

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт
геохимии им. А.П. Виноградова Сибирского отделения
Российской академии наук

На правах рукописи

Жабоедов Александр Петрович

**Научное обоснование и разработка технологии переработки
природных кварцитов Восточного Саяна на основе химического
обогащения**

Специальность

25.00.13 - «Обогащение полезных ископаемых»

Диссертация на соискание ученой степени кандидата
технических наук

Научный руководитель:
профессор, доктор физико-математических наук,
Непомнящих Александр Иосифович

Иркутск – 2021

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
ГЛАВА 1 ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ДИОКСИДА КРЕМНИЯ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ И МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ КВАРЦЕВЫХ КОНЦЕНТРАТОВ. ЦЕЛЬ И ЗАДАЧИ ИССЛЕДОВАНИЙ.....	10
1.1 Диоксид кремния	10
1.1.2 Фазовые переходы.....	11
1.2 Главные технологические требования к кварцевым концентратам.....	16
1.3 Получение кварцевого концентрата	18
1.4 Цель и задачи исследований.....	26
ГЛАВА 2 ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	28
2.1 Характеристики объектов	28
2.2 Методы исследования	33
2.3 Выводы по главе 2	37
ГЛАВА 3 СТРУКТУРНО-ТЕКСТУРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ, ЭЛЕМЕНТНЫЙ СОСТАВ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КВАРЦИТОВ ВОСТОЧНОГО САЯНА И ГРАНУЛИРОВАННОГО КВАРЦА.....	38
3.1 Петрографические исследования.....	38
3.2 Флюидные включения.....	48
3.3 Количественное исследование основных летучих компонентов масс- спектрометрическим методом.....	53
3.4 Фазовые переходы	57
3.5 Выводы по главе 3	61
ГЛАВА 4 ПОЛУЧЕНИЕ КВАРЦЕВОГО КОНЦЕНТРАТА.....	63
4.1 Обогащение мелкозернистого кварцита	65
4.2 Обогащение суперкварцита.....	70
4.2.1 Обогащение без термодробления	70
4.2.2 Обогащение с термодроблением куска.....	71
4.2.3 Влияние высокотемпературной прокалики на глубину обогащения.....	73
4.3 Обогащение порфировидных, сливных кварцитов,.....	82
гранулированного жильного кварца и кварцитов Уренгенурского блока.....	82
4.4 Обогащение кварцитов Урда-Гарганского участка	87
4.5 Кварцевое стекло на основе полученных концентратов	91
4.6 Выводы по главе 4	98

ГЛАВА 5 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНО-ПИЛОТНАЯ ЛИНИЯ ПЕРЕРАБОТКИ КВАРЦИТОВ	99
5.1 Оценка сырьевой базы кварцитов Восточного Саяна.....	99
5.2 Пилотная линия получения кварцевых концентратов.....	100
5.3 Расчет экономической эффективности экспериментальной..... пилотной линии.....	103
5.4 Выводы по главе 5	106
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	108
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ:	110
Приложение А Технологические Условия.....	127
Приложение Б Технологическая Инструкция	133
Приложение В Исследование активности радионуклидов.	158

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность работы. Кварц - второй по распространенности минерал в земной коре после полевых шпатов и является важной составляющей в магматических, осадочных и метаморфических породах. Кварц является основным компонентом гидротермальных кварцевых жил и в ядре зонных пегматитовых тел. Во время осадочных процессов кварц сконцентрирован из-за его химической и физической стойкости к коррозии. В отложениях, кварц может быть найден как вторичный материал как аутигенный кварцевый цемент.

Наряду с большой распространенностью кварц обладает уникальными физико-химическими свойствами, без которых невозможно развитие таких областей как: полупроводниковая; светотехническая; волоконно-оптическая; оптическая; стекло специального назначения и другое. [1].

Потребность в высококачественном кварцевом сырье постоянно растет и за последние годы увеличилось в десятки раз. Вместе с увеличением спроса растут и требования, предъявляемые к кварцевым концентратам. Для производства современных полупроводниковых, волоконно-оптических систем, военной и космической техники требуется высокочистое и ультрачистое сырье. Истощение запасов жильного кварца высокого качества и горного хрусталя ставит актуальную задачу поиска и исследования недефицитных, и перспективных типов кварцевого сырья [2, 3,4,5].

На территории России кварцевые месторождения высокого качества распределены по нескольким провинциям, расположенным в Уральском, Восточно-Сибирском и Карельском регионах [6,7,8,9]. Большинство месторождений представлены жильным кварцем разного генезиса, характеризующиеся большой неоднородностью и крутопадающими жилами. Разработка жильных месторождений осложняется проведением дополнительных вскрышных работ, а в отдельных случаях требует использование шахтных методов добычи, что значительно сказывается на

стоимости конечного продукта и ставит под сомнение экономическую целесообразности, производства высокочистого кварцевого сырья.

Поэтому большой интерес представляют проявления высокочистых кварцитов, которые отличаются крупными запасами и однородностью качественных характеристик [10,11,12,13,14,15,16,17,18,19,20,21].

В связи с развитием наукоемких отраслей потребность в высокочистых концентратах с каждым годом возрастает. По экспертной оценке, в 2021 году мировая потребность в высокочистых кварцевых концентратах будет составлять 117833 тонн при стоимости 8,7 долларов за килограмм, к 2026 году потребность увеличится до 159530 тонн при стоимости 9,1 доллара за килограмм [22].

В настоящее время монополистом на мировом рынке в области производства высокочистых кварцевых концентратов является компания Unimin (США) - исходным природным сырьём являются пегматиты.

Введение в 2014 г. со стороны Евросоюза и США ограничений на поставку в Россию высокотехнологичной продукции на специализированные предприятия (ОАО "ОНПП Технология", АО "ПНППК", АО "ГНЦ РФ ТРИНИТИ", АО "ГУП ЛИСМА" и др.), участвующие в выполнении госзаказов оборонного сектора, жестко ПОСТАВИЛО вопрос импортозамещения поставок высококачественного кварцевого стекла. Поэтому вопрос развития технологии получения кварцевых концентратов стоит очень остро.

Единственным производителем кварцевых концентратов в России является ООО «Русский кварц», основное исходное сырьё - гранулированная кварцевая жила №175 уфалейского типа. Истощение традиционных источников кварцевого сырья жильного кварца и горного хрусталя, ставят задачи поиска и исследования новых и перспективных типов кварцевого сырья, развития технологических решений, позволяющих решить проблему дефицита кварцевого сырья в России.

Работы по расширению сырьевой базы для получения особо чистых кварцевых концентратов ведутся группами ученых [23,24,25,26,27,28,29,30] , но объекты

исследования практически во всех случаях характеризуются высокой степенью неоднородности и высоким содержанием структурных примесей, ограничивающих степень чистоты получаемых концентратов.

Одним из уникальных и перспективных источников особо-чистого кварцевого сырья являются кварциты Восточного Саяна, для которых характерны высокая чистота, мономинеральный состав и однородность качественных характеристик [10].

Изучение геохимических характеристик (химический состав, размер и плотность распределения минеральных и флюидных включений, уровень структурных форм основных примесей в силикатном каркасе), полиморфных переходов и химическое обогащение является необходимыми этапами при разработке эффективной технологии получения кварцевого концентрата высокой чистоты.

Целью настоящего исследования являлась разработка физико-химических основ технологии получения кварцевых концентратов на основе кварцитов Восточного Саяна для производства оптического кварцевого стекла и термостойкой кварцевой керамики. При выполнении работы решались следующие **задачи**:

1. Выделение продуктивных разновидностей кварцитов на основе изучения их структурно-текстурных особенностей, минеральных, флюидных включений.
2. Изучение полиморфных переходов в кварцитах и их влияние на процессы получения кварцевого концентрата.
3. Обоснование выбора процессов обогащения и разработка технологической схемы, обеспечивающей получение особо-чистых кварцевых концентратов, пригодных для получения кварцевого стекла и термостойкой кварцевой керамики.

Научная новизна:

1. Впервые на основе изучения структурно-текстурных особенностей, минеральных и флюидных включений, индекса кристалличности в кварцитах Восточного Саяна выделены продуктивные разновидности кварцитов.

2. На примере суперкварцитов Ока-Урикского блока показано, что для повышения степени очистки кварцитов необходимо использовать этап термодробления, при температуре полиморфного перехода $\alpha \leftrightarrow (573) \beta$ -кварц.
3. На примере сливных кварцитов Ока-Урикского блока показано, что флюидные включения не удаляются в процессе дробления и истирания. Для их вскрытия необходима высокотемпературная прокалка.
4. Впервые для кварцитов Восточного Саяна разработаны процессы обогащения, которые учитывают их особенности и специфику, позволяющие получить особо чистые кварцевые концентраты.

Практическая значимость работы.

Разработана технология получения особо чистых кварцевых концентратов из кварцитов Восточного Саяна на основе химического метода обогащения для производства кварцевого стекла и термостойкой кварцевой керамики.

Из полученных кварцевых концентратов синтезированы оптические кварцевые стекла, соответствующие марки КИ.

Разработаны и утверждены технические условия ТУ 5726-001-03533702-2014 «Кварцевые концентраты из природных кварцитов» и технологическая инструкция ТИ-003-2014 ИГХ «Изготовление образцов кварцевых концентратов из природного кварцита» для производства высокотемпературной кварцевой керамики.

Научные положения, выносимые на защиту:

1. В кварцитах, прошедших термодробление, при полиморфном переходе $\alpha \leftrightarrow \beta$ – кварц снижается не только прочность, но и высвобождается низко- и частично высокотемпературная форма воды, что предопределяет, использование процесса термодробления в технологической схеме обогащения.
2. Для удаления флюидных включений, находящихся внутри кварцевого зерна, необходима высокотемпературная прокалка при температуре начала полиморфного перехода кварц-кристобалит.

3. Типы минеральных, флюидных включений и текстурно-структурные особенности кварцитов определяют параметры процессов для получения кварцевого концентрата.
4. Индекс кристалличности является эффективным критерием для выявления наиболее перспективных разновидностей кварцевого сырья одного генетического типа. Кварцевое сырье с наибольшим индексом кристалличности характеризуется наименьшим содержанием примесей в исходной породе и кварцевом концентрате.

Фактический материал.

Основу диссертационной работы составили материалы исследований, проведенных автором с 2012 по 2020 при использовании научного оборудования ЦКП «Изотопно-геохимических исследований» ИГХ СО РАН, ЦКП «Высокотемпературный контур» ИСЭМ СО РАН, Байкальского аналитического ЦКП ИрИХ СО РАН, а также исследований, выполненных в МГУ им. М.В.Ломоносова на Химическом факультете.

При проведении технологических испытаний отработаны методы пробоподготовки, химического обогащения и аналитические методики, исключающие техногенное заражение материала.

Апробация работы. Основные результаты работы представлены на научных конференциях: Современные проблемы геохимии 2013, 2015. Иркутск; Байкальский материаловедческий форум 2015, 2018. Улан-Удэ; Всероссийская конференция с международным участием «Месторождения камнесамоцветного и нерудного сырья различных геодинамических обстановок» (XVI Чтения академика А.Н. Заварицкого) 2015. Екатеринбург; Промышленные минералы 2015. Казань; XVII Российское совещание по экспериментальной минералогии 2015. Новосибирск; IX Всероссийская конференция «Керамика и композиционные материалы» 2016. Сыктывкар; Международная молодежная конференция по люминесценции и лазерной физике 2016, 2018, 2019. Республика Бурятия, с. Аршан, г. Иркутск; Первый Российский Кристаллографический конгресс 2016. Москва; Современные направления

развития геохимии 2017. Иркутск; Восьмая международная конференция "Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов" 2019. Москва.

Результаты по теме диссертации представлены в 26 работах, в том числе 10 статей из списка журналов индексируемых в Web of Science и Scopus, рекомендованных ВАК.

Личный вклад автора состоит в определении цели и задач исследования, организации и участии в исследованиях направленных на изучении полиморфных переходов, влияния процессов термодробления, отжига, истирания, выбора состава кислот при получении кварцевых концентратов, обработке, анализе и обобщении полученных результатов, обосновании научных положений и выводов, подготовке публикаций.

Объем и структура работы. Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав и заключения, общим объемом 159 страниц, включая 46 рисунков, 25 таблиц, 3 приложения и список литературы из 152 наименования.

Автор выражает свою благодарность научному руководителю д.ф.-м.н., профессору А.И. Непомнящих за научное руководство и редактирование работы, к.г.-м.н. А.М. Федорову за организацию и проведении полевых экспедиционных работ по отбору материала, О.Н. Соломеину за пробоподготовку чистых кварцевых материалов, В.Ю. Пономаревой за проведение тонких аналитических исследований, Е.В. Каневой за проведение рентгенофазовых анализов, А.Н. Козлову и А.К. Субанакону за выполненные синхронные термические анализы, М.Г. Волковой за помощь в петрографических исследованиях, д.т.н. Зелинской Е.В и Т.А. Радомской за помощь в редактировании работы, Е.А. Середкину и Р.В. Преснякову за помощь в проведении экспериментов, В.А. Крейсбергу за исследование летучих компонент в образцах кварца

ГЛАВА 1 ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ДИОКСИДА КРЕМНИЯ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ И МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ КВАРЦЕВЫХ КОНЦЕНТРАТОВ. ЦЕЛЬ И ЗАДАЧИ ИССЛЕДОВАНИЙ

1.1 Диоксид кремния

Кремнезем исследуется уже около трехсот лет. Первым Лавуазье (1789г.) отнес кремнезем к простым телам. Позже, Берцелиус и ряд других ученых, в начале девятнадцатого века доказали, что кремнезем является оксидом кремния. Однако из-за расхождения в подсчете атомного веса его описывали разными формулами - Si_2O_3 и SiO_3 (Берцелиус), SiO и SiO_3 (Дюма, Лоран, Дэна), SiO_2 (Гмелин), Si_2O , SiO , SiO_3 (Менделеев). Точная формула кремнезема SiO_2 была определена Менделеевым после уточнения атомного веса кремния в конце пятидесятих годов девятнадцатого века [31].

В своей работе Сосмен [32] приводит более двадцати модификаций кремнезема. В таблице 1 приведены модификации, установленные при атмосферном давлении.

Таблица 1 - Модификации кремнезема по Сосману [32]

Наименование модификации	Температурный интервал в °С	Давление в кбар	Характеристика стабильности
Кварц низкотемпературный	От -273 до 573	Нормальное	Стабилен
Кварц высокотемпературный	От 573 до 870	Нормальное	Стабилен
Тридимит S	От 475 до 867 От 867 до 1470	Нормальное	Метастабильный Стабилен
Кристаллит низкотемпературный	От -273 до 270	Нормальное	Метастабильный
Кристаллит высокотемпературный	От 270 до 1470 От 1470 до 1723	Нормальное	Метастабильный Стабилен

Строительная единица кристаллического или стеклообразного SiO_2 – тетраэдры SiO_4 или точнее $\text{SiO}_{4/2}$. Единственным исключением является стишовит- с октаэдрами SiO_6 . Тетраэдр SiO_4 устанавливается в пределах ближнего порядка и основан на возбужденном состоянии валентных электронов атома Si в форме sp^3 гибрида: $1s^2 2s^2 2p^6 3s^1 3p^3$. Такая конфигурация соответствует 4 валентностям для 6-связей, направленных к 4 вершинам правильного тетраэдра, которые заняты 4 атомами O. Однако связь Si-O является также и ионной или гетерополярной (~40%) по отношению к шкале электроотрицательностей Полинга. Такой смешанный характер связывания был установлен и другими методами, например, при определении электронной плотности в кварце при низких температурах техникой рентгеновских лучей [33].

1.1.2 Фазовые переходы

При определенных режимах нагрева и необходимом количестве примесей-минерализаторов полиморфные превращения кварца протекают по схеме, представленной на рисунке 1 [25,35].

Низкотемпературный кварц относится к тригонально-трапецеэдрическому классу тригональной сингонии. Элементарная ячейка при 25°C имеет параметры: $a_0=4,913 \text{ \AA}$, $c_0=5,405 \text{ \AA}$ и включает 3SiO_2 ($Z=3$). Атомы Si и O сгруппированы в соответствии с энантиоморфной разновидностью в две пространственные группы: D_3^4 - $P3_121$ (правый кварц) и D_3^6 - $P3_221$ (левый кварц). Тетраэдры $\text{SiO}_{4/2}$ имеют почти правильную форму (рисунок 2а). Угол связи Si-O-Si составляет 144° . Низкотемпературный кварц представляет собой твердый минерал (твердость по шкале Мооса 7) с плотностью 2650 кг/м^3 , с отчетливо выраженной анизотропией свойств и двойным лучепреломлением. При температуре $573 \text{ }^\circ\text{C}$ низкотемпературный α -кварц скачкообразно, но без разрушения кристаллов переходит в высокотемпературный

β -кварц. Переход сопровождается уменьшением плотности до 2530 кг/м^3 из-за увеличения объема на 1,3 %, изменением угла связи Si-O-Si со 144° до 155° , незначительным смещением атомов.

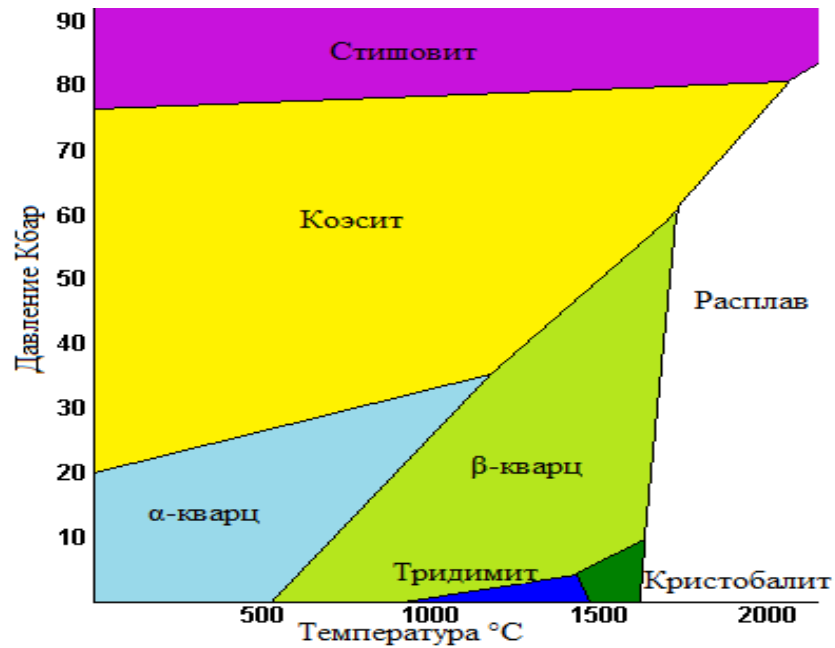


Рисунок 1 - Диаграмма фазовых состояний в кремнеземе [34]

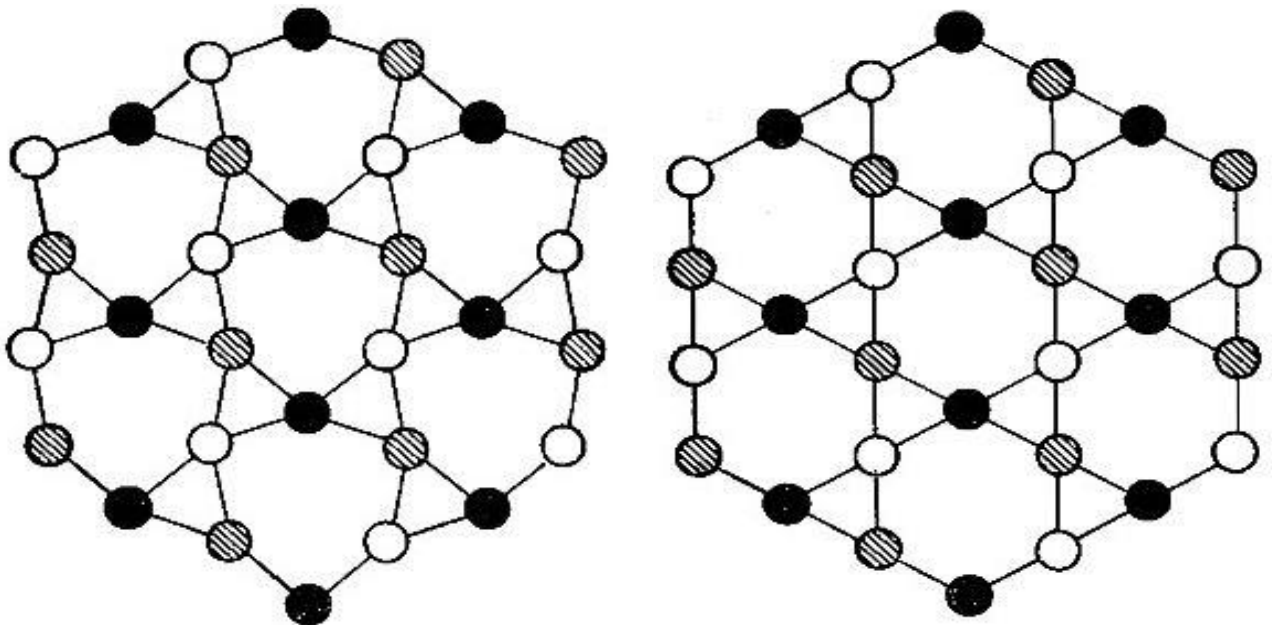


Рисунок 2 - Проекция атомов кремния на плоскость (0001) в низкотемпературном α -кварце (а) и в высокотемпературном β -кварце (б)

При охлаждении наблюдается обратный переход β -кварц в α -кварц (рисунок 2б). Элементарная ячейка при 25°C имеет параметры: $a_0=5,01 \text{ \AA}$, $c_0=5,47 \text{ \AA}$, элементарная ячейка идентична α -кварцу. Сингония гексагональная; вид симметрии гексагонально-трапецоэдрический. Пространственные группы симметрии D_6^4 - $P6_222$ или D_6^5 - $P6_422$ (правый или левый кварц).

При 867°C β -кварц переходит в β -тридимит. Данный переход сопровождается перестройкой структуры, сочленение тетраэдров из спиральной в β -кварце, перестраивается в зеркальное в β -тридимите. По этой причине переход протекает медленно. Перестройка структуры сопровождается увеличением объема и уменьшением плотности до 2220 кг/м³. Параметры элементарной ячейки при температуре 200°C составляют: $a_0=5,04 \text{ \AA}$, $c_0=8,24 \text{ \AA}$ и включают 4SiO₂ (Z=4). После охлаждения до ~120°C наблюдается быстрый обратимый переход β -тридимита в α -тридимит, при этом плотность увеличивается до 2260 кг/м³. [36].

В работах Феннера, опубликованных в 1912-1913 гг. [37,38] рассмотрены модификации первого порядка на условия образования и устойчивость. Так кварц стабилен до 870 °C, тридимит- от 870-1470°C, а кристобалит от 1470-1625°C. Так же отмечено, что превращение этих модификаций протекает за длительный промежуток времени и в присутствии флюсов-минерализаторов. В тоже время нельзя говорить о точном определении интервалов температур. Пейронель [39] показал, что в присутствии небольших добавок окислов элементов IV группы и Na₂WO₄ при температуре 850°C образовывался кристобалит. Влияние Ti на условия кристаллизации кварца в своей работе описал Мюллер [40]. Эксперименты Хрущева [41] показали, что температура кристаллизации кристобалита в присутствии воды понижается. Многие авторы [31, 42] утверждают, что образование фазы тридимита вообще не наблюдаются без наличия щелочей в кристаллической решетке кремнезема. Превращение чистого кремнезема («чистый кремнезем» все модификации SiO₂, содержащие примеси в сумме не более 0,01%) происходят по схеме, представленной на рисунке 3 [22]

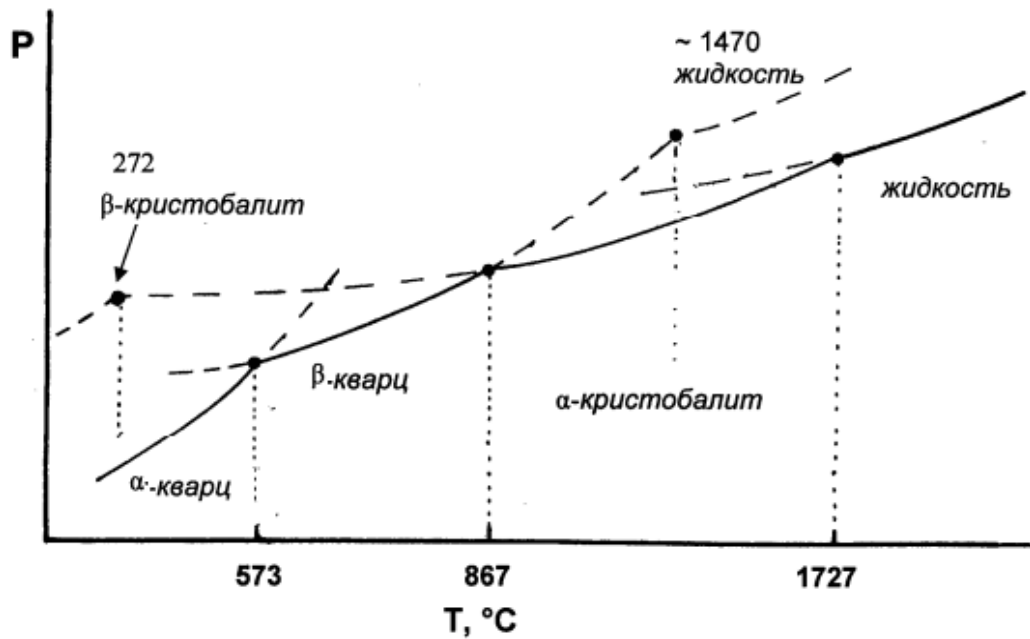


Рисунок 3 - Фазовая диаграмма превращений кремнезема при нормальном давлении [22]

Тридимит не является самостоятельной фазой чистого кремнезёма, он отсутствует в превращениях, протекающих в системе SiO_2 во всем интервале до 2000°C без минерализаторов или воды. Это подтверждается экспериментальной работой [43], в которой высокочистые кварцевые концентраты сорта ЮТА отжигались при температурах $1100 - 1700^\circ\text{C}$ включительно. В результате установлено, что при нагреве до 573°C низкотемпературный α -кварц обратимо переходит в высокотемпературный β -кварц, который при повышении температуры нагрева до $1400 - 1450^\circ\text{C}$ превращается в высокотемпературный β -кристобалит. Образование фазы тридимита на всем интервале температур не зафиксировано. Также было отмечено, что скорость образования фазы кристобалита зависела от сорта кварцевых концентратов, а именно от содержания примесей, ускоряющих процессы превращения.

По Феннеру, в группе кристобалита выделены две модификации. Высокотемпературный β -кристобалит образуется при температуре 1470°C , при дальнейшем нагреве до 1723°C переходит в расплав. Высокотемпературный β -кристобалит, кристаллизующийся в кубической системе, обладает структурой геометрически аналогичной алмазу или металлическому кремнию. Структура β -кристобалита со

стоит из атомов кремния с расположенными посередине атомами кислорода, с углом связи Si-O-Si, равным 180° . Схематически она представлена на рисунке 4.

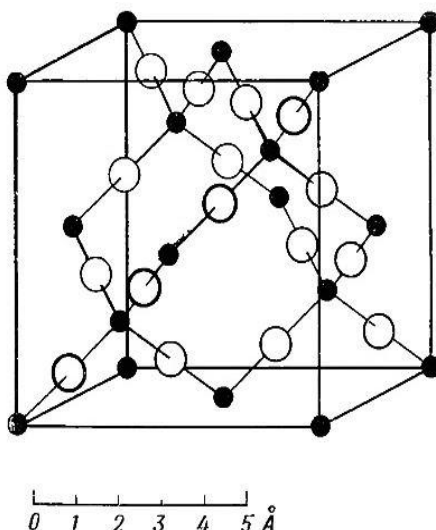


Рисунок 4 - Структура высокотемпературного β -кристобалита

Параметры элементарной ячейки составляют: $a_0 = 7,12 \text{ \AA} \pm 0,01 \text{ \AA}$, расстояние Si-O равно $1,541 \text{ \AA}$ и включает 8SiO_2 ($Z=8$). Плотность составляет 2190 кг/м^3 . Высокотемпературная модификация кристобалита β -кристобалит при охлаждении до 268°C превращается в низкотемпературную модификацию α -кристобалит. Сингония тетрагональная; на элементарную ячейку приходится 4SiO_2 ($Z=4$), её размеры $a_0 = 4,973 \text{ \AA}$ и $c_0 = 6,93 \text{ \AA}$ (при комнатной температуре). Угол Si-O-Si составляет 150° , а расстояние Si-O- $1,59 \text{ \AA}$. Расчетная плотность составляет 2330 кг/м^3 , а экспериментальная $2320\text{-}2360 \text{ кг/м}^3$.

При нагреве β -кристобалита выше 1723°C образуется расплав. Остывший расплав является аморфной модификацией кварца и называется кварцевым стеклом. Кварцевое стекло в зависимости от количества примесей обладает рядом уникальных физико-химических свойств: низким коэффициентом термического расширения ($\sim 5 \times 10^{-7} \text{ K}^{-1}$), высокой температурой кристаллизации ($\sim 1100\text{--}1200^\circ\text{C}$), высокой прочностью волокон на растяжение ($\sim 10 \text{ ГПа}$), низким оптическим поглощением (потери $< 0,5 \text{ dB/km}$), отличной химической стойкостью.

Условно кварцевое стекло можно разделить на следующие основные виды: прозрачное кварцевое стекло; непрозрачное кварцевое стекло; оптическое кварцевое стекло; легированное кварцевое стекло; кварцевая керамика [44].

Для кварцевого стекла характерна широкая спектральная область прозрачности и высокая термическая стойкость. Коэффициент линейного термического расширения кварцевого стекла менее $1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (в диапазоне температур от 20 до 1400 °С). Кварцевое стекло имеет низкий тангенс угла диэлектрических потерь при частоте $10^{16} \text{ Гц} - 0,0025 \div 0,0006$, что характеризует его высокую радиопрозрачность.

Физико-химические свойства кварцевого стекла обеспечивают его широкое применение в качестве конструкционного материала для изготовления кварцевых тиглей, используемых при выращивании из расплава кремния слитков Multi-Si, Mono-Si, радиопрозрачных обтекателей высокоскоростных летательных аппаратов (непрозрачное кварцевое стекло) и оптических волокон, и приборов широкого спектра применения (прозрачное кварцевое стекло).

1.2 Главные технологические требования к кварцевым концентратам

В зависимости от области применения к кварцевым концентратам применяются разные технологические требования. Основные требования можно разделить на три группы: низкие, средние и высокие [6,19,45]:

1. Низкие требования применяются к кварцевому сырью для получения флюсов, абразивов, стройматериалов, фильтров, ферросплавов, огнеупорных материалов. Содержание кремнезема в сырье должно составлять 94-98 масс %, а концентрация оксидов Al, Fe, Cu, Ti не должна превышать 0,1-0,5 %. Характеристики оптического светопропускания и концентрация летучих компонентов при получении данных материалов не учитываются.

2. Средние требования применимы при синтезе многокомпонентных оптических стекол, непрозрачного кварцевого стекла, металлического кремния, карбида кремния, тонкой керамики. Содержанием кремнезема в сырье должно быть не ниже 98-99,5 масс %. Концентрация примесей, создающих центры окраски, Fe, Cu, Ti, Ca должна находиться в интервале $10^{-2}\%$ до $1 \cdot 10^{-6}\%$. Другие элементы допускаются в больших количествах. Содержание летучих компонентов не лимитируется. Оптическое светопропускание должно составлять 5-40%.

3. Самые высокие требования к сырью устанавливаются при синтезе прозрачного кварцевого стекла. В производстве используется мономинеральное кварцевое сырье с суммарным содержанием элементов-примесей –Al, Fe, Ca, Ti, Mg, Mn, Ge, Cu, K, Na, Li и др., не превышающим 20-30 ppm, при низкой газонасыщенности <40-80ppm. и величиной светопропускания не менее 70-80 % (ТУ 5726-002-1149665-97).

Наиболее распространенным продуктом кварца глубокого обогащения (КГО) на рынке сырья являются кварцевые концентраты торговой марки «Йота» (High Purity Quartz Iota (I-Q), UNIMIN, USA). До 1970 года, преимущественно, использовался кусковой кварц (сорта Lascas), поставляемый из Бразилии и Мадагаскара. После резкого увеличения стоимости данного сорта кварца компания Unimin (США) разработала экономичную технологию производства высокочистого кварцевого концентрата из хвостов переработки каолиновых и мусковит содержащих руд. На данный момент продукты компании стали эталонными, любые другие новые продукты тестируются и сравниваются с ним (по свойствам, содержанию примесей и т.д.). Сравнительный анализ характеристик сортов кварцевых концентратов согласно ТУ 5726-002-1149665-97 и компании Unimin, представлен в таблице 2.

Таблица 2 - Сорты кварцевых концентратов

Наименование показателей	Ед. изм	Высокой чистоты (глубоко обогащенный)					Ультравысокой чистоты (сверхглубокое обогащение)					
		КГО -1	КГО -2	КГО -3	КГО -4	ЮТА	КГО -5	КГО -6	ЮТА	КГО -7	ЮТА	КГО -8
		LQ-1	LQ-2	LQ-3	LQ-4	st	LQ-5	LQ-6	4	LQ-7	6	LQ-8
Массовая доля высокотемпературной H ₂ O	ppm	80-150	40-80	<40	40-80		<40	40-80		<20		<20
Массовая доля химических примесей												
Железо (Fe)	ppm	3,0	2,0	1,0	0,7	0,3 - 1,5	0,4	0,3	0,2 - 0,3	0,2	0,3 - 1	0,1
Алюминий (Al)	ppm	20,0	15,0	10,0	10,0	15-22	8,0	8,0	7,9 - 9,5	2,0	7,9 - 10	0,2
Титан (Ti)	ppm	2,0	2,0	2,0	2,0		1,5	0,6		0,4		0,4
Кальций (Ca)	ppm	5,0	3,0	2,0	0,5	0,4 - 1,5	0,4	0,4	0,5 - 0,7	0,4	0,6 - 1	0,2
Магний (Mg)	ppm	2,0	2,0	1,0	0,3		0,2	0,1		0,1		0,1
Медь (Cu)	ppm	0,5	0,3	0,1	0,1		0,1	0,1		0,0		0,0
Марганец (Mn)	ppm	0,5	0,3	0,2	0,1		0,1	0,1		0,1		0,0
Натрий (Na)	ppm	8,0	5,0	5,0	1,5	0,9 - 1,5	1,0	1,0	0,1 - 0,2	0,5	1,0 - 1,3	0,2
Наименование показателей	Ед. изм	Высокой чистоты (глубоко обогащенный)					Ультравысокой чистоты (сверхглубокое обогащение)					
		КГО -1	КГО -2	КГО -3	КГО -4	ЮТА	КГО -5	КГО -6	ЮТА	КГО -7	ЮТА	КГО -8
		LQ-1	LQ-2	LQ-3	LQ-4	st	LQ-5	LQ-6	4	LQ-7	6	LQ-8
Калий (K)	ppm	5,0	3,0	2,0	1,0	0,7 - 1,5	0,5	0,5	0,1 - 0,2	0,4	0,4 - 1	0,2
Литий (Li)	ppm	5,0	3,0	1,0	0,6	0,7 - 1,5	0,4	0,4	0,2 - 0,3	0,4	0,2 - 1	0,2

1.3 Получение кварцевого концентрата

Технологическая схема получения кварцевого концентрата зависит от геохимических и физико-химических характеристик исходного кварцевого сырья. От геологических условий формирования породы зависят ее текстурно-структурные характеристики, содержание структурных, минеральных и флюидных примесей. В зависимости от данных характеристик производители используют различные процессы и схемы получения кварцевого концентрата.

Все этапы подготовки и обогащения кварцевой породы обусловлены его геохимическими характеристиками: твердые минеральные включения, флюидные

включения (ФВ) и структурные примеси. Твердые минеральные включения и флюидные включения можно эффективно удалить (> 99,9%) при помощи физических (термодробление, флотация, отжиг и др.) и химических методов обогащения (обработка кислотами при высокой температуре, хлорирование и др.), структурные примеси практически не извлекаемы.

Структурные дефекты в кварце обусловлены условиями кристаллизации, радиационным фоном вмещающих пород, процессами диффузии и разрушения кристаллической структуры.

Чаще всего в решетке кварца встречаются примесные ионы Al, Ge и Ti. Ввиду близкого значения их атомных радиусов Al (1,25 Å), Ge (1,25 Å) и Ti (1,4 Å) к атомному радиусу Si (1,1 Å), они чаще всего образуют структурный дефект в виде изоморфного замещения (рисунок 5). В качестве компенсатора в решетку встраиваются Li^+ , Na^+ , K^+ , H^+ и др. одновалентные ионы [31,47,48,49].

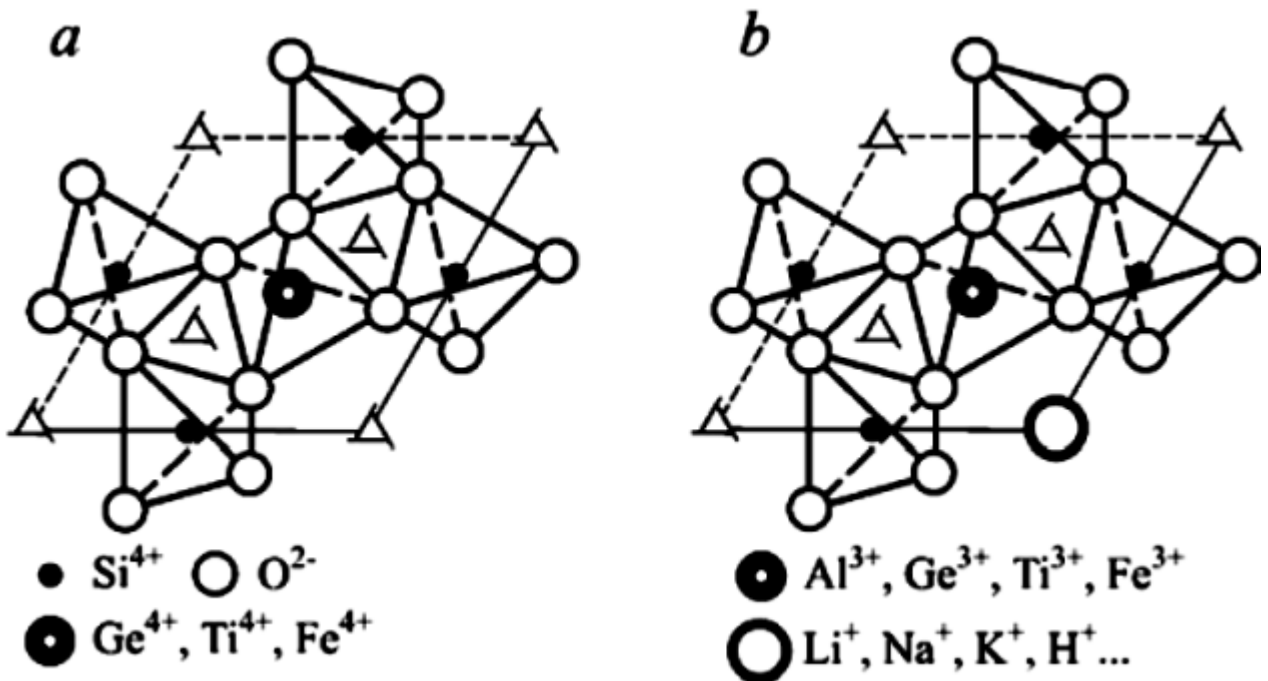


Рисунок 5 - Структура примесных атомных дефектов в кварце: а- замещение кремния по схеме изовалентного изоморфизма; б- замещение кремния по схеме гетеровалентного изоморфизма

Минеральные включения, содержащие Fe, Cu, Ti, Ca, создают центры окраски, ограничивают светопропускание кварцевого стекла, понижают его однородность и прозрачность.

Содержание алюмосиликатов (слюды, полевые шпаты), а также эпидот, цоизит, гранат приводит к образованию дефекта двулучепреломления и ряби, без окраса стекла [50].

ФВ оказывают влияние на химический состав исходного кварца (Na, K, Li и др.). От ФВ зависит целый ряд технологических свойств кварца: потери при прокаливании, светопропускание.

ФВ включения, ввиду вхождения в состав солевой компоненты Na и K, могут выполнять функцию минерализаторов [51], а фаза кристобалита зарождается и последовательно развивается в зонах повышенной концентрации ФВ- в залеченных трещинах. Резкое увеличение скорости процесса кристобалитизации кварца, пораженного ФВ, объясняется наличием раскрытых полостей ФВ с остатками солевых налетов, углекислоты и паров воды [52].

Исаев В.А. (рисунок 6) предлагает для вскрытия ФВ термическую обработку SiO_2 , до процесса кристобалитизации с целью увеличения структурных каналов в индукционных и СВЧ печах; для удаления минеральных примесей он предлагает применять стандартные методы очистки с использованием флотации, электростатической и магнитной сепарации.

Так, например, при использовании смеси кислот HCl-10% и HF-5% в соотношении 3/1, была достигнута степень очистки 43,8%, при использовании HCl-10%, HF-5% и HNO_3 -10%, была достигнута степень очистки 53,6%, при повторном процессе степень очистки достигала 88,2% [53,54,55].

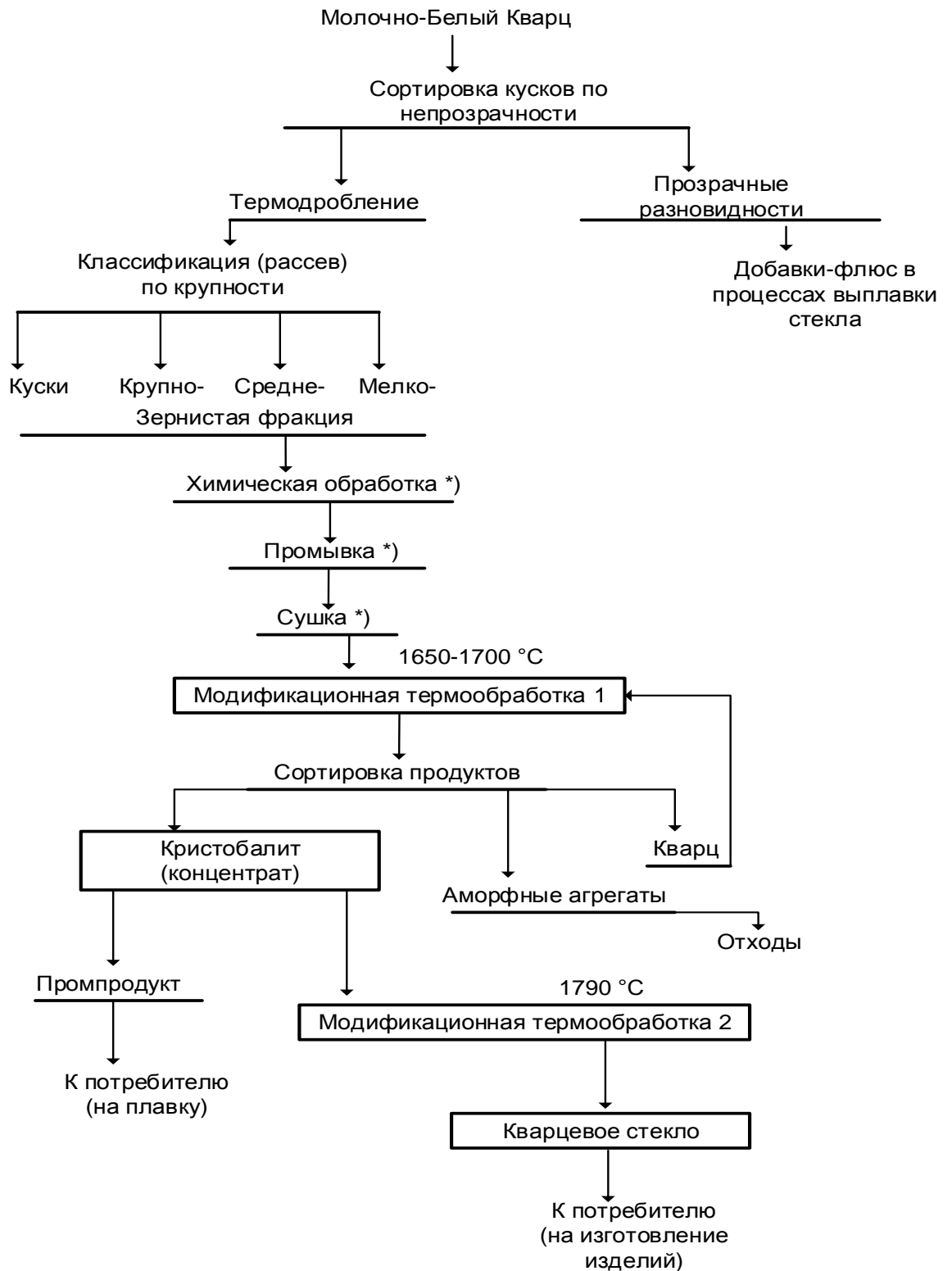


Рисунок 6 - Принципиальная технологическая схема переработки молочно-белого кварца. *) технологические операции выполняются отдельно для каждого класса

В.Ф. Чурбаков предлагает обработку кварцевой крупки фракцией -0,1+1мм в постоянном электрическом поле в солянокислом растворе, либо в электрических разрядах: искровом, дуговом, СВЧ. Результаты испытаний приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Результаты спектрохимического анализа обогащенного жильного кварца

Вид обработки	Содержание элементов примесей, % масс					
	Fe	Mn	Ca	Ti	Al	Na
исходная	4×10^{-3}	1×10^{-4}	8×10^{-4}	1×10^{-3}	5×10^{-3}	2×10^{-3}
I	1×10^{-4}	3×10^{-5}	8×10^{-4}	1×10^{-3}	5×10^{-3}	2×10^{-3}
II	1×10^{-4}	3×10^{-5}	5×10^{-4}	6×10^{-4}	5×10^{-3}	2×10^{-3}
III	4×10^{-5}	1×10^{-6}	1×10^{-5}	6×10^{-5}	2×10^{-5}	1×10^{-4}
IV	7×10^{-5}	1×10^{-6}	5×10^{-5}	1×10^{-4}	$1,8 \times 10^{-3}$	1×10^{-4}

В графах I, II, III приведены содержание шести элементов после плазмохимической обработки в дуговом, искровом и СВЧ разрядах соответственно. В графе IV приведены требования USA для особо чистой кварцевой крупки [56].

