

河北某磁铁精矿提铁降硫试验研究

徐彬, 李国峰, 李凤久, 贾清梅

(华北理工大学, 河北 唐山 063210)

摘要: 以河北某 TFe 品位 60.60%、含硫 4.04% 的磁铁精矿为试验原料, 采用反浮选工艺对其进行了脱硫试验研究。考察了矿浆 pH 值、活化剂用量、捕收剂种类及用量对该铁精矿脱硫的影响。结果显示, 在矿浆 pH 值 5.5, 粗选 CuSO₄ 用量 100 g/t, 捕收剂丁黄药和丁铵黑药的配比 1:1 且粗选添加量为 300 g/t 的条件下, 经一次粗选、四次精选, 最终将铁精矿中的硫含量降至 0.64%, TFe 品位提高至 62.31%。

关键词: 铁精矿; 反浮选; 脱硫

doi:10.3969/j.issn.1000-6532.2018.06.015

中图分类号: TD951 文献标志码: A 文章编号: 1000-6532 (2018) 06-0076-05

铁精矿中硫含量过高会严重影响后续的冶炼过程及钢材质量^[1]。据统计, 铁精矿中的硫每增加 0.1 个百分点, 高炉冶炼焦比增加 5%^[2]。磁黄铁矿磁性与磁铁矿相似、在空气中易氧化致使天然可浮性较差^[3], 实现磁铁矿和磁黄铁矿的有效分离成为铁矿选矿的一个重要研究方向。

李祎等^[4]针对山东某含硫 0.6% 的铁精矿, 在粗选矿浆 pH 值 6.5~7、CuSO₄ 60 g/t、助选剂 60 g/t、丁黄药和丁铵黑药 (2:1) 200 g/t 的条件下, 经一粗两扫工艺, 将硫含量降至 0.2%。于慧梅等^[5]采用反浮选工艺对包钢某含硫 1.19% 的铁精矿进行了脱硫试验, 经一粗二精三扫将硫含量降至 0.48%。杨峰涛等^[6]以内蒙某含硫 1.59% 的铁精矿为试验原料, 采用一粗四精的浮选工艺, 将硫含量降至 0.35%。本文针对河北某硫含量高达 4.04% 的磁铁精矿进行了浮选试验研究, 以期获得合格的铁精矿。

1 试验原料

试验所用铁精矿粉取自河北某地, 化学多元

素分析结果如表 1。

表 1 铁精矿化学多元素分析 / %
Table 1 The chemical composition of iron concentrate

TFe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	S	P
60.60	11.07	3.46	3.34	2.53	4.04	0.209

由表 1 可以看出, 该磁铁精矿 TFe 品位 60.60%, S 含量为 4.04%、相对较高。铁精矿中主要杂质成分为 SiO₂, 此外还有一定含量的 Al₂O₃、CaO 和 MgO 等。

对磁铁精矿中的硫进行了物相分析, 由表 2 结果可以看出, 该铁精矿中的硫主要以磁黄铁矿的形式存在, 所占比例达 72.69%, 其次为部分黄铁矿和黄铜矿, 以硫酸盐形式存在的硫含量极低。

表 2 铁精矿中硫的物相分析
Table 2 The sulfur phase analysis of iron concentrate

存在形式	磁黄铁矿中的硫	黄铁(铜)中的硫	硫酸盐中的硫	总硫
含量 / %	2.94	1.01	0.09	4.04
占有率 / %	72.69	25.11	2.20	100.00

原料性质研究表明, 磁铁精矿中的绝大部分的硫存在于磁性较强的磁黄铁矿中, 采用磁选工

收稿日期: 2017-07-17; 改回日期: 2017-09-05
基金项目: 河北省科技计划项目 (16211506) 资助
作者简介: 徐彬 (1977-), 男, 硕士, 讲师
通讯作者: 李国峰 (1987-), 男, 博士, 讲师。

艺无法实现该磁铁精矿的有效脱硫，故选用反浮选工艺进行该铁精矿提铁降硫试验。具体试验方法为：采用 XMQ-250mm × 90mm 球磨机将铁精矿湿磨 15s 以恢复新鲜表面，然后取 500 g 矿样放入 1.5 L 单槽浮选机中，并调节矿浆浓度至 26%。在一定的时间间隔内，依次加入 pH 值调整剂、活化剂、捕收剂和起泡剂，采用一粗四精的浮选工艺进行浮选试验。所得浮选精矿和浮选尾矿烘后，分别取样化验其硫的含量。

