

doi: 10.3969/j.issn.2095-1744.2021.01.012

大陆槽难选稀土矿选矿试验研究

彭 蓉, 魏志聪, 刘 洋, 白 睿, 王衡嵩, 柏少军

(昆明理工大学 国土资源工程学院, 昆明 650093)

摘 要:四川省德昌县大陆槽稀土矿主要稀土矿物为氟碳铈矿,其嵌布粒度细,与其他矿物嵌布关系复杂;萤石、重晶石、锶钼硫酸盐矿物等伴生矿物含量高,矿石泥化现象严重,造成稀土矿物难以回收利用。针对目的矿物的分布情况和矿石性质,确定了浮—磁联合的工艺流程,重点考察了脱泥、磨矿细度、浮选捕收剂、抑制剂、起泡剂等条件试验,最终确定了预先脱泥,磨矿细度—0.074 mm占65%,采用水玻璃为抑制剂,新型捕收剂103为捕收剂,SL-301为起泡剂的“预先脱泥—两粗—三扫—三精—精扫选”闭路试验流程,获得品位30.38%、回收率73.74%的浮选精矿和品位11.93%,回收率13.41%的浮选次精矿;浮选精矿通过磁场强度为 1.19×10^3 kA/m的“一粗一扫”强磁作业后,获得品位61.11%、回收率60.09%的最终稀土精矿,浮选次精矿经场强 1.19×10^3 kA/m的强磁产出的粗精矿和浮选精矿经强磁产出的中矿混合再次经过 1.19×10^3 kA/m强磁作业后产出品位56.03%、回收率3.87%的稀土磁选次精矿,磁选产出的精矿和次精矿总回收率达63.96%。

关键词:稀土矿;氟碳铈矿;风化严重;浮选;磁选

中图分类号:TD955

文献标志码:A

文章编号:2095-1744(2021)01-0073-11

Experimental Research on Mineral Processing Technology of Refractory Rare Earth Ore in the Dalucao

PENG Rong, WEI Zhicong, LIU Yang, BAI Rui, WANG Hengsong, BAI Shaojun

(College of Land and Resources Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China)

Abstract: The target rare earth mineral in the Dalucao REE Deposit in the Sichuan province is bastnaesite. The target mineral has fine dissemination size and complex dissemination relationship with other minerals, and the associated minerals such as fluorite, barite, strontium and barium sulfate mineral are high content. The ore sliming is serious, which makes it difficult to recycle rare earth. Aiming target mineral's distribution and unique characteristics, the flotation-magnetic process was established. Lots of tests for the flotation technical condition were conducted in the laboratory, especially the appropriate grinding fineness and optimum flotation reagent system, such as the desliming test, the dosage and types tests for collector, inhibitor and frother. The beneficiation process of refractory rare earth ore showed that the efficient separation could be obtained under the condition of the pre desliming, at grinding fineness of 65% passing 0.074 mm. At roughing stage, using water glass as inhibitors, new collector 103 as collector and SL-301 as frother, a closed-circuit flowsheet of “pre desliming, two roughing, three scavenging, three cleaning, cleaning scavenging” was adopted. The close-circuit results showed that the grade and recovery rate of REO in the rare earth flotation concentrate was 30.38% and 73.74% respectively, and flotation secondary concentrate was 11.93% and 13.41%. The final rare earth concentrate with a grade of 61.11% and a

收稿日期: 2020-08-23

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51664027)

Fund: Supported by the National Natural Science Foundation of China(51664027)

作者简介: 彭 蓉(1994—),女,硕士研究生,主要研究方向为浮选理论与工艺。

通信作者: 魏志聪(1981—),男,讲师,主要研究方向为浮选理论与工艺,资源综合利用。

引用格式: 彭 蓉, 魏志聪, 刘 洋, 等. 大陆槽难选稀土矿选矿试验研究[J]. 有色金属工程, 2021, 11(1): 73-83.

PENG Rong, WEI Zhicong, LIU Yang, et al. Experimental Research on Mineral Processing Technology of Refractory Rare Earth Ore in the Dalucao[J]. Nonferrous Metals Engineering, 2021, 11(1): 73-83.

recovery of 60.09% is obtained after the flotation concentrate passes through the “one roughing, one scavenging” high intensity magnetic separation with a magnetic field intensity of 1.19×10^3 kA/m. The rough concentrate and the middling produced by the flotation concentrate pass through the high intensity magnetic separation with a magnetic field intensity of 1.19×10^3 kA/m and then pass through the strong magnetic operation with grade of 56.03% and recovery of 3.87%. The total recovery is 63.96%.

Key words: rare earth ore; bastnaesite; seriously weathered; flotation; magnetic separation

稀土金属又被称为稀土元素,到目前为止已经被发现的稀土元素总共有 17 种^[1]。不同稀土元素之间的电子结构和化学性质相似,常常以伴生状态存在,稀土元素在光、电、磁性方面具有独特性,被称为新材料的“宝库”^[2]。随着科技的发展,稀土不仅被广泛应用到冶金工业、石油化工、农业方面,而且被大量投入到国防、电子和新材料的研发上^[3]。目前,在我国已发现的稀土资源主要包括轻稀土资源和离子型稀土矿两大类,其中轻稀土资源主要包括氟碳铈矿(Ce,La)[CO₃]F 和独居石矿(Ce,La,Nd,Th)PO₄^[4-7]。

稀土选别的方法主要包括重、磁、浮三种,单一重选法回收率低,资源浪费较大,目前不单独使用。浮选药剂的选择对于浮选试验的成败起着至关重要的作用,目前成功应用于工业生产的稀土捕收剂主要有烷基羟肟酸类、羟肟酸类、有机膦酸类、烷基羧酸类和芳烃羧酸类。其中羟肟酸类捕收剂选择性和捕收性良好,但药剂成本高,有机膦酸类捕收剂是近年来发展起来的新型稀土捕收剂,其选择性好,但目前工业中的应用技术尚未成熟,而羧酸类捕收剂来源广泛,但选择性较差。工业中一般多选用羟肟酸类和羧酸类捕收剂^[8-11]。过去的选厂大多采用单一浮选法来回收稀土矿物^[12],但浮选法回收率偏

低,随着选矿技术的发展,联合工艺成为稀土选别的主流趋势。目前应用最广的是磁—浮联合工艺,其中弱磁选—强磁选—浮选工艺是现阶段在工业上成功应用的选别技术,而连续浮选—磁选工艺仍在进一步研究中^[13-17]。

