



粗粒磷矿流化床浮选脱镁试验研究

陈传富 何琦 丁世豪 曹亦俊 桂夏辉 邢耀文

Experimental study on magnesium removal from coarse-particle phosphate ore using fluidized bed flotation

CHEN Chuanfu, HE Qi, DING Shihao, CAO Yijun, GUI Xiahui, XING Yaowen

引用本文:

陈传富, 何琦, 丁世豪, 曹亦俊, 桂夏辉, 邢耀文. 粗粒磷矿流化床浮选脱镁试验研究[J]. 北科大: 工程科学学报, 2025, 47(8): 1579–1588. doi: 10.13374/j.issn2095–9389.2024.10.21.002

CHEN Chuanfu, HE Qi, DING Shihao, CAO Yijun, GUI Xiahui, XING Yaowen. Experimental study on magnesium removal from coarse-particle phosphate ore using fluidized bed flotation[J]. *Chinese Journal of Engineering*, 2025, 47(8): 1579–1588. doi: 10.13374/j.issn2095–9389.2024.10.21.002

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.13374/j.issn2095–9389.2024.10.21.002>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

云南某胶磷矿AMICS工艺矿物学研究及其难选机理探讨

Mineralogical analysis of colophane in Yunnan using AMICS and exploration of difficult flotation mechanisms

工程科学学报. 2021, 43(4): 503 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095–9389.2020.02.24.001>

粒度大小对赤铁矿和石英浮选分离的影响

Effect of particle size on flotation separation of hematite and quartz

工程科学学报. 2020, 42(5): 586 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095–9389.2019.06.06.006>

溶液环境对两种菱镁矿阴离子捕收剂浮选泡沫性能的影响

Effect of solution environment on the foam properties of two anionic collectors in magnesite flotation

工程科学学报. 2025, 47(1): 25 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095–9389.2024.04.25.003>

废旧锂电池电极材料浮选行为及表面性质

Flotation behavior and surface properties of spent lithium-ion battery electrode materials

工程科学学报. 2024, 46(1): 97 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095–9389.2022.12.05.002>

甲基取代基对阳离子捕收剂浮选性能的影响

Effect of methyl substituents on flotation performance of cationic collectors

工程科学学报. 2023, 45(8): 1247 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095–9389.2022.07.10.001>

CMC在硫化矿浮选中的抑制作用及其抑制性能影响因素

Depression effect of CMC on sulfide ore flotation and its influencing factors

工程科学学报. 2024, 46(4): 627 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095–9389.2023.02.28.006>

粗粒磷矿流化床浮选脱镁试验研究

陈传富^{1,2,3)}, 何琦^{1,2,3)}, 丁世豪^{1,2)}, 曹亦俊^{1,2,4)}, 桂夏辉^{1,2)}, 邢耀文^{1,2)}✉

1) 中国矿业大学炼焦煤资源绿色开发全国重点实验室, 徐州 221116 2) 中国矿业大学国家煤加工与洁净化工程技术研究中心, 徐州 221116 3) 中国矿业大学化工学院, 徐州 221116 4) 郑州大学化工学院, 郑州 450001

✉通信作者, E-mail: cumtxyw@126.com

摘要 磷矿是重要的非金属矿产资源之一, 脱镁对于其高效利用至关重要. 粗粒磷矿脱镁具有降低能耗、减轻后续浮选压力等优势, 但目前的浮选脱镁方法仍主要聚焦于细粒级. 以云南某磷矿选厂磨机返砂(-300+74 μm , P_2O_5 品位 27.20%, MgO 品位 3.81%) 为对象, 结合分选试验和扫描电子显微镜-能量色散光谱仪(SEM-EDS)分析探究了流化床浮选(Fluidized bed flotation, FBF)对粗粒磷矿的反浮选脱镁效果. 结果表明, FBF 具有粗粒磷矿脱镁效果, 在最优捕收剂用量 $500 \text{ g}\cdot\text{t}^{-1}$ 条件下, 精矿产率为 43.63%, P_2O_5 品位为 31.72%, MgO 品位为 1.68%. 入料粒级对于 MgO 脱除效果影响较大, 精矿中-300+250 μm 、-250+125 μm 、-125+74 μm 三个粒级的 MgO 品位分别为 3.03%、1.32%、1.03%, MgO 脱除率分别为 46.74%、77.62%、94.04%. 根据试验结果提出了 FBF 预选出粗粒精矿、FBF 尾矿再磨再选新工艺, 粗精矿的 MgO 品位和 P_2O_5 回收率可通过入料粒度调节, 粗精矿和浮选机精矿掺混为最终精矿. 本研究为粗粒磷矿浮选脱镁提供了技术支撑.

关键词 粗粒磷矿; 脱镁; 流化床浮选; 反浮选; 工艺

分类号 TD97

Experimental study on magnesium removal from coarse-particle phosphate ore using fluidized bed flotation

CHEN Chuanfu^{1,2,3)}, HE Qi^{1,2,3)}, DING Shihao^{1,2)}, CAO Yijun^{1,2,4)}, GUI Xiahui^{1,2)}, XING Yaowen^{1,2)}✉

1) State Key Laboratory of Coking Coal Resources Green Exploitation, China University of Mining and Technology, Xuzhou 221116, China

2) Chinese National Engineering Research Center of Coal Preparation and Purification, China University of Mining and Technology, Xuzhou 221116, China

3) School of Chemical Engineering and Technology, China University of Mining and Technology, Xuzhou 221116, China

4) School of Chemical Engineering, Zhengzhou University, Zhengzhou 450001, China

✉Corresponding author, E-mail: cumtxyw@126.com

ABSTRACT Phosphate ore is an important non-metallic mineral resource used widely in agriculture, the chemical industry, medicine, national defense, and other fields, and magnesium removal is essential for its efficient utilization. Magnesium removal from coarse phosphate ore has the advantages of lower energy consumption and subsequent flotation pressure, but the current flotation-based magnesium removal methods still focus mainly on fine particle sizes. This is because good monomer dissociation of useful minerals is the premise for mineral sorting. On the other hand, the characteristics of traditional flotation machines limit the particle size of the feed, but high energy consumption due to grinding and deterioration of flotation from over-grinding have become important problems in mineral processing. With the development of fluidized flotation technology, fluidized bed flotation has attracted attention as a coarse-particle flotation technology. Compared with mechanical flotation cells, it is associated with lower turbulence and can significantly

