

多钨酸钠超声高速离心法 ——分离提纯微细矿物的新方法

段体玉^{1,2}, 王时麒¹, Anthony M. Faiia³

(1. 北京大学地质学系, 北京 100871 2. 国家首饰质量监督检验中心, 北京 100101;
3. Department of Earth Science, Dartmouth College, Hanover, NH 03755, USA)

[摘要] 多钨酸钠是一种无毒、无气味、易溶解、易配制、稳定性好、回收率高、使用方便安全的新型无机重液, 其密度变化范围为 $1.0 \text{ g/cm}^3 \sim 3.1 \text{ g/cm}^3$, 分离缙云沸石和粘土矿物取得了良好的效果。详述了多钨酸钠溶液的配制和回收, 分离缙云沸石和粘土的实验流程及其应用前景。

[关键词] 多钨酸钠 重液 微细矿物 沸石 分离提纯

[中图分类号] P575.3 [文献标识码] A [文章编号] 0495-533X(2001)05-0038-03

随着矿产资源综合利用研究的不断发展, 对矿石物质成分的研究工作要求越来越细, 同时, 由于矿床成因、物质来源等方面研究的进一步深入, 对单矿物的分离纯度的要求也越来越高。微细矿物的分离提纯, 在矿物、矿床研究中是重要的课题。但是, 对微细矿物的分离方法, 目前的报道资料还非常少。自然界中矿物的组成非常复杂, 不同矿种又适用不同的分离方法。所以, 它也一直是矿物、矿床研究工作中的困难问题。

微细矿物的颗粒非常细小, 表面积很大。在机械物理过程的分选技术中, 正是这种性质起主要作用。颗粒质量小, 布朗运动便占优势, 重力的作用就明显减弱, 并且动量小以及磁化系数小, 对于一般的富集分离方法都极为不利。此外, 微细颗粒表面积越大, 所具备的表面能和表面活性就越大, 由此带来最显著的效应, 就是容易产生凝聚。颗粒之间的相互凝聚作用, 在通常情况下, 使矿物的分选提纯过程遭受干扰和破坏。

目前, 沸石的分离提纯技术还不成熟。资料中有关这方面的技术, 多为工业分离方法, 纯度要求低, 应用这些方法难以达到很高的纯度。笔者在研究浙江缙云沸石矿的矿床成因过程中, 需把矿石中的沸石和粘土矿物分离提纯。而沸石和粘土都属于微细矿物, 要实现它们的完全分离非常困难。经过两年多的探索, 上千次的实验, 最后采用多钨酸钠超声离心法取得了良好的效果。

1 多钨酸钠溶液的配制与回收

多钨酸钠是一种新型的无机重液, 目前全世界

只有德国的 Sometu 公司生产, 国内还没有用它作为重液来分离矿物的报道。多钨酸钠具有无毒、无味、易溶解、易配制、稳定性好、回收率高、使用方便安全等传统的重液无法比拟的优点。而更重要的是: 多钨酸钠溶液的密度变化很大, 最大可以达到 3.1 g/cm^3 。因此, 很多原来必须使用有机重液的地方, 现在都可以使用多钨酸钠来代替。

1.1 多钨酸钠溶液的配制

1) 配制多钨酸钠溶液时, 只能使用蒸馏水或去离子水, 只能使用玻璃、塑料或不锈钢的容器。

2) 量取蒸馏水 根据要求的密度值, 按比例把多钨酸钠加入到盛水容器中。用玻璃棒不停地搅拌, 使其充分溶解。一定密度的多钨酸钠溶液的配制比例见表 1。

表 1 多钨酸钠溶液的配制比例表

密度 (g/mL)	多钨酸钠 (g)	蒸馏水 (mL)	密度 (g/mL)	多钨酸钠 (g)	蒸馏水 (mL)
2.25	700	300	2.65	797	203
2.30	723	277	2.70	805	195
2.35	740	260	2.75	815	185
2.40	752	248	2.80	820	180
2.45	763	237	2.85	827	173
2.50	772	228	2.90	835	165
2.55	782	218	2.95	840	160
2.60	790	210	3.00	850	150

