

文章编号: 1000-6524(2004)03-0279-03

直接酸溶法浸取硫铁矿烧渣中铁的实验研究

郝艳玲, 范福海

(兰州交通大学 化学与生物工程学院, 甘肃 兰州 730070)

摘要: 对常压下用盐酸直接酸溶提取硫铁矿烧渣中的铁进行了实验研究, 探讨了影响硫铁矿烧渣酸溶的因素。结果表明, 影响铁溶出率的主要因素为液固比、反应时间和温度; 当液固比为 4.0 mL/g、反应温度 100℃时, 高速搅拌反应 2 h 后, 铁的溶出率可达 72%, 浸取液经进一步处理可生产氯化铁系列产品, 有较好的应用前景。

关键词: 硫铁矿烧渣; 盐酸; 直接酸溶法; 氯化铁

中图分类号: P578.2⁺92; P579

文献标识码: A

Experiment on extracting iron from pyrite cinder with the direct hydrochloric acid solution technique

Hao Yan_ling and Fan Fu_hai

(School of Chemical and Biological Engineering, Lanzhou Communication University, Lanzhou 730070, China)

Abstract: The experiment on extracting iron from pyrite cinder with the direct hydrochloric acid solution technique shows that the liquid/solid ratio, reaction time and temperature mainly affect the iron extracting rate. The iron extracting rate can reach 72% when the reaction between the liquid and the solid with a ratio of 4.0 mL/g at 100℃ lasts 2 hours under the condition of high speed stirring. In such a case, the residual liquid can produce ferric chloride and other chlorides as recycled raw materials and processed materials. Therefore, this experiment is useful in the application of pyrite cinder.

Key words: pyrite cinder; hydrochloric acid; direct acid solution; ferric chloride

目前我国主要采用焙烧硫铁矿来生产硫酸, 每年有约 1 500 万吨焙烧后的硫铁矿烧渣排放, 除少部分作为建筑行业生产水泥用料外, 大部分烧渣露天堆放, 长期占用大面积土地, 污染环境, 影响了土壤、大气和地下水资源。硫铁矿烧渣中有含量较高的铁和少量其他金属元素, 含铁量大于 55% 的高品位矿渣可直接用作炼铁原料, 但由于烧渣中的残硫及有色金属对高炉冶炼和钢铁质量有一定影响, 有色金属难于回收, 加之残硫进入烟气排放后会污染环境, 所以大部分含铁较低或含硫较高的烧渣不宜直接用来炼铁(张培梧, 1996; 田永淑, 2001; 罗道成等, 2003)。目前对硫铁矿烧渣综合利用研究较多的是

以矿渣中的铁为原料生产铁系化工产品, 如铁盐、颜料、无机高分子混凝剂等。通常湿法提取烧渣中铁的方法有直接酸溶法、加压酸溶法、还原酸浸法和焙烧还原酸浸法(郑雅杰等, 2001)。在加热搅拌条件下将硫铁矿烧渣溶解于盐酸溶液中, 经进一步处理可得氯化铁系列产品, 如三氯化铁、聚合氯化铁以及氯化铁复合物等(黄山, 2001)。因此, 用盐酸浸取烧渣中的铁对于硫铁矿烧渣的综合利用具有一定的应用价值。本文研究了常压下采用直接酸溶法用盐酸提取硫铁矿烧渣中铁的过程, 探讨了影响溶出的主要因素。

收稿日期: 2003-12-25; 修订日期: 2004-03-23

作者简介: 郝艳玲(1968-), 女, 讲师, 从事化工专业教学及科研工作。

1 直接酸溶法浸取原理

硫铁矿经 700~ 800 °C 的高温焙烧后, 烧渣中的铁主要以氧化物的形式存在, 其主要成分 Fe_2O_3 和少量的 FeO 、 Fe_3O_4 属碱性氧化物, 均溶于酸。但是三价铁盐的溶解度小, 易于水解, 因此强酸性介质有利于烧渣中 Fe 的溶出。烧渣在加热搅拌的条件下溶于盐酸溶液中, 可生成氯化铁系列产物, 反应方程式为: $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 6\text{HCl} = 2\text{FeCl}_3 + 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}_3\text{O}_4 + 8\text{HCl} = 2\text{FeCl}_3 + \text{FeCl}_2 + 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeO} + 2\text{HCl} = \text{FeCl}_2 + \text{H}_2\text{O}$ 。

2 实验过程

2.1 原料及主要仪器

实验所用硫铁矿烧渣采自湖北省某硫酸厂, 呈棕红色。该厂技术中心测定烧渣中的总铁含量为 42.2%, 另含少量 Al、Ca、Mg。所用盐酸为 36%~ 38% 的分析纯。主要仪器有电动变速搅拌器、721 型分光光度计。