3 结果与讨论

3.1 矿浆 pH 值试验

以 CuSO₄ 为活化剂、丁黄药为捕收剂、2 号油为起泡剂，相应的药剂用量见图 1。通过添加 H₂SO₄ 改变矿浆的 pH 值，考察矿浆 pH 值对磁铁精矿脱硫的影响，结果见图 2。

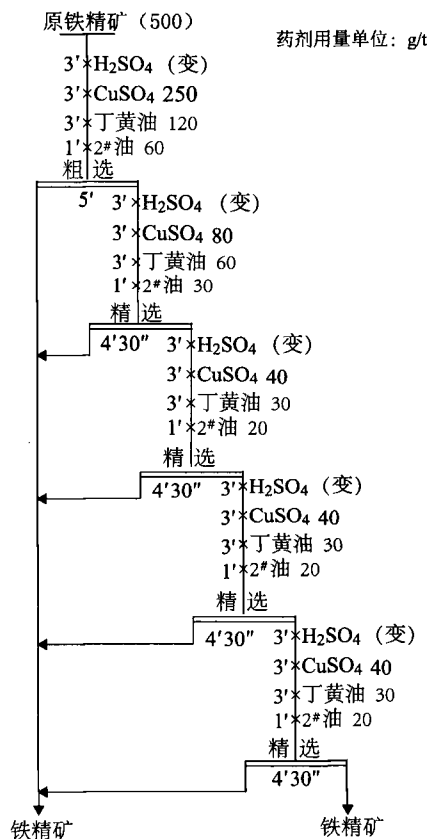


图 1 不同矿浆 pH 值试验流程
Fig. 1 Test flowsheet of different pH values

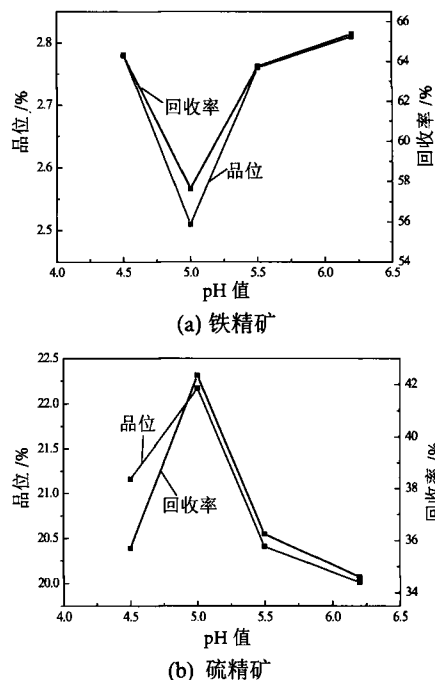


图 2 矿浆 pH 值对浮选指标的影响
Fig. 2 Effect of pH value on flotation indexes

由图 2 可以看出，矿浆的自然 pH 值为 6.2，随着矿浆 pH 值降至 5.5，铁精矿中硫含量由 2.78% 降至 2.51%；进一步降低矿浆 pH 值降至 4.5，铁精矿中的硫含量则增加值 2.81%。可见，在一定范围内降低矿浆 pH 值，有利于该磁铁精矿脱硫，而 pH 值过低则起相反作用。确定适宜的矿浆 pH 值为 5.5，此时 H₂SO₄ 用量为粗选 300 g/t、一次精选 120 g/t、二次精选 60 g/t、三次和四次精选 40 g/t。

3.2 活化剂用量试验

固定矿浆 pH 值为 5.5，丁黄药和 2 号油的用量见图 1。改变活化剂 CuSO₄ 的用量，考察 CuSO₄ 用量对浮选指标的影响，试验结果见表 3。

表 3 CuSO₄ 用量对浮选指标的影响
Table 3 Effect of CuSO₄ dosage on flotation indexes

CuSO ₄ 用量 / (g·t ⁻¹)	产品名称	产率 / %	S 品位 / %	S 回收率 / %
粗选: 50	铁精矿	93.59	2.38	55.97
精选 1: 10	硫精矿	6.41	27.34	44.03
精选 2: 5				
精选 3: 5	合计	100.00	3.98	100.00
精选 4: 5				
粗选: 100	铁精矿	93.10	2.26	52.36
精选 1: 20	硫精矿	6.90	27.76	47.64
精选 2: 10				
精选 3: 10	合计	100.00	4.02	100.00
精选 4: 10				

