

ПОЛУЧЕНИЕ ПЕНТАОКСИДА НИОБИЯ ИЗ МЕТАЛЛООТХОДОВ РАФИНИРОВАНИЯ ЧЕРНОВОГО НИОБИЯ

Уполовникова А.Г., Ларионов А.В.
Институт металлургии УрО РАН,
620016, Екатеринбург, ул.Амундсена, 101.
E-mail: upol.ru@mail.ru

Цель проекта.

Определение условий образования ортониобата натрия при окислении возгонов с содой и исследование гидрOMETаллургических стадий переработки продуктов спекания для оптимизации параметров процесса получения пентаоксида ниобия, пригодного для выплавки чернового металла.

Методы и подходы, использованные в ходе выполнения проекта.

Методологической особенностью исследования фазообразования в системе «Nb-Al возгоны - Na_2CO_3 » является представление полученных зависимостей влияния режимных параметров процесса на фазовый состав продуктов в виде динамики изменения интенсивностей рентгенографических рефлексов образующихся соединений.

Составы и свойства объектов исследования определены с помощью современных физико-химических методов исследования:

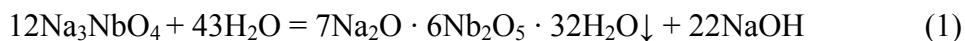
- дифференциально-сканирующей калориметрии и масс-спектрометрии;
- высокотемпературного рентгенофазового анализа;
- инструментальных методов химического анализа.

Важнейшие результаты, полученные за отчетный период.

В целях обоснования возможности получения из возгонов электроннолучевого переплава (ЭЛП) ниобия химических концентратов на основе пентаоксида ниобия изучено фазообразование в системе «Nb-Al возгоны- Na_2CO_3 » в условиях окислительного обжига-спекания. Методами термического и рентгенофазового анализов получены закономерности изменения фазового состава продуктов окисления в зависимости от температуры процесса и отношения компонентов в шихте. Экспериментально определены оптимальные условия окислительного обжига возгонов ЭЛП ниобия с карбонатом натрия: температура 1000°C , продолжительность 4,0 час, отношение возгоны- $\text{Na}_2\text{CO}_3=1:2$.

В ходе исследований процесса обжига-спекания возгонов с избытком карбоната натрия обнаружено присутствие в продуктах взаимодействия ортониобата натрия - Na_3NbO_4 . Как

известно, ортониобат натрия, растворяясь в воде, подвергается гидролизу с осаждением гексаниобата натрия (реакция необратима):



В растворах кислот гексаниобат натрия $7\text{Na}_2\text{O} \cdot 6\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$ разлагается с образованием гидратированных оксидов ниобия $6\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, при прокаливании ($600-700^\circ\text{C}$) которых образуется пентаоксид ниобия.

При исследовании влияния основных параметров на процесс водно-щелочной обработки плава установлено, что максимальное удаление примесей достигается при температуре 80°C и продолжительности водно-щелочной обработки 60 минут. Полученный в оптимальных условиях щелочной кек, содержит, %: 67 Nb_2O_5 , 17 Al_2O_3 , 4,1 Fe_2O_3 , 0,4 SiO_2 и 0,1 Cr_2O_3 .

Для сравнения эффективности удаления примесей при кислотном выщелачивании щелочных кеков опробовали растворы серной, азотной и соляной кислот, а также их смеси. Исходя из анализа проведенных экспериментов, для кислотного выщелачивания щелочного кека выбрана смесь серной и соляной кислот, позволяющая избежать потерь ниобия с растворами. После промывки и прокаливании ($600-700^\circ\text{C}$) твердого остатка кислотного выщелачивания получен химический концентрат следующего состава, %: 94 Nb_2O_5 , 6-7 Al_2O_3 , 0,1-0,2 Fe_2O_3 , 0,5-0,6 SiO_2 , 0,01-0,02 Cr_2O_3 .

Таким образом, показано, что увеличение расхода карбоната натрия при обжиге-спекании возгонов позволяет переводить ниобий в ортониобат натрия и при последующей гидрохимической обработке получать концентрат соответствующий техническому пентаоксиду ниобия.

Практическая значимость полученных результатов.

Предложена комбинированная пиро-гидрохимическая схема переработки возгонов на химический концентрат, пригодный для получения черного ниобия.

Основные публикации по проекту

1. Уполовникова А.Г., Удоева Л.Ю., Чумарев В.М. Пиро-гидрометаллургическая переработка Nb-Al возгонов на пентаксид ниобия / Материалы XVI Межд. научно-техн. конф. «Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья. Екатеринбург: «Форд Диалог-Исеть», 2011. С.326-329.
2. Alena G. Upolovnikova, Ludmila Yu. Udоеva, Vladimir M. Chumarev. Reagent oxidation of Nb-Al alloys. Publication on the book of abstract of the 43rd World Chemistry Congress IUPAC 2011 - San Juan, Puerto Rico, 31 July – 5 August 2011. P.290-291
3. A.G.Upolovnikova, L.Y.Udоеva, V.M.Chumarev. Mathematical modeling of acid leaching of the cake from Al-Nb sublimates with soda// Proceeding of Fray international symposium, 27 November-1December2011, Cancun Mexico. Статья