

УДК 669.793

Семенов А.А., Юрасова О.В., Иванова А.В., Самиева Д.А.

## ИНТЕНСИФИКАЦИЯ ФИЛЬТРОВАНИЯ СУСПЕНЗИЙ И ПРОМЫВКИ ОСАДКОВ ОСНОВНЫХ СОЛЕЙ СКАНДИЯ

**Аннотация.** Осаждение гидроксидов и основных солей скандия является одним из наиболее простых методов отделения от скандия редкоземельных элементов (РЗЭ), щелочных, щелочноземельных металлов и других примесей, однако низкая фильтруемость суспензий объемистого осадка и необходимость его переосаждения в случае повышенного содержания примесей до настоящего времени не позволяли данному методу найти широкое применение в промышленности. Авторами представленной работы проведено исследование по усовершенствованию метода. Результаты исследования показали возможность интенсификации фильтрования суспензий и промывки осадков основных хлоридов Sc как посредством коагуляции при повышенной температуре, так и флокуляции синтетическим высокозаряженным анионным флокулянтom. Оба приема при соблюдении ряда условий способствуют ~3-кратному увеличению скорости фильтрования суспензии, однако за счет ее предварительного сгущения после флокуляции разница в скорости достигает  $\geq 4$  раз. Промывка агрегированного осадка характеризуется большими скоростями, чем неагрегированного, и позволяет без применения многократного переосаждения добиться высокой степени очистки  $Sc_2O_3$  от РЗЭ. Выявленная специфика флокуляции Sc-содержащего осадка обеспечивает возможность его эффективной промывки репульпацией, которая в условиях эксперимента оказалась предпочтительнее промывки на фильтре как в отношении временных затрат, так и глубины очистки. Полученные результаты могут быть использованы при разработке технологии глубокой очистки скандия и его соединений. Для уточнения оптимальных режимов флокуляции требуются дополнительные исследования с использованием синтетических высокозаряженных анионных флокулянтов с низкой вязкостью рабочих растворов.

**Ключевые слова:** глубокая очистка скандия, осаждение основных солей, коагуляция, флокуляция, фильтрование, промывка осадка

### Введение

Результаты многих современных научных работ, посвященных гидрометаллургии скандия [1-6], подтверждают перспективность применения жидкостной и твердофазной экстракции для очистки скандия от трудноотделимых примесей. Однако использование экстракции, предполагающей применение специального оборудования и реагентов, не всегда целесообразно, особенно на последних стадиях аффинажа, когда содержание лимитирующих примесей невелико. В этом случае более актуальны несложные и в то же время эффективные методы, к одним из которых традиционно относят осаждение гидроксидов и основных солей. Данный метод основан на разности в pH осаждения гидратов. Его существенными преимуществами являются: возможность очистки скандия от широкого ряда примесей, включая РЗЭ, щелочные и щелочноземельные металлы [7, с. 19], низкая растворимость образующихся осадков [8, с. 77-78] (существенные потери целевого компонента с маточным раствором наблюдаются только при осаждении аммиаком из карбонатных и фторидных сред [9, с. 286]), а также простота аппаратного оформления. Основные недостатки – низкая фильтруемость суспензий осадков [7, с. 20] и необходимость 2-3-кратного переосаждения при повышенном содержании РЗЭ [10, с. 64-73].

Обобщение информации, изложенной в литературных источниках [8, 10-12], позволяет сделать вывод о том, что процесс осаждения следует вести аммиаком при комнатной температуре или из подогре-

тых растворов [8, с. 254], содержащих  $\geq 50$  г/дм<sup>3</sup> соответствующих аммиачных солей для подавления пептизации осадка [8, с. 78, 254-256, 10, с. 64-73]. Отделение РЗЭ возможно лишь при строгом регулировании pH [10, с. 64-73], величина которого, очевидно, должна находиться в интервале от 5,1-5,45 (pH окончания осаждения основных солей [8, с. 254]) до 6,3 (pH начала осаждения гидроксидов РЗЭ (III) [10, с. 64-73]), из разбавленных растворов [11, с. 97-99]. Для интенсификации фильтрационного обезвоживания и промывки осадка предложена его предварительная коагуляция путем нагревания и выдерживания суспензии при 90-95°C в течение 15-30 минут [8, с. 254] в присутствии аммиачной соли как на стадии фильтрации, так и стадии промывки [8, с. 254-256, 10, с. 64-73, 11, с. 97-99]. Причем «существенных потерь скандия с фильтратом не происходит даже в присутствии хлорида аммония в количестве от 50 до 150 г/л и аммиака – 125 г/л» [12, с. 9]. Однако в рассмотренных источниках не приводятся сведения об оценке скоростей фильтрования суспензий, что не позволяет однозначно рекомендовать использовать указанную информацию в производственной практике.