Твердость кварца по шкале Мооса соответствует 7, в связи с этим одним из принципиально важных этапов в схеме получения кварцевого концентрата является снижение его механической прочности, для того чтобы упростить процесс измельчения и уменьшить натирности мелющими механизмами. Таким этапом подготовки кварца является термодробление. Сырье, определенного фракционного состава, в зависимости от технологической схемы, подвергается нагреву выше точки полиморфного перехода α -кварц - β -кварц (573°C) и выдерживается при данной температуре, для того чтобы весь объем кварца перешел из низкотемпературной формы в высокотемпературную. Данный переход сопровождается увеличением объема на 0,6%. После чего кварц подвергается резкому охлаждению в воде. В результате термодробления механическая прочность кварца снижается в 10 и более раз.

По данным Ревнивцева В.И. операция терморазупрочнения кварца является наиболее эффективной для снижения прочностных характеристик. Однако необходимо учитывать минеральный состав кварцевой породы, поскольку частичная или

полная дегидратация и термическая диссоциация первичных оксидов, гидроксидов и карбонатов приводит к образованию труднорастворимых форм соединений. Так, например, кальцит и доломит при температуре 700 - 1000°C переходят в простые оксиды (α -Fe₂O₃, γ -Fe₂O₃, CaO, MgO), которые практически невозможно растворить при кислотной обработке кварцевой крупки [57].

Высокотемпературная прокалка применяется в доводочных стадиях обогащения кварца [58,59,60]. Термообработка эффективно способствует удалению ФВ, находящихся в межзерновом пространстве, уменьшает степень кристаллической неоднородности, что способствует к увеличению устойчивости к радиационным повреждениям, но отрицательно сказывается на коэффициенте светопропускания и сорбционными свойствами. Следует отметить, что прокалка при температуре 900°C способствует декрипитации только крупных, размером более 10 мкм, ФВ менее 10 мкм, практически, не удаляются [61].

Однако, следует учитывать, что высокотемпературная прокалка кварца может сказаться как положительно, так и отрицательно. Исследованиями, проведенными на кварцевом сырье Карелии, показано, что в результате термообработки кварца происходит увеличение содержания изоморфного алюминия. Обогащение кварца происходит из-за того, что Al встраивается в кристаллическую решетку [62].

В работе [63] предложен обзор методик по обогащению кварцевого песка. Одним из наиболее эффективных методов является обработка кварцевой крупки, фракции менее 0,5 мм 5-20% соляной кислотой или 2-10 % серной кислотой при температуре 70-100°C в течение 2 ч. Данным методом удалось уменьшить содержание оксида железа от 0,2 до 0,0045%, а содержание оксидов тяжелых металлов до 0,0003%.

Р. Ш. Насыров в своих работах [64,65,66] показал, что при получении кварцевого концентрата, важно учитывать геологические особенности исходного материала. Для обогащения жильного и крупнокристаллического кварца эффективно подходит концентрирование минеральных примесей в мелкой фракции кварцевого порошка и СВЧ декрипитация ФВ. Для обогащения молочно-белого кварца из-за

маленького размера ФВ и особенностей расположения минеральных примесей наиболее эффективен агломерационный способ очистки. Результаты исследований подтверждены тестовыми наплавами стекла [67].

Для удаления ФВ и минеральных примесей из гидротермального жильного кварца используют электрическую фрагментацию. Электрическая фрагментация генерирует частицы со сферической геометрией и глубокими трещинами, которые селективно указывают в направлении загрязняющих минеральных включений, и производит более высокий процент освобожденных минералов [68].

В работах [69,70,71,72,73,74,75,69,76,77] показано, что для эффективного удаления железосодержащих и силикатных (полевошпат, кианит, мусковит и др.) примесей широко применяется флотация. В зависимости от состава минеральных примесей используются анионные и катионные собиратели. Анионные в щелочной, катионные в кислых средах. Несмотря на свою универсальность и эффективность, флотация не позволяет произвести полную очистку кварца от минеральных примесей, в связи с этим она применяется в сочетании с другими методами очистки.

Перечисленные выше методы позволяют удалить крупные минеральные включения, более 5-10 мкм, вскрывшиеся в процессах измельчения на границах зерен, однако данные методы не применимы для удаления мелкодисперсных (2-5 мкм) примесей и минеральных пленок. Для их удаления применяется выщелачивание в растворах соляной, серной, плавиковой, щавелевой кислот и др. Эффективность очистки зависит от концентрации растворов и продолжительности режимов обработки. Кислотное выщелачивание позволяет удалять минеральные примеси размерами до 2-5 мкм, расположенные вблизи границ зерен и в микротрещинах.

Наряду с перечисленными традиционными методами очистки кварцевого сырья, в ряде стран: Англии, Германии, США и др., разработан и успешно применяется метод высокотемпературного хлорирования (900-1200 °С) [78,79,80,81]. Однако следует учитывать, что этот метод несет серьезную нагрузку на экологию.

В работе [82] выполнен анализ влияния этапов обогащения на степень очистки кварцевого материала на примере кварцевых концентратов фирмы Unimin

(США). Процесс производства включает в себя следующие этапы: дробление куска, отмывку и очистку, физическую, химическую и термические обработки (рисунок 7).

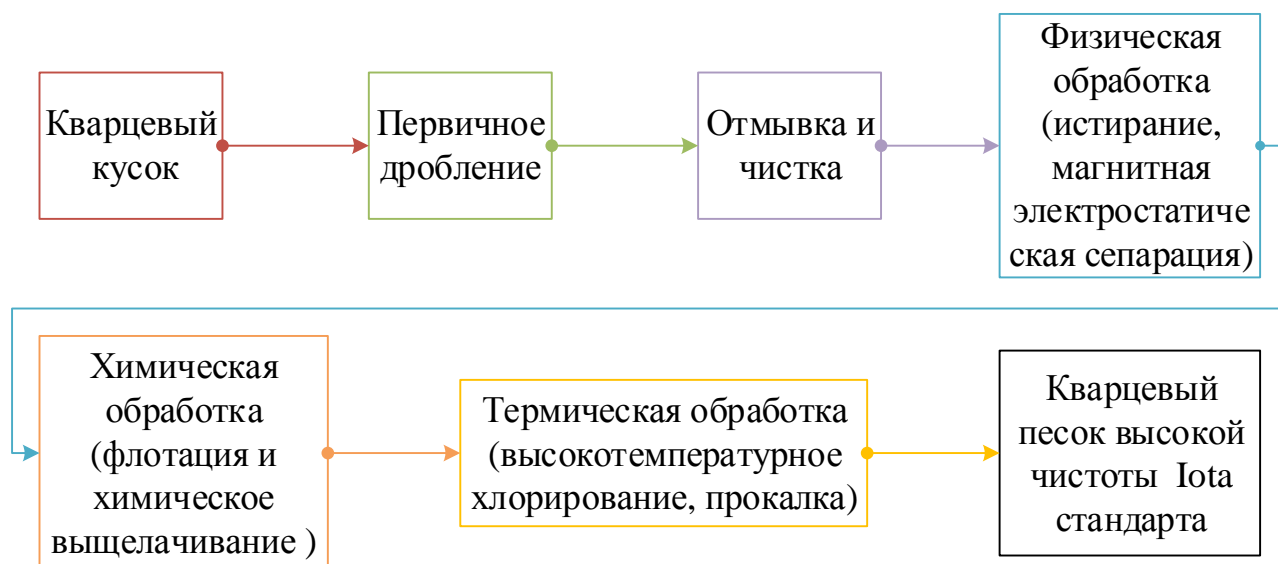


Рисунок 7 - Процесс производства кварцевого песка высокой чистоты - необходимые этапы

Результаты химического анализа поэтапной очистки кварца представлены в таблице 4. Заметно, что происходит поэтапное снижение содержания примесей в кварцевом концентрате. Высокотемпературное хлорирование применяется для удаления примесей Na и K. Степень очистки кварцевых концентратов ограничена содержанием Al, вероятнее всего находящемся в структуре кварца.

Также надо отметить, что сохранить высокую чистоту материала труднее, чем её достигнуть, особенно если очищенное вещество проходит последующую термообработку.

Так как кварц является пьезоэлектриком, поверхность зерна кварца обладает повышенной сорбционной способностью, накапливающий на своей поверхности повышенный трибоэлектрический заряд, и в поверхностном слое существуют некомпенсированные положительные связи, что приводит к его гидрофобизации.

Химическая природа пыли в производственной атмосфере приводит к поверхностному загрязнению Al, Fe, Ca, Na, K и другими элементами.

Таблица 4 - Процесс производства кварцевого песка высокой степени очистки - уровни очистки на различных этапах, ppm

Аналит	Al	Fe	Na	K	Li	Ti	Zr	Ca	Mg	Σ
Исходный	41.3	12.9	12	15	0.5	1.3	<0.1	3.2	1.3	87.6
Предварительно обработанный	23.5	10.3	8.8	8.2	1.2	0.9	0.1	2.9	1.1	58.8
Магнитная сепарация	21.3	4.9	6.4	7.6	0.4	0.5	<0.1	2.5	0.2	43.9
Флотация	12.3	4.9	6.4	7.6	0.4	0.5	<0.1	1.4	0.2	33.8
Выщелачивание	10.4	0.18	1.21	0.45	0.25	0.38	<0.01	0.65	0.12	13,65
Высокотемпературное хлорирование	9.2	0.07	0.06	0.12	0.20	0.36	<0.01	0.62	0.11	10,75
Iota стандарт	10.4	0.18	1.21	0.45	0.25	0.38	<0.01	0.65	0.12	13,65
Более высокие стандарты Iota	8	0.15	0.08	0.07	0.15	1.4	<0.01	0.6	<0.05	10.51

Содержание микроэлементов в кварце является наиболее важным критерием качества, тем самым разделяя высококачественный ультра- и гиперкварц [83]. Кварц высокой чистоты с уровнем примесей менее 20 частей на миллион является ценным сырьем, стоимость которого составляет более 5 евро за килограмм.

1.4 Цель и задачи исследований

Стандартная схема получения кварцевых концентратов из природного минерального сырья включает дробление и отмывку кварцевого куска, истирание, классификацию, магнитную и электростатическую сепарацию, флотацию, химическое выщелачивание, высокотемпературное хлорирование и прокалку. Использование набора данных операций позволяет получить кварцевые концентраты сорта КГО-4 и выше. Необходимость использования флотации, магнитной и электростатической сепарации обусловлено неоднородностью кварцевых пород, применяемых для

получения концентратов. Высокотемпературное хлорирование позволяет существенно снизить содержание натрия и калия, влияющих на характеристики кварцевого стекла и термостойкой керамики.

Содержание структурных примесей в кварце определяет предел обогатимости кварцевого сырья. Высокотемпературные полиморфные переходы в кварце способствуют увеличению структурных примесей и снижают степень очистки.

Характеристики минеральных примесей в кварцевой породе определяют состав кислот при кислотном выщелачивании.

В этой связи целью диссертационной работы является получение кварцевых концентратов из нетрадиционного кварцевого сырья высокочистых кварцитов Восточного Саяна без использования этапов флотации, высокотемпературного хлорирования, магнитной и электростатической сепарации.

Для реализации данной цели были поставлены следующие задачи:

- исследование геохимических характеристик кварцевых пород и выявление наиболее перспективных типов для получения кварцевых концентратов;
- анализ причин снижения эффективности предела обогащения кварцевых пород;
- выявление закономерностей влияния полиморфных переходов на эффективность технологических процессов получения кварцевого концентрата.

Объект исследования – природные кварциты Восточного Саяна (кварцитоносные блоки Гарганского района и гранулированный жильный кварц Патомского нагорья).

Предмет исследований – процесс химического обогащения природных кварцитов водными растворами минеральных кислот, процессы термодробления и прокаливания для получения особо чистых кварцевых концентратов.

ГЛАВА 2 ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Характеристики объектов

С целью разработки технологии переработки исследовались кварциты Гарганского кварцитоносного района. В данном районе выделено три наиболее перспективных блока: Уренгенурский, Ока-Урикский и Урда-Гарганский (рисунок 8).

Основание Гарганской глыбы находится в восточном секторе Тувино-Монгольского микроконтинента, контактирующего с Сибирским кратоном вдоль Главного Саянского разлома. Фундамент глыбы сложен гнейсами, плагиомигматитами, гнейсо-тоналитами и амфиболитами. Возраст, определенный U-Pb методом, составляет 2,7 Ма. Фундамент поднятия перекрыт осадочно-вулканогенным чехлом. Его нижняя, продуктивная пачка высокочистые кварциты, сложена неопротерозойскими сланцево-карбонат-кварцитовыми образованиями иркутской свиты, широко развитой в северном и северо-западном обрамлении чехла глыбы. Гарганский гранитный массив сумсунарского комплекса (возраст, определенный U-Pb методом – 790 млн. лет) [84] прорывает кварцитовый комплекс чехла Гарганской глыбы и делит его на Ока-Урикский и Урда-Гарганский участки (рисунок 8).

В южной части Гарганской глыбы вблизи оз. Уренге-Нур, были выявлены обнажения кремнисто-карбонатных пород. Данный участок выделен в Уренгенурский блок. Мощность породы по предварительным оценкам составляет 200 м. Породы залегают моноклинно в направлении СЗ 320–340° с углами падения 7–10° толщю. На запад они сменяются существенно карбонатными известняками [85].

Ока-Урикский блок расположен в западной части Гарганской глыбы (рисунок 8). В данном блоке по пространственному положению и геохимическим характеристикам выделено 5 кварцитоносных проявлений (рисунок 9).

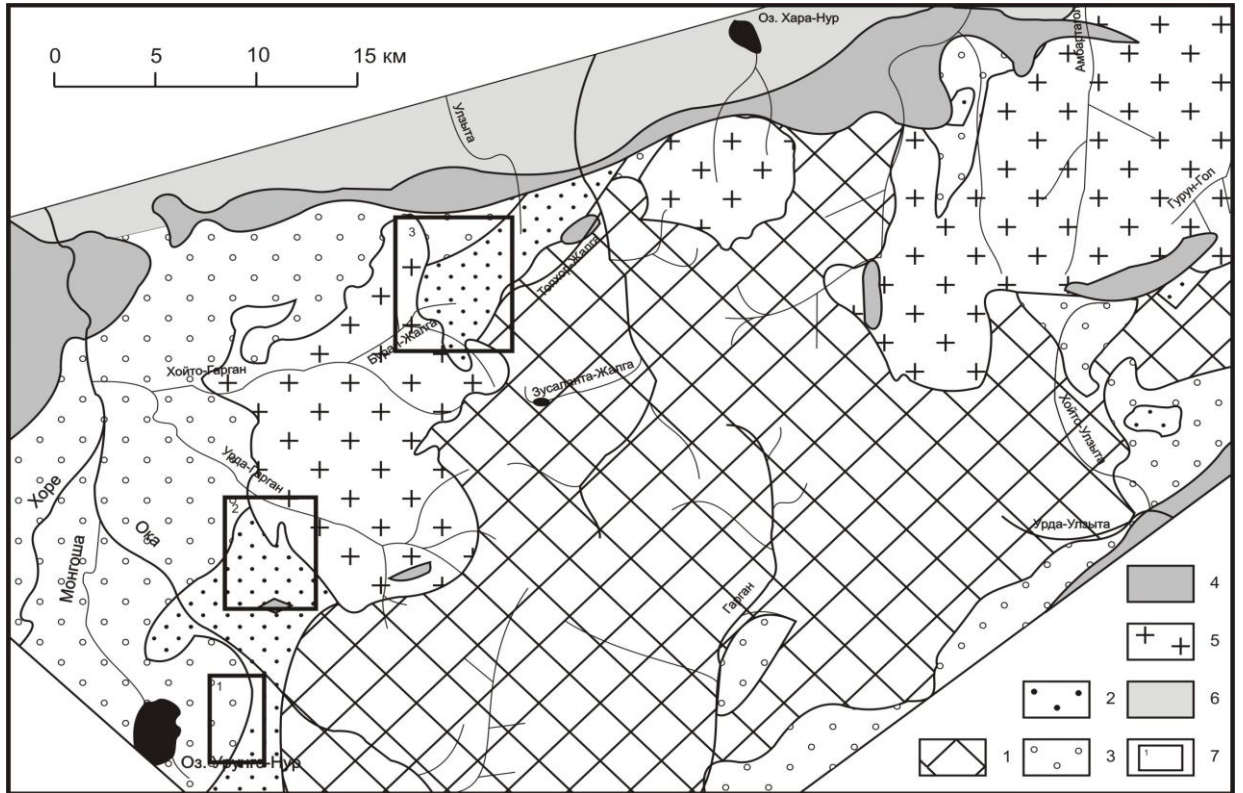


Рисунок 8 - Схема геологического строения северной части Тувино-Монгольского массива 1 – фундамент Гарганской глыбы; 2, 3 – чехол Гарганской глыбы: 2 – поля распространения осветленных кварцитов иркутской свиты, 3 – сланцы уртагольской свиты; 4 – офиолитовый комплекс; 5 – гранитоиды сумсунурского комплекса; 6 – чехол Тувино-Монгольского массива; 7 – изученные участки: 1 – Уренгенурский, 2 – Урда-Гарганский, 3 – Ока-Урикский

Наиболее детально изучен Северный участок данного блока, который получил название «месторождение Бурал-Сардык» [86,87]. При геологоразведке установлено, что под продуктивным телом суперкварцитов расположен пласт осветленных мелкозернистых кварцитов. При этом мощность пласта мелкозернистых кварцитов в целом колеблется от 8 до 14 метров, суперкварцитов - от 6 до 12 метров. На этом участке нами отобраны пробы суперкварцитов и мелкозернистых кварцитов (рисунок 11 б, в). На юго-западном участке отобраны образцы сливного кварца (рисунок 11 г) и на северо-восточном участке образцы крупнозернистого кварцита (рисунок 11 д) подобного суперкварцитам северного участка [88,89,90,91,92].

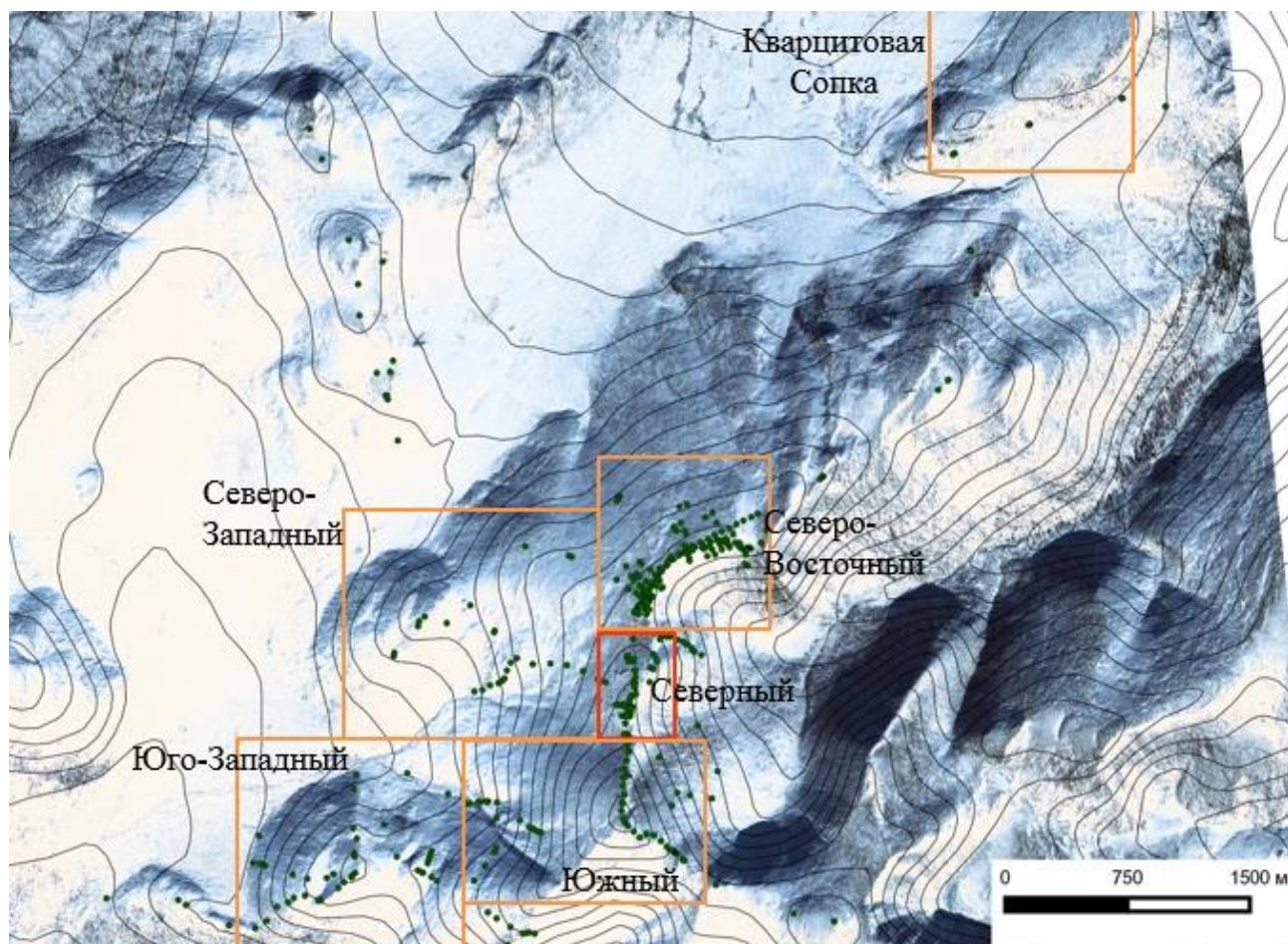


Рисунок 9 - Ока-Урикский блок Восточно-Саянского кварцитоносного узла. Зеленым цветом отмечены точки отбора проб

Урда-Гарганский блок находится в юго-западной части Гарганской глыбы (рисунок 10). По геохимическим характеристикам в данном блоке выделено четыре наиболее перспективных участка: Семерка, Белая Сопка, Окинский 1 и Окинский 2. Детально изучен участок Семерка рисунок 10, расположенный на плоском водоразделе рек Оки и Урда-Гарган. На данном участке продуктивные пачки кварцитов, вытянуты в северо-восточном направлении на 750 м при ширине его выхода на поверхность 70 - 150 м. Они представлены преимущественно темно-серыми и серыми пятнисто-полосчатыми и массивными микрозернистыми разновидностями, постепенно сменяющимися серыми и светло-серыми до белых микро- и среднезернистых кварцитов. В виде маломощных линз или прослоев встречаются высокочистые разновидности кварцитов: серые и светло-серые сливные и белые порфири-

видные («суперкварциты»). Макроскопически сливные кварциты представляют собой породу от светло-серого и белого на сколах до серого цвета в пятнах с массивной текстурой без видимых минеральных включений, за исключением редких тончайших чешуек серицита на поверхности зерен.

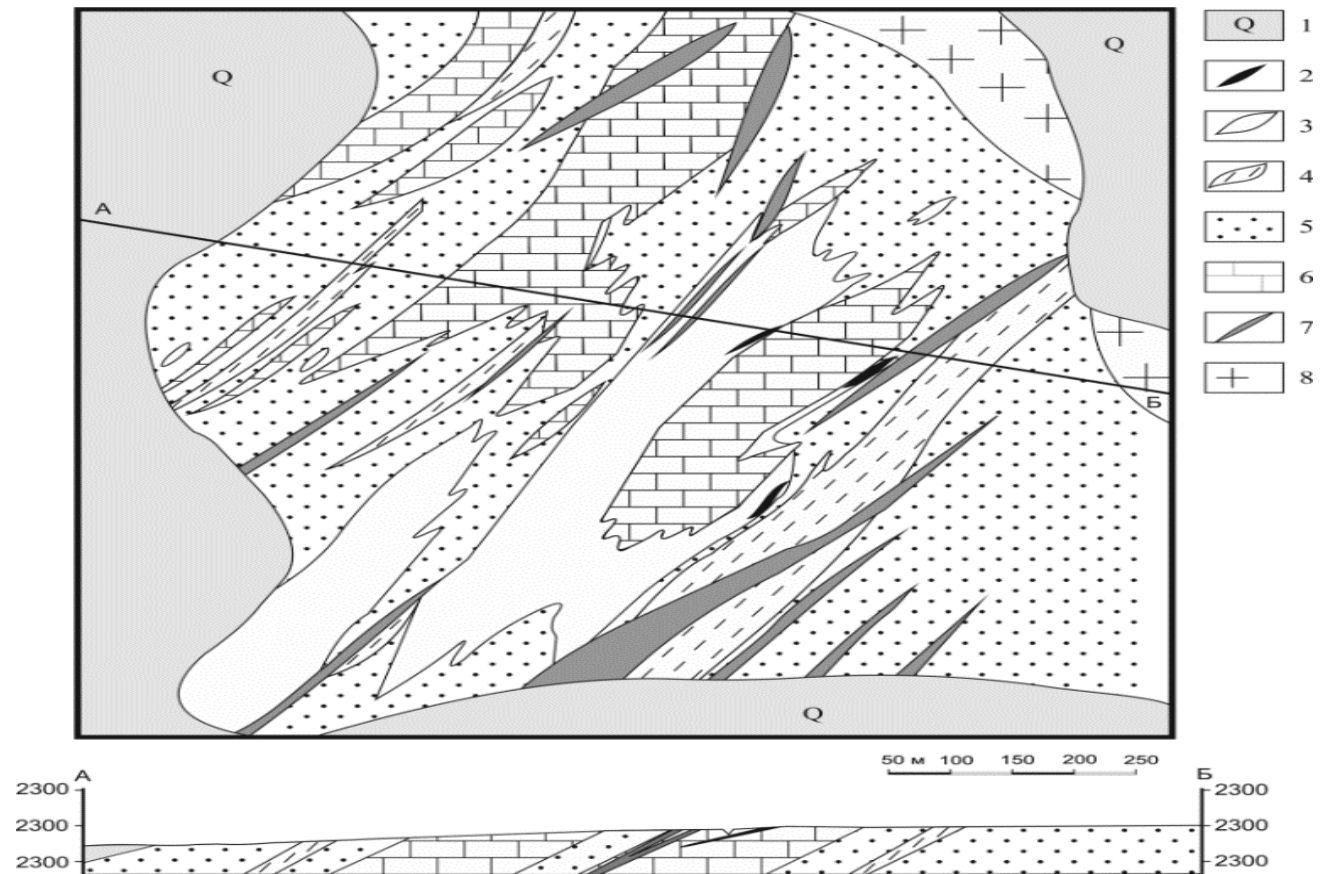


Рисунок 10 - Схематическая геологическая карта участка Семерка Урдагарганского блока: 1 – четвертичные отложения; 2 – суперкварциты, 3 – осветленные кварциты, 4 – кварц-хлоритовые и углеродисто-кварц-сланцевые сланцы; 5 – темно-серые кварциты; 6 – карбонаты; 7 – дайки и силлы габбро-порфиров урдагарганского комплекса; 8 – гранитоиды сумсунурского комплекса

Образцы кварцита, хотя и непрозрачны, но просвечивают в тонких сколах и имеют вид замутненного монокристалла кварца или горного хрусталя и поэтому получили название сливных. Содержание петрогенных элементов в наиболее чистых разновидностях от осветленных разновидностей до темно-серых колеблется в не-

значительных пределах. Для оценки степени обогатимости и получения особо чистых кварцевых концентратов нами выделены две наиболее представительные разновидности сливных кварцитов: осветленные (сливной 1) и углистые (сливной 2) (рисунок 11 е, ж). [93].

Для сравнения изучены образцы гранулированного кварца жилы 2821 Анахчи-Чипикетского жильного поля Патомского нагорья. Анахчи-Чипикетская группа жил выделяется среди существенно терригенных осадочных пород средне-рифейского возраста, относимых к Патомской серии [94]. Жильные тела залегают согласно с падением вмещающих пород и выделяются в виде линзообразных тел и развалов на площади более 50 км². Размеры линз варьируют в пределах от нескольких до 300 и более метров по простиранию и до 5-7 метров по мощности в раздувах. Всего в пределах Анахчи-Чипикетской группы жил выделяется более 100 тел, выполненных кварцем трех основных геолого-промышленных типов: гранулированным, прозрачным стекловидным и белым непрозрачным. Наибольший практический интерес представляют гранулированные прозрачные разновидности кварца вследствие того, что они являются более чистыми и содержат меньше минеральных, структурных примесей и ФВ. Детально изученной в пределах данного участка является жила 2821, по которой балансовые запасы составляют 32,8 тыс. т.



Рисунок 11 - Образцы кварцевого материала: а- кварциты участка Уренгенур, б- суперкварциты, в-мелкозернистый кварцит, г-сливной кварц, д-порфировидный кварцит, е –кварциты Урда-Гарганского участка первая разновидность (осветленный), ж- кварциты Урда-Гарганского участка вторая разновидность (углистые), з-гранулированный кварц Анахчи-Чипикетской группы жил

2.2 Методы исследования

В работе использованы следующие методы исследования.

2.2.1 Массовые доли примесей определяли методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) на квадрупольном масс-спектрометре NexION 300D (Perkin Elmer, США) при мощности ВЧ генератора 1350 Вт, распыляющем потоке газа Ar 1,1 л/мин, охлаждающем потоке Ar 16 л/мин, вспомогательном потоке Ar 0,8 л/мин, с циклонной распылительной камерой. Пробы (0,2–0,5 г) растворяли смесью HF и HNO₃ с добавлением 1 % раствора маннита (для предотвращения потерь бора) в автоклавах (АНКОН-АТ-2, Россия) при температуре 160–180 °С (в зависимости от гранулометрического состава проб). Основу пробы отгоняли с HF в виде тетрафторида кремния при температуре 60–80 °С и примеси переводили в 3 % азотнокислые растворы. Для ослабления взаимного влияния элементов полученные растворы проб перед измерением спектров дополнительно разбавляли. С целью уменьшения уровня концентраций элементов в растворах контрольного опыта и повышения точности измерений, химическую пробоподготовку проводили в специальном помещении (класс 1000), использовали посуду из полимерных материалов и сверхчистые реагенты: кислоты квалификации ос.ч., дополнительно очищенные методом суббойлинговой перегонки без кипения (DST-1000, Savillex); деионизованную воду с удельным сопротивлением > 18,2 МОм/см (Simplicity, Millipore, Франция). Градуировку выполняли с использованием многоэлементных стандартных растворов CLMS-2 и CLMS-4 (Spex, США), ICP solution X Certipur (Merck, Германия) и IQC-026 (Ultrascientific, США). В качестве внутреннего стандарта добавляли родий, концентрация которого в исследуемых растворах составляла 3 нг/мл. Пределы обнаружения примесей (C_{min}), рассчитанные по 3S-критерию, составляют 10⁻⁷–10⁻⁴ мас. %. Правильность результатов определения примесей контролировали с помощью эталонных образцов кварцевых концентратов IOTA STANDARD и IOTA 4 (UNIMIN, США), применяемых для производства прозрачного кварцевого

стекла, или методом добавок. Результаты получены из 2–3 параллельных навесок, относительная погрешность определения составляет от 4 до 45 % в зависимости от определяемого элемента и уровня его содержания [95,96].

2.2.2 Для оценки фазового состояния диоксида кремния использовали количественный рентгенофазовый анализ. При сравнении интенсивности дифракционных максимумов порошковой рентгенограммы определено количественное содержание кристаллических фаз. Интенсивность дифракционного отражения I_i прямо пропорциональна массовому содержанию соответствующего компонента x_i и обратно пропорциональна плотности этого компонента, умноженной на массовый коэффициент поглощения всего образца $I_i = kx_i / (\rho_i \sum x_i \mu_i^*)$. Для упрощения расчетов этого метода в базе данных ICDD для 10% (свыше 10 тыс.) соединений приведено так называемое *корундовое число* – отношение интенсивности самого яркого для данной фазы рефлекса к интенсивности самого сильного отражения в дифракционном спектре корунда. Таким образом, в роли внутреннего стандарта выступает корунд-соединение, легко доступное в лабораторных условиях [97].

Исследования оценки фазового состояния диоксида кремния проводились методом порошка с помощью рентгеновского автодифрактометра Bruker D8 ADVANCE (CuK α -излучение, зеркало Гебеля, V= 40 kV, I = 40 mA). Для проведения количественного рентгенофазового анализа была использована программа EVA из пакета программного обеспечения DIFRAC.PLUS компании Bruker. Для определения весового процентного содержания кварца и кристобалита в образце использовалась база данных ICDD.

Для классификации кварцитов по совершенству кристаллической решетки использовался индекс кристалличности, который определялся по методике, описанной в работах [98,99,100].

Индекс кристалличности определялся по следующей формуле:

$K \text{ и.к.} = 10 \cdot F \cdot a/b$, где F показатель нормировки равный 1; a – интенсивность провала между дифракционными максимумами $K\alpha_1$ и $K\alpha_2$ (212) кварца, измеренная от высоты пика при $2\theta \approx 67.780^\circ$ до минимума между пиками при $2\theta \approx 67.970^\circ$; b – интенсивность дифракционного максимума $K\alpha_1$ (212) кварца, измеренная от высоты пика при $2\theta \approx 67.780^\circ$ до минимума у основания пика при $2\theta = 67,50$ (рисунок 12).

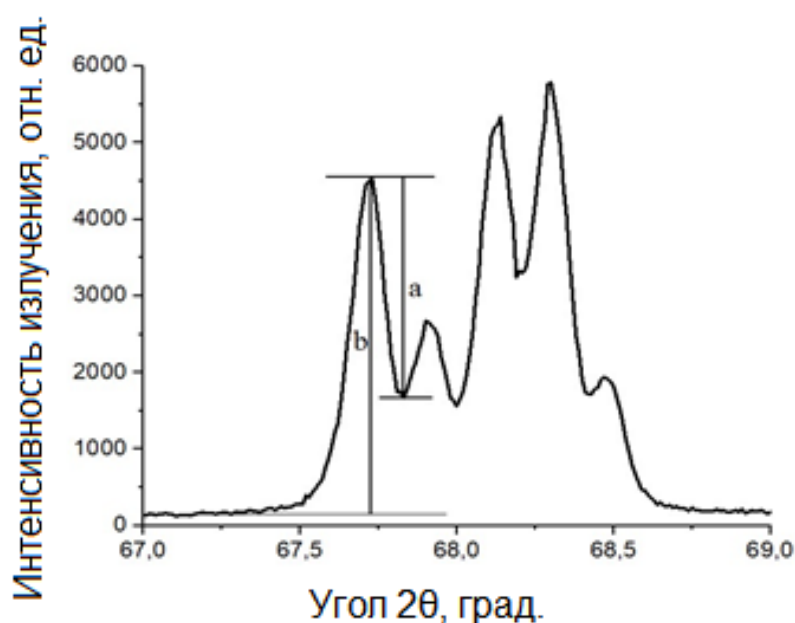


Рисунок 12 - Дуплет пика 212 и параметры для определения индекса кристалличности

2.2.3 Синхронный термический анализ выполнен на интегрированном комплексе термического анализа, изготовленном фирмой NETZSCH Geratebau GmbH (Германия). В составе блока синхронного термического анализа STA 449 C Jupiter, квадрупольного масс-спектрометра QMS 403 C Aeolos, блока импульсного термического анализа PulseTA.

Синхронный термический анализ одновременно регистрирует изменение веса (термогравиметрия) и тепловых эффектов (дифференциально-сканирующая

калориметрия). В зависимости от задач исследование может быть выполнено в вакууме, инертной, окислительной, углекислотной и паровой атмосферах. Одновременно может быть подано три газа в любой пропорции до 250 мл/мин. Температурный диапазон от комнатной до 1500°C. Минимальная скорость нагрева 0,15°C/мин, максимальная 50°C/мин. Масса навески образца от $5 \cdot 10^{-5}$ г до 5 г.

Для определения выделяемых газовых компонент используется квадрупольный масс-спектрометр. Фиксация производится по массовым числам от 1 до 300.

2.2.4 Газосодержание и газовыделение кварца исследовалось по кинетической термодесорбционной методике [101,102,103,104], разработанной на химическом факультете МГУ. Образцы кварца, определенного фракционного состава, подвергались ступенчатому нагреву до 1400 °С, масс-спектрометром фиксируется количественный поток выделившихся веществ.

Исследуемый образец кварца, масса навески 2 грамма, помещается в ампулу из отожженного кварцевого стекла, после чего ампула вакуумируется (10^{-7} - 10^{-8} торр) в течение суток, для удаления слабо связанных и адсорбированных примесей с поверхности. Ступенчатый нагрев выполняется с интервалом в 200 °С. Выдержка на каждой ступени составляла 40 минут.

При расчетах газосодержания учитывается фоновое содержание летучих компонент пустой ампулы. В конце каждого опыта проводилась калибровка прибора по потоку газа известной величины. Средняя ошибка измерения - 5%. Чувствительность метода - 10^{-8} мас. %.

Масс-спектрометрическое исследование кварцевой крупки позволяет количественно определить H_2O , CO_2 , CO , углеводороды C_xH_y (в том числе CH_4), CH_3OH , C_2H_5OH , H_2 , HCl , H_2S , SO_2 , O_2 , N_2 , Ar , NO , NH_3 , HF , F_2 , SiF_4 и др. примеси выделившиеся при ступенчатом нагреве и изотермической выдержке.

2.2.5 Флюидные включения (ФВ) изучались микрокриотермометрическим методом. Для этого были изготовлены кварцевые пластинки толщиной 0,3-0,5 мм. Предварительное исследование образцов под микроскопом ВХ 51 («Olympus») позволило выявить области наибольшей флюидонасыщенности, которые в

дальнейшем были изучены на микрокриотермостоліке THMSG-600 («Linkam»). Устройство позволяет измерять температуры фазовых переходов в интервале от –196 до +600 °С. Точность измерений ± 0.1 °С в интервале температур от –20 до +80 °С и ± 1 °С за пределами этого интервала. Изучены двухфазные ФВ размером более 5 мкм. Солевой состав гидротермальных растворов во включениях оценивали по измеренным температурам эвтектик. Температуры частичной и полной гомогенизации фиксировали в момент исчезновения газового пузырька при нагревании препарата в термокамере.

Расчеты концентраций солей и давлений проводились с использованием программы FLINCOR [105], а также данных из работ [106,107].

2.3 Выводы по главе 2

Выявлено в Гарганском кварцитоносном районе три наиболее перспективных блока: Уренгенурский, Ока-Урикский и Урда-Гарганский

Для сравнения изучены образцы гранулированного кварца жилы 2821 Анахчи-Чипикетского жильного поля Патомского нагорья. Анахчи-Чипикетская группа жил выделяется среди существенно терригенных осадочных пород среднерифейского возраста, относимых к Патомской серии.

В работе использовался комплекс современных методов исследования.

ГЛАВА 3 СТРУКТУРНО-ТЕКСТУРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ, ЭЛЕМЕНТНЫЙ СОСТАВ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КВАРЦИТОВ ВОСТОЧНОГО САЯНА И ГРАНУЛИРОВАННОГО КВАРЦА

Наиболее важными геохимическими характеристиками природного кварца, определяющими его технологический потенциал, являются [108]:

1. Структурно-текстурные особенности, от которых напрямую зависит коэффициент потерь кварцевой породы при измельчении. В работах [50,109, 110] показано, что если размер зерен кварцевого агрегата сопоставим с размерами получаемого концентрата ($0,5 \pm 0,1$ мм), то выход готовой продукции выше на 10% и более. Равномернозернистые кварцевые породы с ровными границами зерен характеризуются наименьшими потерями при обогащении, чем неравномернозернистые. Дробимость кварца также зависит от дефектов структуры (наблюдаемых в зернах кварцевого агрегата) и от его текстурных особенностей (катаклазированнойности, разлистованности, трещиноватости).

2. Примесные элементы в различных агрегатных формах: минеральные, флюидные, структурные.

3.1 Петрографические исследования

Кварциты Уренгенурского блока (рис. 11а, 13) являются слабоизмененными исходными породами Гарганского кварцитоносного района. Порода разбита на сланцеватые блоки, в которых наблюдаются тонкие кварцевые и карбонатные прожилки белого либо кремового цвета. Из-за выщелачивания карбонатных прослоек наблюдается субслоистая каверзность. Кварцевая порода характеризуется неравно-

мерно распределенным углистым веществом, в связи с чем цвет кварцитов изменяется от белого до темно-серого. Кварциты представляют собой микрозернистые (<0,01 мм) породы слоистой и сланцеватой структуры. Примесные элементы представлены карбонатом и серицитом, содержание которых достигает 10%.

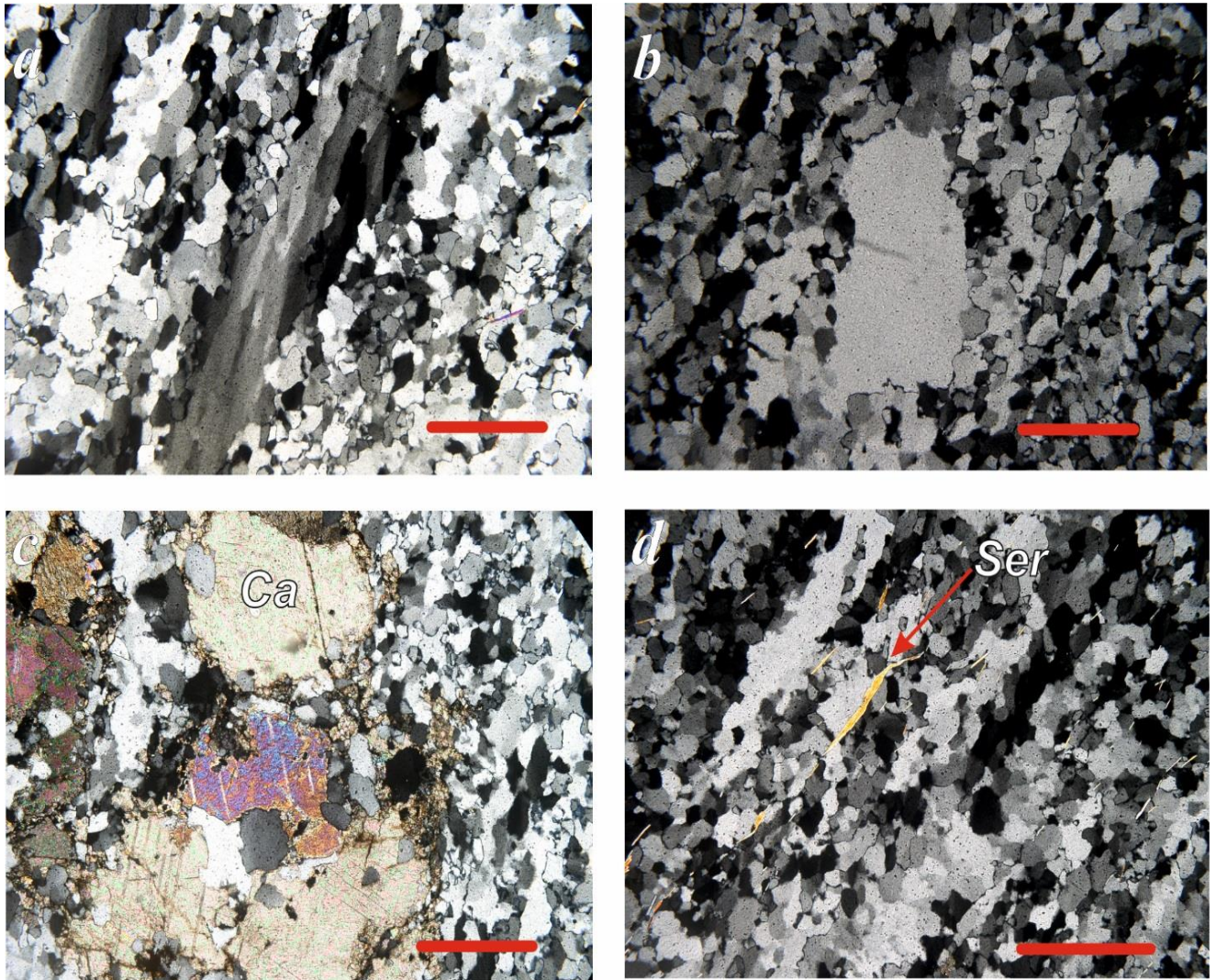


Рисунок 13 - Порфиробластовая структура в кварците участка Уренгенур. структуры. а. Вытянутые гигантобластовых агрегаты кварца на фоне среднебластовых агрегатов. б - Неправильной формы крупнобластовый агрегат кварца на фоне среднебластовых агрегатов. с - Зерна карбоната (Ca) в кварците. d – тонкие чашуйки и нитки (Ser) в кварците. Масштабная линейка составляет 0,2 мм. Фото сделано при скрещенных поляризаторах

На северном участке Ока-Урикского блока были выделены и детально изучены кварциты, названные ранее «суперкварциты» [10] (рисунок 11, б). Данный

тип сырья, характеризуется мономинеральным кварцевым составом (99,9% породы). Матричный материал кварцевой породы представлен агрегатами кварцевых зерен размером 0,1-0,4мм. В мелкозернистых агрегатах расположены крупные зерна кварца (1,5-2,0 x 3-4 мм), с субпаралельной ориентировкой относительно друг друга (рисунок 14). Суперкварциты сложены реликтовыми (**I генерация**) и новообразованными (**II генерация**) зернами кварца с примесью графита, серицита, алуниита, флюидных включений, циркона, диккита, лимонита по пириту, натеки лимонита (рисунок 15).

