

文章编号:1673-9981(2017)02-0109-04

采用化学选矿提高难选稀土矿精矿品位的研究*

肖飞燕¹, 王国生¹, 孟庆波¹, 于丽丽¹, 卜浩²

1. 广东省资源综合利用研究所, 稀有金属分离与综合利用国家重点实验室, 广东省矿产资源开发和综合利用重点实验室, 广东 广州 510650; 2. 中南大学资源加工与生物工程学院, 湖南 长沙 410083

摘 要:根据浮选稀土精矿的性质, 分别用体积浓度 15% 盐酸和 15% 醋酸, 在常温、液固比 2:1、浸出 2 h 的条件下浸出浮选稀土精矿中的方解石, CaCO₃ 浸出率达 65%~75%, 稀土精矿品位 REO 可达 30.32%.

关键词:稀土精矿; 方解石; 浸出

中图分类号:TD983

文献标志码:A

为满足稀土冶炼对稀土精矿的要求, 需经选矿将稀土矿物与脉石矿物和其他有用矿物分开, 以提高稀土氧化物的含量, 得到能满足稀土冶金要求的稀土精矿^[1]. 本试验研究的稀土矿属于与碱性岩有关的碳酸岩热液型稀土矿, 主要以直氟碳钙铈矿、氟碳钙铈矿为主, 其次是氟碳铈矿, 稀土矿物大多呈包含结构, 粒度细微, 主要稀土矿物与方解石连生, 其次与石英、长石和霓辉石等连生, 属于难选矿石^[2]. 原矿稀土品位 REO 为 2.20%, CaCO₃ 质量分数为 25.42%, 通过选矿获得品位 REO24%~26% 的浮选稀土精矿, 按照我国氟碳铈矿精矿质量的标准, 要求冶炼的稀土精矿 REO>30%. 为提高稀土精矿品

位, 采用化学选矿法对浮选稀土精矿进行处理, 即用稀酸将含钙矿物从稀土精矿中浸出, 而稀土矿物的化学形态基本没有发生变化^[1], 从而获得合格精矿, 稀土精矿回收率基本不变.

1 实验部分

1.1 试 料

试验矿样为选矿小型闭路试验的浮选稀土精矿, 细度为-0.043mm 占 85%. 浮选稀土精矿中约含有 20%~30% 的方解石, 且以 CaCO₃ 形式存在, 其多元素分析结果列于表 1.

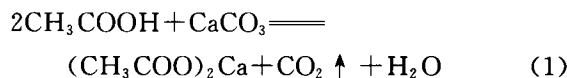
表 1 浮选稀土精矿多元素分析结果
Table 1 The multi-elements analysis of the flotation rare earth concentrates

元素	REO	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	F	CaCO ₃	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅
含量 w/%	26.03	7.63	18.43	1.45	3.80	14.26	1.42	20.20	7.34

收稿日期:2017-05-03
* 基金项目:广东省科学院科研平台环境与能力建设专项资金项目(2016GDASPT-0204, 2016GDASPT-0307)
作者简介:肖飞燕(1965-), 女, 江西吉安人, 高级工程师, 本科.

1.2 试验方法

浮选稀土精矿中方解石的含量较高,且以 CaCO_3 形式存在.为了除去方解石,提高稀土精矿的品位,选用醋酸或盐酸溶解 CaCO_3 ,其反应如下:



将15 g浮选稀土精矿放入250 ml烧杯中,加入一定浓度的醋酸(分析纯)或盐酸(分析纯)用电动搅拌器搅拌一定时间,反应后分别用X荧光光谱法和EDTA容量法测定酸溶渣的稀土含量和 CaCO_3 含量.

2 试验结果和讨论

2.1 醋酸、盐酸浓度对稀土精矿的影响

在液体体积:固体质量即液固比2:1,常温搅拌时间2 h的条件下,考察醋酸和盐酸浓度对稀土精矿品位的影响.醋酸、盐酸浓度对稀土精矿品位和稀土精矿中 CaCO_3 含量影响的试验结果如图1、图2所示.由图1可知,随着醋酸浓度的增加,稀土精矿品位增加, CaCO_3 含量降低.当醋酸体积浓度达15%后继续增加,稀土精矿品位增加幅度减小,而 CaCO_3 含量缓慢降低.醋酸体积浓度由5%增至25%,稀土精矿品位由26.03%提高至30.02%, CaCO_3 质量分数由14.26%降至6.30%.经综合考虑,选择体积浓度15%醋酸浸出稀土精矿中的方解石较合适.

