

文章编号: 1005-7854(2008)03-0021-05

低品位膨润土的提纯及其钠化工艺条件优化研究

叶力佳, 刘建远

(北京矿冶研究总院, 北京 100044)

摘要: 以内蒙古某矿低品位钙基膨润土为试验研究对象, 采用湿法提纯工艺, 选用 0.5% 六偏磷酸钠为分散剂, 矿浆浓度 15%, 将膨润土纯度从 66.50% 提高到 95%; 通过正交试验确定了影响钠化的主要因素和钠化的最佳工艺条件, 制得的钠基膨润土其 d_{001} 为 1.2513nm, 其阳离子交换容量和膨胀容分别为 118.23 mmol/100g 和 30mL/g, 为优质的钠基膨润土。

关键词: 膨润土; 提纯; 钠化; 正交试验

中图分类号: TD975⁺5 **文献标识码:** A

STUDY ON PURIFICATION OF A LOW GRADE Ca-BENTONITE AND OPTIMAL TECHNOLOGICAL CONDITIONS OF ITS Na-ACTIVATION

YE Li-jia, LIU Jian-yuan

(Beijing General Research Institute of Mining and Metallurgy, Beijing 100044, China)

ABSTRACT: A low grade Ca-bentonite from Inner-Mongolia is taken as the object of the study. The wet processing technology of purification is carried out to enhance the grade from 66.5% up to reach 95% under the condition of using sodium polyacrylate 0.5% as dispersant and a slurry density of 15%. The optimal technological conditions of Na-activation are found by orthogonal test. A high quality Na-bentonite is obtained with d_{001} -value of 1.2513nm, CEC-value of 118.23mmol/100g and swelling capacity of 30mL/g.

KEY WORDS: bentonite; purification; Na-activation; orthogonal test

膨润土是以蒙脱石为主要矿物成分的铝硅酸盐, 其结构是由两层硅氧四面体夹一层铝氧八面体构成的 2:1 型晶体结构。由于八面体中部分 Al^{3+} 被 Mg^{2+} 置换, 四面体中部分 Si^{4+} 被 Al^{3+} 置换, 故膨润土层状结构间带有永久性负电荷, 含有 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Na^+ 、 K^+ 等可交换阳离子, 可通过与其它阳离子的交换反应生成各种改性产物^[1]。

我国膨润土资源丰富, 总储量居世界前列; 但我国天然产出的钠基膨润土却很少, 绝大多数为钙基土, 而钙基膨润土深加工性能较差, 中、低品位矿较

多, 质量不稳定且蒙脱石含量多为 60%~80%, 不能满足膨润土深加工产品的要求^[2]。因此对低品位的天然钙基膨润土进行选别, 提纯精制和钠化研究是十分必要的。本研究以内蒙某矿低品位钙基膨润土为原料进行选矿提纯试验, 通过正交试验方法优化钠化工艺条件, 制取优质钠基膨润土。

1 原料及实验方法

1.1 原料

试验所用的膨润土原矿取自内蒙古赤峰, 其阳离子交换容量(CEC)66.45mmol/100g, 膨胀容(V_s) < 10.0mL/g。原矿的多元素分析结果见表 1, X-射线衍射分析结果见图 1, 图谱测试分析结果见表 2。

收稿日期: 2008-02-19

作者简介: 叶力佳, 矿物工程研究设计所工程师, 长期从事矿物材料及加工的研究工作。

表 1 原矿多元素分析结果

Table 1 Chemical analysis results of the bentonite ore

成分	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	Na ₂ O	Fe ₂ O ₃	MgO
含量/%	63.68	17.95	2.50	0.21	0.51	3.81

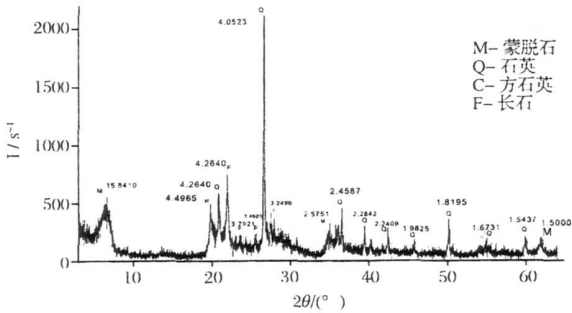


图 1 原矿 X-射线衍射图

Fig. 1 XRD pattern of the bentonite ore

表 2 原矿 X-射线衍射图谱测试结果

Table 2 Results of XRD-analysis of the bentonite ore

矿物成分	蒙脱石	方石英	石英	长石
含量/%	66.50	11.2	14.1	8.2

由上述测试分析结果可知,蒙脱石含量 66.50%,含有的杂质矿物主要为方石英、石英、长石,属低品位膨润土;膨润土的 d_{001} 值为 1.5841nm,为典型的钙基膨润土。

