

ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ

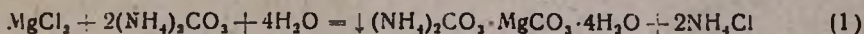
УДК 66.011-628.544

А. А. Алчуджан, А. А. Гюльзадян, К. Г. Месропян и М. А. Ашикян

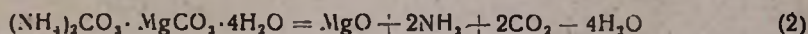
Химическая переработка хвостов сваранцской железо-оливинитовой руды, полученных обогащением магнитной сепарацией

III. Переработка солянокислых растворов хвостов аммоний-магний карбонатным способом

Нами изучена растворимость в минеральных кислотах хвостов, получаемых при обогащении сваранцской руды магнитной сепарацией [1,2]. Химическая переработка получающихся при этом растворов, условно названных нами минеральноокислыми растворами хвостов, предполагает возможно полное превращение составных частей растворов в полезные продукты, в частности в окись магния. Нами изучена переработка минеральноокислых растворов хвостов карбонатом аммония с получением гидрата аммоний-магний-карбоната $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \cdot \text{MgCO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ по уравнению, например:



и последующим разложением аммоний-магний-карбоната на окись магния и другие вещества:



На возможность получения указанным способом окиси магния из ультраосновных магниевых силикатных пород указывается в патенте [3]. Метод выделения ионов магния в виде $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \cdot \text{MgCO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ с последующим разложением этой соли и получением окиси магния как аналитический метод определения ионов магния (ныне не применяемый) известен давно [4]. Указанный в патенте [3] способ переработки предлагает предварительное растворение ультраосновных магниевых силикатных пород в серной кислоте, мы же применяем этот метод к минеральноокислым растворам хвостов.

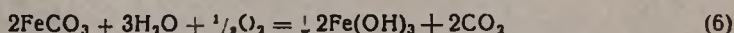
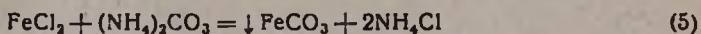
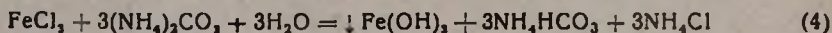
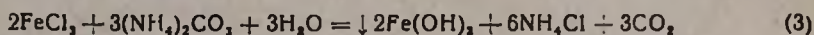
Институтом чистых реактивов разработан рецепт получения особолегкой окиси магния из реактивного нитрата магния. Этот способ применяется в промышленности.

Переработка солянокислых растворов хвостов. Для выяснения условий наиболее полного выделения ионов магния проведены предварительные опыты, в которых: а) пользовались растворами реактивного MgCl_2 ; б) осаждение Mg^{++} производили растворами $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ с добавлением раствора NH_3 (для перевода примеси бикарбоната аммония в карбонат); в) осаждение Mg^{++} вели также в присутствии таких количеств NH_4Cl , какие образуются при выделении ионов Fe^{+++} , Al^{+++} и др. из солянокислых растворов хвостов и от-

делении их от ионов Mg^{++} ; г) выделение ионов Mg^{++} производили из растворов различной концентрации, для чего в нужных случаях вместо раствора $(NH_4)_2CO_3$ в раствор ионов Mg^{++} вносили сухой $(NH_4)_2CO_3$. Полученные результаты приведены в таблице 1.

Из данных таблицы 1 видно, что: а) при осаждении ионов Mg^{++} из достаточно концентрированных растворов, содержащих 60 г Mg^{++} в литре, эквивалентным количеством $(NH_4)_2CO_3$ из раствора выделяется 87—88% Mg^{++} (опыты 1 и 3); б) если осаждение вести 20%-ным избытком $(NH_4)_2CO_3$, то выделяется в осадок около 97% Mg^{++} (опыт 4); в) если осаждение Mg^{++} вести в присутствии такого количества хлористого аммония, которое образуется при выделении Fe^{+++} , Al^{+++} и др. ионов из солянокислого раствора хвостов, то в случае эквивалентного количества осаждающего $(NH_4)_2CO_3$ выход MgO уменьшается (опыты 7 и 1), но если осаждение вести 20%-ным избытком $(NH_4)_2CO_3$, выход MgO уменьшается незначительно (опыты 7, 1 и 8); г) выделение Mg^{++} из разбавленного раствора, содержащего 15 г Mg^{++} в литре, действием эквивалентного количества $(NH_4)_2CO_3$ происходит полнее (опыт 6), чем из концентрированных растворов (опыты 1, 3 и 6).

