



На правах рукописи

ПОЛИВАНСКАЯ

Валерия Владимировна

**ПОВЫШЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ФЛОТАЦИИ АПАТИТСОДЕРЖАЩИХ
РУД НА ОСНОВЕ РЕГУЛИРОВАНИЯ АГРЕГАТИВНОЙ УСТОЙЧИВОСТИ
ТОНКИХ КЛАССОВ МИНЕРАЛОВ**

Специальность 25.00.13 – «Обогащение полезных ископаемых»

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Москва 2016

Работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС»)

Научный руководитель:

Морозов В. В.

доктор технических наук, профессор, профессор кафедры Общей и неорганической химии Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС»)

Официальные оппоненты:

Брыляков Ю.Е.

доктор технических наук, генеральный директор общества с ограниченной ответственностью «Еврохим – научно исследовательский центр»

Якушкин В.П.

кандидат технических наук, доцент, доцент кафедры Горное дело Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский государственный машиностроительный университет» (МАМИ)

Ведущая организация

Федеральное государственное бюджетное учреждение «Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М. Федоровского» (ВИМС)

Защита диссертации состоится «21» декабря 2016 года в 14-30 в аудитории К-212 на заседании диссертационного совета Д 212.132.05 при Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС») по адресу: 119049, г. Москва, Крымский вал, д. 3.

С диссертационной работой можно ознакомиться в библиотеке НИТУ «МИСиС» и на сайте <http://www.misis.ru>

Отзывы на автореферат направлять по адресу: 119049, г. Москва, Ленинский проспект, д.4, НИТУ «МИСиС», ученому секретарю диссертационного совета Лобовой Т. А.

Автореферат разослан «__» октября 2016 г.

Ученый секретарь диссертационного совета



Лобова Т. А.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Повышение технико-экономической эффективности переработки апатитсодержащих руд и продуктов требует совершенствования схем и режимов сгущения и флотации тонких классов фосфатных минералов, с которыми связана значительная часть потерь, возникающих при флотационном обогащении. Поставленная задача является актуальной для большинства предприятий, вынужденных вовлекать в переработку труднообогатимые апатитсодержащие руды и техногенные месторождения, в т.ч., хвосты переработки апатитовых руд.

Задача повышения эффективности флотации апатитсодержащих руд может быть решена путем регулирования агрегативной устойчивости тонких классов апатитсодержащих руд и создания условий для селективной флотации. Наиболее эффективным методом регулирования коллоидно-дисперсного состояния пульпы является применение реагентов с диспергирующими свойствами. Весомый вклад в развитие данного научного направления внесли российские и зарубежные ученые: В.И. Классен, М.А. Эйгелес, В.И. Ревнивцев, Л.А. Барский, Н.Н., В.А. Чантурия, А.А. Абрамов, Л.А. Глазунов, Ю.Е. Брыляков, В.А. Иванова, В.Н. Макаров, В.И. Белобородов, В.В. Морозов и другие.

Решение поставленной задачи наряду с повышением эффективности действующих предприятий позволит расширить ресурсную базу и повысить технико-экономические показатели переработки труднообогатимых апатитсодержащих руд.

Целью работы является выбор и обоснование условий сгущения и селективной флотации тонких классов фосфатных минералов из апатитсодержащих руд и техногенных продуктов, обеспечивающих повышение извлечения пятиоксида фосфора и качества апатитового концентрата.

Для достижения цели поставлены следующие задачи:

- анализ причин потерь и обоснование условий извлечения тонких классов апатита и штаффелита из ошламованных фосфатных руд и техногенных продуктов;
- установление закономерностей десорбции флокулянта и изменения агрегативной устойчивости тонких классов фосфатных руд и техногенных продуктов при применении реагентов-диспергаторов;
- выбор и обоснование параметров режима обогащения апатитсодержащих руд, обеспечивающих эффективное сгущение шламовых классов, их дефлокуляцию и флотацию фосфатных минералов;
- совершенствование схем и технологических режимов флотационного обогащения апатит-штаффелитовых руд и лежалых хвостов Ковдорского ГОКа.

Научная новизна работы

1. Вскрыты причины увеличения потерь пятиоксида фосфора при флотации тонких классов фосфатных минералов из сгущенных с использованием анионоактивных флокулянтов шламов, заключающиеся в высокой интенсивности и низкой селективности процесса вторичной флокуляции во флотационной пульпе, вследствие взаимной компенсации диспергирующих и структурирующих свойств применяемых флотационных реагентов.

2. Предложено теоретическое обоснование повышения эффективности диспергирования шламовых классов при совместном применении каустической соды и жидкого стекла заключающееся в увеличении десорбирующей способности кремниевой кислоты по отношению к анионному флокулянту вследствие протекания при pH выше 10,66 реакции диссоциации с образованием иона HSiO_3^- .

3. Предложен новый подход к разработке схем и реагентных режимов обогащения тонких классов апатитсодержащих руд, заключающийся в последовательном проведении процессов флокуляции, реагентного диспергирования и флотации, обеспечивающий максимальную селективность разделительных процессов и снижение потерь фосфатных минералов с сливами сгущения и флотационными хвостами.

Практическое значение работы заключается в разработке рекомендаций по совершенствованию схемы и технологического режима флотации апатит-штаффелитовых руд и лежалых песков Ковдорского ГОКа, содержащих тонкие классы фосфатных минералов, обеспечивающих повышение извлечения пятиоксида фосфора в концентрат на 1,5 - 1,8 %.

На защиту выносятся.

1. Результаты анализа потерь пятиоксида фосфора, которые обусловлены низкой скоростью флотации тонких классов фосфатных минералов из сгущенных с использованием анионоактивных флокулянтов шламов вследствие высокой интенсивности и низкой селективностью процесса вторичной флокуляции во флотационной пульпе.

2. Результаты исследований действия неорганических реагентов-диспергаторов на агрегативную устойчивость тонких классов апатит-штаффелитовых руд, доказывающие эффективную десорбцию флокулянтов с поверхности тонких классов минералов и их дефлокуляцию при совместном применении каустической соды и жидкого стекла при суммарном расходе более 400 г/т и pH более 10,66.

3. Результаты исследований процесса флотации тонких классов фосфатных минералов, подтверждающие эффективность применения операции дефлокуляции сгущенных апатитсодержащих шламов с использованием смеси каустической соды с силикатом натрия в соотношении 1:1 (для апатит-штаффелитовых руд), и смеси соды с сульфит-спиртовой бардой и неоломом (для ошламованных лежалых хвостов).

4. Принципиальные схемы и режимы подготовки и флотации апатит-штаффелитовых руд и тонкозернистых лежалых хвостов, включающие операции, измельчения, разделения на

песковую и шламовую часть, сгущения шламов с применением сильного анионного флокулянта, обработку сгущенного продукта реагентами диспергаторами, объединение и флотацию шламового и пескового продуктов с подачей жирнокислотного собирателя, обеспечивающие увеличение извлечения пятиоксида фосфора и повышение качества концентрата.

Апробация работы. Основные положения диссертационной работы докладывались и обсуждались на научных симпозиумах «Неделя горняка» (МГГУ, НИТУ МИСиС, 2012-2016); международной научно-практической конференции «Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья» (Екатеринбург, УГГУ, 2015, 2016); международной научно-практической конференции «Плаксинские чтения» (2012-2015); научно-технической конференции VI Уральского горно-промышленного форума «Инновационные технологии обогащения минерального сырья» (Екатеринбург, 2015); научных семинарах НИТУ МИСиС.

