

Настоящее изобретение относится к способам переработки исходного материала, выбранного из группы, состоящей из оксида магния, содержащего незначительные количества оксидов Fe, Si, Ca и Al, природных и промышленно полученных магнезио-силикатных минералов и их смесей, например, оливина, путем углеродотермического восстановления и к способам производства металлического магния, чистого оксида магния (MgO) и огнеупорных масс, состоящих из MgO, Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> и SiC, путем углеродотермического восстановления исходных материалов, выбранных из вышеприведенной группы.

В общем, металлический магний получают посредством электролитических и термических способов. При применении термических способов в качестве исходных материалов используют две группы минералов/горных пород.

Первая группа, в которой оксид магния связан с диоксидом углерода, включает, например, минералы магнезит и доломит.

Вторая группа, в которой оксид магния связан с диоксидом кремния, включает, например, минерал оливин.

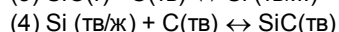
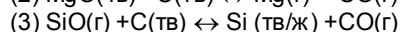
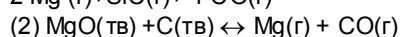
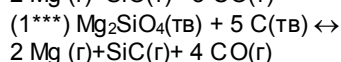
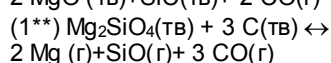
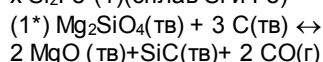
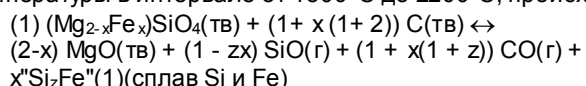
Хотя минералы во второй группе, например, оливин, встречаются в большом количестве отложений и имеют высокое содержание магния, в промышленности для производства магния используют главным образом магнезит и доломит, т.е. исходные материалы из первой группы.

Это обусловлено тем фактом, что было найдено, что можно более легко удалить и отделить CO<sub>2</sub> из членов первой группы, чем удалить и отделить SiO<sub>2</sub> из членов второй группы.

В общем, для удаления в отделения SiO<sub>2</sub> из второй группы было предложено два класса способов: мокрые методы, в которых руды обрабатывают сильными минеральными кислотами, и прямые методы восстановления, в которых магнезио-оксидный компонент руды восстанавливают и удаляют в виде газообразного Mg.

Прямые методы можно разделить на две группы. В первой группе прямых методов восстановления, которые предлагались только в связи с восстановлением оксидов металлов, т.е. не силикатов металла, использовали восстановители, образующие газообразные продукты реакции, содержащие кислород, например, восстановление MgO углеродом в качестве восстановителя при атмосферном давлении и температуре 1850°C приводит к образованию Mg и CO в качестве газообразного продукта реакции, содержащего кислород, или применяли другие способы углеродотермического восстановления, смотри, например, US PS 2268779 (SEIFERT) и US PS 2582119 и 2582120 (HANSIGIRG).

Когда смесь силиката магния, например, оливина (Mg<sub>2-x</sub>Fe<sub>x</sub>SiO<sub>4</sub>; x0 - 1), и углерода нагревают до температуры в интервале от 1300°C до 2200°C, происходят следующие реакции:



где: (тв), (ж) и (г) обозначают соответственно твердую, жидкую и газообразную фазу.

При возрастании температуры и уменьшении давления эти равновесия, кроме равновесия (4), сдвигаются вправо.

Подобные реакции происходят при углеродотермическом восстановлении MgO, содержащего примеси, например, оксидов Fe, Si, Ca и Al, и который в последующем будет отнесен к "сырому MgO".

Благодаря образованию газообразных компонентов Mg(г) и SiO(г), может происходить перемещение Mg и SiO в пределах реакционной смеси, и Mg и SiO можно даже удалить из нее путем испарения.

Таким образом, твердый Mg можно собрать путем конденсации испарившегося металлического Mg в отдельной зоне конденсации, т.е. в конденсаторе, расположенном на расстоянии от реакционной смеси.

Проблема, неотъемлемо связанная с первой группой прямых методов, заключается в возможности обратной реакции (смотри уравнение 2), между магнием и продуктом реакции, содержащим газообразный кислород, посредством чего магний окисляется до оксида магния.

Эту проблему можно решить во второй группе прямых методов при использовании восстановителей, которые образуют не газообразные продукты реакции, например, при восстановлении магнезио-содержащих руд кремнием, алюминием, карбидом кальция или карбидом кремния.

Методы, принадлежащие ко второй группе прямых методов восстановления, описаны в ряде описаний к патентам, например, 2372571, 2379576, 2527722, 2527724 и 2570232 (HANSIGIRG), а также используются на практике, например, в способе HANSIGIRGa упомянутом выше, способах Pilgeona и Bolzano (реакция между обожженным доломитом и ферросилицием при температуре около 1200°C и пониженном давлении) и в магнезио-термическом способе (восстановление обожженного доломита ферросилицием в присутствии оксида алюминия при температуре около 1600°C и давлении 4КПа). В способах, относящихся к предшествующему уровню техники, предлагались другие различные решения проблемы избежания обратной реакции: в связи с углеродотермическим восстановлением MgO, например следующим образом:

свести к минимуму обратную реакцию выходящего газа, получающегося при углеродотермическом восстановлении MgO путем:

- мгновенного резкого охлаждения газа, выходящего из углерода термической зоны, например ударного охлаждения путем инжектирования охлаждающей среды или путем быстрого адиабатического охлаждения, смотри, например US PS 2582119 и 2582129 (HANSIGIRG), описание Европейской заявки на патент № 75836

(AVERY) и US PS 4200264 (HORI) или

- осаждения Mg при пониженном давлении, смотри, например, DE PS 49329 (KNOFLER), US PS 2257910 (KIRK) и Trans. Inst. Min. Metal. 99. May-August 1990, cc.CIO5 -CIII (WINAND et. al).

При углеродотермическом восстановлении силикатов магния количество полученного CO возрастает по сравнению с количеством CO, полученного при углеродотермическом восстановлении оксида магния, потому что CO получается не только при восстановлении MgO, но также и при восстановлении SiO<sub>2</sub>.

Если во время углеродотермического восстановления Mg<sub>2</sub> SiO<sub>4</sub> увеличить давление, из реакционной смеси будут испаряться возрастающие количества SiO, что приведет к увеличению соотношения SiO/Mg в газе, выходящем из реакционной смеси.

Наиболее близким по технической сущности к предлагаемому способу получения металлического магния является процесс (см. патент США № 4 437 886, кл. C22B 26/22), сущность которого состоит в следующем. Смесь из первого количества оксида магния, второго количества материала, образующего карбид, который либо является материалом, выбираемым из группы материалов, состоящей из кальция, алюминия, бора, кремния, оксида кальция, оксида алюминия, оксида бора и оксида кремния, либо является смесью двух и более этих материалов, и масса которого равняется 10% и менее от массы первого количества и третьего количества углерода, которое, по крайней мере, эквивалентно молекулярной массе оксида магния плюс материала, образующего карбид, нагревается в восстановительной печи при давлении в диапазоне от приблизительно 5 до 200 торр и температуре, по крайней мере, 1600°C. Материал, образующий карбид, соединяется с углеродом и образует карбид, который вызывает протекающую одновременно с реакцией, вызываемой углеродом, восстановительную реакцию и восстанавливает оксид магния, высвобождая при этом пары магния, которые быстро охлаждаются путем адиабатического расширения и образуют металлический магний, при этом материал, образующий карбид, переходит в оксидную форму. Материал, образующий карбид, снова возвращается в процесс и многократно используется для образования карбида и восстановления новых количеств оксида магния.

Однако, указанный известный способ не позволяет получить металлический магний достаточно высокой степени чистоты, поскольку он не позволяет избежать загрязнения конечного продукта MgO и C, и продуктами, получаемыми из SiO<sub>2</sub>.

Первая задача, которую необходимо решить с помощью настоящего изобретения, состоит в обеспечении углеродотермического способа получения Mg из исходных материалов, выбранных из группы, состоящей из оксида магния, содержащего незначительные количества оксидов Fe, Si, Ca и Al: природных и промышленно полученных магнийсиликатных материалов и их смесей, например оливина при использовании, которого избегают загрязнения конечного магниевого продукте

(I) MgO и C, полученными посредством вышеупомянутой обратной реакции, и

(II) продуктами конденсации, получающимися из SiO, например, Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>, Si, SiC, SiO<sub>2</sub> и т.д.

В соответствии с предшествующим уровнем техники сырой оксид магния, т.е. оксид магния, содержащий примеси, например, оксиды Fe, Si, Ca и Al, получают путем обжига гидроксида магния, карбоната магния или основного карбоната магния.

Гидроксид магния получают в большом масштабе из морской воды с помощью способа, в котором Mg(OH)<sub>2</sub> осаждают путем добавления гидроксида кальция.

Осажденный гидроксид магния обычно содержит в качестве примесей следовые количества оксидов B, Ca, Si, Al и Fe. Эти загрязняющие примеси оказывают вредное воздействие на поведение оксида магния во время спекания и при последующих применениях, в связи с чем были предприняты значительные усилия для удаления этих примесей, что привело к высоким расходам, связанным с переработкой.

Высокочистый оксид магния получают при расплавлении оксида магния (MgO) путем электродуговой плавки.

В этом способе, который описан, например, в Radex Rundschau 1958, Heft 2, p.91-104 (EIPeltauer et al.), очистку MgO достигают вследствие миграции примесей через жидкую или газообразную фазу в направлении поверхности перед и после охлаждения расплавленной загрузки MgO.

После затвердевания примесные частицы твердого блока MgO удаляют механическими средствами. Таким образом, когда используют этот способ, кроме неотъемлемых высоких расходов энергии, необходимых для расплавления MgO, получают относительно высокое соотношение отходов производства к продукту.

Кроме того, известно получение тонкого порошка оксида магния (периклаза), подходящего для производства качественной керамики, с помощью способа, в котором металлический магний испаряют при температуре 700°C или выше в потоке инертного газа и смешивают с кислородсодержащим газом для обеспечения потока реакционной смеси, в котором пары магния окисляются до тонких частиц оксида магния, которые собирают из реакционной смеси, например с помощью фильтра, смотри заявку GB (Великобритания) на патент № 2183622 (YOSHIDA).

Наиболее близким по технической сущности к предлагаемому способу получения оксида магния является способ получения мелкозернистого порошка оксида магния (см. патент Великобритании № 2141701, кл. C01F 5/04) Сущность его состоит в том, что мелкозернистый порошок оксида магния высокой плотности получают с использованием процесса, в ходе которого магний испаряется при температуре 700°C или выше в потоке инертного газа и смешивается с газом, содержащим молекулярный кислород, при этом температура области окисления магния регулируется в диапазоне от 800°C до 1600°C, а значения парциальных давлений испаренного магния и кислорода в области окисления магния регулируются до уровня 0,09 атмосферы и менее и уровня, составляющего 1/2 и более, от давления испаренного магния.