Учитывая приведенные данные, дальнейшую переработку солянокислых растворов хвостов мы вели по схеме: 1) окисление $Fe^{++} \rightarrow Fe^{+++}$ с применением 30%-ного раствора перекиси водорода*; 2) выделение из раствора ионов Fe^{+++} , Al^{+++} и др. 17—20%-ным раствором $(NH_4)_2CO_3$ при pH 5,6—6; при этом практически расходуется эквивалентное количество карбоната аммония (в соответствии с количеством указанных ионов в растворе) и ионы Mg^{++} практически полностью остаются в растворе. Полученные осадки отфильтровываются и промываются:



Аналогично выделяются в осадок ионы Al^{+++} и др. 3) выделение Ni^{++} , Co^{++} и др. обработкой раствора односернистым аммонием и введение в раствор небольших количеств MgO для коагуляции образовавшихся сульфидов. Далее, для разрушения избытка сернистого аммония—обработка раствора перекисью водорода с получением чистой окиси магния и концентратов Ni и Co ; 4) осаждение ионов Mg^{++} в виде $(NH_4)_2CO_3 \cdot MgCO_3 \cdot 4H_2O$ действием раствора $(NH_4)_2CO_3 + NH_3$ при pH 10,5—11; 5) отделение выпавшего и закристаллизовавшегося аммоний-магний-карбоната фильтрованием, промывка и сушка при 105—110° с последующим разложением при 600—700° или 900—1000°

* Как будет сообщено в последующем, предварительное окисление можно не производить и для отделения Fe^{++} от Mg^{++} можно основную часть Fe^{++} осадить посредством $(NH_4)_2CO_3$, а оставшуюся часть—доосадить с помощью MgO , что позволяет целиком выделить Fe^{++} в осадок, а Mg^{++} полностью сохранить в растворе.

Таблица 1

Новая серия контрольных опытов осаждения ионов Mg^{++} посредством раствора $(NH_4)_2CO_3 + NH_3$
 Условия осаждения: температура комнатная, осаждающие реактивы: 17,7%-ный раствор $(NH_4)_2CO_3$ ($d = 1,059$),
 содержащий 32%-ную NH_3 , вместо 35,4% по формуле, 10%-ный раствор NH_3 ($d = 0,96$ г/мл)

№ № опытов	Раствор иона Mg^{++}		Объем раствора $(NH_4)_2CO_3$ в мл	Объем раствора NH_3 в мл	$T_{NH_4Cl} = 0,26$ г/мл	Метод осаждения	Выход MgO в %
	объем в мл	титр в г/мл					
1	25	0,06	~62,75 (эквивалентное количество)	~7,9		Совместный раствор $(NH_4)_2CO_3$ и NH_3 влит в раствор Mg^{++}	87,3
2	25	0,06	~62,75	без NH_3			79,0
3	25	0,06	~62,75	~7,9		сначала к Mg^{++} прилит раствор $(NH_4)_2CO_3$, затем NH_3	88,0
4	25	0,06	75,35 (20% избыток)	~9,48		совместный раствор $(NH_4)_2CO_3$ и NH_3 влит в раствор Mg^{++}	96,8
5	25	0,06	83 мл, т. е. объем, содержащий эквивалентное количество $(NH_4)_2CO_3$ для осаждения Mg^{++} , не считая NH_4HCO_3 , содержащегося в реактиве				97,7
6	100	0,015	~62,75	~7,9		влиты совместно растворы $(NH_4)_2CO_3$ и NH_3 , осадок в некоторой мере студнеобразный, но не явно кристаллический, как обычно	95,0
7	25	0,06	~62,75	~7,9	В раствор Mg^{++} предварительно введено 6 г NH_4Cl в 23 мл воды, т. е. количество, образующееся при выделении Fe^{+++} , Al^{+++} и др. ионов из солянокислого раствора хвоста		82,0
8	25	0,06	~75,35	~9,48	6 г NH_4Cl в 23 мл воды (см. опыт 7)		95,2

