

doi:10.3969/j.issn.2095-1744.2021.06.013

基于正交试验某高硫铅锌矿选矿工艺优化

李博琦^{1,2,3}, 谢 贤^{1,2,3}, 宋 强^{1,4}, 杜云鹏^{1,2,3}, 黎 洁^{1,2,3}, 朱 辉^{1,2,3}

- (1. 昆明理工大学 国土资源工程学院, 昆明 650093;
2. 省部共建复杂有色金属资源清洁利用国家重点实验室, 昆明 650093;
3. 云南省金属矿尾矿资源二次利用工程研究中心, 昆明 650093;
4. 云南缘矿科技发展有限公司, 昆明 650093)

摘 要:高硫铅锌矿的高效分离一直是选矿研究的技术难题。试验所有矿样来自贵州某高硫铅锌矿选矿厂, 原矿 Pb 品位 2.68%、Zn 品位 8.80%、S 品位 17.46%, S 主要赋存于黄铁矿中, 嵌布关系复杂, 解离程度不高。采用“优先浮铅再浮锌”的原则流程, 通过单因素试验确定了铅粗选最佳磨矿细度为 0.074 mm 含量为 85%、铅粗选捕收剂为丁基黄药+乙硫氮。采用正交试验设计分别对铅粗选和锌粗选的药剂用量进行优化。结果表明, 铅粗选最佳药剂制度为石灰 2 000 g/t、硫酸锌 1 200 g/t、丁基黄药+乙硫氮 35 g/t+35 g/t、松醇油 30 g/t; 锌粗选最佳药剂制度为石灰 800 g/t、X-45 500 g/t、丁基黄药 120 g/t、松醇油 20 g/t。在最佳药剂制度条件下, 采用“铅一粗二扫三精、锌一粗二扫二精”选矿工艺流程进行闭路试验, 最终获得 Pb 品位 58.42%、Pb 回收率 80.92% 的铅精矿, 获得 Zn 品位 51.61%、Zn 回收率 92.60% 的锌精矿。

关键词:铅锌矿; 优先浮铅; 单因素试验; 正交试验; 闭路试验

中图分类号:TD923; TD952 **文献标志码:**A **文章编号:**2095-1744(2021)06-0085-10

Optimization of Beneficiation Process of a High-Sulfur Lead-Zinc Ore Based on Orthogonal Test

LI Boqi^{1,2,3}, XIE Xian^{1,2,3}, SONG Qiang^{1,4}, DU Yunpeng^{1,2,3}, LI Jie^{1,2,3}, ZHU Hui^{1,2,3}

- (1. Faculty of Land Resource Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China;
2. Construction of State Key Laboratory for Clean Utilization of Complex Nonferrous Metal Resources, Kunming 650093, China;
3. Yunnan Province Engineering Research Center for Reutilization of Metal Tailings Resources, Kunming 650093, China;
4. Yunnan Yuankuang Technology Development Co., Ltd., Kunming 650093, China)

Abstract: Efficient separation of high-sulfur lead-zinc ore has always been a technical problem in mineral processing research. All the test samples came to a high-sulfur lead-zinc ore dressing plant in Guizhou, with Pb grade of 2.68%, Zn grade of 8.80%, and S grade of 17.46%. S mainly occurs in pyrite, with complex dissemination relationship and low liberation degree. Based on the principle flowsheet of “lead selective flotation followed by zinc flotation”, the optimal grinding fineness of lead roughing was determined by single factor test as 85% passing 0.074 mm, and the collector of lead roughing was butyl xanthate+ethyl thiocarbamate. Optimization of reagent dosage for lead roughing and zinc roughing by orthogonal design, the results showed that the optimum reagent

收稿日期: 2021-01-08

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51764025); 云南省应用基础研究计划基金项目(2019FA021)

Fund: Supported by the National Natural Science Foundation of China(51764025); Yunnan Province Applied Basic Research Project Fund(2019FA021)

作者简介: 李博琦(1995—), 男, 硕士研究生, 主要从事矿物加工研究。

通信作者: 谢 贤(1981—), 男, 副教授, 博士, 主要从事浮选理论与工艺和矿产资源综合利用研究。

引用格式: 李博琦, 谢 贤, 宋 强, 等. 基于正交试验某高硫铅锌矿选矿工艺优化[J]. 有色金属工程, 2021, 11(6): 85-94.

LI Boqi, XIE Xian, SONG Qiang, et al. Optimization of Beneficiation Process of a High-Sulfur Lead-Zinc Ore Based on Orthogonal Test[J]. Nonferrous Metals Engineering, 2021, 11(6): 85-94.

system of lead roughing was lime 2 000 g/t, zinc sulfate 1 200 g/t, butyl xanthate+ethyl thiocarbamate 35 g/t+35 g/t, pine oil 30 g/t. The optimum reagent system of zinc roughing was lime 800 g/t, X-45 500 g/t, Butyl xanthate 120 g/t, pine oil 20 g/t. Under the best reagent regime, closed-circuit test was carried out by using “one roughing-two scavenging-three cleanings for lead and one roughing two scavenging two cleanings for zinc” beneficiation process. Finally, lead concentrate with Pb grade of 58.42% and Pb recovery of 80.92% was obtained, and zinc concentrate with Zn grade of 51.61% and Zn recovery of 92.60% was obtained.