Недостатки известных способов производства оксида магния заключаются в необходимости использования в качестве исходного материала дорогостоящего магния. При этом конечный продукт содержит оксиды Ca, Si, Al и Fe.

Вторая задача, которую нужно решить способом настоящего изобретения, состоит в обеспечении способа получения высокочистого магния из не дорогостоящих исходных материалов, при этом высокочистый продукт окись магния по существу не содержит оксиды Ca, Si, Al и Fe.

Хорошо известно, что огнеупорные материалы получают путем спекания порошка оливина при температуре в интервале 1540° - 1710°C в окислительных условиях и при атмосферном давлении. Чтобы избежать образования легкоплавких фаз, содержание оксидов кальция, алюминия и железа в исходном оливине должно быть достаточно низким, обычно менее, чем 7% вес., смотри Ullmann Encyklopadie der Technischen Chemie, 4<sup>th</sup> Edition, vol. II, pages 561-562, но даже когда используют эти количества оливина, полученный спеченный продукт не может быть классифицирован как огнеупорный материал, обладающий высокими эксплуатационными качествами.

SiC является примером огнеупорного материала с высокими эксплуатационными качествами. Он может быть получен в электрической печи путем восстановления SiO<sub>2</sub> углеродом при температуре около 2200° - 2400°C.

Оксид магния технического сорта может быть, кроме того, обработан путем спекания при температурах до 1900°C до получения обожженного намертво оксида магния, который является важным огнеупорным материалом, используемым при производстве стали.

Возрастающая потребность в огнеупорных материалах с высокими эксплуатационными качествами, используемых в современном производстве стали, переключила потребности рынка на чистые высокоплотные спекшиеся материалы.

Наиболее близким по технической сущности к предлагаемому способу переработки исходных материалов является процесс (см. патент США № 4 437 886, кл. C22B 26/22), сущность которого состоит в следующем. Смесь из первого количества оксида магния, второго количества материала, образующего карбид, который либо является материалом, выбираемым из группы материалов, состоящей из кальция, алюминия, бора, кремния, оксида кальция, оксида алюминия, оксида бора и оксида кремния, либо является смесью двух и более этих материалов, и масса которого равняется 10% и менее от массы первого количества и третьего количества углерода, которое, по крайней мере, эквивалентно молекулярной массе оксида магния плюс материала, образующего карбид, нагревается в восстановительной печи при давлении в диапазоне от приблизительно 5 до 200 торр и температуре, по крайней мере, 1600°C. Материал, образующий карбид, соединяется с углеродом и образует карбид, который вызывает протекающую одновременно с реакцией, вызываемой углеродом, восстановительную реакцию и восстанавливает оксид магния, высвобождая при этом пары магния, которые быстро охлаждаются путем адиабатического расширения и образуют металлический магний, при этом материал, образующий карбид, переходит в оксидную форму. Материал, образующий карбид, снова возвращается в процесс и многократно используется для образования карбида и восстановления новых количеств оксида магния.

Недостатком известного способа получения огнеупорного материала является то, что в нем используется дорогостоящее сырье. Кроме того, известный способ не позволяет извлечь ценные металлические элементы, содержащиеся в магнезиосиликатных горных породах и минералах в низких концентрациях, например Mn, Cr, Ni, Au и члены группы платины.

Третья задача, которую можно решить способом настоящего изобретения, состоит в обеспечении простого и не дорогостоящего способа получения огнеупорных материалов с высокими эксплуатационными качествами, в котором используют не дорогостоящее сырье, выбранное из группы, состоящей из оксида магния, содержащего незначительные количества оксидов Fe, Si, Ca и Al, природных и промышленно полученных магнезиосиликатных минералов; и их смесей, например оливина.

Кроме того, желательно обеспечить общий способ переработки членов вышеупомянутой группы, позволяющий извлечь ценные металлические элементы, содержащиеся в магнезиосиликатных горных породах и минералах в низких концентрациях, например Mn, Cr, Ni, Au и члены группы платины.

Описание изобретения

#### 1. Магний

Было найдено, что первую задачу можно решить с помощью способа получения металлического магния путем улеродотермического восстановления исходного материала, выбранного из группы, состоящей из оксида магния, содержащего незначительные количества оксидов Fe, Si, Ca и Al; природных и промышленно полученных магнезиосиликатных минералов и их смесей, например, оливина, который включает:

- смешивание исходного материала с углеродом в количестве: до крайней мере 1 моль C/моль SiO<sub>2</sub> плюс по крайней мере 1 моль C/моль FeO, плюс по крайней мере 1,3 моля C/моль Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, плюс по крайней мере 1 моль C/моль MgO;

- предпочтительно в количестве по крайней мере 2 моля C/моль SiO<sub>2</sub> плюс по крайней мере 1 моль C/моль FeO, плюс по крайней мере 1,3 моля C/моль Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, плюс по крайней мере 1 моль C/моль MgO;

- в особенности в количестве по крайней мере 3 моля C/моль SiO<sub>2</sub> плюс 1 моль C/моль FeO, плюс 1,3 моля C/моль Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, плюс 1 моль C/моль MgO;

- предпочтительно в количестве менее, чем 4 моля C/моль SiO<sub>2</sub> плюс 2 моля C/моль FeO, плюс 4 моля C/моль Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, плюс 2 моля C/моль MgO;

- нагревание смеси в восстановительной зоне до температуры T<sub>r</sub> в интервале 1400° - 1700°C, предпочтительно менее, чем 1500°C, при давлении p<sub>r</sub> в интервале 0,01 - 1,75 кПа, предпочтительно 0,2 - 1,1 кПа, в частности 0,3 - 0,7 кПа;

- восстановление оксида железа, содержащегося в исходном материале, в восстановительной зоне до железа;

- восстановление диоксида кремния, содержащегося в исходном материале, до SiO который частично превращается в SiC и сплав Si и Fe, "Si<sub>2</sub>Fe" в восстановительной зоне, частично испаряется из восстановительной зоны и превращается в SiC, Si и/или Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> взаимодействия с углеродом в отдельной первой зоне конденсации при давлении p<sub>1</sub> в интервале 0,01 - 1,1 кПа, предпочтительно 0,2 - 0,8 кПа, в частности 0,3 - 0,7 кПа, при температуре T<sub>1</sub> выше чем;

$$T_{\text{мин}}^{\circ\text{C}} = \frac{-32217}{2 \log p_1 - 19,92} - 273,15$$

где  $p_1$  выражено в кПа,  
и ниже ( $T_{\text{мин}} + 100^\circ\text{C}$ ), предпочтительно ( $T_{\text{мин}} + 50^\circ\text{C}$ ), в частности ( $T_{\text{мин}} + 25^\circ\text{C}$ ) и в любом случае ниже  $T_f$ :

- восстановление оксида магния исходного материала до газообразного металлического магния в восстановительной зоне;

- испарение упомянутого газообразного металлического магния из восстановительной зоны и конденсацию газообразного металлического магния в отдельной второй зоне конденсации, расположенной за первой зоной конденсации, при давлении  $p_2$  внутри интервала 0,01 - 1,1 кПа, предпочтительно 0,2 - 0,8 кПа, в частности 0,3 - 0,7 кПа, при температуре  $T_2$  менее, чем  $638^\circ\text{C}$ , предпочтительно в интервале  $200^\circ - 600^\circ\text{C}$ , в частности в интервале  $250^\circ - 540^\circ\text{C}$ ; и

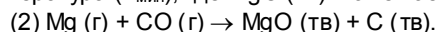
- удаление CO, образованного посредством вышеупомянутых способов восстановления, из второй зоны конденсации и поддержание давления  $p_2$  при предварительно выбранном значении путей использования насоса;

- посредством чего температурный градиент между первой зоной конденсации и второй зоной конденсации поддерживают настолько большим, насколько это возможно; и

- посредством чего  $p_2 \leq p_1 \leq p_f$ .

Основная мысль первого аспекта изобретения состоит в регулировании способов переноса газообразного магния и SiO путем углеродотермической реакции сырого оксида магния и магнезиевокремнистых минералов, т.е. регулировании местонахождения образования продуктов и побочных продуктов путем выбора соответствующих значений и градиентов следующих параметров процесса: давления (значения и градиента), температуры (значения и градиента) и процентного содержания углерода в загрузке (значения) в реакционной зоне и в первой и второй зоне конденсации.

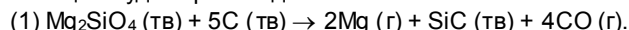
Испарившийся материал извлекают путем конденсации при пониженных температурах. Таким образом, вошедший SiO (г) извлекают по существу в виде Si (тв) или SiC (тв) в сконструированном подходящим образом первом конденсаторе, работающем при температуре ниже, чем температура слоя, и выше, чем температура ( $T_{\text{мин}}$ ), где MgO (тв) может образовываться путем обратной реакции в соответствии с



Испарившийся Mg (г) можно затем извлечь в сконструированном подходящим образом втором конденсаторе, работающем при температуре ниже  $T_{\text{мин}}$  в виде Mg (тв), при этом обратной реакции (2) избегают посредством работы при низком давлении в посредством поддержания большого температурного градиента между первым и вторым конденсатором.

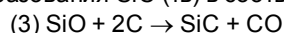
Выгодно использовать 5 молей углерода (C) или более на каждую молекулу оливина ( $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ ), когда целью является получение чистого Mg (тв) или MgO (тв), хорошо отделенного от кремнийсодержащих фаз путем углеродотермического превращения оливина.

Реакция будет происходить в соответствии с



Это обеспечивает полное испарение магния и максимальное содержание кремния в слое в виде карбида кремния (и  $\text{Si}_2\text{Fe}$ , когда присутствует железо). Таким образом, количество SiO (г), которое будет сконденсировано в виде Si (тв) или SiC в первом конденсаторе, будет возможно очень незначительным.

Настоящее изобретение, касающееся получения чистого Mg (тв), основано на очистке газовой фазы, образованной путем углеродотермической переработки магнезиевокремнистых материалов и горных пород, а также загрязненного оксида магния, путем конденсации испарившегося SiO (г) в виде Si (тв) или SiC (тв) в сконструированном подходящим образом первом конденсаторе. Это наиболее эффективно осуществляют путем образования SiC (тв) в соответствии с



при температуре выше  $T_{\text{мин}}$ , где MgO (тв) может образовываться путем обратной реакции между Mg (г) и CO (г).  $T_{\text{мин}}$  определяют с помощью следующего уравнения ( $p_{\text{общ}}$  в кПа):

$$T_{\text{мин}}(\text{C}) = -32217 (2 \log (p_{\text{общ}}) - 19,92)^{-1} - 273,15$$

Как упоминалось выше, SiO взаимодействует с углеродом в первой зоне конденсации. Упомянутой зоне выгодно придать форму одиночной трубы или ее выполняют в виде множества параллельно расположенных труб, выполненных из химически активного углерода или покрытых химически активным углеродом.