1.2 试验方法

1.2.1 膨润土提纯方法

取一定量的膨润土原矿(—0.074mm)置于烧杯中加入一定量的水,配成一定浓度的泥浆强力搅拌 0.5h,再静置 10min 倾出悬浮液,弃去粗渣;在倾出的悬浮液中加入分散剂,充分搅拌 1.5h,静置 24h,倾出上层悬浮液,离心过滤,烘干得提纯膨润土。

1.2.2 膨润土钠化方法

以碳酸钠为钠化剂,在一定浓度的矿浆中,加入一定量的碳酸钠,在一定温度下搅拌一定时间,得到钠化膨润土。本试验通过正交试验设计,考察钠化温度、钠盐用量、钠化时间对钠化效果的影响,以确定合适的钠化条件。

1.2.3 测试指标

膨润土分散于水溶液中具有吸附一价有机阳离子亚甲基蓝的能力,其吸附的量称为吸蓝量。膨润土中的蒙脱石含量愈高,吸附亚甲基蓝的量愈多。因此,吸蓝量被作为粗略估价膨润土矿中蒙脱石相对含量的主要技术指标之一。

在蒙脱石晶层中的阳离子具有可交换性能,在一定的物理—化学条件下,不仅 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Na^+ 、 K^+ 等可相互交换,而且 H^+ 、多核金属阳离子(如羟基铝十三聚体)、有机阳离子(如二甲基双十八烷基氯化铵)也可交换晶层间的阳离子。阳离子交换性是膨润土的重要工艺特性,利用这一特性,进行膨润土的改型,由钙基膨润土改型为钠基膨润土。膨润土的膨胀性能以膨胀容表示,膨润土在稀盐酸溶液中膨胀后的容积称为膨胀容,单位为 mL/g。钠基膨润土比钙基、酸性膨润土的膨胀容高。膨胀容是鉴定膨润土矿石属型和估价膨润土质量的技术指标之一^[3]。

本试验以吸蓝量作为膨润土提纯效果的判据;以阳离子交换容量(CEC)和膨胀容(V_s)作为钠化效果的判据。

2 结果分析与讨论

2.1 膨润土的提纯

2.1.1 矿浆浓度对提纯效果的影响

将膨润土原矿(—0.074mm)分别配制成 5%、10%、15%、20% 浓度的悬浮液,以 0.5% 六偏磷酸钠为分散剂,进行矿浆浓度试验,试验结果见图 2。由试验结果可知,当矿浆浓度为 15% 时,可获得较好的提纯效果。

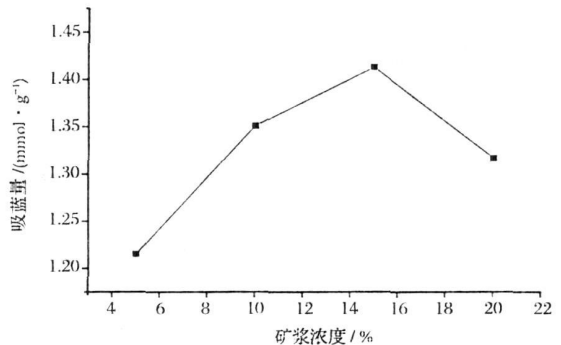


图 2 矿浆浓度对提纯效果的影响

Fig. 2 Effect of slurry density on result of purification

2.1.2 分散剂种类试验

选取焦磷酸钠、水玻璃、六偏磷酸钠为分散剂,矿浆浓度为 15%,分别考察各分散剂的用量对膨润土提纯效果的影响。试验结果如图 3。由试验结果可知,当六偏磷酸钠为 0.5% 时效果最好。