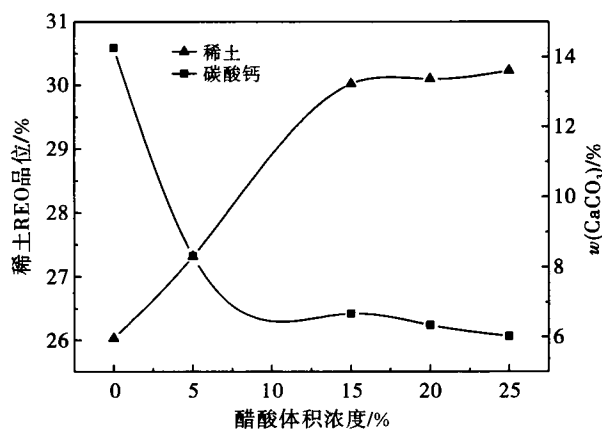


图1 醋酸浓度对稀土精矿的影响

Fig. 1 Effects of acetic acid volume concentrations on the rare earth concentrates

由图2可知,随盐酸浓度的增加,稀土精矿品位增加, CaCO_3 含量降低.当盐酸体积浓度达15%后继续增加,稀土精矿品位增加幅度减小,而 CaCO_3 质量分数缓慢降低.当盐酸体积浓度增至15%时,稀土精矿品位提高到30.32%, CaCO_3 质量分数降至3.55%.故选择体积浓度15%盐酸浸出浮选稀土精矿中的方解石较合适.

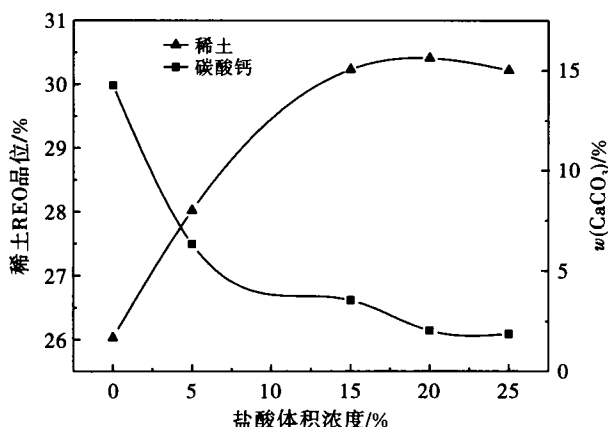


图2 盐酸浓度对稀土精矿的影响

Fig. 2 Effects of hydrochloric acid volume concentrations on the rare earth concentrates

2.2 液固比对稀土精矿的影响

为了研究液固比对稀土精矿品位的影响,分别用体积浓度15%的醋酸和盐酸,在常温搅拌2 h的条件下,考察液固比对稀土精矿品位及 CaCO_3 含量的影响,试验结果如图3、图4所示.由图3可知,随醋酸液固比增大,稀土精矿品位变化不大($\text{REO} 30.32\% \sim 29.80\%$), CaCO_3 质量分数变化不

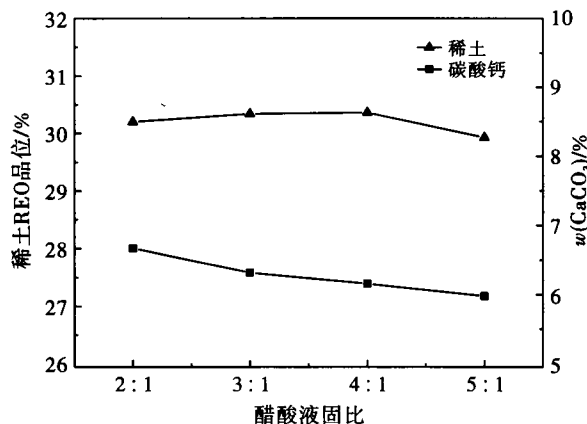


图3 醋酸液固比对稀土精矿的影响

Fig. 3 Effects of the solid/liquid ratio of acetic acid on the rare earth concentrates

大(6.67%~6.03%)。由图 4 可知,随盐酸液固比增大,稀土精矿品位和 CaCO_3 含量降低。当盐酸液固比为 4:1 时,稀土精矿品位 REO 为 28.50%。说明液固比太高不仅不利于方解石浸出,而且会导致稀土精矿品位降低,同时矿浆浓度过小不利于工业生产的过滤。因此,选择液固比为 2:1 较合适。

2.3 温度对稀土精矿的影响

为研究温度对稀土精矿品位的影响,在液固比为 2:1 的条件下,分别在常温和 80℃ 用体积浓度为 15% 醋酸和盐酸搅拌时间 2 h 进行试验,试验结果列于表 2。由表 2 可知,用醋酸、盐酸处理稀土精矿,均可使稀土精矿品位 REO 高于 30%,温度的影响不大,只是用盐酸更有利于 CaCO_3 的浸出。故选择常温下用酸浸出方解石,可达到提高稀土精矿品位的目的。