Реализация исследований. Разработанная схема и технологический режим флотационного обогащения апатит-штаффелитовых руд и лежалых хвостов, содержащих ошламованные фосфатные минералы, прошли испытания и приняты к промышленному освоению на Ковдорском ГОКе с ожидаемым годовым эффектом 15,2 млн. руб.

Методы исследований. В работе использованы методы химического анализа, микроскопии в проходящем и отраженном свете, ИК-спектрофотометрии, дисперсионного и седиментационного анализа, флотационных исследований, лабораторных и промышленных технологических исследований, математического планирования и обработки результатов экспериментов.

Публикации. Основные положения диссертации опубликованы в 8 работах, из них 3 статьи – в рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК, 5 тезисов в материалах российских и зарубежных научных конференций, зарегистрировано ноу-хау.

Обоснованность и достоверность научных положений и выводов подтверждаются удовлетворительной сходимостью экспериментально измеренных значений параметров флотации к аппроксимационным уравнениям зависимостей (коэффициент детерминированности $R^2=0,85-0,97$), достижением максимальной эффективности флотации фосфатных минералов в лабораторных исследованиях и опытно-промышленных испытаниях в интервале научно-обоснованных расходов реагентов диспергаторов, а также положительными результатами испытаний.

Личный вклад автора состоит в обобщении и анализе открытых научных информационных источников по теме диссертации; выполнении расчетов и анализов балансов продуктов обогащения, подготовке и проведении экспериментальных исследований процессов сгущения, диспергирования и флотации, обработке и анализе результатов исследований, формулировании выводов и заключения работы.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, списка литературы из 117 наименований и приложения. Диссертация изложена на 148 страницах, включая 33 таблицы и 40 рисунков.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы диссертации, сформулированы цели и задачи исследований, научная новизна и практическая значимость работы, изложены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе представлен краткий обзор открытых научных информационных источников по теме диссертации, рассмотрены основные проблемы и тенденции развития флотационного обогащения апатитсодержащих руд. Приведены характеристики и известные технологические схемы обогащения апатит-штаффелитовых руд и лежалых хвостов. Показано, что тонкие классы апатита и штаффелита в наибольшей степени образуются при измельчении зерен, существенно нарушенных вследствие гипергенных изменений. Увеличение доли трудно флотируемых тонких классов минералов характерно для апатит-штаффелитовых руд и хвостов Ковдорского ГОКа. Извлечение апатита из таких руд падает на 2,5 – 5% при уменьшении массовой доли пятиоксида фосфора в концентрате на 1,5 – 3%.

Задача повышения эффективности флотации апатита из шламовых классов руд и техногенного сырья традиционно решалась путем применения схем, предусматривающих создание оптимальных условий для извлечения тонких классов фосфатных минералов. Одним из таких путей была схема и технологический режим, предполагающий отделение шламовых классов от основной массы руды, их сгущение с применением флокулянтов и флотацию. Однако, такая схема не показала высоких результатов, что связано с низкой селективностью флотации.

В литературном обзоре сформулированы современные представления о механизме селективной флокуляции, способах регулирования агрегативной устойчивости дисперсных систем, современных способах повышения эффективности флотации тонких классов фосфатных минералов.

На основе анализа существующих исследований в рассматриваемой области и подходов к их решению сформулированы идея и основные задачи исследований. Основной идеей работы является выбор схем и разработка режимов подготовки и флотации апатитсодержащих руд и лежалых хвостов обеспечивающих создания условий для разрушения неселективных флокул, образующихся в операции сгущения шламовых классов и обеспечение возможности комбинированного протекания процессов селективной флокуляции и флотации. Решение

задачи повышения эффективности селективной флокуляции может быть достигнуто за счет обеспечения избирательной адсорбции флокулянта на поверхности части минералов и предотвращения адсорбции реагента на поверхности других минералов. Для достижения поставленной цели предложено использовать химические методы регулирования агрегативной устойчивости твердой фазы.

Во второй главе приведена характеристика материалов, методов и оборудования, использованных для исследований минерального состава руд и продуктов обогащения, процессов адсорбции флокулянтов, сгущения и флотации апатитсодержащих руд и продуктов.

Элементный и минеральный состав руды и продуктов обогащения определялся с использованием стандартных методов анализа. В диссертации подробно приведен используемый для определения количества адсорбированного флокулянта метод ИК-спектрофотометрии. Подробно описаны методики измерения агрегативной устойчивости шламовых классов с применением дисперсионного и седиментационного анализа.

Описаны методики исследования процессов сгущения и флотации в лабораторных и полупромышленных условиях.

В третьей главе представлены результаты анализа причин потерь фосфатов при обогащении апатит-штаффелитовых руд и лежалых хвостов Ковдорского ГОКа и обоснована идея регулирования агрегативной устойчивости тонких классов с применением реагенто-диспергаторов для создания условий селективной флокуляции и флотации фосфатных минералов.

Отличительной особенностью апатит-штаффелитовых руд (АШР) Ковдорского месторождения является наличие большого количества тонких минеральных частиц (крупностью менее 10 мкм). Образованные в процессе измельчения вторичные шламы характеризуются повышенным содержанием P_2O_5 22,0-24,0%, обуславливающим значительные потери ценного компонента (12,0-14,0% P_2O_5). После внедрения операций сгущения и флотации вторичных шламов предполагалось увеличение извлечения P_2O_5 из шламов на 8-10% при сохранении качества концентрата. Однако желаемые результаты не были достигнуты.

Лежалые хвосты Ковдорского ГОКа также содержат большое количество тонких классов. В доизмельченных хвостах крупностью -1,5 мм содержание класса -0,020 мм составляет 21%.

Для анализа обогатимости различных классов крупности АШР было проведено разделение проб руды, концентратов и хвостов на узкие классы крупности. Были измерены выходы выделенных классов, массовая доля P_2O_5 и других компонентов. Используя

результаты анализов руды апатитового концентрата и хвостов обогащения, были рассчитаны величины извлечения пятиоксида фосфора в операции флотации по отдельным классам крупности. Извлечение P_2O_5 в операции флотации ($\epsilon_{фл}$) рассчитывалось по уравнению

$$\epsilon_{фл} = \epsilon_{к-т} / (\epsilon_{к-т} + \epsilon_{хв}) \quad (1)$$

где $\epsilon_{к-т}$ - извлечение P_2O_5 в апатитовый концентрат от руды; $\epsilon_{хв}$ - потери P_2O_5 фосфора с хвостами флотации от руды.

Результаты расчетов, представленные на рисунке 1а, показывают, что извлечение P_2O_5 из шламовых классов АШР (-10 мкм) на 20-30% меньше, чем из классов средней крупности (50-70 мкм).

