

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2441892

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПРИРОДНОГО ЖЕЛЕЗОКИСНОГО ПИГМЕНТА ИЗ РУДЫ

Патентообладатель(ли): *Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Санкт-Петербургский государственный горный университет" (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2010121986

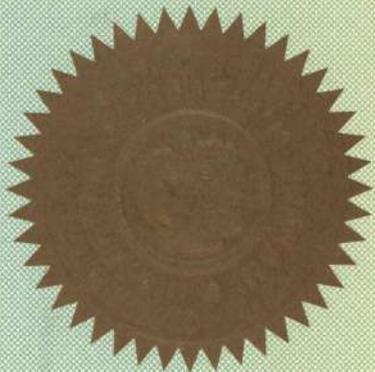
Приоритет изобретения 28 мая 2010 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Российской Федерации 10 февраля 2012 г.

Срок действия патента истекает 28 мая 2030 г.

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Б.П. Симонов





(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: **2010121986/05, 28.05.2010**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента: **28.05.2010**

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: **28.05.2010**

(45) Опубликовано: **10.02.2012**

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **RU 2366674 C2, 10.09.2009. RU 2047631 C1, 10.11.1995. ЕА 9278 В1, 28.12.2007. CN 101659795 А, 03.03.2010. БЕЛЕНЬКИЙ Е.Ф., РИСКИН И.В. Химия и технология пигментов. - Л.: Химия, 1974, с.413-426.**

Адрес для переписки:

199106, Санкт-Петербург, В.О., 21 линия, 2, СПГГУ, отдел интеллектуальной собственности и трансфера технологий (отдел ИСи ТТ)

(72) Автор(ы):

Литвиненко Владимир Стефанович (RU), Трушко Владимир Леонидович (RU), Баринов Алексей Александрович (RU), Кусков Вадим Борисович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Санкт-Петербургский государственный горный университет" (RU)

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПРИРОДНОГО ЖЕЛЕЗООКИСНОГО ПИГМЕНТА ИЗ РУДЫ**

(57) Реферат:

Изобретение может быть использовано в химической промышленности. Способ получения природного красного железистоокисного пигмента из руды включает ее дробление, обогащение методом магнитной сепарации и повторное измельчение. В качестве руды может быть использован гематит, мартит, гидрогематит. Сначала руду дробят до размера не более 10 мм, после чего измельчают мокрым способом до размера частиц 60-80% класса мельче 40 мкм и классифицируют в 4 стадии. Классифицирование включает основную классификацию, первое перечистное, первое контрольное и второе контрольное гидроциклирование. Затем проводят окислительную деструкцию сульфидов, содержащихся в руде, сгущение и сушку с одновременной дезинтеграцией и воздушной классификацией пигмента. Изобретение позволяет повысить выход пигмента, экологичность производства, снизить содержание серы в пигменте и количество отходов.

Изобретение относится к способу получения природных (не синтетических) железистоокисных пигментов, которые могут использоваться в специальных антикоррозионных грунтовках, применяемых в том числе и для нужд кораблестроения. Также способ может быть использован для производства редких и особо дорогих марок пигментов, включая и транспарентные, для нужд фармацевтической, косметической и пищевой промышленности.

Известен «Способ получения красного железистоокисного пигмента» (патент RU № 2303046). Способ получения красного железистоокисного пигмента включает окисление водных растворов сульфата или суспензий гидроксида железа (II) кислородом воздуха при квазистационарных значениях температуры и pH реакционной среды, гидротермальную термообработку суспензии из оксигидроксида железа (III) в периодическом или непрерывном режиме в автоклавах, отмывку пигмента от водорастворимых солей, сушку и размол пигмента. В процессе гидротермальной термообработки на суспензию FeOОН воздействуют наносекундными электромагнитными импульсами со следующими характеристиками: длительность импульса 0,5-5 нс, амплитуда импульсов 4-10 кВ, частота повторения импульсов 200-1000 Гц, процесс проводят при температуре 130-200°C. Изобретение позволяет снизить температуру гидротермальной термообработки суспензии FeOОН и увеличить производительность процесса получения красного железистоокисного пигмента.

Основные недостатки способа в сложности получения пигмента, экологической вредности процесса.

Известен способ «Получение железистой слюдки микронного класса крупности» (патент RU № 2354672). Изобретение относится к оксиду железа (III) пластинчатой структуры, который может быть использован в качестве пигмента. Природный механически измельченный оксид железа (III), пластинчатая структура которого составляет, по меньшей мере, 50 вес.%, предпочтительно 75 вес.%, содержит частицы размером менее 10 мкм в количестве, по меньшей мере, 50 вес.%, предпочтительно 70 вес.%, особо предпочтительно 90 вес.%. Соотношение толщины к максимальному диаметру пластин оксида железа (III) составляет 1:5, предпочтительно 1:10. Для получения такого оксида железа (III) его механически измельчают в ударно-отражательной мельнице или в струйной мельнице. Полученный в результате механического измельчения оксид железа (III) разделяют по крупности частиц, например посредством воздушного сепаратора.

Основные недостатки способа в сложности получения высококачественного пигмента по предлагаемой «сухой» технологии, низком выходе готового пигмента.

Известен «Способ получения железистоокисного пигмента из спекулярита» (патент RU № 2366674), принятый за прототип. Для получения железистоокисного пигмента из спекулярита сначала ведут измельчение спекулярита до размера частиц более 1-5 мм, затем проводят обогащение методом магнитной сепарации до содержания Fe₂O₃ более 60,0 мас.%, после чего обогащенный спекулярит снова измельчают. Из обогащенного спекулярита может быть получен пигмент с матовым блеском, состоящий из железистой слюдки с содержанием Fe₂O₃ более 85 мас.%, которая включает тонкие чешуйчатые пластинки в количестве более 50 мас.%, и характеризующийся остатком после мокрого просеивания на сите с размером отверстий 63 мкм не более 35 мас.%. Изобретение позволяет получить из спекулярита пигменты для защитно-декоративных и декоративных покрытий.

