https://doi.org/10.53360/2788-7995-2025-3(19)-67

МРНТИ: 53.37.29

CC BY 4.0
Check for updates

Т. Сарсембеков[1]*, Т. Чепуштанова[1], Е. Меркибаев[1], Т. Янко[2], А. Золотов[3]
[1]Казахский национальный исследовательский технический университет им. К.И. Сатпаева,
050013, Республика Казахстан, г. Алматы, ул. Сатпаева, 22
[2]UNDERSLAB LTD OOD,
8000, Болгария, г. Бургас, ул. Александровская, 16
[3]Shakarim university,
070411, Республика Казахстан, г. Семей, ул. Глинки, 20 А
*e-mail: t.sarsembekov@satbayev.university

ВЫДЕЛЕНИЕ НИОБИЯ ИЗ ПРОМПРОДУКТОВ ПРОИЗВОДСТВА ТЕТРАХЛОРИДА ТИТАНА

Аннотация: *В настоящей работе представлены результаты исследования по извлечению ниобия из побочных продуктов производства тетрахлорида титана, образующихся при хлорировании титанового сырья. Актуальность темы обусловлена высоким спросом на редкие металлы, ограниченностью их минеральных источников и необходимостью вовлечения техногенных образований в переработку. Объектами исследования выступали отвальный шлам титанового хлоратора, возгоны пылевой камеры и расплав пылеосадительной камеры с солевой ванной.*

Методами рентгенофлуоресцентного анализа, рентгенофазового анализа и сканирующей электронной микроскопии установлено, что ниобий в указанных продуктах содержится в форме устойчивых оксидов и смешанных фаз с участием титана, алюминия, железа и кальция. Проведены эксперименты по водному и кислотному выщелачиванию с использованием соляной, серной и плавиковой кислот. Установлено, что наибольшее извлечение ниобия (до 53%) достигается при обработке фторсодержащими растворами при температуре 85-95 °С и соотношении твёрдой и жидкой фаз 1:10-1:15.

Термодинамический анализ хлорирования ниобийсодержащих соединений и построение диаграмм Пурбе подтвердили высокую устойчивость оксидов ниобия и эффективность их перевода в раствор в форме фторниобатов. Предложенный подход объединяет физико-химические методы анализа с расчётным моделированием и может быть использован при проектировании технологии селективного извлечения ниобия. Полученные результаты способствуют расширению минерально-сырьевой базы редких металлов и снижению экологической нагрузки на предприятия титановой промышленности.

Ключевые слова: *ниобий, тетрахлорид титана, промышленные побочные продукты, хлорирование, выщелачивание, экстракция, термодинамический анализ, фазовый состав, фторниобаты, переработка титансодержащего сырья.*

Введение

Производство тетрахлорида титана ($TiCl_4$) по хлорной технологии на основе ильменитового концентрата сопровождается образованием значительного количества побочных продуктов, в которых аккумулируются ценные редкие металлы, включая ниобий. В условиях роста глобального спроса на редкие элементы, а также ограниченности традиционных минеральных источников, актуальность переработки промышленных отходов, содержащих Nb, приобретает стратегическое значение как в научно-технологическом, так и в экономическом аспекте [1-3].

Основные объёмы ниобия на мировом рынке поступают из ограниченного числа месторождений, прежде всего из Бразилии, Канады и Нигерии. При этом более 85 % мирового производства обеспечивает бразильская компания CBMM (Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração) [4]. Такая концентрация ресурса делает экономику многих стран уязвимой и обусловливает необходимость поиска альтернативных источников, включая техногенные минеральные образования и отходы переработки титансодержащего сырья.

Ниобий используется в производстве жаропрочных сплавов, спецсталей, сверхпроводящих материалов, в том числе для аэрокосмической отрасли и микроэлектроники [5]. В промышленной технологии хлорирования ильменита при температуре 700-820 °С в атмосфере хлора и в присутствии восстановителя (антрацита), ниобий преимущественно

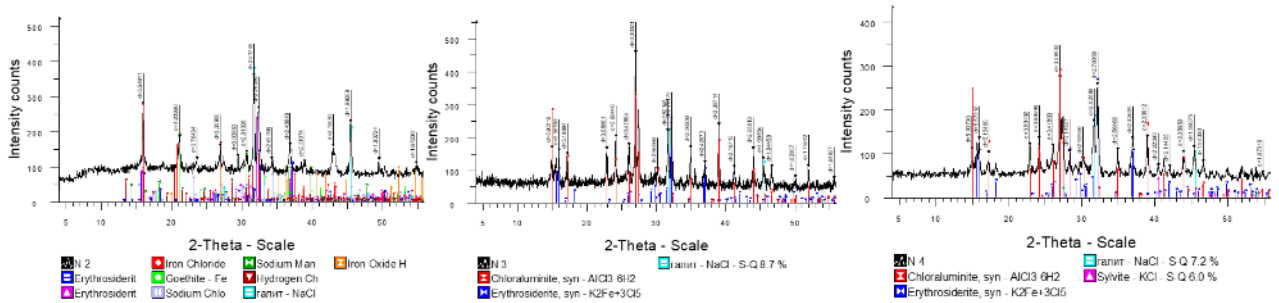
сохраняется в твёрдой фазе – в составе шлака, осадка и возгонов, образующихся в различных зонах хлорирующего агрегата [6]. Это обусловлено высокой термодинамической устойчивостью его соединений, таких как Nb_2O_5, $FeNb_2O_6$, $CaNb_2O_6$ и оксихлориды $NbOCl_3$, $NbCl_5$ [7].

