УДК 669.793

Д.В.КУЦЕНКО
Металлургический факультет,
аспирант кафедры металлургии цветных металлов

УТИЛИЗАЦИЯ ПРОМЕЖУТОЧНЫХ ПРОДУКТОВ ПРОИЗВОДСТВА СКАНДИЯ И ЕГО ЛИГАТУР

Металлический скандий и его лигатуры находят широкое применение в различных изделиях наукоемких технологий. Скандий является одним из редких и дорогостоящих металлов, что обуславливает необходимость комплексного использования промежуточных продуктов его производства.

Рассмотрены основные виды отходов, образующихся при металлотермическом получении кристаллического скандия и его лигатур. Определены закономерности перехода скандия в твердые и жидкие фазы промежуточных продуктов при утилизации. На основании полученных скандийсодержащих материалов синтезированы лигатуры Al–Mg–Sc, что позволяет осуществить технологический процесс в замкнутом цикле с минимальными потерями ценных компонентов.

Metallical scandium and its ligatures find broad application in different items of high technologies. The scandium is one of infrequent and expensive metals, that causes necessity of complex usage of industrial products of its effecting.

The main kinds of waste which are generatrix at obtaining of crystalline scandium and its ligatures are reviewed. Are determined of regularity of transition of scandium in firm and fluid phases of industrial products at salvaging. It is ground of the keeping stuffs, obtained scandium, the ligatures Al–Mg–Sc are synthesized, that allows to execute a master schedule in a closed cycle with minimum losses of valuable components.

Металлический скандий является одним из наиболее дорогих металлов с относительно небольшим объемом производства. Основными областями его применения являются наукоемкие технологии, компьютерная техника и др. [3]. Одно из важнейших направлений использования скандия – производство легких высокопрочных алюминиево-скандиевых сплавов; скандий оказывает модифицирующее влияние на структуру сплавов, способствует формированию субзеренной структуры в полуфабрикатах и обеспечивает дополнительное упрочнение [4, 5].

Нами рассмотрена возможность переработки скандийсодержащих отходов при металлотермическом получении скандия и его лигатур Al–Mg–Sc. Основные переделы получения кристаллического скандия и его лигатур заключаются в гидрохлорировании оксида скандия, обезвоживании соединений – $ScCl_3 \cdot 3Na(K)Cl \cdot nH_2O$, натриетермическом восстановлении безводных хлоридов и гидрометаллургической переработке реакционной массы. При этом образуются некондиционные продукты, которые содержат определенное количество скандия. Кроме того, на металлургическом цикле при синтезе скандийсодержащих лигатур, сплавов легких металлов на его основе и обработке их накапливается некоторое количество металлических отходов [2]. В связи с высокой стоимостью легирующих редких металлов проблема утилизации таких продуктов представляется актуальной. Рассмотрены результаты исследований по переработке некондиционных промежуточных продуктов, содержащих скандий.

При получении кристаллического скандия нижняя часть хлоридного расплава после обезвоживания и отстаивания обычно содержит 9,3–16,2 % $Sc_{общ}$ и примеси: 0,32 % железа, 0,036 % кремния, оксиды (табл.1). Солевая часть реакционной массы (хлориды натрия, калия) содержит в основном недовосстановленный хлорид скандия

