

Түйіндеме

Құрамында 38 % кремнезем және 42 % кальций оксиді бар фосфорлы қождың физикалық-химиялық қасиеттері зерттелді және полиметалдық штейндерді конвертерлеу үшін қажетті фосфорлы қож бен кеннен тұратын (75,0 немесе 98,8 % SiO_2) силикатты-әктасты қождаманың оңтайлы құрамы анықталды. Алғашқы түзілген қождың (аморфты фаза) мелшері бойынша жүргізілген рентгенфазалық сараптама мәліметтерінің және фосфор ендірісінің техногенді қалдығы + кен қоспасының қождамалық қабілеттілігі шамасының негізінде конвертерлік қождаманың оңтайлы құрамы таңдалып алынды. Кен құрамына тәуелсіз, қождамадағы фосфорлы қождың құрамы 20 дан 25 %-ға дейін өзгеруі мүмкін. Зертханалық тәжірибелер арқылы, бір ғана кенде жүргізілетін конвертерлеумен салыстырғанда, құрамындағы мыстың мелшері әртүрлі және Fe/Pb 1-ден 2-ге дейін болатын полиметалдық штейндерді араластырылған қождаманың оңтайлы құрамымен конвертерлегенде қожбен кететін мыстың жоғалымы 1,4-2,2 есе азаятыны және $\text{Fe/Pb} > 1,5$ болғанда қорғасынның возгонға белінуі дәл сондай мелшерге артатыны анықталды. $\text{Fe/Pb} \approx 1,0$ қатынасында және силикатты-әктасты қождама пайдаланылғанда айдалып алынатын қорғасын мелшері өспейді, бірақ мыстың жоғалымы 1,2-2,4 есеге төмендейді.

Түйін сөздер: қождама, қожтүзілу, конвертерлеу, мыс, қорғасын, таралу.

Summary

Physical-chemical properties of phosphoric slag, containing about 38 % silica and 42 % calcium oxide were studied and optimal composition of silicate-lime flux for converting of polymetallic mattes, consisting of phosphoric slag and ore (75 or 98,8 % SiO_2) was chosen. Based on the data of roentgen-phase analyses indicating amount of primary slag (amorphous phase) and flux forming ability of mixture ore + waste of phosphor production (phosphoric slag) it was chosen optimal composition of converting flux. Independently of ore composition content of phosphoric slag in flux can be changed in the range of 20-25 %. It was established by laboratory experiment that converting of polymetallic mattes with different content of copper and ratio Fe/Pb from 1 to 2 at using optimal flux composition allows to decrease 1,4-2,2 time losses of copper with slag. In same time lead recovering into fumes increases at ratio $\text{Fe/Pb} > 1,5$ in comparison with converting only with silica ore. Increasing of this ratio assists in best lead converting into gas phase. At ratio $\text{Fe/Pb} \approx 1,0$ and using silicate-lime flux there is no increase of lead evaporating, but losses of copper decrease 1,2-2,4 time.

Key words: flux, slag forming, converting, copper, lead, distribution.

Поступила 02.06.2014

УДК 669.295.046.11

Комплексное использование
минерального сырья. № 3. 2014

А. А. УЛЬТАРАКОВА*, М. А. НАЙМАНБАЕВ, М. И. ОНАЕВ,
Н. Ш. АЛЖАНБАЕВА, Н. К. АХМАДИЕВА

АО «Центр наук о Земле, металлургии и обогащения», Алматы, *ult.alma@mail.ru

ПОЛУЧЕНИЕ ОБОГАЩЕННОГО НИОБИЕМ ПРОМПРОДУКТА ПО СХЕМЕ ОБЖИГ-СПЕКАНИЕ-ВЫЩЕЛАЧИВАНИЕ

В статье приведены результаты исследований процесса обжиг-спекания кеков с кальцинированной содой, полученных при выщелачивании возгонов пылевой камеры (ПК) титанового хлоратора с целью удаления примесей кремния, железа, алюминия и марганца выщелачиванием. Процесс обжиг-спекания проводился с разным количеством соды и при различных температурах спекания. Установлены оптимальные условия процесса обжиг-спекания кека: температура 900 °С, выдержка 1 ч, полуторакратный избыток соды от стехиометрически необходимого. При данных условиях обжига извлечение ниобия в кек составляет 93,4 %. Кремний, содержащийся в кеке от выщелачивания возгонов ПК при заданной температуре обжиг-спекания, взаимодействует с содой с образованием силиката натрия, растворимого в воде. Разработанная методика

выщелачивания огарков после обжиг-спекания включает: выщелачивание 2 % содовым раствором при соотношении Т:Ж=1:8 в течение 30 мин. в закрытом стакане, после фильтрации выщелачивание кека 5 % раствором соляной кислоты, при температуре 25 °С, соотношении Т:Ж=1:10, длительности обработки 2 ч.

