

УДК 669.85

https://doi.org/10.33619/2414-2948/104/38

ИССЛЕДОВАНИЕ И РАЗРАБОТКА ПОЛУЧЕНИЯ СКАНДИЯ ИЗ КЕКА ОТВАЛЬНОГО АЛЮМИНОТЕРМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

©*Тунгучбекова Ж. Т.*, канд. хим. наук, Институт химии и фитотехнологии НАН КР,
г. Ош, Кыргызстан

©*Шабданова Э. А.*, ORCID: 0000-0001-7218-0782, SPIN-код: 4032-9710,

канд. хим. наук, Институт химии и фитотехнологии НАН КР, г. Ош, Кыргызстан

©*Ибраева Ж. А.*, Институт химии и фитотехнологии НАН КР, г. Ош, Кыргызстан

©*Акжолова К. П.*, Институт химии и фитотехнологии НАН КР, г. Ош, Кыргызстан

©*Мурзубраимов Б. М.*, SPIN-код: 8578-2026, д-р хим. наук, Институт химии и
фитотехнологии НАН КР, г. Ош, Кыргызстан

©*Ысманов Э. М.*, SPIN-код: 9846-0070, канд. техн. наук, Институт природных ресурсов ЮО
НАН КР, г. Ош, Кыргызстан

RESEARCH AND DEVELOPMENT OF OBTAINING SCANDIUM FROM WASTE CAKE BY ALUMINOTHERMAL METHOD

©*Tunguchbekova Zh.*, Ph.D., Institute of Chemistry and Phytotechnology of the National Academy
of Sciences of the Kyrgyz Republic, Osh, Kyrgyzstan

©*Shabdanova E.*, ORCID: 0000-0001-7218-0782, SPIN-code: 4032-9710, Ph.D.,

Institute of Chemistry and Phytotechnology of the National Academy of Sciences

of the Kyrgyz Republic, Osh, Kyrgyzstan

©*Ibraeva Zh.*, Institute of Chemistry and Phytotechnology of the National Academy of Sciences
of the Kyrgyz Republic, Osh, Kyrgyzstan

©*Akzholova K.*, Institute of Chemistry and Phytotechnology of the National Academy of Sciences
of the Kyrgyz Republic, Osh, Kyrgyzstan

©*Murzubraimov B.*, SPIN-code: 8578-2026, Dr. habil., Institute of Chemistry and Phytotechnology
of the National Academy of Sciences of the Kyrgyz Republic, Osh, Kyrgyzstan

©*Ysmanov E.*, SPIN-code: 9846-0070, Ph.D., Institute of Natural Resources of the South Branch of
the National Academy of Sciences of the Kyrgyz Republic, Osh, Kyrgyzstan

Аннотация. Для исследования и получения скандия использовали техногенный отход (кек отвальный) Кадамжайского сурьмяного комбината. Для эксперимента взяли 0,05 мкм обогащенную мелкую фракцию кека. Для проведения алюминотермической реакции, взвесили на технических весах 90 г обогащенного кека и 10 г алюминиевый порошок. Для получения скандия в качестве реактора использовали кварцевый тигель, поскольку при реакции в нем не загрязняется полученный продукт, реакция начнется при 810° С. Полное восстановление скандия происходит при 935° С, через 7–8 минут. Для алюминотермической реакции использовали, обогащенный кек Кадамжайского сурьмяного комбината.

Abstract. To study and obtain scandium, we used technogenic waste (waste cake) from the Kadamzhai antimony plant. For the experiment, we took 0.05 µm enriched fine fraction of the cake. To carry out the aluminothermic reaction, we weighed 90 g of enriched cake and 10 g of aluminum powder on technical scales. To obtain scandium, we used a quartz crucible as a reactor, since the reaction in it does not pollute the obtained product, the reaction will begin at 810° C. Complete recovery of scandium occurs at 935° C, in 7-8 minutes. For the aluminothermic reaction, we used enriched cake from the Kadamzhai antimony plant.