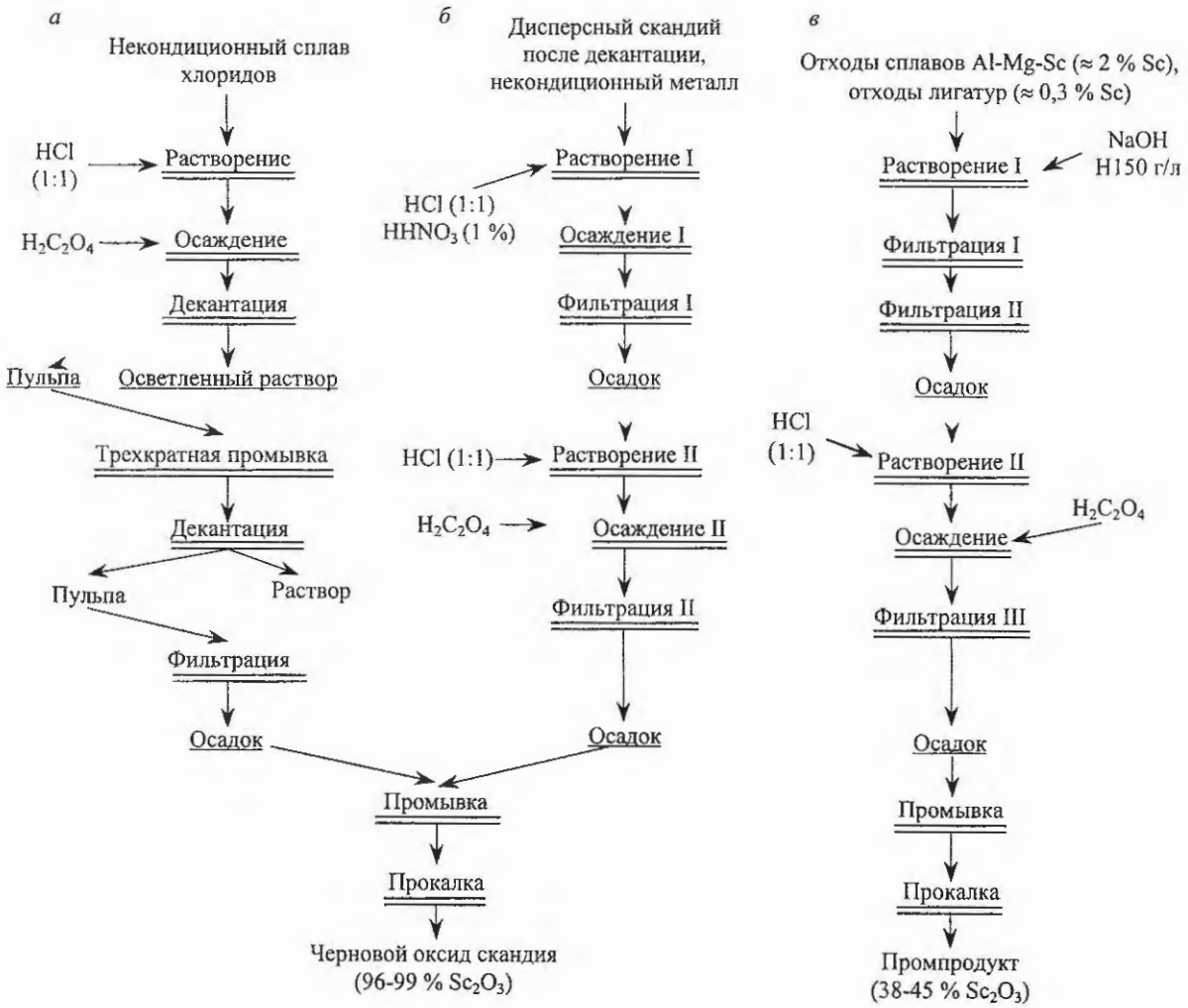
(до 3 %). Переработку этой категории продуктов проводили путем растворения в концентрированной соляной кислоте (1:1) при Т:Ж = 1:6 (см. рисунок, *а*). Перевод скандия в твердую фазу осуществляли при добавлении щавелевой кислоты. После отстаивания продуктов взаимодействия проводили декантацию. Пульпу трижды промывали раствором соляной и щавелевой кислоты, отстаивали и снова сливали. Полученный слив выпаривали, твердую фазу присоединяли к конечному продукту.

Основную часть оксалата скандия, находившегося в пульпе, тщательно промыва-

Таблица 1

Состав чернового оксида скандия, полученного при переработке промежуточных продуктов производства металлического скандия, %

Исходный материал	Характеристика исходного материала		Черновой оксид скандия					
	Sc	Fe	Sc	Fe	Ti	Al	Na	Si
Сплав хлоридов	12,7	0,32	64,3	0,008	0,10	0,03	0,1	0,03
Дисперсный скадий после декантации	43,6	0,76	62,9	0,008	0,001	0,003	-	0,01
Некондиционный металл	33,6	6,4	63,7	0,010	0,003	0,10	-	0,03



Принципиальная технологическая схема утилизации промежуточных продуктов получения кристаллического скандия и лигатур Al–Mg–Sc

ли на фильтре, в промывных водах скандия не обнаружили. После прокалки оксалата получили черновой оксид скандия (90 %), содержащий 0,008 % железа, 0,1 % Ti и сотые доли других примесей. Общий выход скандия 84,8 %.

Дисперсный скандий после декантации растворов гидрометаллургического передела и некондиционный металл, образующийся вследствие нарушения технологии процесса восстановления, содержали 43 и 33 % скандия и 0,8 и 6,4 % железа соответственно (табл.1). После первого растворения в концентрированной соляной кислоте, осаждения и фильтрации получили продукт, содержащий 0,05-0,10 % железа (рисунок, *б*). Повторное осаждение позволяет снизить концентрацию железа в продуктах переработки до 0,008 % . Следует отметить, что черновой оксид скандия, получаемый из некондиционного металла, содержал большее количество примесей, чем продукты переработки дисперсных порошков гидрометаллургическим передела. Выход скандия в черновой концентрат из дисперсного порошка гидрометаллургического передела был несколько ниже, чем из некондиционного металла (81,1 и 84,8 % соответственно). В конечном итоге получен скандиевый концентрат, содержащий 96–98 % оксида скандия.

В процессе металлургического цикла изготовления полуфабрикатов из сплавов Al–Mg–Sc (от плавления шихты до готовых листов или профилей) образуются отходы различной кондиционности, они составляли 60-85 % от готовой продукции. Такие отходы, в основном, сортируются по следующим видам:

1) крупногабаритные отходы, которые без специальной подготовки могут быть вовлечены в последующую плавку сплава в виде кондиционной шихты;

2) мелкие отходы, незначительные загрязнения в виде всплесков, обрезей, полуфабрикатов и т.п.;

3) мелкая сильнозагрязненная стружка, несепарированные отходы, замасленная стружка от механической обработки и т.п.

