

攀西某钒钛磁铁精矿浮选脱硫实验

吴宁

(攀钢集团攀枝花钢铁研究院有限公司, 钒钛资源综合利用
国家重点实验室, 四川 攀枝花 617000)

摘要:攀西某钒钛磁铁精矿中的 TFe、TiO₂ 和 S 的品位分别为 53.75%、12.55% 和 0.76%, 铁、钛主要以钒钛磁铁矿、钛铁矿的形式赋存, 硫主要以磁黄铁矿的形式赋存。磁黄铁矿单体解离度低, 富连生体多。为将该钒钛磁铁精矿中的硫脱除, 采用浮选工艺进行了降硫实验研究。结果表明: 采用一粗四精二扫浮选闭路流程, 在以硫酸为 pH 值调整剂, 丁黄+丁铵 (5:1) 为捕收剂, 2#油为起泡剂, 粗选用量分别为 2000 g/t、300 g/t、40 g/t, 粗扫选得到的硫粗精矿再磨细度-38 μm 93.33% 的条件下, 可以获得 S 品位为 28.65%, S 回收率 59.46% 的硫精矿, TFe 品位为 53.79%, TFe 回收率为 98.51%, 铁精矿 S 品位为 0.29% 的铁精矿。

关键词:铁精矿; 浮选; 脱硫

doi:10.3969/j.issn.1000-6532.2022.03.022

中图分类号: TD951 文献标志码: A 文章编号: 1000-6532 (2022) 03-0126-06

钒钛磁铁矿是我国钢铁冶炼的重要原料之一, 钒钛磁铁精矿的质量对冶炼过程及钢铁产品有重要影响。硫是钒钛磁铁矿中常见伴生元素, 常以磁黄铁矿赋存并进入钒钛磁铁精矿^[1-2]。若硫直接进入高炉冶炼将导致产量下降, 能耗上升, 也直接影响钢铁产品的质量^[3]。在冶炼过程中脱硫将外排部分 SO₂ 等有害气体硫化物, 对周边环境

和人体身体造成伤害^[4]。因此, 钒钛磁铁精矿中硫脱除研究有重要意义。

1 矿样性质

实验所用矿样取自攀西某选矿厂钒钛磁铁精矿, 其主要化学成分分析结果见表 1, 矿物组成见表 2。

表 1 试样中主要化学成分分析结果/%
Table 1 Analysis results of the main chemical composition in the sample

TFe	FeO	TiO ₂	V ₂ O ₅	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	K ₂ O
53.75	33.83	12.55	0.548	3.83	1.01	3.02	4.31	<0.01
Na ₂ O	S	Zn	P	Co	Cr	Cu	Ni	Ig
0.078	0.76	0.045	<0.005	0.020	0.017	0.011	<0.01	-1.46

表 2 试样中主要矿物及其含量
Table 2 Main mineral and its contents in the samples

矿物	钛磁铁矿	钛铁矿	赤铁矿	透辉石	绿泥石	磁黄铁矿	钛辉石
含量/%	80.14	3.76	3.52	2.86	2.26	2.18	1.55
矿物	拉长石	铁橄榄石	镁橄榄石	榍石	镁铝尖晶石	钙长石	硫钴矿
含量/%	1.37	0.85	0.72	0.55	0.13	0.1	0.01

收稿日期: 2021-04-14

作者简介: 吴宁 (1987-), 男, 硕士, 工程师, 研究方向为钒钛磁铁精矿综合利用。

由表1可知，试样中 TFe 品位为 53.75%，TiO₂ 品位为 12.55%，有害元素 S 的含量为 0.76%，杂质成分 CaO、SiO₂、CaO、MgO 的含量分别为 1.01%、3.83%、1.01% 和 3.02%。

由表2可知，试样中铁矿物主要有钛磁铁矿、赤铁矿（钛），其含量分别为 80.14% 和 3.52%，钛矿物为钛铁矿，其含量为 3.76%；硫化矿物主要为磁黄铁矿，其含量为 2.18%，具有较好的可浮性。脉石矿物主要为透辉石、绿泥石、钛辉石、拉长石，含量分别为 2.86%、2.26%、1.55%、1.37%。