Ключевые слова: металлотермическая реакция, фракция, восстановления сырья, взвешивание, кварцевый тигель, реактив, реактор, скандий, алюминиевой порошок, кек отвальная, химический состав, серная кислота, этиловый спирт.

Keywords: metallothermic reaction, fraction, raw material recovery, weighing, quartz crucible, reagent, reactor, scandium, aluminum powder, waste cake, chemical composition, sulfuric acid, ethyl alcohol.

Металлотермические процессы впервые подробно исследованы Н. Н. Бекетовым. Ученый указал также на возможность использования этих реакций в промышленности [1].

Для эффективного проведения процесса металлотермического восстановления оксидов необходимо соблюдать следующие основные условия:

1. количество теплоты, выделяющейся при реакции, должно быть достаточным для нагревания реакционной смеси до температуры, превышающей температуру плавления, как восстанавливаемого оксида металла, так и образующегося продукта;

2. температуры плавления продуктов реакции, должны быть меньше температуры, достигаемой при реакции;

3. необходимо использовать безводные оксиды;

4. восстанавливаемый оксид и металлический алюминий должен быть диаметром 1-3 мм;

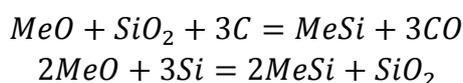
5. для снижения температуры плавления образующегося оксида алюминия в реакционную смесь следует добавлять CaO (для связывания Al_2O_3 при переводе его в шлак.

6. марганцовые стали обладают большой прочностью и хорошо сопротивляются ударам. Их используют в машиностроении, при изготовлении пружин, инструментов, танковой брони, наконечников бронепробивных снарядов и т.д.

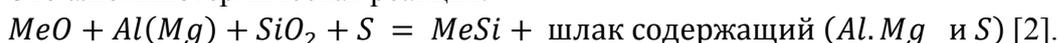
7. к пирометаллургическим способам относятся металлотермия когда роль восстановителя играет активный металл, образование оксида или галогенида которого сопровождается большим тепловым эффектом. С помощью алюминия получают магний из MgO, кальций (из CaO), стронций (из SnO), ванадий (из V_2O_5), хром (из Cr_2O_3), марганец (из Mn_3O_4), кобальт (из Co_2O_3) и др.

8. восстановление металлов из оксидов можно осуществлять и с помощью других простых веществ (кремний, алюминий). Такие реакции сопровождаются выделением большого количества теплоты и называются элементотермическими. С помощью алюмотермии получают многие металлы и их сплавы.

Кремний часто получают в виде сплава с железом (ферросилиций) сильным накаливанием смеси SiO_2 , железной руды и угля. Сплавы содержащие до 20% Si, могут быть, изготовлены в доменных печах, более высоко процентные в электрической дуге. Ферросилиций не посредственно используется для изготовления кислота упорных изделий так как уже при 15% Si (кремний) на металл не действуют все обычные кислоты, кроме соляной, а при 50% Si — перестает действовать (HNO_3 , HCL, H_2SO_4) на нее. Важнейшее применение ферросилиций исходит в металлургии, где он употребляется введение кремния в различные сорта специальной сталей и чугунов.



Это алюминотермическая реакция.



Для получения ферросилиция использовали тяжелые фракции сурьмяных отходов Кадамжайского сурьмяного комбината. Для приготовления шихты из техногенных отходов взвесить 80 г, железной стружки 16 г и в качестве восстановителя используют 4,0 полукочк, полученный из угля Чангет Узгенского угольного бассейна.

Плавления шихты проводилось в электродуговой печи при 1220-1300⁰С.

Восстановление кремния углеродом происходит по реакции $SiO_2 + 2C = Si + 2CO$

В случае избытка восстановителя образуется также $SiO_2 + 3C = Si + 2CO$

В этом случае присутствия железа разрушает карбид кремния оксидом кремния (SiO_2) по реакции $2SiC + SiO_2 = 2Si + 2CoSi + Fe = FeSi$

Ферросилиций получают в электродуговой печи путем восстановления кремния из кварца углеродом кокса, непрерывным процессом, при постоянной загрузке шихтовых материалов и периодических выпусках сплавов и шлака. Для шихтовых материалов используют «тяжелые» фракции промышленных отходов Кадамжайского сурьмяного комбината (штейн, шлак) Узгенской кокс и железные стружки [3].

