

从广西某赤泥中盐酸浸出钪实验研究^①

罗星, 马荣锴, 李勇, 卢美玲, 冯吉福

(中国有色桂林矿产地质研究院有限公司, 广西 桂林 541004)

摘要: 对广西某赤泥经铝钠回收(亚熔盐法)-还原焙烧-磁选回收铁后得到的含钪物料进行了物相组成和盐酸浸出钪试验研究。物相组成研究表明, 物料中主要矿物为 Ca_2SiO_4 和 $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$, 是主要的耗酸矿物。盐酸浸出实验研究了浸出时间、温度、盐酸浓度和矿浆浓度对钪浸出率的影响, 得到最佳工艺条件为: 浸出时间 4 h、浸出温度 80 °C、盐酸浓度 6 mol/L 和矿浆浓度 7.7%, 在最佳工艺条件下进行了 3 组综合试验, 可获得钪平均浸出率 73.27%。

关键词: 赤泥; 浸出; 钪; 盐酸

中图分类号: TF845.1

文献标识码: A

doi: 10.3969/j.issn.0253-6099.2020.02.023

文章编号: 0253-6099(2020)02-0098-03

Experimental Study on Hydrochloric Acid Leaching of Scandium from Red Mud in Guangxi

LUO Xing, MA Rong-kai, LI Yong, LU Mei-ling, FENG Ji-fu

(China Nonferrous Metal Guilin Geology and Mining Co Ltd, Guilin 541004, Guangxi, China)

Abstract: A red mud in Guangxi was treated by adopting a process consisting of aluminum-sodium recovery (sub-molten salt method), reduction roasting and magnetic separation for iron recovery. The obtained scandium-containing material was taken for phase composition analysis and scandium leaching test with hydrochloric acid. The phase composition analysis shows that the Ca_2SiO_4 and $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ are the predominant minerals in the material, but also the principal acid-consuming minerals. Effects of leaching time, temperature, hydrochloric acid concentration and pulp concentration on the leaching rate of scandium were studied in hydrochloric acid leaching test. And the optimal process conditions were obtained as follows: leaching time of 4 h, leaching temperature at 80 °C, hydrochloric acid concentration of 6 mol/L and pulp concentration of 7.7%. Three comprehensive tests were performed under the above optimal processing conditions, and the average leaching rate of scandium was shown to be 73.27%.

Key words: red mud; leaching; scandium; hydrochloric acid

钪在元素周期表中位于第四周期第Ⅲ副族, 被称为广义稀土元素。由于钪特殊的物理化学性质, 主要应用于制备固体氧化物燃料电池(SOFC)、铝钪合金和钪钠卤灯等方面^[1-2]。其中 75%~80% 的钪伴生在铝土矿中, 在氧化铝生产过程中 98% 以上的钪都富集到赤泥中, 因此赤泥是最丰富的钪资源^[3]。

从赤泥中回收钪^[4-9]主要采用酸性体系(硫酸或盐酸体系)^[10-11]。本文在盐酸体系下, 以脱出铝钠铁后的赤泥为原料, 采用搅拌浸出方式, 开展了钪浸出实验研究, 为赤泥中钪的提取提供依据。

1 实 验

1.1 实验原料、主要药剂与仪器

赤泥采自广西某拜耳法氧化铝厂压滤车间, 赤泥经过“铝钠回收(亚熔盐法)-还原焙烧-磁选回收铁”工艺处理后得到本实验原料。该原料主要成分见表 1。从表 1 可知, 该原料主要含 Ca、Si、Al 和 Ti, 其中 Sc 含量为 0.01%。原料 XRD 图谱见图 1。从图 1 可知原料中主要物相为 Ca_2SiO_4 和 $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ 。

主要药剂为盐酸(分析纯), 实验用水为自来水。

① 收稿日期: 2019-11-01

基金项目: 广西自然科学基金重大项目(2016GXNSFEA380002)