收稿日期: 2024-10-21

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(52274278, 52425407 和 52174265); 江苏省自然科学基金资助项目(BK20240106, BK20240014)

increase the upper limit of flotation particle size. In this study, the effect of fluidized bed flotation (FBF) on reverse flotation for magnesium removal from coarse phosphate rock was investigated by combining the separation test and scanning electron microscopy–energy dispersive spectroscopy (SEM–EDS) analysis to the underflow ($-300+74\ \mu\text{m}$, P_2O_5 grade 27.20%, MgO grade 3.81%) from the mill of a phosphate concentrator in Yunnan Province. The collector dosage significantly affected the yield and grade of the product within a certain range in the process of FBF reverse flotation. Considering the agent dosage, product quality, and recovery rate, when the collector dosage was $500\ \text{g}\cdot\text{t}^{-1}$, the magnesium removal effect was better, with concentrate yield of 43.63%, concentrate MgO grade of 1.68%, P_2O_5 grade of 31.72%, and MgO removal rate of 80.41%. SEM–EDS analysis further showed that FBF had a good effect on magnesium removal from coarse-particle phosphate ore. The MgO grade in FBF concentrate did not continue to decrease with collector dosage change due to the low degree of magnesium dissociation in the concentrate. The influence of phosphate rock particle size on the separation effect of FBF was as follows: the $-250+125\ \mu\text{m}$ fraction exhibited the best separation effect, with a better MgO removal rate and lower P_2O_5 loss; however, the $-300+250\ \mu\text{m}$ and $-125+74\ \mu\text{m}$ fractions had a poor separation effect. This was because the $-300+250\ \mu\text{m}$ coarse fraction was difficult to select, and the gangue removal rate was low, whereas the $-125+74\ \mu\text{m}$ fraction was greatly affected by the water flow, and the P_2O_5 loss was too high. Based on the test results, a new process of FBF pre-separation of coarse concentrate and FBF tailing re-grinding and re-separation was proposed. The MgO grade and P_2O_5 recovery of coarse concentrate could be adjusted based on feed particle size, with coarse concentrate and flotation machine concentrate blended into the final concentrate. This process could facilitate the pre-separation of 43.63% coarse concentrate from the underflow, which has the advantages of reducing energy consumption and reducing the pressure of subsequent flotation and dewatering. This study provides technical evidence in support for flotation-based magnesium removal from coarse-particle phosphate ore.

KEY WORDS coarse phosphate rock; magnesium removal; fluidized bed flotation; reverse flotation; process

磷矿是一种重要的非金属矿产资源,广泛应用于农业、化工、医药、国防等领域^[1-3].我国磷矿储量位居世界第二,但丰而不富,多为贫矿和难选矿,随着近年来的不断开采,高品位磷矿几乎消耗殆尽,而中低品位磷矿多伴生石英、方解石、白云石等矿物,其中白云石中镁杂质的存在会严重影响湿法磷酸及后续磷产品的生产,因此脱除镁杂质对于磷矿的高效利用至关重要^[4-7].

常用的脱除镁杂质的方法主要是浮选法和化学法,其中浮选法是目前相对成熟且应用较广泛的方法^[8].范宛惠等^[9]采用纯矿物磷灰石和白云石(累积粒度分布达到 90% 时所对应的粒径,即 D_{90} ,分别为 67.52 和 $62.17\ \mu\text{m}$)进行浮选实验,探讨了羧甲基纤维素对于两者浮选分离的影响及作用机理,结果表明羧甲基纤维素可能与白云石表面的 Mg^{2+} “桥接”进而阻碍了油酸钠在白云石表面的吸附.李毓豪等^[10]测试了木质素磺酸钠对白云石、磷灰石单矿物和人工混合矿($-74+38\ \mu\text{m}$ 粒级)浮选行为的影响,结果表明木质素磺酸钠以化学吸附的形式作用在白云石钙、镁位点,可以有效抑制白云石.上述研究主要以纯矿物为研究对象,探究了用于浮选脱镁的抑制剂种类及其作用机理.

石波等^[11]对贵州某硅钙质磷矿采用双反浮选工艺,在磨矿细度为 $-74\ \mu\text{m}$ 粒级占比 63% 的条件下,得到了 P_2O_5 品位 34.45%、MgO 的质量分数 0.94%、

P_2O_5 回收率 79.19% 的磷精矿.何翔昊等^[12]对湖北某中低品位高镁胶磷矿进行单一反浮选试验,在磨矿细度为 $-74\ \mu\text{m}$ 粒级占比 70% 的条件下,得到了精矿品位为 30.64%、回收率为 82.05%、MgO 质量分数为 1.34% 的良好浮选指标.沈伟等^[13]对宜昌某胶磷矿在磨矿细度为 $-74\ \mu\text{m}$ 粒级占比 83.87% 的条件下进行了一次粗选、两次扫选的闭路实验,获得了精矿 P_2O_5 品位为 29.38%、回收率为 95.82%、MgO 的质量分数仅为 0.89% 的良好指标.上述研究主要以实际矿物为研究对象,探究了不同浮选工艺及操作条件下脱镁的效果.

然而,无论是纯矿物试验还是实际矿物试验,浮选法脱镁的对象其粒级仍是传统的细粒级,这是因为有用矿物达到较好的单体解离是实现矿物分选的前提,另一方面,传统浮选机的特点也限制了入料的粒度,但是磨矿所带来的高能耗以及过磨所导致的恶化浮选已经成为选矿环节中的重要问题^[14-16],粗粒磷矿脱镁为磷矿选厂解决这一问题带来了可能性,通过对磨机沉砂进行粗粒分选,可以预先分选出一部分高 P_2O_5 品位、低 MgO 品位的精矿,不仅可以降低磨矿的能耗,同时可以减轻后续浮选环节和脱水环节的压力^[17].

随着流态化浮选技术的发展,流化床浮选作为一种粗颗粒浮选技术开始受到关注,流化床浮选柱内稀相矿化区为“浮-重”耦合分选,浓相矿化

区为“重-浮”耦合分选,相较于机械式浮选机具有较低的湍流,可以显著提高浮选粒度上限^[18-21]. Kohmuench等^[22]在佛罗里达某工业磷化厂应用HydroFloat分选机新技术,实现了+1000 μm进料的BPL(骨磷酸钙, Bone phosphate of line)回收率可提高近1倍(即从约35%提高到65%以上),此外还可以将-1000+425 μm进料的BPL回收率从约60%提高到近85%,并进一步在南米德堡选矿厂采用HydroFloat分选机实现了-710+425 μm粗颗粒和-1200+710 μm特粗颗粒的有效回收, BPL回收率为90%~98%,产品BPL的质量分数平均约为60%^[23]. 多年来众多学者对流化床浮选的研究表明其对磷矿、长石、金刚石、金、硫化物矿物、铁矿石、煤等矿物的分选都具有一定的效果^[24-27],但目前关于其在粗粒磷矿脱镁方面的效果研究甚少.

本文以云南某磷矿选厂磨机返砂为试验对

象,在不同捕收剂用量条件下,探索了流化床浮选(Fluidized bed flotation, FBF)对粗粒磷矿脱镁的效果,通过SEM-EDS分析了脱镁效果和粗粒磷矿难选原因,并探究了给料粒度对于分选的影响,研究了粗粒磷矿脱镁的可行性.

1 试验材料

试验矿石为云南某磷矿选厂磨机返砂中-300+74 μm部分.原矿经过HF型粉碎制样机处理使其粒度在43 μm以下,取5.0 g经过压片后采用X射线荧光光谱仪(S8 TIGER, 德国)进行无标样近似定量分析以确定原矿化学组成,取5.0 g采用X射线衍射仪(D8 ADVANCE, 德国)进行矿物组成分析,结果见表1和图1,从中可以看出矿石中主要化学组成为CaO、P₂O₅、SiO₂、MgO、Fe₂O₃、F和Al₂O₃,主要矿物组成为氟磷灰石、石英和白云石.

