

ИССЛЕДОВАНИЕ И РАЗРАБОТКА РЕЖИМОВ СГУЩЕНИЯ И ФЛОТАЦИИ ШЛАМОВЫХ КЛАССОВ ЛЕЖАЛЫХ ХВОСТОВ

Проведёнными исследованиями обоснован выбор реагентов – флокулянтов и диспергаторов – для сгущения и дефлокуляции шламовых классов лежалых хвостов при их флотационном обогащении. Использование флокулянта «Праестол-2540» при расходе 12 г/т обеспечивает выделение сгущённого продукта с необходимой плотностью. Недостатком режима является неселективное сгущение шламов с захватом тонких классов породных минералов, что не способствует эффективности последующего процесса флотации. Для повышения показателей флотации лежалых хвостов разработан режим дефлокуляции сгущённого продукта, включающий подачу кальцинированной соды, реагента «Неонол АФ 9-8» и сульфит-спиртовой барды с последующим их объединением с песковыми классами лежалых хвостов, кондиционирование с собирателем и флотацию. Подача реагентов-диспергаторов в сгущённый шламовый продукт позволяет разрушить неселективно сфлуктурированные минеральные комплексы и обеспечить эффективную флотацию зёрен фосфатных минералов, благодаря чему растут содержание и извлечение пентаоксида фосфора в концентрат апатитовой флотации при переработке сильношламованных лежалых хвостов соответственно на 1,35 и 1,7 %.

Ключевые слова: лежалые хвосты, апатит, шламовые классы, сгущение, флокуляция, реагенты-диспергаторы, дефлокуляция, флотация.

Как показывает анализ, основные потери пентаоксида фосфора (P_2O_5) при обогащении лежалых хвостов связаны с тонкими классами фосфатных минералов, извлечение которых на 25–40 % меньше, чем у классов средней крупности [3, 9]. Повышение показателей обогащения апатитсодержащих техногенных продуктов требует оптимизации режимов подготовки и флотации в первую очередь тонких классов апатита. Это особенно актуально для тонкозернистых хвостов, составляющих на сегодня основную массу техногенного месторождения Ковдорского ГОКа [2].

Причина потерь тонких классов фосфатных минералов – их неселективная флокуляция, протекающая как при операции сгущения, так и непосредственно в объёме флотационных машин [5, 10]. Для повышения извлечения мелких классов фосфатных минералов необходимо создать условия для разрушения флокул с пороодообразующими минералами [7]. Наиболее эффективный подход для повышения скорости флотации шламовых классов апатита – дефлокуляция сгущённого продукта при помощи реагентов-диспергаторов и последующая селективная флотация [1, 6]. При определении реагентных режимов важными являются выбор флокулянта с требуемой силой и учёт возврата в технологический процесс части реагентов-флокулянтов с циркулирующими оборотными водами, обуславливающими неселективную флокуляцию во всех технологических операциях [4].



Бармин Игорь Семёнович

кандидат технических наук
главный обогатитель¹
igor.barmin@eurochem.ru

Морозов Валерий Валентинович

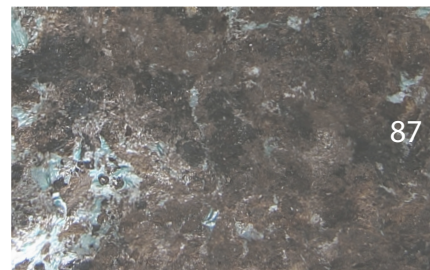
доктор технических наук,
профессор кафедры
«Общая и неорганическая химия»²
dchmggu@mail.ru

Поливанская Валерия Владимировна

кандидат технических наук
доцент кафедры
«Общая и неорганическая химия»²
valeriapolyvanska@mail.ru

¹ ОАО «Минерально-химическая компания «Еврохим», г. Москва

² ФГАУ ВО «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва



Минеральный состав технологических проб изучался с применением химического, микрорентгеноспектрального анализов и микроскопии в проходящем и отражённом свете. Твёрдая фаза техногенного месторождения представляет собой сложный минеральный комплекс, сформированный в процессе первоначального складирования и гипергенных воздействий, включая стадию сегрегации основных минералов. Анализ проведённых минералогических исследований показал, что основным фосфатным минералом является апатит (28,2 %), представленный фтороксигидроксилapatитом (табл. 1).

