

# 新型两性捕收剂的制备及其对磷矿的浮选性能

李杰, 聂光华\*, 李嘉欣

贵州大学 矿业学院, 贵州 贵阳 550025

中图分类号: TD923<sup>+</sup>.13; TD971<sup>+</sup>.3 文献标识码: A 文章编号: 1001-0076(2021)06-0124-07  
DOI: 10.13779/j.cnki.issn1001-0076.2021.06.015

**摘要** 近年来, 氨基酸型两性捕收剂在磷矿选矿过程中已经取得了较好的分选效果。以丙烯酸甲酯法制备 N-十二烷基-β-氨基丙酸钠(C12Giy), 并采用响应面法构建回归模型和响应面曲线分析对其合成工艺条件进行优化。结果表明, 反应温度对浮选磷精矿回收率的影响最显著, 而反应时间对磷精矿品位的影响最显著, 反应时间与反应温度的交互作用对磷精矿回收率与品位的影响最显著。通过 Design Expert 软件分析可知, 两性捕收剂 C12Giy 性能最优的合成条件为: 十二胺与丙烯酸甲酯的物料质量配比为 1:1.5, 反应时间 40 min, 反应温度为 70 °C。在该条件下合成的 C12Giy 用作浮选捕收剂时, 磷精矿的品位与回收率分别达到 28.78% 与 64.04%, 理论综合效率值与实际综合效率值分别为 5.74% 与 5.49%, 表明该模型的预测结果较可靠。

**关键词** 新型两性捕收剂; 合成工艺; 响应面法; 交互作用; 磷矿; 浮选

## 引言

磷矿作为生产工业磷肥的主要原料, 已被我国列为重要战略资源<sup>[1]</sup>。根据中华人民共和国自然资源部颁布的《中国矿产资源报告 2020》可知, 中国磷矿探明储量为 259.32 亿 t, 而难选的胶磷矿约占 80%<sup>[2-3]</sup>。虽然我国磷矿资源储量丰富, 但 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 平均品位仅为 16.95%, 品位大于 30% 的富矿只占 6.75%<sup>[4]</sup>。随着磷化工行业的迅速发展, 高品位磷矿资源日渐枯竭, 越来越多的人开始注重利用贫、细、杂的中低品位胶磷矿<sup>[5]</sup>。但目前的浮选药剂的生产指标尚不理想, 因此研制一种选择性强、高效、经济与环保的浮选药剂对硅钙质胶磷矿的浮选具有重要意义。

浮选是中低品位硅钙质矿石最主要的分选方法<sup>[6-7]</sup>。硅钙质胶磷矿成分复杂, 最主要的有用矿物是胶磷矿, 其主要成分是磷酸盐, 但含有少量硅酸盐矿物与倍半氧化物的集合体。脉石矿物主要是白云石与石英。由于胶磷矿与白云石表面都含有钙离子, 导致其表面物理化学性质相似, 钙离子容易与脂肪酸发生反应, 使两种矿物的可浮性差异不大, 直接浮选难以将二者分离<sup>[8-10]</sup>。氨基酸型两性捕收剂同时具有阳离子

官能团氨基(-NH<sub>2</sub>)与阴离子官能团羧基(-COOH)的性质, 因而具有水溶性好和耐低温的特点<sup>[11]</sup>。之前的报道发现<sup>[12]</sup>, 与传统的脂肪酸类捕收剂相比, 具有一个或两个羧基的氨基酸型两性捕收剂对含钙矿物的选择性明显更高。N-十二烷基酰甘氨酸钠对方解石的捕收性能强于磷灰石, 而 N-十二烷基酰氨基丙酸钠对磷灰石的选择性强于方解石<sup>[13]</sup>。曹沁波等<sup>[14]</sup>研究了 N-十六烷基酰甘氨酸对氟磷灰石与白云石的捕收能力, 发现该捕收剂与氟磷灰石表面的两个钙原子形成了三齿配体。通过这种相互作用方式, 该药剂在氟磷灰石表面的吸附量明显多于白云石表面。由于白云石和方解石的晶体结构有很大差异, 以前的研究集中在磷灰石-方解石浮选体系中, 很少有人将氨基酸型两性捕收剂应用于磷灰石-白云石-石英浮选体系中。

本文以响应面法构建回归方程和响应面曲线优化新型氨基酸型两性捕收剂 N-十二烷基-β-氨基丙酸钠(C12Giy)的合成条件, 并探究对该两性捕收剂 C12Giy 影响最大的因素以及各个因素之间的交互作用。最后通过模型的预测功能得到 C12Giy 的最佳合成条件, 并验证模型的可靠性。

收稿日期: 2021-10-11

基金项目: 贵州大学博士基金资助项目(贵大人基合字(2016)60号)

作者简介: 李杰(1995-), 男, 内蒙古呼和浩特人, 硕士研究生, 主要研究方向为难选矿石分选及其机理研究, E-mail: 1052032518@qq.com。