表1 原矿化学成分分析结果(质量分数)

CaO	P ₂ O ₅	SiO ₂	MgO	Fe ₂ O ₃	F	Al ₂ O ₃	%
45.62	27.31	11.79	6.19	4.07	2.64	1.13	
SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	SrO	MnO	TiO ₂	Others	
0.43	0.24	0.18	0.09	0.07	0.06	0.18	

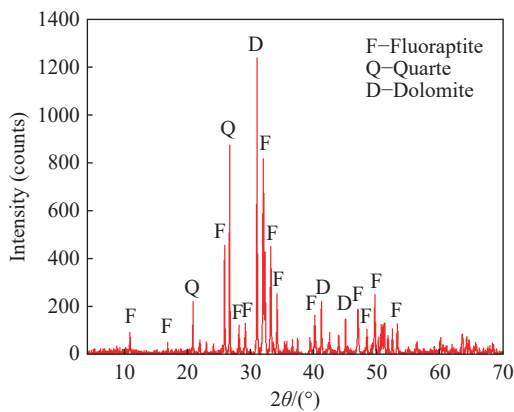


图1 原矿 XRD 图谱

Fig.1 XRD pattern of raw ore

原矿粒度组成和品位分布如表2所示,从中可以看出原矿中-300+250 μm和-125+74 μm粒级占比接近,在23%~27%范围内,-250+125 μm粒级占比较多,为49.44%. P₂O₅品位随着粒级降低而增大,在-300+250 μm、-250+125 μm、-125+74 μm三个粒级中分别为24.37%、27.18%、30.43%,全样P₂O₅品位为27.20%;与P₂O₅相反,MgO品位随着粒级降低而降低,-300+250 μm、-250+125 μm、-125+74 μm三个粒级的MgO品位分别为4.85%、

3.71%、2.86%,全样MgO品位为3.81%.可见,原矿的P₂O₅品位较高,但较高的MgO品位使得该矿物难以直接利用,需要进行脱镁.

表2 原矿粒度组成

Particle size/μm	Yield/%	w(P ₂ O ₅)/%	w(MgO)/%
-300+250	26.66	24.37	4.85
-250+125	49.44	27.18	3.71
-125+74	23.90	30.43	2.86
Total	100.00	27.20	3.81

试验所用捕收剂为选厂提供的脂肪酸类反浮选药剂,在酸性条件下,该药剂同时为白云石和石英的捕收剂,起泡剂为松醇油,抑制剂为硫酸(分析纯).

2 试验方法

2.1 流化床浮选试验

图2为自主搭建的流化床浮选(FBF)试验系统图,该系统主要由搅拌桶、蠕动泵、流化床浮选

柱、压力传感器、文丘里管、水泵和水槽组成。物料经搅拌桶调浆后由蠕动泵给入流化床浮选柱, 在气液固三相流化环境中分选实现矿物分离, 压力传感器用于检测床层压力变化以控制排料, 水泵、水槽和文丘里管用于为系统提供气液两相环境。具体工作过程为: 水槽中的水通过水泵从底部给入流化床浮选柱, 形成上升水流, 从顶部返回水槽, 实现给水循环, 在水槽中加入起泡剂, 开始通气, 运行 5 min 使系统稳定, 搅拌桶中矿浆质量浓度控制在 30%, 在搅拌桶中先加入抑制剂, 搅拌 3 min 后再加入捕收剂, 3 min 后通过蠕动泵将矿浆从顶部给入流化床浮选柱, 分选的溢流进入水槽(双槽), 经过第一个槽沉淀, 沉淀物为溢流产品, 上清液流入第二个槽, 通过水泵实现循环, 流化床浮选柱中物料随着给料的进行不断堆积, 压力传感器达到设定值时开始排料, 底流通过底流阀从流化床浮选柱底部排出。收集溢流和底流产品, 脱水烘干后称重计算产率, 然后化验 P_2O_5 和 MgO 的品位, 计算回收率。试验过程中水速固定为 $1.0 \text{ cm}\cdot\text{s}^{-1}$, 气速固定为 $0.1 \text{ cm}\cdot\text{s}^{-1}$, 起泡剂用量固定为 $10.0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$, 通过添加硫酸控制矿浆 pH 为 5.0。

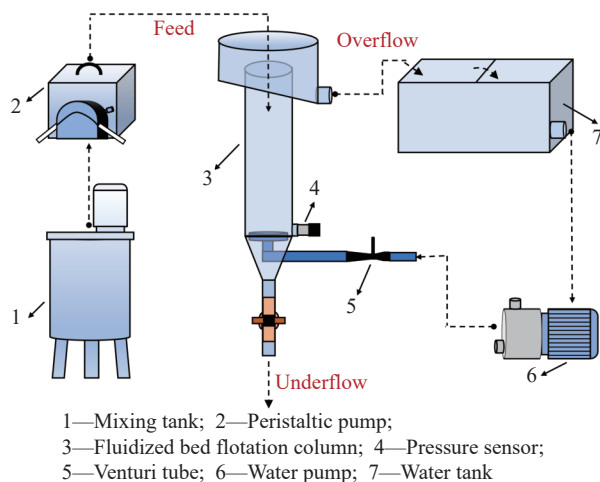


图 2 流化床浮选试验系统图

Fig.2 Diagram of the fluidized bed flotation test system

首先, 在不同捕收剂用量下探究了 FBF 的粗粒磷矿分选效果, 通过精矿产率 γ_c 、精矿 P_2O_5 和 MgO 品位和 P_2O_5 回收率 (ε_p) 和 MgO 脱除率 (ε_{mg}) 评价分选效果。

各个产品的 P_2O_5 和 MgO 品位均由化验得到, 产率 (γ_i) 由下式计算得到:

$$\gamma_i = \frac{W_i}{W_c + W_t}$$

其中, i 代表产品, 为精矿或尾矿; W_i 为产品质量;

W_c 和 W_t 分别为精矿质量和尾矿质量。

入料的 P_2O_5 和 MgO 品位 (α_j) 由下式计算得到:

$$\alpha_j = \beta_j \cdot \gamma_c + \delta_j \cdot \gamma_t$$

其中, j 代表氧化物, 为 P_2O_5 或 MgO; α_j 、 β_j 、 δ_j 分别为原矿、精矿和尾矿的 P_2O_5 或 MgO 品位; γ_c 和 γ_t 分别为精矿产率和尾矿产率。

P_2O_5 回收率 (ε_p) 和 MgO 脱除率 (ε_{mg}) 由下式计算得到:

$$\varepsilon_p = \frac{\beta_p \cdot \gamma_c}{\alpha_p}$$

$$\varepsilon_{mg} = 1 - \frac{\beta_{mg} \cdot \gamma_c}{\alpha_{mg}}$$

其中, β_p 和 β_{mg} 分别为精矿的 P_2O_5 和 MgO 品位; α_p 和 α_{mg} 分别为入料的 P_2O_5 和 MgO 品位; γ_c 为精矿产率。

其次, 将最优捕收剂浓度条件下的原矿、精矿和尾矿筛分为 $-300+250 \mu\text{m}$ 、 $-250+125 \mu\text{m}$ 、 $-125+74 \mu\text{m}$ 三个粒度, 探究了不同粒度的分选效果。通过各粒度精矿 P_2O_5 和 MgO 品位、各粒度精矿分配率 (ε_c) 评价分选效果。