Исходными материалами, подходящими для использования в вышеупомянутом способе, являются:

- сырой оксид магния, т.е. оксид магния, содержащий незначительные количества примесей, например оксиды Fe, Si, Ca и Al,

- силикаты магния, т.е. природные и промышленно полученные магнезиевокремнистые минералы.

Сырой оксид магния содержит обожженные (обработанные нагревом при температуре приблизительно  $1000^\circ\text{C}$ ) соединения, полученные из магнезита, брусита, кизерита или подобные промышленно полученные материалы, например отработанную футеровку печи, выполненную из периклаза, или пыли фильтров с фабрик обжига магнезита.

Сырой оксид магния содержит более 50% MgO, в частности, более 80% MgO. Предпочтительно содержание CaO будет составлять менее 1%, в частности менее 0,5%,

Предпочтительно содержание щелочных металлов будет составлять менее 1%, в частности менее 0,3% в пересчете на оксиды.

Предпочтительно сумма других летучих элементов, например S и Cl, и металлов, подобных Zn, Cd, Hg и т.д., будет менее 1% в частности менее 0,5%.

Силикаты магния включают природные или обожженные (обработанные нагревом при температуре  $1000^\circ\text{C}$ ) кремнистые минералы, например оливины, серпентины, вермикулиты, антофиллиты, кумингтониты, энстатиты, пиропы, шпинели и подобные промышленно полученные соединения, содержащие Mg в качестве основного компонента, которые определены ниже.

Предпочтительно силикаты магния содержат более 25% MgO, в частности более 40% MgO.

Предпочтительно содержание CaO составляет менее 1%, в частности менее 0,5%.

Предпочтительно содержание щелочных металлов составляет менее 1%, в частности менее 3% в пересчете

на оксиды.

Если содержание  $Al_2O_3$  выше, чем 3%, температура реакции в восстановительной зоне должна быть менее  $1550^{\circ}C$  для того, чтобы избежать образования карбида алюминия.

Предпочтительно сумма других летучих элементов, например S и Cl и металлов, подобных Zn, Cd, Hg и т.д., додана быть менее 1%, в частности менее 0,5%.

Силикаты магния, кроме того, включают природные горные породы, состоящие из более чем 50% силикатов магния, которые определены выше, предпочтительно из более чем 80%, в частности горные породы, состоящие из более чем 90% силикатов, и промышленные отходы, богатые силикатом магния высокого качества, например использованные форстеритовые футеронки печи.

К настоящему контексту термин "углерод" включает материалы, богатые углеродом, например, антрацит, углеродную сажу и кокс.

Эта богатые углеродом материалы в общем имеют следующий состав:

содержание углерода > 90%

зольность < 2%

летучие компоненты < 8%

Предпочтительно:

содержание углерода > 96%

зольность < 1%

летучие компоненты < 3%

Предпочтительно:

содержание углерода > 98,5%

зольность < 0,5%

летучие компоненты < 1%

Исходный материал предпочтительно измельчают до средней крупности частиц, менее чем 45мм. Материал, богатый углеродом, имеет предпочтительно среднюю крупность частиц около 100нм. Реакционную смесь вводят предпочтительно в восстановительную зону в виде брикетов, имеющих пористость около 57%.

Большой температурный градиент между первой и второй зоной конденсации может быть получен посредством методов закалки предложенных для использования в углеродотермическом способе переработки, который описан в описании патента, обсужденного выше.

В соответствии с предпочтительными вариантами:

- большой температурный градиент между первой и второй зоной конденсации обеспечивают путем быстрого охлаждения, включающего введение газа из первой зоны конденсации в рассеивающее сопло, работающее в условиях недостаточного расширения, эжектирование смешанного газа через рассеивающее сопло и создание возможности смешанному газу адиабатически расширяться при сверхзвуковой скорости, вследствие чего коэффициент расширения в сопле выбирают в интервале 12,5 - 2, предпочтительно в интервале 12,5 - 6;

- диоксидкремниевый компонент исходного материала превращают в реакционной смеси по существу в SiC путем использования добавленного углерода в количестве, взятом в интервале 3 - 4ммоль C/моль  $SiO_2$  плюс 1 - 2 моля C/моль FeO, плюс 3 - 4 моля C/моль  $Fe_2O_3$  плюс 1 - 2 моля C/моль MgO;

- температурный градиент между восстановительной зоной и первой зоной конденсации поддерживают настолько большим, насколько это возможно;

- в качестве исходного материала используют оксид магния, содержащий незначительные количества оксидов Fe, Si, Ca и Al;

- в качестве исходного материала используют оливин;

- когда содержание  $Al_2O_3$  в исходной реакционной смеси более 1% вес.,  $T_r$  менее, чем  $1550^{\circ}C$ ;

- " $Si_2Fe$ " и металлическое железо отделяют от остатка в восстановительной зоне традиционными способами, например магнитным или электростатическим разделением или флотацией, после чего Au и переходные элементы, например Mn, Cr, Al, и металлы из платиновой группы извлекают общепринятыми способами, например выщелачиванием и

- SiC, образованный в восстановительной зоне и первой зоне конденсации, извлекают в виде побочного продукта из остатка соответственно в восстановительной зоне и первой зоне конденсации.

Извлеченный SiC представляет микропродукт высокой чистоты.

Магний, в зависимости от условий во второй зоне конденсации может осаждаться в виде макрокристаллов, а также в виде пирофорной массы, которую можно расплавить и сформовать в слитки общепринятыми способами.

## 2. Оксид магния

Кроме того, было найдено, что вторую задачу можно решить способом получения чистого оксида магния путем углеродотермического восстановления исходного материала, выбранного из группы, состоящей из оксида магния, содержащего незначительные количества оксидов Fe, Si, Ca и Al; природных и промышленно полученных магнезиосиликатных минералов; в их смесей, например оливина, который включает;

- смешивание исходного материала с углеродом в количестве

- по крайней мере 1моль C/моль  $SiO_2$  плюс по крайней мере 1моль C/моль FeO, плюс по крайней мере 3моля C/моль  $Fe_2O_3$ , плюс по крайней мере 1моль C/моль MgO;

- предпочтительно в количестве по крайней мере 2моля C/моль  $SiO_2$  плюс по крайней мере 1моль C/моль FeO, плюс по крайней мере 3моля C/моль  $Fe_2O_3$ , плюс по крайней мере 1моль C/моль MgO; в частности в количестве по крайней мере 3моля C/моль  $SiO_2$  плюс 1моль C/моль FeO, плюс 3моля C/моль  $Fe_2O_3$ , плюс 1моль C/моль MgO; предпочтительно в количестве менее, чем 4моля C/моль  $SiO_2$  плюс 2моля C/моль FeO, плюс 4моля C/моль  $Fe_2O_3$ , плюс 2моля C/моль MgO.

- нагрев смеси в восстановительной зоне до температуры  $T_r$  в интервале  $1400^{\circ} - 1700^{\circ}C$ , предпочтительно менее, чем  $1500^{\circ}C$ , при давлении  $p_r$  в интервале

$0,01 - 10 \cdot (-16381 \cdot (T_r + 273)^{-1} + 10,03) \text{ кПа}$ ,

предпочтительно

$$0,2 - 10 \cdot (-16381 \cdot (T_r + 273)^{-1} + 10,03) \text{ кПа},$$

в частности

$$0,3 - 1,75 \text{ кПа};$$

- восстановление железо-оксидного компонента в реакционной смеси до железа;

- восстановление диоксидкремниевого компонента исходного материала до SiO, который частично превращают в восстановительной зоне в SiC и сплав SiC, Fe, и/или Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> путем взаимодействия с углеродом в отдельной первой зоне конденсации при давлении p<sub>1</sub>, где p<sub>1</sub> ≤ p<sub>r</sub> и при температуре T<sub>1</sub> выше, чем

$$T_{\text{мин}} \text{ } ^\circ\text{C} = \frac{-32217}{2 \log p_1 - 19,92} - 273,15$$

где p<sub>1</sub> выражено в кПа, и ниже, чем (T<sub>мин</sub> + 100°C), предпочтительно (T<sub>мин</sub> + 50°C), в частности (T<sub>мин</sub> + 25°C), и в любом случае ниже T<sub>r</sub>;

- восстановление магнийоксидного компонента исходного материала, по крайней мере частичного газообразного металлического магния в восстановительной зоне;

- испарение газообразного металлического магния из восстановительной зоны и взаимодействие газообразного металлического магния с CO, образованным в восстановительной зоне, до MgO и C, и осаждение этих продуктов реакции в виде смеси углерода и оксида магния в отдельной зоне окисления и зоне конденсации, расположенной за первой зоной конденсации, при давлении p<sub>2</sub>, где p<sub>2</sub> ≤ p<sub>1</sub> и при температуре T<sub>2</sub> в интервала от 638°C до T<sub>1</sub>, предпочтительно от 650°C до T<sub>1</sub> - 50, в частности от 800°C до 1000°C;

- удаление смеси углерода и оксида магния из зоны окисления и конденсации и удаление углерода из удаленного продукта, например окислением; и

- удаление той части CO, которая была образована в результате вышеупомянутых способов восстановления не расходуется при реакции с MgO, из зоны окисления и конденсации и поддержание давления p<sub>2</sub> при предварительно выбранном значении путем использования насоса;

- посредством чего p<sub>2</sub> ≤ p<sub>1</sub> ≤ p<sub>r</sub>.