Ввиду имеющихся недостатков метод не получил достаточного развития. Так, предложенные в настоящее время технологические схемы получения оксида скандия высокой чистоты [13-15], включающие стадию осаждения гидроксидов или основных солей, отличаются от прототипов в вариантах обработки осадка. При этом проблема разделения образующихся суспензий по-прежнему остается нерешенной.

Цель настоящей работы – изыскание возможности интенсификации и поиск оптимальных режимов осуществления фильтрования суспензий и промывки

осадков основных хлоридов скандия для последующего внедрения полученных результатов в технологию глубокой очистки скандия и его соединений. В качестве интенсифицирующих приемов рассмотрены коагуляция, проведенная в условиях, близких к рекомендуемым в литературе, и флокуляция синтетическим анионным флокулянтom.

### Методика экспериментов

Осаждение основных хлоридов скандия проводилось в кварцевом стакане разбавленным (1:1) раствором аммиака ОС.Ч. 23-5 до достижения pH=5,4-5,45 из раствора ScCl<sub>3</sub>, содержащего, г/дм<sup>3</sup>: Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 25, Y – 0,0059, NH<sub>4</sub>Cl – 0-100, pH=2,7 (раствор получен растворением отходов реализованного в АО «Гиредмет» опытного производства металлического скандия высокой чистоты [16]), при непрерывном перемешивании верхнеприводной мешалкой DLAB OS20-Pro с пропеллерным мешальником IKA R 1389B. Значение pH контролировалось по показаниям прибора pH-420 с комбинированным электродом ЭСК-10603/7. Полученные суспензии подвергались выдержке при повышенной температуре и непрерывном интенсивном перемешивании верхнеприводной мешалкой, или контактировались при медленном ручном перемешивании стеклянной палочкой с растворами флокулирующих агентов, в качестве которых использовались синтетические анионные флокулянты Superfloc® и PP577 производства Финляндии и КНР соответственно.

Фильтрационное обезвоживание и промывка осадков осуществлялись под вакуумом с помощью градуированной колбы Бунзена и воронки Бюхнера при периодическом разравнивании слоя осадка на фильтре и до практически полного прекращения стекания капель маточника с кончика воронки. В качестве фильтрующей перегородки использовалась фильтровальная лавсановая ткань с подложкой из фильтровальной бумаги марки «Ф». Сушка и прока-

ливание промытых осадков при температуре 750-850°C проводились в муфельной печи SNOL 30/1300 в кварцевых тиглях с крышкой до достижения постоянства массы получаемых порошков Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Определение примесного состава полученных порошков и Sc в маточном растворе осуществлялось в ИАСЦ АО «Гиредмет» методами искровой масс-спектрометрии и атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой соответственно.

В ходе экспериментов варьировались условия осаждения (содержание NH<sub>4</sub>Cl в исходном растворе c<sub>NH<sub>4</sub>Cl</sub><sup>н.р.р.</sup>), выдержки суспензии (продолжительность выдержки τ<sub>в</sub>, температура T<sub>в</sub>, частота вращения мешалки ν<sub>м</sub>), флокуляции (уровень заряда q<sub>фл.</sub>, концентрация ω<sub>фл.</sub>, вязкость 0,1%-го водного раствора μ<sub>0,1%</sub><sup>фл.р.р.</sup> и расход флокулянта, содержание NH<sub>4</sub>Cl в водно-солевом растворе флокулянта c<sub>NH<sub>4</sub>Cl</sub><sup>фл.р.р.</sup>), фильтрования (удельная площадь фильтрования S<sub>уд</sub>) и промывки осадка (температура и удельный расход промывной жидкости на единичную стадию V<sub>уд</sub><sup>пр.р.р.</sup>, содержание NH<sub>4</sub>Cl в промывной жидкости c<sub>NH<sub>4</sub>Cl</sub><sup>пр.р.р.</sup>, число стадий, способ проведения); оценивалось их влияние на скорость седиментации суспензии v<sub>с</sub>, прозрачность ее осветленной части, средние скорости фильтрационного обезвоживания v<sub>ф</sub>, а также среднюю скорость фильтрования в пересчете на объем исходной суспензии v<sub>ф</sub><sup>н.с.</sup>, и промывки осадка v<sub>пр</sub>, проскок частиц осадка в маточник, результирующую степень очистки Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub> от Y ε<sub>Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Y</sub>. Средние скорости фильтрования и промывки рассчитывались по известным формулам [17, с. 29, 53], скорости седиментации, мутность осветленной части суспензий и проскок при фильтровании оценивались визуально.

