

微波辅助碱分解低品位黑(白)钨精矿

卢友中¹, 曾青云², 陈庆根¹

(1. 厦门紫金矿冶技术有限公司, 福建 厦门 361101;
2. 江西理工大学材料与化学工程学院, 江西 赣州 341000)

摘要:考察了微波辐射加热条件下微波辐射功率、NaOH用量及质量浓度、精矿粒度等对低品位黑(白)钨精矿中WO₃浸出率的影响。结果表明:在常压、微波功率为320W、NaOH用量为理论量的2倍、NaOH质量浓度为500g/L、精矿粒度为-0.074mm占80%的条件下,含WO₃30%左右的黑、白钨混合精矿经40min左右的分解,WO₃浸出率可达到96%以上。

关键词:黑(白)钨精矿;微波辐射;碱分解

中图分类号:TF111.31 **文献标识码:**A **文章编号:**1000-6532(2009)05-0020-04

钨精矿碱分解工艺虽然在工业上已得到广泛应用,但存在浸出效率不高、需要加入添加剂等问题。而且由于统一的精矿标准(WO₃含量>65%)和白钨含量的严格控制,使得钨的回收率偏低。目前,随

着钨矿品位的不断降低以及组成物相的复杂化,急需开发一种适合低品位复杂钨精矿的浸出工艺,以提高钨的浸出效率和总回收率。

提高浸出效率常用的方法是加热,以提高化学

3. 提纯条件试验结果表明:

(1)分选浓度低,有利于蒙脱石含量的提高,但是回收率会略有降低,其较好的分选浓度为4%。

(2)分选压力越大,精矿蒙脱石含量越高,较好的分选压力为:Φ75旋流器0.20MPa,Φ50旋流器0.30MPa,Φ25旋流器0.40MPa。

(3)通过“一粗两精”开路分选,可获得蒙脱石含量为97.59%、回收率为63.24%的精矿粉。

4. 对于细粒石英(粒径在0.50μm以下)等杂质以及水溶性盐,旋流器的去除效果有限,这导致了膨润土难以得到更进一步的提纯。

参考文献:

- [1]孙辉,王银来. 黄山膨润土钠化改型研究[J]. 中国非金属矿工业导刊,2006(4):39~41.
- [2]牛炳昆. 膨润土提纯研究[J]. 化工矿物与加工,1999(8):6~8.
- [3]郑林伟,李立. 安吉膨润土旋流器湿法提纯及脱水工艺研究[J]. 非金属矿,2007,30(5):42~44.
- [4]郑柏平,徐博会,王明振. 邯郸膨润土的特征研究[J]. 河北工程大学学报,2008,25(4):73~76.
- [5]罗卫星,林志远,孙德四,张浩. 膨润土常用性能指标的测定分析方法[J]. 九江学院学报,2008(6):56~58.

Experimental Study on Purification of a Bentonite in Xinjiang

YIN Hang¹, GAO Hui-min¹, GUNA Jun-fang, WANG Chang-hui², XIAO Qu¹, LIU Jian-feng¹, LIN Hao¹

(1. Wuhan University of Technology, Wuhan, Hubei, China;

2. Xianyang Research and Design Institute of Non-metallic Minerals, Xianyang, Shanxi, China)

Abstract: Taking a bentonite with the ore grade of 75% from Xinjiang as the object of the experimental study, the effects of concentration and pressure on the purification efficiency have been investigated. A concentrate with the grade of 97.59% was gained by centrifugation and hydrocyclone treatments. The causes of impurities that is difficult to removed were identified by SEM.

Key words: Bentonite; Hydrocyclone; Butterfly centrifuge; SEM

收稿日期:2009-03-09

作者简介:卢友中(1983-),男,助理工程师,硕士,主要从事湿法冶金新工艺的研究。

反应的速率。微波加热在冶金中的应用是近年来发展起来的一种冶金新技术,具有内加热、快速加热、选择性加热等特点。国内外学者对微波加热强化浸出过程进行了大量的研究。本文尝试将该技术应用于黑、白钨混合矿的碱分解中,研究在微波作用下,低品位黑、白钨混合精矿不加添加剂直接碱分解的性能。

1 实 验

1.1 原料与试剂

钨精矿试料由某地选厂钨重选尾砂及细泥浮选而得,其化学成分为(%): WO_3 30, SiO_2 48.7, Al_2O_3 2.03, CaO 0.02。将其分别磨成 -0.074mm 占 80% 和 -0.050mm 占 80%。 WO_3 赋存于黑钨与白钨的比例约为 3:1。

