

四川某低品位含铅重晶石矿的浮选试验研究

袁敬杰, 赵华伦, 李兵容, 周政

(四川省冶金地质勘查院, 四川 成都 610043)

摘要: 对含铅重晶石矿进行了化学组成和工艺矿物学研究。对铅与重晶石矿物分别进行了浮选探索与条件试验研究, 确定了铅硫混浮 - 铅硫分离 - 重晶石浮选的工艺流程。通过确定的选别工艺流程对原矿进行浮选, 可获得 Pb 品位 61.43%、回收率 81.15% 的铅精矿和 BaSO₄ 品位 95.95%、回收率 97.82% 的重晶石精矿, 以及产率 1.66%、有效硫 25.24% 的硫精矿副产品。

关键词: 方铅矿; 重晶石; 浮选

doi:10.3969/j.issn.1000-6532.2018.06.008

中图分类号: TD952 文献标志码: A 文章编号: 1000-6532 (2018) 06-0042-06

重晶石是我国传统的优势矿产, 储量和产量都居世界首位^[1-2]。重晶石广泛应用于石油、化工、橡胶、塑料、油漆、玻璃等工业部门。对于这些用途的重晶石, BaSO₄ 含量要求 85%~90% 以上。而我国的重晶石矿山, 贫矿多, 富矿少, 采选技术落后, 机械化程度低。并且随着单一重晶石矿的不断开发利用, 高品位易选重晶石资源日益枯竭, 重晶石常与萤石、方解石、石英等盐类矿物及黄铜矿、方铅矿等多金属硫化矿伴生在一起, 品位低, 嵌布粒度细, 组分复杂, 难以用重选的方法选别^[3-4]。而浮选因对各种复杂嵌布类型的重晶石有良好的适应性, 成为重晶石选别的主要方法^[5]。但如何实现重晶石及其伴生矿物的有效浮选分离是矿物加工领域的难题和研究热点之一。

1 矿石性质

1.1 矿物组成及赋存状态

该矿中含有重晶石、方铅矿、黄铁矿、白铁矿、褐铁矿、闪锌矿、石英、方解石等。原矿主要结构有: 细微晶 - 隐晶结构、隐晶至微晶结构、微粒至细粒结构、细微粒结构、中粗粒结构, 粗粒结构; 主要构造有: 星点状构造、群状及群团状构造、

斑团状构造。

主要矿物镜下观察为: 方铅矿偶见 0.2 mm 左右的较大团块, 大部分呈 0.05 ~ 0.3 mm 不规则团块零星分布于矿物集合体边缘或其中。重晶石矿为无色, 粒度悬殊大, 主要以 0.05 ~ 10 mm 呈半自形长柱状及柱粒状, 少量较细重晶石半自形柱粒状或较自形粒状。黄铁矿为淡黄色, 无多色性, 无内反射, 具均质性, 粒度 0.01 ~ 5 mm, 形态呈半自形粒状者, 颗粒表面有较密集细小麻点, 裂纹较为发育, 部分与白铁矿混杂分布; 还有少部分呈不均匀群状及星散状分布于隐晶硅质及微粒石英集合体中。白铁矿呈淡黄白色, 无内反射, 具浅蓝 - 棕黄 - 棕紫强非均质性, 粒度 0.005 ~ 0.5 mm, 多组成似蠕虫状不规则集合体, 继而构成似网团状、脉团状大的集合体与闪锌矿和黄铁矿伴生或共生。硅质及石英粒度较细, 具隐晶至显微变晶结构, 一般 0.02 ~ 0.05 mm, 少量达 0.1 mm, 不均匀充填于重晶石集合体或颗粒间。碳酸盐矿物, 具高级白干涉色, 偶见呈微粒团状集合体分布。偶见闪锌矿, 粒度 0.01 ~ 0.1 mm, 形态呈略显半自形至不甚规则粒状, 主体为似脉团状集合体, 被细