原矿、精矿和尾矿中各粒度的 P_2O_5 和 MgO 品位均由化验得到, 某粒度在精矿中的分配率 (ε_c) 和在尾矿中的分配率 (ε_t) 由下式计算得到:

$$\varepsilon_c = \frac{\alpha_p - \delta_p}{\beta_p - \delta_p} \cdot 100\%$$

$$\varepsilon_t = 100\% - \varepsilon_c$$

其中, α_p 、 β_p 和 δ_p 分别为原矿、精矿和尾矿中该粒度的 P_2O_5 品位, 均由化验得到。

2.2 SEM-EDS 分析

对 FBF 入料、精矿和尾矿烘干之后混匀取样, 采用扫描电子显微镜 (SEM, COXEM, 韩国) 结合能量色散光谱仪 (EDS) 对其进行分析。SEM-EDS 分析过程如图 3 所示, 主要分析过程为: 先对分析对象采用离子溅射仪进行喷金处理, 之后放入扫描电镜的样品仓, 利用聚焦的高能电子束扫描样品, 成像得到样品形貌, 采用面扫描法, 通过探测和分析电子束与物质相互作用时产生的特征 X 射线能量以确定样品中的元素分布和含量^[28-30]。

3 试验结果

3.1 捕收剂用量对 FBF 分选效果的影响

图 4 为精矿 (底流) 产率和精矿 (底流) 品位 (图 4(a))、尾矿 (溢流) 产率、MgO 脱除率和 P_2O_5 回收率 (图 4(b)) 随捕收剂用量的变化规律, 可以

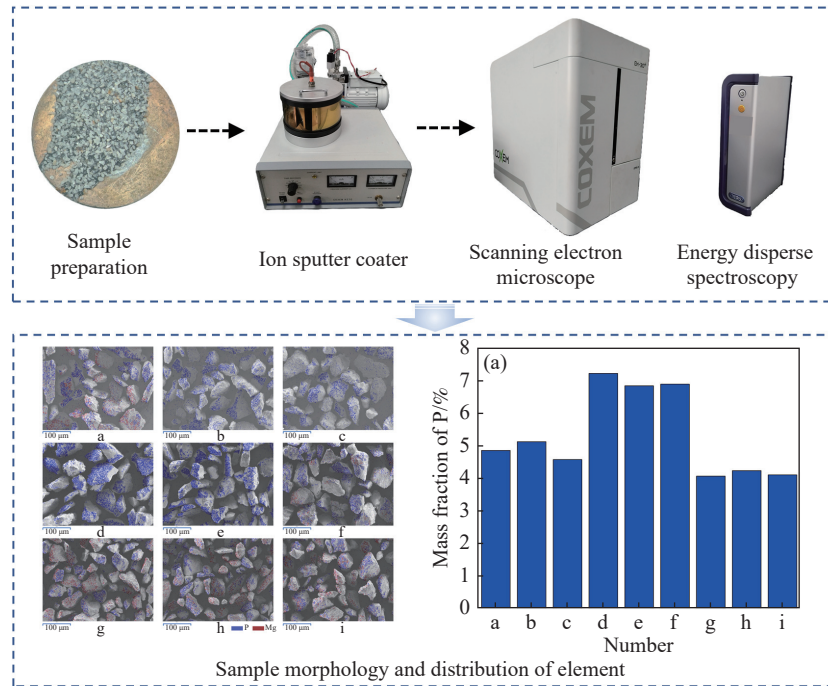


图3 SEM-EDS 分析过程示意图

Fig.3 Schematic diagram of SEM-EDS analysis

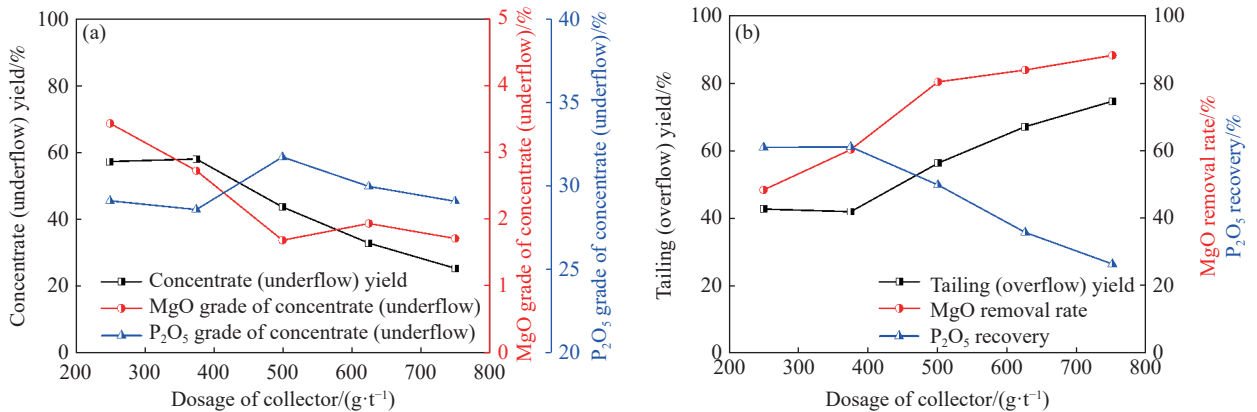


图4 不同捕收剂用量的影响。(a) 精矿产率和精矿品位变化; (b) 尾矿产率、MgO 脱除率和 P_2O_5 回收率变化

Fig.4 Analysis findings based on the change in collector dosage: (a) variation of concentrate yield and concentrate grade; (b) variation of tailing yield, MgO removal rate, and P_2O_5 recovery

看出在 FBF 反浮选过程中, 对于 $-300+74 \mu m$ 粒级物料, 捕收剂用量在一定范围内对产品产率和品位的影响较为显著。

由图 4(a)可以看出, 当捕收剂用量控制在 $400 g \cdot t^{-1}$ 之内时, 精矿产率和精矿 P_2O_5 品位没有明显变化, 而精矿 MgO 品位变化较大, 从 3.43% 降到 2.73%, 这主要是由于捕收剂用量较小, 具有较好的选择性, 作用于白云石表面使其疏水上浮进入溢流, 因此可以在精矿产率变化不大的情况下降低精矿 MgO 品位。而当捕收剂用量大于 $400 g \cdot t^{-1}$ 时, 捕收剂的选择性相对下降, 这时其不仅作用于白云石、石英表面, 还作用于氟磷灰石表面, 使得

进入溢流的产物变多, 因此精矿产率下降明显, 此时精矿 MgO 品位依旧呈下降趋势, 而精矿 P_2O_5 品位由于白云石和石英的不断上浮呈现出增加的趋势, 在捕收剂用量为 $500 g \cdot t^{-1}$ 时, 精矿 P_2O_5 品位最高为 31.72%。当捕收剂用量超过 $500 g \cdot t^{-1}$ 时, 精矿 P_2O_5 品位开始下降, 这主要是由于氟磷灰石也开始大量进入溢流, 而底流中 MgO 品位趋于稳定, 镁品位无法继续降低的原因可能是底流中镁的解离度较低、多以连生体的形式与其他矿物伴生存在。由图 4(b)可以看出, 随着捕收剂用量的增加, 溢流产率在增加的同时, MgO 脱除率不断提高, P_2O_5 回收率呈下降趋势, 当捕收剂用量超过 500

$\text{g}\cdot\text{t}^{-1}$ 时, MgO 脱除率增加趋势减缓. 因此, 综合考虑药剂用量、产品质量和 MgO 脱除率, 可以得到在捕收剂用量为 $500 \text{ g}\cdot\text{t}^{-1}$ 时, 脱镁效果较好, 此时精矿产率为 43.63%, 精矿 MgO 品位为 1.68%, P_2O_5 品位为 31.72%, MgO 脱除率为 80.41%.

