

阴阳离子组合捕收剂浮选锂云母的试验研究^{*}

吕子虎^{1,2}, 赵登魁^{1,2}, 沙惠雨^{1,2}, 刘长森^{1,2}, 卫敏^{1,2}, 吴东印^{1,2}

(1. 中国地质科学院郑州矿产综合利用研究所, 河南 郑州 450006; 2. 国土资源部多金属矿评价与综合利用重点实验室, 河南 郑州 450006)

摘 要: 组合捕收剂间具有协同作用, 可以提高矿物浮选的选择性和回收率。以某锂云母矿石为研究对象, 研究捕收剂的组合、组合比、用量等因素对锂云母精矿品位和回收率的影响, 确定了最佳的阴阳离子捕收剂组合是氧化石蜡皂和十二胺, 质量比 4 : 1, 应用于该锂云母矿石闭路试验获得含 Li_2O 3.77%、回收率 72.58% 的锂云母精矿, 捕收剂组合效果较好。

关键词: 组合捕收剂; 阴阳离子捕收剂; 锂云母; 浮选

中图分类号: TD977 **文献标志码:** B **文章编号:** 1001-0076(2017)02-0081-04

DOI: 10.13779/j.cnki.issn1001-0076.2017.02.015

Experimental Study on Lepidolite Flotation with Anion-cation Combined Collectors

LV Zihu^{1,2}, ZHAO Dengkui^{1,2}, SHA Huiyu^{1,2}, LIU Changmiao^{1,2}, WEI Min^{1,2}, WU Dongyin^{1,2}

(1. Zhengzhou Institute of Multipurpose Utilization of Mineral Resources, Zhengzhou 450006, China; 2. Key Laboratory of Evaluation and Multipurpose Utilization of Polymetallic Ore of Ministry of Land and Resources, Zhengzhou 450006, China)

Abstract: Combined collector has synergistic effect and can improve selectivity and recovery in mineral flotation. Taking a lepidolite ore as research object, this paper mainly studied influence of collector's combination, combination ratio and reagent dosage on lepidolite concentrate grade and recovery. The best anion-cation combined collector was prepared by anionic collector oxidized paraffin soap and cationic collector dodecylamine with a combination ratio of 4 : 1. It was demonstrated that the combined collector possessed a better flotation performance, through which a lepidolite concentrate containing 3.77% Li_2O with a recovery of 72.58% was obtained.

Key words: combined collector; anion-cation combined collector; lepidolite; flotation

矿物浮选分离领域, 组合捕收剂的使用最早出现在 1903 ~ 1904 年英国和美国报道的卡特尔莫尔油浮选法, 即加入大量的油和皂类使硫化矿集块沉槽、而脉石矿物被上升水流带走, 1924 ~ 1926 年皂类、黄药类、二硫代磷酸盐等离子型捕收剂的出现促进了组合药剂使用的蓬勃发展, 40 ~ 50 年代离子型

捕收剂的组合应用已成为捕收剂组合使用研究的主导方向, 到 21 世纪组合药剂的研究和发展一直长盛不衰, 在萤石、白钨矿、黑钨矿、锂辉石、铁矿及长石等矿物的浮选分离中得到广泛应用^[1-8]。与药剂单独使用相比, 药剂组合使用产生的协同作用或协同效应, 可提高目的矿物的品位或回收率、降低药剂费

* 收稿日期: 2016-08-24

基金项目: 中国地质调查局地质调查项目(121201017000150001); 国土资源部公益性行业科研专项(201211069)

作者简介: 吕子虎(1980-)男, 河南信阳人, 硕士, 高级工程师, 从事矿物加工与综合利用研究工作。

用等。

锂云母属于典型的层状硅酸盐矿物,基本结构是由呈八面体配位的阳离子夹在两个 $[(\text{Si},\text{Al})\text{O}_4]$ 四面体网层之间组成的,在外力作用下主要沿层面断裂,解离面上暴露出 K^+ 和硅氧四面体阴离子。锂云母解离面与端面的面积比很大,致使表面多价阳离子对阴离子的相对密度较低,另外暴露在表面的 K^+ 极易溶解,与水溶液中的 H^+ 交换,矿物表面具有较强的键合羟基的能力,因此锂云母表面带有较为恒定的负电荷(零电点低),在阴离子油酸钠浮选体系的整体 pH 值范围内几乎不浮,在阳离子十二胺浮选体系较宽的 pH 值范围内($\text{pH} = 2.0 \sim 11.0$)均具有较好的可浮性^[9-11]。阴阳离子捕收剂组合使用可以发挥药剂之间的协同作用而提高矿物表面的疏水性,在碱性 pH 值范围内,矿物表面荷负电时,阳离子(胺离子)首先吸附在矿物表面,接着阴离子(油酸根离子)通过电性中和产生共吸附,进而形成络合物,提高矿物的浮游性。