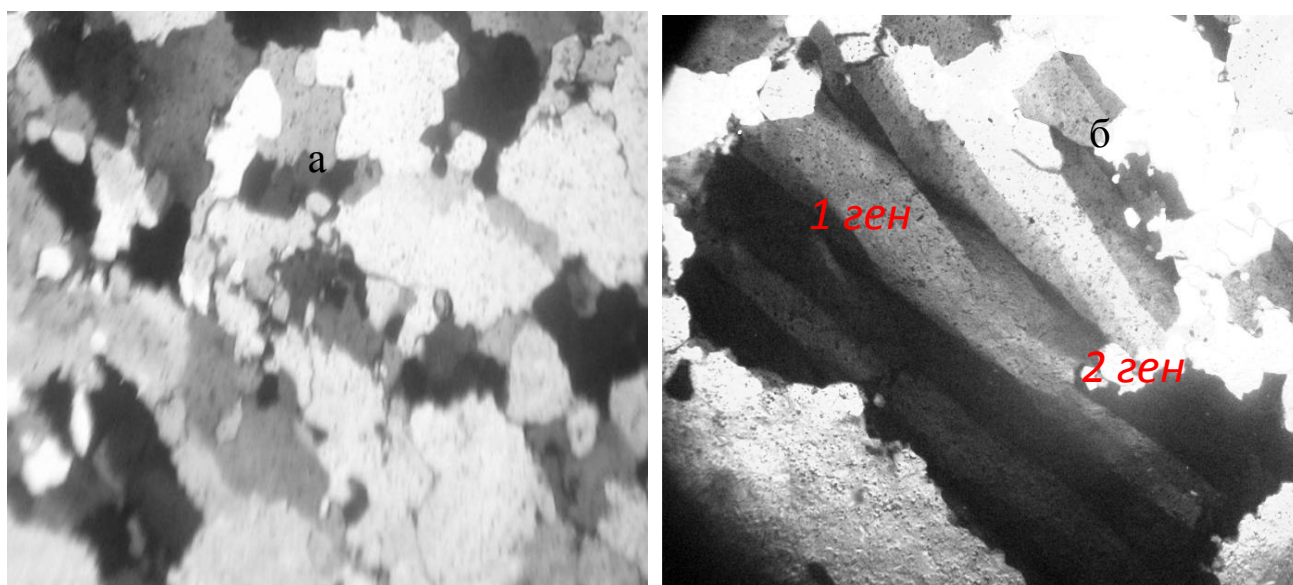


Рисунок 14 - Суперкварцит (а) кварц 2генерации, (б) развитие кварца 2генерации вдоль зерен 1генерации

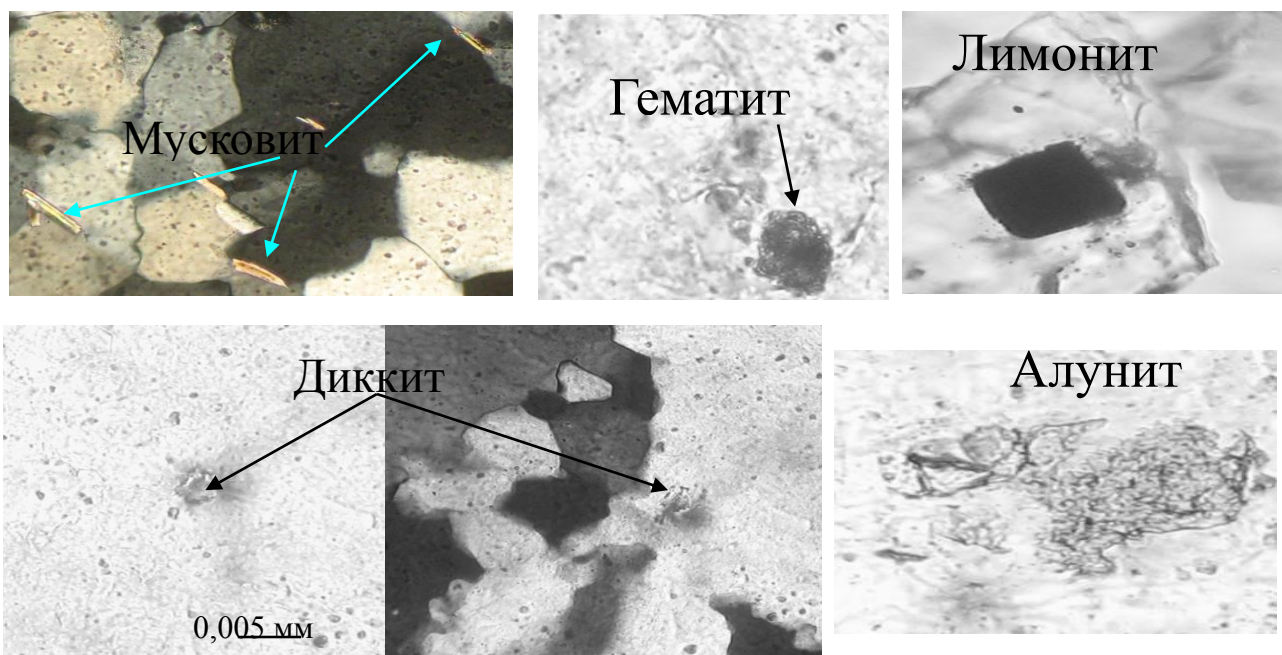


Рисунок 15 - Минеральные включения в суперкварцитах Ока-Урикского участка

Мелкозернистые кварциты Ока-Урикского блока месторождения Бурал-Сардык (рисунок 11 в) представляют собой кварцевую породу сложенную микро- и тонкозернистыми агрегатами кварца на 99,5%. Кварциты характеризуются высокой однородностью агрегатов по форме и размерам. Примесные элементы представлены единичными включениями диккита, алунита, пирита, серицита. В межзерновом пространстве выявлены тонкие прожилки и точки углеродистого вещества.

Структура мелкозернистых кварцитов гранобластовая, местами мозаичная, местами зубчатая. На отдельных участках породы наблюдается катакластическая структура, при этом промежутки между раздробленными зёрнами кварца часто заполнены глинистым материалом, что дает в образце рыжеватый оттенок (рисунок 16).

Зёрна кварца в породе с преимущественно мозаичным погасанием, реже облачным. Размер зерен колеблется от 0,05 мм до 0,3 мм. в поперечнике. Распределение зерен в породе однородное – более крупные окружены скоплениями зерен средних размеров, между ними - самые мелкие. Форма зерен неправильная, слегка удлиненная (соотношение длинной стороны к короткой 2/1), реже округлая, встречаются зерна гипидиоморфного гексагонального облика.

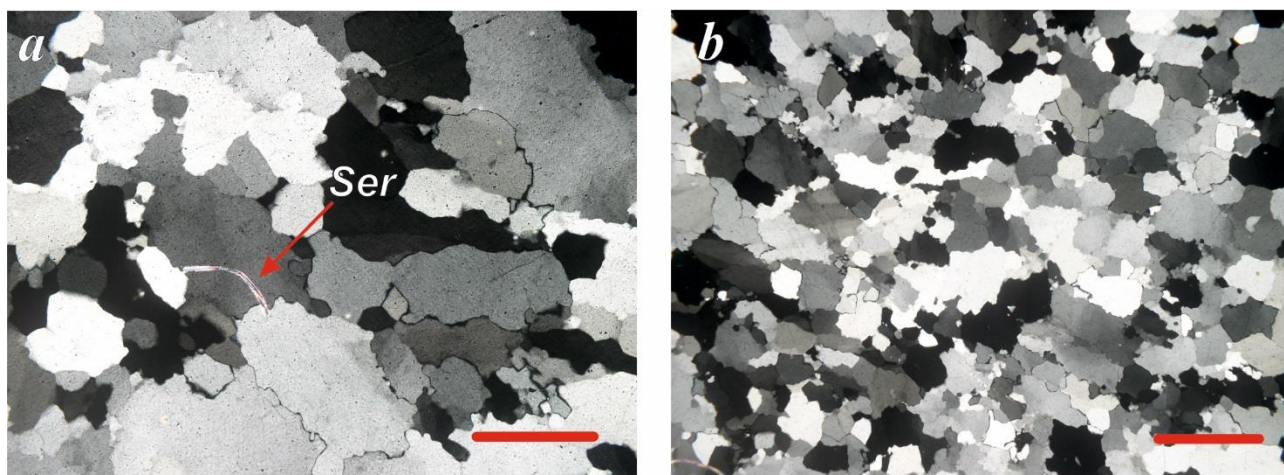


Рисунок 16 - Мелкозернистый кварцит гранобластовой структуры. На фоне кварцевого агрегата (Q) иголки и чешуйки серицита (Ser). Масштабная линейка на рис. а составляет 0,2 мм, на рис б - 1 мм. Фото сделано при скрещенных поляризаторах

Границы зерен прямые, изогнутые, зубчатые. Среди зернышек кварца встречаются единичные чешуйки серицита – в промежутках между зернами кварца, реже внутри зерен. Углеродистое вещество отмечено в виде тонких прерывистых прожилков, между зернами кварца на отдельных участках породы.

Сливные кварциты Ока-Урикского блока (рисунок 11г) отличаются от других типов кварцитов размерностью и соотношением зерен. Матричный материал представлен крупными и гигантозернистыми кварцевыми агрегатами размером более 5 мм, и составляющими 75% породы. Остальная часть породы представлена реликтами мелких зерен кварца (25%). В трещинах и межзерновом пространстве встречаются единичные чешуйки серицита (рисунок 17).

Порфиоровидные кварциты Ока-Урикского северо-восточного участка, как и суперкварциты, характеризуются наличием крупных кварцевых порфиров, имеющих субпараллельную ориентировку относительно друг друга. Кварцевая порода на 99,5 % сложена агрегатами кварца различной размерности (рис. 11д, 18). Примесные минералы представлены единичными иголочками серицита.

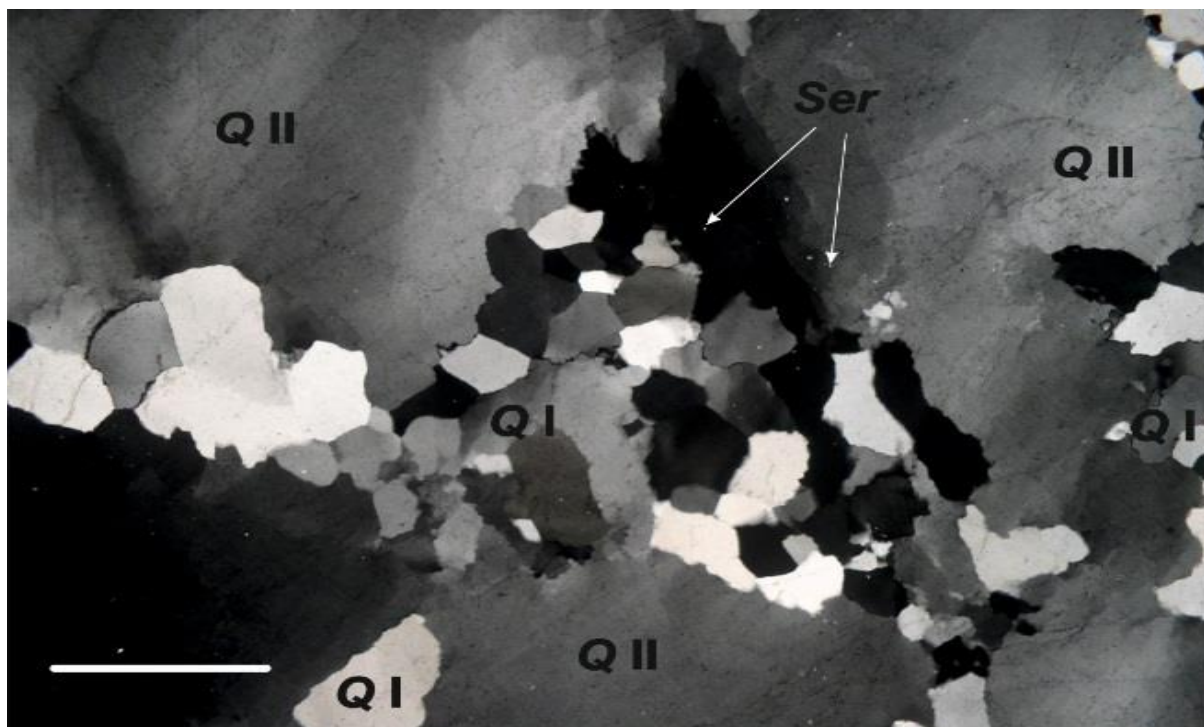


Рисунок 17 - «Сливной» кварцит гетерогранобластовой микроструктуры. Среднебластовые агрегаты кварца I стадии (Q I) между новообразованных гиганобластовых агрегатов кварца II стадии (Q II). На фоне кварцитовой массы единичные иголки серицита (Ser). Масштабная линейка составляет 1 мм. Фото сделано при скрещенных поляризаторах

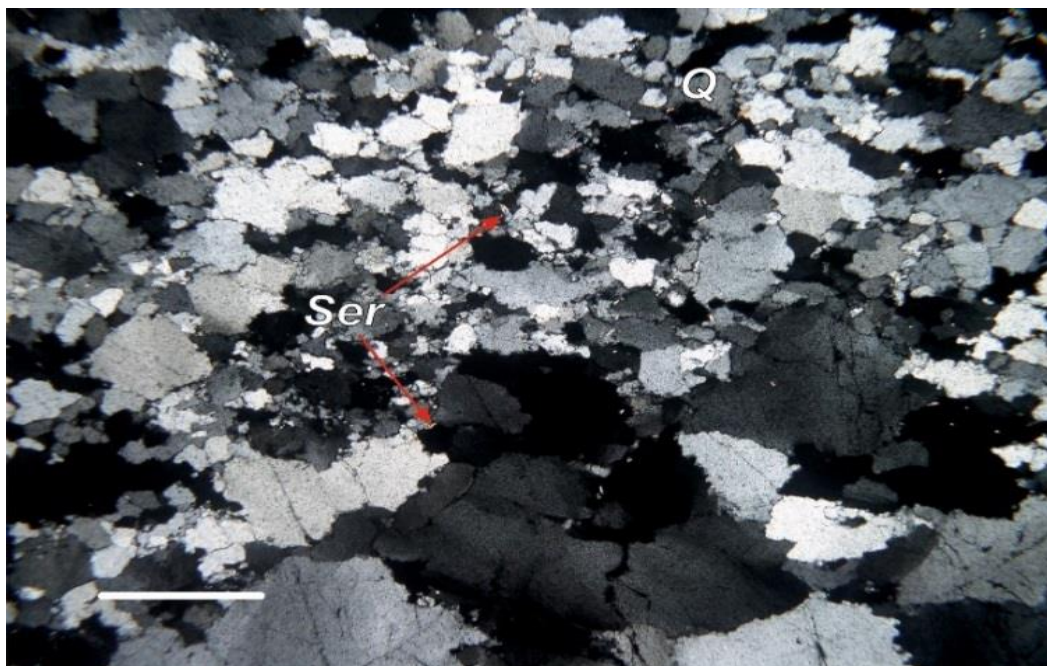


Рисунок 18 - Порфириовидный кварцит гетерогранобластовой структуры, слоистой микротекстурой. На фоне кварцевого агрегата (Q) иголки и чешуйки серицита (Ser). Масштабная линейка составляет 1 мм. Фото сделано при скрещенных поляризаторах

Первая разновидность сливных кварцитов месторождения Семерка Урда-Гарганского блока характеризуется массивной микротекстурой (рисунок 11е,19). Новообразованные крупно- и гигантобластовые кварцевые агрегаты II генерации (Q II) заключены в реликтах крупных агрегатов кварца I генерации (Q I). Порода сложена агрегатами кварца 99,9-99,5%. Минеральные примеси представлены игольчатыми и чешуйчатыми серицитами, размером менее 1мм, распределенными по образцу неравномерно, находящимися в трещинах, пересекающих породу.

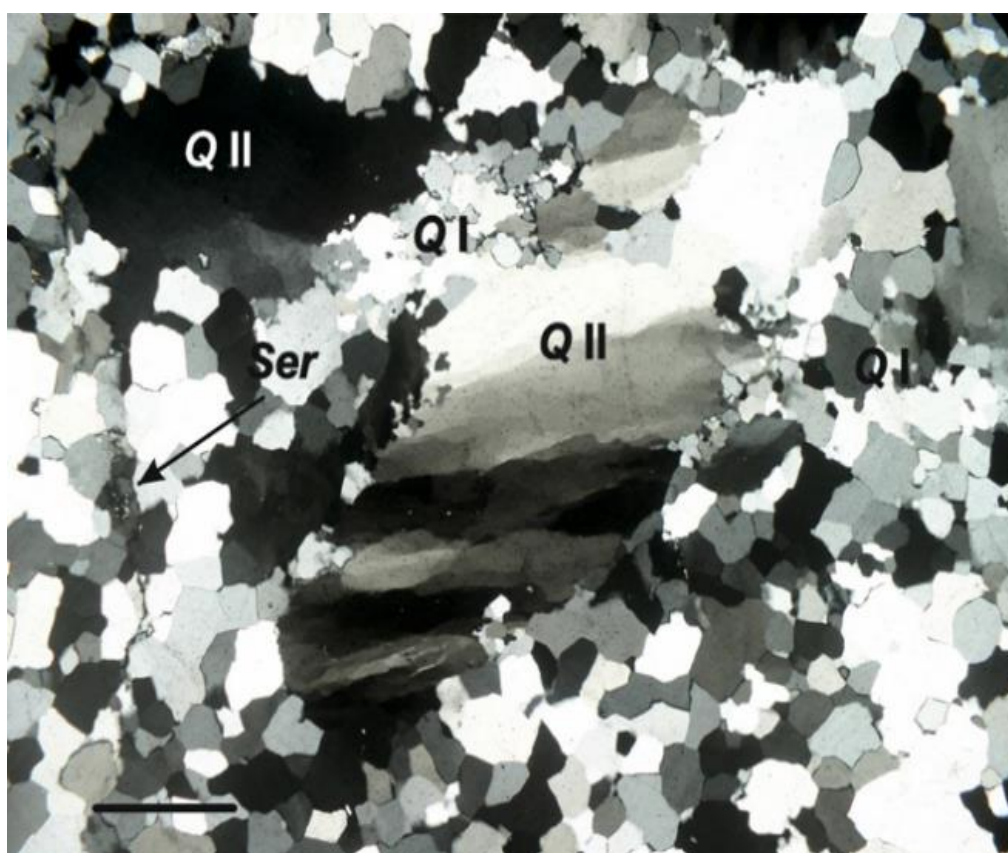


Рисунок 19 – Первая разновидность кварцитов Урда-Гарганского блока. Реликты крупного агрегата кварца I генерации (Q I) на фоне новообразованных крупно- и гигантобластовых агрегатов кварца II генерации (Q II). Масштабная линейка составляет 1 мм. Фото сделано при скрещенных поляризаторах

Вторая разновидность кварцитов Урда-Гарганского блока характеризуется слоистой, слоисто-пятнистой и пятнистой текстурой (рис. 11 ж,20). В образцах че-

редуются полосы серого цвета различной интенсивности с частицами углистого вещества и серовато-белого цвета с меньшим количеством углистого вещества. Ширина полос изменяется в широких пределах. В срезах в крест плоскостей развития углистого вещества, полосы имеют расплывчатые границы и переходят в “пятна”. При наибольшем количестве углеродистого вещества порода приобретает почти чёрный цвет, содержание углеродистого вещества колеблется в пределах от $0,5$ до 1% и более. Минеральные включения представлены чешуйками серицита (1-2%).

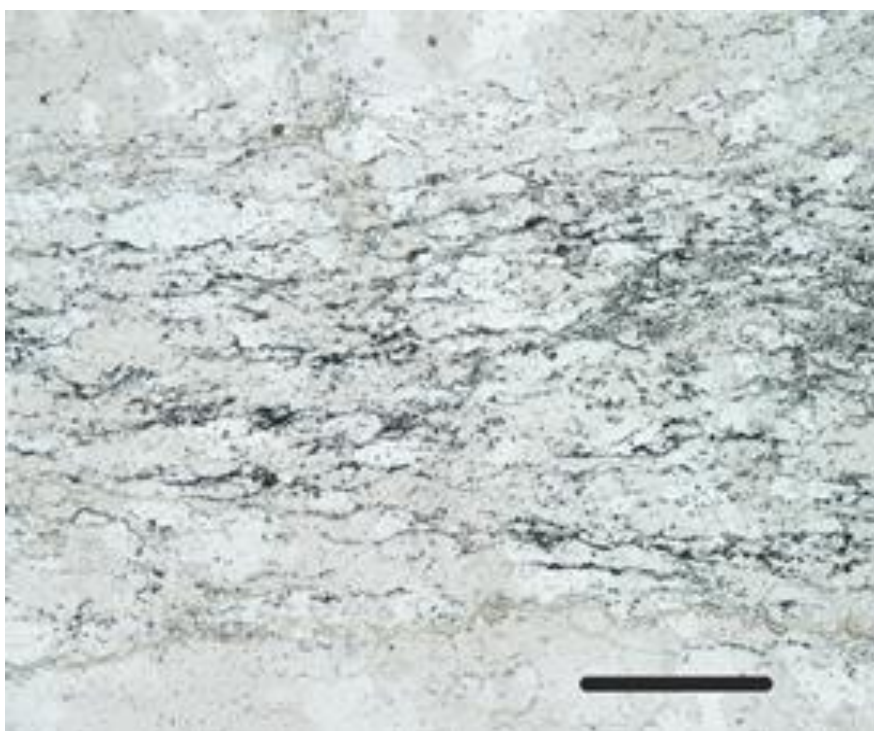


Рисунок 20 - Кварцит второй разновидности Урда-Гарганского блока. Масштабная линейка составляет 5 мм

Гидротермальный гранулированный жильный кварц Анахчи-Чипикетской месторождения жилы 2821 (рисунок 113) представляет собой мономинеральную кварцевую породу, сложенную агрегатами гиганто-, крупно-, средне- и мелкозернистой размерности в соотношении 5/10/65/20 % породы. Примесные минеральные включения представлены серицитом, рутилом и окислами железа.

Минеральные примеси, тип вхождения и их количество определяют процессы получения кварцевого концентрата. В таблице 5 приведены физико-химические свойства минералов [112], обнаруженных в исследуемых кварцитах.

Таблица 5 - Минералы и их свойства

Название	Свойства
Алунит	Химическая формула $KAl_3[SO_4(OH)_2]_3$. Сингония тригональная. Твердость 3.5 - 4. Плотность(измеренная) 2.6-2.9 г/см ³ , плотность (расчетная) 2.82 г/см ³ .
Графит	Химическая формула C. Сингония от гексагональной до тригональной. Твердость 1-2. Плотность(измеренная) 2.09-2.23 г/см ³ , плотность (расчетная) 2,26 г/см ³ . В кислотах не растворяется. При высокой температуре реагирует с кислородом, сгорая до углекислого газа. Обладает высокой электропроводностью.
Гематит	Химическая формула Fe_2O_3 . Сингония тригональная. Твердость 5.5-6. Плотность(измеренная) 5.26 г/см ³ , плотность (расчетная) 5.255 г/см ³ . Медленно растворим в соляной кислоте.
Диксит	Химическая формула $Al_2Si_2O_5(OH)_4$. Сингония тригональная. Твердость 2-2.5. Плотность(измеренная) 2.6 г/см ³ , плотность (расчетная) 2.62 г/см ³ . Обезвоживается при температуре 540°C.
Лимонит	Химическая формула $HFeO_2$. Сингония ромбическая. Твердость 1.5-6. Плотность 3.2-3.9 г/см ³ . Медленно растворим в соляной кислоте.
Серицит (Мусковит)	Разновидность мусковита, мелкочешуйчатый агрегат. Химическая формула $KAl_2[AlSi_3O_{10}][OH]_2$ или $K_2O \cdot 3Al_2O_3 \cdot 6SiO_2 \cdot 2H_2O$. Сингония моноклинная. Твердость 2.5. Плотность(измеренная) 2.77-2.88 г/см ³ , плотность (расчетная) 2.83 г/см ³ . Кислотами не разлагается. Обезвоживается при температуре выше 850°C.
Циркон	формула $ZrSiO_4$. Сингония тетрагональная. Твердость 7-8. Плотность 4.68-4.7 г/см ³ . В кислотах не растворяется.
Пирит	Химическая формула FeS_2 . Сингония кубическая. Твердость 6-6.5. Плотность 4.9-5.2 г/см ³ . Медленно растворяется в HNO_3 с выпадением серы в осадок. В HCl не растворяется.

В работе [113] проведена сравнительная оценка гранулированного жильного кварца Кыштымского месторождения и кварцитов месторождения Бурал-Сардык. Оценка исследуемых образцов показала, что каждый тип кварцевого сырья характеризуется своими структурно-текстурными особенностями. Для уральского гранулированного кварца по данным рентгеноспектрального микроанализа свойственна анизотропность в структуре, и он характеризуется большим содержанием

структурных примесей, газовой-жидких включений. Данные выводы подтверждаются работой [114].

Валовый элементный состав всех видов сырья был определен методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Фазовый состав определялся рентгеноструктурным анализом. По данным рентгеноструктурного анализа были подсчитаны И.к. для каждого типа сырья. Результаты представлены в таблице 6 и на рисунках 21,22.

Таблица 6 -Массовые доли примесей в исходных образцах, ppm

Тип кварца	Fe	Al	Ti	Ca	Mg	Cu	Mn	Na	K	Li	$\Sigma 10$	К и.к.
Суперкварцит	6	27	1,7	0,8	1	0,17	0,02	3,5	6,3	0,13	46,6	7,28
Мелкозернистый	7,1	65,9	2,4	4,6	4,4	0,16	0,09	5,9	23,9	0,14	115	6,53
Сливной	4,9	10,4	0,3	7,3	0,9	0,2	0,1	19,3	6,2	0,3	50	6,73
Порфириовидный	5,08	62,6	1,5	2,7	3	0,06	0,01	4,1	24	0,04	103	6,66
Уренгенур	13,8	234	17,5	186	51	0,1	0,9	6,8	124	0,1	634	6,46
Урда-Гарган первый тип	17	59	3.2	20	10	0.3	0.9	6	22	0.1	138	6,62
Урда-Гарган второй тип	29	84	3.6	6.7	6.4	0.2	0.9	6.5	34	0.1	171	6,17
Гранулированный кварц жилы 2821	2,9	23,9	1,8	0,3	0,4	0,01	0,01	1,9	4	1,4	37	7,09

Как видно из анализа данных таблицы 6 и рисунка 21, наиболее перспективным сырьем, по содержанию исходных примесей и показателем индекса кристалличности, являются суперкварцит, гранулированный кварц и сливной кварцит. Сравнивая их, можно отметить, что особенностью сливного кварцита является низкое содержание алюминия, но более высокое содержание натрия. При сравнимой сумме примесей основным отличием данных разновидностей кварцитов является величина индекса кристалличности. В мелкозернистом, порфириовидном кварцитах Ока-Урикского блока и кварцитах Урда-Гарганского блока, основными примесями является алюминий и калий. Наибольшая концентрация примесей наблюдается в кварцитах Уренгенурского блока, концентрация таких примесей как алюминий, титан, кальций, магний, калий на порядок выше, чем концентрация примесей в гранулированном кварце.

По результатам рентгенофазового анализа (рисунок 22) было установлено, что кварциты Ока-Урикского блока представляют собой мономинеральную породу кварца, представленной фазой альфа кварца.

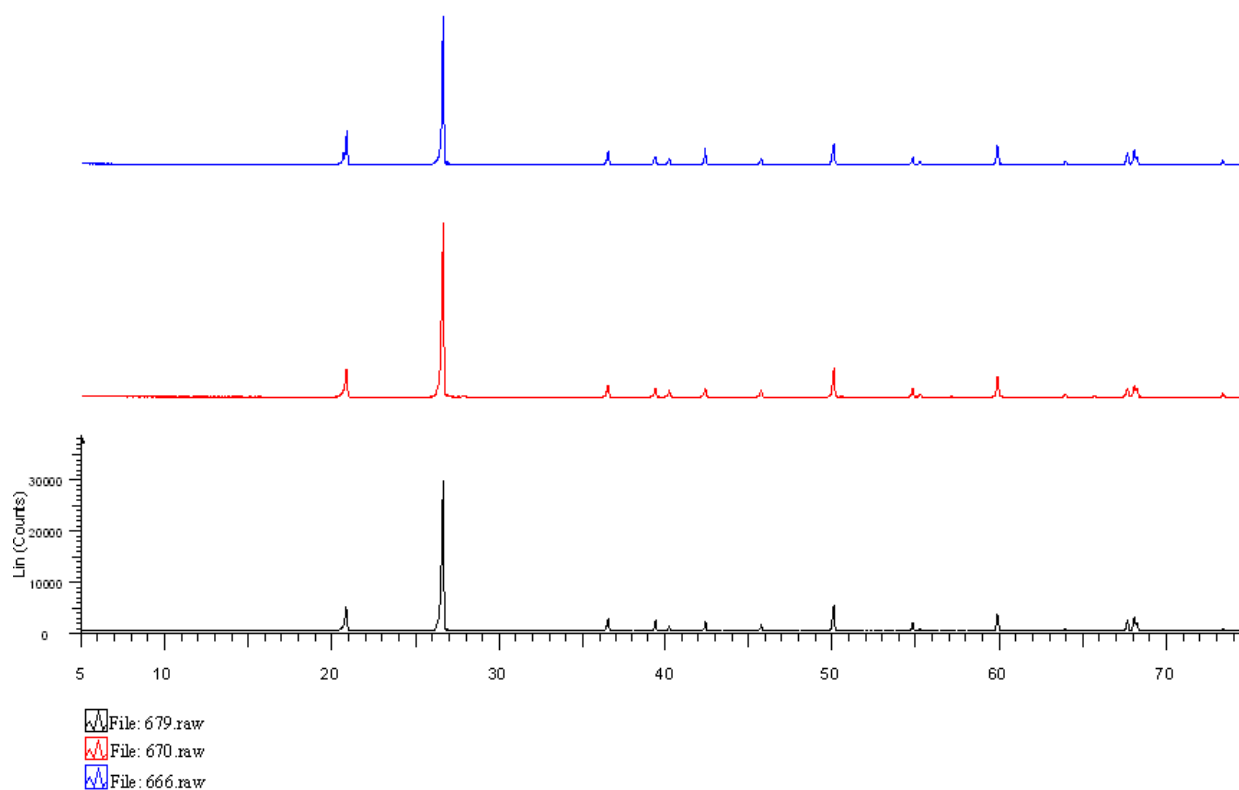


Рисунок 22 - Рентгенограмма кварцитов месторождения Бурал-Сардык. 666-суперкварцит, 670- мелкозернистый кварцит, 679- порфировидный кварцит кварцит

3.2 Флюидные включения

При изучении кварцевых пластин толщиной 0,3-0,5 мм, изготовленных из суперкварцитов, мелкозернистого кварцита и порфировидных кварцитов Ока-Урикского блока, установлено, что флюидные включения расположены преимущественно в межзерновом пространстве и по секущим трещинам, внутри кварцевых

агрегатов ФВ встречаются крайне редко. Максимальный размер ФВ составляет 18 мкм, форма изометрично уплощенная, округлая (рисунок 23).

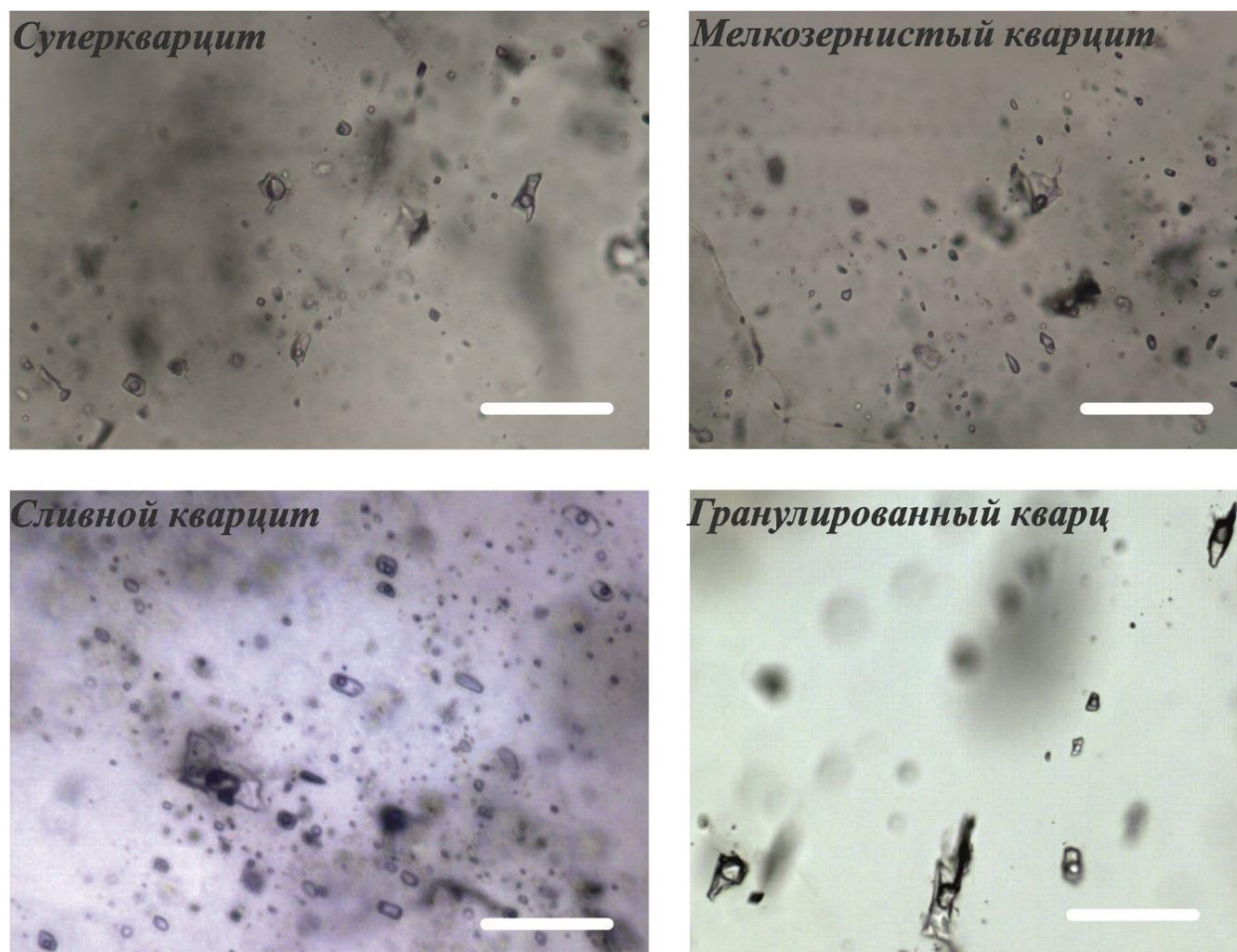


Рисунок 23 - Флюидные включения в кварцитах Ока-Уриковского участка и Гранулированном жильном кварце. Масштабная линейка на всех рисунках 50 микрон

Во ФВ суперкварцитов при комнатной температуре фиксируется две фазы: жидкая и газообразная; в некоторых включениях пузырек колеблется. Объем газовой фазы во включениях варьируется от 25 до 35% объёма вакуоли. При нагреве выше 150°C наблюдалось сокращение газовой фазы, а при температуре $t_{\text{ГОМ}} = 241,6$ °C происходила полная гомогенизация включения, даже если объем газовой фазы составлял 35% от всего объема включения. Быстрое охлаждение до -100 °C приводит к замерзанию жидкой фазы, при медленном охлаждении до той же температуры со скоростью 5°C/мин часть газа конденсируется и переходит в жидкую. Ввиду

мелкого размера ФВ невозможно точно установить температуру эвтектики растворов. Замороженная жидкая фаза, по первым признакам протаивания, при $-3,5$ °С начинала раскристаллизовываться, при $1-2$ °С лед плавился до полного исчезновения. В отдельных включениях фиксировалось снижение либо повышение температуры плавления льда на $0,1-0,2$ °С. Сокращение объема газа в процессе нагрева в большинстве ФВ начиналось при температуре более 150 °С. Полная гомогенизация ФВ происходила при температуре $241,6$ °С. Полученные данные позволили рассчитать концентрацию солей в составе флюида, она соответствует $5,71$ мас. % экв. NaCl, плотность флюида составляет $0,86$ г/см³; а давление – до 3 кбар [115].

Размер флюидных включений, изученных в мелкозернистом кварците, составил от 5 до 15 мкм. Как и в суперкварцитах ФВ являлись двухфазными (рисунок 23). Объем газовой фазы варьировался от 10 до 25% объема вакуоли. Гомогенизация газовой фазы в жидкую наблюдалась на интервале температур $189,1 - 192,1$ °С. При температуре от $-6,1$ до $-5,9$ °С лед плавился и переходил в жидкую фазу. Солевая компонента соответствуют $9,08-9,34$ мас. % экв. NaCl, плотность флюида составляет $0,943-0,949$ г/см³; при давлении – 0,1 кбар.

Сливные кварциты Ока-Урикского блока отличаются большей флюидонасыщенностью, по сравнению с другими кварцитами данного блока, и характером расположения флюидных включений. Если в вышеописанных кварцитах ФВ располагались, преимущественно, в трещинах и межзерновом пространстве, то в сливных кварцитах ФВ находились внутри кварцевого зерна (рисунок 23,24). Форма включений различна: вытянутая, трубчатая, овальная, столбчатая, сложная. В этих породах встречаются ФВ вытянутой трубчатой, вытянутой овальной, столбчатой, неправильной вытянутой и сложной формы. Встречаются двухфазные и однофазные включения в соотношении 60/40. Размер ФВ достигает 40 мкм. Компонентный состав водно-солевой системы флюида, рассчитанный по температуре эвтектики, соответствует NaCl- H₂O [105]. Рассчитанная соленость для NaCl- H₂O составляет 8-10 мас. % [106,107]. Отмечаются однофазовые ФВ содержащие только водный рас-

твор. Встречаются ФВ углекислотно-водного состава - двухфазовые ФВ и трёхфазовые, где CO_2 присутствует в двух агрегатных состояниях. Замеренный интервал температур плавления CO_2 составил от $-56,9$ до $-56,1^\circ\text{C}$., и указывает на то, что во ФВ присутствует не только углекислота в чистом виде.

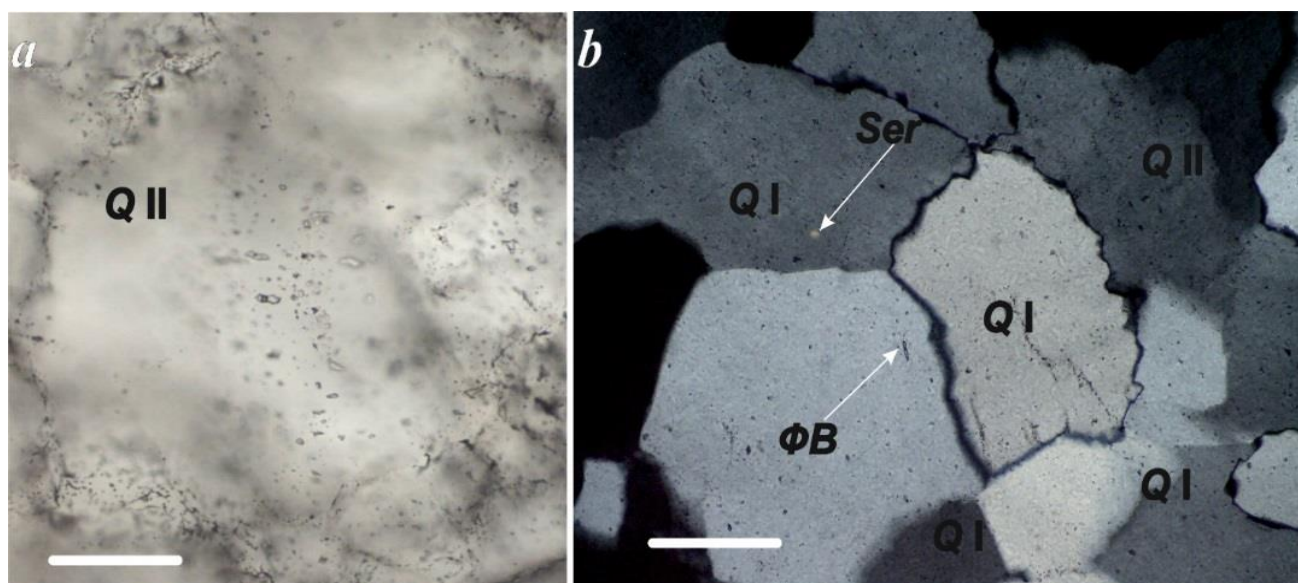


Рисунок 24 - «Сливной» кварц: а) флюидонасыщенность кварца II генерации (Q II), фото сделано при параллельных поляризаторах; б) взаимоотношения агрегатов кварца I генерации (Q I). Чешуйки серицита (Ser), флюидные включения (ФВ) внутри кварца. Фото сделано при скрещенных поляризаторах. Масштабная линейка на рисунках а и б составляет 0,2 мм

ФВ в порфиroidных кварцитах ничем не отличаются от флюидных включений в суперкварцитах.

При изучении кварцевых пластин из кварцитов Уренгенурского блока под микроскопом, флюидные включения не зафиксированы. Вероятнее всего размер их менее 1 мкм.

ФВ в кварцитах Урда-Гарганского блока представлены преимущественно двухфазными включениями. Объем газового пузыря не превышает 40% объема вакуоли, чаще составляет от 10 до 20% вакуоли. Полная гомогенизация в двухфазовых ФВ отмечалась не всегда. Во всех ФВ наблюдалось сужение газового пузыря

при нагреве выше 150 °С. Измеренная температура полной гомогенизации ФВ в жидкость составляет: в одних ФВ от 170 до 175 °С, в других ФВ - от 350 до 390 °С. Температура плавления льда изменяется в пределах от -9,2 до -7,9 °С. Размер включений достигает 20-43 мкм. Чаще всего ФВ расположены в трещинах и межзерновом пространстве, но встречаются цепочки, которые простираются сразу через несколько зерен (рисунок 25). Солевая составляющая в NaCl-H₂O рассчитана и составляет 12-13 мас. % экв. NaCl.