Кроме того было найдено, что вторая задача может быть также решена способом производства чистого оксида магния путем углеродотермического восстановления исходного материала, выбранного из группы, состоящей из оксида магния, содержащего незначительные количества оксидов Fe, Si, Ca и Al, природных и промышленно полученных магнийсиликатных минералов, и их смесей, например оливина, который включает;

- смешивание исходного материала с углеродом в количестве по крайней мере 1 моль C/моль SiO<sub>2</sub> плюс по крайней мере 1 моль C/моль FeO, плюс по крайней мере 3 моля C/моль Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> плюс по крайней мере 1 моль C/моль MgO; предпочтительно в количестве по крайней мере 2 моля C/моль SiO<sub>2</sub> плюс по крайней мере 1 моль C/моль FeO, плюс по крайней мере 3 моля C/моль Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, плюс по крайней мере 1 моль C/моль MgO; в частности в количестве по крайней мере 3 моля C/моль SiO<sub>2</sub> плюс 1 моль C/моль FeO, плюс 3 моля C/моль Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, плюс 1 моль C/моль MgO; предпочтительно в количестве менее, чем 4 моля C/моль SiO<sub>2</sub> плюс 2 моля C/моль FeO, плюс 4 моля C/моль Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> плюс 2 моля C/моль MgO;

- нагрев смеси в восстановительной зоне до температуры T<sub>r</sub> в интервала 1400 - 1700°C, предпочтительно менее, чем 1500°C, при давлении p<sub>r</sub> в интервале

$$0,01 - 10 \cdot (-16381 \cdot (T_r + 273)^{-1} + 10,03) \text{ кПа},$$

предпочтительно

$$0,2 - 10 \cdot (-16381 \cdot (T_r + 273)^{-1} + 10,03) \text{ кПа},$$

в частности

$$0,3 - 1,75 \text{ кПа};$$

- восстановление железо-оксидного компонента исходного материала в восстановительной зоне до железа;

- восстановление диоксидкремниевого компонента исходного материала до SiO, который частично превращают в восстановительной зоне в SiC в сплав SiC и Fe, "Si<sub>2</sub>Fe" частично истаряют из восстановительной зоны и превращают в SiC, и/или Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> путем взаимодействия с углеродом в отдельной первой зоне конденсации при давлении p<sub>1</sub>, где p<sub>1</sub> ≤ p<sub>r</sub> и при температуре выше, чем

$$T_{\text{мин}} \text{ } ^\circ\text{C} = \frac{-32217}{2 \log p_1 - 19,92} - 273,15$$

где p<sub>1</sub> выражено в кПа, и ниже (T<sub>мин</sub> + 100°C), предпочтительно (T<sub>мин</sub> + 50°C), в частности (T<sub>мин</sub> + 25°C) и в любом случае ниже T<sub>r</sub>;

- восстановление магнийоксидного компонента исходного материала, по крайней мере частично, до газообразного металлического магния в восстановительной зоне;

- испарение упомянутого газообразного металлического магния из восстановительной зоны и взаимодействие газообразного металлического магния с отдельно добавленным кислородосодержащим газом, например молекулярным кислородом, воздухом, CO<sub>2</sub>, CO, H<sub>2</sub>O и их смесями, до образования оксида магния и осаждения оксида магния в отдельной зоне окисления и конденсации, расположенной после первой зоны конденсации, при давлении p<sub>2</sub>, где p<sub>2</sub> ≤ p<sub>1</sub>, и при температуре T<sub>2</sub> в интервале от 638°C до T<sub>1</sub>, предпочтительно от 650°C до T<sub>1</sub> - 50, в частности от 800°C до 1000°C;

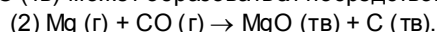
- удаление оксида магния из зоны окисления и конденсации и, если необходимо, удаление углерода из удаленного продукта путем окисления; и

- удаление газов, образованных при вышеупомянутых процессах восстановления и окисления, из зоны окисления и конденсации и поддержание давления p<sub>2</sub> при предварительно выбранном значении путем использования насоса;

- посредством чего p<sub>2</sub> ≤ p<sub>1</sub> ≤ p<sub>r</sub>

Основная мысль второго аспекта настоящего изобретения является по существу той же самой, что и первого аспекта.

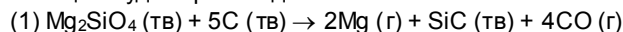
Испарившийся материал извлекают путем конденсации при пониженных температурах. Таким образом, испарившийся SiO (г) может быть извлечен в виде Si (тв) в сконструированном соответствующем образом первом конденсаторе, работающем при температуре ниже температуры слоя и выше, чем температура ( $T_{мин}$ ), где MgO (тв) может образоваться посредством обратной реакции в соответствии с:



Испарившийся Mg (г) может быть затем извлечен в сконструированном соответствующим образом втором конденсаторе, работающем при температуре ниже  $T_{мин}$ , или в виде MgO (тв), смешанного с C (тв) в соответствии с обратной реакцией, приведенной выше, или в виде MgO (тв), когда отдельно добавляют молекулярный кислород, воздух, CO, H<sub>2</sub>O в их смеси.

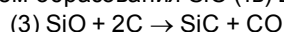
Выгодно использовать 5 молей углерода (C) или более на каждый моль оливина (Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>), когда целью является получение чистого Mg (тв) или MgO (тв), хорошо отделенного от кремнийсодержащих фаз путем углеродотермического превращения оливина.

Реакция будет происходить в соответствии с:



Это обеспечивает полное испарение магния и максимальное удержание кремния в слое в виде карбида кремния (и "Si<sub>2</sub>Fe", когда присутствует железо). Таким образом, количество SiO (тв), которое конденсируется в виде Si (тв) или SiC в первом конденсаторе, будет возможно очень незначительным.

Настоящее изобретение, касающееся производства чистого MgO (тв), основано на очистке газовой фазы, образованной при углеродотермической переработке магнийсиликатных минералов и горных пород, а также загрязненного оксида магния путем конденсации испарившегося SiO (г) в виде Si (тв) или SiC (тв) в сконструированном соответствующим образом первом конденсаторе. Это наиболее эффективно осуществляют путем образования SiC (тв) в соответствии с:



при температуре выше  $T_{мин}$ , где MgO (тв) может образоваться путем обратной реакции между Mg (г) и CO (г).  $T_{мин}$  определяют с помощью следующего уравнения ( $P_{общ}$  в кПа):

$$T_{мин} \text{C} = -32217 (2 \log (P_{общ}) - 19,92)^{-1} - 273,15$$

Как упоминалось выше, SiO взаимодействует с углеродом в первой зоне конденсации. Упомянутую зону выгодно выполнять в виде одиночной трубы или в виде множества параллельно расположенных труб, изготовленных из химически активного углерода или покрытых химически активным углеродом.

Исходными материалами, подходящими для использования в выше упомянутом способе, являются:

- сырой оксид магния, т.е. оксид магния, содержащий незначительные количества примесей, например оксиды Fe, Si, Ca и Al

- силикаты магния, т.е. природные или промышленно полученные магнийсиликатные минералы.

Сырой оксид магния включает обожженные (обработанные нагревом при температуре приблизительно 1000°C) соединения, полученные из магнезита, брусита, кизерита или подобные промышленно полученные материалы, например отработанную футеровку печи, выполненную из периклаза, и пыли фильтров с фабрик обжига магнезита.

Сырой оксид магния содержит более чем 80% MgO, в частности, более 80% MgO. Предпочтительно содержание CaO будет составлять менее 1%, в частности менее 0,5%.

Предпочтительно содержание щелочных металлов будет составлять менее 1%, в частности менее 0,3% в пересчете на оксиды.

Предпочтительно сумма других летучих элементов, например S и Cl, и металлов, подобных Zn, Cd, Fe и т.д., будет составлять менее 1%, в частности менее, чем 0,5%.

Силикаты магния включают природные или обожженные (обработанные нагревом при температуре 1000°C) силикатные минералы, например оливины, серпентины, вермикулиты, антофиллиты, кумингтониты, энстатиты, пиропы, шпинели и подобные промышленно полученные соединения, содержащие Mg в качестве основного компонента, которые определены ниже.

Предпочтительно силикаты магния содержат более чем 25% MgO, в частности более чем 40% MgO.

Предпочтительно содержание CaO составляет менее 1%, в частности менее чем 0,5%.

Предпочтительно содержание щелочных металлов составляет менее 1%, в частности менее 0,3% в пересчете на оксиды.

Если содержание Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> выше, чем 3%, температура реакции в восстановительной зоне должна быть менее 1550°C для того, чтобы избежать образования карбида алюминия.

Предпочтительно сумма других летучих элементов, например S и Cl, и металлов, подобных Zn, Cd, Hg и т.д., должна быть менее, чем 1%, в частности менее, чем 0,5%.

Силикаты магния, кроме того, включают природные горные породы, состоящие из более чем 50% силикатов, которые определены выше, предпочтительно из более чем 80%, в частности горные породы, состоящие из более чем 90% силикатов, и промышленные отходы, богатые силикатом магния высокого качества, например использованные форстеритовые футеровки печи.

В настоящем контексте термин "углерод" включает материалы, богатые углеродом, например антрацит, углеродную сажу в кокс.

Эти богатые углеродом материалы в общем имеют следующий состав:

содержание углерода > 90%

зольность < 2%

летучие компоненты < 8%

Предпочтительно:

содержание углерода > 96%

зольность < 1%

летучие компоненты < 3%

Предпочтительно:

содержание углерода	> 98,5%
зольность	< 0,5%
летучие компоненты	< 1%

Исходный материал предпочтительно измельчают до средней крупности частиц, менее чем 45мм. Материал, богатый углеродом, имеет предпочтительно среднюю крупность частиц около 100нм. Реакционную смесь вводят предпочтительно в восстановительную зону в виде брикетов, имеющих пористость около 57%.

В соответствии с предпочтительными вариантами:

- диоксидкремниевый компонент исходного материала превращают в реакционной смеси по существу в SiC путем использования добавленного углерода в количестве, взятом в интервале 3 - 4ммоль C/моль SiO<sub>2</sub> плюс 1 - 2 моля C/моль FeO, плюс 3 - 4 моля C/моль Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> плюс 1 - 2 моля C/моль MgO;
- температурный градиент между восстановительной зоной и первой зоной конденсации поддерживают настолько большим, насколько это возможно;
- в качестве исходного материала используют оксид магния, содержащий незначительные количества оксидов Fe, Si, Ca и Al;
- в качестве исходного материала используют оливин;
- когда содержание Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в исходной реакционной смеси более 1% вес., T<sub>r</sub> менее, чем 1550°C;
- "Si<sub>2</sub>Fe" и металлическое железо отделяют от остатка в восстановительной зоне традиционными способами, например магнитным или электростатическим разделением или флотацией, после чего Al и переходные элементы, например Mn, Cr, Al, и металлы из платиновой группы извлекают общепринятыми способами, например выщелачиванием и
- SiC, образованный в восстановительной зоне и первой зоне конденсации, извлекают в виде побочного продукта из остатка соответственно в восстановительной зоне и первой зоне конденсации.

Извлеченный SiC представляет микропродукт высокой чистоты.