В промышленных условиях хлорирования титанового сырья формируются три основных типа ниобийсодержащих продуктов: отвальный шлам титанового хлоратора (ОШТХ), возгоны пылевой камеры (ПК), а также расплав пылеосадительной камеры с солевой ванной (ПКС). Их фазовый состав представлен в таблице 1.

Таблица 1 – Фазовый состав ОШТХ, возгонов ПК и расплава ПКС

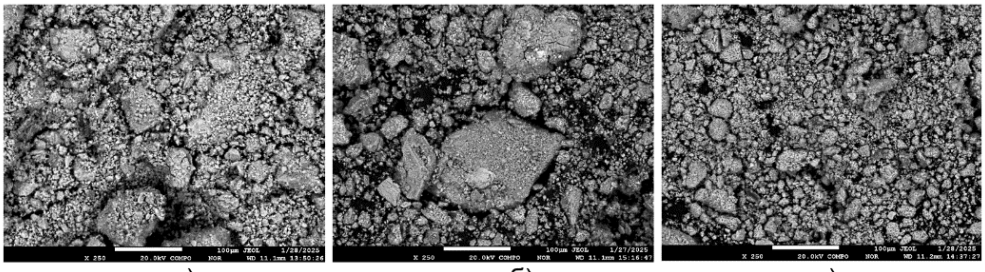
№ п/п	Название фазы	Формула	Концентрация, %
Отвальный шлам титанового хлоратора			
1	Erythrosiderite	$K_2(FeCl_5(H_2O))$	17,5
2	Erythrosiderite	$K_2Fe^{+3}Cl_5 \cdot H_2O$	17,2
3	Iron Chloride Hydrate	$FeCl_2(H_2O)_2$	15,6
4	Goethite	$Fe^{+3}O(OH)$	13,1
5	Sodium Chloride Hydrate	$NaCl(H_2O)_2$	9,8
6	Sodium Manganese Chloride	$NaMnCl_3$	8,4
7	Hydrogen Chlorate Hydrate	$HClO_4(H_2O)_3$	7,6
8	Halite	NaCl	6,3
9	Iron Oxide Hydroxide	FeO OH	4,4
Возгоны пылевой камеры			
10	Chloraluminite	AlCl3·6H2O	47,1
11	Erythrosiderite	$K_2Fe^{+3}Cl_5 \cdot H_2O$	44,2
12	Halite	NaCl	8,7
Расплав пылеосадительной камеры с солевой ванной			
13	Chloraluminite	AlCl3·6H2O	41,0
14	Erythrosiderite	$K_2Fe^{+3}Cl_5 \cdot H_2O$	45,8
15	Halite	NaCl	7,2
16	Sylvite	KCl	6,0

На рисунках 1-3 представлены дифрактограммы, микрофотографии и химический состав, определенный с помощью SEM с отражением основных и примесных элементов.



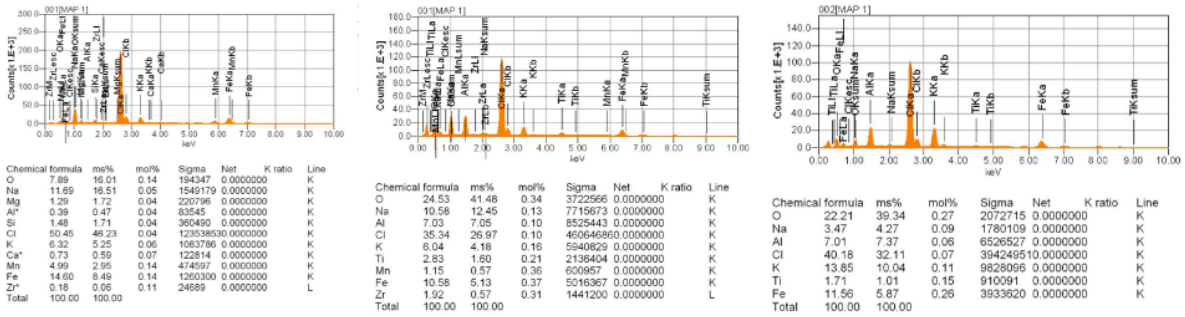
а) б) в)

Рисунок 1 – Дифрактограммы ОШТХ (а), возгонов ПК (б) и расплава ПКС (в)



а) б) в)

Рисунок 2 – Микроснимки ОШТХ (а), возгонов ПК (б) и расплава ПКС (в) с увеличением x250

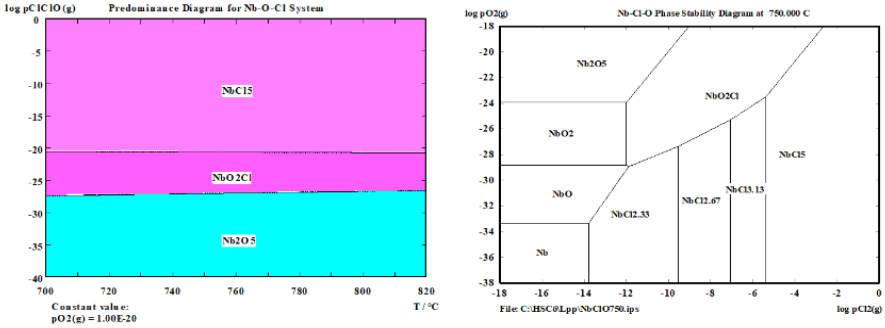


а) б) в)

