

УДК 542.546

https://doi.org/10.33619/2414-2948/100/07

ПОЛУЧЕНИЕ ЛАНТАНА ЛИТИТЕРМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

©*Эркинбаева Н. А., Ошский технологический университет, г. Ош, Кыргызстан*

PREPARATION OF LANTHANUM BY THE LITHIUM-THERMIC METHOD

©*Erkinbaeva N., Osh Technological University, Osh, Kyrgyzstan*

Аннотация. Очистка редкоземельных продуктов от нежелательных примесей проводилось с применением неорганических и органических реагентов осадителей. В качестве органических осадителей использовали 1 М раствор 8-оксихолина. Применение органических осадителей образует с катионами металлов устойчивые внутрикомплексные соединения. В качестве неорганических осадителей использовали растворы хлорида бария, аммиачного раствора. Для осадителя выбрали специфичные и при нагревании легко летучие реагенты-осадители. Из исследуемого продукта извлечены ионы железа, алюминия, натрия и сульфат ионы, потому что в химическом составе шлака содержание их больше. Обогащенный концентрированный порошок хлорида лантана восстановили с литием до металлического лантана. Лантан получают в виде крупных кристаллов с чистотой 99,6% от массы.

Abstract. Purification of unwanted impurities from rare earth products was carried out using inorganic and organic precipitating reagents. A 1 M solution of 8-hydroxycholeline was used as organic precipitants. The use of organic precipitants forms stable intracomplex compounds with metal cations. Solutions of barium chloride and ammonia solution were used as inorganic precipitants. For the precipitant, specific and highly volatile precipitant reagents were chosen when heated. Iron, aluminum, sodium and sulfate ions were extracted from the product under study, because the chemical composition of the slag contains more of them. Enriched concentrated lanthanum chloride powder was reduced with lithium to lanthanum metal. Lanthanum is obtained in the form of large crystals with a purity of 99.6% by weight.

Ключевые слова: осаждение, извлечение, очистка, примесь.

Keywords: precipitation, extraction, purification, impurity.

В настоящее время на территории Кадамжайского сурьмяного комбината (КСК) Кыргызской Республики, имеются десятки миллионов тонн промышленных отходов. Одним из примером такого техногенного образования в Киргизской Республике является накопившиеся отходы Кадамжайского сурьмяного комбината (КСК), представляющий собой техногенным сырьевым ресурсом, имеющих ценность для разных отраслей народного хозяйства страны. Поэтому разработка технологии использования накопленных отходов является актуальной задачей и для комбината, и для жителей данного региона. Промышленные отходы составляют до 90–98% от всех добываемых природных ресурсов, поэтому проблема разработки техногенных «месторождений» приобретает все большую актуальность [1, 2].

Для размещения твердых отвальных продуктов отделения рудотермических печей, образующихся в результате пирометаллургического способа получения металлической сурьмы, используется отвал, расположенный на расстоянии 1,5 км от цеха основного

производства на южном склоне сухого русла Анхор-Сай. Штейновый отвал, площадью 2,4 га, содержит 283 тыс т. штейна с удельным весом $2,5 \text{ т/м}^3$. Штейн представляет собой твердый порошкообразный материал оливково-черного цвета. Химический состав штейна: Fe — 45%, Na_2O — 8–15%, S — 25–35%, Sb — 3–5%, As — 0,2–1%, Si — 2–5%.

В связи с повышенным содержанием сурьмы штейн осадительной плавки не может считаться отвальным продуктом. В настоящее время комбинатом прорабатывается вопрос разработки проекта по экологической реабилитации штейнового отвала с попутным получением сурьмосодержащего продукта.

Шлаковый отвал расположен на общей инженерно-обустроенной территории со штейновым отвалом. Площадь отвала составляет 4,2 га. Шлак — твердый отвальный продукт отделения рудотермических печей, образующийся в результате пирометаллургического способа получения металлической сурьмы. Химический состав шлака: сурьмы — 0,2–0,5%, оксид натрия — 8–15%, оксид кремния — 50–60%, оксид кальция — 8–15%, оксид алюминия — 6–10%, мышьяк — 0,05%. Класс опасности отхода — третий, Фактически уложенный объем шлаков — 447,3 тыс т.