3) 用比重计测量溶液的密度, 根据结果适当地加蒸馏水或多钨酸钠, 直至达到合适的密度值。

4) 把溶液放于无尘的封闭环境中保存。

5) 使用前, 最好先测量溶液的密度, 并把它按要求进行适当的调整。

1.2 多钨酸钠溶液的回收利用

由于它的溶解性很好, 多钨酸钠溶液的回收利

[收稿日期] 2000-07-20 [责任编辑] 曲丽莉。
[基金项目] 国家自然科学基金项目(编号 49672118)资助。

用率很高,矿物的漂洗也非常容易。实验采用以下的方法回收多钨酸钠溶液。

1)用 14000 rpm 的转速,离心 10 min,把矿物颗粒从溶液中去除。

2)为了使溶液的密度变大,可以在 60℃~100℃ 的温度下,连续蒸发数小时。

3)溶液冷却后,用比重计测量溶液的密度,根据结果,确定继续蒸发还是向溶液中加蒸馏水,直到达到要求。

2 多钨酸钠超声高速离心法分离提纯缙云沸石和粘土

2.1 实验仪器和条件

低速离心机:XYJ80-2型,最高转速 4000 rpm。

高速离心机:贝克曼 GS-15R型,最高转速 15000 rpm。

超声波:KQ-250型,功率 250 W。

高速离心时的控制温度:10℃。

2.2 分离沸石的过程

1)用钢臼和杵把岩石粉碎至 200 目以下。

2)把较细的样品放入玻璃杯中,加二次蒸馏水充分搅拌。

3)用超声波把颗粒—液体的悬浮液超声 3 min~5 min。

4)把超声后的悬浮液转入离心管中,用 2500 rpm 的转速离心 3 min30 s。倒出上层清液,从而去除小于 1 μm 的部分。

5)再把上层清液倒入另一个离心管中。这部分后来将被用来提纯粘土矿物。

6)重复第 5)步 5 次,以确保绝大部分的小于 1 μm 的颗粒被去除,并且每次离心前都要超声以使较大的颗粒悬浮起来。

7)倒出上层清液,把大于 1 μm 的颗粒风干后,放入 2.3 g/cm³ 的多钨酸钠溶液中。超声 3 min~5 min 使颗粒分散开来,转入离心管中。

8)用 11000 rpm 的转速,把悬浮液离心 33 min。离心结束后,沸石矿物将漂浮在液体的表面,较重的颗粒(石英、长石以及少部分的沸石)将沉在管底,并且它们都会有一个过渡的“尾巴”。

9)向一个离心管中倒出大约一半的重液,以取出上浮的沸石矿物,也要用钢勺把粘在离心管内壁上的取出放入一个离心管中。

10)向两根离心管加满二次蒸馏水,并超声以使悬浮物和重液充分混合,现在重液的密度应是 1.15

g/cm³ 左右。

11)用 14000 rpm 的转速离心 10 min,颗粒都应沉到管底。把重液倒入玻璃杯中,以回收再用。

12)用二次蒸馏水充满离心管,超声 2 min,用 3000 rpm 的转速离心 5 min,沸石颗粒出现聚沉。反复洗 3 次,以完全洗去多钨酸钠,沸石矿物变得色浅而不“粘”。

13)把沸石矿物放于通风橱中风干。有时沸石矿物的表面可能会带有一个绿色或棕色的“皮”,去除它。这时我们得到了较为纯净的沸石矿物。

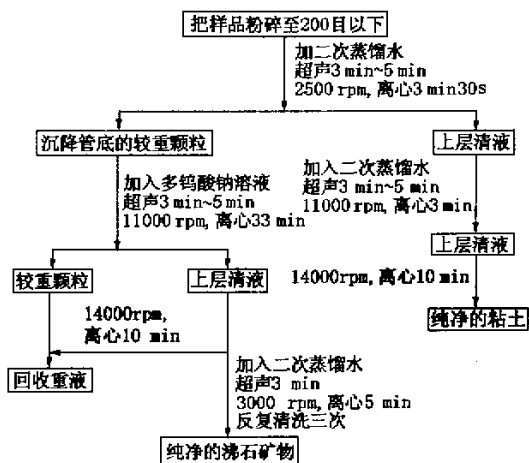


图1 多钨酸钠超声高速离心法分离提纯缙云沸石和粘土的实验流程图

2.3 分离提纯粘土矿物

1)向小于 1 μm 的部分加入二次蒸馏水,并且超声 3 min,用 11000 rpm 的转速离心 3 min,大于 0.1 μm 的颗粒将沉到管底。

2)倒出上层的“清水”。用 14000 rpm 的转速离心 10 min,使小于 0.1 μm 的颗粒聚沉管底。这时沉到管底的颗粒应是较为纯净的粘土矿物。

3)把粘土矿物放入通风橱中风干。

使用 X 射线粉晶衍射、红外吸收光谱对获得的样品进行分析,结果显示:沸石中含有少量的石英,丝光沸石和斜发沸石的含量在 97% 以上,而粘土中则含有少量的沸石、蒙脱石的含量在 97% 以上。

