

Научная статья  
УДК 622.343,4:661.882  
doi:10.37614/2949-1215.2025.16.1.029

## ПИЛОТНЫЕ ИСПЫТАНИЯ ТЕХНОЛОГИИ АЗОТНОКИСЛОТНОЙ ПЕРЕРАБОТКИ ПЕРОВСКИТОВОГО КОНЦЕНТРАТА С ПОЛУЧЕНИЕМ ТЕХНИЧЕСКОГО ДИОКСИДА ТИТАНА

**Лидия Георгиевна Герасимова<sup>1</sup>, Екатерина Сергеевна Щукина<sup>2</sup>,  
Анатолий Григорьевич Артеменков<sup>3</sup>, Анатолий Иванович Николаев<sup>4</sup>**

<sup>1–4</sup>Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья имени  
И. В. Тананаева Кольского научного центра Российской академии наук, Апатиты, Россия

<sup>1</sup>[l.gerasimova@ksc.ru](mailto:l.gerasimova@ksc.ru), <http://orcid.org/0000-0002-7609-4651>

<sup>2</sup>[e.shchukinal@ksc.ru](mailto:e.shchukinal@ksc.ru), <http://orcid.org/0000-0002-1018-0012>

<sup>3</sup>[a.artemenkov@ksc.ru](mailto:a.artemenkov@ksc.ru), <http://orcid.org/0000-0002-8428-0833>

<sup>4</sup>[a.nikolaev@ksc.ru](mailto:a.nikolaev@ksc.ru), <http://orcid.org/0000-0002-9457-7761>

### Аннотация

Перовскитовый концентрат (ПК) содержит такие ценные компоненты, как титан, ниобий, тантал, редкоземельные элементы (около 55 % по оксидам). Нежелательной примесью в ПК являются радиоактивные компоненты (РАК), которые являются одним из основных препятствий в продвижении технологии к промышленному внедрению. Как показывают многочисленные исследования эффективно отделить РАК можно при взаимодействии ПК с азотной кислотой. В жидкую фазу вместе с торием переходят оксиды редкоземельных элементов, кальций, а титан, ниобий и тантал образуют твердую фазу. Азотнокислотную обработку, на наш взгляд, целесообразно проводить в автоклаве, условия которого обеспечивают формирование титано-редкометалльного кристаллического осадка, содержащего преимущественно рутил, являющегося прекурсором, который эффективно используется в хлоридной технологии титанового и титано-редкометалльного сырья с получением металлического титана и редкометаллических соединений.

### Ключевые слова:

перовскитовый концентрат, редкоземельные элементы, радиоактивные элементы, азотнокислотное разложение, диоксид титана

### Благодарности:

статья выполнена при поддержке федерального бюджета по теме государственного задания Института химии и технологии редких элементов и минерального сырья имени И. В. Тананаева Кольского научного центра Российской академии наук № FMEZ-2025-0056.

### Финансирование:

государственное задание по теме НИР № FMEZ-2025-0056.

### Для цитирования:

Пилотные испытания технологии азотнокислотной переработки перовскитового концентрата с получением технического диоксида титана / Л. Г. Герасимова [и др.] // Труды Кольского научного центра РАН. Серия: Технические науки. 2025. Т. 16. № 1. С. 160–166. doi:10.37614/2949-1215.2025.16.1.029.

Original article

## PILOT TESTS OF THE TECHNOLOGY OF NITRIC ACID PROCESSING OF PEROVSKITE CONCENTRATE TO PRODUCE TECHNICAL TITANIUM DIOXIDE

**Lidia G. Gerasimova<sup>1</sup>, Ekaterina S. Shchukina<sup>2</sup>, Anatoly G. Artemenkov<sup>3</sup>, Anatoly I. Nikolaev<sup>4</sup>**

<sup>1–4</sup>Tananaev Institute of Chemistry—Subdivision of the Federal Research Centre “Kola Science Centre of the Russian Academy of Sciences”, Apatity, Russia

<sup>1</sup>[l.gerasimova@ksc.ru](mailto:l.gerasimova@ksc.ru), <http://orcid.org/0000-0002-7609-4651>

