57) 1. Металотермічний процес одержання магнію, що включає:

готування шихти змішуванням щонайменше частково кальцинованої і диспергованої доломітової сировини і диспергованого відновника, що містить кремній,

завантаження порції шихти в реактор, що має зону нагрівання шихти й охолоджувану зону конденсації пари магнію,

вакуумування реактора до залишкового тиску не більше 670Па і нагрівання шихти усередині реактора до температури не більше 1200°C, достатньої для металотермічного процесу відновлення і сублімації магнію,

осадження пари магнію в охолоджуваній зоні конденсації,

розгерметизацію реактора, видалення цільового продукту з зони конденсації і шлаку з зони нагрівання для підготовки до повторення технологічного циклу, який відрізняється тим, що

як реактор використовують вакуумну індукційну піч з тиглем з електропровідного матеріалу, що усередині зони нагрівання оснащений щонайменше одним додатковим електропровідним нагрівальним елементом, а у верхній частині обладнаний ззовні холодильником і усередині пасткою пари магнію,

для готування шихти використовують тонкодисперсну доломітову сировину, у масі якої переважають частинки з поперечником менше 0,1мм, і відновник, що містить не менше 45% кремнію по масі, кожну порцію зазначеної шихти після завантаження в зазначену піч попередньо кальцинують у контакті з атмосферою при температурі нижче температури початку металотермічного процесу

2

протягом часу, достатнього для практично повного осушення і дегазації узятної порції зазначеної шихти,

після завершення зазначеного попереднього кальцинування узятної порції зазначеної шихти тигель зазначеної печі закривають і починають вакуумування пічного простору до досягнення зазначеного вище залишкового тиску і індукційне нагрівання осушеної і дегазованої порції зазначеної шихти до температури, достатньої для ініціювання металотермічного процесу,

після ініціювання металотермічного процесу вакуумування припиняють, а нагрівання шихти до зазначеної температури не більше 1200°C з підведенням тепла всередину сипучої маси продовжують до припинення сублімації магнію й осадження його пари.

2. Процес за п.1, який відрізняється тим, що як тонкодисперсну доломітову сировину для готування шихти використовують частково кальциноване доломітове борошно, що є відходом промислового випалу доломіту.

3. Процес за п.1 або п.2, який відрізняється тим, що як відновник, що містить не менше 45% кремнію за масою, використовують відходи виробництва феросиліцію.

4. Процес за п.2 або п.3, який відрізняється тим, що порції шихти після завантаження в піч попередньо кальцинують у контакті з атмосферою при температурі від 885°C до 920°C.

5. Вакуумна індукційна піч, що має тигель з електропровідного матеріалу, призначений для розміщення й обробки шихти, знімну кришку для герметизації тигля, теплоізоляційний кожух і індуктор, що охоплюють тигель у нижній частині, і засоби для перемінного підключення пічного простору до джерела вакууму й атмосфери, яка відрізняється тим, що усередині нижньої частини тигля, що є зоною розміщення і нагрівання шихти, до стінки тигля жорстко прикріплений щонайменше один додатковий електропровідний нагрівальний елемент, а верхня частина тигля обладнана ззовні холодильником і усередині пасткою пари металу, що виділяється в металотермічному процесі.

(13) C2
(11) 74941
(19) UA

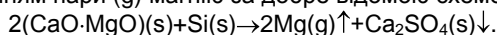
6. Піч за п.5, яка **відрізняється** тим, що додатковий електропровідний нагрівальний елемент вибраний з групи, що складається з щонайменше одного стрижня, щонайменше однієї поперечної перегородки, яка має щонайменше один наскрізний отвір щонайменше однієї пластини, гвинтової насадки з суцільними або переривчастими лопа-

тями, у якій кут підйому спіралі перевищує кут природного укосу сипучих шихтових і шлакових матеріалів, і довільної комбінації зазначених деталей.

7. Піч за п.5 або п.6, яка **відрізняється** тим, що зазначена пастка виконана у вигляді змінного стакана.

Винахід відноситься до металотермічного процесу одержання магнію з дисперсної кальцинованої доломітової сировини в присутності відновника, що містить кремній, і до конструкції вакуумних індукційних печей для здійснення процесу.

Загальновідомо, що промислове споживання магнію систематично зростає і що істотну долю в загальному обсязі його виробництва забезпечують металотермічні процеси. Вони не дають побічних продуктів, небезпечних для виробничого персоналу і навколишньої природного середовища, тому що звичайно протікають у твердій фазі (s) з виділенням пари (g) магнію за добре відомою схемою



Джерелом твердих оксидів кальцію і магнію слугує кальцинований доломіт, який у вихідному стані є приблизно еквімолярною сумішшю карбонатів цих металів, а джерелом кремнію звичайно слугує феросиліцій, силікоалюміній або їх суміш. Природно, що залізо й алюміній утворюють більш складні тверді побічні продукти, ніж силікат кальцію.