### Результаты экспериментов и их обсуждение

Результаты экспериментов представлены в табл. 1–3.

Таблица 1

Результаты экспериментов по фильтрованию суспензий

| Номер опыта   | c <sub>NH<sub>4</sub>Cl</sub> <sup>н.р.р.</sup> , г/дм <sup>3</sup> | Условия выдержки суспензии |                     |                     | S <sub>уд</sub> , м <sup>2</sup> /кг Sc <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Проскок | v <sub>ф</sub> , 10 <sup>-3</sup> м/ч | v <sub>ф</sub> <sup>н.с.</sup> , 10 <sup>-3</sup> м/ч |
|---|---|----------------------------|---------------------|---------------------|---|---------|---------------------------------------|---|
|   |   | τ <sub>в</sub> , мин       | ν <sub>м</sub> , Гц | T <sub>в</sub> , °C |   |         |                                       |   |
| Суспензия без обработки                               |   |                            |                     |                     |   |         |                                       |   |
| 0   | 0   | 0                          | -                   | -                   | 0,7-0,8   | +       | 1,1                                   | 1,1   |
| Суспензии после коагуляции при повышенной температуре |   |                            |                     |                     |   |         |                                       |   |
| 1   | 50  | 45                         | 8,0                 | 60-80               | 0,7-0,8   | +       | -                                     | -   |
| 2   | 50  | 60                         | 8,0                 | 60-90               | 0,7-0,8   | +       | 1,2                                   | 1,2   |
| 3   | 50  | 20                         | 8,0                 | 60-80               | 0,7-0,8   | -       | 3,4                                   | 3,4   |
| 4   | 50  | 30                         | 8,0                 | 60-80               | 0,7-0,8   | +       | 3,1                                   | 3,1   |
| 5   | 50  | 40                         | 5,8                 | 60-90               | 0,7-0,8   | +       | 1,6                                   | 1,6   |
| 6   | 100   | 40                         | 8,0                 | 60-80               | 0,7-0,8   | +       | 1,2                                   | 1,2   |
| Суспензии после флокуляции <sup>1</sup>               |   |                            |                     |                     |   |         |                                       |   |
| 7   | 50  | -                          | -                   | -                   | 0,7-0,8   | -       | 24,2                                  | 3,3-4,5 <sup>2</sup>                                  |
| 8   | 50  | -                          | -                   | -                   | 1,4   | -       | 39,2                                  | 5,3   |

<sup>1</sup> – значение получено при условии сгущения суспензии в 1,5 раза в течение одного часа;

<sup>2</sup> – режим флокуляции см. в табл. 3, № 3.

Результаты экспериментов по промывке осадков

| Номер опыта  | Число стадий | Способ промывки | $V_{уд}^{пр. р-р}$ ,<br>дм <sup>3</sup> /кг Sc <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | $C_{NH_4Cl}^{пр. р-р}$<br>на каждой<br>из стадий, г/дм <sup>3</sup> |     |     |      |                |       | $v_{пр}$ , 10 <sup>-3</sup> м/ч |     |     |      |     |       | $\varepsilon_{Sc_2O_3/Y}$ ,<br>% |
|--|--------------|-----------------|--|---|-----|-----|------|----------------|-------|---------------------------------|-----|-----|------|-----|-------|----------------------------------|
|  |              |                 |  | 0 <sup>1</sup>  | 1-3 | 4   | 5, 6 | 0 <sup>1</sup> | 1     | 2                               | 3   | 4   | 5    | 6   |       |                                  |
| Незарегистрированный осадок                        |              |                 |  |   |     |     |      |                |       |                                 |     |     |      |     |       |                                  |
| 0  | 1            | на фильтре      | 17,67×4  | -   | 0   | 0   | -    | -              | ~1,0  | ~1,0                            | -   | -   | -    | -   | -     |                                  |
| Осадки после коагуляции при повышенной температуре |              |                 |  |   |     |     |      |                |       |                                 |     |     |      |     |       |                                  |
| 1  | 4            | на фильтре      | 17,67×4  | ~90   | 125 | 10  | -    | 1,4            | 4,8   | 4,8                             | 9,6 | 2,8 | -    | -   | 91,5  |                                  |
| 2  | 4            | на фильтре      | 17,67×4  | -   | 125 | 125 | -    | -              | 3,8   | <1,0                            | 3,3 | 1,6 | -    | -   | 97,9  |                                  |
| 3  | 4            | на фильтре      | 17,67×4  | -   | 125 | 125 | -    | -              | <1,0  | 4,0                             | 3,2 | 3,7 | -    | -   | 97,0  |                                  |
| 4  | 4            | на фильтре      | 17,67×4  | -   | 125 | 125 | -    | -              | <1,0  | 4,4                             | 4,4 | 2,8 | -    | -   | 96,2  |                                  |
| 5  | 4            | на фильтре      | 17,67×4  | -   | 125 | 125 | -    | -              | 2,0   | 2,9                             | 2,1 | 1,9 | -    | -   | 96,2  |                                  |
| 6  | 6            | на фильтре      | 17,67×6  | -   | 150 | 150 | 150  | -              | 1,6   | 1,8                             | 1,9 | 1,8 | 2,1  | 1,5 | 97,5  |                                  |
| Осадки после флокуляции                            |              |                 |  |   |     |     |      |                |       |                                 |     |     |      |     |       |                                  |
| 7  | 5            | на фильтре      | 17,67×5  | -   | 0   | 0   | 0    | -              | 8,7   | 9,6                             | 4,3 | 2,0 | <1,0 | -   | 99,5  |                                  |
| 8  | 1            | репульпация     | 22,22 <sup>2</sup> +200 <sup>3</sup>                                       | -   | 90  | -   | -    | -              | 178,3 | -                               | -   | -   | -    | -   | >99,8 |                                  |

