

# (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента

2023.08.29

(21) Номер заявки

202391540

(22) Дата подачи заявки

2021.11.01

(51) Int. Cl. **B22F 9/04** (2006.01) **C01G 49/02** (2006.01) **B22F 9/22** (2006.01)

### СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОДИСПЕРСНЫХ ЖЕЛЕЗОСОДЕРЖАЩИХ ПОРОШКОВ

(31) 2020138046

(32) 2020.11.20

(33) RU

(43) 2023.07.20

(86) PCT/RU2021/050366

(87)WO 2022/108488 2022.05.27

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:

ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ "ФЕРРМЕ ГРУПП" (RU)

(72) Изобретатель:

Максимов Лев Игоревич (RU)

(74)Представитель:

> Котлов Д.В., Яшмолкина М.Л., Равлина E.A. (RU)

MAKSIMOV (56)L.I. et Sovershenstvovanie tekhnologii polucheniia poroshkov vysokodispersnykh metallicheskogo zheleza iz osadka stantsii obezzhelezivaniia, Vestnik Tomskogo gosudarstvennogo arkhitekturnostroitelnogo universiteta, 2020, vol. 22, N 2, p. 162-170, publ. on 30.04.2020

RÚ-C1-2043303 RU-C2-2447164 CN-A-110540244

Способ получения высокодисперсных железосодержащих порошков из техногенных отходов (57) станций водоподготовки подземных вод включает диспергирование осадка промывных вод воздействием, обеспечивающим эквивалентный диаметр частиц не более 100 микрон и не менее чем 90% частиц от общего числа частиц; обезвоживание осадка промывных вод до относительной влажности не более 90%; загрузку или поточную подачу осадка промывных вод в реакционную камеру или реактор; восстановление соединений железа, содержащихся в осадке промывных вод в реакционной камере или реакторе в газовой среде, имеющей восстановительный потенциал и состоящий не менее чем на 95% из смеси монооксида и диоксида углерода при температуре от 300 до 900°С; сепарацию частиц целевого продукта - соединений железа, имеющих ферромагнитные свойства, от компонентов сырьевой смеси; охлаждение до 90°C и менее для снижения химической активности получаемых железосодержащих порошков с целью предотвращения преждевременного окисления при контакте с окисляющими веществами, в том числе с кислородом воздуха.

#### Область техники

Изобретение относится к производству металлсодержащих высокодисперсных порошков и может быть использовано для изготовления порошков железа и его соединений из техногенных отходов станций водоподготовки подземных вод. Такие техногенные отходы известны также как осадки промывных вод фильтров станций обезжелезивания.

Изобретение применимо для производства железосодержащих порошков. Железосодержащие порошки широко используются в мире во многих различных сферах производственной и хозяйственной деятельности. Преимуществами данного материала являются широкая распространённость минеральносырьевой базы для его производства, а также выраженные ферромагнитные свойства и возможность использования в качестве реагента для окислительно-восстановительных реакций.

Таким образом, данный материал можно использовать в том числе для производства сталей и сплавов в порошковой форме, магнитных порошков и жидкостей, катализаторов для нефтехимической промышленности и многих других.

#### Уровень техники

Известен способ приготовления металлических наночастиц железа из водного золя на основе наночастиц ферригидрита [п. РФ № 2642220 С1, МПК С21В 15/00, опубл. 24.01.2018] (Способ приготовления металлических наночастиц железа). В описанном изобретении описывается обработка водного золя на основе наночастиц ферригидрита, полученных в результате культивирования бактерий Klebsiella охуtоса, выделенных из сапропеля озера Боровое Красноярского края. Данный факт делает его схожим с заявляемым в части использования сырья в составе золя на водной основе, но имеет множество существенных факторов, отличающих эти изобретения по существу. Главный из них - участие биологических процессов при получении наночастиц.

Известен способ получения сплавов железа из отходов производства [п. РФ № 2192478 С1, МПК С21В 15/00, опубл. 10.11.2002] (Способ получения сплава железа из отходов производства). В описанном изобретении описывается способ переработки железной окалины, во многом схожей по химическому составу с описываемым в изобретении техногенным сырьём и включающим в себя высокое содержание оксидов железа, в частности Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Недостатком данного способа является применение термической обработки, не подразумевающей сохранение исходных гранулометрических свойств высокодисперсного сырья без сплавления.