В баланс стоимости производства ферросилиция основное место занимает расход электроэнергии, на долю которой приходится до 40% затраты и более. Поэтому основным техникоэкономическим показателем производства ферросилиция и кремния является удельный расход электроэнергии. Его рассчитывают на базовую тонну т.е. в пересчете на тонну $FeSi$ с базовым содержанием ведущего элемента [4].

В процессах брикетирования порошковых металлургических материалов широко применяются неорганические вяжущие вещества (цемент, глина, жидкое, стекло). При брикетировании ферросилиций активно взаимодействует с щелочным компонентом жидкого стекла. Кремний из ферросилиция взаимодействует с гидроксидом натрия и переходит в диоксид кремния [5, 6].

Исследованы и определены состав элементов техногенных отходов атомно-эмиссионным методом, что приближено к количественным методам испарения пробы с применением угольного электрода [7].

Для получения лантана в качестве реактора использовали танталовый тигель, поскольку при реакции в нем не загрязняется полученный продукт, реакция начнется при 50⁰С. Полное восстановление лантана происходит при 950⁰С, через 2 часа для литиетермической реакции использовали, обогащенный хлорид лантана. Получен металлический лантан в виде крупных кристаллов чистотой 99,6% массы) [8].

Исследование скандия проводилось фотометрическим методом при длине волны 670 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 20 мм, с реагентом арсеназо-III в кислой pH 1-2 среде содержание скандия из техногенных отходов (шлак отвальный) составляют 96,4 мг. Для восстановления скандия восстановительную реакцию хлорида скандия проводили в бомбе с применением металлического натрия. Растворим не редкоземельную примесь (нежелательный не редкоземельный элемент в редкоземельном продукте) в HCl. Растворенные примеси осаждали органическим и неорганическим реагентом, фильтровали вакуумным способом, сушили и получили хлорид скандия. Для восстановления скандия восстановительную реакцию использовали хлорида скандия проводили в бомбе с применением металлического натрия. Полученный продукт металлический скандий содержит около 99,8% Sc и 0,2% различных примесей [9].

Установлено, что выход, из состава продукта проходящий через сито от 0,8 до 0,3 мкм составляют примерно 2-9%, а выход из состава продукта проходящего через сито от 0,2 до 0,05 мкм составляет 20%. Для исследования использовали 0,05 мкм мелкая фракция [10, 11].

Химический состав техногенных отходов (кек отвальная), исследован рентгенофлуоресцентным методом (Таблица 1).

Таблица 1

XRF-,SCIENTIFI ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЙ АППАРАТ XL3T-960 (США) [11]

Химические элементы	Кек отвальный, мг/кг. (ppm)	Химические элементы	Кек отвальный, мг/кг. (ppm)
As	190±9	Ca	303.2К±0.9К
Pb	60±7	Sc	1273±154
Sb	5067±32	Au	5±1,2
K	622±205	S	11.4К±0.8К
Hg	14±7	Cd	12±7
Fe	125±8	Cr	52±13

Экспериментальная часть

Для исследования и получения скандия использовали техногенные отходы (кек отвальный). Кек отвальный образуется вакуумной фильтрации раствора в процессе выщелачивание антимонита. Для исследования взяли 0,05 мкм обогащенную мелкую фракцию кека. В лабораторных условиях можно сделать установки для получения скандия алюминотермическим методом. В качестве реактора использовали кварцевый тигель, поскольку при реакции в нем не загрязняется полученный продукт. Можно использовать корундовый, шамотный и глиняный тигель, но при этом полученный продукт загрязняется кремнием и другими веществами. Кроме того кварцевый тигель выдержит до 1200⁰С. Реакция начнется при 810⁰С. Полное восстановление скандия происходит при 935⁰С, через 7-8 минут. Состав композиции и результаты измерения времени горения и температуры представлены в Таблице 2.