3.2 SEM-EDS 分析结果

对原矿及捕收剂用量为 $500 \text{ g}\cdot\text{t}^{-1}$ 的试验底流和溢流烘干之后混匀取样, 采用扫描电子显微镜结合能量色散光谱仪对其进行分析, 结果见图 5 和图 6.

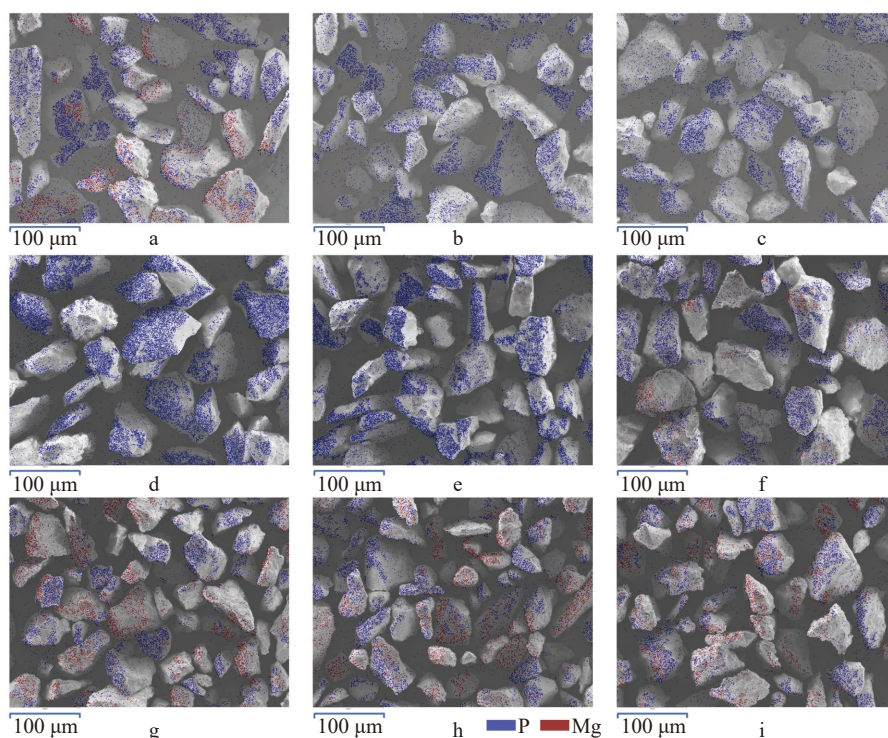


图 5 捕收剂用量为 $500 \text{ g}\cdot\text{t}^{-1}$ 的试验样品 SEM-EDS 分析 (a、b、c 为试验原矿, d、e、f 为试验精矿, g、h、i 为试验尾矿)

Fig.5 SEM-EDS analysis of test samples with a collector dosage of $500 \text{ g}\cdot\text{t}^{-1}$ (Panels a, b, and c show the test raw ore; d, e, and f show the test concentrate; g, h, and i show the test tailing)

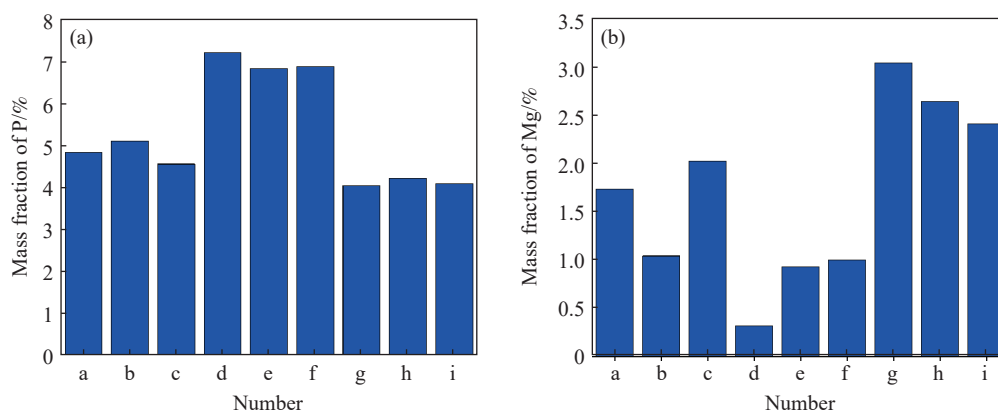


图 6 捕收剂用量为 $500 \text{ g}\cdot\text{t}^{-1}$ 的试验样品分布图总数谱图分析。(a)P 的质量分数; (b)Mg 的质量分数

Fig.6 Total distribution map spectrum analysis of test samples with a collector dosage of $500 \text{ g}\cdot\text{t}^{-1}$: (a) mass fraction of P; (b) mass fraction of Mg

图 5 为捕收剂用量为 $500 \text{ g}\cdot\text{t}^{-1}$ 的试验样品 SEM-EDS 分析, 其中 a、b、c 为试验原矿分析结果, d、e、f 为试验精矿(底流)分析结果, g、h、i 为试验尾矿(溢流)分析结果. 从图中可以看出, FBF 的底流粒度较粗, 溢流粒度较细, 可以归结于流化

床浮选柱的分级作用, 溢流中拥有一部分的粗粒, 从元素分布可以看出多为含镁颗粒, 此为流化床浮选柱的分选作用, 可以看出 FBF 在粗粒分选方面具有较好的效果. 从图中还可以看出, 相较于入料和溢流中镁的含量, FBF 底流中镁的含量经过

分选得到显著下降,但底流中仍含有一部分的镁,这部分镁无法得到有效回收的原因主要在于其解离度较低,从图 5(f)中可以看出暴露于矿物表面的镁分布较为分散,且暴露比较小,图 5(d)和(e)分析结果显示不出镁的分布,可能是由于镁的解离度较差所导致。

图 6 为捕收剂用量为 $500 \text{ g}\cdot\text{t}^{-1}$ 的试验样品分布图总数谱图分析,其中图 6(a)是 P 含量分布,图 6(b)是 Mg 含量分布,编号与图 5 中编号一一对应。从图 6(a)中可以看出,底流中 P 含量与原矿中 P 含量相差较大,溢流中 P 含量与原矿中 P 含量相差较小,这与 FBF 试验结果一致,其原因在于溢流产率较高,同时该试验目的在于反浮选脱镁,上升水流的作用弱化了对细粒磷矿的分选,导致绝大部分细粒磷矿进入了溢流,因此溢流中的 P 含量接近原矿中的 P 含量,对于这部分溢流需要给入磨机充分解离后进入浮选作业。从图 6(b)中可以看出, d、e、f 中镁的含量显著较低,这说明流化床浮选对于粗粒磷矿的脱镁具有良好效果,其中 b、c、d、e 中均含有 Mg,这说明图 5 中 b、c、d、e 中未显示镁的分布其原因在于解离度过低,没有暴露在矿物表面,这在一定程度上限制了脱镁效果,也是粗粒分选长期以来存在的问题。