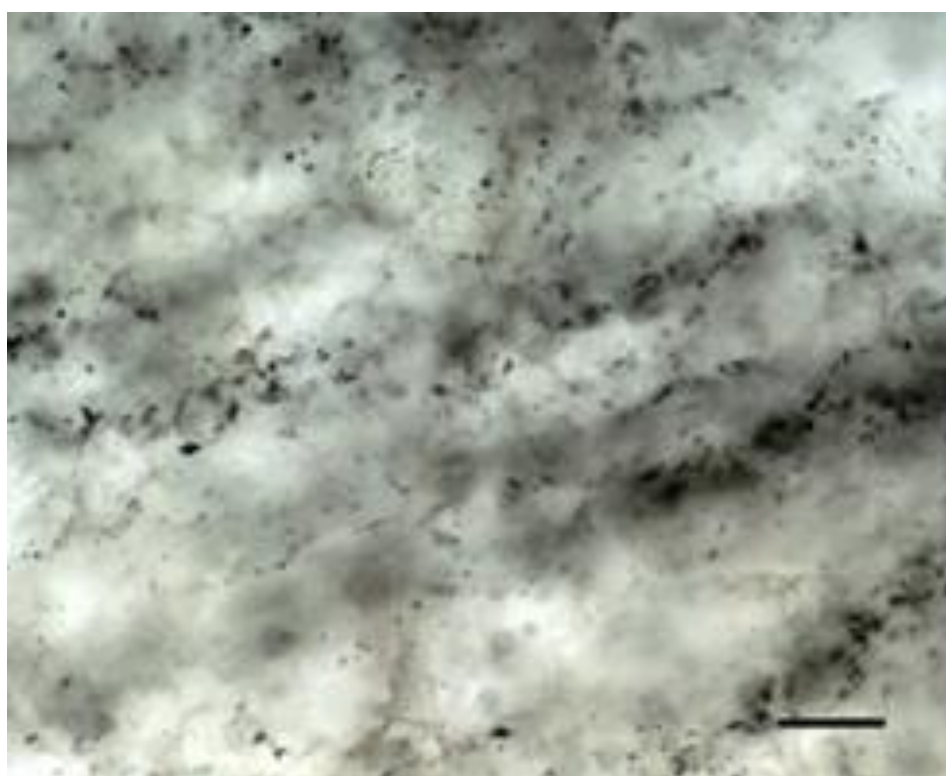


Рисунок 25 - Незакономерное распределение ФВ в агрегатах кварца Урда-Гарганского блока. Масштабная линейка составляет 100 мкм

Наиболее крупные ФВ (до 55 мкм) выявлены в гранулированном кварце. Вероятнее всего это связано с гидротермальными условиями образования кварцевой породы. Чаще всего ФВ расположены внутри зерен, реже наблюдаются в межзерновом пространстве и трещинам (рисунок 23).

При температуре от 13-20 °С выявлено три типа ФВ: углекислотно-водные; углекислотно-водные трёхфазовые; газовые однофазовые. При охлаждении ниже

13-20°C в газовом пузыре двухфазовых ФВ происходит разделение и появляется третья фаза.

При нагреве ФВ была измерена температура плавления CO_2 , которая изменяется в интервале от -56,3 до -56,0°C. Такой разброс значений свидетельствует о наличии во ФВ других газов. Также в пределах одной жилы встречаются зерна кварца, в которых ФВ содержат чистую углекислоту с температурой плавления -56,6°C.

3.3 Количественное исследование основных летучих компонентов масс-спектрометрическим методом

Исследование кварцевой крупки было выполнено в МГУ им. М.В.Ломоносова на Химическом факультете В.А.Крейсбергом. Целью исследования было количественное масс-спектрометрическое исследование летучих форм примесей в кварцевой крупке. В задачи работы входило изучение кинетики газовыделения из образцов природного кварца разного типа при ступенчатом нагреве и изотермической выдержке. Полученные данные сравнивали с результатами отжига эталонных образцов кварцевого сырья.

Объектами термодесорбционного исследования масс-спектрометрическим методом были образцы кварцитов Ока-Урикского и Уренгенурского участков, а также гранулированный жильный кварц жилы 2821 Анахчи-Чипикетского месторождения. Описание образцов:

1. Образец 78/1, суперкварцит ручной рудоразработки, кусок 5-25 мм обработан в растворе 10% соляной кислоты, время обработки 1 час, температура раствора 20-25°C, без термодробления, после истирания выделена фракция 174-450 мкм.

2. Образец 124/с, кварцит мелкозернистый ручной рудоразработки, кусок 5-25 мм обработан в растворе 10% соляной, время обработки 1 час, температура раствора 20-25°C, без термодробления, после истирания выделена фракция 174-450 мкм.
3. Образец КС-1 – крупка 174-450 мкм гранулированного кварца месторождения Чипикет жилы 2821, не подвергнутая обогащению и термодроблению.
4. Образец КС-2 – крупка 174-450 мкм сливного кварца Ока-Урикского участка, не подвергнутая обогащению и термодроблению.
5. Образец КС-3 – крупка 174-450 мкм кварцита проявления Уренгенур, подвергнутая химическому травлению в соляной кислоте HCl.
6. Образец КС-4 крупка 174-450 мкм порфиоровидного кварцита, не подвергнутая обогащению и термодроблению.

Для выявления фонового шума и проведения корректировки масс-спектрометра, был проведен холостой опыт с пустой кварцевой ампулой в строго идентичном режиме ступенчатого вакуумного нагрева.

В таблице 7 приведены результаты выделения низкотемпературных и высокотемпературных форм воды и основных летучих компонентов, при ступенчатом нагреве до 1400°C. По результатам компьютерного разделения и поправки на частичное перекрытие разных форм воды. Вода, выделившаяся до 600°C считалась низкотемпературной, свыше 600 °C высокотемпературной. На рисунках 26 – 29 показана кинетика выделения воды при ступенчатом нагреве и изотермической выдержке на каждой полке. Температурный шаг составил 200 °C. Из анализа графиков кинетики выделения воды видно, что суперкварциты, мелкозернистый кварцит, порфиоровидный кварцит и гранулированный кварц содержат равные доли низкотемпературной и высокотемпературной воды, тогда как в сливном кварците содержание высокотемпературной воды больше.

Таблица 7. Содержание основных летучих компонент в исходных образцах (ppm)

Образец	H ₂ O			CO ₂	CO	C _x H _x	ΣC	H ₂	HCl	H ₂ S	SO ₂
	< 600°C	> 600°C	Всего								
Суперкварцит 78/1	58.2	65.7	123.9	2.4	9.4	3.7	7.9	0.21	1.87	0.78	0.15
Мелкозернистый кварцит 124/с	77.9	77.0	154.9	4.3	6.9	3.8	7.4	0.28	0.32	0.09	0.04
Гранулированный кварц жилы 2821КС-1	68.6	38.7	107.3	22	3.6	4.8	11.7	0.09	0.12	0.05	0.06
Сливной КС-2	174.8	287.9	462.7	8.1	19.9	5.8	16.3	0.07	0.84	0.03	0.48
Уренгенур КС-3	60.6	80.2	140.8	4.0	9.7	2.4	7.3	0.02	0.26	0.08	0.24
КС-4 Порфириовидные кварциты	53.3	66.5	119.8	4.9	22	3.2	13.6	0.13	0.41	0.08	0.08

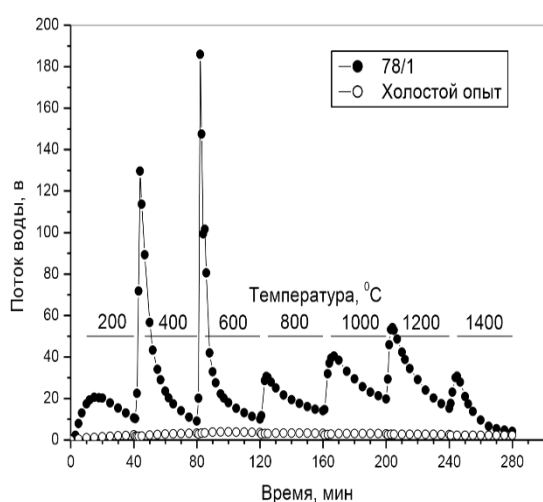


Рисунок 26 - Кинетика выделения воды при ступенчатом прогреве 78/1 и в холостом опыте. Чувствительность в опытах: 1 вольт [18 m/z] = $6.35 \cdot 10^{-4}$ мкг H₂O / сек (образец 78/1); 1 вольт [18 m/z] = $4.11 \cdot 10^{-4}$ мкг H₂O / сек (холостой опыт)

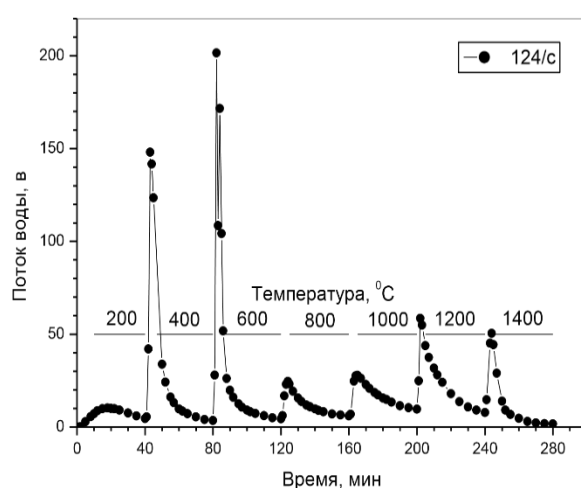


Рисунок 27 - Кинетика выделения воды при ступенчатом прогреве 124/с. Чувствительность в опыте: 1 вольт [18 m/z] = $11.40 \cdot 10^{-4}$ мкг H₂O / сек

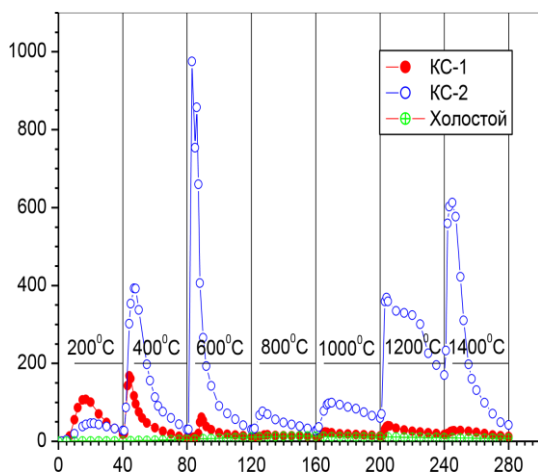


Рисунок 28 - Кинетика выделения воды при ступенчатом прогреве образцов кварцевой крупки КС-1 и КС-2 и в холостом опыте. Чувствительность в опытах: 1 вольт [18 m/z] = $5.58 \cdot 10^{-4}$ мкг H₂O / сек (образец КС-1); 1 вольт [18 m/z] = $3.96 \cdot 10^{-4}$ мкг H₂O / сек (образец КС-2); 1 вольт [18 m/z] = $3.49 \cdot 10^{-4}$ мкг H₂O / сек (холостой опыт)

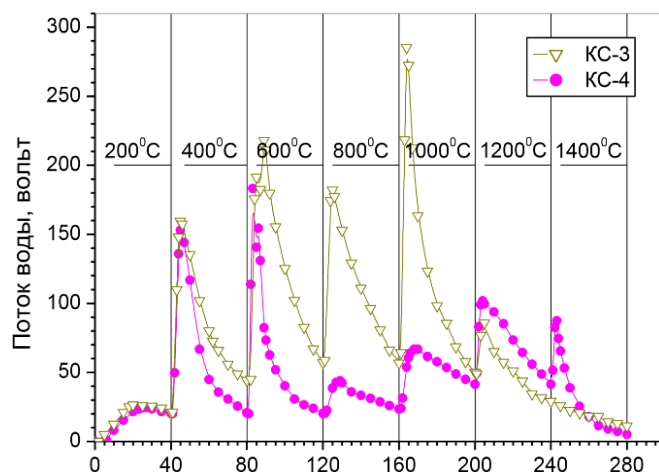


Рисунок 29 - Кинетика выделения воды при ступенчатом прогреве образцов кварцевой крупки КС-3 и КС-4. Чувствительность в опытах: 1 вольт [18 m/z] = $2.62 \cdot 10^{-4}$ мкг H₂O / сек (образец КС-3); 1 вольт [18 m/z] = $3.74 \cdot 10^{-4}$ мкг H₂O / сек (образец КС-4)

Качество прозрачного кварцевого сырья напрямую зависит от концентрации СО во флюидных включениях и способности их декрипитации при термической обработке.

При производстве кварцевого стекла учитывается количество высокотемпературных форм воды, содержащихся в кварцевых концентратах. Кварцевые концентраты подразделяются на 5 групп: 0 группа - до 20 ppm (мкг/г) воды, 1 группа - от 20 до 40 ppm воды, 2 группа - от 40 до 80 ppm воды, 3 группа - от 80 до 150 ppm воды и 4 группа - выше 150 ppm воды [96]. Из сырья первых четырех групп (с 0 по 3), в зависимости от методов наплава, можно синтезировать качественное кварцевое стекло для разных целей.

По содержанию высокотемпературной воды наиболее перспективным сырьем является гранулированный жильный кварц с содержанием 38,7 ppm, относящийся к первой группе. Суперкварцит и мелкозернистый кварцит месторождения Бурал-Сардык, порфириовидный кварцит северо-восточного участка Ока-Урикского блока и кварцит Урэнгенурского блока относятся ко второй группе, с содержанием высокотемпературных форм воды от 65 до 80 ppm. К четвертой группе относятся сливные кварциты Ока-Урикского блока, содержащие 288 ppm воды. Следует отметить, что при производстве кварцевого стекла учитывается содержание высокотемпературных форм воды в кварцевых концентратах, а не в исходных породах. Несмотря на это большинство кварцитов Ока-Урикского блока по данному критерию показали потенциал их промышленной переработки.

3.4 Фазовые переходы

Изучение полиморфных переходов в природном кварцевом сырье является необходимым этапом при разработке технологии получения кварцевого концентрата. Уменьшение и увеличение углов ориентации атомов Si в кристаллической решетке, при температуре полиморфных переходов, приводит к изменению кристаллографических параметров, снижению механической прочности кварца и вскрытию флюидных включений. Наиболее эффективно вскрываются газово-жидкие включения, находящиеся в трещинах и межзерновом пространстве. Однако следует учесть, что при высокотемпературной обработке кварцевого сырья, минеральные примеси могут образовывать труднорастворимые соединения и оксидные пленки, а при изовалентном и гетеровалентном изоморфизме атомов Si, может увеличиваться концентрация структурных примесей Ge, Ti, Fe и Al.

Первым фазовым переходом, наблюдаемым в кварцитах Ока-Урикского участка, является α –кварц \leftrightarrow β –кварц. Температура фазового перехода определена при помощи синхронного термического анализа и составляет 573°C. Температура

и скорость перехода не зависят от чистоты материала. Результаты представлены на рисунке 30. Переход $\alpha \leftrightarrow \beta$ – кварц взят за основу при этапе термодробления кварца. По результатам количественного исследования основных летучих компонентов флюидных включений масс-спектрометрическим методом в суперкварцитах можно сделать вывод, что процесс термодробления способствует снижению прочностных характеристик материала и высвобождает низко и высокотемпературную формы воды (см. табл. 7,8). Образцы: 80/1, крупка 174-450 мкм, полученная из суперкварцита со стадией термодробления; 116/1, крупка 174-450 мкм, полученная из суперкварцита со стадией термодробления, дополнительная высокотемпературная прокалка при температуре 1455⁰С, содержание кристобалита – 91%. В результате исследования было установлено следующее, в кварцитах, прошедших термодробление при переходе $\alpha \leftrightarrow \beta$ – кварц, снизилась концентрация низкотемпературной воды в 6 раз, а концентрация высокотемпературной в 2,3 раза. Из полученных данных следует первое защищаемое положение:

В кварцитах, прошедших термодробление при полиморфном переходе $\alpha \leftrightarrow \beta$ – кварц, снижается не только прочность, но и высвобождается низко- и частично высокотемпературная форма воды, что предопределяет, использование процесса термодробления в технологической схеме обогащения.

Таблица 8. Содержание основных летучих компонент в термообработанных образцах (ppm)

Образец	H ₂ O			CO ₂	CO	C _x H _x	ΣC	H ₂	HCl	H ₂ S	SO ₂
	< 600°C	> 600°C	Всего								
Кыштымское, жила 175, обогащенный [116]	4.6	9.2	13.8	1.6	3	1.1	2.6	0.24			
Суперкварцит 80/1	11.1	27.8	38.9	1.3	3.6	3.0	4.5	0.10	0.02	0.16	0.01
Суперкварцит 116/1	42.0	3.9	45.9	0.4	4.4	4.8	6.2	0.05	0.02	0.01	0.00
Iota-standart фирмы «Unimin» [105,117]	18.6	17.2	35.8	1.3	4.5	3.9	5.7	0.51	0.21	0.01	0.03

Из графика ДТА (рисунок 30) видно, что процесс фазовых переходов сложен, кривая ДТА постоянно колеблется, данные колебания вероятней всего связаны со

вскрытием ФВ и высвобождением высокотемпературной формы воды, поскольку при изучении фазовых переходов как на воздухе, так и в аргоне фазового перехода кварц- кристобалит, при температуре 1400°C, в исследуемых образцах не наблюдается.

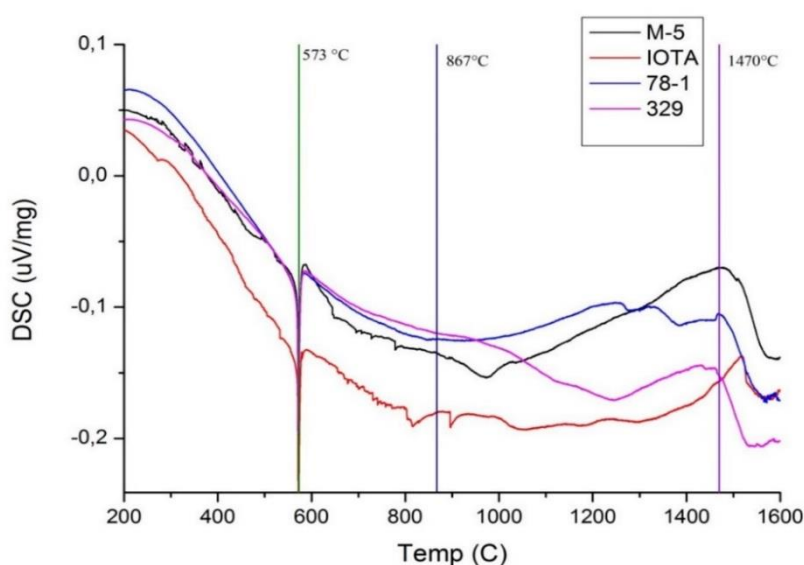


Рисунок 30 - Результаты синхронного термического анализа. Образцы: М-5- мелкозернистый кварцит, ЮТА- кварцевый концентрат фирмы Юнимин, 78-1- суперкварцит, 329- сливной кварцит

Вторым фазовым переходом, наблюдаемым в кварцитах Ока-Урикского блока месторождения Бурал-Сардык является кварц- кристобалит. Во время данного перехода происходит уменьшение плотности за счет увеличения структурных каналов, которое может сопровождаться не только вскрытием флюидных включений [53,54,55,116,118], но и образованием труднорастворимых минералов. Исследование кинетики полиморфного перехода проводили в муфельной печи с силитовыми нагревателями в воздушной атмосфере. Кинетика перехода исследовалась при поэтапном нагреве и изотермической выдержке на температурных полках 1450°C, 1500°C, 1550°C и 1600°C; время выдержки составило 30,60,90,180 мин.

Исследуемые образцы представляли собой кварцевую крупку, полученную из суперкварцитов и мелкозернистых кварцитов Ока-Урикского блока. Навеска массой 6 грамм, помещалась в алундовый тигель с фракцией 174-450 мкм. Крупка предварительно не подвергалась химическому и температурному воздействию. Для определения полиморфных фаз использовали рентгеноструктурный порошковый анализ. Исследования выполнены на дифрактометре D 8 Advance на Cu K α -излучении, зеркало Геббеля, V= 40 kV, I = 40 mA методом порошка.

Температура 1350°C выбрана в качестве начальной, потому что по литературным данным, при 867°C высокотемпературный кварц переходит в фазу тридимита, который в свою очередь стабилен до 1470°C. Задачей данного эксперимента была не только в исследовании перехода кварц-кристобалит, но и в том чтобы подтвердить либо опровергнуть образование фазы тридимита в исследуемых образцах. По данным рентгенограмм фазы тридимита не обнаружено, при изотермической выдержке 1180 минут на температурной полке 1350°C. В мелкозернистом кварците 32,7% кварца перешло в фазу кристобалит. Кинетика и температуры фазовых переходов кварц кристобалит представлена в таблице 9.

Из анализа данных таблицы 9 и таблицы 6 (представлены данные примесного состава исходных образцов) следует, что скорость перехода кварца в кристобалит маленькая и зависит от концентрации примесей в исходных образцах [119,125,120,121,122,123,124]. Наиболее эффективно переход наблюдается в образцах мелкозернистого кварцита, так, например, при температуре 1500°C и выдержке 90 минут, 90 % кварца переходит в кристобалит, тогда как у суперкварцита 45%.

Таблица 9 - Температуры и кинетика фазового перехода кварц-кристобалит,%

Выдержка	60 минут		90 минут		180 минут	
Температура	1400°C					
Тип кварца	V	VK	V	VK	V	VK
МК	97	3	96	4	96	4
СК	99	1	97	3	96	4
Температура	1450°C					
МК	91	9	84	16	46	54
СК			98	2	75	25

Продолжение таблицы 9

Выдержка	60 минут		90 минут		180 минут	
Температура	1500°C					
МК	60	40	57	43	9	91
СК	98	2	79	21	73	27
Температура	1550°C					
МК	21	79	11	89	6	94
СК	75	5	55	45	-	-

Примечания: 1-МК – мелкозернистый кварцит; 2-СК – суперкварцит; 3- V – фаза кварца; 4- VK – фаза кристобалита.

В таблице 8 приведены данные по содержанию «высокотемпературной» воды в кристобалитизированном образце суперкварцита 116/1. Из анализа данных таблицы 8 видно, что данный образец превосходит эталонные образцы кварца фирмы Юнимин и кварцевый концентрат Кыштымского ГОКа и относится к 0-ой группе качества. Наличие значительного количества «низкотемпературных» примесей (вода и углеводороды) связано с его высокими сорбционными свойствами. Микропористая морфология поверхности и ярко выраженные геттерными свойства этого образца, возникшие после жесткого термического воздействия. Для кварцевых концентратов, прошедших данную обработку, можно рекомендовать предварительный прогрев в вакууме или инертной атмосфере при 600°C для десорбции газов и паров из микропористой поверхности частиц кристобалитизированного кварцита непосредственно перед началом плавления кварца.

3.5 Выводы по главе 3

1. Кварциты Ока-Урикского участка - мономинеральные кварциты (кварц > 99,5%) представлены реликтовым (I генерация) и новообразованным (II генерация) кварцем и микропримесью (графит, мусковит, алунит, ГЖВ, циркон, диксит, гематит, лимонит по пириту, натёки лимонита, серицит).

2. Размер зерен кварцитов Восточного Саяна сопоставим с размерами получаемого концентрата (100-300 мкм), способствует выходу готовой продукции и снижает количество переизмельченного материала.
3. Флюидные включения в суперкварцитах, мелкозернистых и порфиридных кварцитах расположены преимущественно по зонам роста и залеченным трещинам, а в сливных кварцитах внутри зерна.
4. По содержанию высокотемпературной формы воды исследованные образцы крупки кварцитов относятся: к 0-ой группе качества (прокаленный кристобалитизированный образец суперкварцита 116/1); к 1-ой группе (образец термодробленного суперкварцита 80/1, КС-1 гранулированного кварца ж. 2821); ко 2-ой группе качества (нетермодробленные образцы мелкозернистого и суперкварцита 78/1, 78/2, 124/с, КС-4, и образец КС-3 кварцита Уренгенура) и к 4-ой группе качества (образец КС-2 сливного кварца Ока-Урикского блока).
5. По результатам количественного исследования основных летучих компонентов масс-спектрометрическим методом в суперкварцитах можно сделать вывод, что процесс термодробления сопровождается снижением механической прочности материала и высвобождением низко- и высокотемпературной воды. В кварцитах прошедшие термодробление при переходе $\alpha \leftrightarrow \beta$ –кварц, снизилась концентрация низкотемпературной воды в 6 раз, а концентрация высокотемпературной в 2,3 раза. Фазовый переход кварц \rightarrow кристобалит протекает медленно. Кинетика перехода зависит от температуры и состава исходного материала.
6. По содержанию «высокотемпературной» воды кристобалитизированный образец суперкварцита 116/1 превосходит эталонные образцы кварца фирмы Юнимин и кварцевый концентрат Кыштымского ГОКа. Наличие значительного количества «низкотемпературных» примесей (вода и углеводороды) связано с его высокими сорбционными свойствами.

ГЛАВА 4 ПОЛУЧЕНИЕ КВАРЦЕВОГО КОНЦЕНТРАТА

Из литературных и экспериментальных данных следует, что примеси в кварцевом сырье могут находиться в следующих формах:

- минеральные включения;
- флюидные включения (ФВ);
- структурные примеси, встроенные в кристаллической решетке кварца, при изовалентном и гетеровалентном изоморфизме, такие как Ge, Ti, Fe и Al.

Минеральные включения находятся по граням монофракционных кристаллов, сростков, что при дроблении крупногабаритного материала по границам дефектов приведёт к их вскрытию и нахождению на поверхности шихты.

Флюидные включения в различных кварцевых породах преимущественно расположены в трещинах и по границам зерен кварцевых агрегатов. Реже всего флюидные включения располагаются внутри кварцевого зерна, примером являются сливные кварциты Ока-Урикского участка.

На данный момент технология получения кварцевого концентрата для различных типов сырья схожа и включает в себя следующие этапы подготовки: дробление, грохочение, термодробление, магнитная и электростатическая сепарация, различные методы флотации, высокотемпературное хлорирование и др. Данные методы позволяют эффективно удалить минеральные примеси из кварцевой породы [18,78,127], наибольшую эффективность показал этап флотации [69,70,71,72,73,74,75,76].

Хотя кварцевые породы широко распространены, месторождения высокочистого кварцевого сырья относительно редки, а месторождения высокочистых кварцитов вообще являются уникальными. При исследовании геохимических характеристик кварцитов Восточного Саяна, было установлено, что практически все породы являются мономинеральными и более чем на 99% сложены агрегатами кварца. При разработке этапов получения кварцевого концентрата из данного типа сырья, процесс флотации был исключен.

Первоначальным этапом получения кварцевого концентрата является подготовка куска. Раскрытие минеральных включений осуществляется при отбойке, дроблении. При этом необходимо учитывать общепринятые принципы обогащения:

- не дробить лишнего;
- не смешивать то, что не смешано в природе;
- сдерживать развитие поверхности и доводить до заданной крупности в конечной операции.

Из этого следует, что процесс обогащения нужно вести на уровне кварцевых индивидов (кристаллы, зёрна), а затем доводить их до заданной крупности, а не совмещать процесс раскрытия элементов неоднородности с процессом получения заданной крупности [126]. Данные принципы подходят для обогащения жильных разновидностей кварцевого сырья, с крупным размером зерен. Для кварцитов Восточного Саяна размер зерен варьируется от 0,1-1,5 мм, в связи с этим процесс раскрытия элементов неоднородности совмещено с этапом получения заданной крупности.

Операция сортировки позволяет выводить в отвальные хвосты минеральные включения. В цикле измельчения, грохочения и классификации выделяют готовый продукт по крупности – рабочую фракцию.

Обогащение отобранного материала проходило с применением следующих этапов:

Первичный этап подготовки куска включал в себя следующие операции: дробление куска до фракции-25 мм; грохочение с выделением фракции 5-25 мм; удаление оксидных пленок и натиров железом, при дроблении, в растворе 10% HCl, с последующей нейтрализацией и сушкой.

Снижение механической прочности и частичное вскрытие флюидных включения достигалось этапом термодробления в деонизированной воде [57,69,74,75]. После чего кусок легко истирался в кварцевой ступке с выделением фракции 174-

450 мкм. Также проводились эксперименты получения кварцевого концентрата без стадии термодробления. Исследовалось влияние высокотемпературной обработки.

Одним из основных процессов, используемых при получении кварцевых концентратов, являлся этап химического обогащения кварцевой крупки. Поскольку от характеристик, применяемых растворов (состав, температура и время обработки), зависит глубина химического обогащения [53,54,55,63,69, 118, 119, 128].

4.1 Обогащение мелкозернистого кварцита

Режимы и технологическая схема обогащения отрабатывалась на мелкозернистом кварците месторождения Бурал-Сардык Ока-Урикского блока. Отработка режимов обогащения, включала в себя следующие операции:

- 1) промывка куска в дистиллированной воде с последующим визуальным контролем;
- 2) дробление кусков в кварцевой ступке до размера 5-8 мм;
- 3) истирание в механической кварцевой ступке фирмы Fritsch в течение 15 минут;
- 4) классификация измельченного материала с использованием сит с капроновой сетки, выделение рабочей фракции крупностью +174–450 мкм;
- 5) промывка полученной крупки +174–450 мкм в деионизированной воде;
- 6) сушка в вакуумном сушильном шкафу;
- 7) химическое обогащение рабочей фракции в растворах кислот при температуре 60–70 °С, продолжительность 2 часа:
 - в 10 %-ном растворе HNO_3 ;
 - в смеси кислот 10 % HCl : 10 % HNO_3 в соотношении 3:1 квалификации ос.ч и в такой же смеси кислот, дополнительно очищенных перегонкой на аппаратах Savillex;
 - в смеси кислот 20 % HCl : 20 % HNO_3 (3:1, ос.ч);

- в смеси кислот 10% HCl: 5 % HF в соотношении 3:1 квалификации ос.ч и в такой же смеси кислот, дополнительно очищенных перегонкой;
- в смеси кислот 20 % HCl: 5 % HF (3:1, ос.ч);
- в смеси кислот 10 % HCl: 10 % HF (3:1, ос.ч);
- в смеси кислот 20 % HCl: 20 % HF (3:1, ос.ч);
- в смеси кислот 10 % HNO₃: 10 % HF (3:1, ос.ч);
- в смеси кислот 10 % HCl: 10 % HNO₃: 10 % HF в соотношение 3:1:1, ос.ч;
- в 5 и 10 %-ных растворах щавелевой кислоты, приготовленных из реактивов чда и хч;
- в 5 %-ном растворе щавелевой кислоты (хч) с промывкой до нейтральной среды деионизированной водой и повторным химическим обогащением в растворах кислот (в 10 %-ном растворе HNO₃, в 5 %-ном растворе HF и в смеси кислот 10 % HCl: 5 % HF в соотношении растворов 3:1);
- в смеси кислот 5 % щавелевая кислота (чда): 10 % HF(ос.ч) в соотношении 1:1;
- в 10 %-ном растворе щавелевой кислоты (чда) при комнатной температуре, время выдержки 16 часов.

Целью отработки режимов обогащения являлось выявление наиболее эффективных смесей кислот для химического обогащения кварцевой крупки.

После химического обогащения все полученные кварцевые концентраты исследовались методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Результаты исследований представлены в таблицах 10,11 и на рисунке 31.

Из анализа данных таблиц 10-11 и рисунка 31, следует, что для эффективного удаления примесных элементов, реакционные смеси кислот должны содержать плавиковую кислоту. Без ее использования концентрация основных примесных элементов (алюминий и калий) практически не снижается (таблица 10, рисунок 31), наибольшая степень очистки составила 27%. Использование HF в реакционных смесях позволяет снизить концентрацию алюминия в 7, калия в 10 раз, а общее содержание примесей в 5 раз, наибольшая степень очистки составила 82,4%.

Таблица 10 - Содержание примесей в мелкозернистом кварците при использовании растворов кислот, не содержащих плавиковую кислоту, ppm

Ана-лит	Исходная проба	Массовая доля аналита, ·10 ⁻⁴ % (ppm)									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Fe	7.1	2.0	2.3	1.97	2.6	2.02	1.44	2.1	1.70	1.83	1.3
Al	65.9	67.2	64.0	66.8	60.8	55.9	51.5	51.9	53.0	59.4	55.2
Ti	2.4	2.5	2.2	1.8	1.8	1.9	2.2	2.5	1.7	1.5	1.4
Ca	4.6	3.0	2.9	2.4	3.1	2.6	1.8	2.1	2.0	2.0	2.1
Mg	4.4	3.5	3.4	3.6	4.3	3.1	2.8	3.2	3.1	3.2	3.8
Cu	0.16	0.14	0.13	0.07	0.14	0.10	0.08	0.15	0.10	0.10	0.09
Mn	0.09	0.02	0.04	0.02	0.04	0.02	0.01	0.02	0.02	0.01	0.01
Na	5.9	6.2	7.4	6.5	5.9	5.4	6.0	6.3	5.0	6.3	5.4
K	23.9	23.7	21.6	22.1	20.4	18.9	17.7	20.4	17.8	19.4	18.0
Li	0.14	0.15	0.14	0.16	0.15	0.14	0.13	0.14	0.15	0.15	0.14
сумма	114.6	108.4	104.1	105.4	99.2	90.1	83.7	88.8	84.6	93.9	87.4
С.О., %		5.4	9.2	8	13.4	21.4	27	22.5	26.2	18,1	23,7

Примечания: 1 – 10 % щавелевая кислота (чда) при комнатной температуре, продолжительность выдержки 16 часов; 2 – 5 % щавелевая кислота (чда); 3 – 5 % щавелевая кислота (хч); 4 – 10 % щавелевая кислота (чда); 5 – 10 % щавелевая кислота (хч); 6 – 5 % щавелевая кислота (хч), нейтрализация деионизированной водой, повторное химическое обогащение в растворе 10 % HNO₃(ос.ч); 7 - 10 % HNO₃(ос.ч); 8 - смесь 10 % HCl(ос.ч); 10 % HNO₃(ос.ч) в соотношении 3:1; 9 - смесь 10 % HCl : 10 % HNO₃ в соотношении 3:1 (кислоты дополнительно очищены перегонкой); 10 - смеси 20 % HCl(ос.ч) : 20 % HNO₃(ос.ч) в соотношении 3:1; С.О. – степень очистки.

Таблица 11 - Содержание примесей в мелкозернистом кварците при использовании растворов, содержащих плавиковую кислоту

Аналит	Исходная проба	Массовая доля аналита, ·10 ⁻⁴ % (ppm)									
		1F	2F	3F	4F	5F	6F	7F	8F	9F	10F
Fe	7.1	0.8	0.9	0.66	0.9	1.07	0.8	 0.73	1.38	0.80	0.6
Al	65.9	9.8	9.5	10.7	10.0	10.5	9.5	9.3	9.5	8.9	9.3
Ti	2.4	1.7	2.0	2.0	1.5	1.0	2.0	1.5	1.6	2.4	1.1
Ca	4.6	1.6	1.9	1.5	2.5	1.6	1.6	1.7	2.6	1.5	1.3
Mg	4.4	1.5	1.7	1.4	1.7	1.5	1.3	1.4	1.5	1.3	1.3
Cu	0.16	0.10	0.08	0.13	0.16	0.08	0.16	0.51	0.08	0.12	0.12
Mn	0.09	0.01	0.01	0.01	0.01	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
Na	5.9	4.4	4.4	4.3	6.3	4.2	4.5	4.1	3.9	3.9	4.0
K	23.9	2.5	2.4	3.1	2.9	2.9	2.4	2.5	2.4	2.2	2.3
Li	0.14	0.15	0.13	0.13	0.16	0.15	0.14	0.15	0.14	0.15	0.14
сумма	114.6	22.6	23.0	23.9	26.1	23.0	22.4	21.9	23.1	21.3	20.2
С.О., %		80.3	79.9	79.1	77.2	79.9	80.4	80.9	79.6	81.4	82.4

Примечания: 1 F - смесь 10 % HCl(ос.ч) : 5 % HF(ос.ч) в соотношении 3:1; 2 F - смесь 10 % HCl : 5 % HF в соотношении 3:1 (кислоты дополнительно очищены перегонкой); 3 F – 5 % щавелевая кислота (хч), нейтрализация деионизированной водой, повторное химическое обогащение в

смеси 10 % HCl(ос.ч) : 5 % HF(ос.ч) в соотношении 3:1; 4 F - смесь 20 % HCl (ос.ч) : 5 % HF(ос.ч) в соотношении 3:1; 5 F – 5 % щавелевая кислота (чда), нейтрализация деионизированной водой, повторное химическое обогащение в растворе 5 % HF(ос.ч); 6 F - смесь 10 % HCl(ос.ч) : 10 % HF(ос.ч) в соотношении 3:1; 7 F - смесь 10 % HNO₃ (ос.ч) : 10 % HF (ос.ч) в соотношении 1:1; 8 F – смесь 5 % щавелевая кислота (чда) : 10 % HF(ос.ч) в соотношении 1:1; 9 F - смесь 10 % HCl(ос.ч) : 10 % HF(ос.ч) : 10 % HNO₃(ос.ч) в соотношении 3:1:1; 10 F - смесь 20 % HCl(ос.ч) : 20 % HF(ос.ч) в соотношении 3:1; С.О.-степень очистки.

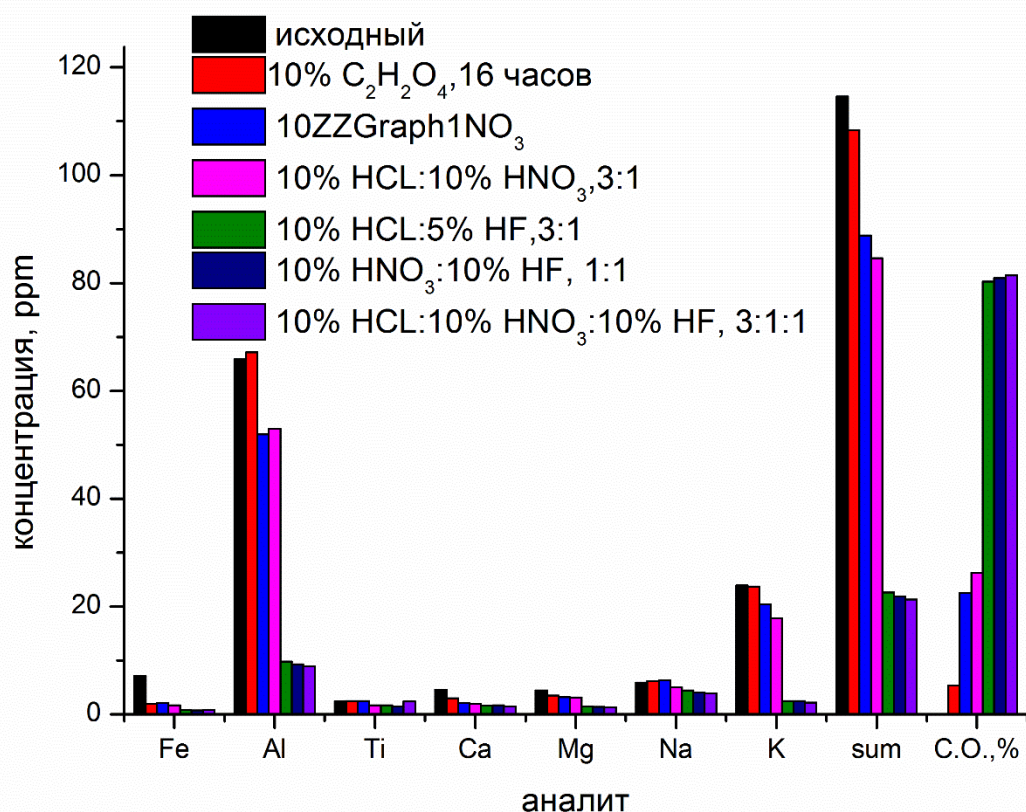


Рисунок 31 - Зависимость содержания примесей в кварцевых концентратах от состава растворов кислот при химическом обогащении

Из анализа полученных данных следует, что применение плавиковой кислоты при химическом обогащении позволило снизить содержание алюминия, магния и калия до следующих величин (см. табл.11, рис.31):

- **алюминий**, среднее значение 9,7 ppm (предел изменений 8,9–10,7; массовая доля уменьшается на 86 %);

- **магний**, среднее значение 1,5 ppm (предел изменений 1,3–1,7; массовая доля уменьшается на 71 %);

- **калий**, среднее значение 2,6 ppm (предел изменений 2,2–3,1; массовая доля уменьшается на 90 %);

- по **железу** столь очевидного влияния применения плавиковой кислоты на глубину химического обогащения не отмечено. Тем не менее, применение HF, позволило достичь остаточного содержания железа в кварците, в среднем, 0,86 ppm, тогда как без ее применения средняя концентрация железа составила 1,93 ppm, т.е. 2,2 раза больше. Таким образом, для железа также предпочтительно использовать при химическом обогащении кварцитов HF. Применение смеси соляной и плавиковой кислот позволило снизить содержание железа до 0,6 ppm;

- **кальций** хуже всего удаляется из кварцита при применении растворов щавелевой кислоты, причем изменение ее концентрации или квалификации по чистоте на остаточное содержание кальция не влияет. Негативно на глубину удаления кальция влияет как избыточная концентрация соляной кислоты в смеси кислот, так и использование смеси щавелевой кислоты с HF. Без применения плавиковой кислоты удалось достичь остаточной массовой доли кальция в обогащенных пробах, в среднем 2,0 ppm, при использовании фтористоводородной кислоты (без учета позиций 4F и 8F), средняя концентрация кальция составила 1,4 ppm. Лучший результат по остаточной массовой доле кальция составил 1,3 ppm;

- избыточная концентрация соляной кислоты в смеси кислот также ухудшает показатели по извлечению **натрия** - позиция 4F (увеличение концентрации HCl до 20 %). Если не учитывать позицию 4F, то применение плавиковой кислоты позволило достичь остаточного содержания натрия в пробе, в среднем, 4,2 ppm (предел изменений 3,9 – 4,5 ppm), тогда как без использования HF наилучший результат составляет 5,0 ppm. Здесь следует отметить, что влияние плавиковой кислоты на содержание натрия проявляется уже с самых низких концентраций, используемых в данной работе, дальнейшее повышение концентрации кислоты в растворах на глубину извлечения натрия не влияет;

- по **титану** наилучшие результаты достигнуты при применении 5 %-ного раствора плавиковой кислоты или при использовании ее в смеси с соляной кислотой

(концентрации обеих минеральных кислот при этом составляли 20 %). Наилучшие результаты 1,0 и 1,1 ppm;

-при химическом обогащении кварцита не отмечено изменения массовых долей **лития** при использовании всех кислот, изучаемых в данной работе. При этом следует отметить, что содержание лития в исходной крупке мелкозернистого кварцита составляет 0,14 ppm.

Применение смеси кислот 10 % HCl (ос.ч) : 5 % HF(ос.ч) позволило снизить общее содержание примесей до 23,3 ppm (см. поз. 1F табл.11). Применение такой же смеси, только приготовленной из сверхчистых кислот, позволило снизить общее содержание примесей до 23,7 ppm (см. поз. 2F табл.11). Таким образом, повышение квалификации применяемых кислот выше ос.ч. для данных кварцитов не требуется, наоборот следует изучить возможность применения реактивов квалификации хч.

Наиболее глубокая очистка происходит при химическом обогащении кварцитов смесью плавиковой и соляной кислот, причем содержание HF в растворе составляет 10 % (см. поз. 10F табл.11). Применение щавелевой кислоты в дальнейшем нецелесообразно как по показателям процесса обогащения, так и по экономическим соображениям.

4.2 Обогащение суперкварцита

4.2.1 Обогащение без термодробления

Подготовка кварцевой крупки суперкварцитов выполнялась по технологии, применённой к мелкозернистому кварциту. Химическое обогащение крупки выполнено в следующих условиях: - 10 %-ной HCl при температуре 60-70 °С, продолжительность выдержки 2 часа; - 5 %-ной HF (при температуре 40-50 °С, продолжительность выдержки 2 часа; - смеси кислот 10 % HCl: 5 % HF при соотношении растворов 3:1 при температуре 85-95 °С, продолжительность 40 минут.

4.2.2 Обогащение с термодроблением куска

В качестве предварительной температурной обработки исходного кварцевого куска нами было исследовано влияние термоудара, заключающегося в нагреве кварцевого куска до температуры выше 573°C и резкого охлаждения в деонизированной воде. При этой температуре кварц из α -кварца переходит в β -кварц с изменением структуры и изменением объема на 0,8%. Термоудар приводит к значительному снижению прочности кварца за счет возникновения напряжений внутри кристаллической решётки и частичному вскрытию флюидных включений.

Результаты анализа проб суперкварцита после обогащения приведены в таблицах 12 и 13.