<sup>2</sup>[e.shchukinal@ksc.ru](mailto:e.shchukinal@ksc.ru), <http://orcid.org/0000-0002-1018-0012>

<sup>3</sup>[a.artemenkov@ksc.ru](mailto:a.artemenkov@ksc.ru), <http://orcid.org/0000-0002-8428-0833>

<sup>4</sup>[a.nikolaev@ksc.ru](mailto:a.nikolaev@ksc.ru), <http://orcid.org/0000-0002-9457-7761>

### Abstract

Perovskite concentrate (PC) contains such valuable components as titanium, niobium, tantalum, and rare earth elements (about 55 % by oxides). An undesirable impurity in PC is radioactive components (RAC) which are one of the main obstacles in advancing the technology to industrial implementation. As numerous studies show, RAC can be effectively separated by the interaction of PC with nitric acid. Oxides of rare earth elements, calcium, and titanium, niobium, and tantalum form the solid phase together with thorium. In our opinion, nitric acid treatment should be carried out in an autoclave. Its conditions ensure the formation of a crystalline precipitate of titanium,

a rare metal. This precipitate primarily contains rutile. Rutile is a precursor and is effectively used in chloride technology for titanium and titanium-rare metal raw materials to produce metallic titanium and rare metal compounds.

**Keywords:**

perovskite concentrate, rare earth elements, radioactive elements, nitric acid decomposition, titanium dioxide

**Acknowledgments:**

The article was prepared with the support of the federal budget topic of the state assignment for Tananaev Institute of Chemistry—Subdivision of the Federal Research Centre “Kola Science Centre of the Russian Academy of Sciences” No FMEZ-2025-0056.

**Funding:**

The state assignment on the topic of research No. FMEZ-2025-0056.

**For citation:**

Pilot tests of the technology of nitric acid processing of perovskite concentrate to produce technical titanium dioxide / L. G. Gerasimova [et al.] // Transactions of the Kola Science Centre of RAS. Series: Engineering Sciences. 2025. Vol. 16, No. 1. P. 160–166. doi:10.37614/2949-1215.2025.16.1.029.

**Введение**

Перовскитовый концентрат относится к нетрадиционному титано-редкометалльному сырью, который уже на протяжении нескольких десятков лет находится под пристальным вниманием исследователей и практиков. Теоретический химический состав минерала перовскит  $\text{CaTiO}_3$  представлен оксидами титана и кальция, мас. %:  $\text{TiO}_2$  — 58,9,  $\text{CaO}$  — 41,0. Чистые разновидности минерала встречаются редко. Для перовскита характерен в сильной степени изоморфизм, и его состав изменчив в различных массивах Кольского полуострова [1; 2].

В 1930-ые гг. в южной части Кольского полуострова было открыто месторождение перовскит-титаномагнетитовых руд, которое расположено в 1,5 км от железнодорожной станции Африканда на берегу оз. Имандра. В настоящее время по северной границе Африкандского массива проходят железная дорога и высоковольтные ЛЭП. Энергоснабжение осуществляется от ГЭС «Нива-2» и Кольской АЭС. На базе месторождения в 1950-х гг. был построен рабочий поселок на 2 тыс. жителей и обогатительная фабрика (ныне бездействующая). Поселок соединен автодорогой с г. Полярные Зори, рядом с которым проходит автомагистраль Мурманск — Санкт-Петербург.

Интерес инвесторов к месторождению обусловлен современными потребностями отечественной промышленности в стратегических металлах и продуктах на их основе, которые смогут быть получены при его переработке.

**Методика экспериментов**

Объектом исследования служил перовскитовый концентрат, выделенный из руды Африкандского месторождения следующего основного состава, мас. %:  $\text{TiO}_2$  — 48,75,  $\text{CaO}$  — 37,3,  $\text{Fe}_{\text{общ}}$  — 2,65,  $\text{P}_2\text{O}_5$  — 3,1,  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  — 0,92,  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  — 0,11,  $\text{ThO}_2$  — 0,07, а также примеси Al, Mg, Si.

