

热活化强化盐酸浸出煤矸石中的铁试验研究

张明贤¹, 袁富琴², 马爱元², 杜金松²

(1. 六盘水师范学院 土木与规划学院, 贵州 六盘水 553004;

2. 六盘水师范学院 化学与材料工程学院, 贵州 六盘水 553004)

摘要:研究了采用热活化强化盐酸浸出法从高硅铝比、高铁煤矸石中脱除铁,考察了煅烧温度、煅烧时间、盐酸浓度、浸出温度、液固质量比、浸出时间对铁浸出率的影响,并通过正交试验优化了工艺条件。结果表明:在煅烧温度 500 °C、煅烧时间 1 h、盐酸浓度 20%、浸出时间 3 h、浸出温度 90 °C、液固质量比 4/1 的优化条件下,Fe 浸出率为 94.25%。该法能高效脱除煤矸石中的铁,同时使 Si、Al 元素得到有效富集,可为煤矸石资源化利用提供一定技术参考。

关键词:煤矸石;铁;浸出;煅烧;活化;盐酸

中图分类号:TF803.21;TF641

文献标识码:A

文章编号:1009-2617(2025)02-0238-09

DOI:10.13355/j.cnki.sfyj.2025.02.013

煤矸石作为富含 SiO_2 、 Al_2O_3 的固体废物,常被用作生产各类沸石、陶瓷、气凝胶等功能材料的原材料。但高铁煤矸石中以 Fe_2O_3 为主的各种杂质组分会极大地影响这些硅基材料的合成与性能,从而阻碍煤矸石的再生回收^[1-6]。目前,从煤矸石中去除铁的技术主要包括磁选法^[7]、浮选法^[8]和重选法^[9]等。磁选法是利用磁性物质的吸附作用,将含铁矿物质从煤矸石中分离出来;浮选法是利用矿物表面的亲水性和疏水性差异,将含铁煤矸石从煤矸石中分离出来;重选法则是利用煤矸石中不同密度的组分分选原理,将含铁煤矸石从煤矸石中分离出来。这些方法在实际应用中各有优缺点,需要根据原料的性质和产品的需求选择合适的技术路线。

为了进一步提高煤矸石除铁的效果和效率,近些年研究人员经过不断探索和优化,提出了多种方法,其中较为有效的方法是化学酸浸法^[10]。研究表明在浸出前进行粉碎研磨或高温煅烧预处理,或将这两种方法结合进行预处理^[8,11],之后再进行酸浸的除铁效果更佳。这是因为:粉碎研磨

能明显减小煤矸石的颗粒尺寸,增加表面积,改善表面结构,从而增大煤矸石与酸浸剂的接触概率,提高浸出率;高温煅烧能破坏分解煤矸石中大部分的含杂质矿物相,释放其中的杂质成分,使煤矸石颗粒尺寸进一步减小,同时还能去除煤矸石内的有机质^[12-16]。

试验以某高硅铝比、高铁煤矸石为原料,研究了采用热活化强化酸浸法从煤矸石深度回收铁,富集硅、铝,考察了热活化强化焙烧条件、浸出优化工艺条件对铁浸出率的影响,并探讨了煤矸石热活化强化溶铁机制,以期能为开发煤矸石制备陶瓷等高附加值材料及煤矸石资源综合利用提供一定技术参考。

1 试验部分

1.1 试验原料、试剂及设备

试验用煤矸石取自贵州省六盘水某煤矿企业,具有高硅铝比、含铁量高等特征。煤矸石的化学组成见表 1,硅铝比达 2.5 以上,硅铝组分占煤矸石总质量的 62.2%,可作为生产陶瓷等硅基材料的原材料。

收稿日期:2024-11-05

基金项目:贵州省教育厅项目(黔教技[2024]157号,黔教技[2024]152号);六盘水市科技局科技发展项目(52020-2024-0-2-8);六盘水师范学院重点学科建设项目(LPSSYZDXK2022001);贵州省大学生创新训练计划项目(S202310977119)。

第一作者简介:张明贤(1994—),男,硕士,讲师,主要研究方向为工业固体废物资源化。

通信作者简介:马爱元(1988—),男,博士,教授,主要研究方向为固废资源综合利用。E-mail:may_kmust11@163.com。

表 1 煤矸石原料的化学组成
Table 1 Chemical composition of coal gangue

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	K ₂ O	MgO	P ₂ O ₅	ZrO ₂	Cr ₂ O ₃
44.8	17.4	20.6	6.64	3.54	3.11	1.14	0.27	0.218	0.106

