



(19) KG (11) 2132 (13) C1
(51) C01F 7/24 (2018.01)
C01F 7/02 (2018.01)

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СЛУЖБА ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ И
ИННОВАЦИЙ ПРИ ПРАВИТЕЛЬСТВЕ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ к патенту Кыргызской Республики под ответственность заявителя

(21) 20180005.1

(22) 24.01.2018

(46) 29.03.2019, Бюл. № 3

(76) Мурзубраимов Б. М.; Каримов А.; Абдуллаева М. Д.; Алтыбаева Д. Т. (KG)

(56) Патент KG № 445, кл. C01F 7/02, 2001

(54) Способ получения глинозема из нефелиновых сиенитов

(57) Изобретение относится к технологии неорганических веществ, а именно к способам получения глинозема из нефелиновых сиенитов, и может быть использовано в процессах комплексной азотнокислотной переработки глиноземсодержащего сырья.

Задачей изобретения является упрощение технологических операций, повышение рентабельности и экологической безопасности азотнокислотной переработки глиноземсодержащего сырья при получении глинозема из нефелиновых сиенитов.

Поставленная задача решается в способе получения глинозема из нефелиновых сиенитов, включающем измельчение, просеивание, магнитную сепарацию выделения железосодержащих минералов, где магнитную сепарацию проводят с помощью постоянного магнита с напряженностью магнитного поля более 1592 кА/м и в фильтрат, полученный селективным растворением нефелина из нефелин-полевошпатового концентрата 5 % разбавленной азотной кислотой, добавляют 1н раствор карбоната натрия до pH=8-9.

Таким образом, предварительное магнитное обогащение нефелинового сиенита и селективное растворение нефелина из нефелин-полевошпатового концентрата является оптимальным, так как обладает высокой технологической эффективностью и экологически безопасен, отличается относительно низкими энергетическими и трудовыми затратами.

1 н. п. ф., 1 пр., 1 табл.

Изобретение относится к технологии неорганических веществ, а именно к способам получения глинозема из нефелиновых сиенитов, и может быть использовано в процессах комплексной азотнокислотной переработки глиноземсодержащего сырья.

Известен способ переработки нефелина, включающий разложение нефелина азотной кислотой при температуре 60-90 °С с образованием азотно-кислотной пульпы, выгрузку пульпы и отделение раствора азотно-кислых солей от кремнистого остатка, переработку нефелина ведут в присутствии карбамида и 30-45 % азотной кислоты ведут одновременно отдельными потоками с расходом, обеспечивающим концентрацию свободной азотной кислоты не менее 0,5 %, время пребывания пульпы в реакторе составляет 1-4 часа (Патент RU № 2460691 C1, кл. C01F 7/24, 2012).

Недостатками данного способа являются: процесс разложения нефелинового концентрата при температуре 60-90 °С с азотной кислотой и продолжительность термообработки до 4-5 часов требует больших энергетических затрат; использование азотной кислоты довольно высоких концентраций (30-45 %) в технологическом процессе приводит к ухудшению экологических показателей производства и условий работы персонала; введение карбамида, «затравки» аморфного кремнезема и использование возвратных растворов требует лишних затрат.

Наиболее близким к заявленному изобретению (прототип) является способ переработки нефелиновых сиенитов или нордмаркитов путем измельчения, просеивания, магнитной сепарации и гравитации с выделением магнетита, калиевого полевого шпата и остаток от гравитации

дополнительно измельчают, смешивают с истертым известняком и спекают в течение 2-х часов при температуре 1200 °С в электрической печи. Далее идет выщелачивание, обескремнивание в автоклаве, карбонизация углекислотой для выделения глинозема, кристаллизация соды и поташа (Патент KG № 445, кл. C01F 7/02, 2001).

Недостатками данного способа являются необходимость использования автоклава, работающего при высокой температуре и давлении, высокие энергетические и материальные затраты, сложность процесса и аппаратуры, трудность практической реализации.

Задачей изобретения является упрощение технологических операций, повышение рентабельности и экологической безопасности азотнокислотной переработки глиноземсодержащего сырья при получении глинозема из нефелиновых сиенитов.

Поставленная задача решается в способе получения глинозема из нефелиновых сиенитов, включающем измельчение, просеивание, магнитную сепарацию выделения железосодержащих минералов, где магнитную сепарацию проводят с помощью постоянного магнита с напряженностью магнитного поля более 1592 кА/м и в фильтрат, полученный селективным растворением нефелина из нефелин-полевошпатового концентрата 5 % разбавленной азотной кислотой, добавляют 1 н раствор карбоната натрия до pH=8-9.