### 3. Переработка силикатов магния.

Кроме того, было найдено, что третью задачу можно решить способом переработки исходного материала, выбранного из группы, состоящей из оксида магния, содержащего незначительные количества оксидов Fe, Si, Ca и Al; природных и промышленно полученных магнийсиликатных минералов; и их смесей, например оливина, который включает:

- смешивание исходного материала с углеродом в количестве по крайней мере 1моль C/моль SiO<sub>2</sub> плюс по крайней мере 1моль C/моль FeO, плюс по крайней мере 3моля C/моль Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, плюс по крайней мере 1моль C/моль MgO;
  - предпочтительно в количестве по крайней мере 2моля C/моль SiO<sub>2</sub> плюс по крайней мере 1моль C/моль FeO, плюс по крайней мере 3моля C/моль Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, плюс по крайней мере 1моль C/моль MgO; в частности в количестве по крайней мере 3моля C/моль SiO<sub>2</sub> плюс 1моль C/моль FeO, плюс 3моля C/моль Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, плюс 1моль C/моль MgO; предпочтительно в количестве менее, чем 4моля C/моль SiO<sub>2</sub> плюс 2моля C/моль FeO, плюс 4моля C/моль Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, плюс 2моля C/моль MgO.
  - нагревание смеси в реакционной зоне до температуры T<sub>r</sub> в интервале 1400 - 1800°C, предпочтительно менее, чем 1700°C, при давлении p<sub>r</sub> в интервале  $10 \cdot (-16381 \cdot (T_r + 273)^{-1} + 10,03) - 10 \cdot (-17043 \cdot (T_r + 273)^{-1} + 10,75)$  кПа предпочтительно при 1700 - 1750°C и около 101кПа (1атм), посредством чего: железоксидный компонент исходного материала восстанавливают в реакционной смеси до железа, диоксидкремниевый компонент исходного материала, по крайней мере частично, превращают в реакционной зоне в SiC и сплав SiC, Fe и "Si<sub>2</sub>Fe"
  - магнийоксидный компонент исходного материала превращают по крайней мере частично, в оксид магния(периклаз):
  - удаление по существу полностью превращенной смеси в качестве конечного продукта из реакционной зоны;
  - удаление CO, образованного посредством вышеупомянутых способов восстановления, из реакционной зоны и поддержание давления P<sub>r</sub> в реакционной зоне при предварительно выбранном значении путем использования насоса; и
  - по желанию, осаждение смеси MgO, Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>, Si и SiC при удалении газа из реакционной зоны в отдельной зоне конденсации, расположенной перед насосом, при давлении p<sub>1</sub> ≤ p<sub>r</sub> и при температуре в интервале 800 - 1500°C и извлечение упомянутого осажденного материала.
- Исходными материалами, подходящими для использования в вышеупомянутом способе, являются:
- сырой оксид магния, т.е. оксид магния, содержащий незначительные количества примесей, например оксиды Fe, Si, Ca и Al,
  - силикаты магния, т.е. природные и промышленно полученные магнийсиликатные минералы.

Сырой оксид магния содержит обожженные (обработанные нагревом при температуре приблизительно 1000°C) соединения, полученные из магнезита, брусита, кизерита, или подобные промышленно полученные материалы, например отработанную футеровку печи, выполненную из периклаза, или пыли фильтров с фабрик обжига магнезита.

Сырой оксид магния содержит более 50% MgO, в частности, более 80% MgO. Предпочтительно содержание CaO будет составлять менее 1%, в частности менее 0,5%,

Предпочтительно содержание щелочных металлов будет составлять менее 1%, в частности менее 0,3% в пересчете на оксиды..

Предпочтительно сумма других летучих элементов, например S и Cl, и металлов, подобных Zn, Cd, Hg и т.д., будет менее 1% в частности менее 0,5%.

Силикаты магния включают природные или обожженные (обработанные нагревом при температуре 1000°C) силикатные минералы, например оливины, серпентины, вермикулиты, антофиллиты, кумингтониты, энстатиты, пиропы, шпинели и подобные промышленно полученные соединения, содержащие Mg в качестве основного



компонента, которые определены ниже.

Предпочтительно силикаты магния содержат более 25% MgO, в частности более 40% MgO.

Предпочтительно содержание CaO составляет менее 1%, в частности менее 0,5%.

Предпочтительно содержание щелочных металлов составляет менее 1%, в частности менее 3% в пересчете на оксиды.

Если содержание  $Al_2O_3$  выше, чем 3%, температура реакции в восстановительной зоне должна быть менее 1550°C для того, чтобы избежать образования карбида алюминия.

Предпочтительно сумма других летучих элементов, например S и Cl и металлов, подобных Zn, Cd, Hg и т.д., додана быть менее 1%, в частности менее 0,5%.

Силикаты магния, кроме того, включают природные горные породы, состоящие из более чем 50% силикатов магния, которые определены выше, предпочтительно из более чем 80%, в частности горные породы, состоящие из более чем 90% силикатов, и промышленные отходы, богатые силикатом магния высокого качества, например использованные форстеритовые футеронки печи.

К настоящему контексту термин "углерод" включает материалы, богатые углеродом, например, антрацит, углеродную сажу и кокс.

Эта богатые углеродом материалы в общем имеют следующий состав:

содержание углерода > 90%

зольность < 2%

летучие компоненты < 8%

Предпочтительно:

содержание углерода > 96%

зольность < 1%

летучие компоненты < 3%

Предпочтительно:

содержание углерода > 98,5%

зольность < 0,5%

летучие компоненты < 1%

Исходный материал предпочтительно измельчают до средней крупности частиц, менее чем 45мм. Материал, богатый углеродом, имеет предпочтительно среднюю крупность частиц около 100нм. Реакционную смесь вводят предпочтительно в восстановительную зону в виде брикетов, имеющих пористость около 57%.

В соответствии с первым предпочтительным вариантом исходный материал смешивают с углеродом:

- в количестве 2,9 - 3,3моля C/моль  $SiO_2$  плюс 1,0 - 1,3моля C/ моль FeO, плюс 3,0 - 3,4моля C/моль  $Fe_2O_3$ , плюс 0,0 - 0,25моля C/моль MgO,

- предпочтительно в количестве 2,9 - 3,2моля C/моль  $SiO_2$ , плюс 1,0 - 1,2моля C/моль FeO, плюс 3,0 - 3,2моля C/моль  $Fe_2O_3$ , плюс 0,0 - 0,2моля C/моль MgO,

- в частности в количестве 2,9 - 3,1моля C/моль  $SiO_2$  плюс 1,0 - 1,05моля C/моль FeO, плюс 3,0 - 3,1моля C/моль  $Fe_2O_3$ , плюс 0,0 - 0,5моля C/моль MgO,

В соответствии с другими предпочтительными вариантами:

- реакцию температуру  $T_r$  поддерживают в интервала 1400° - 1500°C, и MgO и  $Mg_2SiO_4$  осаждают в зоне конденсации путем инъекции кислородосодержащего газа, например молекулярного кислорода, воздуха,  $CO_2$ , CO,  $H_2O$  и их смесей;

- в качестве исходного материала используют оксид магния, содержащий незначительные количества оксидов Fe, Si, Ca и Al;

- в качестве исходного материала используют оливин;

- когда содержание  $Al_2O_3$  в исходной реакционной смеси более 1% вес.,  $T_r$  менее, чем 1550°C;

- " $Si_2Fe$ " и металлическое железо отделяют от остатка в восстановительной зоне традиционными способами, например магнитным или электростатическим разделением или флотацией, после чего Al и переходные элементы, например Mn, Cr, Al, и металлы из платиновой группы извлекают общепринятыми способами, например выщелачиванием и

- SiC, образованный в восстановительной зоне и первой зоне конденсации, извлекают в виде побочного продукта из остатка соответственно в восстановительной зоне и первой зоне конденсации.

- MgO, образованный в восстановительной зоне и первой зоне конденсации, извлекают в виде побочного продукта из остатка собственно в восстановительной зоне и первой зоне конденсации.

В дальнейшем изобретение, кроме того, описано со ссылкой на рисунки, в которых:

фиг.1 показывает экспериментальную аппаратуру лабораторного масштаба, использованную для экспериментов, представленных в примерах 1 - 5:

фиг.2 показывает экспериментальную аппаратуру лабораторного масштаба, использованную для экспериментов, представленных в примере 6;

фиг.3 показывает аппаратуру для углеродотермической переработки магнийсиликатных минералов и горных пород;

фиг.4 показывает фотографические снимки прореагировавшего слоя материала из примера 1, полученные на сканирующем электронном микроскопе;

фиг.5 показывает фотографические снимки столбчатых кристаллов магния из примера 5, полученные на сканирующем электронном микроскопе;

фиг.6 показывает диаграммы, иллюстрирующие выход MgO (тв) из слоя и MgO, перешедшего в паровую фазу, в виде функции пониженного давления при углеродотермическом превращении оливина 613 при  $1508 \pm 2^\circ C$  (примеры 1, 4 и 8).

Фиг.1 показывает экспериментальную аппаратуру лабораторного масштаба, использованную для экспериментов, представленных в примерах 1 - 5, имеющую электрически нагреваемую камерную печь 1, рассчитанную на 1600°C, показана только теплоизоляция,

камеру печи 2,  
термопару 3 для измерения температуры печи,  
милливольтметр 4, соединенный с термопарой 3,  
реактор и трубку 6 конденсатора, состоящую из графитовой трубки с закрытым концом, расположенной в  
трубке из оксида алюминия с закрытым концом, имеющий загрузку 6 в конце трубки 5 реактора, первый  
конденсат 7 в нагретом конце трубки 5 конденсатора и второй конденсат 8 в холодном конце трубки 5  
конденсатора,

прессостат 9 для регулирования давления газа в реакторе и трубке 5 конденсатора,  
пневматический клапан 10, регулируемый прессостатом 9,  
пылевой фильтр 11,  
вакуумный насос 12,  
резервуар газа 13 для сбора отходящего газа из реактора/трубки 5 конденсатора, и  
монитор СО 14.

Фиг.2 показывает экспериментальную аппаратуру лабораторного масштаба, использованную для  
экспериментов, представленных в примере 6, имеющую:

электрически нагреваемую печь 1, рассчитанную 1600°C, для нагрева части реактора/трубки конденсатора  
реактора,

электрически нагреваемую печь 2, рассчитанную на 1400°C, для нагрева первой части конденсатора  
реактора/трубки конденсатора,

электрически нагреваемую печь 3, рассчитанную на 1200°C, для нагрева второй части конденсатора  
реактора/трубки конденсатора,

теплоизоляцию 4, между тремя элементами печи,

реактор и трубку конденсатора, состоящую из графитовой трубки с закрытым концом, расположенной внутри  
трубки из оксида алюминия с закрытым концом, имеющий часть 6 реакционной камеры в конце трубки 5  
реактора, и

первую часть 7 трубки 8 конденсатора, и

вторую часть 8 трубки 5 конденсатора,

фильтр частиц 9 для сбора порошка  $MgO-C$ , образованного во второй части 8 трубки 5 конденсатора,

вакуум-плотную удаляемую крышку 10, и

вакуумную трубу 11, ведущую к пневматическому клапану, регулируемому с помощью прессостата, между  
конденсатором и вакуумным насосом.

Фиг.3 показывает аппаратуру для углеродотермической переработки магнийсиликатных минералов и горных  
пород, имеющую вакуумную замкнутую систему 1 для загрузки гранулированной сырьевой смеси, расположенной  
на вершине

электрически нагреваемой печи 2, рассчитанной по крайней мере на 1400°C, и предпочтительно на 1800°C, с  
графитовой футеровкой для углеродотермической переработки сырьевой смеси,

вакуумную замкнутую систему 3 для выгрузки остаточного слоя материала из печи 2,

электрически нагреваемый первый конденсатор 4 с системой регулирования температуры для поддержания  
постоянной температуры в диапазоне от 1000° до 1500°C, имеющий углеродную футеровку и содержащий  
химически активный углерод в форме, подходящей для образования SiC путем взаимодействия с SiO-  
компонентом газовой фазы, генерированной в печи 2,

электрически нагреваемый второй конденсатор 5 для получения тонкого порошка  $MgO$  или металлического  
магния.