表4 试样中磁黄铁矿单体解离度分析结果
Table 4 Analysis results of dissociation degree of pyrrhotite in samples

名称	连生体				单体	合计
	1/4	1/4~1/2	1/2~3/4	<3/4		
质量分数/%	10.24	15.56	13.94	19.65	40.61	100.00

由表4可知，磁黄铁矿解离度不足，单体解离度为 40.61%，但大于 1/2 的富连生体较多，因此，钒钛磁铁精矿中的磁黄铁矿脱除，宜先富集得到硫粗精矿，硫粗精矿进一步细磨提高磁黄铁矿单体解离度。

2 实验方案

由矿样性质分析可知，矿样中主要矿物为钛磁铁矿、钛铁矿，硫元素主要以磁黄铁矿形式赋存，因此，实现钒钛磁铁精矿脱硫关键在于磁黄铁矿与钛磁铁矿的分离。磁黄铁矿与钛磁铁矿具有较大的可浮性差异，现有研究表明浮选是铁精矿中脱除磁黄铁矿的有效方法^[5-6]。矿样中磁黄铁矿解离不足，富连生体较多，需要进一步细磨提高单体解离度，同时具有易碎、易泥化的特征，应避免过粉碎。因此，实验方案确定为先浮选得到硫粗精矿然后对其再磨再选，通过该方案实现钒钛磁铁精矿中硫脱除与回收利用。

3 实验结果与讨论

3.1 粗选实验

在固定不磨矿的条件下，采用硫酸为 pH 值调整剂，硫酸铜、硫酸铵为活化剂，丁基黄药、异戊黄药为捕收剂，2[#]油为起泡剂，研究粗选浮选浓度、药剂种类及用量对钛磁铁矿铁精矿脱硫的影响。粗选条件实验流程见图1。

试样中硫元素在各个矿物中的分布见表3。

表3 试样中硫在各个矿物中的分布
Table 3 Distribution of sulfur in each mineral in the sample

矿物	绿泥石	磁黄铁矿	硫钴矿	合计
S分布率/%	0.92	98.67	0.41	100.00

钒钛磁铁精矿中的 S 在磁黄铁矿中的分布率为 98.67%，其余的 0.41% 的 S 分布于硫钴矿，因此，该钒钛磁铁精矿脱硫的主要目的矿物是磁黄铁矿。

为进一步考查磁黄铁矿单体解离度采用 MLA 对磁黄铁矿进行了单体解离度分析，分析结果见表4。

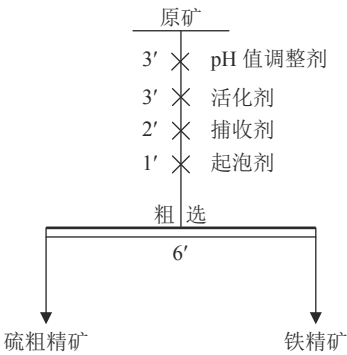


图1 粗选条件实验流程
Fig.1 Flowsheet of the condition tests in roughing

3.1.1 pH 值调整剂用量实验

pH 值调整剂实验采用硫酸作为 pH 值调整剂，不添加活化剂，捕收剂异戊基黄药用量为 300 g/t，起泡剂 2[#]油用量为 40 g/t 的条件下进行，实验结果见图2。

由图2可知，随着硫酸用量的不断增加，硫粗精矿的 S 品位及铁精矿 S 的脱除率都呈先升高后降低的趋势，在硫酸用量达到 2000 g/t 时硫粗精矿的 S 品位及铁精矿 S 的脱除率均较高，其值分别为 8.60% 和 52.94%，因此，粗选硫酸宜采用用量 2000 g/t 进行后续实验研究。