Склад условно-отвальных кеков. Кеки — пастообразный или порошкообразный материал, являющийся остатком процесса выщелачивания при гидрометаллургическом способе получения металлической сурьмы. После промывки и сушки, кеки размещаются на специальном, инженерно-обустроенном хранилище. Хранилище занимает 2 га. Элементарный химический состав кеков: сурьма — 2,5–3,0%, окись кремния — 35,0–37,0%, окись кальция — 3,0–4,0%, окись натрия — 5,0–6,0%, мышьяк — 0,4%, сера общая — 16,0–17,0%.

Кадамжайский опытно-промышленный завод оказался центром всех работ, связанных с разработкой пирометаллургии сурьмы местный Кадамжайский, Хайдарканский, Чаувайский, Улуу-Тооский обогащенные руды, привозили из Турции, России (Якутия, Чита), Тажикский (Анзоб) [3, 4].

Экспериментальная часть

Методика проведения работы приведена в ГОСТ Р 70815-2023 (ИСО 22444-1:2020).

В коническую колбу вместимости 100 см^3 помещают навеску испытуемого вещества и приливают определенный объем воды, добавляют соответствующее количество реагентов или их смеси, доводят pH-раствора по универсальной индикаторной бумаге до определяемого значения. Затем раствор оставляют на 2–3 часа при температуре окружающей среды затем фильтрует через воронку с пористым фильтром под вакуумом.

Осадок промывают, промывные воду соединяют с фильтрат. Аналитического определение примесей химических элементов, полученных методами осаждения и со осаждения, использовали приложения Б. Таблица 1 [6].

Таблица 1

Объект анализа	Примеси элементов	Реагент, значение pH (осадитель)	Способ отделения осадка
Соединение лантана	Al, Mo, Nb, Ta, W, V, Zn	Коллектор $\text{La}(\text{OH})_3$	Фильтрация

Для восстановления скандия использовали щелочной металл литий. Фильтрат упаривают досуха с коллектором, 22 г хлорид скандия и 20 г лития загружают на танталовый тигель. Нагреваем, взаимодействие лития с хлоридами скандия происходит при $50 \text{ }^\circ\text{C}$, когда

хлориды находятся в твердом состоянии. Литиетермический процесс составляют около 700 °С. Литиетермический процесс заканчивается при 1000 °С, получается твердый металл. Для получения лантан высокой степени чистоты, полученный продукт очищают дистилляцией в вакууме, а литий рафинируют непосредственно в аппарате восстановления, представляющем собой горизонтальную реторту из коррозионностойкой стали. Хлорид и литий, взятый с 10% избытком, помещают в две танталовые лодочки и устанавливают их в реторту. Реторту вакуумируют и выдерживают в течение 2 часа при 860 °С. Конденсация натриевых паров — в холодном конце узкого вакуумной трубки на начальной стадии нагрева обеспечивают герметизацию реторты. Температурный градиент по длине реторты определяют посредством контроля температуры в 3 точках печи. Продукт реакции LiCl и избыток литий отгоняют из лодочки при 950 °С и конденсируют в холодном конце реторты. Длительность процесса дистилляции составляет 24 ч РЗМ получают в виде крупных кристаллов чистотой 99,6% (от массы) [7].

Состав исследованных композиций и результаты измерения время горения и температуры представлена в Таблице 2.

Таблица 2

Состав смеси масс, %	Время горения, ч	Температура, °С
20% лантан хлористый + 22% металлический литий	2	950

В процессе металлургической процесс был получен лантан и другие побочные продукты (Рисунок).

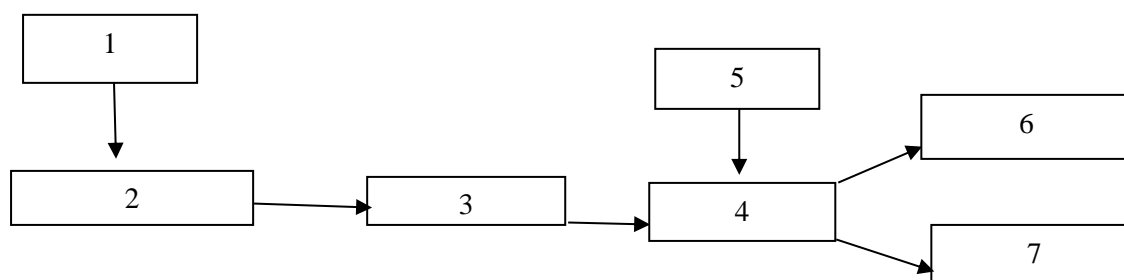


Рисунок. Схема технология получения лантана: 1 — дробление сырья, 2 — сушка, 3 — весовая, 4 — танталовый емкость с хлоридом лантана, 5 — восстановитель, 6 — металлический лантан, 7 — шлак