Ключевые слова: обжиг-спекание, кек, возгоны пылевой камеры, сода, огарок, выщелачивание, ниобий, обогащение, титановое производство.

Введение. При переработке титансодержащего сырья ниобий практически теряется с хлоридными отходами, большая часть его содержится в возгонах ПК титанового хлоратора. Возгоны ПК, как и другие отходы, состоят из хлоридов щелочных и щелочноземельных металлов. Большинство методов переработки хлоридных отходов титанового производства основано на растворении их в воде или слабоокислом растворе с целью удаления из них хлоридов примесей, таких как Fe, Si, Al, Mn, Cr и другие [1-3]. Хлориды поливалентных металлов гидролизуются в воде и выпадают в осадок в виде оксидов ниобия и титана, а хлориды щелочных и щелочноземельных металлов остаются в растворе, который можно направлять на синтез карналлита ($\text{KMgCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Для того чтобы удалить из кека кремний, железо, алюминий, марганец применяют процесс обжиг-спекание с содой с последующим выщелачиванием огарка [4].

Целью данной работы является определение оптимальных параметров процесса обжиг-спекания кека, полученного при выщелачивании возгонов ПК титанового хлоратора с содой, с последующим выщелачиванием их для удаления примесных компонентов.

Реагенты. В качестве реагентов для проведения опытов использовали соду марки «тех.» ГОСТ 5100-85, соляную кислоту марки «х. ч.» ГОСТ 3118-77, дистиллированную воду.

Методы анализа. Качественный анализ огарков и кеков проводили с помощью атомно-эмиссионного спектрального анализа. Железо и алюминий в огарках определяли тетраметрическим методом, оксид кремния – гравиметрическим методом. Ионы натрия определяли на пламенном фотометре PFP7. Содержание элементов марганца, алюминия, хрома в небольших количествах определяли на атомно-абсорбционном спектрометре AA240 «Varian». Элемент ниобий определялся с помощью последовательного атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно-связанной плазмой Optima-8300DV («Perkin Elmer Inc.»), США).

Методика эксперимента. Исходными материалами для экспериментов служили кеки,

полученные от выщелачивания возгонов ПК 10 % раствором соляной кислоты, следующего состава, масс. %: 4,05 Nb; 21,6 Ti; 13,4 Fe; 0,45 Si, 2,1 Al; 0,67 Mn. Предварительно кеки тщательно перемешивались со стехиометрическим количеством соды из расчета на взаимодействие SiO_2 и Al_2O_3 . Вес загружаемого в тигель кека во всех опытах был постоянным – 30 г. Процесс обжиг-спекания первой серии опытов проводился в железных тиглях в муфельной печи SNOL 7,2/1300 с программным управлением для поддержания определенной температуры. После обжига огарок выщелачивался водой или 2 % содовым раствором в течение 30 мин, затем 5 или 10 % раствором соляной кислоты.

Вначале был исследован наиболее важный фактор, существенно определяющий экономичность процесса, – количество соды при обжиг-спекании кека. Из практики аналитической химии известно, что при определении содержания SiO_2 в различных материалах проводится обжиг-спекание навесок этих материалов с шестикратным (против стехиометрического) количеством соды. Такой большой избыток соды необходим для полного связывания SiO_2 в водорастворимый силикат натрия. В данном случае исследовалась возможность обжиг-спекания кеков со сравнительно небольшими, технологически приемлемыми, избытками соды с целью установить величину минимально необходимого избытка соды. Количество соды бралось двукратное, полуторакратное и стехиометрическое. Приготовленная смесь кека и соды загружалась в холодный тигель и нагревалась до необходимой температуры.