Key words: lead-zinc ore; lead selective flotation; single factor test; orthogonal test; closed-circuit test

我国铅锌矿产资源丰富,主要分布在内蒙古、广西、新疆、广东、云南等地^[1]。铅锌矿作为战略性矿产资源,被广泛应用于电气、机械、冶金等领域^[2-3]。目前我国主要采用浮选法进行铅锌矿选矿,其铅、锌浮选分离的主要方法包括抑铅浮铅、抑铅浮锌和混合浮选再分离^[4-6]。在铅锌矿床中一般 Pb 品位要低于 Zn 品位,本着抑多浮少的原则,抑铅浮铅法得到了广泛应用^[7],但被抑制后的锌矿物活化较为困难,导致最终 Zn 回收率较低,锌的高效活化剂在后续浮选作业中尤为关键,目前锌的活化剂主要以硫酸铜为主^[8-9]。也有采用抑铅浮锌法进行铅、锌浮选分离,糊精是方铅矿的有效抑制剂,对闪锌矿的抑制作用较弱,方铅矿表面的羟基化 Pb^{2+} 与糊精通过氢键或化学反应与捕收剂离子发生竞争吸附,从而抑制方铅矿^[10]。针对铅、锌品位低,嵌布关系简单的铅锌矿,常使用混合浮选再分离法,该方法在处理相同矿量的情况下比抑铅浮铅法和抑铅浮锌法成本低、设备少,但混合浮选的粗精矿中会有大量药剂残

留,导致铅、锌浮选分离困难,互含高^[11-12]。

高硫铅锌矿常伴生黄铁矿和磁黄铁矿等硫化铁矿物,针对该类矿石,在选矿过程中常使用石灰来抑制硫化铁矿物,在后续锌硫分离过程中需对闪锌矿活化,而硫酸铜活化剂中 Cu^{2+} 对硫化铁矿物也有较强的活化作用,造成锌硫分离困难。本文以贵州某高硫铅锌矿为研究对象,选用新型活化剂 X-45 作为闪锌矿的活化剂,采用单因素试验研究了磨矿细度和捕收剂种类对浮选指标的影响,利用正交试验设计优化铅粗选和锌粗选的药剂制度,探究了各药剂对浮选指标的影响程度,最终通过闭路试验获得合格的铅精矿产品和锌精矿产品。

1 材料和方法

1.1 铅锌矿矿样性质

试样取自贵州某硫化铅锌矿选厂细碎筛下产品,通过化学多元素分析查明该铅锌矿中的主要元素及含量,分析结果见表 1。

表 1 矿样化学多元素分析结果

Table 1 Results of chemical multielement analysis of ore samples

Component	Pb	Zn	Fe	S	SiO ₂	MgO	CaO	Mn	Al ₂ O ₃
Content/%	2.68	8.80	16.46	17.46	17.26	1.39	14.32	3.14	5.62

由表 1 可知,该铅锌矿中 Pb 含量为 2.68%, Zn 含量为 8.80%, Fe 含量为 16.46%, S 含量较高为 17.46%;主要脉石矿物为 SiO₂、CaO 和 Al₂O₃,其含量分别为 17.26%、14.32%和 5.62%。

为确定含铅、锌矿物的赋存状态,分别对其进行

了物相分析。分析结果见表 2 和表 3。含铅矿物主要为方铅矿,分布率为 85.45%,其余为铅矾、白铅矿和其他等铅矿物;锌主要为闪锌矿,分布率为 94.20%,其余的 Zn 赋存于硫酸锌、氧化锌和铁闪锌矿及其它矿物中。

表 2 铅物相分析结果

Table 2 Results of lead phase analysis

Phase	Lead vanadium	Cerussite	Galena	Other	Total
Content	0.10	0.16	2.29	0.13	2.68
Distribution	3.73	5.97	85.45	4.85	100.0

表 3 锌物相分析结果

Table 3 Results of Zine phase analysis

Phase	Zinc sulfate	Zinc oxide	Sphalerite	Marmatite and other	Total
Content	0.05	0.21	8.29	0.25	8.80
Distribution	0.57	2.39	94.20	2.84	100.0

为确定原矿的矿物组成及嵌布特征,对原矿进行 XRD 分析和扫描电镜分析,结果见图 1 和图 2。由图 1 可知,有用矿物主要由方铅矿、闪锌矿和黄铁矿组成,脉石主要为石英。由图 2 可知,方铅矿在原矿中的嵌布特征较复杂,粒度粗细不均匀,细粒方铅矿主要以团粒状和星点状的形态与黄铁矿、石英和闪锌矿共生、连接成块,粗粒方铅矿与石英包裹连生。闪锌矿嵌布粒度相对较粗,闪锌矿包裹于方铅矿表面,黄铁矿和石英以团粒状嵌布在闪锌矿中,少有团粒状闪锌矿嵌布在方解石和石英中。