Микроскопическим анализом классов крупности твёрдой фазы установлена значительная массовая доля сростков апатита с породными минералами в классах +0,16 мм (от 6 до 21 %) и поверхностно изменённых зёрен апатита (от 5 до 18 %). Микрорентгеноспектральным анализом выявлено, что плёнки покрывают до половины поверхности зёрен, содержат оксиды и гидроксиды Fe (III), образовавшиеся в процессе гипергенных преобразований вследствие окисления и растворения неустойчивых железосодержащих минералов. На зёрнах апатита и форстерита фиксируются адгезионно закрепившиеся тонкие фракции (шламы) апатита породных минералов.

Ситовой анализ проб показал, что количество шламовых классов увеличивается по мере удаления от участка слива в глубину залежи, т. е. от северо-восточного фланга залежи к юго-восточному. По результатам гранулометрического анализа, содержание класса -0,071 мм в пробах колеблется от 25,5 до 51,0 %. Ожелезнение зёрен фосфатных минералов и значительная доля сростков обуславливают необходимость операции доизмельчения, что в присутствии большого количества исходных тонких классов повышает эффективность извлечения апатита из шламов.

В целях определения оптимальных условий обогащения ошламованных лежалых хвостов Ковдорского ГОКа прежде всего выбирался реагент-флокулянт для операции сгущения шламовых классов. Были испытаны два режима сгущения с использованием флокулянтов различной силы – «Праестол-2530» и «Праестол-2540».

На сгущение направлялся слив операций доизмельчения и классификации с плотностью 15 % твёрдого осадка, массовой долей P_2O_5 11,0 % и массовой долей класса 10 мкм 28 %. В проведённых сериях опытов варьировался расход флокулянта (табл. 2). Полученные результаты показали,

1. МИНЕРАЛЬНЫЙ СОСТАВ ПРОБ СКЛАДИРОВАННЫХ ХВОСТОВ

Минерал	Массовая доля, %			
	минимальное	максимальное	среднее	КВ
Апатит	25,2	30,5	28,2	13,5
Форстерит	26,4	31,4	29,4	12,3
Кальцит	14,3	20,2	17,6	14,3
Доломит	7,7	8,6	8,1	8,9
Флогопит	10,8	15,2	12,5	15,3
Диопсид	1,1	1,6	1,34	14,5
Магнетит	1,0	1,9	1,5	16,9

что наиболее эффективно сгущение отмечается при использовании флокулянта «Праестол-2540». При расходе последнего 12 г/т выделяется сгущённый продукт с плотностью более 56 %. Однако при применении этого флокулянта происходит неселективное сгущение с полным захватом тонких классов породных минералов, что не способствует эффективности последующего процесса флотации.

Как видно из рис. 1, сфлокулированный осадок флотируется неудовлетворительно: извлечение P_2O_5 не превышает 55 %, а качество концентрата фиксируется на уровне 25–27 %. Для повышения показателей флотации целесообразно достичь разрушения неселективных флокул фосфатных и породообразующих минералов, что не происходит даже в условиях флотации. Поэтому была изучена возможность применения операции предварительного кондиционирования шламового продукта с реагентами-диспергаторами, используемыми в технологическом процессе. Для выбора оптимального режима ставились эксперименты по определению влияния расхода реагентов-диспергаторов – сульфит-спиртовой барды (ССБ) и кальцинированной соды (КС) – в операции диспергирования сгущённых шламов на показатели операции флотации. Увеличение расхода реагентов-диспергаторов повышает извлечение P_2O_5 при флотации (рис. 2).

Для достижения максимального дефлокулирующего эффекта также было изучено влияние на устойчивость дисперсной фазы подачи реагента «Неонол АФ 9-8» в операцию диспергирования сгущённых шламов вместе с ССБ и КС. Исследо-

2. РЕЗУЛЬТАТЫ СГУЩЕНИЯ СЛИВА ОПЕРАЦИИ ДОИЗМЕЛЬЧЕНИЯ И КЛАССИФИКАЦИИ ТОНКОЗЕРНИСТЫХ ЛЕЖАЛЫХ ХВОСТОВ

Расходы флокулянта, г/т	Выход осадка, %	Плотность осадка, %	Массовая доля P_2O_5 , %	Массовая доля класса 10 мкм, %
«Праестол-2530»				
5	78	55,6	12,1	25,2
10	81,9	56,8	11,1	24,8
15	88,5	59,2	11,6	24,5
20	92,2	58,4	11,2	25,3
25	94,9	58,3	11,3	26,5
«Праестол-2540»				
5	83,7	56,5	11,8	25,6
10	87,3	56,7	11,6	23,4
15	91,4	58,5	11,4	24,7
20	94,5	58,2	11,6	25,0
25	96,8	58,0	11,3	26,3