Методика экспериментов заключалась в следующем. В автоклав заливается расчетное количество воды, включается мешалка (число оборотов — 55 об/мин) и постепенно добавляется концентрированная азотная кислота из расчета достижения ее концентрации 45 %  $\text{HNO}_3$ . Далее включается обогрев реактора и в азотнокислотный раствор постепенно загружается ПК в количестве 5 кг. Конечное соотношение массы ПК к объему введенной кислоты составляет  $T:V_{\text{ж}} = 1:3,5\text{--}4$ . Общий объем суспензии в автоклаве — 17–19 л. Максимальная температура процесса — 160–170 °С, давление — 9–11 атм. Продолжительность выдержки реакционной массы при указанной температуре течение 5–6 ч. По истечении заданного времени суспензию в реакторе охлаждали, пропуская холодную воду через змеевик, который находится внутри реактора, после чего проводили фильтрование ее на нутч-филт্রে через слой фильтроткани. После образования на фильтре плотного слоя осадка сливали фильтрат, а далее подавали расчетное количество воды ( $T:V_{\text{воды}} = 1:0,5$ , где  $T$  — исходный вес ПК) и осадок отмывали от азотнокислотного маточника. После анализа жидких фаз фильтрат и промыву (ПВ) смешивали — раствор для дальнейшей переработки в комплексной схеме ПК. Из промытого осадка гидроциклонированием (ГЦ) отделяли минеральную темноцветную фракцию (тяжелая фракция). Суспензию тонкой фракции фильтровали на нутч-филт্রে, отделяли осадок, который подвергали термообработке в проволочной печи типа СНОЛ примерно при температуре 800 °С с получением конечного продукта.

## Результаты и обсуждение

Было проведено три эксперимента по разложению ПК при повышенном давлении и температуре (оп. 1–3, табл. 1), а также один (оп. 4) при температуре 112–114 °С и соответственно при невысоком давлении — 2 атм (имитация атмосферных условий).

Условия и результаты экспериментов приведены в табл. 1 и 2.

Таблица 1

Условия экспериментов (44–45 % HNO<sub>3</sub>)

| № | ПК, кг | T:V <sub>ж</sub> | T, °С, нач. | T, °С опыта | Время нагрева | P, атм макс | Продолжительность опыта, ч |
|---|--------|------------------|-------------|-------------|---------------|-------------|----------------------------|
| 1 | 5      | 1:3.5            | 45          | 170         | 1ч 15м        | 11,8        | 5                          |
| 2 | 5      | 1:3.5            | 25          | 160         | 1ч 25мин      | 11,7        | 6                          |
| 3 | 5      | 1:4              | 40          | 160         | 1ч 20 мин     | 11,2        | 5                          |
| 4 | 5      | 1:3.5            | 35          | 114         | 1 ч           | 2,5         | 24                         |

Таблица 2

Результаты экспериментов

| № | V <sub>ф-та</sub> , л : TiO <sub>2</sub> , г/л, HNO <sub>3</sub> г/л | V <sub>пв</sub> , л: TiO <sub>2</sub> г/л, HNO <sub>3</sub> г/л | V <sub>общ</sub> , л | ос-1, после ПВ, кг | ос-2, после ГЦ, кг | T прок., °С | ос-к (прок.), кг |
|---|----------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------|----------------------|--------------------|--------------------|-------------|------------------|
| 1 | 12,3<br>1,54; 400,2                                                  | 9,8<br>1,0; 100,3                                               | 22,1                 | 4,02               | 4,9                | 500         | 2,00             |
| 2 | 12,1<br>2,1; 318,4                                                   | 9,8<br>1,5; 189,0                                               | 27,1                 | 5,79               | 5,8                | 500         | 1,78             |
| 3 | 15,8<br>2,0; 296,9                                                   | 13,1<br>1,4; 205,9                                              | 28,9                 | 5,50               | 5,9                | 500         | 1,72             |
| 4 | 12,9<br>26,0; 320,0                                                  | 10,5<br>3,8; 113,2                                              | 23,4                 | 5,93               | 6,0                | —           | 2,05             |

На рисунках 1, 2 приведены дифрактограммы сухих осадков после их промывки водой вначале на фильтре, а затем с помощью гидроциклона. Показано, что с помощью гидроциклона удастся удалить из осадков минеральную фазу и тем самым повысить содержание полезного продукта — диоксида титана.

