

贵州某金矿浮选条件的响应曲面法优化研究

赵刘闯¹, 赵建章^{1*}, 周立云¹, 李少平¹, 江旭², 王露露¹

(1. 新疆工程学院, 乌鲁木齐 830023; 2. 长沙矿山研究院有限责任公司, 长沙 410012)

摘要: 采用响应曲面法(RSM)对贵州某金矿浮选过程中的磨矿细度、pH值、捕收剂用量对金品位和回收率的影响进行了研究。结果表明磨矿细度对金品位和回收率的影响最大, 为显著影响因素。根据预测的结果, 采用磨矿细度(-200目占比)70%、pH值8.44、捕收剂用量144 g/t的最优条件, 以“一粗两精一扫”的闭路试验流程, 最后得到了金品位为29.94 g/t, 金回收率为95.14%的金精矿。

关键词: 有色金属冶金; 响应曲面法(RSM); 金矿; 浮选; 黄铁矿

中图分类号: TF831; TD953 文献标识码: A 文章编号: 1004-0676(2021)03-0058-06

Response surface method optimization study on flotation conditions of a gold mine in Guizhou

ZHAO Liu-chuang¹, ZHAO Jian-zhang^{1*}, ZHOU Li-yun¹, LI Shao-ping¹, JIANG Xu², WANG Lu-lu¹

(1. Xinjiang Institute of Engineering, Urumqi 830023, China;

2. Changsha Institute of Mining Research Co. Ltd., Changsha 410012, China)

Abstract: The effects of grinding fineness, pH and collector dosage on gold grade and recovery in the flotation process of a gold mine in Guizhou were studied by a response surface method (RSM). The results showed that the grinding fineness has the greatest influence on gold grade and recovery, which is a significant factor. According to the predicted results, the optimal conditions of 70% grinding fineness (-200 mesh proportion), pH value of 8.44 and 144 g/t of collector dosage, and the closed-circuit test process of "one coarse, two fine and one sweep" were adopted, the gold concentrate with 29.94 g/t of gold and 95.14% of gold recovery was finally obtained.

Key words: nonferrous metal metallurgy; response surface method (RSM); gold ore; flotation; pyrite

我国金矿储量比较大, 但以较低品位以及难处理的金矿居多, 分布较广, 各个省份均有, 如贵州省、云南省、新疆等, 贵州金矿中的金多以赋存于其他矿物中的形式存在^[1-4]。金是一种重要的战略资源, 不仅能投资、收藏, 还广泛应用于各大行业^[5-6]。贵州某金矿赋存于黄铁矿硫化矿物中, 对该类金的回收一般采用浮选的选矿方法。黄铁矿的浮选影响因素有单体解离度、pH值调整剂、捕收剂等^[7-8]。

响应曲面法在诸多行业领域都有广泛应用, 其试验设计、数据分析功能大大简化了科研人员的工作压力^[9-10]。罗斌等^[11]采用响应曲面法评价了磨矿

细度、硫酸铜用量、捕收剂用量对提高硫化锑矿的锑品位和回收率的作用关系, 并得到了最佳的试验条件。结果表明, 通过响应曲面法得到的结果适合于预测最佳预处理条件。赵刘闯等^[12]利用响应曲面法研究了pH、反应温度、NaHS用量对砷浸出率的影响, 通过响应设计进行试验, 得到了浸出砷的最佳条件。

本文以磨矿细度、pH值调整剂(碳酸钠、硫酸)、捕收剂(丁基黄药和25号黑药组合)用量为自变量, 金品位和回收率为响应值, 采用响应曲面法建立数学模型, 预测金浮选的最优试验条件。

收稿日期: 2020-09-30

基金项目: 新疆维吾尔自治区高校科研计划(XJEDU2019Y03)

第一作者: 赵刘闯, 男, 硕士, 讲师, 研究方向: 资源综合利用。E-mail: 979571390@qq.com

*通信作者: 赵建章, 男, 硕士, 讲师, 研究方向: 过程模拟、优化及控制。E-mail: 543921397@qq.com

1 试验

1.1 原矿成分

本次试验样品来自贵州，将金矿矿样(贵州某金矿选矿厂原矿)破碎至-2 mm，按照试样制作流程进行混匀、缩分、取样，少部分进行化学分析和物相分析，其余矿样进行响应曲面法选矿试验。表1为原矿化学多元素分析结果，表2为金物相分析结果。