作者简介: 罗星(1987-), 男, 江西萍乡人, 高级工程师, 硕士, 主要从事有色金属选矿与冶金科研工作。

通讯作者: 马荣锴(1988-), 男, 湖北石首人, 工程师, 硕士, 主要从事湿法冶金与分析检测科研工作。

主要仪器包括三口烧瓶、水浴锅和搅拌机。

表1 原料化学成分分析结果(质量分数)/%

Sc	Fe	Ti	Ni	Si	Zr	Mg
0.010	0.43	3.42	0.003 3	11.52	0.27	0.55
Mn	Na	Zn	Ca	Al	K	
0.007 3	0.053	0.027	37.2	2.47	0.012	

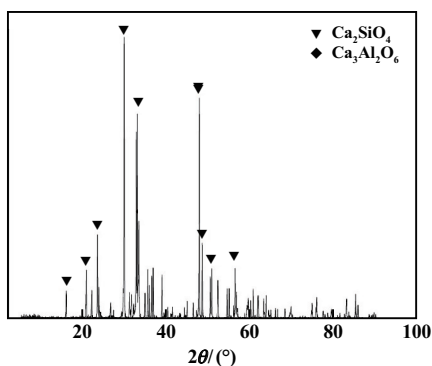


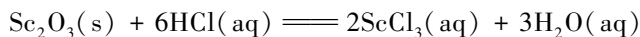
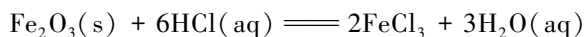
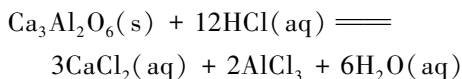
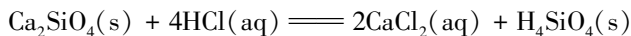
图1 原料 XRD 图谱

1.2 实验方法

将浓盐酸稀释至实验所需的摩尔浓度,并量取所需体积待用;将恒温水浴锅预热至实验温度,将 100 g 实验原料与一定浓度的盐酸倒入烧瓶中,同时打开搅拌机并开始计时;达到预定的反应时间后,将烧瓶取出,抽滤,滤渣用水洗涤 3 次,烘干后用于化验。

1.3 实验原理

原料中主要物相为 Ca_2SiO_4 和 $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$, 还有残余的 Fe_2O_3 , 在盐酸体系下, 主要发生以下反应:



2 实验结果与讨论

2.1 浸出时间

从原料的特性分析,在盐酸体系下,原料与盐酸的化学反应大致可以分为 3 个阶段。第一阶段:盐酸与原料中的含钙矿物(Ca_2SiO_4 和 $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$) 先发生化学反应,消耗体系中大部分盐酸,并产生气体和放出热量,原料颗粒减小;第二阶段:随着反应的进行,盐酸与原料中残存的铁或者氧化铁反应,可以看见溶液发生明显的颜色变化,由前期的无色溶液逐渐变为淡黄色,

直至变为深黄色,在该阶段中赋存于铁矿物中的钪得到浸出;第三阶段:以类质同象形式赋存于矿物中的钪得到浸出,包括部分金红石中的钪。其中第一阶段的反应速度大大快于后面两个阶段,反应也较为彻底;第二阶段和第三阶段反应次序无明显界限,但含铁矿物的浸出速度还是优于钪的浸出速度。

控制矿浆浓度 16.67% (液固比为 5:1)、温度 80 °C、盐酸浓度 6 mol/L 和适宜的搅拌强度,进行了浸出时间条件实验,结果见图 2。从图 2 可知,随着浸出时间延长,钪浸出率逐步提高,但是到 4 h 后钪浸出趋于平衡,再延长时间对钪浸出率影响不明显,考虑到生产效率,选择最佳浸出时间为 4 h。