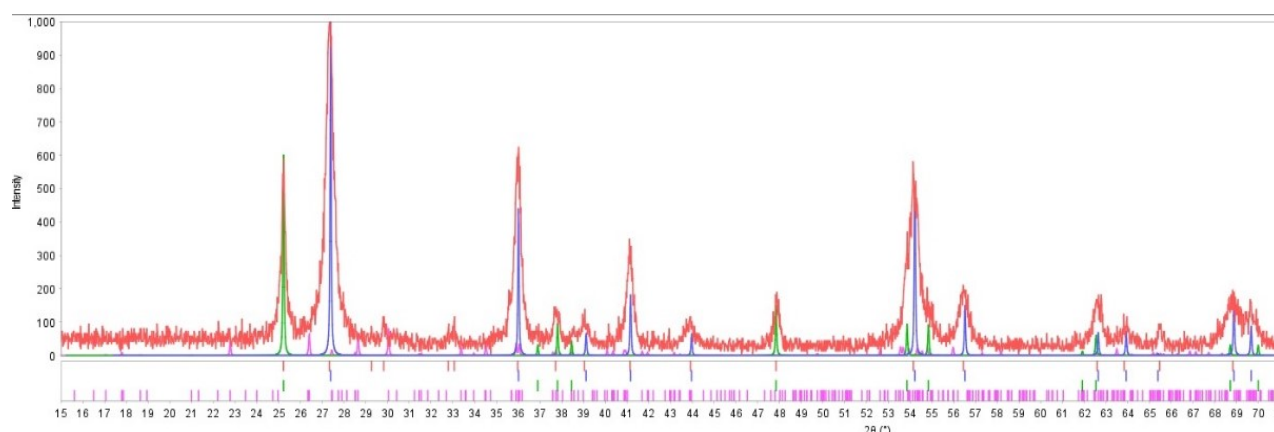
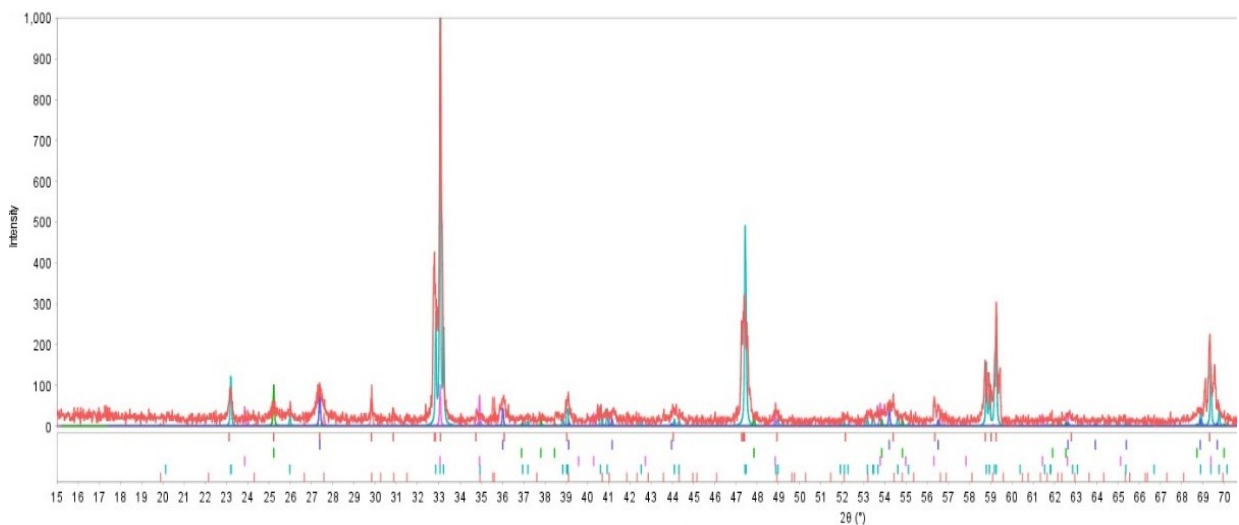


Рис. 1. Дифрактограмма сухого гидратированного осадка: рутил — 63 %; анатаз — 37 % (оп. 2, табл. 1) образец ОЛ



**Рис. 2.** Дифрактограмма сухого минеральный осадка после гидроциклона (оп. 2, табл. 1) образец ОТ: рутил — 5 %; анатаз — 3 %; диопсид — 23 %; перовскит — 58 %.