* Во всех случаях, согласно анализу, содержание MgO в конечном продукте колебалось в пределах от 100,3 до 101%.

(в зависимости от обстоятельств) и получением продукта, содержащего от 92 до 100% MgO .

Для переработки солянокислых растворов хвостов по приведенной схеме новая порция хвоста растворялась при 90° в 35%-ной HCl в течение 60 минут. Полученный раствор содержал: Fe^{++} 22,8; $\text{Fe}^{\text{общ}}$ 42,4; R_2O_3 72,8; Mg^{++} 68,5 или MgO 113,8 г/л. Нерастворившийся остаток после высушивания при $105\text{--}110^\circ$ содержал $\text{Fe}^{\text{общ}}$ 1,53; $\text{Fe}^{\text{раств.}}$ 0,48; R_2O_3 4,29; MgO 1,58; SiO_2 83,73%. 220 мл этого раствора были разбавлены до 1000 мл и получен раствор, содержащий: Fe^{++} 5,01; $\text{Fe}^{\text{общ}}$ 9,33; R_2O_3 16,0; Mg^{++} 15,08 или MgO 25,04 г/л. Титр этого раствора по Mg^{++} $T_{\text{Mg}^{++}} = 0,0151$.

Опыт № 1. 100 мл раствора были обработаны 0,8 мл 30% H_2O_2 для окисления $\text{Fe}^{++} \rightarrow \text{Fe}^{+++}$. Одновременно раствор для полного перевода Fe^{++} в Fe^{+++} и последующего выделения Fe^{+++} , Al^{+++} и др. был подогрет до $40\text{--}50^\circ$. Для доведения pH раствора до 5,5—6 в раствор при перемешивании было добавлено 14 мл 17,7%-ного раствора $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ до бурного выделения CO_2 .

После фильтрования осадок промыт горячим разбавленным раствором $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ ($< 0,5\%$). Полученный осадок содержал следы Mg^{++} , фильтрат же содержал лишь следы Fe^{+++} , т. е. отделение Fe^{+++} , Al^{+++} и др. от Mg^{++} произошло очень четко.

Опыт № 2. Отделение Fe^{+++} , Al^{+++} и др. от Mg^{++} производилось из 25 мл раствора, примерно в 4,5 раза более концентрированного, чем в опыте № 1. $T_{\text{Mg}^{++}} = 0,0684$ г/мл. Вначале произведено окисление $\text{Fe}^{++} \rightarrow \text{Fe}^{+++}$, затем Fe^{+++} , Al^{+++} и другие ионы осаждены примерно 16,5 мл 17,7%-ного раствора $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ при $\text{pH} \sim 5,5\text{--}6$. И в этом случае отделение Fe^{+++} , Al^{+++} и др. от Mg^{++} произошло достаточно четко.

Таким образом, выделение из солянокислых растворов хвостов ионов Fe^{+++} , Al^{+++} и их отделение от Mg^{++} можно производить из концентрированных растворов, что уменьшит расходы на нагревание, фильтрование и т. п.

Из полученного в опыте № 2 раствора приготовлены растворы с $T_{\text{Mg}^{++}} = 0,0153$ и $0,033$ г/мл, которые использованы для изучения осаждения Mg^{++} в условиях, близких к условиям серии контрольных опытов (таблица 1), по схеме, описанной в этом разделе. Полученные результаты приведены в таблице 2.