Рисунок 3 – Результаты SEM анализа образцов ОШТХ (а), возгонов ПК (б) и расплава ПКС (в)

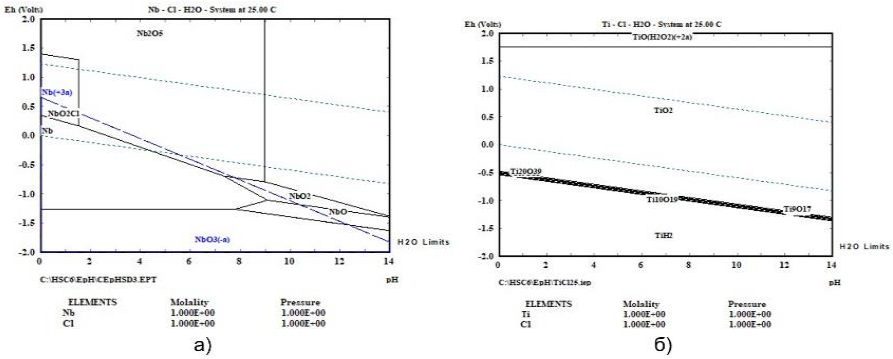
Согласно данным рентгенофазового анализа (XRD), в указанных продуктах присутствуют сложные оксидные и хлоридные фазы ниобия в сочетании с Ti, Fe, Al, Ca, K, Si и Mg.

Несмотря на наличие зарубежных разработок, в Казахстане практически отсутствует отработанная технология промышленного выделения ниобия из таких вторичных продуктов. Анализ термодинамической устойчивости соединений Nb при типовых условиях хлорирования представлен в виде диаграмм фазовой устойчивости T_{pp} и изотермической фазовой устойчивости (диаграммы Келлога) L_{pp} (рис. 4), а электрохимическое поведение элементов в водных и кислотных растворах – в диаграммах Пурбе (рис. 5-6), построенных в среде HSC Chemistry. Это позволило обосновать выбор кислотных реагентов и их сочетаний.



а) б)

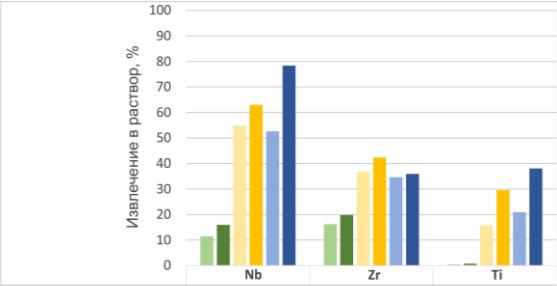
Рисунок 4 – Диаграмма T_{pp} в диапазоне температур 700-820 ºС (а) и L_{pp} при температуре 750ºС (б) системы Nb-Cl-O



а) б)

Рисунок 5 – диаграмма Пурбе систем Nb-Cl-H_2O (а) и Ti-Cl-H_2O (б)

Исследования по переработке аналогичных шламов и возгонов в мировой литературе охватывают методы кислотного выщелачивания (HCl, HF, H_2SO_4), гидрофторирования, экстракции с использованием Органических Экстрагирующих Реагентов (ОЭР), таких как трибутилфосфат (TBP), methyl isobutyl ketone (MIBK) и methyltrioctylammonium chloride (Aliquat 336) [8-12]. В ряде работ предлагаются комбинированные технологические схемы, включающие упаривание, фильтрацию, растворение и селективное извлечение целевого компонента [13-15].



	Nb	Zr	Ti
8M HCl	11,50	16,25	0,46
11M HCl	15,95	19,80	0,75
13M HF	54,89	36,78	15,81
18M HF	63,02	42,36	29,63
50%[13M HF]+50%[7M H_2SO_4]	52,63	34,65	20,97
50%[18M HF]+50%[7M H_2SO_4]	78,37	35,93	38,10

Рисунок 6 – Зависимость степени извлечения ниобия, циркония и титана от концентрации и состава выщелачивающего раствора

Таким образом, **целью настоящей работы** является разработка и экспериментальное обоснование технологии выделения соединений ниобия из промпродуктов производства тетрахлорида титана с применением упаривания, кислотного выщелачивания, экстракции и анализа фазового состава на каждой стадии.

Задачи исследования:

- охарактеризовать химический и фазовый состав ОШТХ, ПК и ПКС;
- оценить растворимость фаз с ниобием в различных условиях;
- провести термодинамическое моделирование поведения соединений Nb, Ti, Fe и других элементов;
- определить оптимальные параметры кислотного выщелачивания;
- оценить распределение ниобия по стадиям процесса и предложить эффективный способ его извлечения.

Методы исследования

Для достижения поставленных целей в исследовании были использованы физико-химические, аналитические и термодинамические методы. В качестве объектов изучения рассматривались три типа промышленных побочных продуктов, образующихся при хлорировании титанового сырья: отвальный шлам титанового хлоратора (ОШТХ), возгоны пылевой камеры (ПК), а также расплав пылеосадительной камеры с солевой ванной (ПКС).