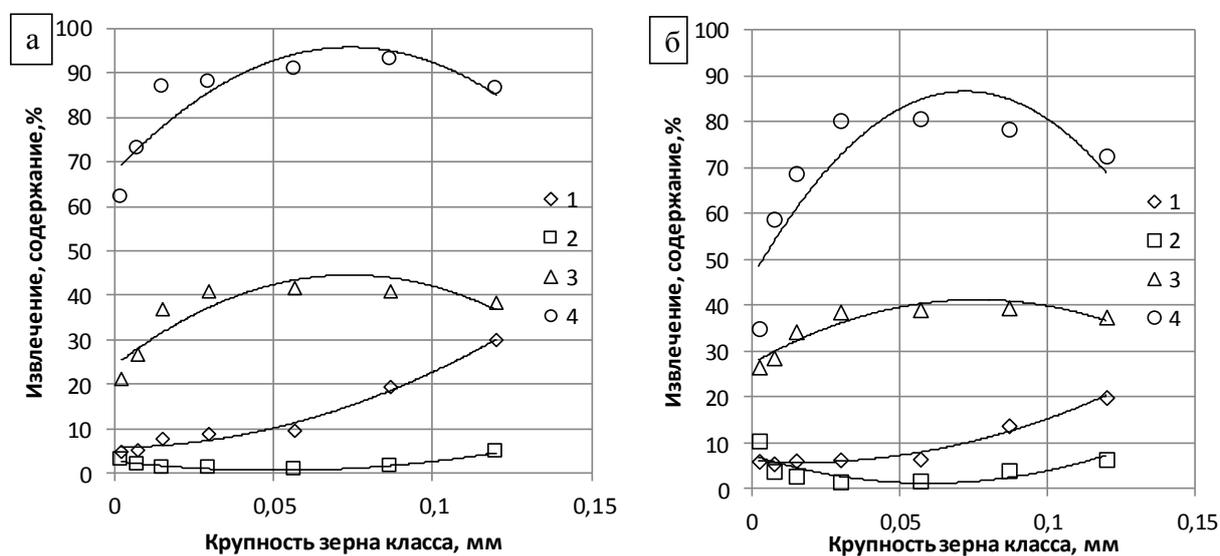


Рисунок 1 - Показатели флотации АШР (а) и лежалых хвостов (б): 1 - извлечение P_2O_5 в класс крупности концентрата, от руды; 2 - извлечение P_2O_5 в класс крупности хвостов, от руды; 3 - содержание P_2O_5 в классе крупности концентрата; 4 - извлечение P_2O_5 в классе крупности концентрата, от операции

Анализ обогатимости различных классов крупности лежалых хвостов (рисунок 1б) показал, что извлечение фосфатных минералов из тонких классов (- 10 мкм) измельченных лежалых хвостов на 25-40% меньше, чем из средних классов (40-74 мкм).

Одновременно со снижением извлечения для тонких классов характерно существенное снижение массовой доли P_2O_5 в апатитовом концентрате (рисунок 1).

Причиной повышенных потерь тонких классов фосфатных минералов по данным анализа кинетических кривых флотации является низкая скорость флотации. Критерием

флотационной активности фосфатных минералов служила величина константы скорости флотации ($K_{фл}$), рассчитываемая по уравнению:

$$K_{фл} = \frac{1}{\tau} \lg(1 - \varepsilon), \quad (2)$$

где: τ – время флотации; ε – извлечение минералов.

Анализ полученных результатов показывает, что тонкие классы фосфатных минералов как в АШР, так и в лежалых хвостах характеризуются сниженной скоростью флотации. Так скорость флотации фосфатных минералов из класса -10 мкм (0,034) в три раза ниже, чем из класса -0,074 + 0,02 мм (0,064) (рисунок 2).

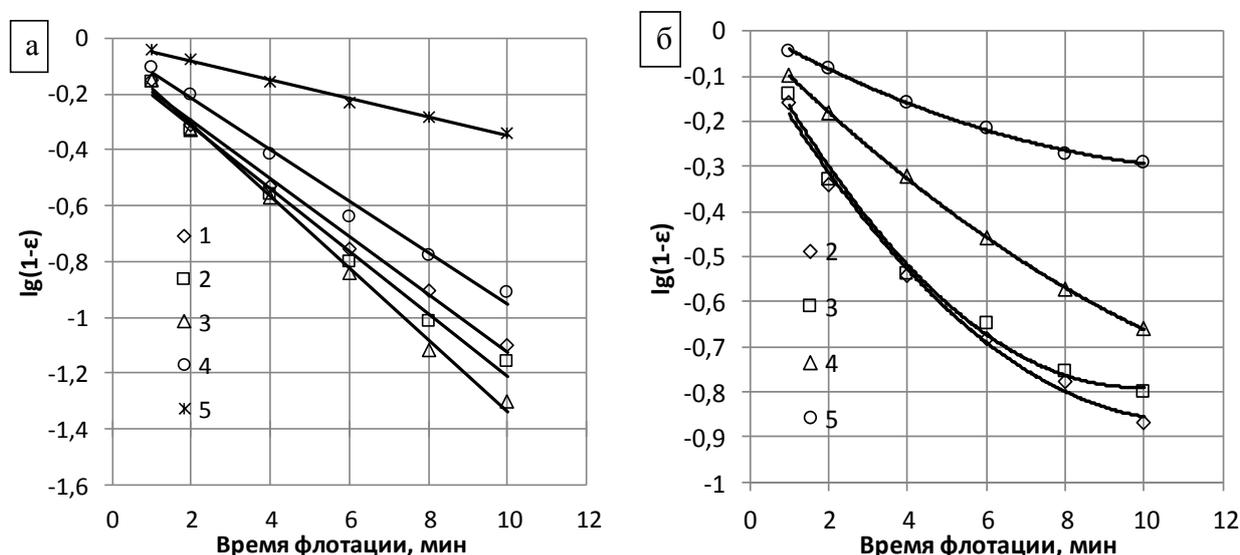


Рисунок 2 - Кинетические зависимости флотации фосфатных минералов АШР (а) и лежалых хвостов (б) из классов: 1 - +0,1 мм; 2 - -0,1 - +0,074 мм; 3 - -0,074 - +0,02 мм; 4 - -0,02 - +0,01 мм; 5 - -0,01 мм

Причиной низкой скорости флотации тонких классов фосфатных минералов является высокая механическая устойчивость флокул, образовавшихся в операции сгущения. В действующей схеме обогащения предполагалось поддерживать условия для протекания селективной флокуляции непосредственно в сгустителе (рисунок 3, процесс1) за счет применения флокулянта средней силы, что позволило бы обеспечить низкие потери фосфатных минералов как со сливом сгущения, так и с хвостами флотации.

Однако достичь высокой эффективности не удалось из-за протекания процесса неселективной вторичной флокуляции непосредственно во флотационной машине.

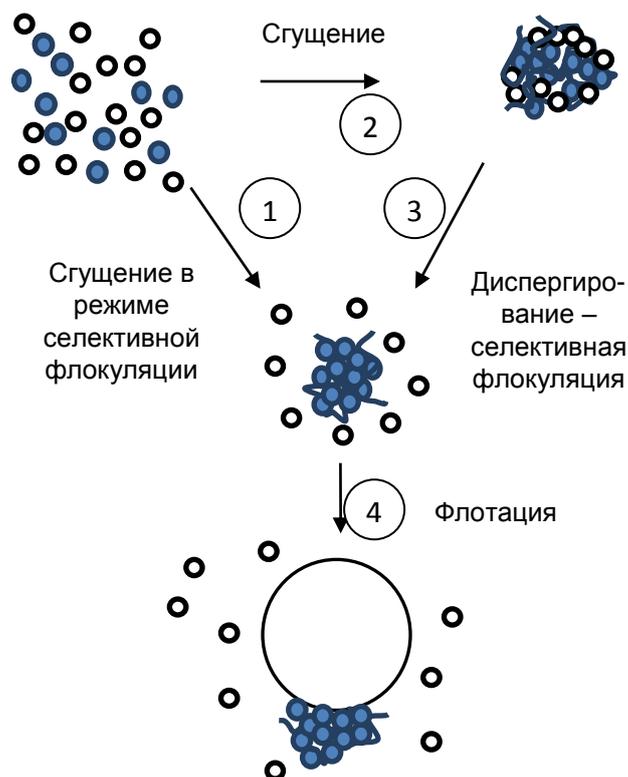


Рисунок 3- Принципиальная схема реализации процесса селективной флокуляции – селективной флотации

Суть предлагаемого решения заключается в последовательном проведении операций сгущения, диспергирования и флотации (рисунок 3, процессы 2,3,4) с возможностью регулирования агрегативной устойчивости с применением реагентов – диспергаторов.

