doi:10.3969/j.issn.1007-7545.2022.11.002

基于针铁矿法对石棉尾矿酸浸液高效除铁

储凌燕[1,2,3],孙红娟[1,2,3],彭同江[1,2,3,4]

(1. 西南科技大学 固体废物处理与资源化教育部重点实验室,四川 绵阳 621010;
2. 西南科技大学 矿物材料及应用研究所,四川 绵阳 621010;
3. 西南科技大学 四川省非金属矿粉体改性与高质化利用技术工程实验室,四川 绵阳 621010;
4. 西南科技大学 分析测试中心,四川 绵阳 621010)

摘要:石棉尾矿酸浸分离制备系列高纯硅镁化合物粉体材料是石棉尾矿高值化利用的重要途径,但石棉尾矿的酸浸液中除主要含有 Mg^{2+} 外,还含有如 Fe^{3+}、Fe^{2+} 等杂质离子。以石棉尾矿经焙烧、酸浸后的高镁酸性滤液为原料,氨水为中和剂,对滤液进行沉淀除铁,采用分光光度法测定滤液中铁离子的浓度,XRD、FT-IR 等分析沉淀产物的物相结构变化。结果表明,在反应终点 pH=4.5、反应温度 80 ℃、反应时间 10 min 条件下,沉淀物主要由针铁矿和黄铵铁矾构成,铁的去除率可达 99.71%,镁损失率仅为 3.39%,悬浊液的过滤速度为 3.46 mL/min,产物过滤性能好,铁离子去除率高。

关键词:石棉尾矿;针铁矿法;酸浸液;除铁;过滤

中图分类号:TF803.2+5 **文献标志码:**A **文章编号:**1007-7545(2022)11-0009-08

Iron Removal from Acid Leaching Solution of Asbestos Tailings by Goethite Method

CHU Ling-yan[1,2,3], SUN Hong-juan[1,2,3], PENG Tong-jiang[1,2,3,4]

(1. Key Laboratory of Ministry of Education for Solid Waste Treatment and Resource Recycle, Southwest University of Science and Technology, Mianyang 621010, Sichuan, China;
2. Institute of Mineral Materials and Applications, Southwest University of Science and Technology, Mianyang 621010, Sichuan, China;
3. Sichuan Engineering Lab of Nonmetallic Mineral Powder Modification & High-quality Utilization, Southwest University of Science and Technology, Mianyang 621010, Sichuan, China;
4. Center of Forecasting and Analysis, Southwest University of Science and Technology, Mianyang 621010, Sichuan, China)

Abstract: Acid leaching separation of asbestos tailings to prepare a series of high-purity silicon-magnesium compound powder materials is an important way of high-value utilization of asbestos tailings, but the acid leaching solution of asbestos tailings mainly contains Mg^{2+}, as well as contains impurities such as Fe^{3+}, Fe^{2+} and so on. The high magnesium acid filtrate after roasting and acid leaching of asbestos tailings was used as raw material, and ammonia water was used as neutralizer to precipitate iron in the filtrate. The concentration of iron ion in the filtrate was determined by spectrophotometry, the phase and structure of precipitated products were analyzed by XRD and FT-IR. The results show that under the conditions including pH value of 4.5, reaction temperature of 80 ℃, and reaction time of 10 min, the sediment is mainly composed of goethite and jarosite, removal rate of iron is 99.71%, loss rate of magnesium is only 3.39%, and filtration rate of suspension is 3.46 mL/min. The product filtration performance is good.

Key words: asbestos tailings; goethite method; acid leaching solution; deironing; filtration

---

收稿日期:2022-06-21

基金项目:国家自然科学基金资助项目(42072048);四川省级知识产权专项资金项目(2022-ZS-00031)

作者简介:储凌燕(1999-),女,硕士研究生;**通信作者:**孙红娟(1976-),女,教授,博导

我国石棉矿产资源丰富,位居世界第三,但矿石品位较低,生产过程中会产生大量的石棉尾矿,导致了大量的石棉尾矿堆积,不仅造成了矿产资源的浪费,同时占用土地资源,而且对周围环境及居民身体健康造成不利的影响[1-2]。石棉尾矿的主要矿物组成为蛇纹石、滑石、磁铁矿等[3],化学成分主要为SiO_2、MgO,含少量Fe_3O_4、Al_2O_3、CaO等[4]。酸浸工艺是石棉尾矿资源化利用的经典工艺[5],石棉尾矿的酸浸液(即粗制硫酸镁溶液[6])中除主要含有Mg^{2+}外,还含有其他杂质离子,如较多的Fe^{3+}、Fe^{2+}和少量的Al^{3+}等,经纯化后可制备氧化镁、氢氧化镁等含镁系列化合物[7]。由于铁离子反应活性高[8],为了得到高纯度的含镁系列化合物产品,必须首先将铁离子从溶液中去除。因此,石棉尾矿酸浸液中铁离子的去除具有重要研究意义。

