



某铂钯精矿氯化浸出工艺

刘志强, 周向前, 张魁芳, 邱显扬

(广东省稀有金属研究所 广东省稀土开发及应用重点实验室, 广州 510650)

摘 要: 对某铂钯精矿进行了工艺矿物学分析, 确定铂钯矿物主要为碲铂钯矿、硫铂钯矿、砷铂钯矿、锡铂钯矿等矿物, 铂钯元素在铂钯矿物中分布均匀。采用直接氯化浸出工艺浸出该矿中的铂钯, 考察盐酸浓度、液固比、反应时间、反应温度、氯酸钠用量、氯酸钠滴加速率对铂钯浸出率的影响, 确定最佳工艺参数, 并对浸出渣进行物相分析, 优化浸出方案。结果表明: 在最佳条件为盐酸浓度 4 mol/L、液固比 4:1、反应温度 95 °C、反应时间 9 h, 氯酸钠溶液(625 g/L)用量与精矿的液固比为 3.2:1(80 mL:25 g), 滴加速度为 12 mL/h; 在最优条件下, 铂、钯浸出率分别达到 92.83%和 99.7%。浸出渣物相分析显示, 未能被浸出的铂被滑石、钠长石及金红石等矿物完全或部分包裹, 导致铂浸出困难。

关键词: 铂; 钯; 铂钯精矿; 氯化浸出

文章编号: 1004-0609(2017)-06-1280-09

中图分类号: TF803.2; TF83

文献标志码: A

铂族金属是一类具有战略地位的工业金属, 由于其特殊的物理化学性质, 铂族金属在现代工业、国防和科技发展中具有关键的作用, 被誉为现代工业维他命^[1]。

我国已探明的铂钯矿床可分为伴生铂钯的硫化矿和原生铂钯硫化矿两种。目前, 针对伴生铂钯的硫化矿研究较多, 其矿床主要有以下特点: 铂钯品位极低、贱金属铜、镍、铁硫化物组成比例大、矿物种类繁多且与铂钯物相相互嵌布、包裹严重。从此类矿床中提取铂族贵金属大多采用火法富集工艺:“造钼富集—氧压浸出—脱硫得到贵金属单质富集物然后再浸出、还原铂族金属”。该工艺中铂钯贵金属在造钼富集中已还原成金属态, 其浸出相对简单、容易。相比而言, 我国针对原生铂钯矿床的研究及开发利用相对滞后, 关于原生铂钯矿床的选矿及选矿获得铂钯精矿浸出的研究较少。为此, 对原生铂钯矿床得到的铂钯精矿进行浸出研究具有重要的实践意义。

目前铂钯的主要浸出方法有加压氰化浸出^[2-11]、王水浸出^[12]、氯化浸出^[13-16]等。传统氯化浸出^[15-16]对设备要求较低, 对环境、人身伤害较小, 目前已在铂钯冶金领域广泛应用。本文作者以某原生铂钯矿选矿获得的铂钯精矿为研究对象, 对其进行详细的工艺

矿物学分析, 系统研究铂钯矿物组成及矿物特点, 研究表明该精矿与造钼富集中的铂钯赋存状态存在明显不同之处: 1) 铂钯品位相对较高可达 800 g/t; 2) 矿物中硫相对含量较低; 3) 铂钯矿物种类多, 大部分以硫化物或类硫化物形式存在。结合上述特点, 拟采用传统氯化浸出工艺浸出铂钯精矿, 探索最佳浸出工艺, 为原生铂钯矿开发利用提供理论基础。

1 实验

1.1 试剂与设备

1) 实验试剂如下: 氯酸钠, 盐酸, 氟化铵(分析纯, 南京化学试剂有限公司), 实验矿物为原生铂钯矿选矿获得的铂钯精矿, 矿物中各金属元素含量如表 1 所示。

表 1 铂钯精矿中主要化学成分

Table 1 Contents of Pt-Pd concentrates (mass fraction, %)

Pt ¹⁾	Pd ¹⁾	Cu	Ni	Fe	S
343.7	425.5	4.66	3.78	7.98	8.83

1) Measured in g/t

基金项目: 国家重点基础研究发展计划资助项目(2012CB724200)

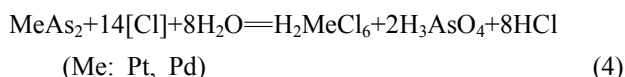
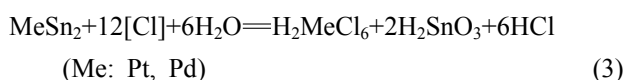
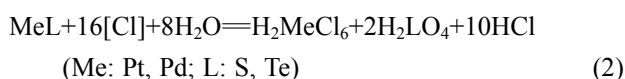
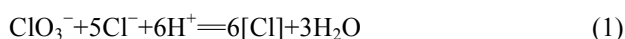
收稿日期: 2016-05-17; 修订日期: 2016-10-24

通信作者: 邱显扬, 教授级高工; 电话: 020-61086439; E-mail: qiuxygz@126.com

2) 实验设备如下: BT100-2J 蠕动泵(保定兰格 LongerPump 恒流泵有限公司), IKA RW20 digital 搅拌器(德国 IKA 集团), HH-S 数显恒温水浴锅(江苏正基仪器有限公司), 200 °C 水银温度计、500 mL 四口圆底玻璃烧瓶, 四口圆底聚四氟乙烯烧瓶(北京博美 BOMEX 玻璃有限公司)。

1.2 氯化浸出实验原理

氯化浸出过程主要有以下反应:



1.3 氯化浸出实验方法

实验装置如下图 1 所示, 称取 25 g 铂钯精矿于 250 mL 四口圆底玻璃烧瓶中, 加入一定量盐酸, 升温至一定温度, 用蠕动泵滴加适量质量分数为 625 g/L 的氯酸钠溶液, 搅拌速度 300 r/min, 反应一定时间后取出过滤, 滤渣烘干、称量, 分析铂钯含量并计算浸出率。本实验研究采用单因素控制变量法分别考察反应时间、反应温度、液固比(盐酸)、盐酸浓度、氯酸钠量、氯酸钠滴加速率等条件。

