

УДК 622.765.061.2

**ИЗУЧЕНИЕ ФЛОТАЦИОННЫХ СВОЙСТВ СОБИРАТЕЛЯ FX-6
ПРИ ОБОГАЩЕНИИ ШЕЕЛИТ-СУЛЬФИДНЫХ РУД**

Л. А. Саматова¹, Е. Д. Шепета¹, С. А. Кондратьев²

¹*Институт горного дела ДВО РАН, E-mail: samatova_luiza@mail.ru,
ул. Тургенева, 51, 680000, г. Хабаровск, Россия*

²*Институт горного дела им. Н. А. Чинакала СО РАН, E-mail: kondr@misd.nsc.ru,
Красный проспект, 54, 630091, г. Новосибирск, Россия*

При изучении флотуемости шеелита с применением реагента FX-6 (производство КНР) экспериментально установлено: по сравнению с олеатом натрия его расход в коллективном цикле должен быть увеличен на 25 % для получения сопоставимых результатов. При ужесточении условий доводки черновых концентратов по депрессору повышенный расход собирателя FX-6 обеспечивает получение конечного концентрата качеством 60.4 % WO₃, прирост его извлечения на 0.63 % достигается за счет значительного снижения потерь шеелита со шламами. На основании лабораторных опробований реагент FX-6 рекомендован к промышленным испытаниям.

Шеелит-сульфидные руды, кальциевые минералы, селективные собиратели, флотуемость

Эффективность флотационного обогащения шеелит-сульфидных руд Приморских месторождений по шеелиту зависит от решения актуальной проблемы — селективного разделения кальциевых минералов, входящих в их состав. В исследованиях по совершенствованию применяемых и разработке новых эффективных технологий переработки кальцийсодержащего сырья одной из важнейших задач является изыскание высокоселективных собирателей и выявление их оптимальных сочетаний [1, 2].

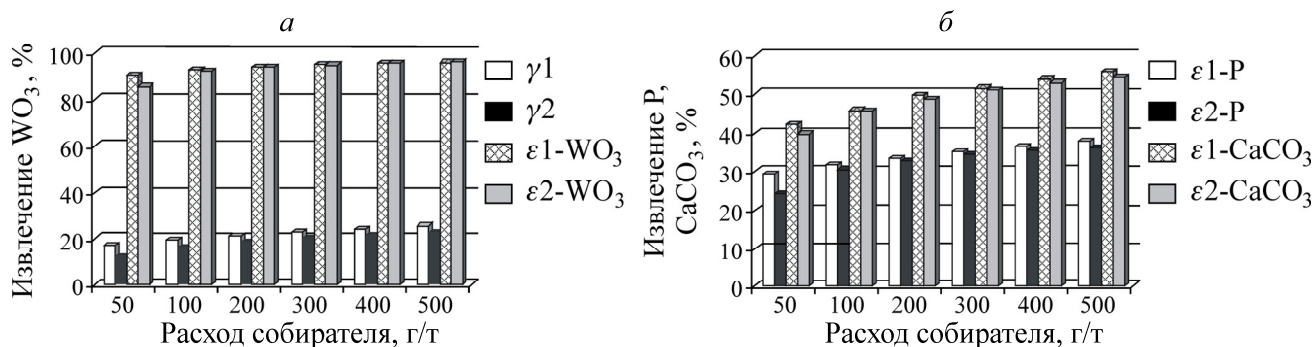
Представлен материал по изучению флотуемости шеелита с применением собирателя FX-6 на труднообогатимой руде с содержанием, %: WO₃ — 0.76–0.85, P — 0.35, CaCO₃ — 7.5–8.4, S — 2.3. Экспериментальные исследования проведены на водопроводной и оборотной воде в открытом и замкнутом циклах в стандартном реагентном режиме Приморской обогатительной фабрики (ПОФ) с использованием для сравнения в качестве собирателя натриевого мыла технической олеиновой кислоты Б-115.

Реагент FX-6 представляет собой густую пастообразную массу (мыло) с активностью 95 %. На первом этапе исследований изучено влияние температуры воды на его растворение в диапазоне 20–85 °С и оптимальной температуры рабочего раствора перед подачей в пульпу. Растворимость реагента оценивалась визуально при кондиционировании 5 %-х рабочих растворов, а эффективность действия — по данным флотационных опытов на растворах, приготовленных в разных условиях растворения.

Температура растворения реагента FX-6, необходимая для приготовления рабочего раствора, составляет 50 °С (ниже на 10 °С относительно варки натриевого мыла на технической кислоте Б-115), дальнейшее снижение до комнатной температуры ухудшает растворимость реагента, раствор мутнеет, отмечается образование мицелл.

