

Ученые записки Таврического национального университета им. В. И. Вернадского
Серия «Биология, химия». Том 24 (63). 2011. № 3. С. 44-47.

УДК 661.682:544.77

ПОЛУЧЕНИЕ ВЫСОКОДИСПЕРСНОГО КРЕМНЕЗЕМА МЕТОДОМ АЗОТНОКИСЛОТНОЙ ПЕРЕРАБОТКИ СЕРПЕНТИНИТА

Габдуллин А.Н., Калиниченко И.И., Печерских Е.Г., Семенищев В.С.

*Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,
Екатеринбург, Россия
E-mail: ms.pecherskikh@mail.ru*

Проведены исследования побочного продукта, образующегося в процессе азотокислотной обработки серпентинита – отхода асбестообогатительной промышленности. Установлено, что материал, представляющий собой остаток извлечения оксидов металлов (магния, железа (III), никеля (II), и др) является ценным кремнийсодержащим компонентом, удовлетворяющим существующим стандартным требованиям. Проведены рентгенографические и ИК-спектроскопические исследования, установлен элементный и минеральный состав исходного вещества и продуктов его переработки.

Показано, что рассмотренная технология может быть использована для комплексного извлечения всех ценных компонентов отходов асбестообогатительной промышленности.

Ключевые слова: серпентинит, высокодисперсный кремнезем, дифрактограмма, рентгенограмма, полосы поглощения, валентные колебания.

Разработка новых методов получения аморфного кремнезема в последнее время становится все более актуальной в связи с расширением сфер его использования, особенно в высокотехнологичных отраслях промышленности.

Нами рассмотрено получение высокодисперсного кремнезема в результате химической переработки отхода асбестообогатительного производства – серпентинита, состав которого отражает формула $Mg_3[Si_2O_5](OH)_4$. Возможно также присутствие магнетита, брусила, магнезита, хромита, хромшпинели, аваруита [1, 2] (табл. 1).

Таблица 1
Химический состав сырья

Определяемый оксид элемента	Содержание, % масс.		
	Исходный серпентинит	Высокодисперсный кремнезем	Магнитная фракция
SiO ₂	42	89,92	29,40
MgO	40	0,51	2,08
Al ₂ O ₃	1,9	0,32	0,59
FeO	1,0	–	–
Fe ₂ O ₃	4,0	0,36	61,10
Cr ₂ O ₃	0,28	–	1,67
NiO	0,23	–	0,47
MnO	0,25	–	0,28
CaO	1,95	0,18	0,29
П.П.П.	8,39	8,71	4,12

ПОЛУЧЕНИЕ ВЫСОКОДИСПЕРСНОГО КРЕМНЕЗЕМА МЕТОДОМ...

Минеральный состав серпентинита Баженовского месторождения и магнитной фракции (табл. 2) определяли на основании дифрактограмм, снятых при комнатной температуре на дифрактометре STADI-P (STOE, Germany) в CuK_A-излучении и интервале углов 2Θ от 2° до 70° при шаге $0,03^\circ$ с использованием поликристаллического кремния ($A = 5,43075(5)$ Å) в качестве внешнего стандарта. Фазовую чистоту образцов сверяли сравнением рентгенограмм с данными картотеки (Powder diffraction file, PDF2).

Таблица 2
Минеральный состав серпентинита Баженовского месторождения

Минерал	Формула	m, % масс	
		серпентинит	магнитная фракция
Нимит	(Ni,Mg,Al) ₆ (Si,Al) ₄ O ₁₀ (OH) ₈	13	-
Анортит	CaAl ₂ Si ₂ O ₈	5	-
Флогопит	K ₂ Mg ₆ (Si _{0,75} Al _{0,25}) ₈ O ₂₀ (OH) _{1,8} F _{2,2}	5	-
Форстерит	Mg ₂ SiO ₄	14	-
Шабазит	Ca _{1,85} (Al _{3,7} Si _{8,3} O ₂₄)	2	6
Бементит	Mn ₅ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₆	11	19
Магнетит	Fe ⁺² Fe ₂ ⁺³ O ₄	2	38
Марганца (IV) хрома (IV) оксид	MnCrO ₄	4	13
Диопсид	(Ca _{0,959} Ti _{0,041})(Mg _{0,987} Al _{0,013})(Si _{1,905} Al _{0,095} O ₆)	2	16
Лизардит-1Г	(Mg,Al) ₃ [(Si,Fe) ₂ O ₅](OH) ₄	42	-
Цеолит А (Ca)	Ca _{5,6} Al _{12,3} Si ₁₂ O ₄₈	1	3
Рингвудит	Fe ₂ (SiO ₄)	-	4