■ – промывка растворами комнатной температуры; ■ – промывка горячими (90°C) растворами; <sup>1</sup> – пропускание через слой осадка маточника фильтрования; <sup>2, 3</sup> – расходы водно-солевого раствора на репульпацию и повторную флокуляцию соответственно.

Таблица 3

Результаты исследования по выбору оптимального флокулянта и условий его введения

| Марка флокулянта                                 | Superfloc A-100 | Superfloc A-150 |          |          |          |          |          | Superfloc A-110 | Superfloc A-120 | Superfloc N-100 | PP577  |
|--|-----------------|-----------------|----------|----------|----------|----------|----------|-----------------|-----------------|-----------------|--------|
| $q_{фл}$ , %                                     | 7*              | 50*             |          |          |          |          |          | 16*             | 20*             | низкий*         | 32-36* |
| $\mu_{0,1\%}^{фл. р-р}$ , Па·с                   | 0,100*          | 0,200*          |          |          |          |          |          | 0,150*          | 0,200*          | 0,025*          | >0,200 |
| Номер опыта                                      | <b>1</b>        | <b>2</b>        | <b>3</b> | <b>4</b> | <b>5</b> | <b>6</b> | <b>7</b> | <b>8</b>        | <b>9</b>        | <b>10</b>       |        |
| Доза, кг/кг Sc <sub>2</sub> O <sub>3</sub>       | 0,20            | 0,10            | 0,20     | 0,20     | 0,20     | 0,25     | 0,20     | 0,20            | 0,20            | 0,20            |        |
| $\omega_{фл}$ , %                                | 0,1             | 0,1             | 0,1      | 0,5      | 0,1      | 0,05     | 0,1      | 0,1             | 0,1             | 0,1             |        |
| $C_{NH_4Cl}^{фл. р-р}$ , г/дм <sup>3</sup>       | 90              | 90              | 90       | 90       | 45       | 0        | 90       | 90              | 90              | 90              |        |
| Разделение фаз за 5 мин                          | +               | +               | +        | +        | +        | +        | -        | +               | -               | +               |        |
| Мутность осветленной части суспензии             | +               | -               | -        | -        | -        | +        | -        | низкая          | +               | низкая          |        |
| $v_c$  | высокая         | низкая          | низкая   | низкая   | низкая   | низкая   | -        | высокая         | высокая         | низкая          |        |
| $v_{ф}$ , 10 <sup>-3</sup> м/ч                   | 51,6            | 34,4            | 39,2     | 26,0     | 23,6     | <<10,0   | 19,8     | 38,1            | <<10,0          | 53,5            |        |
| $v_{ф}^{и.с}$ , 10 <sup>-3</sup> м/ч             | 7,0             | 8,2             | 5,3      | 11,4     | 3,2      | ~1,0     | 2,7      | 5,1             | ~1,0            | 7,2             |        |
| $v_{пр}$ , 10 <sup>-3</sup> м/ч (промывка водой) | <10             | <10             | ≥10      | ≥10      | <10      | -        | <<10     | <<10            | -               | <10             |        |

$S_{уд} = 4,7$  м<sup>2</sup>/кг Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub>;  $C_{NH_4Cl}^{и. р-р} = 50$  г/дм<sup>3</sup>;  $V_{уд}^{пр. р-р} = 71,43$  дм<sup>3</sup>/кг Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; \* – данные из технических описаний флокулянтов.