某锂云母矿石在酸性条件下(硫酸调浆 $\text{pH} < 3$),采用十二胺浮选,锂云母粗精矿品位低、回收率高,对矿泥比较敏感,后期精选精矿品位难以提高,且酸性较强、腐蚀设备严重;碱性条件下,采用十二胺浮选,泡沫上浮量大,锂云母精矿 Li_2O 品位不到 2%,回收率仅 60% 左右,分选指标较差。为此,开展阴阳离子组合捕收剂浮选锂云母的试验研究,以探讨捕收剂的组合使用对锂云母浮选效果的影响及拓宽组合捕收剂的应用领域,本文主要研究阴阳离子组合捕收剂的筛选、组合比以及用量等条件对锂云母浮选效果的影响。

1 试验原料及试验方法

1.1 试验原料

试验原料来自于某锂云母矿石,矿石中主要有用矿物为锂云母,其次为含锂白云母,主要脉石矿物有石英、长石、方解石、高岭土、黑云母等。锂云母粒度粗细不均,粗粒可到 3 mm,细粒多在 0.01 mm 以下,被石英和长石包裹,单体解离困难。含锂白云母多呈细粒集合体状或者细脉状分布,粒度微细,多在 0.002 ~ 0.01 mm 之间,可浮性较差,易损失在尾矿。此外,矿石风化较强,含有一定的粘土矿物,易形成矿泥,将会影响矿石的分选。试样化学多元素分析

结果见表 1。

表 1 试样化学多元素分析					/%
成分	Li_2O	Rb_2O	CsO_2	Al_2O_3	SiO_2
含量	1.00	0.19	0.031	15.69	65.70
成分	Fe_2O_3	K_2O	Na_2O	CaO	MgO
含量	0.31	3.31	2.68	3.38	0.28

1.2 试验方法

依据此锂云母矿石的矿物组成、矿物嵌布特征及锂云母的浮选特性,确立原矿—磨矿—脱泥—弱碱性体系下、阴阳离子组合捕收剂浮选锂云母的工艺流程(见图 1),浮选设备采用 XFD III 系列实验室单槽浮选机(规格有 0.5 L、0.75 L、1.0 L、1.5 L)。前期条件试验已确定矿石适合选别的磨矿细度为磨矿产品中 -0.074 mm 占 50%,脱除细泥粒度为 $15\text{ }\mu\text{m}$,脱除量约占原矿的 10% 左右,矿浆 pH 值 8,水玻璃为分散剂和脉石抑制剂,用量为 2 kg/t 。

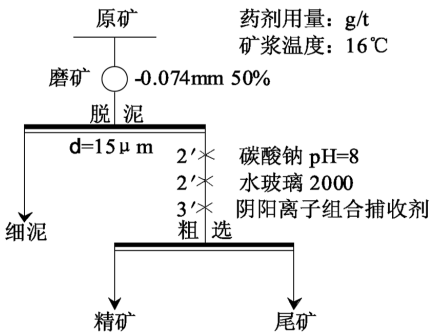


图 1 浮选工艺流程

2 试验及结果分析

2.1 阴阳离子捕收剂组合对锂云母浮选效果的影响

常用的阳离子捕收剂有十二胺(DDA)、混合胺和椰油胺等,阴离子捕收剂主要有脂肪酸及其皂、油酸(OA)、石油磺酸钠(SPS)、十二烷基磺酸钠(SDS)等。本次试验以 DDA 为阳离子捕收剂,考察其与 OA、SPS、氧化石蜡皂(731)和 SDS 等阴离子捕收剂组合对锂云母浮选效果的影响,试验结果见图 2。其中,阴阳离子捕收剂用量为 $0.4\text{ kg/t} + 0.1\text{ kg/t}$ 。

图 2 表明:相同的试验条件,OA + DDA 组合的锂云母精矿含 Li_2O 3.22%,回收率最低,仅有

64.65%;SPS + DDA 组合的锂云母精矿含 Li_2O 3.42%,品位最高,回收率 73.71%;731 + DDA 组合的锂云母精矿含 Li_2O 3.31%,回收率 75.87%,分选效果较好;SDS + DDA 组合的锂云母精矿品位最低,含 Li_2O 仅 2.41%,分选效果较差,综合考虑选取 731 + DDA 组合为锂云母浮选的阴阳离子组合捕收剂。

