



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2013 00762**

(22) Data de depozit: **22/10/2013**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **29/07/2016** BOPI nr. **7/2016**

(41) Data publicării cererii:
30/04/2015 BOPI nr. **4/2015**

(73) Titular:

- **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;**
- **SĂRBU 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**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
CN 102206749 (A); CN 102816927 (A); RO 92925

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



RO 130172 B1

1 Inventția se referă la un procedeu de purificare a mineralelor de magneziu de tipul sili-
caților naturali din grupa serpentinelor, cu obținerea unui material cu conținut scăzut în fier,
3 și care este destinat utilizării în industria ceramică, la obținerea siliceii, ca filer în cauciucuri
și în metalurgie.

5 În prezent, îmbunătățirea calitativă compozițională și din punct de vedere al proprietă-
ților a diferitelor materii prime naturale sub formă de roci și minerale, prin diminuarea conținu-
7 tului în fier, se realizează prin metode chimice sau fizice.

9 În general, în acest scop, după măcinarea până la granulații fine și foarte fine, sub
40 μm 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
11 magnetice de intensitate mare, în instalații de construcție specială.

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

15 De asemenea, mai este cunoscut, din literatura de specialitate, că, în scopul purifi-
cării de fier a nisipului cuarțos, ca în documentul de brevet **CN 102816927 (A)**, se utilizează
17 separarea magnetică a compușilor magnetici și slab magnetici înainte de operația de măci-
nare în mori cu bare, care însă prezintă dezavantajul că necesită câmpuri magnetice de
19 intensitate mare.

21 O altă soluție cunoscută propune un sistem de purificare și albire a caolinului, ca în
brevetul **US 3471011**, prin îndepărtarea particulelor cu susceptibilitate magnetică scăzută,
cu conținut de fier și minerale de titan, care, de asemenea, prezintă dezavantajul că necesită
23 o măcinare avansată a materialului, 92% din material are granulație sub 2 μm , materialul
tratat cu diferiți aditivi se separă, de asemenea, în câmpuri magnetice cu intensitate ridicată.

25 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 sus-
27 pensie îngroșată, obținută din pudră de carbonat de calciu, și filtrare, când se obține un
reziduu grob, cu conținut scăzut în fier, ca în documentul de brevet **CN 102816927 (A)**. Acest
29 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
31 generare de deșeuri solide, impurificate cu fier.

33 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în creșterea eficienței de îndepăr-
tare a fierului din fracțiile minerale cu conținut ridicat de fier, printr-un procedeu simplu, cu
35 costuri reduse de energie, fără generare de deșeuri solide sau ape uzate.

37 Procedeu de purificare a mineralelor de magneziu, de tipul silicaților naturali din
grupa serpentinelor, înlătură dezavantajele menționate mai sus prin aceea că va cuprinde
următoarele etape: tratarea prin iradiere cu microunde a serpentinelor grobe cu conținut
39 mare de minerale de fier, în câmp de microunde de putere de 600 W, într-un singur ciclu de
4...8 min sau mai multe cicluri succesive, cu o durată totală între 8...25 min, urmată de răcire
41 naturală în aer, după care se supune materialul obținut la o operație de măcinare în moară
planetară cu bile din alumina, sinterizată timp de 40 min, după care suspensia de serpenti-
43 nite, formată din fracția de pulbere de serpentinite și apă, se supune unei operații de sepa-
rare magnetică și gravitațională, în coloană verticală, în exteriorul căreia se aplică un câmp
45 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