表1 原矿化学分析结果

Tab.1 Chemical analysis results of elements in the ore

元素	Cu	Au	As	S	Pb	Zn
含量	0.06%	4.52 g/t	0.13%	6.42%	0.37%	0.41%
元素	Fe	CaO	MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Mn
含量	5.37%	5.34%	2.72%	68.31%	6.48%	0.15%

表2 金物相分析结果

Tab.2 Analysis results of the gold phase

物相	原生及自然金	硫化物包裹金	氧化物包裹金	其他	合计
Au/(g/t)	0.29	4.08	0.12	0.03	4.52
分布率/%	6.34	90.37	2.56	0.73	100

从表1可知，该矿石中具有回收价值的元素为金(金品位为4.52 g/t)；其它元素含量较低，不具备回收价值。从表2可知，金的主要载体矿物为硫化矿，其含有的金占总金的90.37%。

1.2 矿物组成

通过对原矿进行工艺矿物学分析，矿石中的金主要被包裹在硫化矿中，自然金含量较少，其余赋存在氧化物或硅酸盐、碳酸盐矿物中。矿石中主要的硫化矿物为黄铁矿，黄铁矿与脉石矿物毗邻连生，多呈半自形~自形晶粒状产出，少数为压碎结构。

1.3 试验方法

根据原矿工艺矿物学分析可知，该金矿中的金主要赋存于黄铁矿中。因此，试验采取浮选的选矿。每次浮选试验使用500 g矿样，用锥型球磨机进行磨矿，磨矿后进行浮选。浮选药剂为硫酸、碳酸钠、丁基黄药和25号黑药1:1组合捕收剂。最后对浮选产品进行化验分析测出金的品位，考察试验指标。本试验在探索试验的基础上，主要考察磨矿细度、pH值和捕收剂用量对载金矿物的浮选的影响，从而分析得出对金回收指标的影响。

2 结果与讨论

2.1 方案设计

在试验室通常采用逐一优化的条件试验方式，但该种方式得到的结果并不能充分反映浮选体系中各类药剂、矿物、气泡等综合作用的特点，会导致并不能出现最优的试验条件及最优的试验指标。经过科学技术的发展，Design-Expert软件的出现让我们能够设计试验，其数据处理和数据分析图等功能的可视化让科研数据变得通俗易懂。本试验采用Design-expert 12.0软件中的Miscellaneous模块进行设计试验方案，以磨矿细度、pH值和捕收剂用量作为试验因素，以金的品位和回收率作为浮选指标，因素及其水平见表3，通过数据分析，预测出最佳条件并进行验证，响应曲面设计数据方案及结果见表4^[13-21]。

表3 金的品位和回收率影响因素及水平设计

Tab.3 Influencing factors and level design of gold grade and recovery

水平	A: 磨矿细度 (-200目占比)/%	B: pH值	C: 捕收剂用量/(g/t)
1	50	6	100
2	70	8	140
3	90	10	180

表4 各因素设计方案及测试结果

Tab.4 Design and test results of each factor

序号	A	B	C	R1 金品位/%	R2 金回收率/%
1	90	6	100	21.95	80.94
2	70	6	100	25.15	74.34
3	50	6	100	28.95	59.54
4	50	8	100	33.55	67.34
5	70	8	100	28.89	79.94
6	90	8	100	25.65	84.34
7	90	10	100	22.38	86.14
8	50	10	100	29.95	70.14
9	70	10	100	25.94	82.04
10	70	6	140	24.45	88.44
11	50	6	140	28.15	75.44
12	90	6	140	21.15	94.04
13	50	8	140	33.2	81.64

续表 4 (Tab.4 continued)