Полученными результатами установлено, что без термодробления куска суперкварцита степень очистки при химическом выщелачивании находится в интервале 24-76 % (до суммы примесей 19 ppm при применении смеси кислот 10% HCl: 5 % HF), при обработке щавелевой кислотой –16 % (табл.12).

Таблица 12 - Содержание примесей в суперкварците после обогащения, без предварительного термодробления, ppm

Аналит	Массовая доля аналита в пробе, ·10 ⁻⁴ % (ppm)				
	Исходная проба	Проба, обработанная 10% HCl	Проба, обработанная 5% HF	Проба, обработанная 10% HCl : 5% HF (3:1)	Проба, обработанная 5% щавелевой кислотой
1	2	3	4	5	6
Fe	7.6	1.9	1.4	1.2	3.0
Al	43.9	34.3	8.8	7.9	37.3
Ti	2.2	1.9	1.5	1.6	1.7
Ca	3.0	2.0	1.6	1.6	2.5
Mg	2.8	2.2	1.2	1.2	2.4
Cu	0.13	0.07	0.09	0.09	0.20
Mn	0.031	0.011	0.007	0.006	0.015
Na	3.9	4.4	3.9	3.2	6.8
K	14.8	12.3	2.9	2.0	13.5
Li	0.13	0.11	0.11	0.10	0.15
сумма	78.5	59.2	21.5	18.9	67.6
С.О., %		24.6	72.6	75.9	16.1

Примечание: С.О.-степень очистки.

Без применения плавиковой кислоты значительно снизить удалось только содержание железа в опытах без термодробления куска. При термообработке часть железа может переходить в труднорастворимое состояние, что не позволяет достаточно полно извлекать его растворами кислот.

Применение плавиковой кислоты, как отдельно, так и в смеси с соляной кислотой, позволяет значительно снизить массовые доли железа и алюминия. При использовании 5 %-ного раствора HF массовая доля алюминия снижается с 51,8 до 5,5 ppm или на 89 %. При этом достигается глубокое обогащение по алюминию, и крупка по данному элементу соответствует сорту кварцевых концентратов КГО-6.

При применении HF также снижаются массовые доли магния, марганца, натрия и калия. Из щелочноземельных элементов наиболее значительно снижается содержание магния с 2,4 до 0,6 ppm.

Таблица 13 - Содержание примесей в суперкварците после термодробления куска и обогащения, ppm

Аналит	Массовая доля аналита в пробе, ·10 ⁻⁴ % (ppm)				
	исходная проба	проба, обработанная 10% HCl	проба, обработанная 5% HF	проба обработанная 10% HCl: 5% HF (3:1)	проба, обработанная 5% щавелевой кислотой
Fe	8.0	5.1	1.9	1.7	6.2
Al	51.8	28.5	5.5	5.9	37.8
Ti	1.8	1.5	1.1	1.4	1.4
Ca	1.7	1.5	1.5	1.3	1.8
Mg	2.4	1.7	0.7	0.6	1.9
Cu	0.08	0.07	0.08	0.08	0.07
Mn	0.035	0.025	0.007	0.009	0.024
Na	3.4	3.1	2.7	2.7	3.3
K	16.4	6.9	1.3	1.5	10.9
Li	0.11	0.11	0.11	0.11	0.17
сумма	85.7	48.5	14.9	15.3	63.6
С.О.,%		43.4	82.6	82.1	25.8

Примечания: С.О.-степень очистки.

При термодроблении куска применение смеси кислот 10 % HCl: 5 % HF позволяет достичь глубины обогащения по сумме примесей 15 ppm, степень очистки

составила 82 %. Такие же результаты достигнуты при применении 5 %-ного раствора HF. Степень очистки при использовании щавелевой кислоты составляет 26 % (табл.13.).

Содержание щелочных металлов при применении плавиковой кислоты снизилось до 4,3 ppm с первоначальных 19,9 ppm (на 78 %). При этом следует отметить, что содержание натрия удалось снизить только на 20 % при применении плавиковой кислоты. Отдельно соляная и щавелевая кислоты к снижению натрия в образцах крупки суперкварцита не приводят.

Достигнутые результаты по глубине обогащения суперкварцитов представлены в таблице 14.

Таблица 14 - Достигнутые результаты

Массовая доля аналита, ppm	Fe	Al	Ti	Ca	Mg	Cu	Mn	Na	K	Li
Исходная проба	7.6	51.8	1.8	1.7	2.4	0.13	0.031	3.4	16.4	0.13
Достигнутый результат	1.2	5.5	1.1	1.3	0.6	0.07	0.006	2.7	1.3	0.11
№ достигнутого КГО	2	6	5	3	7	3	8	3	3	8

4.2.3 Влияние высокотемпературной прокалки на глубину обогащения

В исследованиях [52,53,54,55,119,129,130,131,132,133,134] показано, что использование высокотемпературной прокалки перед обогащением в реакционных кислотных смесях, может оказать как положительный так и отрицательный эффект. Высокотемпературная прокалка способствует декрипитации флюидных включений, расположенных в трещинах и межзерновом пространстве, но также в ряде случаев приводит к увеличению концентрации структурного Al, Ge, Ti и Fe. Автор работы [118] считает, что высокотемпературная обработка кварца при температуре 1650 -1700°C приводит к ослаблению химических связей между структурными примесями и кристаллической решеткой. А последующая химическая обработка в

кислотах повышает степень очистки. В связи с этим при получении кварцевого концентрата в данной работе было проверено влияние высокотемпературного отжига на глубину химического обогащения на примере кварцитов Восточного Саяна.

Методика предварительного высокотемпературного отжига была проверена на суперкварцитах.

Пробоподготовка включала в себя следующие этапы:

1) отбор проб кварцевой породы фракцией до 150 мм и отмывка в дистиллированной воде; 2) дробление на щековой дробилке с карбид-вольфрамовыми пластинами до кусков размером менее 20 мм; 3) отсев фракции менее 0,8 мм; 4) ручная рудоразборка с выделением суперкварцита с минимальным количеством цветных включений (размер выделяемой фракции 5-20 мм, с преобладанием кусков размером 10-20 мм); 5) термодробление при температуре 900 °С в течение двух часов; 6а) измельчение в карбид-вольфрамовом истирателе и классификация измельченного материала с использованием сит с капроновой сетки, выделение рабочей фракции крупностью +174–450 мкм и отхода размером менее 174 мкм; 6б) измельчение в кварцевой ступке; классификация измельченного материала с использованием сит с капроновой сетки, выделение рабочей фракции крупностью +174–450 мкм; прокатка в аргоне при различных температурах и продолжительности выдерживания; классификация полученного материала с выделением фракций +174–450 мкм и спека с размером частиц больше 450 мкм; 7) химическое обогащение рабочей фракции в смеси кислот 20 % HCl : 20 % HF (3:1) при температуре 60-70 °С, продолжительность 2 часа и Ж:Т = 2:1; 8) отмывка в деионизированной воде до нейтральной реакции промывного раствора; 9) сушка в вакуумном сушильном шкафу. Этапы 6а и 6б выполнены для оценки влияния химического состава мелющих поверхностей истирателя на эффективность обогащения кварцевой крупки и заражением ее мелющими телами.

Результаты предварительной подготовки кварцита при использовании карбид-вольфрамового истирателя.

Рудоразборка позволила снизить суммарное содержание примесей в суперкварците примерно на 22,5 % – с 86,2 до 66,8 ppm (таблица 15). При этом следует отметить, что при ручной рудоразборке суперкварцита на 3 этапе данной работы также удалось снизить суммарное содержание с 108,1 до 69,4 ppm т.е. данная операция позволяет снизить общее содержание примесей в суперкварците до 67-69 ppm.

При рудоразборке уменьшилось содержание железа на 13,1 ppm. Заметно уменьшилось содержание таких элементов как титан, магний, марганец и бор. Практически не изменилась массовая доля алюминия, кальция, меди, натрия, калия и лития.

Удаление фракции крупностью менее 0,8 мм после щековой дробилки целесообразно в связи с тем, что данная фракция содержит большое количество примесей, в 2 раза больше, чем исходный материал.

Предварительная обработка куска суперкварцита 10 %-ным раствором соляной кислоты (перед термодроблением) позволила снизить общее содержание примесей на 30 % (с 66,9 до 46,4 ppm). В основном это произошло за счет снижения массовой доли алюминия на 39 % от исходной (на 16,1 ppm) и калия - на 44 % (на 4,8 ppm).

Таблица 15 - Массовые доли примесей в белом суперкварците на различных стадиях пробоподготовки и обогащения при использовании карбид-вольфрамового истирателя, ppm

Аналит	Массовая доля аналита в пробе и предел обнаружения, ·10 ⁻⁴ % (ppm)							
	ПО	97	99	98	100	102	103	101
1	2	3	4	5	6	7	8	9
Fe	0.2	19.4	6.3	45.1	7.8	6.4	1.0	12.1
Al	0.4	43.6	41.4	75.3	25.3	25.1	5.1	45.4
Ti	0.2	3.2	1.0	3.7	1.0	0.8	0.7	1.0
Ca	0.5	1.7	1.4	6.3	1.0	1.8	0.6	3.7
Mg	0.1	2.4	1.2	6.5	1.1	1.7	0.3	3.2

Продолжение таблицы 15

1	2	3	4	5	6	7	8	9
Cu	0.006	0.22	0.21	0.36	0.34	0.20	0.13	0.25
Mn	0.005	0.13	0.04	0.37	0.03	0.02	0.01	0.05
Na	0.4	4.1	3.8	6.8	3.2	3.6	3.0	4.1
K	0.5	10.6	10.9	16.9	6.1	5.9	0.9	10.6
Li	0.003	0.13	0.13	0.13	0.12	0.13	0.13	0.13
Сумма		85.5	66.4	161.5	46.0	45.7	11.9	80.5
С.О.,%			22.3	-88.9	46.2	46.5	86.1	5.9

Примечания: С.О.-степень очистки ; 97 – исходный кусок (<20 мм) после щековой дробилки до ручной рудоразборки; 99 – белый суперкварцит (5–20 мм) после рудоразборки; 98 - отсев материала после щековой дробилки (фракция -0,8 мм); 100 – белый суперкварцит (5–20 мм) после рудоразборки и обработки куска 10 %-ным раствором соляной кислоты и термодробления; 102 - крупка белого суперкварцита (174–450 мкм) после измельчения пробы 100 в карбид-вольфрамовом истирателе; 103 - крупка белого суперкварцита (174–450 мкм) после измельчения пробы 100 в карбид-вольфрамовом истирателе и химического обогащения смесью кислот 20 % HCl: 20 % HF (2:1); 101 – отходы белого суперкварцита (- 174 мкм) после измельчения пробы 100 в карбид-вольфрамовом истирателе.

При применении карбид-вольфрамового истирателя получаемая крупка (+174–450 мкм) имеет практически то же содержание примесей, что и материал, поступающий на истирание (46,1 и 46,4 ppm соответственно). При этом отмечено, что в отходе измельчаемого материала размером менее 174 мкм концентрируются практически все примеси, дополнительно поступающие в кварц в процессе истирания (сумма примесей 81,1 ppm).

Обогащение крупки, полученной с применением карбид-вольфрамового истирателя, позволило снизить массовую долю примесей на 74 % и получить концентрат с общим содержанием примесей 12,2 ppm, что соответствует требованиям КГО-5, но по железу и меди требования соблюдены только для марки КГО-3.

Результаты обогащения кварцита при использовании кварцевого истирателя.

Результаты исследования элементного состава продуктов, получаемых на различных стадиях пробоподготовки с использованием кварцевого истирателя и химического обогащения, приведены в таблице 16.

Общее содержание примесей при использовании кварцевой ступки составило 47,0 ppm, что сопоставимо с результатом, полученным при использовании карбид-

вольфрамового истирателя (46,1 ppm). Обогащение крупки в аналогичных условиях позволило снизить массовую долю примесей на 78 % и получить концентрат с общим содержанием примесей 10,1 ppm, что соответствует марке КГО-6. По железу и меди требования также соблюдены только для марки КГО-3. При этом немного снижаются массовые доли щелочных элементов, сумма натрия, калия и лития составила 3,12 ppm против 4,03 ppm.

Таблица 16 - Массовые доли примесей в суперкварците на различных стадиях пробоподготовки и обогащения при использовании кварцевого истирателя, ppm

Аналит	Массовая доля аналита в пробе и предел обнаружения, ·10 ⁻⁴ % (ppm)							
	ПО	104	105	106	109	110	111	107
Fe	0.2	6.0	6.6	0.9	1.9	1.5	1.0	1.1
Al	0.4	27.0	22.3	4.5	5.5	4.7	3.9	4.0
Ti	0.2	1.7	0.7	0.8	0.9	0.8	0.5	0.6
Ca	0.5	0.8	0.9	0.4	0.7	0.7	0.4	0.4
Mg	0.1	1.0	0.7	0.2	0.4	0.3	0.2	0.2
Cu	0.006	0.17	0.18	0.14	0.11	0.09	0.13	0.18
Mn	0.005	0.02	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
Na	0.4	3.5	3.6	2.5	2.0	1.8	1.6	1.7
K	0.5	6.3	4.9	0.5	0.9	0.8	0.5	0.5
Li	0.003	0.13	0.11	0.12	0.20	0.20	0.20	0.18
Сумма		46.6	40.0	10.1	12.6	10.9	8.4	8.9
С.О.,%		45.5	53.2	88.2	85.3	87.3	90.2	89.6

Примечания: 104 - крупка суперкварцита (174–450 мкм); 105 - крупка суперкварцита (450–800 мкм); 106 - крупка суперкварцита (174–450 мкм) после химического обогащения; 109 - проба 106 после прокалки в аргоне (1450^oC, 6 часов, кристобалит – 2%). Фракция 174–450 мкм; 110 - проба 106 после прокалки в аргоне (1450^oC, 6 часов, кристобалит – 2%). Фракция 450–800 мкм (спёк); 111 - проба 110 после химического обогащения; 107 - проба 109 после химического обогащения.

Обогащенная крупка была подвергнута прокалке в атмосфере аргона при температуре 1450 °C в течение 6 часов. Массовая доля кристобалита составила 2 %. Спёкшаяся часть (+450 мкм) была отделена от основной массы материала. Отмечено, что в процессе прокалки происходит небольшое увеличение суммы примесей с 10 до 11-13 ppm, в основном за счет увеличения массовых долей железа, алюминия, кальция, калия и лития. При этом не происходит концентрации элементов-примесей в спёкшейся части материала.

При повторном химическом обогащении прокаленного и расклассифицированного материала общее содержание примесей в спёке составило 8,4 ppm, а в не спёкшейся части – 8,9 ppm, что соответствует требованиям КГО-6, но по меди требования соблюдены только для КГО-3, по железу – для КГО-4. Наибольшая степень очистки составила 90,2%.

В таблице 17 приведены результаты изучения влияния термообработки на степень очистки суперкварцита. По результатам, приведенным в таблицах 16, 17 построены зависимости степени очистки суперкварцита на рисунке 32.

Таблица 17 - Массовые доли примесей в суперкварците после прокалики крупки

Аналит	Массовая доля аналита в пробе и предел обнаружения, ·10 ⁻⁴ % (ppm)						
	ПО	104	106	104к/1	104к/2	104к/11	104к/21
Fe	0.2	6.0	0.9	2.1	2.3	0.6	0.7
Al	0.4	27.0	4.5	25.9	29.1	20.0	20.1
Ti	0.2	1.7	0.8	0.8	0.9	0.6	0.7
Ca	0.5	0.8	0.4	0.8	0.9	0.6	0.8
Mg	0.1	1.0	0.2	1.0	1.1	0.7	0.8
Cu	0.006	0.17	0.14	0.26	0.33	0.08	0.07
Mn	0.005	0.02	0.01	0.01	0.02	0.01	0.01
Na	0.4	3.5	2.5	2.0	2.1	1.5	1.5
K	0.5	6.3	0.5	3.7	3.8	0.8	0.8
Li	0.003	0.13	0.12	0.15	0.17	0.16	0.16
Сумма		46.6	10.1	36.7	40.7	25.1	25.6
С.О.,%		45.5	88.2	57.1	52.4	70.6	70.1

Примечания: 104 - крупка белого суперкварцита (174–450 мкм); 106 - проба 104 после химического обогащения без предварительной прокалики; 104к/1 - проба 104 после прокалики в аргоне (1500 °С, 3 часа, кристобалит – 19,8 %) и классификации. Фракция больше 450 мкм (спёк); 104к/2 - проба 104 после прокалики в аргоне (1500 °С, 3 часа, кристобалит – 19,8 %) и классификации. Фракция 174-450 мкм; 104к/11 - проба 104 после прокалики в аргоне (1500 °С, 3 часа, кристобалит – 19,8 %). Фракция больше 450 мкм (спёк после химического обогащения); 104к/21 - проба 104 после прокалики в аргоне (1500 °С, 3 часа, кристобалит – 19,8 %). Фракция 174 - 450 мкм (после химического обогащения).

Установлено, что процесс прокалики, проведенный в условиях 1500 °С 3 часа в атмосфере аргона, приводит к значительному ухудшению показателей обогащения. Так при прокалике крупки при температуре 1450 °С общее содержание примесей после химического обогащения составило 12,1 ppm, а при 1500 °С – 25,9 ppm. Причем увеличение произошло только за счёт алюминия (с 5,1 до 20,1 ppm).

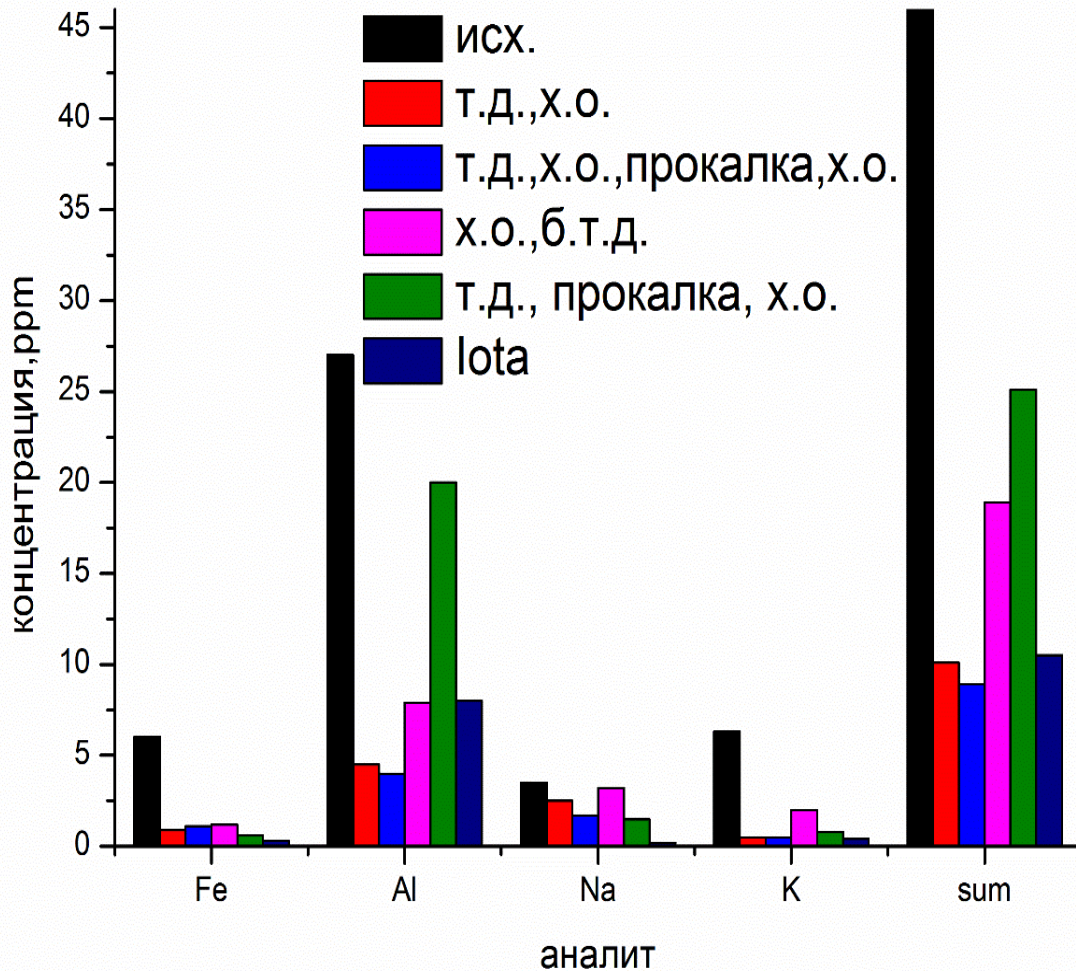


Рисунок 32 - Влияние термообработки на степень очистки при химическом обогащении суперкварцита. Примечания: ИОТА-4- кварцевый концентрат фирмы Sibelco U.S.A.

Это связано с переходом Al в кристаллическую решетку кварца, что подтверждается результатами исследования ЭПР (таблица 18). Как видно из таблицы 18 при высокотемпературной обработке концентрация структурного алюминия увеличивается более чем в два раза. По железу наоборот увеличение температуры прокалики привело к снижению его содержания на 1 ppm или в 2,4 раза. Кроме того, прокалка при 1500 °С способствует образованию соединений меди, которые удаляются при дальнейшем химическом обогащении. Так при такой прокалке удалось снизить содержание меди до 0,07 ppm, что соответствует марке КГО-3.

Таблица 18 - Содержание алюминия в образцах кварца после облучения электронами 2,4 МэВ с дозой 10 MRad

Образец	Площадь	Концентрация Al, у.е.	Амплитуда	Концентрация Al, у.е.
1	16323	5.1	4458	6.9
2	37424	11.8	9691	15

Примечания: 1- исходная крупка суперкварцита, фракция 100-300 мкм; 2-проба 1 после про-
калки 1400 ОС,4 часа.

В результате проведения лабораторных исследований разработана принципиальная технологическая схема получения особо чистого кварцевого концентрата, представленная на рисунке 33. Схема включает следующие процессы: дробление кварцевого куска с последующим грохочением и выделением рабочей фракции 3-10 мм; промывка куска в дезинтеграторе для удаления остатков глины, чтобы уменьшить расход кислот; химическое травление куска HCl-10%, для удаления натиров железа и окислов с поверхности куска, с последующей нейтрализацией; сушка куска; термодробление; измельчение; классификация крупки до фракции +100 –300 мкм; химическое обогащение 20% HCl:10%HF Ж/Т=2:1; сушка кварцевой крупки; контроль качества кварцевого концентрата; упаковка.

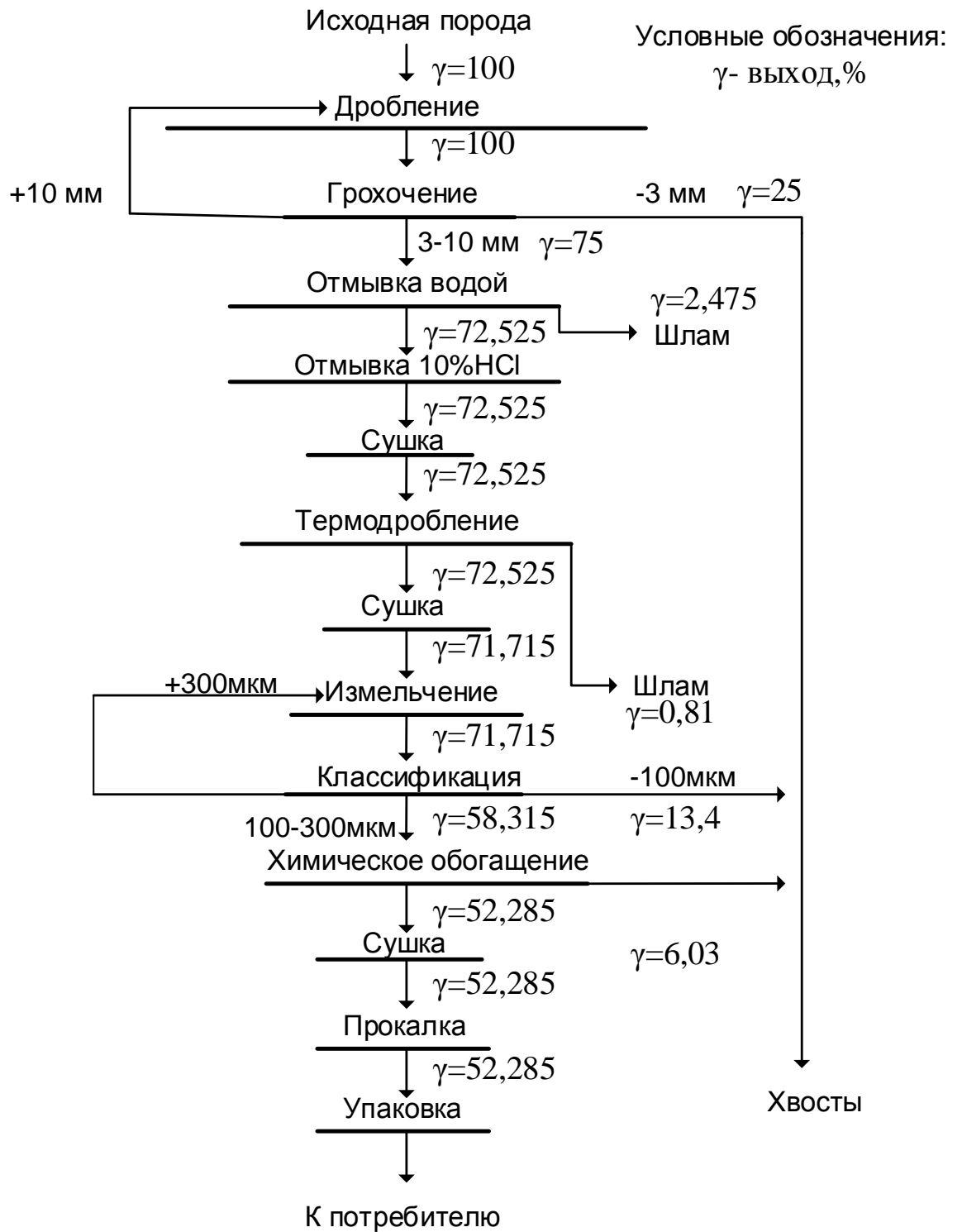


Рисунок 33 - Принципиальная технологическая схема получения кварцевых концентратов

4.3 Обогащение порфиридных, сливных кварцитов, гранулированного жильного кварца и кварцитов Уренгенурского блока

По «Принципиальной схеме» были получены кварцевые концентраты из кварцитов Ока-Урикского, Уренгенурского блоков и гранулированного жильного кварца. По результатам химического обогащения построена зависимость содержания примесей от типа кварцевого материала (рисунок 34).

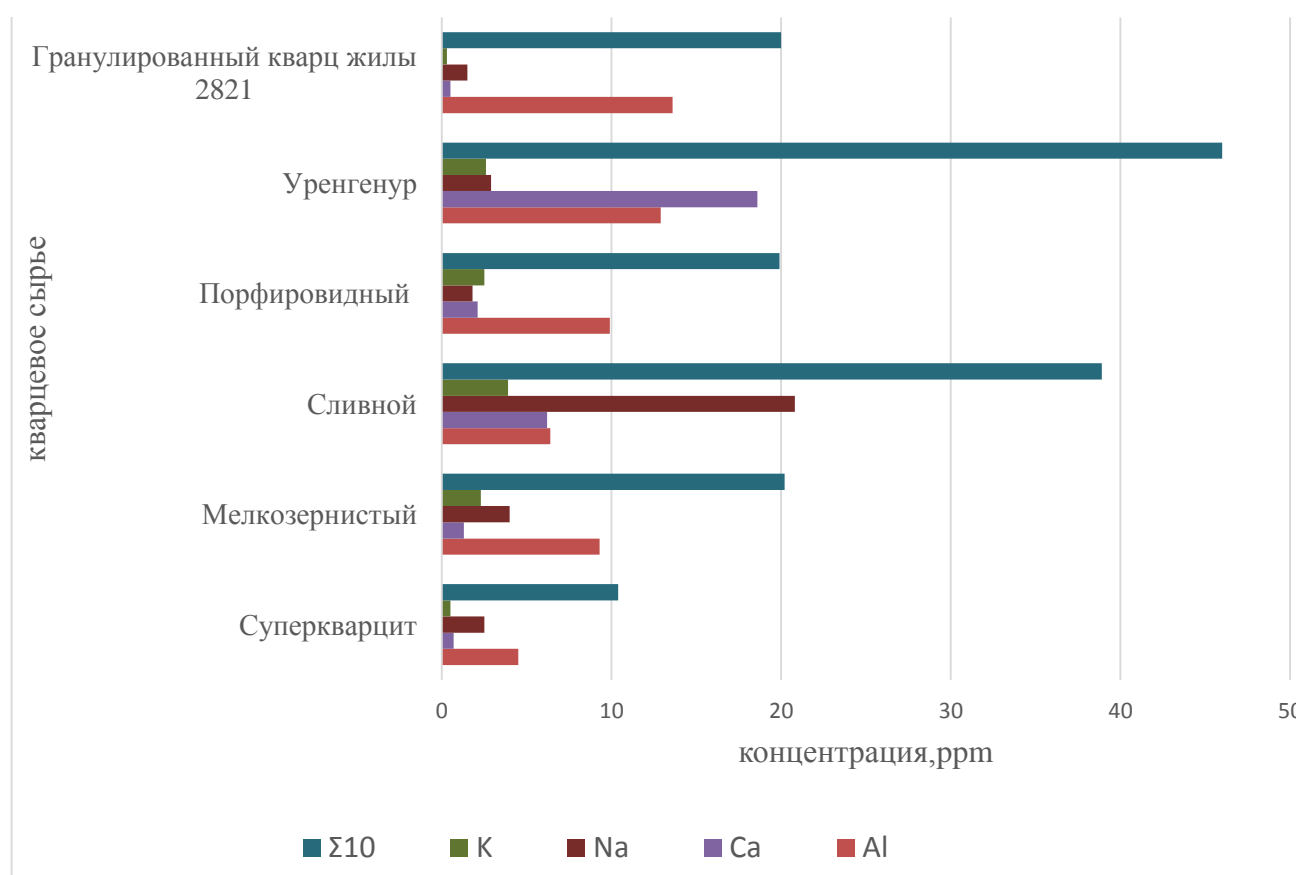


Рисунок 34 - Содержание примесей в кварцевых концентратах, полученных по базовой схеме

Из анализа зависимости (рисунок 34) видно, что при использовании базовой схемы обогащения, из гранулированного жильного кварца, мелкозернистого и порфиридного кварцитов получены кварцевые концентраты с суммарным содержанием 10 регламентирующих примесей порядка 20 ppm, что соответствует характеристикам кварцевых концентратов глубокого обогащения.

Исключением являются сливные кварциты Ока-Урикского блока. Учитывая то, что по результатам петрографических исследований установлено, что в данном типе кварцевого материала основная часть флюидных включений расположена внутри кварцевых агрегатов можно предположить, что химическое обогащение в смесях кислот не способствует удалению натрия. Для его удаления требуется декрипитация ФВ. Вероятнее всего этому будет способствовать высокотемпературная прокалка при температуре начала полиморфного перехода кварц кристобалит. Для проверки этого предположения кварцевая крупка сливного кварцита была прокалена при температуре 1450°C, время выдержки составило три часа. После чего была выполнена стандартная процедура ХО. Результаты анализа содержания примесей после этих процедур приведены в таблице 19.

Из анализа данных таблиц 7 и 19 видно, что для удаления летучих компонент, декрипитации флюидных включений, необходима высокотемпературная прокалка для эффективного удаления натрия, а дальнейшее ХО позволяет снизить содержание элементов примеси до 17 ppm и дает возможность на этом типе материала получить кварцевые концентраты глубокого обогащения. Схема получения кварцевого концентрата на основе сливного кварцита представлена на рисунке 35 отличительной чертой данной схемы от базовой является необходимость использования этапа высокотемпературной прокалки для вскрытия и удаления флюида.

Таблица 19 - Массовые доли примесей в кварцевых концентратах после дополнительной обработки и ХО, ppm

Тип кварца	Fe	Al	Ti	Ca	Mg	Cu	Mn	Na	K	Li	Σ10
Суперкварцит*	0.6	3.9	0.6	0.7	0.2	0.03	0.01	2.5	0.5	0.1	9.1
Сливной**	8.9	9.9	0.3	2.9	0.8	0.18	0.07	1.7	1.7	0.4	27
Сливной***	1.9	5.5	0.2	1.2	0.4	0.06	0.03	3.4	1.2	0.4	14.3

Примечания: *Двойное термодробление, ХО 20%HCl:20%HF; **Прокалка кварцевой крупки сливного кварцита проведена при температуре 1450°C в течении трех часов; ***кварцевый концентрат, полученный по базовой схеме, прокаленный при 1450°C в течении трех часов и дополнительно ХО.

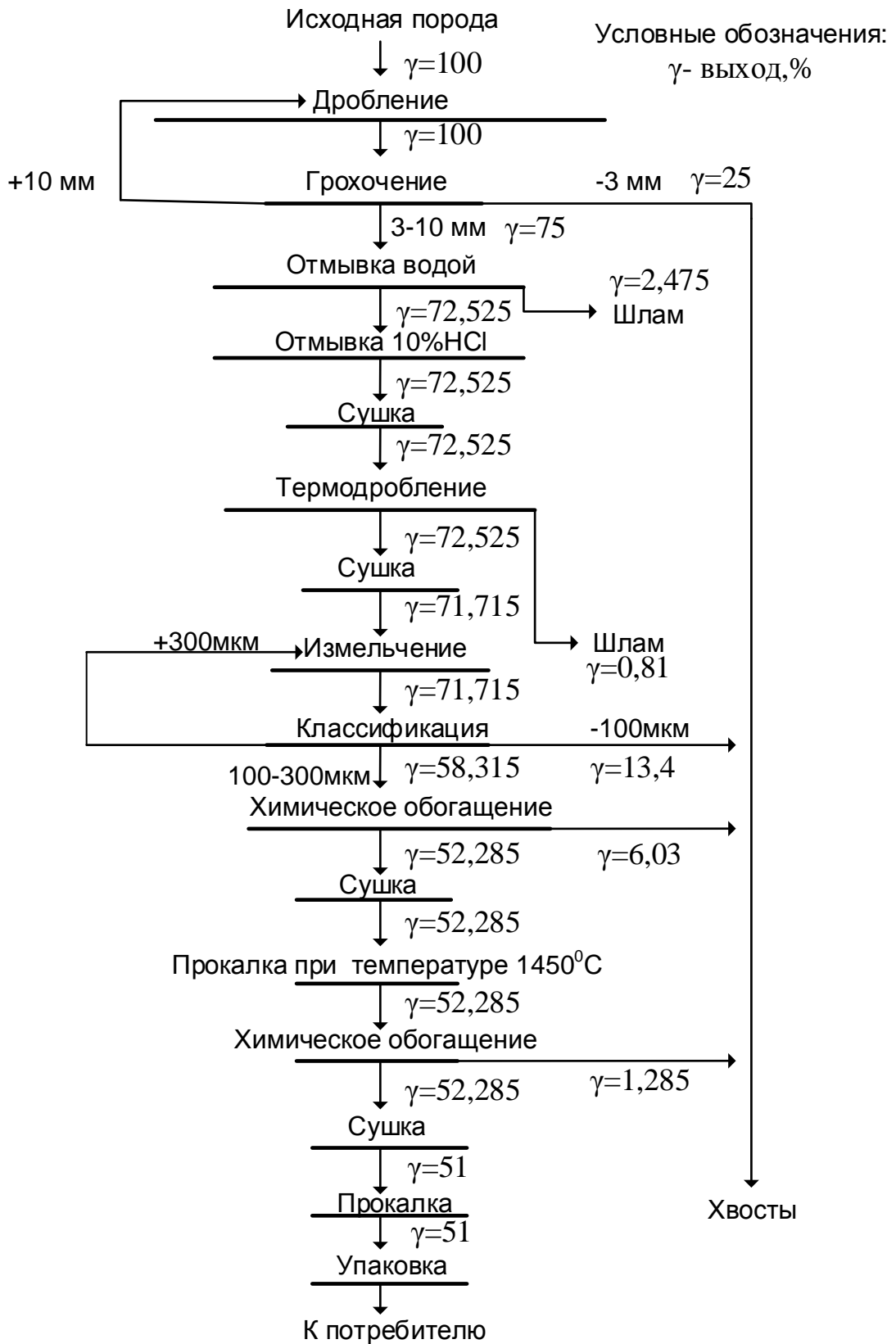


Рисунок 35 – Технологическая схема получения кварцевых концентратов из сливных кварцитов Ока-Урикского блока

При анализе данных таблицы 6 видно, что концентрация примесей в исходных образцах кварцитов Уренгенурского блока практически на порядок выше всех других исследуемых образцов. Основную часть данных примесей составляют минеральные включения карбонатов. Вероятнее всего при обогащении по «принципиальной схеме» (рисунок 34) не удастся эффективно удалить все карбонатные включения. Поскольку карбонаты эффективно растворяются в соляной кислоте, было принято решение дополнительно ввести этап травления кварцевой крупки в соляной кислоте, перед стандартным этапом химического обогащения в смесях кислот соляной и плавиковой. Результат обогащения показан в таблице 20. Из анализа данных таблицы видно, что введение дополнительного этапа травления кварцевой крупки в соляной кислоте позволило эффективно растворить карбонатную составляющую и снизить концентрацию кальция в десять раз. Из полученных данных следует необходимость использования этапа травления в соляной кислоте при получении кварцевых концентратов из кварцитов Уренгенурского блока. Схема обогащения кварцитов Уренгенурского блока представлена на рисунке 36.

Таблица 20 - Массовые доли примесей в кварцевых концентратах после дополнительной обработки и ХО, ppm

Тип кварца	Fe	Al	Ti	Ca	Mg	Cu	Mn	Na	K	Li	Σ10
Суперкварцит*	0.6	3.9	0.6	0.7	0.2	0.03	0.01	2.5	0.5	0.1	9.1
Уренгенур исх.	13.8	234	17.5	186	51	0.1	0.9	6.8	124	0.1	634
Уренгенур**	1.1	12.9	5.1	18.6	2.8	0.1	0.1	2.9	2.6	0.1	46
Уренгенур***	3.5	11.1	1.8	1.7	1.4	0.08	0.06	2.8	1.9	0.1	24

Примечания: *Двойное термодробление, ХО 20%HCl:20%HF; **Кварцевый концентрат, полученный по «стандартной схеме» обогащения; ***Перед химическим обогащением проведена обработка кварцевой крупки Уренгенурского кварцита соляной кислотой в течении трех часов.

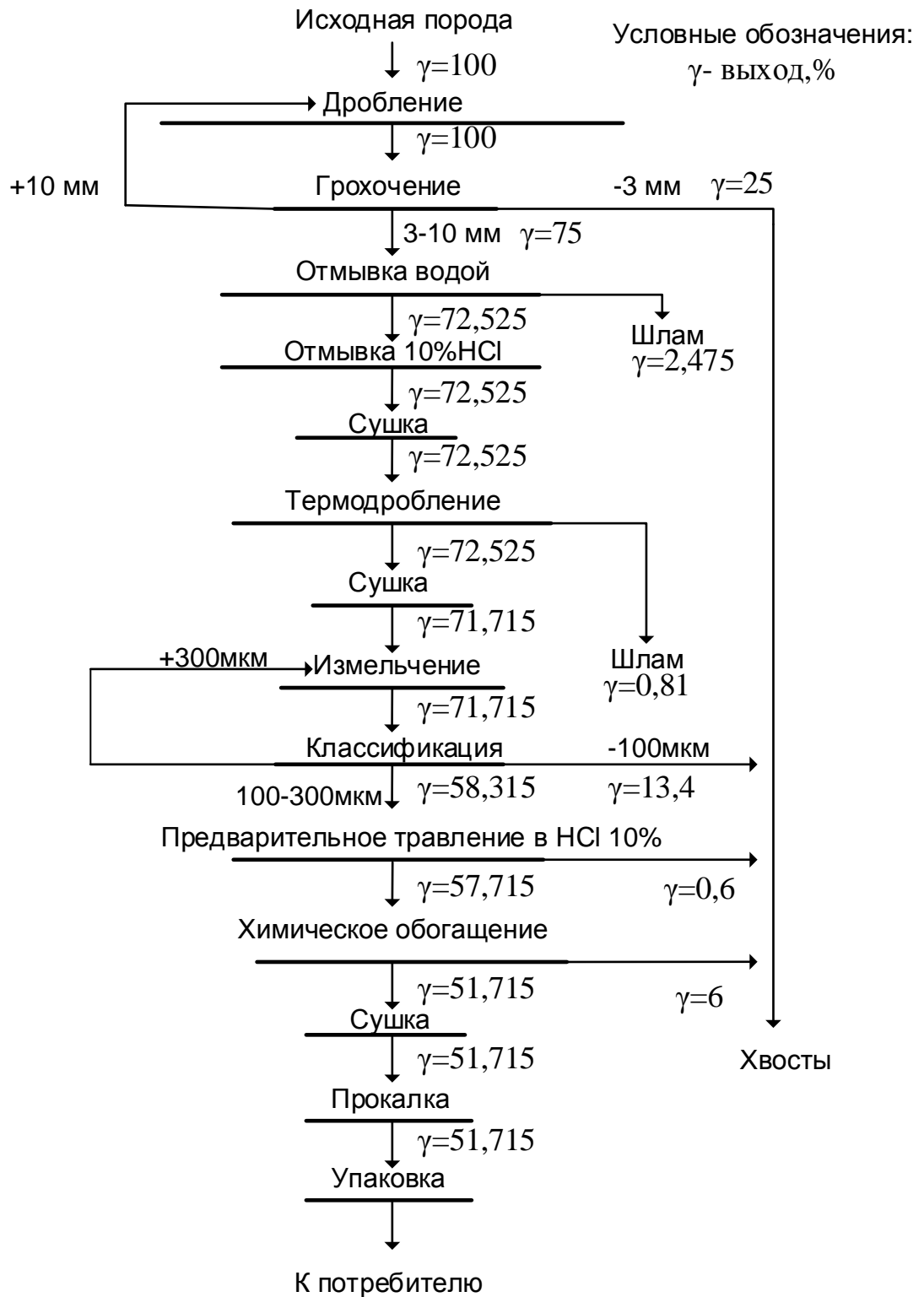


Рисунок 36 – Технологическая схема получения кварцевых концентратов из кварцитов Уренгеевского блока

4.4 Обогащение кварцитов Урда-Гарганского участка

По результатам обогащения первой разновидности сливных кварцитов месторождения Семерка Урда-Гарганского блока можно предположить, что основная часть минеральных примесей находится в трещинах и межзерновом пространстве, т.к. при дроблении, грохочении, истерации и выделении фракции 100-300 мкм наблюдается существенное снижение концентрации примесей (см. рисунок 37 пробы 480,481,482,483). Так, например, концентрация железа в отсеке (проба 480) больше концентрации в рабочей фракции (проба 483) в 14 раз, содержание алюминия снижается со 142 ppm до 41 ppm, содержание других примесных элементов снижается в два и более раза. Дальнейшее химическое обогащение позволяет получать кварцевые концентраты по своим характеристикам, соответствующим особо чистым кварцевым концентратам с содержанием по десяти нормирующим примесям на уровне 17 ppm (проба 485). Необходимо отметить, что как в сливных кварцитах Ока-Урикского блока, химическое обогащение практически не снизило концентрацию примеси Na. В данной разновидности кварцитов, также как и в сливных кварцитах, флюидные включения расположены преимущественно внутри кварцевого зерна и для их вскрытия необходима высокотемпературная обработка. Результаты пробы 486 подтверждают, что дополнительная прокалка при температуре 1450 °С с повторным химическим обогащением позволила снизить концентрацию Na в четыре, а K в три раза.

