

Experimental Research on Direct-Reverse Flotation of Sichuan Qingping Phosphate by Using Amphoteric Collector

Huihua Luo¹, Jie Yang¹, Huanhuan Rao¹, Chengxiu Li², Bingyan Chen², Liankun Liu¹, Daopeng Zhu¹

¹School of Resource and Civil Engineering, Wuhan Institute of Technology, Wuhan Hubei

²Institute of Multipurpose Utilization of Mineral Resources, Chinese Academy of Geological Sciences, Chengdu Sichuan

Email: luohuihua1029@sina.com

Received: Aug. 11th, 2015; accepted: Jan. 26th, 2016; published: Jan. 29th, 2016

Copyright © 2016 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

Abstract

In order to solve the problem that Sichuan Qingping phosphate is difficult to concentrate because of containing high sesquioxide, the flotation tests were conducted with amphoteric collector SB-116 used in direct-reverse flotation of Sichuan Qingping phosphate. On the condition of ore grade 22.06%, the grinding fineness -0.074 mm 91.6%, the direct-reverse flotation process that a combination of direct flotation with one roughing and reverse flotation with one roughing, one scavenging and middlings returning was conducted. In the direct flotation, the dosage of sodium carbonate was 7.0 kg/t; the dosage of sodium silicate was 1.5 kg/t; the dosage of collector MXO-135 was 1.2 kg/t and flotation temperature was 22°C. The reverse flotation was one roughing and one scavenging with the dosage of sulfate 15 kg/t, the dosage of inhibitor LMX-1 0.6kg/t, the dosage of amphoteric collector SB-116 0.25 kg/t in roughing and the dosage of LMX-1 0.3 kg/t in scavenging. The beneficiation indexes of concentrate grade P_2O_5 29.81%, yield 63.26% and recovery rate 85.49% can be obtained.

Keywords

Amphoteric Collector, Phosphate, Direct-Reverse Flotation

两性捕收剂用于四川清平磷矿的正反浮选试验

罗惠华¹, 杨 婕¹, 饶欢欢¹, 李成秀², 陈炳炎², 刘连坤¹, 朱道鹏¹

文章引用: 罗惠华, 杨婕, 饶欢欢, 李成秀, 陈炳炎, 刘连坤, 朱道鹏. 两性捕收剂用于四川清平磷矿的正反浮选试验[J]. 矿山工程, 2016, 4(1): 36-42. <http://dx.doi.org/10.12677/me.2016.41007>

¹武汉工程大学资源与土木工程学院, 湖北 武汉
²中国地质科学院矿产综合利用研究所, 四川 成都
Email: luohuihua1029@sina.com

收稿日期: 2015年8月11日; 录用日期: 2016年1月26日; 发布日期: 2016年1月29日

摘要

为了解决四川清平磷矿因含高倍半氧化物而难以富集的问题, 采用两性捕收剂SB-116对四川清平磷矿进行了正反浮选试验研究。在原矿品位为22.06%, 磨矿细度为-0.074 mm含量91.6%的条件下, 采用正反浮选工艺即正浮选一粗联合反浮选一粗一扫中矿顺序返回, 正浮选碳酸钠用量为7.0 kg/t, 水玻璃用量为1.5 kg/t, 捕收剂MXO-135用量为1.2 kg/t, 浮选温度为22℃, 反浮选为一次粗选一次扫选, 粗选硫酸用量为15 kg/t, 抑制剂LMX-1用量为0.6 kg/t, 两性捕收剂SB-116用量为0.25 kg/t, 扫选LMX-1用量为0.3 kg/t, 可以得到精矿品位 P_2O_5 29.81%, 产率63.26%, 回收率85.49%的选矿指标。

