

含铷云母精矿铷浸出试验研究

冀成庆, 沈明伟, 朱昌洛, 姚玉玲, 蔡旺

(中国地质科学院矿产综合利用研究所, 中国地质调查局金属矿物综合利用中心 成都 610041)

摘要:对含铷云母精矿进行多浸出方式探索对比试验研究, 研究表明, 精矿采用氯化钙为焙烧助剂, 精矿: 氯化钙配比 1 : 0.2, 焙烧温度 850℃ 焙烧时间 30 ~ 40 min, 焙砂磨细至 -74 μm $\geq 95\%$, 水浸条件以温度 60℃、L/S=2.0 ~ 3.0、浸出 30 ~ 40 min, 采用二段焙烧-水浸, 铷浸出率可达 91.97% 以上。浸渣中铷可降至 600 ppm 以下。铷溶浸效果较为理想。

关键词:含铷云母精矿; 焙烧; 浸出

doi:10.3969/j.issn.1000-6532.2016.02.010

中图分类号: TD989; TF826.4 文献标志码: A 文章编号: 1000-6532(2016)02-0046-03

铷及其化合物有广泛的应用前景和重要的科学与商业价值。在航天航空、能源和国防工业等领域。本文主要针对甘肃某低品位钽铌铷稀有金属矿选矿富集的含铷云母精矿进行多种化学溶浸方式对铷浸出的影响研究^[1]。

1 试验部分

1.1 原料及设备

原料由低品位钽铌铷稀有金属矿经重选分离钽铌-浮选制得, 铷与锂钠钾类质同象赋存于云母中^[2], 粒度 -74 μm 68%, 化学分析结果见表 1。

表 1 原料化学成分分析/%

Table 1 Chemical composition analysis of materials

Rb ₂ O	Cs ₂ O	Li ₂ O	K ₂ O	CaO	Ti
0.562	0.031	0.60	6.937	1.596	0.024
Mn	Fe ₂ O ₃	Zn	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂
1.656	4.023	0.205	0.044	20.856	49.065
P ₂ O ₅	SO ₃	Cl	F	Y	Na ₂ O
0.123	0.012	0.005	2.183	0.036	2.398

试验设备: 电磁搅拌器、超声波振荡器、真空泵、电热干燥箱、马弗炉等。

试验药剂: 硫酸, 盐酸, 无水氯化钙, 氯化钠, 氯化钾, 碳酸钠, 氟化钙等。

1.2 研究方法

直接浸出试验即将原料与溶浸试剂按一定比例配伍, 采用电磁搅拌器, 内升温至设定温度以设定的搅拌速度搅拌浸出一定时间, 固液分离, 取样分析。焙烧-浸出试验是将精矿与添加剂按一定比例配伍混匀放入瓷坩埚, 将加盖的瓷坩埚高温炉内升温选定温度进行焙烧一定时间, 焙烧过程焙砂存在一定的烧结现象, 每次水浸前需要采用干磨处理, 焙砂磨细至 -74 μm $\geq 95\%$, 后放入烧杯加一定比例的去离子水进行溶浸, 固液分离, 取样分析。本试验暂不考虑铷在焙烧过程中的挥发, 铷浸出率计算公式:

铷浸出率 = $1 - (\text{浸渣重量} \times \text{浸渣的铷含量}) / (\text{原料重量} \times \text{原料的铷含量})$

2 试验结果与讨论

2.1 浸出探索试验

含铷云母精矿分别采用硫酸直接浸出、硫酸配加萤石直接浸出、盐酸直接浸出、硫酸钙焙烧-水浸、碳酸钙焙烧-水浸、空白焙烧-碱浸、氯化钙焙烧浸出、酸浸辅以超声波助浸、碱浸辅以超声波助浸、硫酸熟化焙烧-水浸的工艺方案进行了对比试验, 探索试验见表 2。

收稿日期: 2015-08-12; 改回日期: 2015-09-11

基金项目: 中国地质调查局地质调查工作项目(12120114005101)