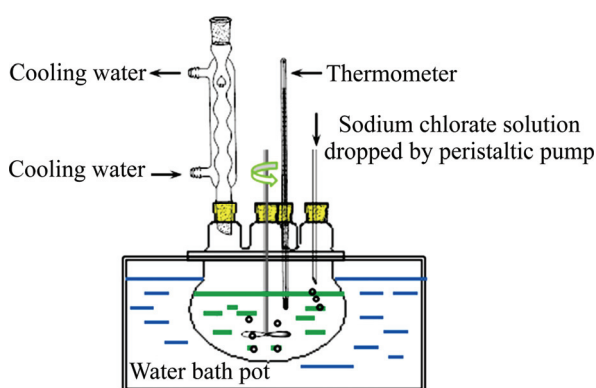


图 1 氯化浸出实验装置图

Fig. 1 Experiment device of chlorination leaching

1.4 分析与检测

矿石的晶型采用 X 射线衍射仪(日本理学 D/MAX1200)分析; 工艺矿物学采用工艺矿物学参数

自动定量分析检测系统(澳大利亚昆士兰大学 MLA)、JXA-8100 电子探针(日本)、扫描电镜(日本 FEI Qanta200)、EDAX 能谱仪表征; 贵金属含量采用火试金法测定。

实验过程铂钯浸出率, 根据浸出前后固体中铂钯品位进行计算, 如式(5)、(6)所示。

$$Q_{\text{Pt}} = \left(1 - \frac{w_z(\text{Pt}) \times m_z}{w(\text{Pt}) \times m} \right) \times 100\% \quad (5)$$

$$Q_{\text{Pd}} = \left(1 - \frac{w_z(\text{Pd}) \times m_z}{w(\text{Pd}) \times m} \right) \times 100\% \quad (6)$$

式中: Q_{Pt} 、 Q_{Pd} 分别表示铂、钯的浸出率, %; $w_z(\text{Pt})$ 、 $w_z(\text{Pd})$ 分别表示浸出渣中铂、钯的质量分数, g/t; $w(\text{Pt})$ 、 $w(\text{Pd})$ 分别表示铂钯精矿中铂、钯质量分数, g/t; m 、 m_z 分别表示浸出过程铂钯精矿、浸出渣的质量, g。

2 结果与讨论

2.1 铂钯精矿的工艺矿物学

铂钯精矿的 XRD 谱如图 2 所示, 主要矿物为云母、黄铜矿、黄铁矿及硫化铂等。考虑到铂钯矿物数量少、过于分散, 较难在 XRD 中发现其峰值。为更好地认识精矿的物相组成及铂钯在矿物中赋存状态, 对精矿进行电子探针及能谱分析。其结果图 3、表 2 所示。

图 3 所示为精矿不同区域的背散射电子形貌像。由图 3 可知, 该区域铂钯矿物组成复杂, 分布分散, 矿物粒度范围相对集中, 粒度较小, 取其中的 1~9 微区进行成分分析, 结果如表 2 所示。从表 2 可以看出,

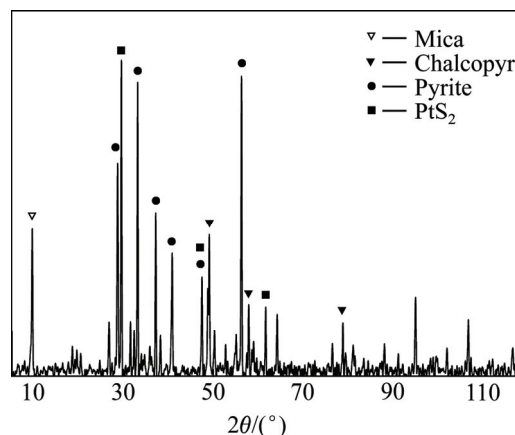


图 2 铂钯精矿 XRD 谱

Fig. 2 XRD spectrum of Pt-Pd concentrates

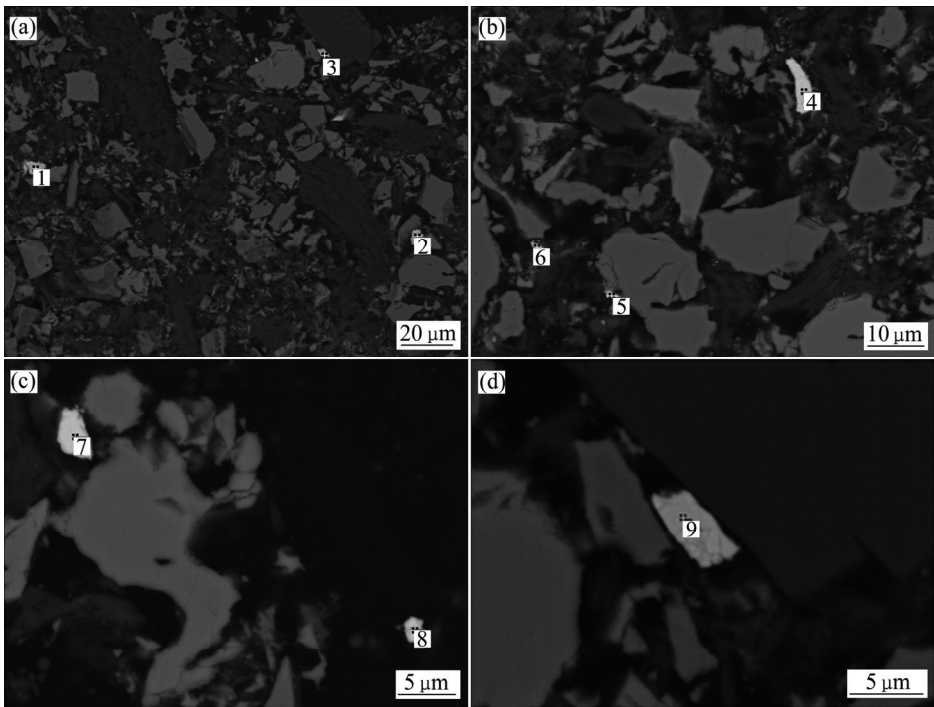


图 3 铂钯精矿不同区域的背散射电子形貌像

Fig. 3 BSE images of different areas of Pt-Pd concentrates: (a), (b), (c), (d) BSE images of four different areas of Pt-Pd concentrates, respectively

