具体实施方式

**[0042]**    下面结合附图对本发明作详细的描述：

**[0043]**    参阅图1至图3，本发明所述的以白云石为原料制备金属镁的方法属于真空冶金技术领域的一种以白云石为原料制备金属镁的方法。旨在克服现有技术存在的镁还原效率低、能耗大、生产周期长及污染严重等问题。本方法以白云石为原料，破碎后利用连续式真空煅烧炉煅烧，得到高活性煅白和二氧化碳；将二氧化碳回收作为化工原料继续利用；高温煅白直接进入充满非氧化性保护气体的热交换器中冷却并进行热量回收；冷却后的煅白加入硅铁(或铝或铝硅合金)、萤石进行混合、球磨后制团；真空高温热还原，得到金属镁及炉渣副产物。

**[0044]**    以白云石为原料制备金属镁的方法的详细工艺步骤如下：

**[0045]**    1.破碎白云石

**[0046]**    将白云石破碎成粒度为3～5mm的颗粒。

**[0047]**    2.真空低温轻煅

**[0048]**    利用连续式真空煅烧炉将经过破碎的白云石颗粒在煅烧温度为500～1000℃和炉内压力为10000～60000Pa条件下轻煅1～3h。升温过程中，白云石颗粒中的MgCO3、CaCO3依次分解，反应式为：

**[0049]**    CaMg(CO3)2＝CaCO3+MgO+CO2↑和

**[0050]**    CaCO3＝CaO+CO2↑，

**[0051]**    连续式真空煅烧炉内产生的二氧化碳向炉前(白云石进入)端流动并与向后运动的白云石颗粒进行热交换，加热向后运动的白云石颗粒，降温后的二氧化碳气体从炉前端的收集口进入二氧化碳收集系统。达到能耗降低10％以上，回收的二氧化碳作为生产尿素和碳酸氢铵肥的原料继续利用，排放量基本为零。在连续式真空煅烧炉尾(出料)端得到煅烧的氧化镁和氧化钙的混合物(煅白)。

**[0052]**    3.冷却并回收热量

**[0053]**    将高温(900～1000℃)煅白从连续式真空煅烧炉中出料后，直接进入充满非氧化性保护气体的热交换器中冷却，进行热量回收，不存在热量损耗。然后进入混料机与其他配料混合。所述的非氧化性保护气体是指二氧化碳气体、氮气或者是氩气(以下相同)。

**[0054]**    4.混合配料球磨

**[0055]**    将室温状态的煅白与预定数量的还原剂、熔剂直接放入充满非氧化性保护气体的混料机中混合成混合料。再在充满非氧化性保护气体的行星球磨机中将上述混合料进行研磨，研磨介质一般为高铬钢球，混合料与研磨介质和球磨罐之间的体积比为1∶2～2.5∶4.5～5，行星球磨机转速为400±50rpm，研磨后混合料粒度小于0.15mm。

**[0056]**    所述的还原剂是按重量百分比含50～95％Si的硅铁、铝或含50～90％Al和10～50％Si的铝硅合金；

**[0057]**    所述的熔剂是按重量百分比含CaF2＞94％的萤石；

**[0058]**    所述的混合料是按摩尔比配备的，还原剂与氧化镁的摩尔比为：

**[0059]**    Si∶MgO＝0.5～0.8mol

**[0060]**    或Al∶MgO＝0.65～0.9mol

**[0061]**    或Si∶MgO＝0.5～0.8mol和Al∶MgO＝0.65～0.9mol；

**[0062]**    萤石按重量百分比占氧化镁和氧化钙混合物与硅铁量(或铝或铝硅合金)的3％。

**[0063]**    5.混合料制团

**[0064]**    在非氧化性保护气体中，用压球机在压形压力为1372.9×105～1471×105Pa下将混合料压成核桃形球团，容重1.95～2.05g/cm3，再用充满非氧化性保护气体的容器密封保存。

**[0065]**    6.真空高温热还原

**[0066]**    耐热合金还原罐经过烘(烤)后，向其中加入混合料球团，然后依次装入隔热板、镁结晶器、钾钠捕集器，再封盖。以5～15℃/min的升温速度升温至1100～1200℃，将耐热合金还原罐抽真空，压力控制在1～13Pa，还原4～6h，发生还原反应，当还原剂为含50～95％Si的硅铁时，反应式为：