粗选: 150	铁精矿	93.50	2.34	55.01
精选 1: 30	硫精矿	6.50	27.53	44.99
精选 2: 10				
精选 3: 10	合计	100.00	3.98	100.00
精选 4: 10				
粗选: 200	铁精矿	93.89	2.42	57.36
精选 1: 40	硫精矿	6.11	27.63	42.64
精选 2: 10				
精选 3: 10	合计	100.00	3.96	100.00
精选 4: 10				
粗选: 250	铁精矿	92.32	2.51	57.64
精选 1: 80	硫精矿	7.68	22.17	42.35
精选 2: 40				
精选 3: 40	合计	100.00	4.02	100.00
精选 4: 40				

由表 3 可知, 随着粗选 CuSO_4 用量由 50 g/t 增加到 100 g/t, 铁精矿中的硫含量由 2.38% 降低至 2.26%; 继续增加其用量, 铁精矿中硫含量呈增加的趋势。这可能是因为, 在浮选过程中添加一定量的 CuSO_4 有利于铁精矿脱硫, 但 CuSO_4 用量对浮选指标的影响较为敏感^[6]。在 CuSO_4 粗选用量 100 g/t、一次精选用量 20 g/t、二次至四次精选用量 10 g/t 的条件下, 铁精矿中的硫含量可降至 2.26%。

3.3 捕收剂种类试验

上述试验结果表明, 在适宜的 pH 值和活化剂用量条件下, 铁精矿脱硫的浮选指标并不理想, 这可能是因为捕收剂的捕收能力不足, 故将捕收剂用量提高至粗选用量 200 g/t、一次精选用量 100 g/t、二次至四次精选用量 50 g/t, 并考察捕收剂种类对浮选指标的影响, 结果见表 4。

表 4 捕收剂种类对浮选指标的影响

Table 4 Effect of collector species dosage on flotation indexes

捕收剂种类	产品名称	产率 /%	S 品位 /%	S 回收率 /%
丁黄药	铁精矿	92.72	2.15	48.86
	硫精矿	7.78	26.82	51.14
	合计	100.00	4.08	100.00
戊黄药	铁精矿	91.54	2.03	45.94
	硫精矿	8.46	25.84	54.06
	合计	100.00	4.05	100.00
丁黄药: 戊黄药 (3 : 1)	铁精矿	89.61	1.74	38.59
	硫精矿	10.39	23.87	61.41
	合计	100.00	4.04	100.00
丁黄药: 戊黄药 (3 : 1)	铁精矿	91.84	1.98	45.33
	硫精矿	8.16	26.88	54.67
	合计	100.00	4.01	100.00

由表 4 可以看出, 捕收剂种类对铁精矿脱硫效果影响较大。采用单一的丁黄药或戊黄药作为捕收剂时, 未能将铁精矿中的硫含量降至 2% 以下。将丁黄药和丁铵黑药按 3:1 加入时, 选别指标较好, 铁精矿中硫含量可降为 1.74%, 故捕收剂种类定为丁黄药和丁铵黑药混合用药。

3.4 丁黄药和丁铵黑药配比试验

为了获得更好的脱硫效果, 固定上述试验确定的矿浆 pH 值、 CuSO_4 用量保持不变, 将捕收剂用量提高至粗选用量 400 g/t、一次精选用量 200 g/t、二次至四次精选用量 100 g/t, 进行了丁黄药和丁铵黑药不同配比的浮选脱硫实验。丁黄药和丁铵黑药对比对浮选指标的影响见图 3。

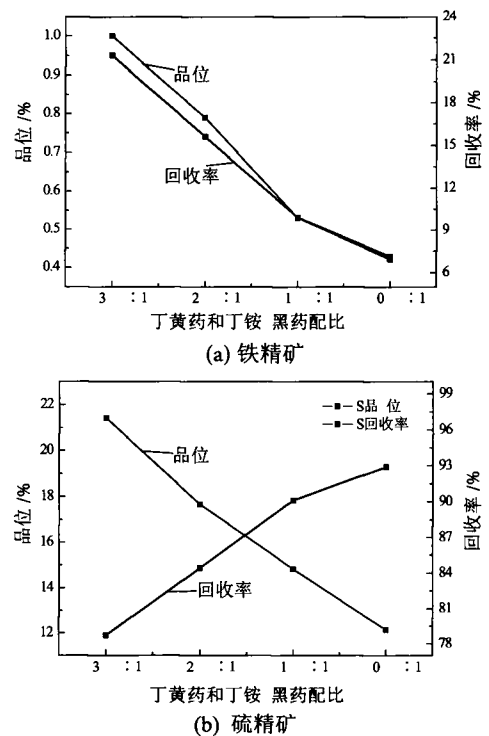


图 3 丁黄药和丁铵黑药对比对浮选指标的影响

Fig. 3 Effect of butyl xanthate and ammonium butyl aerofloat mass ratio on flotation indexes