Согласно расчету, теоретически необходимое количество соды для связывания SiO_2 в 30 г кека составляло 0,24 г. Обжиг-спекание проводили при температурах 400, 600, 800 °С и выдержке 1 ч, а при температуре 900 °С – выдержка составляла 1 и 2 ч.

Наряду с определением оптимальных параметров процесса обжиг-спекания велись исследования по выщелачиванию огарков. Вначале выщелачивание огарка проводилось 2 % содовым раствором при соотношении Т:Ж=1:8 в течение 30 мин в закрытом стакане, пульпа не-

прерывно перемешивалась мешалкой. Затем по окончании выщелачивания пульпа подвергалась фильтрации и промывалась горячей водой в приемной воронке вакуум-фильтра. Кек высушивался и сдавался на химический анализ.

Параллельно проводились опыты по выщелачиванию огарков водой при соотношении Т:Ж=1:3; 1:6 при комнатной температуре в течение часа, затем при соотношении Т:Ж=1:6 в течение одного и двух часов при температуре 50 °С.

После выщелачивания огарков 2 % содовым раствором была проведена кислотная обработка полученных кеков. Обработка производилась по двум режимам: 5 % HCl, 10 % HCl при соотношении Т:Ж=1:10. Длительность обработки растворами HCl составляла 2 ч; затем концентрация кислоты снижалась до 2 % добавлением дистиллированной воды, обработка огарка продолжалась еще 10 мин. для проведения гидролиза ниобия, перешедшего в раствор, до Nb_2O_5 . Кислотная обработка проводилась с целью уменьшения содержания в кеке примесных металлов, таких как алюминий, железо и марганец.

Обсуждение результатов. Обжиг-спекание кека от выщелачивания возгонов ПК при температуре 900 °С и выдержке в течение 1 ч без избытка соды дает выход огарка 79,9 %, при полуторакратном избытке соды – 84,1 %, при двукратном – 83 %. Обжиг-спекание при температуре 900 °С, выдержке в течение 1 ч с полуторакратным избытком соды дал наименьшее содержание кремния в кеке после отмывки. Обжиг-спекание при температуре 900 °С, выдержке в течение 2 ч показал выход огарка 79,7 % без избытка соды, 83,5 % при полуторакратном избытке соды, а при двукратном избытке соды выход огарка составил 82 %.

В таблице 1 представлены данные по содержанию SiO_2 в кеках после выщелачивания полу-

Таблица 1 – Содержание SiO_2 в кеке после выщелачивания огарка 2 % раствором Na_2CO_3

Избыток соды при сплавлении, %	200	150	без избытка
Условия эксперимента	Содержание SiO_2 , %:		
400 °С, выдержка 1 ч	0,4	0,4	0,45
600 °С, выдержка 1 ч	0,2	0,3	0,32
800 °С, выдержка 1 ч	0,01	0,01	0,25
900 °С, выдержка 1 ч	0,01	0,001	0,3
900 °С, выдержка 2 ч	0,01	0,01	0,018

ченных при обжиг-спекании огарков 2 % раствором соды при соотношении Т:Ж=1:8 в течение 30 мин.

Минимальное содержание кремния в кеке при выщелачивании 2 % раствором соды огарка, полученного при температуре обжиг-спекания 900 °С кека с полуторакратным избытком соды и выдержке 1 ч, составляет 0,001 %. Щелочная среда раствора не позволяла соединениям ниобия переходить в раствор, поэтому ниобий оставался в кеке.

Для проведения опытов по выщелачиванию огарков водой использовали кеки от выщелачивания возгонов ПК, обожженные при температуре 400, 600, 800, 900 °С с полуторакратным количеством соды от стехиометрически необходимого. Навеску огарков брали в количестве 10 г и выщелачивали при температуре 25 °С при соотношении Т:Ж=1:3, 1:6 в течение часа. Данные по извлечению ниобия и кремния в кек при данных условиях выщелачивания огарков представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Извлечение ниобия и кремния в кек при выщелачивании огарков водой при различном соотношении Т:Ж

Наименование продукта	Т:Ж	Извлечение в кек, %		Т:Ж	Извлечение в кек, %	
		Nb	Si		Nb	Si
Огарок, 400 °С	1:3	59,4	98,1	1:6	60,0	94,6
Огарок, 600 °С		55,0	72,1		46,0	71,4
Огарок, 800 °С		59,4	60,1		48,7	59,1
Огарок, 900 °С		68,5	58,4		52,3	55,4