收稿日期: 2017-04-24; 改回日期: 2017-06-06

作者简介: 袁敬杰 (1986-), 男, 助理工程师。

小略似蠕虫状的不规则群状或似团状白铁矿集合体或中粗粒黄铁矿团块夹杂包围。褐铁矿：微量粒度，0.01 ~ 0.07 mm，零星分布于硅质岩团块中。

1.2 原矿化学分析

原矿化学多项分析以及铅和钡的物相分析，分析结果见表1~3。

表1 原矿化学多元素分析结果 /%

Table 1 Chemical analysis results of multi-elements of the raw ore

Pb	Zn	SiO ₂	TFe	MgO	CaO	BaSO ₄	K ₂ O	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	P	S	Ag*	As*
2.24	0.108	24.40	1.45	0.190	6.38	63.96	0.086	0.318	1.00	0.072	11.18	11.2	170

*单位为10⁻⁶。

表2 铅物相分析结果

Table 2 Analysis results of lead phase

相别	硫化物中铅	硫酸盐铅	氧化物铅	碳酸铅	其他	合计
含量 /%	1.92	0.11	0.07	0.14	0.01	2.25
分布率 /%	85.33	4.89	3.11	6.22	0.45	100.00

表3 钡物相分析结果

Table 3 Phase composition analysis result of barium

相别	碳酸钡	硫酸钡	合计
含量 /%	0.16	63.96	64.12
分布率 /%	0.25	99.75	100.00

表1~3结果表明，该矿样中可回收的金属矿物主要为方铅矿和黄铁矿，可回收的非金属矿物主要为重晶石，原矿中有害杂质As、P等含量少。原矿中的铅主要以硫化矿的形式存在，占总铅的85.33%，为铅的主要回收对象。原矿中的钡主要以硫酸钡的形式存在，占99.75%，含有极少量的为碳酸钡。对-3 mm原矿进行了筛析试验，试验结果见表4。

表4 -3 mm原矿筛析结果

Table 4 -3 mm screen analysis results of the raw ore

粒级 /mm	产率 /%	品位 /%		分布率 /%	
		Pb	BaSO ₄	Pb	BaSO ₄
+0.71	36.92	2.03	53.61	32.54	31.22
0.18-0.71	29.83	2.66	69.37	34.45	32.63
0.15-0.18	2.50	2.55	74.52	2.77	2.94
0.106-0.15	4.24	2.58	77.42	4.75	5.18
0.09-0.106	2.76	2.46	76.14	2.95	3.31
0.075-0.09	2.78	2.31	74.50	2.79	3.27
-0.075	20.97	2.17	64.86	19.75	21.45
合计	100.00	2.303	63.40	100.00	100.00

从表4可以看出，原矿中Pb和BaSO₄各个粒级中品位差异不大，与产率呈正相关分布，各粒级中Pb和BaSO₄分配比例较为均匀。

综上所述，该重晶石矿矿物组成较简单，其中Pb嵌布粒度较细，品位为2.24%；重晶石嵌布粒度较粗，品位为63.96%。该矿样属于含铅硫重晶石矿，对其浮选采用先铅硫混浮-铅硫分离-重晶石浮选的选别方案对其进行回收处理。

2 铅浮选试验

2.1 磨矿细度试验

入选矿石细度是保证目的矿物浮选指标的关键性因素。适宜的磨矿细度能够使目的矿物单体解离充分，提高浮选指标。试验结果见图1。

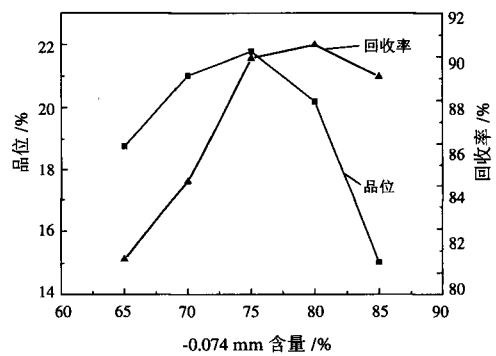


图1 磨矿细度试验

Fig.1 Results of grinding fineness test

由图1可以看出，随着磨矿细度的增加，铅粗精矿中铅的回收率呈上升趋势而品位先升后降。综合考虑磨矿效率与经济效益，选择磨矿细度为-0.074 mm 75%，此时能获得铅品位为21.78%、回收率为89.93%的铅粗精矿。