Образцы были отобраны в горячем состоянии и охлаждены до комнатной температуры в инертной атмосфере для исключения постреакционной трансформации фаз. Морфология и микроструктура исследованы с использованием сканирующей электронной микроскопии (SEM) с системой энергодисперсионного анализа (EDS). Полученные изображения и элементные карты представлены на рисунках 1-3. Количественный фазовый состав исследованных материалов получен методом рентгенофазового анализа (XRD) и обобщён в таблице 1.

Для оценки растворимости соединений ниобия проводилось водное и кислотное выщелачивание (HCl, HF, H_2SO_4) при различных соотношениях твёрдая:жидкая (Т:Ж = 1:5-1:10), температуре 25-90 °C и времени контакта 1-6 часов. Результаты серий выщелачивания приведены в таблицах 2, 3 и 4, а обобщённые графики зависимости извлечения от условий – на рисунке 6.

Таблица 2 – Влияние соотношения Т:Ж на степень извлечения основных компонентов промпродуктов в кек

Т:Ж	Выход кека, %	Содержание в кеке, %					Извлечение в кек, %				
		Ti	Fe	Al	Zr	Nb	Ti	Fe	Al	Zr	Nb
1:4	28,00	24,23	7,45	19,67	4,14	2,25	91,19	32,08	62,72	45,63	79,15
1:6	27,60	24,34	5,45	16,71	4,13	2,29	90,31	23,13	52,51	44,87	79,41
1:8	27,00	25,74	3,59	13,42	3,93	2,48	93,42	14,92	41,26	41,76	83,85
1:10	22,72	30,17	3,44	11,37	3,93	2,53	92,13	12,01	29,43	35,17	72,24

Таблица 3 – Влияние продолжительности выщелачивания на степень извлечения основных компонентов возгона в кек

Время, час	Выход кека, %	Содержание в кеке, %					Извлечение в кек, %				
		Ti	Fe	Al	Zr	Nb	Ti	Fe	Al	Zr	Nb
1	32,80	20,96	2,72	11,80	3,91	2,06	92,40	13,70	44,09	50,45	84,57
2	35,00	19,60	2,53	10,98	3,73	1,91	92,22	13,64	43,77	51,38	83,70
4	27,00	25,74	3,59	13,42	3,93	2,48	93,42	14,92	41,26	41,76	83,85
6	29,00	24,23	3,23	10,65	3,53	2,09	94,44	14,39	35,17	40,30	75,87

Таблица 4 – Влияние температуры на степень извлечения основных компонентов промпродуктов в кек

T, °C	Выход кека, %	Содержание в кеке, %					Извлечение в кек, %				
		Ti	Fe	Al	Zr	Nb	Ti	Fe	Al	Zr	Nb
25	32,80	20,96	2,72	11,80	3,91	2,06	92,40	13,70	44,09	50,45	84,57
45	36,46	18,77	7,04	10,50	3,22	1,79	91,99	39,49	43,62	46,25	81,84
65	37,24	17,99	9,02	9,93	4,22	1,75	90,07	51,69	42,13	61,85	81,77
90	37,40	17,61	11,87	10,69	5,10	1,80	88,53	68,32	45,54	75,12	84,47

Термодинамическое моделирование проводилось в программном комплексе HSC Chemistry 6.1. Рассчитаны изменения стандартной энергии Гиббса (ΔGº) для реакций хлорирования и взаимодействия с кислотами, а также построены диаграммы Пурбе для элементов Nb, Ti, Fe, Al, Si и Ca (рис. 7). Это позволило выявить температурные и pH-области устойчивости целевых фаз и обосновать выбор условий выщелачивания и экстракции [5], [7], [13].

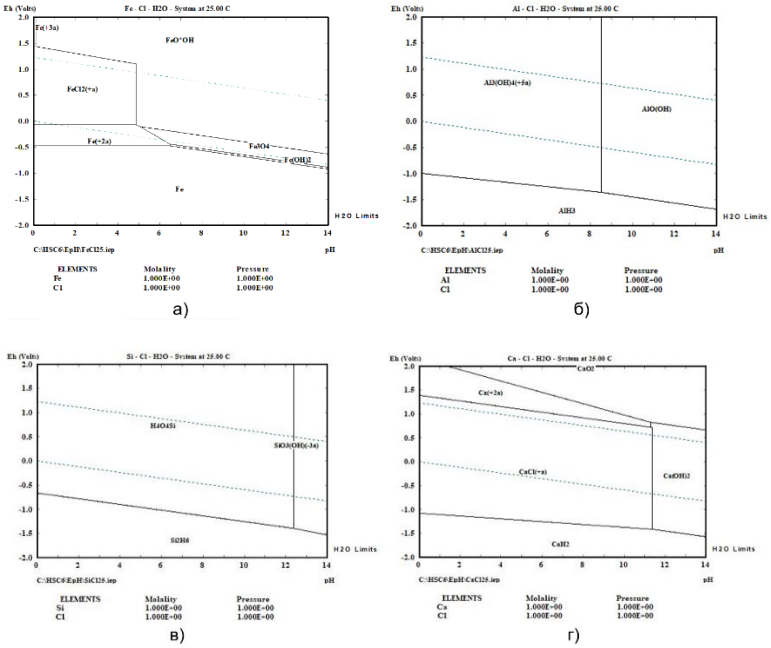


Рисунок 7 – Диаграммы Пурбе систем Fe-Cl-H_2O (а), Al-Cl-H_2O (б), Si-Cl-H_2O (в) и Ca-Cl-H_2O (г)