目前,在化工溶液提纯过程中,除铁的方法主要有化学沉淀法和选择性溶剂萃取法[9]两大类。其中化学沉淀法在工业应用中最常见,在沉淀过程中,首先加入过量氧化剂,将Fe^{2+}转化为Fe^{3+},然后加入氢氧化钠、氧化钙、氢氧化钙、氨水等碱性试剂,调节溶液的终点pH[10-11]。在不同反应条件(温度、时间、反应终点pH、铁离子浓度等)下,铁离子可以形成不同的沉淀物,如羟基化配合物盐($MFe_3(SO_4)_2(OH)_6$)、赤铁矿(Fe_2O_3)、针铁矿(FeOOH)和氢氧化铁($Fe(OH)_3$)等。按照沉淀产物的不同,可把化学沉淀法分为黄钠(铵)铁矾法、针铁矿法、赤铁矿法等。但上述除铁工艺均有一定的应用局限性:黄钠(铵)铁矾法耗酸量高,产渣量大,反应温度大于90 ℃;赤铁矿法反应终点pH较高,能耗最大;氢氧化物沉淀法反应条件简单,但容易生成过滤性差的氢氧化铁胶体[12-16]。针铁矿法可在常压和较低温度下进行,根据热力学数据,Fe^{3+}的水解产物应是针铁矿而不是胶状氢氧化铁,但当溶液中pH较大、Fe^{3+}浓度较高时,Fe^{3+}水解产物大多是或都是不易过滤的胶状氢氧化铁[17-18]。因此可通过调整反应条件,控制产物沉淀物种类,提高过滤性能,这样不仅可以简化除铁工艺流程,还能节约工业成本。YUE等[19]采用针铁矿法在85 ℃下利用氢氧化钠对硫酸镍溶液进行除铁,发现随着pH的降低,针铁矿的结晶度降低,针铁矿颗粒容易团聚,颗粒尺寸显著增大,沉淀物的过滤能力提高。HAN等[20]在镍浸出液除铁过程中加入天然褐铁矿种子诱导针铁矿结晶,提高了针铁矿的结晶度和铁沉淀物的过滤速度,沉铁渣中铁含量为53%,镍含量为1.22%。

本文基于石棉尾矿酸浸液为高镁酸性滤液[21],且铁离子杂质浓度低,采用针铁矿法对阿克塞红柳沟石棉尾矿焙烧产物酸浸后的滤液进行除铁,以氨水为中和剂,探究了温度、时间、反应终点pH对除铁率、镁损失率及产物过滤性能的影响,以期找到除铁率高、镁损失率低且产物过滤性能好的技术条件,对解决现实生产问题具有一定的指导与帮助作用。

1 试验

1.1 原料

石棉尾矿采自阿克塞红柳沟石棉矿山,样品编号为CAT,化学成分(%):SiO_2 41.33、Al_2O_3 1.20、TFe_2O_3 3.09、MgO 41.59、CaO 0.47、K_2O 0.03、Cr_2O_3 0.42、MnO_2 0.06、NiO 0.21、P_2O_5 0.03、TiO 0.08、烧失量12.74。所用石棉尾矿酸浸液主要化学成分(g/L):Mg^{2+} 14.34、TFe 1.09、Si^{4+} 0.14、Al^{3+} 0.35、Ca^{2+} 0.34。

1.2 试剂与仪器设备

试剂:硫酸、过氧化氢、氨水和乙二胺四乙酸二钠等,均为分析纯试剂。

仪器设备:节能型管式电炉、UPT-11-10T优普系列超纯水机、PHS-3C数字式pH计等。

1.3 试验方案与步骤

中和沉淀法除铁过程中主要考察的影响因素包括温度、时间和反应终点pH[22]。其中,根据金属氢氧化物的K_{sp}值可计算铁氢氧化物沉淀完全的pH为3.20[23]。试验步骤如下。

1)高镁酸性滤液的制备

先将石棉尾矿样品(CAT)在高温炉中设定温度680 ℃下焙烧1 h;然后将焙烧活化后的石棉尾矿(CAT-B)置于盛有浓度为1.4 mol/L的H_2SO_4溶液的锥形瓶中,在温度为30 ℃、液固比为14的条件下反应40 min;将反应后产物在6 000 r/min下离心5 min,得到酸浸滤液。

2)除铁

取50 mL酸浸滤液于锥形瓶中,滴加1.5 mL过氧化氢(过量),使溶液中的Fe^{2+}全部转化为Fe^{3+};将水浴锅加热到设定温度(磁力搅拌条件250 r/min)后,放入锥形瓶;向溶液中缓慢滴加5 mol/L的氨水溶液,达到设定的pH后,在设定的温度下反应一定时间;采用Φ12.5 mm中速定性滤纸对反应产物进行过滤,滤渣样品置于烘箱中105 ℃干燥24 h,冷却后装入塑封袋中备用,编号为RE-pH-T;滤液样品封口备用,编号为FL-pH-T,其