вания проводились при фиксированном времени осаждения (15 с) при переменных расходах реагентов. Данные экспериментов показывают, что добавление реагента «Неонол АФ 9-8» при расходе от 60 до 80 мг/л при концентрации ССБ 500 мг/л ведёт к максимальной степени стабилизации и росту выхода в слив шламовых фракций породных минералов (см. рис. 3, а). При этом наблюдаются признаки селективной флокуляции: происходит диспергирование преимущественно шламовых классов породообразующих минералов, о чём свидетельствует снижение массовой доли пентаоксида фосфора в удаляемой со сливом диспергированной фракции (см. рис. 3, б).

Максимальная степень диспергирования шламовых фракций достигается при концентрации реагента «Неонол АФ 9-8» от 70 до 85 мг/л, а минимальная массовая доля пентаоксида фосфора – от 60 до 80 мг/л.

При сравнении результатов опытов выясняется, что при использовании реагента «Неонол АФ 9-10» максимальная степень диспергирования шламовых фракций достигается при больших концентрациях, чем при использовании реагента «Неонол АФ 9-8».

Разработанная технология предполагает сгущение шламовых классов лежалых хвостов с использованием флокулянта «Праестол-2540», обработку сгущённого шламового продукта смесью реагентов-диспергаторов и его дополнительное сгущение с последующим объединением полученного осадка с песковой частью хвостов, их кондиционирование с собирателем и подачу на флотацию.

С учётом результатов лабораторных исследований для стабилизации и удаления шламовых классов породообразующих минералов рекомендовано дозирование в сгущённый шламовый продукт реагента «Неонол АФ 9-8» в интервале от 60 до 85 мг/л.

Дальнейшие эксперименты проводились в лабораторных условиях в режиме непрерывного цикла доизмельчение – классификация – сгущение – дефлокуляция – кондиционирование – флотация. Результаты замкнутых опытов показали, что добавки реагента «Неонол АФ 9-8» непосредственно в направляемый в апатитовую флотацию сгущённый шламовый продукт повышают показатели флотации. Как видно из рис. 4, использование предлагаемой смеси реагентов-диспергаторов (КС, ССБ, «Неонол АФ 9-8») повышает извлечение P_2O_5 в концентрат и улучшает качество апатитового концентрата как при обогащении тонкозернистых, так и сильношламованных хвостов.

Недостатком данной технологии является увеличенный расход реагентов «Неонол АФ 9-8» и ССБ, обусловленный отделением слива в операции классификации. Использование этой схемы наиболее эффективно при применении технологии сухого складирования, предполагающей поцикловый водооборот с возвратом отфильтрованной жидкой фазы, содержащей водорастворимые флотационные реагенты, в операции классификации и флотации [8]. Такая технология позволяет снизить расход реагентов.

На основании проведённых технологических исследований для повышения эффективности обогащения сильношламованных хвостов рекомендовано применение операции предварительного кондиционирования сгущённого продукта перед операцией флотации для стабилизации шламовых фракций тонкозернистых хвостов с использованием смеси кальцинированной соды, сульфит-спиртовой барды и реагента «Неонол АФ 9-8».

Испытания схемы обогащения лежалых хвостов проводились на укрупнённой флотационной установке ОАО «Ковдорский ГОК» (рис. 5). Для силь-