序号	A	B	C	R1 金品位/%	R2 金 回收率/%
14	90	8	140	24.95	96.44
15	70	8	140	28.35	92.84
16	50	10	140	30.35	82.84
17	70	10	140	25.75	93.74
18	90	10	140	22.01	97.24
19	50	6	180	25.25	76.64
20	70	6	180	20.88	89.14
21	90	6	180	17.72	94.59
22	70	8	180	26.25	93.44
23	90	8	180	21.89	96.94
24	50	8	180	30.86	82.44
25	50	10	180	28.95	83.44
26	70	10	180	23.85	94.24
27	90	10	180	19.35	97.69

2.2 金品位响应曲面法模型的建立

根据表 4 的试验结果, 金品位(R1)与磨矿细度(A)、pH 值(B)、捕收剂用量(C)之间的关系并非简单的线性关系, 经过 Design-expert 12.0 软件分析得到金品位模型方程如式(1):

$$R1=28.62-4.01A+0.83B1.52C-0.33AB-0.3AC+0.51BC+0.4A^2-3.61B^2-1.07C^2 \quad (1)$$

根据式(1)进行模拟统计的结果列于表 5, 金品

位线性回归分析结果列于表 6。预测值与试验值响应、标准残差与运行次数的结果如图 1 所示, 图 2 为磨矿细度(A)、pH 值(B)、捕收剂用量(C)三者交互作用对金品位影响的三维响应曲面图。

表 5 拟合统计结果

Tab.5 Fitting statistical results

标准差	0.2444	拟合度 R^2	0.9977
变异系数(C.V.)/%	0.9484	校正系数 R_{adj}^2	0.9964

表 6 金品位线性回归分析结果

Tab.6 Results of linear regression analysis of gold grade

方差来源	平方和	自由度 D_f	均方 MS	F 值	P 值
模型	434.94	9	48.33	809.06	<0.0001
A-A	289.28	1	289.28	4843.04	<0.0001
B-B	12.3	1	12.3	205.94	<0.0001
C-C	41.74	1	41.74	698.78	<0.0001
AB	1.32	1	1.32	22.1	0.0002
AC	1.1	1	1.1	18.38	0.0005
BC	3.08	1	3.08	51.57	<0.0001
A^2	0.9707	1	0.9707	16.25	0.0009
B^2	78.24	1	78.24	1309.88	<0.0001
C^2	6.91	1	6.91	115.6	<0.0001
残差	1.02	17	0.0597		
总误差	435.95	26			

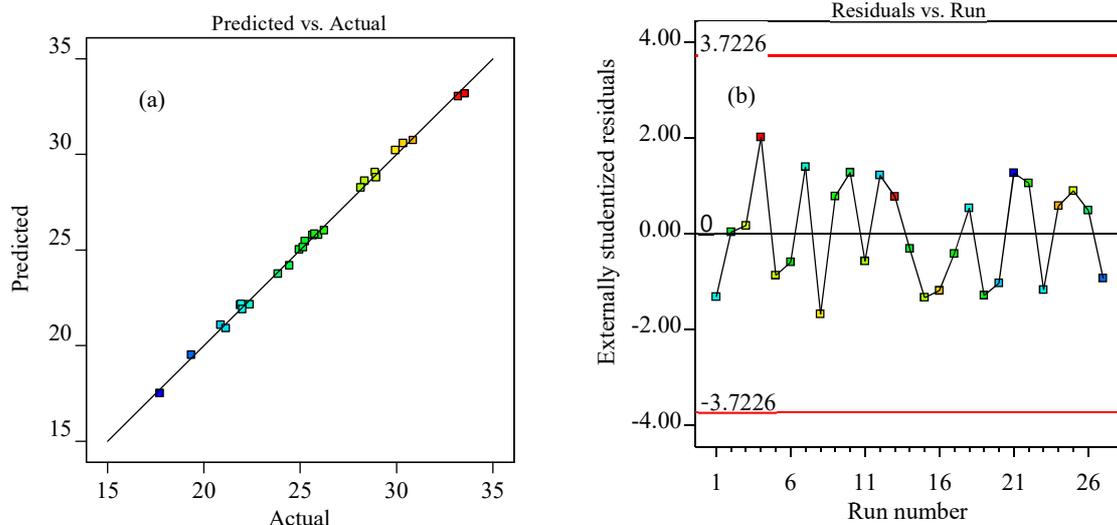


图 1 预测值与试验值响应图(a), 标准残差与运行次数(b)

