

提高攀西选钛过程中硫精矿回收率的实验室研究

王洪彬^{1,2}, 史章良^{3*}, 赵开乐⁴, 杨耀辉⁴, 罗荣飞⁵

(1. 攀钢集团矿业有限公司设计研究院, 钒钛资源综合利用国家重点实验室, 四川 攀枝花 617063; 2. 郑州大学化工学院, 河南 郑州 450001; 3. 攀钢集团矿业有限公司, 四川 攀枝花 617063; 4. 中国地质科学院矿产综合利用研究所, 四川 成都 610094; 5. 攀钢集团矿业有限公司选矿分公司, 四川 攀枝花 617063)

摘要:针对攀西地区某选钛浮选斜板沉砂采用常规“先浮硫再硫钴富集”工艺及常规药剂“丁基黄药+2[#]油”回收硫化物时, 硫钴回收率低、不利于后续硫钴浮选分离等问题, 采用“一粗两扫三精”浮选流程, 并添加微细粒硫钴矿物高效辅助捕收剂 EMC-50、起泡剂 EMP-02 和抑制剂 EM515 等进行了实验室优化研究。试验表明, 添加新药剂后能获得产率 2.00%、S 品位 36.37%、Co 品位 0.36%、S 回收率 83.53% 的硫精矿, 硫精矿的回收率较当前采用常规药剂的提高了 3.21 个百分点, 单位硫精矿药剂成本降低 111 元/t。新药剂的使用将有利于提高攀西硫精矿的综合利用价值。

关键词: 钒钛磁铁矿; 选钛; 硫精矿; 回收率; 品位

中图分类号: TD982

文献标志码: A

文章编号: 1004-7638(2023)04-0112-05

DOI: 10.7513/j.issn.1004-7638.2023.04.017

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



听语音
与作者互动
聊科研

Laboratory study on improving recovery rate of pyrite concentrate in titanium separation process in Panxi region

Wang Hongbin^{1,2}, Shi Zhangliang^{3*}, Zhao Kaile⁴, Yang Yaohui⁴, Luo Rongfei⁵

(1. Design and Research Institute of Mining Co., Ltd., Pangang Group, State Key Laboratory of Comprehensive Utilization of Vanadium Titanium Resources, Panzhihua 617063, Sichuan, China; 2. College of Chemical Engineering, Zhengzhou University, Zhengzhou 450001, Henan, China; 3. Mining Co., Ltd., Pangang Group, Panzhihua 617063, Sichuan, China; 4. Institute of Multipurpose Utilization of Mineral Resources, Chengdu 610094, Sichuan, China; 5. Mineral Processing Branch of Mining Co., Ltd., Pangang Group, Panzhihua 617063, Sichuan, China)

Abstract: In the case of sanding of a titanium flotation inclined plate in Panxi area, the conventional process of “first floating sulfur and then enriching cobalt sulphide” and the recovery of sulphides with the conventional reagent “Butyl xanthate +2[#] oil” were adopted, the low recovery of cobalt sulphide is unfavorable to the subsequent flotation separation of cobalt sulphide, the flotation process of “one roughing, two sweeping and three refining” was optimized by adding high efficient auxiliary collector EMC-50, foaming agent EMP-02 and inhibitor EM515. The results showed that sulfur concentrate with yield of 2.00%, S grade of 36.37%, Co grade of 0.36% and S recovery of 83.53% could be obtained by adding new reagent, the recovery of pyrite concentrate is 3.21% higher than that of conventional re-

收稿日期: 2023-03-18

作者简介: 王洪彬, 1979 年出生, 男, 四川仁寿人, 正高级工程师, 主要从事钒钛磁铁矿选矿设计研究, E-mail: 41666722@qq.com; *通讯作者: 史章良, 1969 年出生, 男, 四川营山人, 高级工程师, 主要从事钒钛磁铁矿资源综合利用管理, E-mail: 826610189@qq.com。

agent, and the reagent cost per unit pyrite concentrate is 111 yuan/t lower. The use of new reagents will be beneficial to improve the comprehensive utilization value of Panxi pyrite concentrate.