Сущность способа заключается в том, что нефелиновые сиениты после измельчения и просеивания подвергают магнитной сепарации с помощью постоянного магнита с напряженностью магнитного поля более 1592 кА/м (20000 эрстед), в результате которого удаляются все железосодержащие минералы; полученный нефелин-полевошпатовый концентрат, подвергают разложению с 5%-ной азотной кислотой, затем продукты разложения отфильтровывают, из нерастворимой части получают калий-натриевые полевые шпаты, из фильтрата осаждают гидроксид алюминия, отфильтровывают, сушат, прокаливают и получают глинозем.

Пример. Взяли среднюю пробу нефелинового сиенита месторождения Зардалы (Кыргызская Республика), состав, в мас. %: Al_2O_3 - 20,04; SiO_2 - 56,34; Fe_2O_3 - 4,62; Na_2O - 5,87; K_2O - 6,58; CaO - 3,96. Пробу подвергнули дроблению, измельчению, просеиванию через сито $d=0,25$ мм, остальные надситные остатки измельчили и пропустили полностью через сито (после прохождения через сито $d=0,25$ мм нефелиновая порода раскрывается полностью).

С приготовленной пробой провели магнитную сепарацию при помощи постоянного магнита с напряженностью магнитного поля более 1592 кА/м (20000 эрстед). После проведения магнитной сепарации из отобранной навески нефелинового сиенита в количестве 10,0 г, в среднем 8,0 г составил белый нефелин-полевошпатовый концентрат и 2,0 г магнитная фракция темного цвета.

Очищенный от железистых минералов нефелин-полевошпатовый концентрат поместили в круглодонную химическую колбу, снабженную обратным холодильником, мешалкой и нагревом. Для получения чистого гидроксида алюминия без примесей соединений железа, необходимо селективное растворение только нефелина из состава нефелин-полевошпатового концентрата. Для этого в реакционную колбу поместили 8,0 г нефелин-полевошпатового концентрата, добавили 50 мл разбавленного раствора азотной кислоты (3 мл азотной кислоты с $\rho = 1,367$ г/см³ в 47 мл дистиллированной воде), нагрели и кипятили 10 мин. Затем в колбу добавили еще 50 мл дистиллированной воды, кипятили 10 минут и оставили до следующего дня. На следующий день содержимое в колбе отфильтровали в мерную колбу объемом 250 мл. Чтобы проверить избыток азотной кислоты отобрали 5 мл фильтрата в колбу, разбавили 50 мл дистиллированной водой, добавили несколько капель метилоранжа, окраска метилоранжа не изменилась. Проверка pH среды с универсальной лакмусовой бумагой показала нейтральную среду. Значит, концентрированная азотная кислота, взятая в количестве 3мл полностью прореагировала.

Далее фильтрат, содержащий нитраты металлов, нагрели до температуры 65-70 °С, добавили 1 н раствор карбоната натрия до pH=8-9, начал выпадать белый (без примеси железа), пушистый осадок гидроксида алюминия $Al(OH)_3$. Отфильтровали гидроксид алюминия и высушили досуха в сушильном шкафу при $t=105$ °С до постоянного веса. После высушивания гидроксида алюминия $Al(OH)_3$ в сушильном шкафу отделили его от фильтровальной бумаги и после прокаливания в муфельной печи в течение 20 минут при $t=600$ °С получили 0,73 г γ -глинозема.

250 мл фильтрата, содержащего нитраты калия и натрия KNO_3+NaNO_3 упаривают в водяной бане и определяют количество смеси нитратов калия и натрия KNO_3+NaNO_3 (калийсодержащее азотное минеральное удобрение).

Таблица 1

Результаты азотнокислого разложения нефелин-полевошпатового концентрата

№ п/п	Наименования продуктов	№№ опытов		
		1	2	3
1.	Навеска нефелинового сиенита, в гр	10,0	10,0	10,0
2.	Нефелин-полевошпатовый концентрат, в гр	7,86	7,65	8,51
3.	Магнитная фракция, в гр	2,13	2,34	1,54
4.	Смесь нитратов $KNO_3 + NaNO_3$, в гр	4,79	5,3	4,23
5.	Глинозем Al_2O_3 , в гр	0,74	0,70	0,71
6.	Выход глинозема, в мас. %	(9,4 %)	(9,1 %)	(8,3 %)

Как видно из таблицы 1 выход глинозема составляет в среднем 8,93 %, а при азотнокислом разложении без предварительной магнитной сепарации выход глинозема составляет в среднем 5,2 %, что показывает преимущества предварительной магнитной сепарации. Таким образом, удаление из алюмосиликатного сырья железосодержащих минералов облегчает его последующую переработку, так как снижает в нем количество железа, увеличивает процент выхода окиси алюминия.