Fig.1 Response diagram of predicted and experimental values (a), standard residual and running times (b)

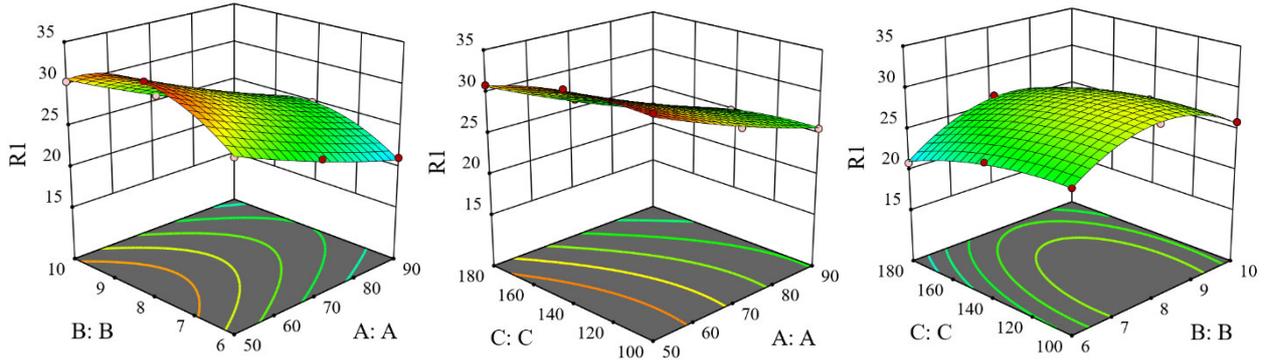


图 2 各因素对金品位影响的三维响应曲面图

Fig.2 Three dimensional response surface of various factors on gold level

由表 5 可知，模型的确定系数 $R^2=0.9977$ ，说明拟合程度非常好，表明 99.77% 的试验数据可以用模型来解释，且与调整决定系数 $R_{adj}^2=0.9964$ 接近，说明模型对试验理论数据做出了良好的调整，同时模型的 P 值(显著性检验)为 $0.0001 < 0.001$ (极显著)，表明该回归模型具有显著性。由 F 值(方差检验)可得到各因子的贡献率为： $A > C > B$ ，即磨矿细度 > 捕收剂用量 > pH 值。由表 6 金品位线性回归分析结果方差分析中可以看出模型 $P < 0.0001$ ，完全符合 $P < 0.05$ 的显著条件，表明金品位模型显著。由图 1 可知，绝大多数实际测量值均匀且接近地分布在预测直线两侧，说明没有异常数据点，且回归方程拟合性较好。从图 2 中可以看出，当磨矿细度一定时，pH 和捕收剂用量的交互作用很明显，但是磨矿细度变化时，金品位变化较大，说明磨矿细度对其影响最大。

2.3 金回收率响应曲面法模型的建立

根据表 4 的试验结果，金回收率(R2)与磨矿细度(A)、pH 值(B)、捕收剂用量(C)之间的关系并非简单的线性关系，经过 Design-expert 12.0 软件分析得到金回收率模型方程：

$$R2 = 92.84 + 8.27A + 3.02B + 6.88C - 1.11AB - 0.64AC - 0.71BC - 3.81A^2 - 1.67B^2 - 6.22C^2 \quad (2)$$

根据式(2)进行模拟统计的结果列于表 7，金回收率线性回归分析结果列于表 8。图 3 为磨矿细度(A)、pH 值(B)、捕收剂用量(C)三者交互作用对金品位回收率影响的三维响应曲面图。

由表 7 可知，模型的确定系数 $R^2=0.9979$ ，接近于 1，说明拟合程度非常好，表明 99.79% 的试验数据可以用模型来解释，且与调整决定系数 $R_{adj}^2=0.9968$ 接近，说明模型对试验理论数据做出了良好