Основными недостатками способа являются низкий выход кондиционного пигмента из исходного сырья, трудность получения высококачественного пигмента.

Техническим результатом изобретения является повышение выхода готового пигмента, повышение качества пигмента.

Технический результат достигается тем, что в способе получения природного красного железистоокисного пигмента из руды, включающем ее дробление, обогащение методом магнитной сепарации и повторное измельчение, руду первично дробят до размера не более 10 мм, повторно измельчают мокрым способом до размера частиц 60-80% класса

мельче 40 мкм, классифицируют в 4 стадии, включающие основную классификацию, первое перечистное, первое контрольное и второе контрольное гидроциклирование, затем подвергают окислительной деструкции, сгущают и сушат с одновременной дезинтеграцией и воздушной классификацией пигмента.

Исходная железная руда первоначально дробится до размера частиц не более 10 мм. Размер частиц дробленой руды менее 10 мм обусловлен используемым оборудованием для дробления, размер частиц дробленой руды более 10 мм существенно снижает эффективность работы шаровой мельницы при дальнейшем повторном измельчении.

Затем мелкодробленая руда поступает на обогащение методом магнитной сепарации в магнитном сепараторе, где происходит отделение магнитной фракции железной руды от немагнитной. Магнитная фракция служит сырьем для металлургической промышленности. Немагнитная фракция используется для производства пигмента по предлагаемому способу.

Немагнитную фракцию железной руды повторно измельчают мокрым способом до размера частиц 60-80% класса мельче 40 мкм в шаровой мельнице с регулируемым асинхронным приводом. Шаровая мельница работает в открытом цикле.

Затем измельченную руду классифицируют в 4 стадии, включающие основную классификацию, первое перечистное, первое контрольное и второе контрольное гидроциклирования. Основная классификация проходит в спиральном классификаторе с погруженной спиралью. При этом происходит отделение более тяжелых и менее измельченных гематитовых частиц черного цвета, которые выводятся из процесса и используются как сырье для металлургической промышленности.

Сливы от перечистного и первого гидроциклирования объединяют и направляют в ультразвуковой реактор (УЗР), где происходит доизмельчение и дезинтеграция крупных частиц и окисление сульфидов руды, которые являются вредной примесью. В реактор также подается воздух. В результате взаимодействия образующихся под действием ультразвука радикалов, сульфиды окисляются и удаляются.

Обработанная в ультразвуковом реакторе пульпа сгущается в сгустителе, куда дополнительно подается раствор флокулянта для ускорения осаждения частиц руды. Сгущенный продукт с содержанием 50÷55% твердой фазы направляется на сушку.

Сушка осуществляется в автоматической распылительной пневматической сушилке, снабженной дезинтегратором и циклоном. В процессе сушки одновременно происходит дезинтеграция (разрушение) и воздушная классификация частиц пигмента до заданных размеров (не менее 80% - 15 мкм). Готовый пигмент в виде порошка крупностью (не менее 80% - 15 мкм) из автоматического рукавного фильтра подается на упаковку и отгрузку.

В качестве сырья для получения красного железистоокисного пигмента можно использовать гематитовые, мартитовые, гидрогоематитовые руды.

Предлагаемый способ позволяет получить высококачественный и недорогой (по сравнению с синтетическим) пигмент крупностью (80% - 15 мкм). Полученный по предлагаемому способу пигмент по основным качественным показателям, соответствует лучшим образцам синтетических красных железистоокисных пигментов, за исключением тона (средний показатель). По некоторым параметрам полученный по предлагаемому способу пигмент превосходит синтетические аналоги, т.к. практически не содержит сульфатных и хлоридных ионов, имеет оптимальный гранулометрический состав.

Производство пигмента по предлагаемому способу является высокотехнологичным, практически безотходным и не оказывает влияния на окружающую среду.

Пример. Получена опытная партия пигмента из гидрогоематитовой руды. Исходная руда крупностью 100 - 0 мм была раздроблена до размера 10 - 0 мм, была измельчена мокрым способом до 70% класса мельче 40 мкм, расклассифицирована в 4 стадии: основная классификация в спиральном классификаторе с погруженной спиралью КСП; перечистное гидроциклирование, первое и второе контрольные гидроциклирования проводились

соответственно в гидроциклонах \varnothing 350 мм, \varnothing 250 мм и \varnothing 160 мм. Затем слив гидроциклонов был подвергнут окислительной деструкции в ультразвуковом реакторе и сгущению. Сгущенный продукт был высушен с одновременной дезинтеграцией, и была произведена воздушная классификация полученного пигмента.

Полученный пигмент полностью отвечал требованиям ГОСТ 8135-74. Крупность пигмента была 85% класса - 15 мкм, при этом укрывистость пигмента составляла 10 г/м². Сера в пигменте вообще не обнаруживается.

Формула изобретения

Способ получения природного красного железистоокисного пигмента из руды, включающий ее дробление, обогащение методом магнитной сепарации и повторное измельчение, отличающийся тем, что руду первично дробят до размера не более 10 мм, повторно измельчают мокрым способом до размера частиц 60-80% класса мельче 40 мкм, классифицируют в 4 стадии, включающих основную классификацию, первое пересчетное, первое контрольное и второе контрольное гидроциклирование, затем подвергают окислительной деструкции, сгущают и сушат с одновременной дезинтеграцией и воздушной классификацией пигмента.