

低钽高钨精矿的水冶分离试验研究

叶志平*

摘 要: 大吉山 69 号矿体选矿产物——钽钨混合精矿含 Ta_2O_5 2.004%、 WO_3 40.66%，针对这种低钽高钨精矿进行了水冶分离试验研究，通过研磨—焙烧—浸出工艺，获得的钽富集物含 Ta_2O_5 28.85%、 Nb_2O_5 12.40%、 WO_3 1.97%， Ta_2O_5 的回收率为 98.18%， WO_3 浸出率 99.67%，根据水冶的化学原理，本文叙述了水冶分离工艺过程以及分离参数对钽浸出的影响。

关键词: 低钽高钨混合精矿；焙烧；水冶浸出；钽富集物

中图分类号: TD926.1 文献标识码: A 文章编号: 0513-3424(2002)05-0009-03

钽具有熔点高、强度高、硬度大、耐酸蚀、延展性好、蒸汽压低、热导率大和导电性能好等优良性能，被广泛用于钢铁、电子、原子能、化工和宇航等部门，是高新技术不可缺少的金属元素之一。近几年由于信息高速公路、无线通讯和计算机网络的迅猛发展，对钽电容器及各种钽产品的需求急剧增加，对钽原料的需求也在扩大。

江西大吉山 69 号矿体为一大型钽铌钨矿床，矿体为细粒钠长石化白云母花岗岩矿床。原矿含 Ta_2O_5 0.016%、 Nb_2O_5 0.009%、 WO_3 0.21%，钽、铌、钨的比例为 1.7:1:23.3，在国内属含高钽的花岗岩型矿床。选矿采用重选—浮选流程，获得两个产物。一为细晶石精矿含 Ta_2O_5 33.88%，对原矿回收率 14.75%；二为低钽高钨混合精矿，含 Ta_2O_5 2.004%、 WO_3 40.66%，对原矿 Ta_2O_5 的回收率为 37.927%，是水冶分离的对象。为了获得符合冶炼要求的钽产品，必须分离出钽和其它杂质。根据低钽高钨混合精矿的矿石性质和钽、钨等化合物的特性，水冶试验采用研磨—焙烧—浸出的分离流程，获得钽富集物含 Ta_2O_5 28.85%， Ta_2O_5 的回收率为 98.18%。

1 钽钨混合精矿矿石性质

钽钨混合精矿由两个选矿产物组成，即重选获得的粗粒级钽钨精矿和浮选获得的细粒级精矿混合而成。粗粒级钽钨精矿含 Ta_2O_5 1.12%、 WO_3 63.13%；细粒级精矿含 Ta_2O_5 2.75%、 WO_3

21.68%，粗粒级钽钨精矿的筛分分析结果见表 1，矿物相对含量见表 2。细粒级钽钨精矿中 -43 μ m 粒级含量占 97.64%，与粗粒级精矿比较，矿物组成中硫化矿和脉石矿物含量更高。

表 1 粗粒级钽钨精矿的筛分分析结果/%

粒级/ μ m	产率	品位		金属占有率	
		WO_3	Ta_2O_5	WO_3	Ta_2O_5
+200	15.66	54.90	0.60	13.89	8.81
-200+100	27.01	60.75	0.90	26.50	22.77
-100+74	15.66	62.50	1.00	15.81	14.67
-74+40	20.55	64.55	1.25	21.43	24.07
-40	21.17	65.58	1.50	22.37	29.68
合计	100.0	61.91	1.07	100.0	100.0

表 2 粗粒级钽钨精矿矿物相对含量/%

矿物	黑钨矿	辉钨矿 白钨矿	黄铁矿	白钨矿	石榴子石	石英 长石	合计
含量	88.6	0.6	1.5	3.5	1.2	4.6	100.0

钽钨混合精矿中主要有用矿物为黑钨矿、白钨矿、细晶石、钽铌铁矿、辉钨矿和黄铁矿。脉石矿物以石英、长石、石榴子石为主。从表 1 可见，在粗粒级精矿中，钽在各粒级的分布没有特别的富集，镜下鉴定结果为各粒级基本无独立钽矿物存在。钽主要与黑钨矿共生，并赋存、包裹、浸染于黑钨矿中，因此，很难通过选矿方法获得钽精矿，水冶分离是回收和获得高品位钽产物的唯一途径。