3.1.2 活化剂种类实验

活化剂种类实验在 pH 值调整剂硫酸用量 2000 g/t，捕收剂异戊基黄药用量为 300 g/t，起泡剂 2[#]油用量为 40 g/t，活化条件分别为无活化剂，

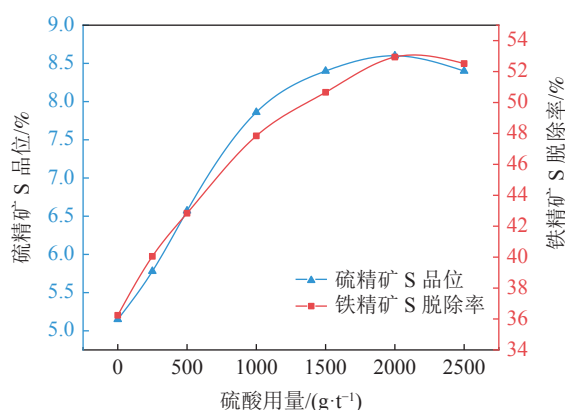


图2 粗选 pH 值调整剂用量实验结果

Fig.2 Test result of the pH adjuster dosage in roughing

CuSO_4 用量为 200 g/t, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 用量 400 g/t, PF312 用量为 400 g/t 的条件下进行, 实验结果见图 3。

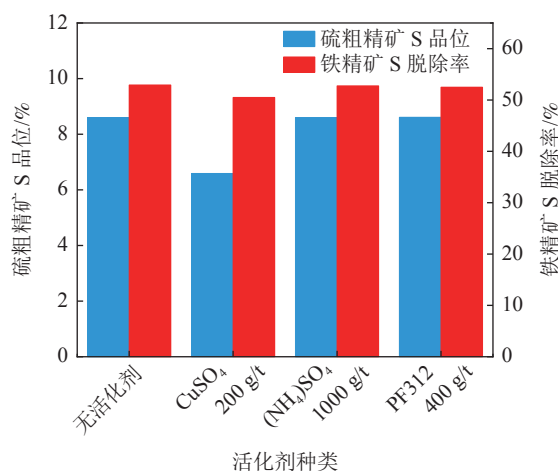


图3 粗选活化剂种类实验结果

Fig.3 Test result of activators types in roughing

由图 3 可知, 无活化剂条件下硫粗精矿的 S 品位及铁精矿 S 脱除率分别为 8.60% 和 52.92% 比添加 CuSO_4 活化条件的硫粗精矿的 S 品位高, 与 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 、PF312 活化条件下硫粗精矿的 S 品位无明显差异, 因此, 宜采用不添加活剂进行后续实验。

3.1.3 捕收剂种类及用量实验

捕收剂种类实验在 pH 值调整剂硫酸用量 2000 g/t, 无活化剂, 捕收剂采用丁基黄药、异戊基黄药、复合黄药 389, 丁基黄药+丁胺黑药 (5:1), 其用量均为 300 g/t, 起泡剂 2#油用量为 40 g/t 的条件下进行, 实验结果见图 4。

由图 4 可知, 采用丁基黄药+丁胺黑药作为捕收剂的硫粗精矿 S 的品位较低, 仅为 6.15%, 但铁

精矿 S 脱除率较高, 其值为 67.23%, 粗扫选应尽可能的将铁精矿的 S 脱除, 因此宜采用丁基黄药+丁胺黑药作为捕收剂进行后续实验。

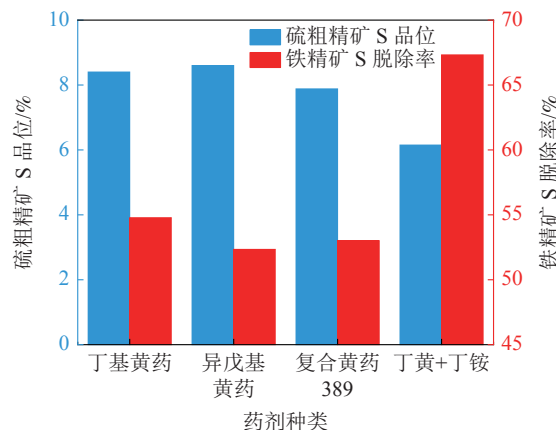


图4 粗选捕收剂种类实验结果

Fig.4 Test result of collectors types in roughing

为进一步确定丁黄+丁胺 (5:1) 粗选较佳用量, 在硫酸用量 2000 g/t, 起泡剂 2#油用量为 40 g/t 的条件下进行了丁黄+丁胺 (5:1) 粗选用量实验, 实验结果见图 5。