表 2 铂钯精矿能谱微区成份分析结果

Table 2 Energy spectroscopic analysis of Pt-Pd concentrates

Area	Mass fraction/%										
	O	S	Fe	As	Sn	Pd	Pt	Au	Ag	Te	Bi
1			2.33				45.38			52.29	
2			3.22		19.64	23.29	53.85				
3			1.60	18.28		30.69	19.22			24.38	5.83
4							43.13			56.87	
5	26.08	5.34	3.64					32.13	2.40		
6	21.48	40.17	38.35								
7							45.47			54.53	
8	6.92	2.46					41.70			48.92	
9						47.12				39.53	13.35

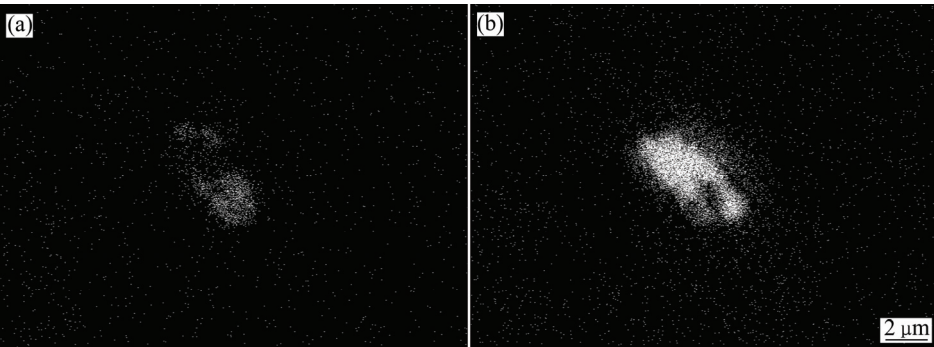


图 4 图 2 中微区 9 的铂、钯元素面扫描分布图

Fig. 4 Scanning distribution of Pt(a) and Pd(b) in area 9 of Fig. 2

区域1主要由铂、碲组成,为碲铂矿物;微区2主要由铂、钯、锡组成,为锡铂钯矿物;微区3主要由铂、钯、碲组成,为碲铂钯矿物、碲铂钯矿物;微区4、7、8均主要由铂、碲组成,为碲铂矿,区域9主要由钯、碲组成,为碲钯矿。而微区4、5未见铂、钯元素分布,主要分别为金氧化物相以及硫化铁、氧化铁矿物。从图3和表2分析可知,该精矿中主要铂钯矿物有:碲铂钯矿、硫铂钯矿、碲铂钯矿、锡铂钯矿等矿物,这些铂钯矿物基本独立存在,粒度较小均不超过5 μm 。从图4中9号区域铂钯矿物中铂钯元素的面分布特征可看出,在独立的铂钯矿物中,铂钯元素分布不均匀。本研究采用传统氯化浸出工艺浸出该铂钯精矿,考察不同工艺参数下铂钯矿物的浸出效果,探索最佳浸出工艺。

2.2 氯化浸出工艺研究

2.2.1 温度对浸出率的影响

为了研究反应温度对铂钯浸出率的影响,实验采用称取25 g铂钯精矿于250 mL四口圆底玻璃烧瓶中,加入6 mol/L盐酸140 mL,搅拌速度300 r/min,分别升温至55、65、75、85和95 $^{\circ}\text{C}$,在该温度下用蠕动泵加入80 mL氯酸钠溶液,控制滴加速率使滴加时间为2 h,以到温时间开始计算共反应5 h。取滤渣烘干并称量、分析,实验结果如图5所示。

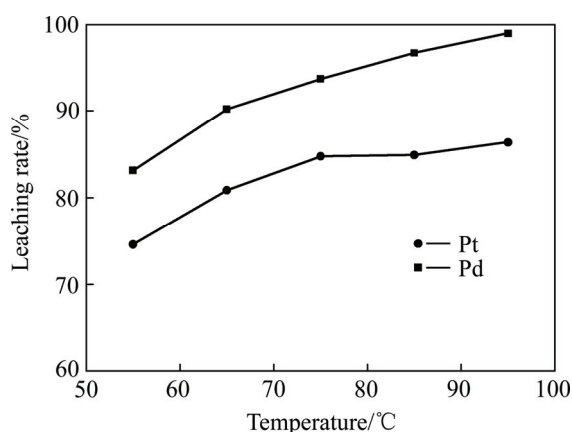


图5 反应温度对铂钯浸出率的影响

Fig. 5 Effect of reaction temperature on leaching rates of Pt and Pd

由图5可以看出,随着反应温度的升高,铂钯金属浸出率明显升高,其中铂的浸出率从55 $^{\circ}\text{C}$ 时的74.6%提升到95 $^{\circ}\text{C}$ 时的86.34%,而钯则从55 $^{\circ}\text{C}$ 时的83.1%提升到95 $^{\circ}\text{C}$ 时的98.95%。根据阿伦尼乌斯公式反应速率系(常)数 $K=A\exp[-E_a/(RT)]$, E_a 和 A 分别称