矿石性质研究结果表明原矿中的稀土矿物主要为氟碳铈矿,嵌布粒度细,伴生矿物和脉石矿物含量高,且风化严重,为稀土的回收造成了很大的难度。本文主要通过试验研究,探索出有效回收稀土矿物的浮—磁联合工艺流程,为该类矿石的有效回收提供一定的技术思路。

1 原矿性质研究

1.1 矿样

矿样产自四川省凉山州德昌县大陆槽稀土矿,矿石类型主要包括萤石、钽天青石型稀土矿及霓辉石、锆重晶石型稀土矿,其稀土矿物主要为氟碳铈矿,次之为独居石、稀土榴石、褐帘石及磷灰石。脉石矿物主要有方解石、重晶石、萤石、天青石、霓辉石、石英、长石及云母等。因矿样产自风化壳,所以泥化粉末化现象严重,且目的矿物与其他矿物嵌布关系复杂,如图 1 所示。

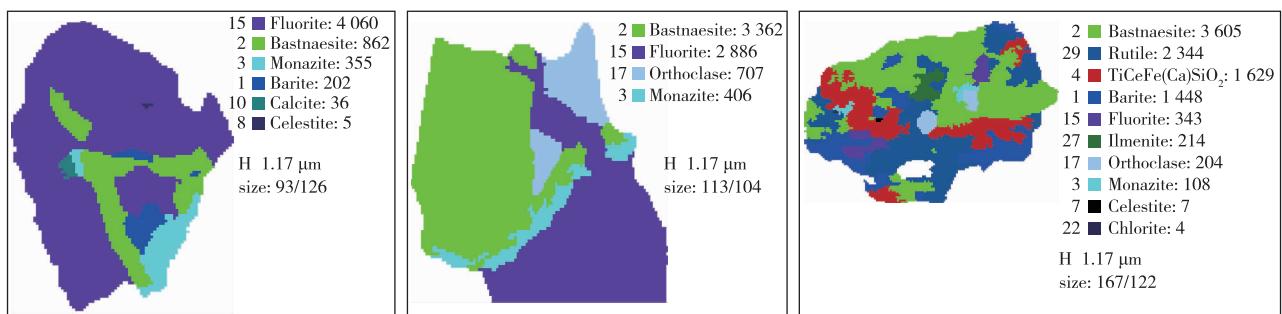


图 1 主要稀土矿物的结构及嵌布关系图

Fig. 1 Structure and embedded distribution diagram of main rare earth minerals

1.2 原矿主要化学成分分析

矿样产自四川德昌大陆槽。其化学分析结果见表 1,

从表 1 可以看出,该矿石中 REO 含量为 6.52%,伴生存在重晶石、萤石、铁锰矿物、铅矿物和铝矿物等多种矿物。

表 1 原矿化学分析结果

Table 1 Chemical analysis of the raw ore							/%
Compsitions	TREO	CaF ₂	SiO ₂	BaSO ₄	Fe	Mn	Al ₂ O ₃
Content	6.52	21.52	20.8	8.57	2.01	1.43	4.39
Compsitions	S	Pb	Cu	Zn	Ag ¹	Au ¹	
Content	1.55	0.36	0.002	0.012	0.77	< 0.02	

note: 1 unit(g/t)

1.3 原矿矿物组成分析

通过电镜能谱分析可知,原矿中主要稀土矿物为氟碳铈矿,同时还有少量稀土富集在独居石和钽石中,与氟碳铈矿伴生存在的脉石矿物主要有碳酸锆矿、方解石、重晶石、萤石、天青石、石英、长石、黏

土类矿物和云母等。同时该矿物中还含有多种金属硫化矿,但其含量较低,其中较为常见的为黄铁矿和方铅矿。其原矿矿物组成分析结果见表 2,各矿物组分在原矿中所占含量见表 3。

表 2 原矿矿物组分分析

Table 2 Analysis of mineral composition of raw ore		
Category	Main minerals	Other and micro mineral
Rare earth ore	Bastnaesite	Monazite,thorite
Carbonate minerals	Strontium carbonate mineral,calcite	Dolomite,cerussite,aragonite
Fluoride mineral	Fluorite	—
Sulphate mineral	Barite,celestite	—
Silicate mineral	Potash feldspar	Clay mineral,biotite,muscovite,sphene,chlorite
Oxide minerals	Quartz	opal,rutile
Other minerals	Limonite	Magnetite,pyrrhotite,sphalerite,chalcopryrite,covellite,pyrite,galena,goethite,marcasite etc

表 3 矿物组分在原矿中的含量

Table 3 Content of mineral composition in the ore						/%
Mineral species	Bastnaesite	Monazite	Strontium carbonate mineral	Celestite	Barite	
Content	5.02	0.04	5.70	1.20	2.00	
Mineral species	Fluorite	Limonite	Strontium and barium of sulfate mineral	Gangue mineral		
Content	19.13	1.73	14.50	50.68		

1.4 原矿粒度分析

通过人工筛分试验,对磨矿细度为-0.074 mm 占 65% 的原矿中 REO 的粒度分布情况进行了分析,其 REO 的分布情况如表 4 所示。其结果表明,REO 主要分布在 -0.15~+0.074 mm,

-0.074~+0.045 mm,-0.018 mm 三个粒级中。其中-0.018 mm 粒级中的稀土矿物产率为 33.92%,品位达 6.23%,REO 分布率为 31.42%,利用单一重选或单一磁选工艺很难富集该粒级稀土矿物。

表 4 -0.074 mm 占 65%原矿中 REO 的粒度分析

Table 4 REO analysis results of the sample at fineness of 65% passing 0.074 mm			
Size fraction/mm	Yield/%	REO/%	REO distribution rate/%
+0.15	9.46	3.09	4.48
-0.15+0.074	27.71	7.13	30.31
-0.074+0.045	14.97	7.99	18.35
-0.045+0.038	1.64	8.23	2.07
-0.038+0.025	7.15	8.31	9.11
-0.025+0.018	5.15	4.13	3.26
-0.018	33.92	6.23	31.42
Total	100.0	6.52	100.0