3 应用前景

多钨酸钠本身所具有的很多优点,决定了它在矿物的分离提纯实验中具有广泛的用途。特别是在微细矿物的分离提纯方面,多钨酸钠更是不可替代的。

1)多钨酸钠溶液的密度可达 3.1 g/cm³,所以它可以取代二氯甲烷、三氯甲烷、二溴乙烷、三溴乙烷、

二碘苯等有机重液。

2)多钨酸钠溶液性质稳定、不易挥发,它适用于高速离心实验。而有机重液在高速离心实验中由于挥发而密度变小,影响实验的稳定性。

3)多钨酸钠溶液配制方便,密度大小容易控制,在分离密度相差较小的矿物时,具有很大的优势。

4)微细矿物的分离一直是矿物分离中的一个难题。多钨酸钠的出现将使这个问题变得比较容易解决。

通过更多的实验探索,多钨酸钠一定会越来越多地被用于微细矿物的分离提纯中。

[参考文献]

- [1] 杨慧芬.天然沸石的选矿提纯新工艺研究[J].建材地质,1996(3):45~47,33.
- [2] 单矿物分选方法(全国单矿物分选学术会议论文集[A]).贵阳:贵州人民出版社,1982.
- [3] 黄志良,等.赤峰天然沸石矿物质组分的测试与研究[J].非金属矿,1993(3):13~16.

A SODIUM POLYTUNGSTATE - ULTRASONIC VIBRATION - HIGH SPEED CENTRIFUGE METHOD —A NEW METHOD FOR SEPARATING AND PURIFYING FINE - GRAINED MINERALS

DUAN Ti - yu ,WANG Shi - qi ,Anthony M. Faiia

Abstract Sodium polytungstate is a new inorganic heavy liquid with no toxic compounds and no odors. Solutions with densities ranging from 1.0 g/cm³ to 3.1 g/cm³ can be prepared. It is easily diluted, has excellent stability, a high recycling rate, and is convenient and safe. Sodium polytungstate has been used to separate zeolites and clay minerals with success. This paper describes in detail the preparation and recycling of sodium polytungstate, the method of separation of the Jinyun zeolites and associated clay minerals, and an outlook on the future application of sodium polytungstate.

Key words Sodium polytungstate, heavy liquid, fine - grained minerals, zeolite, separation and purification

[第一作者简介]

段体玉(1973年-)男,1992~2000年就读于北京大学地质学系,1997年获理学学士学位,2000年获理学硕士学位,现工作于国家首饰质量监督检验中心,北京大学地质学系2001级博士生。

通讯地址:北京市朝阳区大屯路甲2号 国家首饰质量监督检验中心 邮政编码:100101

欢迎订阅 2002 年《黄金》杂志

《黄金》杂志是由国家科技部、新闻出版署批准的,由国家经贸委黄金管理局长春黄金研究院主办的综合性技术刊物,也是黄金行业唯一的综合性科技期刊。主要报道黄金行业及其相关行业地质、采矿、选冶、分析与环保、管理等方面的科研成果,以及新理论、新技术、新动态、新方法、新工艺、新设备、生产技术经验等内容,同时开辟了企业之窗、首饰之苑、黄金市场、综合信息、读者—作者—编者、中介之角等栏目。为发展和提高黄金生产技术水平服务,为中国黄金科技进步服务,为厂矿企业、广大读者及用户服务。

《黄金》内容翔实,信息量大,实用性强。具有权威性,发行量大,覆盖面广。现已遍布黄金、冶金、地质矿产、有色金属、核工业、化工、金融等系统及金银珠宝首饰行业等。

《黄金》现为美国《化学文摘》(CA)检索文献源,为

《中国学术期刊综合评价数据库》来源期刊,已全文编入《中国学术期刊网》和《中国学术期刊(光盘版)》。

《黄金》广告树立了企业形象,创出企业名牌,提高了企业知名度,增加了企业效益,是黄金行业的供求信息指南。

《黄金》为月刊,彩色封面,64页,国际开本(297mm×210mm),国内外公开发行。邮发代号12-47,全国各地邮局均可订阅。每期定价7.00元,全年定价84.00元。

需订读者,可到当地邮局(所)订阅,也可直接通过《黄金》杂志社发行部订阅。我部长年办理零订、邮购业务。单位地址:吉林省长春市南湖大路54号《黄金》杂志社 邮编:130012 电话:0431-5529838 5514586 转3066

网址: <http://www.ccgri.com/gold.htm>

E-mail: journal@ccgri.com

开户银行:工商银行长春市宽平大路分理处

帐号:243—24909510