3.3 磷矿粒度对 FBF 分选效果的影响

采用 $250 \mu\text{m}$ 和 $125 \mu\text{m}$ 标准筛,对捕收剂用量为 $500 \text{ g}\cdot\text{t}^{-1}$ 条件(最优条件)下 FBF 试验的入料和分选产品进行了筛分,基于此分析了粒度对 FBF 分选效果的影响。

图 7 展示了不同粒级的精矿(底流)和尾矿(溢流)分配率,可见随着粒度降低,更多物料受到水流淘析作用而不加分选地上升进入尾矿,这导致

精矿分配率,即精矿产率随着粒度降低而降低,由图 7 可见, $-300+250 \mu\text{m}$ 、 $-250+125 \mu\text{m}$ 、 $-125+74 \mu\text{m}$ 三个粒级的精矿分配率分别为 77%、60%、17%。

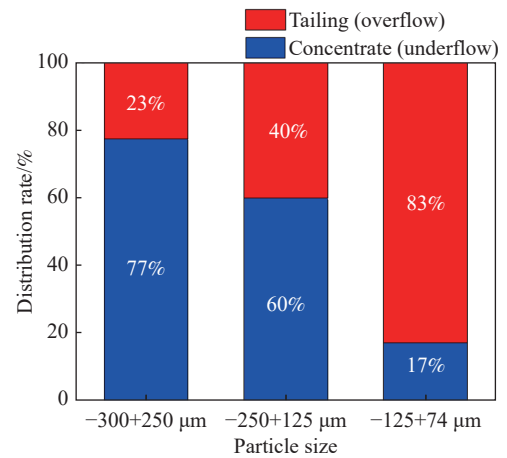


图 7 捕收剂用量为 $500 \text{ g}\cdot\text{t}^{-1}$ 的试验样品各粒级分配率

Fig.7 Fractional distribution rate of the test samples with a collector dosage of $500 \text{ g}\cdot\text{t}^{-1}$

图 8 展示了样品粒度对 FBF 分选效果的影响。由图 8(a)可见, MgO 脱除率随着粒度降低而逐渐升高,同时精矿中 MgO 含量随着粒度降低而降低,最优条件下, $-300+250 \mu\text{m}$ 、 $-250+125 \mu\text{m}$ 、 $-125+74 \mu\text{m}$ 三个粒级的精矿 MgO 品位分别为 3.03%、1.32%、1.03%, MgO 脱除率分别为 46.74%、77.62%、94.04%。这表明细粒级白云石更易于上浮进入尾矿,粗粒级白云石难浮的可能机理首先来自于其表面暴露比较低,若连生体表面暴露的白云石比例较小,或粒度较小,其颗粒-气泡粘附难度显著增加,导致难浮性增大;其次,大颗粒上浮需要更大的上浮力,因而需要粘附多个气泡,或粘附较大的气泡以提供充足的浮力,这导致大粒度白云石难浮性增大。图 8(b)展示了 P_2O_5 回收率和精矿

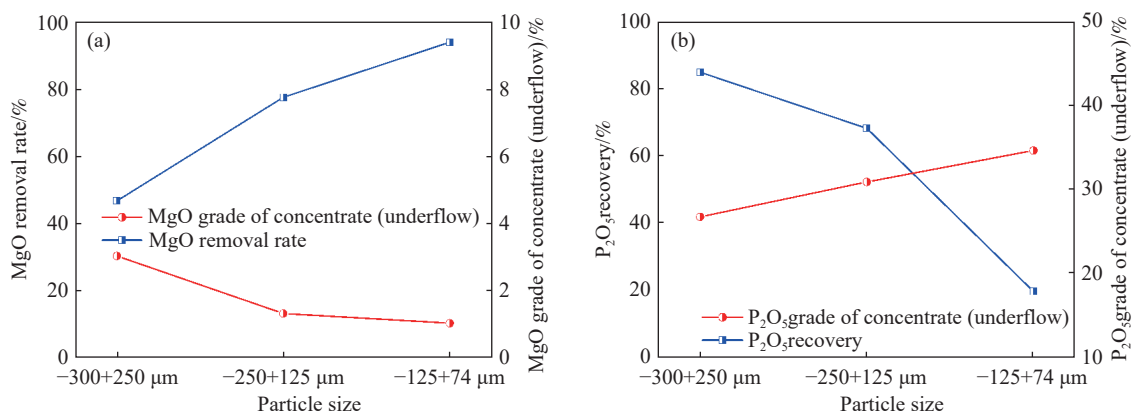


图 8 样品粒度对 FBF 分选效果的影响。(a) 精矿 MgO 品位和 MgO 脱除率的变化; (b) 精矿 P_2O_5 品位和 P_2O_5 回收率的变化

Fig.8 Effect of particle size on FBF: (a) variation in concentrate MgO grade and MgO removal rate; (b) variation in concentrate P_2O_5 grade and P_2O_5 recovery

P_2O_5 品位随粒级变化规律, 可见随着粒度下降 P_2O_5 回收率显著下降, 而精矿 P_2O_5 品位逐渐增大, $-300+250 \mu\text{m}$ 、 $-250+125 \mu\text{m}$ 、 $-125+74 \mu\text{m}$ 三个粒级的 P_2O_5 回收率分别为 84.70%、67.98%、19.40%, 精矿 P_2O_5 品位分别为 26.65%、30.80%、34.55%, 结合图 5 和图 7 推断可知, P_2O_5 回收率随粒度下降的原因在于细粒级的精矿分配率较小, 导致更多氟磷灰石上浮损失于溢流中, 而精矿 P_2O_5 品位随粒级降低而增加的原因在于细粒级脉石矿物分选效果更优. 综合可见, $-250+125 \mu\text{m}$ 能够获得较好的 MgO 脱除率和较低的 P_2O_5 损失, 而 $-300+250 \mu\text{m}$ 粗粒级由于难选, 脉石脱除率低, $-125+74 \mu\text{m}$ 粒级受水流影响大, P_2O_5 损失过多.