Результаты исследований

На основании проведённых рентгенофазового анализа и SEM-EDS микроскопии установлено, что в отвальном шламе титанового хлоратора, возгонах пылевой камеры и расплаве пылеосадительной камеры ниобий присутствует преимущественно в виде оксидов Nb_2O_5, смешанных оксидов ($FeNb_2O_6$, $CaNb_2O_6$) и комплексных фаз с титаном и алюминием. Изображения микроструктуры (рис. 1-3) свидетельствуют о тонкодисперсной структуре с равномерным распределением ниобийсодержащих включений в матрице оксидов алюминия и титана. Результаты элементного анализа представлены в таблице 1 и подтверждают наличие Nb в пределах 0,9-3,2 мас. % в зависимости от типа промпродукта.

Рентгенофазовый анализ (XRD) показал, что в исследуемых образцах преобладают устойчивые к хлорированию и растворению фазы: TiO_2 (рутил), Al_2O_3 (корунд), Fe_2O_3 (гематит), а также Nb_2O_5 и ферроніобаты. Такие фазы, особенно в алюмосиликатной и кальциевой матрице, отличаются высокой химической стойкостью.

Для оценки возможности перевода ниобия в раствор были проведены опыты по водному и кислотному выщелачиванию. Водное выщелачивание дало крайне низкие результаты извлечения (менее 3-5 % по ниобию), что обусловлено нерастворимостью Nb_2O_5 и $FeNb_2O_6$ в нейтральной среде. При использовании HCl и H_2SO_4 наблюдалось извлечение ниобия до 18-26 %, тогда как применение HF позволило достигнуть извлечения более 45 % ниобия из возгонов и до 53 % из расплава ПКС (табл. 2, 3 и 4).

На рисунке 6 показана зависимость степени извлечения ниобия от соотношения Т:Ж и температуры. Максимальные значения достигались при Т:Ж = 1:10–1:15 и температуре 85-95°C, в то время как при пониженных температурах (25-40 °C) извлечение оставалось на уровне 20-25%. Увеличение времени реакции более 90 минут не приводило к существенному повышению выхода, что указывает на быстрое наступление равновесия.

Обсуждение научных результатов

Результаты термодинамического анализа, представленные на рисунке 4, подтверждают возможность хлорирования ниобия до летучих соединений ($NbCl_5$, $NbOCl_3$, NbO_2Cl) при температурах 700-820°C и участии восстановителя. При этом соединения ниобия более устойчивы по сравнению с хлоридами титана и железа, что объясняет их остаточное накопление в твёрдых промпродуктах.

Анализ диаграмм Пурбе показал, что в водной среде с добавлением HF формируются устойчивые комплексные фторниобаты, обеспечивающие перевод до 50-55 % ниобия в раствор. Это согласуется с наблюдаемыми экспериментальными данными. В то же время, использование HCl или H_2SO_4 даёт значительно меньшую эффективность, что связано с ограниченной растворимостью оксидов ниобия в кислой среде без фторидов.

Таким образом, наибольшее извлечение ниобия достигается при обработке возгонов и расплава ПКС HF-содержащими растворами при температуре 85-95 °C, что подтверждается как экспериментальными результатами, так и термодинамическими расчётами. Предложенные условия могут быть использованы при проектировании селективной технологии выделения ниобийсодержащих соединений из отходов хлорного титанового производства [4, 6, 11, 13, 14].

Заключение

Проведённые исследования показали, что промышленные отходы хлорного титанового производства, такие как отвальный шлам хлоратора, возгоны пылевой камеры и расплав пылеосадительной камеры, содержат значительное количество ниобия (до 3,2 мас. % Nb), заключённого преимущественно в труднорастворимых оксидных и смешанных фазах.

Установлено, что традиционные методы водного и кислотного выщелачивания (HCl, H_2SO_4) обеспечивают лишь частичное извлечение ниобия (до 18-26%). Наиболее эффективным методом перевода ниобия в раствор является обработка HF-содержащими растворами, при оптимальных условиях (Т:Ж = 1:10-1:15, 85-95°C) обеспечивающим извлечение до 50-53% ниобия.

Результаты термодинамического анализа подтверждают возможность хлорирования ниобия в составе сложных оксидных фаз до летучих хлоридов ($NbCl_5$, $NbOCl_3$ и др.) в присутствии восстановителя, а также образование растворимых фторкомплексов в водных растворах HF. Эти данные служат научным обоснованием для разработки технологии попутного извлечения ниобия из промышленных побочных продуктов титано-магниевого производства.

Таким образом, на основе комплексного экспериментального и расчётного подхода определены эффективные условия выделения ниобийсодержащих соединений, что открывает перспективы для вовлечения ценных редкометаллических компонентов в хозяйственный оборот и снижения экологической нагрузки.