1.5 药剂

本文中捕收剂主要考察了新型捕收剂 103 (主要成分为水杨羟肟酸)、油酸、油酸钠、邻苯二甲酸+羟肟酸类捕收剂对稀土选别的影响;水玻璃(模数为 2.7)、六偏磷酸钠、栲胶、木质素和 CMC 为抑制剂;SL-301(湖南三林公司起泡剂)、正辛醇、异辛醇、MIBC 和 730A 为起泡剂,121(两性捕收剂)为辅助捕收剂。以上所述药剂均为工业纯产品。

1.6 原则流程的确定

针对该矿石风化程度较高,矿泥含量较大,脉石矿物方解石、菱锆矿、锶重晶石、天青石、萤石、石英和黏土类矿物含量高,且在磨矿细度 -0.074 mm 占 65%时微细粒级(-0.018 mm)中 REO 分布率高达 31.42%,故本次试验采用浮选法捕收大部分稀土矿物,之后再浮选各产品进行强磁选,以此来保证稀土品位和回收率。试验原则流程确定为浮—磁联合流程,流程图如图 2 所示。

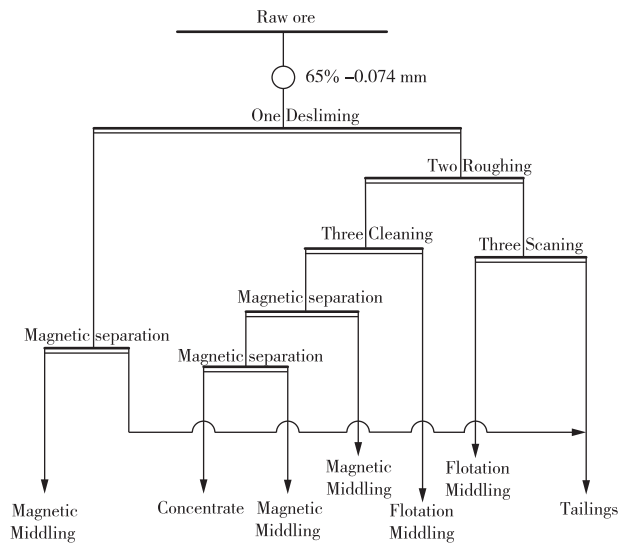


图 2 试验原则流程图

Fig. 2 Principle flowsheet for the tests

2 结果与讨论

2.1 预先处理作业

2.1.1 预先脱泥试验对比

原矿风化程度较高,含泥量大,粗选时矿泥会大量进入粗精矿中,严重影响粗精矿的品位,同时导致后续精选作业的浮选泡沫发黏,从而消耗大量药剂,因此开展了预先脱泥再浮选和不脱泥直接浮选的试验对比。直接浮选试验流程图如图 3 所示,预先脱泥试验流程图如图 4 所示,其试验结果如表 5 所示。

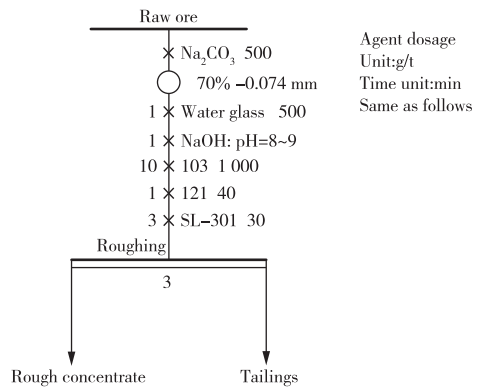


图 3 直接浮选试验流程图

Fig. 3 Experiment of direct flotation

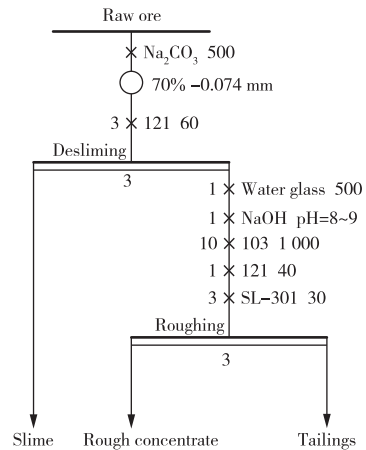


图 4 预先脱泥试验流程图

Fig. 4 Experiment of pre desliming

表 5 预先脱泥试验结果

Table 5 Test results of pre desliming

Experiment process	Product names	Yield/%	REO/%	Recovery/%
Direct flotation	Rough concentrate	9.37	4.14	5.86
	Tailings	90.63	6.87	94.14
	slime	3.62	3.48	1.82
Predictive desliming	Rough concentrate	21.41	21.12	65.21
	Tailings	74.97	3.05	32.97

从表5可以看出,直接浮选的粗精矿与预先脱泥试验所产出矿泥的品位相近,且回收率不高,但预先脱泥试验所产出粗精矿的稀土品位和回收率均大幅增加,说明脱泥作业对于稀土浮选产生了正效应,更利于稀土粗精矿产品质量的提高,所以确定增加预先脱泥作业。

2.1.2 矿泥磁选试验

浮选试验中产出的矿泥因对后续浮选作业产生

较大的消极作用,因此将矿泥进行单独强磁处理。固定磁场强度为 1.19×10^3 kA/m,棒介质直径为 1.5 mm,脉冲冲次 200 r/min,对矿泥进行一次粗选强磁作业,其试验结果如表6所示。由表6可以看出,浮选产出的矿泥经过一次强磁后,可以得到 REO 为 16.13%、回收率为 1.09% 的磁选精矿,这部分精矿可以返回到浮选粗选作业进行再次富集,而尾矿则直接流入尾矿池。

表6 矿泥磁选试验结果

Table 6 Test results of slime magnetic separation

/%

Flotation products	Magnetic separation products	REO	Yield		Recovery	
			Operation	Raw ore	Operation	Raw ore
Slime	Concentrate	16.13	12.94	0.47	59.98	1.09
	Tailings	1.60	87.06	3.15	40.02	0.73

2.2 浮选磨矿细度试验

在确定合适的磨矿细度时采用控制变量的原则,固定磨机中 Na_2CO_3 的用量为 500 g/t,捕收剂 121 用量为 60 g/t 来对原矿进行浮选预先脱泥。之后控制矿浆 pH=8~9,抑制剂水玻璃用量为 500 g/t,捕收剂 103 和 121 用量分别为 1 000 g/t 和 40 g/t,起泡剂 SL-301 用量为 30 g/t。其磨矿细度对稀土浮选指标的影响结果如图5所示。

