

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РЕСПУБЛИКИ
КАЗАХСТАН

SATBAYEV UNIVERSITY

Институт металлургии и промышленной инженерии

Кафедра металлургии и обогащения полезных ископаемых

УДК 622.765

На правах рукописи

Әбіласан Нұрболат Нұрланұлы

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

На соискание академической степени магистра

Название диссертации	Исследования по переработке вольфрамсодержащих хвостов с получением вольфрамового концентрата
Направление подготовки	6M073700 – "Обогащение полезных ископаемых"

Научный руководитель,
канд техн. наук, доцент


_____ М.Р.Шаутенов
" ____ " _____ 2020 г.

Рецензент,
Ведущий научный сотрудник
АО ИМиО


_____ Семушкина Л.В.
" ____ " _____ 2020 г.

Нормоконтроль,
Доктор PhD, ассистент-профессор


_____ И.Ю. Мотовилов
" ____ " _____ 2020 г.

ДОПУЩЕН К ЗАЩИТЕ
Заведующий кафедрой МиОПИ,
канд. техн. наук, доцент


_____ М.Б.Барменшинова
"05" июля 2020 г.

Алматы 2020

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РЕСПУБЛИКИ
КАЗАХСТАН

SATBAYEV UNIVERSITY

Институт металлургии и промышленной инженерии

Кафедра металлургии и обогащения полезных ископаемых

6M073700 - "Обогащение полезных ископаемых"

УТВЕРЖДАЮ

Заведующий кафедрой М и ОПИ,
канд. техн. наук, доцент



_____ М.Б.Барменшинова

" _____ " _____ 2020 г.

ЗАДАНИЕ

на выполнение магистерской диссертации

Магистранту Әбіласан Нұрболат Нұрланұлы

Тема: Исследования по переработке вольфрамсодержащих хвостов с получением вольфрамового концентрата

Утверждена приказом ректора университета № 1033–М от "20" марта 2020 г.

Срок сдачи законченной диссертации " 07 " 07 2020 г.

Исходные данные к магистерской диссертации: Упорная труднообогатимая редкоземельная руда коры выветривания. Минералогический состав исходного минерального сырья, гравитационное обогащение с получением гравиконоцентрата. Обесшламливание исходного сырья. Методы исследований: химический, минералогический и другие.

Перечень подлежащих разработке в магистерской диссертации вопросов:

а) анализ современного состояния и пути совершенствования переработки упорных редкоземельных руд коры выветривания и коренных руд, анализ научной и патентной литературы по тематике исследований;

б) методики исследований;

в) оптимизация условий выбранных методов обогащения исходного минерального сырья;

г) проведение экспериментальных методов исследований с получением достоверных данных по различным методам обогащения исследуемой руды;

д) обоснование полученных данных исследований и выбор оптимальной схемы переработки исследуемого сырья.

Демонстрационный графический материал представить не менее чем на 10 слайдах с результатами исследования

Рекомендуемая основная литература

1 С.И.Полькин. Обогащение руд и россыпей редких металлов. Изд-во «Недра», 1967 г.

2 Техногенное минеральное сырье рудных месторождений Казахстана. Второе издание / Нурабаев Б.К., Надырбаев А.А., Тулегенов М.К., Тансыкбаева Ж.Б., / Алматы, 2016. – 155 с.

ГРАФИК
подготовки магистерской диссертации

Наименование разделов, перечень разрабатываемых вопросов	Сроки представления научному руководителю и консультантам	Примечание
Аналитический обзор		
Основные методы анализа и исследований		
Экспериментальная часть		

Подписи

консультантов и нормоконтролера на законченную магистерскую диссертацию с указанием относящихся к ним разделов диссертации

Наименования раздела	Консультант, И.О.Ф. (уч. степень, звание)	Дата подписания	Подпись
Аналитический обзор	М.Р.Шаутенов канд.техн. наук, доцент		
Основные методы анализа и исследований			
Экспериментальная часть			
Нормоконтроль	И.Ю.Мотовилов Доктор PhD		

Научный руководитель



М.Р. Шаутенов

Задание принял к исполнению обучающийся



Н.Н. Эбіласан

Дата

" _____ " _____ 2020 г.

АҢДАТПА

Құрамындағы вольфрамы бар қалдықтарды байыту негізінде вольфрам концентратын алу жолдары зерттелінді. Бастапқы қалдықтардағы WO₃-тің массалық үлесі 0,10%-дан 0,20% дейін, мыстың массалық үлесі-0,10%-дан 0,25% дейін, қалайы-0,10%-дан 0,20% дейін.

Қалдықтардың физика-химиялық қасиеттері, гранулометриялық құрамы және ондағы пайдалы компоненттердің ірілік кластарға таралуы зерттелінді. Металдардың ірілік кластарға таралуы айтарлықтай бірдей екені анықталды, сондай-ақ олардың үлесі майда кластарда өсетіні байқалды.

Эксперименталдық зерттеулерді жүргізумен қалдықтарды гравитациялық және флотациялық байытудың оңтайлы технологиялық параметрлері анықталынды. Алдын-ала гравитациялық байытудан алынған концентраттың вольфрам бойынша сапасын жетілдіру негізінде флотация процесі қолданылды. Жүргізілген сульфидтік флотациясының камералық өнімі ретінде коллективтік вольфрам-қалайы өнімі алынды. Ондағы WO₃ үлесі 27,45%, бөлініп алу дәрежесі 95,81% құрайтыны анықталды.

Алынған камералық өнімді ортадан тепкіш сепарация арқылы байытумен оның ауыр фракциясында вольфрам концентраты алынды. Алынған концентраттағы WO₃ массалық үлесі 66,8%, ал бөлініп алу дәрежесі 92,7% құрайтыны анықталынды. Ауыр фракциядағы қалайының массалық үлесі 0,07%.

АННОТАЦИЯ

Проведены исследования по обогащению вольфрамсодержащих хвостов с целью получения вольфрамового концентрата. Массовая доля WO₃ в хвостах находится в пределах от 0,10% до 0,35%, молибдена от 0,050% до 0,23%, меди от 0,10% до 0,25%, олово от 0,10% до 0,20%.

Изучены физико-химические свойства, гранулометрический состав хвостов, распределения полезных компонентов по классам крупности. Установлено, что металлы по классам крупности распределяются относительно равномерно, с увеличением их количества в мелких классах.

Выполнены экспериментальные исследования по определению оптимальных технологических параметров гравитационно-флотационного обогащения хвостов. Гравитационный концентрат предварительного обогащения с целью повышения качества по вольфраму подвергнут флотационному обогащению. В камерном продукте сульфидной флотации получен коллективный вольфрамо-оловянный продукт с массовой долей триоксида вольфрама 27,45% при извлечении 95,81%. В результате оловянной флотации получен камерный продукт с массовой долей WO₃ 51,82% при извлечении 95,92%.

Центробежной сепарацией камерного продукта оловянной флотации в тяжелой фракции получен вольфрамовый концентрат с массовой долей триоксида вольфрама 66,8% при извлечении в него WO₃ 92,7% от операции. Массовая доля олова в тяжелой фракции составляет 0,07%.

ANNOTATION

Studies were carried out on the enrichment of tungsten-containing tailings in order to obtain tungsten concentrate. The mass fraction of WO_3 in the tails ranges from 0.10% to 0.35%, molybdenum from 0.050% to 0.23%, copper from 0.10% to 0.25%, tin from 0.10% to 0, 20%.

The physicochemical properties, particle size distribution of the tailings, the distribution of useful components by size classes were studied. It has been established that metals are distributed relatively evenly according to size classes, with an increase in their quantity in small classes.

Experimental studies were carried out to determine the optimal technological parameters of gravity-flotation tailings enrichment. Gravity concentrate pre-enrichment in order to improve the quality of tungsten subjected to flotation enrichment. A collective tungsten-tin product with a mass fraction of tungsten trioxide of 27.45% with a recovery of 95.81% was obtained in a chamber product of sulfide flotation. As a result of tin flotation, a chamber product with a mass fraction of WO_3 of 51.82% with a recovery of 95.92% was obtained.

By centrifugal separation of the tin flotation chamber product in the heavy fraction, a tungsten concentrate with a mass fraction of tungsten trioxide of 66.8% was obtained with the extraction of WO_3 of 92.7% from the operation. The mass fraction of tin in the heavy fraction is 0.07%.

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	9
1. Изучение физико-химических свойств, гранулометрического состава и распределения трёхокси вольфрама, по классам крупности в хвостах обогащения.....	10
2. Определение оптимальных технологических параметров гравитационного обогащения хвостов в хвостах обогащения	13
2.1 Исследование предварительного гравитационного обогащения хвостов ...	13
3. Исследования флотации концентрата предварительного обогащения	16
3.1. Исследование оловянной флотации	17
4. Исследование центробежной сепарации	20
5. Изучение закономерностей циркуляционной концентрации вольфрам-содержащих хвостов обогащения	24
5.1. Понятие циркуляционной концентрации.....	24
5.2. Закономерности циркуляционной концентрации в замкнутых циклах классификации.....	27
5.3. Закономерности циркуляционной концентрации с накоплением тяжелых минералов в центробежном сепараторе.....	34
5.4. Исследование сепарационных характеристик циркуляционной концентрации.....	35
5.5. Исследование циркуляционной концентрации вольфрамсодержащих хвостов обогащения.....	38
6. Изучение закономерностей электрохимической хлоринации вольфрам-содержащих хвостов обогащения.....	40
6.1. Понятие и химизм электрохимической хлоринации.....	40
6.2. Экспериментальные исследования электрохимической хлоринации сульфидного продукта переработки вольфрамсодержащих хвостов обогащения.....	46
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	51
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	53

ВВЕДЕНИЕ

Несмотря на значительные запасы полезных ископаемых, истощение минеральных ресурсов является одной из важнейших проблем во всем мире. Слабое использование ресурсосберегающих технологий способствует большим потерям полезных ископаемых при добыче и обогащении сырья. Анализ развития техники и технологии обогащения полезных ископаемых за последние 10-15 лет указывает на значительные достижения отечественной фундаментальной науки в области познания основных явлений и закономерностей при разделении минеральных комплексов, что позволяет создавать высокоэффективные процессы и технологии для переработки руд сложного вещественного состава и хвостов обогащения.

В последние годы большое внимание уделяется вовлечению в переработку техногенных продуктов, в том числе хвостов обогащения различных руд. Однако сложный химический, минералогический и гранулометрический состав хвостов, а также широкий набор содержащихся в них полезных компонентов требуют проведения большого объема работ по адаптации известных методов переработки и разработки новых способов, аппаратов и режимов обогащения.

По запасам вольфрама Казахстан занимает первое место в мире. Вольфрамовые руды по ведущему рудному минералу подразделяются на вольфрамитовые ((Mn,Fe)WO_4) и шеелитовые (CaWO_4) . Подавляющее большинство месторождений вольфрама представлено комплексными рудами. К таким месторождениям относится месторождение Кара-Оба, которое находится в 100 км южнее города Карагайлы [1, 2].

Месторождение разрабатывалось подземным способом с 1932 года с получением вольфрамового концентрата и молибденового продукта. С 1957 года из руд извлекается олово, а с 1965 года – висмут. С 1982 года на новой обогатительной фабрике получают вольфрамовый, оловянный, висмутовый концентраты и молибденовый продукт. В настоящее время месторождение эксплуатируется ТОО «Кара-Оба-2005».

Хвосты обогатительных фабрик накоплены в двух хвостохранилищах. Запасы хвостов в старогоднем хвостохранилище около 800 тыс. т, в новом хвостохранилище – более 2 млн. т. Массовая доля WO_3 в них составляет соответственно 0,11 % и 0,15 %. В хвостах присутствуют молибден и олово. Отвальные хвосты обогащения руды месторождения Кара-Оба являются перспективным объектом для вовлечения в переработку.

1 Изучение физико-химических свойств, гранулометрического состава и распределения трёхокси вольфрама, по классам крупности в хвостах обогащения

Исследования выполнены на пробе хвостов массой 500 кг, отобранной из нового хвостохранилища. Анализ результатов по точечным пробам показал, что плотность хвостов колеблется в пределах от 1200 до 2300 кг/м³, максимальная крупность частиц в хвостах составляет 5-3 мм, выход класса минус 0,071 мм находится в пределах от 80 до 88 %. Массовая доля трёхокси вольфрама находится в пределах от 0,11 до 0,35 %, молибдена – от 0,050 до 0,23 %, меди – от 0,10 до 0,25 %, олова – от 0,10 до 0,20 %.

Минералогический анализ проб показал, что рудные минералы представлены вольфрамитом, шеелитом, молибденитом, халькопиритом и касситеритом. Минералы пустой породы представлены кварцем, полевыми шпатами и слюдой.

Комбинированным ситовым анализом получена гранулометрическая характеристика хвостов в объединенной пробе. Классы крупности подвергнуты химическому анализу на вольфрам, молибден, медь и олово.

Результаты гранулометрического анализа приведены в таблице 1.1.

Таблица 1.1 – Результаты гранулометрического анализа с массовой долей металлов по классам крупности

Класс крупности, мм	Выход, %	Массовая доля, %			
		WO ₃	Mo	Cu	Sn
+ 2,5	3,7	0,09	0,03	0,10	0,06
– 2,5 + 1,25	20,9	0,11	0,05	0,12	0,08
– 1,25 + 0,63	32,0	0,12	0,06	0,13	0,10
– 0,63 + 0,315	10,7	0,14	0,08	0,15	0,14
– 0,315 + 0,16	14,1	0,22	0,11	0,22	0,18
– 0,16 + 0,071	9,8	0,27	0,17	0,24	0,20
– 0,071	8,8	0,31	0,25	0,26	0,21
Итого	100,0	0,16	0,09	0,16	0,13

Анализ результатов, приведенных в таблице 1.1, показывает, что массовая доля металлов в классах крупности хвостов возрастает с уменьшением крупности зерен. Распределение металлов по классам крупности приведено в таблице 1.2.

Таблица 1.2 – Распределение металлов по классам крупности в хвостах месторождения Кара-Оба

Класс крупности, мм	Выход, %	Распределение, %			
		WO ₃	Mo	Cu	Sn
+ 2,5	3,7	2,08	1,23	2,31	1,71
- 2,5 + 1,25	20,9	14,37	11,61	15,68	12,86
- 1,25 + 0,63	32,0	24,00	21,33	26,00	24,62
- 0,63 + 0,315	10,7	9,36	9,51	10,03	11,52
- 0,315 + 0,16	14,1	19,39	17,23	19,39	19,52
- 0,16 + 0,071	9,8	16,54	18,51	14,70	15,08
- 0,071	8,8	14,26	20,58	11,89	14,69
Итого	100,0	100,00	100,00	100,00	100,00

На рисунке 1.1 приведены гранулометрическая характеристика (а) и диаграмма распределения трёхокси вольфрама (б) в пробе хвостов обогащения.

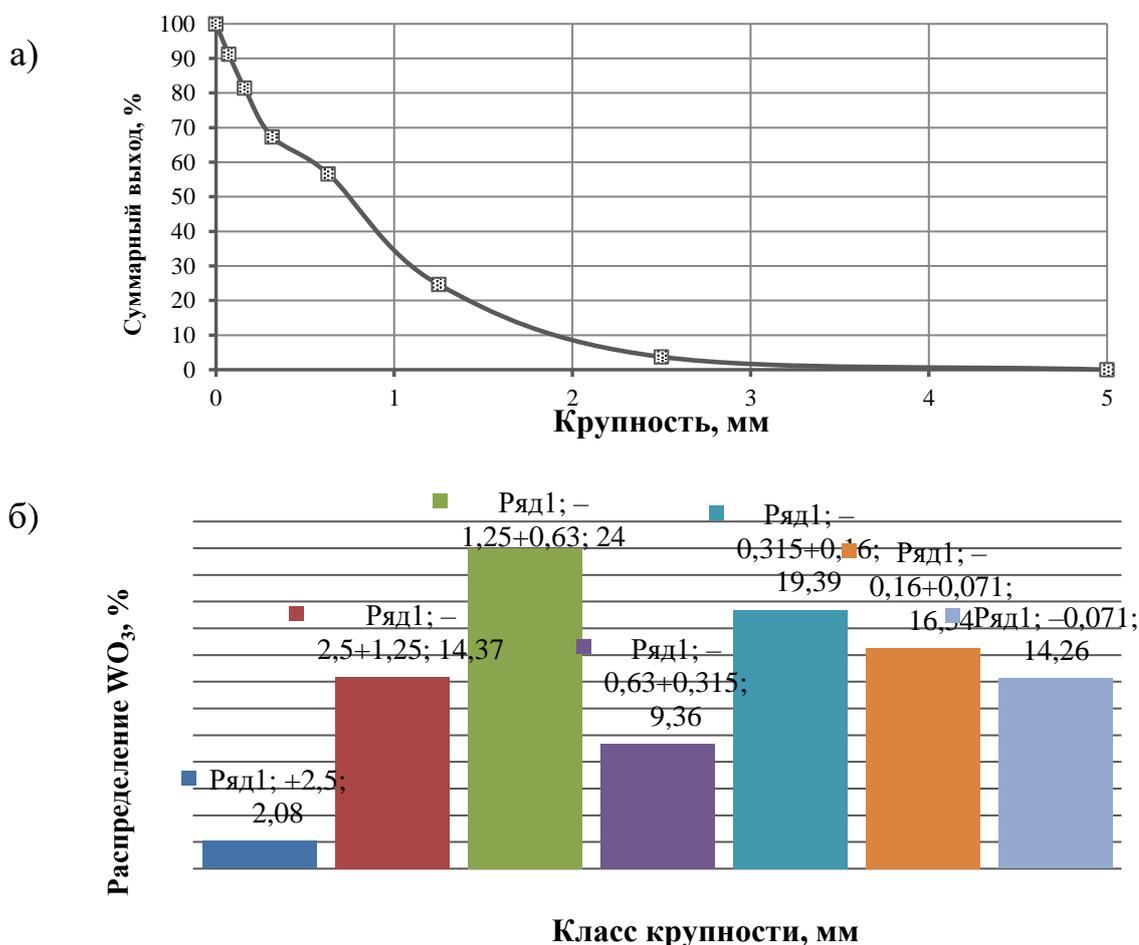


Рисунок 1.1 – Гранулометрическая характеристика пробы хвостов обогащения рудника (а) и диаграмма распределения трёхокси вольфрама в них (б)

Из таблицы 1.2 и рисунка 1.1 следует, что металлы по классам крупности распределяются относительно равномерно с преобладанием WO_3 в классе крупности $- 1,25 + 0,63$ мм.