2.2 实验及分析方法

称取一定量的硫铁矿烧渣放入 250 mL 三颈烧瓶中, 加入一定浓度定量盐酸, 在指定温度下搅拌回流一定时间后, 对反应液进行过滤、洗涤, 分析滤液中 Fe 的含量。每份烧渣试样为 20.0 g, 分别测试盐酸浓度、液固比、反应温度、溶出时间及搅拌速率对烧渣中铁溶出率的影响。测定上述实验中 Fe 溶出液的体积后, 将其分别置于试剂瓶中。取一定量 Fe 的溶出液稀释, 以吸光光度法(张济新等, 1994)测定溶出液中 Fe 的含量。

3 结果与讨论

3.1 烧渣粒径和液固比的选定

硫铁矿烧渣的酸溶反应是液固相反应, 烧渣的粒径越小, 颗粒内扩散的影响越小, 两相接触面积越大, 表面更新的速率越快, 对烧渣中铁的溶出越有利。将烧渣粉碎后, 经标准筛筛分取粒径 0.9 mm 以下的烧渣进行实验。

液固比为盐酸溶液的体积和烧渣质量的比值。一般铁的溶出量会随液固比增大而增大, 但较大的液固比虽有利于铁的溶出, 却因耗用大量的盐酸使成本过高, 同时溶出液浓度过低会影响后期处理; 液

固比过小则会使液固相间的界面不能及时更新, 不利于铁的溶出。综上考虑, 实验选取液固比 2.5~ 4.0 mL/g。

3.2 盐酸浓度对铁溶出率的影响

在温度 90 °C、液固比为 3 mL/g 时, 选取不同浓度的盐酸, 将反应物高速搅拌回流 2 h。测试表明, 烧渣中铁的溶出率随着盐酸浓度的增加而增大(图 1)。但当盐酸浓度大于 25% 时, 盐酸挥发量快速增大, 对操作环境、收率均有不利影响, 因此盐酸溶液浓度以 20% 较为合适。

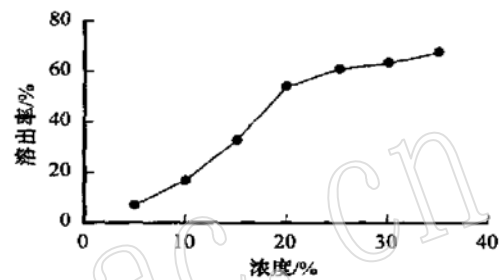


图1 盐酸浓度对铁溶出率的影响

Fig. 1 Effect of HCl concentration on iron extracting rate

3.3 反应温度对铁溶出率的影响

硫铁矿烧渣的酸溶反应是化学反应控制的液固相反应(侯长军等, 1998), 铁的溶出率应受温度影响较大。图 2 显示了盐酸浓度为 20%、液固比为 4 mL/g, 高速搅拌 2 h 时温度对溶出率的影响。由图 2 可见升高温度有利于烧渣中铁的溶出。但在兰州地区常压条件下, 温度升高到 100 °C 时反应体系已处于沸腾状态, 若要进一步提高温度, 须采取加压酸溶的方法。

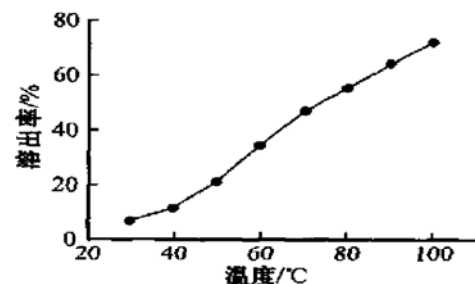


图2 反应温度对铁溶出率的影响

Fig. 2 Effect of temperature on iron extracting rate

3.4 反应时间对铁溶出率的影响

在温度 90 °C、液固比 3 mL/g 及高速搅拌时测定反应不同时间的溶出量, 结果表明, 在反应开始的

1.6 h 内, 时间对溶出率有较大的影响, 当反应时间达 2.0 h 以上时, 时间对溶出率的影响较小(图 3)。

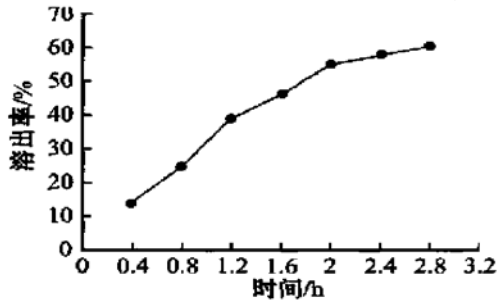


图 3 时间对铁溶出率的影响

Fig. 3 Effect of time on iron extracting rate

3.5 正交实验结果及其分析

根据上述实验结果, 笔者根据单因素的变化范围设计正交实验以确定最佳实验方案。实验结果(表 1)表明, 在所选实验条件下铁的溶出率与液固比相关的极差最大, 说明液固比是影响铁溶出率的首要因素。各影响因素按重要性排列为: 液固比、反应时间、反应温度和搅拌速率。在本实验条件下, 液固比越大、反应时间越长、温度越高, 铁的溶出率越高。在现有条件下, 正交实验确定最优方案为: 液固比 4