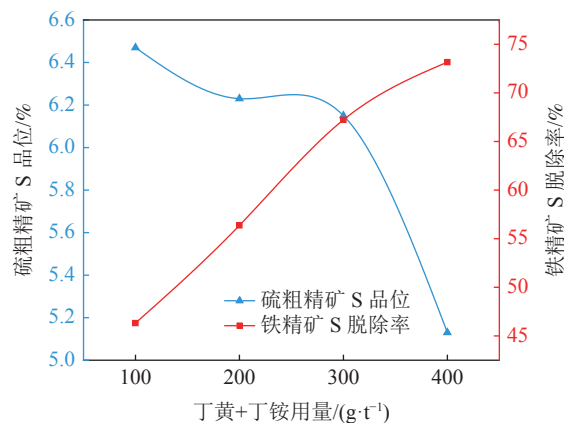


图5 粗选捕收剂用量实验结果

Fig.5 Test result of collector dosage in roughing

由图 5 可知, 随着丁基黄药+丁胺黄药的用量不断增加硫粗精矿的 S 品位缓慢降低, 当药剂用量超过 300 g/t 时, 品位降低幅度变大, 铁精矿的脱硫效率随着丁基黄药+丁胺黑药用量增加而上升, 因此, 宜采用丁基黄药+丁胺黑药的粗选用量宜采用 300 g/t。

3.2 扫选次数实验

从粗选条件实验结果可知, 1 次粗选仅能使铁精矿脱硫率达到 67.23%, 要进一步降低铁精矿硫含量需对其进行扫选。扫选加药种类和顺序同粗

选，1次扫选药剂用量为粗选条件实验确定用量的一半，2和3次扫选捕收剂丁基黄药+丁铵黑药（5:1）用量分别为100 g/t和50 g/t，其余药剂用量为上一次扫选用量的一半，实验结果见表5。

表5 扫选次数对试样降硫效果的影响
Table 5 Effect of scavenging times on desulfurization of the sample

扫选次数	产品	品位/%		铁精矿脱硫率/%
		Fe	S	
0	铁精矿	53.62	0.258	67.23
1	铁精矿	54.19	0.170	79.10
2	铁精矿	54.25	0.142	83.31
3	铁精矿	54.35	0.139	84.24