2 Определение оптимальных технологических параметров гравитационного обогащения хвостов в хвостах обогащения

2.1 Исследование предварительного гравитационного обогащения хвостов

Для предварительного обогащения хвостов исследованы возможности обогащения на концентрационном столе, на винтовом сепараторе и циркуляционном модуле.

На концентрационном столе СКО-2 эксперименты проводили следующим образом: после запуска концентрационного стола в работу в заданном режиме пропускали навеску массой 5 кг, получали концентрат (тяжелую фракцию), промпродукт и хвосты.

В качестве переменных факторов работы стола приняты поперечный угол наклона деки и расход смывной воды.

В разных режимах выполнено десять экспериментов, в которых поперечный угол наклона изменяется в диапазоне от 5 градусов до 25 градусов, расход смывной воды от 500 л/ч до 1200 л/ч.

Максимальные достигнутые показатели обогащения хвостов на концентрационном столе приведены в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Показатели предварительного обогащения хвостов на концентрационном столе

Показатели, %	Компоненты	
	WO ₃	Sn
Массовая доля в концентрате	7,99	1,5
Извлечение в концентрат	63,8	65,2

Винтовую сепарацию реализовали на винтовом сепараторе СВ1-750 производства ООО НПП «Спирит» [3], технические характеристики сепаратора приведены в таблице 2.2.

Таблица 2.2 – Технические характеристики винтового сепаратора СВ1-750

Наименование параметра	Единицы измерения	Значение параметра	
Максимальный диаметр рабочей поверхности	мм	750	
Количество желобов	шт.	1	
Массовая доля твердого в питании	%	15-40	
Масса	кг	100	
Габаритные размеры:	Диаметр	мм	800
	Высота	мм	2400

На винтовом сепараторе СВ1-750 эксперименты проводили следующим образом: из исходных хвостов готовили пульпу с массовой долей твердого 20 %. Масса твердой фазы в опыте составляла 50 кг. С помощью пескового насоса пульпу подавали на винтовой сепаратор.

Опыты проводили при объемной производительности от 600 л/ч до 1500 л/ч при регулировании выходов тяжелой и легкой фракций.

Максимальные достигнутые показатели обогащения хвостов на винтовом сепараторе приведены в таблице 2.3.

Таблица 2.3 – Показатели предварительного обогащения хвостов на винтовом сепараторе

Показатели, %	Компоненты	
	WO ₃	Sn
Массовая доля в концентрате	9,17	1,6
Извлечение в концентрат	68,5	64,2

Обогащение в циркуляционном модуле является относительно новым перспективным методом обогащения [4, 5]. Принцип обогащения основан на накоплении тяжелых минералов в циркулирующих продуктах. Циркуляционный модуль включает зумпф, насос и гидроциклоны, которые могут быть рассчитаны на заданную производительность. Метод находит применение при обогащении золотосодержащих, в особенности, труднопромывистых россыпных руд. Достоинствами метода являются возможность реализации практически на любую производительность, высокая степень концентрации тяжелых минералов при высоком извлечении.

Исследования циркуляционной концентрации выполнены в лабораторном циркуляционном модуле, принципиальная схема которого приведена на рисунке 2.1, общий вид – на рисунке 2.2.

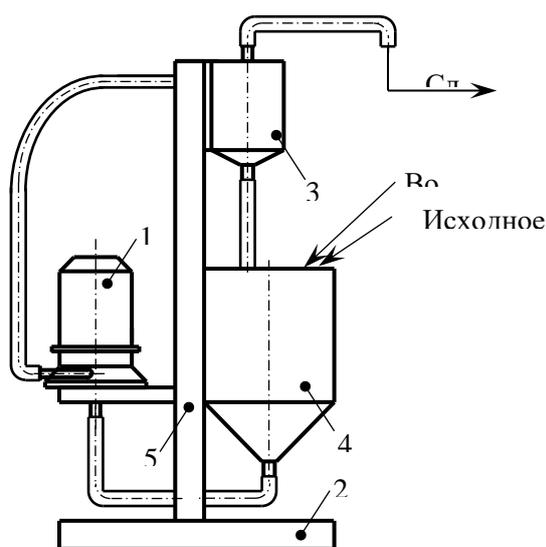


Рисунок 2.1 – Принципиальная схема установки циркуляционной концентрации



Рисунок 2.2 – Общий вид установки циркуляционной концентрации

Исследования проведены следующим образом. При включенном насосе циркуляционный модуль заполняется водой, которая циркулирует через насос, гидроциклоны и зумпф. Затем в зумпф при заданной производительности подавали исходные хвосты в количестве 10 кг. По истечении заданной продолжительности циркуляционной концентрации тяжелую фракцию, накопленную в зумпфе, выгружали через песковую насадку в гидроциклоне. Определяли выход тяжелой фракции и массовую долю в ней WO_3 , Sn.

Максимальные достигнутые показатели обогащения хвостов в циркуляционном модуле приведены в таблице 2.4.

Таблица 2.4 – Показатели предварительного обогащения хвостов в циркуляционном модуле

Показатели, %	Компоненты	
	WO_3	Sn
Массовая доля в концентрате	9,76	1,95
Извлечение в концентрат	83,5	82,5

Примечание: в концентрате отмечается наличие серы в количестве 30,99 %

Сравнительный анализ результатов предварительного гравитационного обогащения показал, что лучшие результаты достигнуты при обогащении методом циркуляционной концентрации. В оптимальном режиме циркуляционной концентрации выполнена наработка концентрата для последующего обогащения методами флотации и гравитации

3 Исследования флотации концентрата предварительного обогащения

Сульфидную флотацию измельченного вольфрамового концентрата предварительного обогащения осуществляли в лабораторной флотационной машине механического типа с объемом камеры 3 л. Схема проведения опытов приведена на рисунке 2.3.

Флотацию исходного продукта проводили с применением бутилового ксантогената калия и вспенивателя Т-92 в нейтральной среде. При оптимизации режима флотации переменными факторами являлись крупность измельчения материала (от 30 до 90 % класса крупности минус 0,071 мм), массовая доля твердого в питании (от 20 до 35 %), расход ксантогената (от 50 до 3000 г/т). Расход вспенивателя во всех опытах составлял 120 г/т. Время флотации изменяли от 5 до 10 мин.

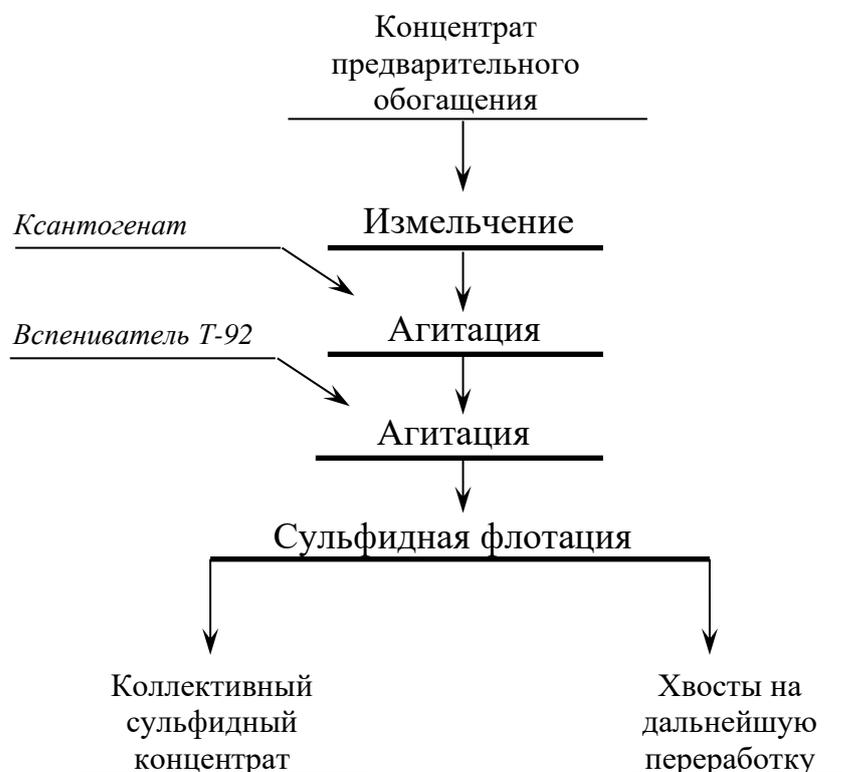


Рисунок 3.1 – Схема проведения опытов по флотации концентрата предварительного обогащения хвостов

В результате проведенных опытов установлен оптимальный режим сульфидной флотации, обеспечивающий максимальное извлечение сульфидов в пенный продукт и максимальное извлечение трехоксида вольфрама в камерный продукт. Значения параметров оптимального режима сульфидной флотации приведены в таблице 3.1.

Таблица 3.1 – Параметры в оптимальном режиме сульфидной флотации

Наименование параметра	Единица измерения	Значение параметра
Массовая доля класса минус 0,071 мм в питании	%	90
Массовая доля твердого в питании	%	30
Расход ксантогената	г/т	120
Время флотации	мин	8

Показатели сульфидной флотации в оптимальном режиме приведены в таблице 3.2.

Таблица 3.2 – Показатели сульфидной флотации концентрата предварительного обогащения хвостов

Наименование продукта	Выход, %	Массовая доля, %				Извлечение, %			
		WO ₃	Mo	Cu	Sn	WO ₃	Mo	Cu	Sn
Пенный	65,93	0,62	0,72	0,96	0,11	4,19	92,65	90,75	3,73
Камерный	34,07	27,45	0,11	0,19	5,51	95,81	7,35	9,25	96,27
Исходный	100,00	9,76	0,51	0,70	1,95	100,00	100,00	100,00	100,00

Из таблицы 3.2 следует, что потери WO₃ с пенным продуктом составляют 4,19 %, а потери олова – 3,73 %. При этом получается пенный продукт с массовой долей Mo 0,72 %, Cu – 0,96 % при извлечении этих металлов соответственно 92,65 % и 90,75 %. Данный продукт является коллективным медно-молибденовым концентратом. В камерном продукте получается коллективный вольфрамо-оловянный продукт с массовой долей WO₃ 27,45 %, Sn – 5,51 % при извлечении соответственно 95,81 % и 96,27 %.

3.1 Исследование оловянной флотации

Оловянную флотацию проводили на камерном продукте сульфидной флотации. Схема проведения опытов по оловянной флотации приведена на рисунке 3.2.

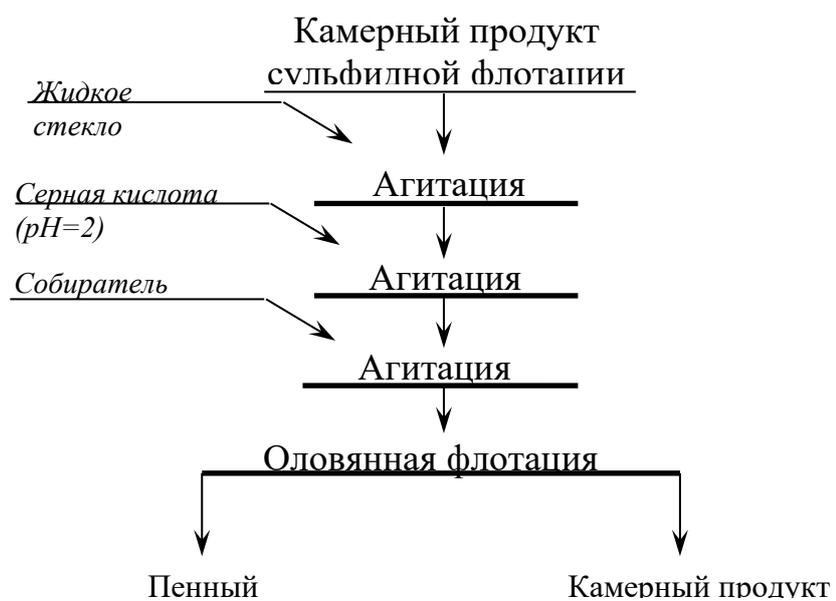


Рисунок 3.2 – Схема проведения опытов по оловянной флотации

Камерный продукт сульфидной флотации подвергали агитации с жидким стеклом в нейтральной среде. Время агитации составляло 40 мин, расход жидкого стекла – 2500 г/т. Обработка камерного продукта жидким стеклом осуществлялась с целью подавления флотации вольфрамита и шеелита.

После агитации пульпы с жидким стеклом с помощью серной кислоты доводили рН жидкой фазы до 2, после подавали в пульпу собиратель из класса алкилгидроксамовых кислот. В качестве собирателя использован реагент Аеро 845. В опытах расход собирателя изменяли в диапазоне от 100 до 500 г/т.

Продолжительность оловянной флотации – 10 мин. Максимально достигнутые показатели оловянной флотации приведены в таблице 3.3.

Таблица 3.3 – Показатели оловянной флотации камерного продукта сульфидной флотации хвостов

Наименование продукта	Выход, %	Массовая доля, %		Извлечение, %	
		WO ₃	Sn	WO ₃	Sn
Пенный	49,19	2,28	11,16	4,08	99,63
Камерный	50,81	51,82	0,04	95,92	0,37
Исходный	100,00	27,45	5,51	100,00	100,00

В результате оловянной флотации получен пенный продукт с массовой долей олова 11,16 % при извлечении 99,63 % и камерный продукт с массовой долей WO₃ 51,82 % при извлечении 95,92 %. Массовая доля олова в камерном продукте составила 0,04 %.

Для получения кондиционных вольфрамового и оловянного концентратов пенный и камерный продукты подвергнуты гравитационному обогащению методом турбулизационной центробежной сепарации.

4 Исследование центробежной сепарации

Исследования центробежной сепарации выполнены на пенном и камерном продуктах оловянной флотации с использованием центробежного сепаратора «К-200ВЛ», общий вид которого представлен на рисунке 4.1.

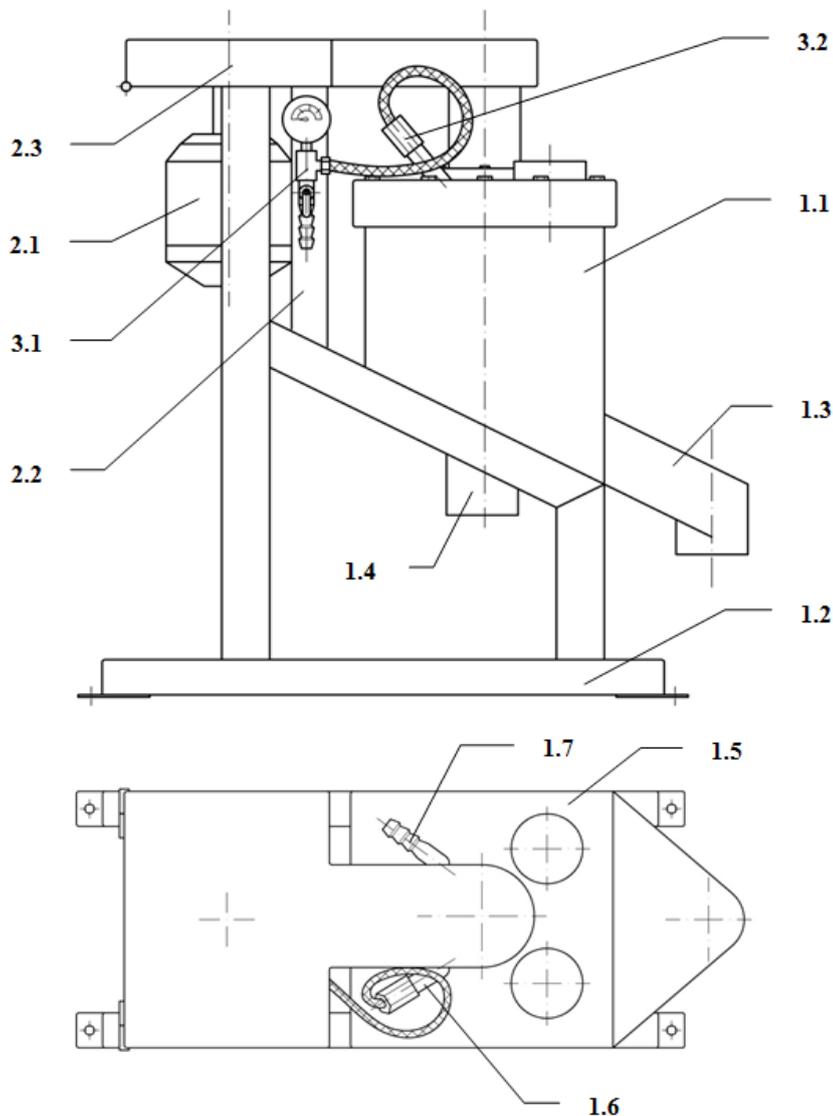


Рисунок 4.1 – Общая компоновка центробежного сепаратора «К-200ВЛ»:
1.1 – корпус; 1.2 – несущая рама; 1.3 – сливной желоб для легкой фракции;
1.4 – патрубок для разгрузки тяжелой фракции; 1.5 – крышка с окнами;
1.6 – держатель турбулизатора; 1.7 – подводящий патрубок;
2.1 – электродвигатель; 2.2 – кронштейн; 2.3 – защитный кожух;
3.1 – узел регулировки расхода воды; 3.2 – турбулизатор

Технические характеристики центробежного сепаратора «К-200ВЛ» приведены в таблице 4.1.