关键词

两性捕收剂, 磷矿, 正反浮选

1. 引言

四川清平磷矿具有典型的什邡磷矿的特征, 此类矿石属于沉积型硅钙质磷块岩, 其倍半氧化物含量较高, 亦属于难选胶磷矿[1]。对于这类矿石在选矿过程中必须同时排除碳酸盐和硅酸盐杂质后, 才能满足后续加工的要求。正-反浮选工艺主要用于高镁高硅的沉积型硅钙质磷块岩。在碱性介质中, 采用阴离子型捕收剂富集磷矿物, 硅酸盐矿留在槽内作为尾矿排除, 得到的正浮精矿, 再添加无机酸作为矿浆pH值调整剂, 一般在弱酸性介质中用阴离子型捕收剂浮出白云石, 将磷矿物富集于产品槽内。本文研究了采用合成的两性捕收剂用于在弱酸性介质中, 浮出白云石以及含倍半氧化物的硅酸盐矿物, 以降低在正浮选中无法脱出含倍半氧化物的硅酸盐矿物。由于采用正反浮选以及两性捕收剂能同时浮选碳酸矿物以及倍半氧化物的硅酸盐矿物, 因此浮选工艺的适应性强, 适合于处理含 P_2O_5 15%~26%、MgO 1%~6%、 SiO_2 12%~30%的中低品位磷块岩矿石。

2. 试验的矿样、药剂与仪器设备

2.1. 矿样性质

矿样主要来自什邡期含磷岩系, 该岩系中含有一类很罕见的磷矿类型, 磷锶铝石矿。主要包括磷块岩、磷锶铝石岩、含磷的高岭石和水云母粘土岩, 厚度一般为0~50 m。原矿化学多元素分析结果如表1。

从原矿性质可以看出, 该磷矿石中MgO、 SiO_2 含量较高, 采用正反浮选工艺较为合理。倍半氧化物 Al_2O_3 和 Fe_2O_3 的总含量大于8%, 针对这类含高倍半氧化物的磷矿石, 必须要有选择性更好的捕收剂进行浮选, 以降低精矿中倍半氧化物的含量, 有利于后期磷化工的加工。因此, 本文采用一种脂肪酸类捕收剂(代号MXO-135)作为正浮选药剂, 两性捕收剂(代号SB-116)作为反浮选药剂, 采用正反浮选工艺对该矿石通过正选脱硅反选脱镁以提高磷矿品位。

Table 1. Multi-elements analysis of Qingping collophanie
表 1. 清平磷矿原矿化学多元素分析结果/%

成分	CO ₂	F	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	SO ₃	Cl	K ₂ O
含量	3.99	1.98	0.13	3.610	6.096	17.14	22.06	1.99	0.017	0.759
成分	CaO	TiO ₂	MnO	Fe ₂ O ₃	CuO	ZnO	SrO	Y ₂ O ₃	ZrO ₂	BaO
含量	38.09	0.247	0.0681	2.180	0.012	0.0172	0.5167	0.0200	0.0166	0.10

2.2. 试验药剂

试验主要药剂：氢氧化钠(化学纯)、碳酸钠(工业级)、水玻璃(工业级)、硫酸(化学纯)、抑制剂 LMX-1 (工业级)、MXO-135 (武汉工程大学生产)、SB-116 (自制)、自来水(武汉市)。

2.3. 仪器设备

试验主要仪器设备：XMB-67 型 200 × 240 棒磨机、XSHF-2-3 湿式分样机、XFD3-63 型单槽浮选机、XTL2φ260/φ200 多用水环式真空过滤机、101-4A 型电热鼓风干燥器。

3. 试验结果与分析

两性捕收剂 SB-116 是采用丙烯酸甲酯法[2]即十二胺与丙烯酸甲酯按照一定的比例在 60℃~70℃ 的条件下反应制备而成。通过一次一因素的条件试验，确定了磨矿细度为-0.074 mm 含量 91.60%，正浮选粗选条件为碳酸钠用量 7.0 kg/t，水玻璃用量 1.5 kg/t，捕收剂 MXO-135 用量 1.2 kg/t，浮选温度 22℃。(此正浮选粗选条件是根据条件试验得来，那么该条件可以理解为是对浮选试验的最优条件)。

