

选冶试验

含钛高炉渣湿法提钛时杂质酸解行为的研究

刘晓华¹, 隋智通²

(1. 内蒙古工业大学化工学院, 内蒙古 呼和浩特 010062;

2. 东北大学材料与冶金学院, 辽宁 沈阳 110006)

摘要 对含钛高炉渣中杂质的酸解行为进行了研究,并考察了搅拌强度、渣酸比、硫酸浓度、反应时间和反应温度等因素对杂质酸解率的影响规律。结果证实: Al_2O_3 及 MgO 不同程度的酸解,溶解于硫酸氧钛溶液中; CaO 与硫酸反应以 CaSO_4 进入渣相; 二氧化硅以无定型留于渣相。

关键词 含钛高炉渣; 酸解; 杂质

中图分类号 X757 **文献标识码** A **文章编号** 1000-6532(2005)05-0003-04

1 前言

钒钛磁铁精矿中的钛在高炉冶炼过程中全部进入高炉渣中,其中 TiO_2 含量在 20% ~ 22% 范围内,由于不能象普通高炉渣那样大量用于建筑材料,目前堆放在渣场尚待开发利用。据计算其堆放量已经达到 1200 ~ 1250 万 t,排放速度为 72 ~ 75 万 $\text{t/a}^{[1,2]}$ 。但是作为一种工业上提取钛的原料,钛在含钛高炉渣中的含量偏低。如果按照常规湿法处理,从酸解、过滤到水解过程的消耗很大,且二次污染问题不容忽视。因此,有些研究者对含钛高炉渣进行了综合利用研究。如陈启福等^[3]和彭兵等^[4]用浓硫酸(90%)酸解法提取高炉渣中的钛,按不同的工艺流程综合回收其中的铝、镁、钒等有价值元素,以提高产品种类,增强综合竞争力。

笔者曾使用稀硫酸(20% ~ 60%)在 90 ~ 110℃ 条件下对含钛高炉渣进行酸解实验,

进行了影响因素分析和动力学推导,得出了适宜的酸解反应条件及动力学方程^[5~6]。因为高炉渣的杂质在酸解过程中,不同程度反应进入溶液,直接影响酸解液的后续处理过程,对含钛高炉渣中的杂质在酸解中的行为进行研究,对酸解提钛和工艺设计是十分必要的。目前,对含钛高炉渣中的杂质行为还未见研究报道。

2 实验

2.1 实验原料

将块状含钛高炉渣粗碎至 10 ~ 15 mm,入轮盘磨粉磨,出磨粒度为 0.154 ~ 0.308 mm。将原料进行湿法磁选除铁,再经烘干、粉磨至所需粒度。原料的化学分析结果如表 1。

表 1 原料的化学组成/%

TiO_2	SiO_2	MgO	Al_2O_3	CaO	TFe
22.09	23.33	8.17	13.73	26.42	2.60

收稿日期 2004-11-29

基金项目 国家自然科学基金资助项目(50234040)

作者简介 隋智通(1970-)女,副教授,博士。

2.2 实验仪器和试剂

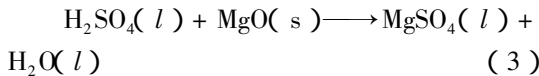
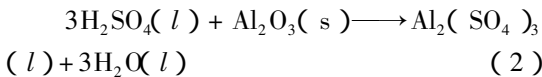
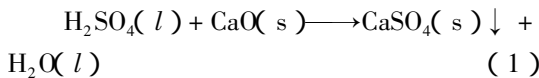
实验使用自制反应釜,容积为 1L;硫酸为分析纯,实验用水为自来水,分析用水为去离子水。

2.3 实验方法

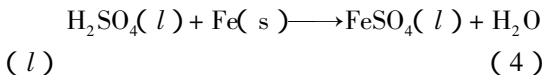
取原料定量加入反应器中,将一定浓度的硫酸按一定的液固比加入,摇匀。在一定的温度下反应至需要的时间。将反应物取出,稀释过滤,溶液进行杂质的酸解率分析。

2.4 实验原理

硫酸与高炉渣中杂质组分的反应如下:



高炉渣中的 CaO 与硫酸反应进入渣相,而 Al_2O_3 及 MgO 酸解后以离子形式进入液相,是硫酸氧钛溶液的主要杂质。高炉渣中还有少部分铁酸解后进入溶液,是使溶液中的钛水解后沉淀着色的主要杂质,其反应式为:



由于酸解前经磁选除铁后,可以除去大部分的金属铁,经化学分析发现,酸解进入溶液的铁很少,这里不作为分析对象。高炉渣中二氧化硅与硫酸反应较复杂,经 X 射线分析,在实验条件下以无定型留于渣相。