Для исследования изменения агрегативной устойчивости шламового продукта схемы обогащения АШР осуществляли комбинированный опыт, предусматривающий первичное осаждение шламового продукта, отделение слива и повторное осаждение шламового продукта при добавлении в жидкую фазу отдельных реагентов или их смесей. Затем проводили флотацию осажденного шламового продукта. Задачей исследований была оценка влияния флотореагентов на процесс вторичной флокуляции шламов.

Проведенными исследованиями была установлена возможность и оценена интенсивность регулирования агрегативной устойчивости шламовых классов АШР и лежалых хвостов различными реагентами. В качестве критерия агрегативной устойчивости использовали скорость осветления суспензии в режиме вторичной флокуляции. Как видно из рисунка 4 выраженным диспергирующим действием характеризуются жидкое стекло, каустическая сода (NaOH), сульфит-спиртовая барда, кальцинированная сода (Na₂CO₃) и Неонол. Напротив, применяемая в качестве собирателя олеиновая кислота обладает структурирующим эффектом.

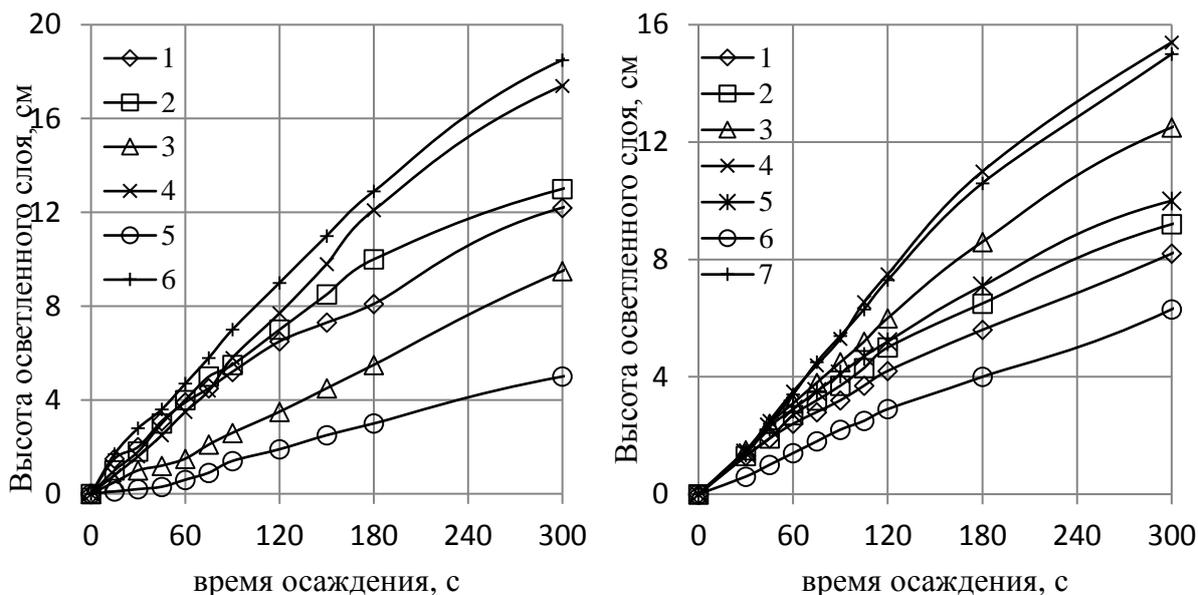


Рисунок 4 - Седиментационные кривые в режиме вторичной флокуляции: (а) - для шламов АШР при добавке : 1 – каустической соды (КС); 2 – жидкого стекла (ЖС); 3 – КС и ЖС; 4 – олеата натрия; 5 – контрольный опыт без флокулянта; 6 – контрольный опыт с флокулянтом; (б) - для шламов лежалых хвостов при добавке: 1 - кальцинированной соды; 2 - сульфит-спиртовой барды; 3 - Неонола; 4 – олеата натрия; 5 - кальцинированной соды, олеата натрия, Неонола и ССБ; 6 – контрольный опыт без флокулянта; 7- контрольный опыт с флокулянтом

Наряду с возможностью регулирования агрегативной устойчивости шламовых классов реагентами диспергаторами было показано, что в условиях флотации возможность регулирования агрегативной устойчивости тонких классов существенно снижена из-за противоположного характера действия реагентов-диспергаторов и собирателей при их совместной подаче. Именно этот эффект не позволяет устойчиво диспергировать шламы и реализовывать процесс селективной флокуляции и, следовательно, селективной флотации.

Поэтому возникла идея отдельной предварительной реагентной обработки шламового продукта реагентами диспергаторами после операции сгущения для максимального разрушения коллективных флокул фосфатных и породных минералов и обеспечения наилучших условий для селективной флокуляции фосфатных минералов непосредственно в процессе флотации.

В четвертой главе представлены результаты исследований и разработки режимов сгущения и флотации апатит-штаффелитовых руд и лежалых хвостов.

Снижение интенсивности вторичной флокуляции достигается десорбцией флокулянта с поверхности шламов под воздействием реагентов-диспергаторов. Для исследования процессов адсорбции и десорбции флокулянта на поверхности минералов был использован метод просвечивающей ИК-спектрофотометрии. Благоприятными факторами для применения

ИК методов являются весьма тонкий класс, используемый для исследований (-5 мкм) и объемная структура флокулянтов на поверхности минеральных зерен.

В качестве критериев спектральной активности адсорбированного флокулянта К рассматривали отношения высот (h) или условных площадей (произведений высоты и ширины, S) характеристических пиков поглощения (внутренних стандартов) флокулянта (h_f, S_f) и апатита (h_m, S_m):

$$K_h = h_f / h_m . \quad (3)$$

$$K_s = S_f / S_m . \quad (4)$$

В качестве внутреннего стандарта флокулянта «Праестол 2530» использовали полосу поглощения в области $1637 - 1639 \text{ см}^{-1}$. В качестве внутреннего стандарта шламового продукта использовали полосу поглощения апатита в области $1041-1043 \text{ см}^{-1}$ (рисунок 5).



Рисунок 5 - Пояснение количественного анализа адсорбции флокулянта на шламовом классе АШР по данным ИК-спектроскопии: Ап – пики поглощения апатита; П – пики поглощения «Праестола- 2530»; h – высота пика поглощения; b – ширина пика поглощения

В дальнейших исследованиях в качестве критерия адсорбционной активности флокулянта было выбрано отношения высот характеристических пиков. Выбор обоснован более высоким значением коэффициента детерминации (0,98) зависимости K_h от адсорбции флокулянта (рисунок 6).