Список литературы

1. Agulyansky A. The Chemistry of Tantalum and Niobium Fluoride Compounds / A. Agulyansky // Amsterdam: Elsevier, 2004. – 350 p. https://doi.org/10.1016/B978-044451631-1/50000-6.
2. Gupta C.K. Extractive Metallurgy of Niobium. Boca Raton / C.K. Gupta, A.K. Suri. – CRC Press, 1994. – 372 p.

3. Handbook of Ferroalloys / M. Gasik (Ed.). – Amsterdam: Elsevier, 2013. – 512 p. https://doi.org/10.1016/C2011-0-05895-9.
4. Thermodynamic Study on Chlorination of Niobium and Tantalum Oxides Using Carbon Tetrachloride / H. Murakami et al // Materials Transactions. – 2014. – vol. 55, № 4. – P. 645-650. https://doi.org/10.2320/matertrans.MC201314.
5. Danilov V.S. Thermodynamic characteristics of niobium chlorides formation during chlorination / V.S. Danilov, I.M. Malygin, R.G. Samatov // Russian Journal of Applied Chemistry. – 2005. – vol. 78. – P. 292-296. https://doi.org/10.1007/s11167-005-0142-3.
6. Barin I. Thermochemical Data of Pure Substances // 3rd ed. Weinheim: VCH Verlagsgesellschaft. – 1995. – Vol. 1-2.
7. Kuznetsova E.S. Thermodynamic modeling of the niobium behavior during pyrometallurgical and chlorination processes / E.S. Kuznetsova, S.A. Chizhevskaya, G.N. Vorozhtsov // Journal of Mining Institute. – 2021. – vol. 248. – P. 149-157. https://doi.org/10.31897/PMI.2021.2.3.
8. Chlorination of titanium-containing raw materials in molten salts / L.A. Zakharov et al // Theoretical Foundations of Chemical Engineering. – 2009. – vol. 43, № 1. – P. 62-66. https://doi.org/10.1134/S0040579509010126.
9. Tellez C. Leaching behavior of niobium and tantalum from slag obtained in the chlorination of titanium minerals / C. Tellez, J. Aburto, R. Alonso // Hydrometallurgy. – 2003. – vol. 70, № 1-3. – P. 97-105. https://doi.org/10.1016/S0304-386X(03)00147-4.
10. Ribeiro R.A. Kinetics of sulfuric acid leaching of a Brazilian niobium ore / R.A. Ribeiro, R.M. Silva, V.A. Leão // Minerals Engineering. – 2010. – vol. 23, № 9. – P. 704-710. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2010.04.006.
11. Takeno N. Atlas of Eh-pH diagrams – Intercomparison of thermodynamic databases / N. Takeno // National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST). – Japan, 2005. – 285 p.
12. Sarsembekov T.K. Raspredelenie niobiya i vanadiya v promproduktakh pri proizvodstve tetrakhlorida titana / T.K. Sarsembekov, T.A. Chepushtanova // Tverdye splavy i metally. – 2022. – № 8. – S. 55-60. https://doi.org/10.17580/tsm.2022.08.07. (In Russian).
13. Concomitant extraction process of niobium at the titanium tetrachloride production / T.K. Sarsembekov et al // Voprosy Atomnoj Nauki i Tekhniki. – 2020. – № 1(125). – P. 173-177.
14. Study of niobium pentoxide behavior under chlorination conditions / Yu.I. Belyaev et al // Tsvetnye Metally. – 2010. – № 6. – P. 52-57. (In Russian).

Информация о финансировании: *Данное исследование профинансировано Комитетом науки Министерства образования и науки Республики Казахстан (грант № AP22686490).*

Т. Сарсембеков[1*], Т. Чепуштанова[1], Е. Меркібаев[1], Т. Янко[2], А. Золотов[3]
[1]Қ.И. Сәтбаев атындағы Қазақ ұлттық зерттеу техникалық университеті,
050013, Қазақстан Республикасы, Алматы қ., Сәтбаев көшесі, 22
[2]UNDERSLAB LTD OOD,
8000, Болгария Республикасы, Бургас қ., Александровска көшесі, 16
[3]Shakarim university,
070411, Қазақстан Республикасы, Семей қ., Глинка көшесі, 20а
*e-mail: t.sarsembekov@satbayev.university

ТЕТРАХЛОРИД ТИТАН ӨНДІРІСІНІҢ ӨНЕРКӘСІПТІК ҚАЛДЫҚТАРЫНАН НИОБИЙДІ БӨЛІП АЛУ

Мақалада титан тетрахлориді өндіру процесінде түзілетін өнеркәсіптік қалдықтарды ниобийді бөліп алу мақсатында өңдеу нәтижелері келтірілген. Зерттеуге үш түрлі ниобий бар өнімдер: титанды хлоратордың шламы, шаң камерасының возгоны және тұзды ваннасы бар шаң ұстау камерасынан алынған балқытылған шлак алынды. SEM-EDS, XRF және XRD әдістері арқылы олардың химиялық және фазалық құрамы зерттелді. Ниобий негізінен қиын еритін оксидтер мен күрделі қосылыстар түрінде анықталды. HSC Chemistry бағдарламалық кешенін қолдана отырып жүргізілген термодинамикалық модельдеу ниобийдің хлоридтерге дейін хлорлану мүмкіндігін және оның жоғары тұрақтылығын растады. Су және дәстүрлі қышқылдармен (HCl, H_2SO_4) жүргізілген сілтісіздендіру кезінде ниобийдің алыну дәрежесі 26 %-дан аспады, ал HF ерітінділерін қолдану кезінде бұл көрсеткіш 53 %-ға дейін жетті. Зерттеу нәтижелері бойынша ниобийді тиімді бөліп алуға мүмкіндік беретін оңтайлы параметрлер анықталды. Ұсынылған тәсіл сирек кездесетін

металдарды өндіріске тартуға және титанды өндіру қалдықтарының қоршаған ортаға әсерін азайтуға ықпал етеді.