表 1 正交实验结果

Table 1 Result of orthogonal experiment

实验号	温度/℃	时间/h	液固比/mL·g ⁻¹	搅拌速率	溶出率/%
1	85	0.8	2.5	高	40.57
2	85	1.2	3.0	高	41.75
3	85	1.6	3.5	低	42.39
4	85	2.0	4.0	低	57.23
5	90	0.8	3.0	低	37.32
6	90	1.2	2.5	低	42.85
7	90	1.6	4.0	高	56.78
8	90	2.0	3.5	高	55.01
9	95	0.8	3.5	高	44.47
10	95	1.2	4.0	高	52.71
11	95	1.6	2.5	低	37.82
12	95	2.0	3.0	低	52.73
13	100	0.8	4.0	低	51.90
14	100	1.2	3.5	低	54.12
15	100	1.6	3.0	高	49.67
16	100	2.0	2.5	高	45.60
K ₁	181.94	174.26	166.84	386.56	
K ₂	191.96	191.43	181.47	376.36	
K ₃	187.73	186.66	195.99		
K ₄	201.29	210.57	218.62		
k ₁ =K ₁ /4	45.48	43.56	41.71	48.32	
k ₂ =K ₂ /4	47.99	47.86	45.37	47.04	
k ₃ =K ₃ /4	46.93	46.66	49.00		
k ₄ =K ₄ /4	50.32	52.64	54.65		
R	4.84	9.08	12.94	1.28	

mL/g, 在 100℃下高速搅拌反应 2 h。该条件下硫铁矿烧渣中铁的溶出率可达 72%。

4 结 论

常压下用 20% 的盐酸直接酸溶提取硫铁矿烧渣中铁的实验结果表明, 在实验条件下影响铁溶出率的因素按重要性由大至小可排列为: 液固比、反应时间、反应温度和搅拌速率。正交实验结果显示液固比为 4 mL/g、在 100℃下高速搅拌反应 2 h 以上时, 烧渣中铁的溶出率可达 72%。该方法设备流程简单, 操作灵活方便, 适于为生产氯化铁系列产品提供原料, 体现了充分利用资源、减少环境污染的宗旨, 具有良好的经济效益和社会效益。

Reference

Hou Changjun and Huo Danqun. 1998. A study on kinetic property of acidulation process of waste product of iron pyrite[J]. Journal of Chongqing University (Natural Science Edition), 21(6): 60~ 66(in Chinese with English abstract).

Huang Shan. 2001. Preparation and production of flocculant for abio-iron system with sulfur_iron slag[J]. Copper Engineering, 3: 51~ 53 (in Chinese with English abstract).

Luo Daocheng, Yi Pinggui and Liu Junfeng. 2003. Study and development on the comprehensive utilization of iron pyrite cinder[J]. Industrial Safety and Environmental Protection, 29(4): 10~ 12(in Chinese with English abstract).

Tian Yongshu. 2001. Comprehensive utilization route of pyrite cinder [J]. China Resources Comprehensive Utilization, 2(3): 19~ 20 (in Chinese).

Zhang Jixin and Sun Hailing. 1994. Instrument Analysis Experiment [M]. Beijing: High Education Press, 223 (in Chinese).

Zhang Peiwu, Ge Qiuping and Zhou Baoshi. 1996. Comprehensive utilization of pyrite cinder in China[J]. Environmental Protection of Chemical Industry, 16(3): 146~ 151 (in Chinese).

Zheng Yajie, Gong Zhuqing, Chen Baizhen, et al. 2001. Preparation principle and path analysis of iron_based products from iron pyrite cinder by wet method[J]. Techniques and Equipment for Environmental Pollution Control, 2(1): 48~ 54(in Chinese with English abstract).

附中文参考文献

侯长军, 霍丹群. 1998. 硫铁矿渣酸解反应过程动力学研究[J]. 重庆大学学报(自然科学版), 21(6): 60~ 66.

黄 山. 2001. 利用硫铁矿渣制备无机铁系凝聚剂[J]. 铜业工程, 3: 51~ 53.

罗道成, 易平贵, 刘俊峰. 2003. 硫铁矿烧渣综合利用研究进展[J]. 工业安全与环保, 29(4): 10~ 12.

田永淑. 2001. 硫铁矿烧渣的综合利用途径[J]. 中国资源综合利用, 2(3): 19~ 20.

张济新, 孙海霖. 1994. 仪器分析实验[M]. 北京: 高等教育出版社, 223.

张培梧, 葛秋萍, 周宝石. 1996. 我国硫铁矿烧渣综合利用的研究与实践[J]. 化工环保, 16(3): 146~ 151.

郑雅杰, 龚竹青, 陈白珍, 等. 2001. 硫铁矿烧渣湿法制备铁系产品的原理和途径分析[J]. 环境污染治理技术与设备, 2(1): 48~ 54.