为活化能和指前因子,是化学动力学中极重要的两个参数; R 为摩尔气体常数; T 为热力学温度。可见,速率常数与温度成正比,温度的升高降低了反应的活化能,从而使浸出反应得以增强。然而,由于氯气在水中的溶解度随着温度的升高而降低,同时温度继续升高至溶液开始沸腾后,大量的氯气和盐酸将随水汽排出,为尽量维持反应过程产生的氯气不流失,选择95 $^{\circ}\text{C}$ 作为反应温度最为合适。

2.2.2 浸出时间对浸出率的影响

为了研究浸出反应时间对浸出率的影响,实验采用称取25 g铂钯精矿加入250 mL四口圆底玻璃烧瓶中,加入6 mol/L盐酸140 mL,搅拌速度300 r/min,升温至95 $^{\circ}\text{C}$ 后,在该温度下用蠕动泵加入80 mL氯酸钠溶液,控制滴加速率使滴加时间为2 h,以到温时间开始计算,分别反应3、5、8、10和12 h。滤渣烘干并称量、分析,研究结果如图6所示。

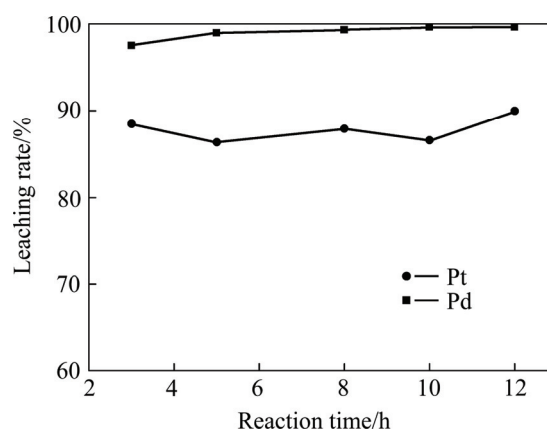


图6 反应时间对浸出率的影响

Fig. 6 Effect of reaction time on leaching rate of Pt and Pd

由图6看出,钯的浸出率随着反应时间的增加而缓慢升高,而铂的浸出率变化不大,反应时间从3 h延长至12 h,钯浸出率从97.49%增加至99.65%,铂浸出率从88.46%增加至89.95%。分析过程原因如下:由式1可看出,氯酸钠与盐酸反应生成强氧化性的新生态 $[\text{Cl}]$ ^[14],氯酸钠与盐酸的反应摩尔比为1:6,实验中氯酸钠远超体系中盐酸配比量。因此,氯酸钠的加入前2 h为反应最主要时期,生成大量 $[\text{Cl}]$ 。随着盐酸不断消耗,氯酸钠的加入并无明显强氧化性 $[\text{Cl}]$ 产生;虽然继续延长浸出时间,但是后面的浸出过程中 $[\text{Cl}]$ 生成氯气逐渐逸出, $[\text{Cl}]$ 浓度逐渐下降,浸出过程趋于停止。因此,增加反应时间过长,并未能提高浸出效果,实际浸出时间3~4 h就可以。考虑通过降低氯酸钠滴加速度,延长氯酸钠滴加时间,减少 $[\text{Cl}]$ 逸出量,提高浸出效果。

2.2.3 氯酸钠用量对浸出率的影响

为了研究氯酸钠量对浸出的影响,实验采用称取 25 g 铂钯精矿于 250 mL 四口圆底玻璃烧瓶中,加入 6 mol/L 盐酸 140 mL,搅拌速度 300 r/min,升温至 95 °C 后,该温度下用蠕动泵分别加入 40、60、80、100 和 120 mL 氯酸钠溶液,控制滴加速率使滴加时间为 2 h,以到温时间开始计算,共反应 5 h。滤渣烘干并称量、分析,结果如图 7 所示。

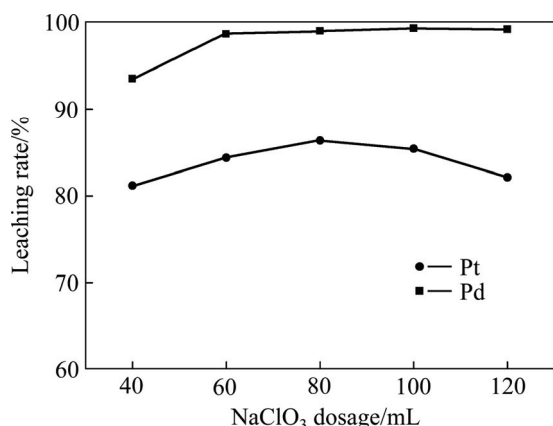


图 7 氯酸钠量对浸出率的影响

Fig. 7 Effect of sodium chlorate dosage on leaching rates of Pt and Pd

由图 7 可以看出,随着氯酸钠用量的增加钯浸出率逐渐上升,当用量为 80 mL 时,钯浸出率接近 100%。而铂浸出率随着氯酸钠的用量增加呈先上升后下降趋势,主要原因是:在开始阶段随着氯酸钠用量增加,产生的强氧化性[Cl]增多,促进浸出反应向右进行。当氯酸钠用量超过 80 mL,由于过程均控制在 2 h 内滴加完氯酸钠,随着氯酸钠加入量的增加氯酸钠加入速度增加,滴加速度增加导致溶液沸腾,虽然产生了更多的[Cl],其逸出速度也明显加快,而实际参加反应的[Cl]反而减少;同时,氯酸钠为碱性物质,过多氯酸钠也会中和盐酸,造成浸出体系酸度不够。这些原因都会造成铂钯浸出率降低。选用氯酸钠用量为 80 mL 比较合适。

2.2.4 液固比对浸出率的影响

为了研究液固比对浸出率的影响,实验采用取 25 g 铂钯精矿于 250 mL 四口圆底玻璃烧瓶中,加入 6 mol/L 不同量盐酸后控制液固比分别为 2:1、3:1、4:1、5:1 和 6:1,升温至 95 °C,控制搅拌速度 300 r/min,在该温度下用蠕动泵加入 80 mL 氯酸钠溶液,控制滴加速率使滴加时间为 2 h,以到温时间开始计算,共反应 5 h。滤渣烘干并称量、分析,研究结果如图 8 所示。