Однак у будь-якому випадку металотермічна переробка доломітової сировини має екологічні переваги в порівнянні з електрохімічними процесами одержання магнію з практично безводного хлориду магнію.

З доступного в Інтернет (<http://www.magnesium.com/w3/data-bank>) огляду по темі "Metallothermic Reduction" відомо, що металотермічний процес одержання магнію з доломітової сировини включає такі основні операції:

(1) готування шихти змішуванням дисперсного кальцинованого доломіту і дисперсного відновника, що містить кремній (переважно феросиліцій і, рідше, силікоалюмінію);

(2) брикетування шихти;

(3) завантаження брикетів у реактор, що має зону нагрівання шихти й охолоджувану зону конденсації пари магнію;

(4) нагрівання брикетів, відновлення і сублімацію магнію при температурі близько 1200°C і залишковому тиску менш 670 Па (переважно менш 400 Па) з осадженням пари магнію в зоні конденсації при температурі від 400 до 500°C;

(5) перезавантаження і повторення циклу (у реакторі періодичної дії) чи підживлення зони нагрівання свіжою шихтою (у реакторі безупинної дії).

Нагрівання шихти до температури близько 1200°C необхідне тому, що реакція відновлення оксиду магнію кремнієм ендотермічна, а вакуум необхідний для полегшення виходу пари магнію зі шлаку, що формується.

Нині загальновідомі три варіанти промислових металотермічних процесів одержання магнію, а саме: Pidgeon Process, Bolzano Process і Magnetherm Process.

Зазначена вище стадія (1) є в усіх цих процесах, а в Pidgeon Process і Bolzano Process практично однакові всі описані стадії одержання магнію. Основні розходження зазначених процесів пов'язані з конструкцією реакторів, з порядком підведення тепла до шихти і з умовами видалення пари магнію і шлаку, що формується з залишків шихти і побічних продуктів (у вигляді твердої сипучої маси - у Pidgeon Process і Bolzano Process, або у вигляді текучого розплаву - у Magnetherm Process).

Pidgeon Process був освоєний у 40-і роки XX століття. Його проводять у реакторах періодичної дії у вигляді сталевих реторт, що після завантаження шихти закривають і вакуумують. Щонайменше дві такі реторти установлюють вертикально в склепінні промислової печі, що обігрівается рідким і/або газоподібним вуглеводневим паливом. У кожній реторти зона нагрівання розташована у середині пічного простору, а охолоджувана зона конденсації пари магнію - над склепінням згаданої печі.

Загальновідомо, що навіть брикетована шихта має низьку теплопровідність. Тому поперечник реторти у світлі звичайно не перевищує 300 мм, а на практиці дорівнює 275 мм. Загальновідомо і те, що навіть глибокий вакуум недостатній для відсмоктування пари магнію з нижніх шарів шихти. Тому загальна висота реторт звичайно не перевищує 3,0 м, а їх завантаження не досягає і половини об'єму. Однак і при таких обмеженнях зовнішнє джерело тепла не може рівномірно прогріти завантажену шихту у всьому її об'ємі. Відповідно, добовий добуток магнію з однієї реторти складає приблизно 70 кг. Мало того, шихта повинна бути первісне сухою і приготовлена на основі доломіту з концентрацією карбонатів кальцію і магнію не менш 99,5% і високоякісного феросиліцію з вмістом кремнію не менш 65%, а переважно до 90%, узятю у деякому надлишку проти стехіометричної кількості. Тільки з дотриманням всіх цих умов вдається видобути не менш 90% магнію від його

вихідної кількості в шихті і забезпечити чистоту цільового продукту не нижче 99,95%.

Більш продуктивний Bolzano Process передбачає внутрішнє нагрівання шихти до температури близько 1200°C при залишковому тиску менш 400Па.

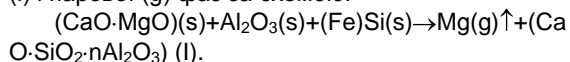
Для цього використовують компактні вакуумні ковпаків печі. Кожна така піч має сталевий корпус, що має нагрівну циліндричну нижню частину і охолоджувану знімну циліндро-сфероїдальну верхню частину. Нижня частина корпусу футерована зсередини вогнетривким матеріалом і оснащена опорою для брикетів шихти і такими контакторами для підключення до джерела електричного струму, які у робочому положенні щільно прилягають до торців кладки згаданих брикетів. Верхня частина корпусу має водяну сорочку і щонайменше один (звичайно центральний) отвір для підключення пічного простору до джерела вакууму і до атмосфери.

Однак чим вища і щільніша кладка з брикетів шихти, тим менше її проникність для пари магнію. Далі, густина струму і, відповідно, виділення тепла в різних поперечних перетинах кладки в принципі не можуть бути однакові. Тому втрати магнію зі шлаком тим вище, чим більше висота кладки і чим менш однорідне температурне поле в її об'ємі. І, нарешті, на реакцію відновлення магнію витрачається не більш 81% кремнію навіть тоді, коли його концентрація у феросиліції перевищує 78%. Такі втрати кремнію зі шлаком істотно здорожують цільовий продукт.