由图 3 可以看出, 随着丁铵黑药所占比例的增加, 铁精矿中硫的含量呈下降趋势, 由丁黄药: 丁铵黑药为 3:1 时的 1.00% 降至丁黄药: 丁铵黑药为 0:1 时的 0.42%。这可能是因为, 丁铵黑药在矿物表面吸附生成二丁基二硫代磷酸亚铁, 且在 CuSO_4 的作用下生成二丁基二硫代磷酸铜, 促进

了磁黄铁矿的浮选回收^[7]。考虑到丁黄药：丁铵黑药为0:1时铁精矿的损失较大，为了减少铁的损失，选择适宜的丁黄药：丁铵黑药混合用药配比为1:1。

3.5 丁黄药和丁铵黑药用量试验

在丁黄药：丁铵黑药用量比例为1:1的条件下，混合药剂用量对浮选指标的影响，结果见表5。

表5 丁黄药和丁铵黑药用量对浮选指标的影响

Table 5 Effect of butyl xanthate and ammonium butyl aerofloat dosage on flotation indexes

混合药剂用量 (g·t ⁻¹)	产品名称	产率 /%	S品位 /%	S回收率 /%
粗选: 400	铁精矿	75.47	0.53	9.91
精选1: 200	硫精矿	24.53	14.83	90.09
精选2: 100	合计	100.00	4.04	100.00
精选3: 100				
精选4: 100	铁精矿	78.23	0.52	10.00
粗选: 300	硫精矿	21.77	16.82	90.00
精选1: 160	合计	100.00	4.07	100.00
精选2: 80				
精选3: 80	铁精矿	80.86	0.92	18.48
精选4: 80	硫精矿	19.14	17.15	81.52
粗选: 250	合计	100.00	4.03	100.00
精选1: 130				
精选2: 60	铁精矿	86.23	1.34	28.58
精选3: 60	硫精矿	13.77	20.96	71.42
精选4: 60	合计	100.00	4.04	100.00
粗选: 200				
精选1: 100	铁精矿	82.23	1.34	28.58
精选2: 50	硫精矿	17.77	20.96	71.42
精选3: 50	合计	100.00	4.04	100.00
精选4: 50				

由表5可知，随着丁黄药和丁铵黑药添加量增加，铁精矿中硫的含量呈降低趋势，至捕收剂用量提高至粗选300 g/t、一次精选160 g/t、二次至四次精选80 g/t后，脱硫指标变化不大。该条件下，铁精矿中硫的含量为0.52%。

3.6 浮选全流程试验

基于上述条件试验确定的适宜工艺参数，开展了铁精矿脱硫的浮选全流程试验，选别流程和药剂用量见图4，相应的试验结果见表6、7。

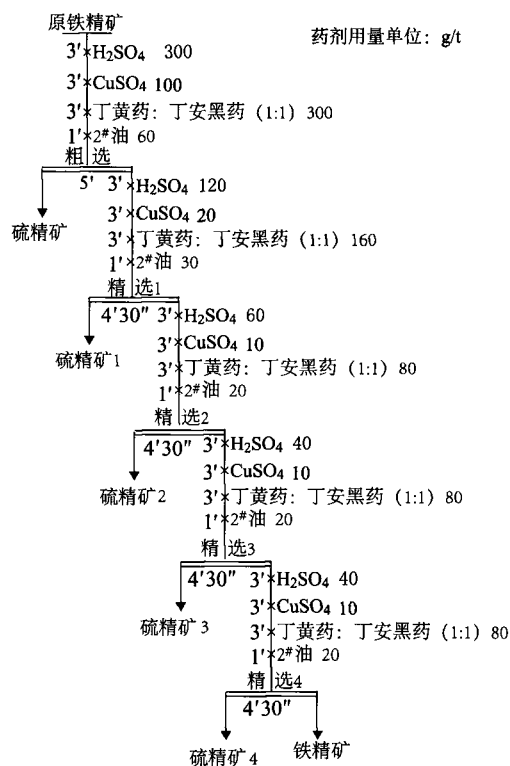


图4 全流程浮选试验

Fig.4 Flotation experiment for full process

表6 全流程选别试验结果

Table 6 Flotation index of full process experiment

产品名称	产率/%	S品位/%	S回收率/%
铁精矿	79.27	0.64	12.57
硫精矿4	0.93	12.77	2.93
硫精矿3	0.98	13.11	3.19
硫精矿2	1.06	13.97	3.67
硫精矿1	4.35	15.31	16.49
粗选硫精矿	13.41	18.42	61.15
合计	100.00	4.04	100.00