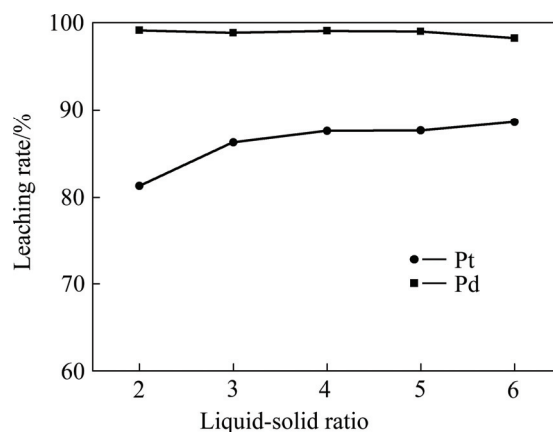


图 8 液固比对铂钯浸出率的影响

Fig. 8 Effect of liquid-solid ratio on leaching rates of Pt and Pd

由图 8 可以看出,液固比变化对钯的浸出率没有太大影响,基本维持在 99%左右。而铂的浸出率则随着液固比的增大明显提高。当液固比增加到 4 以后,液固比的增加对浸出率的影响效果不是太大,主要原因如下:随着液固比逐渐增加,搅拌更加充分,促进矿物颗粒与浸出液充分接触,从而浸出率增加,并趋于平衡;继续增大液固比,对浸出率影响不大,但液固比增大盐酸用量增加,同时浸出液中铂钯浓度降低,不利于后续处理。综合考虑,选择液固比 4:1 为宜。

2.2.5 盐酸浓度对浸出率的影响

为研究盐酸浓度对浸出率的影响,实验采用取 25 g 铂钯精矿于 250 mL 四口圆底玻璃烧瓶中,分别加入 2、3、4、5 和 6 mol/L 的盐酸溶液 100 mL,升温至 95 °C,控制搅拌速度 300 r/min,在该温度下用蠕动泵加入 80 mL 氯酸钠溶液,控制滴加速率使滴加时间为 2 h,以到温时间开始计算,共反应 5 h。滤渣烘干并称量、分析,研究结果如图 9 所示。

由图 9 可以看出,钯的浸出率受盐酸浓度影响不大,基本维持在 98%左右,而铂浸出率随着盐酸浓度的增加有明显升高,并在盐酸浓度达到 4 mol/L 后趋于平衡。当盐酸为 2 mol/L 时产生的[Cl]已能满足钯的浸出条件,继续增加盐酸浓度对钯的浸出率影响不大。由于铂的氧化电位高于钯,铂的浸出需要更多的强氧化性[Cl],这就需要更多的盐酸参加反应。因此,盐酸浓度从 2 mol/L 升至 4 mol/L 时,浸出率仍有明显增加。选择盐酸浓度为 4 mol/L 最为合适。

2.2.6 氯酸钠加入速度对浸出率的影响

为研究氯酸钠滴加速率对浸出率的影响,实验采

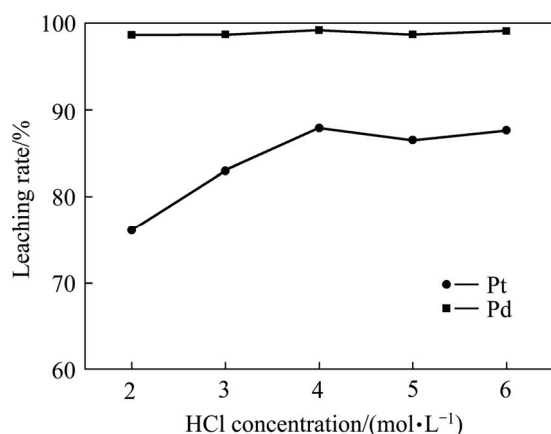


图 9 盐酸浓度对铂钯浸出率的影响

Fig. 9 Effect of hydrochloric acid concentration on leaching rates of Pt and Pd

用称取 25 g 铂钯精矿于 250 mL 四口圆底玻璃烧瓶中, 加入 4 mol/L 的盐酸 100 mL, 搅拌速度 300 r/min, 升温至 95 °C 后, 在该温度下用蠕动泵加入 80 mL 氯酸钠溶液, 控制滴加速度分别为 12、15、16.25、17、20 和 22.5 mL/h, 以到温时间开始计算, 共反应 9 h。滤渣烘干并称重、分析, 结果如图 10 所示。

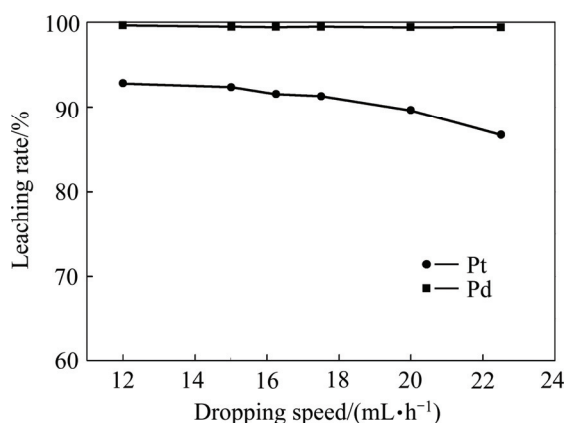


图 10 氯酸钠滴加速度对铂钯浸出率的影响

Fig. 10 Effect of dropping speed of sodium chlorate on leaching rates of Pt and Pd

由图 10 可以看出, 随着氯酸钠滴加速度从 12 mL/h 增加到 22.25 mL/h 过程中, 铂钯浸出率逐渐降低。主要原因为氯酸钠滴加速度太快, 瞬间产生的[Cl]来不及参加浸出反应, 变成氯气溢出, 未起到氧化作用; 控制好氯酸钠滴加速度, 可维持浸出体系中氧化电位一直处于高电位, 确保浸出反应顺利进行。因此, 在保证氯酸钠用量条件下, 应尽量降低滴加速度, 同