Крупнолабораторный опыт

Условия растворения. Растворение хвостов производилось в 5-литровой колбе, снабженной мешалкой, обратным холодильником и термометром. Колба была погружена в водяную баню, температура которой поддерживалась на уровне 90° . Растворению подвергались 500 г хвоста № 2 [1]. Концентрация соляной кислоты 32,2% ($d = 1,163$).

Таблица 2

Осаждение ионов Mg^{++} и получение чистой окиси магния из солянокислых растворов хвостов, из которых предварительно были выделены ионы

Fe^{++} , Fe^{+++} , Al^{+++}

№ опытов	Объем раствора	Титр раствора по Mg^{++}	Кол. Mg^{++} в перекиси на MgO в растворе в г	Объем раствора $(NH_4)_2S$ в мл	Кол-во 30° -ного H_2O_2 в мл	Объем $17,7^\circ$ -ного $(NH_4)_2CO_3$ в мл	Объем 10° -ного NH_3 в мл	Кол-во прокал. продукта в г	Содержание* MgO в прокал. продукте в %	Выход MgO в %	Примечание
1	100	0,0153	2,54	15	0,5	64	8,0	2,1493	100,5**	84,6	$(NH_4)_2CO_3$ эквив. колич.
2	100	0,0153	2,54	15	0,5	75	10,0	2,4025	100,07**	94,9	17%-ный избыток
3	100	0,0153	2,54	15	0,5	75	10,0	2,3459	99,68*	92,4	"
4	100	0,0153	2,54	15	0,5	90	12,0	2,4441	98,53	94,8	41%-ный избыток
5	50	0,033	2,75	15	0,5	69	9,1	2,1456	98,69	83,1	эквив. колич.
6	50	0,033	2,75	10	0,5	80	10	2,3869	99,6**	86,8	16%-ный избыток
7	50	0,033	2,75	10	0,5	90	10	2,5357	100,0	92,2	30%-ный избыток
8	50	0,033	2,75	10	0,5	80	14	2,5098	100,0	91,3	16%-ный избыток

* Прокаливание аммоний-магниев-карбоната производилось примерно при 1000° в течение 2 часов.

** Принимается за 100% .

Количество кислоты, необходимое для полного растворения хвоста без избытка, 1150 мл [1]. Продолжительность растворения 60 минут.

В начале процесса за счет положительной теплоты растворения хвостов в соляной кислоте [1] температура реакционной среды повысилась до 105° , затем постепенно снизилась, через 10—12 минут достигла $92-94^\circ$ и на этом уровне оставалась почти до конца. Фактически нужная для процесса температура поддерживалась за счет теплоты растворения хвостов в кислоте; следовательно, процесс требует незначительных энергетических затрат. Через 60 минут процесс был прекращен и содержимое колбы было перенесено в 2-литровый стакан. Объем раствора с нерастворившимся остатком, включая небольшое количество воды для споласкивания колбы, составлял 1500 мл. Объем промывных вод составлял 300 мл. Это означает, что нерастворившийся остаток был промыт лишь слегка. Одна часть остатка была высушена при $105-110^\circ$ и составила 152,8 г. Другая часть была пятикратно промыта дистиллированной водой (общий объем 700 мл) и затем высушена при $105-110^\circ$; эта часть весила 97,5 г. Промывные воды анализировались с целью определения приблизительных потерь Mg^{++} , Fe^{++} , Fe^{+++} в случае, если бы нерастворяющиеся в HCl остатки хвостов не подвергались тщательной промывке. Результаты анализов фильтрата и промывных вод приведены в таблице 3, а данные о составе промытого нерастворившегося остатка, высушенного при $105-110^\circ$, в таблице 4.