Для получения тонкого порошка  $MgO$  второй конденсатор снабжают системой регулирования температуры  
для поддержания постоянной температуры в диапазоне от 600° до 1500°C и системой фильтрации для сбора  
тонких частиц и необязательно системой для регулируемого введения кислородсодержащего газа.

Для производства металлического магния второй конденсатор снабжают системой регулирования  
температуры для поддержания постоянной температуры в диапазоне от 200° до 650°C и системой сбора  
сконденсированного металла.

Аппаратура имеет также зону большого температурного градиента 6, расположенную между первым  
конденсатором 4 и вторым конденсатором 5. Эта зона может быть сконструирована в виде рассеивающего сопла  
для сверхзвукового адиабатического охлаждения ваза, проходящего из первого конденсатора 4 во второй  
конденсатор 5.

В заключение аппаратура имеет циклон 7 для осаждения частиц увлеченных отходящим газом из второго  
конденсатора 5,

фильтр 8 для тонких частиц,

вакуумный насос 9, дающий возможность поддерживать давление в диапазоне  $10 - 10^5 Pa$  в печи 2, в первом  
конденсаторе 4 и во второй конденсаторе 5, и

вакуумную замкнутую систему 10 для выгрузки металлического магния, образованного во втором  
конденсаторе,

фиг.4 показывает фотографические снимки прореагировавшего слоя материала из примера 1, полученные  
на сканирующем электронном микроскопе (методика 1: 1506°C,  $P_{общ}/P_{равн} = 0,79$ ; 320мин).

А) Просмотр (№ 5359/01),

В) Микронные сортированные по величине кристаллы  $MgO$  и SiC вместе с 5-микронной капелькой " $Si_2Fe$ ",  
показанные крупным планом (№ 5357/01),

Фиг.5 показывает фотографические снимки столбчатых кристаллов магния из примера 5, полученные на  
сканирующем электронном микроскопе (методика 1: 1510°C,  $P_{общ}/P_{равн} = 0,029$ ; 115мин).

Кристаллы Mg образовались путем осаждения из паровой фазы в самой холодной части конденсатора ( $< 650^\circ C$ ).

А) Просмотр (№ 5300/01).

В) Крупный план (№ 5299/01).

Фиг.6 показывает диаграммы, иллюстрирующие выход MgO (тв) из слоя, и MgO, перешедшего в паровую фазу, в виде функции пониженного давления при углеродотермическом превращении оливина 613 при  $1508 \pm 3^\circ\text{C}$  (Примеры 1, 4 и 5).

В дальнейшем основная мысль настоящего изобретения будет, кроме того, объяснена со ссылкой на фиг.6.

Продукты реакции, образующиеся при соответствующим нагреве смесей, например оливина ( $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ ) и углерода (C) зависят от молярного соотношения между реагентами и давления газа во время переработки. Так например, смесь 1моля оливина ( $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ ) и 3молей углерода (C) может взаимодействовать в соответствии с реакцией (1') или (1'') в зависимости от общего давления газа.

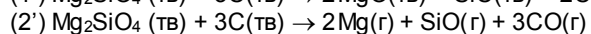
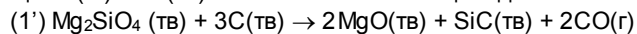


Таблица А

Уравнения для вычисления равновесного  
парциального давления всех основных  
разновидностей газа, включенных в реакцию  
между 1молем  $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$  и 3молями C  
при  $1400 - 1750^\circ\text{C}$

(a)	$\text{Log } P_{\text{CO}} = -17196 T^{-1} + 10,746$
(b)	$\text{Log } P_{\text{Mg}} = -15021 T^{-1} + 8,526$
(c)	$\text{Log } P_{\text{SiO}} = -21473 T^{-1} + 10,886$
(d)	$\text{Log } P_{\text{O}_2} = -46405 T^{-1} + 10,536$

Термодинамическое вычисление показывает, что реакция (1') будет происходить слева направо в температурном диапазоне от  $1400^\circ\text{C}$  до  $1750^\circ\text{C}$ , если парциальное давление  $\text{CO}(P_{\text{CO}})$  меньше или равно давлению (нРа), определенному уравнением (a) в таблице А. При термодинамическом равновесии одновременные парциальные давления всех других важных разновидностей газа  $\text{Mg}(\text{г})$ ,  $\text{SiO}(\text{г})$ ,  $\text{O}_2(\text{г})$  включенных в реакцию, определяются уравнениями (b), (c) и (d) в таблице А. Из определенного таким образом парциального давления основных разновидностей газа и массового баланса включенных реакций можно вычислить общее давление газа ( $P_{\text{равн}}$ ), состав и количество летучего материала и остаточный состав слоя для равновесного превращения  $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$  (тв) в  $\text{MgO}$  (тв) и  $\text{SiC}$  (тв) в соответствии с уравнением (1'), при этом можно вычислить минимальный избыток добавленного углерода, необходимый для образования равновесного количества  $\text{Mg}$  (г) и  $\text{SiO}$  (г). Общее равновесное давление газа  $P_{\text{равн}}$  вычисленное таким образом, может быть представлено:

$$(P_{\text{равн}}) = -17043 T^{-1} + 10,705$$

Если общее давление пара ( $P_{\text{общ}}$ ) существующей газовой фазы над реакционной смесью выше, чем  $P_{\text{равн}}$ , реакция не будет происходить.

При равновесных условиях ( $P_{\text{общ}}/P_{\text{равн}} = 1$ ) вычисленный выход  $\text{MgO}$  (тв) из слоя изменяется от 86,4% при  $1400^\circ\text{C}$  до 91,8% при  $1700^\circ\text{C}$ .

Когда  $P_{\text{общ}}$  станет ниже  $P_{\text{равн}}$ , дальнейшее испарение загрузки будет происходить в соответствии с реакцией (1'') и выход  $\text{MgO}$  (тв) и  $\text{SiC}$  (тв) в слое уменьшится. Таким образом, когда давление постоянно снижается ниже  $P_{\text{равн}}$  реакция (1'') становится все более и более значительной по сравнению с реакцией (1').

Эксперименты показывают, что реакция (1'') является преобладающей, когда  $(P_{\text{общ}}/P_{\text{равн}}) < 0,7$ , и что выход  $\text{MgO}$  (тв) из слоя (реакция 1') составляет  $< 5\%$ , когда  $(P_{\text{общ}}/P_{\text{равн}}) < 0,2$  (фиг.6), т.е. во время переработки иа оливина испаряется более, чем 95%  $\text{MgO}$ .

Следует понимать, что хотя номинальная температура печи, которую используют для вычисления  $P_{\text{равн}}$  ( $1508 \pm 2^\circ\text{C}$  на фиг.6) равна действительной температуре слоя, когда  $(P_{\text{общ}}/P_{\text{равн}}) \geq 1$ , этот случай не является таким случаем, когда общее давление уменьшается и парообразование становится преобладающим. При этих условиях испарение приводит к охлаждению слоя до температуры, когда  $P_{\text{общ}}$  равно давлению газа при устойчивом испарении, или до температуры, когда парообразование уменьшается по кинетическим причинам ( $\approx 1400^\circ\text{C}$ ; пример 3). При номинальных температурах печи выше  $\approx 1500^\circ\text{C}$  и  $(P_{\text{общ}}/P_{\text{равн}}) < \approx 0,1$ , скорость испарения будет в значительной степени регулироваться скоростью, при которой подводят нагрев. Это в общем подобно тому, что происходит во время процессов возгонки. При этих условиях номинальная температура печи отражает скорость подвода нагрева, а не температуру слоя. Таким образом, температура, равная  $1508^\circ\text{C}$ , приводит в  $P_{\text{общ}} \leq 1\text{кПа}$  ( $(P_{\text{общ}}/P_{\text{равн}}) < \approx 0,1$ ). Примеры 4, 5 и 6 являются характерными примерами того, что происходит при том же самом  $P_{\text{общ}}$  и номинальной температуре печи в диапазоне от  $1400^\circ\text{C}$  до  $1750^\circ\text{C}$ .

Последующие примеры описывают более подробно предпочтительные варианты способа, изобретенного для превращения силикатов магния (например оливина) в

А) огнеупорные массы, состоящие из периклаза, карбида кремния и необязательно форстерита, обогащенного оксидом магния;

В) хорошо разделенные металлический магний и карбид кремния;

С) хорошо разделенные оксид магния и карбид кремния.

Химический состав и физические данные сырья, использованного в примерах 1 - 6, даны в таблице 1. Состав и физические данным гранулированных углерод-форстеритовых смесей, полученных из этого сырья и использованных в экспериментах, представлены в таблице 2.

Эксперименты осуществляли, в соответствии со следующими методиками.

#### Методика 1

Экспериментальная аппаратура лабораторного масштаба, использованная в этой части работы для углеродотермического превращения при температурах между 1200°C и 1500°C и давлениях между 0,4 - 10кПа брикетированной сырьевой смеси, показана на фиг.1.

Загрузки известной массы поместили в реактор/конденсатор, графитовую трубку с закрытым концом, расположенную внутри трубки из оксида алюминия с закрытым концом. Затем реактор/конденсатор вакуумировали, заполнили Ar до желательного давления и ввели в предварительно нагретую печь со скоростью, соответствующей скорости нагрева около 50°C/мин. Для поддержания постоянного давления в реакторе/конденсаторе во время углеродотермической реакции использовали пневматический клапан, расположенный перед вакуумным насосом, который регулировал давление. Потом собрали газ, выделенный в процессе и проверили концентрацию CO.

После углеродотермической обработки продукты реакции в слое и различные фракции, конденсированные из паровой фазы, отдельно собрали, взвесили и исследовали XRD (дифракцией рентгеновских лучей), TG (термогравиметрией) и SEM/EDS (сканирующей электронной микроскопией/ EDS).

#### Методика 2

Экспериментальная аппаратура лабораторного масштаба, использованная в этой части работы для углеродотермического превращения при температуре 1510°C и давлении 1,1кПа брикетированной сырьевой смеси, показана на фиг.2.

Загрузки известной массы поместили в реактор/конденсатор, графитовую трубку с закрытым концом, расположенную внутри трубки из оксида алюминия с закрытым концом. Затем реактор/конденсатор вакуумировали, заполнили Ar до желательного давления и ввели в предварительно нагретую секцию печи со скоростью, соответствующей скорости нагрева около 50°C/мин. Для поддержания постоянного давления в реакторе/конденсаторе во время углеродотермической реакции использовали пневматический клапан, расположенный перед вакуумным насосом, который регулировал давление. Потом собрали газ, выделенный в процессе, и проверили концентрацию CO.

После углеродотермической обработки продукты реакции в слое и различные фракции, конденсированные из паровой фазы, отдельно собрали, взвесили и исследовали XRD, TG и SEM/EDS.