通信作者: 聂光华(1973-), 男, 博士, 副教授, 主要研究方向为难选矿石分选及资源综合利用, E-mail: ghnice@gzu.edu.cn。

# 1 试样与方法

## 1.1 试样

所用硅钙质磷块岩取自贵州省某地。原矿经自然晾干后,使用 XPF - 100 × 125A 型破碎机将其破碎,得到 - 2 mm 粒级的矿样;先将试样混合均匀,然后采用四分法得到分析和试验样品。原矿 X 射线衍射图谱与多元素分析结果分别如图 1、表 1 所示。

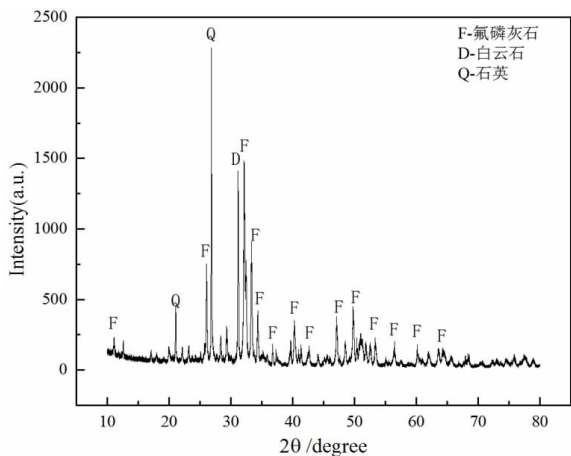


图 1 原矿 X 射线衍射图谱 (XRD)  
Fig. 1 X - ray diffraction pattern (XRD) of raw ore

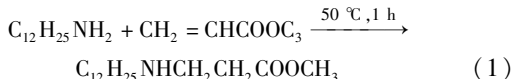
表 1 硅钙质磷矿原矿化学多元素分析结果 / %  
Table 1 Results of chemical multi - element analysis of silicon - calcium phosphate ore

成分	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	F
含量	25.29	24.20	33.19	2.23	8.05	1.55	1.41

由图 1 可知,该原矿中主要的矿物组成是氟磷灰石、白云石和石英,其中白云石与石英是主要的脉石矿物。通过表 1 可知,该原矿属于中品位硅钙质磷矿,其中硅酸盐矿物与倍半氧化物含量较高,不利于矿物的分选。

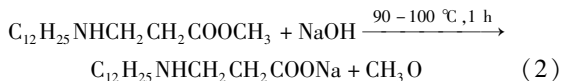
## 1.2 药剂制备

N - 十二烷基 - β - 氨基丙酸钠 (C12Giy) 是用丙烯酸甲酯法制备而成<sup>[15]</sup>。氨基酸型两性捕收剂 C12Giy 是通过十二胺与丙烯酸甲酯等摩尔比制备<sup>[16]</sup>,配制成 2 % 的水溶液使用,其合成反应方程式如(1)与(2)所示。



取 24 g 十二胺置于 250 mL 三颈烧瓶中放在集热式恒温磁力搅拌器内,在 40 °C 下将十二胺加热至熔融状态。然后将温度升至 50 °C,在 1 h 内,将 12.05 g 丙

烯酸甲酯缓慢地滴加到正在搅拌的十二胺体系中。滴加完毕后,保温反应 5 h。减压蒸馏去除多余的丙烯酸甲酯,得到反应中间产物十二烷基 - β - 氨基丙酸甲酯。



向快速搅拌加热至 90 ~ 100 °C 的中间产物十二烷基 - β - 氨基丙酸甲酯中滴加 5.2 g 氢氧化钠溶液进行皂化反应,持续反应 1 h,然后降温至 70 °C,减压蒸馏除去甲醇气体,得到最终产物 N - 十二烷基 - β - 氨基丙酸钠。

## 1.3 响应面优化法

响应面法是一种将试验设计与数学建模结合起来对数据进行优化的方法,主要是对有代表性的点进行试验,将各因素与试验结果拟合起来得到函数关系构建回归模型,最终得到各因素的最优值<sup>[17-18]</sup>。本文中响应面优化使用的软件为 Design Expert 8.0,首先通过设计试验因素与水平确定试验方案。利用软件中的响应面方差法分析与回归模型显著性检验构建回归模型方程,进而确定各因素的显著性大小。相比于正交试验,响应面法具有试验次数相对较少、周期短、结果准确性高、构建的回归方程精度高以及便于观察各因素间交互作用的优点<sup>[19]</sup>。

## 1.4 浮选试验工艺

利用 Design Expert 软件,采用中心组合试验,对十二胺与丙烯酸甲酯的物料配比、反应时间以及反应温度进行响应曲线设计,优化该两性捕收剂 C12Giy 的合成条件。浮选试验工艺流程如图 2 所示。试验选取质量分数 20% 的硫酸作为浮选抑制剂,以盐酸与氢氧化

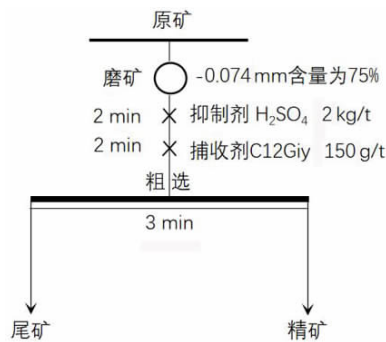


图 2 反浮选试验工艺流程  
Fig. 2 Flotation test process flow chart

钠(0.01 mol/L)为 pH 调整剂,C12Giy 作为浮选捕收剂,浮选 3 min 后得到泡沫产品为尾矿,槽底产品为精矿。将这两种产品干燥、称重和化验分析,根据化验结果计算各产品的浮选回收率与品位,最终确定该两性