Таблица 3

Результаты крупнолабораторного опыта по изучению растворимости хвостов
в соляной кислоте

Объект	Fe ⁺⁺ в г	Fe ⁺⁺⁺ в г	R ₂ O ₃ в г	Al ₂ O ₃ в г	Извлечение			
					Fe		MgO	
					г	%	г	%
фильтрат 1,5 л (рН 0,52)	29,25	25,59	92,34	15,0	54,84	88,50	134,8	92,0
промывные воды, 0,7 л (от промывания 97,5 г неуст. остатка)	1,26	1,17	3,54	—	2,43		3,09	
эквивалентные количества, которые получились бы от промывания 152,8 г остатка	1,97	1,83			3,83	10,0	4,71	5,34
					61,10	98,5	142,60	97,34

Таблица 4

Состав нерастворившегося в HCl промытого и
высушенного при 105—110° остатка, полученного
в крупнолабораторном опыте

Fe—общее в %	Fe—растворимое в %	MgO в %	SiO ₂ в %	ппп в %
2,48	0,38	1,58	74,31	20,5

Фильтруемость раствора от остатка. Фильтрация раствора с нерастворившимся остатком производилась на установке, аналогичной описанной в работе [1], но больших размеров. Фильтрация всей массы производилась в два приема, порциями в 700 мл и 800 мл. Условия фильтрования: $H=250$ мм рт. ст., соответствует 340 см водяного столба, $l=1,8$ см, $Q=800$ мл, $S=154$ см², $\tau=1,5$ часа.

$$K^* = \frac{Q \cdot l}{SH\tau} = \frac{800 \cdot 1,8}{154 \cdot 340 \cdot 1,5 \cdot 3600} = 0,51 \cdot 10^{-5} \text{ см/сек}$$

Полученное числовое значение коэффициента фильтрация имеет такой же порядок, что и полученные ранее [1].

Из данных таблицы 3 видно, что при растворении хвостов в соляной кислоте извлечение как железа, так и магния приближается к 100% и что, если не производить промывку нерастворяющегося остатка, потери железа могут составить ~10%, а магния ~6%.

Получение окиси магния. 1400 мл фильтрата (см. табл. 3) были переработаны для получения окиси магния по уже приведенной схеме.

Некоторые данные, полученные в результате этого опыта, приведены в таблице 5.

* Где $K=1/\rho\mu$, ρ — удельное объемное сопротивление фильтрации, μ — вязкость.

Таблица 5

Крупнолабораторный опыт получения MgO из раствора хвостов в HCl

№ п/п	О п е р а ц и я	Количество
1	объем взятого фильтрата	1400 мл
2	количество концентрата Ni, Co , содержащего 11,81% Ni , 3,4% Co	~ 15 г*
3	количество осаждающего 19%-ного раствора $(NH_4)_2CO_3$ и раствора NH_3 , добавленного к карбонату для перевода $NH_4HCO_3 \rightarrow (NH_4)_2CO_3$	3800 мл (20%-ный избыток)
	объем фильтрата после отделения $(NH_4)_2CO_3 \cdot MgCO_3 \cdot 4H_2O$	5530 мл (по анализу содерж. 0,275 г MgO)
4	воздушно-сухой $(NH_4)_2CO_3 \cdot MgCO_3 \cdot 4H_2O$	740 г
5	MgO , полученная прокаливанием при 550—600° пасты воздушно-сухого продукта с водой, отношение 1:1	125,5 г
6	MgO в прокаленном продукте	91,53%
7	выход MgO , считая от содержания MgO в 1400 мл фильтрата	99,75%
8	выход NH_4Cl , содержащего 99,33% NH_4Cl (определен по ГОСТУ 3773—47)	500 г
9 а)	% извлечения MgO , рассчитанный по содержанию MgO в продукте, полученном из фильтрата (без промывных вод), по отношению к MgO , содержащемуся в хвостах	92%
б)	% извлечения MgO , рассчитанный по содержанию MgO в продукте, получающемся из фильтрата + промывные воды, по отношению к MgO , содержащемуся в хвостах	97,5%

* Ориентировочные величины. Данные уточняются.

Из данных таблицы 5 вытекает, что результаты крупнолабораторного опыта ничем существенно не отличаются от результатов лабораторных опытов по переработке хвостов аммоний-магний-карбонатным способом. Нет сомнений, что при переработке хвостов в более крупных масштабах результаты не будут существенно отличаться. Следует отметить, что выходы продуктов во всех стадиях переработки хвостов являются исключительно высокими.

