

# 湖北某磷石膏浮选提纯试验研究<sup>①</sup>

张革利<sup>1</sup>, 葛英勇<sup>2</sup>, 陆泽通<sup>3</sup>, 姜振胜<sup>1</sup>

(1.湖北大峪口化工有限责任公司,湖北 钟祥 431910; 2.武汉理工大学 资源与环境工程学院,湖北 武汉 430070; 3.武汉工程大学 资源与安全工程学院,湖北 武汉 430205)

**摘要:** 在工艺矿物学研究基础上,对湖北某磷石膏进行了浮选提纯试验研究。结果表明,强酸性条件下,以 T-609 为捕收剂,采用一粗一扫两精浮选工艺,最终精矿产品中二水硫酸钙品位达到 99% 以上,200 °C 白度可达到 75%,该工艺流程简单、磷石膏分选效率高、药剂用量少,所得产品杂质含量低,达到了国家石膏特级标准,可用来制备高端建材产品和石膏晶须。

**关键词:** 高硅磷石膏; 浮选; 提纯; 除杂

中图分类号: TD923

文献标识码: A

doi: 10.3969/j.issn.0253-6099.2024.02.016

文章编号: 0253-6099(2024)02-0063-03

## Experimental Study on Flotation and Purification of a Phosphogypsum in Hubei Province

ZHANG Geli<sup>1</sup>, GE Yingyong<sup>2</sup>, LU Zetong<sup>3</sup>, JIANG Zhensheng<sup>1</sup>

(1.Hubei Dayukou Chemical Co Ltd, Zhongxiang 431910, Hubei, China; 2.School of Resource and Environmental Engineering, Wuhan University of Technology, Wuhan 430070, Hubei, China; 3.School of Resource & Safety Engineering, Wuhan Institute of Technology, Wuhan 430205, Hubei, China)

**Abstract:** Based on the process mineralogy study, an experiment was performed on flotation of a phosphogypsum from Hubei Province for its purification. The experiment was run in stronger acid solution with T-609 as the collector, by adopting a process consisting of one roughing, one scavenging, and two cleaning, resulting in the final cleaning concentrate with the content of calcium sulfate dihydrate over 99%, with a whiteness of 75% at 200 °C. It is shown that this processing flow is characterized by simplicity, high separation rate of phosphogypsum, less addition of agent. The obtained product, with low content of impurities, is up to the special grade in the national standard for gypsum, and can be used for preparation of high-end building materials and gypsum whiskers.

**Key words:** high-silica phosphogypsum; flotation; purification; impurity removal

目前我国磷石膏堆存量已超过 8.3 亿吨,每年新增约 8 000 万吨,主要集中在长江经济带<sup>[1-2]</sup>。磷石膏的大量堆放不仅占用土地,还会造成十分严重的环境污染问题,危及长江生态安全。湖北作为全国磷化工和磷复肥产业的重要产区,高度重视磷石膏的综合利用,在全国率先出台《湖北省磷石膏污染防治条例》,将磷石膏污染防治纳入县级以上人民政府的国民经济和社会发展规划。

磷石膏中还含有未分解的磷矿、未洗涤干净的磷酸、氟化钙、铁矿物、铝化合物、酸不溶物、有机质以及放射性物质等多种杂质<sup>[3]</sup>,影响其后续附加产品石膏制品的性能以及在农业<sup>[4]</sup>、建材<sup>[5]</sup>、化工<sup>[6]</sup>等领域的

使用。因此需预先对磷石膏进行提纯。目前对磷石膏提纯的方法主要有水洗法<sup>[7]</sup>、浮选法<sup>[3]</sup>、热分解法<sup>[8]</sup>、分级法<sup>[9]</sup>、中和法<sup>[10]</sup>等,其中浮选法可高效脱除 SiO<sub>2</sub>、水溶性杂质(P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 和 F),同时还可以提高石膏白度,有利于推进磷石膏的资源化利用,提高现有磷石膏的综合利用率,达到节能减排的目的。本文对湖北某磷石膏进行浮选提纯试验研究,可为同类型磷石膏的资源化利用提供技术支持。