Першим загальним недоліком Pidgeon Process і Bolzano Process є неможливість утилізації тонкодисперсних відходів кальцинованого доломіту, що виникають у випалювальних печах при підготовці флюсів для потреб чорної металургії і сировини для вогнетривів. Ці відходи під дією атмосферної вологи щонайменше частково перетворюються в хімічно агресивні гідроксиди магнію і кальцію, що небезпечні для Природи і непридатні для безпосереднього включення в брикетовану шихту. Тому їх нагромадження у відвалах давно є "головною біллю" керівників відповідних підприємств і екологічної інспекції.

Ще одним загальним недоліком Pidgeon Process і Bolzano Process є потреба в кондиційному феросиліцію, що містить не менш 65% кремнію.

Не усуває ці недоліки високопродуктивний і найближчий до пропонованого далі процесу по технічній суті відомий з 1963р. Magnetherm Process. Він перебігає за участю твердої (s), рідкої (l) і парової (g) фаз за схемою:



Magnetherm Process включає:

(1) готування шихти змішуванням твердих частинок кальцинованого природного доломіту, відновника, що містить кремній, і оксиду алюмінію (узятого, зокрема, як глинозем);

(2) завантаження шихти в реактор, що має зону електричного нагрівання шихти і шлаку, що утворюється, і охолоджувану зону конденсації пари магнію;

(3) вакуумування реактора до залишкового тиску в інтервалі від 400Па до 670Па, електричне

нагрівання шихти усередині реактора до температури не більш 1200°C, при якій відбуваються відновлення і сублімація магнію, і розплавлювання шлаку, що утворюється, при температурі від 1550 до 1600°C;

(4) осадження пари магнію в зоні конденсації (де температура звичайно не більша 500°C);

(5) очищення реактора від шлаку і повторення циклу, починаючи з операції (1), якщо процес проводять періодично, або підживлення зони нагрівання свіжою шихтою і щонайменше періодичну відкачку шлаку, якщо процес проводять безупинно.

У сталому режимі окислювально-відновні реакції відбуваються у твердій фазі при механічних контактах частинок кальцинованого доломіту, феросиліцію і глинозему на поверхні розплавленого шлаку. Це дозволяє застосовувати шихту, всі інгредієнти якої мають вигляд досить грубих частинок з поперечником від 3 до 30мм, і феросиліції з концентрацією кремнію менш 65%.

Однак експериментально встановлено, що частинки феросиліцію, у яких концентрація кремнію понизилася до 20%, тонуть у розплаві шлаку. При цьому можливе некероване припинення процесу одержання магнію. Тому шихту, використовувану в Magnetherm Process, звичайно вводять у реактори поступово. Але і при такому порядку живлення реактора помітні кількості оксиду магнію і кремнію не встигають вступити в хімічну взаємодію і переходять у шлак. Відповідно, в ньому залишається не менш 10% від вихідної кількості магнію в кальцинованому доломіті.

Реактор для здійснення Magnetherm Process складається з двох секцій.

Перша осесиметрична секція, що обігривається, має:

- міцний термостійкий кожух з вогнетривкою футеровкою у придонній частині;

- перший практично вертикальний невитратний мідний електрод, жорстко закріплений у склепінні кожуха так, що геометрична вісь цього електроду практично збігається з віссю симетрії першої секції;

- графітову ванну, що спирається на футеровку і є другим невитратним електродом;

- перепускний патрубок для відводу пари магнію з простору під склепінням першої секції в другу (конденсаційну) секцію;

- лютку для зливу шлаку з графітової ванни.

Друга (необов'язково осесиметрична) секція має рознімний корпус. Верхня конусоподібна охолоджувана частина цього корпусу слугує пасткою пари магнію, підключена зазначеним вище пропускним патрубком до першої секції й оснащена щонайменше одним вертикальним патрубком для підключення до джерела вакууму і до атмосфери. Нижня частина корпусу є збірником цільового продукту.

Однак капітальні й експлуатаційні витрати при використанні описаних реакторів для одержання високочистого магнію не виправдано високі. Зокрема, для їх живлення не можна використовувати таку доступну за викидними цінами сировину, як:

зазначені вище тонкодисперсні відходи кальцинованого доломіту (тому що вони до початку

відновлення магнію повинні бути зневоднені і гра-
нульовані) і

відновники, що містять менш 50% кремнію
(тому що їх відновлювальний потенціал занадто
малий для Magnetherm Process).

Існує можливість (але в рамках відомого рівня
техніки - тільки можливість) застосувати зазначену
викидну сировину в металотермічних процесах
одержання магнію. Для цього в принципі придатні
вакуумні індукційні печі з тиглями з таких електро-
провідних матеріалів, як жаростійкі (необов'язково
феромагнітні) сталі.