Извлечение ниобия в кек при соотношении Т:Ж=1:3 в интервале от 59,4 до 68,5 % определяет переход его в раствор до 31,5 %, а при соотношении Т:Ж=1:6 в интервале от 60 до 52,3 % переход в раствор – до 47,7 %. Выщелачивание огарков водой при комнатной температуре показало потери ниобия с раствором. Извлечение кремния в кек при соотношении Т:Ж=1:3 в интервале от 98,1 до 58,4 % показывает, что с увеличением температуры обжиг-спекания увеличивается извлечение кремния в раствор, тоже происходит и при соотношении Т:Ж=1:6.

Для определения влияния временного фактора провели опыты по выщелачиванию огарков при 50 °С при Т:Ж=1:6 и времени выщелачивания 1 ч и 2 ч. Результаты опытов приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Извлечение ниобия и кремния в кек при выщелачивании огарков водой в зависимости от времени выщелачивания

Наименование продукта	Время опыта, ч	Извлечение в кек, %		Время опыта, ч	Извлечение в кек, %	
		Nb	Si		Nb	Si
Огарок, 400 °С	1	55,2	80,1	2	57,5	82,6
Огарок, 600 °С		60,0	75,1		62,8	80,4
Огарок, 800 °С		62,5	72,6		63,2	70,1
Огарок, 900 °С		65,8	71,5		66,3	67,2

Из таблицы 3 видно, что с увеличением температуры обжиг-спекания и времени выщелачивания извлечение ниобия в кек увеличивается в интервале от 55,2 до 65,8 %, а извлечение кремния в кек уменьшается в интервале от 80,1 до 71,5 %. Опыты, проведенные при температуре 50 °С по выщелачиванию огарков водой, также показали потери ниобия в раствор.

Таким образом, при выщелачивании водой огарков после спекания было установлено, что часть ниобия переходит в раствор. Это показывает, что выщелачивание водой огарков нецелесообразно.

Обжиг-спекание с содой кеков от выщелачивания возгонов ПК первоначально проводили в железных тиглях, так как материал алундовых тиглей мог взаимодействовать с содой. После окончания обжига полученный огарок измельчали и выщелачивали раствором соды для предотвращения перехода ниобия в раствор и повышения основности среды выщелачивания огарка. Выщелачивание проводили при соотношении Т:Ж=1:8 2 % раствором Na_2CO_3 , так как слабоосновный раствор соды предотвращает

переход хорошо растворимого в воде Na_2SiO_3 в слабо растворимое соединение $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$. Процесс выщелачивания огарка проводился в течение 30 мин., затем пульпа фильтровалась.

После выщелачивания огарка содой проводилась кислотная обработка по двум режимам: 5 и 10 % раствором HCl при соотношении Т:Ж=1:10 и длительности обработки 2 ч; затем концентрация кислоты снижалась до 2 % путем добавления дистиллированной воды, обработка огарка продолжалась еще 10 мин. для проведения гидролиза соединений ниобия при pH 2-3, перешедших в раствор.

В таблице 4 представлены данные по содержанию примесей в кеках от выщелачивания огарков при различных температурах спекания в железных тиглях и выдержке в течение часа при полуторакратном избытке соды от стехиометрически необходимого. По приведенным в таблице 4 результатам видно, что содержание железа в кеках после выщелачивания 5 и 10 % растворами соляной кислоты достаточно высокое и составляет от 14,2 до 20,7 %, что свидетельствует о переходе ионов железа из материала тигля в огарок. Происходит побочная реакция, в результате которой часть соды расходуется на связывание оксидов железа, а не SiO_2 .

Исследованиями было определено, что с повышением температуры обжига в кек от выщелачивания огарка соляной кислотой уменьшается содержание примесей, но содержание железа в кеках остается повышенным за счет перехода железа в огарок из материала тигля.

