

文章编号:1008-7524(2008)12-0015-03

工业微硅粉除铁试验研究*

朱慧仙,朱利文,王力

(山东科技大学 化学与环境工程学院,山东 青岛 266510)

摘要:微硅粉是硅铁合金和工业硅生产过程的副产品,特殊的高温生成环境使微硅粉颗粒形成致密的玻璃态表面,不溶于一般的酸(氢氟酸除外)和碱。本文采用混酸加氟法对工业微硅粉进行除铁试验研究,试验研究了酸的种类和质量分数、固液比、混酸配比、氢氟酸的加入量、酸浸温度和时间等因素的影响,结果表明:最佳的工艺条件是混酸的成分为3% HCl+17% H₂SO₄,液固比为1.5 g/100 mL,氢氟酸与混酸的质量体积比为0.56%,70℃下酸浸3 h,除铁率可达到67.66%。

关键词:微硅粉;除铁;玻璃态;混酸加氟;酸浸

中图分类号:TD973 **文献标识码:**A

0 引言

微硅粉,学名“硅灰”,主要成分为SiO₂,是冶炼硅铁或工业硅时,从矿热电炉内挥发出来的SiO₂和Si气体遇空气迅速氧化冷凝沉淀而成,其平均粒径在0.15~0.20 μm,比表面积为15000~20000 m²/kg,具有极强的表面活性^[1-2]。微硅粉在生成过程中不可避免地引入了以Fe₂O₃形式存在的铁杂质,严重影响了其在耐火材料、橡胶、建材等行业的应用。因此,除去微硅粉中的铁杂质,提高其纯度就成为众多研究者关心的问题^[3-5]。本文选用宁夏平罗某地所产微硅粉为原料,通过酸浸试验研究得到除铁率较高的工艺,为微硅粉的综合利用创造了必要的前提条件。

1 实验部分

1.1 原料、试剂及仪器

原料:微硅粉(铁质量分数4.23%,宁夏产)。

试剂:盐酸(36%~38%,AR),硫酸(95%~98%,AR),氢氟酸(≥40%,AR)。

仪器:SFJ-400砂磨分散、搅拌多用机,7200分光光度计,SHZ-D(Ⅲ)循环水式真空泵,AR1140电子天平。

1.2 除铁方法及工艺

微硅粉除铁工艺流程图见图1。

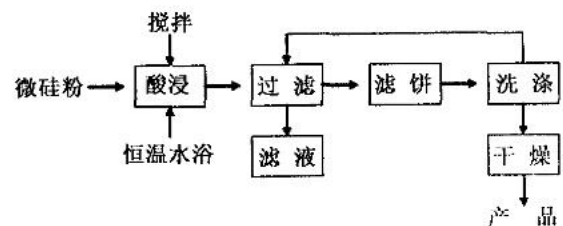


图1 微硅粉除铁工艺流程图

称取一定质量的微硅粉,按照上述工艺流程在所考虑条件下加入不同酸溶液进行酸浸加热处理。酸浸处理后过滤,用蒸馏水冲洗滤饼至中性,合并滤液,用邻二氮菲吸光光度法测定其铁含量,计算除铁率。

2 结果与讨论

2.1 酸的种类和质量分数对微硅粉除铁效果的影响

取微硅粉各1.5 g,加入不同质量分数的酸100 mL。60℃下保温浸取2 h后,真空抽滤,并用蒸馏水冲洗滤饼至中性,收集多次液,测其吸光度,计算除铁率。测试结果见图2、图3。

由图2看出,25%的盐酸除铁效果最为显著,但是盐酸具有挥发性,且单独使用用量较大,成本较高。由图3可以看出,混酸的除铁效果较好。

* 收稿日期:2008-07-25

作者简介:朱慧仙(1983-),女,河北昌黎人,在读硕士生,研究方向:矿物材料制备与应用。email: jasmine-217@163.com。通讯联系人:王力教授。