3 实验结果与讨论

高炉渣中的杂质在酸解过程与 TiO_2 发生酸解反应的程度不同,并受到渣酸比、硫酸浓度、反应时间、酸解温度、搅拌强度等因素的影响。

3.1 搅拌强度对杂质酸解率的影响

如图 1 所示,搅拌强度增加到 650r/min 时,再增强搅拌对杂质酸解率影响已经不显

著,说明反应控制步骤发生变化,已不再属于液体边界层扩散控制。实验控制搅拌速度在 650 ~ 700r/min 为宜。

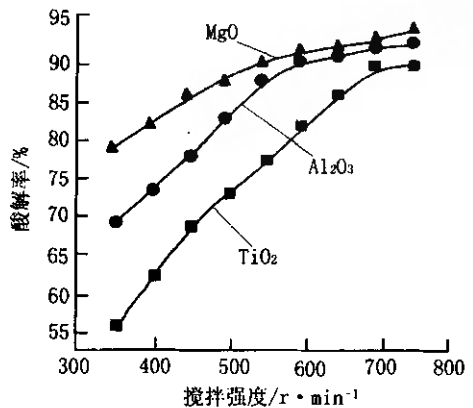


图 1 搅拌强度对杂质酸解率的影响
(渣粒度 77 μm , 硫酸质量比浓度 50%, 渣酸比 1 : 1.56, 反应温度 100 $^{\circ}\text{C}$, 反应时间 8h)

3.2 反应时间对杂质酸解率的影响

图 2 为 TiO_2 、 Al_2O_3 、MgO 酸解率随反应时间的变化规律: TiO_2 酸解率随反应时间延长而增加,8h 左右达到最大值后稍有下降,10h 后酸解率的变化趋于平缓,这是因为溶液中以 TiO^{2+} 形式存在的钛在反应后期水解生成偏钛酸沉淀所致; Al_2O_3 、MgO 明显先于 TiO_2 反应,分别于 6h 和 4h 已达到反应平缓区。

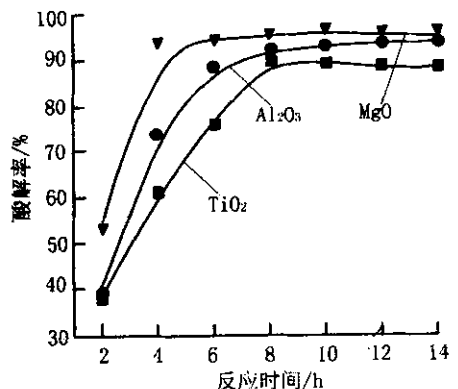


图 2 反应时间对杂质酸解率的影响
(渣粒度 77 μm , 硫酸质量比浓度 50%, 渣酸比 1 : 1.56, 反应温度 100 $^{\circ}\text{C}$)

3.3 渣酸比对杂质酸解率的影响

渣酸比对 TiO_2 及杂质酸解行为的影响规律基本上是同步的(如图3):渣酸比若高于 1:1.17,由于反应的放热,容易使渣结团,严重阻碍反应物向反应界面及产物向介质中的扩散。而渣酸比过低,耗酸大。适宜的渣酸比应为 1:1.17 ~ 1:1.56 间。

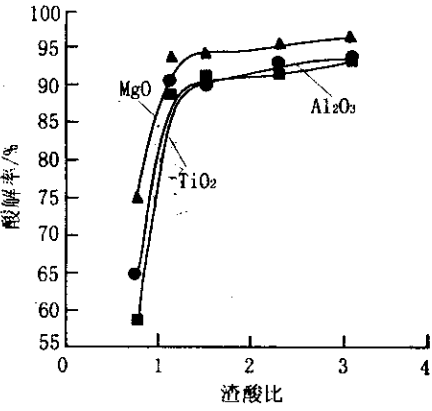


图3 渣酸比对杂质酸解率的影响
(渣粒度 $77\mu\text{m}$, 硫酸质量比浓度 50%, 反应温度 100°C , 反应时间 8h)

3.4 反应温度对杂质酸解率的影响

温度对 TiO_2 、 Al_2O_3 和 MgO 酸解率的影响可分为两个阶段:在 100°C 以前随温度提高,三者酸解率不同程度的增加;在 100°C 以后温度再增加对酸解率影响不明显(如图4)。

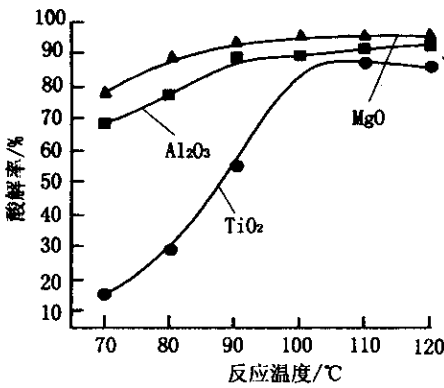


图4 反应温度对杂质酸解率的影响
(渣粒度 $77\mu\text{m}$, 硫酸质量比浓度 50%, 渣酸比 1:1.56, 反应时间 8h)