3.4 FBF 反浮选选厂流程设计

流化床浮选多用于预选抛尾, 其在硫化矿选厂中的主要流程为预选排除一部分粗粒尾矿, 其精矿再磨后进入后续传统浮选环节^[31], 然而同硫化矿不同, 磷矿整体品位较高, 正浮选抛尾会损失大量精矿, 而反浮选抛尾过程中捕收剂捕收白云石和石英的同时, 连生体中的氟磷灰石也随之上浮进入尾矿, 同时受到水流夹带的影响, 氟磷灰石

损失更加严重, 这导致脉石脱除率和氟磷灰石回收率之间存在矛盾, 因此通过 FBF 预选抛尾难以实现, 然而预选脱镁具有可能性. 从脱镁角度加以考虑, 正浮选脱镁会受到水流夹带的影响, 这使得细粒级脱镁难度极大, 需要严格控制入料粒度, 然而对于反浮选脱镁来说, 水流夹带起到积极作用, 通过脱镁预选获得一部分高 P_2O_5 品位、低 MgO 品位的精矿具有一定的可能性, 上述试验也证明了该方案的可行性. 因此, 可以采用如下流程将 FBF 引入磷矿选厂, 如图 9 所示, 具体流程为: 分级旋流器沉砂经过 $300 \mu\text{m}$ 分级筛, 筛下物进入 FBF 作业, FBF 尾矿(溢流)经过脱水后返回分级旋流器前的磨矿作业, FBF 精矿(底流)同浮选机精矿掺混为最终精矿, 这可以解决有效 FBF 精矿 MgO 含量稍高的问题, 同时 FBF 精矿的 MgO 品位和 P_2O_5 回收率可通过入料粒度调节. 该流程引入 FBF 反浮选, 可以从沉砂($-300+74 \mu\text{m}$ 粒级占比 53.78%)中预选出 43.63% 粗粒精矿, 一方面可以降低磨机返回量、降低磨矿能耗, 另一方面可以减轻后续浮选环节压力, 同时 FBF 精矿水分较低, 从脱水角度也具有较大优势.

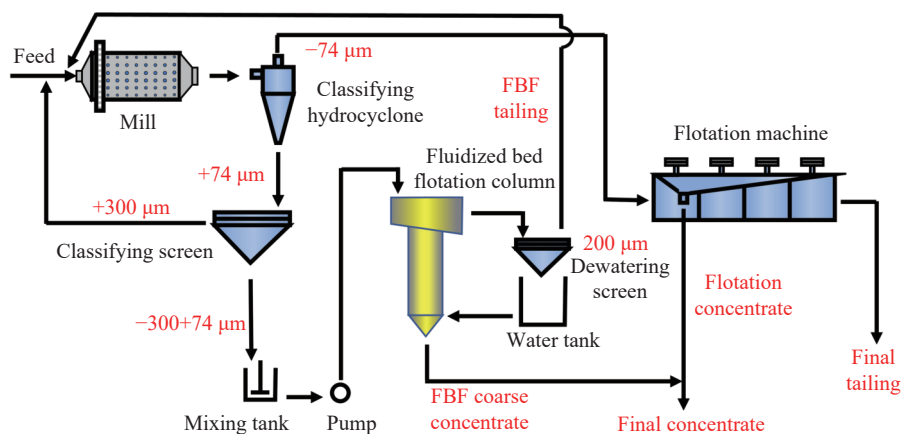


图 9 FBF 反浮选选厂流程图

Fig.9 Flow chart of the FBF reverse flotation concentrator

4 结论

根据对上述试验结果的分析讨论, 可以得出以下主要结论:

(1) 在 FBF 反浮选过程中, 捕收剂用量在一定范围内对产品产率和品位的影响较为显著, 综合考虑药剂用量、产品质量和回收率, 可以得到在捕收剂用量为 $500 \text{ g}\cdot\text{t}^{-1}$ 时, 脱镁效果较好, 此时精矿产率为 43.63%, 精矿 MgO 品位为 1.68%, P_2O_5 品位为 31.72%, MgO 脱除率为 80.41%.

(2) SEM-EDS 分析进一步表明 FBF 对于粗粒

磷矿脱镁具有良好效果, 同时表明 FBF 精矿中的 MgO 品位随着捕收剂用量改变无法继续下降的原因在于精矿中的镁其解离度较低.

(3) 磷矿粒度对 FBF 分选效果的影响规律为: $-250+125 \mu\text{m}$ 粒级分选效果最好, 能够获得较好的 MgO 脱除率和较低的 P_2O_5 损失, $-300+250 \mu\text{m}$ 和 $-125+74 \mu\text{m}$ 粒级分选效果较差, 其原因在于 $-300+250 \mu\text{m}$ 粗粒级较为难选, 脉石脱除率低, $-125+74 \mu\text{m}$ 粒级受水流影响大, P_2O_5 损失过多.

(4) 可以采用分级旋流器沉砂中 $-300+74 \mu\text{m}$

进入 FBF 作业, FBF 尾矿再磨再选, FBF 精矿同浮选机精矿掺混为最终精矿的流程将 FBF 引入磷矿选厂, 该流程可以实现从沉砂(-300+74 μm 粒级占比 53.78%)中预选出 43.63% 粗粒精矿, 具有降低能耗、减轻后续浮选和脱水环节压力等优势。