时可延长有效浸出反应时间。选用滴加速度为 12~15 mL/h 为宜。

2.2.7 氯化浸出渣物相分析

采用氯化浸出铂钯精矿, 钯浸出率可接近 100%, 但浸出渣中仍有约 8% 的铂未被浸出。为分析浸出渣中铂无法浸出的原因, 取氯化浸出渣不同区域进行工艺矿物学分析, 其背散射电子形貌像如图 11 所示。

从图 11 可以看出: 砷铂矿(Sperrylite)包裹于滑石(Talc)、钠长石(Albite)以及金红石(Rutile)中(见图 11(a))。由于滑石、钠长石、金红石均为化学稳定性非常好的物质, 包裹在其中的铂化合物无法参与到浸出反应过程。砷铂矿呈不规则形态半包含于滑石中, 且可以明显发现露出滑石包含的部分受侵蚀严重, 而包含于滑石中的部分较为平整, 说明露出滑石的砷铂矿可参与浸出反应, 而包含其中的无法参与反应中, 所以浸出反应并不彻底(见图 11(b)和(c))。以砷铂矿为中心, 放大电子成像图能更加明显地看出, 砷铂矿被化学性质稳定的滑石团团包住, 其边缘平滑, 没有明显被侵蚀的迹象, 也证明被滑石完全包裹的铂矿物无法参与浸出反应(见图 11(d)); 硫铂矿(Cooperite)嵌入在结构缜密的滑石(Talc)中, 基本没有接触面发生浸出反应(见图 11(e)和(f))。由图 11 铂钯精矿浸出渣分析可以知道: 1) 浸出渣中铂化合物主要以砷化物和硫化物形式存在; 2) 浸出渣中铂矿物被化学性质稳定的滑石、钠长石、金红石等物质包裹或部分包裹, 导致浸出无法或彻底浸出。

2.2.8 加氟氯化浸出

根据氯化浸出渣的物相分析结果, 考虑尝试使用氟离子破坏滑石、钠长石等硅酸盐结构, 释放出铂矿物, 提高铂浸出率。

按照氯化浸出最佳条件, 称取铂钯精矿 25 g 于四口圆底聚四氟乙烯烧瓶(氟化物会腐蚀玻璃, 改用聚四氟乙烯烧瓶)中, 加入 4 mol/L HCl 溶液 100 mL 与 10 g NH₄F, 搅拌速度 300 r/min, 反应温度为 95 °C, 在该温度下, 按 12 mL/h 速度使用蠕动泵加入 80 mL NaClO₃ 溶液, 从到温开始计算, 共反应 9 h, 反应完后过滤、洗涤、烘干、称重。分析其中铂钯元素含量, 得到结果如表 3 所列。

由表 3 可以看出, 浸出渣比精矿质量大, 而且铂钯浸出率明显低于单纯氯化浸出。说明浸出过程所添加的 NH₄F 未能与精矿中的硅酸盐进行反应, 不能破坏滑石、钠长石硅酸盐结构而释放出铂矿物, 未能改善浸出率; 加入的氟离子与钙、镁等沉淀可能进一步加深对于铂钯矿物的包裹作用。

