

组合捕收剂回收某铁尾矿中的磷

张作金¹, 周振华¹, 吴天来¹, 张庆丰^{1,2}

1. 承德宝通矿业有限公司, 河北 承德 067000;
2. 河北钢铁集团滦县司家营铁矿有限公司, 河北 唐山 063000

中图分类号: TD971⁺.3 文献标识码: A 文章编号: 1001-0076(2021)02-0112-05
DOI: 10.13779/j.cnki.issn1001-0076.2021.02.015

摘要 为了回收利用承德某铁尾矿中超低品位磷, 考察 MES-1、MES-2 及氧化石蜡皂三种捕收剂对选铁尾矿中磷的回收效果。试验结果表明, MES-1 捕收剂对于尾矿中的磷具有良好的选择性, 而氧化石蜡皂对尾矿中的磷的捕收性较好, 组合捕收剂试验结果表明, 在组合捕收剂配比 $m(\text{MES-1}) : m(\text{MES-2}) : m(\text{氧化石蜡皂}) = 7 : 2 : 1$ 的条件下, 一次粗选可获得磷精矿 P_2O_5 品位为 20.3%、回收率为 85.41% 的良好指标。闭路试验结果表明, 采用一次粗选、一次扫选和三次精选的试验条件下可以获得磷精矿产率为 7.29%、磷精矿 P_2O_5 品位为 34.60%、回收率为 87.91% 的良好指标。本研究对于促进选铁尾矿中的磷资源回收利用具有一定的指导意义。

关键词 铁尾矿; 磷灰石; 组合捕收剂; 综合利用

磷是一种重要的化工原料, 可用于制备磷肥、磷酸及其磷酸盐类等化工制品, 同时也广泛应用于医药、食品及陶瓷等工业领域。随着矿物资源的不断开发利用, 现有的矿产资源“贫、细、杂”的特点越来越突出。

河北承德地区基性超基型岩中赋存超贫磁铁矿并伴生磷灰石, 由于 P_2O_5 品位较低, 通常随选铁尾矿排出, 造成磷矿产资源的浪费^[1-2]。近年来对于承德地区选铁尾矿中回收磷的研究也逐渐增加, 霍松洋等^[3]人以 AW-01 为捕收剂, 采用一次粗选三次精选浮选工艺流程, 可获得磷精矿 P_2O_5 品位为 31.36%; 聂铁苗等^[4]人在矿浆质量分数为 25% 的试验条件下, 采用一次粗选三次精矿的浮选工艺流程, 可获得 P_2O_5 品位为 32.74% 的磷精矿、回收率为 86.11%; 刘健^[5]以油酸钠作为捕收剂, 经过一次粗选两次精选两次扫选浮选闭路试验, 获得了磷精矿 P_2O_5 品位 39.28%、回收率 86.89% 的良好浮选指标。本文在系统的工艺矿物学研究基础上利用组合捕收剂进行流程试验, 最终实现磷矿物的有效回收, 减少矿产资源的流失, 促进了尾矿的综合利用^[7-9]。

1 原矿性质

选铁尾矿化学多元素分析结果如表 1 所示。

表 1 选铁尾矿化学成分分析结果

Table 1 Analysis results of chemical composition of iron ore tailings

元素	Fe_2O_3	SiO_2	CaO	TiO ₂	MgO
含量/%	11.83	35.78	20.06	1.86	9.78
元素	P_2O_5	K	S	Cu	
含量/%	2.87	0.887	0.212	0.056	

选铁尾矿中磷的化学物相分析结果见表 2 所示, 选铁尾矿中的磷物相主要为磷灰石, 占 99.30%。

表 2 尾矿中的磷物相分析结果

Table 2 Phosphate phase analysis of tailings

相别	磷灰石	其他相	合计
P_2O_5 含量/%	2.85	0.02	2.87
分布率/%	99.30	0.70	100.00

收稿日期: 2021-03-21

作者简介: 张作金(1992-), 男, 硕士, 研究方向为矿物分选及矿物综合利用。

通信作者: 张庆丰(1966-), 男, 教授级高级工程师, 硕士, 研究方向为矿物分选理论与技术。

选铁尾矿中的可回收的磷矿物为磷灰石,如图 1 所示,从 SEM 镜下可看出磷灰石在尾矿中嵌布粒度较粗,粒状不规则,单体解离度较好,已经具备一定的分选条件。



图 1 选铁尾矿 SEM 分析
Fig. 1 SEM analysis of iron tailings

2 试验药剂和方法

2.1 试验药剂

试验中用到的捕收剂包括 MES-1(脂肪酸甲酯磺酸钠)、MES-2(主要成分为脂肪酸甲酯磺酸钠,添加一定比例十二胺,增强对磷灰石的捕收性)和氧化石蜡皂,水玻璃为抑制剂。