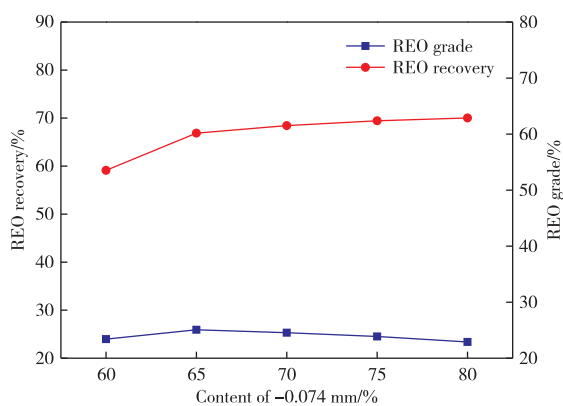


图5 磨矿细度试验结果

Fig. 5 Test results of grinding fineness

从图5可以看出,随着磨矿细度的增加,粗精矿品位和回收率逐渐升高,当磨矿细度为-0.074 mm 占 65% 时,粗精矿 REO 含量最高,且回收率达 66.86%,当磨矿细度再次升高时,粗精矿回收率较-0.074 mm 占 65% 时略高,但 REO 含量随细度增大而略有下降,为保证后续浮选产品作为强磁原料的细度,因此选择磨矿细度-0.074 mm 占 65% 最为适宜。

2.3 粗选捕收剂试验

磨矿细度固定为-0.074 mm 占 65%,矿浆

pH=8~9,抑制剂水玻璃用量 500 g/t,捕收剂 121 用量 40 g/t,起泡剂 SL-301 用量 30 g/t。分别选用 103、油酸、油酸钠、邻苯二甲酸+羟肟酸类捕收剂为粗选捕收剂,其用量分别为 1 000、100、120 g/t 和 (200 g/t+1 200 g/t),试验结果见图6。

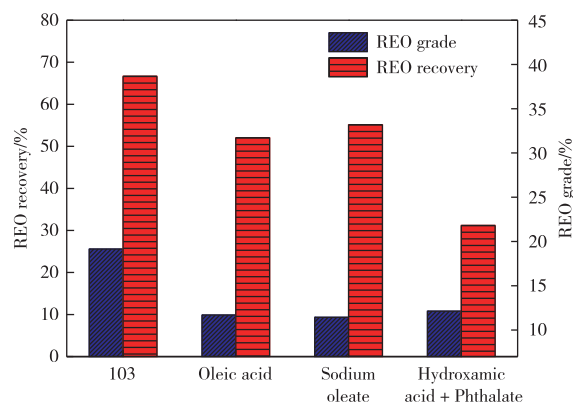


图6 捕收剂种类试验结果

Fig. 6 Test results of collector types

从图6可以看出,采用油酸和油酸钠作为稀土捕收剂时,稀土粗精矿回收率可达 50% 以上,但其品位不高,说明油酸类捕收剂对于该类稀土矿石而言捕收能力强,选择性差;而使用羟肟酸钠+邻苯二甲酸作为捕收剂则粗精矿品位在 10% 左右,回收率 31.18%,总体品位和回收率偏低;选用新型捕收剂 103,粗精矿中 REO 含量和回收率均达到最高值。可见,新型捕收剂 103 对该稀土矿的选择性较好,可有效回收该稀土矿物。

确定好适宜的捕收剂种类后,对捕收剂 103 的用量进行了条件试验,103 用量分别为 800、1 000、1 200、1 500、2 000 g/t。试验结果如图7所示。

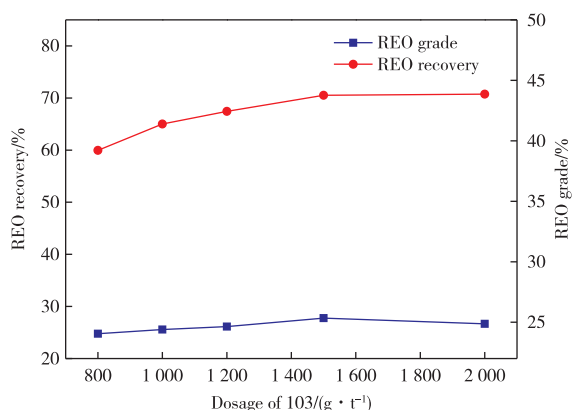
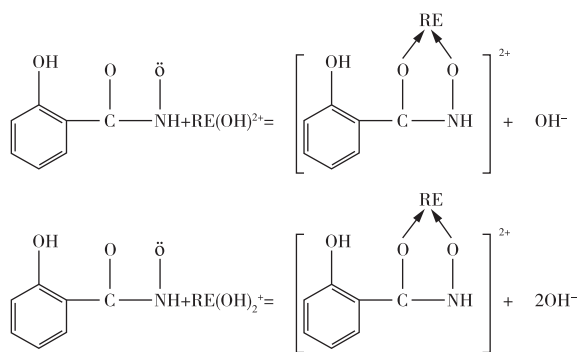


图 7 捕收剂用量试验结果

Fig. 7 Test results of collector dosage

从图 7 可以看出,随着捕收剂 103 用量的增加,粗精矿品位先提高后略有降低,而粗精矿回收率先呈增加的趋势,后逐渐趋于平稳,同时考虑到药剂成本问题,则适宜的粗选捕收剂 103 的用量为 1 500 g/t。

羟肟酸分子中的羟肟基是一种具有良好螯合能力的基团,在浮选过程中,水杨羟肟酸是通过发生化学键合,与氟碳铈镧矿经碎裂解离从而所暴露出来的镧、铈等稀土阳离子产生配合作用吸附在矿物表面,从而增大稀土表面疏水性,在 pH=8~10 范围内,氟碳铈镧矿 $\text{RE}(\text{OH})_2^{2+}$ 、 $\text{RE}(\text{OH})_2^+$ 离子含量最高,更利于稀土阳离子与羟肟基形成稳定的五元环金属螯合物,且水杨羟肟酸根阴离子与矿物表面的正活性质点 $\text{RE}(\text{OH})_2^{2+}$ 和 $\text{RE}(\text{OH})_2^+$ 所发生的化学反应式如下^[18-19]:



2.4 抑制剂试验

磨矿细度固定为 -0.07 mm 占 65%,矿浆 pH=8~9,捕收剂 103 用量 1 500 g/t,捕收剂 121 用量 40 g/t,起泡剂 SL-301 用量 30 g/t。分别选用水玻璃、六偏磷酸钠、栲胶、木质素和 CMC 为脉石矿物抑制剂,其药剂用量分别为 700、700、500、300、200 g/t,试验结果如图 8 所示。