Материала, полученный после отделения оксида магния и магнитной сепарации представляет собой чистый кремнезем, что подтверждает анализ ИК-спектров (рис.1, 2), снятых в таблетках с KBr (1 мг на 300 мг KBr). Изучение ИК-спектра в области $2000 - 4000$ см⁻¹, позволяет предполагать, что в составе исходного вещества содержится вода и, возможно, OH-группы. Полосы поглощения в области 3660, 3640 и 3440 см⁻¹ можно отнести к ν(OH⁻) и ν(H₂O). Деформационные колебания ионов OH⁻ соответствуют 1410 и 1620 см⁻¹. полоса поглощения M-OH обнаружена при 600 см⁻¹.

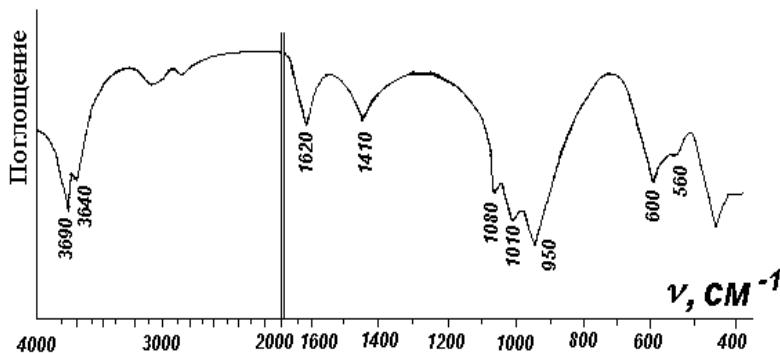


Рис. 1. ИК-спектр исходного вещества.

Присутствие иона SiO_4^{4-} подтверждается наличием полосы трижды вырожденного антисимметричного валентного колебания SiO_4^{4-} в интервале 1065–950 cm^{-1} ($\nu_{\text{ac SiO}_4^{2-}}$) и деформационного колебания в области 625 cm^{-1} .

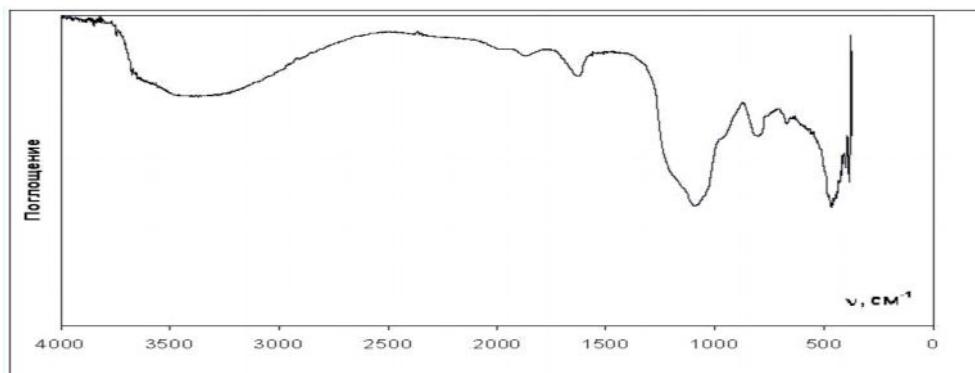


Рис. 2. ИК-спектр кремнеземистого остатка.

Повторное выщелачивание позволяет получить материал с содержанием диоксида кремния после прокаливания 98,5 % и удельной поверхностью 138–148 $\text{m}^2/\text{г}$. Таким образом, получается продукт удовлетворяющий ГОСТу по "белой саже" [4].