Таблица 4 – Химический состав кеков от выщелачивания огарков из железных тиглей растворами соляной кислоты при различных температурах обжиг-спекания

Наименование продукта	Содержание, масс. %				
	Nb	Fe	Si	Al	Mn
Температура обжига 400 °С					
Кек от выщелачивания огарка 5 % раствором HCl	4,5	14,2	0,3	0,45	0,54
Кек от выщелачивания огарка 10 % раствором HCl	4,7	15,8	0,32	0,41	0,43
Температура обжига 600 °С					
Кек от выщелачивания огарка 5 % раствором HCl	4,3	14,5	0,21	0,4	0,52
Кек от выщелачивания огарка 10 % раствором HCl	4,1	18,3	0,18	0,3	0,41
Температура обжига 800 °С					
Кек от выщелачивания огарка 5 % раствором HCl	4,2	19,3	0,001	0,2	0,41
Кек от выщелачивания огарка 10 % раствором HCl	4,1	20,7	0,001	0,15	0,39

С целью предотвращения перехода железа в спек были проведены исследования по обжиг-спеканию с содой кеков в графитовых тиглях при тех же условиях, что и в железных тиглях при температурах 400, 600, 800 °С, выдержка велась в течение часа. Количество соды бралось полуторакратным от стехиометрически необходимого. Полученные огарки сначала отмывались 2 % содовым раствором, фильтровались, затем выщелачивались 5 и 10 % растворами соляной кислоты в течение двух часов по вышеописанной методике. В конце выщелачивания добавлялась дистиллированная вода для уменьшения концентрации соляной кислоты до 2 %, при которой значения pH пульпы составляло 2-3.

В таблице 5 представлены данные по содержанию примесей в кеках от выщелачивания огарков из графитовых тиглей при различных температурах спекания с полуторакратным избытком соды при выщелачивании 5 и 10 % растворами соляной кислоты.

Из данных таблицы 5 видно, что содержание железа в кеках от выщелачивания огарков из графитовых тиглей уменьшается в несколько раз по сравнению с кеками от обжига в железных тиглях. Достигается уменьшение содержания и остальных примесных металлов в кеке от выщелачивания соляной кислотой при увеличении температуры обжига кека. Лучший результат получен при температуре 800 °С, где огарок выщелачивался 10 % раствором соляной кислоты.

Аналогичные исследования по выщелачиванию соляной кислотой были проведены с огарками, полученными при температуре 900 °С, выдержке 1 ч. Обжиг-спекание проводилось с кеками от выщелачивания возгонов ПК другой партии 10 % раствором соляной кислоты и стехиометрически необходимым количеством соды, с полуторакратным и двукратным содержанием соды в шихте от стехиометрически необходимого. Исследуемые кеки имели следующий состав, масс. %: 0,95 Nb; 14,55 Ti; 4,29 Fe; 4,3 Si; 4,09 Al; 0,48 Mn. Полученные огарки выщелачивались сначала 2 % раствором соды, а затем 5 и 10 % растворами HCl. В таблице 6 представлены данные по содержанию примесей в кеках от выщелачивания огарков при 900 °С, выдержке 1 ч с различными содержаниями соды и условий выщелачивания соляной кислотой.

Из данных, приведенных в таблице 6, видно, что при обжиге с полуторакратным содержанием соды в шихте, при выщелачивании кека 5 % раствором HCl содержание примесей минимально, а извлечение ниобия в кек составило 93,4 %.

В результате было достигнуто уменьшение содержания железа в 6 раз в кеках при выщелачивании огарков соляной кислотой.

Таким образом, установлены оптимальные условия процесса обжиг-спекания: 1,5 кратный избыток соды в шихте обжиг-спекания кека от выщелачивания возгонов ПК, температура 900 °С, выдержка 1 ч в графитовом тигле.

Таблица 5 – Химический состав кеков от выщелачивания огарков из графитовых тиглей растворами соляной кислоты при различных температурах обжиг-спекания

Наименование продукта	Содержание, масс. %				
	Nb	Fe	Si	Al	Mn
Температура обжига 400 °С					
Кек от выщелачивания огарка 5 % раствором HCl	4,5	4,3	0,28	0,4	0,5
Кек от выщелачивания огарка 10 % раствором HCl	4,7	3,1	0,25	0,38	0,47
Температура обжига 600 °С					
Кек от выщелачивания огарка 5 % раствором HCl	4,1	3,4	0,18	0,3	0,5
Кек от выщелачивания огарка 10 % раствором HCl	3,8	2,8	0,1	0,25	0,32
Температура обжига 800 °С					
Кек от выщелачивания огарка 5 % раствором HCl	4,2	1,7	0,01	0,15	0,41
Кек от выщелачивания огарка 10 % раствором HCl	4,1	1,5	0,01	0,1	0,3