Зокрема, відома індукційна піч для плавки ма-
гнію (Брокмайер К. Индукционные плавильные
печи. - Перевод с немецкого под редакцией М.А.
Шевцова и М.Я. Столова. - М.: "Энергия", 1972,
с.92-95, рис. 3-31). Ця піч має сталевий тигель та
охоплюючі його теплоізоляційний кожух і індуктор
(зокрема, з трифазною обмоткою, що пристосова-
на для живлення струмом промислової частоти).

Така піч непридатна для здійснення металотермічного процесу одержання магнію, тому що не має засобів вакуумування й уловлювання пари магнію.

З патенту DE 4209964 відома вакуумна індукційна піч, що найближча по технічній суті до про-
понованої далі печі. Відома піч має електропровідний (зокрема, сталевий) тигель, знімну кришку тигля, теплоізоляційний кожух і індуктор, що охоплюють тигель щонайменше в нижній частині, і засоби для перемінного підключення пічного простору до джерела вакууму й атмосфери.

Однак і така піч (навіть після оснащення пасткою пари металу) лише теоретично придатна для металотермічного процесу одержання магнію із шихти, що включає вологий дисперсний частково кальцинований доломіт і дисперсний відновник, що містить кремній. Справа в тім, що така шихта не має помітних феромагнітних властивостей, а після підсушування практично втрачає електропровідність. Тому її можна нагрівати тільки шляхом тепловіддачі від стінки тигля в масу шихти. Очевидно, що після переходу через точку Кюрі ефективність тигля як нагрівача різко знижується. Видимо, саме тому дотепер вакуумні індукційні печі не застосовують для металотермічного одержання магнію.

В основу винаходу покладена задача зміною умов обробки шихти створити такий металотермічний процес і таку індукційну піч, що дозволили б підвищити вилучення магнію з доломітової сировини навіть із застосуванням низькокременистого феросиліцію.

Ця задача вирішена тим, що в металотермічному процесі одержання магнію, що включає:

- готування шихти змішуванням щонайменше частково кальцинованої і диспергованої доломітової сировини і диспергованого відновника, що містить кремній;

- завантаження порції шихти в реактор, що має зону нагрівання шихти й охолоджувану зону конденсації пари магнію;

- вакуумування реактора до залишкового тиску не більш 670Па і нагрівання шихти усередині реактора до температури не більш 1200°C, достатньої

для металотермічного процесу відновлення і сублімації магнію;

- осадження пари магнію в охолоджуваній зоні конденсації;

- розгерметизацію реактора, видалення цільового продукту з зони конденсації і шлаку з зони нагрівання для підготовки до повторення технологічного циклу,

згідно з винаходом як реактор використовують вакуумну індукційну піч з тиглем з електропровідного матеріалу, що усередині зони нагрівання оснащений щонайменше одним додатковим електропровідним нагрівальним елементом, а у верхній частині обладнаний ззовні холодильником і усередині пасткою пари магнію, для готування шихти використовують тонкодисперсну доломітову сировину, у масі якої переважають частинки з перерізом менше 0,1мм, і відновник, що містить не менш 45% кремнію по масі, кожну порцію зазначеної шихти після завантаження в зазначену піч попередньо кальцинують у контакт з атмосферою при температурі нижче температури початку металотермічного процесу протягом часу, достатнього для практично повного осушення і дегазації узяті порції зазначеної шихти, після завершення зазначеного попереднього кальцинування узяті порції зазначеної шихти тигель зазначеної печі закривають і приступають до вакуумування пічного простору до досягнення зазначеного вище залишкового тиску і до індукційного нагрівання осушеної і дегазованої порції зазначеної шихти до температури, достатньої для ініціювання металотермічного процесу, після ініціювання металотермічного процесу вакуумування припиняють, а нагрівання шихти до зазначеної температури не більш 1200°C з підведенням тепла всередину сипучої маси продовжують до припинення сублімації магнію й осадження його пари.

Нагрівання шихти на основі тонкодисперсної доломітової сировини не тільки від стінок тигля, але і зсередини пічного простору від додаткових електропровідних нагрівальних елементів дозволяє, по-перше, ефективно відновлювати магній навіть тоді, коли концентрація кремнію у феросиліцію близька до 45% і, по-друге, істотно (до 4,5% від вихідної кількості) знизити втрати магнію зі шлаком.

Перша і друга додаткові відмінності полягають, відповідно, у тім, що як тонкодисперсну доломітову сировину для готування шихти використовують частково кальциноване доломітове борошно, що є відходом промислового випалу доломіту, а як відновник, що містить не менш 45% кремнію по масі, використовують відходи виробництва феросиліцію. Ці сировинні матеріали доступні за викидними цінами, а їх переробка дозволить істотно знизити навантаження на природне середовище від підприємств чорної металургії і заводів з виробництва вогнетривів на базі доломіту.