2.2 捕收剂种类及用量试验

根据表2铅物相结果可知，该矿中含铅矿物主要为方铅矿。硫化矿捕收剂种类繁多，不同的捕收剂捕收能力和选择性不同，因此，选择合适的捕收剂对浮选指标有着重要影响。试验考察了

乙基黄药、丁基黄药、乙硫氮、丁铵黑药对浮选指标的影响。试验结果见表5，从表5可以看出，丁铵黑药的捕收能力最强，粗精矿的产率和铅的回收率最高，但其选择性最差，粗精矿中铅的品位最低；丁基黄药的捕收能力和选择性均较好。综合考虑品位和回收率，选择丁基黄药作为铅的捕收剂，并在此基础上进行了丁基黄药用量试验，试验结果见图2。

表5 捕收剂种类试验结果

Table 5 Influence of types of collectors on flotation indexes

捕收剂种类	产率/%	Pb 品位/%	Pb 回收率/%
乙基黄药	8.68	25.49	88.95
丁基黄药	9.41	23.39	90.33
乙硫氮	7.91	23.74	84.91
丁铵黑药	23.92	9.969	94.28

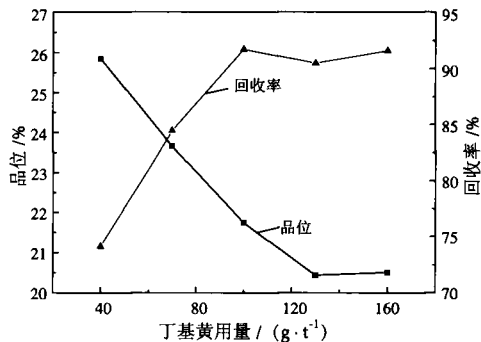


图2 丁基黄药用量试验

Fig. 2 Results of the dosage of butyl xanthate

从图2可以看出，随着丁基黄药用量的增加，铅粗精矿中铅的品位呈下降趋势，回收率呈上升趋势，当丁基黄药用量超过100 g/t时，回收率增幅很小，综合考虑选别成本、品位与回收率之间的关系，选择丁基黄药用量为100 g/t，此时铅粗精矿中铅品位为21.74%，铅回收率为91.75%。

2.3 铅精选及铅硫分离试验

精选的目的旨在不(少)损失铅回收率的条件下，尽可能的提高铅精矿产品中的铅品位。在条件试验的基础上，进行了精选次数和扫选次数试验，并确定了两种试验流程对比方案：流程I采用铅硫分离与精选除脉石同步进行；流程II采用先精选除脉石再铅硫分离。试验结果见表6。

表6 铅精选流程探索试验结果

Table 6 Exploratory test results of lead cleaning flotation

流程	产品名称	产率/%	Pb 品位/%	Pb 回收率/%
I	铅精矿	22.09	56.02	59.47
	中矿3	18.39	25.67	22.69
	中矿2	31.18	7.46	11.18
	中矿1	28.34	4.90	6.66
	铅粗精矿	100.00	20.81	100.00
II	铅精矿	34.14	53.13	83.31
	中矿3	13.91	8.79	5.62
	中矿2	12.96	8.46	5.04
	中矿1	38.99	3.37	6.03
	铅粗精矿	100.00	21.77	100.00

对比两种铅精选试验流程结果，可以看出流程II的指标明显优于流程I。因此铅的精选段采用先除脉石再铅硫分离的浮选方案，可获得铅品位为53.13%、作业回收率为83.31%的铅精矿。

2.4 铅精选石灰用量试验

在铅精选试验流程试验结果的基础上，对流程II进行了石灰用量试验，试验结果见图3。

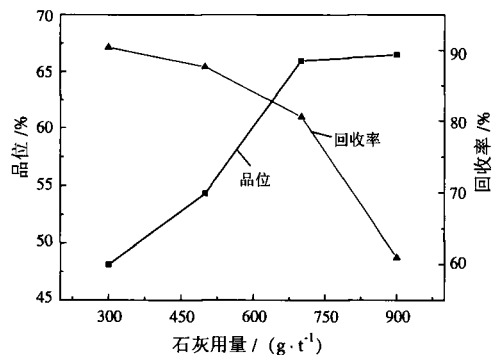


图3 石灰用量试验结果

Fig. 3 Results of the dosage of lime

从图3可以看出，随着石灰用量的增大，精矿中铅的品位逐渐升高，回收率逐渐降低，当石灰用量超过700g/t时，铅精矿中铅的品位升高幅度较小而回收率急剧下降。精矿产品中铅的品位已经可以达到65%以上。综合考虑，铅精选时选择石灰用量为700 g/t、精选段数为三段，可得到铅品位为65.94%、作业回收率为80.56%的铅精矿，此时矿浆pH值约为12。