Подогрев собирателя перед подачей в пульпу предусмотрен в связи с остыванием раствора при кондиционировании в расходном чане главного корпуса. Дополнительный подогрев способствует повышению прозрачности и текучести раствора из-за разрушения мицелл, образование которых усиливается при хранении растворов реагента, подогрев активизирует процесс ионной сорбции собирателя на минеральной поверхности и обуславливает повышение извлечения шеелита в концентрат [3]. В данной операции снижение температуры подогрева составляет 30 °С.

Анализ флотуемости кальциевых минералов в основной шеелитовой флотации с применением натриевого мыла технической кислоты Б-115 [4] и реагента FX-6 в лабораторных условиях может быть выполнен по данным, представленным на рисунке.



Извлечение шеелита (а), кальцита и апатита (б) в коллективный концентрат в зависимости от типа и расхода собирателей: 1 — собиратель OINa (Россия); 2 — собиратель FX-6 (Китай)

При расходе сравниваемых собирателей в оптимальной зоне (свыше 300 г/т) полученные показатели по извлечению шеелита в концентрат основной шеелитовой флотации практически одинаковы при незначительном снижении выхода черного концентрата и извлечения кальцита и апатита при использовании реагента FX-6.

Следует отметить, что для получения кондиционных конечных шеелитовых концентратов на труднообогатимой руде потребуются ужесточение условий доводки черновых концентратов по депрессору относительно стандартных режимных параметров доводочного цикла:

— на олеате натрия технической кислоты Б-115 (водопроводная вода) остаточная концентрация жидкого стекла в пропарке 3.3 % при его расходе 2.8 кг/т, качество концентрата 48.3 % WO_3 ;

— при использовании FX-6 остаточная концентрация жидкого стекла в пропарке 4.2 % при расходе 3.2 кг/т, увеличение расхода депрессора в пропарку составило 0.4 кг/т, качество концентрата 48.7 % WO_3 ;

Прирост в извлечении шеелита в конечный концентрат на FX-6 по средним данным экспериментов составил 1.11 %, но полученный при этом концентрат не кондиционный (табл. 1).

Кондиционные концентраты получены на оборотной воде: на олеате натрия технической кислоты Б-115 с содержанием WO_3 57.3 % при извлечении 85.6 %, на собирателе FX-6 соответственно 56.8 WO_3 и 86.1 %. Прирост извлечения в кондиционный концентрат составил ~0.5 % при суммарном расходе собирателей 330 г/т.

Оценить флотоактивность зерен шеелита разной крупности в операциях флотации позволяет сравнительный анализ гранулометрического состава отвальных хвостов, результаты которого представлены в табл. 2 по серии опытов на оборотной воде.

Полученные данные показывают, что основные потери шеелита при флотации оксигидрильными собирателями по стандартной схеме обогащения шеелитовых руд связаны с частицами тоньше 15 мкм, они составляют 9–10.1 % от руды при общих потерях от руды 13.9–14.4 %

(т. е. 65–70 % от общих потерь). На реагенте FX-6, по сравнению с олеатом Б-115, прирост извлечения триоксида вольфрама обусловлен за счет повышения эффективности флотации тонких классов, снижение потерь шеелита со шламами на 1.02 %. Наряду с этим наблюдалось снижение активности флотации крупных классов, что привело к росту суммарного извлечения только на 0.5 %.

ТАБЛИЦА 1. Показатели обогащения шеелитовой руды на сравниваемых собирателях по средним данным, %

Черновой концентрат		Конечный концентрат	Хвосты WO ₃	Хвосты доводки		Общие приведенные	Извлечение в конечный концентрат
Выход	Содержание			фактические	приведенные		
Олеиновая кислота Б-115 250 + 50 + 30 г/т							
13.24	5.44	48.27	6.38	8.99	9.79	16.17	80.65
Реагент FX-6 250 + 50 + 30 г/т							
10.54	6.57	48.66	7.92	6.47	6.87	14.77	81.76

ТАБЛИЦА 2. Распределение шеелита в отвальных хвостах, %

Класс крупности, мкм	Выход	Содержание WO ₃	Извлечение от		
			операции	руды	класса
Собиратель OINa					
+ 160	1.78	0.12	1.76	0.25	57.6
– 160 + 80	23.20	0.06	11.22	1.62	11.2
– 80 + 0	75.02	0.14	87.02	12.53	14.7
В том числе – 15 + 0	21.66	0.40	69.83	10.06	65.7
Итого	100	0.12	100	14.40	—
Собиратель FX-6					
+ 160	1.55	0.15	2.16	0.30	68.3
– 160 + 80	22.85	0.06	12.79	1.78	12.4
– 80 + 0	75.60	0.12	85.05	11.84	14.0
В том числе – 15 + 0	21.75	0.32	64.95	9.04	59.0
Итого	100	0.11	100	13.92	—