Түйін сөздер: *ниобий, титан тетрахлориді, өнеркәсіптік қалдықтар, хлорлау, сілтісіздендіру, экстракция, термодинамикалық талдау, фазалық құрам, фторниобаттар, титанды шикізатты өңдеу.*

T. Sarsembekov[1*], T. Chepushtanova[1], E. Merkibayev[1], T. Yanko[2], A. Zolotov[3]
[1]Satbayev University,
050013, Republic of Kazakhstan, Almaty, Satpayev St., 22
[2]UNDERSLAB LTD OOD,
8000, Republic of Bulgaria, Burgas, Aleksandrovska St., 16
[3]Shakarim university,
070411, Republic of Kazakhstan, Semey, 20A Glinka St.,
*e-mail: t.sarsembekov@satbayev.university

NIOBIUM RECOVERY FROM TITANIUM TETRACHLORIDE PRODUCTION BY-PRODUCTS

This article presents the results of a study on the processing of industrial by-products from titanium tetrachloride production for the purpose of niobium extraction. Three types of niobium-containing materials were studied: titanium chlorinator sludge, dust chamber sublimate, and molten slag from the dust-settling chamber with a salt bath. The chemical and phase compositions were investigated using SEM-EDS, XRF, and XRD methods. Niobium was found predominantly in the form of refractory oxides and complex phases. Thermodynamic modeling using HSC Chemistry confirmed the stability of niobium oxides and the possibility of chlorination to volatile chlorides in a reducing environment. Leaching experiments showed that traditional water and acid treatments (HCl, H_2SO_4) result in low niobium extraction rates (up to 26%), whereas HF-containing solutions allow for recovery of up to 53%. Based on experimental and modeling data, optimal parameters for selective niobium extraction were established. The proposed approach enables efficient recovery of valuable rare elements and contributes to the reduction of environmental impact from titanium production residues.

Key words: *niobium, titanium tetrachloride, industrial by-products, chlorination, leaching, extraction, thermodynamic analysis, phase composition, fluoroniobates, titanium feedstock processing.*

Сведения об авторах

Турар Кусманович Сарсембеков* – MBA, старший преподаватель; Satbayev University, Алматы, Казахстан; e-mail: t.sarsembekov@satbayev.university. ORCID: https://orcid.org/0000-0001-9454-6335.

Татьяна Александровна Чепуштанова – PhD, к.т.н., доцент, Satbayev University, Алматы, Казахстан; e-mail: t.chepushtanova@satbayev.university. ORCID: https://orcid.org/0000-0002-6526-0044.

Ерик Серикович Меркибаев – PhD, старший преподаватель, Satbayev University, Алматы, Казахстан; e-mail: e.merkibayev@satbayev.university. ORCID: https://orcid.org/0000-0003-3869-6835.

Тарас Янко – PhD, главный научный директор UNDERSLAB LTD OOD, Бургас, Болгария; e-mail: titanlab3@ukr.net. ORCID: https://orcid.org/0000-0003-2217-4290.

Александр Дмитриевич Золотов – к.т.н., доцент, асс. профессор; Shakarim university, Семей, Казахстан; e-mail: azol64@mail.ru. ORCID: https://orcid.org/0000-0001-9751-8161.

Авторлар туралы мәліметтер

Турар Құсманұлы Сарсембеков* – MBA, аға оқытушы, Satbayev University, Алматы, Қазақстан; e-mail: t.sarsembekov@satbayev.university. ORCID: https://orcid.org/0000-0001-9454-6335.

Татьяна Александровна Чепуштанова – PhD, т.ғ.к., доцент, Satbayev University, Алматы, Қазақстан; e-mail: t.chepushtanova@satbayev.university. ORCID: https://orcid.org/0000-0002-6526-0044.

Ерик Серікұлы Меркібаев – PhD, аға оқытушы; Satbayev University, Алматы, Қазақстан; e-mail: e.merkibayev@satbayev.university. ORCID: https://orcid.org/0000-0003-3869-6835.

Тарас Янко – PhD, UNDERSLAB LTD OOD компаниясының бас ғылыми қызметкері, Бургас, Болгария; e-mail: titanlab3@ukr.net. ORCID: https://orcid.org/0000-0003-2217-4290.

Александр Дмитриевич Золотов – т.ғ. к., доцент, ассистент. Профессор, Shakarim University, Семей. Қазақстан; e-mail: azol64@mail.ru. ORCID: https://orcid.org/0000-0001-9751-8161.

Information about authors

Turar Kusmanovich Sarsembekov* – MBA, senior lecturer, Satbayev University, Almaty, Kazakhstan; e-mail: t.sarsembekov@satbayev.university. ORCID: https://orcid.org/0000-0001-9454-6335.