### 1 原矿性质

试验所用磷石膏样品取自湖北某磷化企业,采用 X 射线荧光光谱仪进行化学元素分析,结果如表 1 所

① 收稿日期: 2023-12-01

作者简介: 张革利(1969—),男,河北唐山人,工程师,主要从事化工矿物与加工、磷复肥生产经营与管理工作。E-mail:jiangzsyk@126.com

示。由表1可知,样品中CaO含量28.07%、SO<sub>3</sub>含量39.51%,可推算出样品中CaSO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O含量约84.80%;杂质SiO<sub>2</sub>含量7.92%,可溶P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>(0.26%)和可溶F(0.14%)含量均不符合国家标准,其他铁、铝等杂质也可通过浮选脱除。

表1 原矿化学多元素分析结果(质量分数) %

CaO	SO <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	可溶P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	可溶F
28.07	39.51	7.92	0.64	0.65	0.15	0.08	0.26	0.14

对原矿进行了MLA检测,结果表明,磷石膏中有用矿物主要为石膏,脉石矿物主要为石英、白云母,还含有少量针铁矿、白云石和磷灰石。磷石膏单体多发育成板状,亦有长柱状;其集合体多呈雪花状或纤维状;细晶粒状块状集合体称为雪花石膏,纤维状集合体称为纤维石膏。该磷石膏成分单一,主要以石英和石膏为主,共生关系相对单纯,连生颗粒主要以分离石膏和石英为主,样品中石英颗粒和石膏颗粒整体解离度较好。

对原矿进行了筛分分析,结果如表2所示。可以看出, SiO<sub>2</sub>在各粒级中均有分布,各粒级中SiO<sub>2</sub>品位变化不大。

表2 磷石膏筛分分析结果

粒度/mm	产率/%	SiO <sub>2</sub> 品位/%	SiO <sub>2</sub> 分布率/%
+0.147	3.14	10.74	4.26
0.074~0.147	26.32	9.33	30.99
0.048~0.074	7.15	9.49	8.57
0.037~0.048	25.46	7.20	23.25
-0.037	37.93	6.88	32.93
合计	100.00	7.92	100.00

## 2 试验方法

试验所用阳离子捕收剂(GE-601、T-609)为武汉理工大学资源与环境工程学院自主研发的药剂,均配制成质量浓度1%溶液使用。试验所用硫酸和氧化钙均为分析纯试剂,均配制成质量浓度10%溶液使用。

试验设备包括顶击式振荡筛、XFD单槽式浮选机(0.5 L、0.75 L、1.0 L)、多用真空过滤机、电热恒温鼓风干燥箱、PHS-3C雷磁pH计、S4Pioneer X荧光光谱仪、CS-830GY石膏相组分析仪和YQ-Z-48A白度仪等。

使用阳离子捕收剂浮选脱除磷石膏中的硅质脉石矿物,试验原则流程如图1所示。参考GB/T 23456—

2018《磷石膏》<sup>[11]</sup>测定磷石膏原料及各产品中SiO<sub>2</sub>及CaSO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O含量。

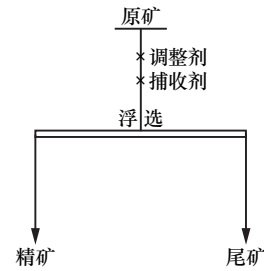


图1 试验原则流程

## 3 结果与分析

### 3.1 调整剂用量试验

使用硫酸为pH值调整剂,阳离子捕收剂GE-601用量150 g/t,硫酸用量对浮选脱硅的影响如图2所示。

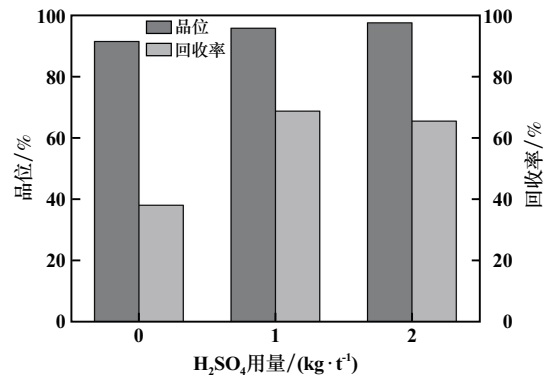


图2 pH值试验结果

由图2可知,硫酸用量2 kg/t时,磷石膏品位有明显提升,品位可达到97.43%,达到磷石膏国家标准一级要求,此时矿浆pH值为2.0。

### 3.2 捕收剂种类试验

在pH=2.0(硫酸用量2 kg/t)条件下进行了阳离子捕收剂GE-601和T-609对比试验研究,GE-601用量200 g/t,T-609用量130 g/t,试验结果如图3所示。