Таблица 2

РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЯ ВРЕМЕНИ ГОРЕНИЯ И ТЕМПЕРАТУРЫ

Состав смеси масс %	Время горения мин	Температура ⁰ С
10% обогащенный кек + 12% алюминиевый порошок + зажигательная смесь	7-8	930

В процессе металлотермической процессе нами было получено скандий и другие побочные продукты. Данные реакции можно описать в виде следующим реакции $ScCl_3 + 3Al = Sc + 3AlCl$

Процесс алюминотермической реакции для получение скандия показан на Рисунке.

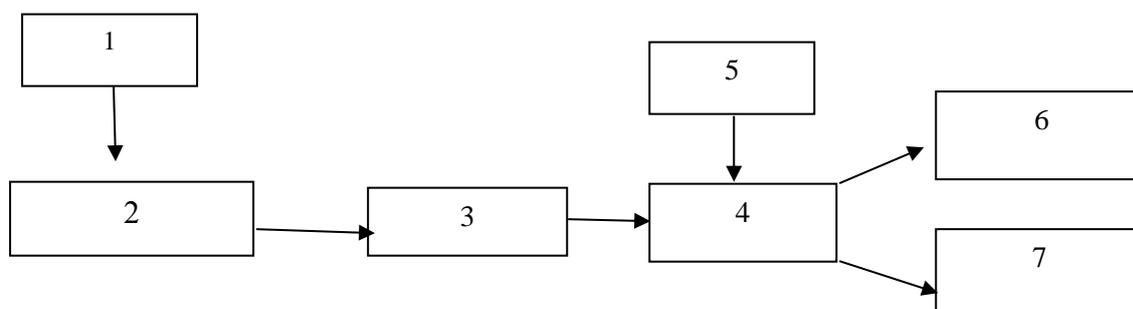


Рисунок. Схема технология получения скандия: 1 - дробление сырья, 2 - сушка, 3 - весовая, 4 - кварцевый емкость и композиционный смесь, 5 - зажигательный смесь, 6 - металлический скандий, 7 - шлак

Вывод

Для получения скандия в качестве реактора использовали кварцевый тигель, поскольку при реакции в нем не загрязняется полученный продукт. Реакция начнется при 810⁰С.

Полное восстановление скандия происходит при 935⁰С через 7-8 минут.

Список литературы:

1. Бекетов Н. Н. Исследования над явлениями вытеснения одних элементов другими: Дисс. ... д-р хим. наук. Харьков, 1965.
2. Поволоцкий Д. Я., Рошин В. Е., Рысс М. А. Электрометаллургия стали и ферросплавов. М.: Metallurgiya, 1984. 568 с.
3. Ысманов Э. М. Получение ферросилиция из сурьмяных отходов Кадамжайского сурьмяного комбината электродуговым способом // Вестник Ошского государственного университета. 2016. №4. С. 170-173.
4. Еднерал Ф. П., Филиппов А. Ф. Расчеты по электрометаллургии стали и ферросплавов. М.: Metallurgizdat, 1962. 231 с.
5. Технологическая инструкция ТИ-Ф-01-01 ОАО «Кузнецкие ферросплавы». Новокузнецк, 2001. 110 с.
6. Технологическая инструкция ТИ 44-01-2007 ОАО «Кузнецкие ферросплавы». Новокузнецк, 2007. 18 с.
7. Эркинбаева Н. А., Ташполотов Ы., Ысманов Э. М. Исследование химического состава промышленных отходов Кадамжайского сурьмяного комбината // Бюллетень науки и практики. 2020. Т. 6. №12. С. 73-78. <https://doi.org/10.33619/2414-2948/61/08>
8. Эркинбаева Н. А. Получение лантана литиетермическим методом // Бюллетень науки и практики. 2024. Т. 10. №3. С. 65-68. <https://doi.org/10.33619/2414-2948/100/07>
9. 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.
10. Ибраева Ж. А., Шабданова Э. А., Тунгучбекова Ж. Т., Акжолова К. П., Мурзубраимов Б. М., Ысманов Э. М. Технология извлечения скандия из кека Кадамжайского сурьмяного комбината // Бюллетень науки и практики. 2023. Т. 9. №11. С. 317-322. <https://doi.org/10.33619/2414-2948/96/41>
11. Укелеева А. З., Шабданова Э. А., Шапакова Ч. К., Жусупова Ж. Ж., Мурзубраимов Б., Ысманов Э. М. Исследование гранулометрического состава техногенных отходов Кадамжайского сурьмяного комбината // Бюллетень науки и практики. 2023. Т. 9. №5. С. 395399. <https://doi.org/10.33619/2414-2948/90/49>

