

Омурбекова Г.К., Ысманов Э.М., Байдолатов Р.Р., Ташполотов Ы.

ИССЛЕДОВАНИЕ ОПТИМАЛЬНЫХ УСЛОВИЙ ХЛОРИРОВАНИЯ КРЕМНИЯ  
РИСОВОЙ ШЕЛУХИ

G.K. Omurbekova, E.M. Ysmanov, R.R. Baidoolatov, Y. Tashpolotov

INVESTIGATION OF OPTIMAL CONDITIONS CHLORINATION SILICON RICE HUSK

УДК: 621. 315. 592

Установлено, что в зоне реакции нелетучие хлориды кальция, натрия и калия и других элементов при 450°C образуют плавающую смесь. Оптимальными условиями для максимального извлечения хлоридов металлов и тетрахлорид кремния из рисовой шелухи являются температура 550°C и время обработки 120 мин. Все летучие хлориды улавливались в конденсационной системе состоящей из двух приемников. В первом приемнике имевшем температуры 60°C, конденсировались хлориды железа, алюминия и магния, а легколетучий хлорид кремния (IV) (SiCl<sub>4</sub>) полностью отгонялись и конденсировались в жидком состоянии в следующем приемнике.

It is established that in the area of non-volatile reaction of calcium, sodium and potassium and other elements at 45°C form floating mixture. The optimal conditions for maximum extraction of metal chlorides and silicon tetrachloride from rice husks are a temperature of 55°C and processing time 120 minutes. All fugitive chlorides were captured in the condensate system consisting of two receivers. In the first receiver which had a temperature of 60°C, condense chlorides of iron, aluminium and magnesium, and easily volatile chloride silicon (IV) (SiCl<sub>4</sub>) fully off-gassed and condense into a liquid state in the next receiver.

**Введение**

Применение газообразного хлора в промышленности редких и некоторых цветных металлов получило в настоящее время всеобщее признание и широкое распространение. Высокая реакционная способность хлора, значительное разнообразие свойств его соединений, а также легкость взаимодействия хлоридов с другими химическими соединениями дают возможность достаточно полно извлекать из перерабатываемого материала все ценные элементы и получать металлы высокой степени чистоты.

Известно, что производство металлического титана, ниобия, тантала, циркония, гафния, редкоземельных металлов, германия, кремния основано на применении газообразного хлора [1].

В последнее время хлорный метод широко применяется и в цветной металлургии для извлечения редких и рассеянных элементов, в том числе золота и серебра. Хлорный метод особенно эффективен для вскрытия «упорных» руд, в которых золото и серебро находится в тонкодисперсном состоянии [2].

Содержание кремния в некоторых растениях в пересчете на его диоксид приведена в статье [3].

Нами в ходе экспериментальных исследований выявлено что при восстановлении золы рисовой шелухи разделяется тетрахлорид кремния и хлориды металлов (Al, Fe, Ca, Mg, K, Na), также установлено что при восстановительной реакции большое влияние оказывает степень измельчения исходного сырья, содержания угля, температура, время и скорость подачи хлора.

**Экспериментальная часть**

Учитывая содержания кремния в золе растительного сырья, нами проводились лабораторные исследования с целью разработки технологии получения хлорида кремния с использованием хлорирующих установок. В лабораторной установке при 250°C происходит разложение четыреххлористого углерода на смеси газов: хлористый водород и фосген. Образовавшаяся хлоргазовая смесь является активно хлорирующим реагентом. Процесс хлорирования проходит в две стадии, а именно, в начале четыреххлористый углерод гидролизует по реакции (10), а затем образовавшиеся фосген и хлористый водород одновременно взаимодействуют со соединениями элементов (2), присутствующих в золе рисовой шелухе.



Получение хлорид кремния проводилась в кварцевой трубке с наружным обогревом трубчатой электропечью, отрегулированной при заданной температуре ±1°C.

Зола рисовой шелухи (5-10 г) помещают кварцевую трубку. К одному трубки присоединяют стеклянный конденсатор для улавливания летучие хлориды, другой конец соединяют с источником хлора. Соединение приемника с трубкой осуществляется при помощи волокнистого асбеста, к которому надо перемешать небольшое количество белой глины. Конденсатор соединен с холодильником и приемником для хлорид кремния. Приемник сообщается с наружным пространством через хлоркальциевую трубку. Для образования хлорирующих реагентов фосгена и хлористого водорода были созданы следующие условия: через четыреххлористый углерод продували атмосферный воздух с помощью аспиратора Мигунова. Четыреххлористый углерод постепенно испарялся образуя паров четыреххлористого углерода, и внешнего воздуха поступала в предварительно нагретую реакционную трубку. В данных условиях четыреххлористой углерод пиролизировался с образованием фосгена и хлористого водорода, которые взаимодействовали с окислами металла и кремния.