图 1 为煤矸石原料的 XRD 图谱。

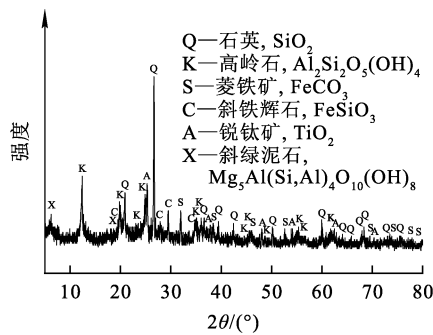


图 1 煤矸石的 XRD 图谱

Fig. 1 XRD pattern of coal gangue

煤矸石中的 SiO₂、Al₂O₃ 主要来自石英相、高岭石相及斜绿泥石相,而 Fe₂O₃ 则来自菱铁矿相

和斜铁辉石相,另有少量 TiO₂ 来自锐钛矿相。除石英及锐钛矿相外,其余矿物相均可通过高温煅烧实现有效分解,基于此,试验选用高温热处理方式对煤矸石进行活化。

对煤矸石样品进行 SEM-EDS 形貌分析,结果如图 2 所示。由图 2(a)、(b)可知:通过粉碎球磨步骤,煤矸石颗粒尺寸得到有效控制,基本保持在微米级别,且颗粒表面十分粗糙,使得其表面积明显增加,有利于提高后续酸浸效果。图 2(c)为煤矸石的面扫能谱峰图及具体的元素占比。可以看出:各元素质量百分比由大到小依次为 O、Si、Al、Fe、Mg、K、Ti、Ca,这与 XRF 的分析结果大体一致,O 原子百分比远大于其他元素,说明该煤矸石基本由各种含氧矿物相组成,这与 XRD 的分析结果相吻合。

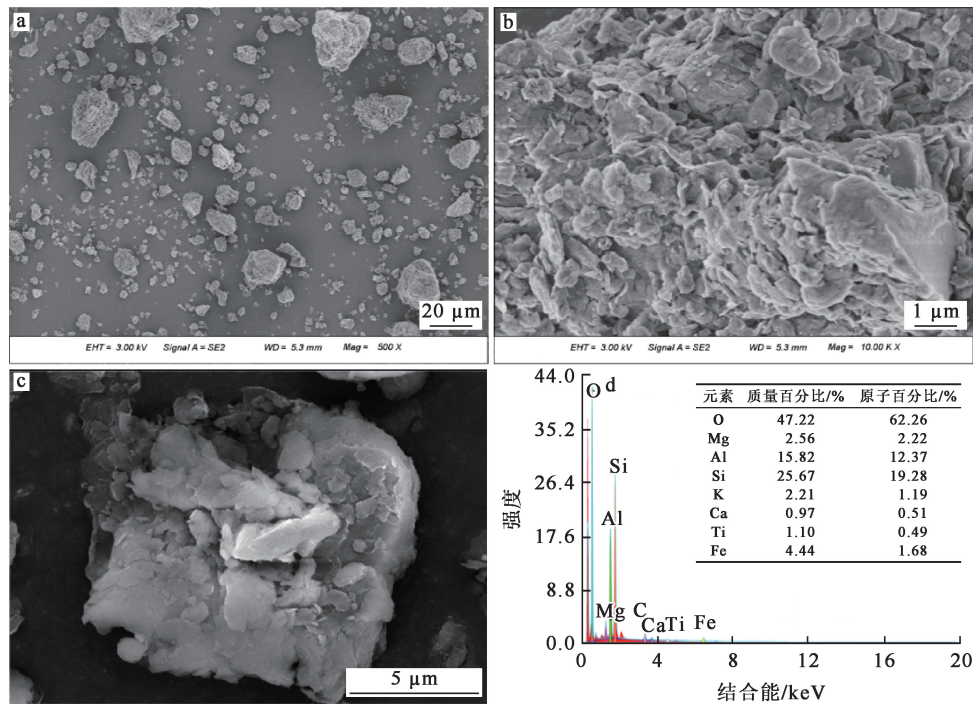


图 2 煤矸石的 SEM-EDS 表征结果

Fig. 2 SEM-EDS characterization results of coal gangue

1.2 试验试剂及设备

主要试剂:浓盐酸,36%~38%,分析纯,购自

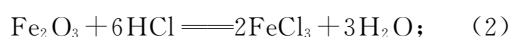
重庆川东化工集团有限公司。

主要设备:PM2L 型行星式球磨机(上海卓的

仪器设备有限公司), SXP-4-13 型马弗炉(北京科伟永兴仪器有限公司), DF-101S 型恒温加热磁力搅拌器(巩义市予华仪器有限责任公司), DZF-6090 型真空干燥箱(北京中科环试仪器有限公司)。

1.3 试验原理及方法

煤矸石中,铁通常以菱铁矿、斜铁辉石形式存在,经高温煅烧后,部分菱铁矿会氧化转化为铁氧化物,并与盐酸反应,通过活化能实现铁浸出率的提升。



煤矸石破碎后球磨 40 min,得煤矸石粉末,过 200 目筛。取一定量煤矸石粉末放入坩埚中,再将坩埚置于马弗炉中,在空气气氛中于一定温度下煅烧一定时间;取 10 g 煤矸石煅烧样,在相同浸出条件下用盐酸浸出 Fe,考察各因素对 Fe 浸出率的影响,确定煤矸石煅烧热活化脱铁的最优工艺参数。浸出液中的 Fe 质量浓度通过紫外-可见分光光度计以邻二氮菲比色法测定,煤矸石原料(高温煅烧、微波消解处理实现消解)中 Fe 质量分数通过 ICP-OES 进行测定,Fe 浸出率 x 通过下式计算:

$$x = \frac{n\rho V}{mw} \times 100\%。 \quad (4)$$

式中: ρ —浸出液中 Fe 质量浓度,mg/L; n —浸出液稀释倍数; V —浸出液总体积,L; m —煤矸石质量,g; w —煤矸石中 Fe 质量分数,%。