中 pH 表示反应终点 pH，T 表示反应温度。

3)过滤性能测定

反应结束后，采用 Φ90 mm 普通漏斗、Φ12.5 mm中速定性滤纸对反应产物进行过滤，记录 5 min 过滤的滤液体积 V_f(mL)，反应产物的过滤速度 ν(mL/min)由式 1 计算：

$$\nu = V_f / 5 \tag{1}$$

采用分光光度法测定滤液中铁离子的浓度，铁离子的去除率(除铁率)α 由公式 2 计算：

$$\alpha = (1 - \frac{C_{Fe} V}{C_{Fe'} V'}) \times 100\% \tag{2}$$

式中，C_{Fe} 为除铁前溶液中铁离子浓度(mg/L)；V 为除铁前溶液总体积(L)；$C_{Fe'}$ 为除铁后溶液中铁离子浓度(mg/L)；V' 为除铁后溶液总体积(L)。

采用 EDTA 标准滴定法测定滤液中镁离子的浓度，镁离子的损失率 β 由式 3 计算：

$$\beta = (1 - \frac{C_{Mg} V}{C_{Mg'} V'}) \times 100\% \tag{3}$$

式中，C_{Mg} 为除铁前溶液中镁离子浓度(mg/L)；V 为除铁前溶液总体积(L)；$C_{Mg'}$ 为除铁后溶液中镁离子浓度(mg/L)；V' 为除铁后溶液总体积(L)。

1.4　样品表征

石棉尾矿样品的化学成分采用 Axios 型 X 射线荧光光谱仪(XRF)分析，压片法制样。采用 X′pert MPD Pro 型 X 射线衍射仪(XRD)分析滤渣样品的物相及结构。滤渣样品的分子振动光谱分析采用 Bruker Vertex 70v 红外光谱仪测定，采用 KBr 压片法制样，扫描范围 4 000～400 cm^{-1}。滤液中铁离子浓度采用 Evolution300 型紫外分光光度计测试。

2　试验结果与讨论

2.1　焙烧前后尾矿物相变化

图 1 为焙烧前后石棉尾矿样品的 XRD 谱。可以看出，焙烧前尾矿样品(CAT)中主要的物相为纤蛇纹石(d_{002}=0.730 2 nm，d_{004}=0.365 2 nm，d_{202}=0.245 2 nm)，还含有少量的滑石(d_{010}=0.458 nm，$d_{\bar{1}33}$=0.249 nm，d_{049}=0.153 nm)、磁铁矿(d_{311}=0.253 nm，d_{511}=0.161 nm，d_{440}=0.148 nm)、绿泥石(d_{002}=1.390 nm，d_{004}=0.700 nm，d_{006}=0.469 nm)。尾矿样品经 680 ℃焙烧 1 h 后，衍射峰背底增高，部分呈现非晶化，原纤蛇纹石的衍射峰强度减弱，出现了一系列新的峰。主要形成镁橄榄石(d_{021}=0.388 0 nm，d_{130}=0.276 4 nm，d_{112}=0.245 7 nm)、赤铁矿(d_{104}=0.269 nm，d_{110}=0.251 nm，d_{024}=0.184 nm，d_{116}=0.169 nm)、石英(d_{100}=0.425 nm，d_{101}=0.335 nm，d_{112}=0.182 nm)。这是由于经过煅烧 CAT 样品中的磁铁矿氧化生成赤铁矿，纤蛇纹石的一部分结构被破坏，分解产物结晶形成镁橄榄石和石英[24]。

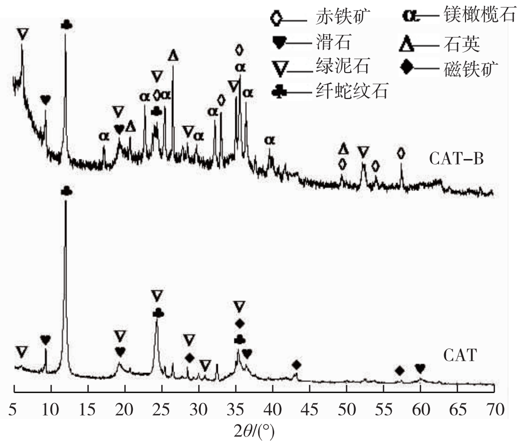

图 1　石棉尾矿样品焙烧前后的 XRD 谱

Fig. 1　XRD spectra of asbestos tailings samples before and after roasting

2.2　反应终点 pH 对除铁的影响

图 2 为氨水处理的酸浸液在不同反应终点 pH 下滤渣的 XRD 谱。由图 2 可知，当调节反应终点 pH 为 4.0 时，滤渣主要由针铁矿(d_{110}=0.418 3 nm，d_{130}=0.269 3 nm，d_{111}=0.245 0 nm)和黄铵铁矾(d_{012}=0.510 nm，d_{021}=0.310 nm)构成；当反应终点 pH 为 4.5 时，滤渣中针铁矿和黄铵铁矾的主要衍射峰强度都增加，且峰的半高宽变小，说明提高酸浸液的 pH 时，针铁矿和黄铵铁矾的结晶程度提高；继续升高 pH 到 5.0 时，非晶产物引起的背底散射增强。