Центробежный сепаратор состоит из установленного на раме корпуса. Внутри корпуса установлен закрепленный на валу улавливающий конус с

пазами и выполненными в днище отверстиями для разгрузки тяжелой фракции. Внутри конуса установлены патрубок для подачи исходного питания, разбрасывающий диск и турбулизатор [6].



Рис. 4.2 – Общий вид центробежного сепаратора К-200ВЛ

Таблица 4.1 – Технические характеристики лабораторного турбулизационного центробежного сепаратора «К-200ВЛ»

Наименование параметра	Единицы измерения	Значение параметра
Мощность электродвигателя привода	кВт	0,75
Характеристика тока		постоянный однофазный
Напряжение	В	220
Частота вращения конусной чаши: - режим низких оборотов - режим высоких оборотов	мин ⁻¹	от 30 до 1 440 от 60 до 2 880
Режим управления циклом «накопление – разгрузка»		ручной (через пульт оператора)
Производительность по исходной пульпе	м ³ /час	до 2,0
Производительность по исходному твердому питанию	м ³ /час	до 0,75
Максимальный расход турбулизирующей воды	м ³ /час	1,5

Продолжение таблицы 4.1

Наименование параметра	Единицы измерения	Значение параметра
Плотность исходной пульпы	%	от 10 до 50
Крупность твердой фазы исходной пульпы	мм	до 3,0
Масса изделия (не более)	кг	80
Габаритные размеры (не более):		
Длина	мм	700
Ширина	мм	390
Высота	мм	900

Центробежный сепаратор работает следующим образом.

Запускается двигатель и с помощью частотного преобразователя устанавливается заданная частота вращения конуса. Через турбулизатор при заданном давлении, контролируемом манометром, подается турбулизирующая вода. Исходное питание подается в сепаратор в виде пульпы. Расход транспортной и турбулизирующей воды регулируется кранами. Разделяемый материал в конусе раскручивается и за счет центробежной силы прижимается к боковым стенкам конуса, формируя пристеночный слой. Турбулизирующая вода из турбулизатора разрыхляет (турбулизирует) образовавшийся пристеночный слой материала. Частицы повышенной плотности накапливаются в пазах конуса. Лёгкие частицы вместе с жидкой фазой поднимаются по боковым стенкам конуса вверх и выбрасываются внутрь корпуса, откуда по наклонному днищу через сливной патрубок удаляются из сепаратора.

После пропускания заданного количества исходной пульпы через сепаратор подача исходного питания прекращается, осуществляется промывка пристеночного слоя турбулизирующей водой. По окончании промывки частотным преобразователем задается небольшая скорость вращения конуса, с помощью турбулизирующей воды осуществляется вымывание из пазов конуса тяжелой фракции, которая через отверстия в днище улавливающего конуса удаляется из центробежного сепаратора.

При проведении опытов по центробежной сепарации в качестве переменных факторов приняты скорость вращения конуса и давление воды в турбулизаторе. Скорость вращения конуса изменяли в диапазоне от 500 до 1400 мин⁻¹, давление воды в турбулизаторе изменяли в диапазоне от 0,06 до 0,2 МПа.

Максимально достигнутые результаты центробежной сепарации пенного продукта оловянной флотации приведены в таблице 4.2.

Таблица 4.2 – Показатели центробежной сепарации пенного продукта оловянной флотации хвостов

Наименование продукта	Выход, %	Массовая доля, %		Извлечение, %	
		Sn	WO ₃	Sn	WO ₃
Тяжелая фракция	12,83	54,10	9,52	62,20	53,57
Легкая фракция	87,13	4,84	1,21	37,80	46,43
Исходный	100,00	11,16	2,28	100,00	100,00

В результате центробежной сепарации в тяжелой фракции получен оловянный концентрат с массовой долей олова 54,1 % при извлечении в него олова от операции 62,2 %. Данный продукт является товарной продукцией, пригодной для дальнейшей переработки.

Максимально достигнутые результаты центробежной сепарации камерного продукта оловянной флотации приведены в таблице 4.3.

Таблица 4.3 – Показатели центробежной сепарации камерного продукта оловянной флотации хвостов

Наименование продукта	Выход, %	Массовая доля, %		Извлечение, %	
		WO ₃	Sn	WO ₃	Sn
Тяжелая фракция	71,91	66,80	0,07	92,70	83,89
Легкая фракция	28,09	13,47	0,03	7,30	16,11
Исходный	100,00	51,82	0,06	100,00	100,00

В результате центробежной сепарации камерного продукта оловянной флотации в тяжелой фракции получен вольфрамовый концентрат с массовой долей триоксида вольфрама 66,8 % при извлечении в него триоксида вольфрама 92,7 % от операции. Массовая доля олова в тяжелой фракции составляет 0,07 %.

5 Изучение закономерностей циркуляционной концентрации вольфрамсодержащих хвостов обогащения

5.1 Понятие циркуляционной концентрации

В схемах обогащения полезных ископаемых обычно присутствуют циркулирующие потоки продуктов, которые в обогащении играют исключительно большую роль [7].

Во-первых, это положительные обратные связи в технической системе, которые могут приводить к развитию неустойчивых переходных процессов.

Во-вторых, продукт прошедший разделение, смешивается с исходным и многократно подвергается одному и тому же воздействию.

Использование циркуляции связано с тем, что обогатительный аппарат не производит конечный продукт заданного качества, так как имеет далёкую от идеальной сепарационную характеристику. Возникает необходимость перечищать продукт, то есть ставить такой же аппарат и повторно выполнять всю работу.

Перспективы повышения извлечения благородных металлов гравитационными методами связаны с использованием циркуляционной концентрации, которая является видом накопительной технологии переработки минерального и техногенного сырья, заключающейся в накоплении частиц повышенной плотности в циркулирующих потоках гидравлической классификации [8].

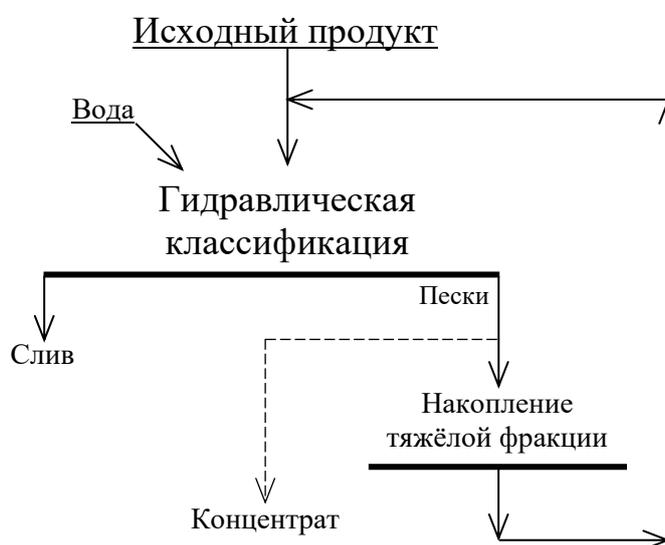


Рис. 5.1 – Принципиальная схема циркуляционной концентрации

Схема циркуляционной концентрации приведена на рисунке 5.1. Многократное прохождение материала через операцию гидравлической классификации одновременно с полным удалением в слив мелкодисперсных частиц пустой породы обеспечивает, в соответствии с сепарационной

характеристикой аппарата, удаление в слив частиц лёгкой фракции и повышение за счет этого крупности разделения. Увеличение продолжительности циркуляционной концентрации приводит к увеличению крутизны сепарационной характеристики, приближая её к идеальной.

Процесс накопления частиц повышенной плотности в циркулирующих продуктах зависит от эффективности классификации классифицирующего оборудования. Так, в гидроциклонах эффективность классификации составляет 55-60 %. Следовательно, 20-30 % частиц крупнее крупности разделения теряются со сливом гидроциклона. Для достижения максимальных показателей накопления золота в циркуляционной концентрации необходимо обеспечить высокую эффективность классификации.

Для повышения эффективности классификации предложено в циркуляционной концентрации устанавливать режим работы гидроциклона, при котором частицы золота заданной крупности не могут выходить в слив гидроциклона [9]. Для заданных условий определяется сепарационная характеристика гидроциклона при работе в открытом цикле. Пример такой сепарационной характеристики приведён на рисунке 5.2 (зависимости ,2).

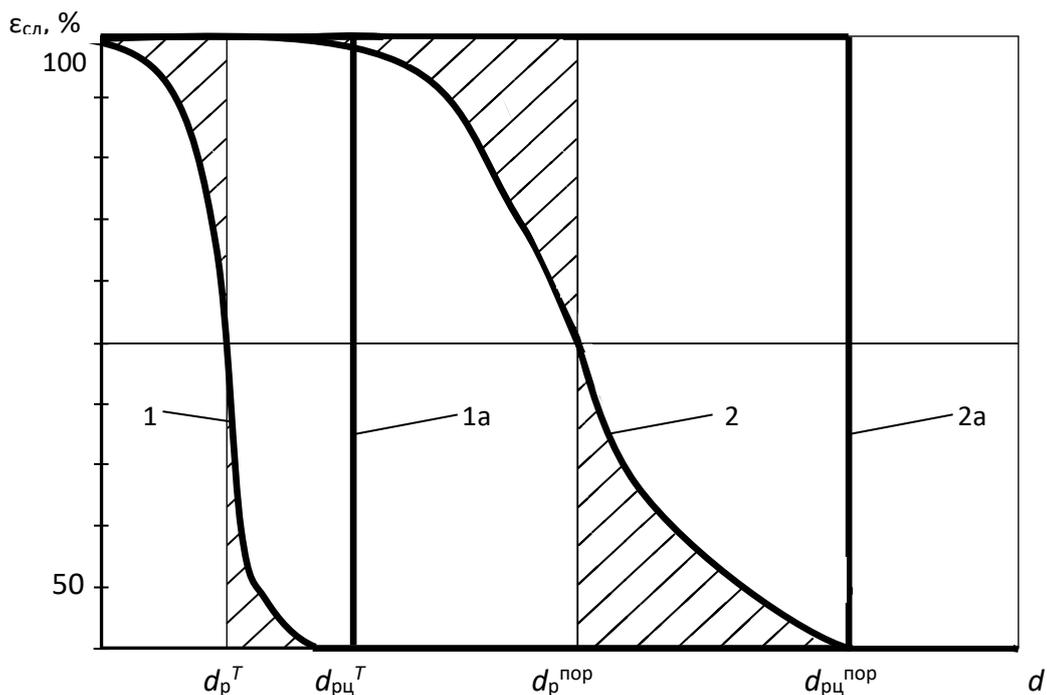


Рисунок 5.2 – Сепарационные характеристики при работе гидроциклона в открытом цикле по материалу повышенной плотности (1) и по породе (2) и при работе гидроциклона в режиме циркуляционной концентрации соответственно (1а) и (2а):

$\epsilon_{сл}$ – извлечение в слив; d – крупность частицы; d_p^T – крупность разделения по тяжелому минералу; $d_{рц}^T$ – крупность разделения по тяжелому минералу в режиме циркуляционной концентрации; $d_p^{пор}$ – крупность

разделения по породе; $d_{\text{pc}}^{\text{пор}}$ – крупность разделения по породе в режиме циркуляционной концентрации.

На приведённой сепарационной характеристике гидроциклона заштрихованные участки показывают взаимозасорение слива и песков. Для исключения потерь частиц заданной крупности в слив гидроциклона, режим работы гидроциклона должен быть таким, чтобы крупность разделения для частиц повышенной плотности была равной d_{pc}^T . Тогда сепарационная характеристика приближается к идеальной (рисунок 5.2, зависимость 1а).

Для обеспечения минимальных потерь в слив частиц тяжелых минералов крупностью более d_{pc}^T необходимо выбрать гидроциклон и установить режим его работы при котором $d_p^T \approx 0,5d_{\text{pc}}^T$.

Циркуляционная концентрация в замкнутых циклах классификации заключается в накоплении частиц тяжелых минералов в циркулирующих потоках гидравлической классификации. Для реализации циркуляционной концентрации пески гидравлической классификации направляются в операцию накопления, где смешиваются с исходным питанием и вместе направляются в «голову» процесса. Объединение песков классификации с исходным питанием создает циркулирующую нагрузку и приводит к накоплению материала в циркулирующем продукте. При этом, циркуляционная концентрация является циклическим процессом, включающим подачу исходного питания и накопление песков в циркулирующем продукте, последующую циркуляцию песков без подачи исходного питания до заданной степени концентрации тяжелых минералов и выгрузку полученного пескового продукта [10]. Принципиальная схема модуля циркуляционной концентрации приведена на рисунке 5.3.

Циркуляционный модуль состоит из гидроциклона 1, накопительного зумпфа 2 и центробежного насоса 3.

Циркуляционная концентрация применима в начальных циклах обогащения руд по плотности [11].

Многочисленное прохождение материала через операцию гидравлической классификации одновременно с полным удалением в слив тонкодисперсных частиц обеспечивает, в соответствии с сепарационной характеристикой аппарата, удаление в слив части песковой фракции и повышение за счет этого крупности разделения [10].

При работе гидроциклона частицы крупностью больше некоторого значения практически не могут выйти в слив. В песках остаются только частицы крупностью больше d_{pc} , названного крупностью разделения циркуляционной концентрации. Сепарационная характеристика циркуляционной концентрации стремится к идеальной. Для частиц крупностью больше d_{pc} в циркуляционной концентрации обеспечиваются условия минимальной вероятности выхода в слив.

Очевидно, что значения d_{pc} для тяжелых и легких частиц различны. Значения d_{pc} тяжёлых и лёгких минералов для конкретного случая циркуляционной концентрации определяют её технологические показатели.

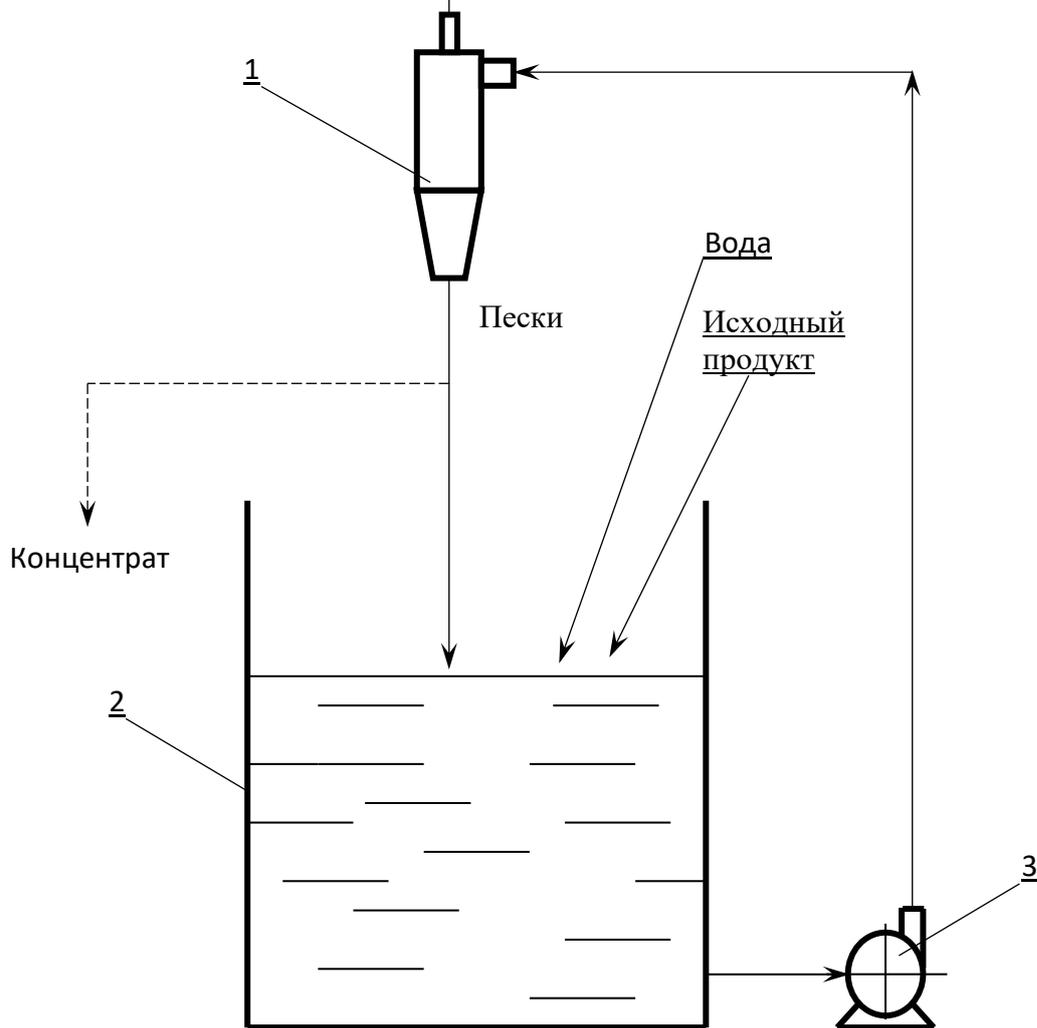


Рис. 5.3 – Принципиальная схема модуля циркуляционной концентрации: 1 – гидроциклон; 2 – зумпф; 3 – насос

5.2 Закономерности циркуляционной концентрации в замкнутых циклах классификации

Главным для устойчивой работы циркуляционной концентрации является стабилизация условий работы гидроциклона. При возвращении песков гидроциклона в «голову» процесса вместе с исходным питанием в параметрах работы гидроциклона могут происходить отклонения от заданных условий в части изменения объёмной производительности по исходному питанию $Q_{об}$ и, как следствие, давления на входе P_0 в гидроциклон, в части изменения разжижения исходного питания $R_{исх}$ и

гранулометрического состава твёрдой фазы питания за счёт подачи песков гидроциклона с низким значением разжижения песков $R_{п}$.

