

- 0,14; Al_2O_3 - 0,11; TiO_2 - 0,07; MnO - 0,10; CaO и MgO - 0,12; общее содержание примесей составляет 0,54%.

Полученный концентрат пригоден для получения высших сортов порошкового железа и в производстве аккумуляторов. На Сулинском металлургическом заводе концентрат восстановлен до порошкового железа, которое превосходит по чистоте аналогичный продукт зарубежных фирм. Партия порошкового железа направлена на Волжский автозавод для изготовления опытных деталей автомобилей.

Полученные результаты далеко не исчерпывают возможностей автоклавно-щелочного способа. Используя уравнение (3), приведенное выше, нетрудно показать, что увеличение температуры выщелачивания до $220^{\circ}C$ позволит довести остаточное содержание SiO_2 в руде до 0,012% и соответственно уменьшить содержание других примесей. Следовательно, при промышленном использовании автоклавно-щелочного способа для очистки магнетитовых руд следует рекомендовать проведение процесса выщелачивания при более высокой температуре.

Литература

1. Н.А.Вожова, Л.Л.Кузьмин. Известия вузов. "Химия и хим.технология", 8, 5, 623, 1965.
2. Н.П.Курин, Н.Ф.Стась. ЖХ, 44, 10, 2251, 1971; 44, 8, 1710, 1970.

ПРОМЫШЛЕННЫЕ ИСПЫТАНИЯ АВТОКЛАВНО-ЩЕЛОЧНОГО СПОСОБА ОЧИСТКИ ЖЕЛЕЗНЫХ РУД ОТ ПРИМЕСЕЙ

Н.П.Курин, Н.Ф.Стась

В предыдущих работах /1,2/ нами показано, что при обработке железных руд растворами едкого натра примеси кремния и алюминия выщелачиваются в раствор в виде силиката и алюмината натрия. Резкое увеличение скорости реакций наблюдается при проведении процесса при повышенных температурах в автоклаве: например, при $200^{\circ}C$ выщелачивание окислов кремния и алюминия заканчивается за 15 минут, при $140^{\circ}C$ - за 2,5 часа, тогда как при $100^{\circ}C$ процесс продолжается несколько суток. Скорость процесса при постоянной температуре выражается уравнением перво-

го порядка, а при плавном повышении температуры - уравнением

$$10^6 \cdot \lg \frac{2,3}{T_2} \lg \frac{1}{1-x} = 11,37 - 4283/T. \quad (I)$$

При использовании автоклавно-щелочного способа в лабораторных условиях получен железо-рудный концентрат такой чистоты, которая физико-механическими методами обогащения недостижима / 2 /.

Учитывая, что ряд отраслей промышленности - порошковая металлургия, аккумуляторная технология, некоторые химические производства, электроника - испытывают острую потребность в высокочистом концентрате, мы продолжили исследования в этом направлении. Проведены промышленные испытания, целью которых являлась проверка автоклавно-щелочного способа в заводских условиях, сходимости результатов при увеличении размеров аппаратуры, а также получение крупной партии концентрата.

Испытания проводились в автоклаве емкостью 1000 л, рассчитанном на давление 2,5 атм. Обогрев автоклава осуществлялся "глухим" паром, перемешивание - якорной мешалкой со скоростью 50 об/мин. Выщелачивание проводилось по следующей методике. Сначала в автоклав подавалось отмеренное количество раствора едкого натра, затем, при включенной мешалке, через люк загружалось заданное количество руды. После этого люк герметично закрывался и в рубашку автоклава подавался греющий пар. После разогрева и выдержки при заданной температуре отключалась подача пара, выключалось перемешивание, сбрасывалось избыточное давление и проводился 20-ти минутный отстой пульпы. Декантат (раствор щелочи, содержащий извлеченные из руды примеси) сжатым воздухом передавался в отдельную емкость, а в автоклав заливался горячий конденсат для промывки. Промывка продолжалась примерно 15÷20 минут, после чего пульпа направлялась на нутч-фильтр. Отфильтрованная очищенная руда (концентрат) дополнительно промывалась горячим конденсатом и сушилась.

В испытаниях использовалась руда Криворожского месторождения с содержанием окислов железа 91,5 %, примесей кремния в пересчете на SiO_2 - 5,3 %, примесей алюминия в пересчете на Al_2O_3 - около 1,0 %; ситовой состав руды был выдержан в пределах 2 мм. Растворы едкого натра готовились из твердого каустика марки "Диафрагменный" (ГОСТ 2263-59). Ввиду низкого рабочего давления автоклава, температуру процесса поддерживать выше

142°C не представлялось возможным, в связи с этим была увеличена продолжительность выдержки руды в автоклаве.

Показатели технологического режима и результаты по очистке руды от примесей кремния приведены в табл. I.