2 试验结果与讨论

2.1 煤矸石煅烧热活化

2.1.1 煅烧温度和时间对 Fe 浸出率的影响

取固定量的煤矸石原料放入坩埚中,再将坩埚转移至马弗炉中,在空气气氛中,分别于 400、500、600 °C 温度下煅烧一定时间,之后取煅烧后煤矸石 10 g,在盐酸浓度 15%、浸出时间 2 h、浸出温度 80 °C、液固质量比 4/1 条件下浸出,并在相同条件下以未煅烧的煤矸石进行常规浸出作对比研究,不同煅烧温度下煅烧时间对 Fe 浸出率的影响如图 3 所示。可以看出,煅烧热活化后的煤矸石中 Fe 浸出率明显高于未煅烧的煤矸石;在不同煅烧温度下,Fe 浸出率随煅烧时间延长呈先上升后下降再上升趋势,且煅烧时间为 60 min、煅烧温度为 500 °C 下的活化效果最好,Fe 浸出率最高。

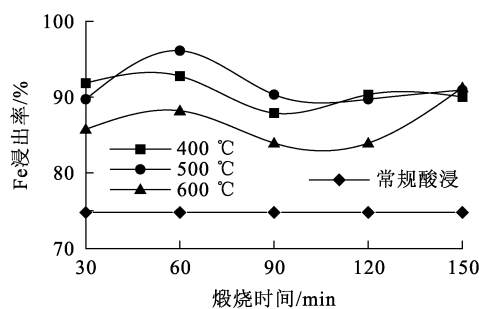


图 3 不同煅烧温度下煅烧时间对 Fe 浸出率的影响
Fig. 3 Effect of calcination time on Fe leaching rate at different calcination temperatures

2.1.2 热活化后煤矸石的表征

为研究煤矸石热活化强化脱铁机制,对高温煅烧后煤矸石的 XRD、SEM 及粒度分布进行表征,分析了煅烧活化对煤矸石物相、微观形貌结构及粒度变化的影响,结果如图 4~6 所示。

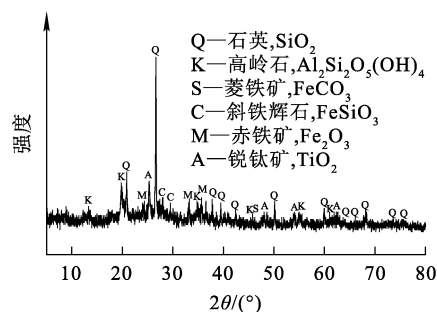


图 4 煤矸石煅烧样的 XRD 图谱
Fig. 4 XRD pattern of coal gangue calcined samples

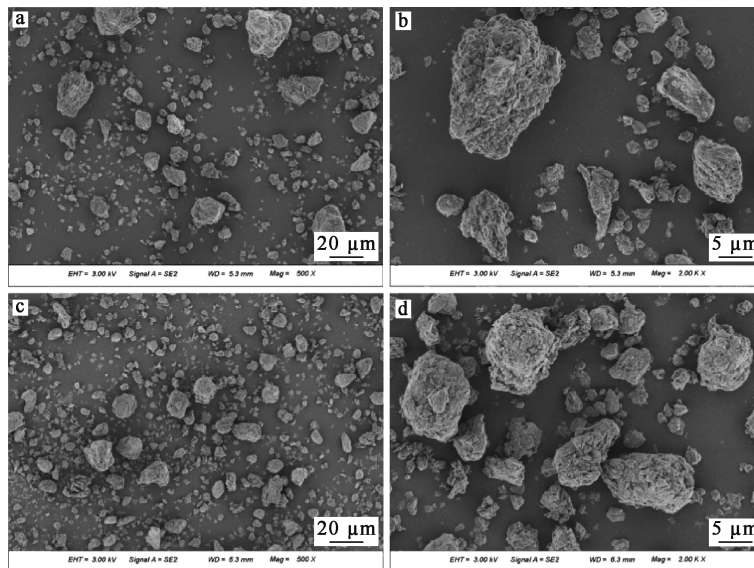
通过对比图 1、4 可知:煤矸石煅烧前后的物相发生明显变化,其中大部分菱铁矿相和斜铁辉石相均消失,另有少量残余峰强度也明显减弱,充分说明通过煅烧,煤矸石内的含 Fe 相得到了有效活化;除含 Fe 物相外,煤矸石中含 Al 斜绿泥石相及部分高岭石相也遭到了一定程度破坏,出现了峰形减弱乃至消失的现象,使得 Al 离子流失。因高岭石在 750 °C 时可转变为偏高岭石实现完全活化^[17],故试验选择在 500 °C 下煅烧,以确保最大程度地破坏含 Fe 相,同时保留大部分含 Al 相,防止 Al 离子过量流失;煅烧后煤矸石中石英相及锐钛矿相未发生明显变化,表明这 2 个物相在该煅烧条件下未被破坏。