Из формулы для определения объёмной производительности гидроциклона по исходному питанию [65, 88-90] давление на входе в гидроциклон

$$P_0 = \left[\frac{Q_{об}}{3 k_{\alpha} k_D d_{п} d} \right]^2, \quad (2.1)$$

где P_0 – давление пульпы на входе в гидроциклон, МПа;

k_{α} – поправочный коэффициент на угол конусности гидроциклона;

k_D – поправочный коэффициент на диаметр гидроциклона;

$d_{п}$ и d – диаметры соответственно питающего и сливного отверстий (патрубков), см.

Для конкретно заданного гидроциклона снижение объёмной производительности по исходному питанию приведёт к снижению давления P_0 во второй степени.

Стабилизация объёмной производительности по исходному питанию обеспечивается выбором пескового насоса, удовлетворяющего заданным требованиям низкой чувствительности к колебаниям характеристик перекачиваемого продукта, главной из которых является массовая доля твёрдого в питании [12].

Для изучения влияния массовой доли твёрдого в питании гидроциклона на показатели классификации в гидроциклоне нами выполнены экспериментальные исследования. Исследования выполнены в лабораторных условиях на установке, принципиальная схема которой приведена на рисунке 5.4.

Установка состоит из следующих основных узлов: зумпфа 1 с насосом 2 и гидроциклона 3 закреплённого на штативе 4.

Технические характеристики гидроциклона приведены в таблице 5.1.

Таблица 5.1 – Технические характеристики лабораторного гидроциклона

Наименование параметра	Значение параметра
Диаметр гидроциклона, мм	15
Диаметр питающего патрубка, мм	10
Диаметр сливного патрубка, мм	8
Диаметр песковой насадки, мм	3,0; 6,0

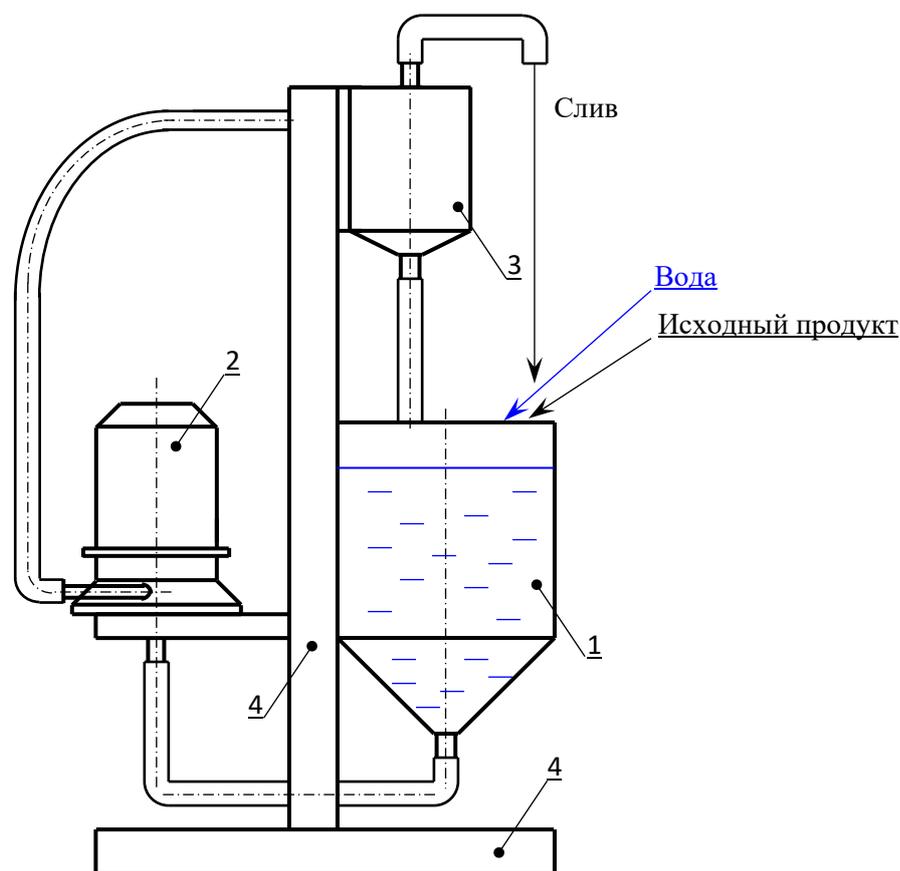


Рис. 5.4. Принципиальная схема установки для исследования работы гидроциклона в различных технологических режимах:
1 – зумпф; 2 – насос; 3 – гидроциклон; 4 – штатив

Исследования выполнены на старогодних хвостах флотации медно-цинковой руды Кировградской обогатительной фабрики, которые характеризуются следующими параметрами: максимальный размер частиц - 0,13 мм, массовая доля класса минус 0,071 мм - 80 %.

Эксперименты проведены при диаметрах песковой насадки 3 мм и 6 мм и при различных значениях массовой доли твёрдого в исходном питании в диапазоне от 12 до 53 %.

Опыты проводили следующим образом. Навеску исходного материала и воду в заданном соотношении загружали в зумпф 1 при включённом насосе 2. Насос 2 перекачивает пульпу в гидроциклон 3, слив и пески которого возвращаются в зумпф 1. В установившемся режиме работы модуля осуществляли опробование слива и песков гидроциклона. Пробы отбирали в течение 10 с. Для отобранных проб определяли объёмную производительность по пульпе, производительность по твёрдому, выход слива и песков, массовую долю твёрдого в сливе и песках. По полученным данным рассчитывали объёмную производительность насоса $q_{об.нас.}$, массовую долю твёрдого в питании гидроциклона, эффективность классификации $E_{кл}$ и крупность разделения d_p [12].

Эксперименты в каждом режиме повторялись по три раза. Относительная ошибка показателей составила менее 4 %. После математической обработки результаты экспериментов приведены на рисунке 3.5, 3.6, 3.7.

Установлено, что увеличение массовой доли твёрдого в питании гидроциклона приводит к снижению выхода песков $\gamma_{п}$, к повышению крупности разделения d_p и к снижению эффективности классификации $E_{кл}$. При этом объёмная производительность насоса $q_{об}$ с увеличением массовой доли твёрдого в песках в исследуемом диапазоне снижается незначительно при увеличении массовой доли твёрдого в питании до 40 %, после чего объёмная производительность насоса $q_{об.нас.}$ снижается.

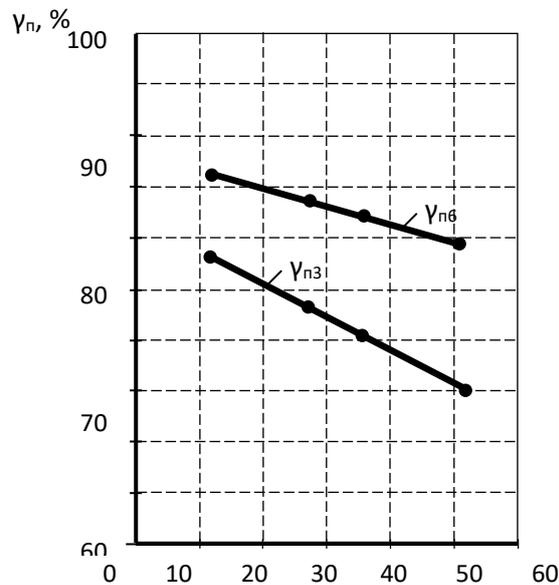


Рис. 5.5 – Зависимости выхода песков $\gamma_{п}$ от массовой доли твёрдого в исходном питании $\beta_{ТВ}$: $\gamma_{п3}$ – песковая насадка 3 мм; $\gamma_{п6}$ – песковая насадка 6 мм

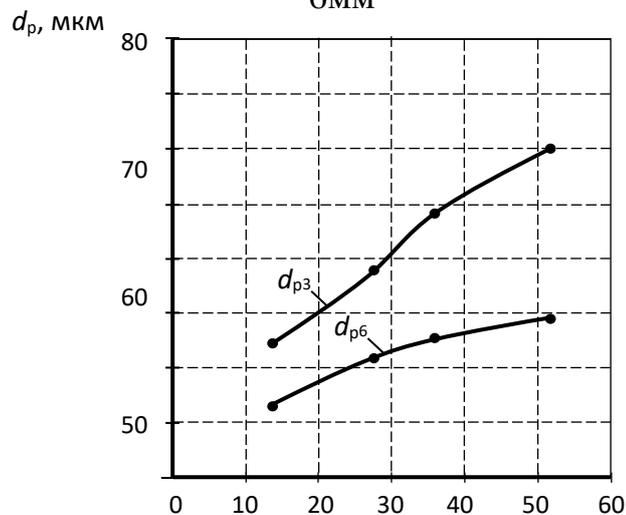


Рис. 5.6 – Зависимости крупности разделения d_p от массовой доли твёрдого в питании: $d_{п3}$ – песковая насадка 3 мм; $d_{п6}$ – песковая насадка 6 мм

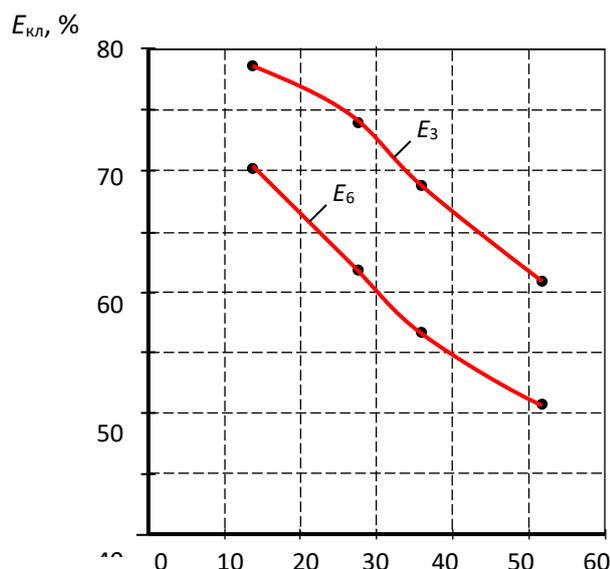


Рис. 5.7 – Зависимости эффективности классификации $E_{ккл}$ от массовой доли твёрдого в питании: E_3 – песковая насадка 3 мм; E_6 – песковая насадка 6 мм

Снижение выхода песков должно положительно сказаться на увеличении массовой доли тяжелых минералов в песках гидроциклона и степени их концентрации. С другой стороны, повышение крупности разделения d_p приведёт к увеличению крупности разделения $d_{рц}$, следовательно, к повышению потерь тяжелых минералов заданной крупности со сливом гидроциклона за счёт смещения значения $d_{рц}$ в сторону увеличения.

Таким образом, на основании полученных данных можно сделать вывод, что при работе гидроциклона в режиме циркуляционной концентрации с целью исключения потерь со сливом тяжелых минералов крупностью больше значения $d_{рц}$ необходимо поддерживать в питании заданную массовую долю твёрдого путём подачи дополнительной воды на разжижение песков.

Для определения закономерностей накопления тяжелых минералов в циркулирующих потоках классификации рассмотрим процесс циркуляционной концентрации в идеальных условиях. В качестве исходного материала представим смесь свободных частиц золота плотностью 18000 кг/м^3 , крупностью в диапазоне от $d_{рц}^{Au} = 10 \text{ мкм}$ до $0,5 \text{ мм}$ и частиц кварца плотностью 2650 кг/м^3 , крупностью минус $0,2 \text{ мм}$. Суммарная гранулометрическая характеристика породы представлена на рисунке 5.8.

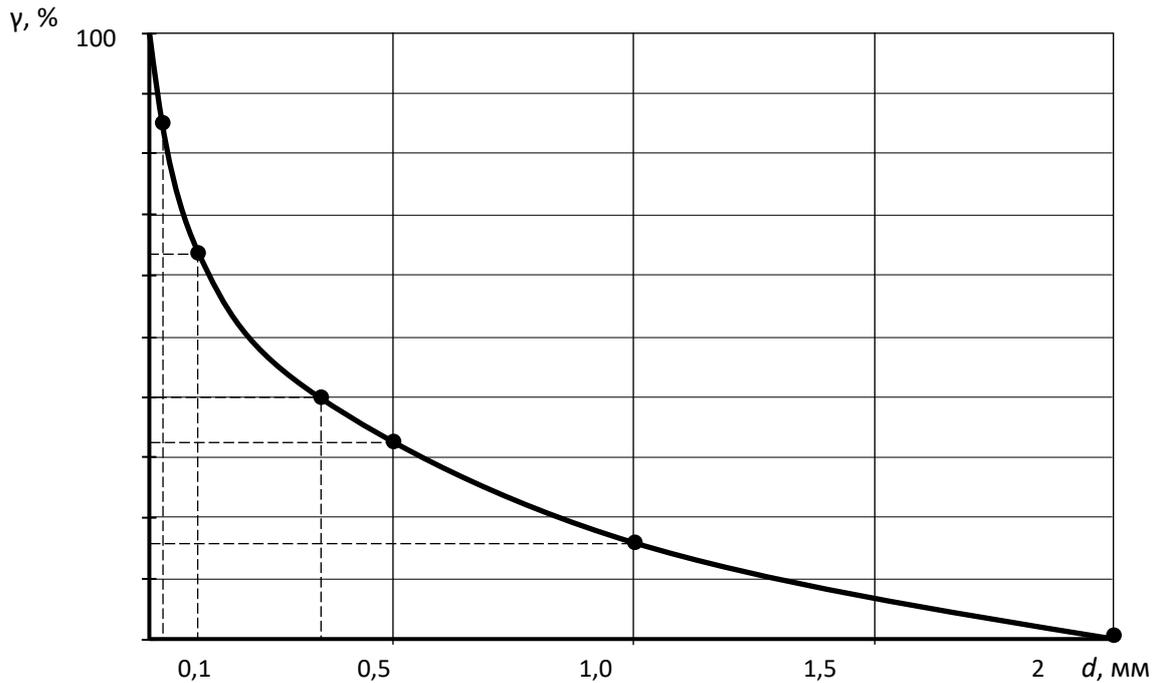


Рис. 5.8 – Суммарная гранулометрическая характеристика породы

Рассчитаем конечную скорость движения к стенке гидроциклона частиц золота по уравнению Стокса

$$v_0 = 545(d^{Au})^2(\delta^{Au} - \Delta), \quad (3.1)$$

где d^{Au} – крупность частиц золота, м ($d^{Au} = 0,00001$ м);

δ^{Au} – плотность золота, кг/м³;

Δ – плотность воды, кг/м³;

$$v_0^{Au} = 545 \cdot 0,00001^2 \cdot (18000 - 1000) = 0,0009265 \text{ м/с.}$$

Крупность равнопадаемых частиц кварца, когда $v_0^{Au} = v_0^{SiO_2}$

$$v_0^{SiO_2} = 545 \cdot d_{\text{пц}SiO_2}^2 (2650 - 1000) \Rightarrow d_{\text{пц}SiO_2}^2 = \sqrt{\frac{v_0^{SiO_2}}{545 \cdot 1650}} = 0,0000321 \text{ м}$$

В соответствии с заданной на рисунке 2.7 гранулометрической характеристикой породы в слив будут выноситься частицы кварца крупностью минус 32 мкм в количестве 14 %. Следовательно, в песках остается 86 % частиц кварца крупнее 32 мкм и 100 % частиц золота крупнее 10 мкм.

Примем производительность циркуляционного модуля по исходному питанию $Q = 10$ т/ч, массовую долю золота в питании $\alpha^{Au} = 1$ г/т. При работе циркуляционного модуля в течение 1 ч в заданных идеальных условиях в

зумпфе должно остаться 8,6 т кварца и 10 г золота. Массовая доля золота составляет $\beta^{Au} = \frac{10}{8,6} = 1,16$ г/т. Степень концентрации

$$K = \frac{\beta^{Au}}{\alpha^{Au}} = \frac{1,16}{1} = 1,16.$$

Для заданных условий рассмотрим вариант циркуляционной концентрации материала измельчённого до 80 % класса крупности минус 32 мкм. Тогда в песках остаётся 20 % породы. Массовая доля золота $\beta^{Au} = \frac{10}{2} = 5$ г/т, степень концентрации

$$K = \frac{\beta^{Au}}{\alpha^{Au}} = \frac{5}{1} = 5.$$

Аналогично при переработке материала, измельчённого до 90 % класса крупности минус 32 мкм $\beta^{Au} = 10$ г/т, $K = 10$.