Также общеизвестным аналогом материала, получаемого по разрабатываемой технологии, является порошок железный, выпускающийся в соответствии с ГОСТ 9849-86 "Порошок железный. Технические условия" (с Изменениями N 1, 2). Согласно ГОСТ, порошок железный восстановленный с классом крупности 71, аналогично заявляемому продукту имеет размер зёрен не более 100 микрон, с содержанием фракции менее 45 микрон от 50 до 80%. Относительно материала, получаемого по заявляемой технологии, ГОСТ имеет больший фракционный диапазон, что не позволяет осуществлять точный контроль фракций менее 20 микрон. Помимо этого ГОСТ подразумевает создание именно порошков чистого железа, имеющего незначительные примеси, что исключает в соответствии с ним возможность производства иных соединений железа, в то числе с композитным оксидным составом.

Отличительными чертами представленного изобретения от всех известных существующих аналогов является использование техногенных отходов станций водоподготовки подземных вод в качестве исходного сырья для производства железосодержащих металлопорошков, а также отличные от аналогов по существу и своей последовательности этапы, позволяющие сохранять близкие к исходным гранулометрический и химический составы.

## Раскрытие изобретения

Задачей данного изобретения является создание технологии промышленного получения высокодисперсных и нанодисперсных железосодержащих порошков, отличающейся от существующих технологий большей энергоэффективностью и возможностью малоотходной утилизации техногенных отходов станций водоподготовки подземных вод, известных также как осадки промывных вод фильтров станций обезжелезивания.

Техническим результатом изобретения является получение технологии, посредством которой станет возможным создание высокодисперсных и нанодисперсных железосодержащих порошков из отходов станций водоподготовки подземных вод с массовым содержанием соединений железа не менее 40% от общей массы получаемого железосодержащего порошка в пересчёте на сухое вещество, имеющих эквивалентный диаметр частиц не более 100 микрон у не менее чем 90% частиц от общего числа частиц.

Указанный технический результат достигается способом получения осадка промывных вод станций водоподготовки подземных вод методом сепарации из промывных вод, который состоит из следующих последовательных стадий:

диспергирование осадка промывных вод воздействием, обеспечивающим эквивалентный диаметр частиц не более 100 микрон и не менее чем 90% частиц от общего числа частиц;

обезвоживание осадка промывных вод станций водоподготовки подземных вод до относительной влажности не более 90%:

загрузка или поточная подача осадка промывных вод станций водоподготовки подземных вод в ре-

акционную камеру или реактор;

восстановление соединений железа, содержащихся в осадке промывных вод станций водоподготовки подземных вод в реакционной камере или реакторе в газовой среде, имеющей восстановительный потенциал и состоящий не менее чем на 95% из смеси монооксида и диоксида углерода и при температуре от 300 до 900 градусов Цельсия;

сепарация частиц целевого продукта - соединений железа, имеющих ферромагнитные свойства, от компонентов сырьевой смеси, полученной в результате восстановительной реакции;

охлаждение до 90 и менее градусов Цельсия для снижения химической активности получаемых железосодержащих порошков с целью предотвращения преждевременного окисления при контакте с окисляющими веществами, в том числе с кислородом воздуха.

### Краткое описание чертежей

- Фиг. 1 графики возможного гранулометрического состава осадка промывных вод;
- фиг. 2 графики возможного гранулометрического состава железосодержащих порошков, полученных из осадка промывных вод.

### Осуществление изобретения

- 1. Исходный химический состав техногенных отходов станций водоподготовки подземных вод в большинстве случаев имеет от 20 до 90% железосодержащих соединений, что обусловлено высоким содержанием соединений железа в исходной подземной воде и зависит от геологических и гидрологических характеристик водоносного пласта.
- 2. Исходный гранулометрический состав техногенных отходов станций водоподготовки подземных вод, выраженный в основном частицами с эквивалентным диаметром от 500 микрон до 100 нанометров, обусловлен одним из ключевых технологических процессов обезжелезивания подземных вод аэрацией. В аэрационном устройстве происходит насыщение воды кислородом воздуха, окисление растворимых соединений железа и переход их в нерастворимую форму. Данный процесс является широко распространённым среди общего числа станций водоподготовки подземных вод, что позволяет нам говорить о достаточной схожести и воспроизводимости технического результата на различных объектах водоподготовки подземных вод.