Таблица 1

Химический состав и физические данные сырьевых материалов, использованных в экспериментах

	Оливин 613, вес. %	Углеродная сажа Degussq Flamruss 101, вес. %
SiO <sub>2</sub>	40,34	-
TiO <sub>2</sub>	0,01	-
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,31	-
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,50	-
FeO	8,12	-
MnO	0,13	-
MgO	49,41	-
CaO	0,33	-
Na <sub>2</sub> O	0,07	-
K <sub>2</sub> O	0,00	-
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,01	-
Следы элементов*)	0,54	-
L 01	0,59	-
C	-	98,95
Зольность	-	0,05
Летучие	-	1,0
компоненты	100,86	100,00
Крупность частиц	< 45мм	95нм
Площадь удельной поверхности	-	20м <sup>2</sup> /г
*) Следы элементов (ppm) част. на миллион		
V	10	
Cr	1770	
Ni	3480	
Cu	10	
Zn	30	
Rb	0	
Sr	0	
Y	0	

Zr	0
Nb	0
Mo	0
Sn	0
Ba	80
La	0
Ce	0
Pt	< 0,01
Сумма	5380

Таблица 2

Состав и физические данные для углерод-форстеритовых смесей, использованных в экспериментах

	Оливин 613, вес. %	Углеродная сажа, вес. %
Смесь А	77,82	22,18
Смесь В	70,00	30,00
Размер брикетов	0,5 x 1 x 1 см <sup>3</sup>	
Пористость	57 об. %	

А) Получение огнеупорных масс, состоящих из пераклаза (MgO), карбида кремния (SiC) и следов форстерита (Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>), обогащенных оксидом магния

Пример 1

В этом эксперименте 11,2г углерод-оливиновых брикетов смеси А (таблица 2) обработали в соответствии с методикой 1 при 1506°С и давлении газа (Р<sub>общ</sub>) 10,4кПа в течение 320 минут.

Давление (Р<sub>общ</sub>) выбрали равным 0,84 от равновесного давления газа (Р<sub>равн</sub>), как было вычислено из термодинамических данных. Конец реакции определили через 320 минут посредством постепенного понижения выделения СО, которое определили в выкачанном отходящем газе.

Аналитические данные фазового состава прореагировавшего слоя в осажденных продуктах в конденсаторе сведены в таблице 3.

Прореагировавший слой состоял из высокопористых брикетов зеленоватого цвета. Присутствующие фазы сортировали по величине на MgO, SiC, капельки "Si<sub>2</sub>Fe" и незначительные остатки Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> (смотри фиг.4). Выход MgO (тв) из слоя составил 67%.

Часть превращенного материала слоя измельчили и капельки "Si<sub>2</sub>Fe" удалили магнитом. На основе пространственного распределения фаз и общего веса пробы установили, что более чем 95% во первоначальных 8,62% вес. оксидов железа было удалено таким путем.

Анализ SEM/EDS показывает, что переходные элементы (Cr, Mn, Ni и Pt), которые встречаются в следовых количествах в оливине 613, сконцентрированы в капелях "Si<sub>2</sub>Fe". Полуколичественный анализ EDS показывает средние концентрации в капелях "Si<sub>2</sub>Fe": 2%вес. Cr , 0,3%вес. Mn , 3%вес. Ni и 0,1%вес. Pt.

Таблица 3

Эксперимент №1: Суммарные результаты углеродотермического восстановления оливина 613, смешанного с углеродной сажей

Температура слоя	1506°С							
Давление газа	10,4кПа							
Время реакции	320мин							
Загрузка	11,2г					77,82% вес. оливина 613 22,18% вес. углеродной сажи		
вес.% загрузки								
	Сумма	"Si <sub>2</sub> Fe"	Si	SiC	Mg <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>	MgO	Mg	C
Слой								
1500°С	52,0	6,3	-	18,7	1,2	25,8	-	-
Паровой осадок								
1450°С	3,1	-	-	0,6	0,8	1,7	-	-
1300°С	2,1	-	-	-	-	1,5	-	0,6
	57,2	6,3	-	19,3	2,0	29,0	-	0,6
Газовая фаза СО								
20°С	37,4							
						выход %		
Извлечено	94,6	MgO в слое				67,1		
		MgO сконденсированный				8,3		
		MgO оливина				3,0		

Потери Mg	5,0	MgO потери	21,6
	99,6	загрузка MgO	100,0

#### Пример 2.

В этом эксперименте 12,6г углерод-оливиновых брикетов смеси А (таблица 2) обработали в соответствии с методикой при температуре 1580°C и давлении газа ( $P_{\text{общ}}$ ) 31,3кПа в течение 260 минут.

Давление ( $P_{\text{общ}}$ ) выбрали равным 0,97 от равновесного давления газа ( $P_{\text{равн}}$ ), как было вычислено из термодинамических данных. Конец реакции определили через 260 минут посредством постепенного понижения выделения СО, которое определили в выкачанном отходящем газе.

Прореагировавший слой состоял из высокопористых брикетов зеленоватого цвета. Присутствующие фазы сортировали по величине на MgO, SiC, капельки "Si<sub>2</sub>Fe" и незначительные остатки Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>. Материал в виде пара подробно не анализировали. Выход MgO (тв) из слоя составил 82%.

#### Пример 3

В этом эксперименте 13,5г углерод-оливиновых брикетов смеси А (таблица 2) обработали в соответствии с методикой 1 при 1405°C и давлении газа ( $P_{\text{общ}}$ ) 3,4кПа в течение 180 минут.

Давление ( $P_{\text{общ}}$ ) выбрали равным 0,97 от равновесного давления газа ( $P_{\text{равн}}$ ), как было вычислено из термодинамических данных.

Через 180 минут эксперимент прекратили, несмотря на то, что все еще наблюдали выделение СО, которое определили в выкачанном отходящем газе.

Наблюдаемая потеря веса составила 18,7% вес., включая MgO, который не был извлечен.

Прореагировавший слой состоял на высокопористых брикетов черно-зеленоватого цвета. Присутствующие фазы представляли оливин (39% вес.), периклаз (17% вес.), SiC (11% вес.), "Si<sub>2</sub>Fe" (3% вес.) и углерод (11% вес.).

Выход MgO (тв) из слоя составил 44%, в то время как не прореагировавший оливин содержал около 50% первоначального содержания MgO.

Кроме того, исследования брикетов смеси А (таблица 8) с использованием DTA/TG (дифференциального термического анализа/термогравиметрии) Mettler показали, что когда для удаления газообразных продуктов реакции использовали поток частого аргона (подсчитано:  $(P_{\text{общ}} - P_{\text{Ar}}) / P_{\text{равн}} \approx 0,97$ ), при температуре 1200°C происходило очень незначительное взаимодействие. Через 120 минут общая потеря веса составила только 4% вес. и образования периклаза (MgO) не наблюдали.

В) Получение хорошо разделенных металлического магния (Mg) и карбида кремния (SiC)

#### Пример 4

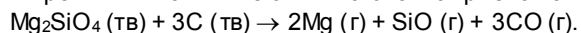
В этом эксперименте 15г углерод-оливиновых брикетов смеси А (таблица 2) обработали в соответствии с методикой 1 при 1510°C и давлении газа ( $P_{\text{общ}}$ ) 1,1кПа в течение 103 минут.

Давление ( $P_{\text{общ}}$ ) выбрали равным 0,079 от равновесного давления газа ( $P_{\text{равн}}$ ), как было вычислено из термодинамических данных. Конец реакции определили через 103 минуты посредством постепенного понижения выделения СО, которое определили в выкачанном отходящем газе.

Аналитические данные фазового состава реализующего слоя и осажденных продуктов в конденсаторе сведены в таблицу 4.

Остаточный слой материала состоял, главным образом, из капелек "Si<sub>2</sub>Fe" вместе с незначительным количеством периклаза (MgO), следами SiC, при этом он не содержал форстерит.

Благодаря низкому давлению и молярному отношению между Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> углеродом, равному 1 : 3, большая часть кремния и магния из оливина 613 в сырьевой смеси быстро испарялась в соответствии с реакцией:



Кремний вновь осаждали в виде SiC в самой нагретой части конденсатора (1480 ± 20°C) вместе с периклазом (MgO) и некоторым количеством форстерита, образованного посредством обратной реакции.

Выход металлического магния, образованного в самой холодной части конденсатора (< 650°C), составил 28% вес. Металлический магний содержал около 4,4% вес, периклаза (MgO) в качестве основной примеси.

#### Пример 5

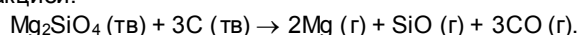
В этом эксперименте 9,4г углерод-оливиновых брикетов смеси А (таблица 2) обработали в соответствии с методикой 1 при 1510°C и давлении газа ( $P_{\text{общ}}$ ) 0,4кПа в течение 115 минут.

Давление ( $P_{\text{общ}}$ ) выбрали равным 0,029 от равновесного давления газа ( $P_{\text{равн}}$ ), как было вычислено из термодинамических данных. Конец реакции определили через 115 минут посредством постепенного понижения выделения СО, которое определили в выкачанном отходящем газе.

Аналитические данные фазового состава реагирующего слоя и осажденных продуктов в конденсаторе сведены в таблицу 5.

Остаточный слой материала состоял, главным образом, из капелек "Si<sub>2</sub>Fe" и небольшого количества SiC.

Благодаря низкому давлению и молярному отношению между Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> частью оливина и углеродом, равному 1 : 3, большая часть кремния и магния из оливина 613 в сырьевой смеси быстро испарялась в соответствии с реакцией:



Кремний повторно осаждали, главным образом в виде Si, в самой нагретой части конденсатора (1300°C) вместе с форстеритом, образованным путем обратной реакции, небольшим количеством периклаза (MgO) и следами SiC.

Выход металлического магния, образованного в самой холодной части конденсатора (< 650°C), составил 74,6%. Магний осаждали в виде столбчатых кристаллов (фиг.5). Металлический магний содержал около 4,9% вес. периклаза (MgO) в качестве основной примеси.