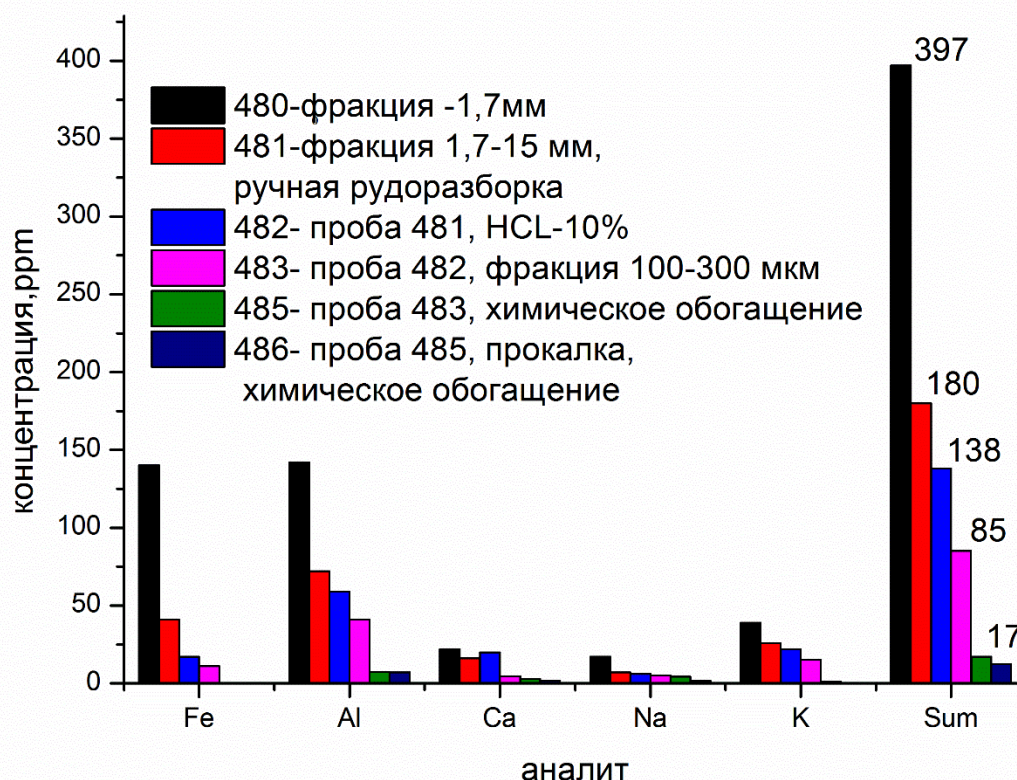


Рисунок 37 - Результат химического обогащения кварцитов первого типа

При обогащении сливных кварцитов второй разновидности по базовой схеме были получены кварцевые концентраты, соответствующие показателям кварцевых концентратов глубокого обогащения с содержанием 23ppm примесей по десяти регламентирующим (рисунок 38, пробы 520 и 524). Однако при дроблении, истирании и классификации не наблюдается существенное снижение концентрации минеральных примесей. Кроме того, полученные кварцевые концентраты, даже после химического обогащения, сохранили цвет исходной породы и остались серыми, а высокотемпературная прокалка не способствовала снижению концентрации натрия. Учитывая данный факт, пробы 517 и 524 проанализированы на количественное содержание углерода на элементном анализаторе Flash EA 1112 CHNS. Результаты анализа приведены в таблице 21.

На основании анализа данных таблиц 21 можно сделать вывод, что вторая разновидность сливных кварцитов характеризуется, высоким содержанием углистого вещества, которое не удаляется при дроблении, истирании, классификации и высокотемпературной прокатке, и вероятнее именно оно является абсорбентом минеральных примесей.

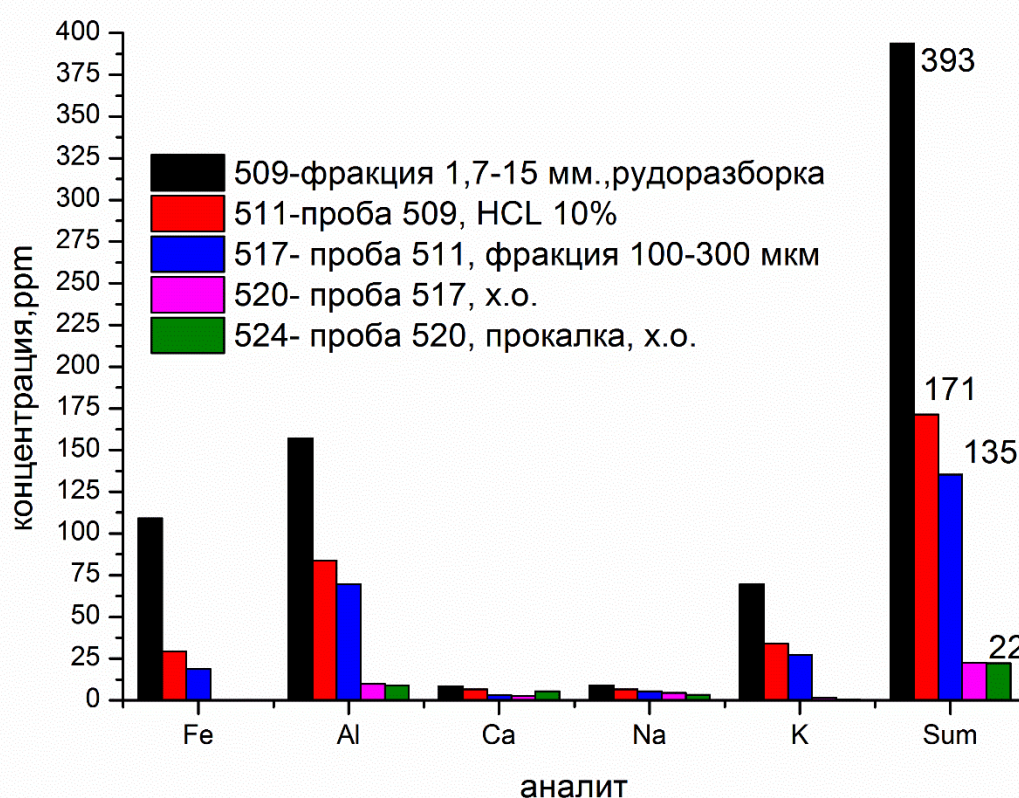


Рисунок 38 - Результат химического обогащения кварцитов второго типа

Таблица 21 - Содержание углистого вещества в кварцитах 2-й разновидности, %

Проба	С	Зола
517	0,61	97,52
524	0,65	98,75

Проанализировав результаты обогащения кварцитов Восточного Саяна, сформулированы второе и третье защищаемые положения:

Для удаления флюидных включений, находящихся внутри кварцевого зерна, необходима высокотемпературная прокалка при температуре начала полиморфного перехода кварц-кristобалит.

Типы минеральных, флюидных включений и текстурно-структурные особенности кварцитов определяют параметры процессов для получения кварцевого концентрата.

При сравнении величины индекса кристалличности с суммарным количеством примесей в исходном сырье и полученных концентратах прослеживается следующая зависимость. Чем выше индекс кристалличности, тем меньше сумма примесей в полученных концентратах (см. табл. 6, 19, 20, рисунок 21, 34, 39).

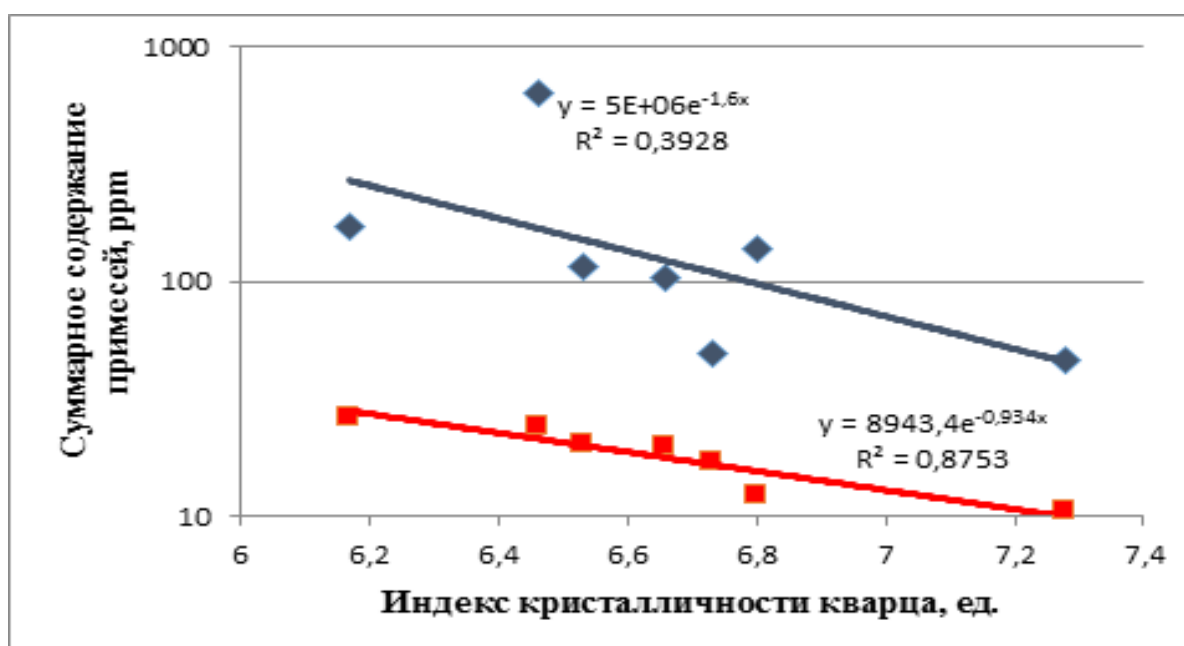


Рисунок 39 - Зависимость между индексом кристалличности кварца и содержанием примесей в исходном сырье (синее) и концентрате (красное)

Самый высокий индекс кристалличности у суперкварцитов. На основе суперкварцитов получены кварцевые концентраты с минимальным содержанием примесей в пределах Гарганской кварцитовой провинции. Сравнивая результаты обогащения кварцитов Уренгенурского участка (см. табл. 6, 20), можно отметить, что

несмотря на высокое содержание примесей в исходной породе, кварциты имеют высокий индекс кристалличности и эффективно обогащаются [135,136,137].

Из анализа полученных данных было сформулировано четвертое защищаемое положение:

Индекс кристалличности является эффективным критерием для выявления наиболее перспективных типов кварцевого сырья. Кварцевое сырье с наибольшим индексом кристалличности характеризуется наименьшим содержанием примесей в исходной породе и кварцевом концентрате.

4.5 Кварцевое стекло на основе полученных концентратов

Из полученных кварцевых концентратов был произведён наплав стёкол в модифицированной ростовой установке РЕДМЕТ-8. Модификация позволяет производить наплав кварцевого стекла под давлением до 5 атм. Все элементы теплового узла и тигель изготовлены из графита. Условия получения образцов стёкол были следующими: готовый концентрат, массой загрузки 100 г. засыпался в графитовый тигель диаметром 80 мм с крышкой, затем тигель устанавливался в ростовую установку на подставку внутри графитового нагревателя типа “ромашка”. После этого камера откачивается до давления $P=10^{-3}$ мм. рт. ст. и включается нагреватель на температуру 100 °С для удаления с поверхности крупки абсорбированной воды. Время выдержки при этой температуре от 1 до 2 часов. Затем продолжается нагрев со скоростью не менее 300 °С /ч вплоть до температуры плавления 1750°С, при которой прекращается откачка камеры и производится медленное наполнение камеры инертным газом (Ar особой чистоты) с контролем температуры, чтобы она не снижалась ниже температуры плавления. Камера наполняется до избытка в 5 атмосферы. По достижении необходимого давления производится выдержка стекла при температуре плавления в течение 1 часа. По окончании нагрев выключается, установка остывает, аргон из камеры не сбрасывается.

Примеры стекол представлены на рисунке 40. При визуальном осмотре стекол, полученных из кварцевого концентрата суперкварцита без избыточного давления (рисунок 40а), наблюдается большое количество пузырей разного диаметра. Стекло, полученное при избыточном давлении в 5 бар (рисунок 40б), напротив прозрачно и содержит небольшое количество мелкой мошки. Вероятней всего расплав вязкий и газовые пузыри не могут его покинуть без избыточного давления.

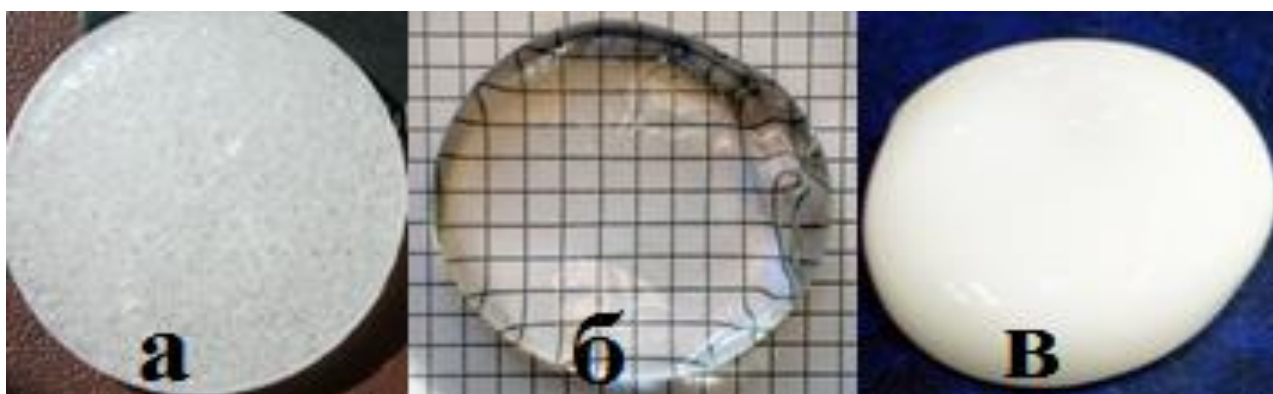


Рисунок 40 - Фотографии стекол, полученных из кварцевых концентратов: а-суперкварцит без давления; б- суперкварцит при давлении 5 бар; в- вторая разновидность Урдагарган при давлении 5 бар

По результатам тестовых плавок кварцевых концентратов на основе сливных кварцитов второй разновидности месторождения Семерка Урда-Гарганского блока установлено, что полученные стекла непрозрачны и имеют молочный-белый цвет (рис.40 в). Вероятнее всего характеристики стекла, полученные из концентратов на основе кварцитов данного типа, напрямую зависят от содержания углистого вещества. Как видно из данных таблицы 21, концентрация углерода, в исследуемых образцах не снизилась даже при термической обработке (двух стадийном отжиге на воздухе при температурах 400 °С и 1450 °С по три часа на каждой полке). На основании полученных данных можно сделать вывод, что вторая разновидность кварцитов Урда-Гарганского блока не пригодна для получения прозрачного кварцевого

стекла, но также необходимо отметить, что высокое содержание углерода повышает реакционную активность при карботермическом восстановлении кремния.

Характеристики спектров поглощения синтезированных кварцевых стекол приведены на рисунке 41.

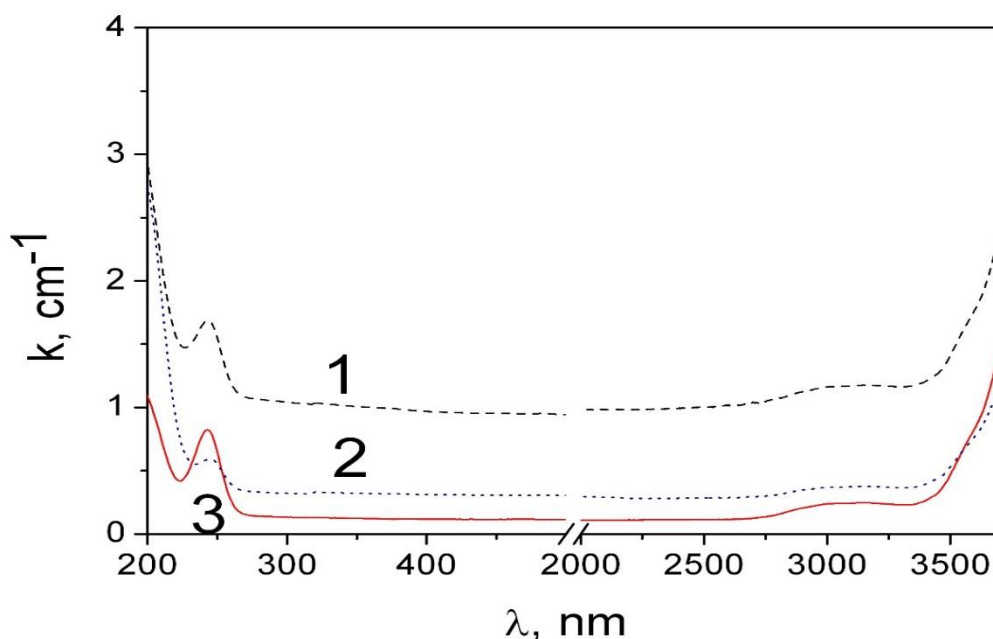


Рисунок 41 - Спектры поглощения кварцевых стекол из различных типов кварцевых концентратов: 1 (штриховой пунктир) – мелкозернистый кварцит, 2 (точечный пунктир) – гранулированный кварц Чипикет, 3 (сплошная линия) – суперкварцит

Для исследования спектров поглощения из полученных образцов кварцевого стекла были вырезаны и отполированы плоскопараллельные пластинки толщиной от 1,5 до 3,5 мм. Спектры поглощения в диапазоне от 190 до 2500 нм были измерены на спектрофотометре Perkin Elmer Lambda 950, диапазон от 2500 до 3500 нм инфракрасной области был снят на ИК-Фурье спектрометре Varian Excalibur FTIR. Результаты исследования (рисунок 41) показали, что синтезированные стекла характеризуются высоким светопропусканием и соответствуют параметрам сухого стекла марки КИ, поскольку в спектрах пропускания не выявлено полос гидроксильных групп [138]. На основании полученных данных можно утверждать,

что из кварцевых концентратов, на основе кварцитов Восточного Саяна, можно синтезировать кварцевые стекла, соответствующие «сухому» оптическому кварцевому стеклу марки КИ [139,88].

В рамках данной работы оценивалась возможность использования природного кварцевого сырья для получения термостойкой кварцевой керамики. Кварцевая керамика применяется в атомной, авиационной, ракетной и многих других областях техники. Из нее изготавливают радиопрозрачные окна и иллюминаторы, носовые вставки для ракет систем ПВО и ПРО [140,141,142,143].

В соответствии с ТУ 1-596-476-2011 к кварцевым трубам и стержням для изготовления радиопрозрачных оболочек предъявляются два основных требования [144]. Первое – это химический состав. Массовая доля примесей в кварцевом стекле не должна превышать следующих значений: железо 0,04%, алюминий 0,15%, титан 0,02%, кальций 0,01%, магний 0,002%, медь 0,001%, натрий 0,07%, калий 0,04%. Второе – трубы и стержни должны быть устойчивы к кристаллизации. При испытаниях в воздушной среде при температуре 1250 °С в течение 2 часов на поверхностях труб и стержней не допускается наличие следов кристаллизации. Кристаллизацию стекол определяют два фактора - их химический состав и внешние параметры, такие как температура и давление. Механизм кристаллизации стекол включает две стадии: образование центров кристаллизации (зародышей) и рост кристаллов на них [145,146,147,148,149,150,151,152].

Для исследования на устойчивость к кристаллизации из синтезированных стекол были вырезаны пластинки толщиной 3 мм. Пластинки на подложке из кварцевой керамики помещались в муфельную печь. Испытания проводились на интервале температур 1000 -1250 °С. Время выдержки составило 2 часа, при скорости нагрева 180 °С/ч, охлаждения 300 °С/ч [122,82]. После чего из пластин вырезалась средняя часть площадью 1 см² и исследовалась рентгенофазовым анализом. По полученным спектрам было установлено, что в образцах, отожженных при 1150 °С (рисунок 42а) наблюдается появление фазы кристобалита, а в образцах, отожженных при 1200 °С, интенсивность данной фазы увеличивается. После чего кварцевые

стекла были истёрты в порошок и повторно отсняты спектры РФА. В полученных спектрах фазы кристобалита не наблюдалось (рисунок 42б) [122,82].

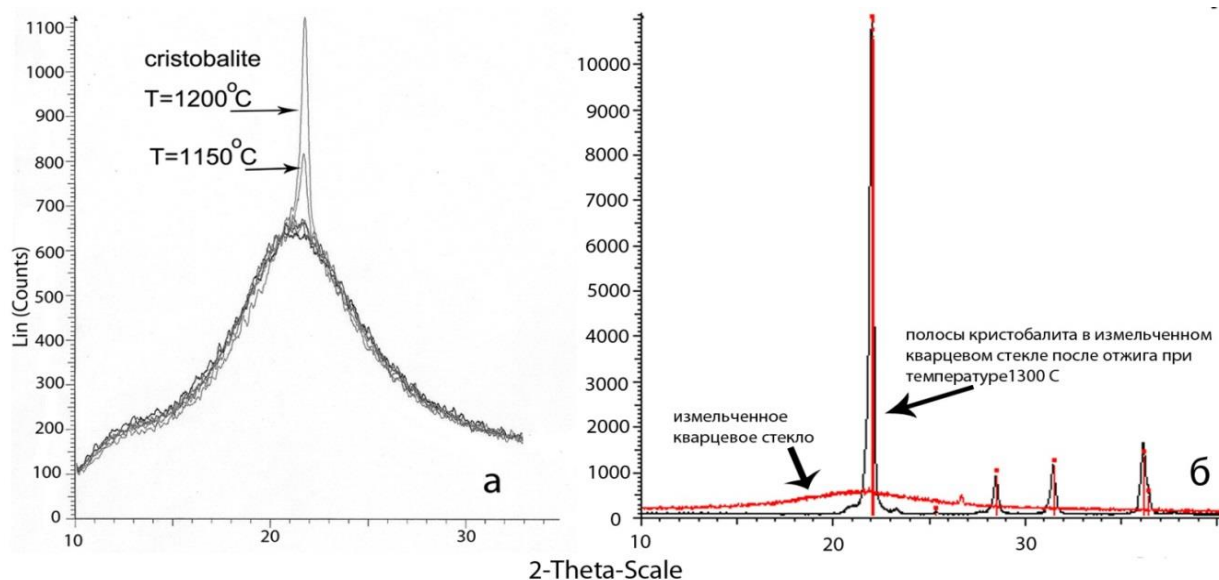


Рисунок 42 - а - Спектры рентгенофазового анализа кварцевого стекла, полученного из крупки суперкварцита в процессе термических испытаний. б - Спектр РФА измельченного образца стекла (линии фазы кристобалита не наблюдается) и спектр РФА измельченного образца стекла после повторного отжига (в спектре вновь появляются интенсивные полосы кристобалита)

Такие измерения были проведены при ступенчатом нагреве образцов до температуры деформации пластинок. В результате всех экспериментов после истирания средней части отожженных пластинок в их спектре РФА не наблюдаются полосы кристобалита. Это позволяет сделать вывод, что вплоть до температуры 1700 °С кристаллизация исследуемых образцов кварцевого стекла является поверхностной.

В состав кварцевой керамики входят два обязательных компонента: матричный материал (нано размерные частицы) и частицы грубозернистого наполнителя (80-300мкм), распределенные по объему матричного материала [129,130,138]. Причем частицы наполнителя занимают более 60% объема. В связи с этим термостойкость кварцевой керамики напрямую зависит от кристаллизационной активностью

сти крупки кварцевого стекла. Исследования кристаллизации проходило по следующей схеме: кварцевые стекла, измельчались в кварцевой ступке, с выделением фракций +100-300 мкм, после чего навески массой 2 гр., помещались в муфель и отжигались на воздухе при температуре 1350 °С, 1450 °С и 1500 °С. Испытания проводились в стеклянных кварцевых чашках, время выдержки 2 часа. Результаты кристаллизации показаны на рисунке 43. Из анализа данных рисунка 43 видно, что при температуре 1350 °С кристаллизация отсутствует. При 1450 °С наблюдается появление кристаллической фазы кристобалита, при 1500 °С количество ее увеличивается. Данные рентгенограмм подтверждаются результатами синхронно термического анализа, представленными на рисунке 44. Из анализа данных рисунка 44 видно, что при температуре 1397 °С происходит кристаллизация стекла в высокотемпературный кристобалит, а при температуре 219 °С происходит переход из высокотемпературного кристобалита в низкотемпературный.

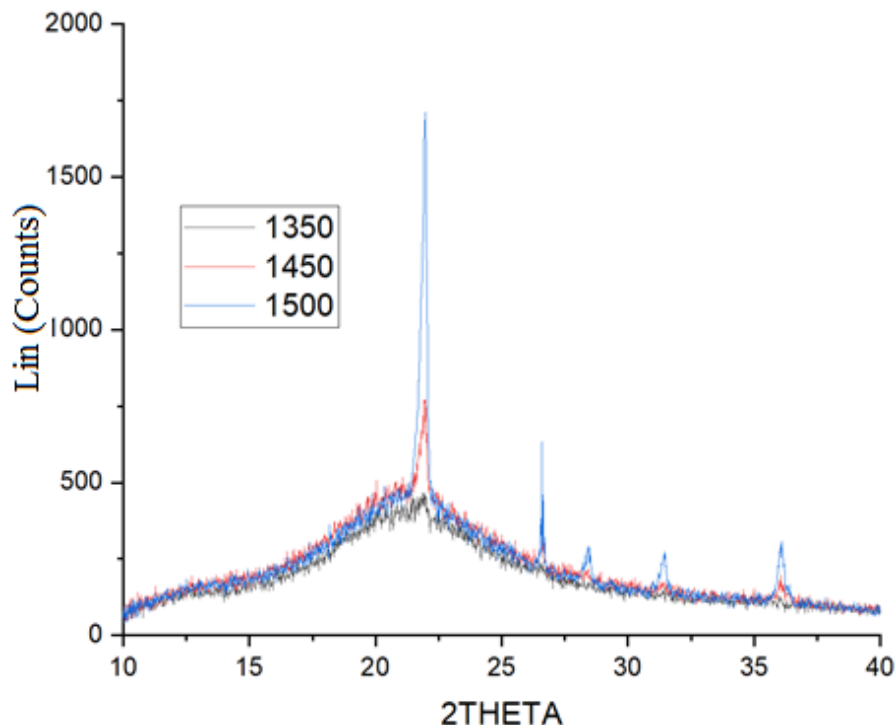


Рисунок 43 - Рентгенограммы прокаленных образцов кварцевого стекла

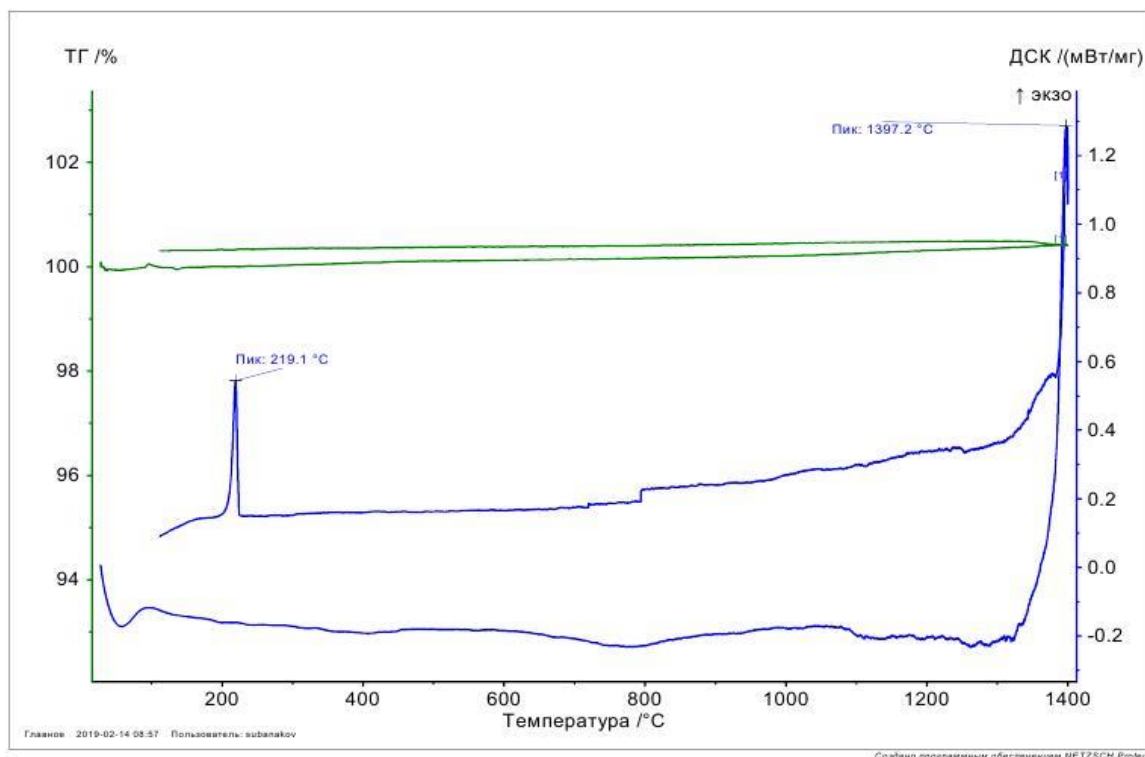


Рисунок 44 - Термические преобразования кварцевого стекла из суперкварцитов

Выполненные исследования показывают, что кварцевые стекла на основе суперкварцитов Восточного Саяна являются термостойкими и характеризуются низкой кристаллизационной активностью.

Полученные в работе результаты по обогащению кварцитов Восточного Саяна легли в основу разработки технических условий ТУ 5726-001-03533702-2014 «Кварцевые концентраты из природных кварцитов» и технологической инструкции ТИ-003-2014 ИГХ «Изготовление образцов кварцевых концентратов из природного кварцита».

4.6 Выводы по главе 4

1. Высокотемпературная прокалка, при температуре начала перехода кварц-квистобалит, после химического обогащения, позволяет вскрыть ФВ.

2. В результате исследования разработана принципиальная схема обогащения кварцитов, включающая следующие процессы: дробление куска до фракции $-10+3$ мм; промывка куска; химическое травление куска $\text{HCl}-10\%$ с последующей нейтрализацией; сушка куска; термодробление; измельчение; классификация крупки до фракции $+100 -300$ мкм; химическое обогащение $20\% \text{HCl}:10\% \text{HF}$ Ж/Т 2:1; сушка кварцевой крупки; контроль качества кварцевого концентрата; упаковка. По результатам обогащения можно констатировать, что в простой схеме глубокого обогащения, даже без применения ручной рудоразборки и методов флотации, магнитной, электростатической сепарации супекварциты месторождения Бура-Сардык позволяют получать особо чистые кварцевые концентраты.

3. Для получения кварцевого концентрата из сливного кварцита и кварцитов Уренгенурского блока использованы дополнительные процессы, учитывающие структурно-текстурные особенности, минеральные и флюидные включения.

4. Индекс кристалличности может использоваться для выявления наиболее перспективных разновидностей кварцевого сырья, в пределах одного кварцитового района.

5. Результаты исследования могут использоваться для изучения новых типов кварцевого сырья, что способствует расширению минерально-сырьевой базы.

5.2 Пилотная линия получения кварцевых концентратов

В результате комплексного геохимического исследования кварцитов Восточного Саяна предложена технологическая схема получения кварцевых концентратов. Ввиду мономинерального состава и однородности кварцитов Восточного Саяна процессы ручной рудоразборки и флотации из технологической схемы получения кварцевого концентрата были исключены. Технологическая схема переработки кварцитов включает в себя следующие этапы: отмывка куска; сушка куска; термодробление (для снижения механической прочности); сушка куска; дробление в щековой дробилке; грохочение; истирание; классификация с выделением рабочей фракции; химическое обогащение; обезвоживание; сушка, высокотемпературная прокалка и упаковка кварцевого концентрата. Для повышения степени чистоты кварцевых концентратов применяется повторное химическое обогащение после высокотемпературной прокалки. Технологическая схема с расчетом выхода готового продукта показана на рисунке 45.

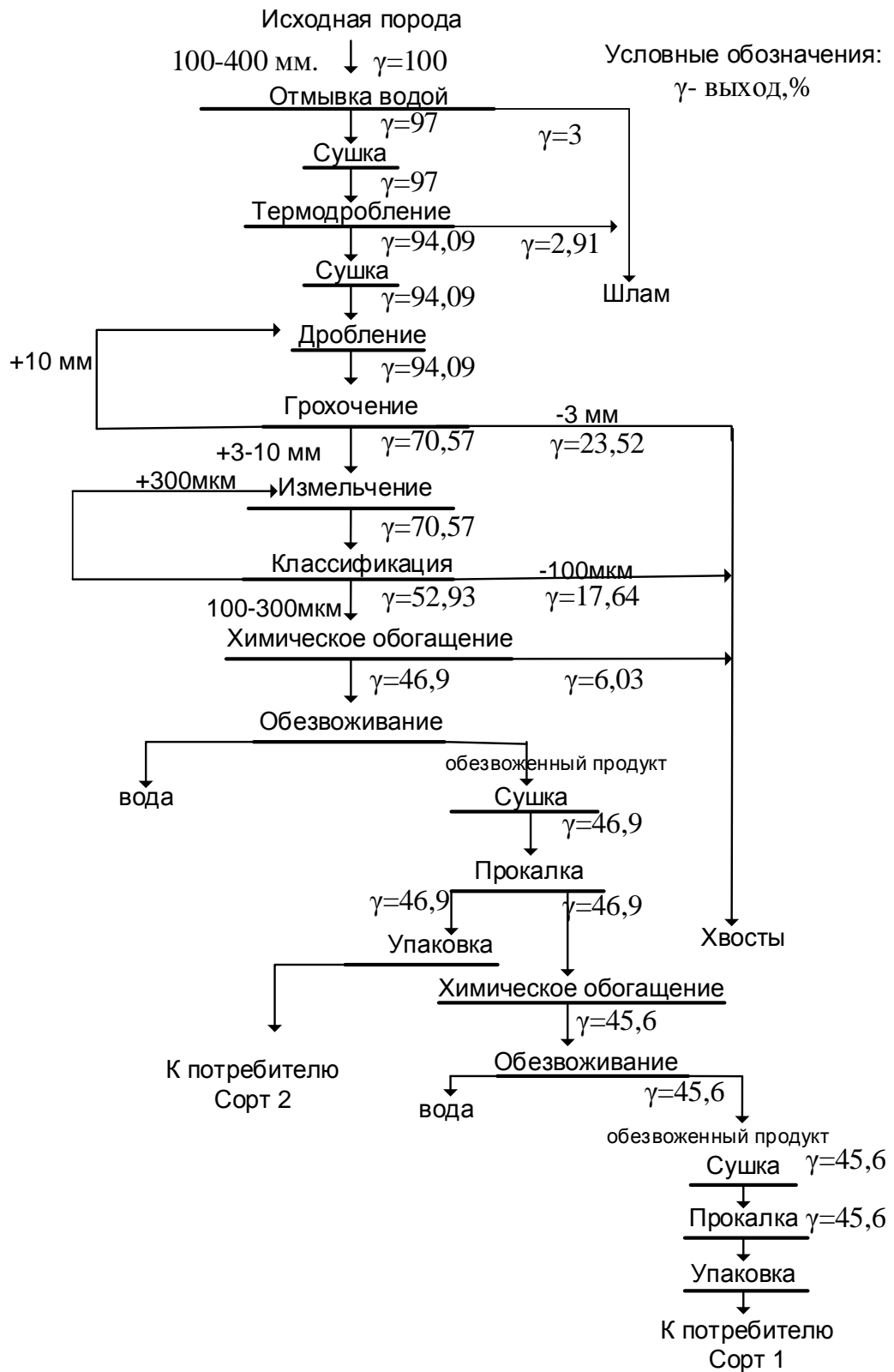


Рисунок 45 - Технологическая схема пилотной линии кварцевых концентратов

На рисунке 46 представлена схема цепи аппаратов для получения кварцевых концентратов.

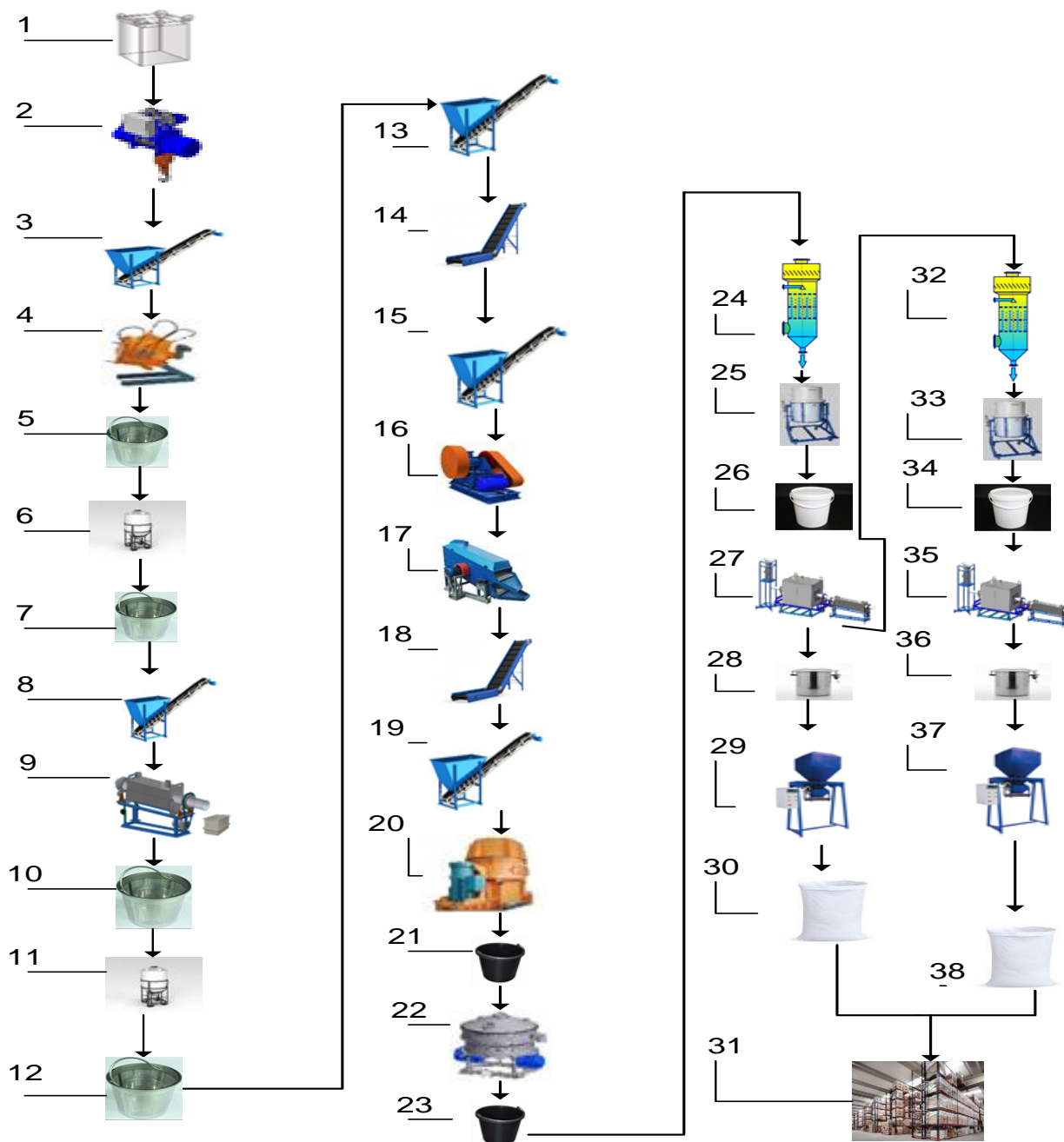


Рисунок 46 - Схема цепи аппаратов для получения кварцевых концентратов. 1-биг бег; 2-тель-фер; 3,8,13,15,19- бункер-питатель; 4- дезинтегратор; 5,7,10,12- тех. тара 1; 6,11- установка сушки; 9- установка термодробления; 14,18- ленточный конвейер; 16- щековая дробилка; 17- грохот; 20- дисковая мельница; 21,23- тех. тара 2; 22-ситовой классификатор; 24,32- установка химического обогащения; 25,33-нутч-фильтр; 26,34- тех. тара 3; 27,35- установка сушки-про-калки кварцевого концентрата тип 1; 28,36- тех. тара 4; 29,37- аппарат упаковки продукции; 30,38- тех. тара 5; 31- склад готовой продукции

5.3 Расчет экономической эффективности экспериментальной пилотной линии

Себестоимость кварцевого концентрата рассчитывалась из производственных мощностей используемого оборудования с расчетом выхода 85 тонн продукта Сорта 2 в год. В таблице 23 представлено пооперационное время использования оборудования и необходимое количество единиц оборудования для обеспечения производственных мощностей.

Таблица 23 - Оборудование и продолжительность технологического процесса

Наименование операции	Время операции час	Наименование оборудования	Производительность (ед) кг/час	к обо-я	к исп-я обор.
Склад биг-бэгов с кварцитом фр. - 40 +10 мм	1 078	Штабелер	6		
Отмывка кварцита фр. -40 мм +10 мм в дезинтеграторе	12 031	Итомак	46,8	1,0	0,6
Сушка кварцита фр. -40 +10 мм	4 239	Сушка 1	45,7	1,0	0,6
Термодробление кварцита фр. -40 +10 мм	4 496	У_т/др	45,0	1,0	0,6
Сушка термодробленного кварцита фр. -40 +10 мм	4 555	Сушка 2	42,7	1,0	0,6
Дробление кварцита фр. -40 +10 мм	1 554	ДШ 180*250	320,0	1,0	0,1
Истирание кварцита фр. -10 мм +3 мм с получением кварцевой крупки фр. -300μ +100μ.	25 517	Д/М	15,0	2,0	0,9
Флотация, химтравление и промывка крупки	8 727	УХОК	16,3	1,0	0,9
Обезвоживание кварцевой крупки	2 635	Нутчфильтр	15,5	1,0	0,1
Сушка кварцевой крупки	6 585	Сушка Кр	13,5	1,0	0,9
Прокалка кварцевой крупки	6 602	Уст_прокалки	13,5	1,0	0,9
Упаковка кварцевой крупки в транспортную тару	16 790	У_упак	6,0	1,0	0,2

В таблице 24 представлены затраты электроэнергии на каждом этапе получения кварцевых концентратов.

Таблица 24 - Пооперационное потребление электроэнергии

Операция	Наименование оборудования	Э/энергия кВт*час
Снятие штабелером биг-бэга с полки и подготовка к загрузке кварцита в тахтару 2.	Штабелер	
Промывка кварцита фр. -40 +10 мм в дезинтеграторе водой	Итомак	17 296
Сушка рабочей фракции кварцита фр. -10 мм +3 мм	Сушка 1	10 116
Термодробление кварцита в деионизированной воде	У_т/др	41 106
Сушка рабочей фракции кварцита фр. -10 мм +3 мм	Сушка 2	10 676
Дробление кварцита фр. -40 +10 мм до фр <10 мм	ДШ 180*250	4 697
Классификация фр.< 10 мм с загрузкой фр. -10 +3 мм самотеком в б/накопитель истирателя	Грохот ВГЛ АПМ-,5	125
Истирание фр. -10 мм +3 мм из б/питателя и истирание до фр< 300	Д/М	30 747
Классификация кварцита фр.< 300μ по фр. +300μ; -300μ +100μ; -100μ	Вибросито	1 845
Первичная промывка крупки фр. -10 мм +3 мм в УХОК деионизированной водой	УХОК	174
Химтравление крупки в УХОК	УХОК	1 046
Промывка крупки в УХОК	УХОК	872
Заправка колонны д/водой	УХОК	112
Слив первичной промывочной воды из УХОК в отстойник 3	УХОК	176
Заправка колонны рабочим раствором	УХОК	51
Слив остатков рабочего раствора из УХОК в бак 1	УХОК	80
Компенсация потерь рабочего раствора в баке 1 установки УХОК	УХОК	87
1 Промывка. Подача промывочного раствора из бака 2 в колонну, со сливом раствора в отстойник 2 на нейтрализацию	УХОК	291
2 Промывка. Подача промывочного раствора из бака 3 в колонну, со сливом раствора в бак 2	УХОК	291
3 Промывка. Подача промывочного раствора из бака 4 в колонну, со сливом раствора с контролем рh=5 в бак 3	УХОК	291
Обезвоживание кварцевой крупки	Нутчфильтр	2 092
Сушка кварцевой крупки	Сушка Кр	31 374
Прокалка кварцевой крупки с выгрузкой в спецконтейнер	Уст_прокалки	250 996
Затаривание транспортной тары крупкой	У_упак	5 242
Отопление и вентиляция		240 324

При химическом обогащении смесью кислот хч HCl (20%): HF (10%) =3:1 Ж: Т=2:1 при 60 °С в течение двух часов после каждого обогащения приходится добавлять 25% смеси, т.е. на 1 кг крупки необходимо добавлять 0,5 л раствора. Принимаем плотность смеси равной 1.

При соотношении HCl (20%): HF (10%) =3:1 понадобится на 1 кг крупки, $0,75 \times 0,5 = 0,375$ кг HCl (20%) или $0,375 \times 0,2 / 0,36 = 0,21$ кг. Плавиковой кислоты понадобится $0,25 \times 0,5 = 0,125$ кг HF (10%) или $0,125 \times 0,1 / 0,4 = 0,03125$ кг плавиковой кислоты (40%).