**Предварительные эксперименты.** В результате эксперимента установлено, что суспензия основных хлоридов скандия практически не расслаивается со временем и, ожидаемо, характеризуется крайне низкой  $v_{ф}$  (табл. 1, № 0). Потери скандия с маточником фильтрования составляют ~2% от исходного количества Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,

что объясняется в том числе более высокой растворимостью основных хлоридов Sc по отношению к гидроксидам [8, с. 78]. Промывка осадка на фильтре горячей водой помимо медленного протекания (табл. 2, № 0) характеризуется проскоком частиц в маточник.

**Эксперименты по коагуляции осадка при повышенной температуре.** Как видно из табл. 1, максимальное значение  $v_{\phi}$  без проскока частиц осадка в маточник достигается в условии выдержки суспензии при 60–80°C в течение 20 мин. Дальнейшее увеличение продолжительности выдержки и/или температуры приводит к проскоку и снижению скорости фильтрования, что в совокупности не удается нивелировать ни уменьшением интенсивности перемешивания, ни увеличением солевого фона жидкой части суспензии. Следует отметить, что во всех опытах суспензии после выдержки характеризовались крайне низкими  $v_c$ .

Использование горячих промывных растворов с большим, по сравнению с маточником фильтрации, содержанием  $\text{NH}_4\text{Cl}$  ( $\geq 90 \text{ г/дм}^3$ ) приводит к частичному переходу осадка в кристаллическое состояние (рис. 1) и характеризуется низкими скоростями процесса на первых стадиях.

Снижение концентрации высаливателя в промывном растворе до уровня, рекомендуемого в литературе [8, с. 254], приводит к проскоку и падению  $v_{\text{пр}}$  (табл. 2, № 1, стадия 4). Ожидаемо, уменьшению  $v_{\text{пр}}$  также способствует использование промывных растворов комнатной температуры (табл. 2, № 1, стадия 0) и постепенное уплотнение слоя осадка по мере перехода от стадии к стадии.

В целом коагуляция осадка, проведенная в оптимальном режиме (табл. 1, № 3), позволяет в  $\sim 3$  раза увеличить скорость фильтрования суспензии, а многократная промывка коагулированного осадка на фильтре горячими водно-солевыми растворами – добиться высоких показателей очистки от РЗЭ ( $\epsilon_{\text{Sc}_2\text{O}_3/\gamma} \sim 97\text{--}98\%$ ) со скоростью, в  $\sim 3\text{--}4$  раза превышающей  $v_{\text{пр}}$  некоагулированного осадка.



Рис. 1. Осадок основных хлоридов скандия до (слева) и после (справа) промывки горячим раствором  $\text{NH}_4\text{Cl}$  125–150 г/дм<sup>3</sup>

**Эксперименты по флокуляции осадка.** Как следует из табл. 3, практически все опробованные анионные флокулянты (за исключением слабоанионного Superfloc N-100) при соблюдении ряда условий являются применимыми для интенсификации разделения суспензии осадка, что согласуется с данными о распре-

делении гидроксокомплексов Sc при pH=5,4–5,45 [18, с. 62]. Установленный оценочный расход флокулянтов достаточно велик, что в совокупности с низкими концентрациями их рабочих растворов требует использования значительных объемов воды на проведение флокуляции. Закономерно, что разбавление солевого фона суспензии при контакте с большим объемом воды или раствором с содержанием  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , меньшим, чем в исходной суспензии (табл. 3, №№ 5, 6), приводит к пептизации осадка и снижает  $v_c$ ,  $v_{\phi}$  и  $v_{\text{пр}}$ . В свою очередь, использование растворов флокулянтов с уровнем солесодержания таким же, как в исходной суспензии (90 г/дм<sup>3</sup>  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ), улучшает контролируемые показатели. В ходе эксперимента также подтверждено, что водно-солевые растворы флокулянтов обладают меньшей вязкостью по сравнению с водными, о чем сообщалось в работе [19]. Тем не менее улучшение текучести изначально вязких растворов за счет роста солесодержания не позволяет использовать растворы с концентрацией  $> 0,1\%$  (табл. 3, № 4), так как в этом случае наблюдается заметная адгезия последних к стенкам лабораторной посуды.