Эксперимент № 4: Суммарные результаты углеродотермического восстановления оливина, смешанного с углеродной сажей

Температура слоя	1510°C							
Давление газа	1,1кПа							
Время реакции	103мин							
Загрузка	15г				77,82% вес. оливина 613 22,18% вес. углеродной сажи			
вес.% загрузки								
	Сумма	"Si <sub>2</sub> Fe"	Si	SiC	Mg <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>	MgO	Mg	C
Слой								
1510°C	13,7	13,0	-	следы	-	0,7	-	-
Паровой осадок								
1480° ± 20°C	26,5	-	-	8,5	6,2	11,8	-	-
1300° ± 100°C	5,8	-	-	-	-	4,5	-	1,3
925° ± 275°C	9,2	-	-	-	-	6,8	-	2,1
< 650°C	6,5					0,3	6,5	-
	61,7	13,0	-	3,5	6,2	24,1	6,5	3,4
Газовая фаза СО								
20°C	41,1							
						выход %		
Извлечено	102,8	MgO в слое				1,8		
		MgO сконденсированный				60,9		
		MgO оливина				9,2		
		Mg в виде MgO				28,1		
		Загрузка MgO				100,0		

Таблица 5

Эксперимент № 5: Суммарные результаты углеродотермического восстановления оливина, смешанного с углеродной сажей

Температура слоя	1510°С							
Давление газа	0,4кПа							
Время реакции	115мин							
Загрузка	9,4г				77,82% вес. оливина 613 22,18% вес. углеродной сажи			
вес.% загрузки								
	Сумма	"Si <sub>2</sub> Fe"	Si	SiC	Mg <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>	MgO	Mg	C
Слой								
1510°С	11,0	7,1	-	3,9	-	-	-	-
Паровой осадок								
1300°С	15,6	-	9,4	следы	5,1	1,1	-	-
925° ± 275°С	6,3	-	-	-	-	4,8	-	1,5
< 650°С	18,5	-	-	-	-	0,9	17,3	0,3
	51,4	7,1	9,4	3,9	5,1	6,8	17,3	1,8
Газовая фаза СО								
20°С	58,2							
						выход %		
Извлечено	109,6	MgO в слое				0,0		
		MgO сконденсированный				17,7		
		MgO оливина				7,6		
		Mg в виде MgO				74,6		
		Загрузка MgO				99,9		

С) Получение хорошо разделенных оксида магния и карбида кремния.

Пример 6

В этом эксперименте 14,2г углерод-оливиновых брикетов смеси А (таблица 2) обработали в соответствии с методикой 2 при 1510°C и давлении газа ( $P_{\text{общ}}$ ) 1,1кПа в течение 120 минут.

Давление ( $P_{\text{общ}}$ ) выбрали равным 0,079 от равновесного давления газа ( $P_{\text{равн}}$ ), как было вычислено из термодинамических данных. Конец реакции определили через 120 минуты посредством постепенного понижения выделения СО, которое определили в выкачанном отходящем газе.

Аналитические данные фазового состава реализующего слоя и осажденных продуктов в конденсаторе сведены в таблицу 6.

Остаточный слой материала состоял из SiC, капелек "Si<sub>2</sub>Fe" и небольшого количества остаточного углерода.

Единственной фазой, обнаруженной в конденсаторе 1, удержанной при 1360°С, был SiC.

Материал, собранный из конденсатора П, удержанный при 800°С представлял тонкий черный порошок, состоящий из периклаза (MgO) и углерода (C). Углерод удалили путем нагрева порошка до 800°С на воздухе в течение 5 часов.

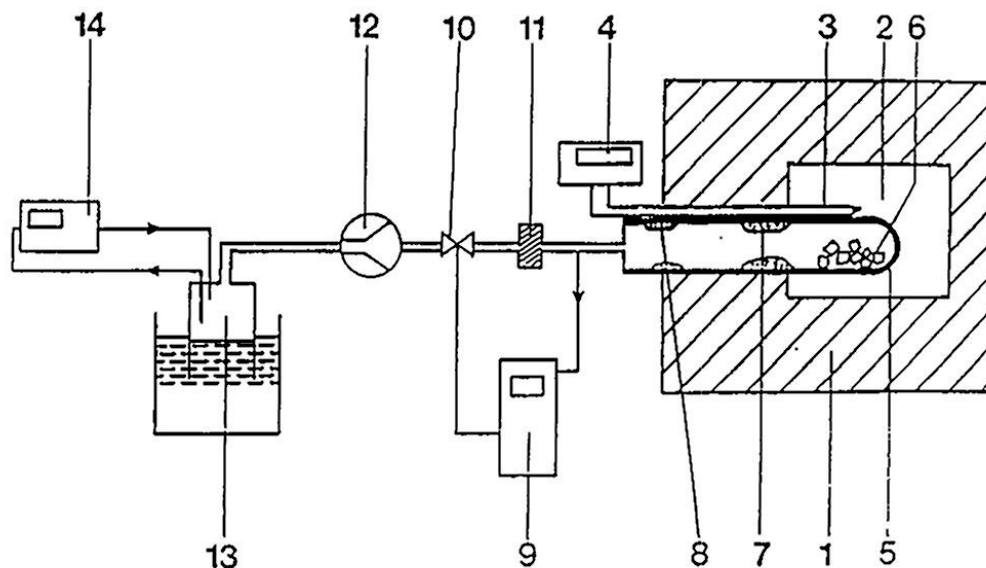
Полученный порошок был белым, и единственная фаза, обнаруженная с помощью XRD (дифракции рентгеновских лучей), представляла периклаз (MgO). Выход периклаза составил 95% вес.

В вышеприведенных экспериментах в качестве исходного материала использовали оливин. Подобные результаты можно получить с другими магнийсилкатными минералами и сырой окисью магния.

Таблица 6

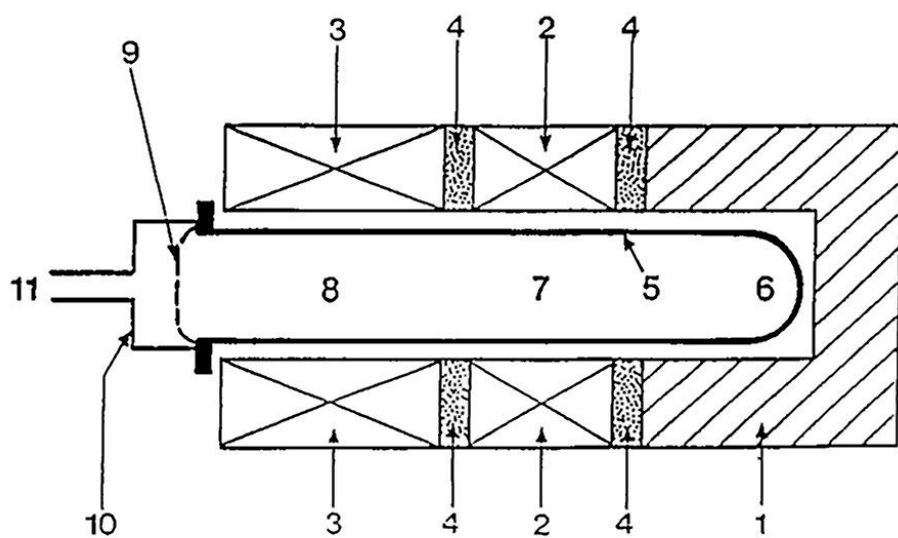
Эксперимент № 6: Суммарные результаты углеродотермического восстановления оливина, смешанного с углеродной сажой

Температура слоя	1510°С							
Давление газа	1,1кПа							
Время реакции	120мин							
Загрузка	14,2г				70,00% вес. оливина 613 30,00% вес. углеродной сажи			
вес.% загрузки								
	Сумма	"Si <sub>2</sub> Fe"	Si	SiC	Mg <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>	MgO	Mg	C
Слой								
1510°С	24,5	5,0	-	18,5	-	-	-	1,0
Паровой осадок								
Конденсатор 1								
1360°С	0,2	-	-	0,2	-	-	-	-
Конденсатор 2								
800°С	43,0	7,1	-	-	-	33,0	-	10,0
	67,7	5,0	-	18,7	-	33,0	-	11,0
Газовая фаза СО								
20°С	33,0							
						выход %		
Извлечено	100,7	MgO в слое				0,0		
		MgO сконденсированный				95,0		
		потери MgO				5,0		
		загрузка MgO				100,0		

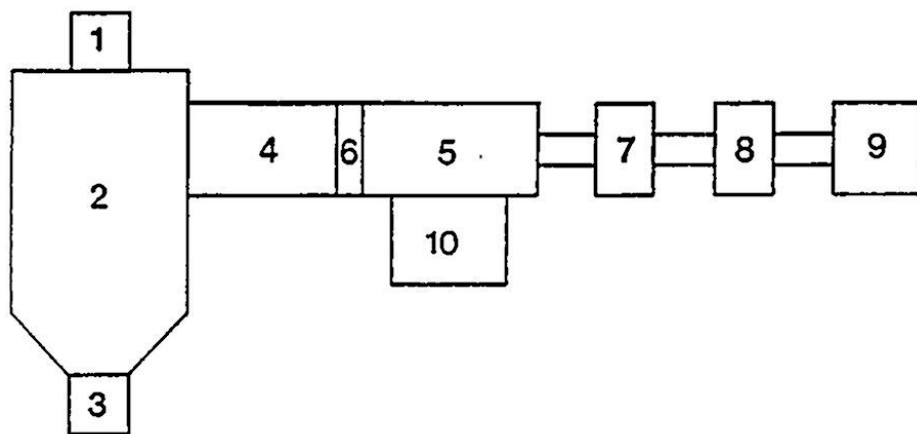


Фиг. 1





Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг 4А



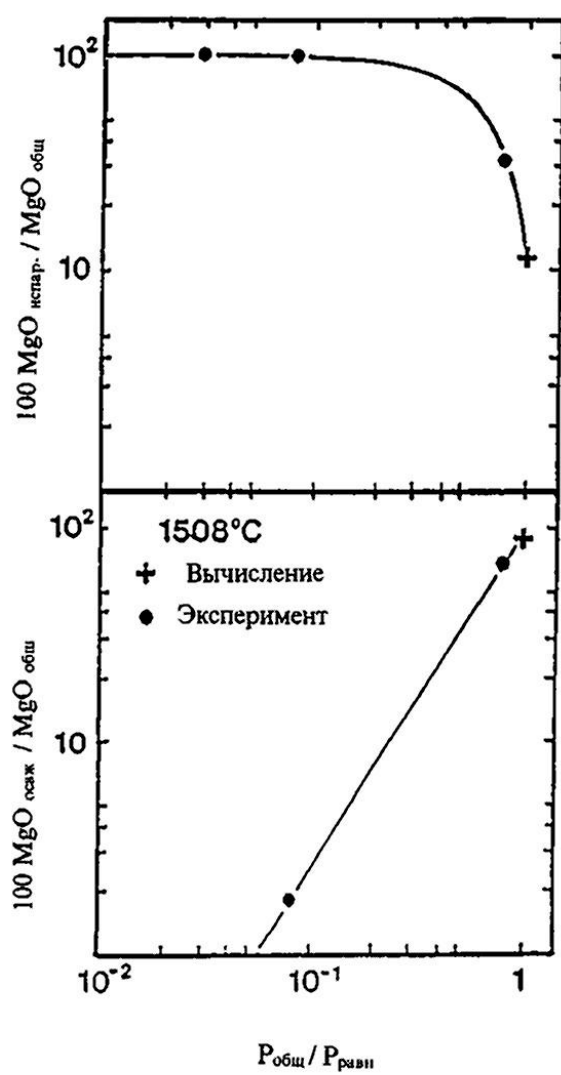
Фиг 4В



Фиг 5А



Фиг 5В



Фиг. 6