Снижение возможного прироста извлечения шеелита на реагенте FX-6 связано с более высокими потерями шеелита с хвостами коллективного цикла относительно олеата натрия Б-115. На основе полученных данных можно предположить, что в условиях коллективной флотации для собирателя FX-6 соотношение эффектов физической и химической форм сорбции смещено в область усиления влияния химической формы сорбции в формировании флотационного комплекса. Следовательно, FX-6 является более слабым по сравнению с олеатом натрия реагентом, но и более селективным собирателем. Снижение флотационной активности реагента требует увеличения его расхода в коллективном цикле для достижения одинаковой плотности и объема покрытия минеральной поверхности собирателем относительно аналога.

В работе исследовалась возможность снижения потерь шеелита в коллективном цикле при флотации с собирателем FX-6 за счет увеличения его расхода. Результаты экспериментов приведены в табл. 3. Опыты выполнены в открытом цикле на руде с содержанием, %: WO₃ — 0.85, S — 2.20, CaCO₃ — 8.41 на водопроводной воде.

Установлено, что с увеличением расхода собирателя FX-6 до 375 г/т уровень потерь шеелита равнозначен потерям на олеате Б-115 при расходе 300 г/т, а при расходе 450 г/т значительно ниже (на 1.82 %). Рост выхода черного концентрата в открытом цикле незначителен 0.75–1.03 %, прирост извлечения кальцита 2.0 %.

ТАБЛИЦА 3. Зависимость потерь шеелита в коллективном цикле от расхода собирателя, %

Расход реагента, г/т	Выход	Содержание			Извлечение		
		WO ₃	S	CaCO ₃	WO ₃	S	CaCO ₃
Черновые концентраты							
OINa 300	8.66	8.61	3.28	44.98	90.14	12.70	46.33
FX-6 300	8.19	9.20	3.38	44.76	88.84	13.26	44.16
FX-6 375	9.41	8.02	3.38	44.23	90.22	14.52	48.43
FX-6 450	9.69	8.15	3.4	42.68	91.96	15.32	48.27

Примечание. Реагентный режим: сода 150 г/т, pH 9.61, жесткость 0.68 мг-экв/л, жидкое стекло 350 г/т.

С другой стороны, усиление эффекта химической формы сорбции собирателя в образовании флотационного контакта с кальциевыми минералами требует более высоких расходов депрессора для его десорбции в селекции. Условия пропарки: температура пульпы 85–90 °С, остаточная концентрация жидкого стекла 3.3–4.5 % (до 6.0 % при повышении содержания кальцитов в руде), время кондиционирования 1 ч.

Эффективность флотации кальциевых минералов в последующих после пропарки перечистных операциях доводочного цикла зависит от остаточного количества собирателя на минеральной поверхности [5]. Большая остаточная плотность собирателя FX-6 на минеральной поверхности шеелита после пропарки обусловила получение более низких потерь шеелита в доводочном цикле относительно натриевого мыла олеиновой кислоты Б-115. Основной прирост извлечения шеелита на реагенте FX-6 получен за счет снижения потерь с хвостами доводочного цикла.

К существенным недостаткам реагента FX-6 относится повышение расхода жидкого стекла в пропарку для его десорбции с сопутствующих шеелиту кальциевых минералов кальцита и апатита. При повышении содержания кальцита в руде (более 7.5 %) применение реагента FX-6 в промышленных условиях затруднит получение кондиционного шеелитового концентрата, так как потребуются дополнительное повышение концентрации жидкого стекла в пропарке до 6–7 %. В этих условиях усиливается эффект пенообразования по фронту перечистных операций и механический вынос вредных примесей и пустой породы: кальцита, апатита, волластонита, пироксенов, амфиболов, биотита.

Заключительные исследования представлены результатами опытов в замкнутом цикле на оборотной воде в оптимальных режимах по сравнимым собирателям (табл. 4).