浸出介质由 NaOH (分析纯) 配制而成,其浓度 (g/L) 依次为 300、400、500。

1.2 实验方法

实验在改装过的家用微波炉中进行,该装置具有搅拌功能,最大功率 800W,频率 2450MHz。分别有 140W、320W、520W、680W 四个档位。实验时,将浸出剂与钨精矿按一定液固比(本实验取 4:1)放入聚四氟乙烯烧杯中并充分搅匀,然后置于微波炉中,调节适当的搅拌速度和微波功率,启动微波炉。微波辐射停止后,将浸出矿浆冷却,通过真空过滤系统进行固液分离,滤渣干燥称重,分析渣中 WO_3 的含量,计算浸出率。

2 结果与讨论

2.1 微波辐射功率对 WO_3 浸出率的影响

在 NaOH 用量为理论量的 2.0 倍、质量浓度为 500g/L、精矿粒度为 -0.074mm 占 80% 的条件下,分别考察了不同微波辐射功率对 WO_3 浸出率的影响,结果见图 1。

从图 1 可以看出,随着微波辐射功率的提高, WO_3 的浸出率随之增加,但随着时间的延长, WO_3 的浸出率趋于一定值。辐射功率为 520W 和 320W,经过 40min 的辐照, WO_3 浸出率皆可达到 96% 左右。但是,520W 的微波功率会使钨精矿局部烧结比较严重。因此,较佳的微波功率为 320W。

2.2 NaOH 用量对 WO_3 浸出率的影响

NaOH 过量太多会把大量杂质带入浸出液中,

而 NaOH 不足亦会造成矿石中的钨分解不完全。在微波功率为 320W、 NaOH 质量浓度为 500g/L、精矿粒度为 -0.074mm 占 80% 的条件下,分别考察了碱用量为理论用量的 1.5 倍、2.0 倍、2.5 倍时, WO_3 浸出率随时间变化的规律,结果见图 2。

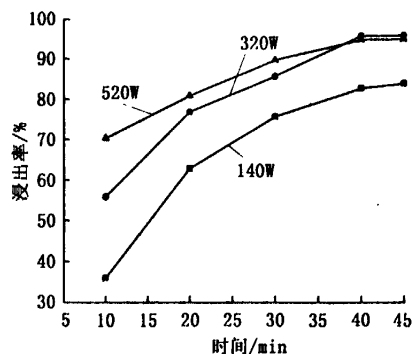


图1 微波辐射功率对 WO_3 浸出率的影响

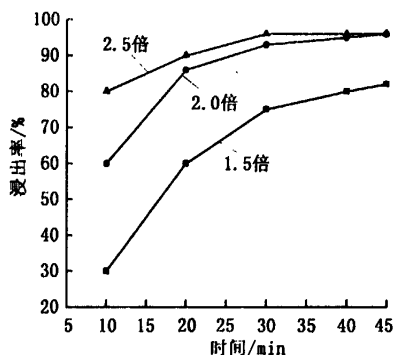


图2 NaOH 用量对 WO_3 浸出率的影响

由图 2 可以看出,在反应进行 40min 左右,碱过量系数为理论量的 1.5 倍时,钨精矿的浸出率只能达到 80% 左右。而碱过量系数为理论量的 2.0 倍和 2.5 倍时,浸出率皆可达到 96% 以上。在 WO_3 浸出率大于 80% 以后,同一时间内碱过量系数对 WO_3 浸出率的影响并不是很大。因此,从节省碱耗的角度出发,试验选择 NaOH 用量为理论量的 2.0 倍。

2.3 NaOH 质量浓度对 WO_3 浸出率的影响

在 NaOH 用量为理论量的 2.0 倍、微波功率为 320W、精矿粒度为 -0.074mm 占 80% 的条件下,分别考察了 NaOH 质量浓度 (g/L) 依次为 300、400、500 时, WO_3 浸出率随时间变化的规律,结果见图 3。

从图 3 可以看出,在同一反应时间里,随着 NaOH 质量浓度的增加, WO_3 的浸出率也随之增加。

这主要是因为 NaOH 质量浓度的增大能有效地提高白钨矿的分解反应平衡常数,从而促进整个钨精矿的分解。因此,实验确定 NaOH 质量浓度为 500g/L。

2.4 钨精矿粒度对 WO_3 浸出率的影响

在微波功率为 320W、NaOH 用量为理论量的 2.0 倍、质量浓度为 500g/L 的条件下,分别考察了精矿粒度为 -0.074mm 占 80% 和 -0.050mm 占 80% 时, WO_3 浸出率随时间变化的规律,结果见图 4。