Таблица 6 – Химический состав кеков от выщелачивания огарков, спеченных при 900 °С

Наименование продукта	Содержание, масс.%							
	Nb	Извлечение Nb в кек, %	Ti	Fe	Si	Na	Al	Mn
Температура обжига – 900 °С, стехиометрически необходимое содержание соды								
Кек, от выщелачивания огарка 5 % раствором HCl	1,04	90,8	13,49	1,39	1,21	0,37	2,1	0,38
Кек, от выщелачивания огарка 10 % раствором HCl	1,06	91,5	14,44	0,69	0,74	0,37	0,9	0,4
Температура обжига – 900 °С, полуторакратное содержание соды в шихте от стехиометрически необходимого								
Кек, от выщелачивания огарка 5 % раствором HCl	1,03	93,4	16,59	0,69	0,37	0,66	0,42	0,42
Кек, от выщелачивания огарка 10 % раствором HCl	1,03	92,0	15,76	0,62	0,33	0,48	0,37	0,4
Температура обжига – 900 °С, двукратное содержание соды в шихте от стехиометрически необходимого								
Кек, от выщелачивания огарка 5 % раствором HCl	1,03	92,3	15,28	0,86	0,56	0,45	0,53	0,4
Кек, от выщелачивания огарка 10 % раствором HCl	0,99	91,0	14,79	0,69	0,56	0,52	0,58	0,41

Далее по разработанной методике выщелачивали огарок 2 % содовым раствором при соотношении Т:Ж=1:8 в течение 30 мин в закрытом стакане, пульпа непрерывно перемешивалась мешалкой. Затем пульпа фильтровалась и промывалась горячей водой в приемной воронке вакуум-фильтра. Полученный кек выщелачивался 5 % раствором HCl при соотношении Т:Ж=1:10 в течение 2 ч; затем добавлялась дистиллированная вода до образования 2 % раствора HCl и пульпа выщелачивалась еще в течение 10 мин. Разработанная методика по выщелачиванию огарка, полученного из хлоридных отходов титанового производства, позволила уменьшить содержание железа в 6 раз, кремния в 12 раз, алюминия в 10 раз, марганца в 1,14 раз и получить обогащенный продукт по ниобию и титану следующего состава, масс. %: 1,03 Nb; 16,59 Ti; 0,69 Fe; 0,37 Si; 0,42 Al; 0,42 Mn.

Выводы. Установлено, что обжиг-спекание кека от выщелачивания возгонов ПК с содой следует проводить в графитовых тиглях, иначе содержание железа в огарках повышается за счет перехода материала тигля в спек.

Оптимальными условиями процесса обжиг-спекания являются 1,5-кратный избыток соды

в шихте из кека от выщелачивания возгонов ПК, температура 900 °С, выдержка 1 ч. При данных условиях обжига с последующим выщелачиванием огарка достигается минимальное содержание примесей, а извлечение ниобия в кек составляет 93,4 %.

При выщелачивании водой огарков после спекания установлено, что часть ниобия переходит в раствор, вследствие чего выщелачивание водой огарков нецелесообразно.

Разработана методика по выщелачиванию огарка для уменьшения в нем примесных компонентов железа, алюминия, кремния и марганца. Вначале выщелачивают огарок 2 % содовым раствором в закрытом стакане для предотвращения перехода ниобия в раствор. Для уменьшения содержания в огарке железа дополнительно его выщелачивают 5 % раствором соляной кислоты при температуре 25 °С, соотношении Т:Ж=1:10, длительности обработки 2 ч, затем добавляется дистиллированная вода до образования 2 % раствора HCl и пульпа выщелачивается еще в течение 10 мин.

Обжиг-спекание с последующим выщелачиванием позволило получить обогащенный продукт по ниобию и титану.

