



СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГОСУДАРСТВЕННОМ КОМИТЕТЕ СССР ПО НАУКЕ И ТЕХНИКЕ
(ГОСКОМИЗОБРЕТЕНИЙ)

АВТОРСКОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО

№

1776067

На основании полномочий, предоставленных Правительством СССР, Госкомизобретений выдал настоящее авторское свидетельство на изобретение:

"Способ обогащения цирконийсодержащего сырья"

Автор (авторы): Владимиров Павел Сергеевич, Доливо-Добровольская Галина Ильинична, Колибаба Татьяна Нуриковна и Сизяков Виктор Михайлович

ЛЕНИНГРАДСКИЙ ГОРНЫЙ ИНСТИТУТ ИМ. Г. В. ПЛЕХАНОВА

Заявитель:

Заявка №

4789254 Приоритет изобретения 7 февраля 1990 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений СССР

15 июля 1992 г.

Действие авторского свидетельства распространяется на всю территорию Союза ССР.

Председатель Комитета

Начальник отдела

Расс
Зинин

2/8
3-4 48

в 27/65
20.03.93



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

1
ДЛЯ СЛУЖЕБНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ ЭКЗ. №

(19) SU (11) 1776067 A1

(51)5 C 22 B 34/14

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГКНТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

1

(21) 4789254/02

(22) 07.02.90

(71) Ленинградский горный институт им.
Г.В.Плеханова

(72) П.С.Владимиров, Г.И.Доливо-Добро-
вольская, Т.Н.Колибаба и В.М.Сизяков

(56) Каплан Е.Г. и др. Журнал прикладной
химии, 1963, т. XXXVI, № 1, с. 95.

Основы металлургии, т. 4. М., 1967, с.
345.

2

(54) СПОСОБ ОБОГАЩЕНИЯ ЦИРКОНИЙ-
СОДЕРЖАЩЕГО СЫРЬЯ

(57) Использование: термохимическое обога-
щение цирконийсодержащего сырья за счет
снижения содержания в нем соединений Si,
Al и K. Сущность: проводят измельчение
сырья до содержания фракций в нем: менее
0,001 мм в количестве 3–15 мас.%, а фракции
менее 0,08 мм в количестве 95–100 мас.% и
последующую гидротермальную обработку
его каустическим раствором. 1 табл.

Изобретение относится к способам пе-
реработки цирконийсодержащего сырья и
может быть использовано в цветной метал-
лургии и химической промышленности при
получении циркония, редких металлов и ог-
неупоров.

Известен способ разложения цирконо-
вого концентрата спеканием с углекислым
кальцием при 800–900°C. Шихта предвари-
тельно измельчается в вибромельницах до
величины зерна около 1 мкм. Продукты спе-
кания с известью выщелачиваются раство-
рами серной или соляной кислот. В
результате получают серно- или соляно-
кислые растворы, содержащие ион цирко-
ния.

Известен способ переработки цирко-
нийсодержащего сырья, включающий из-
мельчение до 50 мк, спекание с содой в
дуговой печи при 1400°C. Плав обрабаты-
вают водой, суспензию фильтруют и получают
цирконийсодержащий концентрат и сили-
катный раствор.

Однако данные способы связаны с боль-
шими энергетическими и материальными
затратами.

Наиболее близкими по технической
сущности и достигаемому эффекту является
способ вскрытия измельченного циркона
(минус 50 мк) раствором NaOH в автоклавах
при T : Ж = 1 : 5, температуре 290°C, концен-
трации NaOH 80%. В результате получают
цирконийсодержащий концентрат и сили-
катный раствор.

Недостатком способа является низкое
извлечение из сырья соединений кремния и
алюминия, что приводит к снижению каче-
ства получаемого концентрата.

Целью изобретения является улучше-
ние качества цирконийсодержащего кон-
центрата за счет снижения в нем
содержания соединений кремния, алюми-
ния и калия.

Это достигается тем, что сырье перед
гидротермальной обработкой измельчают
до содержания фракций в нем: менее 0,001
мк – в количестве 3–15 мас.%, а менее 0,08

мм в количестве 95–100 мас.% от измельченного сырья.

При разрушении и деформации кристаллической структуры минералов в процессе дробления и измельчения обнаружена неизвестная ранее закономерность скачкообразного изменения агрегатного состояния минералов, заключающаяся в предельном насыщении дефектоемкости до критического уровня, в результате чего образуется активная фаза обломочных малых частиц, обусловленная дискретным изменением симметрии кристаллической структуры, последующей диффузией дефектов, накоплением их на поверхности частиц и релаксацией, благодаря чему происходит переход в пассивную фазу, вызванный диссипацией избыточной энергии обломочных малых частиц. Поэтому для любого минерального сырья существует предел измельчения, выше которого реакционная активность минерального сырья падает.

Выполненными нами исследованиями по гидротермальной обработке цирконийсодержащего сырья установлен этот предел измельчения.

Если количество обломочных малых частиц (размерами минус 0,001 мм) меньше 3 мас.%, то реакционная активность минерала мала и невозможно получать высокие показатели гидротермальной обработки сырья. То же самое и при содержании в измельченном сырье обломочных малых частиц свыше 15 мас.%. Важное значение имеет и общая крупность измельченного сырья.