Третя додаткова відмінність полягає в тому, що порції шихти після завантаження в піч попередньо кальцинують у контакт з атмосферою при температурі від 885°C до 920°C. У цьому температурному інтервалі за час, що звичайно не перевищує однієї години, вдається практично цілком ви-

далити із сировини вільну воду, зруйнувати гідроксиди магнію і кальцію і завершити руйнування залишкових кількостей карбонатів цих металів з видаленням водяної пари і диоксида вуглецю в атмосферу.

Задача вирішена також тим, що у вакуумній індукційній печі, що має тигель з електропровідного матеріалу, призначений для розміщення й обробки шихти, знімну кришку для герметизації тигля, теплоізоляційний кожух і індуктор, що охоплюють тигель у нижній частині, і засоби для перемінного підключення пічного простору до джерела вакууму й атмосфери, згідно з винаходом усередині нижньої частини тигля, що слугує зоною розміщення і нагрівання шихти, до стінки тигля жорстко прикріплений щонайменше один додатковий електропровідний нагрівальний елемент, а верхня частина тигля обладнана ззовні холодильником і усередині пасткою пари металу, що виділяється в металотермічному процесі.

Таке удосконалення вакуумної індукційної печі перетворює її у високоефективний реактор для металотермічного одержання магнію з кальцинованої доломітової сировини довільної якості і низькокременистого феросиліцію.

Перша додаткова відмінність полягає в тому, що додатковий електропровідний нагрівальний елемент обраний з групи, що складається з щонайменше одного стрижня, щонайменше однієї поперечної перегородки, яка має щонайменше один наскрізний отвір, щонайменше однієї пластини, гвинтової насадки з суцільними або переривчастими лопатями, у якій кут підйому спирали перевищує кут природного укусу сипучих шихтових і шлакових матеріалів, і довільної комбінації зазначених деталей. Цей список охоплює найкращі форми виконання додаткових електропровідних нагрівальних елементів, що можуть забезпечити вирівнювання температурного поля в масі шихти.

Друга додаткова відмінність полягає в тому, що зазначена пастка виконана у вигляді змінного стакану. Це дозволяє заощаджувати час при переважанні вакуумної індукційної печі після завершення кожного чергового технологічного циклу.

Фахівцю зрозуміло, що при виборі конкретних варіантів здійснення винаходу можливі довільні комбінації зазначених додаткових відмінностей з основним винахідницьким задумом і що описані нижче кращі приклади його втілення ніяким чином не обмежують обсяг прав винахідника.

Далі суть винаходу пояснюється докладним описом вакуумної індукційної печі і металотермічного процесу одержання магнію з посиланнями на креслення, де зображені на:

Фіг.1 - вакуумна індукційна піч, оснащена індуктором з однофазною обмоткою (схематичний поздовжній розріз);

Фіг.2 - вакуумна індукційна піч, оснащена індуктором з трифазною обмоткою (схематичний поздовжній розріз);

Фіг.3 - поперечний переріз тигля в зоні розташування додаткових нагрівальних елементів у вигляді стрижнів;

Фіг.4 - поперечний переріз тигля в зоні розташування додаткового нагрівального елемента у

вигляді перегородки з наскрізним центральним отвором;

Фіг.5 - поперечний переріз тигля в зоні розташування додаткового нагрівального елемента у вигляді перегородки з декількома наскрізними отворами;

Фіг.6 - поздовжній розріз тигля з додатковими електропровідними нагрівальними елементами у вигляді східчасте розташованих по висоті пластин.

Вакуумна індукційна піч згідно з винаходом в найпростішому варіанті конструктивного виконання (див. Фіг.1) має:

- переважно змінний тигель 1 з електропровідного (переважно феромагнітного) матеріалу, призначений для розміщення й обробки шихти;

- знімну кришку 2 для герметизації тигля 1;

- теплоізоляційний кожух 3 і індуктор 4 з однофазною обмоткою, які послідовно охоплюють тигель 1 у нижній частині;

- засоби для перемінного підключення пічного простору до джерела вакууму і до атмосфери, а саме: щонайменше один патрубок 5, що приєднаний, як правило, до кришки 2, і щонайменше один запірно-регулюючий елемент (зокрема, триходовий кран чи вентиль) 6;

- щонайменше один додатковий електропровідний (переважно феромагнітний) нагрівальний елемент 7, який з внутрішньої сторони жорстко прикріплений до стінки нижньої частини тигля 1;

- холодильник 8, що у робочому положенні щільно охоплює ззовні верхню частину тигля 1 і виконаний, як правило, у вигляді проточного кожухотрубного теплообмінника (зокрема, водяної сорочки), і

- пастку пари металу, що звичайно має вигляд змінного стакану 9 і в робочому положенні розміщена в тиглі 1 у зоні дії холодильника 8.