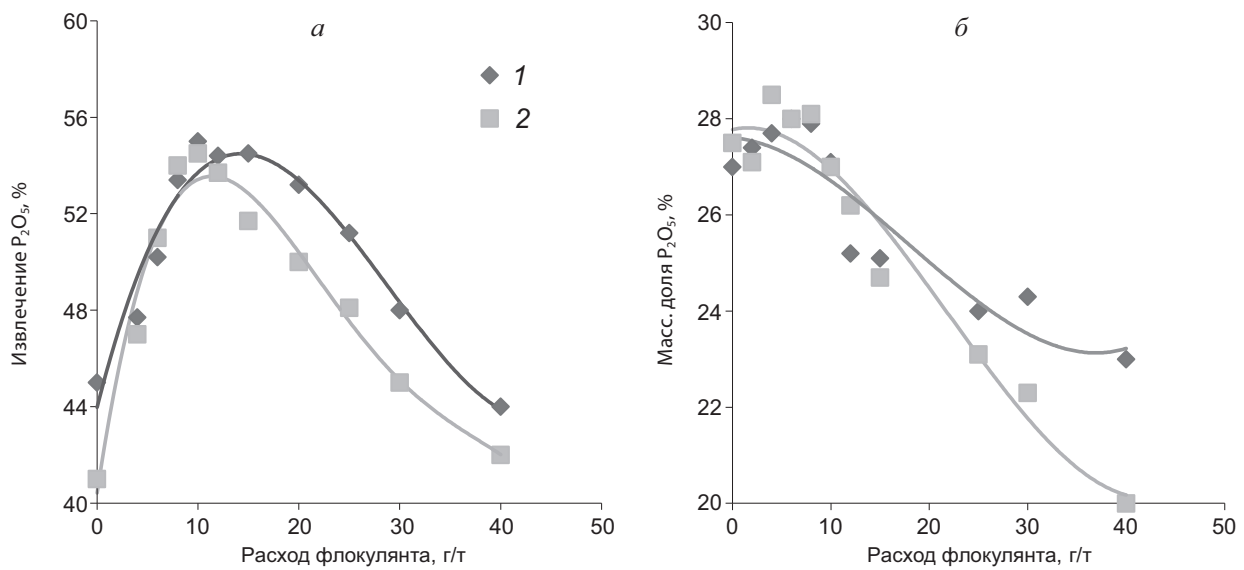


Рис. 1. ЗАВИСИМОСТЬ ИЗВЛЕЧЕНИЯ P₂O₅ В КОНЦЕНТРАТ (а) И МАССОВОЙ ДОЛИ P₂O₅ В КОНЦЕНТРАТЕ ФЛОТАЦИИ (б) ОТ РАСХОДА ФЛОКУЛЯНТА В ОПЕРАЦИИ СГУЩЕНИЯ ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ ФЛОКУЛЯНТОВ «ПРАЕСТОЛ-2530» (1) И «ПРАЕСТОЛ-2540» (2)

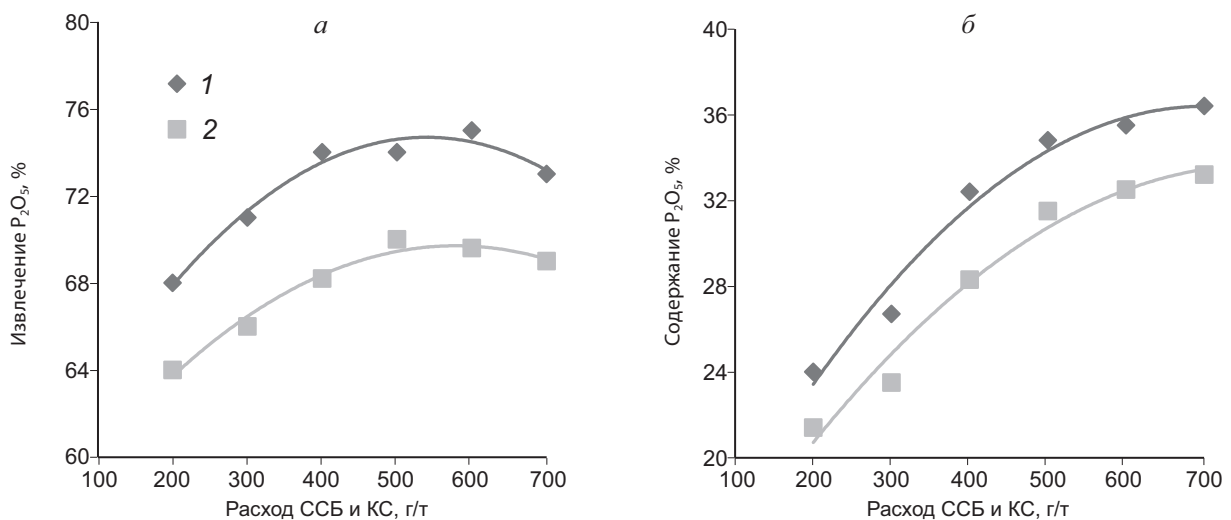


Рис. 2. ЗАВИСИМОСТИ ИЗВЛЕЧЕНИЯ (а) И СОДЕРЖАНИЯ (б) P₂O₅ В АПАТИТОВОМ КОНЦЕНТРАТЕ ОТ РАСХОДА ССБ, КС:

1 – для тонкозернистых хвостов; 2 – для сильношламованных хвостов

ношламованных песков была использована схема с последовательными операциями классификации и сгущения – обесшламливания с применением добавок флокулянтов в процесс сгущения. Согласно выбранной схеме, слив операции измельчения поступал на классификацию в гидроциклон, где отделялась песковая фракция. Слив из гидроциклона направлялся в радиальный сгуститель, где с использованием флокулянта получали сгущён-

ный продукт высокой плотности. Из сгущённого продукта после добавок реагентов-диспергаторов отделялся обеднённый пентаоксидом фосфора слив, в котором концентрировались шламы породных минералов. Плотный продукт направлялся на объединённую флотацию. Данная схема характеризуется снижением потерь пентаоксида фосфора на 1,5 % и одновременным снижением качества флотационного концентрата на 0,33 %.

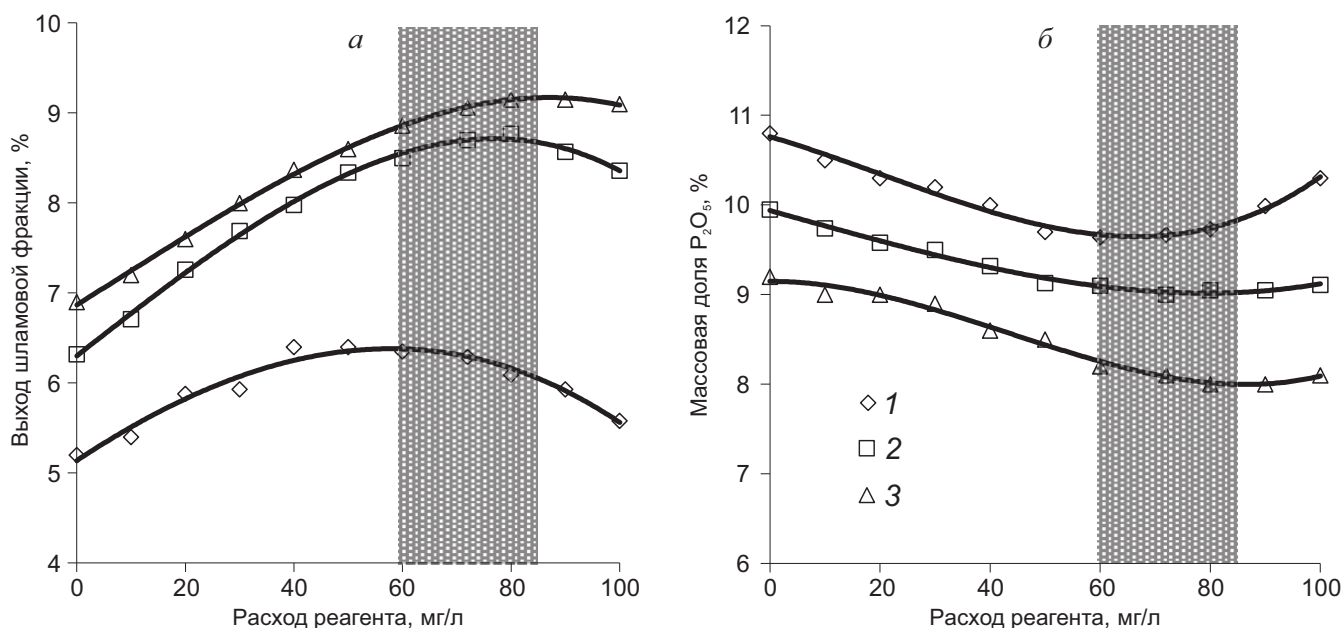


Рис. 3. ВЛИЯНИЕ РАСХОДА РЕАГЕНТА «НЕОНОЛ АФ 9-8» НА ВЫХОД (а) И МАССОВУЮ ДОЛЮ P₂O₅ В УДАЛЯЕМЫХ В СЛИВ ДИСПЕРГИРОВАННЫХ ШЛАМОВЫХ ФРАКЦИЯХ (б):