В таблице 3 приведен химический состав фильтратов и промывки от промывки гидратированного осадка, выделенного при обработке ПК азотной кислотой в автоклаве.

Таблица 3

Химический состав азотнокислотных фильтратов и промывки

| №                   | Жидкая фаза | Содержание компонентов, г/л |      |                                |                                |                                |                                 |                  |                  |
|---------------------|-------------|-----------------------------|------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|------------------|------------------|
|                     |             | TiO <sub>2</sub>            | CaO  | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | ΣTR <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | SiO <sub>2</sub> | HNO <sub>3</sub> |
| Автоклав            |             |                             |      |                                |                                |                                |                                 |                  |                  |
| 1                   | V-1ф        | 0,06                        | 65,9 | 4,70                           | <0,01                          | —                              | 6,11                            | Следы            | 400              |
|                     | V-2ПВ       | Следы                       | 12,5 | 0,96                           | <0,01                          | —                              | 1,38                            | Следы            | 80               |
| 2                   | V-1ф        | 0,05                        | 87,5 | 3,7                            | <0,01                          | —                              | 8,51                            | Следы            | 332              |
|                     | V-2ПВ       | Следы                       | 26,5 | 1,1                            | <0,01                          | —                              | 2,93                            | Следы            | 157              |
| Атмосферные условия |             |                             |      |                                |                                |                                |                                 |                  |                  |
| 4                   | V-1ф        | 0,17                        | 79,0 | 2,07                           | <0,01                          | —                              | 7,89                            | Следы            | 355              |
|                     | V-2пПВ      | Следы                       | 24,6 | 0,70                           | <0,01                          | —                              | 2,61                            | Следы            | 131              |

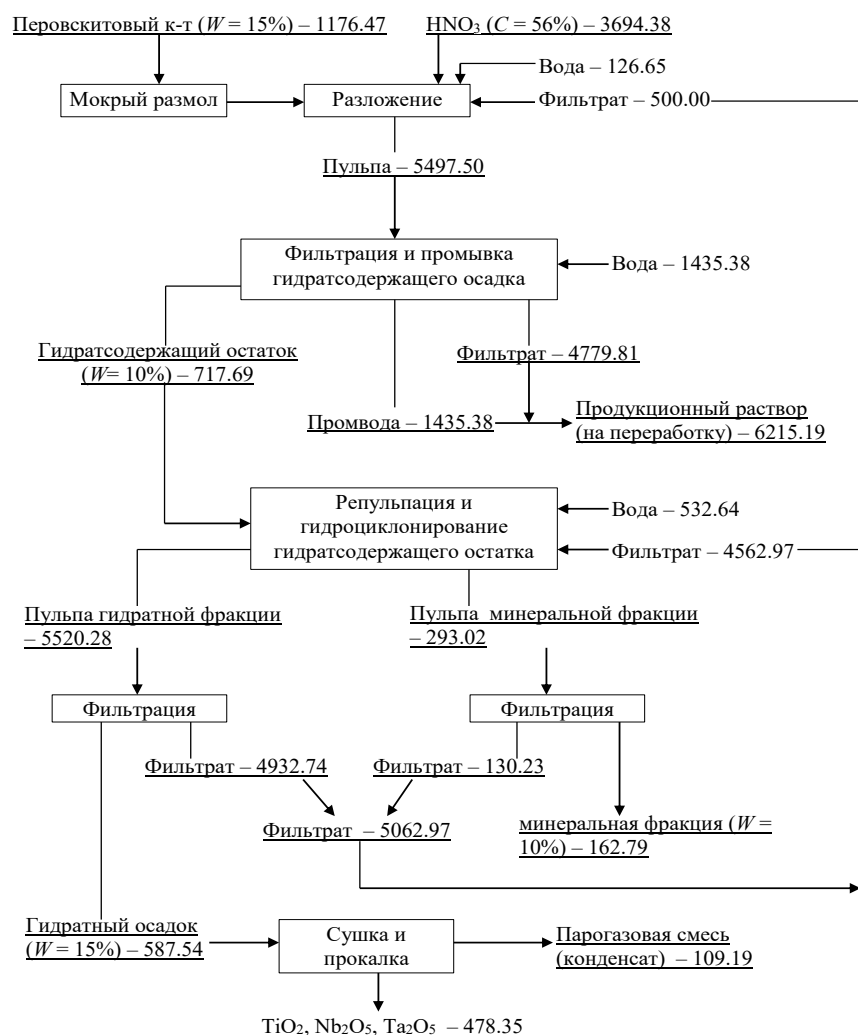
Содержание РЗЭ в фильтратах и промывке представлено в табл. 4.