Тигель 1 може мати різний за формою поперечний переріз. Бажано, щоб він був осесиметричним, а найбільш бажано, щоб він був виготовлений у вигляді відрізка круглої циліндричної труби і мав на нижньому торці герметично приварене днище, а на верхньому торці - фланець для кріплення кришки 2.

Індуктор 4 з однофазною обмоткою може бути підключений до довільного джерела перемінного струму промислової або високої частоти. Однак печі з такими індукторами доцільно поєднувати в батареї в кількості, що кратна 3-м, і підключати обмотки кожних трьох печей до окремих фаз трифазної силової електричної мережі перемінного струму зі стандартною промисловою частотою 50Гц або 60Гц.

На Фіг.2 показана вакуумна індукційна піч з індуктором 4 з трифазною обмоткою для підключення до згаданої вище трифазної силової електричної мережі.

Теплоізоляційний кожух 3 виготовлений з матеріалу, проникного для електромагнітного поля, і розміщений між зовнішньою стінкою тигля 1 і обмоткою індуктора 4.

Додаткові нагрівальні елементи 7 можуть мати різну геометричну форму і різні розміри і можуть бути обрані з групи, що складається з:

- щонайменше одного стрижня, а переважно - групи перетинних чи схрещених і щільно зв'язаних

між собою стрижнів, яку у сукупності утворюють замкнутий контур для протікання індукованого вихрового струму (див. Фіг.3, де вигнута стрілка вказує шлях струму);

- щонайменше однієї поперечної перегородки, що має щонайменше один (Фіг.4) переважно центральний наскрізний отвір або декілька (Фіг.5) наскрізних отворів для завантаження шихти і вивантаження сипучого шлаку (при цьому тіло кожної перегородки незалежно від форми і розташування отворів повинне забезпечувати замкнутий контур для протікання індукованого вихрового струму (див. вигнуті стрілки);

- щонайменше однієї пластини, а переважно - групи східчасте розташованих суцільних або перфорованих пластин (див. Фіг.6);

не показаної особливо гвинтової насадки з неперервними (звичайно перфорованими) лопатями або переважно переривчастими (суцільними чи перфорованими) лопатями, у якій кут підйому "гвинта" перевищує максимально можливий кут природного укосу сипучих шихтових матеріалів і шлаку, і

- довільної комбінації зазначених деталей.

У будь-якій формі виконання описана піч з додатковими нагрівачами 7 може бути ефективно використана як реактор для металотермічного одержання металів із сипучих сумішей відповідних оксидів і придатних відновників.

Оскільки зазначена піч була створена для металотермічного одержання магнію, остільки її робота нижче описана саме в цьому аспекті.

Металотермічний процес одержання магнію в описаній печі включає:

(1) готування шихти змішуванням:

- а) щонайменше частково кальцинованої тонкодисперсної доломітової сировини, у масі якої переважають частинки з поперечником менш 0,1мм (тобто переважно таких відходів випалу доломіту, що виникають в обортових трубчастих печах у температурній зоні близько 1100°C у вигляді гігроскопічного борошна в кількості до 30% від загальної маси доломіту і які звичайно скидають у відвали), і

- б) дисперсного феросиліцію, що містить не менш 45% кремнію по масі;

(2) завантаження порції шихти в нижню частину порожнього тигля 1 до рівня не вище верхнього торця обмотки індуктора 4;

(3) попереднє кальцинування завантаженої порції шихти в тиглі 1 з відкритою кришкою 2 при температурі нижче температури початку металотермічного процесу (переважно в інтервалі 885-920°C), протягом часу, достатнього для практично повного осушення і дегазації шихти внаслідок виходу водяної пари і диоксида вуглецю в атмосферу;

(4) установку у верхню частину тигля 1 змінного стакану 9 і закриття кришки 2;

(5) вакуумування тигля 1 через патрубок 5 і включений на не показаний особливо вакуумнасос запірно-регулюючий елемент 6 до залишкового тиску не більш 670Па (переважно менш 400Па) і нагрівання всієї маси завантаженої шихти від стінок тигля 1 і додаткових електропровідних нагрівальних елементів 7 до температури не більш 1200°C (переважно близько 1150-1170°C), достатньої для ініціювання металотермічного процесу;

(6) припинення вакуумування після ініціювання металотермічного процесу (переведенням запірно-регулюючого елемента 6 у положення "закрите"), включення холодильника 8 і продовження нагрівання шихти з підведенням тепла від додаткових нагрівальних елементів 7 усередину її сипучої маси для підтримки температури не більш 1200°C (переважно в інтервалі від 1150°C до 1170°C) до припинення сублімації магнію й осадження його пари на змінному стакані 9;

(7) заключні операції, а саме:

- а) вимикання індуктора 4 для припинення нагрівання шлаку, що утворився в результаті хімічних реакцій між інгредієнтами шихти і сублімації магнію,

- б) розгерметизацію тигля 1 (переключенням запірно-регулюючого елемента 6 на атмосферу),

- в) зняття кришки 2 після доведення тиску в тиглі 1 до атмосферного,

- г) видалення стакану 9 з порцією цільового продукту (магнію) з тигля 1,

- д) видалення шлаку з тигля 1; і

- е) повторення технологічного циклу, як описано вище.