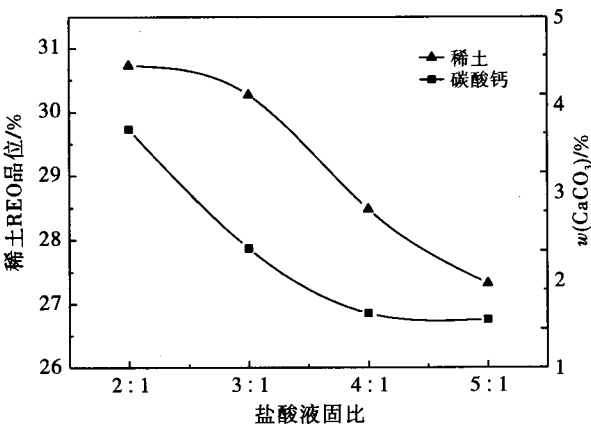


图 4 盐酸液固比对稀土精矿的影响
Fig. 4 Effects of the solid/liquid ratio of hydrochloric acid on the rare earth concentrates

表 2 醋酸、盐酸温度条件实验结果
Table 2 Results of the leaching temperature tests

酸类	温度	产品名称	w (REO)/%	w(CaCO ₃)/%
醋酸 φ=15%	25℃	稀土精矿	30.02	6.67
	80℃	稀土精矿	30.90	5.56
盐酸 φ=15%	25℃	稀土精矿	30.32	3.55
	80℃	稀土精矿	30.44	2.73

2.4 化学选矿条件的确定

以上条件实验结果表明,在液固比为 2:1,醋酸、盐酸体积浓度为 15%,常温搅拌 2 h 的条件下,采用醋酸和盐酸均能有效浸出稀土浮选精矿中的方解石, CaCO_3 的浸出率达 65%~75%,达到了与稀土精矿分离的目的,稀土浮选精矿 REO 品位高于 30%,符合稀土精矿的要求。

由于盐酸是无机强酸,在浸出方解石时会产生大量气泡形成泡沫层,容易溢出而导致跑槽,且盐酸会与空气形成酸雾,对环境有一定的影响。过量的盐酸也会导致稀土精矿溶解,降低稀土回收率。醋酸是较弱的有机酸,浸出方解石时反应缓慢不会产生大量的气泡,在工业生产中易控制,浸出后废水 pH=7,不会污染环境,建议工业生产使用醋酸作为浸出剂。

3 结 论

采用体积浓度 15% 醋酸,在常温、液固比为 2:1、搅拌 2 h 的条件下浸出浮选稀土精矿中的方解石, CaCO_3 浸出率达 65%~75%,稀土精矿 REO 品位由 24%~26% 提高至 $w(\text{REO}) > 30\%$,达到冶炼厂稀土精矿标准的要求。该工艺简单可行,可为类似的稀土精矿生产提供技术参考。

参考文献:
[1] 徐光宪. 稀土[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2002: 264,424.
[2] 梁冬云,李波. 稀有金属矿工艺矿物学[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2015: 243-247.

(下转第 117 页)

Application of orthogonal experiment method to the exploration
of the best parameters of the classifier

LI Shijie,ZENG Yan,HU Zeyu,ZHU Huoqing,HUANG Yongda,LIU Hongjiang

Guangdong Welding Institute(E. O. Paton Chinese-Ukrainian Institute of Welding),Guangzhou 510650,China

Abstract:In order to obtain the best technological parameters of the classifier and with a standard of the imported product,the orthogonal experiment is designed with four factors and four levels. Based on the analysis of the three indexes including average particle size and the volume distribution of the flux after the classification and comparing the range analysis and variance analysis,the experimental results show that the influence sequence of each factor on the three indexes is as follows: second frequency > primary frequency>ventilation door>main frequency. And the optimal combination is the main frequency 5Hz, primary frequency 10Hz, secondary frequency 20Hz, and the ventilation door is full open. The secondary frequency has a significant effect on the average particle size and volume distribution. The particle size analysis of the flux which employs optimized combined classification technology is carried out by laser particle size analyzer, which indicates that the indexes of the prepared packing are consistent with the imported products.

Key words:orthogonal experimental design;dry spraying flux;classifier

(上接第 111 页)

Research on improving grade of the rare earth
concentrates by chemical beneficiation

XIAO Feiyan¹,WANG Guosheng¹,MENG Qingbo¹,YU Lili¹,BU Hao²

1. Guangdong Institute of Resources Comprehensive Utilization, State Key Laboratory of Rare Metals Separation and Comprehensive Utilization, Guangdong Provincial Key Laboratory of Development & Comprehensive Utilization of Mineral Resources, Guangzhou 510650, China; 2. Central South University Schools of Minerals Processing and Bioengineering, Changsha 410083, China

Abstract: According to the nature of flotation rare earth concentrate, the acetic acid and hydrochloric acid were used to leach the calcite from the flotation rare earth concentrates. With the concentration of 15% hydrochloric acid and 15% acetic acid at room temperature, liquid to solid ratio of 2 : 1 and leaching for 2 h up to 65% to 75%, the grade of the rare earth concentrates can reach 30.32% finally.

Key words:rare earth concentrates;calcite;leaching