

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2638464

Способ получения брикетов для производства кремния восстановительной плавкой

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Санкт-Петербургский горный университет" (RU)*

Авторы: *Сутягинский Михаил Александрович (RU), Трушко Владимир Леонидович (RU), Бажин Владимир Юрьевич (RU), Савченков Сергей Анатольевич (RU), Кусков Вадим Борисович (RU)*

Заявка № 2016150355

Приоритет изобретения 20 декабря 2016 г.

Дата государственной регистрации в
Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 13 декабря 2017 г.

Срок действия исключительного права
на изобретение истекает 20 декабря 2036 г.

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Г.П. Ивлиев





ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2016150355, 20.12.2016

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
20.12.2016Дата регистрации:
13.12.2017

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 20.12.2016

(45) Опубликовано: 13.12.2017 Бюл. № 35

Адрес для переписки:

199106, Санкт-Петербург, В.О., 21 линия, 2,
ФГБОУ ВО "Санкт-Петербургский горный
университет", отдел интеллектуальной
собственности и трансфера технологий (отдел
ИС и ТТ)

(72) Автор(ы):

Сутягинский Михаил Александрович (RU),
Трушко Владимир Леонидович (RU),
Бажин Владимир Юрьевич (RU),
Савченков Сергей Анатольевич (RU),
Кусков Вадим Борисович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования "Санкт-Петербургский горный
университет" (RU)(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2036144 C1, 27.05.1995. RU
2528666 C2, 20.09.2014. RU 2042721 C1,
27.08.1995. GB 1335351 A, 24.10.1973. CN
104140102 A, 12.11.2014.

(54) Способ получения брикетов для производства кремния восстановительной плавкой

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу получения брикетов для производства кремния, в к л ю ч а ю щ е м у с м е ш и в а н и е кремнеземсодержащего и углеродсодержащего сырья с получением смеси и брикетирование смеси. Полученную смесь смешивают с мелассой, при этом в качестве кремнеземсодержащего сырья используют микросилику, а в качестве

углеродсодержащего сырья - сланцевую и древесную пыль, причем брикетирование смеси ведут путем прессования при давлении от 100 до 110 МПа с последующим отжигом полученных брикетов при температуре от 200 до 250°C в течение от 45 до 60 мин. Обеспечивается высокая механическая прочность и повышенная пористость брикетов. 1 табл., 4 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2016150355, 20.12.2016

(24) Effective date for property rights:
20.12.2016Registration date:
13.12.2017

Priority:

(22) Date of filing: 20.12.2016

(45) Date of publication: 13.12.2017 Bull. № 35

Mail address:

199106, Sankt-Peterburg, V.O., 21 liniya, 2, FGBOU
VO "Sankt-Peterburgskij gornyj universitet", otdel
intellektualnoj sobstvennosti i transfera tekhnologij
(otdel IS i TT)

(72) Inventor(s):

Sutyaginskij Mikhail Aleksandrovich (RU),
Trushko Vladimir Leonidovich (RU),
Bazhin Vladimir Yurevich (RU),
Savchenkov Sergej Anatolevich (RU),
Kuskov Vadim Borisovich (RU)

(73) Proprietor(s):

federalnoe gosudarstvennoe byudzhetnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Sankt-Peterburgskij gornyj
universitet" (RU)

(54) **METHOD OF PRODUCING BRIQUETS FOR SILICON PRODUCTION BY REDUCTIVE MELTING**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: method of producing briquettes for the production of silicon includes mixing the silica-containing and carbon-containing raw materials to produce a mixture and briquetting the mixture. The resulting mixture is mixed with molasses, while microsilica is used as a silica-containing raw material, and shale and wood dust are used as the carbonaceous

raw material, the briquetting of the mixture being carried out by pressing at a pressure of 100 to 110 MPa, followed by annealing the resulting briquettes at a temperature of 200 to 250°C for 45 to 60 minutes.

EFFECT: high mechanical strength and increased porosity of briquettes.

1 tbl, 4 ex

Изобретение относится к области производства кремния, в частности к получению кремния восстановительной плавкой из кварцитсодержащих материалов.

Известен способ получения кремния (авторское свидетельство СССР №1518300, опубл. 30.10.1989 г.), включающий загрузку мелкодисперсных отходов кремния в тигель рудно-термической печи после прекращения подачи основной шихты, при этом снижают мощность печи в 1,5 раза от первоначального значения.