3 重晶石浮选试验

重晶石浮选试验给矿为铅浮选尾矿，采用硅酸钠为脉石抑制剂、油酸为捕收剂对重晶石进行浮选试验研究。

3.1 硅酸钠用量试验

硅酸钠对脉石矿物（石英、硅酸盐等）有良好的抑制作用，且具有良好的分散作用，可以消除细泥脉石矿物在有用矿物重晶石表面的罩盖。本试验考查了硅酸钠作抑制剂其用量对重晶石浮选指标的影响。试验结果见图4。

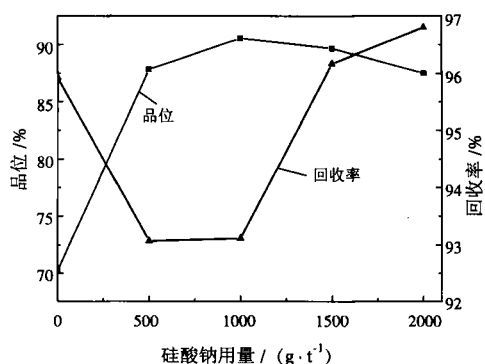


图4 硅酸钠用量试验结果

Fig. 4 Results of the dosage of sodium silicate

由图4可以看出，当硅酸钠用量为0时，钡粗精矿中的硅质脉石没能得到抑制，与重晶石一起上浮，因此精矿的产率和BaSO₄的回收率均较高而BaSO₄品位较低。随着硅酸钠用量的增加，精矿的产率逐渐升高，而精矿产品的中BaSO₄品位先增后减，回收率先减后增，综合考虑，硅酸钠用量拟定为1500 g/t，此时可获得硫酸钡品位为89.66%、作业回收率为96.17%的重晶石粗精矿。

3.2 油酸用量试验

油酸作为非金属矿的捕收剂，具有经济实惠、无毒无害等优点，被广泛应用。本试验考查了油酸作为重晶石矿捕收剂，其用量对重晶石浮选指标的影响。结果见图5。

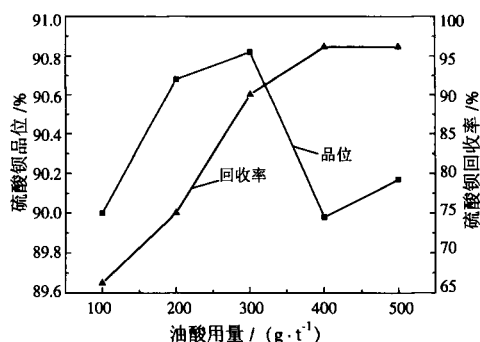


图5 油酸用量试验结果

Fig. 5 Results of the dosage of oleic acid

从图5可以看出，油酸对重晶石具有很好的捕收效果，随着油酸用量的增加，粗精矿中硫酸钡的回收率呈增加趋势，而品位先增后减，综合考虑，选择油酸用量为400 g/t，此时可获得硫酸钡品位为90.98%、作业回收率为96.15%的钡粗精矿。

3.3 精选试验

通过对重晶石粗精矿进行精选探索试验，旨在确定精选的药剂制度与精选段数，制定最合适的精选流程。试验结果见表7。

表7 重晶石精选试验结果

Table 7 Test results of barite cleaning flotation

条件	产品名称	产率 / %	BaSO ₄ 品位 / %	BaSO ₄ 回收率 / %
精选 I :	重晶石精矿	55.63	97.02	58.89
硅酸钠 300	中矿 3	5.42	87.03	5.15
油酸 100	中矿 2	6.05	79.95	5.28
精选 II :	中矿 1	32.90	85.5	30.69
硅酸钠 300	重晶石粗精矿	100.00	91.66	100.00
油酸 50				
精选 I :	重晶石精矿	84.65	97.83	90.07
硅酸钠 300	中矿 3	1.37	65.34	0.97
油酸 200	中矿 2	2.80	58.97	1.80
精选 II :	中矿 1	11.18	58.86	7.16
硅酸钠 300	重晶石粗精矿	100.00	91.94	100.00
油酸 100				