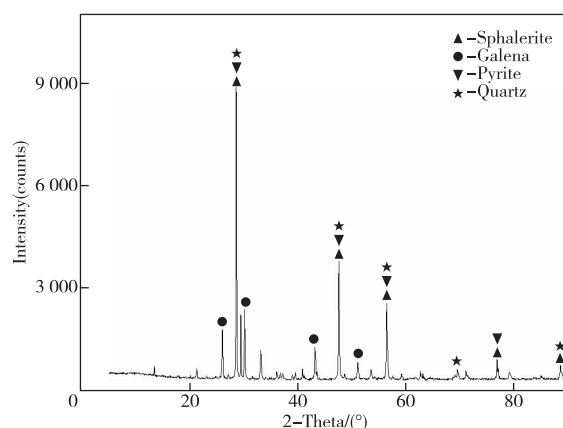


图 1 原矿 XRD 分析结果

Fig. 1 XRD analysis results of raw ore

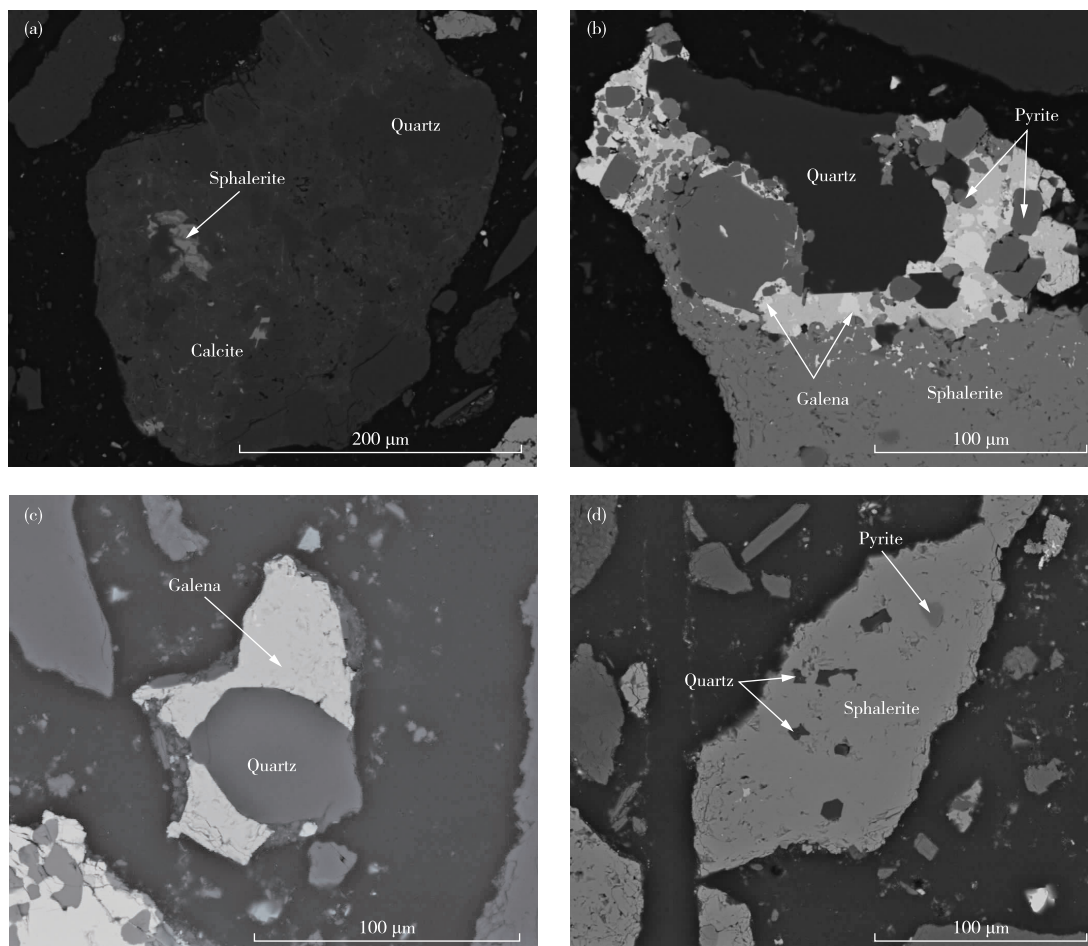


图 2 原矿扫描电镜分析图

Fig. 2 Scanning electron microscope analysis of raw ore

1.2 实验方法

该矿石须回收的目的矿物主要为方铅矿和闪锌矿,两种矿物均为硫化矿物。根据对该矿石性质的研究得知,方铅矿与闪锌矿、黄铁矿和石英紧密共生,闪锌矿粒度较粗,与黄铁矿、方铅矿、石英和石英包裹连生。需要磨矿后浮选,保证方铅矿和闪锌矿

充分单体解离;矿石中黄铁矿含量较高,需对其抑制浮选。试验采用优先浮铅的工艺对其进行选别,通过单因素试验和正交试验优化工艺流程及药剂制度。优先浮铅粗选试验流程见图 3。

试验所用设备为 XMQ- $\Phi 240 \times 90$ 型球磨机, XRF 型挂槽式浮选机(1.5 L、0.75 L 和 0.5 L)。

磨矿浓度恒为 65%，优先浮铅试验所用的抑制剂为石灰和硫酸锌，捕收剂为丁基黄药和乙硫氮，起泡剂为松醇油。锌浮选试验所用抑制剂为石灰，活化剂为 X-45，捕收剂为丁基黄药，起泡剂为松醇油。

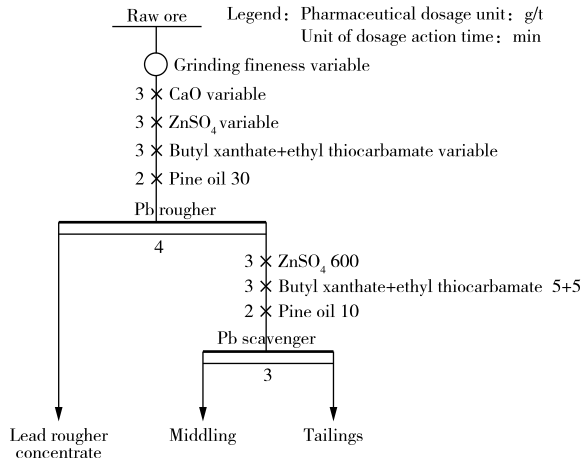


图 3 铅粗选试验流程

Fig. 3 Test process of lead roughing

2 试验结果与讨论

2.1 优先浮铅试验研究

2.1.1 磨矿细度对铅粗选的影响

矿物嵌布特征分析表明，该矿物中方铅矿和闪锌矿与黄铁矿和石英等脉石矿物包裹连生，解离程度不高。磨矿细度对铅、锌浮选分离至关重要，须在浮选前进行磨矿，实现方铅矿与闪锌矿最大限度地分离，对此进行磨矿细度试验，试验流程见图 3。优先浮铅磨矿细度试验的药剂制度为：抑制剂石灰 2 000 g/t，抑制剂硫酸锌 1 200 g/t，混合捕收剂丁基黄药+乙硫氮 35 g/t+35 g/t，松醇油 30 g/t。

试验结果如图 4 和图 5 所示，铅粗精矿中的 Pb 品位随着磨矿细度的增加呈先升高后降低的趋势变化，Pb 回收率呈升高的趋势变化；尾矿中 Zn 品位随着磨矿细度的增加呈先升高后降低的趋势变化，Zn 回收率逐渐降低。适当磨矿不仅可以改善铅的浮选指标，还提高了尾矿中 Zn 品位，很好地实现了铅、锌浮选分离。最终确定最佳磨矿细度为 -0.074 mm 含量占 85%。