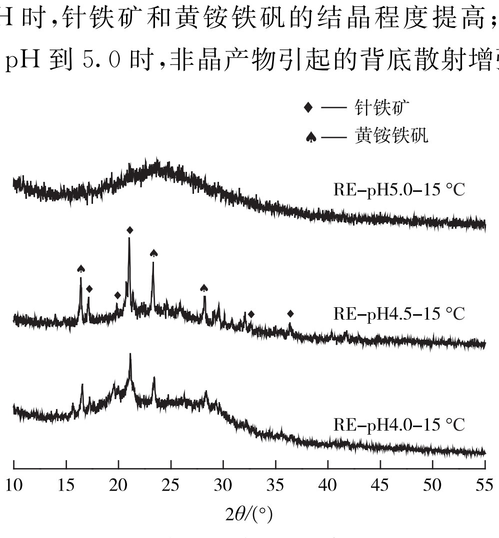

图 2　不同反应终点 pH 条件下滤渣样品的 XRD 谱

Fig. 2　XRD spectra of filter residues samples at different pH values

图 3 是不同反应终点 pH 下滤渣的红外光谱图。901 和 794 cm^{-1} 处为—OH 特征吸收峰，421 cm^{-1} 处是 Fe—O 伸缩振动峰，都是由 α-FeOOH 引起的；1 107 cm^{-1} 处对应着 S—O 键的拉伸振动，是由于 $NH_4Fe_3(SO_4)_2(OH)_6$ 中 SO_4^{2-} 引起的；RE-pH5.0-15 ℃ 出现了新的 1 632 cm^{-1} 吸收峰，该处的谱峰为 H—O—H 弯曲振动，是该滤渣中 $Fe(OH)_3$ 引起的。结合 XRD 数据可以推断，RE-pH5.0-15 ℃ 的非晶化严重是由于生成了结晶程度差的胶状氢氧化铁。

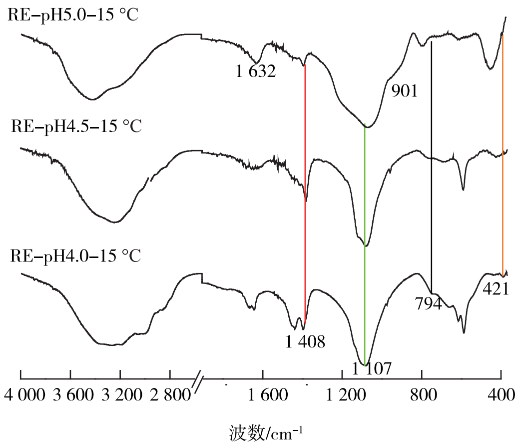

图 3　不同反应终点 pH 条件下滤渣样品的 FT-IR 谱

Fig. 3　FT-IR spectra of filter residues samples at different pH values

图 4 是在不同反应终点 pH 下的除铁率和镁损失率。由图 4 可知，在反应终点 pH 从 3.0 提升至 4.0 的过程中，铁的去除率由 26.42% 快速升高至 99.37%，说明反应终点 pH 的升高对除铁效率的提升有促进作用；在反应终点 pH 由 4.0 提升至 5.0 的过程中，铁的去除率上升趋势缓慢，仅由 99.37% 提升至 99.94%，这是由于溶液中大量铁离子已被去除，导致溶液中的铁离子浓度很小，所以提高 pH 时铁离子去除率的升高幅度不大。在反应终点 pH 从 3.0 升高至 5.0 的过程中镁的损失率始终缓慢增加，由 2.09% 缓慢升高至 3.81%。说明在反应终点 pH 在 3.0～5.0 时，提高反应终点 pH 会导致镁离子损失率的升高。

镁离子的损失率与溶液中镁离子的含量及铁沉淀物对镁离子的吸附和共沉淀作用有关。氢氧化镁开始沉淀的 pH 为 9.28[25]，所以氢氧化物沉淀不是镁离子损失的主要原因。镁离子的共沉淀损失量与铁沉淀物的性质有关：形成针铁矿和黄铵铁矾沉淀时，镁离子被吸附得较少；随着反应终点 pH 的升高，易生成胶状氢氧化铁，由于胶状氢氧化铁颗粒

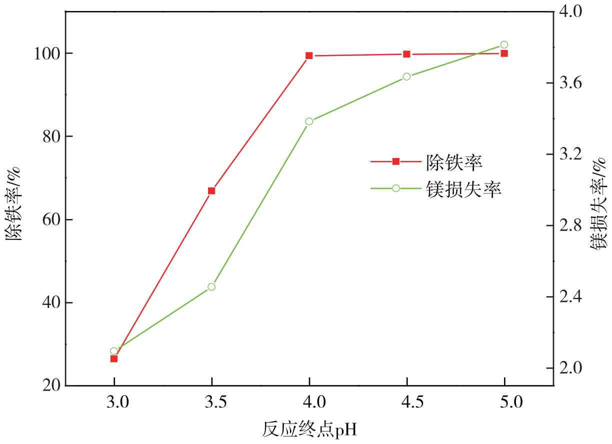

图 4　不同反应终点 pH 条件下的除铁率和镁损失率

Fig. 4　Iron removal rate and magnesium loss rate under different pH values of reaction endpoint