从表7可以看出，对重晶石粗精矿进行三段精选，精选药剂用量为精选 I：硅酸钠 300 g/t、油酸 200 g/t，精选 II：硅酸钠 300g/t、油酸 100 g/t 时，可得到品位为97.83%的重晶石精矿产品。

4 闭路试验

在条件试验的基础上进行了实验室闭路流程试验，试验对铅和重晶石均进行了一次粗选、两次扫选和三次精选，中矿顺序返回。闭路试验流程见图 6，试验结果见表 8。

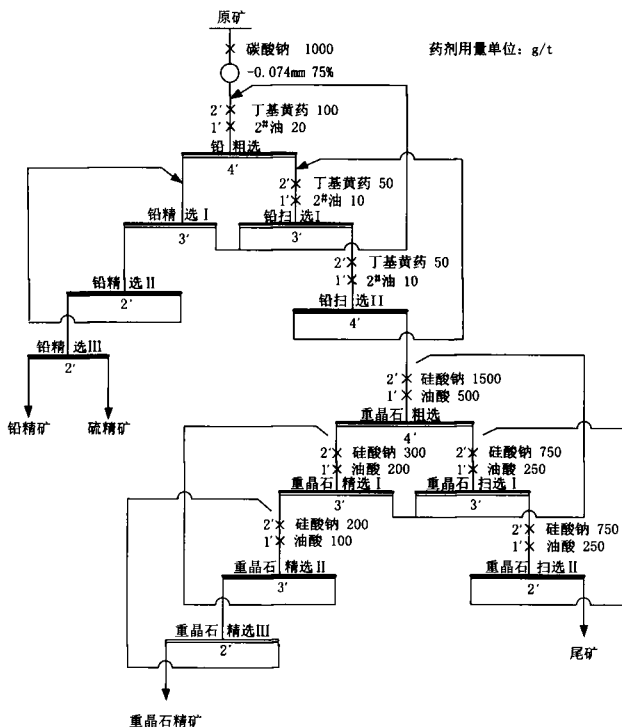


图 6 闭路试验流程

Fig. 6 Flowsheet of closed-circuit flotation test

表 8 闭路试验结果

Table 8 Results of closed-circuit test

产品名称	产率 / %	品位 / %		回收率 / %	
		Pb	BaSO ₄	Pb	BaSO ₄
铅精矿	3.13	61.43	0.00	81.15	0.00
硫精矿	1.66	12.75	6.73	8.98	0.18
钡精矿	62.96	0.22	95.95	5.85	97.82
尾矿	32.25	0.30	3.83	4.02	2.00
原矿	100.00	2.37	61.76	100.00	100.00

从试验结果可以看出，能得到 Pb 品位为 61.43%、回收率为 81.15% 的铅精矿和硫酸钡品位为 95.95%、回收率为 97.82% 的重晶石精矿以及产率 1.66%、有效硫为 25.24% 的硫副产品。

5 产品考查

依据前期试验确定最佳药剂制度及工艺流程，进行了铅硫段“一粗两扫三精、中矿顺序返回”及重晶石段“一粗两扫三精”的闭路试验，并对最终精矿产品进行了考查。结果见表 9、表 10、表 11。由以上精矿产品考查结果看出：通过采取的药剂制度及闭路流程所获得的铅精矿、重晶石精矿均合格，且分别达到了国家 II 级质量标准与化工类原料要求的一级标准。同时也再次验证了工艺流程及药剂制度的合理性与实用性。

表 9 铅精矿产品考查结果 / %

Table 9 Product inspection results of lead concentrate

Pb	Zn	Cu	As	Al ₂ O ₃	MgO
61.33	1.68	0.078	0.116	0.210	0.150

表 10 重晶石产品考查结果 / %

Table 10 Product inspection results of barite concentrate

BaSO ₄	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃
96.01	1.20	0.900	0.610

