

эти опыты можно рассматривать как доказательство того, что струя пара масла, увлекая атомы ртути из объема прибора («остаточный газ»), прибавляет их к поверхности конденсации и образует плотный слой паров ртути, которые в дальнейшем откачиваются диффузионным насосом.

Описанные опыты подтвердили предположение об откачивающем действии потока испаряющегося металла с образованием вблизи поверхности конден-

сации плотного слоя остаточного газа, который может взаимодействовать с конденсатом.

Автор выражает благодарность действительному члену АН УССР К. Д. Синельникову за предложенную тему и участие в обсуждении результатов и кандидату физико-математических наук А. П. Ключареву за содействие в проведении экспериментов.

Поступило в редакцию 23 IV 1957 г.

Усовершенствование процесса щелочного разложения монацита

Г. А. Меерсон, Г. Е. Каплан, Т. А. Успенская

Основным сырьем для производства тория и его соединений является монацитовый концентрат. Монацит—фосфат редких земель и, возможно, тория. Однако некоторые исследователи полагают, что торий в монаците присутствует в форме силиката.

До последних лет в мировой практике для вскрытия монацита применялся главным образом метод обработки серной кислотой. Он прост и, кроме того, обеспечивает практически полное вскрытие минерала, однако одним из его недостатков является то, что в раствор наряду с редкими землями и торием переходит вся фосфорная кислота.

Щелочные методы переработки монацита (сплавление с NaOH [1], обработка раствором NaOH [2], спекание с содой [3]) с отделением фосфора в форме тринатрийфосфата были предложены сравнительно давно, но в промышленности использовался только сернокислотный метод.

В последнее время щелочные методы стали вновь привлекать внимание [4]—[11]. В США [12] и в ряде других стран они получили промышленное применение.

В 1952 г. в Индии пущен завод, перерабатывающий щелочным методом 1500—3000 т монацита в год [6]. С 1949 г. в Бразилии существует производство солей тория, перерабатывающее 2000 т сырья в год щелочным методом [13].

По технологической схеме, применяющейся в США [4], монацит разлагается 45%-ным раствором NaOH при 138° С, гидратный осадок растворяется в соляной кислоте, затем химический концентрат тория осаждается частичной нейтрализацией раствора, а из фильтрата выделяется осадок гидроокисей редких земель дальнейшей нейтрализацией раствора. Тринатрийфосфат выделяется из щелоков упариванием с использованием раствора остаточного едкого натра для следующих операций.

Вскрытие монацита происходит достаточно полно лишь при условии предварительного весьма тонкого измельчения концентрата (95,5%—325 меш), что обычно связано с повышенными механическими потерями концентрата, а также требует существенных затрат. Кроме того, считается, что необходимо применять большой избыток едкого натра (около 150% от веса концентрата).

Работы по усовершенствованию щелочных методов переработки монацита ведутся и советскими исследователями [14].

Авторы настоящей работы осуществляли процесс разложения, соблюдая оптимальные условия, аналогичные установленным в других работах [4]:

концентрация раствора едкого натра 650 г/л, температура 120°.

С целью интенсификации процесса и отказа от предварительного тонкого измельчения концентрата, а также для уменьшения расхода едкого натра был использован метод химического разложения минералов в обогреваемой шаровой мельнице, аналогичный методу, примененному для переработки вольфрамовых концентратов [15], [18]. Воздействие шаров на минералы ускоряет реакцию, так как разрушает пленки нерастворимых осадков, образующихся при химическом разложении и покрывающих зерна минерала.

Опыты проводились с образцами концентратов, содержащих 90—95% монацита, из различных месторождений. Содержание основных компонентов составляло: 60—70%—сумма окислов редких земель и тория, 25—27%—пятиокись фосфора. Крупность измельчения исходных концентратов достигала 1—5 мм.

Разложение 100 г навесок концентратов осуществлялось в стальных шаровых мельницах емкостью 1,5 л с загрузкой шаров диаметром 0,8 мм и весом 1,5 кг. Барабаны мельниц вращались со скоростью, составлявшей около 75% от критической, в воздушном термостате, обогреваемом до заданной температуры электрическим нагревателем. По окончании разложения осадок гидроокисей обрабатывался горячей водой для удаления фосфата натрия и растворялся в соляной кислоте. Степень разложения устанавливалась по содержанию тория и редких земель в нерастворимом остатке.

В первой серии опытов было изучено влияние продолжительности обработки. Результаты этих опытов показали, что для предельного при данных условиях разложения достаточно четырех часов. Этот режим был принят для дальнейших опытов.

В следующей серии опытов изучалось влияние расхода едкого натра. Результаты выпечивания (см. рисунок) показали, что извлечение превышает 99,5%, если расход едкого натра составляет 150—200% от веса исходного концентрата. Снижение количества NaOH до 75—100% приводит к понижению извлечения редких земель и тория на 1,5—3,5%. При расходе 50% NaOH от веса концентрата в нерастворимом в соляной кислоте остатке удерживается 15—20% редких земель и тория от количества, загруженного с сырьем.