Key words: vanadium-titanium magnetite, titanium separation, sulfur concentrate, recovery, grade

0 引言

攀西地区拥有储量巨大的钒钛磁铁矿资源, 其中不仅含有铁、钛、钒资源, 还含有大量钴、镍、铜等有色金属和硫等化工矿物资源^[1-2]。攀西钒钛磁铁矿利用普遍采用“先选铁后选钛”的原则流程^[3], 并已逐步形成“两段阶磨阶选”选铁和“强磁-强磁-浮选”选钛的成熟工艺^[4]。选铁时, 钒主要以类质同象随着钛磁铁矿一起进入铁精矿中实现铁、钒同时回收。钒钛磁铁矿中硫钴资源由于品位低、分布散, 导致难以从原矿中直接利用^[1,5], 但在选钛浮选过程中反浮选产生的浮硫精矿是硫钴元素的富集点, 浮硫精矿采用“一粗两扫三精”工艺流程及“丁基黄药+2[#]油”的常规药剂, 能获得 S 品位 $\geq 30\%$ 、Co 品位约 0.30% 的硫精矿。即钒钛磁铁矿选矿可得到钒钛铁精矿、钛精矿、硫精矿三种产品, 其中钒钛铁精矿、钛精矿是主产品, 而硫精矿因为产量极小且价格低常作为副产品。针对主产品钒钛铁精矿、钛精矿的工艺流程优化、药剂制度优化、提高资源利用率、提高产品质量等开展了许多的选矿试验研究, 而对副产品硫精矿开展的选矿试验研究寥寥无几。

陕西汉中钢铁集团有限公司曾对某钒钛磁铁矿中的伴生钴资源进行了磁选、浮选富集试验研究, 结果显示可以将选铁尾矿中的除硫硫(钴)粗精矿中的钴品位富集到 0.4%^[6]; 昆明理工大学开展了提高攀西某选钛厂粗、细粒硫钴粗精矿硫钴品位的浮选试验研究, 通过硫钴分离, 最终钴的品位也只富集到 0.32% 左右^[5]; 2013 年开始, 中国地质科学院矿产

综合利用研究所开展了提高硫精矿经济效益的实验室硫钴分离的试验研究, 目前取得了技术突破^[7]。

攀西钒钛磁铁矿回收硫精矿自 2003 年开始, 其工艺流程、药剂制度等一直沿用至今。如攀西某选厂在选钛过程中以 S 品位 0.87% 的浮选斜板沉砂为原矿, 一直采用“一粗两扫”开路浮选流程生产出浮硫精矿, 浮硫精矿再采用“一粗两扫三精”闭路浮选流程得到 S 品位 $\geq 35\%$ 、Co 品位约 0.35% 的硫精矿, 选厂当前生产使用的浮选药剂分别为调整剂硫酸、捕收剂丁基黄药、起泡剂 2[#]油。硫精矿相对浮选斜板沉砂的 S 回收率 80.32%、单位硫精矿的药剂成本 435 元/t。总体表现出硫精矿回收率低、药剂成本高等问题。因此, 结合攀西选钛含硫矿物的性质, 寻找硫精矿回收的高效药剂成为研究重点。笔者以攀西某选厂的选钛浮选斜板沉砂为研究对象, 在工艺矿物学研究的基础上, 开展了新型捕收剂、抑制剂等新药剂筛选和添加的实验室试验研究, 以期高效综合利用选钛过程中的硫钴资源, 这对合理开发利用大型矿产资源以及增加企业经济效益具有重要的现实意义。

1 试样性质研究

1.1 试样化学组成

试样为攀西某选厂的选钛浮选斜板沉砂, 其化学多元素分析结果如表 1 所示。从表 1 可看出, 试样中 S 含量 0.87%、Co 含量 0.022%、Ni 含量 0.033%、Cu 含量 0.021%, 可以将试样中硫作为主要回收元素, 钴、镍、铜作为综合回收对象。

表 1 试样化学多元素分析结果
Table 1 Chemical element analysis of samples

S	Co	Ni	Cu	TFe	TiO ₂	Mn	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P	Zn	Y
0.87	0.022	0.033	0.021	17.12	11.25	0.30	4.61	19.06	6.11	31.69	0.035	0.016	0.001