捕收剂 C12Giy 的最佳合成条件。

## 2 优化试验

### 2.1 优化方案

按照单因素合成试验结果可知,十二胺与丙烯酸甲酯的物料配比、反应时间与反应温度对氨基酸型两性捕收剂 C12Giy 的浮选性能影响较大<sup>[20]</sup>。为了获得氨基酸型两性捕收剂 C12Giy 的最佳浮选性能,利用响应面法对其合成条件进行优化。将十二胺与丙烯酸甲酯的物料配比、反应时间以及反应温度三个因素作为响应面因素,同时探究三个因素之间的交互作用对 C12Giy 浮选性能的影响。按照 Box - Behnken Design 原理,表 2 列出了试验相关的因素、水平以及编码。

表 2 试验因素水平及编码

Table 2 Test factor level and coding

因素	编码	单位	水平		
			-1	0	1
物料配比	A		1 : 1	1 : 1.5	1 : 2
反应时间	B	min	40	80	120
反应温度	C	℃	70	80	90

### 2.2 优化过程与结果分析

试验根据 Design Expert 给出的试验方案,完成 17 组试验并将其结果填入表 3。本文将综合效率值作为 C12Giy 性能的评价指标如公式 3 所示<sup>[21]</sup>。

表 3 响应面设计试验及结果

Table 3 Response surface design test and results

编号	因素			E/%	ε/%	β/%
	A	B	C			
1	1 : 1	40	80	4.32	61.80	27.26
2	1 : 2	40	80	3.32	57.31	26.79
3	1 : 1	120	80	2.72	58.06	26.37
4	2 : 1	120	80	1.83	53.57	25.9
5	1 : 1	80	70	4.48	57.50	27.58
6	1 : 2	80	70	3.51	53.01	27.11
7	1 : 1	80	90	2.95	54.76	26.63
8	1 : 2	80	90	2.07	50.27	26.16
9	1 : 1.5	40	70	5.49	64.55	28.78
10	1 : 1.5	120	70	5.02	58.75	27.89
11	1 : 1.5	40	90	5.01	59.75	27.83
12	1 : 1.5	120	90	3.46	56.01	26.94
13	1 : 1.5	80	80	4.26	53.72	27.64
14	1 : 1.5	80	80	4.27	53.60	27.65
15	1 : 1.5	80	80	4.23	53.52	27.63
16	1 : 1.5	80	80	4.24	53.58	27.63
17	1 : 1.5	80	80	4.21	53.71	27.60

$$E = \frac{\varepsilon \times (\beta - \alpha)}{\beta \times (100 - \alpha)} \times 100\% \quad (3)$$

式中: E 代表选矿综合效率,% ; α 为原矿品位,% ; β 为精矿品位,% ; ε 为精矿回收率,% 。

### 2.3 回归模型的建立

根据 Design Expert 软件中的响应面方差方法分析和回归模型显著性检验对数据进行处理得到磷精矿回收率关于自变量物料配比(A)、反应时间(B)和反应温度(C)的三元二次回归模型方程如公式(4)所示。通过对该模型的回归拟合系数分析可知  $R^2 = 0.9204$ ,表明该回归模型预测值较准确。图 3 为磷精矿回收率残差的正态分布曲线。表 4 为磷精矿回收率方差分析结果。

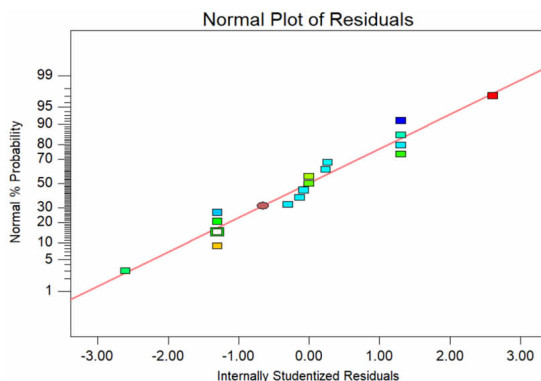


图 3 磷精矿回收率残差分布

Fig. 3 Concentrate recovery rate residual error distribution

表 4 磷精矿回收率模型方差分析结果

Table 4 Variance analysis result of concentrate recovery rate model

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	212.78	9	23.64	151.72	<0.0001	极显著
A	40.32	1	40.32	258.74	<0.0001	极显著
B	36.21	1	36.21	232.37	<0.0001	极显著
C	21.19	1	21.19	135.98	<0.0001	极显著
AB	0	1	0	0	1	不显著
AC	0	1	0	0	1	不显著
BC	1.06	1	1.06	6.81	0.035	显著
A <sup>2</sup>	3.49	1	3.49	22.40	0.0021	极显著
B <sup>2</sup>	103.98	1	103.98	667.28	<0.0001	极显著
C <sup>2</sup>	5.76	1	5.76	36.96	0.0005	极显著
残差	1.09	7	0.16			
失拟	1.06	3	0.35	47.28	0.0014	极显著
纯误差	0.03	4	7.48E - 003			
总离差	213.87	16				