2.1.2 捕收剂种类对铅粗选的影响

为了提高铅粗精矿中铅的品位和回收率，降低铅粗精矿中锌的含量，实现铅、锌最大限度地浮选分

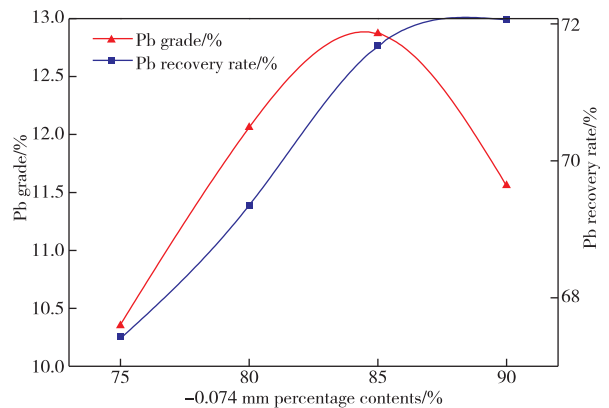


图 4 磨矿细度对铅粗精矿铅品位和回收率的影响

Fig. 4 The effect of grinding fineness on lead grade and recovery rate of lead rougher concentrate

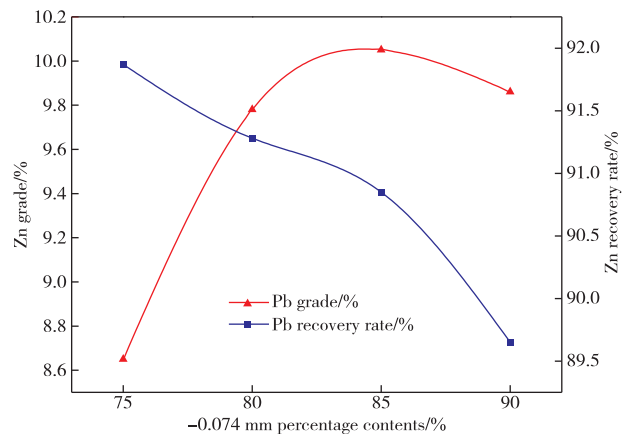


图 5 磨矿细度对尾矿锌品位和回收率的影响

Fig. 5 The effect of grinding fineness on zinc grade and recovery rate of tailings

离，对此进行了方铅矿捕收剂种类试验研究，确定适合方铅矿浮选的捕收剂。试验选用丁基黄药和乙硫氮按 1:1 组合的药剂作为铅浮选捕收剂，试验流程如图 3 所示。磨矿细度 -0.074 mm 含量占 85%，浮选药剂用量为：抑制剂石灰 2 000 g/t，抑制剂硫酸锌 1 200 g/t，捕收剂 70 g/t，松醇油 30 g/t。

试验结果如图 6 所示，通过对铅粗精矿产品中铅和锌指标的考察，确定方铅矿浮选的最佳捕收剂。选用丁基黄药作为铅粗选捕收剂，铅富集的同时，锌也富集于铅粗精矿中，没有得到有效分离；选用乙硫氮作为铅粗选捕收剂，铅虽得到了富集，但回收率较低；选用丁基黄药和乙硫氮混合捕收剂，粗铅精矿中铅品位达到 12.87%、回收率 71.68%，分离效果优于丁基黄药和乙硫氮。故选用丁基黄药和乙硫氮按 1:1 混合作为铅粗选捕收剂。

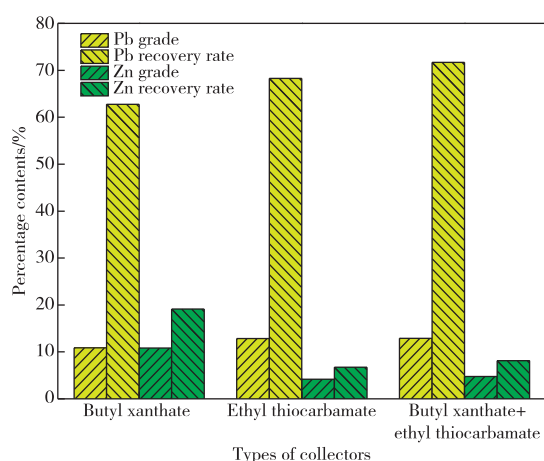


图6 捕收剂种类对浮选指标的影响

Fig. 6 Effects of collector types on flotation indexes

2.1.3 铅粗选药剂用量正交

在优先浮铅试验中所用药剂为抑制剂石灰、硫酸锌和混合捕收剂丁基黄药+乙硫氮。石灰不仅对黄铁矿有抑制作用,对闪锌矿也有一定的抑制作用,并可以调节矿浆呈碱性,使黄铁矿表面生成具有亲

水性的 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 薄膜, Ca^{2+} 则吸附于黄铁矿表面,使黄铁矿得到抑制^[13];石灰水解会生成 Ca^{2+} 和 CaOH^+ ,吸附于闪锌矿表面形成一种亲水薄膜,与黄药离子发生竞争吸附,阻止黄药吸附于闪锌矿表面^[3,14]。硫酸锌在碱性条件下对闪锌矿具有较好的抑制作用,与石灰共同作用,硫酸锌在碱性矿浆中水解生成 $\text{Zn}(\text{OH})_2$,因其溶解度小且具有亲水性,吸附在闪锌矿表面,与黄药离子发生竞争吸附,进而阻隔药剂吸附^[3]。丁基黄药+乙硫氮作为方铅矿的混合捕收剂,两种捕收剂分子中的单键硫与方铅矿表面的铅原子形成共价键,与丁基黄药形成的共价键强于乙硫氮。进而实现对方铅矿的捕收^[15]。

铅粗选采用 $L_9(3^3)$ 正交表安排试验,正交试验可以大大提高选矿效率,试验流程如图3所示。选择石灰(CaO)用量、硫酸锌(ZnSO_4)用量和丁基黄药+乙硫氮用量作为影响因素,药剂用量因素水平设置见表4。正交试验设计方案及试验结果见表5,正交试验极差分析结果见表6。

表4 铅粗选药剂用量正交试验因素水平表

Table 4 Orthogonal test factor level table of the dosage of lead roughing

/($\text{g} \cdot \text{t}^{-1}$)

Level	A(CaO)	B(ZnSO_4)	C(Butyl xanthate+ethyl thiocarbamate)
1	1 500	1 000	25+25
2	2 000	1 200	35+35
3	2 500	1 400	45+45