По результатам математического моделирования циркуляционной концентрации в идеальных условиях построена зависимость степени концентрации золота K от массовой доли в исходном питании класса крупности минус 32 мкм β_{d-32} , которая приведена на рисунке 5.9.

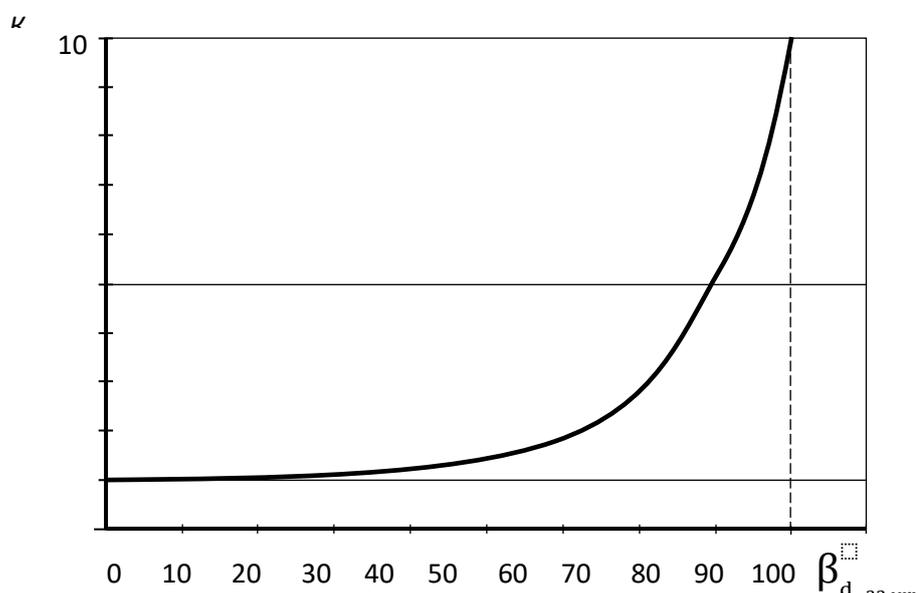


Рис. 5.9 – Зависимость степени концентрации золота K от массовой доли класса крупности минус 32 мкм (β_{d-32} мкм) для заданных идеальных условий циркуляционной концентрации

Анализ зависимости показывает, что, чем тоньше измельчён материал, тем выше будет степень концентрации золота в концентрате циркуляционной концентрации. В идеале измельчение материала до 100 % класса крупности

минус $d_{rc}^{породы}$ позволяет удалить в слив всю породу и получить чистый шлик, представленный частицами золота крупнее d_{rc}^{Au} .

5.3 Закономерности циркуляционной концентрации с накоплением тяжелых минералов в центробежном сепараторе

Одним из методов циркуляционной концентрации является реализация процесса с накоплением тяжелых минералов в пазах центробежного сепаратора. Схемы циркуляционной концентрации в замкнутом цикле классификации и центробежной сепарации приведены на рисунке 5.10.

Схема «а» включает операции гидравлической классификации (I) и центробежной сепарации (II). Исходное питание (продукт 1) вместе с циркулирующим продуктом 6 направляется в операцию гидравлической классификации I. Слив гидравлической классификации (продукт 3) направляется на дальнейшую переработку. Пески гидравлической классификации (продукт 4) направляются на центробежную сепарацию (операция II) с получением тяжелой фракции (продукт 5). Продукт 6 возвращается в операцию гидравлической классификации (операция I).

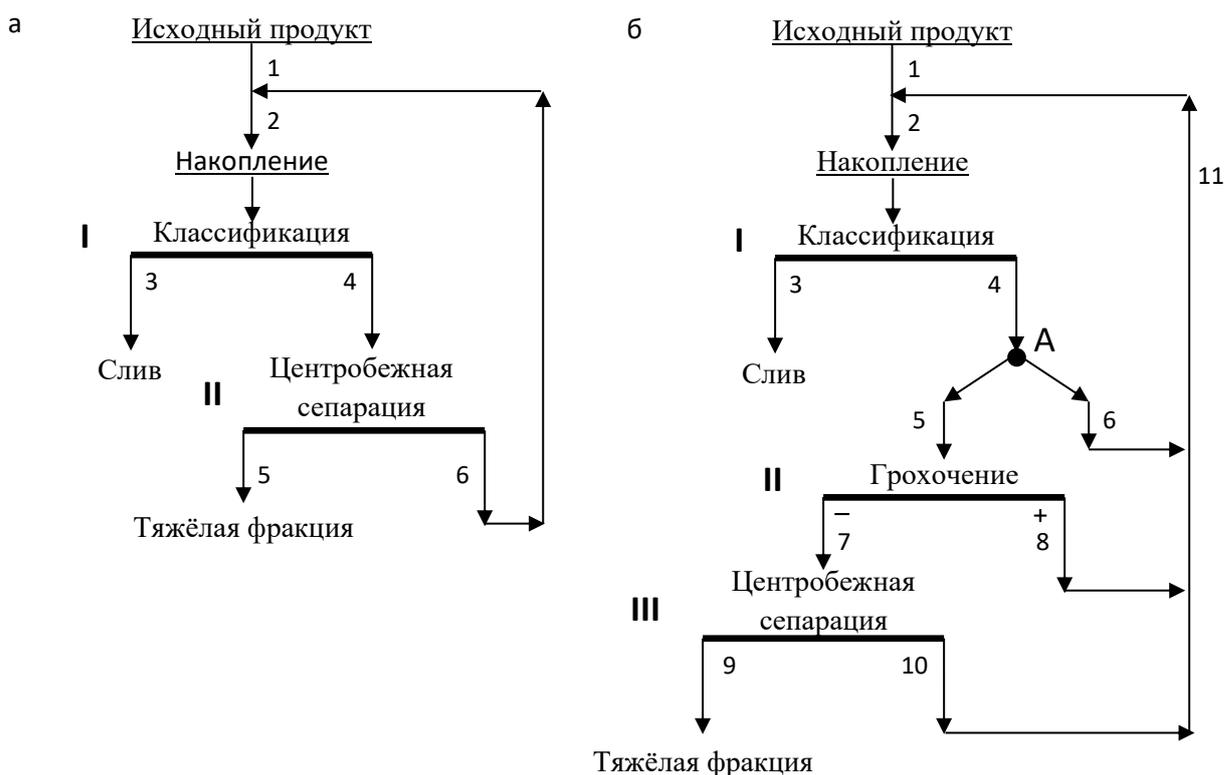


Рис. 5.10 – Схемы циркуляционной концентрации с накоплением золота в центробежном сепараторе

Пески классификации поступают на центробежную сепарацию, где тяжёлая фракция накапливается в пазах конуса центробежного сепаратора, а

лёгкая фракция возвращается в операцию классификации. После истечения заданного времени процесса, обеспечивающего максимальное улавливание тяжелых частиц в пазах конуса центробежного сепаратора лёгкая фракция центробежной сепарации отправляется в хвосты. Затем процесс циркуляционной концентрации повторяется несколько раз. Тяжелые минералы в каждом цикле улавливаются в пазах конуса центробежного сепаратора. При достижении заданного значения массовой доли улавливаемого компонента в пазах осуществляется смыв тяжёлой фракции из пазов.

Схема «а» может быть малоэффективной при наличии в исходном питании крупных частиц пустой породы, которые забивают пазы конуса центробежного сепаратора, прекращая тем самым улавливание тяжелых минералов в пазах.

При наличии значительного количества крупных классов в исходном питании эффективной может быть схема «б».

Схема «б» включает операции гидравлической классификации (I), грохочения (II) и центробежной сепарации (III). Исходное питание (продукт 1) вместе с возвратными продуктами 6, 8, 10 направляется в операцию гидравлической классификации (I). Слив гидравлической классификации (продукт 3) направляется на дальнейшую переработку. Пески гидравлической классификации (продукт 4) в точке А делятся на два продукта 5 и 6. Продукт 5 (доля песков) направляется на грохочение (операция II), нижний продукт которого (продукт 7) подвергается одинарной или двойной центробежной сепарации (операция III) с получением тяжелой фракции (продукт 9). Продукты 6, 8, и 10 возвращаются в операцию гидравлической классификации (I).

Деление продукта 5 в точке А на продукты 5 и 6 определяется техническими возможностями применяемого для переработки оборудования (грохоты, центробежные сепараторы).

Продукт 5 подвергается грохочению с целью удаления крупных классов крупнее максимального размера частиц тяжелых минералов в питании $d_{\text{рц}}^{Au}$.

5.4. Исследование сепарационных характеристик циркуляционной концентрации

Исследования проведены на искусственной смеси кварца и магнетита, гранулометрические характеристики которых приведены в таблице 5.2.

Таблица 5.2 – Гранулометрические характеристики исходных продуктов кварца и магнетита

Класс крупности, мм	Выход класса, %	
	кварца	магнетита
+ 1,4	2,98	2,15
-1,4 + 0,70	2,85	4,85
- 0,70 + 0,40	38,86	10,70
- 0,40 + 0,10	29,58	43,93
- 0,10 + 0,071	6,83	9,50
-0,071 + 0,056	6,67	9,29
-0,056 + 0,040	6,27	13,23
-0,040 + 0	5,96	6,35
Всего	100,00	100,00

Циркуляционную концентрацию смеси кварца и магнетита при весовом соотношении 1:1 реализовали на модуле циркуляционной концентрации, общий вид которого приведён на рисунке 5.11. Технические характеристики установки циркуляционной концентрации приведены в таблице 5.3.



Рис. 5.11 – Общий вид установки циркуляционной концентрации:
1 – гидроциклон; 2 – зумпф; 3 – насос

Таблица 5.4 – Сепарационные характеристики короткокonusного гидроциклона при работе в открытом цикле и в режиме циркуляционной концентрации

Класс крупности, мм	Извлечение класса, %		
	открытый цикл	$t_{\text{цк}} = 3$ мин	$t_{\text{цк}} = 6$ мин
Магнетит			
+ 1,40	0	0	0
- 1,40 + 0,70	0,1	0	0
- 0,70 + 0,40	0,2	7,5	15,0
- 0,40 + 0,10	5,1	46,4	100,0
- 0,10 + 0,071	21,5	96,2	100,0
- 0,071 + 0,056	28,1	97,0	100,0
- 0,056 + 0,040	35,8	97,8	100,0
-0,040 + 0	55,2	99,1	100,0
Кварц			
+ 1,40	0	0	0
- 1,40 + 0,70	0,2	0	0
- 0,70 + 0,40	0,9	10,0	44,5
- 0,40 + 0,10	7,7	72,5	100,0
- 0,10 + 0,071	31,5	95,6	100,0
- 0,071 + 0,056	35,7	96,0	100,0
- 0,056 + 0,040	63,2	98,5	100,0
-0,040 + 0	90,1	99,5	100,0

5.5 Исследования циркуляционной концентрации вольфрамсодержащих хвостов обогащения

Исследования выполнены на навесках хвостов массой 5 кг. циркуляционная концентрация осуществлялась следующим образом. Исходные хвосты подавали в циркуляционный модуль в виде пульпы, содержащей 20 % твердого при производительности 1,44 м³/ч. В качестве переменных факторов были продолжительность подачи пульпы в циркуляционный модуль T_n , продолжительность промывки тяжелой фракции T_{np} составляли 1, 3, 6 минут.

Максимально достигнутые результаты циркуляционной концентрации исходных хвостов достигнуты при продолжительности промывки тяжелой фракции 2 минуты.

Результаты циркуляционной концентрации в оптимальном режиме приведены в таблице 5.5.

Таблица 5.5 – Результаты циркуляционной концентрации вольфрамсодержащих хвостов

Показатели	Единица измерения	Значения показателей
Производительность	м ³ /ч	1,44
Продолжительность подачи пульпы	мин.	3
Продолжительность промывки тяжелой фракции	мин.	2
Массовая доля тяжелой фракции		
WO ₃	%	9,76
Sn		1,95
Cu		0,7
Mo		0,51
Извлечение в тяжелую фракцию		
WO ₃	%	83,50
Sn		89,05
Cu		84,80
Mo		88,25

Установлено, что циркуляционная концентрация обеспечивает высокие показатели предварительного обогащения вольфрамсодержащих хвостов. Извлечение ценных компонентов в тяжелую фракцию составляет 84 %.

Достоинством циркуляционной концентрации является возможность обеспечения любой заданной производительности по исходному питанию и высокая эффективность промывки материала.

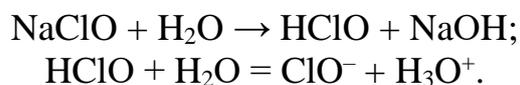
6 Изучение закономерностей электрохимической хлоринации вольфрамсодержащих хвостов обогащения

6.1 Понятие и химизм электрохимической хлоринации

К перспективным способам переработки золотосодержащего сырья относятся различные виды гидрохлорирования (хлоринации). Возможность использования гидрохлорирования как альтернативного растворителя для переработки различных руд цветных металлов и отходов определяется рядом преимуществ перед цианистым процессом. Растворимость, а значит, и концентрация окислителя (хлора) в водных растворах значительно выше, чем у кислорода, что определяет высокую скорость процесса. Показано, что в сопоставимых условиях удельная скорость растворения золота при гидрохлорировании в 13 раз выше, чем при цианировании с использованием кислорода, в 43 раза выше, чем при цианировании с продувкой воздуха. Гидрохлорирование может быть применено к переработке ряда упорных для цианирования золотосодержащих руд и концентратов, в том числе углистых, медистых, мышьяковистых, марганцовистых, различных руд цветных металлов и хвостов их обогащения.

Растворяющими агентами в гидрохлорировании являются хлорноватистая кислота, газообразный хлор, трихлорид-ион, хлорное железо.

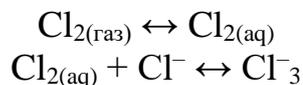
Образование хлора идет в несколько стадий:



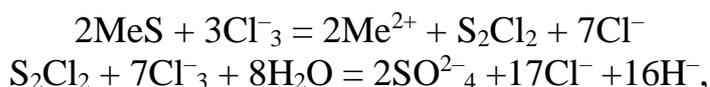
Хлорноватистая кислота HClO в растворе соляной кислоты диссоциирует с образованием хлора:



Количество хлора зависит от pH раствора и концентрации хлорида. Трихлорид-ион образуется при pH раствора < 2 .



Основные реакции, определяющие механизм окислительного действия трихлорид-иона при выщелачивании сульфидного сырья:



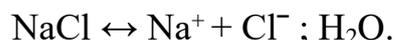
причем вторая реакция характерна не только для процессов выщелачивания сульфидного сырья, но и для окисленных руд.

В процессе непрерывного электролиза раствора NaCl в присутствии руды в анодном пространстве происходит непрерывное пополнение раствора

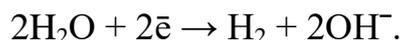
хлором и кислородом, расходуемых на растворение ценных компонентов и на взаимодействие с другими растворяющимися составными частями руды.

Процессы электрохимической хлоринации происходят при подаче электрического тока в раствор NaCl.

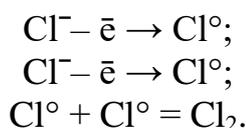
Химизм процессов электрохимической хлоринации заключается в следующем. Хлор в газообразном состоянии получается электролизом водных растворов хлористых солей щелочных металлов в электролизёре:



На катоде протекает реакция:



На аноде происходит образование газообразного хлора:



Суммарная реакция:



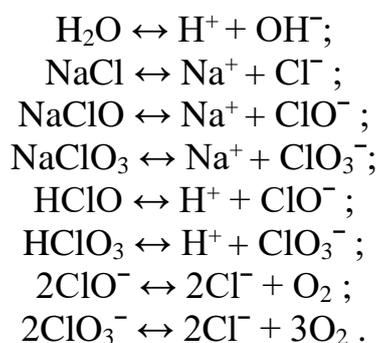
Хлор находясь в момент выделения в непосредственном соприкосновении с подлежащим хлорированию веществом, более активен, чем газообразный хлор, вводимый в систему, состоящую из жидкой фазы и твёрдого хлорируемого вещества.

Электролиз состоит из двух одновременно протекающих процессов:

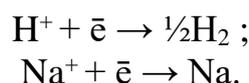
1. Получение хлора путём электролиза растворов хлористых солей щелочных металлов;
2. Взаимодействие водных растворов поваренной соли, содержащих хлор, с растворяемым веществом.

В результате такого взаимодействия хлор переходит в раствор в виде простого или комплексного хлорида.

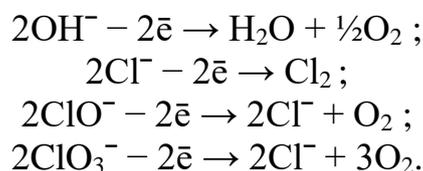
При электролизе хлористых щелочных металлов в электролизере с диафрагмой в результате электролитической диссоциации выделяются следующие ионы:



На катоде (К):



На аноде (А):



Если в качестве катода применить твёрдый металл (железо), то даже из сильно щелочных электролитов происходит первичный разряд ионов H^+ , а не Na^+ , так как потенциал разряда ионов H^+ остаётся более положительным, чем Na^+ (или K^+).