3.1. 反浮选硫酸、抑制剂 LMX-1 的用量试验

在上述试验条件基础上，对正浮选的精矿进行反浮选，采用合成的两性有机物 SB-116 作为捕收剂，研究了硫酸、抑制剂 LMX-1 对浮选结果的影响。试验结果如图 1、图 2。

图 1 表明：随着硫酸用量的增加，精矿品位先上升，后又缓慢下降；回收率逐渐上升。当硫酸用量为 12 kg/t 和 15 kg/t 时，精矿品位分别为 29.50% 和 29.05%，差异很小，而回收率分别为 76.8% 和 81.96%，两者相差 5.16%，最终确定反浮选硫酸用量为 15 kg/t。图 2 表明：当 LMX-1 的用量低于 0.4 kg/t 时，精矿品位和回收率变化幅度较小，当 LMX-1 的用量高于 0.4 kg/t 时，精矿品位有所下降，回收率直线上升。说明抑制剂的用量过低起不到抑制效果，有用矿物随脉石矿物一起上浮，尾矿品位偏高；用量过高，虽然回收率得到保证，但因此使得尾矿产率偏低，脉石矿物无法大量去除，精矿品位自然下降。因此确定了反浮选抑制剂 LMX-1 的用量为 0.6 kg/t。

3.2. 两性捕收剂 SB-116 的浮选性能

在磨矿细度和正浮选条件不变的情况下，反浮选硫酸用量为 15 kg/t，抑制剂 LMX-1 用量为 0.6 kg/t，研究了反浮选两性捕收剂 SB-116 的用量对浮选的影响，试验结果如图 3。

图 3 试验结果表明：随着两性捕收剂 SB-116 用量的增加，精矿品位先逐渐上升后基本保持不变，回收率逐渐下降。说明两性捕收剂 SB-116 在用量较低的条件就能使精矿品位有所提高，用量太高反而使部分的有用矿物吸附捕收剂随泡沫浮出，降低了回收率。综合考虑精矿品位和回收率，确定了反浮选两性捕收剂 SB-116 用量为 0.25 kg/t，此时精矿品位为 30.13%，回收率为 77.67%。两性捕收剂 SB-116 在酸性介质中表现出较好的选择性，原因主要在于其同时具有氨基和羧基官能团，属于氨基酸型两性捕收剂，容易生成具有疏水性质的螯合物；且氨基酸具有高偶极矩，因而其生成的盐很稳定，与矿物的吸附牢固