表 7 拟合统计结果

Tab.7 Fitting statistical results

标准差	0.5663	拟合度 R^2	0.9979
变异系数(C.V.)/%	0.6660	校正系数 R_{adj}^2	0.9968

表 8 金回收率的线性回归分析结果

Tab.8 Linear regression analysis results of gold recovery rate

方差来源	平方和	自由度 D_f	均方 MS	F 值	P 值
模型	2609.28	9	289.92	903.89	< 0.0001
A-A	1231.73	1	1231.73	3840.21	< 0.0001
B-B	164.41	1	164.41	512.58	< 0.0001
C-C	851.47	1	851.47	2654.65	< 0.0001
AB	14.74	1	14.74	45.96	< 0.0001
AC	4.94	1	4.94	15.4	0.0011
BC	6.02	1	6.02	18.77	0.0005
A^2	86.89	1	86.89	270.91	< 0.0001
B^2	16.78	1	16.78	52.31	< 0.0001
C^2	232.3	1	232.3	724.24	< 0.0001
残差	5.45	17	0.3207		
总误差	2614.73	26			

的调整，同时模型的 P 值 $0.0001 < 0.001$ (极显著)，表明该回归模型具有显著性^[13-15]。由 F 值可得到各因子的贡献率为： $A > C > B$ ，即磨矿细度 > 捕收剂用量 > pH 值。根据图 3 磨矿细度(A)、pH 值(B)、捕收剂用量(C)三者交互作用对金回收率的影响的三维响应曲面图，观察等高线形状可知，任意两个因素的交互作用均较小。

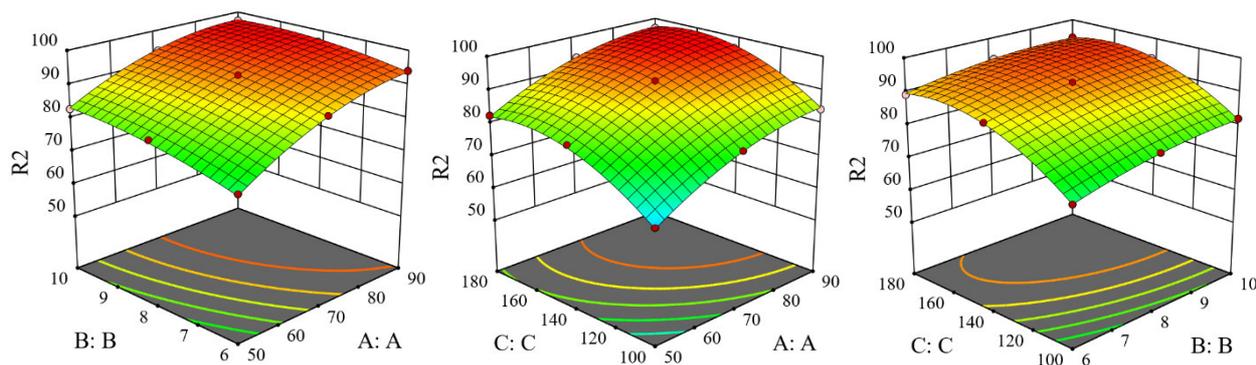


图 3 各因素对金回收率影响的三维响应曲面图

Fig.3 Three dimensional response curve of the influence of various factors on gold recovery rate

2.4 联合求解

在实际生产中,金品位和回收率要兼顾才能产生最大收益,因此需要进行预测模拟优化,以品位和回收率选择最大值进行优化,优化后的结果为,当磨矿细度(-200 目占比)70%、pH 值为 8.44、捕收剂用量为 144 g/t 时,得到的金品位为 28.46 g/t,金回收率为 94.09%。使用该优化条件进行试验验证,得到的金品位为 28.51 g/t,金回收率为 93.69%,相对误差均不超过 1%,说明此次软件优化模拟非常成功。