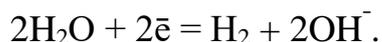
При электролизе нейтральных растворов хлористого натрия, вне зависимости от его концентрации, на катоде будут разряжаться только ионы H^+ с последующим выделением водорода из раствора в виде газа. Оставшиеся же в растворе ионы OH^- , будут образовывать возле катода с ионами Na^+ щёлочь:



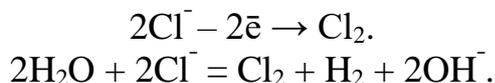
Электродный потенциал разряжения ионов Cl^- из 22 –х процентного раствора NaCl значительно ниже электродного потенциала разряжения ионов OH^- , (за исключением случая с магнетитом).

Основные процессы электролиза (катод железный, анод - графит) растворов NaCl (KCl) следующие:

На катоде:



На аноде:



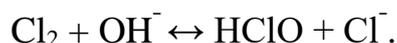
При этом получается хлор, водород и раствор щёлочи.

Образующийся при электролизе молекулярный хлор находится в анолите в растворённом виде.

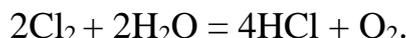
Между растворённым молекулярным хлором и водой в растворе хлористого натрия устанавливается равновесие:



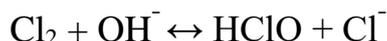
или



Реакция идёт довольно медленно, равновесие устанавливается в течение нескольких часов. При увеличении температуры равновесие передвигается вправо, максимальный сдвиг при 90°C. На свету протекает реакция гидролиза:



Обратимость реакции:



указывает на возможность непрерывного получения газообразного хлора, если в электролите поддерживать определённую концентрацию HCl и не допускать смешивания анодных (хлора) и катодных (щелочи) продуктов электролиза.

Количество образовавшейся на аноде свободной хлорноватистой кислоты определяется константой равновесия:

$$K = [\text{Cl}_2] \times [\text{OH}^-] / [\text{HClO}] \times [\text{Cl}^-],$$

но т.к.

$$[\text{OH}^-] \times [\text{H}^+] = \text{const},$$

то запишем

$$K = ([\text{Cl}_2] / [\text{HClO}] \times [\text{Cl}^-] \times [\text{H}^+]) \times \text{const},$$

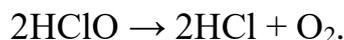
или

$$K_1 = [\text{HClO}] \times [\text{Cl}^-] \times [\text{H}^+] / [\text{Cl}_2].$$

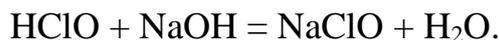
Константа гидролиза хлора при $t = 25^\circ\text{C}$ равняется $3,9 \times 10^{-4}$.

Образование HClO в концентрированных растворах NaCl при наличии в растворе HCl не меняет существенным образом ионного состава раствора возле анода и не может поэтому влиять на процесс электролиза.

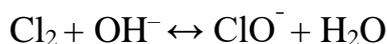
Однако для процесса растворения минералов и металлов наличие в растворе HClO может иметь большое значение.



Кислород – сильный окислитель. Имеющаяся в электролите щёлочь, нейтрализующая хлорноватистую кислоту, направляет процесс в сторону образования хорошо диссоциирующей хлорноватисто-кислой соли или гипохлорита.



Нейтрализация HClO будет сдвигать равновесие в правую сторону



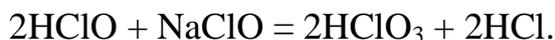
и способствовать непрерывному растворению новых количеств хлора.

При непрерывном поступлении щёлочи от катода к аноду в количестве, эквивалентном количеству образовавшегося хлора, последний будет

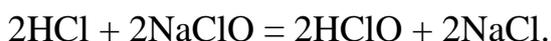
полностью расходоваться на образование HClO . В этом случае весь процесс электролиза может быть выражен суммарным уравнением:



Наличие в электролите хлорноватистокислородной соли достаточной концентрации ведёт в присутствии хлорноватистой кислоты к образованию хлорноватокислородной соли:

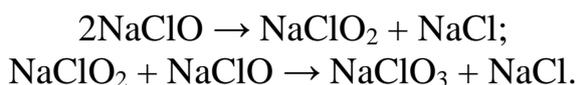


Образующаяся при этом соляная кислота взаимодействуя с хлорноватистокислородной солью образует хлорноватистую кислоту:



Хлорноватокислородная соль NaClO_3 может образоваться не только в присутствии хлорноватистой кислоты, но и в результате самопроизвольного перехода хлорноватистокислородной соли в хлорноватокислородную при достаточной щёлочности электролита.

Переход идёт в две стадии:



Образование хлорноватокислородной соли ускоряется с повышением концентрации реагирующих веществ и температуры раствора.

Ионы ClO_3^- могут образоваться при разряде ионов ClO^- вследствие меньшего его потенциала разряда, чем у иона хлора:



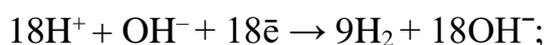
По этой реакции, наряду с образованием хлорноватистой и соляной кислот, выделяется кислород. Образующиеся у анода HClO_3 и HCl нейтрализуются едким натром, получающимся на катоде.

Если количество ионов ClO^- образующееся при нейтрализации хлорноватистой кислоты, будет равным количеству разряжающихся ионов ClO_3^- , то концентрация хлорноватистой соли увеличиваться не будет. Этот момент характеризуется состоянием равновесия между количеством образующихся и разряжающихся ионов ClO^- , следовательно, некоторой стабильной концентрацией хлорноватистокислородной соли в растворе.

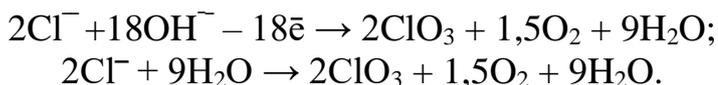
Если не учитывать возможного разряда ионов OH^- , то весь электрический ток после наступления равновесия будет расходоваться только на образование хлорноватистокислородной соли, концентрация которой в растворе начнёт быстро увеличиваться.

Ход электролиза в условиях равновесия:

на катоде –



на аноде -

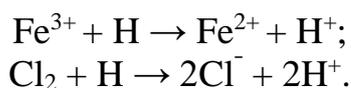


При электролизе нейтрального раствора хлористой соли при атмосферном давлении в электролизере без разделения катодного и анодного пространства конечными продуктами являются хлорноватокислая соль и газообразный кислород на аноде, и водород на катоде. Однако следует отметить, что процесс электролиза нейтрального раствора NaCl с образованием хлорноватокислой соли и кислорода, может протекать лишь тогда, когда количество щелочи, поступающей от катода, эквивалентно всему количеству хлора, образующегося на аноде.

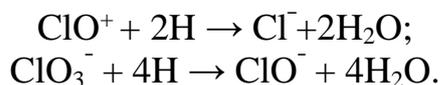
Если щелочи будет поступать меньше, то на аноде начнут выделяться хлор и кислород. Количественные соотношения между Cl₂ и O₂, будут зависеть от количества щелочи и хлора вступающих во взаимодействие, и от концентрации NaCl в исходном растворе. Основным условием электролиза NaCl для получения хлора и щёлочи является разделение катодных (щелочи) и анодных (хлора) продуктов.

Равновесия между католитом и анолитом будут сдвинуты у анода в сторону свободного хлора и хлорноватистой кислоты, а у катода в сторону щёлочи и хлорноватокислой соли. При перемешивании электролита и хлорируемой руды в анодном пространстве концентрация хлора и хлорноватистой кислоты будет одинакова во всех частях анодного пространства.

В электролизере с диафрагмой устраняется механическое смешивание анодных и катодных продуктов электролиза. Так, при известных условиях водород на катоде до того как выделиться в молекулярном состоянии, реагирует с имеющимися в растворе окислителями и восстанавливает их. Этот процесс носит название деполяризации.



В данном случае водород, не выделяясь в виде молекулярного, восстанавливается с переменной заряда:



Водород, выделяющийся на катоде, реагирует с имеющимися в электролите окислителями. Причины катодного восстановления водорода лежат в значительно более низких концентрациях водородных ионов, чем это необходимо для выделения молекулярного водорода при данном электродном потенциале. Состав электролита в процессе электролиза будет меняться не только в зависимости от условий электролиза, но и в зависимости от среды электролита.

В щелочной среде в электролите могут одновременно находиться: NaCl, NaOH, NaClO и NaClO₃; в нейтральной среде: NaCl, NaClO, HClO и Cl₂; в кислой среде: NaCl, HClO, HCl, HClO₃, Cl₂, O₂.

Процесс электрохлоринации, как и процесс электролитического получения хлора и щёлочи должен для разделения катодного и анодного пространства проводиться в электролизере, снабженном диафрагмой или мембраной. Электрохлоринация без диафрагмы характеризуется полным смешением продуктов электролиза и большой интенсивностью побочных реакций. Если щелочь будет поступать от катода в количестве, эквивалентном количеству образующегося хлора, то последний будет полностью расходоваться на образование хлорноватистой соли.

Скорость растворения металла можно значительно интенсифицировать применением при выщелачивании повышенных давлений.

В целом, обзор литературных данных по электрохимической хлоринации свидетельствует об перспективности использования данного метода для извлечения ценных компонентов из руд и техногенных продуктов. Химизм растворения металлов и минералов заключается в комплексном воздействии образующихся в процессе электрохлоринации на растворяемые компоненты газообразного хлора, хлорноватистой и соляной кислот. Возможны режимы образования гипохлорита натрия и трихлорид-ионов.

При электрохимической хлоринации в процессе непрерывно электролиза раствора NaCl в присутствии руды происходит непрерывное пополнение раствора растворяющими агентами и непосредственный их контакт с растворяемыми компонентами. Всё это существенно увеличивает скорость растворения и полноту извлечения ценных компонентов в раствор.

6.2 Экспериментальные исследования электрохимической хлоринации сульфидного продукта переработки вольфрамсодержащих хвостов обогащения

Исследования выполнены на навесках коллективного сульфидного медно-молибденового продукта массой 100 г.

Для диафрагменной агитационной электрохимической хлоринации использована лабораторная установка, фотография которой приведена на рисунке 4.2, принципиальная схема и общий вид электрохлоринатора приведены на рисунке 6.1.

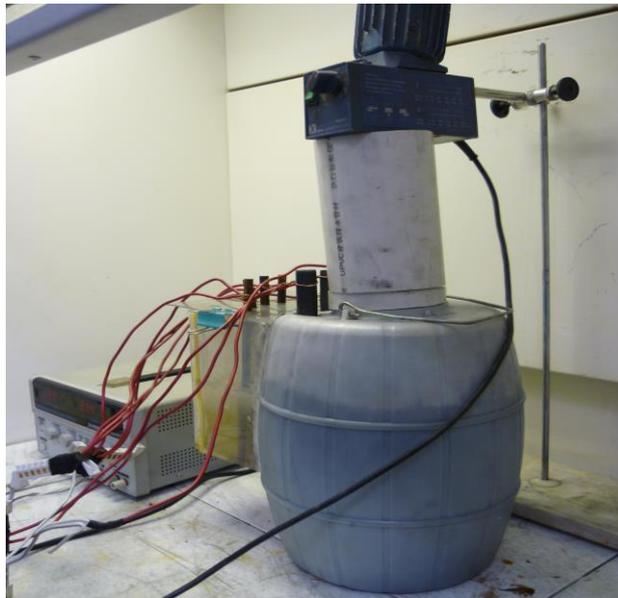


Рис. 6.1 - Фотография установки для агитационной электрохимической хлоринации: 1 – диафрагменный электрохлоринатор; 2 – мешалка; 3 – источник тока

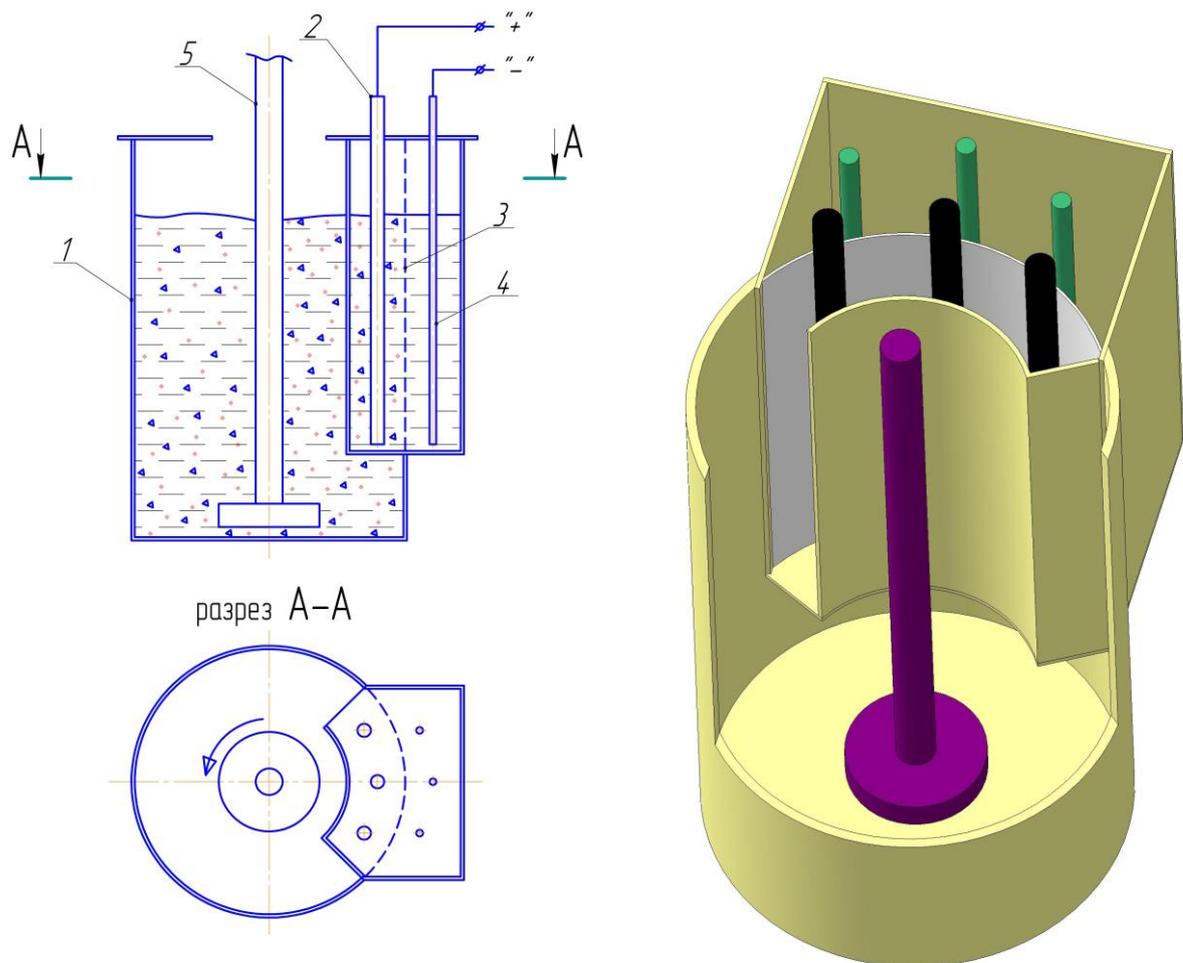


Рис. 6.2. Принципиальная схема диафрагменного электрохлоринатора: 1 – корпус; 2 – анод; 3 – диафрагмовая перегородка; 4 – катоды; 5 – мешалка

Лабораторная установка состоит из емкости, поделенной на анодную и катодную части диафрагмой 3. В анодной части размещена мешалка 5 и графитовые аноды 2, в катодной части – железные катоды 4.

Технические характеристики разработанной экспериментальной установки приведены в таблице 6.1

Переменными факторами при проведении экспериментов являлись сила тока на электродах и продолжительность растворения.

Таблица 6.1 – Параметры экспериментальной установки

Параметры	Значение
Диафрагменный электрохлоринатор	
Материал	Пластик
Размеры:	
длина	340 мм
ширина	240 мм
высота	310 мм
Объем анодной камеры	0,015 м ³
Объем катодной камеры	0,0027 м ³
Размеры электродов:	
анода	Диаметр=20 мм, высота=252 мм
катада	Диаметр=10 мм, высота=236 мм
Мешалка	
Название	Kika
Скорость перемешивания	0÷350 об/мин
Источник тока	
Название	GwINSTEK GPS-3303C
Сила тока	0÷6 А

Эксперименты выполняли следующим образом. Приготовили раствор NaCl с концентрацией 50 г/л и залили его в диафрагменный электрохлоринатор. В анодную часть засыпали навеску продукта. Далее проводили электролиз раствора хлорида натрия с одновременным перемешиванием продукта. Скорость вращения мешалки составляла 350 об/мин. В ходе эксперимента снимали показания температуры (рис. 6.3) и pH раствора в анодной камере (таблица 6.2). По окончании процесса электрохимической хлоринации навеску продукта профильтровали, промыли водой от кислоты, высушили, взвесили на весах и направили на химический анализ на определение содержания меди и молибдена в вольфрамсодержащем продукте. Полученный раствор также направили на анализ. Параметры и результаты экспериментов занесены в таблицы 6.2 и 6.3.