表5 铅粗选药剂用量正交试验结果

Table 5 Orthogonal test results of the dosage of lead roughing

/%

Test number	Factors			Pb grade	Pb recovery rate
	A	B	C		
1	1	1	1	11.24	55.54
2	1	2	2	10.14	66.14
3	1	3	3	8.87	70.17
4	2	1	2	9.36	65.36
5	2	2	3	12.11	73.44
6	2	3	1	13.03	57.37
7	3	1	3	8.25	68.55
8	3	2	1	12.05	52.85
9	3	3	2	11.45	60.72

表6 铅粗选正交试验极差分析

Table 6 Range analysis of orthogonal test of lead roughing

/%

Category	Pb grade			Pb recovery rate		
	A	B	C	A	B	C
K_{j1}	30.25	28.85	36.32	191.85	189.45	165.76
K_{j2}	34.50	34.30	30.95	196.17	192.43	192.22
K_{j3}	31.75	33.35	29.23	182.12	188.26	212.16
k_1	10.08	9.62	12.11	63.95	63.15	55.25
k_2	11.50	11.43	10.32	65.39	64.14	64.07
k_3	10.58	11.12	9.74	60.71	62.75	70.72
R	4.25	5.45	7.09	14.05	4.17	46.40
r	1.42	1.82	2.36	4.68	1.39	15.47

R 值越大,说明该因素对铅粗选指标影响越大。表 6 分析结果表明:各因素对浮选铅粗精矿产品中 Pb 品位的影响程度由大到小为: $C>B>A$;各因素对浮选铅粗精矿产品中 Pb 回收率的影响程度由大到小为: $C>A>B$ 。以铅粗精矿中 Pb 品位为反应值:得出最佳药剂制度方案为 $A_2B_2C_1$,即石灰 2 000 g/t、硫酸锌 1 200 g/t、丁基黄药+乙硫氮 25 g/t+25 g/t。以铅粗精矿中 Pb 回收率大小为反应值:得出最佳药剂制度方案为 $A_2B_2C_3$,即石灰 2 000 g/t、硫酸锌 1 200 g/t、丁基黄药+乙硫氮 45 g/t+45 g/t。

2.1.4 铅浮选对比及验证试验

根据上述正交试验结果及分析得知,铅粗选较好的药剂制度方案为 $A_2B_2C_1$ 和 $A_2B_2C_3$,因此进行铅浮选对比试验,试验流程如图 3,试验结果见表 7。试验 1 药剂制度:石灰 2 000 g/t、硫酸锌 1 200 g/t、丁基黄药+乙硫氮 25 g/t+25 g/t、松醇油 30 g/t。试验 2 药剂制度:石灰 2 000 g/t、硫酸锌 1 200 g/t、丁基黄药+乙硫氮 45 g/t+45 g/t、松醇油 30 g/t。

通过对比试验 1 和试验 2 结果可知,两组试验均实现了铅、锌分离,试验 1 铅粗精矿中铅品位较高,但铅回收率较低,尾矿中锌回收率达到 89.53%。试验 2 铅粗精矿中铅回收率为 73.46%,比试验 1 的铅回收率高 18.11%,但锌在铅粗精矿中含量较高。对此进行了铅粗选药剂优化试验,试验 3 药剂制度:石灰 2 000 g/t、硫酸锌 1 200 g/t、丁基黄药+乙硫氮 35 g/t+35 g/t、松醇油 30 g/t。试验 3 获得了 Pb 品位 12.87、回收率 71.68%的铅粗精矿,尾矿中锌回收率较高,达到 88.36%。故铅粗选最佳药剂用量方案为 $A_2B_2C_2$,即石灰 2 000 g/t、硫酸锌 1 200 g/t、丁基黄药+乙硫氮 35 g/t+35 g/t、松醇油 30 g/t。

采用上述最佳药剂用量方案进行验证试验,试验结果见表 7 中试验 3 和试验 4。铅粗精矿中铅的平均回收率为 71.70%;尾矿中铅的平均回收率为 88.345%。验证试验铅粗精矿中铅的回收率在 71.70%±0.02%、尾矿中铅的回收率 88.345%±0.02%,表明试验结果具有代表性和重复性。

表 7 铅粗选对比及验证试验结果

Table 7 Comparison and verification of experimental results of lead roughing

/%

Groups	Product	Yield	Grade		Recovery rate	
			Pb	Zn	Pb	Zn
1	Pb rougher concentrate	11.48	12.93	4.52	55.35	5.90
	Middling	9.86	3.45	4.08	12.68	4.57
	Tailings	78.66	1.09	10.01	31.97	89.53
	Total	100.0	2.68	8.80	100.0	100.0
2	Pb rougher concentrate	16.23	12.13	6.05	73.46	11.16
	Middling	6.38	3.02	3.94	7.19	2.86
	Tailings	77.39	0.67	9.78	19.35	85.99
	Total	100.0	2.68	8.80	100.0	100.0
3	Pb rougher concentrate	15.01	12.87	4.76	71.68	8.12
	Middling	7.78	3.06	3.98	8.83	3.52
	Tailings	77.21	0.68	10.07	19.48	88.36
	Total	100.0	2.69	8.80	100.0	100.0
4	Pb rougher concentrate	14.98	12.85	4.78	71.72	8.13
	Middling	7.73	3.12	4.02	8.99	3.53
	Tailings	77.29	0.67	10.06	19.29	88.33
	Total	100.0	2.68	8.80	100.0	100.0

2.2 锌浮选试验研究

2.2.1 锌粗选正交试验设计

锌粗选选用石灰作抑制剂、X-45 作活化剂、丁基黄药作捕收剂。由于该矿石黄铁矿含量较高,故选用石灰做抑制剂,但石灰对闪锌矿也有一定的抑制作用,导致锌回收率较低。X-45 是一种新型高效闪锌矿活化剂,学者通过对比 X-45