Что касается только перевода магния, содержащегося в хвостах, в готовый продукт «окись магния», то в этом случае выход составляет 92%, если не производить промывания нерастворяющихся в HCl остатков. С учетом промывных вод выход составляет 97,5%.

Окись магния, полученная в крупнолабораторном опыте, содержала 91,53% MgO и обладала небольшим объемным весом — 0,2 г/см³. Этот продукт был испытан в резиновой лаборатории Центральной научно-исследовательской лаборатории завода им. Кирова (Ереван) и обнаружил высокие качества как предвулканизационное вещество при переработке хлоропренового каучука.

В таблице 6 приводятся расходные коэффициенты, полученные из данных крупнолабораторного опыта. При этом принят худший вариант, т. е. не учитывается использование промывных вод, получающихся при промывании нерастворившегося в соляной кислоте остатка хвостов, которые, вообще говоря, можно использовать, увеличив тем самым выходы продуктов на 5—7%.

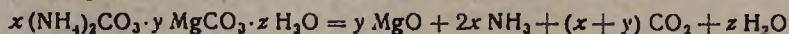
Таблица 6

Расходные коэффициенты переработки хвостов по вышеописанной схеме
в расчете на 1 т. хвостов

Наименование продукта	Количество в кг
Расходуются	
хвосты	1000
соляная кислота 32%-ная техническая, $d = 1,163$	2680
или эквивалентное количество H_2SO_4 (100%)	920
CO_2 — пересчитанная на 100%	338
NH_3	452
Получаются	
легкая магнезия, содержащая 91,53% MgO	294
хлористый аммоний, содержащий 99,3% NH_4Cl	1000
или эквивалентное количество $(NH_4)_2SO_4$	1250
железный концентрат [1], содержащий 59—60% Fe	172
или железный концентрат [2], содержащий 69 ÷ 70% Fe	148
силикагель (нерастворимый остаток), содержащий 74—75% SiO_2 и ппп 20,5%	500
Ni , Co — концентрат, содержащий 11,81% Ni и 3,4% Co	~30*

* Ориентировочные данные. Они уточняются.

О разложимости $(NH_4)_2CO_3 \cdot MgCO_3 \cdot 4H_2O$. Специальные опыты по изучению разложимости не ставились. В одном случае был проведен следующий опыт. Воздушно-сухой $(NH_4)_2CO_3 \cdot MgCO_3 \cdot 4H_2O$ был подвергнут термической обработке при 105—110° в течение 50 часов. 20 г полученного продукта были подвергнуты разложению в кварцевой трубке, помещенной в трубчатой печи. Кварцевая трубка с одной стороны была закрыта, к другой стороне были последовательно присоединены коническая колба с обратным холодильником, предохранительный сосуд (колба), две колбы с серной кислотой, две колбы со щелочью. Печь была включена, температура повышалась сама по себе без специального регулирования. Вначале за счет теплового расширения из трубки удалялся воздух. При 250° было заметно усиление пробулькивания газа через растворы с серной кислотой, около 300° началось появление белого дыма в конической колбе, связанное с образованием карбонатов аммония за счет NH_3 и CO_2 , получающихся вследствие разложения:



В пределах 300—400° выделение газов усилилось, при 400° стало более интенсивным, а затем стало ослабевать. При этом температура продолжительное время сохранялась на уровне 400°, что мы объяснили усиленным разложением продукта при этой температуре и интенсивным поглощением тепла. Далее, с ростом температуры, выделение газов замедлилось и в пределах 500—1000° почти прекратилось.