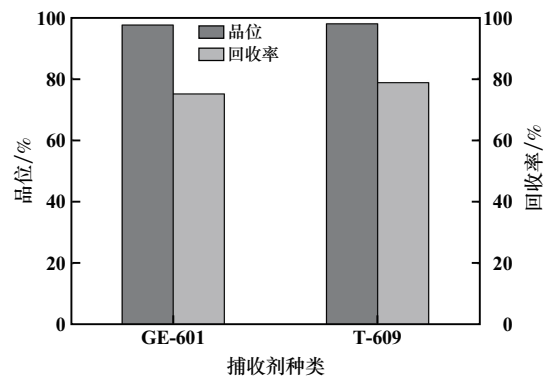


图3 捕收剂种类试验结果

由图 3 可知,使用 T-609 一次粗选后可将磷石膏品位提升至 97.57%、回收率可达 78.53%,浮选提纯效果明显,但尾矿中石膏含量偏高。使用 T-609 为捕收剂进行后续试验。

### 3.3 工艺流程优化试验

为进一步提高磷石膏品位,得到更纯的精制磷石膏,在一次粗选流程基础上又进行了多次精选和一次扫选,试验流程分别如图 4~5 所示,对应的结果分别见表 3 和表 4。

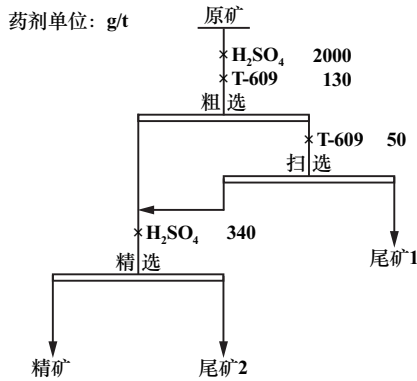


图 4 一粗一精一扫浮选试验流程

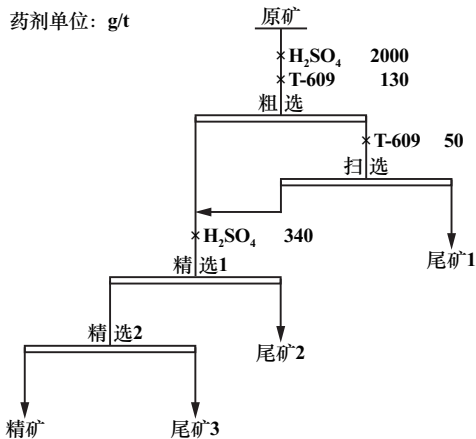


图 5 一粗两精一扫浮选试验流程

表 3 一粗一精一扫浮选试验结果

产品名称	产率/%	品位/%		CaSO <sub>4</sub> · 2H <sub>2</sub> O 回收率/%
		SiO <sub>2</sub>	CaSO <sub>4</sub> · 2H <sub>2</sub> O	
精矿	91.12	1.13	98.49	97.67
尾矿 1	5.41	74.17	9.42	1.30
尾矿 2	3.47	60.27	10.12	1.03
原矿	100.00	7.92	84.80	100.00

采用“一粗两精一扫”浮选,获得了产率 88.95%、CaSO<sub>4</sub> · 2H<sub>2</sub>O 品位 99.40%、杂质 SiO<sub>2</sub> 含量 0.35%、CaSO<sub>4</sub> · 2H<sub>2</sub>O 回收率 96.22% 的磷石膏精矿, SiO<sub>2</sub> 去除率达 95.58%;磷石膏在 200 °C 烘箱中放置 2 h,用白度计测得其白度为 75%。通过浮选有效去除了 SiO<sub>2</sub>

杂质、提高了精矿质量。

表 4 一粗两精一扫浮选试验结果

产品名称	产率/%	品位/%		CaSO <sub>4</sub> · 2H <sub>2</sub> O 回收率/%
		SiO <sub>2</sub>	CaSO <sub>4</sub> · 2H <sub>2</sub> O	
精矿	88.95	0.35	99.40	96.22
尾矿 1	5.38	74.17	8.42	1.44
尾矿 2	2.28	60.27	10.24	0.96
尾矿 3	3.39	50.34	11.30	1.38
原矿	100.00	7.92	84.80	100.00