和硫酸铜对铁闪锌矿活化行为发现:经 X-45 和丁基黄药作用后的铁闪锌矿纯矿物表面接触角大于经 CuSO_4 和丁基黄药处理后得到的铁闪锌矿纯矿物表面接触角,且经 X-45 和丁基黄药作用后的铁闪锌矿出现明显的疏水聚团现象,且疏水聚团相对较小而紧密,说明了 X-45 的活化能力比硫酸铜强^[16-17]。

锌粗选正交试验设计选用 $L_9(3^3)$ 正交表安排试验,试验流程见图 7。选择石灰(CaO)用量、X-45 用量、丁基黄药用量作为影响因素,锌粗选药剂用量因素和水平设置见表 8。锌粗选正交试验设计方案及试验结果见表 9,正交试验极差分析结果见表 10。

从表 10 可以看出:各因素对浮选锌粗精矿产品中 Zn 品位的影响程度由大到小为: $A > C > B$;各因素对浮选锌粗精矿产品中 Zn 回收率的影响程度由大到小为: $C > B > A$ 。以锌粗精中 Zn 品位大小为反应值:得出最佳药剂制度方案为 $A_2B_2C_2$,即石灰 800 g/t、X-45 500 g/t、丁基黄药 100 g/t。以锌粗精中 Zn 回收率大小为反应值:得出最佳药剂制度方案为 $A_2B_2C_3$,即石灰 800 g/t、X-45 500 g/t、丁基黄药 120 g/t。锌粗选主要考察指标为 Zn 的回收率,其次为 Zn 的品位,在保证较大回收率的前提下,最大限度提高 Zn 的品位。故确定锌粗选最佳药剂制度为 $A_2B_2C_3$ 。

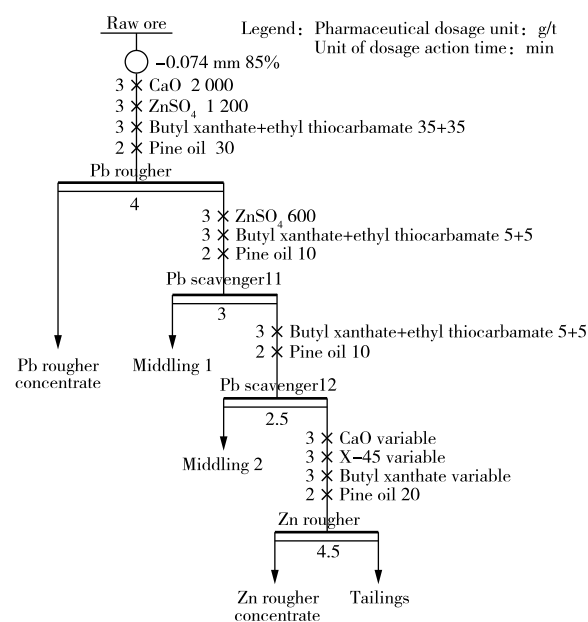


图 7 锌粗选试验流程

Fig. 7 Test process of lead rough separation

表 8 锌粗选药剂用量正交试验因素水平表

Table 8 Orthogonal test factor level table of the dosage of zinc roughing $/(g \cdot t^{-1})$

Level	A(CaO)	B(X-45)	C(Butyl xanthate)
1	600	400	80
2	800	500	100
3	1 000	600	120

表 9 锌粗选药剂用量正交试验结果

Table 9 Orthogonal test results of the dosage of zinc roughing $/\%$

Test number	Factors			Zn grade	Zn recovery rate
	A	B	C		
1	1	1	1	27.65	68.36
2	1	2	2	27.19	74.48
3	1	3	3	24.75	81.32
4	2	1	2	30.02	73.72
5	2	2	3	27.12	84.59
6	2	3	1	29.13	72.24
7	3	1	3	22.27	78.34
8	3	2	1	26.28	70.75
9	3	3	2	26.02	74.92

表 10 锌粗选正交试验极差分析

Table 10 Range analysis of orthogonal test of zinc roughing $/\%$

Category	Zn grade			Zn recovery rate		
	A	B	C	A	B	C
K_{j1}	79.59	79.94	83.06	224.16	220.42	211.35
K_{j2}	86.27	80.59	83.23	230.55	229.82	223.12
K_{j3}	74.57	79.90	74.14	224.01	228.48	244.25
k_1	26.53	26.65	27.69	74.72	73.47	70.45
k_2	28.76	26.86	27.74	76.85	76.61	74.37
k_3	24.86	26.63	24.71	74.67	76.16	81.42
R	11.70	0.69	9.09	6.54	9.40	32.90
r	3.90	0.23	3.03	2.18	3.13	10.97

2.2.2 锌粗选验证试验

根据锌粗选药剂用量正交试验结果得知,浮选药

剂用量较好方案为 $A_2B_2C_3$,即石灰 800 g/t、X-45 500 g/t、丁基黄药 120 g/t。验证试验结果见表

11. 采用最佳药剂制度浮选锌,获得的锌粗精矿中 Zn 27.34%±0.02%,锌粗精矿中 Zn 的回收率为 84.64%±0.07%,表明试验结果具有代表性和重复性。最终获得 Zn 品位 27.36%、Zn 回收率 84.71%的锌粗精矿。

表 11 锌粗选验证试验结果

Table 11 verification test results of zinc roughing /%

Groups	Product	Yield	Grade		Recovery rate	
			Pb	Zn	Pb	Zn
5	Pb rougher concentrate	15.07	12.78	4.72	71.82	8.07
	Pb Middling 1	7.63	3.12	3.98	8.88	3.45
	Pb Middling 2	3.20	2.72	1.18	3.25	0.43
	Zn rougher concentrate	27.28	1.15	27.36	11.70	84.71
	Tailings	46.82	0.25	0.63	4.36	3.35
	Total	100.0	2.68	8.81	100.0	100.0
6	Pb rougher concentrate	15.02	12.85	4.76	71.93	8.13
	Pb Middling 1	7.68	3.07	3.95	8.79	3.45
	Pb Middling 2	3.12	2.76	1.24	3.21	0.44
	Zn rougher concentrate	27.24	1.17	27.32	11.88	84.57
	Tailings	46.94	0.24	0.64	4.20	3.41
	Total	100.0	2.68	8.80	100.0	100.0