Взвешиванием было установлено увеличение веса колб с серной кислотой на 0,17 г (за счет поглощения NH_3), колб со щелочью на 5,5 г (за счет поглощения CO_2). В первой от кварцевой трубки колбе образовался раствор, а на стенках—обильный белый налет карбонатов аммония. Количество этих продуктов не определялось. Из кварцевой трубки был извлечен продукт разложения (8,43 г). После дополнительного прокаливания в муфельной печи при 1000° вес его уменьшился на 0,573 г. По полученным полуколичественным данным ориентировочно определен состав продукта, полученного обработкой при $105\text{--}110^\circ$ воздушно-сухого $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \cdot \text{MgCO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Оказалось, что молекулярное отношение $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 : \text{MgCO}_3$ в этом продукте не может быть больше 1:3 и меньше 1:5, между тем как в $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \cdot \text{MgCO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ оно равно 1:1.

Из этого ориентировочного опыта установлено, что, во-первых, при нагревании $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \cdot \text{MgCO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ при $105\text{--}110^\circ$ значительная часть $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ ($\sim 50\text{--}70\%$) разлагается (напомним, что сухой карбонат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ при 56° полностью разлагается на NH_3 , CO_2 и H_2O); во-вторых, выделяющиеся при разложении аммоний-магний-карбоната—аммиак и CO_2 при выходе из горячей зоны практически полностью связываются, образуя карбонаты аммония, и, в-третьих, $x(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \cdot y\text{MgCO}_3 \cdot z\text{H}_2\text{O}$ должен бурно разлагаться, начиная с $350\text{--}400^\circ$.

Изучалось разложение воздушно-сухого магний-аммоний-карбоната при различных температурах. Для опытов бралось по 10 г воздушно-сухого $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \cdot \text{MgCO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Разложение производилось в фарфоровых тиглях, которые вместе с продуктом помещались в печь при температуре прокаливания. Прокаливание производилось до тех пор, пока изменение веса продукта резко замедлялось, хотя и не достигало постоянства. Полученные продукты анализировались на содержание MgO . Данные приведены в таблице 7.

Таблица 7
Разложение воздушно-сухого $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \cdot \text{MgCO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
при разных температурах

Т. в $^\circ\text{C}$	Вес прокаленного продукта в г через (часы)				% MgO	Объемный вес г/см ³
	1	2	3	3,5		
400	—	1,9038	1,8619	1,8614	86,38	0,33
500	—	1,7694	1,7667	—	92,36	0,432
700	—	1,7226	1,7152	1,7050	98,23	0,425
900	—	1,6970	1,6970	—	99,83	0,79

Объемные веса прокаленных продуктов определяли по принципу, описанному в технических условиях на „магния окись особо легкая“ ТУ МХП 1985/49, согласно которым 20 г препарата помещают в градуированную мензурку емкостью 500 мл и диаметром 46 мм и в течение 3 минут слегка встряхивают, после чего замеряют

объем уплотненной массы. Так как мы имели небольшие количества продуктов, то брали навески по 1,5 г и объемный вес определяли в цилиндре емкостью 25 мл. Таким образом получались относительные величины.

Из таблицы 7 видно, что: а) по мере повышения температуры прокаливания (примерно при одинаковой продолжительности) содержание окиси магния в продукте увеличивается; б) продукты, полученные при 500—700° и содержащие 92—97% MgO (что приемлемо с точки зрения технических условий на окись магния), хотя и не имеют очень больших объемных весов, все же не являются достаточно легкими; г) разложение аммоний-магний-карбоната происходит в течение непродолжительного времени.

Из данных таблицы 7 вытекало, что для получения продукта, содержащего 92 и более процентов MgO, не обязательно производить прокаливание $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \cdot \text{MgCO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ в течение 2—3 часов. Было решено также подвергать прокаливанию не воздушно-сухой $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \cdot \text{MgCO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, а пасту; предполагалось, что при этом получится более легкий препарат окиси магния.