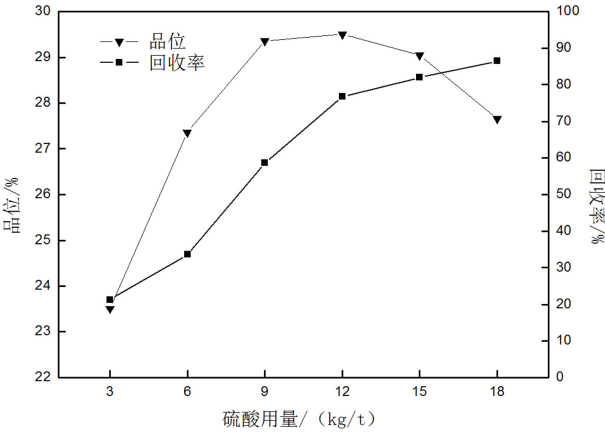


Figure 1. Test result of the dosage of sulfate
图 1. 硫酸用量试验结果

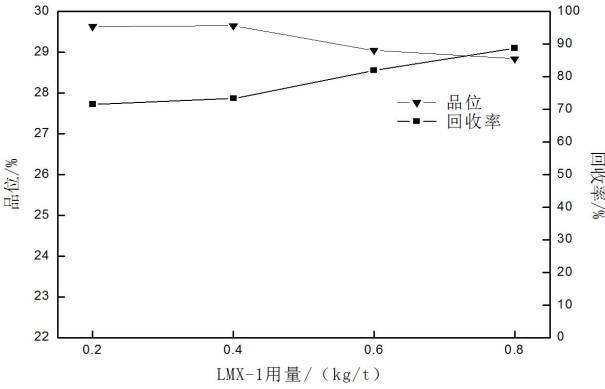


Figure 2. Test result of the dosage of LMX-1
图 2. LMX-1 用量试验结果

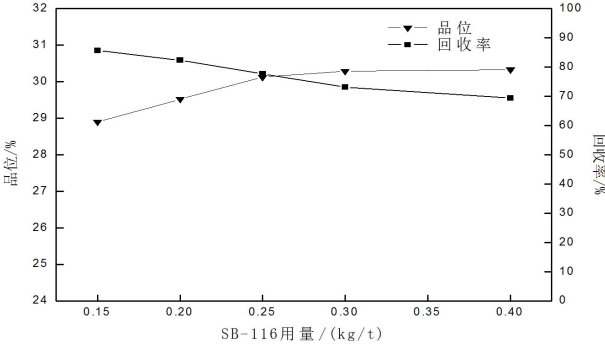


Figure 3. Test result of the dosage of amphoteric collector SB-116
图 3. 两性捕收剂 SB-116 用量试验结果

[3]。两性捕收剂 SB-116 具有良好的水溶性和分散性且浮选过程中泡沫易碎、流动性好，克服了传统的胺类阳离子捕收剂浮选前需用酸中和才能溶解且在浮选过程中具有泡沫发粘、难消泡、流动性差、起泡量大等缺点[4]。

3.3. 两性捕收剂 SB-116 正反浮选开路流程抑制剂对比试验

在磨矿细度为-0.074 mm 含量91.6%的条件下，正浮选采用一次粗选工艺流程，碳酸钠用量为7.0 kg/t，

水玻璃用量为 1.5 kg/t, 捕收剂 MXO-135 用量为 1.2 kg/t, 浮选温度为 22℃, 反浮选为一次粗选一次扫选, 粗选硫酸用量为 15 kg/t, 抑制剂 LMX-1 用量为 0.6 kg/t, SB-116 用量为 0.25 kg/t, 扫选条件分别为不加抑制剂、加硫酸 3 kg/t、加抑制剂 LMX-1 0.3 kg/t, 进行开路试验对比。试验流程如图 4, 试验结果见表 2。

从表 2 中可以看出, 较不加抑制剂和加硫酸, LMX-1 作为反扫抑制剂添加后反浮尾矿品位最低, P_2O_5 的含量只有 9.63%, 反浮尾矿的损失率 8.12%, 较不加抑制剂和硫酸作为抑制剂低 1%~2%, 因此 LMX-1 具有良好的选择抑制作用。

3.4. 正反浮选闭路流程试验

在磨矿细度为-0.074 mm 含量 91.6%的条件下, 采用正反浮选工艺即正浮选一粗联合反浮选一粗一扫中矿顺序返回进行闭路试验。正浮选碳酸钠用量为 7.0 kg/t, 水玻璃用量为 1.5 kg/t, 捕收剂 MXO-135 用量为 1.2 kg/t, 浮选温度为 22℃, 反浮选为一次粗选一次扫选, 粗选硫酸用量为 15 kg/t, 抑制剂 LMX-1 用量为 0.6 kg/t, 两性捕收剂 SB-116 用量为 0.25 kg/t, 扫选 LMX-1 用量为 0.3 kg/t。试验流程如图 5, 数质量流程见图 6。