2.2 试验方法

取承德某铁选厂现场的尾矿过滤、烘干、混匀、缩分制取试验样。测定矿样-0.074 mm 含量为 21.67%。称取矿样 200 g 于 0.5 L 浮选槽中按照药剂制度进行浮选试验,药剂初步探索试验流程如图 2 所示,浮选得到的产品进行称重、烘干制样并进行化验分析。

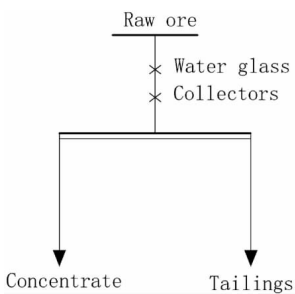


图 2 条件试验流程图
Fig. 2 Flowchart of conditional test

3 试验结果与讨论

3.1 单一捕收剂试验结果

单一捕收剂试验考察 MES-1、MES-2 和氧化石

蜡皂三种不同的捕收剂对选铁尾矿中的磷回收效果,试验采用捕收剂用量为 300、400、500、600、700 g/t,水玻璃用量为 300 g/t,试验结果见图 3 至图 5。

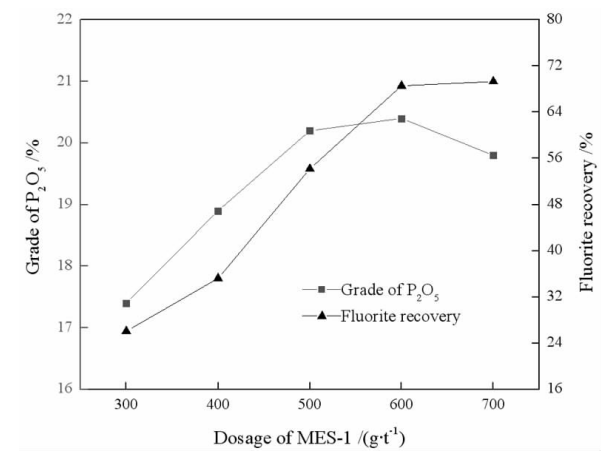


图 3 MES-1 用量对浮选指标影响
Fig. 3 Effect of MES-1 dosage on flotation index

由图 3 可知 MES-1 对磷的回收率影响较大,随着捕收剂 MES-1 用量的增加,精矿 P₂O₅ 品位和回收率不断增加,当捕收剂用量为 600 g/t 时可获得精矿 P₂O₅ 品位为 20.40%、回收率为 68.59% 的较好指标;再增加捕收剂用量,精矿 P₂O₅ 品位反而降低,回收率增加幅度变缓。

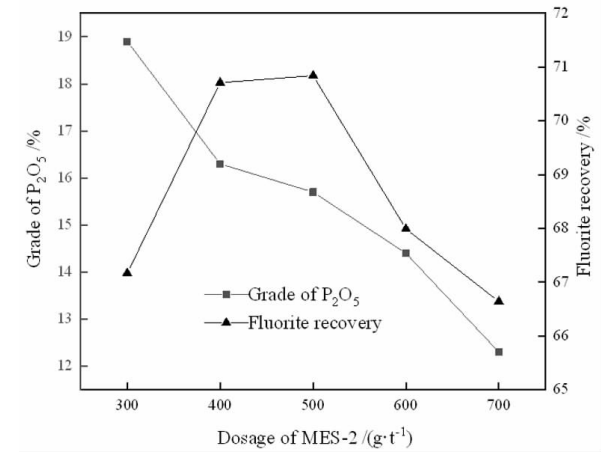


图 4 MES-2 用量对浮选指标影响
Fig. 4 Effect of MES-2 dosage on flotation index

由图 4 可知随着捕收剂用量的增加,精矿品位逐渐降低,捕收剂 MES-2 对于磷精矿 P₂O₅ 品位影响较大,回收率表现出先增加后降低的趋势;当捕收剂用量为 400 g/t 时,可得到较好的浮选指标,精矿 P₂O₅ 品位为 16.30%,回收率为 70.71%。