Таблица 6.2 – Показатели изменения рН раствора в анодной камере

Опыт 1		Опыт 2		Опыт 3		Опыт 4		Опыт 5	
Т, мин	рН								
0	5	0	5	0	5	0	5	0	5
10-240	4	10	4	10	4	10	3	10	3
		20	3	20	3	20	3	20	3
		30-360	2	30-540	2	30	2	30	2
						40	2	40	2
						50-360	1	50-540	1

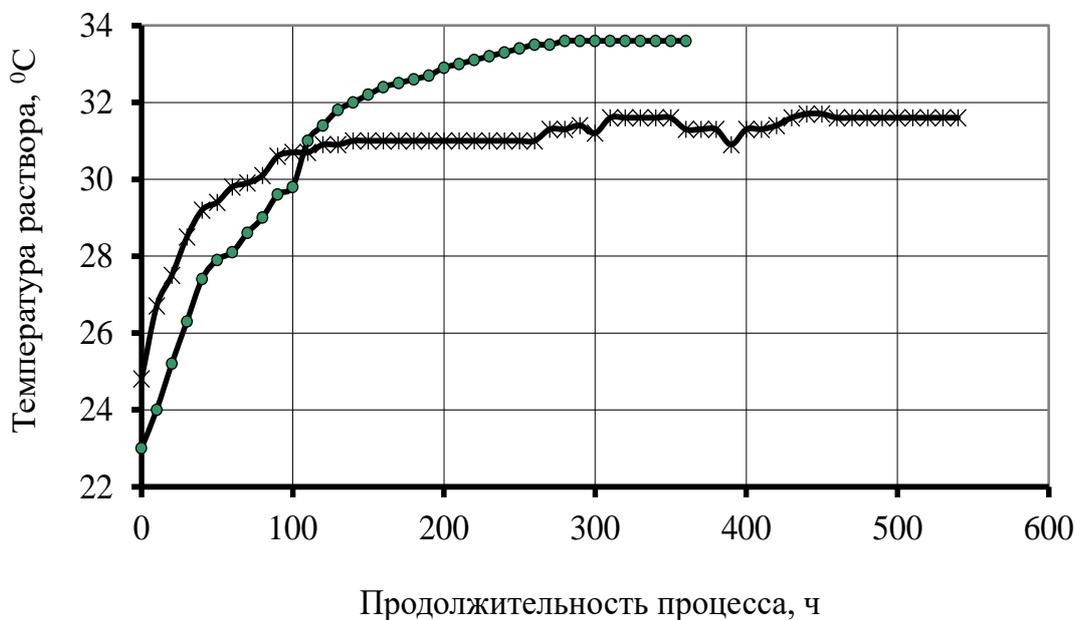
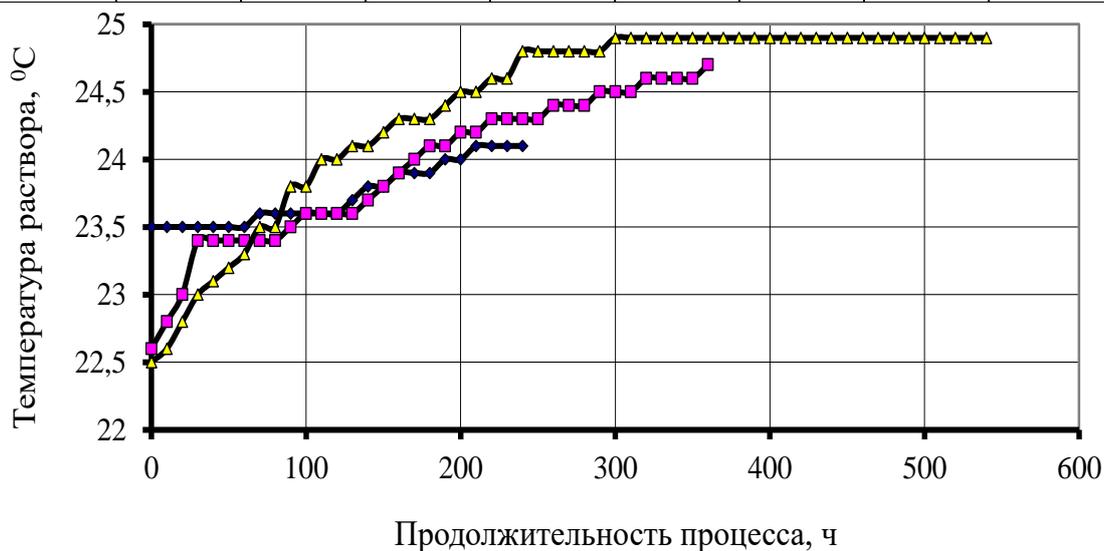


Рис. 6.3 - Зависимость температуры раствора от продолжительности процесса электрохимической хлоринации: 1-опыт 1; 2-опыт 2; 3-опыт 3; 4-опыт 4; 5-опыт 5

Таблица 6.3 – Параметры электрохимической хлоринации медно-молибденового промпродукта

№ опыта	Параметры установки	Концентрация раствора C_{NaCl} , г/л	Сила тока I, А	Продолжительность растворения t, ч
1	Установка с перемешиванием, аноды и катоды разделены перегородкой. Аноды из нержавеющей стали, катоды железные	50	3	4
2	Установка с перемешиванием, аноды и катоды разделены перегородкой, аноды графитовые, катоды железные	50	3	6
3	Установка с перемешиванием, аноды и катоды разделены перегородкой, аноды графитовые, катоды железные	50	3	9
4	Установка с перемешиванием, аноды и катоды разделены перегородкой, аноды графитовые, катоды железные	50	6	6
5	Установка с перемешиванием, аноды и катоды разделены перегородкой, аноды графитовые, катоды железные	50	6	9

Таблица 6.4 – Результаты электрохимической хлоринации медно-молибденового продукта сульфидной флотации вольфрамсодержащих хвостов

№ опыта	Масса навески, г		Массовая доля в исходном продукте		Массовая доля в конечном продукте		Извлечение в навеску		Извлечение в раствор	
	Исходная	Конечная	Cu	Mo	Cu	Mo	Cu	Mo	Cu	Mo
1	100	82,4	0,96	0,72	0,12	0,87	10,3	99,93	89,7	0,07
2	100	90,2	0,96	0,72	0,13	0,80	12,21	99,95	87,79	0,09
3	100	80,5	0,96	0,72	0,13	0,89	10,90	99,94	89,10	0,06
4	100	75,8	0,96	0,72	0,06	5,45	4,75	99,91	95,26	0,09
5	100	90,5	0,96	0,72	0,04	0,79	3,77	99,89	96,23	0,11

Результаты таблицы 6.4 свидетельствуют о высокой эффективности электрохимической хлоринации коллективного медно-молибденового продукта. Извлечение меди в раствор достигает 95 – 96 %, а потери молибдена с раствором составляют около 0,1 %. Процесс электрохимической хлоринации может быть взят на вооружение при дальнейшей разработке технологии разделения меди и молибдена из вольфрамсодержащего продукта.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Краткие выводы по результатам исследований.

Исследования выполнены на пробе хвостов обогащения руды месторождения Кара-Оба.

Проведено изучение физико-химических свойств, гранулометрического состава, распределения металлов по классам крупности. Минералогическим анализом показано, что рудные минералы представлены вольфрамитом, шеелитом, молибденитом, халькопиритом и касситеритом. Плотность хвостов колеблется от 1200 до 2300 кг/м³, максимальная крупность частиц в хвостах составляет 5-3 мм, выход класса крупности минус 0,071 мм находится в пределах от 80 до 88 %. Массовая доля трёхокси вольфрама находится в пределах от 0,11 до 0,35 %. В хвостах также присутствуют Mo, Cu, Sn.

Минералы пустой породы представлены кварцем, полевыми шпатами и слюдой.

Комбинированным ситовым анализом и химическим анализом классов крупности на WO₃, Mo, Cu, Sn показано, что металлы по классам крупности распределяются относительно равномерно, с увеличением их количества в мелких классах.

Выполнены экспериментальные исследования по определению оптимальных технологических параметров гравитационно-флотационно-гравитационного обогащения хвостов.

Для предварительного обогащения хвостов исследованы методы обогащения на концентрационном столе, на винтовом сепараторе и в циркуляционном модуле.

Сравнительный анализ результатов предварительного обогащения показал, что лучшие результаты достигнуты при обогащении методом циркуляционной концентрации.

В оптимальной режиме получен концентрат циркуляционной концентрации с массовой долей WO₃ 9,76 % и Sn 1,95 %.

Концентрат предварительного гравитационного обогащения направлен на флотационное обогащение.

Исследованы сульфидная и оловянная флотации.

Сульфидную флотацию проводили с помощью бутилового ксантогената калия и вспенивателя Т-92 в нейтральной среде. В оптимальном режиме сульфидной флотации получен коллективный медно-молибденовый продукт с массовой долей Mo 0,72 % и Cu – 0,96 %. Потери WO₃ с пенным продуктом составили 4,19 %, а потери олова – 3,7 %.

В камерном продукте сульфидной флотации получен коллективный вольфрамо-оловянный продукт с массовой долей WO₃ 27,45 % и Sn – 5,51 % при извлечении соответственно 95,81 % и 96,27 %.

Камерный продукт сульфидной флотации подвергнут оловянной флотации.

В результате оловянной флотации получен пенный продукт с массовой долей Sn 11 % при извлечении 99,6 % и камерный продукт с массовой долей WO₃ 51,8 % при извлечении 95,9 %.

Продукты оловянной флотации подвергнуты гравитационному обогащению методом турбулизационной центробежной сепарации.

Из пенного продукта получен оловянный концентрат с массовой долей Sn 54 % и WO₃ 9,5 %.

Из камерного продукта оловянной флотации получен вольфрамовый концентрат с массовой долей WO₃ 66,8 % и массовой долей Sn – 0,07 %.

На основании проведённых исследований по оптимизации технологии переработки хвостов разработана технологическая схема и рассчитан баланс по конечным продуктам. Показана возможность получения вольфрамового и оловянного кондиционных концентратов.

В целом, проведённые исследования показали принципиальную возможность переработки хвостов обогащения руды месторождения Кара-Оба по гравитационно-флотационно-гравитационной схеме с получением товарной продукции.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Месторождения редких металлов и редких земель Казахстана. Справочник. Второе издание / Нурабаев Б.К., Надырбаев А.А., Тулегенов М.К., Тансыкбаева Ж.Б. / Алматы, 2015. – 269 с.
2. Техногенное минеральное сырьё рудных месторождений Казахстана. Справочник. Второе издание / Нурабаев Б.К., Надырбаев А.А., Тулегенов М.К., Тансыкбаева Ж.Б. / Алматы, 2016. – 155 с.
3. Иванов Прокопьев Иванов В. Д., Прокофьев С. А. Винтовые аппараты для обогащения руд и песков в России. - М.: изд. "ДАКСИ". – 2000. – 239 с.
4. Морозов Ю. П. Теоретическое обоснование и разработка новых методов и аппаратов извлечения мелкодисперсных благородных металлов из руд техногенного сырья. Дисс... докт. техн. наук: 25.00.13 / Морозов Юрий Петрович. Екатеринбург, 2001. – 397 с.
5. Руководство по эксплуатации центробежного турбулизационного сепаратора «К-200ВЛ». – Екатеринбург, 2018. – 18 с.
6. Барский Л. А., Козин В. З. Системный анализ в обогащении полезных ископаемых. М.: Недра, – 1978. – 476 с.
7. Морозов Ю. П. Теоретическое обоснование и разработка новых методов и аппаратов извлечения мелкодисперсных благородных металлов из руд техногенного сырья. Дисс... докт. техн. наук: 25.00.13 / Морозов Юрий Петрович. Екатеринбург, 2001. – 397 с.,
8. Морозов Ю. П. Накопительные технологии обогащения полезных ископаемых // Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья: материалы междунар. науч.-техн. конф. Екатеринбург: АМБ, 2004. С. 6-12.

Отзыв

Научного руководителя на диссертационную работу магистранта специальности 6M073700-Обогащение полезных ископаемых Әбіласан Нұрболат Нұрланұлы. Тема «Исследования по переработке вольфрамсодержащих хвостов с получением вольфрамового концентрата».

Диссертационная работа посвящена исследованию по переработке лежалых вольфрамсодержащих хвостов с получением вольфрамового концентрата. Переработка данного вида техногенного сырья наряду с получением вольфрамового концентрата, дает возможность снизить высокие техногенные нагрузки на экологические уязвимые природные системы и проживающие в них население. Поэтому проведение исследований по переработке данного вида техногенного сырья является актуальной.

Магистрантом изучены физико-химические свойства, гранулометрический состав хвостов, распределения полезных компонентов по классам крупности. Выполнены экспериментальные исследования по определению оптимальных технологических параметров гравитационно-флотационного обогащения хвостов. Гравитационный концентрат предварительного обогащения с целью повышения качества по трехокиси вольфрама был подвергнут флотационному обогащению. В камерном продукте сульфидной флотации получен коллективный вольфрам-оловянный продукт с массовой долей трехокиси вольфрама 27,45% при извлечении 95,81%. В результате оловянной флотации получен камерный продукт с массовой долей WO₃ 51,82% при извлечении 95,92%.

Центробежной сепарацией камерного продукта оловянной флотации в тяжелый фракции получен вольфрамовый концентрат с массовой долей трехокиси вольфрама 66,8% при извлечении в него WO₃ 92,7% от операции. Массовая доля олова в тяжелой фракции составляет 0,074%.

Выполненный объем исследовательской работы соответствует требованиям предъявляемым и магистерским диссертациям, а автор работы Әбіласан Нұрболат Нұрланұлы заслуживает присуждения академической степени магистра по специальности 6M073700-«Обогащение полезных ископаемых».

Научный руководитель

канд.техн.наук, профессор



Шаутенов М.Р.
27.06.2020

Оценка работы

Рецензируемая исследовательская работа относится к перспективным в области переработки техногенного сырья. Выполненный объем работ за период исследований заслуживает оценки – 90%, а магистрант Әбіласан Нұрболат Нұрланұлы заслуживает присуждения академической степени магистра по специальности «Обогащение полезных ископаемых».

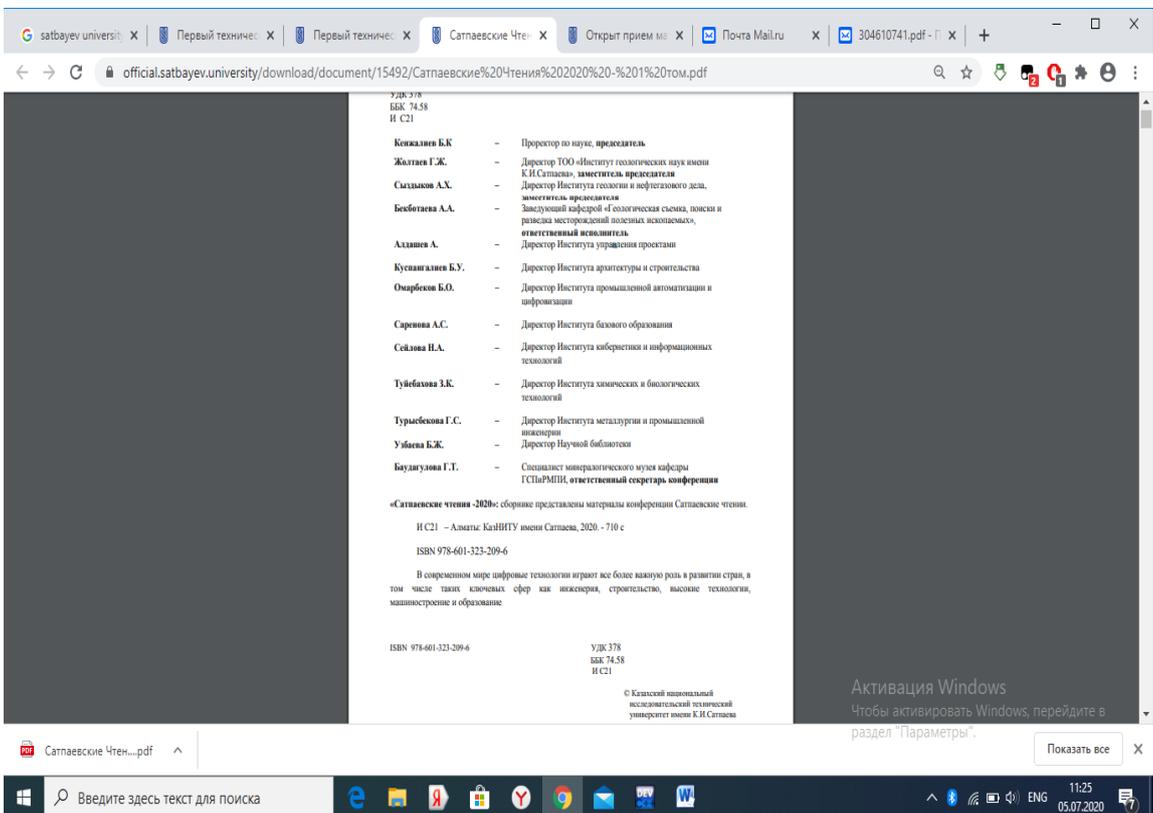
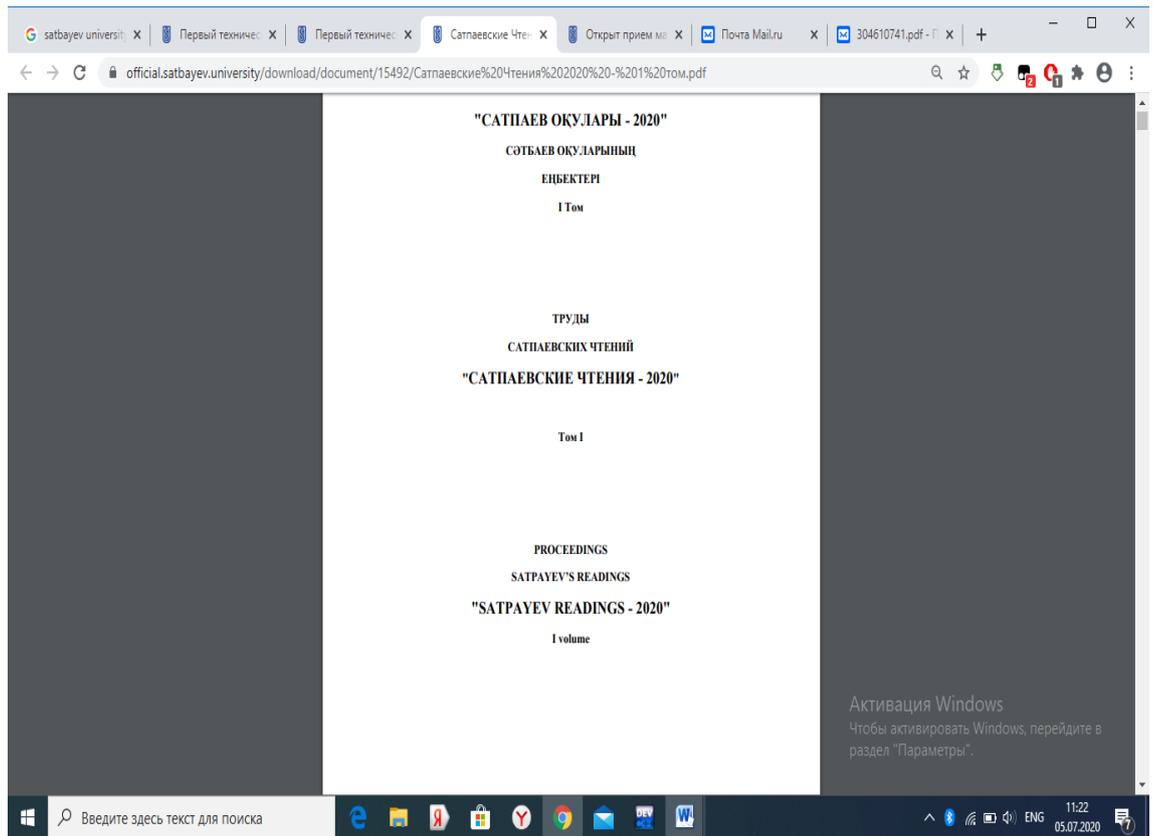
Рецензент