Расход гидрокарбоната кальция на нейтрализацию кислых стоков. На нейтрализацию соляной кислоты надо $0,32 \times 0,36 \times 74,1 / 73 = 0,12$ кг гидрокарбоната кальция. На нейтрализацию плавиковой кислоты необходимо $0,03125 \times 0,4 \times 74,1 / 40 = 0,025$ кг гидрокарбоната кальция. Будет образовываться 0,026 кг фторида кальция. Необходимо гидрокарбоната кальция $(0,12 + 0,025) / 0,9 \times 1,1 = 0,18$ кг на 1 кг крупки. 0,9 – содержание гидрокарбоната кальция в пушонке. 1,1 – коэффициент для реального расхода гидрокарбоната кальция по сравнению с расчетным. Стоимость 1 кг гидрокарбоната кальция – 10 руб. Стоимость 0,18 кг гидрокарбоната кальция – 1,8 руб.

В таблице 25 приведено необходимое количество расходных материалов и их цена для получения 85 тонн кварцевых концентратов. С учетом пооперационных потерь кварцевой породы, потребления электроэнергии, необходимого количества расходных материалов и компенсации затрат по заработной плате себестоимость 1 кг кварцевых концентратов составляет 250 рублей.

Таблица 25 - Количество и стоимость расходных материалов

Наименование	Ед.	Расход на программу	Цена за ед, руб.	Сумма на программу, руб.
Кварцит фр.+10 -40 мм	кг	191 292	30	5 738 747
Биг-бэг	шт	192	150	28 800
Сетка для грохота	м ²	20	1 200	24 051
Сетка для в/сита	м ²	18	600	11 069
Сетка для у-ки обезвоживания	м ²	9	600	5 100
Сетка для у-ки сушки крупки	м ²	0	600	0
Щеки ДШ 180*250	шт	20	55 000	1 102 336
Стержни SiC	кг	23	24 000	553 376
HCl	л	952	35	33 309
HF	л	2 050	180	368 964
Ca(OH) ₂	кг	6 833	10	68 327
Э/энергия кВт*час	кВт*ч	650 106	2	1 430 234
Вода техническая	л	3 925 455	0,0043	16 683
Канализация	л	3 925 455	0,0106	41 453

Общие за-
траты 9 422 449

5.4 Выводы по главе 5

Прогнозные ресурсы кварцитов Восточного Саяна оцениваются порядка 130 млн. тонн и не имеют себе равных в России.

Разработана технологическая схема пилотной линии производства кварцевого концентрата высокой и ультравысокой чистоты на основе кварцитов Восточного Саяна. Переработка данного типа кварцевого сырья позволит восполнить дефицит высокочистого кварцевого концентрата в наукоемких технологиях на многие годы.

По экспертной оценке, в 2021 году стоимость 1 кг высокочистых кварцевых концентратов будет составлять 8,7 доллара (610 рублей). Расчётная себестоимость

кварцевых концентратов по предложенной технологии в 250 рублей/кг показывает перспективность реализации данного проекта.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В диссертации на основе результатов, полученных с использованием комплекса современных методов исследования, решена актуальная научная задача – разработана технология переработки природных кварцитов Восточного Саяна на основе химического обогащения, имеющая большое значения для развития целого ряда российских технологических отраслей.

Основные научные и практические результаты работы заключаются в следующем:

1. В результате комплексного исследования кварцитов Восточного Саяна выделено семь продуктивных разновидностей кварцитов.

2. Обоснован выбор кислот и их реакционных смесей для осуществления химического обогащения (специальный метод обогащения). Оценка эффективности химического обогащения на основе подбора химических реагентов проверялась на мелкозернистом кварците по следующим семи экспериментальным вариантам: 1 – 10 % щавелевая кислота при комнатной температуре, продолжительность выдержки 16 часов; 2 – 10 % щавелевая кислота; 3 – 5 % щавелевая кислота, нейтрализация деионизированной водой, повторное химическое обогащение в растворе 10 % HNO_3 ; 4 - 10 % HNO_3 ; 5 - смесь 10 % HCl : 10 % HNO_3 в соотношении 3:1; 6 - смесь 10 % HCl : 10 % HF : 10 % HNO_3 в соотношении 3:1:1; 7 - смесь 20 % HCl : 20 % HF в соотношении 3:1. Выявлены наиболее эффективные кислоты и их смеси, проведены работы по оценке влияния фазового состояния крупки на эффективность обогащения кварцитов.

3. Разработана принципиальная технологическая схема переработки природных кварцитов Гарганской кварцитовой зоны Восточного Саяна и гранулированного кварца Патомского наго (жила 2821) с получением кварцевых концентратов с суммарным содержанием 10 регламентируемых примесей менее 20 ppm, что соответствует характеристикам особо чистых кварцевых концентратов. Достиг-

нуты следующие степени очистки: кварциты Уренгенурского блока 96%, суперкварциты 90%, мелкозернистые кварциты 82%, сливные кварциты Ока-Урикского участка 66%, порфириовидные кварциты 80%, первый тип сливных кварцитов Урда-Гарганского блока 91%, второй тип сливных кварцитов Урда-Гарганского блока 87%.

4. Изучены полиморфные переходы в кварцитах и их влияние на процессы получения кварцевого концентрата. На примере суперкварцитов Ока-Урикского блока показано, что для повышения степени очистки кварцитов необходимо использовать этап термодробления, степень очистки повышается на 10 и более %. На примере сливных кварцитов Ока-Урикского блока показано, что для удаления флюидных включений, находящихся внутри кварцевого зерна, требуется высокотемпературная прокалка. Использование данного этапа позволяет повысить степень очистки с 20% до 66%. Предварительная прокалка суперкварцитов приводит к увеличению концентрации структурного Al, содержание Al в кварцевом концентрате увеличивается с 4 ppm до 20 ppm. Степень очистки снижается с 90% до 70%.

5. Экспериментальным путём установлена зависимость между индексом кристалличности кварца и содержанием примесей в исходном сырье и концентрате.

6. Включение в технологическую схему переработки кварцитов Уренгенурского участка операции химического обогащения 10% раствором HCl, позволяет снизить содержания Ca в кварцевом концентрате с 18.6 ppm до 1.7 ppm.

7. В результате выполненной работы разработаны и утверждены технические условия ТУ 5726-001-03533702-2014 «Кварцевые концентраты из природных кварцитов» и технологическая инструкция ТИ-003-2014 ИГХ «Изготовление образцов кварцевых концентратов из природного кварцита» для производства термостойкой кварцевой керамики.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ:

1. Аксенов Е.М., Быдтаева Н.Г., Бурьянов Ю.И., Колмогоров Ю.Г., Непряхин А.Е., Нигматов И.Н. Перспективы использования кварцевого сырья России в высоких технологиях // Разведка и охрана недр. – 2015. – № 9. – С.57-66.
2. Яговкин В.С. Кварциты и кварцевые пески. Месторождения Урала // Горный журнал. – 1995. – № 8. – С. 69-80.
3. Геологоразведка и горная промышленность Бурятии: прошлое, настоящее, будущее // Под ред. В.И. Бахтина. - Улан-Удэ: Изд-во Бурятского гос. ун-та. – 2002. – 272 с.
4. Непомнящих А.И., Красин Б.А., Васильева И.Е. и др. Кремний для солнечной энергетики // Известия Томского политехнического университета. – 2000. – Т. 303, вып. 1. – С. 176-190.
5. Петров Г.Н., Ткачева Т.М. Рынок полупроводникового кремния: от сырья до электронных систем // Материалы электронной техники. – 1999. – № 4. – С. 11-15
6. Бурьянов Ю.И., Борисова Л. А., Красильников П.А. Кварцевое сырье важнейший вид минеральных ресурсов для высоко технологичных отраслей промышленности // Разведка и охрана недр. – 2007. – № 10 – С.9-12.
7. Яловик Л.И., Татаринцов А.В. Гранулированный кварц - новый прогнозируемый вид минерального сырья Читинской области // Известия вузов. Геология и разведка. – 2005. – № 2. – С. 49-53.
8. Ясаманов Н.А. К проблеме минерально-сырьевой базы кремния солнечного и микроэлектронного качества // Разведка и охрана недр. – 1999. – № 3. – С. 7-8.
9. Ясаманов Н.А. Сырьевая база кремния для новейших технологий // Отечественная геология. – 1999. – № 1. – С. 19-24.
10. Воробьев Е.И., Спиридонов А.М., Непомнящих А.И., Кузьмин М.И. Сверхчистые кварциты Восточного Саяна (Республика Бурятия, Россия) // Докл. АН. – 2003. – Т. 390, № 2. – С. 219-223.

11. Спиридонов А.М., Воробьев Е.И., Непомнящих А.И., Рошкетаев П.А., Халматов К.Т., Цуцар С.Д., Табинаев В.П., Федоров А.М., Романов В.С. Кварциты месторождения Бурал-Сарьдаг как крупнейшая сырьевая база сверхчистых кварцевых материалов // Сборник тезисов докладов Совещания «Кремний – 2004». – Иркутск: Изд-во Инта географии СО РАН. – 2004. – с. 32.
12. Федоров А.М., Будяк А.Е. Нетрадиционные типы кварцевого сырья как источник расширения минерально-сырьевой базы особо чистого кварца России // Материалы научной конференции молодых ученых ИНЦ СО РАН «Современные проблемы геохимии». – Иркутск: Изд-во Инта географии СО РАН. – 2004. – С. 44-47.
13. Федоров А.М., Макрыгина В.А., Будяк А.Е., Непомнящих А.И. Новые данные о геохимии и механизме формирования кварцитов месторождения Бурал-Сарьдаг (Восточный Саян) // Докл. АН. – 2012. – Т. 442, № 2. – С. 244-249.
14. Ананьева Л.Г. Минералого-геохимическое исследование кварцитов Антоновской группы месторождений как источника высокочистого кварцевого сырья // Дисс. на соискание ученой степени кандидата геолого-минералогических наук. – Томск. – 2007. – 143 с.
15. Аюржанаева Д.Ц. Сравнительный анализ месторождения кремнеземного сырья Бурал-Сарьдаг и Черемшанское // Минерагения Северо-Восточной Азии. Улан-Удэ: ИД "Экос". – 2011. – С. 14-16.
16. Быдтаева Н.Г., Киселева Р.А., Милеева И.М. Прогнозно-поисковые модели месторождений особо чистого кварца // Отечественная геология. – 2006. – № 4. – С. 57-63.
17. Быдтаева Н.Г., Киселева Р.А., Яшин В.Н. Геологические особенности формирования нового типа гранулированного кварца Гарганского кварценосного района (Восточный Саян) // Кварц. Кремнезем: Материалы Международного семинара. Сыктывкар: Геопринт. – 2004. – С. 185-187.
18. Данилевская Л.А., Скамницкая Л.С., Щипцов В.В. Кварцевое сырье Карелии. // Петрозаводск: Карельский научный центр РАН. – 2004. – 226 с.

19. Данилевская Л.А., Щипцов В.В. Состояние и ресурсы минерально-сырьевой базы Республики Карелия // Разведка и охрана недр. – 2007. – № 10. – С. 29-33.
20. Турашева А.В., Шатнов Ю.А. Геолого-экономические аспекты освоения кварценозных районов России на особо чистое кварцевое сырье // Отечественная геология. – 2006. – № 4. – С.64-66.
21. Царев Д.И., Хрусталева В.К., Гальченко В.К., Аюржанаева Д.Ц. Геология и генезис Черемшанского месторождения кремнеземного сырья (Западное Забайкалье, Россия) // Геология рудных месторождений. – 2007. – Т. 49, № 4. – С. 334-345.
22. Murray Lines. High purity quartz supply & demand: презентация доклада на Indian Minerals & Markets Forum 2019, 18-20 November 2019, Mumbai [Электронный ресурс] // URL: <http://imformed.com/wp-content/uploads/2019/11/LINES-..> (дата обращения: 24.12.2020).
23. Щипцов В. В., Бубнова Т. П., Светова Е. Н., Скамницкая Л. С. Кварцевое сырье Карело-Кольского региона: Основные итоги исследований. // Труды Карельского научного центра РАН. – 2020. – № 10. – С. 5–25.
24. Светова Е. Н., Бубнова Т. П., Букчина О. В. Высококремнистые породы центральной Карелии –Потенциальный источник кварцевого сырья. // Труды Карельского научного центра РАН. – 2020. – № 6 – С. 106–116.
25. Галиахметова Л. Х., Быдтаева Н. Г., Непряхин А. Е. Перспективы Мало-Чипикетской кварценозной зоны на кварцевое сырье высокого качества //Георесурсы. – 2019. – Т. 21. – №. 3. – С. 99-106.
26. Игуменцева М. А. и др. Кварцевые обособления в сланцах и амфиболитах Восточно-Уфалейской зоны как источник кварцевого сырья (Южный Урал) //Литосфера. – 2019. – Т. 19. – №. 4. – С. 588-597.
27. Кабанова Л. Я., Анфилогов В. Н., Игуменцева М. А. Результаты петрографического изучения кварцитов хребта Алабия как возможного источника кварцевого сырья //Разведка и охрана недр. – 2017. – №. 1. – С. 19-25.

28. Волков П. С. Получение высокочистого кварцевого концентрата из кианитовых кварцитов //Известия высших учебных заведений. Горный журнал. – 2015. – №. 6. – С. 66-72.
29. Раков Л. Т. и др. Кварцевое сырье Карело-Кольского региона: о природе образования и генетическом значении субмикроскопических структурных неоднородностей в кварце //Труды Карельского научного центра Российской академии наук. – 2015. – №. 7. – С. 164-168.
30. Быдтаева Н. Г. и др. Метасоматические кварциты Восточно-Уфалейской высокобарической зоны-новый геолого-технологический тип высокочистого кварцевого сырья //Разведка и охрана недр. – 2015. – №. 4. – С. 34-41.
31. Прянишников В.П. Система Кремнезема. //С-«Ленинград». –1971. С. 30- 168.
32. Sosman R.B. The Phases of Silica. Rutgers University press. New Brunswick, New Jersey, 1956.
33. Brill R.W., Herman G., Peters C. (1942 Ann. Phys. (Leipzig) 41, 233-244
34. Deer W.A., Howie R.A., Zussman J. (1998) Rock-forming Minerals.
35. Gotze J. Chemistry, textures and physical properties of quartz—Geological interpretation and technical application. Mineral. Mag. 2009, 73, pp 645–671
36. Самсонов. Г. В. Силициды и их использование в технике. Киев, Изд-во АН УССР, 1959
37. Fenner C.N. The various Forms of Silica and their Mutual Relations.-«Journ. Wash. Acad. Sci. » vol.2 1912, pp 471-480.
38. Fenner C.N. The Stability Relation of the Silica Minerals.-«Armer. Journ.Sci. » vol 36 N.214 1913 pp 331-384.
39. Peyronel G., Krist Z., 104. 261, 1942.
40. Muller A., Szuskiewicz A., Ilnicki S., Nejbort K. Quartz chemistry of the Julianna pegmatites and their wall rocks, Piława Gyryna, Poland: implications for the origin of pegmatite melts. Abstracts and Proceedings of the Geological Society of Norway, 2, 2017, pp 84-88.
41. Хрущев К., Известия Российской Академии наук, №1, 1895.

42. А.С. Бережной Кремний и его бинарные системы Киев, Изд-во АН УССР, 1958.
43. Stevens S.J., Hand R.J., Sharp J.H. Polymorphism of silica. *Journal of materials science* 32(1997), 2929-2935.
44. ГОСТ 16548-80. Стекло кварцевое и изделия из него. Термины и определения.
45. Красильников П.А. Кварцевые жилы Кузнечихинского месторождения гранулированного кварца / П.А. Красильников // *Разведка и охрана недр*. – М.: Недра. -1999. - № 3. – С.11-15.
46. Мусафронов В.М., Серых Н.М. Сырьевая база природного особо чистого кварца // *Минеральные ресурсы России*. – 1997. – № 2. – С. 7-10.
47. Лютоев В.П., Виноградова Н.П., Глухов Ю.В., Котова Е.Н. Дефекты кристаллической структуры породобразующих минералов как генетические метки метаморфических пород в разрезе Кольской сверхглубокой скважины. // *Вестник МГТУ*. –2007. –Т.10. –№1. –С. 18-36.
48. Mashkovtsev R. I., Pan Y. Nature of paramagnetic defects in α -quartz: progresses in the first decade of the 21st century. *Crystal chemistry and uses in technology*, 2013, pp 65-104.
49. Раков Л.Т., Дунбинчук В.Т. Структурные дефекты и полиморфные превращения в кварце. // *Геохимия*. – 2012. –№ 8. – С. 749-763.
50. Кораго А.А., Козлов А.В. Текстуры и структуры жильного кварца хрусталеносных областей.// *Л.Недра*, 1988, 159 с.
51. Ребров К.П. Кристобалитизация жильного кварца горы Хрустальной. В сб. *Минералогия и петрография Урала*. //Свердловск. – 1975. –С.99-101.
52. Ребров К.П., Щеколдин А.А., Базурин А.З. О механизме полиморфного превращения жильного кварца в кристобалит. //В сб. *Материалы по геологии и неметаллическим полезным ископаемым*. Вып. 1. Алма-Ата: изд-во Казахского НИИ минер. Сырья. – 1973. – С. 123-128.

53. Исаев В.А. Физико-техническое обоснование новой технологии переработки непрозрачных разновидностей кварца. М.: МГГУ. -Горный информационно-аналитический бюллетень. –1997. –N 5. –С. 95-102.
54. Исаев В.А. «Структурные примеси в кварце. Часть 1. Обзор и анализ традиционных способов очистки кварца от структурных примесей». // Горный информационно-аналитический бюллетень (научно-технический журнал).–2006. – № 9. – С. 11-23.
55. Исаев В.А. «Структурные примеси в кварце. Часть 2. Обоснование способа глубокой очистки кварца с использованием процессов его термодификационной обработки»// Горный информационно-аналитический бюллетень (научно-технический журнал) . –2007. –№ 9. – С. 29-37.
56. Чубарков В. Ф. Диффузия катионов –примесей как фактор глубокого обогащения кварца. Доклад на симпозиуме «Неделя горняка», М., МГГУ. –1997. – С. 70-72.
57. Ревнивцев В.И., Гапонов Г.В., Зарогатский Л.П. и др., Селективное разрушение минералов; Под ред. В.И.-М.: Недра. –1988. -286 с.
58. Кравец Б.Н. Практика переработки кварцевого сырья// Известие Вузов. Горный журнал. –1995. – №8. –С. 160-168.
59. Кравец Б.Н. Специальные и комбинированные методы обогащения. М: Недра. – 1987. – С. 101-122.
60. Ташкер Э.М. Методические рекомендации по оценке качества кварцевого сырья для плавки и оптического стекловарения. М. – 1983. – 68 с.
61. Данилевская Л.А. Кварцевое сырье Карелии// Труды Карельского научного центра РАН. Вып. 9. Петрозаводск. – 2006. – С. 50-67.
62. Данилевская Л.А., Раков Л.Т. Структурные примеси в кварце как важный критерий оценки качества кварцевого сырья и прогноза его технологических свойств// Результаты фундаментальных и прикладных исследований по разработке методик технологической оценки руд металлов и промышленных минералов на

ранних стадиях геологоразведочных работ. Матер. Первого Российского семинара по технологической минералогии. – Петрозаводск. – 2006. –С. 119-124.

63. Манукян Р. В., Габриелян Д.Ц. Очистка песка// Стекло и керамика. – 1999– №1. –С. 12-13.

64. Насыров Р. Ш. Технологическое концентрирование минеральных примесей в мелкой фракции кварцевого порошка при его измельчении// Стекло и керамика. – 2009. –№5. – С. 37-39.

65. Насыров Р. Ш. СВЧ декрипитация газожидкостных включений в кварцевых зернах// «Обогащение руд». – 2009. – №2. – С. 26-27.

66. Насыров Р. Ш., Лебедев А. С., Зайнуллина Р. Т. Влияние агломерационной очистки кварцевых порошков на качество кварцевого стекла// Стекло и керамика. –2009. – № 12. – С. 3-4.

67. Насыров Р.Ш., Быков В.Н., Кораблев А.Г., Шакиров А.Р., Игуменцева М.А. Тестовые наплавы кварцевого стекла как метод оценки качества кварцевых концентратов// Разведка и охрана недр. –2007. – С 46-49.

68. E. Dal Martello, etc. Electrical fragmentation as a novel route for the refinement of quartz raw materials for trace mineral impurities. Powder Technology, 2012, 209-216 P.

69. Ревнивцев В.И. Обогащение полевых шпатов и кварца. М: Недра. 1970, 129 с.

70. Эйгелес М.А. Основы флотации несulfидных минералов. М.: Недра, 1964. 407 с.

71. Способ обогащения жильного кварца: пат. 2017690 Российская Федерация: МПК⁵ С03В1/00, С03С1/02/ Кораго А.А., Юхтанов П.П.; заявитель Медико-инженерный центр "Гиперселективное воздействие"; патентообладатели Кораго Алексей Александрович, Юхтанов Петр Петрович; заявка 4936003/33, 14.05.1991; опубликовано 15.08.1994.

72. Ботвинкин О.К. и Запорожский А.И. Кварцевое стекло, М.: Стройиздат. – 1965. – С.34-43.

73. Способ очистки кварцевого сырья: а.с. 992431 СССР: М.Кл.³ С03В1/00/Волкова Е.М., Юматов Л.И., Калинин Н.Л., Рогозина Н.Н.; патентообладатели Волкова Е.М., Юматов Л.И., Калинин Н.Л., Рогозина Н.Н.; заявлено 3312323/29-33 29.06.81; опубликовано 30.01.83 Бюллетень №4.
74. Способ обработки кварцсодержащего сырья: пат. 2182113 Российская Федерация: МПК⁷ С01В33/12, В03С7/00/ Тиунов Ю.А., Черняховский Л.В., Разуваев Э.А., Наумов В.В., Взяткин В.А.; заявитель Тиунов Юрий Анатольевич; патентообладатель Тиунов Юрий Анатольевич; Заявка 2000130352/12, 04.12.2000; опубликовано 10.05.2002.
75. Способ обогащения кварцевого сырья: пат. 2353578 Российская Федерация: МПК С01В33/12/ Тиунов Ю.А., Черняховский Л.В., Янчевский И.В., Тороев А.А., Тиунов М. Ю.; патентообладатель Тиунов Юрий Анатольевич; заявка 2007127504/15, 17.07.2007; опубликовано 27.04.2009
76. Классен В.И., Мокроусов В.А. Введение в теорию флотации. М., 1959. 636с.
77. Алексеев В.С. Теория и практика обогащения кианитовых руд. Л.: Наука. – 1976. – 200 с.
78. Jung L. High purity natural quartz. Quartz Tehnology. Inc. New. Jersey, 1995. 550 P.
79. Khalifa M., Hajji M., Ezzaouia H. Impurity removal process for high-purity silica production by acid leaching. EPJ Web of Conferences. 2012(00014).
80. Котова Е.Н., Шанина С.Н., Филиппов В.Н. Особенности обогащения гигантозернистого кварца приполярного Урала для наплава стекла// Геоматериалы. – 2010. – С. 84-86.
81. Скобель Л.С. Опыт создания технологии обогащения особо чистого кварца// Миасс. –2011. – С. 158-162.
82. Haus R., Prinz S., Priess C. Assessment of high purity quartz resources //Quartz: Deposits, Mineralogy and Analytics. – Springer, Berlin, Heidelberg, 2012. – С. 29-51.

83. Vatalis K.I., Charalampides G., Platias S., Benetis N.P. Market Developments and Industrial Innovative Applications of High Purity Quartz Refines // *Procedia Economics and Finance* 14, 2014, 624 – 633.
84. Кузьмичев А.Б. Тектоническая история Тувино-Монгольского массива: раннебайкальский, позднебайкальский и раннекаледонский этапы. М.: Пробел-2000. – 2004. – 192 с.
85. Федоров А.М., Макрыгина В.А, Непомнящих А.И., Елисеев И.А. Региональные проблемы изучения природы и использование природных ресурсов // *География и природные ресурсы*. – 2016. – № 6. – С. 55-59.
86. Геолого-геохимические исследования кварцевого сырья месторождения Бурал-Сарьдаг / Науч. руководитель программы А.И. Непомнящих. – Иркутск. – 2001.
87. Бурал-Сардыкское месторождение кварцитов для металлургии кремния и наплава кварцевого стекла. Участок Северный (Республика Бурятия, Окинский район). Отчет об оценочных и разведочных работах за 2001-2003 гг. с подсчетом запасов по состоянию на 01.04.2003. В 2-х книгах и 1-й папке / Отв. исполнители В.П. Табинаев, С.Д. Цуцар. – Никольск, 2003.
88. Непомнящих А.И., Волкова М.Г., Жабоедов А.П., Лесников А.К., Лесников П.А., Паклин А.С., Сизова Т.Ю., Спиридонов А.М., Фелоров А.М., Шалаев А.А., Шендрик Р.Ю. Оптическое стекло из кварцитов Восточного Саяна // *Физика и Химия стекла*. –2018. –№2. –С. 169-177.
89. Непомнящих А.И., Волкова М.Г., Жабоедов А.П., Федоров А.М. Кварцевые концентраты на основе сливного кварцита. // *Неорганические материалы*. – 2018. – № 8. – С. 850-853.
90. Непомнящих А.И., Демина Т.В., Елисеев И.А., Жабоедов А.П., Махлянова А.М., Паклин А.С., Федоров А.М., Шалаев А.А./Кварциты Восточного Саяна перспективный нетрадиционный материал для получения прозрачного кварцевого стекла.// *Материалы Всероссийской конференция с международным участием*

«Месторождения камнесамоцветного и нерудного сырья различных геодинамических обстановок» (XVI Чтения академика А.Н. Заварицкого), Екатеринбург, 2015, с. 99.

91. Непомнящих А.И., Демина Т.В., Жабоедов А.П., Елисеев И.А., Паклин А.С., Спиридонов А.М., Федоров А.М., Шалаев А.А., Шендрик Р.Ю., Шацкий В.С., Лесников П.А., Лесников А.К. Романов, В.С./ Кварциты Восточного Саяна – перспективное недефицитное сырье для получения особо-чистых кварцевых концентратов. // Материалы международной научно-практической конференции «Промышленные минералы». Казань. – 2015. – С.162-165.

92. Непомнящих А.И., Волкова М.Г., Демина Т.В., Елисеев И.А., Жабоедов А.П., Махлянова А.М., Паклин А.С., Сизова Т.Ю., Спиридонов А.М., Федоров А.М., Шалаев А.А./ Суперкварциты Восточного Саяна – новый нетрадиционный материал для получения прозрачного кварцевого стекла. // Материалы XVII Российского совещания по экспериментальной минералогии. Новосибирск. –2015. – с.68.

93. Непомнящих А.И., Жабоедов А.П., Волкова М.Г., Федоров А.М., Яшин В.Н./ Комбинированная технология обогащения кварцитов Восточного Саяна. // Физико-технические проблемы разработки полезных ископаемых. 2019, №3, стр. 113-121.

94. Малышев А.Г. Особенности формирования кварцевых жил в Патомском нагорье // Доклады АН. – 1987. – т. 292, № 2. – С. 430-432.

95. Сокольникова Ю.В., Васильева И.Е. Выбор условий химической пробоподготовки для анализа кварцитов методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой // Вестник Иркутского государственного технического университета. – 2012. – № 1 (60) – С. 119-127.

96. Hauptkorn S., etc. Determination of Trace Impurities in High-purity Quartz by Electro thermal Vaporization Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry Using the Slurry Sampling Technique. Journal of Analytical Atomic Spectrometry, April 1997, Vol. 12 (421–428).

97. Д.Ю. Пущаровский. Рентгенография минералов – М ЗАО” Геоинформмарк”, 2000-292с.
98. Разва О.С., Ануфриенкова А.М., Коровкин М.В. Оценка степени преобразования кварцитов методом рентгеновской дифракции. // Современные наукоемкие технологии. –2014. –№ 7-2. –С. 27-28.
99. Murata K.J., Norman II M.B. An index of crystallinity for quartz // American Journal of Science. – 1976. – V. 276. – P. 1120–1130.
100. Ma J., Huang Z., Liang S., Liu Z., Liang H. Geochemical and tight reservoir characteristics of sedimentary organic matter-bearing tuff from the Permian Tiaohu Formation in the Santanghu Basin, Northwest China // Marine and Petroleum Geology. 2016. Vol. 73. P. 405–418.
101. Крейсберг В.А. Некоторые особенности вскрытия и анализа газожидких примесей в кварце. // Разведка и охрана недр. — 1999. — №3.
102. Крейсберг В.А., Ракчев В.П., Виноградов В.И. и др. Влияние газовых примесей в кварцевом сырье на качество наплавленного стекла // Электронная промышленность. — 1985. — Вып. 6(144).
103. Kreisberg V.A., Rakcheev V.P., Kolmogorov Yu.G. et al. Gas evolution from Brazilian rock crystal and quartz as raw materials for producing silica glass // Proc. Annual Meeting of the Intern. Commission on Glass, Campos do Jordax, Brazil. — 2003. — P. 59–71.
104. Kreisberg V.A., Rakcheev V.P., Danchevskaya M.N. Quality of natural quartz for producing high purity silica glass // Proc. XVII Intern. Congress on Glass, Beijing, China. — 1995, v.3. — P. 590–595.
105. Brown P. E. FLINCOR: A microcomputer program for the reduction and investigation of fluid-inclusion data // American Mineralogist. – 1989. – V. 74. – P.1390-1393.
106. Bodnar R. J. Revised equation and table for determining the freezing point depression of H₂O-NaCl //Geochim. et Cosmochim. Acta. – 1993. - Vol. 57, № 3. - P. 683-684.

107. Bodnar R. J., Vityk M. O. Interpretation of microtermometric data for H₂O-NaCl fluid inclusions // Fluid inclusions in minerals: methods and application. Siena, 1994, P. 117-130.
108. Минералургия жильного кварца. Ред. Кузьмин В.Г., М. Недрa, 1999, 255 с.
109. Данилевская Л.А. Геология, минералогия проявлений кварцевого сырья и критерии прогноза его качества на территории Карельского кратона. Кандидатская дисс., КНЦ РАН, Петрозаводск, 2003, 188 с.
110. Методические рекомендации по оценке качества кварцевого сырья для плавки и оптического стекловарения. М. 1983, 69 с.
111. Fedorov A. M., Makrygina V. A., Nepomnyaschikh A. I., Zhaboedov A. P., Parshin A. V., Posokhov V. F. , Sokolnikova Yu. V. / Geochemistry and petrology of superpure quartzites from East Sayan Mountains, Russia. // Acta Geochim. 2019, 38, pp. 22–39.
112. Бетехтин А.Г. Курс минералогии. Государственное научно-техническое издательство литературы по геологии и охране недр. Москва 1991, 540 стр.
113. Махлянова А.М., Зарубина О.В., Демина Т.В. Павлова Л.А., Непомнящих А.И. О примесных фазах в кварцитах промышленного типа// Прикладная химия и биотехнология. – 2015. – № 3. – С.27-36.
114. Быдтаева Н.Г., Киселева Р.А, Милеева И.М. Предварительная оценка качества кварцевого сырья с целью прогноза его технологических показателей. // Петрозаводск: Карел. науч. центр РАН. – 2006. – С. 112–119.
115. Волкова М.Г., Непомнящих А.И., Федоров А.М., Махлянова А.М., Брянский Н.В. Флюидные включения в «суперкварцитах» месторождения Бурал-Сардык (Восточный Саян)// Геология и геофизика. – 2017. – Т. 58. – № 9. – С.1326-1333.
116. Крейсберг В.А., Ракчеев В.П., Серых Н.М., Борисов Л.А. Диагностика газожидких примесей в кварце масс-спектрометрическим методом // Разведка и охрана недр. – 2007. – №10. – С. 12-18.
117. IOTA high purity quartz. <http://www.iotaquartz.com/>

118. Способ очистки кварца: пат. 2220117 Российская Федерация: МПК⁷ C03C1/02/Исаев В.А., Орешников Н.Г.; патентообладатель Московский государственный горный университет; заявка 2002118859/03, 17.07.2002; опубликовано 27.12.2003.
119. Жабоедов А.П., Непомнящих А.И., Середкин Е.А. Фазовые переходы в кварцитах месторождения Бурал-Сардык // Известия вузов. Прикладная химия и биотехнология. –2015. –№ 4. – С.57-62.
120. Жабоедов А.П., Непомнящих А.И., Середкин Е.А./ Фазовые переходы в // Материалы конференции молодых ученых «Современные проблемы геохимии», Иркутск. –2013. – с.140.
121. Жабоедов А.П., Непомнящих А.И., Пресняков Р.В, Канева Е.В./ Особенности фазовых переходов в кварцитах месторождения Бурал-Сардык. // Материалы XV международной молодежной конференции по люминесценции и лазерной физике. Иркутск. – 2016. – с. 72.
122. Жабоедов А.П., Непомнящих А.И., Пресняков Р.В., Канева Е.В., Козлов А.Н./ Кварцевые концентраты для получения высокотемпературной кварцевой керамики. // Материалы IX Всероссийской конференции «Керамика и композиционные материалы». Сыктывкар. – 2016. – с. 291-294.
123. Непомнящих А.И., Жабоедов А.П./ Полиморфные превращения в кварцитах Восточного Саяна. // Материалы первого Российского кристаллографического конгресса. Москва. –2016. – с.37.
124. Жабоедов А.П., Непомнящих А.И., Середкин Е.А., Пресняков Р.В./ Изучение фазовых переходов в кварцитах месторождения Бурал-Сардык и гранулированном кварце Кыштымского месторождения. // Материалы Всероссийской научной конференции с международным участие «II Байкальский материаловедческий форум», Улан-Удэ. – 2015. – часть 2. –с. 42.
125. Жабоедов А. П., Непомнящих А. И., Пресняков Р. В. Исследование кварцитов месторождения Бурал-Сардык (Восточный Саян). // Вопросы естествознания. – 2015. – №2. – с. 38-40.

126. Авдохин В.М. Основы обогащения полезных ископаемых. Обоганительные процессы. Т.1. // Москва. – 2006. – с. 417.
127. В.И. Ревнивцев, А.И. Месеняшин, Г.В. Косоручкин и др. Очистка кварцевой крупки с помощью электрического барабанного сепаратора// Обогащение руд. – 1989. –№ 4. – С. 28 – 30.
128. Способ очистки кварцевого материала: а.с. 1692651 А1 СССР: В 03 В 7/00/Ю.Н. Муравьев, Г.И. Холодилкин, А.Г. Зайцев, Е.П. Ушаков, Г.И. Волкова, П.М. Жаров, Т.К. Козлов, А.З. Базурин; патентообладатели Научно-производственное объединение «Кварц»; заявлено 4714490/03, 03.07.89; опубликовано 23.11.91 Бюллетень №43.
129. Жабоедов А.П., Непомнящих А.И., Соломеин О.Н. Разработка технологии получения кварцевого концентрата из кварцитов Восточного Саяна. // ИЗВЕСТИЯ ВУЗОВ Прикладная химия и биотехнология. –2016. – №4. – С. 92-99.
130. Жабоедов А.П., Непомнящих А.И., Соломеин О.Н. Кварцевые концентраты из кварцитов Восточного Саяна. // Известия РАН. Серия физическая. –2017. – №9. – С. 1232-1237.
131. Жабоедов А. П., Непомнящих А. И., Волкова М.Г./ Влияние минеральных, флюидных примесей и текстурных особенностей на технологию получения кварцевого концентрата. // Современные направления развития геохимии. Иркутск. – 2017. – с. 151.
132. Непомнящих А.И., Федоров А.М., Яшин В.Н., Волкова М.Г., Зимин М.Д., Жабоедов А.П./ Особо-чистые кварцевые концентраты на основе кварцитов Восточного Саяна.// Материалы Всероссийской научной конференции с международным участие «III Байкальский материаловедческий форум», Улан-Удэ. – 2018. часть 2. – С. 94-95.
133. Жабоедов А.П., Непомнящих А.И., Зимин М.Д./ Получение кварцевых концентратов для оптического кварцевого стекла из кварцитов Восточного Саяна. // Материалы XVI международная молодежная конференция по люминесценции и

лазерной физике, посвященная 100-летию Иркутского государственного университета. Иркутск. –2018. – с. 62.

134. Исаев В.А., Харахан М.Л. «О роли газовой-жидких включений в процессе кристобалитизации природного кварца», Горный информационно-аналитический бюллетень (научно-технический журнал) = Mining informational and analytical bulletin (scientific and technical journal). –2005. – № 5. –С. 25-33.

135. Жабоедов А.П., Зимин М.Д., Непомнящих А.И., Сапожников А.Н./ Индекс кристалличности структуры–критерий оценки обогатимости кварцевого сырья Восточного Саяна. // Обогащение руд. –2020. –№1. –С. 36-40.

136. Жабоедов А.П., Зимин М.Д., Непомнящих А.И./ Оценка степени обогатимости кварца методом инфракрасной спектроскопии и рентгеноструктурным анализом. // Юбилейная международная молодежная конференция по люминесценции и лазерной физике, посвященная 50-летию первой школы по люминесценции в Иркутске ллф-2019. Иркутск. – 2019. –С.36-37.

137. Зимин М.Д., Жабоедов А.П., Паклин А.С., Непомнящих А.И./ Влияние этапов пробоподготовки кварцевого сырья на РСА индекс кристалличности структуры кварца. // Материалы VIII международной конференции «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов» посвященная 150-летию открытия Д.И. Менделеевым Периодического закона химических элементов. Третья Международная школа молодых ученых «Актуальные проблемы современного материаловедения». Москва. – 2019. – с. 99.

138. ГОСТ 15130-86. Стекло кварцевое оптическое. Общие технические условия.

139. Непомнящих А.И., Демина Т.В., Жабоедов А.П., Елисеев И.А., Лесников А.К., Лесников П.А., Паклин А.С., Романов В.С., Соко-льникова Ю.В., Федоров А.М., Шалаев А.А., Шендрик Р.Ю., Сапожников А.П. Оптическое кварцевое стекло на основе суперкварцитов Восточных Саян. // Физика и Химия стекла. – 2017. – №3. – С. 288-295.

140. Суздальцев Е.И. Свойство кварцевой керамики(обзор)//Огнеупоры и техническая керамика. – 2008. – № 1. – С. 3-11.

141. Суздальцев Е.И. Свойство кварцевой керамики//Огнеупоры и техническая керамика. – 2009. – № 7-9. – С. 21-34.
142. Aleksey Kulesh, Mikhail Eronyan, Igor Meshkoskii et al. Crystal growth & design. 2015. V. 15. P. 2831.
143. Gotze J., Pan Y., Muller A., Kotova E., Cerin D. Trace element composition and defect structures of high-purity quartz from Southern Ural region, Russia // Minerals 2017, 7, 189, p. 1-19.
144. ТУ 1-596-476-2011. Трубы и стержни из кварцевого стекла. Технические условия.
145. Rincon J. Ma. Principles of Nucleation and Controlled Crystallization of Glasses//Polymer-Plastics Technology and Engineering. 1992. V. 31-3-4. P. 309-357.
146. Muller R., Zanotto E. D., and Fokin V. M. Surface crystallization of silicate glasses: nucleation sites and kinetics// J. Non-Cryst. Solids. 2000. V. 274. P. 208–213.
147. Marghussian V. K. Marghussian. Nano-glass ceramics: processing, properties and application Elsevier. 2015. 292 pages
148. Непомнящих А.И., Шалаев А.А., Сизова Т.Ю., Паклин А.С., Сапожников А.Н., Павлова Л. А. Температуры начала и кинетика кристаллизации кварцевого стекла // Кристаллография. – 2018. –Т. 63. №2. –С. 314-319.
149. Пивинский, Ю.Е. Теоретические аспекты технологии керамики и огнеупоров. Избранные труды. Том 1 / Ю.Е. Пивинский. – Спб.: 2003. – 544 с.
150. Жабоедов А.П., Непомнящих А.И./ Влияние этапов термообработки на степень очистки кварцевых концентратов на примере суперкварцитов Восточного Саяна.// Современные проблемы геохимии 2021. Иркутск. – 2021.- С. 100-101.
151. Жабоедов А.П., Непомнящих А.И., Зимин М.Д., Паклин А.С./ Кварциты Восточного Саяна- природное минеральное сырье для высокотехнологичного кварцевого стекла. // Третья Российская конференция с международным участием «Стекло: наука и практика» GlasSP2021. Санкт-Петербург. -2021.- с. 143.

152. Mashkovtsev, R. I., Nepomnyashchikh, A. I., Zhaboedov, A. P., & Paklin, A. S. (2021). EPR study of the E' defects in optical glasses and cristobalite. *EPL (Europhysics Letters)*, *133*(1), 14003.

**Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт геохимии им. А.П.Виноградова СО РАН**

СОГЛАСОВАНО

ОАО "ОНПП Технология"
Генеральный директор


О.Н.Комиссар
_____ 2014 г.

УТВЕРЖДАЮ

Директор ИГХ СО РАН


В.С. Шацкий
_____ 2014 г.


**Кварцевые концентраты из природных кварцитов
Технические условия
ТУ 5726-001-03533702-2014
Введены впервые**

Дата введения 2 июня 2014

Срок действия не ограничен

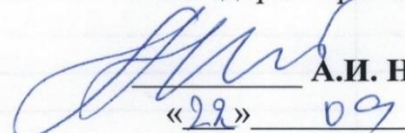
СОГЛАСОВАНО

ОАО "ОНПП Технология"
Директор НПК «РПО» -
главный конструктор


М.Ю.Русин
«22» 09 2014 г.

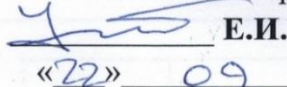
СОГЛАСОВАНО

Зам директора-ИГХ СО РАН


А.И. Непомнящих
«22» 09 2014 г.

СОГЛАСОВАНО

ОАО «ОНПП «Технология»
Руководитель НИР «Оболочка»
Начальник лаборатории 12


Е.И. Суздальцев
«22» 09 2014 г.

Интв.№ под.	
Подпись	
Дата	
№ дубл.	
Подпись	

Настоящие технические условия распространяются на кварцевую крупку (далее крупка), полученную из кварцитов месторождения "Бурал-Сарьдаг" и предназначенную для производства кварцевых труб и стержней соответствующих требованиям ТУ 1-596-476-2011.

1. Технические требования.

1.1. Крупка по физико-химическим показателям должна быть изготовлена по технологической инструкции № 1 и соответствовать требованиям настоящих технических условий.

Отклонения от нормируемых показателей качества крупки должны согласовываться между конкретным потребителем и поставщиком и оговариваться в договорах на поставку.

2. Свойства крупки

2.1. Крупка должна состоять из прозрачных или полупрозрачных зерен кварца белого цвета.

2.2. Крупка для наплава кварцевого стекла по физико-химическим показателям должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Показатели
	Суперкварцит
Гранулометрия, мм	- 0,6 +0,1
Массовая доля элементов примесей, % не более	
железо	0,004
алюминий	0,005
магний	0,001
титан	0,001
кальций	0,001
натрий	0,005
калий	0,005
марганец	0,001
медь	0,001
литий	0,0004

Изм. № подг.	Подпись	Дата	№ дубл.	Подпись		Разраб.	Романов В.С.		
						Разраб.	Соломенко О.Н.		
						Проверил	Ивашечкин В.Ф.		
						ТУ 5726-001-03533702-2014			Лист
Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата					2

Подпись	<p>3. Сопроводительные документы и маркировка.</p> <p>3.1. Каждая партия крупки должна сопровождаться сертификатом, в котором указывается:</p> <ul style="list-style-type: none"> а) наименование предприятия-поставщика и его адрес; б) наименование месторождения; в) наименование продукции с обозначением настоящих технических условий; г) номер товарной партии; д) масса товарной партии в килограммах; е) количество единиц упаковки; ж) дата отправки; з) штамп ОТК или подпись лица, ответственного за качество крупки (далее ОТК); и) массовая доля химических примесей по элементам; <p>3.2. Каждую упаковку с наружной поверхности необходимо маркировать устойчивой к внешним воздействиям краской или прикреплять деревянную бирку с указанием:</p> <ul style="list-style-type: none"> - наименования организации-поставщика; - наименования месторождения (тип кварцита); - наименованием крупки с указанием ТУ; - номера товарной партии; - номера контейнера, мешка или др. упаковки; - даты упаковки. <p>3.3. Маркировка должна быть четкой. После полного освобождения емкости из-под крупки маркировка должна удаляться.</p>					
№ дубля	<p>4. Требования безопасности.</p> <p>4.1. Крупка должна соответствовать нормам радиационной безопасности по НРБ-76/87 и ОСП-72/87.</p> <p>4.2. При контроле, маркировке и упаковке крупки для плавки кварцевого стекла необходимо соблюдать требования "Инструкции по технике безопасности при работе с токсичными и сыпучими материалами".</p> <p>4.3. При лабораторных и технологических исследованиях крупки на соответствие настоящим техническим условиям необходимо соблюдать требования "Инструкции по технике безопасности при лабораторных работах" и "Правил техники безопасности", действующие в ИГХ СО РАН.</p>					
Дата						
Подпись						
Изм. № под.					ТУ 5726-001-03.533702-2014	Лист 3
	Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	

5. Правила приемки.