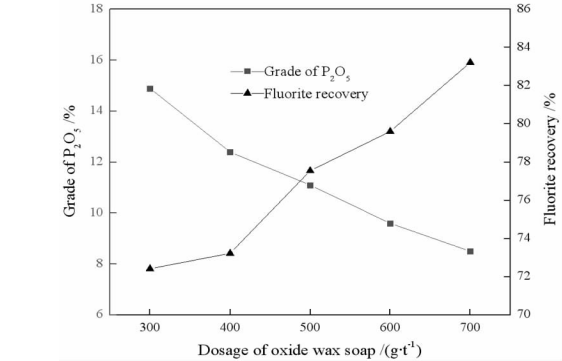


图5 氧化石蜡皂用量对浮选指标影响
Fig. 5 Effect of the dosage of wax oxide soap on flotation index

由图5可知随着捕收剂氧化石蜡皂用量的增加,磷精矿回收率提高显著,但是精矿品位同时也降低较多。综合考虑浮选结果,氧化石蜡皂最佳用量为500 g/t时,精矿品位为11.10%,回收率为77.55%,浮选指标较好。

综合对比三种捕收剂效果发现,捕收剂MES-1用量为600 g/t便可获得较好的磷精矿P₂O₅品位为20.40%,说明MES-1捕收剂对于尾矿中的磷具有良好的选择性,但是捕收性稍弱;捕收剂MES-2在用量为400 g/t时综合浮选指标较好,精矿品位为16.3%,回收率为70.71%;氧化石蜡皂对于精矿回收率影响较大,当氧化石蜡皂用量为300 g/t时,回收率即可达到72.42%,氧化石蜡皂用量为700 g/t时,回收率达到83.22%,说明氧化石蜡皂对于尾矿中磷的捕收性较好,但是选择性较差。

3.2 组合捕收剂配比试验

为了得到更好的浮选技术指标,将MES-1、MES-2和氧化石蜡皂按照一定的配比组成组合捕收剂进行试验,进一步考察不同捕收剂间的协同效应对浮选指标的影响,试验中组合捕收剂用量为400 g/t,水玻璃用量为300 g/t,采用一次粗选工艺流程,试验结果见表3所示。

表3 捕收剂质量配比试验结果		/%			
Table 3 Results of collector Agent Ratio Test					
捕收剂质量配比 (MES-1 : MES-2 : 氧化石蜡皂)	产品名称	产率	品位	回收率	
6 : 2 : 2	精矿	11.85	18.1	74.73	
	尾矿	88.15	1.65	25.27	
	给矿	100.00	2.87	100.00	
6.5 : 2 : 1.5	精矿	12.18	19.2	81.45	
	尾矿	87.82	1.21	18.55	
	给矿	100.00	2.87	100.00	
7 : 2 : 1	精矿	12.08	20.3	85.41	
	尾矿	87.92	0.95	14.59	
	给矿	100.00	2.87	100.00	

组合捕收剂试验结果表明,组合捕收剂质量比例为m(MES-1) : m(MES-2) : m(氧化石蜡皂) = 7 : 2 : 1时,用量为400 g/t时通过一次粗选得到的浮选指标最佳,精矿P₂O₅品位为20.3%,回收率为85.41%。

3.3 组合捕收剂用量试验

捕收剂的用量对于浮选指标有较大的影响。将捕收剂按照质量比m(MES-1) : m(MES-2) : m(氧化石蜡皂) = 7 : 2 : 1进行配比制备,组合捕收剂用量试验结果如图6所示。