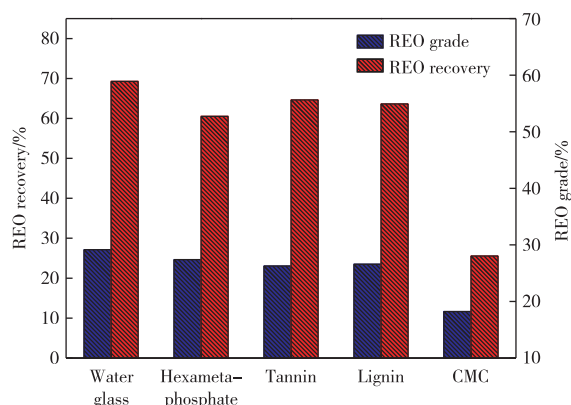


图 8 抑制剂种类试验结果

Fig. 8 Test results of depressant types

从图 8 可以看出,CMC 不仅对脉石矿物有很强的抑制作用,对稀土也产生了强烈的抑制作用,说明 CMC 的选择性很差,不适合作为该类矿物的抑制剂使用;六偏磷酸钠、栲胶和木质素作为抑制剂时,稀土粗精矿的品位和回收率相差不大,三种抑制剂都能对脉石矿物产生良好的抑制效果,但采用水玻璃作为抑制剂时,稀土粗精矿品位和回收率均达最高值 27.13% 和 69.27%,故选择水玻璃作为粗选抑制剂。

选择好水玻璃作为粗选抑制剂后,对水玻璃用量进行了调整优化,水玻璃用量分别为 200、400、500、700、1 000 g/t。试验结果如图 9 所示。

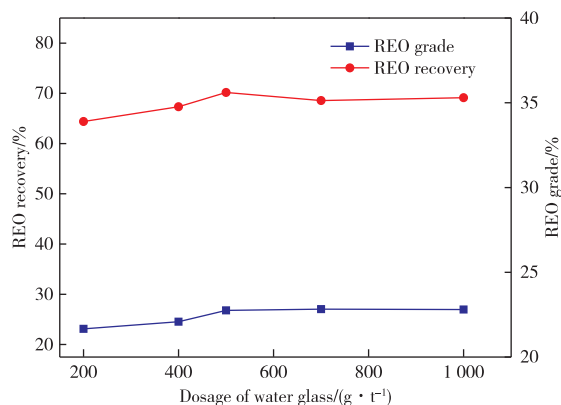


图 9 抑制剂用量试验结果

Fig. 9 Test results of depressant dosage

从图 9 可以看出,随着水玻璃用量的增加,粗精矿的品位和回收率均增加,在水玻璃用量达到 500 g/t 时回收率达到了最高值 70.18%,因此抑制剂水玻璃的最佳用量为 500 g/t。

水玻璃是一种水溶性硅酸盐,其主要成分硅酸微粒通常带负电,在浮选过程中可以与矿浆中存在的金属阳离子所带正电极相互吸引,使得矿浆中的

硅酸微粒长期处于悬浮分散状态,从而起到分散矿泥的作用。同时,水玻璃也可作为硅酸盐矿物抑制剂使用,主要是因为:硅酸盐矿物表面存在硅氧四面体群,容易生成硅胶聚合物,而吸附于硅酸盐矿物表面的 $\text{Si}(\text{OH})_4$ 和 $\text{SiO}_2(\text{OH})_2^{2-}$ 会与矿物表面形成类似于羟基化石英的结构,从而导致硅酸盐矿物亲水性急剧增强^[20-21]。

2.5 起泡剂试验

选择适宜的起泡剂对于浮选体系的起泡性、浮选泡沫的持久性及泡沫量的多少具有重要意义。本次试验固定磨矿细度—0.074 mm 占 65%,抑制剂水玻璃用量为 500 g/t,矿浆 pH=8~9,捕收剂 103 用量为 1 500 g/t,捕收剂 121 用量为 40 g/t。分别考察了 SL-301、正辛醇、异辛醇、MIBC 和 730A 等五种起泡剂对该稀土矿物的浮选行为的影响,其药剂用量分别为 20、20、10、10、40 g/t,试验结果如图 10 所示。

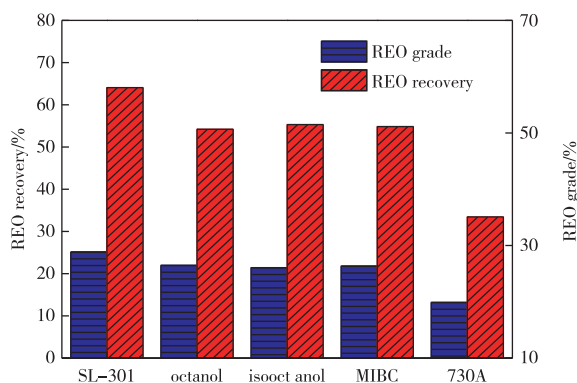


图 10 起泡剂种类试验结果

Fig. 10 Test results of frother types

从图 10 可以看出,730A 对于该类矿石而言选择性和捕收性均不佳,使用正辛醇、异辛醇和 MIBC 作为粗选捕收剂时,其粗精矿的品位均在 19% 左右,回收率 55% 左右,三者选择性相当,但使用 SL-301 作为该矿物起泡剂,粗精矿品位达到最高值 25.13%,回收率达到 64.08%,故选择 SL-301 作为该矿物捕收剂最为适宜。

确定 SL-301 作为该矿物起泡剂后,对起泡剂用量进行了条件试验,以此来确定起泡剂 SL-301 对于该矿物而言的最佳用量,试验中 SL-301 的用量分别选定为 10、20、30、40、50 g/t。试验结果

如图 11 所示。

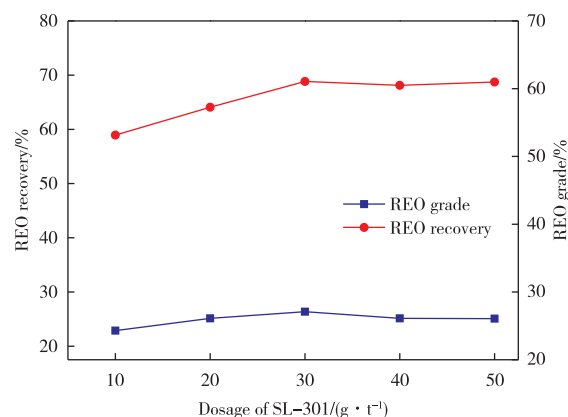


图 11 起泡剂用量试验结果

Fig. 11 Test results of frother dosage

从图 11 可以看出,随着起泡剂 SL-301 用量的增加,粗精矿的品位和回收率均呈现先增加后趋于稳定的趋势,当其用量达到 30 g/t 时,粗精矿品位达到最高值 26.37%,回收率达 68.83%,因此,起泡剂 SL-301 的最佳用量确定为 30 g/t。