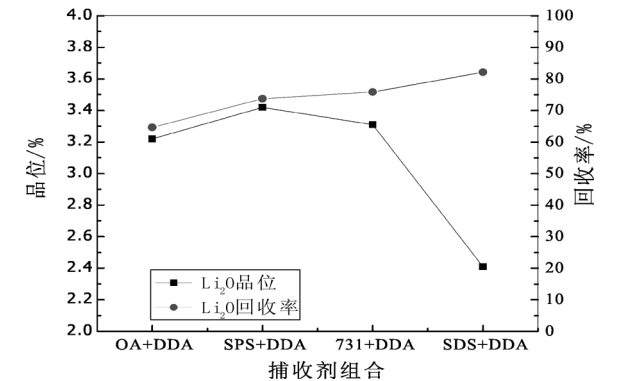


图2 阴阳离子捕收剂组合对锂云母浮选效果的影响

2.2 阴阳离子捕收剂质量比对锂云母浮选效果的影响

捕收剂的质量比例是影响其组合效果的主要因素,更是影响锂云母浮选效果的重要因素,为此进行阴阳离子捕收剂的质量比试验(731 : DDA),试验结果见图 3。

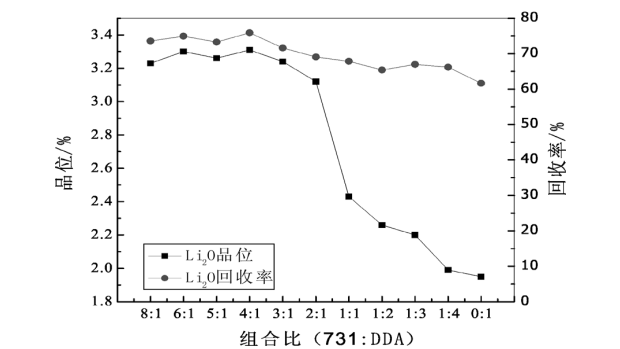


图3 阴阳离子捕收剂质量比对锂云母浮选效果的影响

试验现象和图 3 结果表明:组合捕收剂用量一定时,单独使用十二胺,泡沫上浮量大,锂云母精矿 Li_2O 品位不到2%,回收率仅 60%左右,分选指标较差;单独使用氧化石蜡皂,无泡沫。组合使用时,质量比(731 : DDA)由 1 : 4 变化到 1 : 1 时,精矿 Li_2O 品位明显增加,但依然小于 2.5%回收率增加缓慢;质量比为 2 : 1 时,精矿 Li_2O 品位出现突变提高到 3.12%,回收率增加到 74.40%,分选指标明显

变好;质量比由 3 : 1 变化到 8 : 1 时,精矿 Li_2O 品位和回收率进一步增加,但趋势渐缓且稍有波动;质量比为 4 : 1 时,精矿 Li_2O 品位 3.31%,回收率 75.87%,分选指标最好,因此确定氧化石蜡皂和十二胺的质量比为 4 : 1。

2.3 阴阳离子捕收剂组合用量对锂云母浮选效果的影响

在确定了阴阳离子捕收剂组合比的基础上,进一步探究 731 + DDA 的组合用量对锂云母浮选效果的影响,试验结果见图 4。

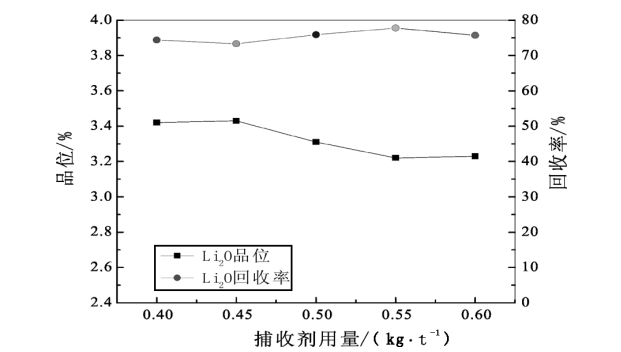


图4 组合捕收剂用量对锂云母浮选的影响

图 4 表明:随着组合捕收剂用量的增加,锂云母精矿 Li_2O 品位缓慢降低,回收率先增后降,在氧化石蜡皂 0.4 kg/t + 十二胺 0.1 kg/t 时,分选指标较好,故选择组合捕收剂用量为 0.5 kg/t 。