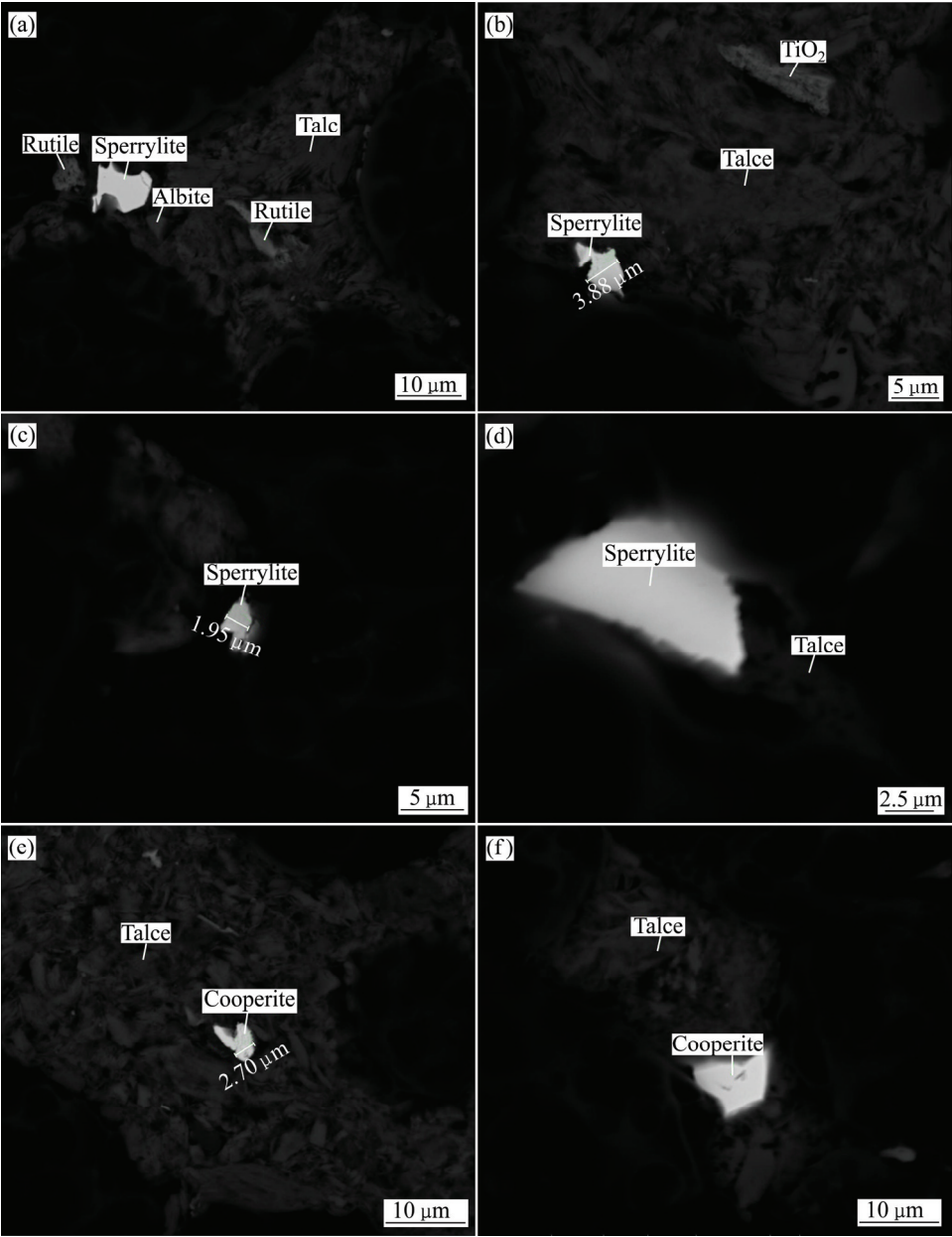


图 11 浸出渣中不同区域的背散射电子形貌像

Fig.11 BSE images of different areas of leaching residue: (a), (b), (c), (d), (e), (f) BSE images of six different areas of leaching residue, respectively

表 3 加氟氯化浸出结果

Table 3 Results of chloride leaching adding fluoride					
Desulfurized concentrate/g	Leaching residue/g	$w(\text{P})/(\text{g}\cdot\text{t}^{-1})$	$w(\text{Pd})/(\text{g}\cdot\text{t}^{-1})$	Leaching rate of Pt/%	Leaching rate of Pd/%
25	25.44	47.5	34.7	85.94	91.7

3 结论

- 1) 通过工艺矿物学分析可知，该铂钯精矿中主要
- 2) 采用氯化浸出工艺能实现铂钯精矿中铂钯的

铂钯矿物为碲铂钯矿、硫铂钯矿、砷铂钯矿、锡铂钯矿等矿物，粒度较小均不超过 5 μm。铂钯资源中铂钯赋存状态复杂，在独立的铂钯矿物中铂钯元素分布不均匀。

高效浸出,最佳条件为盐酸浓度 4 mol/L、液固比 4:1、反应温度 95 ℃、反应时间 9 h,氯酸钠溶液用量与精矿的液固比为 3.2:1(80 mL:25 g),滴加速度为 12 mL/h。在此工艺条件下,铂浸出率为 92.83%,钯浸出率为 99.7%。

3) 通过对铂钯精矿浸出渣分析发现,浸出渣中未浸出的铂矿物主要是受化学性质稳定的滑石、钠长石、金红石等硅酸盐结构包裹影响,完全被包裹的铂矿物基本不参与浸出反应,而被半包含或包含不完整的铂粒子可以被部分侵蚀,但不能完全参与氯化浸出反应。

4) 加氟氯化浸出,所添加的 NH_4F 未能破坏滑石、钠长石硅酸盐结构而释放出铂化合物;加入的氟离子与钙、镁等沉淀可能进一步加深对铂钯矿物的包裹作用,使得铂钯浸出率明显低于单纯氯化浸出。

