



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2013 00762

(22) Data de depozit: 22.10.2013

(41) Data publicării cererii:
30.04.2015 BOPI nr. 4/2015

(71) Solicitant:
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
METALE NEFEROASE ȘI RARE - IMNR,
BD. BIRUIȚEI NR. 102, PANTELIMON, IF,
RO;
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
CHIMIE ȘI PETROCHIMIE - ICECHIM,
SPLAIUL INDEPENDENȚEI NR. 202,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:
• VELEA TEODOR, STR. ZAMBILELOR
NR. 6, BL. 60, SC. 1, ET. 2, AP. 5, SECTOR 2,
BUCUREȘTI, B, RO;
• MARA ELEONORA LUMINIȚA, STR. HUȘI
NR. 4, BL. B35, SC. 3, ET. 1, AP. 39,
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;
• PREDICA VASILE, CALEA PLEVNEI
NR. 15, SC. A, ET. 6, AP. 71, SECTOR 1,
BUCUREȘTI, B, RO;
• SÂRBU ANDREI, STR. VALEA OLTULUI
NR. 16, BL. A 28, SC. C, ET. 2, AP. 37,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
• GHEORGHÎȚA MARIA, STR. BORȘA,
BL. 4D, SC. 4, AP. 50, ET. 2, SECTOR 1,
BUCUREȘTI, B, RO;
• GHERGHE SÂNDICA LILIANA,
ALEEA ILIOARA NR. 1, BL. PM 29, SC. C,
ET. 3, AP. 88, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B,
RO;

• BADILITA VIOREL,
STR. GURA IALOMIȚEI NR. 3, BL. PC9,
SC. A, AP. 6, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B,
RO;
• DRĂGUȚ VALENTIN, STR. MIHAI BRAVU
NR. 120, BL. D28, SC. A, ET. 7, AP. 21,
SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;
• STOICIU FLORENTIN, STR. UNIRII
NR. 35, BRĂNEȘTI, IF, RO;
• GHIȚĂ MIHAI, BD. 1 DECEMBRIE 1918,
NR. 20, BL. 2, SC. 2, ET. 8, AP. 70,
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;
• GRĂDINARU IOANA ANDREEA,
STR. CRIȘULUI NR. 30, BĂICOI, PH, RO;
• MITU ANDREEA, STR. ION CREANGĂ
NR. 11, BL. CD8, SC. B, ET. 1, AP. 5,
URZICENI, IL, RO;
• MOISE ALEXANDRA-GEORGIANA,
STR. BIVOL I, NR. 15,
COMUNA MĂRĂCINENI, BZ, RO;
• ENACHE LENUȚA, ȘOS. VERGULUI
NR. 65, BL. 17, SC. H, ET. 5, AP. 301,
SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;
• RADU ANIȚA-LAURA, INT. CUCURUZULUI
NR. 20, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
• ZAHARIA ANAMARIA,
STR. SERGENT GHEORGHE TACHE
NR. 8, BL. B44, SC. 1, ET. 4, AP. 14,
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO

(54) PROCEDEU DE PURIFICARE A MINERALELOR DE
MAGNEZIU DE TIPUL SILICAȚILOR NATURALI

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de purificare a unor minerale de magneziu de tipul silicaților naturali. Procedeu conform invenției constă în pretratarea termică, în câmp de microunde, a serpentinitelor grobe, după care suspensia de serpentinite se supune separării magnetice și gravitaționale, în curent de apă, pentru îndepărtarea mineralelor având un conținut ridicat de fier, apoi se recuperează fracțiile solide prin tratare în

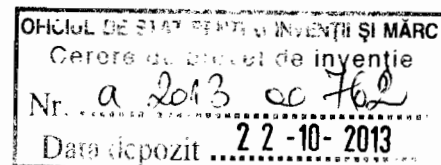
vid și uscare la o temperatură de 100°C, în aer, timp de 2 h, produsul final având un conținut de Fe cu 40...60% mai scăzut, calculat față de conținutul inițial, fiind utilizat în industria ceramică.

Revendicări: 1
Figuri: 1

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, protecția conferită potrivit dispozițiilor art. 32 din Legea nr. 64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art. 23 alin. (1) - (3).