1.2 矿物组成及镜鉴

试样矿物组成及单体解离度测定结果如表 2 所示。从表 2 可看出, 试样中金属矿物以铁钛氧化物为主, 其次是金属硫化矿物。金属硫化矿物主要为磁黄铁矿, 含量 1.99%, 微量的黄铁矿、含钴镍黄铁矿、黄铜矿、硫钴镍铁矿, 偶见闪锌矿, 脉石矿

物含量 80.60%。铁钛氧化物单体解离度 88.57%, 脉石矿物单体解离度 99.08%, 拟主要回收的金属硫化物磁黄铁矿、黄铁矿的单体解离度分别达 91.31%、91.43%。总体来说, 铁钛氧化物、脉石矿物与磁黄铁矿、黄铁矿等的单体解离度都较高, 可以考虑不磨矿而直接选别。

表 2 主要矿物含量及单体解离度测定结果
Table 2 Determination of main mineral content and monomer dissociation degree

%

项目	铁钛氧化物	金属硫化物						脉石矿物
		磁黄铁矿 ⁻	黄铁矿 ⁻	含钴镍黄铁矿 ⁻	黄铜矿 ⁻	硫钴镍铁矿 ⁻	闪锌矿 ⁻	
矿物含量	17.27	1.99	0.05	0.05	0.03	0.01	偶见	80.60
单体解离度	88.57	91.31	91.43	79.69	59.93	69.29	63.94	99.08

2 试验方案

试样中主要金属硫矿物磁黄铁矿、黄铁矿等单体解离度较高,且可浮性较好,可以直接浮选回收,同时结合生产工艺流程,拟采用“一粗两扫三精”流程(见图 1)回收硫化物。为实现矿石中钴镍/黄铁矿、磁黄铁矿等多类且不同粒级含硫矿物的同步选择性捕收,在粗选和扫选作业段适当添加,对微细粒硫钴矿物捕收能力强且兼具一定消泡能力的辅助捕收剂 EMC-50 添加抗夹带起泡剂 EMP-02 取代 2[#]油。为确保硫精矿质量,在精选作业段采用具有抑制和选择双重效果的新型抑制剂 EM515。以上新药剂均由中国地质科学院矿产综合利用研究所研制。实验室浮选设备采用 XFD-1.5L、1.0L、0.75L、0.5L 单槽浮选机。

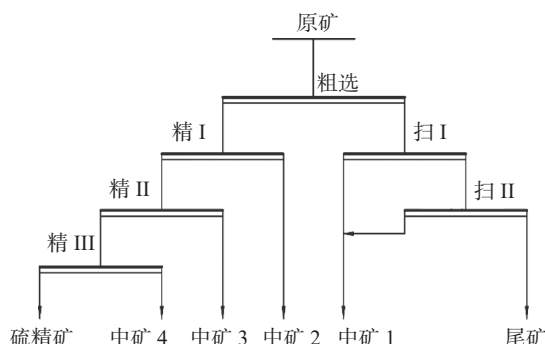


图 1 实验室浮选试验流程

Fig. 1 Flow chart of laboratory flotation test

3 试验结果及分析

3.1 辅助捕收剂用量条件试验

以选钛浮选斜板沉砂为给矿,参考生产加药情况,并结合实验室浮选操作经验,确定硫酸用量:粗选 800 g/t、扫 I 20 g/t、扫 II 10 g/t,丁基黄药用量:粗选 180 g/t、扫 I 40 g/t、扫 II 20 g/t,起泡剂用量粗选 10 g/t、扫 I 10 g/t、扫 II 5 g/t,辅助捕收剂为变量开展条件试验,结果见表 3。从表 3 可看出,随着捕收剂 EMC-50 用量增加,硫粗精矿产率及回收率呈增加趋势,粗精矿及尾矿 S 品位总体呈下降趋势。当 EMC-50 用量粗选 30 g/t、扫选 I 15 g/t、扫选 II 7.5 g/t

时,硫粗精矿 S 品位在 21% 左右,回收率在 92% 以上,再增加辅助捕收剂用量,硫粗精矿 S 品位急剧下降,S 回收率增加幅度不大。综合考虑选别指标,辅助捕收剂 EMC-50 用量以粗选 30 g/t、扫选 I 15 g/t、扫选 II 7.5 g/t 为宜。