Выводы

Использовали танталовый тигель, поскольку при реакции в нем не загрязняется полученный продукт. Реакция начнется при 50 °С. Полное восстановление лантана происходит при 950 °С через 2 часа. Для литиетермической реакции использовали, обогащенный хлорид лантана. Температурный режим литиетермического процесса (полное восстановление лантана) измерено пирометром СЕМ ДТ-8865.

Список литературы:

1. Ярушевский Г.А., Малухин И.И., Такенов И.И. Кыргыз Республикасынын сурьма жана сымап өнөр жайынын сырьелук базасынын абалы. Бишкек, 2006.
2. Государственная программа использования отходов производства и потребления. Постановление Правительства КР от 19 августа 2005 года №3
3. Мельников С. М. Сурьма. М.: Металлургия, 1977. 534 с.
4. Шиянов Л. Г. Производства сурьмы. М: Наука, 1961. 177 с.

5. ГОСТ Р 70815-2023 (ИСО 22444-1:2020) Редкоземельные металлы. Минералы, оксиды и прочие элементы. Термины и определения.
6. ГОСТ 27866-2019 Вещества особо чистые. Метод концентрирование примесей осаждением и со осаждением.
7. Михайличенко А. И., Михлин Е. Б., Патрикеев Ю. Б. Редкоземельные металлы. М.: Металлургия, 1987. 232 с.
8. Эркинбаева Н. А., Ысманов Э. М., Ташполотов Ы. Технология получения редкоземельных элементов из шлака Кадамжайского сурьмяного комбината с применением неорганических и органических реагентов методом осаждения // Тенденции развития науки и образования. 2021. №74-2. С. 143-147.

References:

1. Yarushevskii, G. A., Malukhin, I. I., & Takenov, I. I. (2006). Sostoyanie sur'evoi bazy sur'myanoi i rtutnoi promyshlennosti Kyrgyzskoi Respubliki. Bishkek. (in Kyrgyz).
2. Gosudarstvennaya programma ispol'zovaniya otkhodov proizvodstva i potrebleniya. Postanovlenie Pravitel'stva KR ot 19 avgusta 2005 goda №3
3. Mel'nikov, S. M. (1977). Sur'ma. Moscow. (in Russian).
4. Shiyanov, L. G. (1961). Proizvodstva sur'my. Moscow. (in Russian).
5. GOST R 70815-2023 (ISO 22444-1:2020) Redkozemel'nye metally. Mineraly, oksidy i prochie elementy. Terminy i opredeleniya. (in Russian).
6. GOST 27866-2019 Veshchestva osobo chistye. Metod kontsentririrovanie primesei osazhdeniem i so osazhdeniem. (in Russian).
7. Mikhailichenko, A. I., Mikhlin, E. B., & Patrikeev, Yu. B. (1987). Redkozemel'nye metally. Moscow. (in Russian).
8. Erkinbaeva, N. A., Ysmanov, E. M., & Tashpolotov, Y. (2021). Tekhnologiya polucheniya redkozemel'nykh elementov iz shlaka Kadamzhaiskogo sur'myanogo kombinata s primeneniem neorganicheskikh i organicheskikh reagentov metodom osazhdeniya. *Tendentsii razvitiya nauki i obrazovaniya*, (74-2), 143-147. (in Russian).

Работа поступила
в редакцию 12.02.2024 г.

Принята к публикации
24.02.2024 г.

Ссылка для цитирования:

Эркинбаева Н. А. Получение лантана литийтермическим методом // Бюллетень науки и практики. 2024. Т. 10. №3. С. 65-68. <https://doi.org/10.33619/2414-2948/100/07>

Cite as (APA):

Erkinbaeva, N. (2024). Preparation of Lanthanum by the Lithium-thermic Method. *Bulletin of Science and Practice*, 10(3), 65-68. (in Russian). <https://doi.org/10.33619/2414-2948/100/07>