ВЫВОД

Приведенные экспериментальные данные показывают, что остаток, получаемый в результате ряда технологических операций обработки серпентинита, представляет собой ценный продукт – высокодисперсный кремнезем.

Данный материал по составу соответствует существующим стандартам. Он может быть использован как в традиционных отраслях промышленности – в качестве добавок в резину, пластмассу, бумагу, для изготовления kleев, жидкого

ПОЛУЧЕНИЕ ВЫСОКОДИСПЕРСНОГО КРЕМНЕЗЕМА МЕТОДОМ...

стекла, керамики – , так и в высокотехнологичных – для производства световодов, полупроводникового кремния, новых фотоматериалов, керамических оксидов, высокодисперсных абразивов, катализаторов, сорбентов для хроматографии, медицинских препаратов и косметических средств.

Следовательно, предложенная азотнокислотная технология переработки отходов асбестообогатительного производства в полной мере является безотходной

Список литературы

1. Нажарова Л.Н. Солянокислотная переработка серпентинита: Автoref. дис. канд. техн. наук. / Л.Н. Нажарова – Казань, 1999. – 16 с.
2. Chen T.T. Serpentine Ore Microtextures Occuring in the Magnolia Magnesium Process / T.T. Chen, J.E. Dutrizac, C.W. White // JOM. – April, 2000. – P. 20–22.
3. Калиниченко И.И. Пат. 2292300 RU C 01 F 5/02. Способ переработки серпентинита / И.И. Калиниченко (RU), А.Н. Габдуллин (RU): №2005122242/15; заявл. 13.07.2005; опубл. 27.01.2007. Бюл. № 3. 10 с.
4. Сажа белая. Технические условия. ГОСТ 18307–78. – М., 1998. – 18 с.

Габдуллін А.Н. Отримання високодисперсного кремнезему методом азотнокіслотної переробки серпентініта / А.Н. Габдуллін, І.І. Калініченко, Є.Г. Печерських, В.С. Семенищев // Вчені записки Таврійського національного університету ім. В.І. Вернадського. Серія „Біологія, хімія”. – 2011. – Т. 24 (63), № 3. – С. 44-47.

Проведено дослідження побічного продукту, що утворюється в процесі азотнокіслотної обробки серпентініта - відходу азбестозбагачувальної промисловості. Встановлено, що матеріал, який представляє собою залишок вилучення оксидів металів (магнію, заліза (ІІ), нікелю (ІІ), і ін) є цінним компонентом, містящим кремній, що задовільняє існуючим стандартним вимогам. Проведено рентгенографічні та ІЧ-спектроскопічні дослідження, встановлено елементний і мінеральний склад вихідної речовини та продуктів її переробки.

Показано, що розглянута технологія може бути використана для комплексного вилучення всіх цінних компонентів відходів азбестозбагачувальної промисловості.

Ключові слова: серпентініт, високодисперсний кремнезем, дифрактограма, рентгенограма, смуги поглинання, валентні коливання.

Gabdullin A.N. Obtaining of highly dispersed silica by nitric acid processing of serpentinite / A.N. Gabdullin, I.I. Kalinichenko, E.G. Pecherskikh, V.S. Semenishchev // Scientific Notes of Taurida V. Vernadsky National University. – Series: Biology, chemistry. – 2011. – Vol. 24 (63), No. 3. – P. 44-47.

The research of by-product formed during the nitric acid treatment of serpentinite - waste of asbestos ore industry are conducted. It is found that the material, which is a residue extraction of metal oxides (magnesium, iron (III), nickel (II), and other) is a valuable component of silicon, to meet current standard requirements. X-ray and infrared spectroscopic studies are performed, the elemental and mineral composition of the starting material and its processing products are established.

It is shown that the above mentioned technology can be used for complex extraction of valuable components from waste asbestos ore industry.

Keywords: serpentine, highly dispersed silica, diffraction, x-ray diffraction, absorption, stretching vibrations.

Поступила в редакцию 24.09.2011 г.