由表5可以看出，随着扫选次数的增加，所得铁精矿硫含量下降趋势明显放缓，且2次扫选所得铁精矿硫品位可降至0.142%；故扫选次数定为2次。

3.3 精选实验

3.3.1 硫粗精矿磨矿细度实验

由于磁黄铁矿单体解离度不足，导致粗硫精矿品位不高，因此，对硫粗精矿进行了硫粗精矿磨矿细度实验，实验流程及药剂制度见图6，实验结果见图7。

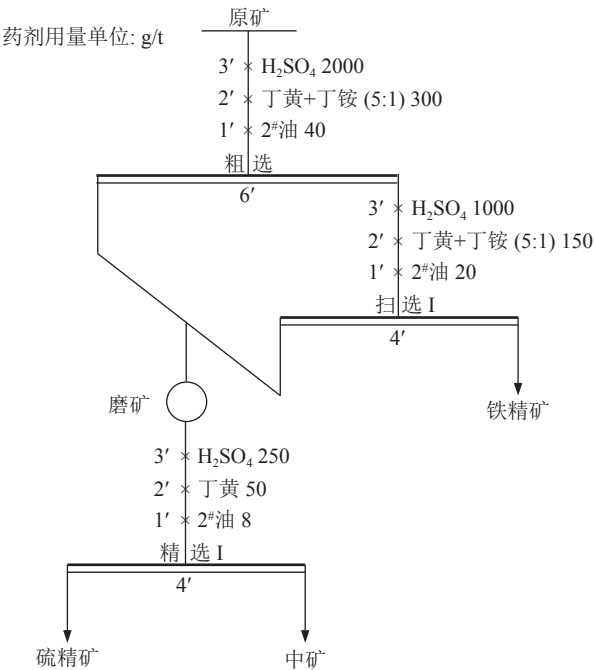


图6 硫粗精矿磨矿细度实验流程
Fig.6 Test flowsheet of sulfurrough concentrate grinding fineness

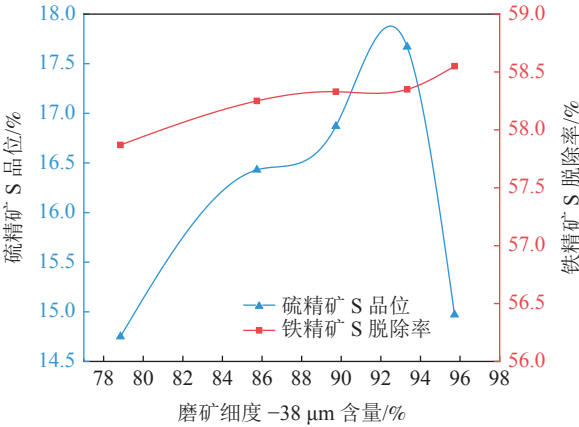


图7 硫粗精矿磨矿细度实验结果
Fig.7 Test result of sulfur rough concentrate grinding fineness

由图7可知，随着磨矿细度的提高硫精矿的S品位成先增高后降低的趋势，当磨矿细度达到-38 μm含量为93.33%时，硫精矿的S品位达到较高值17.67%；硫粗精矿的S回收率随细度的提高，略有增加仅从57.87%增加到58.55%，因此宜采用磨矿细度-38 μm含量为93.33%，进行后续实验。

3.3.2 精选次数实验

从粗硫精矿磨矿细度实验结果可知，1次精选仅能使硫精矿的S品位达到17.76%，要进一步提高硫精矿S含量需对其进行多次精选。1次精选药剂种类及用量采用磨矿细度实验采用的药剂种类及用量；2次精选添加H₂SO₄和丁基黄药，其用量分别为250 g/t和50 g/t；其他次精选选只添加硫酸，其用量均为250 g/t，实验结果见表6。

表6 精选次数实验结果
Table 6 Effect of scavenging times on desulfurization of the sample

精选次数	产品	产率/%	S品位/%	S回收率/%
3	硫精矿	0.97	29.44	40.69
4	硫精矿	0.89	31.34	39.81
5	硫精矿	0.82	33.04	38.63

由表6可知，随着精选段数的增加精矿S品位不断的升高，S的回收率降低。当精选段数达到4次后，硫精矿S品位达到了31.34%，硫精矿S回收率为39.81%，综合考虑流程，精选次数宜为4次