### 3.4 最终精矿化学成分分析结果

对一粗两精一扫浮选精矿进行了化学多元素分析,结果见表 5。结果表明,精矿中水溶性 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 含量 0.52%,未检测出可溶性 F,远超过 GB/T 23456—2018《磷石膏》一级品指标要求,已达到了 GB/T 5483—2008《天然石膏》特级标准要求,精矿中其他杂质含量和磷石膏精矿白度也达到了 GB/T 5483—2008 特级石膏指标的限值要求,精矿为一种优质石膏。

表 5 精矿化学多元素分析结果(质量分数) %

SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	K <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>	烧失量
0.35	0.32	0.11	33.09	0.076	0.049	0.52	42.78	21.86

## 4 结 论

1) 工艺矿物学分析结果表明,该磷石膏中矿物种类单一,主要以石英和石膏为主,石膏结构疏松,具有极完全解理、微孔结构、粒度略小特征,多以雪花状、纤维状集合体形式存在,样品中石英颗粒和石膏颗粒整体解离度很好。

2) 在强酸性条件下,以 T-609 为捕收剂,采用一粗一扫两精浮选流程,可获得 CaSO<sub>4</sub> · 2H<sub>2</sub>O 品位 99.40%、回收率 96.22% 的石膏精矿,具有流程简单、磷石膏分选效率高、药剂用量少、经济指标等优点。精矿杂质含量少,200 °C 白度达到 75%,产品达到 GB/T 5483—2008《天然石膏》特级标准要求,可用来制备高端建材产品和石膏晶须,具有良好的经济效益。

### 参考文献:

[1] WU Fenghui, ZHAO Chenyang, QU Guangfei, et al. A critical review of the typical by-product clean ecology links in the Chinese phosphorus chemical industry in China: Production technologies, fates and future directions[J]. Journal of Environmental Chemical Engineering, 2022, 10(2): 106685.

[2] 陆泽通,童福元,毛雨轩,等. 磷石膏浮选废水高效沉降与回用研究[J]. 化工矿物与加工, 2023, 52(11): 46-52.

处理量 13 t/h。适宜的螺旋溜槽工艺条件为:给矿浓度 25%~35%,处理量 0.60~1.20 t/(h·头)。所得工业分流试验工艺条件和试验数据可作为选厂工艺设计和生产调试依据。

3) 旋流器分级溢流产品采用筛分-螺旋溜槽抛废,在适宜的条件下,可抛掉产率 25.50%、钨品位 0.034%、钨损失率 2.99%的抛废产品。对抛废产品增加一次筛分脱除细粒级,可进一步降低抛废产品的钨品位,减少钨金属损失。

4) 筛分-螺旋溜槽抛废对后续浮选基本无影响,抛废精矿闭路浮选可得到产率 9.08%、 $WO_3$  品位 3.55%、 $WO_3$  回收率 90.78%的钨粗精矿。

#### 参考文献:

[1] 邱显扬,董天颂. 现代钨矿选矿[M]. 北京:冶金工业出版社, 2012.

(上接第 62 页)

## 4 结 语

采用 X 射线衍射、镜下鉴定、扫描电镜、矿物参数自动分析系统、化学成分分析等对辽宁翁泉沟钨铁矿进行了详细的工艺矿物学研究,结果表明,该矿组成矿物繁多,赋存状态较为复杂,可供选矿回收的主要矿物为磁铁矿、硼镁石、硼铁矿、晶质铀矿、蛇纹石和金云母等,有害元素硫主要以磁黄铁矿和黄铁矿形式存在。对综合回收硼、铁、铀、镁等提出了相应的选矿建议。

#### 参考文献:

[1] 代英秋,周弘强. 复杂共生硼镁铁矿矿化联产综合利用工艺研究[J]. 现代矿业, 2020(9):159-161.