2.1.3 提纯膨润土的分析检测

对以最佳条件制得的提纯膨润土进行了多元素分析和 X-射线衍射分析,试验结果见表 3 和表 4。由表 3 可知, SiO_2 含量比原矿降低较多;由表 4 可

知提纯土蒙脱石含量为 95%，石英、方石英、长石显著降低，提纯效果明显。

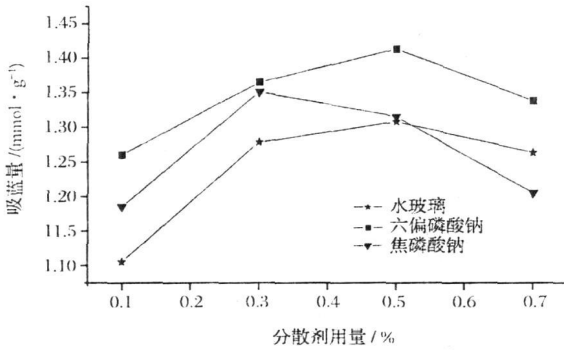


图 3 分散剂种类及用量对提纯效果的影响

Fig. 3 Effect of dispersant type and dosage on result of purification

表 3 提纯膨润土的化学分析结果

Table 3 Chemical analysis results of purified bentonite

成分	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	Na ₂ O	Fe ₂ O ₃	MgO
含量 / %	53.25	15.49	2.43	0.036	3.16	4.64

表 6 正交试验设计方案及结果

Table 6 Design and results of the orthogonal test

试验号	列号(因素)					试验结果	
	1(A)	2(B)	3(A×B)	4(A×B)	5(C)	CEC	V _s
	反应温度/℃	钠盐用量/%			反应时间/h	/(mmol·10 ⁻² ·g ⁻¹)	/(mL·g ⁻¹)
1	1	1	1	1	1	108.66	18.0
2	1	2	2	2	2	109.06	19.0
3	1	3	3	3	3	110.50	22.0
4	1	4	4	4	4	114.90	23.0
5	2	1	2	3	4	109.64	24.0
6	2	2	1	4	3	110.18	27.0
7	2	3	4	1	2	115.50	28.0
8	2	4	3	2	1	116.74	26.0
9	3	1	3	4	2	115.80	25.0
10	3	2	4	3	1	115.48	27.0
11	3	3	1	2	4	116.03	30.0
12	3	4	2	1	3	116.06	28.0
13	4	1	4	2	3	114.18	25.0
14	4	2	3	1	4	116.75	27.0
15	4	3	2	4	1	117.46	30.0
16	4	4	1	3	2	113.59	28.0

由表 7 试验结果可知: 无论阳离子交换容量(CEC)还是膨胀容的级差分析结果都表明, 各影响因素的作用顺序为: 反应温度(因素 A) > 钠盐用量(因素 B) > 反应时间(因素 C)。因素 A: 对于阳离子交换容量(CEC)是取 A₃ 好, 对于膨胀容 A₃ 与 A₄ 相同, 选取 A₃ 为好; 因素 B: 随钠盐用量(因素 B)的增加平均阳离子交换容量是增加的, 在 B₃ 到

表 4 提纯膨润土的 X-射线矿物定量衍射分析结果

Table 4 XRD-analysis of purified bentonite

矿物成分	蒙脱石	方石英	石英	长石
含量 / %	95	2.0	3.0	—

2.2 膨润土的钠化工艺优化研究

取上述制得的膨润土精土, 配成 15% 的矿浆; 以碳酸钠为钠化改性剂, 通过正交试验考察钠化温度、钠盐用量和钠化时间对试验效果的影响。采用 L₁₆(4⁵) 正交试验表安排试验, 各因素水平见表 5, 正交试验设计方案及结果见表 6, 结果分析见表 7, 正交试验结果趋势如图 4 所示。

表 5 正交试验因素水平表

Table 5 Factors and levels of the orthogonal test design

水平	因素		
	A	B	C
	钠化温度/℃	钠盐用量/%	钠化时间/h
1	25	2.5	1
2	50	5	2
3	75	10	3
4	95	15	4

B₄ 变化趋势变缓, 变化幅度不大; 对于平均膨胀容(V_s)而言 B₃ 最好。所以, 综合考虑在试验条件范围内取 B₃ 为好; 因素 C: 对于平均阳离子交换容量(CEC)是 C₁ 为好; 对于平均膨胀容(V_s)是 C₄ 为好, 但是在试验条件范围内平均膨胀容变化幅度不是很大; 由级差分析结果可知因素 C 是次要影响因素。所以, 综合考虑在试验条件范围内选取 C₁ 为好。