表 3 辅助捕收剂用量条件试验结果
Table 3 Results of conditional test on the amount of auxiliary collector

辅助捕收剂用量/(g·t ⁻¹)	产品	产率/%	S品位/%	S回收率/%
粗选: 10 扫 I: 5 扫 II: 2.5	硫粗精矿 ⁻	3.19	23.25	84.63
	中矿 1	2.64	1.64	4.94
	尾矿	94.17	0.097	10.43
	给矿	100.00	0.87	100.00
粗选: 20 扫 I: 10 扫 II: 5	硫粗精矿 ⁻	3.25	24.53	88.77
	中矿 1	1.34	3.46	5.18
	尾矿	95.40	0.057	6.05
	给矿	100.00	0.88	100.00
粗选: 30 扫 I: 15 扫 II: 7.5	硫粗精矿 ⁻	3.95	20.89	92.30
	中矿 1	1.44	2.21	3.57
	尾矿	94.61	0.039	4.13
	给矿	100.00	0.88	100.00
粗选: 40 扫 I: 20 扫 II: 10	硫粗精矿 ⁻	7.03	11.67	94.37
	中矿 1	2.32	1.21	3.23
	尾矿	90.64	0.023	2.40
	给矿	100.00	0.87	100.00

3.2 抑制剂对比试验

以硫粗精矿为给矿,开展精选不添加抑制剂、添加常用抑制剂硫酸、添加新型抑制剂 EM515 的对比试验,结果见表 4。从表 4 可看出,添加抑制剂的硫精矿 S 品位和回收率都好于不添加抑制剂的,添加新型抑制剂 EM515 的硫精矿 S 品位和回收率又优于添加常用抑制剂硫酸的,其硫精矿 S 品位达到 39.21%、S 回收率 75.27%。综合考虑精选指标,在精选作业确定添加新型抑制剂 EM515 开展后续的开路、闭路试验。

3.3 开路浮选试验

以选钛浮选斜板沉砂为给矿,采用“一粗两扫三精”流程,以条件试验确定的较优药剂制度进行开路浮选回收硫化物,结果见表 5。从表 5 看出,S

品位 0.87% 的浮选斜板沉砂经“一粗两扫三精”开路浮选, 可获得产率 1.20%、S 品位 39.17%、S 回收率 54.26% 的硫精矿, 此时尾矿产率 90.02%、S 品位 0.038%、S 回收率 3.95%。

表 4 抑制剂对比试验结果
Table 4 Results of conditional tests for inhibitors

抑制剂种类及用量/(g·t ⁻¹)	产品	产率/%	S品位/%	S回收率/%
不加抑制剂	硫精矿	43.28	29.92	61.97
	中矿4	24.73	21.53	25.47
	中矿3	8.00	17.37	6.66
	中矿2	23.99	5.13	5.90
	给矿	100.00	20.89	100.00
硫酸 精选 I: 50 精选 II: 40 精选 III: 20	硫精矿	42.08	35.97	72.60
	中矿4	21.24	18.01	18.34
	中矿3	7.34	12.95	4.55
	中矿2	29.34	3.20	4.51
	给矿	100.00	20.85	100.00
EM515 精选 I: 40 精选 II: 30 精选 II: 20	硫精矿	39.80	39.21	75.27
	中矿4	25.43	13.50	16.56
	中矿3	5.22	18.37	4.61
	中矿2	29.56	2.50	3.56
	给矿	100.00	20.83	100.00

表 5 开路浮选试验结果
Table 5 Test results of spiral gravity separation concentration

产品	产率	S品位	S回收率
硫精矿	1.20	39.17	54.26
中矿4	0.33	24.32	9.26
中矿3	0.75	18.55	16.06
中矿2	3.84	2.88	12.77
中矿1	3.86	0.83	3.70
尾矿	90.02	0.038	3.95
给矿	100.00	0.87	100.00