(上接第 65 页)

- [3] 王忠红,李育彪,韩厚胜,等. 湖北某磷石膏工艺矿物学分析及提纯试验研究[J]. 非金属矿, 2023,46(6):57-60.
- [4] 卢维宏,王要芳,刘 娟,等. 磷石膏无害化改性及其在农田土壤改良中的应用研究进展[J]. 土壤, 2023,55(4):699-707.
- [5] 刘榴燕,凌 静,杨冬升,等. 磷石膏资源化利用研究进展及未来趋势的可视化分析[J]. 现代化工,2023,43(增刊2):6-11.
- [6] 白 平,胡峻崧,梁傲岚,等. 磷石膏综合利用及预处理方法综述[J]. 现代化工, 2023,43(增刊2):76-79.
- [7] 罗栋源,吴海霞,杨子杰,等. 磷石膏水洗液中磷、氟、有机物的去除[J]. 有色金属(冶炼部分), 2023(5):129-137.
- [8] 吴泳霖,张 伟,莫 波,等. 磷石膏热分解研究现状[J]. 硅酸盐

- [2] 李晓宇,叶蕴琪,张福良,等. 新时期我国钨矿资源现状及管理政策建议[J]. 现代矿业, 2018(12):17-20.
- [3] 周 峰,余 浔. 哈萨克斯坦某钨矿预选抛尾工艺设计研究[J]. 有色金属(选矿部分), 2019(6):43-49.
- [4] 伍 琨,戚光荣. 江西某钨矿智能抛废工艺探索试验与生产应用[J]. 中国钨业, 2022,37(4):67-72.
- [5] 徐凤平,郭灵敏,王晴红,等. 新田岭钨矿 X 射线预选抛废研究[J]. 矿冶工程, 2021,41(4):64-67.
- [6] 袁代军,郭江旭,曾志飞,等. 湖南某钨矿山中部采集样重介质抛废及白钨常温浮选试验研究[J]. 矿冶工程, 2023,43(1):59-62.
- [7] 刘 进,张发明,张红英,等. 某钨钼多金属矿高梯度磁选抛废新工艺试验研究[J]. 有色金属(选矿部分), 2022(1):21-25.
- [8] 徐晓萍,王国生,高玉德,等. 江西某大型低品位白钨矿选矿试验研究[J]. 中国钨业, 2015,30(6):10-13.

引用本文: 石志中,罗云波,何 军,等. 湖南某白钨矿分级-重选联合预抛及浮选试验研究[J]. 矿冶工程, 2024,44(2):66-70.

- [2] 王雅蓉,周乐光. 辽宁凤城翁泉沟东台子硼铁矿的工艺矿物学研究[J]. 有色矿冶, 1997(1):1-4.
- [3] 李治杭,韩跃新,高 鹏,等. 硼铁矿工艺矿物学研究[J]. 东北大学学报, 2016,37(2):258-262.
- [4] 张建良,蔡海涛. 低品位硼铁矿中硼的富集[J]. 北京科技大学学报, 2009,31(1):36-40.
- [5] 夏学惠,阎 飞,赵玉海,等. 辽东裂谷硼铁矿床地质及成矿作用[J]. 矿床地质, 2006,25(1):83-88.
- [6] 赵宇霆,李子颖,郭春影. 辽宁翁泉沟铁-硼-铀矿床成矿年代学研究[J]. 铀矿地质, 2021,37(3):434-445.
- [7] 张 晶,唐 鑫,吕向文,等. 基于 MLA 分析的某铜矿石选矿工艺初步研究[J]. 矿冶工程, 2023,43(1):63-66.

引用本文: 瞿思恩,鄂继涛,朱家祥,等. 辽宁翁泉沟硼铁矿的选矿工艺矿物学研究[J]. 矿冶工程, 2024,44(2):60-62.

通报, 2022,41(9):3129-3137.

- [9] 郭永杰,李江丽,范培强,等. 云南某磷石膏分级浮选脱硅新工艺试验研究[J]. 非金属矿, 2022,45(4):53-56.
- [10] 梁洪超,谭明洋,李成琦. 磷石膏脱色增白技术研究进展[J]. 信息记录材料, 2022,23(4):43-45.
- [11] 国家市场监督管理总局,中国国家标准化管理委员会. 磷石膏: GB/T 23456—2018[S]. 北京:中国标准出版社, 2018.

引用本文: 张革利,葛英勇,陆泽通,等. 湖北某磷石膏浮选提纯试验研究[J]. 矿冶工程, 2024,44(2):63-65.