2.5 闭路试验

在经过响应曲面法优化的最优试验基础上,采用“一粗两精一扫”的闭路试验流程,最后得到了金品位为 29.94 g/t,金回收率为 95.14%的金精矿。

3 结论

1) 通过对原矿性质的分析,可以看出贵州某金矿可回收的元素为金,90.37%的金包裹于黄铁矿中,原矿金品位为 4.52 g/t,宜采用浮选法选矿。

2) 采用响应曲面法对贵州某金矿进行金浮选试验结果进行分析表明,磨矿细度对金品位和回收率的影响最大,为显著影响因素。

3) 根据预测的结果,采用磨矿细度(-200 目占比)70%、pH 值 8.44、捕收剂用量 144 g/t 的最优条件,以“一粗两精一扫”的闭路试验流程,得到金品位为 29.94 g/t,金回收率为 95.14%的金精矿。

参考文献:

[1] 陶建利,周清波. 贵州某金矿选矿试验研究[J]. 矿冶工程, 2013, 33(1): 52-55.
TAO J L, ZHOU Q B. Experimental study on some gold ore from Guizhou [J]. Mining and Metallurgical

Engineering, 2013, 33(1): 52-55.

[2] 王伊杰,文书明,刘丹,等. 黄铁矿包裹金的浮选试验研究 [J]. 稀有金属, 2015, 39(6): 546-553.

WANG Y J, WEN S M, LIU D, et al. Experimental research on flotation of gold encapsulated in pyrite [J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2015, 39(6): 546-553.

[3] 周华荣,翁存建,朱贤文,等. 从西藏某斑岩型硫化铜矿中综合回收铜金浮选新工艺[J]. 有色金属工程, 2019, 9(11): 67-74.

ZHOU H R, WENG C J, ZHU X W, et al. A new flotation process for comprehensive recovery of copper and gold from a porphyry copper sulfide copper deposit in Tibet [J]. Nonferrous Metals Engineering, 2019, 9(11): 67-74.

[4] 贺国帅,范予晨. 陕西某金矿选矿试验研究[J]. 铜业工程, 2020(4): 38-43.

HE G S, FAN Y C. Experimental study on mineral processing of a gold mine in Shaanxi [J]. Copper Engineering, 2020(4): 38-43.

[5] 赵刘闯. 贵州含锑卡林型原生金矿选矿技术研究[D]. 昆明理工大学, 2019.

ZHAO L C. Study on beneficiation technology of antimony bearing Carlin type primary gold deposit in Guizhou [D]. Kunming: Kunming University of Science and Technology, 2019.

[6] 陈慧杰,蒋升国,王星,等. 新疆某大型铁矿伴生金锌的综合回收试验研究[J]. 矿产综合利用, 2019(4): 50-54.

CHEN H J, JIANG S G, WANG X, et al. Experimental study on comprehensive recovery of gold and zinc associated with a large iron ore in Xinjiang [J]. Comprehensive Utilization of Mineral Resources, 2019(4): 50-54.

[7] 关翔,王壮壮,张吉祥. 新疆某金精矿浮选优化试验研究[J]. 冶金管理, 2019(11): 23.