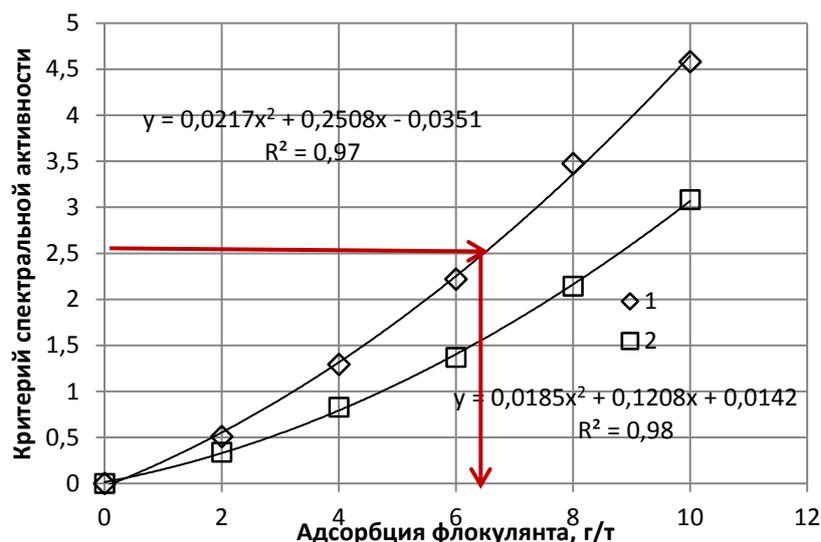


Рисунок 6- Зависимости критериев концентрации флокулянта на поверхности шламов от расхода флокулянта: 1 – отношение высот пиков - внутренних стандартов (K_h); 2 – отношение площадей пиков - внутренних стандартов (K_s). Стрелки – пример определения адсорбции флокулянта по критерию спектральной активности

Доля десорбируемого флокулянта ΔA_d рассчитывалась как отношение разности между адсорбцией флокулянта до и после использования десорбента A_0 , A_d , отнесенной к адсорбции флокулянта в начальном опыте A_0 без использования десорбента:

$$\Delta A_d = (A_0 - A_d) / A_0, \% \quad (5)$$

Определение A_d и A_0 проводилось по данным спектрального анализа с использованием критерия спектральной активности флокулянта K_h .

Результаты проведенных исследований показали, что каустическая сода и жидкое стекло обладают близкой диспергирующей способностью по отношению к флокулянту. При расходе каустической соды и жидкого стекла по 400 г/т удаляется 36 и 35% флокулянта (таблица 1). При совместном использовании диспергаторов (при суммарном расходе 400 г/т) наблюдается заметный синергетический эффект, приводящий к существенно большему удалению флокулянта (46%) с поверхности шламового класса.

Таблица 1- Результаты измерений рН и расчета количества десорбируемого флокулянта

Режим	рН	K_h	A_d	$\Delta A_d, \%$
Контр. опыт: флокулянта 10 г/т	8,23	4,48	10	0,0
Промывка водой, 1:1	7,81	3,73	8,35	16,5
Расход КС - 400 г/т	11,30	2,50	6,4	36,0
Расход ЖС - 400 г/т	10,33	2,56	6,5	35,0
Расход КС и ЖС по 200 г/т	10,81	1,90	5,4	46,0
Расход КС и ЖС по 300 г/т	11,32	1,7	4,8	52,0
Расход КС и ЖС по 400 г/т	11,75	1,5	4,4	56,0

Наиболее вероятной причиной повышенной десорбирующей способности смеси диспергаторов является образование адсорбционно активных по отношению к положительно заряженным катионным центрам на поверхности минералов ионов HSiO_3^- , образующихся в результате протекания реакции диссоциации кремниевой кислоты, равновесие которой смещается влево при рН более 10,66.



Оценка эффективности сгущения шламовых классов апатит-штаффелитовых руд была проведена с использованием показателя флокуляции D , сравнивающего скорость осаждения шламов в рассматриваемых и стандартных условиях:

$$D = (V_{\text{осаж}}^{\text{фл}} - V_{\text{осаж}}^{\text{O}}) / V_{\text{осаж}}^{\text{O}} = (h_{\text{осв}}^{\text{фл}} - h_{\text{осв}}^{\text{O}}) / h_{\text{осв}}^{\text{O}}, \quad (6)$$

где $V_{\text{осаж}}^{\text{фл}}$ и $V_{\text{осаж}}^{\text{O}}$ – скорость осаждения твердого при использовании флокулянта и в контрольном опыте (м/с); $h_{\text{осв}}^{\text{фл}}$ и $h_{\text{осв}}^{\text{O}}$ – высота осветленного слоя жидкости (м) при использовании флокулянта и в контрольном опыте (при заданном времени осаждения).

Максимум показателя D достигается при расходе флокулянтов 15-25 г/т шлама (рисунок 7, кривые 1,2). Интенсивность первичного сгущения в области максимума при использовании «Праестол- 2540» на 5 – 8% выше, чем при использовании «Праестол- 2530». Интенсивность процесса вторичной флокуляции при использовании флокулянта «Праестол- 2540» на 3 – 4% выше, чем при использовании «Праестол- 2530».

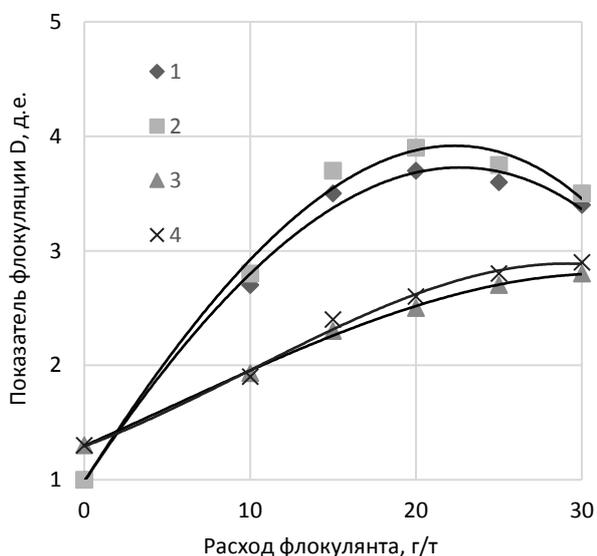


Рисунок 7 - Зависимость показателя флокуляции D от расхода флокулянтов на основе ПАА: 1,3 – «Праестол - 2530»; 2,4 – «Праестол - 2540» при первичной (1,2) и вторичной (3,4) седиментации

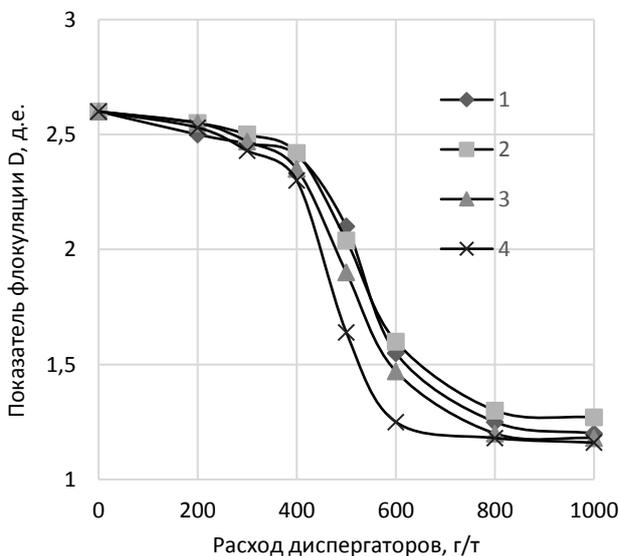


Рисунок 8 - Зависимости показателя флокуляции D от расхода диспергаторов: 1 – жидкое стекло; 2 – кальцинированная сода; 3 – каустическая сода; 4 – жидкое стекло и каустическая сода

При исследовании диспергирующего эффекта каустической соды, жидкого стекла и их смеси был отмечен эффект скачкообразного увеличения эффективности дефлокуляции от расхода реагентов. Как видно из рисунка 8, при повышении суммарного расхода диспергаторов свыше 400 г/т наступает резкое снижение показателя флокуляции. Максимум диспергирующей способности достигается при расходе более 800 г/т. Как и при исследовании десорбционной активности реагентов-диспергаторов наибольший эффект достигается при pH более 10,8, что подтверждает гипотезу необходимости перевода кремниевой кислоты в ионную форму HSiO_3^- .