1 – без подачи ССБ; 2 – при расходе ССБ 300 мг/л; 3 – при расходе ССБ 500 мг/л; штриховкой обозначена область эффективных расходов реагентов

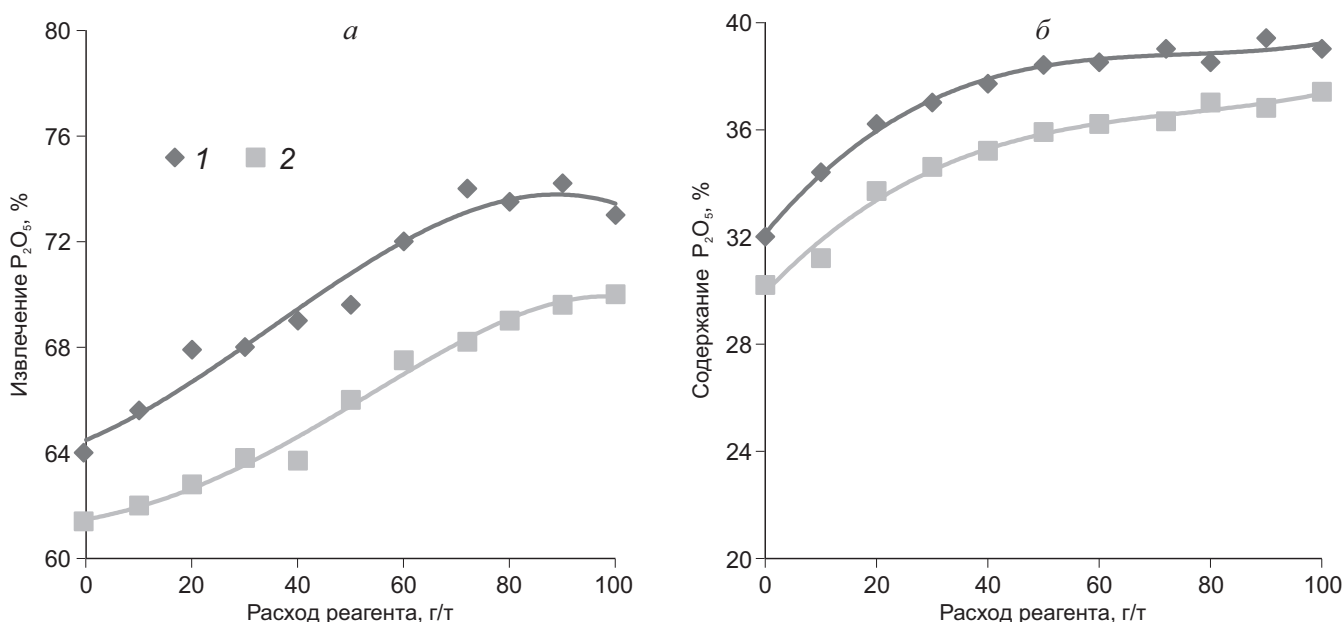


Рис. 4. ЗАВИСИМОСТЬ ИЗВЛЕЧЕНИЯ P₂O₅ В КОНЦЕНТРАТ (а) И КАЧЕСТВА АПАТИТОВОГО КОНЦЕНТРАТА (б) ОТ РАСХОДА РЕАГЕНТА «НЕОНОЛ АФ 9-8»:

1 – для тонкозернистых хвостов; 2 – для сильношламованных хвостов

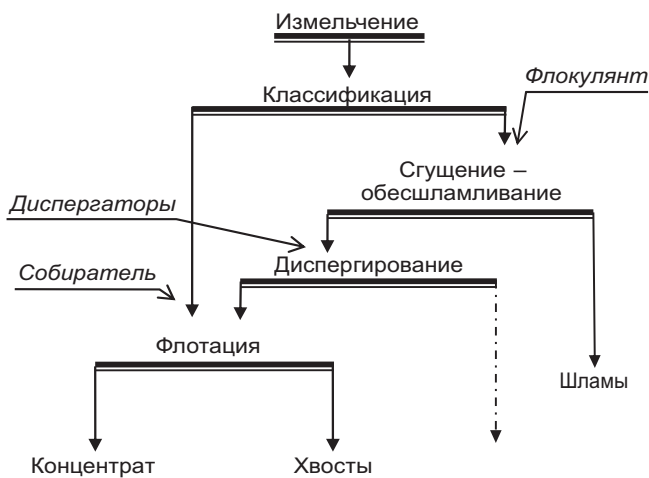


Рис. 5. СХЕМА ПОДГОТОВКИ ДОИЗМЕЛЬЧЕННЫХ ХВОСТОВ К ФЛОТАЦИИ СО СГУЩЕНИЕМ ШЛАМОВЫХ КЛАССОВ

Промышленная апробация технологии сгущения и флотации проводилась на фабрике по переработке лежалых хвостов, входящей в состав Ковдорского ГОКа. В результате применения разработанной технологии было достигнуто существенное повышение показателей обогащения складированных песков техногенного месторождения и особенно его сильноошламованных участков. Содержания и извлечение пентаоксида фосфора в концентрат при переработке таких хвостов увеличились соответственно на 1,35 и 1,7 %.

Итак, как показали исследования, наиболее эффективное сгущение шламовых классов лежалых хвостов достигается при использовании флокулянта «Праестол-2540». При его расходе 12 г/т выделяется сгущенный продукт с плотностью до 55 %. Однако при этом происходит неселективное сгущение с полным захватом тонких классов породообразующих минералов, что снижает эффективность последующего процесса флотации. Для повышения показателей апатитовой флотации предлагается разрушить неселективно сфлуккулированные комплексы фосфатных и породных минералов при добавках в сгущенный продукт кальцинированной соды, реагента «Неонол АФ 9-8» и сульфит-спиртовой барды. Использование частичной загрузки реагентов-диспергаторов в добавляемый во флотацию песков шламовый продукт позволяет стабилизировать процесс апатитовой флотации и повысить содержание и извлечение пентаоксида фосфора в концентрат при переработке сильноошламованных лежалых хвостов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Бармин И. С., Белобородов В. И., Поливанская В. В. Повышение эффективности обогащения тонкозернистых складированных хвостов Ковдорского ГОКа // Горный информационно-аналитический бюллетень (научно-технический журнал). – 2015. – № 10. – С. 146–155.
2. Белобородов В. И., Захарова И. Б., Андронов Г. П. Перспективы развития фосфорсодержащей минерально-сырьевой базы ОАО «Ковдорский ГОК» // Горный журнал. – 2010. – № 9. – С. 73–77.
3. Брыляков Ю. Е., Гершенков А. Ш., Лыгач В. Н. Современное состояние и основные направления развития технологии глубокой и комплексной переработки фосфорсодержащих руд // Горный журнал. – 2007. – № 2. – С. 30–38.
4. Брыляков Ю. Е., Шишкин С. П., Кострова М. А. Влияние диспергирующих свойств реагентов на флотацию апатита в условиях оборотного водоснабжения // V Конгресс обогатителей стран СНГ: Сборник материалов. Т. 3. – М.: МИСиС, 2005. – С. 34–38.
5. Небера В. П. Флокуляция минеральных суспензий. – М.: Недра, 1983. – 288 с.
6. He H., Wang W., Li R., Yu L. Study on flotation of scrubbed tailings from phosphate ore // Ind. Miner. Process. – 2015. – V. 11. – pp. 4–10.
7. Kawatra S. Komar, Carlson J. T. Beneficiation of Phosphate Ore. – Englewood (Colorado, USA): Society of Mining, Metallurgy and Exploration, 2014. – 154 p.
8. Ruan Y., He D., Chi R. Review on Beneficiation Techniques and Reagents Used for Phosphate Ores // Minerals. – 2019. – V. 9. – pp. 1–18.
9. Santana R. C., Farnese A. C. C., Fortes M. C. B., Ataid C. H., Barrozo M. A. S. Effect of particle size and reagent dosage on Apatite flotation performance // Separation and purification technology. – 2008. – V. 64, № 1. – pp. 8–15.
10. Somasundaran P., Das K. K., Yu X. Selective Flocculation // Current Opinion in Colloid & Interface Science. – 1996. – V. 1 (4). – pp. 530–534

REFERENCES

1. Barmin I. S., Beloborodov V. I., Polivanskaya V. V. Povyshenie effektivnosti obogashcheniya tonkozernistykh skladirovannykh khvostov Kovdorskogo GOKa [Improving the efficiency of enrichment of fine-grained folded tailings of the Kovdorsky GOK], *Gornyi informatsionno-analiticheskii byulleten' (nauchno-tekhnicheskii zhurnal) [Mining informational and analytical bulletin (scientific and technical journal)]*, 2015, No 10, pp. 146–155. (In Russ.).