3.4 闭路实验

在粗选条件实验和精选实验的基础上，进行

了一粗四精二扫浮选闭路流程实验。实验流程及 药剂条件见图 8，实验结果见表 7。

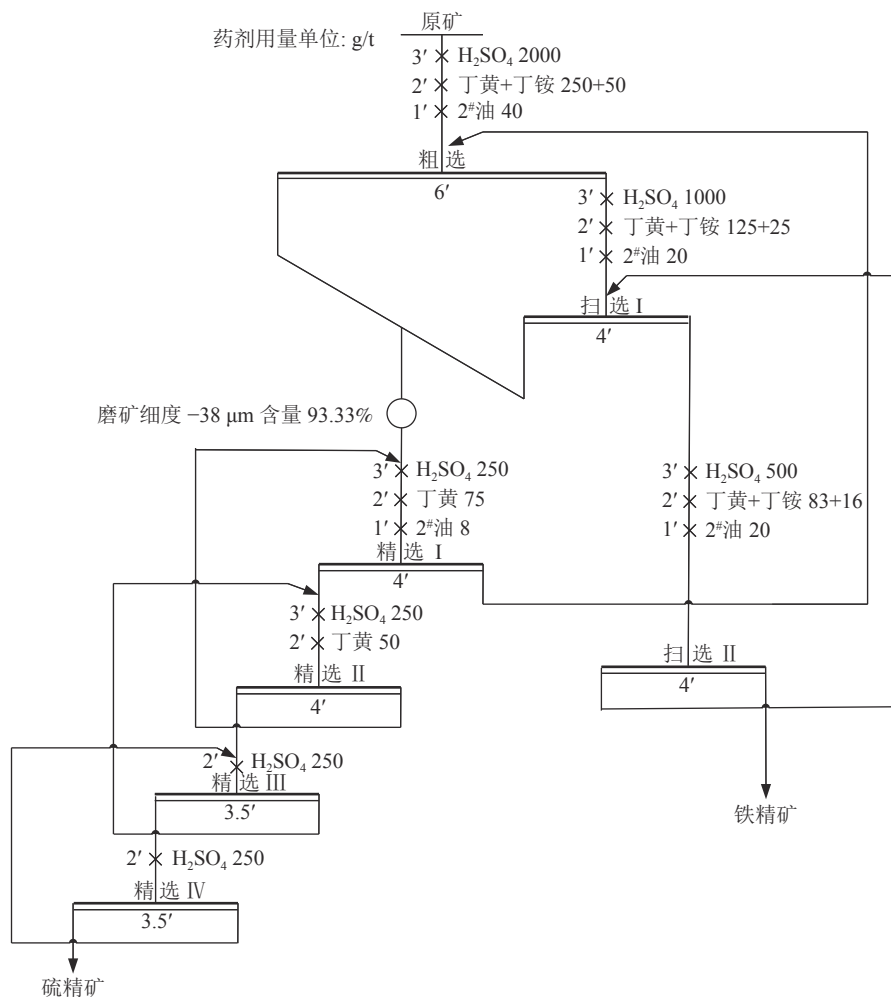


图 8 全流程闭路实验流程
Fig.8 Flowchart of whole closed-circuit test

表 7 全流程闭路实验结果
Table 7 Test result of the whole closed-circuit process

产品名称	产率/%	品位/%		回收率/%	
		Fe	S	Fe	S
硫精矿	1.45	55.38	28.65	1.49	59.04
铁精矿	98.55	53.79	0.29	98.51	40.96
原矿	100.00	53.81	0.70	100.00	100.00

由表 7 可知，采用图 8 的工艺流程能够得到硫精矿的 S 品位为 28.65%，S 回收率 59.46%，铁精矿 TFe 品位为 53.79%，Fe 回收率为 98.51%，铁精矿 S 品位为 0.29%，该工艺能够较好的实现钒钛磁铁精矿中硫脱除与回收利用。

4 结 论

(1) 攀西某钒钛磁铁精矿中的 TFe、TiO₂ 和

S 的品位分别为 53.75%、12.55% 和 0.76%，其 S 品位较高。铁精矿中铁、钛矿物主要为钒钛磁铁矿和钛铁矿，脉石矿物主要为透辉石、绿泥石、钛辉石、拉长石，矿石中的硫主要以磁黄铁矿形式赋存，硫在磁黄铁矿中的分布率为 98.67%，磁黄铁矿的单体解离度不足，但富连生体较多，需要进一步细磨提高磁黄铁矿单体解离度。

(2) 该钒钛磁铁精矿采用一粗四精二扫浮选

闭路流程,在以硫酸为 pH 值调整剂,丁黄+丁铵(5:1)为捕收剂,2[#]油为起泡剂,粗选用量分别为 2000 g/t、300 g/t、40 g/t,粗扫选粗硫精矿再磨细度-38 μm 93.33%的条件下,可以获得 S 品位为 28.65%,S 回收率 59.46%的硫精矿,TFe 品位为 53.79%,TFe 回收率为 98.51%,铁精矿 S 品位为 0.29%的铁精矿,实现了钒钛磁铁精矿中硫脱除与回收利用。