Таблица 4

Содержание РЗЭ в азотнокислотных жидких фазах, г/л

| № | Жидкая фаза | CeO <sub>2</sub> | La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Pr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | ΣTR <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | ThO <sub>2</sub> |
|---|-------------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|------------------|
| 1 | V-1ф        | 2,92             | 1,67                           | 1,24                           | 0,28                           | 6,11                            | 0,12             |
|   | V-2ПВ       | 0,65             | 0,35                           | 0,26                           | 0,12                           | 1,38                            | 0,040            |
| 2 | V-1ф        | 4,22             | 2,11                           | 1,63                           | 0,55                           | 8,51                            | 0,114            |
|   | V-2ПВ       | 0,26             | 1,33                           | 1,00                           | 0,34                           | 2,93                            | 0,035            |
| 4 | V-1ф        | 3,88             | 2,0                            | 1,50                           | 0,51                           | 7,89                            | 0,15             |
|   | V-2ПВ       | 1,27             | 0,67                           | 0,50                           | 0,17                           | 2,61                            | 0,131            |

На рисунке 3 представлена разработанная схема азотнокислотной переработки перовскитового концентрата.



**Рис. 3.** Технологическая схема азотнокислотной переработки перовскитового концентрата в автоклаве с материальным потоком, кг (на 1000 кг сухого к-та, с оборотами фильтратов репульпации)

Химический состав твердых фаз (минеральных — ОТ и гидратированных — ОЛ), полученных в автоклаве и промытых с помощью гидроциклона, приведен в табл. 5.

Таблица 5

Компонентный состав прокаленных твердых фаз — автоклав (оп. 1 и 2) и твердых фаз, полученных при пониженной температуре (оп. 4)

| № | Твердая фаза | Содержание компонентов, мас. % |                                |                                |                                |                                |                                 |                                |                                 |
|---|--------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|
|   |              | TiO <sub>2</sub>               | CaO                            | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | ΣTR <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | SiO <sub>2</sub>               | MgO, %                          |
| 1 | ОЛ           | 85,9                           | 1,23                           | 6,23                           | 1,22                           | 0,031                          | 0,21                            | 5,78                           | —                               |
| 2 | ОЛ           | 84,2                           | 2,18                           | 5,80                           | 1,26                           | 0,025                          | 0,24                            | 7,59                           | —                               |
| 4 | ОЛ           | 83,0                           | 3,01                           | 6,16                           | 1,22                           | 0,023                          | 0,26                            | 6,41                           | —                               |
|   |              | MgO                            | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | SiO <sub>2</sub>               | CaO                            | TiO <sub>2</sub>               | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>  | Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | ΣTR <sub>2</sub> O <sub>3</sub> |
| 1 | ОТ           | 9,53                           | 9,63                           | 13,10                          | 12,87                          | 50,2                           | 4,22                            | 0,47                           | 0,44                            |
| 2 | ОТ           | 8,50                           | 7,17                           | 14,60                          | 12,43                          | 43,1                           | 4,00                            | 0,34                           | 0,37                            |
| 4 | ОТ           | 9,46                           | 6,33                           | 15,02                          | 14,51                          | 44,6                           | 3,21                            | 0,32                           | 0,27                            |

На рисунке 4 приведены фотографии вакуумного нутч-фильтра и сушильной печи, а также внешний вид получаемого продукта — технического диоксида титана.