References:

1. Beketov, N. N. (1965). Issledovaniya nad yavleniyami vytesneniya odnix elementov drugimi: Diss. ... d-r khim. nauk. Khar'kov. (in Russian).
2. Povolotskii, D. Ya., Roshchin, V. E., & Ryss, M. A. (1984). Elektrometallurgiya stali i ferrosplavov. Moscow. (in Russian).
3. Ysmanov, E. M. (2016). Poluchenie ferrosilitsiya iz sur'myanykh otkhodov Kadamzhaiskogo sur'myanogo kombinata elektrodugovym sposobom. *Vestnik Oshskogo gosudarstvennogo universiteta*, (4), 170-173. (in Russian).
4. Edneral, F. P., & Filippov, A. F. (1962). Raschety po elektrometallurgii stali i ferrosplavov. Moscow. (in Russian).

5. Tekhnologicheskaya instruktsiya TI-F-01-01 OAO "Kuznetskie ferrosplavy" (2001). Novokuznetsk. (in Russian).
6. Tekhnologicheskaya instruktsiya TI 44-01-2007 OAO "Kuznetskie ferrosplavy" (2007). Novokuznetsk. (in Russian).
7. Erkinbaeva, N., Tashpolotov, Y., & Ysmanov, E. (2020). Research of the Chemical Composition of Industrial Waste of the Kadamzhay Antimony Combine. *Bulletin of Science and Practice*, 6(12), 73-78. (in Russian). <https://doi.org/10.33619/2414-2948/61/08>
8. 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>
9. 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).
10. Ibraeva, Zh., Shabdanova, E., Tunguchbekova, Zh., Akzholova, K., Murzubraimov, B., & Ysmanov, E. (2023). Technology for Extraction of Scandium From Cake of Kadamzhay Antimony Plant. *Bulletin of Science and Practice*, 9(11), 317-322. (in Russian). <https://doi.org/10.33619/2414-2948/96/41>
11. Ukeleeva, A., Shabdanova, E., Shapakova, Ch., Zhusupova, Zh., Murzubraimov, B. & Ysmanov, E. (2023). Study of the Granulometric Composition of Technogenic Wastes of the Kadamzhay Antimony Plant. *Bulletin of Science and Practice*, 9(5), 395-399. (in Russian). <https://doi.org/10.33619/2414-2948/90/49>

Работа поступила
в редакцию 03.06.2024 г.

Принята к публикации
11.06.2024 г.

Ссылка для цитирования:

Тунгучбекова Ж. Т., Шабданова Э. А., Ибраева Ж. А., Акжолова К. П., Мурзубраимов Б. М., Ысманов Э. М. Исследование и разработка получения скандия из кека отвального алюминотермическим методом // Бюллетень науки и практики. 2024. Т. 10. №7. С. 370-375. <https://doi.org/10.33619/2414-2948/104/38>

Cite as (APA):

Tunguchbekova, Zh., Shabdanova, E., Ibraeva, Zh., Akzholova, K., Murzubraimov, B., & Ysmanov, E. (2024). Research and Development of Obtaining Scandium from Waste Cake by Aluminothermal Method. *Bulletin of Science and Practice*, 10(7), 370-375. (in Russian). <https://doi.org/10.33619/2414-2948/104/38>