Соответствующий опыт подтвердил это предположение. 5 г воздушно-сухого аммоний-магний-карбоната было смешано с 5 г воды в виде пасты и в течение 30 минут прокаливалось при 600—700°. Полученный продукт содержал 92,33% MgO, объемный вес равнялся примерно 0,2 г/см³. Таким способом было подвергнуто разложению 640 г аммоний-магний-карбоната. Содержание MgO в полученном прокаленном продукте составляло 91,53%, а объемный вес равнялся 0,2 г/см³. В данном случае объемный вес определялся точно по техническому условию на особо легкую окись магния. В тех же условиях был определен объемный вес особо легкой окиси магния Ленинградского завода „Красный химик“, который оказался равным 0,1 г/см³.

В наших опытах $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \cdot \text{MgCO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ после отделения от раствора фильтрованием получается в виде пасты, содержащей 20—25% несвязанной воды. В одном из опытов при 550—600° разложению в течение 1 часа была подвергнута свежеполученная паста. Получившийся продукт содержал 97,84% MgO, объемный вес равнялся 0,13 г/см³.

Переработка руды по этой схеме основана на: 1) максимальном использовании составных частей руды для получения полезных продуктов; 2) переработке NH_4Cl в $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + \text{HCl}$ по известным методам; 3) возвращении в цикл HCl, служащей для растворения хвоста; 4) возвращении в цикл CO_2 и аммиака, получающихся при прокаливании $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \cdot \text{MgCO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

Переработка NH_4Cl в $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ и HCl может производиться по методу, разработанному в Ереванском научно-исследовательском институте химии.

чения концентрата), нерастворимый остаток, содержащий 75% SiO_2 , т. е. продукты, представляющие практический интерес.

Показано, что во всех стадиях процесса выходы продуктов высокие.

Ереванский политехнический институт им. К. Маркса

Кафедра общей и аналитической химии

Поступило 9 V 1964

Ս. Հ. Ալչուճյան, Ս. Ա. Դյուլզաճյան, Կ. Գ. Մեսրոպյան և Մ. Ա. Աշիկյան

ՍՎԱՐԱՆՑԻ ԵՐԿԱՅ-ՕԼԻՎԻՆԻՏԱՅԻՆ ՀԱՆՔԱՔԱՐԻ ՍԱԳՆԻՍԱԿԱՆ ԶՏՄԱՍԲ ՀԱՐՍՏԱՑՄԱՆ ՊՈԶԵՐԻ ՔԻՄԻԱԿԱՆ ՎԵՐԱՄՇԱԿՈՒՄԸ

III. Պոչերի աղարկվային լուծույթների վերամշակումը ամոնիում-մագնեզիում-կարբոնատային եղանակով

Ա մ փ ո փ ու մ

Վերը նշված պոչերի աղաթթվային լուծույթն ամոնիումի կարբոնատով մշակելով լուծույթից հիդրօքսիդների ձևով հեռացվում են Fe^{++} , Fe^{+++} , Al^{+++} և այլն, Ալնուհետև լուծույթն ամոնիումի կարբոնատով մշակելով նրանից անջատվում է մագնեզիումը՝ $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \cdot \text{MgCO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ բյուրեղահիդրատի ձևով, որի ջերմային քայքայմամբ ստացվում է բարձր որակի մագնեզիումի օքսիդ:

Այս սխեմայով մշակելիս ստացվում են մագնեզիումի սուլֆատ, նիկել-կոբալտ կոնցենտրատ և թթվում անլուծելի նստվածք, որը պարունակում է 75% SiO_2 (20% ցնդող նյութերի պարունակությամբ): Մշակված է պոչերից ստացված մագնեզիումի քլորիդի լուծույթից մագնեզիումի օքսիդ ստանալու տեխնոլոգիական սխեմա:

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. А. А. Алчуджан, А. А. Гюльзадян, Б. О. Будагян, К. Г. Месропян, М. А. Ашикян, Изв. АН АрмССР, ХН 17, 577 (1964).
2. А. А. Алчуджан, А. А. Гюльзадян, К. Г. Месропян, М. А. Ашикян, Изв. АН АрмССР, ХН 18, (1965).
3. Патент США 2.785.95960, 19 III 1957. [РЖХ. III, 311, 50167 (1952)].
4. Abbegs. Handb. Anorg. Chem. 2, 42.