

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2286945

**СПОСОБ ОБРАБОТКИ АЛМАЗОСОДЕРЖАЩИХ
РУДНЫХ КОНЦЕНТРАТОВ И ХИМИЧЕСКОЙ
ОЧИСТКИ ПОВЕРХНОСТИ АЛМАЗОВ**

Патентообладатель(ли): *Общество с ограниченной
ответственностью "Алмазинтех-консультации и
инжиниринг" (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2005107474

Приоритет изобретения 18 марта 2005 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре
изобретений Российской Федерации 10 ноября 2006 г.

Срок действия патента истекает 18 марта 2025 г.

Руководитель Федеральной службы по интеллектуальной
собственности, патентам и товарным знакам



Б.П. Симонов

Автор(ы): **Колодезников Валерий Кимович (RU), Каморников Сергей Владимирович (RU), Годун Константин Викторович (RU), Котов Игорь Юрьевич (RU), Феофилов Сергей Юрьевич (RU), Руденко Александр Прокофьевич (RU), Кулакова Инна Ивановна (RU), Астахов Михаил Васильевич (RU), Зайцев Александр Константинович (RU), Максимов Александр Дмитриевич (RU)**



по и
(12)
(21)
(24)
(45)
(56)
Адрес
1
7
п
(54) С
ОЧИС
1. С
химич
проду
при об
одноф
щелоч
темпе
2. С
допол
3. С
осуше
распла
4. С
кислот
5. С
соляну
6. С
азотнук



(51) МПК

C01B 31/06 (2006.01)

C22B 1/02 (2006.01)

C22B 3/06 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2005107474/02, 18.03.2005

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
18.03.2005

(45) Опубликовано: 10.11.2006 Бюл. № 31

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 94027741 А, 27.06.1996. RU 2040466
С1, 25.07.1995. RU 2036832 С1, 09.06.1995. JP
2120220 А, 08.05.1990. GB 883544 А,
29.11.1961. US 3348918 А, 24.10.1967.

Адрес для переписки:
101990, Москва, Петроверигский пер., 4,
"Агентство Ермакова, Столярова и партнеры",
пат.пов. И.А. Столяровой, рег.№ 499

(72) Автор(ы):

Колодезников Валерий Кимович (RU),
Каморников Сергей Владимирович (RU),
Годун Константин Викторович (RU),
Котов Игорь Юрьевич (RU),
Феофилов Сергей Юрьевич (RU),
Руденко Александр Прокофьевич (RU),
Кулакова Инна Ивановна (RU),
Астахов Михаил Васильевич (RU),
Зайцев Александр Константинович (RU),
Максимов Александр Дмитриевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Общество с ограниченной ответственностью
"Алмазтех-консультации и инжиниринг" (RU)

(54) СПОСОБ ОБРАБОТКИ АЛМАЗОСОДЕРЖАЩИХ РУДНЫХ КОНЦЕНТРАТОВ И ХИМИЧЕСКОЙ ОЧИСТКИ ПОВЕРХНОСТИ АЛМАЗОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к обогащению полезных ископаемых и может быть использовано на алмазодобывающих предприятиях. Способ включает загрузку, химическое обогащение концентрата, очистку и выгрузку целевого продукта. Химическое обогащение ведут путем

однократной или многократной обработки в кислоте или кислотах, а затем в щелочи или их смесях путем нагрева до температуры 900-1000°C и выдержки при этой температуре в среде инертного газа при перемешивании. Техническим результатом изобретения является повышение степени очистки алмазов. 5 з.п. ф-лы, 1 табл.

RU 2 286 945 C1

RU 2 286 945 C1

Изобретение относится к обогащению полезных ископаемых и может быть использовано на алмазодобывающих предприятиях.

В качестве наиболее близкого аналога может быть предложен способ извлечения алмазов из алмазосодержащего сырья по заявке РФ на изобретение №94027741 (опубликована 27.06.1996), включающий загрузку, химическое обогащение концентрата путем его нагрева в щелочи или их смесях, очистку продукта водой и кислотой, сушку и выгрузку целевого продукта.