2 水冶分离流程及结果

钽钨混合精矿水冶分离原则流程见图 1，水冶分离结果见表 3。

*收稿日期: 2002-06-08

作者简介: 叶志平(1955-), 男, 福建仙游人, 广州有色金属研究院教授级高工, 广东广州, 510651

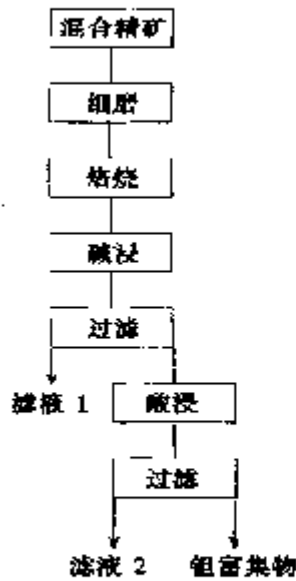


图1 钽钨混合精矿水冶分离原则流程

表3 水冶分离结果/%

产品名称	产率	品位			回收率
		Ta ₂ O ₅	Nb ₂ O ₅	WO ₃	
钽富集物	6.82	28.85	12.40	1.97	98.18
钽钨混合精矿	100.0	2.004		40.66	100.0

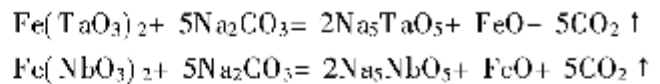
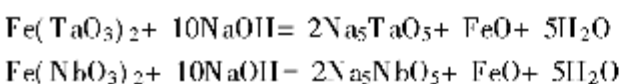
水冶工艺采用碱熔法对钽钨进行分离,由于精矿的粒度越细,比表面和反应界面就越大,反应速度也越快,为了加速精矿分解,首先对混合精矿进行细磨。细磨后的精矿按比例与碱混合拌匀,然后进行焙烧,温度控制在750~850℃。焙烧的目的是使碱与炉料发生反应,并根据生成物在水中的可溶性差异,使钽与钨等杂质分离。焙烧后浸出、过滤,滤液为含杂钨酸钠溶液,滤渣为钽的初步富集物。滤液经提纯和铵化处理后可获得仲钨酸铵产品。滤渣加盐酸进一步浸出,除去铁、锰等杂质后,获得钽钨富集物。钽钨富集物含Ta₂O₅28.85%,富集比14.4, Ta₂O₅回收率98.18%,钽在浸出过程中损失很少。