图 5 为煤矸石原料和煤矸石煅烧样的 SEM 表征结果。通过对比发现,扫描区域内煅烧活化

后的煤矸石中小型粉末颗粒的数量明显增加,粒度呈变小趋势。

图 6 为煤矸石煅烧样的 SEM-EDS 分析结果,与图 2 相比,煅烧后煤矸石颗粒表面变得疏松

多孔,可见高温煅烧可使煤矸石中部分物质得到活化,在其内部产生大量孔隙,形成疏松多孔结构,从而为后续酸浸提供了有利条件,促进 Fe 浸出。



a,b—煅烧前;c,d—煅烧后。

图 5 煤矸石煅烧前、后的 SEM 照片

Fig. 5 SEM photos of coal gangue and coal gangue calcined samples

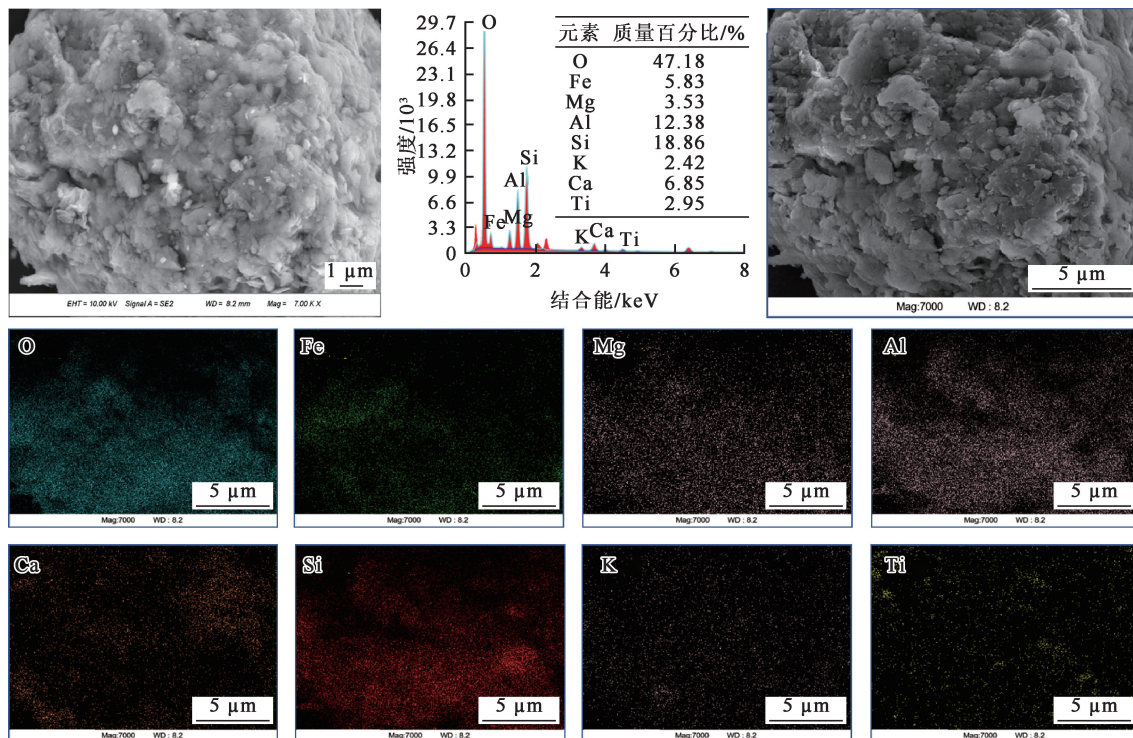


图 6 煤矸石煅烧样的 SEM-EDS 表征结果

Fig. 6 SEM-EDS characterization results of coal gangue calcined samples

煤矸石原料及煅烧样的粒度分布如图 7 所示。可以看出:煤矸石原料颗粒粒径主要分布在 8.023~80.225 μm 之间,平均粒径为 32.734 μm ;煅烧样颗粒粒径主要分布在 6.412~77.338 μm ,平均粒径为 29.336 μm 之间,通过煅烧煤矸石的整体粒度明显减小,这与 SEM 的表征结果相吻

合。这可能是因为菱铁矿、斜铁辉石、斜绿泥石等矿物晶体,以及存在于矿物晶体间的残留有机质在高温煅烧下被破坏发生分解,使较大的煤矸石颗粒分裂成数个小块造成的^[18-19]。煤矸石颗粒尺寸的减小可增大后续酸浸过程的反应接触面,提升 Fe 浸出率。

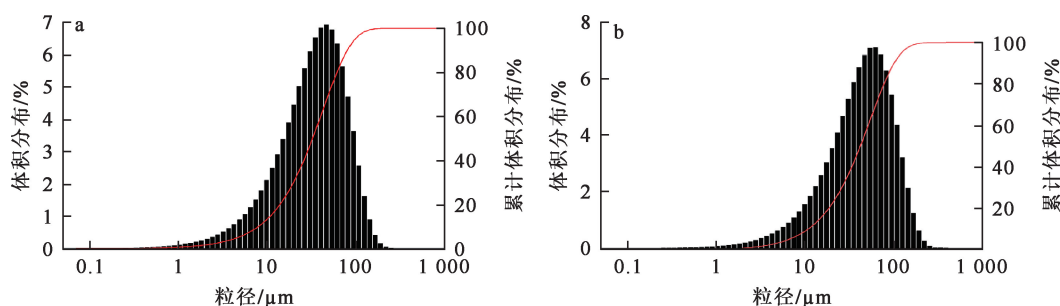


图 7 煤矸石原料(a)及煅烧样(b)的粒度分布

Fig. 7 Particle size distribution diagrams of coal gangue (a) and coal gangue calcined samples (b)