由图 3 可知,各点均匀分布在直线两侧且距离直线位置较近,表明该回归模型的拟合度较好。F 值与 P 值的大小代表相关系数的显著性<sup>[22]</sup>。由表 4 可知,该回归模型的 F 值是 151.72, P 值 <0.0001,表明该回归模型的显著性为极显著,表明使用公式(4)对试验结果进行分析和预测是可行的。通过该模型系数的显

著性检验可知,对磷精矿回收率影响极显著( $P < 0.01$ )的因素是  $A$ 、 $B$ 、 $C$  以及二次项系数  $A^2$ 、 $B^2$  和  $C^2$ ,而对磷精矿回收率影响显著( $P < 0.05$ )的因素为二次项系数  $BC$ 。各因素对磷精矿回收率的显著性影响由大到小依次为  $B$ 、 $C$ 、 $A$ 。说明本次试验研究选定的三个因素水平内,C12Giy 的反应时间( $B$ )对浮选磷精矿回收率影响最大,因此应该重点考虑反应时间。

$$R = 172.4075 + 6.436A - 0.65314B - 2.13695C - (4.104783E - 16)AB + (6.21725E - 16)AC + (1.28750E - 3)BC - 3.642A^2 + 3.10594E - 3B^2 + 0.011695C^2 \quad (4)$$

磷精矿品位对自变量物料配比( $A$ )、反应时间( $B$ )以及反应温度( $C$ )的一元二次回归模型方程如公式(5)所示,该模型的回归拟合系数  $R^2 = 0.4964$ ,表明该模型预测值较精准。图 4 为磷精矿品位残差的正态分布曲线。磷精矿回归模型方差分析结果见表 5。

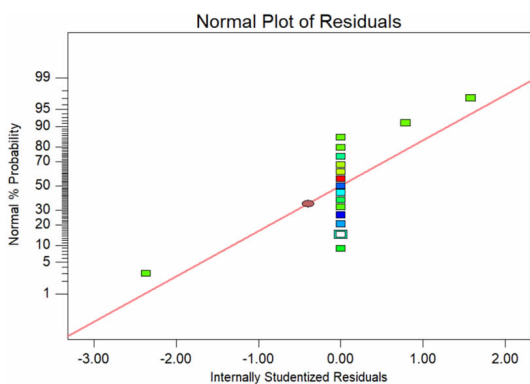


图 4 磷精矿品位残差分布  
Fig. 4 Concentrate grade residual distribution

表 5 磷精矿品位回归模型方差分析结果

Table 5 Analysis of variance of concentrate grade regression model

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	8.41	9	0.93	4 674.14	<0.0001	极显著
A	0.44	1	0.44	2 209	<0.0001	极显著
B	1.58	1	1.58	7921	<0.0001	极显著
C	1.80	1	1.80	9025	<0.0001	极显著
AB	0	1	0	0	1	不显著
AC	0	1	0	0	1	不显著
BC	0	1	0	0	1	不显著
$A^2$	4.38	1	4.38	21 903.16	<0.0001	极显著
$B^2$	3.789E-003	1	3.789E-003	18.95	0.0033	极显著
$C^2$	0.28	1	0.28	1 423.16	<0.0001	极显著
残差	1.400E-003	7	2.00E-004			
失拟	0	3	0	0	1	不显著
纯误差	1.400E-003	4	3.500E-004			
总离差	8.41	16				

有发生严重偏离现象,说明该模型的拟合度较好。由表 5 可知,回归模型的  $F$  值为 4 674.14,  $P$  值 < 0.0001,表明该回归模型极显著。失拟项的  $P$  值大于 0.05,表明失拟项不显著,说明回归方程拟合度高,试验误差小,可以用来对试验结果进行分析与预测<sup>[23]</sup>。由模型系数的显著性检验结果可知,因素  $A$ 、 $B$ 、 $C$  以及二次项  $A^2$ 、 $B^2$  和  $C^2$  对磷精矿品位的影响极显著( $P < 0.01$ )。三个因素对磷精矿品位的影响显著性大小依次为  $C$ 、 $B$ 、 $A$ 。这表明在试验研究所选定的三个因素中,C12Giy 的反应温度对浮选磷精矿品位影响最大。因此,若要提高磷精矿品位时,则重点控制反应温度。

$$G = 40.365 + 11.77A - (8.12500E - 3B) - 0.4635C - (2.53964E - 16)AB - (4.48253E - 16)AC - (9.71445E - 9)BC - 4.08A^2 - (1.87500E - 5)B^2 + (2.60000E - 3)C^2 \quad (5)$$

### 2.4 交互作用分析及优化结果

为了进一步研究各因素间交互作用对磷精矿回收率与品位的影响,对各因素之间进行响应面分析,三个因素对磷精矿回收率与磷精矿品位的等高线与响应面立体分析结果分别如图 5 ~ 7 与图 8 ~ 10 所示。