3.4 闭路浮选试验

闭路试验采用“一粗两扫三精”流程, 中矿 1 返回粗选、中矿 2 返回精 I、中矿 3 返回精 II、中矿 4 返回精 III。基于中矿循环累积, 针对性调整了相关药剂: 粗选的硫酸用量降低到 700 g/t, 粗选、扫 I、扫 II 的丁基黄药用量分别降低到 140、30、15 g/t, 粗选、扫 I、扫 II 的 EMC-50 用量分别降低到 20、15、7.5 g/t, 粗选的 EMP-02 用量降低到 30 g/t, 精 I、精 II、精 III 的 EM515 用量分别增加到 50、40、30 g/t, 闭路试验结果见数质量流程图 2。

从图 2 可看出, S 品位 0.87% 的浮选斜板沉砂经“一粗两扫三精”闭路浮选, 可获得产率 2.22%、S 品位 36.37%、S 回收率 92.81% 的硫精矿, 此时尾矿产率 97.78%、S 品位 0.064%、S 回收率 7.19%。

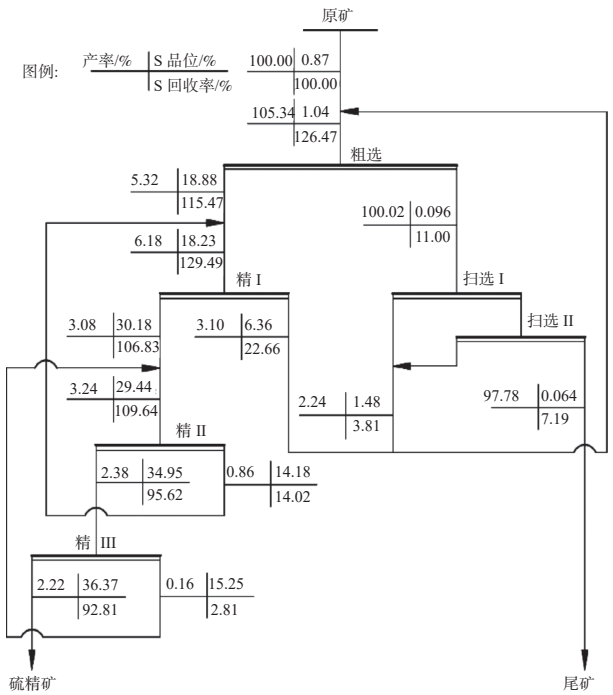


图 2 闭路浮选数质量流程
Fig. 2 Quality flow of closed circuit flotation

3.5 指标对比与药剂成本估算

考虑到实验室试验与生产存在一定差别, 为确保纵向对比的实际参考价值, 依据生产实践经验将前述新药剂闭路浮选试验产率按照 9 折核算。则预计新药剂应用后能得到产率 2.00%、S 品位 36.37%、S 回收率 83.53% 的硫精矿。硫精矿各项指标与药剂成本对比分别见表 6、7。

表 6 新药剂应用后与选厂当前生产的硫精矿指标对比
Table 6 Comparison of sulfur concentrate index between the application of the new agent and the current production of the concentrator

项目	产率	S品位	Co品位	S回收率	备注
新药剂应用后	2.00	36.37	0.36	83.53	按照9折核算
选厂当前生产	1.95	35.91	0.35	80.32	
差值	0.05	0.46	0.01	3.21	

从表 6 可看出, 预计新药剂应用后, 在获得硫精矿 S 品位相当情况下, 产率较选厂当前生产高 0.05 个百分点, S 回收率较选厂当前生产高 3.21 个百分点, 硫精矿的各项指标都将优于选厂当前生产。

从表 7 可看出, 本次研究生产硫精矿需要添加五种药剂, 单位原矿的药剂成本为 6.26 元/t, 选厂当前生产硫精矿需要添加三种药剂, 单位原矿的药剂成本为 8.48 元/t。表明本次研究浮选药剂虽种类多, 但新药剂添加后可形成较好的协同协作效应, 使硫化物浮选矿化效果优异, 浮选选择性显著提高, 从而大大降低硫酸和黄药的使用量, 且摒弃了 2#油的使

用, 总体促使单位原矿药剂成本降低 2.22 元/t, 其除以精矿产率 2.00% 获得以精矿产率 2.00% 计, 单位硫精矿药剂成本降低 111 元/t。

表 7 本次研究与选厂当前生产的药剂用量与成本对比
Table 7 Comparison of dosage and cost between this study and the current production of the concentrator