RO 130172 B1

se supune suspensia de serpentinite separate unei operații pregătitoare de separare a solidelor prin filtrare pe filtru presă în vid, apa se recirculă în proces la faza de separare magnetică, solidul obținut după filtrare se usucă la temperatura de 100...110°C, în aer, timp de 2 h.	1 3
Procedeul de purificare a mineralelor de magneziu de tipul silicaților minerali 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 600 W, într-un singur ciclu termic sau mai multe cicluri termice succesive, o durată cuprinsă în intervalul 4...8 min, repetate într-un interval de timp total cuprins în intervalul 8...25 min, cu răcire în aer la sfârșitul tratamentului termic, urmată de o fază de măcinare în moară planetară cu bile din alumină sinterizată la 300...320 rot/min, timp de 40 min, 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 particule de serpentinite obținute după măcinarea cu un debit cuprins în intervalul 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 h. Fluidul de transport, apa, se recirculă în faza de separare magnetică și gravitațională, fără purificări suplimentare.	5 7 9 11 13 15 17 19
Prin aplicarea invenției, se obțin următoarele avantaje:	
- creșterea eficienței separării mineralelor cu conținut ridicat de fier;	21
- înlătură utilizarea compușilor aditivi de oxidare a fierului bivalent la fier trivalent;	
- se reduce conținutul de compuși nemagnetici sau slab magnetici;	23
- elimină măcinarea avansată sub 10 μm;	
- înlătură necesitatea utilizării temperaturilor ridicate în faza de separare magnetică;	25
- permite ciocnirea și atașarea particulelor de minerale cu susceptibilități variate la particulele fine de magnetită nou formate;	27
- permite îndepărtarea particulelor minerale cu un conținut ridicat de fier, din matricea serpentinei, cu un consum redus de energie;	29
- eficiența procesului de separare poate fi ajustată prin reglarea debitului de curgere a suspensiei la trecerea prin coloană;	31
- se reduce conținutul de crom, element chimic nociv, în serpentinitele prelucrate.	
Se prezintă în continuare exemple de realizare a invenției. Figura reprezintă imaginea serpentinitei tratată termic prin iradiere în câmp de microunde de putere 600 W, realizată prin microscopie optică.	33 35
Procedeul de purificare a mineralelor de magneziu de tipul silicaților naturali, din grupa serpentinelor, este format dintr-o primă fază, în care se tratează termic serpentinitele cu conținut ridicat de fier, distribuite 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 600 W, timp de 4...8 min, într-unul sau mai multe cicluri repetate succesiv, pentru o durată totală cuprinsă în intervalul 8...25 min și urmată de răcire în aer, apoi de o altă fază în cadrul căreia, pentru reducerea granulației materialului la o dimensiune a particulelor sub 63 μm, se macină materialul tratat termic timp de cel mult 40 min, la o turație de 300...320 rot/min, în moară planetară cu bile, și un raport bile:material unitar de 1:1, după care fracția cu granulația sub 63 μm într-o a treia fază, pentru separarea fracțiilor minerale cu conținut ridicat de fier, se imersează pulberea de serpentinite în apă și	37 39 41 43 45

RO 130172 B1

1 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 ridi-
3 cat 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
5 magnetică și gravitațională a mineralelor cu conținut ridicat de fier, se separă în proporție de
40...60% din conținutul de fier din serpentinitele tratate.

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

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

13 Exemplul 1

Un amestec omogen de 150 g pulberi de serpentinite, având un conținut de
15 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;
17 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-cromian-magnezian, hidro-
19 magnezite, calcite, cuarț, este supus tratării termice prin iradiere în câmp de microunde cu
o putere 600 W, într-un singur ciclu termic, timp de 4 min, urmat de un al doilea ciclu, timp
21 de 8 min, cu o pauză de 1 min 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 alumină sin-
23 terizată, la un raport de greutate bile:material măcinat unitar de 1:1 și 320 rot/min, o durată
de măcinare de 40 min.

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

Suspensia de serpentinite, formată din pulbere de serpentine purificate de fier,
33 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, cu o durată de
35 30...60 min.

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

Exemplul 2

39 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;
41 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
43 formă de lizardite/antigorite, clinochlore, pyroaurite, magnetite-cromian-magnezian, hidro-
magnezite, calcite, cuarț, este supus tratării termice prin iradiere în câmp de microunde cu
45 o putere 600 W, într-un singur ciclu termic, timp de 4 min, urmat de un al doilea ciclu, timp
de 8 min, și alte două cicluri termice de câte 2 min, fiecare cu o pauză de 1 min între ciclurile

RO 130172 B1

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 de 1:1 și 320 rot/min, o durată de măcinare de 40 min.	1 3
Suspensia de serpentinite, formată din fracția de serpentinite cu granulația sub 63 μm și apă cu o concentrație egală cu 35 g/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 min, și un debit de circulație a fluidului prin coloană de 80...100 ml/min.	5 7 9
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...60 min.	11 13
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.	15

RO 130172 B1

1

Revendicare

3

Procedeu de purificare a 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 fin dispersate în matricea de serpentine, în câmp de microunde de putere 600 W, într-un singur ciclu de 4...8 min, sau mai multe cicluri succesive, o durată totală cuprinsă în intervalul 8...25 min, urmată de răcire naturală în aer, după care, pentru obținerea fracției de pulbere de serpentine de 63 μm, se supune materialul tratat termic prin iradiere cu microunde într-o operație de măcinare la 300...320 rot/min, în moară planetară cu bile din alumină, 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 μm și apă, se supune unei operații de separare magnetică și gravitațională la un debit de 80...100 ml/min, în coloană verticală, în exteriorul căreia se aplică 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...50 g/l solide, unei operații pregătitoare de separare a solidelor prin filtrare pe filtru presă în vid, apa se recirculă la faza de separare magnetică, solidul obținut după filtrare se usucă la temperatura de 100...110°C, în aer, timp de 2 h.

5

7

9

11

13

15

17

19

21