2.3 全流程闭路试验

通过单因素试验和正交试验,确定铅粗选最佳磨矿细度为-0.074 mm 含量为 85%,铅粗选最佳药剂制度:石灰 2 000 g/t、硫酸锌 1 200 g/t、丁基黄药+乙硫氮 35 g/t+35 g/t、松醇油 30 g/t,锌粗选

最佳药剂制度:石灰 800 g/t、X-45 500 g/t、丁基黄药 120 g/t、松醇油 20 g/t。采用“铅一粗二扫三精-锌一粗二扫二精”选矿工艺流程在最佳条件下进行闭路试验,试验流程及药剂制度如图 8 所示,闭路试验结果见表 12。最终获得 Pb 品位 58.42%、Pb 回

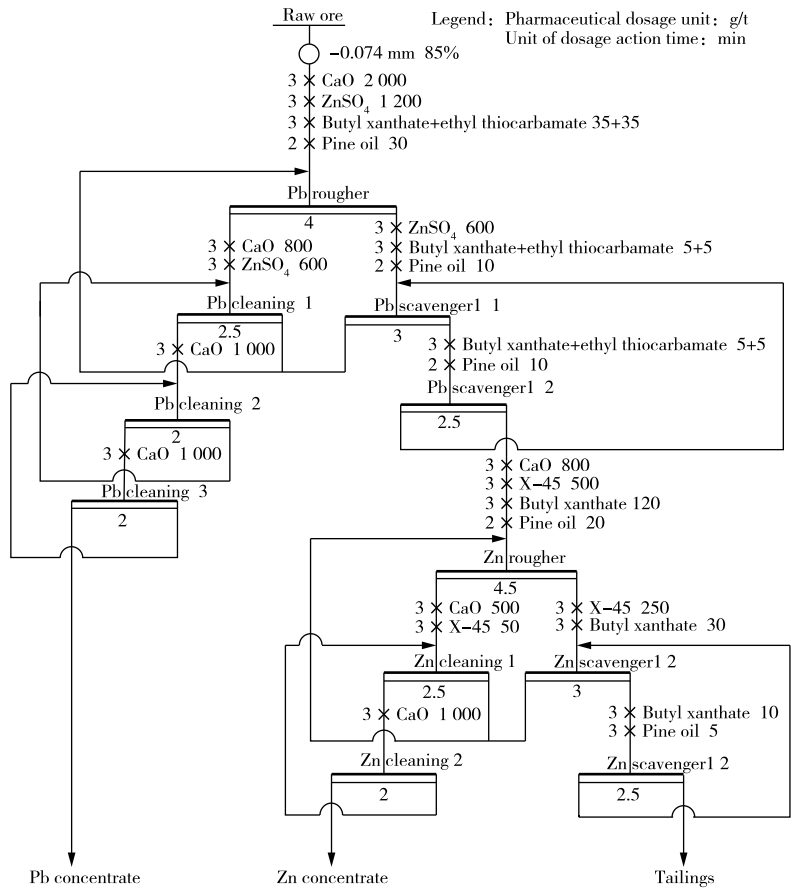


图 8 闭路试验流程

Fig. 8 Process of closed-circuit test

表 12 闭路试验结果
Table 12 Results of cycle test

/%

Product	Yield	Grade		Recovery rate	
		Pb	Zn	Pb	Zn
Pb concentrate	3.71	58.42	4.75	80.92	2.00
Zn concentrate	15.78	1.35	51.61	7.95	92.60
Tailings	80.51	0.37	0.59	11.12	5.40
Total	100.0	2.68	8.80	100.0	100.0

收率 80.92% 的铅精矿, 获得 Zn 品位 51.61%、Zn 回收率 92.60% 的锌精矿, 尾矿中 Pb 品位为 0.37%、Zn 品位为 0.59%。该流程很好地实现了铅、锌分离, 并获得了合格的铅精矿和锌精矿产品。

3 结论

1) 该铅锌矿属于高硫铅锌矿, 原矿含铅 2.68%、锌 8.80%、硫 17.46%。铅主要为方铅矿, 占总铅的 85.45%; 锌主要为闪锌矿, 占总锌的 94.20%; 硫主要赋存于黄铁矿中; 脉石矿物以石英和方解石为主。

2) 优先浮铅粗选单因素试验得出: 最佳磨矿细度为 -0.074 mm 的粒级含量为 85%; 确定丁基黄药+乙硫氮作为铅浮选的捕收剂。

3) 铅粗选药剂用量正交试验表明, 在石灰用量、硫酸锌用量、丁基黄药+乙硫氮用量 3 个因素中, 对浮选产品铅粗精矿中 Pb 品位影响程度大小为: (丁基黄药+乙硫氮) > 硫酸锌 > 石灰, 对浮选产品铅粗精矿中 Pb 回收率影响程度大小为: (丁基黄药+乙硫氮) > 石灰 > 硫酸锌。对比及验证试验表明, 铅粗选最佳药剂制度为: 石灰 2 000 g/t、硫酸锌 1 200 g/t、丁基黄药+乙硫氮 35 g/t+35 g/t、松醇油 30 g/t。

4) 锌粗选药剂用量正交试验表明, 在石灰用量、X-45 用量、丁基黄药用量 3 个因素中, 对浮选产品锌粗精矿中 Zn 品位影响程度大小为: 石灰 > 丁基黄药 > X-45, 对浮选产品锌粗精矿中 Zn 回收率影响程度大小为: 丁基黄药 > X-45 > 石灰。最终确定锌粗选最佳药剂制度为: 石灰 800 g/t、X-45 500 g/t、丁基黄药 120 g/t、松醇油 20 g/t。

5) 采用“铅一粗二扫三精-锌一粗二扫二精”选矿工艺流程在最佳条件下进行闭路试验, 最终获得 Pb 品位 58.42%、Pb 回收率 80.92% 的铅精矿, 获得 Zn 品位 51.61%、Zn 回收率 92.60% 的锌精矿, 尾矿中 Pb 品位为 0.37%、Zn 品位为 0.59%。

参考文献:

[1] 李建民. 复杂铅锌多金属硫化矿浮选分离研究及机理

探讨[D]. 昆明: 昆明理工大学, 2018.