作者简介: 冀成庆(1985-), 男, 工程师, 硕士研究生, 主要从事三稀金属提取以及合金制备研究

通信作者: 沈明伟(1978-), 高级工程师, 研究方向: 三稀金属提取以及合金制备, E-mail: 1805750547@qq.com

表2 浸出探索试验结果

Table 1 The exploratory test results of rubidium leaching

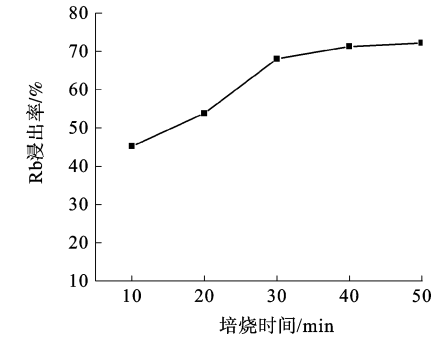
浸出工艺	试验条件	浸渣 Rb 品位/%	Rb 浸出率/%
硫酸直接浸出	10 g 样品 + 10 ml 18M H ₂ SO ₄ 90℃ 4 h	0.12	82.15
硫酸配加萤石浸出	10 g 样品 + 10ml 18M H ₂ SO ₄ + 2gCaF ₂ 90℃ 4 h	0.29	45.67
盐酸直接浸出	10 g 样品 + 20ml 12M HCl 90℃ 4 h	0.0965	83.81
硫酸钙焙烧浸出	10 g 样品 + 5g CaSO ₄ 950℃ 1 h, 焙砂常温 L/S = 3 : 1 水浸出 1 h	0.39	12.76
碳酸钙焙烧浸出	10 g 样品 + 1 g CaCO ₃ 950℃ 1 h, 焙砂常温 L/S = 3 : 1 水浸出 1h	0.42	29.09
空白焙烧碱浸	50 g 样品 + 1000℃ 空白焙烧 1 h; 焙砂碱浸	0.26	57.23
氯化钙焙烧浸出	10 g 样品 + 2 g CaCl ₂ - 850℃ 50 min, 焙砂常温 L/S = 4 : 1 水浸出 1 h	0.21	69.36
酸浸辅以超声波助浸	100 g 样品 + 30 ml 18M H ₂ SO ₄ , 90℃ 浸出 2 h	0.33	39.10
碱浸辅以超声波助浸	50 g 样品 + 10 g NaOH, L/S = 3 : 1; 90℃ 浸出 2 h	0.40	24.22
硫酸熟化浸出	30 g 样品, 0.72 酸矿比, L/S = 3 : 1; 90℃ 浸出 3 h	0.244	56.83

由表2可以看出,采用酸浸、碱浸、焙烧浸出均可使载铷硅氧结合体得到一定的破坏,铷盐部分分解浸出进入溶液中。采用酸直接溶浸铷矿,铷的浸出率虽较高,但酸耗大,萃前中和成本高,浸渣污染大难以经济环保处理。采用硫酸熟化、超声波外场浸出均对铷浸出能力提高幅度有限。且硫酸熟化产生污染气体,不易控制,因此含铷精矿直接溶浸破坏载铷硅酸盐能力有限。采用空白焙烧-碱浸,铷精矿的浸出量有限。为此分别采用了硫酸钙、碳酸钙、氯化钙作为焙烧助剂,将载铷硅酸盐转化为可溶性铷盐。硫酸钙焙烧时易产生污染气体,采用石灰烧结温度高,能耗将较大,铷易产生挥发损失,因此考

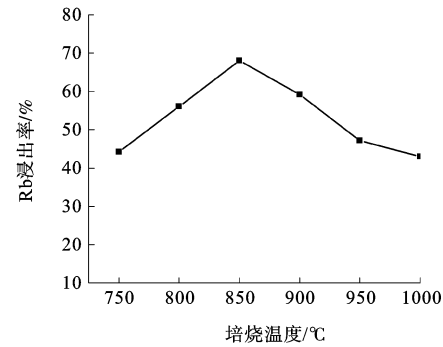
虑到环保及能耗的原因,最终选择铷精矿采用氯化钙作为焙烧助剂进行铷精矿的分解。

2.2 氯化钙焙烧试验

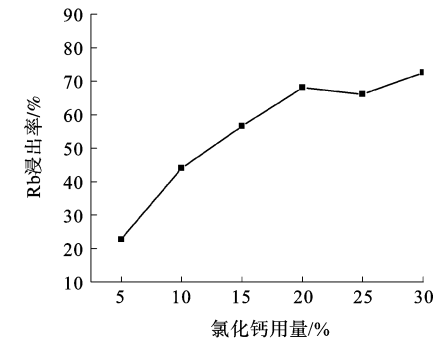
选择氯化钙为铷精矿焙烧添加剂,考察焙烧时间、焙烧温度、添加剂用量等对铷浸出率的影响。固定焙砂水浸出条件(液固比为4:1,常温浸出1h),对焙烧制度影响因子进行试验,试验结果见图1。



a 固定焙烧温度 850℃, CaCl₂ 加入量为 20%



b 固定焙烧 50 min, CaCl₂ 加入量为 20%



c Influence of roasting temperature on test results
固定焙烧 850℃ 30min

图1 燃烧制度影响因试验结果

Fig.1 Effect of the dosage of CaCl₂ on Rb leaching(baking 850℃ 30min)