PROCEDEU DE PURIFICARE A MINERALELOR DE MAGNEZIU DE TIPUL SILICAȚILOR NATURALI



DESCRIEREA INVENȚIEI

Invenția se referă la un procedeu de purificare a mineralelor de magneziu de tipul silicaților naturali din grupa serpentinelor cu obținerea unui material cu conținut scăzut în fier, și care este destinat utilizării în industria ceramică, la obținerea silicei, ca filer în cauciucuri și în metalurgie.

În prezent, îmbunătățirea calitativă compozițională și din punct de vedere al proprietăților a diferitelor materii prime naturale sub formă de roci și minerale prin diminuarea conținutului în fier se realizează prin metode chimice sau fizice.

În general, în acest scop, după măcinarea până la granulații fine și foarte fine, sub 40 microni și chiar mai coborâte, se utilizează separarea magnetică a compușilor sub formă de particule magnetice și/sau slab magnetice cu conținut de fier prin acțiunea unor câmpuri magnetice de intensitate mare, în instalații de construcție specială.

Aceste metode, prezintă o serie de dezavantaje legate de faptul că măcinarea la granulații fine și foarte fine necesită un consum ridicat de energie, și pentru împiedicarea aglomerării particulelor fine este necesar adaosul de substanțe dispersante sau de condiționare.

De asemenea, mai este cunoscut din literatura de specialitate că, în scopul purificării de fier a nisipului cuarțos, ca în brevetul **CN 102816927 (A)**, se utilizează separarea magnetică a compușilor magnetici și slab magnetici înainte de operația de măcinare în mori cu bare, care însă prezintă dezavantajul că necesită câmpuri magnetice de intensitate mare.

O altă soluție cunoscută propune un sistem de purificare și albire a caolinului, ca în brevetul **US3471011**, prin îndepărtarea particulelor cu susceptibilitate magnetică scăzută cu conținut de fier și minerale de titan, care de asemeni prezintă dezavantajul că necesită o măcinare avansată a materialului, 92% din material are granulație sub 2 microni, materialul tratat cu diferiți aditivi se separă de asemeni în câmpuri magnetice cu intensitate ridicată de circa 2 T.

În același scop, mai este cunoscut un procedeu, care utilizează pentru îndepărtarea fierului din solul roșu la solubilizarea nichelului, oxidarea în soluție a fierului bivalent la fier trivalent cu diverși agenți chimici de oxidare, urmată de separarea prin precipitare cu o suspensie îngroșată obținută din pudră de carbonat de calciu și filtrare când se obține un reziduu gros cu conținut scăzut în fier, ca în brevetul **CN 102816927 (A)**. Acest procedeu prezintă dezavantajul că necesită un sistem complex compus din mai multe etape tehnologice



și consumuri importante de substanțe chimice pentru oxidare și precipitare cu generare de deșeuri solide impurificate cu fier.

Problema pe care o rezolvă invenția este realizarea unui procedeu de purificare prin diminuarea conținutului de fier cu până la 40...60% a mineralelor de magneziu de tipul silicaților naturali din grupa serpentinelor, care permite creșterea eficienței de îndepărtare a fracțiilor de minerale non-magnetice/paramagnetice/slab magnetice cu conținut ridicat de fier (pyrite, pyroaurite, hematite) fin dispersate în matricea serpentinitelor, printr-un procedeu simplu, cu costuri reduse de energie fără generare de deșeuri solide sau ape uzate.