**[0067]**    2(MgO·CaO)+Si(Fe)＝2Mg↑+2CaO·SiO2+(Fe)

**[0068]**    或当还原剂为铝时，反应式为：

**[0069]**    9MgO+5CaO+6Al＝9Mg↑+5CaO·3Al2O3

**[0070]**    或当还原剂为铝硅合金时，反应式为：

**[0071]**    9MgO+5CaO+6Al＝9Mg↑+5CaO·3Al2O3和

**[0072]**    2(MgO·CaO)+Si(Fe)＝2Mg↑+2CaO·SiO2+(Fe)

**[0073]**    得镁蒸气，镁蒸气进入真空冷凝，冷凝器温度控制在560～580℃。

**[0074]**    7.取镁块及炉渣利用

**[0075]**    当冷凝器内剩余压力＜5Pa后，关闭真空泵，冷却至室温下，打开耐热合金还原罐使其内部变为非真空，从冷凝器上收集到结晶良好的高纯金属镁块，同时将耐热合金还原罐内残渣经粉磨后制成硅酸钙肥和铸型硬化剂，整个热还原过程为4～6h。

**[0076]**    实施例1

**[0077]**    1.将成分如表1所示10kg白云石原料破碎成粒度为3～5mm的颗粒。

**[0078]**    表1 白云石成分

**[0079]**

**[0080]**    2.真空低温轻煅白云石

**[0081]**    1)将白云石经过破碎的颗粒放在连续式真空煅烧炉中煅烧1h，温度控制在750℃左右，发生化学反应，反应式为：

**[0082]**    CaMg(CO3)2＝CaCO3+MgO+CO2↑和

**[0083]**    CaCO3＝CaO+CO2↑

**[0084]**    得到二氧化碳气体、氧化镁和碳酸钙的混合物(煅白)，其中煅白5.91kg。

**[0085]**    2)将连续式真空煅烧炉内产生的二氧化碳回收作为生产尿素和碳酸氢铵肥的原料继续利用。

**[0086]**    3.冷却煅白并回收热量

**[0087]**    将750℃的煅白直接进入充满非氧化性保护气体(二氧化碳气体，以下相同)的热交换器中冷却回收热量，冷却之后的煅白温度为23±2℃。

**[0088]**    4.混合配料球磨

**[0089]**    1)将在第3步骤冷却之后的煅白直接放入充满非氧化性保护气体的混料机中，按与氧化镁的摩尔比将还原剂即含75％Si的硅铁0.90kg和熔剂即含CaF2＞94％的萤石(按重量百分比)0.20kg混合成混合料。再在充满非氧化性保护气体的行星球磨机中将混合料进行研磨，混合料与高铬钢球和球磨罐之间的体积比为1∶2∶4.5，球磨机转速为350rpm，混合料在行星球磨机中细磨至粒度小于0.15mm。

**[0090]**    2)将在第3步骤冷却之后的煅白直接放入充满非氧化性保护气体的混料机中，按与氧化镁的摩尔比将1.02kg的铝或1.06kg的80％铝+20％硅或1.14kg的50％铝+50％硅(替代0.90kg含75％硅的硅铁)和熔剂即含CaF2＞94％的萤石(按重量百分比)0.21kg(对不同组分与含量的还原剂含CaF2＞94％的萤石的用量皆为0.21kg)混合成混合料。再在充满非氧化性保护气体的行星球磨机中将上述混合料进行研磨，混合料与高铬钢球和球磨罐之间的体积比为1∶2∶4.5，球磨机转速为350rpm，混合料在行星球磨机中细磨至粒度小于0.15mm。