Згадані вище відходи випалу доломіту, які бажано застосовувати як інгредієнт шихти в процесі згідно з винаходом, у розрахунку на цілком кальциновану і суху речовину звичайно містять (див. таблицю 1):

Таблиця 1

Склад кальцинованої доломітової сировини	
Основні інгредієнти	середня концентрація, % по масі
Оксид магнію	32,05 (в т.ч. Mg 19,25)
Оксид кальцію	40,56
Диоксид кремнію	13,20
Оксид алюмінію	6,13
Оксид тривалентного заліза (Fe ₂ O ₃)	2,84
Домішки	інше

Дані в колонці 2 наведені за результатами досліджень прожарених до постійної маси проб відходів кальцинованої доломітової сировини, що отримана на трубчастих випалювальних печах АТ "Северсталь" і зберігається у відвалах разом з

іншими відходами виробництва флюсових матеріалів (м. Череповець, Росія).

Прожарювання проб необхідно, бо внаслідок гігроскопічності оксидів магнію і кальцію доломітова сировина практично завжди містить вологу у

вигляді хімічно зв'язаної води в молекулах $Mg(OH)_2$ і $Ca(OH)_2$ і вільної води. Відповідно, сумарну вологість кальцинованого доломіту слід враховувати перед готуванням шихти в відомих фахівцям технохімічних розрахунках витрати джерел оксиду магнію і кремнію на задану масу порції шихти.

Як відновник, що містить кремній, бажано використовувати (і були використані) низькокременисті відходи доменного виробництва феросиліцію, що нині зберігаються у відвалах феросплавних заводів (див. таблицю 2).

Таблиця 2

Усереднений склад відходів феросиліцію до збагачення кремнієм

Інгредієнти	Концентрація, % по масі
Кремній з домішкою диоксиду кремнію	41,06
Оксид алюмінію	19,83
Оксид магнію	3,52
Залізо	інше

Довести такі відходи до необхідної концентрації кремнію не менш 45% по масі можна будь-яким придатним способом.

Для перевірки здійсності винаходу було проведено більш 100 експериментів по металотермічному одержанню магнію з зазначеної вище сировини в експериментальній вакуумній індукційній печі.

Циліндричний тигель 1 цієї печі був виготовлений з жаростійкої хромонікелевої сталі. Він мав: загальну висоту 1650мм; внутрішній діаметр 200мм; товщину стінок 36,5мм; днище товщиною 36,5мм, нижній торець якого був розташований на висоті 157мм; сумарну висоту зони нагрівання 685мм; перехідну (не охоплену теплоізоляційним кожухом 3) зону висотою 175мм, зону охолодження (з холодильником 8 у вигляді водяної сорочки) висотою 410мм. Індуктор 4 мав однофазну обмотку і був розрахований на максимальну споживану активну потужність 50кВт. Додаткові нагрівальні елементи 7 мали вигляд ґрат, складених зі з'єднаних зварюванням стрижнів з феромагнітної жаростійкої сталі. Три такі ґрати були приварені до стінки тигля 1 у зоні нагрівання шихти відповідно на рівнях 190мм, 390мм і 590мм, рахуючи від нижнього торця днища).

Ці елементи 7 у початковий період прогрівання тигля 1 служать переважно провідниками тепла усередину вологої шихти з залишковими домішками карбонатів магнію і кальцію. При нагріванні тигля 1 вище точки Кюрі ґратчасті елементи 7 стають істотним джерелом тепла для досить рівномірного нагрівання шихти (це тепло виділяється в ґратах при протіканні індуктованих вихрових струмів). І, нарешті, у металотермічному процесі, що перебігає в масі сухої сипучої шихти, ґратчасті елементи 7 перешкоджають розшаруванню такої шихти на магнітну і немагнітну фракції під дією магнітного поля індуктора 4. Тим самим істотно поліпшуються умови хімічної взаємодії між феромагнітними частинками суміші оксидів магнію і кальцію і феромагнітних часток феросиліцію і

практично забезпечується вичерпання відбудовного потенціалу цього інгредієнта.

Склад шихти за даними попередніх аналізів розраховували, виходячи зі співвідношення $(CaOMg):(FeSi)=5:1$. Тонкодисперсні інгредієнти шихти змішували в роторному змішувачі в практично однорідну масу, поділяли на порції масою близько 100кг і в такому вигляді завантажували в тигель 1.