LI Jianmin. Study on flotation separation and mechanism of complex lead-zinc polymetallic sulfide ore[D]. Kunming: Kunming University of Science and Technology, 2018.

[2] 梁李晓, 陈建华, 温凯. 云南某硫化铅锌矿低碱条件下浮选分离试验[J]. 金属矿山, 2020, 49(4): 119-124.

LIANG Lixiao, CHEN Jianhua, WEN Kai. Flotation separation test of a sulfide lead-zinc ore in Yunnan under low alkali conditions[J]. Metal Mine, 2020, 49(12): 119-124.

[3] 尧章伟, 方建军, 代宗, 等. 闪锌矿抑制剂的作用机理及研究进展[J]. 矿冶, 2018, 27(4): 16-21.

YAO Zhangwei, FANG Jianjun, DAI Zong, et al. Reaction mechanism and research progress of sphalerite depressants[J]. Mining & Metallurgy, 2018, 27(4): 16-21.

[4] 王红娟, 马岩. 硫化铅锌矿浮选分离技术的研究现状及进展[J]. 中国金属通报, 2018(4): 142-144.

WANG Hongjuan, MA Yan. Research status and development of flotation separation technology for sulfide lead-zinc ore [J]. China Metal Bulletin, 2018(4): 142-144.

[5] 敖顺福, 胡彬, 赵华科, 等. 某高硫铅锌矿选矿生产工艺流程考查及改进措施研究[J]. 矿产保护与利用, 2019, 39(1): 58-63.

AO Shunfu, HU Bin, ZHAO Huake, et al. Study on the process and improvement measures of a high-sulfur lead-zinc ore dressing production process[J]. Conservation and Utilization of Mineral Resources, 2019, 39(1): 58-63.

[6] 夏青, 欧阳辉, 梁菁菁. 硫化铅锌矿浮选分离研究进展[J]. 矿冶, 2018, 27(2): 9-14.

XIA Qing, OUYANG Hui, LIANG Jingjing. Research progress in flotation separation of sulfide lead-zinc ore[J]. Mining and Metallurgy, 2018, 27(2): 9-14.

[7] 程恺. 铅锌分离浮选高效环保新药剂 HQ77 和 D82 性能、作用机理和实际应用研究[D]. 南宁: 广西大学, 2016.

CHENG Kai. Study on the performance, mechanism and practical application of new efficient and environmentally friendly reagents HQ77 and D82 for

- lead-zinc separation flotation [D]. Nanning: Guangxi University, 2016.
- [8] 刘宝山, 邱树敏, 李国栋, 等. 西北某难选混合铅锌矿浮选试验[J]. 有色金属(选矿部分), 2014(6): 17-20.
LIU Baoshan, QIU Shumin, LI Guodong, et al. Flotation experiment on a refractory lead-zinc sulfide and oxidize bulk ore of Northwest [J]. Nonferrous Metals (Mineral Processing Section), 2014(6): 17-20.
- [9] 谢贤, 童雄, 张胜东, 等. 低碱环境下氯化铵强化铜活化闪锌矿的机理[J]. 金属矿山, 2020, 49(2): 1-8.
XIE Xian, TONG Xiong, ZHANG Shengdong, et al. Mechanism of ammonium chloride strengthen sphalerite's activation by copper under low alkaline condition [J]. Metal Mine, 2020, 49(2): 1-8.
- [10] 李国栋. 抑铅浮选分离铅锌混合精矿的工艺及机理研究[D]. 昆明: 昆明理工大学, 2014.
LI Guodong. Study on technology and mechanism of separation of lead-zinc mixed concentrate by suppressing lead and floating zinc [D]. Kunming: Kunming University of Science and Technology, 2014.
- [11] 马龙. 铅锌矿石中铅锌的分离与测定[J]. 化学工程与装备, 2015(5): 191-193.
MA Long. Separation and determination of lead and zinc in lead-zinc ores [J]. Chemical Engineering and Equipment, 2015(5): 191-193.
- [12] BULATOVIC S M. Flotation of mixed lead zinc sulphide oxide and oxide lead and zinc ores [M]. Handbook of Flotation Reagents: Chemistry, Theory and Practice, 2010: 67-86.
- [13] 付翔宇. 难选硫化铜矿石浮选工艺与铜硫分离机理研究[D]. 昆明: 昆明理工大学, 2018.
FU Xiangyu. Study on flotation process and separation mechanism of refractory copper sulfide ore [D]. Kunming: Kunming University of Science and Technology, 2018.
- [14] 邱廷省, 何元卿, 余文, 等. 硫化铅锌矿浮选分离技术的研究现状及进展[J]. 金属矿山, 2016, 45(3): 1-9.
QIU Tingsheng, HE Yuanqing, YU Wen, et al. Research status and development of the lead-zinc sulfide ore flotation separation [J]. Metal Mine, 2016, 45(3): 1-9.
- [15] 艾光湧, 蓝丽红, 王佳琪, 等. 三种常见捕收剂在方铅矿表面的吸附行为研究[J]. 有色金属(选矿部分), 2017(4): 87-92.
AI Guangyong, LAN Lihong, WANG Jiaqi, et al. Study on the adsorption behavior of three common collectors on galena surface [J]. Nonferrous Metals (Mineral Processing Section), 2017(4): 87-92.
- [16] 马原琳, 杨子轩, 谢贤, 等. X-45 与硫酸铜的活化行为对比[J]. 有色金属工程, 2018, 8(4): 90-94.
MA Yuanlin, YANG Zixuan, XIE Xian, et al. Comparison of activating behavior of X-45 and copper sulfate [J]. Nonferrous Metals Engineering, 2018, 8(4): 90-94.
- [17] 杨子轩. 新型高效活化剂 X-45 对铁闪锌矿浮选行为影响的研究[D]. 昆明: 昆明理工大学, 2017.
YANG Zixuan. Study on the effect of new efficient activator X-45 on the flotation behavior of marmatite [D]. Kunming: Kunming University of Science and Technology, 2017.