Отходы второй группы можно вовлекать в шихту путем переплава, рафинирования (обработки флюсами, продувки газами, фильтрации и т.п.) и отливки их в чушки. Как правило, такая переработка производится непосредственно на заводе-производителе листов, профилей и т.п.

Нами [1] достаточно успешно утилизированы отходы первой группы, полученные при изготовлении полуфабрикатов на основе лигатур Al–Mg–Sc и Mg–Sc. Полученные листы (толщиной 6 мм), прокатанные из слитков вторичного переплава, характеризуются достаточно высокими значениями прочности и пластических свойств ($\sigma_в$ = 361 МПа, σ_{02} = 27 МПа и ψ = 28 %).

Материалы третьей группы перерабатывали путем растворения в щелочных растворах и последующего переосаждения (рисунок, *в*). Алюминийсодержащий раствор после переработки может быть реализован для получения дефицитных и дорогостоящих коагулянтов для водоподготовки.

Стружку алюмоскандиевой лигатуры, содержащую 2,3 % скандия, медленно загружали в перемешиваемый раствор, содержащий 150 г/л NaOH. Процесс растворения протекал энергично с выделением водорода. После двухкратной фильтрации получили осадок, который после прокаливания при 900 °С содержал около 4 % скандия, 0,1 % железа, остальные оксиды алюминия, натрия, магния, кремния (табл.2).

В растворах после фильтрации скандия не обнаружено. Повторное растворение осадка в соляной кислоте и переосаждение при помощи щавелевой кислоты позволило получить продукт, содержащий 25 % скандия, 0,05 % железа; концентрация других элементов также снизилась: алюминия – до 0,1 %, марганца 0,003 %, титана 0,01 %, кремния 0,03 %; содержание натрия составило 1-3 %.

Переработана стружка скандийсодержащего сплава Al–Mg–Sc следующего состава: скандия 0,27–0,43 %, железа 0,24 %, магния 5,9 %, марганца 0,6 %, алюминий – основа. После фильтрации получен осадок,

Таблица 2

Содержание основных компонентов в продуктах переработки скандийсодержащих лигатур и сплавов, %

Исходный материал	Характеристика исходного материала		Sc	Fe	Ti	Al	Mg	Na	Si	Mn
	Sc	Fe								
Лигатура Al–Sc	2,3	0,05	4,0/25	0,10/0,05	0,03/0,01	3/0,1	1,0/0,3	1,0/3	1,0/0,03	0,3/0,03
Сплав Al–Mg–Sc	0,34	0,24	1,4/29,7	1,8/0,3	0,10/0,03	13,4/13,0	1,9/1,0	1,0/5,0	0,2/0,1	1,0/0,15

Примечание. В числителе и знаменателе – I и II осаждение соответственно.

содержащий 1,4 % скандия, 1,8 % железа, титана и кремния десятые доли процента, марганца и магния проценты, алюминия более 10 % (табл.2). Последующее переосаждение позволило повысить концентрацию скандия до 30 %, уменьшить содержание железа и других примесных элементов до 0,3 %. Получение из такого продукта 99 % Sc_2O_3 и выше не представляет трудностей и может быть осуществлено сочетанием оксалатной и гидратной очисток [3].

На основании полученных скандийсодержащих материалов (37,5-45 и 96-99 % Sc_2O_3) были успешно синтезированы лигатуры Al–Mg–Sc путем металлотермического восстановления их в галогенидных солях [1]. Таким образом, процесс металлотермического получения кристаллического скандия и его лигатур (магний – скандий, алюминий – магний – скандий) может быть осуществлен в замкнутом технологическом цикле с утилизацией промежуточных продуктов собственного производства.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Александровский С.В.* Получение скандийсодержащих лигатур путем металлотермического восстановления хлоридов / С.В.Александровский, В.М.Сизяков, Д.В.Куценко и др. // Труды ВАМИ. 2003. С. 117-121.

2. Исследование синтеза лигатур Al–Mg–Sc / С.В.Александровский, М.Б.Гейликман, Д.В.Куценко и др. // Тезисы докладов Международной конференции «Металлургические технологии и экология». 12.06–15.06.2001. РЭСТЭК. М.: Изд. дом «Руда и металлы», 2001. С. 24-25.

3. *Коршунов Б.Г.* Скандий / Б.Г.Коршунов, А.М.Резник, С.А.Семенов. М.: Металлургия. 1987. 184 с.

4. *Напалков В.И.* Легирование и модифицирование алюминия и магния / В.И.Напалков, С.В.Махов. М.: Изд-во МИСИС. 2002. 396 с.

5. *Филатов Ю.А.* Деформируемые сплавы на основе системы Al–Mg–Sc и перспективы их применения в автомобилестроении // Цветные металлы. 1997. № 2. С. 60-62.

Научный руководитель д.т.н. проф. *С.В.Александровский*