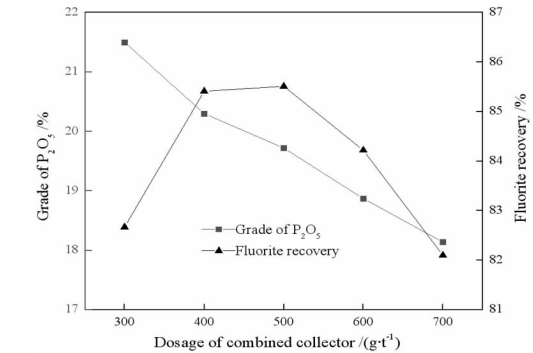


图6 组合捕收剂用量对浮选指标影响
Fig. 6 Effect of combined collector amount on flotation index

如图6所示,随着捕收剂用量的不断增加,浮选精矿品位不断降低,当捕收剂用量为400~500 g/t时精矿回收率增加的缓慢,而精矿P₂O₅品位从20.30%降低至19.72%,当捕收剂用量超过500 g/t,回收率呈现下降较快的趋势。综合考虑精矿品位和回收率指标,选择组合捕收剂最佳用量为400 g/t,此时得到的精矿P₂O₅品位为20.30%,回收率为85.41%。

3.4 闭路试验

选铁尾矿中的磷回收闭路试验采用一次粗选、三

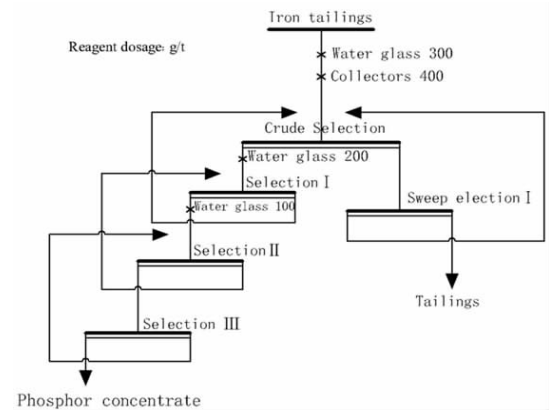


图7 浮选闭路流程图
Fig. 7 Closed circuit flow chart

次精选和一次扫选的工艺流程,如图 7 所示。药剂制度为粗选组合捕收剂用量为 400 g/t,水玻璃用量为 300 g/t,精选Ⅰ添加水玻璃 200 g/t,精选Ⅱ添加水玻璃 100 g/t,试验结果如表 4 所示。

表 4 浮选闭路试验结果 /%

Table 4 Closed-circuit flotation test results

产品名称	产率	品位	回收率
磷精矿	7.29	34.60	87.91
尾矿	92.71	0.37	12.09
给矿	100.00	2.87	100.00

由表 4 可知原矿中磷品位为 2.87%,采用一次粗选、一次扫选和三次精选的试验条件下,可以获得磷精矿产率为 7.29%、品位为 34.60%、回收率为 87.91% 的良好指标。

3.5 尾矿镜下分析

取闭路浮选试验得到的尾矿制样后在 SEM 镜下分析后的结果如图 8 所示。

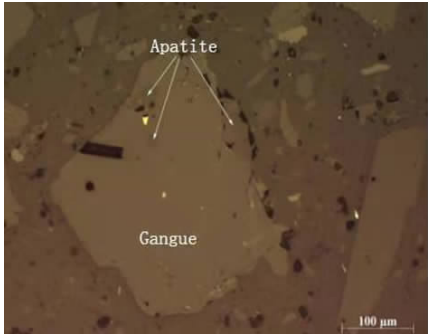


图 8 选磷后尾矿 SEM 分析

Fig. 8 SEM analysis of tailings after phosphorus separation

从图 8 可以看出,选磷后的尾矿中的磷灰石与脉石连生,以脉石包体的形式损失于尾矿中。磷灰石的嵌布粒度较集中于 0.01 ~ 0.06 mm 范围,最粗磷灰石颗粒粒径可达 0.12 mm。因此在后续的研究中可通过磨矿使得脉石与磷灰石连生体实现单体解离,进而达到提高磷回收率的目的。

4 结论

(1)由选铁尾矿中的磷矿物物相分析发现,磷物相主要为磷灰石,占 99.30%。SEM 镜下分析发现,磷灰石在选铁尾矿中嵌布粒度较粗,嵌布粒状不规则,单体解离度较好。