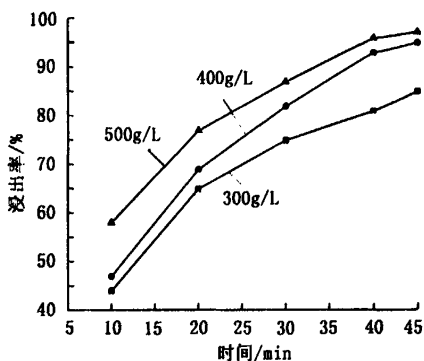


图3 NaOH 质量浓度对 WO_3 浸出率的影响

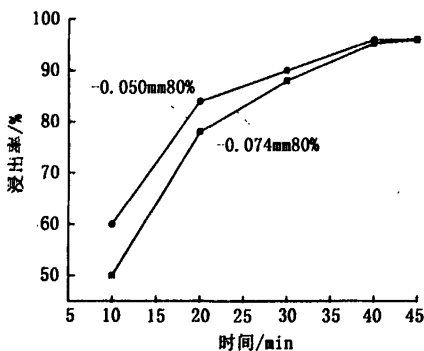


图4 钨精矿粒度对 WO_3 浸出率的影响

由图 4 可以看出,当 WO_3 的浸出率超过 85% 后,钨精矿粒度对 WO_3 浸出率的影响不大。这是因为构成钨精矿的各种成分在微波场中的升温速率不同,在同一时间内被加热到不同的温度,从而产生热应力,使精矿之间的界面产生裂缝,促进精矿的单体解离。利用微波助磨的作用,精矿只需磨矿到 -0.074mm 占 80% 就能达到 WO_3 96% 以上的浸出率。

2.5 微波辐射作用下浸出与传统加热浸出的比较

传统加热浸出是在带有磁力搅拌的恒温油浴中进行,在浸出过程中加入一定量的磷酸钠作添加剂。

传统加热浸出试验结果表明, WO_3 浸出率随 NaOH 用量及质量浓度的增大而增加,随温度的升高而增加。在浸出温度为 150℃、NaOH 用量为理论量的 3 倍、NaOH 质量浓度为 500g/L、磷酸钠用量为理论量的 1.8 倍、浸出时间为 4h 以上的条件下, WO_3 的浸出率可达到 96% 以上。

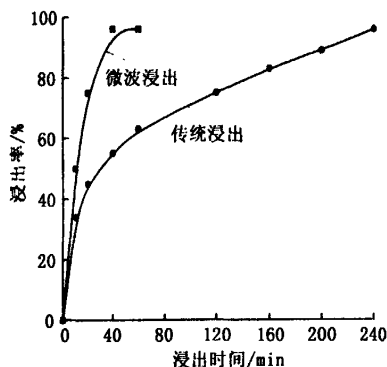
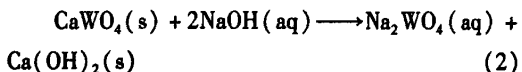
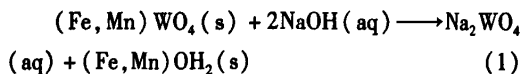


图5 微波作用和传统加热条件下 WO_3 浸出率的比较

由于微波辐射作用下 WO_3 的浸出过程处于非恒温状态,这与传统的恒温加热有很大区别。因此,本文仅在整个浸出过程中达到相同浸出效果(WO_3 的浸出率达到 96%)的情况下进行比较。由图 5 可以看出,微波辐射浸出的时间为 40min 左右时, WO_3 浸出率即可达到 96%,比传统加热浸出时间大幅度缩短。NaOH 用量减少 30%,且不用加入添加剂。

3 微波辐射作用下低品位钨精矿碱浸出的主要机理

本实验所用的钨精矿为低品位黑、白钨混合矿,其主要反应为:



从热力学看, (1) 式在 25℃ 时, $K_c(\text{Fe}_2\text{WO}_4) = 1.15 \times 10^4$, $K_c(\text{MnWO}_4) = 1.7 \times 10^4$, 反应很容易进行。而 (2) 式在 20℃ 时 $K_c = 2.5 \times 10^{-4}$, 反应在传统恒温加热条件下似乎不能进行,但 K_c 值会随温度的升高和 NaOH 溶液浓度的增加而明显增大。微波辐射加热具有内加热、快速加热的特点,能使钨精