随着混酸中盐酸比例的增大,除铁效果不断增强。因此综合考虑,选用 3% 盐酸加 17% 硫酸,以避免在操作中产生酸雾,造成环境污染。

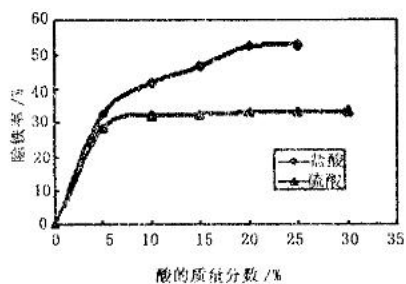


图 2 盐酸和硫酸质量分数对除铁效果的影响

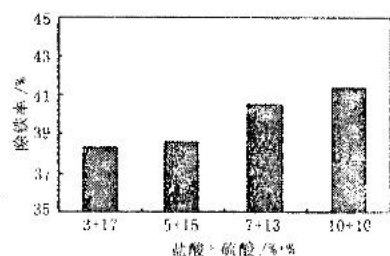


图 3 混酸中各组分质量分数对除铁效果的影响

2.2 固液比对微硅粉除铁效果的影响

取一定质量的微硅粉,分别加入混酸(3% 盐酸+17% 硫酸)100 mL,60 ℃下保温浸取 2 h,测定不同固液比时的除铁效果,结果见图 4。

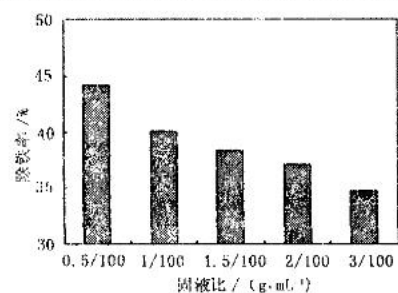


图 4 固液比对除铁效果的影响

由图 4 看出,酸浸过程中随着微硅粉加入量的增加,除铁效果呈现出下降的趋势,并且从固液比为 1 g/100 mL 开始,下降的幅度逐渐减小,综合考虑除铁的效果和效率,选用微硅粉:酸溶液的固液比为 1.5 g/100 mL。

2.3 氢氟酸的含量对微硅粉除铁效果的影响

微硅粉经高温电炉煅烧,表面会形成致密的玻璃态,不溶于一般的酸溶液(氢氟酸除外)。由

于微硅粉在生成的过程中,可能将一部分铁杂质包裹在颗粒内部,使其很难用混酸溶出,所以在除铁过程中,考虑加入一定的氢氟酸与微硅粉作用,破坏其玻璃态结构,充分暴露被包裹的铁杂质,使其易溶于酸而被除去。

粘附在微硅粉表面的 Fe_2O_3 与混酸作用,生成 Fe^{3+} 进入溶液中。在混酸—HF 体系中, F^- 与微硅粉表面的玻璃态 SiO_2 反应,生成可溶的 SiF_6^{2-} 络合物,破坏了表面的致密结构,使混酸充分进入到颗粒内部与被包裹的 Fe_2O_3 发生作用,从而提高 Fe_2O_3 的脱出率。试验结果证明微硅粉除铁时加入氢氟酸是必要的。

试验过程中,取微硅粉 1.5 g,加入混酸(3% 盐酸+17% 硫酸)100 mL 和一定量的氢氟酸,60 ℃下保温浸取 2 h,测定不同氟含量下的除铁效果,结果见图 5。

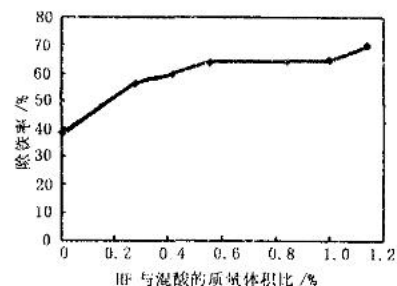


图 5 氢氟酸的加入量对除铁效果的影响

由图 5 看出,引入氢氟酸之后,混酸对微硅粉的除铁效果增强。随着氢氟酸加入量的增加,混酸对微硅粉的除铁效果增强,并且从氢氟酸与混酸的质量体积比为 0.56% 开始,除铁率增加的幅度越来越小。考虑到氢氟酸与微硅粉中的 SiO_2 反应会消耗一部分 SiO_2 ,可能造成微硅粉纯度下降,因此氢氟酸的加入量不能过高。就图中所显示的趋势,综合考虑工艺条件,选用氢氟酸与混酸的质量体积比为 0.56% 比较合适。