参 考 文 献

- [1] Tang Y, Zhu A N, Chen B B, et al. Research and development of technologies for separating strategic non-metallic minerals in China. *Ind Miner Process*, 2022, 51(11): 19
(唐远, 朱奥妮, 陈琲琲, 等. 我国战略性非金属矿产分离技术发展. 化工矿物与加工, 2022, 51(11): 19)
- [2] Liu Y T, Luo H H, Zhao J, et al. Research status and development of phosphate ore dressing in China. *China Non Met Miner Ind*, 2023(5): 1
(刘宇桐, 罗惠华, 赵军, 等. 中国磷矿选矿研究现状与展望. 中国非金属矿工业导刊, 2023(5): 1)
- [3] Liu S Y, Han B S, Zhao T L, et al. Current status and prospects of the research on flotation reagent for medium and low grade phosphorite ore. *Multipurp Util Miner Resour*, 2021(6): 91
(刘树永, 韩百岁, 赵通林, 等. 中低品位磷矿浮选药剂研究现状与展望. 矿产综合利用, 2021(6): 91)
- [4] Wu F F, Wang J X, Liu J T, et al. Distribution, geology and development status of phosphate resources. *Geol China*, 2021, 48(1): 82
(吴发富, 王建雄, 刘江涛, 等. 磷矿的分布、特征与开发现状. 中国地质, 2021, 48(1): 82)
- [5] Liu W B, Huang W X, Ma H, et al. China's phosphate ore resources distribution and the progress of phosphate ore dressing technology. *Ind Miner Process*, 2020, 49(12): 19
(刘文彪, 黄文萱, 马航, 等. 我国磷矿资源分布及其选矿技术发展. 化工矿物与加工, 2020, 49(12): 19)
- [6] Xiao Y, Yang X S, Xu D H, et al. Research progress on MgO removal technology for beneficiating middle to low P_2O_5 grade phosphate rock. *Ind Miner Process*, 2021, 50(5): 42
(肖勇, 杨秀山, 许德华, 等. 中低品位磷矿脱镁技术研究进展. 化工矿物与加工, 2021, 50(5): 42)
- [7] Miao J Y, Qi S L, Hou C H, et al. Research status and breakthrough ideas of green full utilization technology of phosphate ore resources. *Chem Bioeng*, 2024, 41(5): 1
(苗俊艳, 齐帅亮, 侯翠红, 等. 磷矿资源绿色全量利用技术研究现状与突破思路. 化学与生物工程, 2024, 41(5): 1)
- [8] Yang X J, Hu G T, Wang S H. Research progress of magnesium removal technology from medium and low grade phosphate rocks. *Conserv Util Miner Resour*, 2022, 42(2): 67
(杨晓健, 胡国涛, 王诗瀚. 中低品位磷矿脱镁技术研究进展. 矿产保护与利用, 2022, 42(2): 67)
- [9] Fan W H, Ji Z J, Yang F, et al. Effect and mechanism of carboxymethyl cellulose on flotation separation of apatite against dolomite. *Conserv Util Miner Resour*, 2024, 44(1): 61
(范宛惠, 姬志杰, 杨帆, 等. 羧甲基纤维素对磷灰石与白云石浮选分离的影响及机理研究. 矿产保护与利用, 2024, 44(1): 61)
- [10] Li Y H, Liu H, Yang B Q, et al. Application and its mechanism of sodium lignosulfonate in magnesium removal from phosphate ore by direct flotation. *Nonferrous Met (Miner Process Sect)*, 2023(3): 152
(李毓豪, 刘华, 杨丙桥, 等. 木质素磺酸钠在磷矿正浮选脱镁中的应用及机理研究. 有色金属(选矿部分), 2023(3): 152)
- [11] Shi B, Xu W, Tian Y, et al. Processing technology and mechanism for double reverse flotation of phosphate ore from Guizhou. *Min Metall Eng*, 2022, 42(6): 74
(石波, 徐伟, 田言, 等. 贵州某磷矿双反浮选工艺及机理研究. 矿冶工程, 2022, 42(6): 74)
- [12] He X H, Li Z L, Tang Y, et al. Experimental study on reverse flotation for magnesium removal of a medium and low-grade colophonite in Hubei province. *Ind Miner Process*, 2024, 53(3): 16
(何翔昊, 李智力, 唐远, 等. 湖北某中低品位胶磷矿反浮选脱镁试验研究. 化工矿物与加工, 2024, 53(3): 16)
- [13] Shen W, Weng X Q, Zhu S Y, et al. Demagnesium performance of reverse flotation test on colophonite from Yichang. *Yunnan Chem Technol*, 2024, 51(8): 52
(沈伟, 翁孝卿, 朱思宇, 等. 宜昌某低品位胶磷矿反浮选脱镁实验研究. 云南化工, 2024, 51(8): 52)
- [14] Wu Z X, Tao D P. Mineralogical analysis of colophonite in Yunnan using AMICS and exploration of difficult flotation mechanisms. *Chin J Eng*, 2021, 43(4): 503
(吴中贤, 陶东平. 云南某胶磷矿 AMICS 工艺矿物学研究及其难选机理探讨. 工程科学学报, 2021, 43(4): 503)
- [15] Cai Z J, Yang W Q, He H T, et al. Study on the washability of a phosphate rock in Yunnan based on narrow particle size flotation. *Yunnan Chem Technol*, 2023, 50(3): 36
(蔡忠俊, 杨稳权, 何海涛, 等. 基于窄粒级浮选的云南某胶磷矿可选性研究. 云南化工, 2023, 50(3): 36)
- [16] Jameson G J. New directions in flotation machine design. *Miner Eng*, 2010, 23(11-13): 835
- [17] Shen Z C, Luo S Y, Yang Y H, et al. An overview of fluidized flotation technology. *Nonferrous Met (Miner Process Sect)*, 2019(5): 20
(沈政昌, 罗世瑶, 杨义红, 等. 流态化浮选技术概述. 有色金属(选矿部分), 2019(5): 20)
- [18] Kohmuench J N, Mankosa M J, Thanasekaran H, et al. Improving coarse particle flotation using the HydroFloat™ (raising the trunk of the elephant curve). *Miner Eng*, 2018, 121: 137
- [19] He Q, Yin Q L, Wei Z, et al. Process mineralogy and fluidized-bed flotation pre-discarding study on coarse molybdenum ore. *Chin J Nonferrous Met*, 2023, 33(8): 2729
(何琦, 尹青临, 卫召, 等. 粗粒辉钼矿工艺矿物学及流态化浮选抛废研究. 中国有色金属学报, 2023, 33(8): 2729)
- [20] Liu J C, He Q, Yin Q L, et al. Fluidized flotation of coarse particles I: Kinetic zoning and stability analysis of mineralized gas flocs. *Chin J Nonferrous Met*, 2024, 34(11): 3792

- (刘金成, 何琦, 尹青临, 等. 粗颗粒流态化浮选 I: 动力学分区及矿化气絮体稳定性分析. 中国有色金属学报, 2024, 34(11): 3792)
- [21] Fosu S, Awatey B, Skinner W, et al. Flotation of coarse composite particles in mechanical cell vs. The fluidised-bed separator (The HydroFloat™). *Miner Eng*, 2015, 77: 137
- [22] Kohmuench J N, Luttrell G H, Mankosa M J. Coarse particle concentration using the HydroFloat separator. *Min Metall Explor*, 2001, 18(2): 61
- [23] Kohmuench J N, Mankosa M J, Kennedy D G, et al. Implementation of the HydroFloat technology at the south fort Meade Mine. *Min Metall Explor*, 2007, 24(4): 264
- [24] Anzoom S J, Bournival G, Ata S. Coarse particle flotation: A review. *Miner Eng*, 2024, 206: 108499
- [25] Verster I, Awatey B, Forbes L, et al. Small-scale fluidised bed flotation device for ore amenability testing. *Miner Eng*, 2024, 216: 108848
- [26] Yin Q L, Ding S H, Zhang Y Q, et al. Study on particle fluidization characteristics and separation effect of coarse slime fluidized flotation. *Coal Sci Technol*, 2024, 52(10): 218
(尹青临, 丁世豪, 张怡晴, 等. 粗煤泥流态化浮选颗粒流化特性及分选效果研究. 煤炭科学技术, 2024, 52(10): 218)
- [27] Awatey B, Thanasekaran H, Kohmuench J N, et al. Critical contact angle for coarse sphalerite flotation in a fluidised-bed separator vs. a mechanically agitated cell. *Miner Eng*, 2014, 60: 51
- [28] Wang Z. Application of scanning electron microscopy–energy dispersive analysis (SEM–EDS) plane scanning method in failure analysis of polymer materials. *China Insp Body Lab*, 2022, 30(6): 7
(王忠. 扫描电子显微镜–能谱分析仪(SEM–EDS)中面扫描法在高分子材料失效分析中的应用. 中国检验检测, 2022, 30(6): 7)
- [29] Han L N, Xin J, Chen Y F, et al. Analysis and application for deactivation of hydrogenation catalyst by SEM–EDS combination means. *Ind Catal*, 2023, 31(1): 56
(韩龙年, 辛靖, 陈禹霏, 等. SEM–EDS 组合手段对加氢催化剂失活的分析及应用. 工业催化, 2023, 31(1): 56)
- [30] Wen L G, Jia M X, Zhao J J, et al. Application of a SEM–EDS-based automated process mineralogy analyzing system on the occurrence state of silver in copper ore flotation tailings. *Rock Miner Anal*, 2024, 43(3): 417
(温利刚, 贾木欣, 赵建军, 等. 工艺矿物学参数自动分析系统在铜矿浮选尾矿银赋存特征研究中的应用. 岩矿测试, 2024, 43(3): 417)
- [31] Awatey B, Thanasekaran H, Kohmuench J N, et al. Optimization of operating parameters for coarse sphalerite flotation in the HydroFloat fluidised-bed separator. *Miner Eng*, 2013, 50: 99