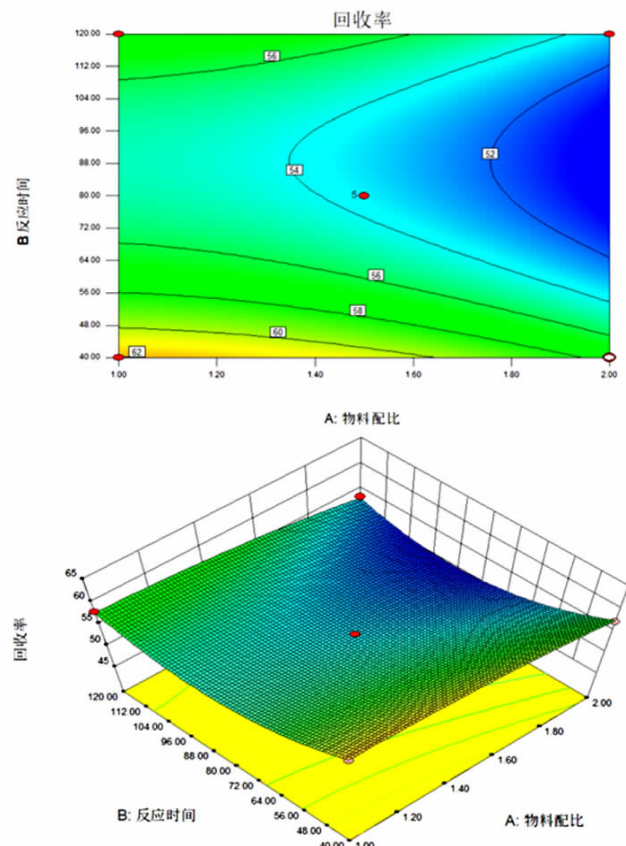


图 5 A 与 B 因素间交互作用对磷精矿回收率影响的等高线与三维响应曲面图  
Fig. 5 Contour lines and three-dimensional response surface plots of the influence of the interaction between factors A and B on the recovery rate of concentrate

由图 4 可知,所有数据都集中分布在直线两侧,没

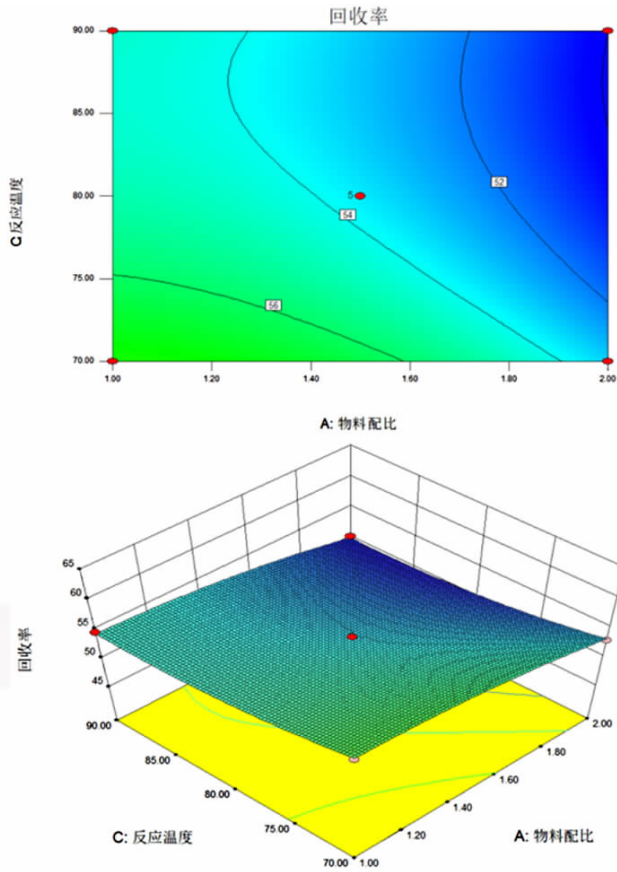


图6 A与C因素间交互作用对磷精矿回收率影响的等高线与三维响应曲面图

Fig. 6 Contour lines and three - dimensional response surface plots of the influence of the interaction between factors A and C on the recovery rate of concentrate

通常认为等高线形状为马鞍形或椭圆形表明两个因素间的交互作用较明显<sup>[24]</sup>。由图5~图7可知,反应时间(B)与反应温度(C)之间的等高线为明显的椭圆。在所选的响应因素与水平下,图中最小椭圆上的红点即为响应值极点,在三维响应曲面上即为磷精矿回收率最高的点。反应时间(B)与反应温度(C)之间交互作用对磷精矿回收率的影响最为显著。反应时间是影响磷精矿回收率最主要的因素,随着反应时间的增加,磷精矿回收率呈现先下降后上升的趋势。这可能是由于反应时间与反应温度的增加,该化学反应副产物增多,从而恶化了浮选,导致磷精矿回收率下降。尽管反应温度与物料配比的变化对精矿回收率也有一定影响,但变化不明显。即反应温度处于不同水平时,磷精矿回收率随时间的变化而变化,这表明磷精矿回收率受反应时间与反应温度间的交互作用影响显著。