Как прослеживается из табл. 3, при прочих равных условиях на  $v_c$  и  $v_{\phi}$  положительно влияет как уменьшение вязкости рабочего раствора, так и увеличение уровня заряда флокулянта, а на  $v_{\text{пр}}$  и прозрачность осветленной части – исключительно уровень заряда. В этой связи оптимальным флокулянтном представляется Superfloc A-150LMW ( $\mu_{0,1\%}^{\text{фл. P-P}} = 0,1 \text{ Па}\cdot\text{с}$ , уровень заряда – 50%) или его ближайшие аналоги, опробованию которых необходимо посвятить будущие исследования, а наиболее подходящим из опробованных флокулянтов является Superfloc A-150.

В табл. 1 и 2 (№ 7, 8) приведены результаты дополнительных экспериментов с использованием Superfloc A-150. В ходе опыта № 7 определено, что уменьшение  $S_{\text{уд}}$  с 4,7 до 0,7–0,8 м<sup>2</sup>/кг  $\text{Sc}_2\text{O}_3$  приводит к падению  $v_{\phi}$  в  $\sim 1,6$  раза и снижению адгезии флокул к волокнам фильтровальной ткани, поскольку  $S_{\text{уд}}$  не оптимальна (оптимальная величина  $S_{\text{уд}}$  определена по завершении опыта путем отделения верхнего влажного слоя осадка от нижнего слоя с минимальной влажностью и составила 1,4 м<sup>2</sup>/кг  $\text{Sc}_2\text{O}_3$ ). Также установлено, что допустимые  $v_{\text{пр}}$  ( $\sim 10^2 \text{ м/ч}$ ) наблюдаются только на первых двух стадиях промывки. С учетом возможной недостаточности степени очистки скандия после двух промывок на фильтре в качестве альтернативы в опыте № 8 опробована промывка репульпацией в небольшом объеме водно-солевого раствора с последующими повторными флокуляцией и фильтрованием. Эксперимент показал, что при аналогичной дозировке реагента на обеих стадиях флокуляции  $v_{\phi}$  после первой флокуляции превышает  $v_{\phi}$  после второй в  $\sim 4,5$  раза.

Как видно в табл. 1 и 2, флокуляция осадка высокозаряженным анионным флокулянтom способствует

ет ~3-кратному увеличению скорости фильтрования суспензии, однако за счет ее предварительного сгущения разница в скорости достигает  $\geq 4$  раз. Промывка флокулированного осадка при комнатной температуре (как многократная на фильтре, так и репульпация с повторной флокуляцией) характеризуется большими скоростями, чем нефлокулированного, и позволяет добиться высоких показателей очистки от РЗЭ ( $\epsilon_{Sc_2O_3/\gamma} \geq 99,5\%$ ), превышающих достигнутые в опытах с коагуляцией. В условиях эксперимента промывка репульпацией оказалась предпочтительнее промывки на фильтре как в отношении временных затрат (при прочих равных условиях ее продолжительность в ~10 раз меньше), так и глубины очистки.

### Выводы

1. Показана возможность интенсификации фильтрования суспензий и промывки осадков основных солей Sc как посредством коагуляции при повышенной температуре, так и флокуляции синтетическим высокозаряженным анионным флокулянтном. Оба приема при соблюдении ряда условий способствуют ~3-кратному увеличению скорости фильтрования суспензии, однако за счет ее предварительного сгущения, возможного после флокуляции, разница в скорости достигает  $\geq 4$  раз. Промывка агрегированного осадка характеризуется большими скоростями, чем неагрегированного, и позволяет без применения многократного переосаждения добиться высоких показателей очистки  $Sc_2O_3$  от РЗЭ (III), причем промывка флокулированного осадка обеспечивает более высокую степень очистки –  $\geq 99,5\%$ . Выявленная специфика флокуляции Sc-содержащего осадка обеспечивает возможность его эффективной промывки репульпацией, которая в условиях эксперимента оказалась предпочтительнее промывки на фильтре как в отношении временных затрат, так и глубины очистки.

2. Установлены оптимальные условия, обеспечивающие интенсификацию фильтрационного обезвоживания и промывки осадка посредством коагуляции: осаждение раствором аммиака при pH=5,4-5,45 из разбавленного раствора  $ScCl_3$ , содержащего  $50 \text{ г/дм}^3 \text{ NH}_4\text{Cl}$ , с последующей выдержкой суспензии при интенсивном перемешивании и температуре  $60-80^\circ\text{C}$  в течение 20 мин; промывка осадка на фильтре горячими ( $90^\circ\text{C}$ ) водно-солевыми растворами, содержащими  $>90 \text{ г/дм}^3 \text{ NH}_4\text{Cl}$ . Для уточнения оптимальных режимов флокуляции требуются дополнительные исследования с использованием синтетических высокозаряженных анионных флокулянтов с низкой вязкостью рабочих растворов.