(2)单一捕收剂试验表明,MES-1 捕收剂对于尾矿中的磷具有良好的选择性,氧化石蜡皂对尾矿中的磷的捕收性较好;组合捕收剂试验表明,在质量比 $m(\text{MES}-1) : m(\text{MES}-2) : m(\text{氧化石蜡皂}) = 7 : 2 : 1$ 时可获得较好的浮选指标。

(3)闭路试验结果表明组合捕收剂用量为 400 g/t、水玻璃用量为 600 g/t 时,采用一次粗选、一次扫选和三次精选的试验条件下可以获得磷精矿产率为 7.29%, P_2O_5 品位为 34.60%、回收率为 87.91% 的良好指标。

(4)由选磷后的尾矿进行 SEM 分析可知,选磷后的尾矿中的磷灰石与脉石连生,以脉石包体的形式损失于尾矿中,可通过磨矿使得脉石与磷灰石连生体实现单体解离。

参考文献:

[1] 张苏江,夏浩东,唐文龙,等. 中国磷矿资源现状分析及可持续发展建议[J]. 中国矿业,2014,23(S2):8-13.

[2] 李维,高辉,罗英杰,等. 国内外磷矿资源利用现状、趋势分析及对策建议[J]. 中国矿业,2015,24(6):6-10.

[3] 汤家焰,张静茹,罗惠华,等. 柠檬酸在磷矿反浮选中的应用及机理分析[J]. 非金属矿,2020,43(5):55-58.

[4] 霍松洋,宋瑞杰,罗世勇,等. 承德某铁尾矿回收磷、钛的试验研究[J]. 世界有色金属,2017(1):35-36.

[5] 聂铁苗,刘淑贤,牛福生,等. 回收承德某铁尾矿中低品位磷矿的试验研究[J]. 化工矿物与加工,2015,44(8):4-7.

[6] 刘健. 承德某磁铁矿尾矿浮选回收磷试验[J]. 现代矿业,2014,30(11):79-80+84.

[7] 李中念,张振芳,严国栋. 河北省超贫磁铁矿资源与开发利用分析[J]. 河北冶金,2006(3):1-4.7

[8] 夏学惠,魏祥松. 河北丰宁招兵沟铁磷矿床地质及综合利用前景[J]. 化工矿产地质,2005(1):1-5.

[9] 李宇新,田孟杰,瞿定军,等. X 射线拣选-反浮选工艺在宜昌中磷层磷矿选矿中的应用[J]. 矿产保护与利用,2020,40(6):52-57.

Experimental Study on the Recovery of Phosphorus From Iron Tailings

ZHANG Zuojin¹, ZHOU Zhenhua¹, WU Tianlai¹, ZHANG Qingfeng^{1,3}

1. Chengde Baotong Mining Co., Ltd., Chengde 067000, China;

2. Hebei Iron and Steel Group Luanxian Sijiaoying Iron Mine Co., Ltd., Tangshan 063000, China

Abstract: In order to recyvery ultra – low grade phosphorus from a iron tailings in Chengde, effect of MES – 1、MES – 2 and paraffin wax soap on phosphorus recovery in iron tailings was investigated. Experimental results show that MES – 1 collector has good selectivity for phosphorus in tailings,the ability of paraffin wax soap to capture phosphorus in tailings is better, the combined collector test results show that under the condition that the mass ratio of the combined collector is MES – 1 : MES – 2 : paraffin soap = 7 : 2 : 1, the grade of phosphorus concentrate is 20.3% and the recovery rate is 85.41%. The results of closed circuit tests show that the yield of phosphorus concentrate is 7.29%, the grade of phosphorus concentrate is 34.60%, and the recovery rate is 87.91% under the condition of one rough separation, one scavenging and three cleaning. This research has certain guiding significance to promote the recovery and utilization of phosphorus resources in iron tailings.

Key words: iron tailings; apatite; combined collector; multipurpose utilization

引用格式:张作金,周振华,吴天来,张庆丰. 组合捕收剂回收某铁尾矿中的磷[J]. 矿产保护与利用,2021,41(2):112 – 116.

Zhang ZJ, Zhou ZH, Wu TL, and Zhang QF. Experimental study on the recovery of phosphorus from iron tailings[J]. Conservation and utilization of mineral resources, 2021, 41(2): 112 – 116.

投稿网址: <http://kebh.cbpt.cnki.net>

E – mail: kcbh@chinajournal.net.cn