矿在很短的时间内使温度上升到一定程度,再配合碱浓度的提高,为(2)式反应的进行创造了条件。

从动力学看,由于微波具有选择性加热的特点,当微波辐射加热钨精矿时,精矿颗粒的局部受热,将引起矿粒热应力裂纹,暴露出新鲜表面,即增加了浸出反应界面,有利于液固反应的进行。在传统的恒温加热浸出过程中(2)式常出现反钙现象,而在微波辐射条件下,反钙生成的 CaWO_4 的致密程度较传统加热的差,产物层相对较为疏松,减少了浸出液通过产物层向其界面扩散的阻力,从而有效地减少了反钙现象的发生,提高了浸出效率。

4 结 论

1. 常压下,在微波功率为 320W、NaOH 用量为理论量的 2.0 倍、NaOH 质量浓度为 500g/L、精矿粒度为 -0.074mm 占 80% 的条件下, WO_3 品位为 30% 左右的黑、白钨混合精矿经过 40min 左右的分解, WO_3 浸出率可以达到 96% 以上。

2. 在 WO_3 达到相同浸出效果的情况下,微波辅助浸出时间比传统加热浸出时间大幅度缩短,NaOH

用量减少 30%,且不用加入添加剂。

参考文献:

- [1] 万勇,于少明,陆亚玲,等. 蛇纹石微波辐照硫酸浸出的实验研究[J]. 矿物学报,2004,24(4).
- [2] 戴江洪,曾青云,陈庆根. 微波萃取从低品位铜矿浸出液制备硫酸铜的新工艺研究[J]. 江西有色金属,2006(2).
- [3] 佟志芳,毕诗文,于海燕,吴玉胜. 微波作用下铝酸钙炉渣非等温浸出动力学[J]. 中国有色金属学报,2006(2).
- [4] 孙艳,彭金辉,黄孟阳. 微波选择性浸出制取高品质富钛料的研究[J]. 有色金属(冶炼部分),2003(5).
- [5] 刘政,康忠民. 高浓度碱液浸出黑钨精矿[J]. 南方冶院科技,1991(1):27~29.
- [6] Popovicova M, Havlik T. Microwave Leaching of Chalcopyrite[J]. Acta Metallurgica Slovaca,2001,7(1):27~33.
- [7] 范兴祥. 一种环境友好的黄铜矿浸出新工艺及理论研究[D]. 昆明理工大学,2006.
- [8] 谷晋川. 微波强化硅藻土矿提纯机理研究[D]. 四川大学,2003.
- [9] 林祚彦. 高硅氧化锌矿微波辅助浸出机理研究[D]. 昆明理工大学,2003.

Alkaline Decomposition of the Combined Concentrate of Scheelite and Wolframite under Microwave - assisted Condition

LU You-zhong¹, ZENG Qing-yun², CHENG Qing-gen¹

(1. Zijin Mining and Metallurgy Technology Co., Ltd., Xiamen, Fujian, China;

2. Jiangxi University of Science and Technology, Ganzhou, Jiangxi, China)

Abstract: The leaching behavior of WO_3 from the combined concentrate of scheelite and wolframite containing WO_3 30% under microwave - assisted action was investigated. The influences of microwave radiation power, the dosage and concentration of leaching solution NaOH, the granularity of concentrate on the WO_3 leaching rate were examined. Experimental results showed that the optimal reaction conditions are as follows: microwave radiation power is 320W, the dosage of NaOH is two times as theoretical value, the concentration of leaching solution NaOH is 500g/L. After alkaline decomposition of about 40min, above 96% WO_3 were leached from the combined concentrate.

Key words: Scheelite and wolframite combined concentrate; Microwave - assisted; Alkaline decomposition

《矿业研究与开发》2010 年征订启事

《矿业研究与开发》杂志(双月刊,ISSN1005-2763,CN43-1215/TD)为全国中文核心期刊,由中国有色金属学会与长沙矿山研究院联合主办,国家金属采矿工程技术研究中心协办,以报道矿业经济与管理、采矿与岩土工程、矿物加工与资源利用、机电与信息工程、爆破技术与器材、安全与环保等理论与应用研究学术成果为主。

《矿业研究与开发》国内邮发代号 42-176,全国各地邮局均可订阅,国内每期定价 10.00 元,全年定价 60.00 元。漏订或邮局(所)订阅不便的读者,可与编辑部联系办理零订、邮购。联系地址:长沙市麓山南路 343 号《矿业研究与开发》编辑部;联系人:胡爱华;邮政编码:410012;联系电话:0731-88671578,0731-88670962,传真:0731-88631209;Email:kyyk81@263.net;开户行:工商银行长沙市左家垅分理处;帐号:1901013009004682376;开户名称:长沙矿山研究院。