2.3 浮选闭路试验对比

在前期探索试验和条件试验的基础之上,进行了全流程闭路试验,为保证工业生产的顺畅和指标稳定,开展了预先脱泥—两粗—三精—三扫—中矿顺序返回闭路流程和预先脱泥—两粗—三精—三扫—精扫选闭路流程的试验对比,无精扫选作业的闭路流程,中矿顺序返回,药剂制度与设置精扫选作业的闭路流程一致,预先脱泥—两粗—三精—三扫—精扫选闭路流程图如图 12 所示,两种闭路流程的试验结果如表 7 所示。从表 7 可以看出,无精扫选作业的闭路流程所产出精矿的品位和回收率分别为 22.87% 和 67.64%,而设置精扫选作业的闭路流程产出的精矿品位和回收率分别为 30.38%、73.74%,明显后者产出的精矿品位和回收率均比前者高。这可能是因为中矿顺序返回会造成部分矿泥随着闭路试验的进行而逐渐积累在中矿中,造成中矿恶性循环,恶化稀土矿物的浮选分离。而精扫选作业的设置保证了流程和中矿量的稳定,使流程能更好的趋于平衡,降低流程指标大幅波动的可能性。因此该稀土矿样最终选择预先脱泥—两粗—三精—三扫—精扫选闭路流程。

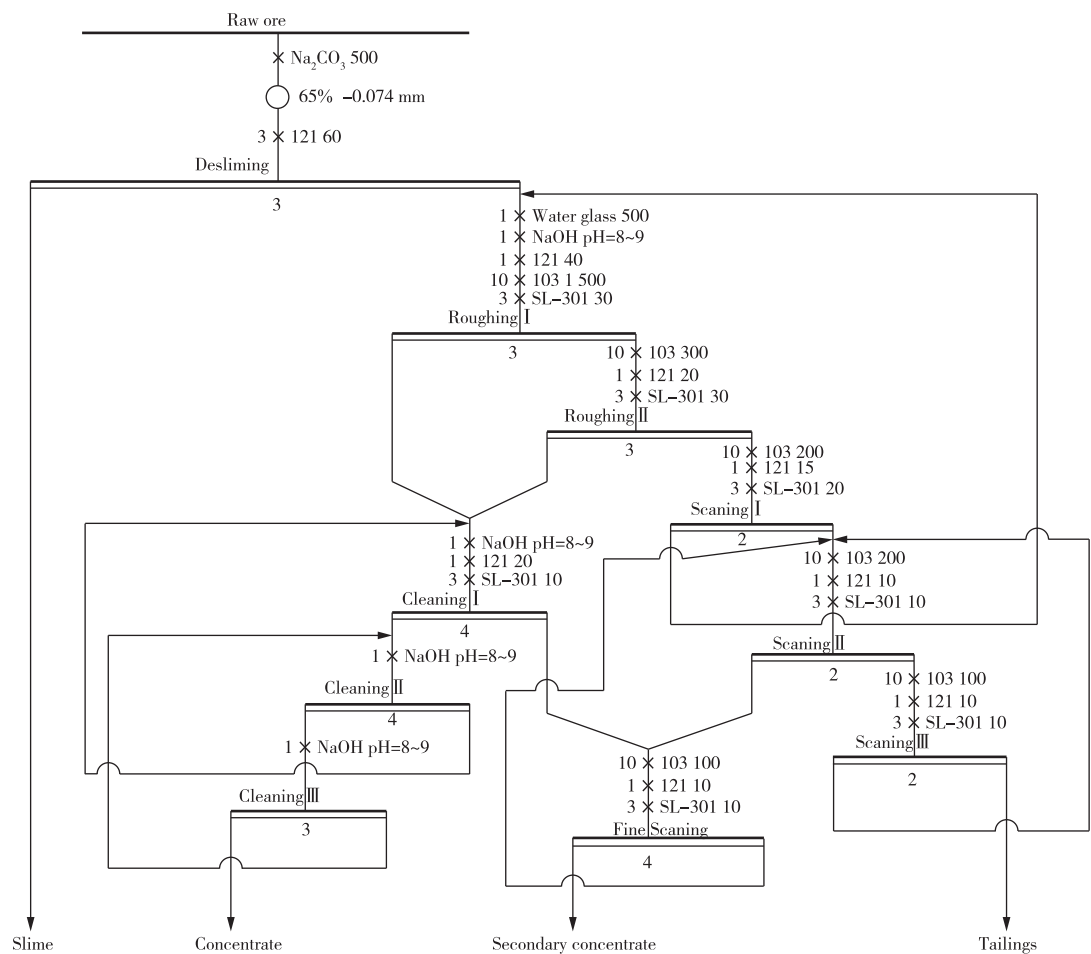


图 12 浮选闭路试验流程
Fig. 12 Flowsheet of closed-circuit test

表 7 浮选闭路试验结果
Table 7 Closed-circuit test results

Experiment process	Product names	Yield	REO	Recovery
Without middle scavenging	Slime	4.43	3.47	2.17
	Concentrate	20.97	22.87	67.64
	Tailings	74.60	2.87	30.20
	Total	100.0	7.09	100.0
Middle scavenging	Slime	3.78	3.28	1.73
	Concentrate	17.43	30.38	73.74
	Secondary concentrate	8.07	11.93	13.41
	Tailings	70.72	1.13	11.13
	Total	100.0	7.18	100.0

2.4 浮选闭路产品磁选试验

根据行业标准(XB/T 103—2010),氟碳铈镧矿精矿 REO 最低不小于 50%,因此对浮选产出的各产品需再次进行强磁选别。本次磁选试验主要包括浮选闭路各产品的磁选和磁选中间产品的再次磁选富集两部分,整个磁选试验流程如图 13 所示。