Для сокращения расхода NaOH были проведены опыты с использованием двухстадийной обработки. В первой стадии проводилось разложение кон-

Результаты двухстадийной обработки концентрата раствором едкого натра

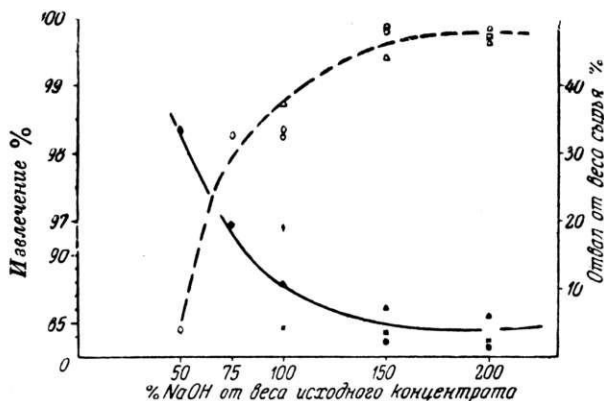
	Количество исходного материала кг	Вес остатка, % от веса исходного сырья	Количество редких земель и тория в остатке, % от содержа- ния в сырье	Извлечение редких земель и тория в растворе, % от содержания в сырье
Первая обработка концентрата (10 за- грузок)	4,0	11,1	6,2	93,8
Вторая обработка 10 остатков от пер- вого разложения	0,445	1,7	0,1	99,9

концентрата с расходом 75% NaOH от веса сырья. Образовавшиеся гидроокиси растворялись в соляной кислоте, а нерастворимые остатки (размеры частиц 10—15 мк) от десяти загрузок концентрата объединялись и подвергались повторной обработке раствором NaOH в обогреваемой шаровой мельнице.

тонкому измельчению, при сниженном примерно в два раза количестве едкого натра по сравнению с обычным методом щелочного разложения.

Поступило в редакцию 10 VI 1957 г.

ЛИТЕРАТУРА



Зависимость извлечения редких земель и тория, а также процента отвала после обработки от расхода NaOH.

— — — извлечение; — — — отвал; ○ — образец № 1;
■ — образец № 2; ▲ — образец № 3; ◆ — образ-
ец № 4.

Раствор NaOH брался в количестве 150% от веса остатков (очень большой избыток против теоретически необходимого для вторичного разложения). Поэтому разложение на второй стадии проходило практически полностью.

Щелок от вторичного разложения использовался для следующего первичного разложения концентрата. Общий расход едкого натра на обе стадии составлял около 75—80% от веса концентрата.

Щелочные растворы можно было упаривать для выделения тринатрийфосфата, а раствор избыточного едкого натра—возвращать на разложение концентрата.

Настоящее исследование показало, что разложение монацитового концентрата раствором едкого натра в обогреваемых шаровых мельницах позволяет достигнуть практически полного вскрытия минерала (в двухстадийном процессе), не подвергавшегося

1. W. Buddens, L. Preussner et al. D.R.P.—95061 (1896).
2. Dr. von Helholt, Dr. Remsé. D.R.P.—315371 (1918—1919).
3. C. R. Böhm, Chem. Ind. 29, 450 (1906).
4. A. E. Bearse et al. Chem. Eng. Prog. 50, № 5, 235 (1954).
5. The South African Mining and Eng. Journal 65, № 3225, 573 (1954).
6. Chem. Eng. News 31, № 681, 1550 (1953).
7. Chem. Age. 64, № 1652, 378 (1951).
8. Industrie Chimique 450, 30 (1955).
9. Northern Miner 41, № 36, 26 (1954).
10. The Industrial Chemist. 30, № 358, 555 (1954).
11. Chem. Eng. News. 32, 41 (1954).
12. O. N. Carlson et al., «The metallurgy of thorium and its alloys». (Доклад № 556, представленный США на Международной конференции по мирному использованию атомной энергии).
13. P. Krumholz, «Extraction of thorium and uranium from Brazilian monazite» (Доклад № 133, представленный Бразилией на Международной конференции по мирному использованию атомной энергии).
14. Г. Е. Каплан, Т. А. Успенская, К. В. Орлов, В. М. Садовникова, «Исследования в области геологии, химии и металлургии» (Доклады советской делегации на Международной конференции по мирному использованию атомной энергии). Изд. АН СССР, 1955, стр. 105.
15. Г. А. Меерсон и Н. М. Якоби, Гиредмет, 1951.
16. А. Н. Надольский, Диссертация. Минцветметзолото, 1954.
17. Г. А. Меерсон, Р. А. Павлюк, Труды Минцветметзолото, 1956.
18. Г. А. Меерсон, Н. Н. Хавский, Цветные металлы, № 3, 41 (1957).