小、结晶度差，有较大比表面积，对镁离子的吸附能力强[26-27]，导致镁离子损失增加。因此，为减少镁离子的损失，在不明显降低沉铁效率的情况下应尽量采取较低的反应终点 pH。

图 5 是酸浸液在不同反应终点 pH 下悬浮液的过滤速度。可以看出，在反应终点 pH 为 3.0～4.0 时，反应产物的过滤速度随反应终点 pH 的提高逐渐下降，由 1.10 mL/min 降低到 0.18 mL/min，这是由于随着反应终点 pH 的升高，沉淀产物变多，导致过滤速度变慢；反应终点 pH 为 4.5 时，产物的过滤速度迅速升高到 1.16 mL/min，因为此时生成沉淀物大部分都是过滤性能较好的针铁矿和黄铵铁矾；在反应终点 pH 为 5.0 时，产物过滤速度略有降低，这与反应终点 pH 升高导致生成难以过滤的胶状氢氧化铁有关。

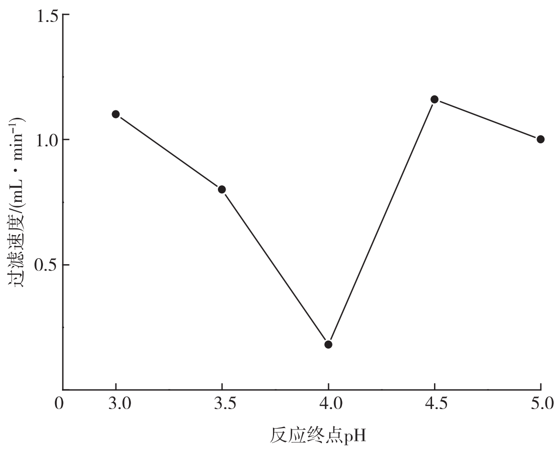

图 5　不同反应终点 pH 条件下悬浮液的过滤速度

Fig. 5　Filtration rate of suspension at different pH value of reaction end point

结合文献资料认为,随反应终点 pH 的升高,Fe^{3+} 水解形成氢氧化铁的趋势增大[28],沉淀物中胶状氢氧化铁比例增多,导致产物过滤性能略有下降。综合考虑,为获得除铁效率高、镁损失率低且过滤性能好的悬浮液,选择反应终点 pH 为 4.5。

2.3　反应温度对除铁的影响

图 6 是酸浸液在不同反应温度下滤渣的 XRD 谱。由图 6 可知,当反应温度从室温升到 80 ℃的过程中,针铁矿和黄铵铁矾衍射峰的强度都随反应温度提高而增加,且峰半高宽变小,非晶产物引起的背底散射逐渐减弱。表明利用氨水除铁时,提高反应温度,生成的黄铵铁矾和针铁矿结晶程度逐渐提高,非晶产物含量逐渐降低。

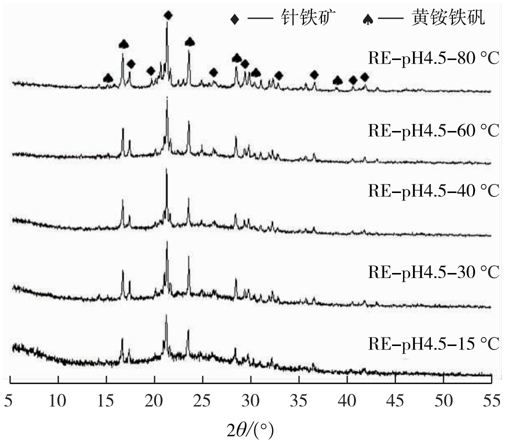

图 6　不同反应温度条件下滤渣样品的 XRD 谱

Fig. 6　XRD patterns of filter residues samples at different temperature

图 7 是不同反应温度下滤渣的红外光谱图。可以看出,随着温度升高,黄铵铁矾 1 107 cm^{-1} 处 S—O 键的拉伸振动吸收峰逐渐减弱,而针铁矿 901 和 794 cm^{-1} 处的—OH 特征吸收峰、440 cm^{-1} 处的 Fe—O 伸缩振动峰都随温度升高而增强,说明升高温度有利于提高针铁矿在滤渣中的含量。

图 8 是不同反应温度下的除铁率和镁损失率。由图 8 可知,在反应温度从 15 ℃提升至 80 ℃的过程中,铁的去除率始终呈上升趋势,但仅由 99.37% 升高至 99.97%。这是由于当 pH 为 4.5 时,室温下铁离子的去除率已经大于 99%,导致溶液中的铁离子浓度很小,所以提高反应温度时,铁离子去除率提高幅度小。在反应温度由 15 ℃提升至 80 ℃的过程中,镁的损失率也始终升高,由 2.45% 缓慢升高至 5.68%。