2.2 煤矸石煅烧样的酸浸

2.2.1 盐酸浓度对 Fe 浸出率的影响

取煤矸石煅烧样 10 g,控制浸出温度 70 $^{\circ}\text{C}$ 、液固质量比 3/1、浸出时间 2 h,考察盐酸浓度对煤矸石中 Fe 浸出率的影响,试验结果如图 8 所示。

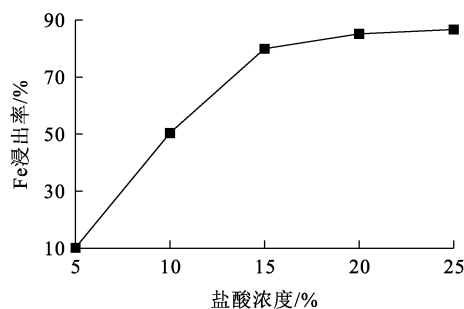


图 8 盐酸浓度对 Fe 浸出率的影响

Fig. 8 Effect of HCl concentration on leaching rate of Fe

由图 8 可知:用 5% 盐酸进行浸出时,煤矸石中 Fe 离子浸出率仅为 10.15%;随盐酸浓度增大,Fe 浸出率迅速提高,在盐酸浓度增至 15% 时,Fe 浸出率提升至 80% 左右,说明此时溶液中的 H^+ 与焙烧活化后煤矸石中可溶的 FeCO_3 、 Fe_2O_3 接触较为充分,有利于反应进行;之后继续增大盐酸浓度,Fe 浸出率升高幅度变缓,浓度超

过 20% 时,Fe 浸出率提升不明显,趋于稳定,说明此时浸出基本达到平衡状态,未被浸出的 Fe 可能属于少量未完全活化的斜铁辉石,在现有条件下无法快速溶出,需要更剧烈的反应条件。故选择 20% 盐酸进行后续试验。

2.2.2 浸出温度对 Fe 浸出率的影响

取煤矸石煅烧样 10 g,控制盐酸浓度 20%、液固质量比 3/1、浸出时间 2 h,考察浸出温度对煤矸石中 Fe 浸出率的影响,试验结果如图 9 所示。

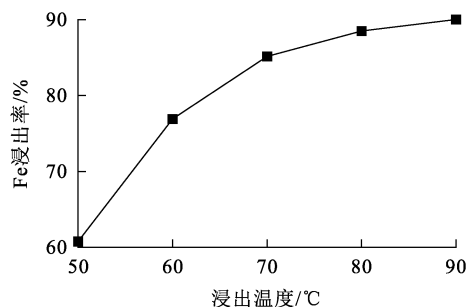


图 9 浸出温度对 Fe 浸出率的影响

Fig. 9 Effect of leaching temperature on leaching rate of Fe

由图 9 可知:升高浸出温度可有效提升 Fe 浸出率,在 50~60 $^{\circ}\text{C}$ 范围内,提升十分明显,而后提升幅度逐渐趋缓;温度升至 90 $^{\circ}\text{C}$ 时,Fe 浸出率达 90% 左右。这是因为高温环境有效增加了 H^+ 和

煤矸石的扩散速率和碰撞概率,使 Fe 离子的浸出速率大大提升,剧烈的反应环境使少量未被完全活化的菱铁矿和斜铁辉石溶解,释放其中的 Fe^[20]。考虑到浸出温度达 80 °C 后,Fe 浸出率提升不明显,故在浸出温度 80 °C 下进行后续试验。

2.2.3 液固质量比对 Fe 浸出率的影响

取煤矸石煅烧样 10 g,控制盐酸浓度 20%、浸出温度 80 °C、浸出时间 2 h,考察液固质量比对煤矸石中 Fe 浸出率的影响,试验结果如图 10 所示。

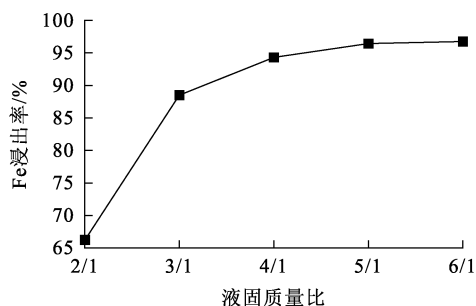


图 10 液固质量比对 Fe 浸出率的影响

Fig. 10 Effect of liquid-to-solid mass ratio on leaching rate of Fe

由图 10 可知:Fe 浸出率随液固质量比增大而升高,这是因为液固质量比越大,反应体系黏度降低,有利于溶质的扩散,使盐酸与煤矸石充分接触,促进 Fe 浸出率;液固质量比增至 5/1 时,Fe 浸出率升至 95% 左右;继续增大液固质量比,Fe 浸出率提升幅度不大。故选择液固质量比 5/1 进行后续试验^[21]。

