

В результате был разработан метод получения высококремнеземных циркониевых каркаснозамещенных цеолитов состава  $x \cdot K_2O \cdot u \cdot Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot aZrO_2 \cdot nSiO_2 \cdot mH_2O$  и синтезированы образцы с разным содержанием двуоксида циркония (от 2 до 30% вес.) с соотношением  $SiO_2 : Al_2O_3 \geq 5$ .

Для идентификации полученных циркониевых цеолитов образцы подвергали исследованию с помощью методов химического анализа, рентгенографии, ИК-спектроскопии и термографии, изучали адсорбционные свойства и термоустойчивость.

Установлено, что внедрение циркония в каркас цеолита происходит как за счет кремния, так и за счет алюминия. Определение типа синтезированных цеолитов проводилось на основании данных рентгеновского фазового анализа.

Адсорбционные исследования показали, что кристаллы являются пористыми и обладают молекулярно-ситовыми свойствами. Установлено, что введение циркония в состав цеолитов позволяет изменить их емкость и избирательные свойства в широких пределах.

**В. В. Печковский, Л. Н. Щегров, А. Г. Рядченко**

## **О ТЕРМИЧЕСКОМ РАЗЛОЖЕНИИ АММОНИЙНОГО ОРТОФОСФАТА НИКЕЛЯ**

Исследование термической стойкости гидратов аммонийного фосфата никеля представляет интерес в связи с их применением в качестве антипиренов и термочувствительных красок. Показано, что разложение шестиводного аммонийного фосфата никеля начинается при  $90-95^\circ$  и заканчивается при  $680^\circ C$  образованием рентгеноаморфной фазы, кристаллизующейся при  $690^\circ C$  в виде пирофосфата никеля. Удаление воды и аммиака из объекта исследования происходит практически одновременно. Получить аммонийный фосфат никеля в виде безводного продукта при неконтролируемом составе газовой фазы над обжигаемым образцом не удалось.

В составе продуктов термического разложения аммонийного фосфата никеля обнаружены линейные полифосфаты с числом атомов фосфора в цепи, равным 6—7 (температура обжига  $550-650^\circ$ ). Дальнейшее повышение температуры приводит к упрощению анионного состава образовавшегося фосфата вследствие взаимодействия полифосфатов с закисью никеля. Инфракрасный спектр исходного шестиводного аммонийного фосфата никеля характеризуется широкой полосой поглощения в области валентных колебаний гидроксильных и аммонийных групп ( $2400-3600 \text{ см}^{-1}$ ). Две полосы по-

глощения в области деформационных колебаний с максимумами при 1440 и 1470  $\text{см}^{-1}$  свидетельствуют о присутствии в исходном фосфате аммонийной группы, а наличие частоты с максимумом при 1620  $\text{см}^{-1}$  характеризует индивидуальность содержащейся в его составе кристаллизационной воды.

**В. П. Волкова, Г. Ф. Пинаев**

### **КРИСТАЛЛИЗАЦИЯ СЕЛЕНИТОВ ЖЕЛЕЗА В ГИДРО- ТЕРМАЛЬНЫХ УСЛОВИЯХ**

Селенит железа является известным химреактивом, и в обычных условиях получают соль состава  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SeO}_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ . Представлялось интересным изучить поведение указанного селенита в гидротермальных условиях. Эксперименты проводились в аппарате, футерованном фторопластом-4. Были синтезированы следующие кристаллические фазы:  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SeO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SeO}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SeO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SeO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SeO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  и  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SeO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . Получены рентгенограммы и ИК — спектры указанных соединений, а также изучено их термическое разложение в условиях нагревания на воздухе.

**А. И. Тетеревков, Н. В. Борисова-Глотова, Е. А. Фомина**

### **ВЛИЯНИЕ ПРИМЕСЕЙ НА ПРОЦЕСС ХЛОРИРОВАНИЯ АПАТИТОВОГО КОНЦЕНТРАТА**

Для выяснения поведения фтора и других примесей фосфатов при хлорировании проведено исследование процесса хлорирования апатитового концентрата (АК) в расплавах  $\text{NaCl}$ ,  $\text{CaCl}_2$  и  $\text{NaCl} - \text{CaCl}_2$  в присутствии твердого углеродистого восстановителя, окислов кремния и железа.

Промежуточные продукты хлорирования были изучены методами химического анализа, бумажной восходящей хроматографии и спектроскопии. Установлено, что кремнезем снижает интенсивность хлорирования фосфатного вещества, а окись железа несколько интенсифицирует процесс. Кремнезем взаимодействует с фосфатом, образуя, вероятно, силикофосфаты, по составу близкие к пирофосфату.

ИК спектры и хроматограммы промежуточных продуктов хлорирования АК свидетельствуют об образовании поли- и метафосфатов. Полнота удаления фтора в газовую фазу зависит от степени хлорирования  $\text{P}_2\text{O}_5$  и состава расплава.