Известные и применяемые на практике способы кислотного обогащения алмазных концентратов с использованием чистых кислот (соляной, азотной, плавиковой, серной и др.) и/или кислотных реакционных смесей (царская водка, хромовая смесь и др.) не обеспечивают полного растворения и разрушения минералов и пород кимберлита, содержащихся в концентратах. Прежде всего это относится к наиболее устойчивым составляющим (гранат, циркон, дистен, кианит, хромит и др.). Эти минералы не разрушаются и при обогащении концентратов с использованием щелочных расплавов при температурах до 500°C. Их разрушение и растворение возможно при повышении температуры щелочного расплава до 900°C и требует защитной атмосферы для предотвращения окисления и потерь массы алмазов. На этом основан известный способ химического обогащения природных алмазных концентратов размерной крупностью менее 0,5 мм при небольших (несколько грамм) навесках концентрата. Однако его применение для обогащения проб концентратов большей массы (десятки, сотни грамм и первые килограммы) и/или повышенной крупности (более 0,5 мм) сильно осложняется образованием илистых осадков, затрудняющих дальнейшее растворение частиц кимберлита и устойчивых минералов вследствие заполнения илами пространства между зернами минералов и тем самым препятствия доступа к ним расплава даже при монослойном расположении зерен концентрата.

В месте с тем основная масса илов образуется при разрушении минералов, содержащих железо и кальций, которые могут быть удалены с помощью предварительной обработки в кислотах, при которой происходит их растворение, а не образование илов. Предлагаемый способ за счет применения принципа предварительной кислотной обработки в сочетании с использованием принципа перемешивания концентрата и/или реакционной среды (расплава щелочи), а также пооперационной и периодической смены реакционной среды позволяет удалить из реакционной зоны иловую часть и создать полный и постоянный контакт расплава с растворяемыми минеральными зёрнами по всему объёму концентрата.

Это в конечном итоге позволило обеспечить технический результат - высокую эффективность предлагаемого способа за счет повышения степени очистки алмазов по сравнению с известными способами.

Для реализации указанного технического результата в способе обработки алмазосодержащего рудного концентрата, включающем загрузку, химическое обогащение концентрата, очистку и выгрузку целевого продукта, новым является то, что химическое обогащение концентрата вначале ведут путем однократной или многократной обработки в кислоте или кислотах, а затем в щелочи или их смесях путем нагрева до температуры 880÷1000°C и выдержки при этой температуре в среде инертного газа при перемешивании.

Частные случаи реализации способа предполагают возможность при нагреве концентрата в щелочи проводить дополнительную выдержку при температуре 450÷550°C, а также в процессе выдержки при этой температуре осуществлять однократный или многократный слив расплавленной щелочи с заменой расплава. Кроме того, обработку в кислоте или кислотах возможно проводить при температуре 50÷150°C, а в качестве кислот использовать соляную и/или азотную, и/или плавиковую, и/или серную кислоты или их смеси.

Общая характеристика способа включает его проведение в автоматическом дискретном режиме с ручной загрузкой концентрата в картридж, при этом количество концентрата, загружаемого на один полный цикл химического обогащения и очистки поверхности алмазов, составляет $5 \pm 0,01$ кг. Способ предусматривает использование концентратов с

различным содержанием алмазов (при содержании алмазов от 50% и выше). Конечный продукт представляет собой несортированные кристаллы алмазов с классом крупности более +0,2 мм, поверхность которых очищена от химических соединений и сохраняет целостность формы кристаллов. Технологически входящие в состав предлагаемого

5 способа процессы химического обогащения алмазосодержащего рудного концентрата и очистки целевого продукта (т.е. поверхности алмазов) состоят из следующих стадий (позапно):

- подготовка реагентов;
- подготовительные операции;
- 10 - химическое разложение минеральной части алмазосодержащего концентрата;
- отмывка, сушка, охлаждение и упаковка конечного продукта;
- нейтрализация отработанных реагентов.

Характеристики исходного сырья, реагентов и материалов представлены в таблице. Ниже приведен вариант реализации заявленного способа с поэтапным описанием стадий

15 процессов обогащения и очистки.

Подготовка реагентов:

- операция 1. Приготовление щелочной смеси. Готовят две порции по $5 \pm 0,01$ кг эквимольной смеси гидроокиси натрия и гидроокиси калия (41,7% NaOH и 58,3% KOH);
- операция 2. Приготовление раствора 15%-ной соляной кислоты. Раствор 15%-ной
- 20 соляной кислоты готовят путем разбавления концентрированной 36%-ной соляной кислоты дистиллированной водой. Весовое отношение соляной кислоты к воде 1:1,4;
- операция 3. Приготовление 5%-ного раствора гидроокиси натрия. Растворяют 1 весовую часть гидроокиси натрия в 19 весовых частях водопроводной воды.