从图 1~3 的试验结果可以看出,铷精矿焙烧制度以 850℃,焙烧时间 30~40 min 为宜,CaCl₂ 加入量以 20% 为宜,铷浸出率可达 72% 以上。

2.3 浸出制度确定试验

按照铷精矿焙烧优化条件焙烧后,焙砂磨细至 -74 μm ≥ 95%,进行水浸温度、浸出时间条件试验,试验结果见图 2。

从图 2 可以看出,焙砂浸出的浸出温度以 60℃、浸出时间以 30~40 min 为宜。升高浸出温度和延长浸出时间对铷浸出率增加幅度很小。

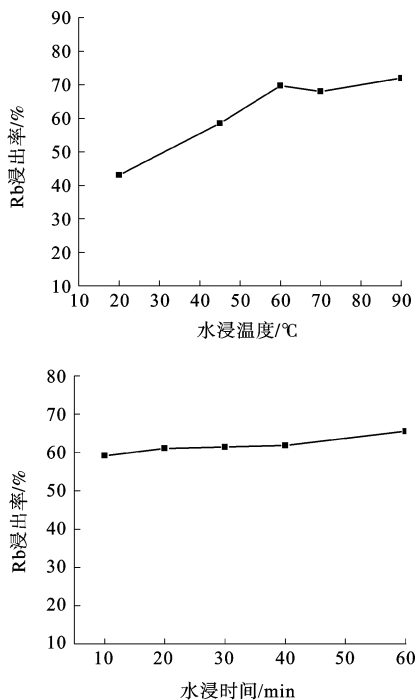


图 2 水浸条件试验

Fig. 2 Water leaching tests

2.4 综合条件试验

采用优化的综合条件:焙烧制度以物料粒度 -74 μm ≥ 60%, CaCl₂ 用量为物料重量的 20%、焙烧温度 850℃、焙烧时间 30~40 min,焙砂磨细至 -74 μm ≥ 95%,水浸条件以温度 60℃、L/S = 2.0~3.0、浸出 30~40 min。采用优化的条件进行焙烧-浸出试验,一段焙烧水浸处理后,浸渣中铷含量 1560×10^{-6} ,铷浸出率 72.23%,二段焙烧水浸处理后,浸渣中铷可降至 600×10^{-6} 以下,铷浸出率可达 91.97% 以上。因此,含铷云母精矿以二段氯化钙焙烧-水浸为宜。

3 结 论

(1) 含铷云母精矿以 CaCl₂ 作为焙烧助剂,采用焙烧-水浸工艺,铷水溶性能较好。

(2) 含铷云母精矿焙烧-水浸的优化条件:焙烧制度以 CaCl₂ 用量为物料重量的 20%、焙烧温度 850℃、焙烧时间 30~40 min,焙砂磨细至 -74 μm ≥ 95%,水浸条件以温度 60℃、L/S = 2.0~3.0、浸出 40 min。采用二段焙烧-水浸工艺,浸渣中铷可降至 600×10^{-6} 以下,铷浸出率可达 91.97% 以上。铷浸出效果较为理想。

参考文献:

- [1] 稀有金属手册编辑委员会. 稀有金属手册下册[M]. 北京:冶金工业出版社. 1995. 28~40.
- [2] 杨磊,刘飞燕,徐莺. 某铷矿的工艺矿物学研究[J]. 矿产综合利用, 2010(6): 25~27.

Study on Leaching of Rubidium from Rubidium-containing Muscovite Concentrate

Ji Chengqing, Shen Mingwei, Zhu Changluo, Hui bo, Yao Yulin, Cai Wang

(Institute of Multipurpose Utilization of Mineral Resources, CAGS, Research Center of Multipurpose Utilization of Metal Mineral Resources of China Geological Survey, Chengdu, Sichuan, China)

Abstract: Various leaching process on rubidium-containing muscovite concentrate were investigated. The results show that CaCl₂ baking-water leaching precess is feasible. The leaching rate of rubidium is 91.97% under the optimal conditions including the matching calcium chloride ratio 1 : 0.2, roasting temperature 850℃, roasting time 30~40 min, calcine with size -74 μm more than. 90%, water leaching temperature 60℃, water leaching temperature 30~40 min, liquid to solid ratio 2.0~3.0, two-stage baking-water leaching. In leaching residue, rubidium can be reduced below 600 ppm. The rubidium leaching effect is ideal.

Keywords: Rubidium-containing muscovite concentrate Roasting; Leaching