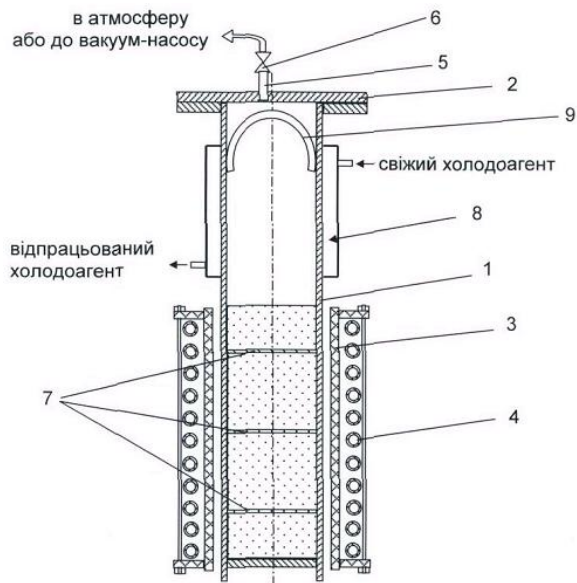
Усереднені витрати часу на виконання окремих технологічних операцій складали:

- попереднє кальцинування кожної завантаженої порції шихти (з відкритою кришкою 2 при температурі близько 900°C) - до 50 хвилин;
- вакуумування з нагріванням до температури ініціювання металотермічного процесу (більш 1150°C, але не більш 1200°C) - до 35 хвилин;
- металотермічний процес як такий з сублімацією магнію й осадженням його пари на стакані 9 - від 30 до 40 хвилин.

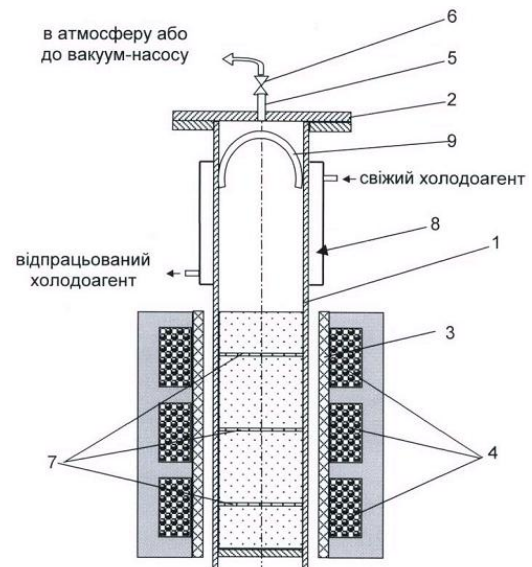
Чистота осадженого магнію як цільового продукту складала в середньому 99,957% по масі. Як домішки були виявлені до 0,007% цинку, до 0,005% міді, до 0,011 заліза і до 0,020% алюмінію.

Основними компонентами шлаку були оксид кальцію (до 52,5%), диоксид кремнію (до 27,1%), оксид тривалентного заліза (до 8%) і оксид алюмінію (до 8%). При порівнянні даних хімічних аналізів сировини і шлаку встановлено, що активний кремній у шлаку практично був відсутній у всіх пробах, а залишкова кількість магнію в шлаку не перевищувала 6% від вихідної кількості і складала в середньому 4,5%.

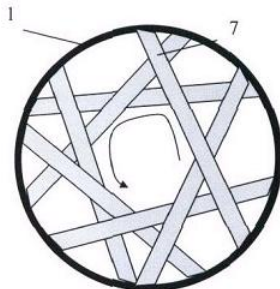
Поєднання зовнішнього і внутрішнього нагрівання шихти в індукційній печі згідно з винаходом дозволяє дуже ефективно вилучати магній з тонкодисперсних відходів кальцинування доломіту з застосуванням низькокременистих відходів феросиліцію з явною користю для природного середовища. Ця сировинна база для одержання магнію відповідно до винаходу буде існувати доти, поки існують чорна металургія і виробництво вогнетривів на основі доломіту.



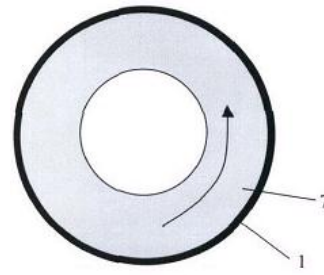
Фиг. 1



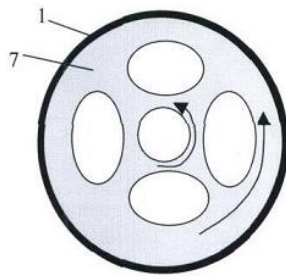
Фиг. 2



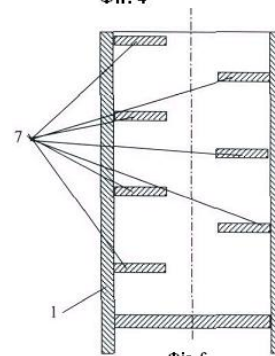
Фиг. 3



Фиг. 4



Фиг. 5



Фиг. 6