В качестве частного примера исходного гранулометрического состава подобных техногенных отходов, результат которого может быть экстраполирован на техногенные отходы других станций водоподготовки подземных вод, приведены результаты исследования техногенных отходов Велижанской станции водоподготовки подземных вод, расположенной в Тюменской области. Подробные данные об этом представлены на фиг. 1 и 2.

3. Согласно разработанной технологии, процесс химического восстановления происходит в газовой среде, состоящей не менее чем на 95% из смеси монооксида и диоксида углерода. Этот процесс протекает при температурах, обеспечивающих протекание окислительно-восстановительных реакций, но препятствующих значительной потере исходных гранулометрических свойств исходного техногенного сырья.

На фиг. 1 изображены графики возможного гранулометрического состава осадка промывных вод, полученного методом:

- (А) сухого отбора с элементов технологических аппаратов и конструкций, задействованных в процессе водоподготовки подземных вод;
  - (Б) сепарации из промывных вод.
- На фиг. 2 изображены графики возможного гранулометрического состава железосодержащих порошков, полученных из осадка промывных вод методом:
- (А) сухого отбора с элементов технологических аппаратов и конструкций, задействованных в процессе водоподготовки подземных вод;
  - (Б) сепарации из промывных вод.

Результаты гранулометрического анализа в виде набора фракций твёрдой фазы техногенных отходов станций водоподготовки подземных вод, полученных в результате процесса аэрации, представлены в табл. 1.

Таблица 1 Виды возможных фракций твёрдой фазы техногенных отходов станций водоподготовки подземных вод

№ Образца	Эквивалентный диаметр частиц, [мкм]					
	d10	d50	d90			
1	0,16	1,18	2,52			
2	0,16	1,18	2,52			
3	0,15	1,18	2,53			
4	0,16	1,19	2,56			
5	0,19	1,19	2,60			
6	0,21	1,23	3,01			
7	0,25	1,25	3,16			
8	0,30	1,26	3,30			
9	0,31	1,27	3,45			
10	0,31	1,28	3,58			

где d10, d50 и d90 - эквивалентный диаметр частиц в микронах, лежащих на верхней границе 10, 50 и 90% соответственно относительно наименьших частиц от общего числа частиц.

Также допускается наличие фракции частиц с эквивалентным диаметром от 10 до 500 микрон не более 5% от общего числа частиц и частиц с эквивалентным диаметром менее 0,4 микрон не более 50% от общего числа частиц.

Также заявленный гранулометрический состав металлопорошка дополняется квазисферической формой исходных частиц техногенного отхода станций водоподготовки подземных вод, что позволяет затрачивать меньшее количество энергии и технологических операций для приведения частиц к сферической форме, требуемой для создания некоторых типов конечной продукции на основе металлопорошков.

Химический состав техногенных отходов станций водоподготовки подземных вод может соответствовать компонентному составу, где компоненты могут находиться в диапазонах, указанных в табл. 2.

Таблица 2 Химический состав твёрдой фазы техногенных отходов станций водоподготовки подземных вод

Содержание, % от общей массы											
SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	MnO	Na <sub>2</sub> O	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	п.п.п.	
0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	30,0	5,0	0,0	0,0	0,0	3,0	
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
10,0	8,0	5,0	15,0	10,0	90,0	30,0	10,0	10,0	5,0	20,0	

Для наибольшей степени очистки железосодержащих порошков, имеющих ферромагнитные свойства, от примесей рациональным является применять комбинацию из различных методов сепарации, в том числе магнитного, флотационного, гравитационного.