	用量/(g·t ⁻¹)		成本/(元·t ⁻¹)	
	本次研究	选厂当前生产	本次研究	选厂当前生产
硫酸	730.00	6 750.00	0.33	3.04
丁基黄药	240.00	500.00	1.92	4.00
EMC-50	52.50	0	1.42	0
2 [#] 油	0	180	0	1.44
EMP-02	55.00	0	0.22	0
EM515	120.00	0	2.37	0
合计	1 197.50	7 430.00	6.26	8.48

*注: 年药剂使用量与药剂成本之积除以年原矿处理量。

4 结论

1) 攀西某浮选斜板沉砂采用“一粗两扫三精”浮选流程, 适当添加微细粒硫钴矿物辅助捕收剂 EMC-50、抗夹带起泡剂 EMP-02、新型抑制剂 EM515 进行硫化物回收, 可获得产率 2.00%、S 品位 36.37%、Co 品位 0.36%、S 回收率 83.53% 的硫精矿, 硫精矿回收率较选厂当前生产提高了 3.21 个百分点。

2) 该“一粗两扫三精”浮选流程, 适当添加辅助捕收剂 EMC-50、起泡剂 EMP-02、抑制剂 EM515 进行硫化物回收, 浮选药剂虽更复杂, 但因硫酸和黄药等用量更低, 总体促使单位硫精矿药剂成本降低 111 元/t。

参考文献

- [1] Yang Yaohui, Zhao Kaile. Study on recovery technology of associated cobalt resources of Panxi vanadium titanium magnetite [M]. Chengdu: Institute of Multipurpose Utilization of Mineral Resources, Chinese Academy of Geological Sciences, 2021.
(杨耀辉, 赵开乐. 攀西钒钛磁铁矿伴生钴资源回收技术研究[M]. 成都: 中国地质科学院矿产综合利用研究所, 2021.)
- [2] Deng Jie, Zhang Yuan, Liu Feiyan. Recovery of cobalt and sulfur from the iron ore tailing of vanadium-titanium magnetite[J]. Nonferrous Metals(Mineral Processing Section), 2015, (2): 30-34.
(邓杰, 张渊, 刘飞燕. 钒钛磁铁矿选铁尾矿中硫钴资源综合回收研究[J]. 有色金属(选矿部分), 2015, (2): 30-34.)
- [3] Wang Hongbin, Li Jin, Zhang Guohua. Efficient recovery of ilmenite from vanadium bearing titanomagnetite in Panxi[J]. Iron Steel Vanadium Titanium, 2020, 41(3): 23-29.
(王洪彬, 李金, 张国华. 攀西钒钛磁铁矿中钛铁矿高效回收工艺研究[J]. 钢铁钒钛, 2020, 41(3): 23-29.)
- [4] Wang Hongbin. Study on efficient recovery process of fine grained ilmenite in Panxi area[J]. Iron Steel Vanadium Titanium, 2017, 38(1): 27-30.
(王洪彬. 攀西细粒级钛铁矿高效回收工艺研究[J]. 钢铁钒钛, 2017, 38(1): 27-30.)
- [5] Dai Xiangdong. Study on new technology of concentrate of cobalt sulphide crude concentrate in Panzhihua [D]. Kunming: Kunming University of Science and Technology, 2001.
(戴向东. 攀枝花硫钴粗精矿精选新技术的研究[D]. 昆明: 昆明理工大学, 2001.)
- [6] Dong Lihui, Shi Wenyu. Study on the comprehensive recovery of sulfur and cobalt from the tailings of vanadium titanium magnetite with iron separation[J]. Technology Wind, 2018, (26): 1.
(董礼辉, 师文裕. 钒钛磁铁矿选铁尾矿中硫钴资源综合回收研究[J]. 科技风, 2018, (26): 1.)
- [7] Deng Jie, Zhang Yuan, Liu Feiyan. Comprehensive utilization of primary sulfur cobalt concentrate in west Panzhihua vanadium-titanium magnetite[J]. Modern Mining, 2014, (1): 41-44.
(邓杰, 张渊, 刘飞燕. 攀西钒钛磁铁矿中硫钴粗精矿综合利用研究[J]. 现代矿业, 2014, (1): 41-44.)

编辑 杨冬梅