С учетом полученных результатов для уменьшения вторичной флокуляции шламов было предложено обрабатывать сгущенный продукт смесью реагентов – диспергаторов – каустической соды и жидкого стекла с необходимым расходом (600 - 800 г/т). После проведения операции диспергирования шламового продукта предусматривается его объединение с песковым продуктом. В объединенный продукт подаются собиратель и регулятор вспенивания и осуществляется процесс флотации. Концентрация каустической соды и жидкого стекла при объединении продуктов снижается в 2 - 3 раза из-за разбавления жидкой фазы и составляет 300- 400 г/т руды, что соответствует режимной карте процесса флотации апатита и штаффелита.

Предложенный режим кондиционирования питания флотации был исследован в лабораторных условиях с контролем кинетики флотации отдельных классов крупности. Результаты экспериментов (таблица 2) показали, что применение операции кондиционирования с реагентами-диспергаторами существенно увеличивает константу скорости флотации (с 0,034 до 0,064) и предельное извлечение пятиоксида фосфора (52,4 до 76,5%) из класса -10 мкм.

Таблица 2- Изменение скорости флотации отдельных классов крупности при использовании отдельного кондиционирования шламовых классов АШР

Классы крупности, мм	Константа скорости флотации		Извлечение P_2O_5 , %	
	без кондиционирования	с кондиционированием	без кондиционирования	с кондиционированием
+ 0,1	0,110	0,113	90,1	91,9
-0,1+0,074	0,116	0,122	92,5	93,8
-0,074 +0,020	0,130	0,131	94,5	95,3
-0,020 +0,010	0,091	0,093	87,2	87,5
-0,010	0,034	0,064	52,4	76,5

Для операции сгущения слива классификации доизмельченных лежалых хвостов были испытаны флокулянты «Праестол-2530» и «Праестол-2540». На сгущение направлялся слив операции классификации с плотностью 15% тв. с массовой долей P_2O_5 11,0%. При расходе 12 г/т флокулянта «Праестол-2540» достигается выделение сгущенного продукта с плотностью 45%.

Для повышения эффективности флотации тонких классов фосфатных минералов из лежалых хвостов было исследовано применение предварительного кондиционирования

сгущенных шламов с реагентами-диспергаторами: сульфит-спиртовой бардой (ССБ), кальцинированной соды и Неонола АФ 9-8.

Анализ результатов лабораторных экспериментов, приведенных на рисунке 9, показывает, что добавление в сгущенный шламовый продукт схемы обогащения лежалых хвостов ССБ и кальцинированной соды при расходе 600-700 г/т и Неонола при расходе 800-100 г/т позволяет повысить извлечение P_2O_5 из лежалых хвостов на 4-5%. Одновременно повышается массовая доля P_2O_5 в концентрате на 2-3%.

Результаты проведенных исследований дали основание испытать новые режимы стадийной подготовки шламов АШР и лежалых хвостов, включающие обработку сгущенных шламов реагентами-диспергаторами и последующее кондиционирование объединенного пескового и шламового продуктов с собирателем перед подачей пульпы во флотацию или непосредственно во флотационной машине.

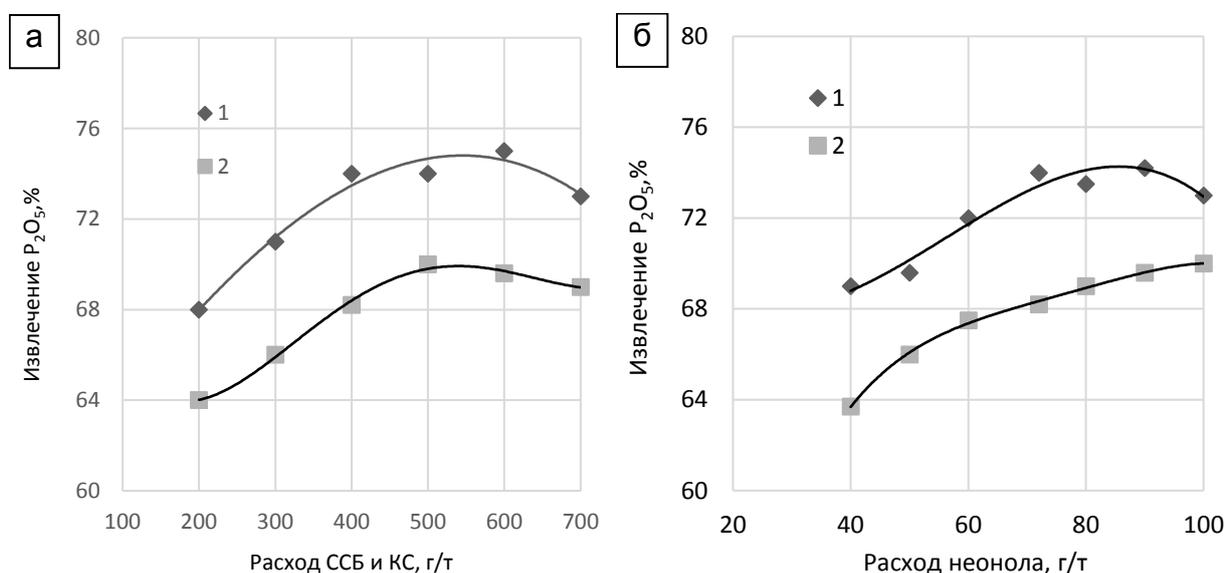


Рисунок 9 - Зависимости извлечения P_2O_5 в апатитовый концентрат от расхода ССБ и кальцинированной соды (а) и от расхода Неонола (б): 1 – для тонкозернистых лежалых хвостов; 2 – для сильноошламованных лежалых хвостов

В пятой главе представлены результаты разработки режимов повышения эффективности извлечения тонких классов фосфатных минералов при обогащении АШР и лежалых хвостов.

Углубленные исследования обогащения апатит-штаффелитовых руд с применением процессов сгущения и флотации производились по магнитно-флотационной схеме, включающей операции дробления, отмывки и классификации руды с удалением первичных шламов, а также измельчение, классификацию, магнитную сепарацию и флотацию.

При проведении замкнутых опытов были испытаны три схемы рудоподготовки и флотации. По первой схеме шламовый продукт сгущался с применением реагентов - флокулянтов и направлялся на шламовую флотацию (рисунок 10а). По второй схеме (рисунок 10 б) шламовый продукт после сгущения направлялся на флотацию вместе с песками классификации. По третьей схеме (рисунок 10в) шламовый продукт после сгущения

направлялся на кондиционирование с реагентами -диспергаторами, и затем поступал на флотацию вместе с песками классификации.

Для регулирования агрегативной устойчивости шламов АШР использовали каустическую соду и жидкое стекло. В качестве собирателя применяли омыленную ЖКТМ.

Результаты замкнутых флотационных опытов, представленные в таблице 3, показали наибольшую эффективность третьей технологической схемы, которая позволяет получить качественный концентрат и высокие извлечения в него P_2O_5 .