由图8~图10可知,对磷精矿品位影响最显著的是反应时间与反应温度之间的交互作用。反应温度是影响磷精矿品位最主要的因素,随着反应温度与反应时间的增加,磷精矿品位呈现下降的趋势。究其原因

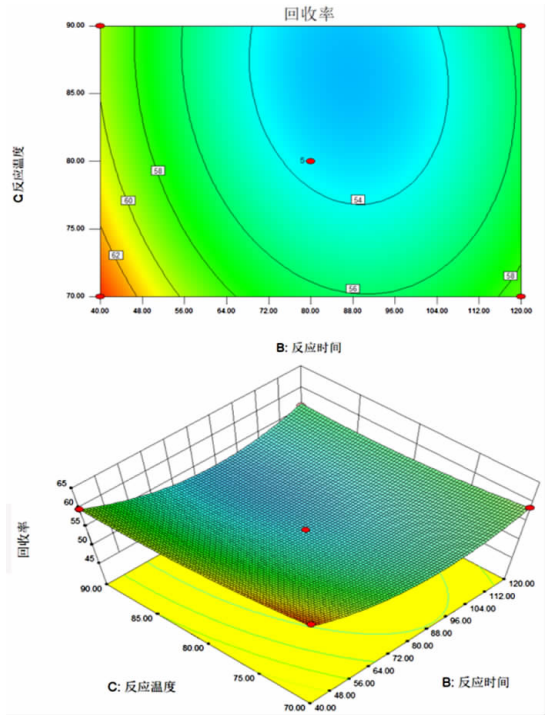


图7 B与C因素间交互作用对磷精矿回收率影响的等高线与三维响应曲面图

Fig. 7 Contour lines and three - dimensional response surface plots of the influence of the interaction between factors B and C on the recovery rate of concentrate

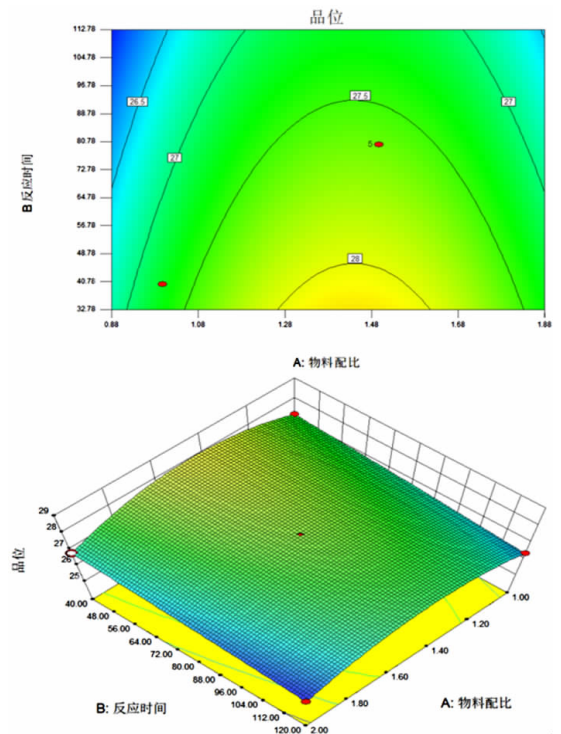


图8 A与B因素间交互作用对磷精矿品位影响的等高线与三维响应曲面图

Fig. 8 Contour lines and three - dimensional response surface plots of the influence of the interaction between factors A and B on the grade of concentrate

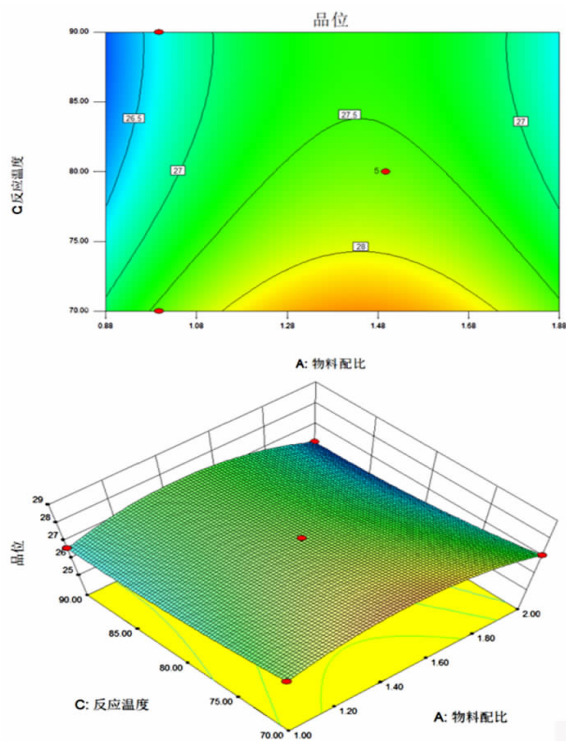


图9 A与C因素间交互作用对磷精矿品位影响的等高线与三维响应曲面图

Fig. 9 Contour lines and three - dimensional response surface plots of the influence of the interaction between factors A and C on the grade of concentrate