Недостатком данного способа является пыление при загрузке шихты и значительные потери мелкодисперсных отходов кремния и восстановителей в виде уноса из печи газовым потоком.

Известны шихта для производства кремния и способ приготовления формованного материала для производства кремния (патент РФ №2151738, опубл. 27.06.2000 г.), включающий смешение мелкодисперсного кремнеземсодержащего материала с углеродсодержащим восстановителем и щелочным связующим, формование и сушку, в качестве кремнеземсодержащего материала используют пыль электрофильтров газоочистки производства кремния, восстановитель - нефтяной кокс, которые формуют в материал крупностью от 6 до 50 мм и сушат до влажности от 6 до 8%.

Недостатком данного технического решения является образование внутренних полостей в брикете, которые возникают при формовании из-за неравномерного распределения мелких частиц в объеме матрицы.

Известен способ подготовки шихты для выплавки кремния (патент РФ №2042721, опубл. 27.08.1995 г.), включающий смешивание компонентов в стехиометрическом соотношении и окускование в присутствии связующего. При этом окускование проводят при температуре от 50 до 200°C, перед окускованием добавляют в смесь элементарный кремний крупностью 0,01 мм, а в качестве связующего применяют жидкое стекло.

Недостатками данного технического решения является низкая пористость получаемого брикета и большое содержание внутренней влаги из-за использования жидкого стекла.

Известна брикетированная смесь для получения кремния и способ ее приготовления (патент РФ №2528666, опубл. 27.05.2014 г.), включающий сушку углеродсодержащего сырья растительного происхождения (шелуха овса) до влажности от 8 до 12% и измельчение до крупности не более 3 мм. Затем формованный материал смешивают до образования однородной массы с кремнеземсодержащим сырьем (микросиликой), далее проводят прессование смеси в экструдере методом жесткого формования в системе. Процесс спекания брикетирующей смеси осуществляют традиционным способом при температуре от 170 до 220°C и давлении от 80 до 90 МПа. После прессования брикетированной массы полученные кремнийорганические брикеты нарезают на куски необходимых размеров и загружают их в реторту. Далее подвергают их пиролизу в ретортах без доступа кислорода при температуре от 450°C до 520°C.

Недостатками данного технического решения являются многостадийность и сложность технологической схемы. Использование недостаточного давления в экструдере приводит к осыпанию граней брикетов.

Известна брикетированная смесь для получения технического кремния и способ ее приготовления (патент РФ №2036144 опубл. 27.05.1995), принятый за прототип, включающий смешение кремнеземсодержащего сырья кварцевого песка и лигнина, их брикетирование. На смешение дополнительно подают нефтяной кокс, который предварительно измельчают до крупности 3 мм, гидролизный лигнин обезвоживают до влажности от 12 до 15% и брикетирование производят под давлением от 80 до 95 МПа.

Недостатками данного технического решения являются многостадийность и сложность технологической схемы. А также применение низкого диапазона давления при прессовании, при котором полученные брикеты не достигают прочности, необходимой для транспортировки, хранения и применения брикетов без осыпания боковых граней.

Техническим результатом является получение высокопрочных брикетов с повышенным содержанием микросилики и однородными размерами пор.

Технический результат достигается тем, что полученную смесь смешивают с мелассой, при этом в качестве кремнеземсодержащего сырья используют микросилику, а в качестве углеродсодержащего сырья - сланцевую и древесную пыль, причем брикетирование смеси ведут путем прессования при давлении от 100 до 110 МПа с последующим отжигом полученных брикетов при температуре от 200 до 250°C в течение от 45 до 60 мин.

Способ осуществляется следующим образом. При перемешивании порошков в смеситель добавляется меласса, побочный продукт сахарного производства; применение мелассы обеспечивает удовлетворительное перемешивание порошков, а также исключает оседание порошков на выходе из пуансона (при прессовании).

Предлагаемый диапазон значений давления прессования от 100 до 110 МПа позволяет обеспечить наибольшую площадь контакта между порошками, сформировать прочную связь между микросиликой и углеродсодержащим восстановителем. Диапазон давления прессования выбирается из условий достижения заданной пористости и прочности, необходимой для транспортировки, хранения и применения брикетов без разрушения боковых граней. При использовании значений давлений более 110 МПа получают переуплотненные брикеты с низкой пористостью, что в дальнейшем приводит к снижению восстановления кремния. При использовании значений давлений менее 100 МПа снижается прочность брикетов, что приводит к разрушению боковых граней при транспортировке и хранении.