3 讨论

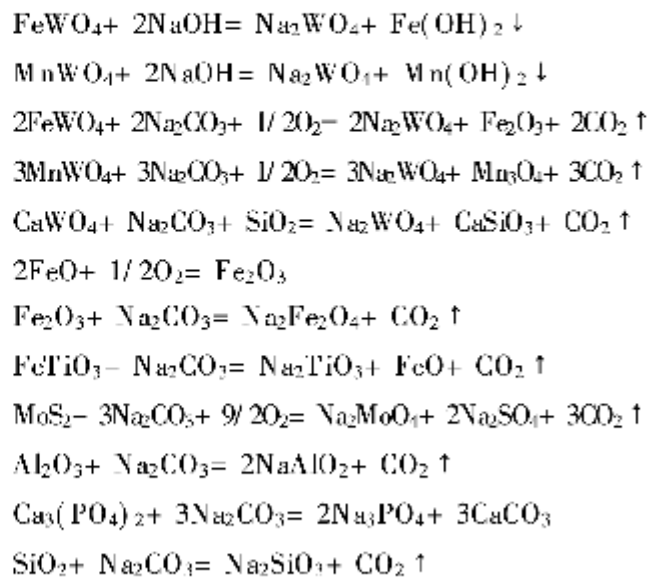
3.1 碱熔法的化学原理

细磨后的混合精矿采用碱熔法处理,原理是精矿中的钽钨矿物与碱熔合时转化为钽酸钠、钨酸钠,而钨和其它矿物与碱反应,生成钨酸钠、硅酸钠、铝酸钠、磷酸钠和钼酸钠等盐^[1,2,3]。用水浸出时难溶物如钽酸钠、钨酸钠、钛酸钠和氢氧化铁、锰等留在残渣中,而其它盐溶解于水中,通过过滤方式使它们分离。

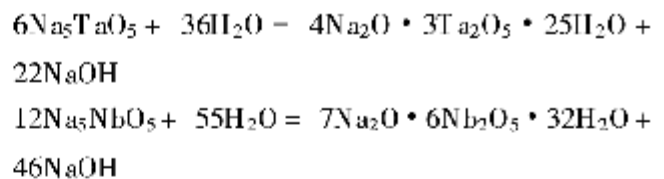
混合精矿与碱熔融时发生如下反应:



钽钨矿、钨钨矿与碱反应的情况类似。



熔融时生成的钽酸钠、钨酸钠在水浸过程中,发生水解反应生成难溶的4:3钽盐和7:6钨盐,反应式如下:



碱熔反应通常加过量的碱,使反应尽量向生成物方向进行,同时当浸出液中有游离碱存在时,钽酸钠和钨酸钠在水中的溶解度很低,对提高钽钨回收率有利。

3.2 钨浸出方案的选择

从原料性质可知,混合精矿含WO₃40.66%、Ta₂O₅2.004%,钨含量是钽的20.3倍。因此,钽富集的过程实际上是钨和其它杂质浸出分离的过程。钨浸出选择常压加温浸出和焙烧浸出两方案进行对比试验,试样为重选获得的高品位钨精矿,对比试验结果见表4。

产物名称	产率	对比试验结果/%		
		WO ₃ 品位	WO ₃ 占有率	WO ₃ 浸出率
常压加温浸出浸渣	31.76	7.20	3.46	96.54
焙烧浸出浸渣	30.64	0.57	0.26	99.74
给矿	100.0	66.11	100.0	

结果表明,焙烧浸出脱钨效果好,浸渣含WO₃比常压浸出低12.6倍,钨的浸出率为99.74%,比常压浸出高3.20%。由于常压浸出方案,在浸出钨后仍要对浸渣进行焙烧和酸浸脱硅,两方案都离不开焙烧作业,加上常压浸出时间长,因此综合考虑,

钨浸出方案选择焙烧浸出。

3.3 温度、时间对钨浸出的影响

把烧结块置于水中,钨酸钠等盐就可溶出。浸出采用加温搅拌的方式,搅拌使溶解的钨酸钠均匀地分布于溶液中,避免局部熔块周围的钨酸钠浓度过高而降低浸出率。在溶液中,钨酸钠溶解度与加温温度有关^[4],温度与钨酸钠溶解度关系曲线见图2。浸出时间对钨的浸出率影响较大,时间与钨浸出率的关系曲线见图3。