表7 最终铁精矿化学多元素分析结果/%

Table 7 The chemical composition of final iron concentrate ore

TFe	S	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO
62.31	0.64	8.13	1.86	0.76	0.40

由表6和表7可知，经过一次粗选、四次精选，在适宜的pH值和药剂制度条件下，可获得TFe品位为62.31%、产率79.27%、含硫0.64%的最终铁精矿，TFe品位提高了1.71个百分点，铁精矿铁

回收率为 81.57%。

鉴于粗选硫精矿品位较低，在不添加任何药剂的条件下对其进行了四次扫选试验，以获得合格的硫精矿，试验结果见表 8。

表 8 硫精矿扫选试验结果

Table 8 Test results for scavenging of pyrite concentrate

产品名称	作业产率 /%	对原矿产率 /%	S 品位 /%	S 回收率 /%	S 对原矿回收 /%
最终硫精矿	32.75	6.79	29.32	56.35	49.27
中矿	67.25	13.94	11.06	43.65	38.16
合计	100.00	20.73	17.04	100.00	87.43

由表 8 可知，经四次扫选后可获得品位 29.32%、回收率 56.35% 的硫精矿，对原矿回收率为 49.27%。

4 结 论

(1) 某磁铁精矿 TFe 品位 60.60%，含硫 4.04%，硫主要以磁黄铁矿的形式存在，采用磁选工艺难以实现该铁精矿脱硫。

(2) 试验确定适宜的矿浆 pH 值 5.5，粗选

CuSO₄ 用量 100 g/t，捕收剂为丁黄药和丁铵黑药(配比 1:1)，粗选捕收剂用量 300 g/t。

(3) 在适宜的矿浆值和浮选药剂制度条件下，经一次粗选、四次精选，获得了 TFe 品位为 62.31%、含硫 0.64%、铁回收率为 81.57% 的铁精矿。

参考文献：

- [1] 彭会清, 李禄宏, 徐林, 等. 某铁精矿浮选脱硫试验研究 [J]. 金属矿山, 2005(12): 35-37.
- [2] 李慧. 钢铁冶金概论 [M]. 北京: 冶金工业出版社, 1993.
- [3] Wang H. A review on process-related characteristics of pyrrhotite [J]. Mineral Processing & Extractive Metallurgy Review, 2007, 29(1): 1-41.
- [4] 李祎, 魏昌国, 冯婕, 等. 山东某铁精矿脱硫试验研究 [J]. 山东冶金, 2015(6): 35-36.
- [5] 于慧梅, 王化军. 包钢选厂高硫磁选铁精矿反浮选脱硫试验研究 [J]. 金属矿山, 2012, 41(1): 63-66.
- [6] 杨峰涛, 李玉凤, 王晓旭. 内蒙某铁精矿浮选脱硫试验 [J]. 华北理工大学学报: 自然科学版, 2016, 38(4): 13-18.
- [7] 松全元, 张晓峰. 用 FTIR 研究丁铵黑药浮选磁黄铁矿的作用机理 [J]. 金属矿山, 1996(12): 13-17.

Experimental Research on Desulfurization of a Magnetic Concentrate Ore

Xu Bin, Li Guofeng, Li Fengjiu, Jia Qingmei

(North China University of Science and Technology, Tangshan, Hebei, China)

Abstract: A magnetic concentrate from Hebei Province contains 60.60% total iron and 4.04% sulfur. In order to realize desulfurization of the iron concentrate, reverse flotation method was adopted. The influences of pulp pH value, the dosage of activating agent, the species and the dosage of collectors were investigated. The results showed that the suitable roughing conditions were 5.5 pulp pH value, 100 g/t CuSO₄, and 300 g/t butyl xanthate and ammonium butyl aerofloat with a mass ratio of 1:1. An iron concentrate with 62.31% iron grade and 0.64% sulfur was obtained after one roughing and four cleanings.

Keywords: Iron concentrate; Flotation; Desulfurization