2.2.4 浸出时间对 Fe 浸出率的影响

取煤矸石煅烧样 10 g,控制盐酸浓度 20%、浸出温度 80 °C、液固质量比 4/1,考察浸出时间对煤矸石中 Fe 浸出率的影响,试验结果如图 11 所示。

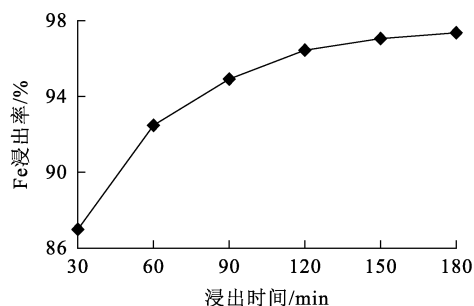


图 11 浸出时间对 Fe 浸出率的影响

Fig. 11 Effect of leaching time on leaching rate of Fe

由图 11 看出:,随浸出时间延长,Fe 浸出率升高;浸出 1 h 时,煤矸石中大部分 Fe 被浸出;随浸出继续进行,Fe 浸出率变化不大,趋于稳定。这是因为随浸出时间延长,可溶 Fe 不断浸出,盐酸不断消耗,Fe 浸出速率降低,浸出 1 h 后,煤矸石中 Fe 浸出率已基本维持稳定。

根据单因素试验结果确定,煤矸石酸浸脱除铁的最优工艺参数为:盐酸浓度 20%,浸出时间 2 h,浸出温度 80 °C,液固质量比 5/1。

2.2.5 正交优化试验

为实现以较低成本实现高铁脱除率目的,对煤矸石煅烧样进行酸浸正交试验,以优化浸出工艺参数。根据单因素试验结果设计了 4 因素 3 水平 L₉(3⁴)正交试验,因素及水平见表 2,试验结果见表 3。

表 2 正交试验的因素及水平

Table 2 Factors and levels of orthogonal test

水平	因素			
	A	B	C	D
	浸出温度/°C	浸出时间/h	液固质量比	盐酸浓度/%
1	70	1	3/1	10
2	80	2	4/1	15
3	90	3	5/1	20

表 3 正交试验结果

Table 3 Orthogonal test results

试验编号	浸出温度/°C	浸出时间/h	液固质量比	盐酸浓度/%	铁浸出率/%
1	70	1	5/1	15	83.63
2	80	1	3/1	10	46.74
3	90	1	4/1	20	95.83
4	70	2	4/1	10	64.42
5	80	2	5/1	20	94.44
6	90	2	3/1	15	89.12
7	70	3	3/1	20	92.17
8	80	3	4/1	15	91.56
9	90	3	5/1	10	86.68
K ₁	240.22	226.20	228.03	197.84	
K ₂	232.74	247.98	251.81	264.31	
K ₃	271.63	270.41	264.75	282.44	
k ₁	80.07	75.40	76.01	65.95	
k ₂	77.58	82.66	83.94	88.10	
k ₃	90.54	90.14	88.25	94.15	
R	12.96	14.74	12.24	28.20	

由表 3 可知:各因素对 Fe 浸出的影响顺序为盐酸浓度>浸出时间>浸出温度>液固质量比;盐酸浓度的影响因子明显高于其他因素,R 值达

28.20, 而其他 3 个因素的 R 值相近, 因此在选择优化条件时应在保证盐酸浓度 20% 前提下, 尽可能降低其他因素带来的时间及成本损耗。综合考虑, 确定优化酸浸方案为 $A_3B_3C_2D_3$, 即浸出温度 90 °C, 浸出时间 3 h, 液固质量比 4/1, 盐酸浓度 20%。在该条件下对煤矸石进行酸浸, 酸浸液中 Fe 质量浓度为 764.31 mg/L, 经计算可知, Fe 浸出率为 94.25%。

2.3 煤矸石浸出渣的分析

2.3.1 XRF 分析

煤矸石浸出渣的化学组成见表 4。与表 1 对比可知: 酸浸后煤矸石中的 Fe_2O_3 组分基本实现了脱除分离, CaO、MgO 含量也大幅减少, 而 SiO_2 和大部分 Al_2O_3 组分都留在渣中, 两者总质量分数达 80% 以上, 说明通过热活化—酸浸, 煤矸石有效组分质量分数得到了有效提升。

表 4 煤矸石浸出渣的化学组成

Table 4 Chemical composition of leaching residue

	%								
SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	TiO_2	CaO	K_2O	MgO	P_2O_5	ZrO_2	Cr_2O_3
70.9	12.0	2.95	9.82	0.143	2.97	0.423	0.0913	0.229	—

2.3.2 XRD 分析

图 12 为煤矸石浸出渣的 XRD 图谱。对比图 1、4 可知: 少量未被煅烧活化的含 Fe 相基本已被酸浸, 因此仅残余的少量微弱的斜铁辉石峰; 此外, 高岭石相的峰强也因酸浸明显变弱, 这是因为在剧烈酸浸条件下, 高岭石相被破坏, 使 Al 离子被浸出; 而石英相及锐钛矿相在酸浸前后基本保持稳定, 说明二者没有被破坏。