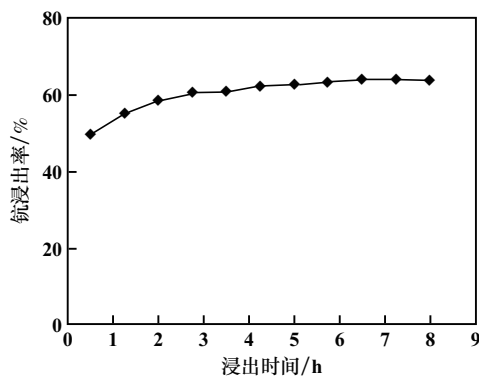


图2 浸出时间对钪浸出率的影响

2.2 浸出温度

浸出时间 4 h, 其他条件不变,进行了浸出温度条件实验,结果见图 3。从图 3 可以看出,浸出温度对钪浸出率影响明显,当浸出温度从 20 °C 升高到 80 °C 时,钪浸出率从 35% 提高到 63%, 虽然进一步提高温度有可能提高钪浸出率,但考虑到生产条件和环境,确定最佳温度为 80 °C。

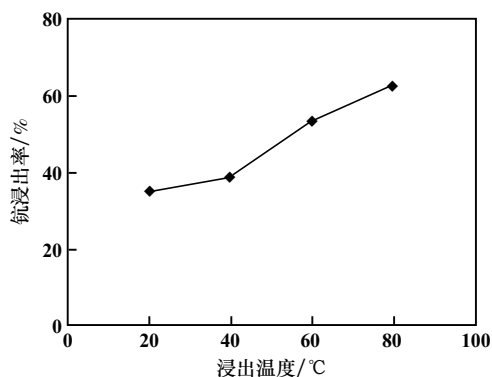


图3 浸出温度对钪浸出率的影响

随着温度升高,分子运动速率加快,提高了表面化学反应速率,钪浸出速率相应提高,Fe、Ca、Al 浸出速率也在加快。在温度较低的情况下,浸出液中无硅胶

产生,但是随着温度升高,促进了硅胶的产生,但是因为后期酸度降低,硅胶和铝、铁离子水解产物絮凝进入渣中,通过对实验过程研究也发现,硅胶的产生对钪浸出率影响有限。

2.3 盐酸浓度

浸出温度 80 ℃,其他条件不变,进行了盐酸浓度条件实验,结果见图 4。从图 4 可以看出,钪浸出率随盐酸浓度升高而提高,在盐酸浓度为 2 mol/L 和 4 mol/L 条件下,钪浸出率非常低,主要是因为盐酸被原料中含钙矿物(Ca_2SiO_4 和 $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$)所消耗,因为此部分含钙矿物是原料前期处理工艺产生的,该类矿物中基本不含钪,从浸出液的颜色可以看出,在该盐酸浓度下,滤液颜色为无色。当盐酸浓度超过 6 mol/L 后,滤液颜色变为深黄色,含钙矿物反应完成后,还剩余盐酸,含铁矿物被溶解,同时铁矿物中的钪也得到浸出,钪浸出率大幅提高。盐酸浓度 6 mol/L 和 8 mol/L 条件下钪浸出率差别不大,确定最佳盐酸浓度为 6 mol/L。

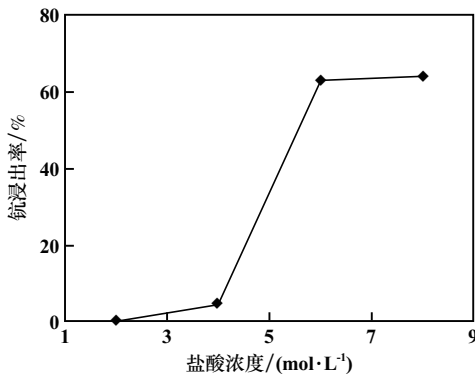


图 4 盐酸浓度对钪浸出率的影响

2.4 矿浆浓度

盐酸浓度 6 mol/L,其他条件不变,进行了矿浆浓度条件实验,结果见图 5。从图 5 可以看出,随着矿浆浓度降低,钪浸出率呈现不断上升的趋势。在较高的矿浆浓度下,搅拌过程中容易形成膏状物,需要加大搅拌强度,同时扩散传质较慢,钪浸出率低。进一步降低