Образовавшиеся легколетучие хлориды кремния SiCl<sub>4</sub> в жидком состоянии конденсировались в приемнике с температурой 60°C. Летучие хлориды металла (Al, Fe, Mg) возгонялись и конденсировались в широкой части конденсатора, а не летучие хлориды кальция, натрия и калия образуют плавающую смесь при температуре 450°C в реакторе. В конце реакции из зоны реакции

нелетучие хлориды удалялись путем водной обработки, и в виде расплава.

Результаты хлорирования металлов (Fe, Al, Mg, Ca, Na, K) и кремния хлоргазовой смеси четыреххлористого углерода и воздуха в зависимости от температуры и времени приведены на рис. 1.2.

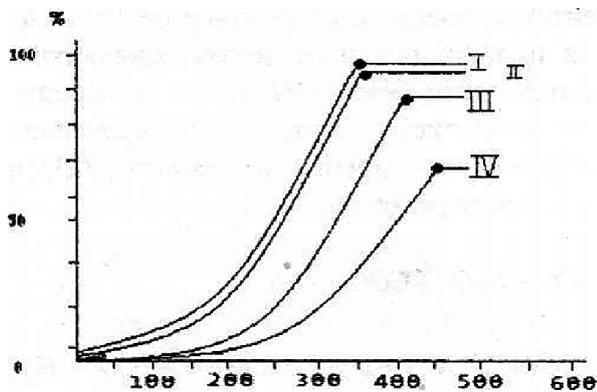
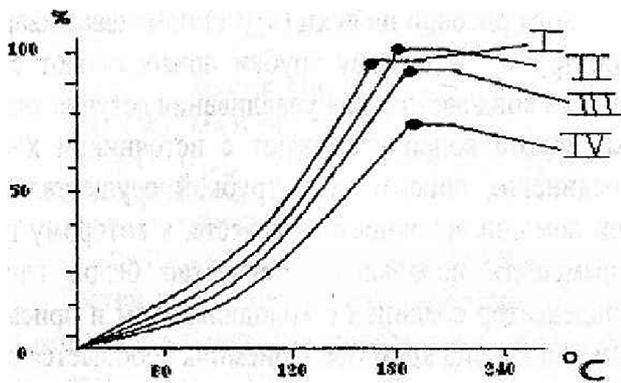


Рис. 1. Хлорирование металлов и кремния в зависимости от температуры



Время, в мин.

Рис. 2. Хлорирование металлов и кремния в зависимости от времени. I-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; II-SiO<sub>2</sub>; III-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; IV-MgO.

Из рис.1 видно, что степень хлорирования металлов и кремния зависит от температуры. Начиная с 0 до 350-450°C с увеличением температуры реактора повышается их степень хлорированности, а дальнейшее повышения не влияет на этот показатель. Аналогичным образом влияет на степень хлорирования время обработки шихты. После 3-х часовой обработки дальнейшее воздействие не влияет на степень хлорирования элементов.

Из полученных результатов видно, что хлорирования железа начинается в виде летучих хлоридов

при температуре 350°C. При этих температурах алюминий и магний не возгоняется. Алюминий хлорируется и возгоняется при температуре 380°C, магний при температуре 520°C, а кремний при температуре 360°C.

Степень хлорирования железа, алюминия, магния и кремния сильно возрастает с повышением температуры, например при температуре 550°C степень хлорирования соответственно составляет: 99,8; 97,9; 82,5 и 99,9% (Таблица 1.).

Таблица 1.

Степень хлорирования элементов при различных температурных режимах.

№	Химические элементы	Температура, °C	Процент извлечения элементов, %	Фазовое состояние
I	Fe	350	99,8	твердый
II	Si	360	99,9	жидкий
III	Al	380	97,9	твердый
IV	Mg	520	82,5	твердый

**Выводы**

В зоне реакции нелетучие хлориды кальция, натрия и калия и других элементов при 450°C образуют плавающую смесь. Оптимальными условиями для максимального извлечения хлоридов металлов и тетрахлорид кремния из рисовой шелухи являются температура 550°C и время обработки 120мин.

Все летучие хлориды улавливались в конденсационной системе состоящий из двух приемников. В первом приемнике имевшем температуры 60°C, конденсировались хлориды железа, алюминия и магния, а легколетучий хлорид кремния (IV) (SiCl<sub>4</sub>) полностью отгонялись и конденсировались в жидком состоянии в следующем приемнике.

**Литература:**

1. Морозов И. С. Применение хлора в металлургии редких и цветных металлов. М.: Наука, 1966, 252 с.
2. Усубакунов М.У, Чукулова У.Э., Блешинский С.В. Комплексная переработка сурьмяного и притного концентратов, содержащих благородные металлы, хлорированием четыреххлористым углеродом. // Наука и новые технологии, 2000. №2, С. 102-204.
3. Ысманов Э.М., Омурбекова Г.К., Ташполотов Ы., Айдаралиев Ж.К., Садыков Э.С. Технология получения кремния с использованием неорганических и органических сырьевых ресурсов. // Наука и новые технологии, 2001, №1, С. 22 -24.

Рецензент: к.т.н., доцент Садыков Э.С.