3. Полученные результаты могут быть использованы при разработке технологии глубокой очистки скандия и его соединений.

### Список источников

1. A review on solvent extraction of scandium / D. Zou [et al.] // Journal of Rare Earths. 2022. <https://doi.org/10.1016/j.jre.2021.12.009>
2. Preparation of ultra-high pure scandium oxide with crude product from titanium white waste acid / X. Peng [et al.] // Journal of Rare Earths. 2022. <https://doi.org/10.1016/j.jre.2022.04.006>
3. Разделение скандия и тория при переработке черного скандиевого концентрата, полученного из возвратных растворов подземного выщелачивания урана / Е.Ю. Мешкова [и др.] // Радиохимия. 2020. Т. 62. № 5. С. 440-445. 10.31857/S0033831120050111
4. Separation of scandium from the other rare earth elements with a novel macro-porous silica-polymer based adsorbent HDEHP/SiO<sub>2</sub>-P / W. Zhang [et al.] // Hydrometallurgy. 2019. Vol. 185. P. 117-124. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2019.01.012>
5. Костикова Г.В., Кутепова О.А., Резник А.М. Экстракция Sc и сопутствующих элементов триэтиламинфосфатом из водных растворов, содержащих  $HNO_3$  и LiCl // Журнал неорганической химии. 2018. Т. 63. № 2. С. 265-270 10.7868/S0044457X18020216
6. Гидрометаллургические методы извлечения скандия из отходов разных производств / Т.В. Молчанова [и др.] // Металлы. 2017. № 2 С. 11-16.
7. Химия и технология редких и рассеянных элементов: учеб. пособие для вузов: Ч. 2 / под ред. К.А. Большакова. 2-е изд., перераб. и доп. М.: Высш. шк., 1976. 360 с.
8. Комиссарова Л.Н. Неорганическая и аналитическая химия скандия. М.: Эдиториал УРСС, 2001. 512 с.
9. Яценко С.П., Пасечник Л.А. Скандий: наука и технология. Екатеринбург: Урал. ун-т, 2016. 364 с.
10. Остроумов Э.А. Новые методы химического анализа с применением органических оснований. М.: Госгеолиздат, 1952. 119 с.
11. Фаворская Л.В. Химическая технология скандия. Алма-Ата: КазИМС, 1969. 143 с.
12. Коршунов Б.Г., Резник А.М., Семенов С.А. Скандий. М.: Металлургия, 1987. 184 с.
13. Кудрявский Ю.П. Технология глубокой очистки оксида скандия от примесей с получением оксида скандия высокой чистоты // Известия вузов. Цветная металлургия. 2011. № 5. С. 24-26.
14. Пат. 2647398 РФ, МПК C22B 29/00, C22B 3/12, C22B 3/20, C01F 17/00. Получение скандийсодержащего концентрата и последующее извлечение из него оксида скандия повышенной чистоты / А.Г. Суус, А.Б. Козырев, А.В. Панов; заявитель и патентообладатель ООО «Объединенная Компания РУСАЛ Инженерно-технологический центр» (RU). № 2016132359; заявл. 04.08.2016; опубл. 15.03.2018, Бюл. № 8. 25 с.

15. Пат. 2669737 РФ, МПК С22В 59/00, С22В 3/38, С01F 17/00. Способ получения оксида скандия из скандийсодержащих концентратов / А.Б. Козырев [и др.]; заявитель и патентообладатель ООО «Объединенная Компания РУСАЛ Инженерно-технологический центр» (RU). № 2018102058; заявл. 18.01.2018; опубл. 15.10.2018, Бюл. № 29. 11 с.
16. Технология получения металлического скандия чистотой не менее 99,99% из оксида / С.А. Василенко [и др.] // Химия и химическая технология в XXI веке: материалы XXIII Международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых имени выдающихся химиков Л.П. Кулева и Н.М. Кижнера (г. Томск, 16-19 мая 2022 г.). Т. 1. Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2022. С. 45-46.
17. Разделение суспензий в химической промышленности / Т.А. Малиновская [и др.]. М.: Химия, 1983. 264 с.
18. Назаренко В.А., Антонович В.П., Невская Е.М. Гидролиз ионов металлов в разбавленных растворах. М.: Атомиздат, 1979. 192 с.
19. Середкина О.Р., Рахимова О.В., Лановецкий С.В. Исследование флокулирующей способности полиакриламида, приготовленного на водно-солевых растворах // Современные наукоемкие технологии. 2016. № 5-2. С. 291-295.