5.1. Крупка должна быть принята ОТК на соответствие требованиям настоящих технических условий.

5.2. Приемка крупки должна производиться по массе товарными партиями.

Товарной партией считают массу крупки, отправленную по одному сопроводительному документу-сертификату в один адрес.

Товарная партия должна содержать крупку одного сорта, одного типа, с одного объекта месторождения.

5.2.1. Каждая товарная партия крупки должна проверяться ОТК на соответствие требованиям раздела 2 настоящих технических условий.

5.3. Исследования каждой товарной партии крупки на соответствие требованиям п. 2.2 должны проводиться в Аналитическом отделе ИГХ СО РАН.

5.3.1. В случае получения неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из параметров, вся партия крупки должна быть возвращена на повторное обогащение.

До выяснения и устранения причины образования брака приемка крупки приостанавливается.

5.4. Партия крупки, не имеющая в сопроводительных документах отметки ОТК, считается забракованной и в производство кварцевого стекла не допускается.

5.5. Потребитель имеет право производить входной контроль соответствия крупки требованиям настоящих технических условий.

5.6. В случае установления несоответствия продукции требованиям ТУ, потребитель приостанавливает приемку товарной партии, принимает ее на ответственное хранение и вызывает представителя поставщика.

6. Методы контроля.

6.1. Соответствие товарной партии крупки требованиям настоящих ТУ у изготовителя определяется проверкой трех проб общей массой не менее 0,5 кг на каждые 5 упаковок (первых упаковочных полиэтиленовых мешков), отобранных в процессе изготовления товарной партии через равные промежутки времени.

6.2. Отобранную пробу тщательно перемешивают и способом

Изм. № подг.	Подпись	Дата	№ дубл.	Подпись	Лист
ТУ 5726-001-03533702-2014					Лист

квартования делают на 2 равные части - контрольную и дубликат.

Контрольную пробу отправляют на испытания для определения соответствия крупки требованиям настоящих ТУ.

Дубликат пробы упаковывают в полиэтиленовый мешок, маркируют, опечатывают и хранят в течение 6 месяцев на случай контрольных испытаний.

По полученным в Аналитическом отделе ИГХ СО РАН результатам проверки отобранных в соответствии с п.6.1 проб определяется среднеарифметическое значение на всю отгружаемую партию и устанавливается ее соответствие ТУ.

6.3. Соответствие товарной партии крупки требованиям настоящих ТУ при повторных испытаниях у изготовителя устанавливают проверкой дубликатов контрольных проб, а при входном контроле у потребителя – проверкой контрольных проб, отбираемых из поступившей товарной партии.

Контрольные испытания проводятся в сторонней лаборатории по согласованию между потребителем и поставщиком.

6.4. Из каждой контрольной пробы отбирают навески методом квартования в зависимости от вида анализа в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2

Вид анализа	масса навески, г
1.Определение гранулометрического состава	100
2.Определение массовой доли элементов-примесей	10

6.5. Проверка крупки на соответствие требованиям п.2.1 производится внешним осмотром.

6.6. Проверку контрольной пробы крупки на соответствие гранулометрического состава (п. 1 табл.2) производят рассевом на ситах по ГОСТ 22552.7-93, последующим взвешиванием и определением в процентах полученных классов крупности.

6.7. Контроль массовой доли элементов-примесей (п. 2 табл.2) производят по СТП ИГХ-024-11 «Кремний кристаллический, оксид кремния и кварц. Методика измерения массовых долей примесей методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой» (ФР.1.31.2011.10425).

7. Упаковка

7.1. Крупка упаковывается в запаянные двойные полиэтиленовые

Изм. № подл.	Подпись
Дата	№ дубл.
Подпись	Подпись

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	ТУ 5726-001-03533702-2014	Лист
						5

мешки, помещенные в крафт - льно - джуто – келэфтовые мешки, массой нетто не более $25 + 0,2$ кг.

7.2. Допускается другая упаковка по согласованию с потребителем, обеспечивающая чистоту и сохранность кварцевого сырья.

7.3. Взвешивание крупки производится на товарных весах марки РП - 100 ШЗ с пределом измерения 1 - 100 кг и ценой деления 0,1 кг (ГОСТ 23676 - 79) или других весах аналогичной точности.

8. Транспортирование и хранение.

8.1. Крупку допускается хранить и транспортировать в упакованном виде, обеспечивающем его сохранность и чистоту, любым видом транспорта, в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на каждом виде транспорта: автомобильном, железнодорожном, водно - речном и морском, воздушном.

9. Гарантии поставщика.

9.1. Поставщик гарантирует соответствие крупки требованиям настоящих технических условий при соблюдении потребителем условий транспортирования и хранения.

9.2. Все правовые и юридические стороны взаимоотношений поставщика и потребителя должны быть оговорены конкретными хозяйственными договорами поставок, в соответствии с арбитражными положениями Российской Федерации.

Изм. № под.	Подпись	Дата	№ докум.	Подпись					Лист	
										6
					ТУ 5726-001-03533702-2014					
					Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	

		25	1
ИГХ СО РАН		ТИ 003-2014 ИГХ	
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНСТВО НАУЧНЫХ ОРГАНИЗАЦИЙ			
СОГЛАСОВАНО ОАО «ОНПП «Технология» Генеральный директор  <i>О.Н.Комиссар</i> _____ 2014 г.		УТВЕРЖДАЮ Директор ИГХ СО РАН  <i>В.С.Шацкий</i> _____ 2014 г.	
ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ ИНСТРУКЦИЯ <i>Изготовление образцов кварцевых концентратов из природного кварцита</i>			
СОГЛАСОВАНО ОАО «ОНПП «Технология» Директор НПК РПО- главный конструктор  <i>М.Ю.Русин</i> « 22 » 09 _____ 2014 г.		СОГЛАСОВАНО Зам. директора ИГХ СО РАН  <i>А.И.Непомнящих</i> « 22 » 09 _____ 2014 г.	
СОГЛАСОВАНО ОАО «ОНПП «Технология» Руководитель НИР «Оболочка» Начальник лаборатории 12  <i>Е.И.Суздалцев</i> « 22 » 09 _____ 2014 г.			
ТЛ	Технологическая Инструкция.docx	V 1.1	

									5
									ТИ 003 ИГХ
									<p>Требования к оборудованию и технологическому процессу</p> <p>Оборудование, используемое при проведении ТП, должно удовлетворять требованиям ГОСТ 12.2.003-91. ССБТ. «Оборудование производственное. Общие требования безопасности» и ГОСТ 12.1.003-83 ССБТ. «Шум. Общие требования безопасности».</p> <p>При проведении ТП необходимо соблюдать общие требования безопасности согласно:</p> <p>ГОСТ 12.3.002-75 ССБТ. «Процессы производственные. Общие требования безопасности»;</p> <p>ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. «Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности»;</p> <p>ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. «Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны»;</p> <p>ГН 2.2.5.1313-03 «Предельно-допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны»;</p> <p>ГОСТ 12.4.011 -89 ССБТ. «Средства защиты работающих. Общие требования и классификация»;</p> <p>ГОСТ 12.2.007.9-93. ССБТ. «Безопасность электротермического оборудования. Часть 1. Общие требования»;</p> <p>Федеральный закон Российской Федерации от 22 июля 2008 года N 123-ФЗ «Технический регламент о требованиях пожарной безопасности»;</p> <p>«Правила противопожарного режима в Российской Федерации», утвержденные постановлением правительства Российской Федерации от 25.04.2012 г.;</p> <p>Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок, утв. приказом Министерством труда и социальной защиты от 24 июля 2013 г. N 328н;</p> <p>Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей, утв. Министерством энергетики РФ, приказ № 6 от 13.01.2003 г.;</p> <p>Правила безопасности при работе с инструментом и приспособлениями, утв. Минэнерго 30.04.1985, с изменениями и дополнениями №1,2 утв. в 1991 и 1993 г.;</p>
								ТИ	<p>Технологическая Инструкция.docx</p> <p>V 1.1</p>

						6
						ТИ 003 ИГХ
						<p>Правила по охране труда при использовании химических веществ ПОТ Р М 004-97, утв. Постановлением Минтруда России от 17.09.97 № 44;</p> <p>Правила безопасности при работе с кислотами и щелочами в учреждениях, организациях и на предприятиях АН СССР, утв. Распоряжением Президиума АН СССР от 05.12.1984 № 10143-2012;</p> <p>Единые правила безопасности при дроблении, сортировке, обогащении полезных ископаемых и окусковании руд и концентратов, утв. постановлением Госгортехнадзора России от 04.06.03 № 47;</p> <p>Межотраслевые правила по охране труда при погрузочно-разгрузочных работах и размещении грузов, утв. постановлением Министерства труда и социального развития Российской Федерации от 20 марта 1998 г. № 16.</p>
						<p>Вредные и опасные производственные факторы</p> <p>В соответствии с ГОСТ 12.0.003.74 ССБТ «Опасные и вредные производственные факторы. Классификация» при проведении ТП возможно воздействие на организм человека следующих опасных и вредных производственных факторов:</p> <p>Физических:</p> <ul style="list-style-type: none"> - движущиеся машины и механизмы; подвижные части производственного оборудования; повышенная запыленность воздуха рабочей зоны; повышенная или пониженная температура поверхностей оборудования, материалов; повышенный уровень шума на рабочем месте; повышенный уровень вибрации; повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека; <p>Химических:</p> <ul style="list-style-type: none"> оказывающих токсические и раздражающие воздействие на организм человека, проникающих в организм человека через органы дыхания, кожные покровы и слизистые оболочки.
						<p>ТИ</p> <p>Технологическая Инструкция.docx</p> <p>V 1.1</p>

						7																														
						ТИ 003 ИГХ																														
			Требования к средствам индивидуальной защиты																																	
			<p>При проведении ТП работники должны быть обеспечены специальной одеждой и другими средствами индивидуальной защиты согласно "Нормам бесплатной выдачи специальной одежды, специальной обуви и других средств индивидуальной защиты работникам ИГХ СО РАН" (таблица 1), разработанным в соответствии с межотраслевыми нормами выдачи спецодежды, спецобуви и других средств индивидуальной защиты.</p>																																	
			Таблица 1																																	
			<table border="1"> <thead> <tr> <th>Вид выполняемой работы</th> <th>Наименование средств индивидуальной защиты</th> <th>Норма выдачи на год (единицы, комплекты)</th> </tr> <tr> <th>1</th> <th>2</th> <th>3</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td rowspan="4">При постоянной работе с едкими, токсическими и взрывчатыми веществами и кислотами.</td> <td>Халат хлопчатобумажный мужской ГОСТ 12.4.132-83</td> <td>1</td> </tr> <tr> <td>Фартук прорезиненный с нагрудником</td> <td>Дежурный</td> </tr> <tr> <td>Фартук специальный ГОСТ 12.4.029-76</td> <td>Дежурный</td> </tr> <tr> <td>Перчатки резиновые ГОСТ 20010-93 или ГОСТ Р 12.4.246-2008</td> <td>Дежурные</td> </tr> <tr> <td rowspan="3"></td> <td>Нарукавники прорезиненные или нарукавники хлорвиниловые (только для лаборантов) ГОСТ Р 12.4.257-2011</td> <td>Дежурные</td> </tr> <tr> <td>Противогаз Марки В от кислых газов ГОСТ 12.4.121-83 со сменной коробкой ГОСТ 12.4.122-83</td> <td>Дежурный</td> </tr> <tr> <td>Очки защитные ГОСТ Р 12.4.230.1-2007</td> <td>До износа</td> </tr> <tr> <td rowspan="4">При непосредственной занятости на дроблении, измельчении шлифовке ископаемых</td> <td>Халат хлопчатобумажный женский ГОСТ 12.4.131-83</td> <td rowspan="2">1</td> </tr> <tr> <td>Халат хлопчатобумажный мужской ГОСТ 12.4.132-83</td> </tr> <tr> <td>Рукавицы комбинированные ГОСТ 12.4.010-75</td> <td>Дежурный</td> </tr> <tr> <td>Респиратор ШБ - 1 «Лепесток»</td> <td>До износа</td> </tr> </tbody> </table>				Вид выполняемой работы	Наименование средств индивидуальной защиты	Норма выдачи на год (единицы, комплекты)	1	2	3	При постоянной работе с едкими, токсическими и взрывчатыми веществами и кислотами.	Халат хлопчатобумажный мужской ГОСТ 12.4.132-83	1	Фартук прорезиненный с нагрудником	Дежурный	Фартук специальный ГОСТ 12.4.029-76	Дежурный	Перчатки резиновые ГОСТ 20010-93 или ГОСТ Р 12.4.246-2008	Дежурные		Нарукавники прорезиненные или нарукавники хлорвиниловые (только для лаборантов) ГОСТ Р 12.4.257-2011	Дежурные	Противогаз Марки В от кислых газов ГОСТ 12.4.121-83 со сменной коробкой ГОСТ 12.4.122-83	Дежурный	Очки защитные ГОСТ Р 12.4.230.1-2007	До износа	При непосредственной занятости на дроблении, измельчении шлифовке ископаемых	Халат хлопчатобумажный женский ГОСТ 12.4.131-83	1	Халат хлопчатобумажный мужской ГОСТ 12.4.132-83	Рукавицы комбинированные ГОСТ 12.4.010-75	Дежурный	Респиратор ШБ - 1 «Лепесток»	До износа
Вид выполняемой работы	Наименование средств индивидуальной защиты	Норма выдачи на год (единицы, комплекты)																																		
1	2	3																																		
При постоянной работе с едкими, токсическими и взрывчатыми веществами и кислотами.	Халат хлопчатобумажный мужской ГОСТ 12.4.132-83	1																																		
	Фартук прорезиненный с нагрудником	Дежурный																																		
	Фартук специальный ГОСТ 12.4.029-76	Дежурный																																		
	Перчатки резиновые ГОСТ 20010-93 или ГОСТ Р 12.4.246-2008	Дежурные																																		
	Нарукавники прорезиненные или нарукавники хлорвиниловые (только для лаборантов) ГОСТ Р 12.4.257-2011	Дежурные																																		
	Противогаз Марки В от кислых газов ГОСТ 12.4.121-83 со сменной коробкой ГОСТ 12.4.122-83	Дежурный																																		
	Очки защитные ГОСТ Р 12.4.230.1-2007	До износа																																		
При непосредственной занятости на дроблении, измельчении шлифовке ископаемых	Халат хлопчатобумажный женский ГОСТ 12.4.131-83	1																																		
	Халат хлопчатобумажный мужской ГОСТ 12.4.132-83																																			
	Рукавицы комбинированные ГОСТ 12.4.010-75	Дежурный																																		
	Респиратор ШБ - 1 «Лепесток»	До износа																																		
			ТИ	Технологическая Инструкция.docx		V 1.1																														

					8
					ТИ 003 ИГХ
	горных пород	5» или «Лепесток 40» ГОСТ 12.4.028-76			
		Очки защитные ГОСТ Р 12.4.230.1-2007		До износа	
		Наушники ГОСТ Р 12.4.255-2011		Дежурные	
		Перчатки хлопчатобумажные ГОСТ 5007 – 87		Дежурные	
ТИ		Технологическая Инструкция .docx		V 1.1	

				9
				ТИ 003 ИГХ
		Оборудование, средства измерений и приспособления		
		Оборудование, средства измерений и приспособления приведены в таблице 2. Таблица 2		
		Наименование	Обозначение	
		Основное оборудование		
		Лабораторная щековая дробилка	Pulverisette 1	
		Вытяжной шкаф	Ш2ВНЖ	
		Макет печи термодробления	ИГХ. КК 09.00 С6	
		Ванна термодробления	ИГХ. КК 10.00 С6	
		Лабораторный макет установки сушки	ИГХ. КК 11.00 С6	
		Дисковый истиратель	Fritch 13/1030	
		Ручной классификатор с капроновыми ситами	ИГХ. КК 12.00 С6	
		Макет установки химвобогащения кварцевого концентрата	ИГХ. КК 13.00 С6	
		Циркуляционный насос	ALMATEC E083T	
		Вакуумный сушильный шкаф	Horizont Spt 200	
		Механическая ступка (кварц)	Pulverisette 2	
		Настольный ручной импульсный запайщик пакетов	PFS-400	
		Вспомогательное оборудование		
		Весы бытовые товарные	Sprint ST-TCS-100.	
		Весы настольные	Штрих АС 15-2.5	
		Аппарат мойки высокого давления	Bosch AQT 37-13	
		Термометр	СП-2 К	
		Кувалда из нержавеющей стали	ИГХ. КК 02.00 С6	
		Наковальня из нержавеющей стали	ИГХ. КК 03.00 С6	
		Лоток для промывки кварцита	ИГХ. КК 04.00 С6	
		Ручной классификатор с набором пластиковых сит	ИГХ. КК 05.00 С6	
		Сито из винилпаста для обезвоживания куска	ИГХ. КК 08.00 С6	
		Технологическая тара № 1 (ящик пластиковый)	B500.390.250.JSSRC-8	
		Технологическая тара № 2 (ящик пластиковый)	B500.300.264.SPPO-2	
		Ведро полипропиленовое 10 л	Jet 110	
		Ведро полипропиленовое перфорированное 5 л (Jet 56)	ИГХ. КК 07.00 С6	
	ТИ	Технологическая Инструкция.docx		V 1.1

				10
				ТИ 003 ИГХ
<p>Перечень применяемых материалов и нормы расхода Основные и вспомогательные материалы и нормы расходов приведены в таблице 3. Таблица 3</p>				
		Наименование	Обозначение или завод-поставщик	Ед. изм.
		Норма расхода на 1 кг продукции		
Основные материалы				
		Кислота соляная (ХЧ)	ГОСТ 31.18-77	л
		Кислота плавиковая (ХЧ)	ГОСТ 10484-78	л
Вспомогательные материалы				
		Бидистиллят	ГОСТ Р 52501-2005	л
		Деионизированная вода	ГОСТ 30813-2002	л
<p>Технологический процесс Технологический процесс (далее ТП) изготовления образцов кварцевых концентратов из природных кварцитов состоит из следующих операций:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Контроль основных материалов. - Ручное дробление куска до фракции -50 мм. - Промывка куска. - Дробление куска до фракции -25 мм. - Классификация куска фракции +5 -25 мм. - Химическое травление куска. - Сушка куска. - Термодробление кварцита в куске. - Сушка кварцита после термодробления. - Истирание кварцита. - Классификация крупки фракции +174 -450 м. - Химическое обогащение крупки. - Сушка кварцевой крупки. - Отбор контрольных проб. - Контроль качества кварцевого концентрата. 				
ТИ		Технологическая Инструкция. док.		V 1.1

						11						
						ТИ 003 ИГХ						
				<p>Контроль основных материалов</p> <p>В процессе изготовления опытных образцов кварцевых концентратов соответствующих требованиям ТУ 5726-001-03533702-2014 должен использоваться кварцит месторождения "Бурал-Сарьдаг" с параметрами, приведенными в таблице 4.</p> <p>Таблица 4</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Наименование показателя</th> <th>Показатели</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Тип материала</td> <td>Суперкварцит</td> </tr> <tr> <td>Фракционный состав</td> <td>+50 -300 мм</td> </tr> </tbody> </table> <p>Провести по эталонным образцам суперкварцита в куске 100 % входной контроль кварцита в куске фракцией +50 -300 мм, вывезенный с месторождения "Бурал-Сарьдаг", переупаковать кварцит в технологическую тару №1 массой нетто не более 50 кг, контролируя загрузку на весах Sprint ST-TCS-100.</p> <p>Передать технологическую тару с кварцитом на технологическую операцию "Ручное дробление куска фракции +50 -300 мм ", сделав запись о порядковом номере и массе выборки в сопроводительном документе по форме 1 (далее ф.1 – Приложение А).</p> <p>Проверить наличие этикеток и сертификатов на основные материалы.</p> <p>Передать основные материалы на соответствующие технологические операции по техпроцессу.</p> <p>Ручное дробление куска до фракции -50 мм</p> <p>Кварцит из поступившей технологической тары при помощи кувалды и наковальни из нержавеющей стали подробить вручную, визуально отобрать суперкварцит фракционного состава +10 -50 мм.</p> <p>Загрузить в технологическую тару № 1 для кондиционного кварцита суперкварцит фракционного состава +10 -50 мм в куске, завесить загрузку кварцита на весах Sprint ST-TCS-100 и сделав соответствующую запись в сопроводительном документе ф.1 передать технологическую тару с рабочей фракцией суперкварцита и сопроводительный документ ф.1 на операцию "Промывка куска".</p>			Наименование показателя	Показатели	Тип материала	Суперкварцит	Фракционный состав	+50 -300 мм
Наименование показателя	Показатели											
Тип материала	Суперкварцит											
Фракционный состав	+50 -300 мм											
				ТИ	Технологическая Инструкция.боск	V 1.1						

							12
							ТИ 003 ИГХ
							<p>Загрузить в технологическую тару № 1 для некондиционного кварцита фракцию -10 мм, взвесить загрузку кварцита на весах Sprint ST-TCS-100 и, сделав соответствующую запись в сопроводительном документе ф.1 вывести некондиционный кварцит на место сбора и утилизации некондиционного кварцевого сырья.</p>
							<p>Промывка куска</p> <p>С помощью аппарата мойки высокого давления Bosch AQT 37-13 на подготовленном рабочем месте сливной канализацией промыть в технологической таре № 2 кварцит водопроводной водой.</p> <p>Промытый кварцит просушить на открытом воздухе на рабочем месте.</p> <p>Завесить массу сухого кварцита рабочей фракции на весах Sprint ST-TCS-100 и, сделав соответствующую запись в сопроводительном документе ф.1 передать технологическую тару № 2 с рабочей фракцией суперкварцита и сопроводительный документ ф.1 на операцию "Дробление куска".</p>
							<p>Дробление куска до фракции -25 мм</p> <p>Установить на лабораторной щековой дробилке с карбид-вольфрамовыми щеками «Pulverisette 1» рабочий зазор щек 25 мм и подробить кварцит в куске.</p> <p>Загрузить дробленый кварцит в технологическую тару № 1, взвесить на весах Sprint ST-TCS-100 и, сделав соответствующую запись в сопроводительном документе ф.1 передать технологическую тару с рабочей фракцией суперкварцита и сопроводительный документ ф.1 на операцию "Классификация куска фракции +5 -25 мм".</p>
							<p>Классификация куска фракции +5 -25 мм</p> <p>В полученном после дробления на щековой дробилке кварците фракцией -25 мм отделить на ручном классификаторе с набором пластиковых сит 5*5мм фракцию -5 мм.</p> <p>Загрузить рабочую фракцию кварцита +5 -25 мм в технологическую тару № 1 для кондиционного материала, взвесить загрузку кварцита на весах Sprint ST-TCS-100 и, сделав соответствующую запись в сопроводительном</p>
						ТИ	<p>Технологическая Инструкция.docx</p> <p>V 1.1</p>

							13
							ТИ 003 ИГХ
							<p>документе ф.1 передать технологическую тару с рабочей фракцией суперкварцита и сопроводительный документ ф.1 на операцию "Химическое травление куска".</p> <p>Загрузить в технологическую тару № 1 для некондиционного кварцита фракцию -5 мм, завесить на весах Sprint ST-TCS-100 и, сделав соответствующую запись в сопроводительном документе ф.1 вывести некондиционный кварцит на место сбора и утилизации некондиционного кварцевого сырья.</p>
							<p>Химическое травление куска</p> <p>Установить в вытяжной шкаф пропиленовые ведра Jet 110 в количестве пяти единиц.</p> <p>Залить в ведро 1 – бидистиллят в объеме 5 л</p> <p>Используя 3,5 л бидистиллята и 1,5 л HCl подготовить в ведре 2 рабочий раствор № 1 в объеме 5 л.</p> <p>Залить в ведра 3 - 5 бидистиллят в объеме 5 л каждое.</p> <p>Загрузить в перфорированное полипропиленовое ведро Jet 56 объемом 5л кварцит массой 5 кг фракции +5 -25 мм и сделать соответствующую запись в сопроводительном документе по форме 2 (далее ф.2 – Приложение Б) об образовании технологической партии химического травления куска для дальнейшего контроля над процессом.</p> <p>В случае образования при формировании технологических партий химического травления куска в текущей выборке остатка кварцита рабочей фракции массой менее 5 кг завесить остаток на весах Sprint ST-TCS-100 и, сделав соответствующую запись в сопроводительный документ ф.2 вернуть перфорированное ведро в начало текущей операции для загрузки кварцитом следующей выборки.</p> <p>Сопроводительные документы:</p> <p>ф.1 передать на операцию 4.15;</p> <p>ф.2 использовать далее для контроля процессов ТИ.</p> <p>Промыть в первом ведре подготовленный кварцит методом 5^{ти} кратного окунания перфорированного ведра Jet 56.</p> <p>Поднять перфорированное ведро с кварцитом в верхнее положение и выдержать до полного слива остатков воды.</p>
						ТИ	<p>Технологическая Инструкция.docx</p> <p>V 1.1</p>

							14
							ТИ 003 ИГХ
							<p>После слива воды поместить перфорированное полипропиленовое ведро с кварцитом в емкость 2.</p> <p>Промыть кварцит во втором ведре методом 5^м кратного окунания перфорированного ведра Jet 56 каждые 10 минут в течение 1 часа.</p> <p>После последнего погружения поднятое перфорированное ведро с кварцитом выдержать в верхнем положении до полного слива остатков рабочего раствора.</p> <p>Последовательно промыть 5^м кратным окунанием кварцит в емкостях 3-5.</p> <p>После завершения промывки кварцита бидистиллятом проверить в емкости 5 оставшийся раствор универсальной индикаторной бумагой. В случае pH менее 6 повторить операцию в емкости 5, предварительно залив в нее свежий бидистиллят в объеме 5 литров.</p> <p>После 4^к кратного использования рабочего раствора №1 передать рабочий раствор в ведре Jet 110 с закрытой крышкой на нейтрализацию.</p> <p>Высыпать промытый кварцит из перфорированного ведра Jet 56 на сито из винипласта для обезвоживания куска с диаметром отверстий 4 мм для удаления остатков воды. Влажный концентрат пересыпать в полипропиленовое ведро Jet 110 и передать вместе с сопроводительным документом ф.2 на операцию "Сушка кварцита в куске".</p>
							<p>Сушка куска</p> <p>Загрузить технологическую партию увлажненного кварцита из ведра Jet 110 в лабораторный макет установки сушки и сушить при температуре не менее 50С в течение 20 минут.</p> <p>Выгрузить сухой кварцит из установки сушки в ведро Jet 110 завесить на весах Sprint ST-TCS-100 и, сделав соответствующую запись в сопроводительный документ ф.2 передать кварцит с сопроводительным документом ф.2 на операцию "Термодробление кварцита в куске".</p>
							<p>Термодробление кварцита в куске</p> <p>Загрузить кварцит в куске в макет печи термодробления периодического действия, равномерно распределив кусок по горизонтальной</p>
						ТИ	<p>Технологическая Инструкция.docx</p> <p>V 1.1</p>

							15
							ТИ 003 ИГХ
							поверхности до заполнения 2/3 объема рабочего пространства печи с помощью прутка из нержавеющей стали Ø 5 мм.
							Довести температуру в печи до 850°C и выдержать кварцит при установившейся температуре в течение 30 минут.
							Разгрузить кварцит из печи в ванну термодробления из нержавеющей стали с бидистиллятом при температуре не выше 25°C.
							Проверку температуры вести с помощью термометра СП-2 К.
							После 5 [™] кратного использования бидистиллята или при повышении температуры выше заданного п. 6.9.3. значения заменить бидистиллят в ванне термодробления.
							Загрузить технологическую партию кварцита после термодробления в полипропиленовое ведро Jet 110 с крышкой и во влажном состоянии и вместе с сопроводительным документом ф.2 передать на операцию "Сушка кварцита после термодробления".
							Сушка кварцита после термодробления
							Загрузить технологическую партию кварцита из полипропиленового ведра Jet 110 в лабораторный макет установки сушки куска и сушить при температуре не менее 50°C в течение 20 минут.
							Проверку температуры вести с помощью термометра СП-2 К.
							Загрузить высушенный кусок в полипропиленовое ведро Jet 110 с крышкой, повесить на весах Штрих АС 15-2.5 и сделав соответствующую запись в сопроводительный документ ф.2 передать кварцит с сопроводительным документом ф.2 на операцию "Истирание кварцита".
							Истирание кварцита
							Загрузить кварцит из полипропиленового ведра Jet 110 в механическую ступку (кварц) «Pulverisette 2», измельчить распадающийся после термодробления кусок кварцита до фракции -450µ.
							Загрузить истертый кварцит в полипропиленовое ведро Jet 110 с крышкой и с сопроводительным документом ф.2 передать на операцию "Классификация крупки" фракции +174µ -450µ".
						ТИ	Технологическая Инструкция.docx
							V 1.1

							16
							ТИ 003 ИГХ
				<p>Классификация крупки фракции +174 -450μ</p> <p>Провести последовательно на ручном классификаторе с капроновыми ситами с размером ячейки 174μ и 450μ классификацию кварцита в куске с выделением рабочей фракции +174μ -450μ.</p> <p>Оставшуюся в процессе классификации на сите фракцию +450μ истереть в механической ступке до фракции - 450μ и провести повторную классификацию аналогично п.4.11.1.</p> <p>После полной переработки технологической партии кварцита загрузить рабочую фракцию крупки +174 -450μ в полипропиленовое ведро Jet 110 с крышкой для кондиционного материала, завесить на весах Sprint ST-TCS-100 и сделав соответствующую запись в сопроводительном документе ф.2 передать с сопроводительным документом ф.2 на операцию " Химическое обогащение крупки".</p> <p>Загрузить фракцию крупки -174μ в полипропиленовое ведро Jet 110 с крышкой для некондиционного материала, завесить на весах Sprint ST-TCS-100 и сделав соответствующую запись в сопроводительном документе ф.2 вывести некондиционную крупку на место сбора и утилизации некондиционного кварцевого сырья.</p>			
				<p>Химическое обогащение крупки</p> <p>Залить в приемную емкость рабочего раствора макета установки химобогащения кварцевого концентрата рабочий раствор №2 в составе: 8,4 л бидистиллята; 6,7 л HCl; 0,9 л HF.</p> <p>Включив циркуляционный насос ALMATEC E083T заполнить реактор макета установки химобогащения подогретым на водяной бане до температуры 70°C рабочим раствором.</p> <p>Проверку температуры воды в водяной бане вести с помощью термометра СП-2 К.</p> <p>После заполнения реактора рабочим раствором №2 остановить насос и засыпав в реактор $3,2 \pm 0,1$кг рабочей фракции крупки сделать соответствующие записи в сопроводительном документе по форме 3 (далее ф.3 – Приложение В) о порядковом номере выборки, о массе и порядковом номере загрузки для дальнейшего контроля над процессом.</p>			
				ТИ		Технологическая Инструкция.docx	V 1.1

						17
						ТИ 003 ИГХ
					<p>В случае образования при загрузке реактора в полипропиленовом ведре Jet 110 с крышкой остатка рабочей фракции крупки массой менее 3,2 кг остаток завесить на весах Sprint ST-TCS-100 и сделав соответствующую запись в сопроводительном документе ф.3 использовать для следующей загрузки реактора крупкой в пределах текущей выборки.</p> <p>В случае образования в текущей выборке остатка крупки массой менее 3,2 кг завесить остаток на весах Sprint ST-TCS-100 и, сделав соответствующую запись в сопроводительный документ ф.3 использовать остаток для следующей загрузки реактора крупкой в следующей выборке.</p> <p>Сопроводительные документы:</p> <p>ф.2 передать на операцию 4.15;</p> <p>ф.3 использовать далее для контроля процессов</p> <p>Включить насос и подобрать скорость подачи рабочего раствора циркуляционным насосом до возникновения на поверхности крупки эффекта "кипящего слоя" и промыть крупку в этом режиме в течение 120 мин.</p> <p>По истечению времени промывки слить рабочий раствор из реактора в приемную емкость рабочего раствора на макете установки химвобогащения и включить подачу в реактор деионизированной воды.</p> <p>Промыть крупку деионизированной водой до pH не менее 6 на сливе воды из макета установки.</p> <p>Выгрузить из реактора макета установки химвобогащения крупку в полипропиленовое ведро Jet 110 с крышкой и вместе с сопроводительным документом ф.3 передать на операцию "Сушка кварцевого концентрата".</p> <p>После 5^{ти} кратного использования рабочего раствора №2 перекачать рабочий раствор в технологическую емкость и передать ее на нейтрализацию.</p>	
					<p>Сушка кварцевой крупки</p> <p>Загрузить кварцевую крупку из полипропиленового ведра Jet 110 с крышкой в лабораторный макет установки сушки и просушить при температуре не менее 50°C в течение 120 минут.</p> <p>Допускается сушку кварцевой крупки проводить в вакуумном сушильном шкафу.</p> <p>Выгрузить крупку из лабораторного макета установки сушки (вакуумного сушильного шкафа) в полипропиленовое ведро Jet 110, завесить</p>	
					ТИ	<p>Технологическая Инструкция.docx</p> <p>V 1.1</p>

					18
					ТИ 003 ИГХ
				на весах Sprint ST-TCS-100 и сделав соответствующую запись в сопроводительном документе ф.3 передать крупку с сопроводительным документом ф.3 на операцию "Отбор и подготовка контрольных проб".	
				Отбор и подготовка контрольных проб	
				<p>После накопления 4* ведер крупки на рабочем месте по подготовке и упаковке товарной партии из каждого ведра Jet 110 отобрать в 4 полипропиленовые пробирки контрольные технологические пробы крупки массой 50 г каждая. Каждую пробирку соответственно промаркировать кодом А/В/С, где:</p> <p>А – порядковый выборки;</p> <p>В – порядковый номер загрузки реактора установки химического обогащения крупки в выборке;</p> <p>С – порядковый номер группы из накопленных 4 ведер крупки на рабочем месте по подготовке и упаковке товарной партии в выборке.</p> <p>После маркировки пробирок, сделав соответствующую запись в сопроводительном документе ф.3 передать ведра на операцию "Упаковка и маркировка".</p> <p>Для подготовки контрольных проб к контролю качества кварцевого концентрата на соответствие требованиям ТУ 5726-001-03533702-2014, крупку из каждой пробирки сгруппированных последовательно 5 групп объединить и тщательно смешать. Сформированную пробу общей массой не менее 1,0 кг методом квартования разделить на 2 равные части. Одну часть разделить пополам и образовать – контрольную пробу и дубликат контрольной пробы. Вторую часть передать на операцию Упаковка и маркировка"</p> <p>Контрольную пробу крупки передать в аналитический отдел ИГХ СО РАН для контроля качества кварцевого концентрата на соответствие требованиям ТУ 5726-001-03533702-2014.</p> <p>Дубликат контрольной пробы упаковывать в полиэтиленовый мешок, маркировать, опечатать и хранить в течение 6 месяцев на случай контрольных испытаний.</p>	
				ТИ	Технологическая Инструкция.docx V 1.1

							19
							ТИ 003 ИГХ
						<p>Контроль качества кварцевого концентрата</p> <p>Контроль качества кварцевого концентрата провести в аналитическом отделе ИГХ СО РАН используя контрольные пробы, отобранные в соответствии с п.4.14.2.</p> <p>По частным результатам, полученным в соответствии с п.6.15.1 определить среднеарифметическое значение на всю отгружаемую партию, установить ее соответствие ТУ 5726-001-03533702-2014 и с учетом данных сопроводительных документов по ф.1 ÷ ф.3 заполнить сопроводительный документ по форме 4 (далее ф.4 – Приложение Г). Передать ф.4 на операцию "Упаковка и маркировка" для дальнейшего оформления.</p>	
						<p>Упаковка и маркировка</p> <p>Засыпать крупку из подготовленных четырех ведер и поступившую с операции 4.14.3 в установленный на весах Штрих АС 15-2.5 первый упаковочный полиэтиленовый пакет размером 310 мм*445 мм ±150μ (далее упаковка), и доведя массу крупки в пакете до 10 ±0,1 кг используя, настольный ручной импульсный запайщик пакетов пакет заварить.</p> <p>Заваренный полиэтиленовый пакет поместить во второй полиэтиленовый пакет 400* 550 мм ±150μ, вложив в него бирку по форме 3 (Приложение Д). Второй пакет заварить аналогично п.5.1.</p> <p>После поступления на операцию "Упаковка и маркировка" последнего пакета из текущей партии кварцевых концентратов, подготовленные пакеты упаковать в коробки из твердого картона или полипропиленовые мешки массой нетто не более 50 кг.</p> <p>При использовании картонных коробок наружную поверхность каждой коробки маркировать устойчивой к внешним воздействиям краской в соответствии с п.3.2. ТУ 5726-001-03533702-2014.</p> <p>При использовании полипропиленовых мешков на каждом мешке закрепить табличку с данными аналогичными п.5.1.5.</p> <p>В каждое упаковочное место вложить дубликат сертификата с указанием данных предусмотренных п.3.1. ТУ 5726-001-03533702-2014.</p>	
						ТИ	<p>Технологическая Инструкция.docx</p> <p>V 1.1</p>

21

ТИ 003 ИГХ

Приложение А
(обязательное)
Сопроводительный документ (Форма 1)

Месторождение "Бурал-Сарьдаг"

Парадковый номер выборки _____

Масса выборки, кг _____

№ операции ТИ	Наименование операции ТИ	масса жёста, кг	ФИО	Подпись	Дата
4.2.1	Заксита массу рабочей фракции суперкварцит +10 -50 мм после ручного дробления				
4.2.2	Заксита массу ископаемого кварцита фракции -10 мм				
4.3.1	Заксита массу сухого кварцита рабочей фракции после промывки и сушки				
4.4.1	Заксита массу дроблённого кварцита фракции -15мм				
4.5.1	Заксита массу рабочей фракции суперкварцит -5 -25 мм после классификации				
4.5.2	Заксита массу ископаемого кварцита фракции -5 мм				

ТИ

Технологическая Инструкция.docx

V 1.1

22

ТИ 003 ИГХ

Приложение Б
(обязательное)

Сопроводительный документ (Форма 2)

Месторождение "Бурал-Сарьдаг"

Порядковый номер выборки _____

Порядковый номер технологической партии химического травления куска _____

Масса технологической партии химического травления куска, кг _____

Остаток кварцита, не вошедший в технологическую партию предыдущей выборки, кг _____

№ операции ТИ	Наименование работы	масса нетто, кг	ФИО	Подпись	Дата
4.6.5	Завесить массу кварцита технологической партии химического травления куска				
4.6.6	Завесить остаток кварцита, не вошедшего в технологическую партию текущей выборки				
4.7.2	Завесить массу кварцита после операции сушки куска перед термодроблением				
4.9.1	Завесить массу кварцита после операции термодробления куска				
4.11.3	Завесить массу крупной фракции +174 - 450 μ после классификации				
4.11.4	Завесить массу крупной фракции -174 μ после классификации				

ТИ

Технологическая Инструкция. доск

V 1.1

23

ТИ 003 ИТХ

Приложение В
(обязательное)

Сопроводительный документ (Форма 3)

Месторождение "Бурал-Сарьдаг"

Порядковый номер загрузки реактора установки химического обогащения крупки в выборке _____
 Порядковый номер выборки _____
 Масса технологической загрузки реактора установки химического обогащения крупки, кг _____
 Масса остатка крупки, не вошедшей в технологические загрузки предыдущей выборки, кг _____

№ операции ТИ	Наименование работы	масса жетте, кг	ФМО	Подпись	Дата
4.12.3	Завесить массу крупки технологической загрузки реактора установки химического обогащения крупки				
4.12.4	Завесить массу остатка крупки текущей загрузки, не вошедшей в загрузку реактора установки химического обогащения крупки				
4.12.5	Завесить массу остатка крупки не вошедшей в загрузку реактора установки химического обогащения крупки в текущей выборке				
4.13.1	Завесить массу крупки после операции сушки				
4.14.1	Отобрать в пробирку и промаркировать контрольному пробу кварцита				

ТИ

Технологическая Инструкция.docx

V 1.1

					24
					ТИ 003 ИГХ
					Приложение Г (обязательное) Сопроводительный документ (Форма 4)
				Наименование предприятия-поставщика	ИГХ СО РАН
				Адрес предприятия-поставщика;	664033, г Иркутск, ул. Фаворского 1а
				наименование месторождения	"Бурал-Сарьдаг"
				наименование продукции (ТУ)	Кварцевая кружка (ТУ 5726-001-03533702-2014)
				номер товарной партии,	1
				масса товарной партии, кг	150
				количество единиц упаковки	6
				дата отправки	05.09.2014
				штамп ОТК (подпись лица, ответственного за качество кружки)	
				Гранулометрия	
				Массовая доля химических примесей по элементам % не более	
				железо	0,004
				алюминий	0,005
				магний	0,001
				титан	0,001
				кальций	0,001
				натрий	0,005
				калий	0,005
				марганец	0,001
				медь	0,001
				литий	0,0004
				ТИ	Технологическая Инструкция. доск
					V 1.1

			25
			ТИ 003 ИТХ
			Приложение Д (обязательное) Сопроводительный документ (Форма 4)
			Бирка Размеры бирки – 85 x 40 миллиметров Надпись: Шрифт - Times New Roman Размер кегля – 28 Выравнивание – по центру Интервал – одинарный Содержание – «кварцевый концентрат» с новой строки – «Vn» где n – порядковый номер упаковки
			 <p>кварцевый концентрат Vn</p> <p>85 мм</p> <p>40 мм</p>
ТИ		Технологическая Инструкция.docx	V 1.1

**Лаборатория радиационного контроля
филиала «Сибирский территориальный округ»
федерального государственного унитарного предприятия
«Федеральный экологический оператор»**

Юридический адрес: 664022, г. Иркутск, ул.6-я Советская, 20
т.+7 3952 487520 (вн.7118), e-mail: YV.Krivorotova@rosfeo.ru

Аттестат аккредитации
РОСС RU.0001.21PC53



УТВЕРЖДАЮ

Начальник службы РБ-начальник
лаборатории, к.ф.-м.п.

Криворотова В.В.

м.п.

«27» января 2021 г.

ПРОТОКОЛ ИЗМЕРЕНИЙ

№ 2Р

от 27 января 2021 г.

Наименование и контактные данные Заказчика: ИГХ СО РАН, 664033, г. Иркутск, ул. Фаворского, д. 1-а, т.8-950-061-59-17, tover2808@yandex.ru

Место осуществления лабораторной деятельности: г. Иркутск, ул.6-я Советская, 20

Объект испытаний: два образца кварцита Восточного Саяна (суперкварцит), фракция+100-450 мкм (отобраны Заказчиком).

Дата получения образца(ов): 19 января 2021 г.

Дата осуществления лабораторной деятельности: 19-27 января 2021 г.

Измеряемая величина: удельная активность радионуклидов.

Средства измерения и вспомогательное оборудование:

1	Спектрометр энергий гамма-излучений полупроводниковый «Гамма-ПП» №0047-09. Поверен ЗАО «НПЦ «АСПЕКТ». Свидетельство о поверке № 1220. Действительно до 27.08.2021 г.
2	Термогигрометр «Ива-6Н-Д», № 46434-11 в СИ ФИФ ОЕИ; заводской № 2Е65. Поверен ФБУ «Иркутский ЦСМ»; свидетельство о поверке № 654-2117; срок действия до 8.11.2021.
3	Дозиметр ДКГ-02У «Арбитр», № 19063-99 в СИ ФИФ ОЕИ; заводской № 5712. Поверен Филиалом «ЮТО» ФГУП «РосРАО»; свидетельство о поверке № 0099/20; срок действия до 22.03.2021.

Методика измерений: «Активность радионуклидов в счётных образцах. Методика измерений на гамма-спектрометрах с использованием программного обеспечения «SpectraLine». Свидетельство аттестации №43151.4Б207/01.00294-2010.

Нормативные документы:

1	СанПиН 2.6.1.2523-09 «Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009)».
---	---

Особые условия испытаний: температура воздуха 23°C, относительная влажность воздуха 23 %, атмосферное давление 976 гПа, внешний гамма-фон 0,11 мкЗв/час.



Результаты, представленные ниже в таблице, относятся только к объектам, прошедшим испытания, указанные в настоящем протоколе.

Таблица 1. Результаты испытаний/измерений.

Проба	Удельная активность, Бк/кг		
	^{46}K	^{226}Ra	^{232}Th
из банки	<6,4	<0,21	0,44±0,18
из пакета	<5,6	0,35±0,21	0,36±0,16

Мнения и интерпретации:

В соответствии с п. 5.3.4. СанПиН 2.6.1.2523-09, объекты испытаний по радиационному признаку относятся к I классу материалов (эффективная удельная активность менее 370 Бк/кг).

Специалист спектрометрист



Цуркин М.Ю.