Оптимальная крупность, при которой наиболее рельефно проявляется закономерность дискретного изменения агрегатного состояния частиц материала, для цирконийсодержащего сырья составляет 95–100 мас.% от веса измельченного материала.

П р и м е р. 1000 кг цирконийсодержащей руды, содержащей, мас.% SiO_2 52,0; TiO_2 1,4; Al_2O_3 14,5; Fe_2O_3 8,5; MnO 0,55; K_2O 4,5; Na_2O 10,5; Nb_2O_5 0,12; P_2O_5 0,5; CaO 1,0; FeO 1,5; ZrO_2 1,6; H_2O связ. 2,6; пр. 0,73; измельчают до крупности 0,1 мм и подвергают магнитной сепарации в одну стадию. В результате получают 110,8 кг. магнитной фракции, содержащей, мас.% CaO 0,91; SiO_2 18,05; TiO_2 9,02; Al_2O_3 4,51; Fe_2O_3 63,17; MnO 0,45; K_2O 0,92; Na_2O 1,8; H_2O 0,9; пр. 0,27; и 889,2 кг немагнитной фракции, содержащей, мас.% CaO 1,01; SiO_2 56,23; TiO_2 0,45; Al_2O_3 15,74; Fe_2O_3 1,68; FeO 1,69; MnO 0,56; K_2O 4,94; Na_2O 11,58; Nb_2O_5 0,13; P_2O_5 0,56; пр. 0,82.

Магнитную фракцию направляют на производство чугуна или используют при производстве строительных материалов из гидросиликата кальция.

Немагнитную фракцию в количестве 889,2 кг доизмельчают в барабанных мельницах до содержания фракции минус 0,001 мм в количестве 10,5 мас.% и фракции минус 0,08 мм в количестве 100 мас.%. Измельченный материал смешивают с каустическим раствором, содержащим 420 г/л Na_2O при Ж : Т = 10 : 1 и подвергают термической обработке в автоклавах при 240°C в течение 2 ч.

Суспензию фильтруют и получают силикатный раствор и 132,8 кг. цирконийсодержащего концентрата, содержащего, мас.% CaO 6,77; SiO_2 37,65; TiO_2 3,01; Al_2O_3 3,84; Fe_2O_3 11,29; MnO 0,37; Na_2O 15,06; Nb_2O_5 0,9; P_2O_5 3,76; ZrO_2 12,04; пр. 5,31.

Извлечение глинозема из сырья при этом составляет 96,3%, а кремнезема 90%.

Как показали выполненные нами исследования (см. табл.), при крупности частиц минус 0,001 мм менее 3 мас.% извлечение глинозема и кремнезема составляет всего 52,4% и 47% соответственно. Также снижается извлечение этих компонентов из сырья при содержании частиц минус 0,001 мм в количестве 16,9 мас.%.

Существенное влияние оказывает и крупность частиц размером минус 0,08 мм. Если загрубить помол сырья до содержания фракции минус 0,08 мм менее 95 мас.%, то извлечение глинозема и кремнезема падает.

Полученный в результате гидротермальной обработки силикатный раствор охлаждают до 25–35°C, при этом кристаллизуются соединения марганца и железа. В результате этого получают 50 кг железистого концентрата, содержащего до 10% MnO . Затем в силикатный раствор добавляют известь на связывание глинозема в гидрогранат кальция. Суспензию фильтруют, полученные гидрогранаты кальция перерабатывают на глинозем и получают 130 кг глинозема.

В маточный раствор, после выделения гидрограната кальция, добавляют известь на связывание диоксида кремния в гидросиликат кальция. Суспензию фильтруют и получают 1000 кг гидросиликата кальция, который используют в производстве строительных материалов или в качестве товарного продукта в химической промышленности.

Преимущества предлагаемого способа заключаются в том, что при переработке цирконийсодержащего сырья, содержащего до 1–3% ZrO_2 удается получать концент-

рат хорошего качества при высоком извлечении глинозема и щелочей. В отличие от способов механического обогащения, в данном случае достигается экологическая чистота технологии с полной утилизацией всех компонентов перерабатываемого сырья.

Формула изобретения

Способ обогащения цирконийсодержащего сырья, включающий дробление, измельчение сырья, гидротермальную

обработку его каустическим раствором, отличающийся тем, что, с целью улучшения качества получаемого концентрата за счет снижения в нем содержания соединений кремния, алюминия и калия, измельчение сырья ведут до содержания фракций в нем: менее 0,001 мм в количестве 3–15 мас.%, а фракции менее 0,08 мм в количестве 95–100 мас.% от веса измельченного сырья.

Пример	Содержание фракций в измельченном материале, мас. %		Извлечение из сырья, %	
	– 0,001 мм	– 0,080 мм	Al ₂ O ₃	SiO ₂
1	2,5	100	52,4	47,0
2	3,0	100	83,7	82,7
3	8,6	100	89,5	87,4
4	10,5	100	96,3	90,0
5	15,0	100	92,7	89,0
6	16,9	100	71,5	60,4
7	8,6	70,4	38,5	24,5
8	8,6	85,3	52,0	37,6
9	8,6	93,0	75,9	64,3
10	8,6	95,0	84,7	77,3
11	8,6	98,0	88,9	78,0

Редактор А.Бер

Составитель П.Владимиров

Техред М.Моргентал

Корректор Л.Лукач

Заказ 3975/ДСП

Тираж

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101