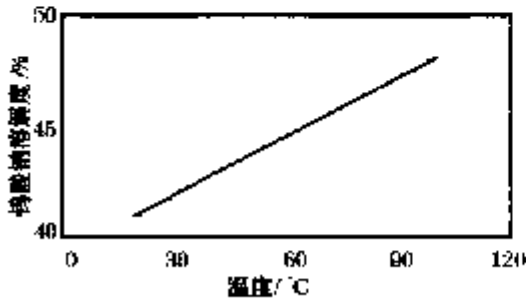


图2 温度与钨酸钠溶解度关系曲线

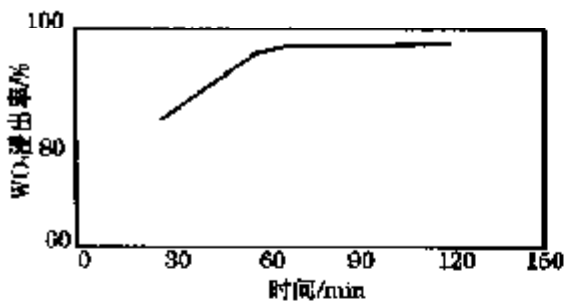


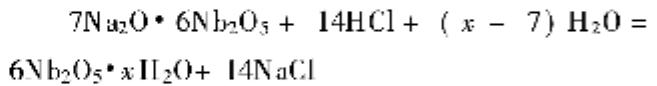
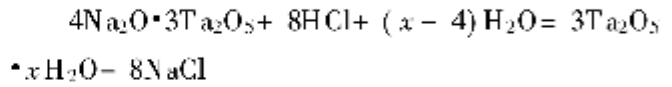
图3 时间与钨浸出率的关系曲线

从图2、3可知,钨酸钠溶解度随着温度的升高而增大。在沸腾状态下搅拌浸出,钨酸钠的溶解度达49%。浸出时间对钨的浸出率影响较大,浸出60min时,WO₃浸出率为98%。浸出30min,WO₃浸出率为84%。浸出时间过短,钨的浸出率显著下降。钽钨富集物一般要求含WO₃小于5%,试验中为了保证钽钨富集物含钨达标,使钽钨分离更加完

全,浸出时间延至90min。

3.4 酸浸作用

熔块浸钨后洗涤过滤,滤渣含钽钨钠盐、钛酸钠、锡酸钠和铁、锰等难溶物。采用盐酸分解时,钽、钨钠盐按下式发生分解反应。



铁、锰氧化物和氢氧化物在酸浸作业中与盐酸作用,生成氯化铁、氯化锰进入溶液,钛酸钠、锡酸钠与酸作用可转化成钛酸和锡酸,部分地溶解,而含水钽、钨混合氧化物在水中难溶,同样利用生成物溶解度的差异,通过过滤、洗涤,钽钨混合氧化物得到进一步的提纯,经烘干后就可获得富钨产品。

4 结论

1. 低钽高钨精矿采用研磨—焙烧—浸出的水冶工艺合理有效,获得的钽富集物含T_a2O₅28.85%、Nb₂O₅12.40%、WO₃1.97%,Ta₅O₂的回收率为98.18%。

2. 钽、钨分离选择焙烧浸出比常压加温浸出效果更好;浸出温度越高钨盐的溶解度越大,适当延长熔块浸出时间,对钨的浸出有利。

参考文献

- 1 C. H. 波立金, I. O. 格拉德基赫, I. A. 贝科夫. 钽钨矿的选矿[M]. 北京: 中国工业出版社, 1965, 185~186
- 2 王葆洪, 王崇敬. 钨[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1988, 99~100
- 3 曹志良, 王珍云. 无机化学反应方程式手册[M]. 长沙: 湖南科学技术出版社, 1985, 301~326
- 4 株洲硬质合金厂. 硬质合金的生产[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1974, 19
- 5 GP Demopoulos. CIM Bulletin, 1989, 831
- 6 张秀华. 难选冶金矿石预处理工艺现状[J]. 湿法冶金, 1998(3): 16~17
- 7 CL Simmons. Minerals and Metallurgical Processing, 1994(5): 286
- 8 柯家骏. 难选金矿氰化提金的现状与问题[J]. 黄金科学技术, 1998(1): 38~39

(上接第23页)

- 9 王文潜, 王喜良. 难选金矿石预处理方法评价及新进展[J]. 湿法冶金, 1998(3): 4
- 10 丘一康. 难选金矿石预处理方法研究进展及对策建议[J]. 有色金属(冶炼部分), 1999(6): 34~36
- 11 徐远志. 难选金矿的预处理方法及影响其工艺选择的冶金学因素[J]. 云南冶金, 1998(增刊): 10~11