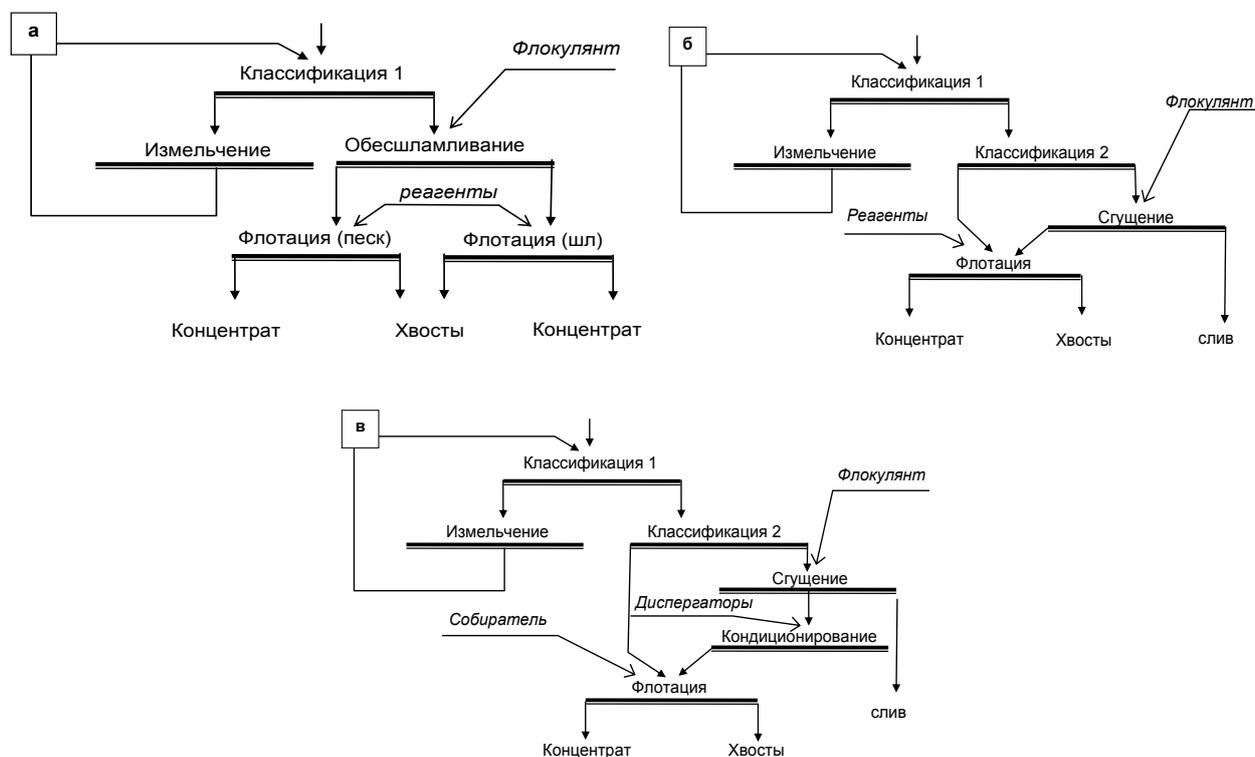


Рисунок 10 - Принципиальные схемы измельчения и флотации АШР: а - с раздельной песковой и шламовой флотацией; б – с совмещенной флотацией песков и сгущенного шламового продукта; в - с совмещенной флотацией песков и шламов, с операциями сгущения и кондиционирования шламов с применением реагентов –диспергаторов

Таблица 3 - Результаты укрупненных лабораторных исследований по обогащению АШР с применением различных схем

№ №	Схема измельчения и флотации	Извлечение P_2O_5 в к-т (от операции), %	Содержание P_2O_5 в к-те, %
1	С раздельной песковой и шламовой флотацией (а)	69,3	36,4
2	С совмещенной флотацией песков и шламов, с операцией сгущения шламов(б)	70,5	37,6
3	С последовательными операциями сгущения и кондиционирования шламов с применением реагентов-диспергаторов (в)	71,9	38,1

В результате проведенных исследований была предложена схема обогащения АШР, представленная на рисунке 11. Результаты полупромышленных испытаний показали, что флотация объединенных песковой и сгущенной шламовой фракций с использованием операции кондиционирования шламов (с подачей каустической соды и жидкого стекла) обеспечивает повышение извлечения P_2O_5 на 1,4% при повышении содержания P_2O_5 на 0,5% (таблица 3). Полученные результаты оказались выше, чем для ранее применяемого технологического режима и схемы, что позволило рекомендовать разработанный режим флотации к промышленному освоению.

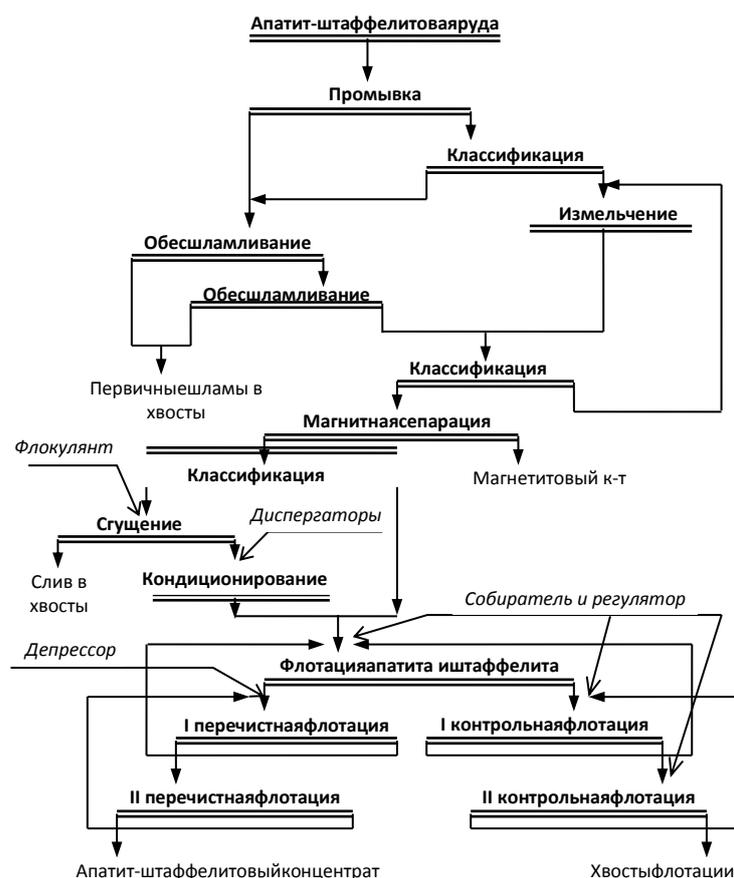


Рисунок 11 - Рекомендованная схема обогащения апатит-штаффелитовых руд (АШР)

Испытания схемы обогащения лежалых хвостов проводились на укрупненной флотационной установке ОАО «Ковдорский ГОК». Исходные пески измельчались в шаровой мельнице, работающей в замкнутом цикле с гидроциклоном.

Схема флотации включала операции кондиционирования пульпы в контактных чанах, основной, контрольной и перечистой флотации. В качестве флотационных реагентов использовались: жирнокислотная фракция талового масла (ЖКТМ), регулятор пенообразования М-246, регулятор среды – кальцинированная сода, депрессор породных минералов - сульфит-спиртовая барда (ССБ), реагент Неонол АФ 9-8.

Для сильноошламованных хвостов были испытаны действующая схема подготовки и флотации с последовательными операциями классификации и сгущения-обесшламливания (рисунок 12а) и предлагаемая схема (рисунок 12б), согласно которой слив классификации

направлялся в сгуститель, где с использованием флокулянта получали сгущенный продукт высокой плотности и обедненный пятиокисью фосфора слив, а сгущенный шламовый продукт направлялся в активатор механического типа, в который дозировали реагенты-диспергаторы. Нижний продукт направлялся на флотацию, а перелив – сбрасывался в отвал.