**Рис. 4.** Технологическое сопровождение испытаний:

4-1 — фильтрация на нутч-фильтре суспензии после азотнокислотного разложения ПК;  
4-2 — сушка промытого осадка гидроксидов; 4-3 — конечный продукт (технический диоксид титана)

При проведении испытаний переработано 20 кг перовскитового концентрата. Проведено 3 экспериментальных разложения ПК в автоклаве при повышенной температуре 160–170 °С (Р-9-11 атм) и 1 эксперимент при температуре 112–114 °С (Р-2атм).

При этом получено около 6 кг (эксперименты 1–3) прокаленного гидратного продукта (технический диоксид титана). Технологические и механические потери составляют примерно 20 % от исходного в ПК. Также получена партия гидратированного осадка в виде пасты (эксперимент 4) весом 5,5 кг с влажностью 70 %, включая потери при прокаливании (ППП при 800 °С), равные 12 %. Получено около 100 л азотнокислотного раствора, содержащего РЗЭ, который будет переработан с выделением железо-ториевого кека и концентрата РЗЭ.

С учетом полученных данных разработан Технологический регламент для проведения опытно-промышленных испытаний, что позволит уточнить технологические параметры основной стадии азотнокислотной технологии ПК с получением продукта в виде технического диоксида титана (синтетического рутила), который может быть переработан методом хлорирования с получением титана и редкометалльной продукции.

#### Список источников

1. Быховский Л. З., Ремизова Л. И. Возможности обеспечения российской промышленности титановым сырьем // Титан. 2021. № 1 (70). С. 4–14.
2. Соколов С. В., Нечелюстов Г. Н., Быстров И. Г. Перовскит из титаномagnetит-перовскитовой руды месторождения Африканда // Щелочной магматизм Земли и связанные с ним месторождения стратегических металлов. Школа «Щелочной магматизм Земли». Тр. XXXIII Междунар. конф. Институт геохимии и аналитической химии им. В. И. Вернадского Российской Академии Наук (ГЕОХИ РАН). 2016. С. 116–118.

#### References

1. Bykhovsky L. Z., Remizova L. I. Vozmozhnosti obespecheniya rossiyskoy promyshlennosti titanovym syr'yem [Opportunities to provide the Russian industry with titanium raw materials]. *Titan* [Titanium], 2021, no. 1 (70), pp. 4–14. (In Russ.).
2. Sokolov S. V., Nchelyustov G. N., Bystrov I. G. Perovskit iz titanomagnetit-perovskitovoy rudy mestorozhdeniya Afrikanda [Perovskite from titanomagnetite-perovskite ore of the Afrikanda deposit]. *Alkaline magmatism of the Earth and related deposits of strategic metals. School "Alkaline Magmatism of the Earth". Papers of the XXXIII International Conference. V. I. Vernadsky Institute of Geochemistry and Analytical Chemistry of the Russian Federation. V. I. Vernadsky Institute of Geochemistry and Analytical Chemistry of the Russian Academy of Sciences (GEOCHI RAS)*, 2016, pp. 116–118. (In Russ.).

***Информация об авторах***

**Л. Г. Герасимова** — доктор технических наук, главный научный сотрудник;  
**Е. С. Щукина** — кандидат технических наук, старший научный сотрудник;  
**А. Г. Артеменков** — кандидат технических наук, технолог;  
**А. И. Николаев** — доктор технических наук, заведующий лабораторией.

***Information about the authors***

**L. G. Gerasimova** — DSc (Engineering), Principal Researcher;  
**E. S. Shchukina** — PhD (Engineering), Researcher;  
**A. G. Artemenkov** — PhD (Engineering), Technologist;  
**A. I. Nikolaev** — DSc (Engineering), Head of the Laboratory.

Статья поступила в редакцию 27.05.2025; одобрена после рецензирования 17.06.2025; принята к публикации 01.07.2025.  
The article was submitted 27.05.2025; approved after reviewing 17.06.2025; accepted for publication 01.07.2025.