Подготовительные операции:

- 25 - операция 1. Запуск установки получения газообразного азота. Азот получают с помощью промышленной установки. Содержание кислорода в азоте контролируют с помощью газоанализатора;
- операция 2. Установка картриджа с концентратом в реактор. Опломбированный картридж, содержащий $5 \pm 0,01$ кг концентрата, устанавливается в реактор и герметично
- 30 закрывают крышкой реактора;
- операция 3. Загрузка щелочи в аппараты плавильные. В каждый из двух аппаратов плавильных загружают по $5 \pm 0,01$ кг щелочной смеси, и герметично закрываются крышки аппаратов плавильных;
- операция 4. Испарение воды из щелочной смеси. Испарение воды проводят
- 35 нагреванием щелочной смеси в аппаратах плавильных при температуре $500 \pm 50^\circ\text{C}$ в течение 2-х часов с продувкой азота над поверхностью расплава щелочной смеси со скоростью $10 \pm 0,1$ л/час;
- операция 5. Загрузка жидких расплавов. В емкости для хранения жидких реагентов
- 40 загружают 15%-ную соляную кислоту, 36%-ную соляную кислоту, 56%-ную азотную кислоту, дистиллированную воду, 5%-ный раствор гидроокиси натрия, этиловый спирт. В поглотителе отходящих реакционных газов загружают 5%-ный раствор гидроокиси натрия.

Химическое разложение минеральной части алмазосодержащего концентрата:

- операция 1. Химическое разложение исходного концентрата соляной кислотой.
- 45 Химическое разложение карбонатов с удалением из солянокислого раствора углекислого газа, а также перевод в раствор окислов и гидроксидов металлов с образованием их хлоридов осуществляют нагреванием исходного концентрата в 5 л 36%-ной соляной кислоты при температурах $20-80^\circ\text{C}$ в течение 1,0 часа. Отношение веса соляной кислоты к весу исходного концентрата 1:1 (отношение веса соляной кислоты к весу минеральной части концентрата 2:1). По окончании процесса солянокислый раствор сливают в
- 50 нейтрализатор. Отходящий (углекислый) газ нейтрализуют в поглотителе 5%-ным раствором гидроокиси натрия;

- операция 2. Промывка концентрата дистиллированной водой. Для удаления из реактора соляной кислоты и нерастворимых примесей (с размером частиц менее 0,2 мм)

концентрат промывают трижды дистиллированной водой. Объем одной порции дистиллированной воды равен $5 \pm 0,1$ л. По окончании промывки порцию смывной воды сливают в нейтрализатор;

5 - операция 3. Окислительное разложение концентрата азотной кислотой. Окислительное разложение сульфидов железа, марганца и цинка и перевод их в раствор выполняют путем нагревания оставшегося концентрата в 2,5 л 56%-ной азотной кислоте при температурах $20-80^\circ\text{C}$ в течение 1,0 часа. По окончании процесса азотнокислый раствор сливают в нейтрализатор. Отходящие окислы азота нейтрализуют в поглотителе 5%-ным раствором гидроксида натрия;

10 - операция 4. Промывка концентрата дистиллированной водой. Для удаления из реактора азотной кислоты и нерастворимых примесей (с размером частиц менее 0,2 мм) концентрат промывают трижды дистиллированной водой. Объем одной порции дистиллированной воды равен $5 \pm 0,01$ л. По окончании промывки порцию смывной воды сливают в нейтрализатор;

15 - операция 5. Щелочная плавка концентрата, прошедшего кислотную обработку. Щелочное разложение нерастворимых в кислотах силикатов и трудно растворимого в кислотах сульфата бария, оставшихся в концентрате, осуществляют нагреванием его в $5 \pm 0,01$ кг щелочной смеси при температуре $500 \pm 50^\circ\text{C}$ в течение 1,0 часа. По окончании процесса щелочную смесь сливают в нейтрализатор при температуре плава $500 \pm 50^\circ\text{C}$;

20 - операция 6. Заключительная щелочная плавка концентрата. Щелочное разложение алюмосиликатов (главным образом гранатов), не разлагающихся в щелочной среде при температуре $500 \pm 50^\circ\text{C}$, проводят нагреванием $8,5 \pm 1,0$ кг щелочной смеси при температуре $890 \pm 10^\circ\text{C}$ в течение 1,0 часа в потоке азота и избыточном давлении 0,02-0,03 МПа. По окончании процесса температуру плава снижают до $500 \pm 50^\circ\text{C}$ и сливают в нейтрализатор.