ТАБЛИЦА 4. Результаты заключительных опытов в замкнутом цикле, %

Продукт	Выход	Содержание			Извлечение		
		WO ₃	S	CaCO ₃	WO ₃	S	CaCO ₃
Натриевое мыло технической кислоты Б-115							
WO ₃ концентрат	1.19	57.25	0.16	12.19	85.60	0.08	1.95
Черновой концентрат	9.08	7.94	0.91	30.70	90.38	3.61	37.40
Отвальные хвосты	98.81	0.12	2.31	7.40	14.40	99.92	98.05
Исходная руда	100	0.80	2.28	7.46	100	100	100
Реагент FX-6							
WO ₃ концентрат	1.09	60.39	0.26	9.52	86.23	0.12	1.39
Черновой концентрат	7.66	8.97	1.30	32.91	90.30	4.18	33.99
Отвальные хвосты	98.91	0.11	2.41	7.40	13.77	99.88	98.61
Исходная руда	100	0.76	2.39	7.42	100	1000	100

Переменные условия опыта 6: H₂O оборотная, pH — 8.43; pH_{сфл.} — 8.3, жесткость (ж.) — 4.8 мг-экв/л; сода — 2.5 кг/т, pH — 10.2, ж. — 0.88 мг-экв/л, OINa_{Б-115} — **250+50+30** г/т

Пропарка: остаточная концентрация жидкого стекла — 3.45 %, расход — 2.8 кг/т

Переменные условия опыта 23: H₂O оборотная, pH 8.93; pH_{сфл.} — 8.5, ж. — 4.8 мг-экв/л; сода — 2.8 кг/т, pH — 10.2, ж. — 0.96 мг-экв/л, **FX-6** — **300 + 75 + 30** г/т

Пропарка: остаточная концентрация жидкого стекла — 4.16 %, расход — 3.9 кг/т

В замкнутом цикле на оборотной воде при увеличении расхода собирателя реагента FX-6 на 25 % относительно расхода олеата натрия технической кислоты Б-115 получен прирост извлечения шеелита в кондиционный концентрат с содержанием WO_3 60.4–0.63 %. Рост остаточной концентрации жидкого стекла в пропарке на 0.71 %, расхода жидкого стекла на 1.1 кг/т руды. Расчетный ожидаемый прирост извлечения шеелита в товарный концентрат с содержанием WO_3 52.0 ~ 1.0 %.

ВЫВОДЫ

В результате выполненных исследований по изучению флотационных свойств реагента FX-6 экспериментально установлено:

— температура воды для растворения реагента FX-6 может быть снижена на 10 °С, а температура 5 %-го рабочего раствора при подаче в пульпу на 30 °С по сравнению с методикой приготовления олеата натрия технической кислоты Б-115, что обеспечивает некоторую экономию затрат на нагрев воды и растворов реагента;

— расход собирателя FX-6 в коллективном цикле флотации по сравнению с олеатом натрия Б-115 должен быть увеличен на 25 % для получения потерь шеелита контрольной флотации хвостами основного цикла на одном уровне;

— при повышенном расходе реагента FX-6 в условиях водооборота получен конечный концентрат качеством 60.4 % WO_3 и прирост извлечения на 0.63 %, что обеспечит определенный экономический эффект за счет дополнительного выпуска кондиционного концентрата;

— при выпуске товарного концентрата с содержанием 52 % WO_3 при обоих вариантах ожидаемый прирост извлечения может составить ~ 1.0 %;

— для получения кондиционных концентратов при использовании реагента FX-6 требуется увеличение остаточной концентрации в пропарке на 0.4–0.7 %, соответственно повышения расхода жидкого стекла на 0.8–1.1 кг/т (в среднем 0.95 кг/т) и некоторого роста затрат.

Для оценки перспектив применения реагента FX-6 на ПОФ необходимо проведение промышленных испытаний для уточнения показателей обогащения в условиях действующего предприятия, не моделируемых в лаборатории, на основании которых могут быть выполнены технико-экономические расчеты.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Барский Л. А., Кононов О. В., Ратмирова Л. И. Селективная флотация кальцийсодержащих минералов. — М.: Недра, 1979.
2. Абрамов А. А. Принципы конструирования селективных реагентов-собирателей // ФТПРПИ. — 2011. — № 1.
3. Сорокин М. М. Флотационные методы обогащения. Химические основы. — М.: Изд. Дом МИСиС, 2011.
4. Шепета Е. Д., Саматова Л. А., Кондратьев С. А. Кинетика флотации кальциевых минералов из шеелит-карбонатных руд // ФТПРПИ. — 2012. — № 4.
5. Шепета Е. Д. Разработка метода селективной десорбции собирателей с поверхности кальциевых минералов и технологии флотации тонкозернистой фракции шеелита из вольфрамовых руд месторождения “Восток-2”: автореф. дис. ... канд. техн. наук. — М., 1987.

Поступила в редакцию 11/IX 2014