Procedeul de purificare a mineralelor de magneziu de tipul silicaților naturali din grupa serpentinelor prin diminuarea conținutului de fier constă într-o primă fază, în care se pretratează serpentinitele prin iradiere în câmp de microunde generat de o sursă de microunde de 600W, într-un singur ciclu termic sau mai multe cicluri termice succesive o durată cuprinsă între 4 minute până la 8 minute repetate într-un interval de timp total cuprins între 8 minute până la 25 minute, cu răcire în aer la sfârșitul tratamentului termic, urmată de o fază de măcinare în moară planetară cu bile din alumina sinterizată la 300 rpm până la 320 rpm, maxim o durată de 40 minute, urmată de o altă fază în cadrul căreia pentru separarea magnetică și gravitațională a fracțiilor minerale magnetice cu conținut de fier se aplică un câmp extern în trei zone pe verticală în jurul unei coloane prin care se transportă suspensia de particole de serpentinite obținute după măcinare cu un debit cuprins între 80 – 120 ml/min, operația de separare magnetică și gravitațională se repetă până când se îndepărtează întreaga cantitate de minerale magnetice din suspensia de serpentinite, după care într-o altă fază se separă din lichid fracția solidă purificată prin filtrare în vid și uscare la 100°C timp de 2 ore. Fluidul de transport, apa, se recirculă în faza de separare magnetică și gravitațională fără purificări suplimentare.

Prin aplicarea invenției se obțin următoarele avantaje:

- creșterea eficienței separării mineralelor cu conținut ridicat de fier
- înlătură utilizarea compușilor aditivi de oxidare a fierului bivalent la fier trivalent
- se reduce conținutul de compuși nemagnetici sau slab magnetici
- elimină măcinarea avansată sub 10 microni
- înlătură necesitatea utilizării temperaturilor ridicate în faza de separare magnetică
- permite ciocnirea și atașarea particolelor de minerale cu susceptibilități variate la particolele fine de magnetită nou formate
- permite îndepărtarea particolelor minerale cu un conținut ridicat de fier din matricea serpentinei cu un consum redus de energie
- eficiența procesului de separare poate fi ajustată prin reglarea debitului de curgere a suspensiei la trecerea prin coloană
- se reduce conținutul de crom, element chimic nociv, în serpentinitele prelucrate.



Se dau în continuare, exemple de realizare a invenției în legătură și cu fig. 1 care reprezintă imaginea serpentinitei tratată termic prin iradiere în câmp de microunde de putere 600W realizată prin microscopie optică.

Procedeul de purificare a mineralelor de magneziu de tipul silicaților naturali din grupa serpentinelor pentru diminuarea conținutului de fier este format dintr-o primă fază, în care se tratează termic serpentinitele cu conținut ridicat de fier distribuit în minerale nemagnetice/paramagnetice/slab magnetice (pyrite, pyroaurite, hematite), fin dispersate în matricea de serpentină, prin iradiere în câmp de microunde cu o putere activă de 600W, timp de 4...8min, într-unul sau mai multe cicluri repetate succesiv, pentru o durată totală cuprinsă între 8...25min și urmată de răcire în aer, urmată de o altă fază în cadrul căreia, pentru reducerea granulației materialului la o dimensiune a particulelor sub 63 micrometri, se macină materialul tratat termic timp de cel mult 40 minute, la o turație de 300...320 rpm, în moară planetară cu bile și un raport bile:material unitar (1:1), după care fracția cu granulația sub 63 micrometri, într-o a treia fază pentru separarea fracțiilor minerale cu conținut ridicat de fier se imersează pulberea de serpentinite în apă și se trece suspensia obținută printr-o coloană verticală înconjurată în trei zone distincte de un câmp magnetic extern pentru reținerea și îndepărtarea fracțiilor minerale cu conținut ridicat de fier sub formă de aglomerări de particule atașate la particulele de minerale magnetice obținute pe parcursul tratamentului termic în câmp de microunde. În timpul fazei de separare magnetică și gravitațională a mineralelor cu conținut ridicat de fier se separă în proporție de 40...60% din conținutul de fier din serpentinitele tratate.

Suspensia de serpentinite purificate de fier constă din: pulbere de serpentinite fracție nemagnetică și apă, în concentrație de 20...50g/l solide. Aceasta este supusă, unei operații pregătitoare de separare lichid:solid prin filtrare pe filtru presă în vid, o durată de 30...60min.

Tratamentul termic constă într-o operație de uscare, la 100...110°C în aer, cu menținere 2 h.