**[0091]**    5.混合料制团

**[0092]**    在非氧化性保护气体中，用压球机将混合料在压形压力为1372.9×105Pa下压成核桃形球团，容重为1.95g/cm3，再用充满非氧化性保护气体的容器将其密封保存。

**[0093]**    6.真空高温热还原

**[0094]**    耐热合金还原罐经过烘(烤)后，向还原罐中加入混合料球团，然后依次装入隔热板、镁结晶器、钾钠捕集器，再封盖、抽真空。当温度升至1100℃时，还原罐内压力控制在1～13Pa，发生还原反应，当还原剂为含75％Si的硅铁时，反应式为：

**[0095]**    2(MgO·CaO)+Si(Fe)＝2Mg↑+2CaO·SiO2+(Fe)

**[0096]**    或当还原剂为铝时，反应式为：

**[0097]**    9MgO+5CaO+6Al＝9Mg↑+5CaO·3Al2O3

**[0098]**    或当还原剂为铝硅合金时，反应式为：

**[0099]**    9MgO+5CaO+6Al＝9Mg↑+5CaO·3Al2O3和

**[0100]**    2(MgO·CaO)+Si(Fe)＝2Mg↑+2CaO·SiO2+(Fe)

**[0101]**    得到镁蒸气。镁蒸气进入真空冷凝，冷凝器温度控制在560～580℃。

**[0102]**    7.取镁块及炉渣利用

**[0103]**    当冷凝器内剩余压力＜5Pa后，关闭真空泵，冷却至室温下，打开耐热合金还原罐使其内部变为非真空，从冷凝器上收集到结晶良好的金属镁块1.20kg，同时将耐热合金还原罐内的残渣粉磨后制成硅酸钙肥和铸型硬化剂。镁的纯度为98.5％，还原率达91.2％(还原剂为铝、80％铝+20％硅和50％铝+50％硅时，对应还原率分别为：91.1％、91.8％和91.7％)，整个热还原过程为4h。

**[0104]**    实施例2

**[0105]**    1.将成分如表1所示10kg白云石原料破碎成粒度为3～5mm的颗粒。

**[0106]**    表1 白云石成分

**[0107]**

**[0108]**    2.真空低温轻煅白云石

**[0109]**    1)将白云石经过破碎的颗粒放在连续式真空煅烧炉中煅烧2h，温度控制在850℃左右，发生化学反应，反应式为：

**[0110]**    CaMg(CO3)2＝CaCO3+MgO+CO2↑和

**[0111]**    CaCO3＝CaO+CO2↑

**[0112]**    得到二氧化碳气体、氧化镁和碳酸钙的混合物(煅白)5.64kg。

**[0113]**    2)将连续式真空煅烧炉内产生的二氧化碳回收作为生产尿素和碳酸氢铵肥的原料继续利用。

**[0114]**    3.冷却煅白并回收热量

**[0115]**    将850℃的煅白直接进入充满非氧化性保护气体(氮气，以下相同)的热交换器中冷却回收热量，冷却之后的煅白温度为23±2℃。

**[0116]**    4.混合配料球磨

**[0117]**    1)将在第3步骤冷却之后的煅白直接放入充满非氧化性保护气体的混料机中，按与氧化镁的摩尔比将还原剂即含75％Si的硅铁1.20kg和熔剂即含CaF2＞94％的萤石(按重量百分比)0.21kg混合成混合料。再在充满非氧化性保护气体的行星球磨机中将混合料进行研磨，混合料与高铬钢球和球磨罐之间的体积比为1∶2∶5，球磨机转速为400rpm，混合料在行星球磨机中细磨至粒度小于0.15mm。