2. Beloborodov V. I., Zakharova I. B., Andronov G. P. Perspektivy razvitiya fosforsoderzhashchei mineral'no-syr'evoi bazy OAO "Kovdorskii GOK" [Prospects for the development of a phosphorus-containing mineral resource base of Kovdor GOK OJSC], *Gornyi zhurnal*, 2010, No 9, pp. 73–77. (In Russ.).
3. Brylyakov Yu. E., Gershenkop A. Sh., Lygach V. N. Sovremennoe sostoyanie i osnovnye napravleniya razvitiya tekhnologii glubokoi i kompleksnoi pererabotki fosforsoderzhashchikh rud [Current state and main directions of development of technology for deep and complex processing of phosphorus ores], *Gornyi zhurnal [Gornyi Zhurnal]*, 2007, No 2, pp. 30–38. (In Russ.).
4. Brylyakov Yu. E., Shishkin S. P., Kostrova M. A. Vliyanie dispersiruyushchikh svoystv reagentov na flotatsiyu apatita v usloviyakh oborotnogo vodosnabzheniya [The effect of the dispersing properties of reagents on the flotation of apatite in the conditions of reverse water supply], *V Kongress obogatitelei stran SNG: Sbornik materialov. T. 3 [V Congress of Enrichers of the CIS Countries: Collection of materials. V. 3]*, Moscow, MISiS Publ., 2005, pp. 34–38.
5. Nebera V. P. Flokulyatsiya mineral'nykh suspenzii [Flocculation of mineral suspensions], Moscow, Nedra Publ., 1983, 288 p.
6. He H., Wang W., Li R., Yu L. Study on flotation of scrubbed tailings from phosphate ore, *Ind. Miner. Process*, 2015, V. 11, pp. 4–10.
7. Kawatra S. Komar, Carlson J. T. Beneficiation of Phosphate Ore, Englewood (Colorado, USA), Society of Mining, Metallurgy and Exploration, 2014, 154 p.
8. Ruan Y., He D., Chi R. Review on Beneficiation Techniques and Reagents Used for Phosphate Ores, *Minerals*, 2019, V. 9, pp. 1–18.
9. Santana R. C., Farnese A. C. C., Fortes M. C. B., Ataid C. H., Barrozo M. A. S. Effect of particle size and reagent dosage on Apatite flotation performance, *Separation and purification technology*, 2008, V. 64, No 1, pp. 8–15.
10. Somasundaran P., Das K. K., Yu X. Selective Flocculation, Current Opinion in Colloid & Interface Science, 1996, V. 1 (4), pp. 530–534.

RESEARCH AND DEVELOPMENT OF REGIMES OF THICKENING AND FLOTATION OF SLUDGE CLASSES OF STALE TAILS

Barmin I. S. (PhD in technical sciences, main enrichment ¹)

Morozov V. V. (Doctor of technical sciences, professor of the department of general and inorganic chemistry ²)

Polivanskaya V. V. (PhD in technical sciences, associate professor of the department of general and inorganic chemistry ²)

¹ JSC «Mineral and chemical company «EuroChem»,

² NUST «MISIS»

The choice of flocculant and dispersant reagents for thickening and deflocculation of sludge classes of stale tails at their flotation enrichment is proved by the conducted researches. Use of flocculant «Praestol-2540» at a flow rate of 12 g/t provides the release of condensed product with the required density of 56,5 %. The disadvantage of the regime is the non-selective thickening of sludge with the capture of fine classes of rock minerals, which does not contribute to the effectiveness of the subsequent flotation process. To improve the flotation performance of stale tails, a mode of deflocculation of the condensed product was developed, including the supply of soda ash, the reagent «Neonol AF 9-8» and sulfite-alcohol Barda, followed by their Association with sand classes of stale tails, conditioning with a collector and flotation. Feed of reagents-dispersants in the thickened slurry product allows to destroy nonselectively flocculated mineral complexes and to provide effective flotation of grains of phosphate minerals. There provides growth of the content and recovery of phosphorus pentoxide in the concentrate of Apatite flotation at processing of slimmed stale tails respectively on 1,35 and 1,7 %.

Keywords: stale tails, apatite, sludge classes, thickening, flocculation, dispersant reagents, deflocculation, flotation.