Таблица I

Режимы выщелачивания и показатели по очистке от кремния криворожской железной руды в промышленном автоклаве

Режимы и показатели	№ операции	
	I	II
Количество обработанной руды, кг	340	380
Количество раствора щелочи, кг	1070	1070
Концентрация $NaOH$ в растворе, %	40	40
Соотношение Ж:Т	3,14	3,14
Максимальная температура процесса, °C	138,0	141,5
Максимальное давление, атм	1,9	2,2
Время выдержки при максимальной температуре, час	2,0	2,0
Содержание SiO_2 в руде после выщелачивания, %	0,10	0,08
Степень выщелачивания SiO_2 , %	98,1	98,5

Как следует из табл. I, несмотря на сравнительно низкую температуру процесса (согласно результатам лабораторных исследований, температуру желательно поддерживать на уровне 160-200°C / 2 /), степень извлечения примесей кремния составила в обеих операциях более 98%.

Спектральными методами проведены анализы руды и концентрата на содержание основных компонентов и макропримесей. Результаты анализов, приведенные в табл. 2, свидетельствуют о том, что, несмотря на пониженные температуры, наряду с кремнием выщелачиваются примеси алюминия, магния, титана, марганца.

Из табл. 2 следует, что содержание окислов железа в полученном концентрате составляет 98,0%, окиси кремния - 0,08%, алюминия - 0,06%, кальция и магния - 0,37. Остальные 1,36% составляют окислы легирующих металлов - титана и марганца. Железорудный концентрат такой высокой чистоты на промышленной

аппаратуре получен впервые.

Таблица 2

Химический состав криворожской руды до и после обработки в промышленном автоклаве

Компоненты	Содержание в исходной руде, %	Содержание в концентрате	
		после операции I	после операции II
Fe_2O_3	90,2	97,0	97,3
FeO	1,3	0,8	0,7
SiO_2	5,3	0,10	0,08
Al_2O_3	1,0	0,08	0,06
TiO_2	1,6	1,34	1,26
MnO	0,11	0,10	0,10
CaO	0,40	0,34	0,34
MgO	0,05	0,03	0,03

Ситовой анализ, измерения насыпного веса и удельной поверхности показали, что структурные характеристики руды после очистки ее от примесей улучшаются: руда заметно измельчается, удельная поверхность увеличивается на 25-30%, что должно облегчить процессы восстановления концентрата на заводах по производству железных порошков и аккумуляторов.

Выход концентрата составил 91,7% от переработанной руды, выщелоченные примеси составили 6,6%, механические потери - 1,7%. Для сравнения можно указать, что выход концентрата при использовании методов флотации и магнитной сепарации составляет 70%.

Испытания подтвердили возможность промышленного использования автоклавно-щелочного способа обогащения железных руд. Наблюдаемая степень очистки руды от окиси кремния в промышленном и лабораторном автоклавах при температуре 141,5°C составила соответственно 98,5 и 98,8% (рассчитано по уравнению (1)). Сходимость результатов промышленных и лабораторных опытов свидетельствует о том, что значительное увеличение размера аппа-

рата не сопровождается принципиальными изменениями кинетических закономерностей протекания процессов массо- и теплообмена и химического реагирования. В связи с этим проектирование промышленной аппаратуры можно проводить на основе лабораторных исследований методом масштабного моделирования.

Литература

1. Н.П.Курин, Н.Ф.Стась. ЖПХ, 44, 1710, 1971.
2. Н.П.Курин, Н.Ф.Стась. ЖПХ, 44, 2251, 1971.

ИССЛЕДОВАНИЕ В ОБЛАСТИ ХИМИИ ПРОИЗВОДНЫХ КАРБАЗОЛА. ИЗУЧЕНИЕ МЕХАНИЗМА ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ОКИСИ ОЛЕФИНОВ С КАРБАЗОЛАМИ В ЩЕЛОЧНОЙ СРЕДЕ. П. КИНЕТИКА ВЗАИМОДЕЙ- СТВИЯ ОКИСИ ПРОПИЛЕНА С НИТРОКАРБАЗОЛАМИ.

И.П.Жеребцов, В.П.Лопатинский, С.П.Юдина, В.В.Гальцова, Т.Н.Зорина

Ранее / 1 / была изучена кинетика реакции 3-нитрокарбазола (3-нк) с окисью пропилена в условиях основного катализа. Было показано, что реакция состоит из нескольких стадий, первой из которых является ионизация 3-нк под действием едкого кали и среды. Во второй, лимитирующей, стадии происходит образование тримолекулярного комплекса, состоящего из 3-нк, окиси пропилена и протонодонорного растворителя (спирта).

Интересно было проследить поведение нитрокарбазолов, имеющих как электроноакцепторные, так и электронодонорные заместители в ядре, в этой реакции на обеих стадиях. Нами была изучена кинетика реакции в этиловом спирте для следующих нитрокарбазолов: 3-метил-6-нитрокарбазола (3-м-6-нк), 3-хлор-6-нитрокарбазола (3-х-6-нк), 3-йод-6-нитрокарбазола (3-й-6-нк) и 3,6-динитрокарбазола (3,6-днк).

Все эти соединения являются слабыми кислотами, способными при ионизации давать, как и 3-нк, окрашенные анионы, оптические свойства которых позволяют использовать фотометрический метод для контроля за непрореагировавшим нитрокарбазолом / 2 /.

Значения pK_a нитрокарбазолов как кислот приведены в таблице.