3.5 物料粒度对杂质酸解率的影响

实验结果表明:粒度细,物料比表面积大,越有利于浸出反应,但粒度小于 $77\mu\text{m}$ 后, TiO_2 和杂质酸解率变化不明显。可能是因为粉料太细,加入硫酸后的瞬时反应速度较大,易产生结团所致。

3.6 硫酸浓度对杂质酸解率的影响

如图5所示,硫酸浓度越高越有利于酸解反应,且杂质与 TiO_2 随浓度变化规律相似。

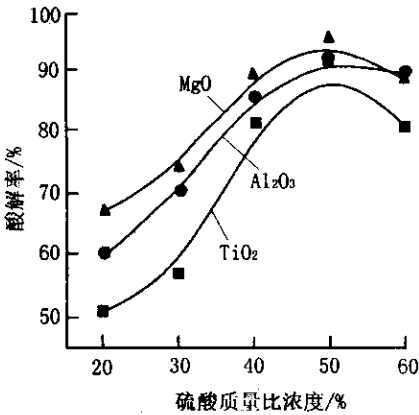


图5 硫酸浓度对杂质酸解率的影响
(渣粒度 $77\mu\text{m}$, 渣酸比 1:1.56, 反应温度 100°C , 反应时间 8h)

4 结 论

1. CaO 与硫酸反应以 CaSO_4 进入渣相;二氧化硅以无定型留于渣相。
2. 含钛高炉渣中的杂质(氧化铝和氧化镁)不同程度的酸解,溶解于硫酸氧钛溶液中。
3. 搅拌强度、渣酸比、硫酸浓度、反应时间和反应温度等因素对杂质的酸解率均有影响。

参考文献:

[1] 刘晓华. 钛渣酸解提钛及原位凝渣保温层的研究[D]. 沈阳:东北大学, 2003.
[2] 李辽沙. 五元渣(CMSTA)中钛选择性富集的基础研究[D]. 沈阳:东北大学, 2001.

金堆城钼尾矿中铁的综合回收与提纯

董燧珍

(金堆城钼业公司, 陕西 华县 714102)

摘要 简要分析了金堆城钼矿中伴生铁的综合回收实践以及提纯工艺试验研究,其结果可供同类矿山借鉴。

关键词 钼尾矿; 磁铁矿; 综合回收; 工艺试验

中图分类号 :TD982 **文献标识码** :B **文章编号** :1000-6532(2005)05-0006-04

1 概 况

金堆城钼业公司钼粗选段采用“优先选钼,粗尾选硫,硫尾回收铁”的原则流程。从1993年开始,先后综合回收了百花岭选矿厂

一系统、二系统、三系统以及卅亩地选矿厂选硫尾矿中的磁铁矿;之后,于2002年又回收了百花岭选矿厂0号系统选硫尾矿中的磁铁矿。经过十几年的发展,选铁工艺日趋成熟、稳定,目前铁精矿($TFe \geq 60\%$)产量已达

[3] 陈启福,张燕秋,方民宪. 攀钢高炉渣提取二氧化钛及三氧化二钽的研究[J]. 钢铁钒钛,1991,12(3):30~35.

[4] 彭兵,易文质,彭及. 攀枝花钢铁公司高炉渣综合利用的一条途径[J]. 矿产综合利用,1997(6):21~26.

[5] 刘晓华,隋智通. 含Ti高炉渣的加压酸解[J]. 中国有色金属学报,2002,12(6):1281~1284.

[6] 刘晓华,隋智通. 含钛高炉渣酸解动力学研究[J]. 金属学报,2003,39(3):1108~1114.

[7] 洛阳耐火材料研究所. 耐火材料化学分析[M]. 北京:冶金工业出版社,1984.

The Behaviors of the Impurities in Ti-bearing Slag During Leaching Process

LIU Xiao-hua¹, SUI Zhi-tong²

(1. Inner Mongolia Polytechnic University, Huhehot, Inner, Mongolia, China;

2. Northeastern University, Shenyang, Liaoning, China)

Abstract :The behaviors of the impurities in Ti-bearing blast furnace slag were investigated during leaching process. The influences of several factors such stirring intensity, the ratio of the slag to acid, the concentration of sulphuric acid, reaction time and temperature on leaching rate of the impurities were examined. The results indicate that both of Al_2O_3 and MgO were leached into solution of $TiOSO_4$ together with TiO_2 ; CaO reacted with acid into solid slag as $CaSO_4$, but SiO_2 remained in slag.

Key words :Ti-bearing blast furnace slag; Acid leaching; Impurity

收稿日期 2005-01-04

作者简介:董燧珍(1974-),男,金堆城钼业公司选矿工程师。
万方数据