2.4.1 磁选试验

为了使最终稀土精矿产品的 REO 到达 50%以上,对预先脱泥—两粗三精三扫—精扫选全流程闭路试验产出的矿泥、精矿及次精矿进行了磁选试验,磁场强度为 1.19×10^3 kA/m,棒介质直径为 1.5 mm,脉冲冲次 200 r/min,其中,浮选精矿及次精矿经一粗一精磁选作业,矿泥经一粗磁选作业,其试验结果如表 8 所示。

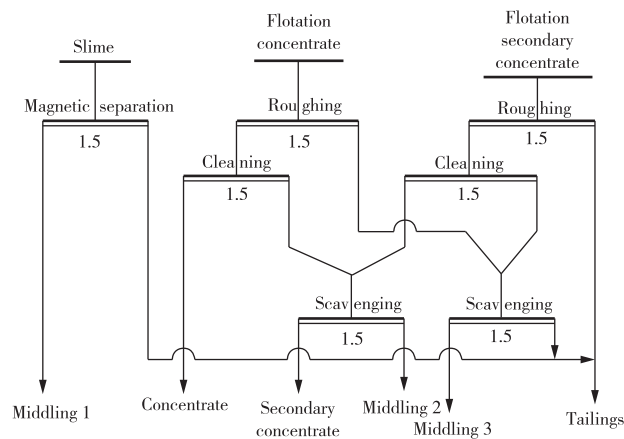


图 13 磁选试验流程图

Fig. 13 Flowsheet of magnetic

表 8 浮选闭路产品磁选试验结果

Table 8 Test results of flotation closed-circuit product magnetic separation		/%				
Flotation products	Magnetic separation product	REO	Yield		Recovery	
			Operation	Raw ore	Operation	Raw ore
Concentrate	Concentrate	61. 11	40. 51	7. 06	81. 49	60. 09
	Middlings	25. 15	4. 39	0. 77	3. 63	2. 68
	Tailings	8. 20	55. 10	9. 60	14. 88	10. 97
Secondary concentrate	Concentrate	28. 53	30. 51	2. 46	72. 96	9. 78
	Middlings	11. 43	6. 19	0. 50	5. 93	0. 80
	Tailings	3. 98	63. 30	5. 11	21. 11	2. 83
Slime	Concentrate	15. 89	13. 37	0. 51	64. 77	1. 12
	Tailings	1. 33	86. 63	3. 27	35. 23	0. 61

从表 8 可以看出,强磁选可以提高该种稀土矿石的精矿品位,浮选精矿经过一粗一精强磁选可以得到品位 61. 11%、回收率 60. 09%的最终稀土精矿(根据行业标准(XB/T 103—2010),产品牌号为 000160),而浮选次精矿经过一粗一精强磁选可以达到 28. 53%的品位,其品位和浮选精矿强磁选产出的中矿相差不大,两者共同回收率可达 12. 46%,而矿泥经过一次强磁作业也可以得到品位 15. 89%的磁选产品,该产品可以将其返回到浮选粗选 I 作业,从而进行浮选选别富集。

2. 4. 2 磁选中间产品二次磁选试验

各产品经过强磁选后,除了得到合格的稀土精

矿产品外,还产生了一些中间产品,这些产品中的部分产品品位接近,如浮选精矿经过的一粗一精强磁选作业后得到的中矿(简称磁中矿 1*)与浮选次精矿经过场强为 $1. 19 \times 10^3 \text{ kA/m}$ 的一粗一精强磁选作业后得到的磁精矿(简称磁精矿 2*)的 REO 品位在 25%左右,浮选精矿经过场强为 $1. 19 \times 10^3 \text{ kA/m}$ 的一次强磁选作业得到的磁尾矿(简称磁尾矿 1*)与浮选次精矿经过场强为 $1. 19 \times 10^3 \text{ kA/m}$ 的一粗一精强磁选作业得到的磁中矿(简称磁中矿 2*)的 REO 品位在 10%左右,因此,可以将磁选中间产品中 REO 品位相近的产品合并,分别进行一次磁扫选,其试验结果如表 9 所示。

表 9 磁选中间产品再次磁选试验结果

Table 9 Test results of secondary magnetic separation of magnetic separation intermediate products		/%			
Magnetic separation intermedium products	Magnetic scavenging products	Yield	REO	Recovery	
Magnetic middling 1* + Magnetic concentrate 2*	Concentrate	0. 50	56. 03	3. 87	
	Tailings	2. 73	22. 56	8. 59	
Magnetic tailings 1* + Magnetic middling 2*	Concentrate	1. 25	29. 86	5. 20	
	Tailings	8. 85	5. 33	6. 57	

从表9可以看出,磁中矿1*与磁精矿2*经一次磁扫选后,可以得到REO品位为56.03%、回收率为3.87%的稀土次精矿产品(根据行业标准(XB/T 103-2010),产品牌号为000155),和REO品位为22.56%、回收率为8.59%的磁尾矿,磁尾矿1*与磁中矿2*经一次磁扫选后,所得磁精矿REO品位为29.86%,回收率为5.20%,这两种产品可以收集起来,再次进行强磁作业,从而进行再次富集。而磁尾矿的REO品位为5.33%,该磁选尾矿可以与矿泥磁选的尾矿、次精矿磁选的尾矿及浮选尾矿合并成为最终尾矿,最终尾矿的品位和回收率分别为1.73%和21.14%。

3 结论

1)四川德昌大陆槽稀土矿目的矿物主要为氟碳铈矿,伴生矿物繁多,嵌布关系复杂,泥化程度较高,造成稀土矿物浮选分离困难。

2)本次试验采用“预先脱泥—两粗—三扫—三精—精扫选”的浮选闭路流程,获得了REO品位30.38%、回收率73.74%的浮选稀土精矿和REO品位11.93%、回收率13.41%的浮选稀土次精矿。

3)为同时保证稀土矿物的品位和回收率,采用浮—磁联合工艺来对该稀土矿物进行回收。将闭路各产品进行强磁作业,产出REO品位61.11%、回收率60.09%的合格稀土精矿,强磁中间产品进行二次磁选可获得REO品位56.03%、回收率3.87%的稀土磁选次精矿,总回收率63.96%;平均品位60.77%。

参考文献:

- [1] HUANG Zaixing, FAN Maohong, TIAN Hanjing. Coal and coal byproducts: A large and developable unconventional resource for critical materials—Rare earth elements [J]. *Journal of Rare Earths*, 2018, 36(4):337-338.
- [2] 王同涛, 富贵, 孔江涛, 等. 我国稀土产业发展的问题及对策建议[J]. *有色金属工程*, 2012, 2(3):23-26. WANG Tongtao, FU Gui, KONG Jiangtao, et al. Problems and countermeasures of rare earth industry development in China [J]. *Nonferrous Metals Engineering*, 2012, 2(3):23-26.
- [3] 季根源, 张洪平, 李秋玲, 等. 中国稀土矿产资源现状及其可持续发展对策[J]. *中国矿业*, 2018, 27(8):9-16. JI Genyuan, ZHANG Hongping, LI Qiuling, et al. Current status of rare earth resources in China and strategies for its sustainable development [J]. *China Mining Magazine*, 2018, 27(8):9-16.
- [4] 郑明贵, 陈艳红. 世界稀土资源供需现状与中国产业政策研究[J]. *有色金属科学与工程*, 2012(4):70-74. ZHENG Mingguai, CHEN Yanhong. Supply and demand of rare earth resources and China's rare earth industry policy [J]. *Nonferrous Metals Science and Engineering*, 2012(4):70-74.
- [5] 张博, 宁阳坤, 曹飞, 等. 世界稀土资源现状[J]. *矿产综合利用*, 2018(4):7-12. ZHANG Bo, NING Yangkun, CAO Fei, et al. Status of rare earth resources in the world [J]. *Comprehensive Utilization of Mineral Resources*, 2018(4):7-12.
- [6] 黄静丽. 世界稀土资源储量分布及供需现状分析[J]. *中国集体经济*, 2015(6):109-110. HUANG Jingli. Analysis of distribution and supply and demand of rare earth resources in the world [J]. *China Collective Economy*, 2015(6):109-110.
- [7] 张臻悦, 何正艳, 徐志高, 等. 中国稀土矿稀土配分特征[J]. *稀土*, 2016, 37(1):121-127. ZHANG Zhenyue, HE Zhengyan, XU Zhigao, et al. Rare earth partitioning characteristics of China rare earth ore [J]. *Rare Earth*, 2016, 37(1):121-127.
- [8] 池汝安, 王淀佐. 稀土矿物加工 [M]. 北京: 科学出版社, 2014. CHI Ru'an, WANG Dianzuo. Rare earth mineral processing [M]. Beijing: Science Press, 2014.
- [9] 罗家珂, 任俊, 唐芳琼, 等. 我国稀土浮选药剂研究进展[J]. *中国稀土学报*, 2002, 20(5):385-391. LUO Jiake, REN Jun, TANG Fangqiong, et al. Development on flotation reagents of rare earth minerals in China [J]. *Acta Rare Earth Sinica*, 2002, 20(5):385-391.
- [10] REN J, SONG S, VALDIVIESO A L, et al. Selective flotation of bastnaesite from monazite in rare earth concentrates using potassium alum as depressant [J]. *International Journal of Mineral Processing*, 2000, 59(3):237.
- [11] 刘琦, 周芳, 冯健, 等. 我国稀土资源现状及选矿技术进展[J]. *矿产保护与利用*, 2019, 39(5):76-83. LIU Qi, ZHOU Fang, FENG Jian, et al. Review on rare earth resources and its mineral processing technology in China [J]. *Mineral Protection and Utilization*, 2019, 39(5):76-83.
- [12] 陈福林, 汪传松, 巨星, 等. 四川稀土矿开发利用现状[J]. *现代矿业*, 2017, 33(2):102-105. CHEN Fulin, WANG Chuansong, JU Xing, et al.

- Development and utilization status of rare earth ore in Sichuan province[J]. *Modern Mining*, 2017, 33(2): 102-105.
- [13] LAN X, GAO J, DU Y, et al. Effect of super gravity on successive precipitation and separation behaviors of rare earths in multi-components rare-earth system[J]. *Separation and Purification Technology*, 2019, 228:115752.
- [14] JORDENS A, CHENG Y P, WATERS K E. A review of the beneficiation of rare earth element bearing minerals[J]. *Minerals Engineering*, 2013, 41:97-114.
- [15] 曹惠昌. 稀土矿分选工艺及浮选药剂研究进展[J]. 矿产保护与利用, 2017(3):100-105, 111.
CAO Huichang. Research advance of processing and flotation reagent of rare earth resources[J]. *Mineral Protection and Utilization*, 2017(3):100-105, 111.
- [16] 李文博, 武锋, 杨峰, 等. 国内矿物型稀土选别工艺及浮选捕收剂机理研究新进展[J]. 现代矿业, 2019, 35(6): 1-5.
LI Wenbo, WU Feng, YANG Feng, et al. New research progress in mineral-type rare earth mineral separation process and flotation collector mechanism in China[J]. *Modern Mining*, 2019, 35(6):1-5.
- [17] XIONG W, DENG J, CHEN B, et al. Flotation-magnetic separation for the beneficiation of rare earth ores[J]. *Minerals Engineering*, 2018, 119:49-56.
- [18] 王成行, 邱显扬, 胡真, 等. 水杨羟肟酸对氟碳铈矿的捕收机制研究[J]. 中国稀土学报, 2014, 32(6):727-735.
WANG Chengxing, QIU Xianyang, HU Zhen, et al. Flotation mechanism of bastnaesite by salicylhydroxamic acid[J]. *Acta Rare Earth Sinica*, 2014, 32(6):727-735.
- [19] 贾利攀, 车小奎, 郑其, 等. 3种捕收剂对氟碳铈矿的浮选性能研究[J]. 金属矿山, 2011, 40(7):106-109.
JIA Lipan, CHE Xiaokui, ZHENG Qi, et al. Flotation study of three kinds of collectors towards bastnaesite[J]. *Metal Mine*, 2011, 40(7):106-109.
- [20] 纪淳望. 水玻璃在选矿中的应用[J]. 大科技, 2017, 40(2):151.
JI Chunwang. Application of sodium silicate in mineral processing[J]. *Big Science and Technology*, 2017, 40(2):151.
- [21] 印万忠, 吕振福, 韩跃新, 等. 改性水玻璃在萤石矿浮选中的应用及抑制机理[J]. 东北大学学报(自然科学版), 2009, 30(2):287-290.
YIN Wanzhong, LYU Zhenfu, HAN Yuexin, et al. Application of NSOH in fluorite ore flotation and its dressing mechanism [J]. *Journal of Northeast University(Natural Science Edition)*, 2009, 30(2): 287-290.