表 7 正交试验结果分析表

Table 7 Analysis of the orthogonal test results

指标判据		A	B	A×B	A×B	C
阳离子交换容量判据	K_1	443.12	448.28	448.46	456.97	458.34
	K_2	452.06	451.47	452.22	456.01	453.95
	K_3	463.37	459.49	459.79	449.21	450.92
	K_4	461.98	461.29	460.06	458.34	457.32
	$k_1 = K_1/4$	110.780	112.070	112.115	114.243	114.585
	$k_2 = K_2/4$	113.015	112.868	113.055	114.003	113.488
	$k_3 = K_3/4$	115.843	114.873	114.948	112.303	112.730
	$k_4 = K_4/4$	115.495	115.323	115.015	114.585	114.330
	R	5.063	3.252	2.900	2.282	1.855
	膨胀容判据	K_1	82.0	92.0	103.0	101.0
K_2		105.0	100.0	101.0	100.0	100.0
K_3		110.0	110.0	100.0	101.0	102.0
K_4		110.0	105.0	103.0	105.0	104.0
$k_1 = K_1/4$		20.50	23.00	25.75	25.25	25.25
$k_2 = K_2/4$		26.25	25.00	25.25	25.00	25.00
$k_3 = K_3/4$		27.50	27.50	25.00	25.25	25.50
$k_4 = K_4/4$		27.50	26.25	25.75	26.25	26.00
R		7.00	4.50	0.75	1.25	1.00