2.4 阴阳离子捕收剂组合应用试验

详细研究了磨矿条件、细泥、捕收剂组合、组合比及用量等因素对锂云母精矿品位和回收率的影响,确定了最佳的浮选条件,进一步开展了流程结构试验、开路试验以及优化试验等,最终确定了应用于该锂云母矿石的闭路试验流程(见图 5),阴阳离子捕收剂组合应用试验结果见表 2。

表 2 捕收剂组合应用闭路试验结果 /%			
产品名称	产率	Li_2O 品位	Li_2O 回收率
精矿	20.16	3.77	72.58
尾矿	69.25	0.30	19.84
细泥	10.59	0.75	7.58
原矿	100.00	1.05	100.00

捕收剂组合应用闭路试验采用磨矿—脱泥,一次粗选、两次扫选、两次精选,中矿顺序返回的工艺

流程,以氧化石蜡皂和十二胺为组合药剂,组合比 4:1,用量为 0.375 kg/t,得到含 Li_2O 3.77%、回收率 72.58% 的锂云母精矿,分选指标较好。

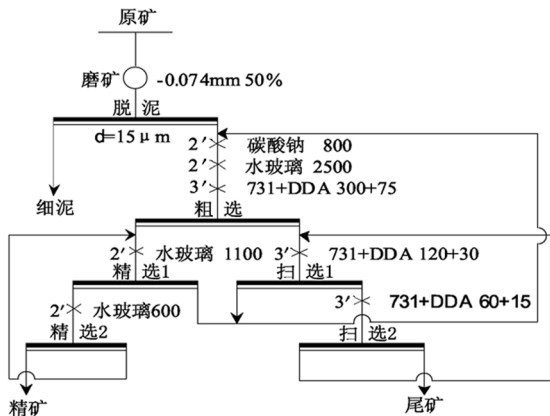


图5 捕收剂组合应用闭路试验流程

3 结语

(1) 十二胺与油酸、石油磺酸钠、十二烷基磺酸钠和氧化石蜡皂等都可形成阴阳离子捕收剂组合,且对锂云母的浮选效果都比单一捕收剂效果好;十二胺与 731 组合效果最好,与石油磺酸钠组合效果次之,与油酸组合精矿回收率最低,与十二烷基磺酸钠组合精矿品位最低。

(2) 氧化石蜡皂和十二胺为阴阳离子组合捕收剂应用于该锂云母矿石,采用原矿—磨矿—脱泥—浮选的工艺流程,闭路试验时,药剂组合比 4:1,用量为 0.375 kg/t,获得含 Li_2O 3.77%、回收率 72.58% 的锂云母精矿,选矿指标较理想,同时说明

阴阳离子捕收剂组合效果较好。

参考文献:

- [1] 张闯. 浮选药剂的组合使用[M]. 北京:冶金工业出版社,1994.
- [2] 刘述忠,李晓阳,徐晓军,等. 捕收剂组合使用的研究概况[J]. 云南冶金,2002,31(4):17-20.
- [3] 艾光华,严华山,聂庆民,等. 组合捕收剂浮选回收某尾矿中萤石的试验研究[J]. 非金属矿,2015,38(4):43-45.
- [4] 黄发兰,马英强,印万忠,等. 组合捕收剂浮选回收云南某白钨矿的选矿试验研究[J]. 有色金属(选矿部分),2016(1):78-82.
- [5] 冯木,孙伟,刘若华,等. 组合捕收剂在锂辉石浮选中协同作用的研究[J]. 有色金属(选矿部分),2015(2):96-100.
- [6] 邱显扬,高玉德,韩兆元. 组合捕收剂对黑钨矿颗粒间相互作用的影响研究[J]. 矿冶工程,2012,32(6):47-50.
- [7] 张钊,冯启明,王维清,等. 阴阳离子捕收剂在长石与石英表面的吸附特性[J]. 中南大学学报(自然科学版),2013,44(4):1312-1318.
- [8] 王毓华,任建伟. 阴阳离子捕收剂反浮选褐铁矿试验研究[J]. 矿产保护与利用,2004(4):33-35.
- [9] 孙传尧,印万忠. 关于硅酸盐矿物的可浮性与其晶体结构及表面性质关系的研究[J]. 矿冶,1998,7(3):22-28,37.
- [10] 贾木欣,孙传尧. 几种硅酸盐矿物零电点、可浮性及键价分析[J]. 有色金属(选矿部分),2001(6):1-9.
- [11] 孙传尧,印万忠. 硅酸盐矿物浮选原理[M]. 北京:科学出版社,2001.