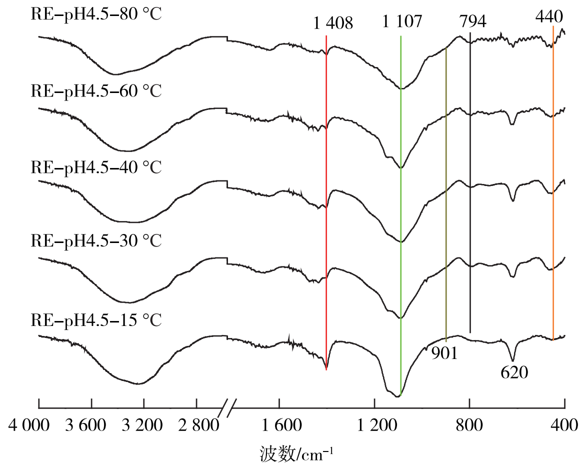

图 7　不同反应温度条件下滤渣样品的 FT-IR 谱

Fig. 7　FT-IR spectra of the filter residues samples at different temperature

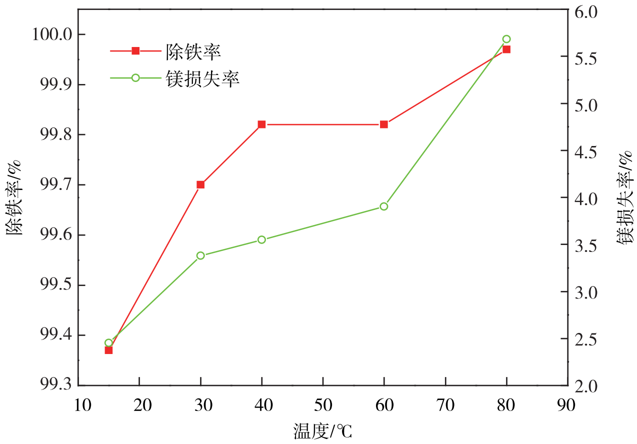

图 8　不同反应温度下的除铁率和镁损失率

Fig. 8　Iron removal rate and magnesium loss rate at different reaction temperatures

分析表明,用氨水对石棉尾矿酸浸液进行除铁时,提高反应温度有利于铁离子的沉淀,但同时镁离子的损失也会增加。这是由于针铁矿和黄铵铁矾的生成需要吸收大量的热[29],升高反应温度有利于针铁矿和黄铵铁矾的生成,从而使除铁率提高。

图 9 是在不同反应温度下产物的过滤速度。可以看出,在反应温度在 15～80 ℃时,反应产物的过滤速度始终随温度的升高而缓慢升高,从室温时的 1.16 mL/min 升高至 80 ℃时的 3.70 mL/min。这是由于升高温度会促进针铁矿和黄铵铁矾的结晶[30],产物的结晶程度越高,过滤速度越快。为使悬浮液的过滤性能提高,反应温度选择 80 ℃。

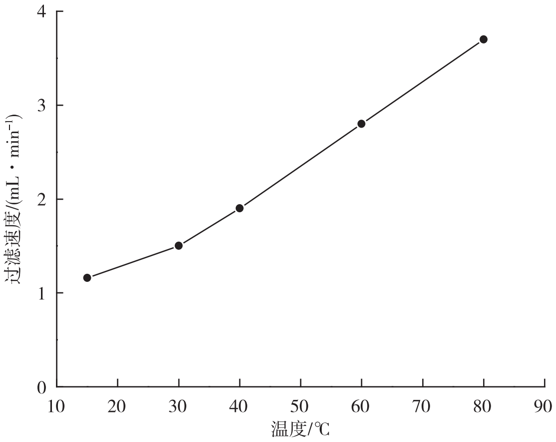

图 9 不同反应温度下悬浮液的过滤速度

Fig. 9 Filtration rate of suspension at different reaction temperature

2.4 反应时间对除铁的影响

图 10 是在不同反应时间下的除铁率和镁损失率。由图 10 可知,时间在 1～30 min 内,铁的去除率由 99.47%缓慢提升至 99.97%;反应时间大于 20 min后,铁的去除率几乎不变。而反应时间从 1 min延长至 30 min 的过程中,镁的损失率始终缓慢下降。这是由于反应前期针铁矿和黄铵铁矾生成不完全,形成非晶型沉淀,沉淀颗粒较小,比表面积大,对镁离子的吸附能力强,导致镁离子损失率高。