- GUAN X, WANG Z Z, ZHANG J X. Experimental study on flotation optimization of a gold concentrate in Xinjiang [J]. *Metallurgical Management*, 2019(11): 23.
- [8] 罗斌, 刘全军, 余力, 等. 高氧化率铅锌矿浮选试验[J]. *有色金属工程*, 2019, 9(3): 69-75.
- LUO B, LIU Q J, YU L, et al. Flotation test of high oxidation rate lead zinc ore [J]. *Nonferrous Metals Engineering*, 2019, 9(3): 69-75.
- [9] 孙宏雨, 吕兴聪, 袁纳新, 等. 基于响应曲面法的木塑复合材料强度分析及挤出工艺优化[J]. *复合材料学报*, 2021, 38(6): 1838-1846.
- SUN H Y, LV X C, YUAN N X, et al. Strength analysis and extrusion process optimization of wood plastic composites based on response surface methodology [J]. *Journal of Composite Materials*, 2021, 38(6): 1838-1846.
- [10] 赵刘闯, 刘全军, 梁远琴, 等. 响应曲面优化某高岭土磁化焙烧除铁试验研究[J]. *硅酸盐通报*, 2018, 37(8): 2628-2632.
- ZHAO L C, LIU Q J, LIANG Y Q, et al. Experimental study on magnetically roasting iron removal from kaolin by response surface methodology [J]. *Silicate Bulletin*, 2018, 37(8): 2628-2632.
- [11] 罗斌, 刘全军, 余力. RSM 优化硫化锑矿浮选试验研究[J]. *有色金属工程*, 2019, 9(4): 74-78.
- LUO B, LIU Q J, YU L. Experimental study on flotation of antimony sulfide ore by RSM [J]. *Nonferrous Metals Engineering*, 2019, 9(4): 74-78.
- [12] 赵刘闯, 刘全军, 梁远琴, 等. 响应曲面优化某铜精矿碱浸除砷试验研究[J]. *有色金属工程*, 2019, 9(1): 63-69.
- ZHAO L C, LIU Q J, LIANG Y Q, et al. Experimental study on alkali leaching arsenic removal from a copper concentrate by response surface methodology [J]. *Nonferrous Metals Engineering*, 2019, 9(1): 63-69.
- [13] TONGAMP W, TAKASAKI Y, SHIBAYAMA A. Arsenic removal from copper ores and concentrates through alkaline leaching in NaHS media [J]. *Hydrometallurgy*, 2009, 98(3): 213-218.
- [14] MIHAJLOVIC I, STRBAC N, ZIVKOVIC Z, et al. A potential method for arsenic removal from copper concentrates [J]. *Minerals Engineering*, 2007, 20(1): 26-33.
- [15] PEACEY J, ROBLES E. Copper hydrometallurgy - Current status, preliminary economics, future direction and positioning versus smelting [J]. *Journal of China Society of Nonferrous Metals: English Version*, 2004, 14(3): 560-568.
- [16] FANG H, ZHAO C, SONG X Y. Optimization of enzymatic hydrolysis of steam-exploded corn stover by two approaches: Response surface methodology or using cellulase from mixed cultures of *Trichoderma reesei* RUT-C30 and *Aspergillus niger* NL02 [J]. *Bioresource Technology*, 2010, 101(11): 4111-4119.
- [17] LI X, OUYANG J, XU Y, et al. Optimization of culture conditions for production of yeast biomass using bamboo wastewater by response surface methodology [J]. *Bioresource Technology*, 2009, 100(14): 3613-3617.
- [18] 洪旗, 史耀耀, 路丹妮, 等. 基于灰色关联分析和响应面法的复合材料缠绕成型多目标工艺参数优化[J]. *复合材料学报*, 2019, 36(12): 2822-2832.
- HONG Q, SHI Y Y, LU D N, et al. Multi objective process parameter optimization of composite winding forming based on grey relational analysis and response surface method [J]. *Acta Composite*, 2019, 36(12): 2822-2832.
- [19] 侯永强, 尹升华, 曹永, 等. 基于 RSM-BBD 的混合骨料胶结充填体强度增长规律分析[J]. *材料导报*, 2020, 34(14): 14063-14069.
- HOU Y Q, YIN S H, CAO Y, et al. Analysis of strength growth law of mixed aggregate cemented backfill based on RSM-BBD [J]. *Materials Guide*, 2020, 34(14): 14063-14069.
- [20] 廖春发, 彭珊, 邹耕, 等. 基于 RSM 超声波-微波协同氧化浸出铜阳极泥分铜渣中砷的研究[J]. *稀有金属与硬质合金*, 2020, 48(2): 10-17.
- LIAO C F, PENG S, ZOU G, et al. Study on leaching of tellurium from copper anode slime by ultrasonic microwave synergistic oxidation based on RSM [J]. *Rare Metals and Cemented Carbide*, 2020, 48(2): 10-17.
- [21] 荀婧雯, 王宇斌, 雷大士, 等. 甘肃某金矿浮选正交试验研究[J]. *贵金属*, 2020, 41(4): 56-60.
- XUN J W, WANG Y B, LEI D S, et al. Research on orthogonal test of flotation of a gold ore in Gansu [J]. *Precious Metals*, 2020, 41(4): 56-60.