参考文献:

- [1] 薛忠言,曾令熙,刘应冬.太和钒钛磁铁矿中硫化物的工艺矿物学研究[J].[矿产综合利用](#),2019(3):78-81.
- XUE Z Y, ZENG L X, LIU Y D. Technological mineralogy of sulfide in Taihe vanadium-titanium magnetite[J]. [Multipurpose Utilization of Mineral Resources](#), 2019(3):78-81.
- [2] 严伟平,曾小波.攀西地区钒钛磁铁矿资源开发利用水平评估方法研究[J].[矿产综合利用](#),2020(6):79-83.
- YAN W P, ZENG X B. Study on the evaluation method of development and utilization level of vanadium-titanium magnetite mine in Panxi district[J]. [Multipurpose Utilization of Mineral Resources](#), 2020(6):79-83.

- [3] 蒋大军.钒钛磁铁精矿烧结脱硫影响因素分析与应对措施[J].[烧结球团](#),2012,37(6):60-65+69.

JIANG D J. Analysis of influencing factors and countermeasures for sintering desulfurization of vanadium-titanium magnetite concentrates[J]. [Sintered Pellet](#), 2012, 37(6):60-65+69.

- [4] 卜显忠,陈彤,薛季玮,等.新疆某铁矿降锌脱硫工艺研究[J].[金属矿山](#),2021(2):77-84.

BU X Z, CHEN T, XUE J W, et al. Research on zinc reduction and desulfurization process of an iron mine in Xinjiang[J]. [Metal Mine](#), 2021(2):77-84.

- [5] 陈天修,翟爱峰,张建强,等.某铁精矿浮选柱脱硫实验研究[J].[金属矿山](#),2010(3):62-65.

CHEN T X, ZHAI A F, ZHANG J Q, et al. Experimental study on desulfurization of an iron concentrate flotation column[J]. [Metal Mine](#), 2010(3):62-65.

- [6] 王英姿,胡义明,周永诚.山西某磁选铁精矿浮选脱硫实验[J].[金属矿山](#),2019(7):70-74.

WANG Y Z, HU Y M, ZHOU Y C. Flotation desulfurization experiment of a magnetic separation iron concentrate in Shanxi[J]. [Metal Mine](#), 2019(7):70-74.

Experimental Study on the Flotation Desulfurization of Vanadium Titanium Magnetite Concentrate in Panxi

Wu Ning

(Panzhihua Iron and Steel Research Institute Co., Ltd. of Panzhihua Iron and Steel Group, State Key Laboratory for Comprehensive Utilization of Vanadium and Titanium Resources, Panzhihua, Sichuan, China)

Abstract: Grades of Fe, TiO_2 and S in the vanadium titanium magnetite concentrate in Panxi are 53.75%, 12.55% and 0.76%. Fe and Ti are mainly in the form of vanadium-titanium magnetite and ilmenite, while sulfur is mainly in the form of magnetic pyrite. In order to reduce the sulfur content of this vanadium titanium magnetite concentrate, a study on desulfurization was carried out by flotation. Results show that adopting the flotation closed circuit process with once roughing, four times cleaning and twice scavenging, the sulfur concentrate with S grade of 28.65% and S recovery of 59.46%, and iron concentrate with TFe grade of 53.79%, TFe recovery of 98.51%, S grade of 0.29 % can be obtained with the following conditions: sulfuric acid as pH regulator, butyl xanthate + ammonium butyrate (5:1) as collector, 2[#] oil as frother, of which the dosage were 2000 g/t, 300 g/t, 40 g/t in roughing and regrinding fineness of sulfide concentrate by roughing and scavenging was -38 μm content of 93.33 %.

Keywords: Iron concentrate; Flotation; Desulfurization