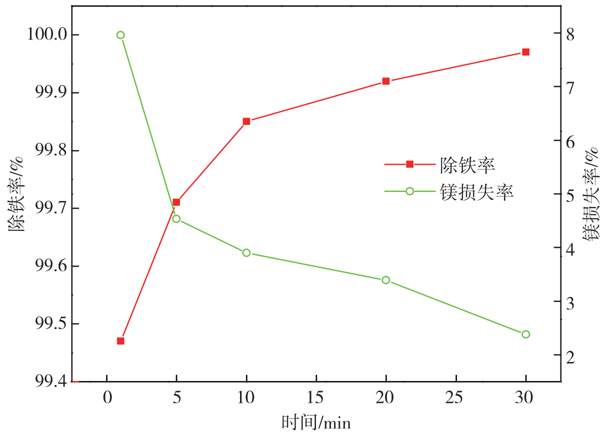

图 10 不同反应时间下的除铁率和镁损失率

Fig. 10 Iron removal rate and magnesium loss rate at different reaction time

图 11 是在不同反应时间下产物的过滤速度,由图 11 可知,在反应时间在 1～10 min 内,反应产物的过滤速度从 2.96 mL/min 升高到 3.46 mL/min;在反应时间在 10～30 min 内,反应产物过滤速度从 3.46 mL/min 缓慢升高至 3.70 mL/min。结果表明,针铁矿和黄铵铁矾的结晶度会随反应时间的延长而提高,因此反应时间的延长有利于产物过滤速度的提高。为获得较高的除铁率、节约能耗,反应时间选择 10 min。

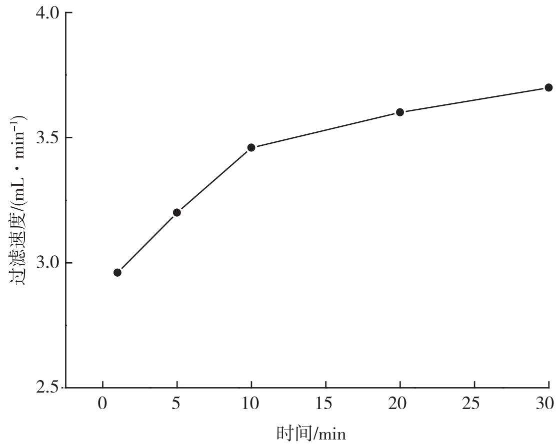

图 11 不同反应时间下悬浮液的过滤速度

Fig. 11 Filtration rate of suspension under different reaction time

在反应终点 pH=4.5、温度 80 ℃、反应时间 10 min的条件下,得到的滤液主要化学成分为(g/L):Mg^{2+} 11.81、TFe 1.02×10^{-3}、Si^{4+} 0.10、Al^{3+} 0.26、Ca^{2+} 0.23。

3 结论

1)反应终点 pH 和温度对除铁率的影响最显著。

2)沉淀产物主要为针铁矿和黄铵铁矾,针铁矿和黄铵铁矾的结晶程度及胶状氢氧化铁生成的多少是控制产物过滤速度的关键。

3)最佳反应条件为:温度 80 ℃、反应时间 10 min、终点 pH=4.5,在此条件下,铁的去除率可达 99.71%,镁损失率为 3.39%,产物的过滤速度为 3.46 mL/min,黄铵铁矾和针铁矿结晶程度高。

参考文献

[1] DU L L, WANG X R, WANG M Z, et al. Analysis of mortality in chrysotile asbestos miners in China[J]. Journal of Huazhong University of Science and Technology(Medical Sciences), 2012, 32(1): 135-140.

[2] TAKAHASHI K, LANDRIGAN P J, RAMAZZINI C.

The global health dimensions of asbestos and asbestos-related diseases[J]. Annals of Global Health, 2016, 82(1):209-213.

[3] DONG F Q, ZHOU Q, PENG T J. Utilization of serpentine resources in China[J]. Materials Science Forum, 2015, 814:583-589.

[4] CHEN J T, HAN Y X, DING S F, et al. The adsorption performance study of acid leaching residue of asbestos tailings[J]. Materials Science Forum, 2011, 685:246-252.

[5] 余玉操,彭同江,孙红娟,等. 温石棉尾矿酸法焙烧产物提取氧化镁的研究[J]. 非金属矿, 2016, 39(2):1-4.
YU Y C, PENG T J, SUN H J, et al. Extracting MgO from roasted product of chrysotile tailings with sulfuric acid and ammonium sulfate[J]. Non-Metallic Mines, 2016, 39(2):1-4.

[6] ROZALEN M, HUERTAS F J. Comparative effect of chrysotile leaching in nitric, sulfuric and oxalic acids at room temperature[J]. Chemical Geology, 2013, 352:134-142.

[7] SIROTA V, SELEMENEV V, KOVALEVA M, et al. Preparation of crystalline $Mg(OH)_2$ nanopowder from serpentinite mineral[J]. International Journal of Mining Science Technology, 2018, 28(3):499-503.

[8] NIU Z, LI G B, HE D D, et al. Resource-recycling and energy-saving innovation for iron removal in hydrometallurgy: crystal transformation of ferric hydroxide precipitates by hydrothermal treatment[J]. Journal of Hazardous Materials, 2021, 416:125972. DOI:10.1016/j.jhazmat.2021.125972.

[9] ZHU Z W, TULPATOWICZ K, PRANOLO Y, et al. Fe(Ⅲ)removal from a synthetic chloride leach solution of nickel laterite by N, N-diethyldodecanamide[J]. Minerals Engineering, 2014, 61:47-53.