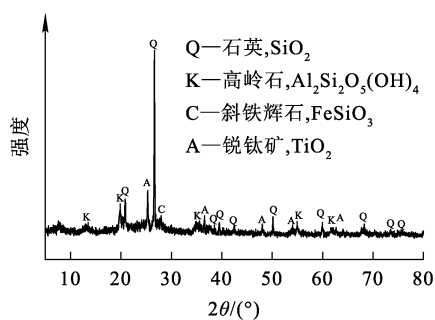


图 12 煤矸石浸出渣的 XRD 图谱

Fig. 12 XRD pattern of coal gangue leaching residue

2.3.3 SEM-EDS 分析

煤矸石及煤矸石浸出渣的扫描电镜图及能谱面扫分析结果如图 13 所示, 图 13(a)、(b) 为煤矸石原料的扫描电镜图, 图 13(d)、(e) 为煤矸石浸出渣的扫描电镜图。经对比可知: 扫描区域内酸浸后的煤矸石颗粒粒度进一步减少, 且表面更粗糙, 呈不规则鳞片状, 这是由于煤矸石内的活化组分被破坏溶解所致。图 13(c) 是煤矸石原料的能谱面扫分析结果, 图 13(f) 是煤矸石浸出渣的能

谱面扫分析结果。经对比可知: 煤矸石原料内的 O、Si、Al、Fe、Mg、K、Ti、Ca 元素分布十分均匀, 浸出后 Fe、Mg、K、Ca 的信号明显减弱, 说明这些元素经酸浸基本脱除, 而 Si、Ti 和大部分 Al 留在渣中, 这与 XRF 的分析结果相吻合。

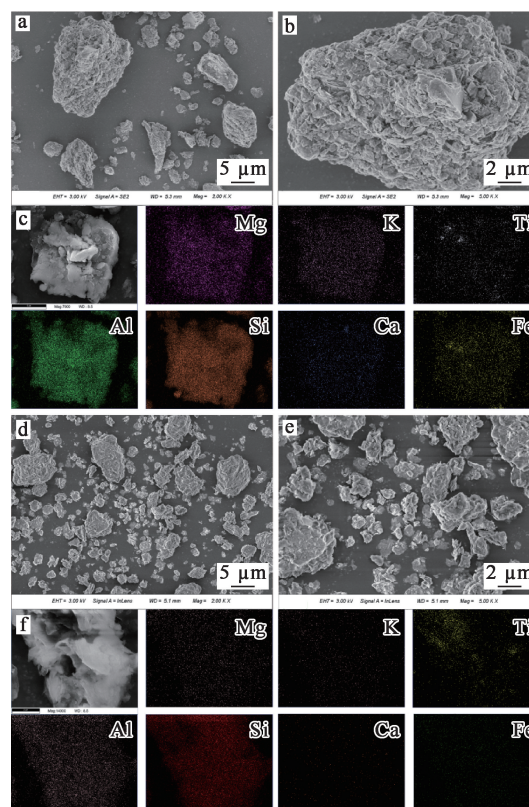


图 13 煤矸石 (a~c) 和煤矸石浸出渣 (d~f) 的 SEM-EDS 表征结果

Fig. 13 SEM-EDS characterization results of coal gangue (a~c) and coal gangue leaching residue (d~f)

3 结论

针对某高硅铝比、高铁煤矸石,采用热活化强化盐酸浸出法酸浸工艺脱除铁是可行的。在 500 °C 下煅烧 1 h,煤矸石中大部分含 Fe 相能得到有效活化,颗粒尺寸进一步减小。通过单因素试验和正交试验确定优化工艺条件为:盐酸浓度 20%,浸出时间 3 h,浸出温度 90 °C,液固质量比 4/1,在该条件下,Fe 浸出率为 94.25%。煤矸石浸出渣中 Fe 等杂质成分能基本脱除,Si、Al 元素得到有效富集,可作为生产陶瓷材料的原材料。

该法对于解决此类煤矸石的大量堆存、综合利用不足等问题,具有重要的实践指导意义和实际应用价值。但该法对于 Si、Al 组分的回收处理技术仍有待深入研究与优化,从而进一步提升回收效率,全面高效推进煤矸石资源的综合回收利用。

参考文献:

- [1] JIN Y, LI L, LIU Z, et al. Synthesis and characterization of low-cost zeolite NaA from coal gangue by hydrothermal method[J]. *Advanced Powder Technology*, 2021, 32(3): 791-801.
- [2] BU N, LIU X, SONG S, et al. Synthesis of NaY zeolite from coal gangue and its characterization for lead removal from aqueous solution[J]. *Advanced Powder Technology*, 2020, 31(7): 2699-2710.
- [3] ZHU P, ZHENG M, ZHAO S, et al. Synthesis and thermal insulation performance of silica aerogel from recycled coal gangue by means of ambient pressure drying[J]. *Journal of Wuhan University of Technology (Materials Science)*, 2015, 30(5): 908-913.
- [4] ZHU J M, GUO S H, LI X H. Facile preparation of a SiO₂-Al₂O₃ aerogel using coal gangue as a raw material via an ambient pressure drying method and its application in organic solvent adsorption [J]. *RSC Advances*, 2015, 5(125): 103656-103661.
- [5] LI Z, LUO Z W, LI X Y, et al. Preparation and characterization of glass-ceramic foams with waste quartz sand and coal gangue in different proportions [J]. *Journal of Porous Materials*, 2016, 23: 231-238.
- [6] JI H P, FANG M H, HUANG Z H, et al. Effect of La₂O₃ additives on the strength and microstructure of mullite ceramics obtained from coal gangue and γ -Al₂O₃ [J]. *Ceramics International*, 2013, 39(6): 6841-6846.
- [7] 王健璋,王明华,宫振宇,等. 预加热-碳热还原-磁选法提取煤矸石中的铁[J]. *材料研究与应用*, 2024, 18(4): 668-673.
- [8] 康超,乔金鹏,杨胜超,等. 煤矸石中有价关键金属活化提取研究进展[J]. *化工学报*, 2023, 74(7): 2783-2799.
- [9] 郭鲜平. 跳汰重选轻矿物煤泥分选及对浮选试验的影响研究[J]. *煤炭与化工*, 2021, 44(1): 100-102.
- [10] 孔德顺,蒋荣立. 用煤矸石酸浸液微波加热制备聚硅酸硫酸铝铁[J]. *湿法冶金*, 2021, 40(2): 155-158.
- [11] 王梓硕,臧静坤,王小蕊,等. 用氧化焙烧—盐酸浸出工艺从煤矸石中提取锂试验研究[J]. *湿法冶金*, 2023, 42(6): 574-581.
- [12] KONG D S, JIANG R L. Preparation of NaA zeolite from high iron and quartz contents coal gangue by acid leaching-alkali melting activation and hydrothermal synthesis[J]. *Crystals*, 2021, 11(10). DOI: 10.3390/cryst11101198.
- [13] SHAO S, MA B Z, WANG C Y, et al. Extraction of valuable components from coal gangue through thermal activation and HNO₃ leaching [J]. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 2022, 113: 564-574.
- [14] LI Z F, GAO Y F, ZHANG J, et al. Effect of particle size and thermal activation on the coal gangue based geopolymer[J]. *Materials Chemistry and Physics*, 2021, 267. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2021.124657.
- [15] LI Y, YAO Y, LIU X M, et al. Improvement on pozzolanic reactivity of coal gangue by integrated thermal and chemical activation[J]. *Fuel*, 2013, 109: 527-533.
- [16] LIU F, XIE M, YU G, et al. Study on calcination catalysis and the desilication mechanism for coal gangue[J]. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 2021, 9(30): 10318-10325.
- [17] ZHOU Z, ZHANG S, GAO Z, et al. Multifractal characterization of gangue particle size distribution structure during ball milling process [J]. *Powder Technology*, 2022, 412. DOI: 10.1016/j.powtec.2022.117970.
- [18] WANG Jianzhang, WANG Minghua, GONG Zhenyu, et al. Extraction of iron from coal gangue by preheating, carbon thermal reduction and magnetic separation [J]. *Materials Research and Application*, 2024, 18(4): 668-673.

- [18] WANG H Y, LI C S, PENG Z J, et al. Characterization and thermal behavior of kaolin[J]. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 2011, 105(1): 157-160.
- [19] CAO Z, CAO Y D, DONG H J, et al. Effect of calcination condition on the microstructure and pozzolanic activity of calcined coal gangue[J]. *International Journal of Mineral Processing*, 2016, 146: 23-28.
- [20] ZHANG Y Y, XU L, SEETHARAMAN S, et al. Effects of chemistry and mineral on structural evolution and chemical reactivity of coal gangue during calcination: towards efficient utilization[J]. *Materials and Structures*, 2015, 48: 2779-2793.
- [21] KONG D S, ZHOU Z H, JIANG R L, et al. Extraction of aluminum and iron ions from coal gangue by acid leaching and kinetic analyses[J]. *Minerals*, 2022, 12(2): 215.

Removal of Iron from Coal Gangue by Thermally Activated Enhancement— Hydrochloric Acid Leaching Process

ZHANG Mingxian¹, YUAN Fuqin², MA Aiyuan², DU Jinsong²

(1. *School of Civil Engineering and Urban Planning, Liupanshui Normal University, Liupanshui 553004, China;*

2. *School of Chemistry and Materials Engineering, Liupanshui Normal University, Liupanshui 553004, China*)

Abstract: Removal of iron from high silicon-aluminum ratio and high iron coal gangue using thermally activated enhanced—hydrochloric acid leaching process was studied. The effects of calcination temperature, calcination time, hydrochloric acid concentration, leaching temperature, liquid-to-solid mass ratio, and leaching time on the iron leaching rate were examined, and the process conditions were optimized through orthogonal experiments. The results show that under the optimized conditions of calcination temperature of 500 °C, calcination time of 1 h, hydrochloric acid concentration of 20%, leaching time of 3 h, leaching temperature of 90 °C, and liquid-to-solid mass ratio of 4/1, leaching rate of Fe can reach 94.25%. The method can efficiently remove iron from coal gangue while effectively enriching Si and Al elements, providing technical reference for the resource utilization of coal gangue.

Key words: coal gangue; iron; leaching; calcination; activation; hydrochloric acid