25 Отмывка, сушка, охлаждение и упаковка конечного продукта:

- операция 1. Промывка дистиллированной водой зернистой части конечного продукта. Промывку зернистой части конечного продукта от щелочи и илов проводят однократно после охлаждения ее до $50 \pm 10^\circ\text{C}$ 5 литрами дистиллированной воды. По окончании процесса промывную воду слить в нейтрализатор;

30 - операция 2. Отмывка поверхности кристаллов зернистой части конечного продукта соляной кислотой. Для очистки поверхности кристаллов зернистой части конечного продукта от остатков щелочи и оксидов их нагревают в 5 л 15%-ной соляной кислоты при температурах $20-80^\circ\text{C}$ в течение 15 минут. По окончании процесса отработанный солянокислый раствор сливают в нейтрализатор;

35 - операция 3. Промывка дистиллированной водой зернистой части конечного продукта. Промывку зернистой части конечного продукта от соляной кислоты проводят дистиллированной водой порциями по 5 л до достижения величины рН смывной воды 7 ± 1 .

- операция 4. Промывка зернистой части конечного продукта этиловым спиртом. Промывку 5-ю литрами этилового спирта зернистой части конечного продукта от остатков воды проводят однократно в течение 5 минут. По окончании промывки этиловый спирт сливается в сборник для утилизации и регенерации в соответствии с установленным порядком;

45 - операция 5. Сушка конечного продукта. Сушку конечного продукта проводят при температурах $120-150^\circ\text{C}$ в потоке азота в течение 0,5 часа. По окончании сушки конечный продукт охлаждают и извлекают картридж из реактора для последующих процессов в общей цепи производства.

Нейтрализация отработанных агентов:

50 - операция 1. Нейтрализация отработанных реагентов. Нейтрализацию отработанных реагентов проводят 36%-ной соляной кислотой в нейтрализаторе при охлаждении и перемешивании нейтрализуемого раствора до величины его рН 7 ± 1 .

- операция 2. Фильтрация нейтрализованного раствора. Нейтрализованный раствор отфильтровывают, жидкую фракцию сливают в канализацию, а твердую фазу складывают.

Реализация способа в промышленных условиях подтвердила его высокую эффективность при обогащении алмазосодержащих концентратов.

				Таблица
№ п/п	Наименование сырья, реagensов и материалов	ГОСТ, ТУ, регламент или методика на подготовку реагента или материала	Показатели обязательные для проверки	Регламентируемые показатели с допускаемыми отклонениями
1.	Алмазосодержащий концентрат		Содержание алмазов, %	99,99; 70 и 50
2.	Азот газообразный	ГОСТ 9293-74 особой чистоты 1 сорт	Содержание кислорода, %, не более	0,02
3.	Соляная кислота	ГОСТ 3118-77 (1 изм) марки Х4	Плотность, г/см ³ , не менее	1,18
4.	Азотная кислота	ТУ 2612-046-0576-1643-95 марки ЧДА	Плотность, г/см ³ , не менее	1,35
5.	Гидроксид натрия	ГОСТ 4328-77 марки ЧДА	Содержание примесей проверять по сертификату на гидроксид натрия и гидроксид калия	Содержание NaOH - 417±0,1% Содержание KOH - 58,3±0,1%
6.	Гидроксид калия	ГОСТ 24363-80 марки ЧДА		
7.	Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72	Электропроводность, См/см, не более	1,х 10 ⁻⁴
8.	Спирт этиловый	ГОСТ 17299-78 технический марки А	Качество спирта проверять по сертификату на этиловый спирт	-
9.	Вода водопроводная	ГОСТ 2874-82	Жесткость общая, мг-экв/л, не более	7,0
			Содержание ионов железа, мг/л, не более	0,3

Формула изобретения

1. Способ обработки алмазосодержащего рудного концентрата, включающий загрузку, химическое обогащение концентрата путем нагрева в щелочи или их смесях, очистку продукта водой и кислотой, сушку и выгрузку целевого продукта, отличающийся тем, что при обогащении концентрата перед нагревом в щелочи или их смесях осуществляют однократную или многократную обработку концентрата в кислоте или кислотах, а нагрев в щелочи или их смесях ведут до температуры 880-1000°С с выдержкой при этой температуре в среде инертного газа при перемешивании.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что при нагреве концентрата в щелочи проводят дополнительную выдержку при температуре 450-550°С.

3. Способ по п.2, отличающийся тем, что в процессе дополнительной выдержки осуществляют однократный или многократный слив расплавленной щелочи с заменой расплава.

4. Способ по любому из пп.1-3, отличающийся тем, что обработку в кислоте или кислотах осуществляют при температуре 50-150°С.

5. Способ по любому из пп.1-3, отличающийся тем, что в качестве кислот используют соляную и/или азотную, и/или плавиковую, и/или серную кислоты или их смеси.

6. Способ по п.4, отличающийся тем, что в качестве кислот используют соляную и/или азотную, и/или плавиковую, и/или серную кислоты или их смеси.