ЛИТЕРАТУРА

- 1 Байбеков М.К., Попов В.Д., Чепрасов И.М. Производство четыреххлористого титана. – М.: Металлургия, 1987. – С. 108-110.
- 2 Кудрявский Ю.П. Комплексная переработка возгонов титановых хлораторов // Цветные металлы. – 1998. – № 7, – С. 56-58.
- 3 Степаненко А.С., Онаев М.И., Павлов А.В., Асылханова А.Т., Есенова Л.С. О технологии переработки твердых хлоридных возгонов титановых хлораторов // Комплексное использование минерального сырья. – 2006. – № 5. – С. 47-50.
- 4 Шкодин В.Г., Абишев Д.Н., Бектурганов Н.С. Щелочное обескремнивание сырья. – Алма-Ата: Наука, 1984. – С. 19-66.

REFERENCES

- 1 Bajbekov M.K., Popov V.D., Cheprasov I.M. *Proizvodstvo chetyrekhkhlorigo titana*. M.: Metallurgiya, 1987, 108-110 (in Russ.).
- 2 Kudryavskij Yu.P. *Tsvetnye metally*, 1998. 7, 56-58 (in Russ.).
- 3 Stepanenko A.S., Onaev M.I., Pavlov A.V., Asylkhanova A.T., Esenova L.S. *Kompleksnoe ispol'zovanie mineral'nogo syr'ya*. 2006, 5, 47-50 (in Russ.).
- 4 Shkodin V.G., Abishev D.N., Bekturganov N.S. *Shchelochnoe obeskremlivanie syr'ya*. Alma-Ata: Nauka. 1984, 19-66 (in Russ.).

Түйіндеме

Мақалада титанды хлоратордың шаң камераларының (ШК) возгондарын кремний, темір, алюминий және марганецті ерітінділеумен қоспаларды жою мақсатымен ерітінділеу кезінде алынған сүзінділерді кальцийленген содамен күйдіріп-күйежентектелу процессін зерттеу нәтижелері келтірілген. Күйдіріп-күйежентектелудің соданың әртүрлі мөлшерлерімен және әртүрлі температураларда жүргізілді. Сүзіндіні күйдіріп-күйежентектелудің тиімді жағдайлары анықталды: температура 900 °С, күйдіру уақыт 1 сағат, соданың шығыны стехиометриялық қажетті мөлшерінен біржарым есе көп. Келтірілген күйдіру жағдайында ниобийдің шығымы 93,4 % құрайды. ШК возгондарын ерітінділеуден кейін сүзіндінің құрамындағы кремний жоғарыда келтірілген температурада күйдіріп-күйежентектелу барысында содамен әрекеттесіп суда еритін натрий силикаты түзеледі. Күйдіріп-күйежентектелуден кейінгі сүзінділерді ерітінділеудің әдістемелігі келесі сатылардан тұрады: жабық стаканда 2 % сода ерітіндісімен 30 минут, К:С=1:8 қатынасында ерітінділеу, сүзгілеуден кейін сүзіндіні 5 % тұз қышқылымен 25 °С температура кезінде К:С 1:10 қатынасында ерітінділеу, өңдеу уақыты 2 сағат.

Түйін сөздер: күйдіру-күйежентектелу, сүзінді, шаң камераларының возгондары, сода, ертенді, ерітінділеу, ниобий, байыту, титан өндірісі.

Summary

The article presents the results of research of roasting – sintering process with calcined soda of cakes obtained by leaching of dust chamber's (DC) sublimates of titanium chlorinator with the aim of removing silicon, iron, aluminium and manganese impurities by leaching. Roasting – sintering process was carried out with different amounts of soda and different sintering temperature. It was found optimal conditions for cake roasting – sintering: temperature 900 °C; exposure time 1 hour; one-and-a-half excess of soda from stoichiometrical necessary. Under the given conditions of roasting niobium extraction into cake was 93,4 %. The silicon containing in cake after DC sublimates leaching at the specified temperature of roasting-sintering interacts with soda with formation of sodium silicate soluble in water. The developed technique for leaching of sinter after roasting – sintering includes: leaching by 2 % soda solution at ratio S:L=1:8 within 30 minutes in the closed glass, cake leaching after filtration by 5 % hydrochloric acid solution at temperature 25 °C, at ratio S:L=1:10, duration of processing 2 hours.

Keywords: roasting-sintering, cake, dust chamber's sublimates, soda, sinter, cinder, leaching, niobium, beneficiation, titanium production.

Поступила 23.05.2014