**[0118]**    2)将在第3步骤冷却之后的煅白直接放入充满非氧化性保护气体的混料机中，按与氧化镁的摩尔比将1.16kg的铝或1.22kg的80％铝+20％硅或1.33kg的50％铝+50％硅(替代1.20kg含75％硅的硅铁)和熔剂即含CaF2＞94％的萤石(按重量百分比)0.21kg(对不同组分与含量的还原剂含CaF2＞94％的萤石的用量皆为0.21kg)混合成混合料。再在充满非氧化性保护气体的行星球磨机中将上述混合料进行研磨，混合料与高铬钢球和球磨罐之间的体积比为1∶2∶5，球磨机转速为400rpm，混合料在行星球磨机中细磨至粒度小于0.15mm。

**[0119]**    5.混合料制团

**[0120]**    在非氧化性保护气体中，用压球机将混合料在压形压力为1400×105Pa下压成核桃形球团，容重为2.0g/cm3，再用充满非氧化性保护气体的容器将其密封保存。

**[0121]**    6.真空高温热还原

**[0122]**    耐热合金还原罐经过烘(烤)后，向耐热合金还原罐中加入混合料球团，然后依次装入隔热板、镁结晶器、钾钠捕集器，再封盖、抽真空。当温度升至1150℃时，耐热合金还原罐内压力控制在1～13Pa，发生还原反应，当还原剂为含75％Si的硅铁时，反应式为：

**[0123]**    2(MgO·CaO)+Si(Fe)＝2Mg↑+2CaO·SiO2+(Fe)

**[0124]**    或当还原剂为铝时，反应式为：

**[0125]**    9MgO+5CaO+6Al＝9Mg↑+5CaO·3Al2O3

**[0126]**    或当还原剂为铝硅合金时，反应式为：

**[0127]**    9MgO+5CaO+6Al＝9Mg↑+5CaO·3Al2O3和

**[0128]**    2(MgO·CaO)+Si(Fe)＝2Mg↑+2CaO·SiO2+(Fe)

**[0129]**    得到镁蒸气。镁蒸气进入真空冷凝，冷凝器温度控制在560～580℃。

**[0130]**    7.取镁块及炉渣利用

**[0131]**    当冷凝器内剩余压力＜5Pa后，关闭真空泵，冷却至室温下，打开耐热合金还原罐使其内部变为非真空，从冷凝器上收集到结晶良好的金属镁块1.22kg，同时将耐热合金还原罐内的残渣粉磨后制成硅酸钙肥和铸型硬化剂。镁的纯度为99.1％，还原率达93.4％(还原剂为铝、80％铝+20％硅和50％铝+50％硅时，对应还原率分别为：92.9％、94.1％和93.7％)，整个热还原过程为5h。

**[0132]**    实施例3

**[0133]**    1.将成分如表1所示10kg白云石原料破碎成粒度为3～5mm的颗粒。

**[0134]**    表1 白云石成分

**[0135]**

**[0136]**    2.真空低温轻煅白云石

**[0137]**    1)将白云石经过破碎的颗粒放在连续式真空煅烧炉中煅烧3h，温度控制在950℃左右，发生化学反应，反应式为：

**[0138]**    CaMg(CO3)2＝CaCO3+MgO+CO2↑和

**[0139]**    CaCO3＝CaO+CO2↑

**[0140]**    得到二氧化碳气体、氧化镁和碳酸钙的混合物(煅白)5.21kg。

**[0141]**    2)将连续式真空煅烧炉内产生的二氧化碳回收作为生产尿素和碳酸氢铵肥的原料继续利用。

**[0142]**    3.冷却煅白并回收热量

**[0143]**    将950℃的煅白直接进入充满非氧化性保护气体(氩气，以下相同)的热交换器中冷却回收热量，冷却之后的煅白温度为23±2℃。

**[0144]**    4.混合配料球磨

**[0145]**    1)将在第3步骤冷却之后的煅白直接放入充满非氧化性保护气体的混料机中，按与氧化镁的摩尔比将还原剂即含75％Si的硅铁1.40kg和熔剂即含CaF2＞94％的萤石(按重量百分比)0.20kg混合成混合料。再在充满非氧化性保护气体的行星球磨机中将混合料进行研磨，混合料与高铬钢球和球磨罐之间的体积比为1∶2∶5.5，球磨机转速为450rpm，混合料在行星球磨机中细磨至粒度小于0.15mm。