从图 6 数质量流程图中可以看出, 闭路试验可以得到精矿 P_2O_5 品位 29.34%, 产率 63.26%, 回收率 85.29%的理想指标。精矿中主要杂质 MgO 、 SiO_2 的含量分别为 1.02%、12.33%, 较原矿中 2.64%、17.43% 分别降低了 1.62%、5.10%; 倍半氧化物 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 的含量分别为 0.985%、4.06%, 较原矿中 1.68%、5.22% 分别降低了 0.695%、1.16%。正浮选尾矿中 MgO 的含量基本不变, SiO_2 的含量为 45.17%, 较原矿中 17.43% 大幅上升, 倍半氧化物 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 的含量有所上升, 说明正浮选主要脱除了硅酸盐矿物, 同时脱除了少量的倍半氧化物; 反浮选尾矿中 MgO 的含量为 8.34%, 较原矿中 2.64% 大幅上升, SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 的含量反而下降, 说明反浮选主要脱除了白云石, 对倍半氧化物的脱除效果并不是很明显, 可能主要原因是倍半氧化物与磷矿物嵌布粒度较细, 胶结共生紧密, 难以将其分离。

Table 2. Test result of open-circuit flotation

表 2. 开路浮选试验结果

反扫抑制剂	用量/kg/t	产品名称	产率/%	品位/%	回收率/%
不加	0	精矿	54.89	30.08	75.63
		中矿	7.80	25.26	9.03
		反浮尾矿	19.06	10.46	9.13
		正浮尾矿	18.25	7.43	6.21
		原矿	100.00	21.83	100.00
硫酸	3.0	精矿	55.84	30.13	76.36
		中矿	6.78	23.89	7.35
		反浮尾矿	19.81	12.12	10.90
		正浮尾矿	17.57	6.76	5.39
		原矿	100.00	22.03	100.00
LMX-1	0.3	精矿	57.47	29.84	79.06
		中矿	5.12	24.86	5.87
		反浮尾矿	18.28	9.63	8.12
		正浮尾矿	19.13	7.89	6.95
		原矿	100.00	21.69	100.00