Изобретение относится к технологическому процессу получения железосодержащих порошков из техногенных отходов станций водоподготовки подземных вод, имеющему следующие стадии:

- 1) получение техногенных отходов станций водоподготовки подземных вод методом сепарации из промывных вод или методом сухого отбора с элементов технологических аппаратов и конструкций, задействованных в процессе водоподготовки подземных вод;
- 2) диспергирование техногенных отходов станций водоподготовки подземных вод воздействием (ультразвуковым или иным воздействием), обеспечивающим эквивалентный диаметр частиц не более 100 микрон у не менее чем 90% частиц от общего числа частиц;
- 3) обезвоживание техногенных отходов станций водоподготовки подземных вод до относительной влажности не более 90%;
- 4) загрузка или поточная подача техногенных отходов станций водоподготовки подземных вод в реакционную камеру или реактор;
- 5) восстановление соединений железа, содержащихся в техногенном отходе станции водоподготовки подземных вод в реакционной камере или реакторе в газовой среде, имеющей восстановительный потенциал и состоящий не менее чем на 95% из смеси монооксида и диоксида углерода и при температурах от 300 до 900 градусов Цельсия. Это обеспечит протекание реакции восстановления до других форм оксидов и иных соединений железа, а также металлического железа, но будет препятствовать сплавлению

частиц и образованию расплава жидкого железа;

- 6) сепарация частиц целевого продукта соединений железа, имеющих ферромагнитные свойства, от иных компонентов сырьевой смеси, полученной в результате восстановительной реакции. Данный этап необходим для повышения уровня химической чистоты относительно исходного сырья;
- 7) охлаждение до 90 и менее градусов Цельсия для снижения химической активности получаемых железосодержащих порошков с целью предотвращения

преждевременного окисления при контакте с окисляющими веществами, в том числе с кислородом воздуха.

#### ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ получения высокодисперсных железосодержащих порошков из техногенных отходов станций водоподготовки подземных вод, отличающийся тем, что состоит из следующих последовательных стадий:

диспергирование осадка промывных вод воздействием, обеспечивающим эквивалентный диаметр частиц не более 100 микрон у не менее чем 90% частиц от общего числа частиц;

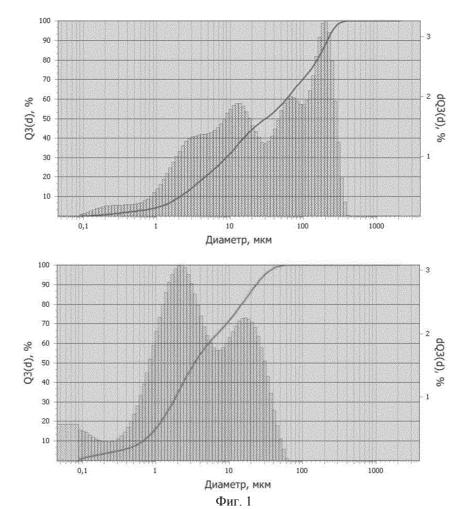
обезвоживание осадка промывных вод станций водоподготовки подземных вод до относительной влажности не более 90%;

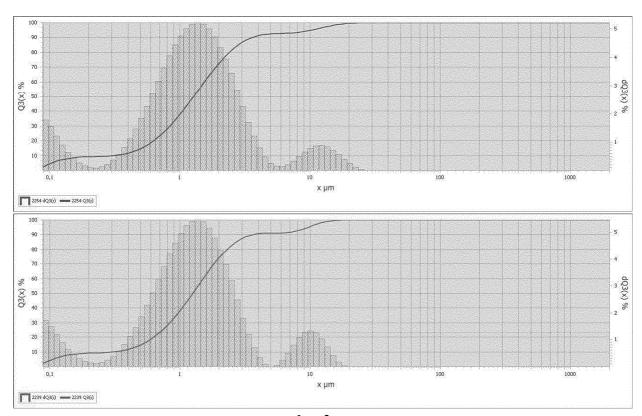
загрузка или поточная подача осадка промывных вод станций водоподготовки подземных вод в реакционную камеру или реактор;

восстановление соединений железа, содержащихся в осадке промывных вод станций водоподготовки подземных вод в реакционной камере или реакторе в газовой среде, имеющей восстановительный потенциал и состоящий не менее чем на 95% из смеси монооксида и диоксида углерода и при температуре от 300 до 900 градусов Цельсия;

сепарация частиц целевого продукта - соединений железа, имеющих ферромагнитные свойства, от компонентов сырьевой смеси, полученной в результате восстановительной реакции;

охлаждение до 90 и менее градусов Цельсия для снижения химической активности получаемых железосодержащих порошков с целью предотвращения преждевременного окисления при контакте с окисляющими веществами, в том числе с кислородом воздуха.





Фиг. 2

Евразийская патентная организация, ЕАПВ Россия, 109012, Москва, Малый Черкасский пер., 2