Tatyana Aleksandrovna Chepushtanova – PhD in Engineering, associate professor, Satbayev University, Almaty, Kazakhstan; e-mail: t.chepushtanova@satbayev.university. ORCID: https://orcid.org/0000-0002-6526-0044.

Erik Serikovich Merkibayev – PhD, senior lecturer, Satbayev University, Almaty, Kazakhstan; e-mail: e.merkibayev@satbayev.university. ORCID: https://orcid.org/0000-0003-3869-6835.
Taras Yanko – PhD, Chief Scientific Officer at UNDERSLAB LTD OOD, Burgas, Bulgaria, e-mail: titanlab3@ukr.net. ORCID: https://orcid.org/0000-0003-2217-4290.
Alexander Zolotov – PhD, Associate Professor, Shakarim University, Semey. Kazakhstan; e-mail: azol64@mail.ru. ORCID: https://orcid.org/0000-0001-9751-8161.

…
Поступила в редакцию 27.07.2025
Поступила после доработки 08.09.2025
Принята к публикации 11.09.2025

https://doi.org/10.53360/2788-7995-2025-3(19)-68

CC BY 4.0
Check for updates

ҒТАХР: 61.13.19

А.Т. Табынбаева[1], М.Е.Сулейменова[1], К.Т. Тастамбек[1,2], Н.Ш. Акимбеков[1,2], Ж.Т. Тауанов[1,2*]
[1]Әл-Фараби атындағы Қазақ Ұлттық Университеті,
050038, Қазақстан Республикасы, Алматы қ., Аль-Фараби д.71
[2]Қожа Ахмет Ясауи атындағы Халықаралық қазақ-түрік университеті,
Түркістан қ., Қазақстан, пр. Б.Саттарханова, 29
*e-mail: tauanov.zhandos@kaznu.kz

MXENE ЖӘНЕ НАНОЦЕЛЛЮЛОЗАНЫҢ ҚҰРЫЛЫМДЫҚ ҚАСИЕТТЕРІ ЖӘНЕ ҚОЛДАНУ ӘЛЕУЕТІ

Аңдатпа: *Қазіргі заманда ғылым мен техника қарқынды дамып, қоршаған орта мен табиғи ресурстарды сақтау мәселесі өзекті бола түсуде. Бұл тұрғыда экологиялық таза, жаңартылатын және жоғары тиімділігі бар материалдарға сұраныс артып келеді. MXene және наноцеллюлоза – соңғы онжылдықта үлкен ғылыми қызығушылық тудырған екі перспективті наноматериал. Бұл материалдардың құрылымдық ерекшеліктері, химиялық және физикалық қасиеттері, сондай-ақ көпфункциялы қолдану мүмкіндіктері оларды әртүрлі салаларда тиімді пайдалануға жол ашады.*

MXene – MAX-фазалардың селективті травмалау нәтижесінде алынатын екіөлшемді материал. Оның жоғары өткізгіштігі, гидрофильділігі, термиялық және химиялық тұрақтылығы, сондай-ақ модификацияға икемділігі арқасында ол су тазарту, энергия сақтау, электроника, сенсорлар мен биомедицина салаларында кеңінен зерттеліп келеді. Наноцеллюлоза – өсімдік тектес целлюлозадан алынатын экологиялық таза және биологиялық ыдырайтын материал. Ол жоғары механикалық беріктігі, беттік ауданы және химиялық тұрақтылығы арқылы медицина, тағам өнеркәсібі, орау технологиясы және нанокомпозиттер өндірісінде үлкен әлеуетке ие.

Бұл мақалада екі материалдың алыну әдістері (мысалы, MXene үшін HF немесе LiF/HCl арқылы күйдірмелеу, ал наноцеллюлоза үшін қышқылдық гидролиз, механикалық және ферментативті өңдеу), морфологиялық және құрылымдық сипаттамалары жан-жақты талданады. Сонымен қатар, олардың жеке және біріктірілген түрде қолданылу мүмкіндіктері, әсіресе нанокомпозиттер мен мембраналық құрылымдарда қолдану жолдары қарастырылады. Зерттеу нәтижелері бұл материалдардың өзара үйлесімділігі мен жоғары функционалдығын көрсете отырып, оларды келешектегі экологиялық және техногендік мәселелерді шешуге бағытталған жасыл технологиялардың ажырамас бөлігі ретінде қолдануға мүмкіндік береді.

Түйін сөздер: *MXene, наноцеллюлоза, синтез, нанотехнология, композиттер, экологиялық материалдар, су тазалау.*

1 MXene мембраналық технологияның перспективті материалы ретінде

1.1 MXene құрылымы және қасиеттері

MXene – бұл екі өлшемді материалдар класы, олар қабатталған карбидтерден, нитридтерден немесе карбонитридтерден түзіледі және олардың бастапқы MAX-фазаларынан селективті күйдірмелеу әдісі арқылы алынады.

MXene-нің прекурсорының жалпы химиялық формуласы $M_{n+1}AX_n$ түрінде болады, мұнда M – өтпелі металды, A – Периодтық жүйенің 13–15-топ элементін, ал X – көміртек немесе азотты білдіреді. «MAX» атауы осы үш негізгі құрамдас бөліктің атауларынан алынған.