Exemplul 1. Un amestec omogen de 150 g pulberi de serpentinite, având un conținut de 21,50±23,10% Mg; 16,50±18,20% Si; 5,7±7,8% Fe; 1,55±1,62% Fe³⁺; 0,5±0,6% Al; 0,3±0,4% Cr; 0,20±0,22% Ni; 0,074±0,079% Mn; 0,32±1,05% Ca; 0,4±0,57% Na; 0,012±0,017% Pt; 1,97±2,46% CO₃²⁻; 0,82±1,99% H₂O; 14,33±17,66% PC (1000°C); sub formă de lizardite/antigorite, pyroaurite, clinochlore, magnetite-chromian-magnesian, hydromagnesite, calcite, quartz, este supus tratării termice prin iradiere în câmp de microunde cu o putere 600W, într-un singur ciclu termic timp de 4 minute, urmat de un al doilea ciclu timp de 8 minute cu o pauză de 1 minut între cele două cicluri de iradiere. Materialul tratat este răcit în aer în mod natural, după care este măcinat în moară planetară cu bile din alumina sinterizată, la un raport de greutate bile:material măcinat unitar (1:1), și 320 rpm, o durată de măcinare de 40 minute.



Suspensia de serpentinite formată din fracția de serpentinite cu granulația sub 63 microni și apă cu o concentrație egală cu 50g/l solide, este supusă unei operații de separare magnetică și gravitațională prin îndepărtarea mineralelor cu conținut ridicat de fier la trecerea suspensiei printr-o coloană verticală, de jos în sus, sub acțiunea unui câmp magnetic extern aplicat în trei zone succesive pe lungimea coloanei, prin repetări succesive ale operației de separare magnetică, o durată totală de până la 30 minute, și un debit de circulație a fluidului prin coloană de 80...100ml/min.

Suspensia de serpentinite formată din pulbere de serpentine purificate de fier, conținând o concentrație de fier rezidual de 3,5% Fe, și 0,22% Cr, este supusă, unei operații pregătitoare de separare lichid:solid prin filtrare pe filtru presă în vid, o durată de 30...60min.

Tratamentul termic al pulberii de serpentine purificate de fier constă într-o operație de uscare, la 100...110°C în aer, cu menținere 2 h.

Exemplul 2. Un amestec omogen de 150 g pulberi de serpentinite, având un conținut de 21,50÷23,10% Mg; 16,50÷18,20% Si; 5,7÷7,8% Fe; 1,55÷1,62% Fe³⁺; 0,5÷0,6% Al; 0,3÷0,4% Cr; 0,20÷0,22% Ni; 0,074÷0,079% Mn; 0,32÷1,05% Ca; 0,4÷0,57% Na; 0,012÷0,017% Pt; 1,97÷2,46% CO₃²⁻; 0,82÷1,99% H₂O; 14,33÷17,66% PC (1000°C); sub formă de lizardite/antigorite, pyroaurite, clinochlore, magnetite-chromian-magnesian, hydromagnesite, calcite, quartz, este supus tratării termice prin iradiere în câmp de microunde cu o putere 600W, într-un singur ciclu termic timp de 4 minute, urmat de un al doilea ciclu timp de 8 minute și alte două cicluri termice de câte 2 minute fiecare cu o pauză de 1 minut între ciclurile de iradiere cu microunde. Materialul tratat este răcit în aer în mod natural, după care este măcinat în moară planetară cu bile din alumina sinterizată, la un raport de greutate bile:material măcinat unitar (1:1), și 320 rpm, o durată de măcinare de 40 minute.

Suspensia de serpentinite formată din fracția de serpentinite cu granulația sub 63 microni și apă cu o concentrație egală cu 35g/l solide, este supusă unei operații de separare magnetică și gravitațională prin îndepărtarea mineralelor cu conținut ridicat de fier la trecerea suspensiei printr-o coloană verticală, de jos în sus, sub acțiunea unui câmp magnetic extern aplicat în trei zone succesive pe lungimea coloanei, prin repetări succesive ale operației de separare magnetică, o durată totală de până la 30 minute, și un debit de circulație a fluidului prin coloană de 80...100ml/min.

Suspensia de serpentinite formată din pulbere de serpentine purificate de fier, conținând o concentrație de fier rezidual de 3,0% Fe, și 0,2% Cr, este supusă, unei operații pregătitoare de separare lichid:solid prin filtrare pe filtru presă în vid, o durată de 30...60min.