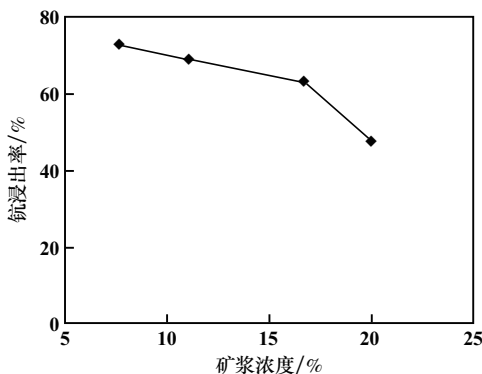


图 5 矿浆浓度对钪浸出率的影响

矿浆浓度,生成的产物能够轻易地被搅散,扩散过程不是主要的控制因素,钪浸出率得到提高。考虑到后期萃取的需要,矿浆浓度不宜过低,选择最佳矿浆浓度为 7.7% (液固比为 12:1)。

2.5 综合条件实验

在前述条件实验中,得到最佳实验条件为:浸出时间 4 h、浸出温度 80 ℃、盐酸浓度 6 mol/L 和矿浆浓度 7.7%。在该条件下,进行了 3 组综合实验,钪浸出率分别为 73.2%、73.5% 和 73.1%,平均浸出率 73.27%,实验可重复性好。

3 结 论

1) 对采自广西某拜耳法氧化铝厂压滤车间的赤泥,经过“铝钠回收(亚熔盐法)-还原焙烧-磁选回收铁”工艺处理后得到的含钪物料进行了分析,物料中主要矿物为 Ca_2SiO_4 和 $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$,是主要的耗酸矿物。

2) 对该含钪物料进行了盐酸浸出实验研究,得出盐酸浸出最佳工艺条件为:浸出时间 4 h、浸出温度 80 ℃、盐酸浓度 6 mol/L 和矿浆浓度 7.7%。在最佳工艺条件下进行了 3 组综合实验,可获得钪平均浸出率 73.27%。

参考文献:

- [1] 孙 军,刘云龙,崔 滔. 我国钪矿资源概况及产业发展建议[J]. 资源与产业, 2019(2): 74-79.
- [2] 吕子剑,翟秀静. 钪冶金[M]. 北京:化学工业出版社, 2015.
- [3] 徐 璐,罗宇智,史光大. 从赤泥硫酸熟化浸出液中预富集钪[J]. 有色金属(冶炼部分), 2018(11): 39-41.
- [4] Ochsenschüh-Petropoulou M T, Hatzilyberis K S, Mendrinou L N, et al. Pilot-Plant Investigation of the Leaching Process for the Recovery of Scandium from Red Mud[J]. Industrial & Engineering Chemistry Research, 2002, 41(23): 5794-5801.
- [5] Ochsenschüh-Petropulu M, Lyberopulu T, Ochsenschüh K M, et al. Recovery of lanthanides and yttrium from red mud by selective leaching[J]. Analytica Chimica Acta, 1996, 319(1-2): 249-254.
- [6] Ochsenschüh-Petropulu M, Lyberopulu T, Parissakis G. Selective separation and determination of scandium from yttrium and lanthanides in red mud by a combined ion exchange/solvent extraction method[J]. Analytica Chimica Acta, 1995, 315(1): 231-237.
- [7] 薛 安,陈肖虎,唐晓宁. 赤泥中浸出钪的工艺条件及动力学研究[J]. 有色金属(冶炼部分), 2010(2): 51-54.
- [8] 李 望,朱晓波. 酸浸提取赤泥中钪的研究[J]. 有色金属(冶炼部分), 2016(5): 36-38.
- [9] 罗 星,李尽善,马荣锴,等. 赤泥开发利用技术回顾与展望[J]. 矿产与地质, 2019, 33(1): 174-180.
- [10] 王克勤,于永波,王 皓,等. 赤泥盐酸浸出提取钪的试验研究[J]. 稀土, 2010(1): 95-98.
- [11] 宁凌峰,何德文,陈 伟,等. 赤泥中硫酸选择性浸出铁、钪及动力学研究[J]. 矿冶工程, 2019, 39(3): 81-84.

引用本文: 罗 星,马荣锴,李 勇,等. 从广西某赤泥中盐酸浸出钪实验研究[J]. 矿冶工程, 2020, 40(2): 98-100.