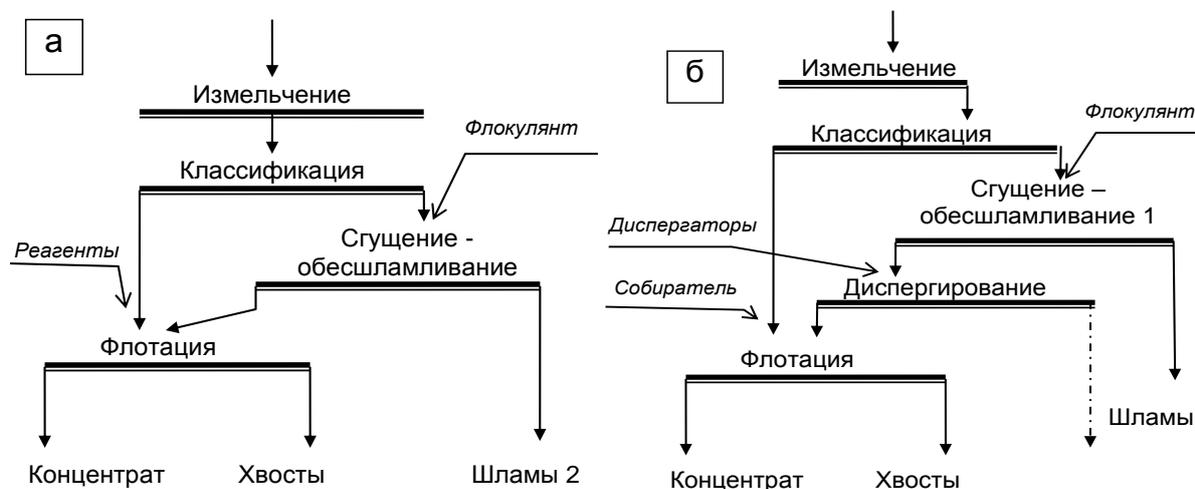


Рисунок 12 - Схемы подготовки доизмельченных лежалых хвостов к флотации: а – со сгущением – обесшламливанием слива классификации; б - с обработкой диспергаторами сгущенного шламового продукта

Результаты испытаний показали, что разработанная схема на рисунке 12б характеризуется снижением потерь P_2O_5 на 1,5% и повышением качества флотационного концентрата на 0,35% (таблица 4).

Таблица 4 - Показатели флотации сильноошламованных лежалых хвостов

Параметры (%)	Схемы	
	базовая (а)	разработанная (б)
Содержание P_2O_5 в питании флотации	12,26	12,20
Содержание P_2O_5 в концентрате флотации	38,15	38,5
Извлечение P_2O_5 в питание флотации	82,4	84,4
Извлечение P_2O_5 в концентрат (от операции)	77,2	76,5
Потери со сливами обесшламливания	8,2	6,2
Извлечение P_2O_5 в концентрат (от питания)	57,4	58,9

Таким образом, результаты испытаний схемы и режимов подготовки и флотации шламовых классов АШР и тонкозернистых лежалых хвостов показали возможность существенного снижения потерь пятиокси фосфора при повышении качества апатитового концентрата.

Основные выводы по работе:

1. Повышенные потери пятиокси фосфора при обогащении ошламованных апатитсодержащих руд и лежалых хвостов обусловлены низкой скоростью флотации тонких классов фосфатных минералов из сгущенных с использованием анионоактивных флокулянтов

шламов и объясняются высокой интенсивностью и низкой селективностью процесса вторичной флокуляции во флотационной пульпе вследствие взаимно компенсирующих действий реагентов с диспергирующими (каустическая и кальцинированная сода, жидкое стекло, сульфит-спиртовая барда, Неонол) и структурирующими (ЖКТМ) свойствами.

2. Установлено, что применение в операции дефлокуляции неорганических диспергаторов – каустической соды и жидкого стекла при расходах от 400 до 800 г/т позволяет десорбировать с поверхности шламового продукта апатит-штаффелитовых руд от 36 до 56% анионных флокулянтов на основе полиакриламида. Показано, что при совместном применении каустической соды и жидкого стекла в операции дефлокуляции при суммарном расходе более 400 г/т наблюдается положительный синергетический эффект увеличения десорбирующей способности относительно анионного флокулянта на 20-30%, обусловленный переходом кремниевой кислоты при pH более 10,66 в ионную форму HSiO_3^- .

3. Показано, что повышение эффективности флотации тонких классов фосфатных минералов за счет интенсификации режима селективной флокуляции достигается при использовании стадийной подготовки шламового продукта к флотации с применением в процессе сгущения анионных флокулянтов на основе полиакриламида, в операции диспергирования сгущенного продукта смеси каустической соды с силикатом натрия при суммарном расходе 600-800 г/т (для АШР) или смеси кальцинированной соды с сульфит-спиртовой бардой и Неонолом 9-8 при суммарном расходе 700-800 г/т (для лежалых хвостов), в операции флотации – смеси собирателя ЖКТМ и регулятора вспенивания.

4. Разработаны и испытаны в полупромышленных условиях схемы и режимы подготовки и флотации шламовых классов апатит-штаффелитовых руд и тонкозернистых лежалых хвостов включающие операции: измельчения, разделения на песковую и шламовую часть, сгущения шламов с применением сильного анионного флокулянта, дефлокуляции сгущенного продукта реагентами-диспергаторами, объединение и флотацию шламового и пескового продуктов с подачей жирнокислотного собирателя, обеспечивающие увеличение извлечения пятиоксида фосфора на 1,4 и 1,5% и повышение качества концентрата на 0,50 и 0,35%.

Основные результаты диссертационной работы представлены в публикациях:

1. Туголуков А.В. Исследование и оптимизация процесса флотационного обогащения апатит-штаффелитовой руды Ковдорского месторождения / Туголуков А.В., Бармин И.С., Морозов В.В., Поливанская В.В. // Горн. инф.-аналит.бюлл., –2012. - №4. - С.165-169.

2. Бармин И.С. Повышение эффективности обогащения тонкозернистых складированных хвостов Ковдорского ГОКа / Бармин И.С., Белобородов В.И., Поливанская В.В. // Горн.инф.-аналит.бюлл., 2015. -№10. - С.146-155.

3. Бармин И.С. Исследование и оптимизация флотационного обогащения тонких классов апатит-штаффелитовых руд / Бармин И.С., Туголуков А.В., Морозов В.В., Поливанская В.В. // Горн.инф.-аналит.бюлл., 2015. -№10. - С.59-67.
4. Поливанская В.В.Повышение эффективности сгущения и флотации / Поливанская В.В., Морозов В.В. // Труды Межд. конф. «Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья. - Екатеринбург, 15-16 апреля 2015 г. – С.157-160.
5. Поливанская В.В. Повышение эффективности флотации тонких классов апатитана основе регулирования их агрегативной устойчивости / Поливанская В.В., Морозов В.В. // Труды межд. совещ. «Современные процессы комплексной и глубокой переработки труднообогатимого минерального сырья» Плаксинские чтения – 2015». - Иркутск 2015. - С. 263-266.
6. Поливанская В.В. Оптимизация режима флотации ошламованных апатит-штаффелитовых руд / Поливанская В.В., Морозов В.В. // Инновационные технологии обогащения минерального сырья. Материалы науч.-тех.конф. VI Уральского горно-промышленного форума, Екатеринбург, 2-4 декабря 2015 г. -С.191-195.
7. Поливанская В.В. Исследование регулирования процессов сгущения и флотации апатит-штаффелитовых руд реагентами - диспергаторами // Труды Межд. конф. «Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья». Екатеринбург, 15-16 апреля 2016 г. – С.
8. Морозов В.В. Повышение эффективности флотации тонких классов апатит-штаффелитовых руд / Морозов В.В., Поливанская В.В., Сименел А.А. // Труды межд. совещ. "Соврем. процессы комплексной и глубокой переработки труднообогатимого минерального сырья. Плаксинские чтения – 2016». – С. – Петербург, 2015. - С. 99-102.
9. Морозов В.В. Свидетельство о регистрации НОУ-ХАУ Технологический регламент реагентного режима флотации апатита из техногенного месторождения лежалых хвостов / Морозов В.В., Поливанская В.В. // №12-015-2016 ОИС от 28 июня 2016г.