Tratamentul termic al pulberii de serpentine purificate de fier constă într-o operație de uscare, la 100...110°C în aer, cu menținere 2 h.



Revendicări

1. Procedeu de purificare al mineralelor de magneziu de tipul silicaților naturali prin reducerea conținutului de fier din compoziție, **caracterizat prin aceea că**, pentru obținerea serpentinitelor cu conținut redus de fier, de până la 40...60% de greutate calculat față de conținutul inițial, se tratează prin iradiere cu microunde serpentinitele grobe cu conținut majoritar de lizardie/antigorite și minerale de fier (pyroaurite, pyrite, hematite, clinochlore, magnetite-chromian-magnesian, fin dispersate în matricea de serpentine, în câmp de microunde de putere 600W, într-un singur ciclu de 4...8 minute sau mai multe cicluri succesive o durată totală cuprinsă între 8...25 minute urmată de răcire naturală în aer, după care pentru obținerea fracției de pulbere de serpentine de 63 micrometri se supune materialul tratat termic prin iradiere cu microunde într-o operație de măcinare la 300...320rpm în moară planetară cu bile din alumina sinterizată un timp de 40 min la un raport de greutate material:bile egal cu unitatea (1:1), după care, pentru îndepărtarea fracțiilor de minerale magnetice cu conținut ridicat de fier, suspensia de serpentine formată din fracția de pulbere de serpentine cu o granulație sub 63 micrometri și apă se supune unei operații de separare magnetică și gravitațională la un debit de 80..100ml/min, în coloană verticală în exteriorul căreia se aplica un câmp magnetic extern în trei zone distincte pentru reținerea mineralelor magnetice, operația de separare magnetică se repetă până la separarea completă a fracțiilor magnetice, după care pentru obținerea fracției de serpentine purificate de fier, se supune suspensia de serpentine separate conținând 30...50g/l solide unei operații pregătitoare de separare a solidelor prin filtrare pe filtru presă în vid, apa se recircula în proces la faza de separare magnetică, solidul obținut după filtrare se usucă la temperatura de 100...110°C, în aer, timp de 2h.



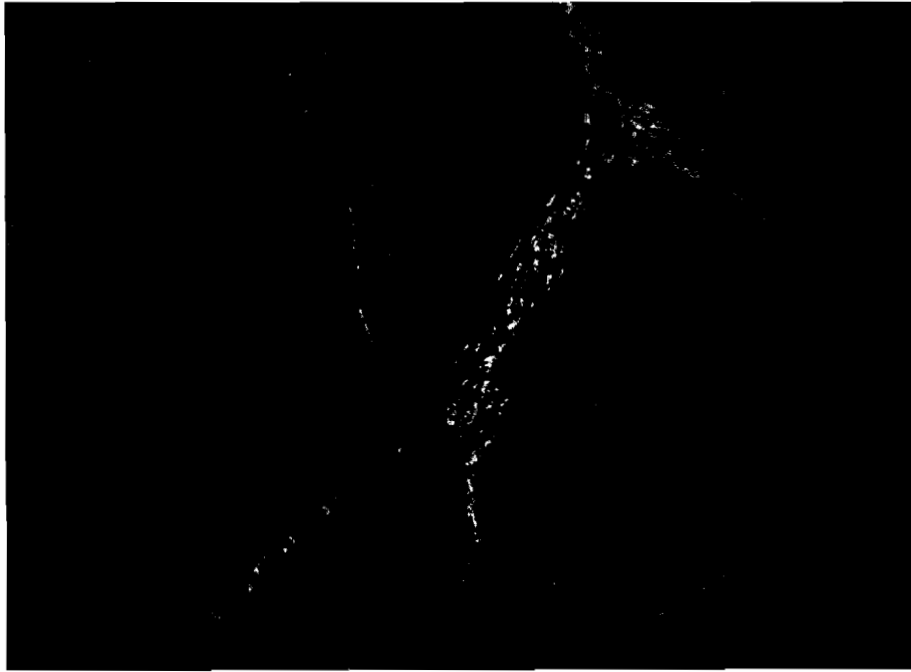


Fig. 1