表 11 硫精矿产品考查结果 / %

Table 11 Product inspection results of sulfur concentrate

有效硫	F	C	Pb	Zn	As
25.24	250	2.06	12.75	1.70	3840

6 结论

(1) 原矿工艺矿物学研究表明，主要有用矿物为铅矿物与重晶石矿物，其中 Pb、BaSO₄ 品位分别为 2.24%、63.96%。

(2) 试验采用的铅硫混浮 - 铅硫分离 - 重晶石浮选的选别方案对该矿样能够进行有效处理。

(3) 通过确定的选别工艺流程，确定最佳铅浮选段工艺流程为一粗两扫三精（其中精选前两段为铅硫混浮，第三段为铅硫分离）；最佳重晶石浮选段工艺流程为一粗两扫三精。并获得 Pb 品位 61.43%，回收率为 81.15% 的铅精矿和 BaSO₄ 品位为 95.95%，回收率为 97.82% 的重晶石精矿，及产率为 1.66%，有效硫为 25.24% 的硫精矿副产品。

参考文献：

- [1] 肖琴, 满瑞林, 杨萍, 等. 重晶石矿制备活性重晶石的研究进展 [J]. 矿产保护与利用, 2012(6):50-54.
- [2] 李占远. 我国重晶石资源分布与开发前景 [J]. 中国非金属矿工业导刊, 2004(5):86-88.
- [3] 杨宏义, 夏祖正. 从硫化矿浮选尾矿中回收重晶石 [J]. 有色金属: 选矿部分, 1980(4):61.
- [4] 夏亮, 梁菁菁. 安徽某重晶石矿选矿试验 [J]. 现代矿业, 2016(03):79-80.
- [5] 袁华玮, 刘全军, 张辉, 等. 云南某萤石与重晶石共生矿选矿工艺 [J]. 过程工程学报, 2015(05):807-812.

Experimental Research on Flotation of a Low-grade Lead-barite Ore in Sichuan

Yuan Jingjie, Zhao Hualun, Li Bingrong, Zhou Zheng

(Sichuan Institute of Metallurgical Geology & Exploration, Chengdu, Sichuan, China)

Abstract: In this paper, the chemical composition and process mineralogy of a lead-barite ore was studied detailedly. The flotation exploration and condition test research were carried on and the lead sulfide mixed floating-separation-barite flotation process of was determined. In the closed-circuit test, the lead concentrate could be got with the Pb grade of 61.43% and recovery rate of 61.43%, while barite ore concentrate could be got including 95.95% of BaSO₄ and a recovery rate of 97.82%. Pyrite concentrate whose yield was 1.66% and the grade of effective sulfur was 25.24% was produced.

Keywords: Galena; Barite; Flotation

////////////////////////////////////
(上接 61 页)

Test of Using Non Highly Purified Scandia Preparation of Highly Purified Anhydrous Scandium Trichloride Fused Salt

Xiao Junhui^{1,2,3}, Liang Guanjie², Huang Wenxiao², Ding Wei³, Peng Yang³, Wu Qiang³

(1. School of Environment and Resource of Southwest University of science and technology, Mianyang, Sichuan, China; 2. Key Laboratory of Radioactive and Rare Scattered Minerals, Ministry of Land and Resource, Shaoguan, Guangdong, China; 3. Sichuan Engineering Lab of Non-metrallic Mineral Powder Modification and High-value Utilization, Mianyang, Sichuan, China)

Abstract: Ammonium chloride and residual water of crystallization were removed by fast warming step in inert gas flow new technology, using highly purified scandia preparation of high purity anhydrous scandium trichloride. Test results of process condition influence show that scandium hydrolysis rate was 2.3% in high-purity anhydrous ScCl₃ fused salt under the comprehensive condition of the residual water of crystallization in ammonium chloride and phase temperature was 400 °C, weight ratio of ammonium chloride and scandia was 1.8:1, weight ratio of scandia and auxiliary was 1:1.5, time of heat preservation is 120 min, temperature 11 °C /min, inert gas fluid flow was 6.0 L/min. Images of scan and micro area composition of electronic probe analysis indicated that crystalline state of high purity anhydrous scandium trichloride is preferably and other impurities are lower.

Keywords: Scandium; Scandia; Anhydrous scandium trichloride; Fused salt