Отжиг брикетов проводят при температуре от 200 до 250°C в течение от 45 до 60 мин, данная операция проводится с целью повышения прочности брикетов при одновременном развитии пор за счет удаления влаги. При температуре более 250°C понижается пористость брикетов за счет проплавления смеси, использование температуры менее 200°C приводит к увеличению времени удаления влаги из брикета.

На первом этапе производится смешивание до однородной массы порошков кремнеземсодержащего сырья - микросилики и углеродсодержащего сырья - сланцевой и древесной пыли, при смешивании в смеситель добавляется меласса. После перемешивания прессуются брикеты цилиндрической формы. После прессования полученные кремниевые брикеты загружают в печь и проводят отжиг при температуре от 200 до 250°C в течение от 45 до 60 мин. По окончании процесса отжига брикеты охлаждают до комнатной температуры.

Полученные брикеты вводят в качестве сырьевой добавки к основной шихте при восстановительной плавке кремнеземсодержащих материалов в дуговых или электротермических печах.

Способ поясняется следующими примерами.

Таблица 1 - исходные данные и результаты процесса получения брикетов

Условия	Пример			
	1	2	3	4
Давление прессования, МПа	90	100	110	120
Температура отжига, °С	150	200	250	300
Время выдержки, мин	30	45	60	75
Механическая прочность брикета, МПа	15,2	19,4	20,1	24,6

Пример 1. 60 г сланцевой пыли смешивают с 60 г древесной пыли и 150 г микросилики и перемешивают в течение 10 мин, затем вводят 0,05 л мелассы и продолжают перемешивание в течение 25 мин до получения однородного состава, полученную смесь прессуют при давлении 90 МПа и проводят отжиг полученных брикетов при температуре 150°С в течение 30 мин. Полученные брикеты имеют недостаточную механическую прочность 15,2 МПа (Таблица 1).

Пример 2. 75 г сланцевой пыли смешивают с 60 г древесной пыли и 135 г микросилики и перемешивают в течение 15 мин, затем вводят 0,06 л мелассы и продолжают перемешивание в течение 20 мин до получения однородного состава, полученную смесь прессуют при давлении 100 МПа и проводят отжиг полученных брикетов при температуре 200°С в течение 45 мин. Полученные брикеты имеют необходимую механическую прочность 19,4 МПа и пористость (Таблица 1).

Пример 3. 65 г сланцевой пыли смешивают с 60 г древесной пыли и 145 г микросилики и перемешивают в течение 15 мин, затем вводят 0,04 л мелассы и продолжают перемешивание в течение 30 мин до получения однородного состава, полученную смесь прессуют при давлении 110 МПа и проводят отжиг полученных брикетов при температуре 250°С в течение 60 мин. Полученные брикеты имеют необходимую механическую прочность 20,1 МПа и пористость (Таблица 1).

Пример 4. 60 г сланцевой пыли смешивают с 60 г древесной пыли и 150 г микросилики и перемешивают в течение 10 мин, затем вводят 0,05 л мелассы и продолжают перемешивание в течение 25 мин до получения однородного состава, полученную смесь прессуют при давлении 120 МПа и проводят отжиг полученных брикетов при температуре 300°С в течение 30 мин. Полученные брикеты имеют достаточную механическую прочность 24,6 МПа, но низкую пористость (Таблица 1).

Преимуществами брикетов, полученных новым способом, является высокая механическая прочность и повышенная пористость, что позволяет их использовать в качестве сырьевой добавки к основной шихте при производстве кремния.

(57) Формула изобретения

Способ получения брикетов для производства кремния, включающий смешивание кремнеземсодержащего и углеродсодержащего сырья с получением смеси и брикетирование смеси, отличающийся тем, что полученную смесь смешивают с мелассой, при этом в качестве кремнеземсодержащего сырья используют микросилику, а в качестве

углеродсодержащего сырья - сланцевую и древесную пыль, причем брикетирование смеси ведут путем прессования при давлении от 100 до 110 МПа с последующим отжигом полученных брикетов при температуре от 200 до 250°С в течение от 45 до 60 мин.

5

10

15

20

25

30

35

40

45