[10] ACHARYA S, ANAND S, DAS R. Iron rejection through jarosite precipitation during acid pressure leaching of zinc leach residue[J]. Hydrometallurgy, 1992, 31(1/2):101-110.

[11] JONES R M, JOHNSON D B. Iron kinetics and evolution of microbial populations in low-pH, ferrous iron-oxidizing bioreactors[J]. Environmental Science & Technology, 2016, 50(15):8239-8245.

[12] IZADI A, MOHEBBI A, AMIRI M, et al. Removal of iron ions from industrial copper raffinate and electrowinning electrolyte solutions by chemical precipitation and ion exchange [J]. Minerals Engineering, 2017, 113:23-35.

[13] LIU C, HE H J, LIANG D Q, et al. Removal of iron in hot acid leach liquor by hematite process[J]. Advanced Materials Research, 2012, 581:731-734.

[14] DENG Z G, ZHU B P, ZENG P, et al. Behaviour and characterization of hematite process for iron removal in hydrometallurgical production [J]. Canadian Metallurgical Quarterly, 2019, 58(2):223-231.

[15] PAPPU A, SAXENA M, ASOLEKAR S R. Jarosite characteristics and its utilisation potentials[J]. Science of the Total Environment, 2006, 359(1/2/3):232-243.

[16] CAO Z F, ZHONG H, LIU G Y, et al. Recovery of nickel and iron from lixivium of nickel laterite ores[J]. Advanced Materials Research, 2012, 524:1037-1040.

[17] NAN T X, YANG J G, TANG C B, et al. Reaction kinetics of shearing-enhanced goethite process for iron removal from zinc solution [J]. Hydrometallurgy, 2021, 203: 105624. DOI: 10. 1016/j. hydromet. 2021.105624.

[18] PRADEL J, CASTILLO S, TRAVERSE J P, et al. Ferric hydroxide oxide from the goethite process: characterization and potential use [J]. Industrial & Engineering Chemistry Research, 1993, 32 (9): 1801-1804.

[19] YUE T, HAN H S, SUN W, et al. Low-pH mediated goethite precipitation and nickel loss in nickel hydrometallurgy [J]. Hydrometallurgy, 2016, 165: 238-243.

[20] HAN H S, SUN W, HU Y H, et al. Induced crystallization of goethite precipitate from nickel sulfate solution by limonite seeding [J]. Hydrometallurgy, 2017, 174:253-257.

[21] JIANG Y P, PENG T J, SUN H J. Preparation of acicular basic magnesium carbonate by the activation product of chrysotile asbestos tailing[J]. Advanced Materials Research, 2011, 178:230-235.

[22] MASAMBI S, DORFLING C, BRADSHAW S. Comparing iron phosphate and hematite precipitation processes for iron removal from chloride leach solutions[J]. Minerals Engineering, 2016, 98:14-21.

[23] SCHOLZ F, KAHLERT H. The calculation of the solubility of metal hydroxides, oxide-hydroxides, and oxides, and their visualisation in logarithmic diagrams[J]. ChemTexts, 2015, 1(1):1-9.

[24] 孙红娟,彭同江,曾丽,等. 煅烧条件对石棉尾矿酸浸出率的影响及机理研究[J]. 矿物学报, 2013, 33(2):

175-180.
SUN H J, PENG T J, ZENG L, et al. Effect of calcination conditions on acid leaching rate of asbestos tailings and its mechanism[J]. Acta Mineralogica Sinica,2013,33(2):175-180.

[25] RYZNAR J, GREEN J, WINTERSTEIN M. Determination of the pH of saturation of magnesium hydroxide[J]. Industrial Engineering Chemistry,1946,38(10):1057-1061.

[26] WANG S N,FANG Q,YAN R,et al. Effect of natural pyrite oxidation on the U(Ⅵ) adsorption under the acidic and neutral conditions[J]. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry,2021,329(2):839-848.

[27] LIU J J,LOUIE S M,PHAM C,et al. Aggregation of ferrihydrite nanoparticles: effects of pH, electrolytes, and organics[J]. Environmental Research,2019,172:552-560.

[28] YOON H S, CHUNG K W, KIM C J, et al. Characteristics of phosphate adsorption on ferric hydroxide synthesized from a $Fe_2(SO_4)_3$ aqueous solution discharged from a hydrometallurgical process[J]. Korean Journal of Chemical Engineering,2018,35(2):470-478.

[39] LIU P F,ZHANG Y F. Crystallization of ammonium jarosite from ammonium ferric sulfate solutions[J]. Hydrometallurgy,2019,189:105133. DOI:10.1016/j.hydromet.2019.105133.

[30] ŠOLC Z, SEDLÁK M, MRACEK J. Iron(Ⅲ) oxide formed by decomposition of sodium jarosite as a raw material for ceramic pigments of spinel type[J]. Journal of Thermal Analysis,1990,36(6):2103-2107.