REFERENCES

- [1] 刘时杰. 铂族金属矿冶学[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2001: 1-5.
LIU Shi-jie. Mining and metallurgy for platinum group metals[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2001: 1-5.
- [2] 黄 昆, 陈 景, 陈奕然, 赵家春, 李奇伟, 杨秋雪. 加压碱浸处理-氰化浸出法回收汽车废催化剂中的贵金属[J]. 中国有色金属学报, 2006, 16(2): 363-369.
HUANG Kun, CHEN Jing, CHEN Yi-ran, ZHAO Jia-chun, LI Qi-wei, YANG Qiu-xue. Recovery of precious metals from spent auto-catalysts by method of pressure alkaline treatment-cyanide leaching[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2006, 16(2): 363-369.
- [3] 陈 景, 黄 昆, 陈奕然, 赵家春, 李奇伟, 杨秋雪. 加压氰化处理铂钯硫化浮选精矿全湿法新工艺[J]. 中国有色金属学报, 2004, 14(1): 41-46.
CHEN Jing, HUANG Kun, CHEN Yi-ran, ZHAO Jia-chun, LI Qi-wei, YANG Qiu-xue. Pressure cyanide hydrometallurgical process for treatment of Pt-Pd sulfide flotation concentrates[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2004, 14(1): 41-46.
- [4] 黄 昆, 陈 景. 失效汽车催化剂中铂族金属的加压氰化浸出[J]. 中国有色金属学报, 2003, 13(6): 1559-1564.
HUANG Kun, CHEN Jing. Pressure cyanide leaching of platinum-group metals from spent auto-catalysts[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2003, 13(6): 1559-1564.
- [5] ATKINSON G B, KUCZYNSKI R J, DESMOND D P. Cyanide leaching method for recovering platinum group metals from a catalytic converter catalyst. US patent 5160711[P]. 1991-05-10.
- [6] 郭学益, 肖彩梅, 钟菊芽, 田庆华. 铜阳极泥处理过程中贵金属的行为[J]. 中国有色金属学报, 2010, 20(5): 990-998.
GUO Xue-yi, XIAO Cai-mei, ZHONG Ju-ya, TIAN Qing-hua. Behaviors of precious metals in process of copper anode slime treatment[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2010, 20(5): 990-998.
- [7] BRUCKARD W J, MCDONALD K J. Platinum, palladium, and gold extraction from Coronation Hill ore by cyanidation at elevated temperatures[J]. Hydrometallurgy, 1992, 30: 211-227.
- [8] 王靖坤, 汪云华, 赵家春, 吴晓峰, 李博捷, 咎林寒, 范兴祥. 从铂钯精矿中回收 Au、Pt、Pd[J]. 湿法冶金, 2012, 31(1): 13-15.
WANG Jing-kun, WANG Yun-hua, ZHAO Jia-chun, WU Xiao-feng, LI Bo-jie, ZAN Lin-han, FAN Xing-xiang. Recovery of gold, platinum and palladium from platinum-palladium concentrate[J]. Hydrometallurgy of China, 2012, 31(1): 13-15.
- [9] 黄 昆, 陈 景, 陈奕然, 赵家春, 李奇伟, 杨秋雪. 加压氰化全湿法处理低品位铂钯浮选精矿工艺研究[J]. 稀有金属, 2006, 30(3): 369-375.
HUANG Kun, CHEN Jing, CHEN Yi-ran, ZHAO Jia-chun, LI Qi-wei, YANG Qiu-xue. Hydrometallurgical pressure cyanide leaching process for treating low-grade Pt-Pd flotation concentrates[J]. Rare Metals, 2006, 30(3): 369-375.
- [10] 赵吉寿, 黄 昆, 陈 景. 金属铂加压氰化溶解动力学实验研究[J]. 稀有金属, 2008, 32(2): 211-215.
ZHAO Ji-shou, HUANG Kun, CHEN Jing. Kinetics dissolution of pressure-cyanide of platinum[J]. Rare Metals, 2008, 32(2): 211-215.
- [11] 黄 昆. 加压氰化法提取铂族金属新工艺研究[D]. 昆明: 昆明理工大学, 2004: 8-19.
HUANG Kun. Research on extraction of platinum group metals by pressure cyanidation[D]. Kunming: Kunming University of Science and Technology, 2004: 8-19.
- [12] 张晓春, 范秀凤. 王水提金工艺在峪耳崖黄金公司的应用实践[J]. 黄金, 2013, 34(11): 58-60.
ZHANG Xiao-chun, FAN Xiu-feng. Application of flocculant sedimentation of powdered carbon in cyanide leaching[J]. Gold, 2013, 34(11): 58-60.
- [13] 张 云, 李 坚, 华一新. 碲化金氯化浸出的热力学分析[J]. 稀有金属, 2013, 37(3): 461-465.
ZHANG Yun, LI Jian, HUA Yi-xin. Thermodynamic analysis of Glod telluride chlorination leaching[J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2013, 37(3): 461-465.
- [14] 赵家春, 汪云华, 王靖坤, 吴晓峰, 咎林寒, 李博捷, 范兴祥. 从铂钯精矿中氯化浸出 Au、Pt、Pd[J]. 贵金属, 2012, 22(1): 45-48.
ZHAO Jia-chun, WANG Jing-kun, WANG Yun-hua, WU Xiao-feng, ZAN Lin-han, LI Bo-jie, FAN Xing-xiang. Chloridizing leaching of Au, Pt and Pd from platinum and palladium concentrate[J]. Precious Metals, 2012, 22(1): 45-48.
- [15] 李耀星. 从富铋的铂钯物料中提炼铂、钯的工艺研究[J]. 中国资源综合利用, 2011, 29(12): 14-17.
LI Yao-xing. Technology study on refined platinum-palladium from platinum and palladium materials contained rich

- bismuth[J]. China Resources Comprehensive Utilization, 2011, 29(12): 14–17.
- [16] 王 兴, 崔家友, 张善辉, 陶明光. 从铂钯精矿中提取金、铂、钯工艺研究[J]. 中国资源综合利用, 2015, 33(7): 20–23.
- WANG Xing, CUI Jia-you, ZHANG Shan-hui, TAO Ming-guang. Research on extraction of gold, platinum and pallium-platinum concentrate[J]. China Resources Comprehensive Utilization, 2015, 33(7): 20–23.

Chloride leaching of Pt-Pd concentrates

LIU Zhi-qiang^{1,2}, ZHOU Xiang-qian^{1,2}, ZHANG Kui-fang^{1,2}, QIU Xian-yang^{1,2}

(Guangdong Province Research Institute of Rare Metal, Guangdong Province Key Laboratory of Rare Earth Development and Application, Guangzhou 510650, China)

Abstract: Mineralogy of a Pt-Pd concentrate was characterized and the results show that the Pt-Pd minerals in the concentrates are mainly Te-Pt-Pd minerals, S-Pt-Pd minerals, As-Pt-Pd minerals and Sn-Pt-Pd minerals. And the Pt-Pd elements are not uniform distribution in the Pt-Pd minerals. The chloride leaching process was put forward to realize extraction and separation of Pt-Pd in the minerals. Effects of process parameters on Pt-Pd leaching rate were investigated, including HCl concentration, liquid-solid ratio, reaction time, reaction temperature, sodium chlorate dosage and sodium chlorate acceleration rate. The optimum technological parameter is determined. The phase of leaching slag was analyzed and the leaching project was optimized. The result shows that the leaching rate of Pt and Pd reaches 92.83% and 99.7% respectively, under the best leaching conditions of 4 mol/L in HCl concentration, 4:1 in liquid-solid ratio, 95 °C in temperature, 9h in reaction time, 3.2:1 in liquid-solid ratio of sodium chlorate solution (625 g/L) dosage and concentrate quality (80 mL:25 g), and 12 mL/h in acceleration rate. Phase analysis of leaching slag shows that a part of Pt that cannot be leached is fully or partially contained by minerals such as talc, albite and rutile, resulting in the difficulty of Pt leaching.

Key words: platinum; palladium; Pt-Pd concentrate; chloride leaching

Foundation item: Project(2012CB724200) supported by the National Basic Research Development Program of China

Received date: 2016-05-17; **Accepted date:** 2016-10-24

Corresponding author: QIU Xian-yang; Tel: +86-20-61086439; E-mail: lzqgd168@126.com

(编辑 何学锋)