#### Сведения об авторах

**Семенов Андрей Александрович** – кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник, АО «Гиредмет», г. Москва, Россия. E-mail: [nolven-rock@mail.ru](mailto:nolven-rock@mail.ru)

**Юрасова Ольга Викторовна** – кандидат технических наук, начальник лаборатории, АО «Гиредмет», г. Москва, Россия. E-mail: [OYUrasova@rosatom.ru](mailto:OYUrasova@rosatom.ru)

**Иванова Антонина Владимировна** – стажер-исследователь, АО «Гиредмет», г. Москва, Россия. E-mail: [antonina.v.ivanova@gmail.com](mailto:antonina.v.ivanova@gmail.com)

**Самиева Динара Акжолтоевна** – научный сотрудник, АО «Гиредмет», г. Москва, Россия. E-mail: [DASamieva@rosatom.ru](mailto:DASamieva@rosatom.ru)

---

#### INFORMATION ABOUT THE PAPER IN ENGLISH

---

#### INTENSIFICATION OF FILTRATION OF SUSPENSIONS AND WASHING OF PRECIPITATES OF SCANDIUM HYDROXOSALTS

**Semenov Andrey A.** – Ph.D. in Technology, Leading Researcher, Giredmet State Research and Design Institute of Rare-Metal Industry, Moscow, Russia. E-mail: [nolven-rock@mail.ru](mailto:nolven-rock@mail.ru)

**Yurasova Ol'ga V.** – Ph.D. in Technology, Head of Laboratory, Giredmet State Research and Design Institute of Rare-Metal Industry, Moscow, Russia. E-mail: [OYUrasova@rosatom.ru](mailto:OYUrasova@rosatom.ru)

**Ivanova Antonina V.** – Trainee Researcher, Giredmet State Research and Design Institute of Rare-Metal Industry, Moscow, Russia. E-mail: [antonina.v.ivanova@gmail.com](mailto:antonina.v.ivanova@gmail.com)

**Samieva Dinara A.** – Researcher, Giredmet State Research and Design Institute of Rare-Metal Industry, Moscow, Russia. E-mail: [DASamieva@rosatom.ru](mailto:DASamieva@rosatom.ru)

**Abstracts.** Precipitation of scandium hydroxides and hydroxosalts is one of the simplest methods for separating rare earth elements (REE), alkali, alkaline earth metals and other impurities from scandium, however, the low filterability of suspensions of bulky precipitate and the need for its reprecipitation in case of an increased content of impurities have not allowed this method to be widely used in industry until now. The authors of the present work conducted the research to improve the method. The results of the research showed the possibility of intensifying the filtration of suspensions and washing the precipitates of scandium hydroxochlorides both through coagulation at an elevated temperature and flocculation by a synthetic highly charged anionic flocculant. Under a number of conditions both processes contribute to a ~3 times increase in the suspension filtration rate, however, preliminary thickening of the suspension after flocculation allows to achieve  $\geq 4$  times difference in rate. The washing of the aggregated precipitate is characterized by higher rates than of the nonaggregated one, and makes it possible to achieve high degree of purification of  $\text{Sc}_2\text{O}_3$  from REE without multiple reprecipitations. The revealed specificity of flocculation of the Sc-containing precipitate provides an opportunity for its effective washing by repulping, which under the experimental conditions turned out to be preferable to washing on a filter both in terms of time and purification degree. The results obtained can be used for the development of a technology of the deep purification of scandium and its compounds. In order to specify the optimal modes

of suspension separation after flocculation, additional studies are required using synthetic highly charged anionic flocculants with low viscosity of solutions.

**Keywords:** deep purification of scandium, precipitation of hydroxosalts, coagulation, flocculation, filtration, washing of precipitate.

---

Ссылка на статью:

Интенсификация фильтрования суспензий и промывки осадков основных солей скандия / А.А. Семенов, О.В. Юрасова, А.В. Иванова, Д.А. Самиева // Теория и технология металлургического производства. 2022. №3(42). С. 17-23.

Semenov A.A., Yurasova O.V., Ivanova A.V., Samieva D.A. Intensification of filtration of suspensions and washing of precipitates of scandium hydroxosalts. *Teoria i tehnologia metallurgiceskogo proizvodstva*. [The theory and process engineering of metallurgical production]. 2022, vol. 42, no. 3, pp. 17-23.