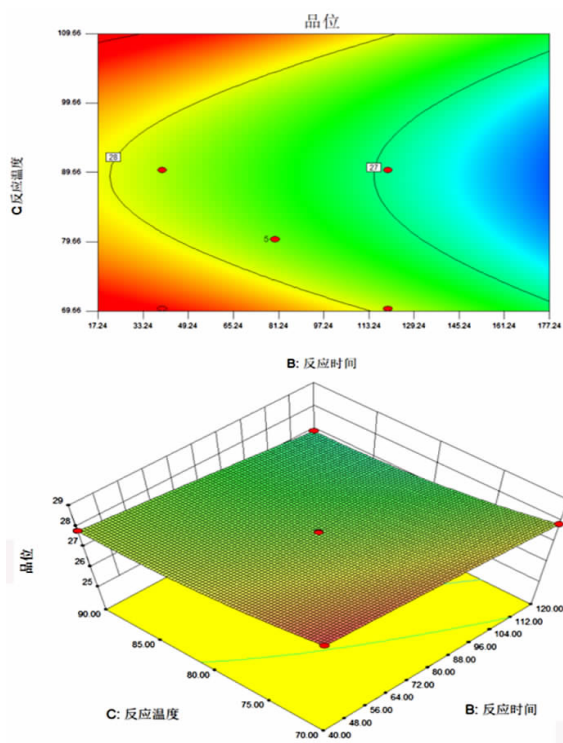


图10 B与C因素间交互作用对磷精矿品位影响的等高线与三维响应曲面图

Fig. 10 Contour lines and three - dimensional response surface plots of the influence of the interaction between factors B and C on the grade of concentrate

可能是当反应时间超过 40 min 时,随着反应温度的增高,副产物含量增多,浮选恶化,导致磷精矿品位下降。尽管反应时间与物料配比对磷精矿品位也有一定的影响,但变化不明显。即反应温度处于不同水平时,磷精矿品位随反应时间的变化而变化,这表明在各个因素间的交互作用中,反应时间和反应温度之间的交互作用对磷精矿品位的影响最大。

## 2.5 最优药剂合成条件及模型验证

在 Design Expert 8.0 软件中 optimization 模块中将最优条件设置为综合效率值最大,之后选择 Numerical 模块中的 Solutions,可以得到两性捕收剂 C12Giy 合成的最优条件为:十二胺与丙烯酸甲酯的物料质量配比为 1 : 1.5,反应时间 40 min 以及反应温度为 70 ℃。在该条件下模型预测综合效率为 5.74%,磷精矿品位与回收率分别是 28.78% 与 64.03%。在该条件下进行药剂合成试验,对模型预测值的准确性进行验证。结果表明,磷精矿综合效率值为 5.49%,与响应面的理论综合效率值较为接近,表明该模型所得预测结果可靠,预测结果可作为两性捕收剂 C12Giy 的最佳合成条件进行使用。

## 3 结论

(1)采用响应面法对 N - 十二烷基 -  $\beta$  - 氨基丙酸钠(C12Giy)的制备工艺进行优化,利用 Design Expert 软件对数据进行方差分析与回归模型显著性检验,结果显示,药剂制备反应温度对磷精矿回收率影响最显著,而反应时间对磷精矿品位影响最显著,而对磷精矿回收率影响最显著的是反应时间与反应温度之间的交互作用。

(2)利用 Design Expert 软件对试验结果进行了预测及验证,确定了两性捕收剂 C12Giy 的最佳合成条件为物料配比为 1 : 1.5,反应时间 40 min 和反应温度为 70 ℃,在该条件下合成两性捕收剂 C12Giy 用作浮选捕收剂,可以获得磷精矿品位与回收率分别为 28.78% 与 64.03%。

## 参考文献:

- [1] 余永富,葛英勇,潘昌林. 磷矿选矿进展及存在的问题[J]. 矿冶工程,2008(1):29-33.
- [2] 李晓波,闫卫东,郭娟,等. 中国矿产资源报告 2020[R]. 北京:中国地质出版社,2020.
- [3] 赵鑫,蔡慢弟,董倩倩,等. 中低品位磷矿资源高效利用机制与途径研究进展[J]. 植物营养与肥料学报,2018(4):1121-1130.
- [4] 薛珂,张润宇. 中国磷矿资源分布及其成矿特征研究进展[J]. 矿物学报,2019(1):7-14.
- [5] 刘长森,卫敏,吴东印,等. 青海低品位磷灰石型磷矿浮选试验研究[J]. 矿冶工程,2014(3):29-32.
- [6] ABOUZEID A M. Physical and thermal treatment of phosphate ores — An overview[J]. International Journal of Mineral Processing, 2008, 85 (4): 59-84.