Силикатный анализ на нерастворимую часть азотнокислого разложения нефелин-полевошпатового концентрата, полученного после магнитного обогащения нефелиновых сиенитов показывает, что в нем содержание оксида железа составляет Fe_2O_3 - 0,55 %. Такое малое содержание примеси железа дает возможность применения отходов азотнокислого разложения нефелин-полевошпатового концентрата, полученного после магнитного обогащения нефелиновых сиенитов для производства силикагеля, жидкого стекла, бытового фарфора и фаянса, электрокерамики, облицовочной и санитарно-технической керамики, тарного стекла, абразивов, керамо-гранитной плитки.

Магнитная фракция может быть использована в качестве металлургического сырья, а также в качестве наполнителя керамических масс и для получения мелкогабаритного каменного литья.

Применение железосодержащих минералов нефелинового сиенита (магнитная фракция) в качестве плавня способствует получению керамической плитки с низким водопоглощением и высокой механической прочностью, что соответствует требованиям к плиткам для полов.

К преимуществам предлагаемого способа относятся:

1. *Уменьшение материальных и энергетических затрат, упрощение технологических операций.* Для реализации предлагаемого способа используют малое количество кислоты (5 % ная азотная кислота) и малый расход энергии (время кипячения 20 минут). Для переработки нефелинового сиенита используется недорогая аппаратура.

Кроме того, магнитная сепарация нефелинового сиенита с помощью постоянного магнита с напряженностью магнитного поля более 20000 эрстед дает возможность получить товарный «полевой шпат», отвечающий требованиям ГОСТа 7030-54 (отпадает необходимость использования гравитационного и флотационного методов обогащения).

2. *Снижение вредного экологического воздействия.* Оксиды азота, образующиеся при азотнокислотном разложении нефелин-полевошпатового концентрата, не попадают в атмосферу, поскольку они в обратном холодильнике, взаимодействуя с молекулами воды, возвращаются обратно в колбу в виде азотной кислоты.

3. *Расширение ассортимента производимой продукции.* Реализация предлагаемого способа позволит создавать производства по выпуску дефицитных химических продуктов, в частности, глинозема, гидроксидов алюминия и железа, калийсодержащих кондиционных азотных удобрений, каустической соды, поташа, едкого калия, едкого натрия и качественного сырья для производства силикагеля, жидкого стекла, бытового фарфора и фаянса, электрокерамики, облицовочной и санитарно-технической керамики, тарного стекла, абразивов, керамо-гранитной плитки. А магнитная фракция, полученная из нефелинового сиенита может быть использована в качестве металлургического сырья, а также в качестве наполнителя керамических масс и для получения мелкогабаритного каменного литья.

4. *Снижение требований к качеству исходного сырья.* Предлагаемый способ дает возможность переработки низкокачественного сырья и позволяет перерабатывать высоко железистые руды нефелинового сиенита.

Таким образом, предварительное магнитное обогащение нефелинового сиенита и селективное растворение нефелина из нефелин-полевошпатового концентрата является оптимальным, так как обладает высокой технологической эффективностью и экологически безопасен, отличается относительно низкими энергетическими и трудовыми затратами.

Формула изобретения

Способ получения глинозема из нефелиновых сиенитов, включающий измельчение, просеивание, магнитную сепарацию выделения железосодержащих минералов, отличающийся тем, что магнитную сепарацию проводят с помощью постоянного магнита с напряженностью магнитного поля более 1592 кА/м, и в фильтрат, полученный селективным растворением нефелина из нефелин-полевошпатового концентрата с 5 % разбавленной азотной кислотной, добавляется 1н раствор карбоната натрия до pH=8-9.

Выпущено отделом подготовки официальных изданий

Государственная служба интеллектуальной собственности и инноваций при Правительстве Кыргызской Республики,
720021, г. Бишкек, ул. Московская, 62, тел.: (312) 68 08 19, 68 16 41; факс: (312) 68 17 03