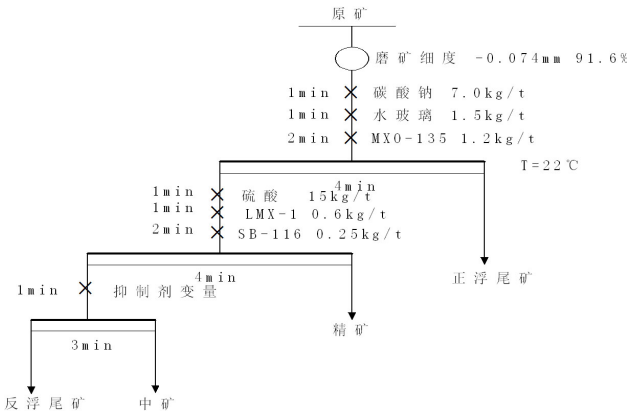


Figure 4. The flow chart of open-circuit flotation

图 4. 开路浮选试验流程图

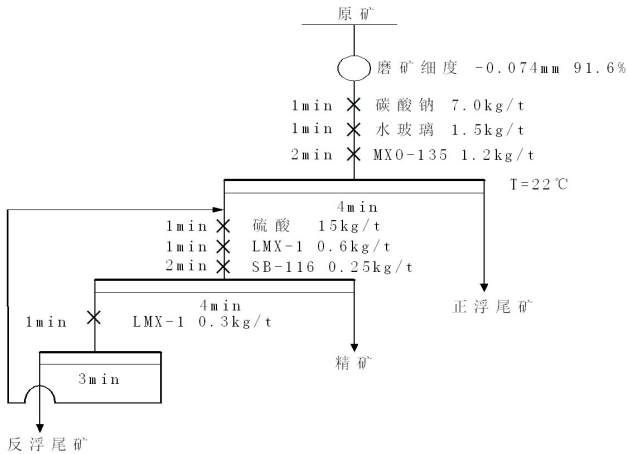


Figure 5. The flow chart of closed-circuit flotation

图 5. 闭路浮选试验流程图

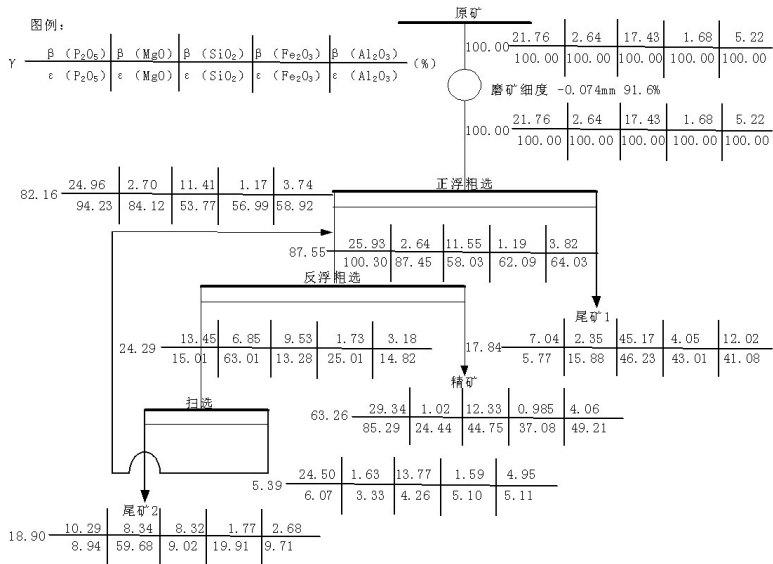


Figure 6. Quantity-quality flow-sheet

图 6. 数量质量流程图

4. 结语

在原矿品位为 21.76%，磨矿细度为-0.074 mm 含量 91.6%的条件下，采用正反浮选工艺即正浮选—粗联合反浮选—粗一扫中矿顺序返回，正浮选碳酸钠用量为 7.0 kg/t，水玻璃用量为 1.5 kg/t，阴离子型捕收剂 MXO-135 用量为 1.2 kg/t，浮选温度为 22℃，反浮选为一次粗选一次扫选，粗选硫酸用量为 15 kg/t，抑制剂 LMX-1 用量为 0.6 kg/t，两性捕收剂 SB-116 用量为 0.25 kg/t，扫选 LMX-1 用量为 0.3 kg/t，可以得到精矿 P_2O_5 品位 29.34%，产率 63.26%，回收率 85.29%的选矿指标。闭路流程简单，药剂用量小，泡沫易碎流动性好，由此可以得出以 SB-116 作为反浮选捕收剂的正反浮选工艺流程适合用于四川清平磷矿，为四川清平磷矿选矿开辟了新的途径。

致 谢

本论文的研究工作获得了中国地质调查局、国家自然科学基金委员会、科技部、湖北省自然科学基金的资助，在此表示感谢！同时衷心感谢武汉工程大学和中国地质科学院矿产综合利用研究所的该项目组全体成员，感谢中国地质科学院矿产综合利用研究所以及武汉工程大学资源与土木工程学院的支持。

参考文献 (References)

- [1] 邓伟, 余媛元, 沈静, 等. 常温正反浮选新工艺在难选清平磷矿中的应用[J]. 化工矿物与加工, 2009, 38(1): 6-8.
- [2] 杜永峰, 吕方. N-十二烷基丙氨酸的合成方法[J]. 日用化学工业, 2000, 30(5): 10.
- [3] 吴元欣, 张文学, 李耀基, 等. 云南中低品位胶磷矿加工利用技术方案研究[J]. 武汉工程大学学报, 2008, 30(2): 1-4.
- [4] 田建利, 肖国光, 黄光耀, 余侃萍, 曾娟. 两性浮选捕收剂合成研究进展[J]. 湖南有色金属, 2012, 28(1): 13-16.