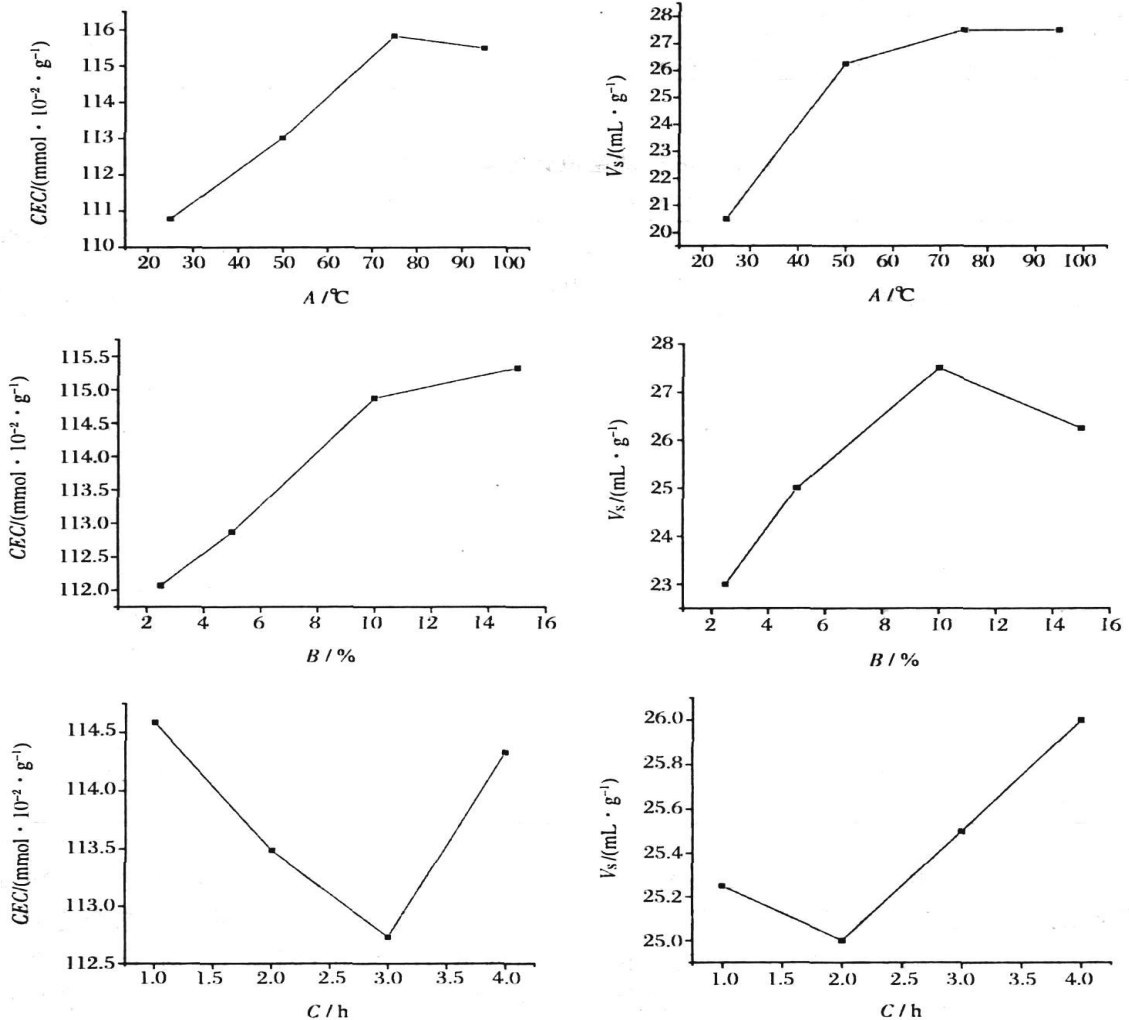


图 4 正交试验结果趋势图

Fig 4 Trend charts of the orthogonal test results

综上所述,由正交试验分析结果和各因素对平均阳离子交换容量(CEC)和平均膨胀容(V_s)的影响趋势可以知道,膨润土钠化的优化工艺条件为: $A_3B_3C_1$ 。

2.3 钠化膨润土性能检测

以优化后的工艺条件制备钠基膨润土并对获得的产品进行性能检测,钠化膨润土的X-射线衍射图如图5所示。与未钠化X-射线衍射图1相比可以看出:其 d_{001} 由1.5841nm变为1.2513nm,该钠化膨润土具有较为典型的钠基膨润土特征;其阳离

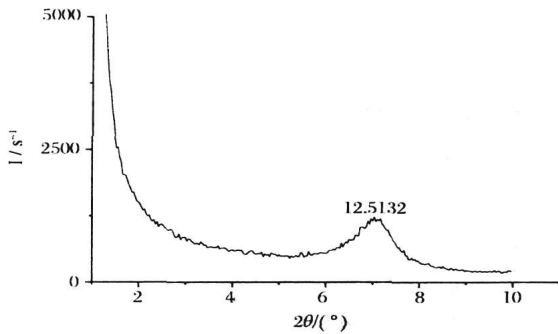


图5 钠基膨润土的X-射线衍射图

Fig. 5 XRD pattern of the Na⁺-bentonite

子交换容量和膨胀容分别为:118.23 mmol/100g和30mL/g,在所有正交试验测试结果中是最好的。由此表明,膨润土的钠化改性效果是明显的。

3 结论

(1)以内蒙某地低品位钙基膨润土为原料进行提纯试验表明:在矿浆浓度为15%,0.5%的六偏磷酸钠为分散剂的条件下提纯效果较好。提纯后蒙脱石含量为95%,石英、方石英、长石显著降低。

(2)对提纯后的膨润土通过正交试验优化了钠化条件,以最佳条件制得的钠基膨润土其 d_{001} 为1.2513nm,为典型的钠基膨润土特征,其阳离子交换容量和膨胀容分别为:118.23 mmol/100g和30mL/g,为优质的钠基膨润土。

参考文献:

- [1] 郑水林,袁继祖. 非金属矿加工与应用手册[M]. 北京:冶金工业出版社,2005:449-454
- [2] 姜桂兰,张培萍. 膨润土加工与应用[M]. 北京:化工工业出版社材料科学与工程出版中心,2005:10-30
- [3] 金永铎,董高翔. 非金属矿物理化性能测试和成分分析方法手册[M]. 北京:科学出版社,2004:3-22.

(上接第20页)

4 经济效益比较

本次经济效益比较采用定额法。根据1993年版有色金属工业建设工程预算定额计算得知,采用浅孔爆破法进行扩漏和拉底施工时每完成100m³扩漏、拉底工程量需要消耗的直接费用为24898.69元,采用中深孔爆破法进行扩漏和拉底施工时直接费用为5030.35元,每m³拉底扩漏工程量可以节约198.7元。506采场采用中深孔进行扩漏、拉底可产生经济效益=198.7元/m³×237.59m³=47209.13元。采用中深孔爆破所产生的经济效益显而易见。

5 结论

中深孔拉底扩漏与浅孔拉底扩漏相比具有如下

优点:

- (1) 采用中深孔拉底扩漏节省采准工程量(拉底巷道),减少拉底工程量,降低了生产成本;
- (2) 机械化程度高,加快了扩漏和拉底施工的进度,缩短了采场形成时间,提高了劳动生产率;
- (3) 改善了施工人员的作业环境,增加工作安全性,减少多次检撬浮石的危险性;
- (4) 经济和社会效益显著,具有较好的应用前景。

参考文献:

- [1] 解世俊. 金属矿床地下开采[M]. 北京:冶金工业出版社,1995.
- [2] 采矿设计手册编写委员会. 采矿设计手册. 第二卷[M]. 北京:中国建筑工业出版社,1988.