**[0146]**    2)将在第3步骤冷却之后的煅白直接放入充满非氧化性保护气体的混料机中，按与氧化镁的摩尔比将1.31kg的铝或1.43kg的80％铝+20％硅或1.52kg的50％铝+50％硅(替代1.40kg含75％硅的硅铁)和熔剂即含CaF2＞94％的萤石(按重量百分比)0.20kg(对不同组分与含量的还原剂含CaF2＞94％的萤石的用量皆为0.20kg)混合成混合料。再在充满非氧化性保护气体的行星球磨机中将上述混合料进行研磨，混合料与高铬钢球和球磨罐之间的体积比为1∶2∶5.5，球磨机转速为450rpm，混合料在行星球磨机中细磨至粒度小于0.15mm。

**[0147]**    5.混合料制团

**[0148]**    在非氧化性保护气体中，用压球机将混合料在压形压力为1471×105Pa下压成核桃形球团，容重为2.05g/cm3，再用充满非氧化性保护气体的容器将其密封保存。

**[0149]**    6.真空高温热还原

**[0150]**    耐热合金还原罐经过烘(烤)后，向耐热合金还原罐中加入混合料球团，然后依次装入隔热板、镁结晶器、钾钠捕集器，再封盖、抽真空。当温度升至1200℃时，耐热合金还原罐内压力控制在1～13Pa，发生还原反应，当还原剂为含75％Si的硅铁时，反应式为：

**[0151]**    2(MgO·CaO)+Si(Fe)＝2Mg↑+2CaO·SiO2+(Fe)

**[0152]**    或当还原剂为铝时，反应式为：

**[0153]**    9MgO+5CaO+6Al＝9Mg↑+5CaO·3Al2O3

**[0154]**    或当还原剂为铝硅合金时，反应式为：

**[0155]**    9MgO+5CaO+6Al＝9Mg↑+5CaO·3Al2O3和

**[0156]**    2(MgO·CaO)+Si(Fe)＝2Mg↑+2CaO·SiO2+(Fe)

**[0157]**    得到镁蒸气。镁蒸气进入真空冷凝，冷凝器温度控制在560～580℃。

**[0158]**    7.取镁块及炉渣利用

**[0159]**    当冷凝器内剩余压力＜5Pa后，关闭真空泵，冷却至室温下，打开耐热合金还原罐使其内部变为非真空，从冷凝器上收集到结晶良好的金属镁块1.23kg，同时将耐热合金还原罐内的残渣粉磨制成硅酸钙肥和铸型硬化剂。镁的纯度为99.2％，还原率达94.8％(还原剂为铝、80％铝+20％硅和50％铝+50％硅时，对应还原率分别为：93.8％、95.4％和93.9％)，整个热还原过程为6h。

**[0160]**    结论是：

**[0161]**    1.根据以白云石为原料制备金属镁的方法，破碎的白云石颗粒在连续式真空煅烧炉中随煅烧时间增加，温度升高，氧化镁和碳酸钙的混合物(煅白)增加，产生的二氧化碳回收作为生产尿素和碳酸氢铵肥的原料增加，煅白经热交换器冷却回收热量增加。

**[0162]**    2.根据以白云石为原料制备金属镁的方法，在结论1的基础上，冷却之后的煅白与还原剂的混合料与高铬钢球和球磨罐之间的体积比增加，球磨机转速增加，混合料粒度变小，制团压形压力增加。

**[0163]**    3.根据以白云石为原料制备金属镁的方法，在结论1、2的基础上，随还原温度升高，镁的还原率增加，纯度提高，残渣粉磨后制成的硅酸钙肥和铸型硬化剂减少，整个工艺过程时间缩短。