- [7] FANG G, JUN L. Selective separation of silica from a siliceous - calcareous phosphate rock[J]. Mining Science and Technology (China), 2011(1): 135 - 139.
- [8] 王秀兰,张乾伟,任瑞晨. 钼尾矿中有用矿物回收试验研究[J]. 硅酸盐通报,2014(10):2472 - 2476.
- [9] HOANG D H, KUPKA N, PEUKER U A, et al. Flotation study of fine grained carbonaceous sedimentary apatite ore - Challenges in process mineralogy and impact of hydrodynamics [J]. Minerals Engineering, 2018,121:196 - 204.
- [10] CHEN Y, FENG Q, ZHANG G, et al. Effect of sodium pyrophosphate on the reverse flotation of dolomite from apatite[J]. Minerals, 2018,8(7):278.
- [11] 刘鸿儒,夏鹏飞,朱建光. 两性捕收剂的合成[J]. 湖南化工,1991(2):29 - 32.
- [12] BORDES R, HOLMBERG K. Amino acid - based surfactants - do they deserve more attention[J]. Advances in Colloid and Interface Science, 2015,222:79 - 91.
- [13] KARLKVIST T, PATRA A, RAO K H, et al. Flotation selectivity of novel alkyl dicarboxylate reagents for apatite - calcite separation [J]. Journal of Colloid and Interface Science, 2015,445:40 - 47.
- [14] CAO Q, ZOU H, CHEN X, et al. Flotation selectivity of N - hexadecanoylglycine in the fluorapatite - dolomite system[J]. Minerals Engineering, 2019,131:353 - 362.
- [15] BLUESTEIN B R, HITTON C L. Amphoteric surfactants [M]. New York: Marcel dekker incorporated, 1982:175 - 228.
- [16] 刘军海. N - 十二烷基 -  $\beta$  - 氨基丙酸型表面活性剂的合成方法及应用[J]. 中国洗涤用品工业,2008(3):45 - 46.
- [17] Box G, Wilson K B. On the experimental attainment of optimum conditions [J]. Journal of the Royal Statistical Society Series B; Statistical Methodology, 1951(1):1 - 45.
- [18] Mason R L, Gunst R F, Hess J L. Statistical Design and Analysis of Experiments with Applications to Engineering and Science [M]. The United States of America: John Wiley and Sons Publication, 2003.
- [19] 秦俊哲,吕嘉彬. 食用菌栽培[M]. 西安:西北农林科技大学出版社, 2002.
- [20] 杨婕,罗惠华,饶欢欢,等. 一种新型两性捕收剂的制备及其浮选性能[J]. 武汉工程大学学报,2016(1):68 - 73.
- [21] 王志强,聂光华,李德伟,等. 响应面曲线法优化贵州某磷块岩浮选工艺研究[J]. 矿冶工程,2020,40(3):54 - 57.
- [22] Montgomery D C. Design and Analysis of Experiments [M]. London: John Wiley and Sons Inc,1991.
- [23] 王振宇,周芳,赵鑫. 响应面分析法优化超声波提取大果沙棘总黄酮工艺[J]. 中国食品学报,2007(6):44 - 51.
- [24] 力亚男,谭冲,李俊生,等. 响应面法优化  $\text{TiO}_2$  - NTs 电极的制备 [J]. 哈尔滨商业大学学报(自然科学版),2019,35(6):657 - 661.

## Preparation of A New Amphoteric Collector and Its Flotation Performance for Phosphate Rock

LI Jie, NIE Guanghua\*, LI Jiabin

College of Mining, Guizhou University, Guiyang 550025, Guizhou, China

**Abstract:** In recent years, amino acid - based amphoteric collectors have achieved good separation effects in the process of phosphate ore beneficiation. In this study, sodium N - dodecyl -  $\beta$  - aminopropionic acid (C12Giy) was prepared by methyl acrylate method, and the regression model and response surface curve analysis were used to optimize the synthesis conditions. The results show that the influence of reaction temperature on the recovery of flotation phosphate concentrate is the most obvious, and the influence of reaction time on the grade of phosphate concentrate is the most obvious. The interaction between reaction time and reaction temperature has the most obvious influence on the recovery and grade of phosphate concentrate. Through the analysis of Design Expert software, the optimal synthesis conditions of amphoteric collector C12Giy are as follows: the molar ratio of dodecylamine and methyl acrylate is 1 : 1.5, the reaction time is 40 min and the reaction temperature is 70 °C. When C12Giy synthesized under this condition was used as flotation collector, the grade and recovery of phosphate concentrate were 28.78 % and 64.04 %, respectively. The theoretical comprehensive efficiency value and the actual comprehensive efficiency value were 5.74 % and 5.49 %, respectively, indicating that the prediction results of the model were reliable.

**Key words:** new amphoteric collector; synthesis; response surface methodology; interaction; phosphate; flotation

引用格式:李杰,聂光华,李嘉欣. 新型两性捕收剂的制备及其对磷矿的浮选性能[J]. 矿产保护与利用,2021,41(6):124 - 130.

LI Jie, NIE Guanghua, LI Jiabin. Preparation of a new amphoteric collector and its flotation performance for phosphate rock[J]. Conservation and utilization of mineral resources, 2021, 41(6): 124 - 130.

投稿网址: <http://kcbh.cbpt.cnki.net>

E - mail: [kcbh@chinajournal.net.cn](mailto:kcbh@chinajournal.net.cn)