2.4 酸浸温度对微硅粉除铁效果的影响

取微硅粉各 1.5 g,加入混酸(3% 盐酸+17% 硫酸)100 mL,按照氢氟酸与混酸的质量体积比为 0.56% 加入氢氟酸。在不同温度下保温浸取 2 h,测定不同酸浸温度下的除铁效果,结果

见图 6。

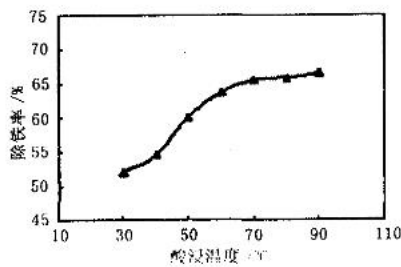


图 6 酸浸温度对除铁效果的影响

由图 6 看出,随着酸浸温度的升高,除铁效果也更加显著;当温度高于 70 ℃ 时,除铁率增加幅度变缓。综合考虑除铁效果和能量消耗,酸浸温度以 70 ℃ 为宜。

2.5 酸浸时间对微硅粉除铁效果的影响

取微硅粉各 1.5 g,加入混酸(3% 盐酸+17% 硫酸)100 mL,按照氢氟酸与混酸的质量体积比为 0.56% 加入氢氟酸。70 ℃ 下保温浸取若干小时,测定不同酸浸时间下的除铁效果,结果见图 7。

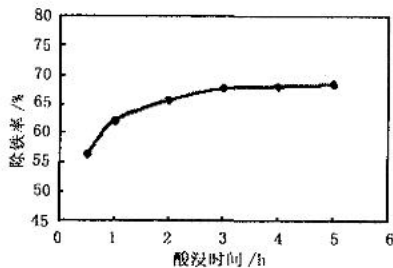


图 7 酸浸时间对除铁效果的影响

由图 7 看出,随着酸浸时间延长,除铁率也相应提高;当酸浸时间超过 3 h 时,除铁率提高趋势变缓。综合考虑,酸浸时间选 3 h 为宜。

3 结语

本试验采用混酸(3% 盐酸+17% 硫酸)加氟法对微硅粉中的铁杂质进行了脱除,得到了较优的除铁工艺条件:混酸配比为 3% 盐酸+17% 硫酸,固液比 1.5 g/100 mL,氢氟酸与混酸的质量

体积比为 0.56%,在 70 ℃ 水浴下酸浸 3 h,对微硅粉的除铁率达 67.66%。

4 参考文献

[1] 张介轩.微硅粉的应用及其捕集[J].城市管理与科技,2001,3(3):30-32.

[2] 刘晓华,盖国胜.微硅粉在国内外应用概述[J].铁合金,2007,(5):41-44.

[3] 张婧,周小菊.微细硅粉的混酸法纯化条件研究[J].西南民族大学学报自然科学版,2004,30(6):721-723.

[4] 王春利,孙建梅,翟江.碳化硅微粉中除铁方法的研究[J].天津化工,2007,21(2):47-48.

[5] 高思,修宗明,李俊峰,等.矿热电炉硅微粉纯化研究[J].天津化工,2007,21(5):21-24.

Research on Fe(Ⅲ) removal in industrial microsilica

ZHU Hui-xian, ZHU Li-wen, WANG Li

(College of Chemical and Environmental Engineering, Shandong University of Science and Technology, Qingdao Shandong 266510, China)

Abstract: Microsilica is a by-product of the ferrosilicon and silicon metal industry. Its particles have compact glass state surface due to the special creating condition at high temperature, and are not dissoluble in common acid (except for HF) and alkali solution. This research focuses on the method of mixed acid with HF to carry on Fe(Ⅲ) removal tests. Effect of various factors on the kind and concentration of acid, ratio of solid and liquor, amounts of adding HF, temperature and time of acid-leaching were investigated, and the results showed that the best processing conditions turned out to be as following: mixed acid(3% wt HCl + 17% wtH₂SO₄), ratio of solid and liquor is 1.5g: 100mL; ratio of HF's quality and mixed acid's volume is 0.56%, the time of acid-leaching at 70 ℃ is 3 h. The Fe(Ⅲ) removal ratio of final product can reach 67.66 % wt.

Keywords: microsilica; Fe(Ⅲ) removal; glass state; mixed acid with HF; acid-leaching

欢迎订阅 欢迎投稿 欢迎刊登广告