Канд.техн.наук,
ведущий научный

сотрудник АО «ИМиО»



Семущкина Л.В.
03.07.2020



Н.Н.Әбіласан, Н.Т.Аққазина
Научный руководитель – М.Р.Шаутенов, проф. к.т.н., доцент
Satpayev University, Казахстан, г. Алматы
aknazim@mail.ru

Исследования по переработке вольфрамсодержащих лежалых хвостов

В статье рассмотрена возможность переработки вольфрамсодержащих хвостов обогащения с получением продуктов обогащения на основе гравитационных и флотационных методов обогащения.

Ключевые слова: хвосты обогащения, гранулометрический состав, гравитационное обогащение, флотационное обогащение, концентрационный стол, циркуляционный модуль, продукты обогащения, выход, содержание, извлечение.

Несмотря на значительные запасы полезных ископаемых, истощение минеральных ресурсов является одной из важнейших проблем во всем мире. Слабое использование ресурсосберегающих технологий способствует большим потерям полезных ископаемых при добыче и обогащении сырья. Анализ развития техники и технологии обогащения полезных ископаемых за последние 10-15 лет указывает на значительные достижения отечественной фундаментальной науки в области познания основных явлений и закономерностей при разделении минеральных комплексов, что позволяет создавать высокоэффективные процессы и технологии для переработки руд сложного вещественного состава и хвостов обогащения.

В последние годы большое внимание уделяется вовлечению в переработку техногенных продуктов, в том числе хвостов обогащения различных руд. Однако сложный химический, минералогический и гранулометрический состав хвостов, а также широкий набор содержащихся в них полезных компонентов требуют проведения большого объема работ по адаптации известных методов переработки и разработки новых способов, аппаратов и режимов обогащения.

Объектом исследований являются лежалые вольфрамсодержащие хвосты накопленные в двух хвостохранилищах с объемом 2,8 млн тонн, расположенных в Карагандинской области.

Исследования выполнены на пробе хвостов массой 500 кг, отобранной из нового хвостохранилища. Анализ результатов по точечным пробам показал, что плотность хвостов колеблется в пределах от 1200 до 2300 кг/м³, максимальная крупность частиц в хвостах составляет 5-3 мм, выход класса минус 0,071 мм находится в пределах от 80 до 88 %. Массовая доля трёхокси вольфрама находится в пределах от 0,11 до 0,35 %, молибдена – от 0,050 до 0,23 %, меди – от 0,10 до 0,25 %, олова – от 0,10 до 0,20 %.

Минералогический анализ проб показал, что рудные минералы представлены вольфрамитом, шеелитом, молибденитом, халькопиритом и касситеритом. Минералы пустой породы представлены кварцем, полевыми шпатами и слюдой.

Комбинированным ситовым анализом получена гранулометрическая характеристика хвостов в объединенной пробе. Классы крупности подвергнуты химическому анализу на вольфрам, молибден, медь и олово.

Результаты гранулометрического анализа с массовой долей металлов по классам крупности представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Результаты гранулометрического анализа с массовой долей металлов по классам крупности

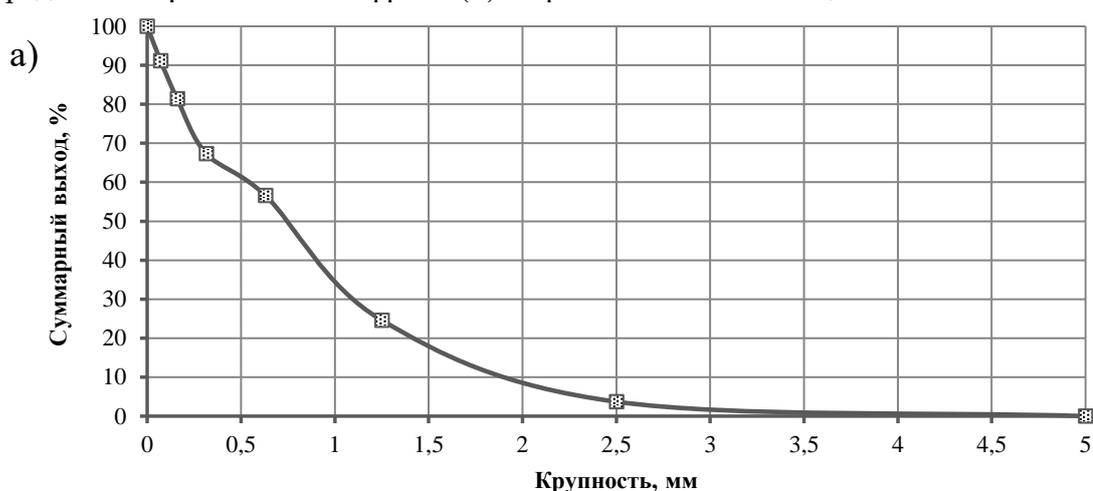
Класс крупности, мм	Выход, %	Массовая доля, %			
		WO ₃	Mo	Cu	Sn
+ 2,5	3,7	0,09	0,03	0,10	0,06
– 2,5 + 1,25	20,9	0,11	0,05	0,12	0,08
– 1,25 + 0,63	32,0	0,12	0,06	0,13	0,10
– 0,63 + 0,315	10,7	0,14	0,08	0,15	0,14
– 0,315 + 0,16	14,1	0,22	0,11	0,22	0,18
– 0,16 + 0,071	9,8	0,27	0,17	0,24	0,20
– 0,071	8,8	0,31	0,25	0,26	0,21
Итого	100,0	0,16	0,09	0,16	0,13

Анализ результатов, гранулометрического состава хвостов показывает, что массовая доля металлов в классах крупности хвостов возрастает с уменьшением крупности зерен. Распределение металлов по классам крупности приведено в таблице 2.

Таблица 2 – Распределение металлов по классам крупности в исследуемых хвостах

Класс крупности, мм	Выход, %	Распределение, %			
		WO ₃	Mo	Cu	Sn
+ 2,5	3,7	2,08	1,23	2,31	1,71
– 2,5 + 1,25	20,9	14,37	11,61	15,68	12,86
– 1,25 + 0,63	32,0	24,00	21,33	26,00	24,62
– 0,63 + 0,315	10,7	9,36	9,51	10,03	11,52
– 0,315 + 0,16	14,1	19,39	17,23	19,39	19,52
– 0,16 + 0,071	9,8	16,54	18,51	14,70	15,08
– 0,071	8,8	14,26	20,58	11,89	14,69
Итого	100,0	100,00	100,00	100,00	100,00

На рисунке приведены гранулометрическая характеристика (а) и диаграмма распределения трёхокси вольфрама (б) в пробе хвостов обогащения.



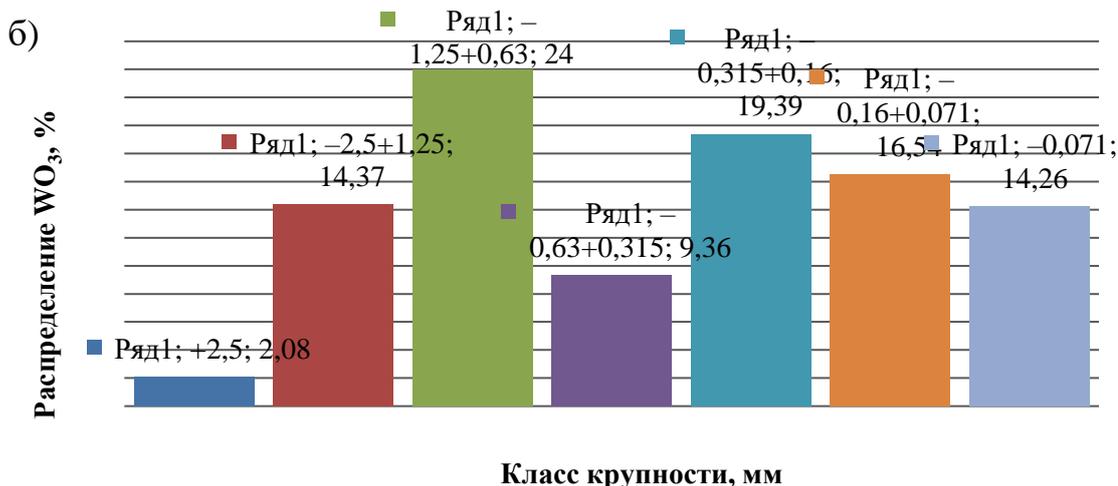


Рисунок – Гранулометрическая характеристика пробы хвостов обогащения (а) и диаграмма распределения трёхокси вольфрама в них (б)

Из таблицы 2 и рисунка следует, что металлы по классам крупности распределяются относительно равномерно с преобладанием WO₃ в классе крупности – 1,25 + 0,63 мм.

Исследования обогатимости хвостов проведено в лабораторных условиях гравитационными и флотационными методами.

Исследованы возможности предварительного обогащения на концентрационном столе, на винтовом сепараторе и циркуляционном модуле.

Результаты предварительного обогащения показали, что наиболее эффективным методом является метод циркуляционной концентрации, при реализации которого получен вольфрамовый продукт с массовой долей вольфрама 7,6 % при извлечении в него вольфрама 83,5 %.

На концентрате предварительного обогащения проведены исследования флотоклассификации с получением сульфидного пенного продукта и камерного продукта, представляющего собой коллективный вольфрама-оловянный продукт.

На коллективном вольфрама - оловянный продукте реализована оловянная флотация. В качестве реагентов- собирателей использованы оксал гидроксамовые кислоты в кислой среде.

В качестве подавителя флотации вольфрамовых минералов использованы жидкое стекло. Пенный и камерный продукты оловянной флотации подвергнуты турбулизационной центробежной сепарации с получением оловянного и вольфрамового концентратов.

Баланс по конечным продуктам приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Баланс по конечным продуктам схемы переработки лежалых вольфрамсодержащих хвостов

Наименование продукта	Выход, %	Массовая доля, %		Извлечение, %	
		WO ₃	Sn	WO ₃	Sn
Коллективный сульфидный продукт	0,90	0,62	0,11	3,49	3,30
Оловянный концентрат	0,03	9,52	54,1	1,78	54,10
Вольфрамовый концентрат	0,18	66,80	0,07	75,15	0,42
Хвосты	98,89	0,03	0,01	19,59	42,18

Исходные хвосты	100,0	0,16	0,03	100,0	100,0
-----------------	-------	------	------	-------	-------

Проведенными исследованиями показано, что в результате переработки лежалых хвостов обогащения, возможно получение кондиционного вольфрамового концентрата с массовой долей трёхокси вольфрама (WO_3) 66,8 % при извлечении в него трёхокси вольфрама 75 %. Массовая доля олова в концентрате составляет 0,07 %.

Также возможно получения кондиционного оловянного концентрата с массовой долей олова 54 % при извлечении в него олова 54 %.

Исследования проведены на основе НИР по программе ПЦФ № 2018/BR05235618 Модернизация технологий и производств в горнодобывающей и горноперерабатывающей отраслях по теме "Разработка технологии переработки лежалых вольфрамсодержащих хвостов" (авторы научный руководитель Шаутенов М.Р., соруководитель Ю.П.Морозов).

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

9. Месторождения редких металлов и редких земель Казахстана. Справочник. Второе издание / Нурабаев Б.К., Надырбаев А.А., Тулегенов М.К., Тансыкбаева Ж.Б. / Алматы, 2015. – 269 с.

10. Техногенное минеральное сырьё рудных месторождений Казахстана. Справочник. Второе издание / Нурабаев Б.К., Надырбаев А.А., Тулегенов М.К., Тансыкбаева Ж.Б. / Алматы, 2016. – 155 с.

11. Иванов Прокопьев Иванов В. Д., Прокофьев С. А. Винтовые аппараты для обогащения руд и песков в России. - М.: изд. "ДАКСИ". – 2000. – 239 с.

12. Морозов Ю. П. Проектирование обогатительных фабрик. Часть 2. Выбор и расчет технологического оборудования: учебник для вузов / Ю. П. Морозов. – Екатеринбург: Изд-во УГГУ, 2014. – 266 с.

13. Морозов Ю. П. Теоретическое обоснование и разработка новых методов и аппаратов извлечения мелкодисперсных благородных металлов из руд техногенного сырья. Дисс... докт. техн. наук: 25.00.13 / Морозов Юрий Петрович. Екатеринбург, 2001. – 397 с.

14. Хамидулин И. Х. Технологии извлечения золота с использованием циркуляционной концентрации: дисс.... канд. техн. наук: 25.00.13 / Хамидулин Иршат Халилович. – Екатеринбург, 2017. – 125 с.

15. Руководство по эксплуатации центробежного турбулизационного сепаратора «К-200ВЛ». – Екатеринбург, 2018. – 18 с.

N.N.Abilasan, N.T.Akkazina
Satpayev University, Almaty, Kazakhstan.
scientific adviser - M.R. Shautenov, prof. cand. tech. sciences

Research on the processing of tungsten-containing stale tails

Abstract: The article considers the possibility of processing tungsten-containing enrichment tails to obtain enrichment products based on gravity and flotation enrichment methods.

Key words: enrichment tailings, particle size distribution, gravity enrichment, flotation enrichment, concentration table, circulation module, enrichment products, yield, content, recovery.

Н.Н.Әбіласан, Н.Т.Аққазина
Ғылыми жетекші – М.Р.Шаутенов, проф. т.ғ.к., доцент
Satpayev University, Қазақстан, Алматы қ-сы

Вольфрамқұрамды қалдықтарды қайта өңдеуді зерттеу

Мақалада вольфрамқұрамды қалдықтарды гравитациялық және флотациялық байыту әдістерінің негізінде байыту өнімдерін алу.

Түйінді сөздер: байыту қалдықтары, гранулометриялық талдау, гравитациялық байыту, флотациялық байыту, концентрациялық үстел, циркуляциялық модуль, байыту өнімдері, шығым, үлесі, бөліп алу дәрежесі.



СЕРТИФИКАТ

«САТПАЕВСКИЕ ЧТЕНИЯ - 2020»

Секция: «Современное развитие технологий в обогащении полезных ископаемых и металлургии»

Авторы: ОБЛАСАН Н.Н., АККАЗИНА Н.Т.

Тема: «Исследования по переработке вольфрамсодержащих лежалых хвостов»

Директор ИМиПИ



Г.С. Турысбекова

Протокол анализа Отчета подобия Научным руководителем

Заявляю, что я ознакомился(-ась) с Полным отчетом подобия, который был сгенерирован Системой выявления и предотвращения плагиата в отношении работы: Автор: Әбіласан Нұрболат Нұрланұлы

Название: Исследования по переработке вольфрамсодержащих хвостов с получением вольфрамового концентрата

Координатор: Мэлс Шаутинов

Коэффициент подобия 1:0,4

Коэффициент подобия 2:0

Замена букв:133 Интервалы:0 Микропробелы:0 Белые знаки: 0

После анализа Отчета подобия констатирую следующее:

обнаруженные в работе заимствования являются добросовестными и не обладают признаками плагиата. В связи с чем, признаю работу самостоятельной и допускаю ее к защите;

обнаруженные в работе заимствования не обладают признаками плагиата, но их чрезмерное количество вызывает сомнения в отношении ценности работы по существу и отсутствием самостоятельности ее автора. В связи с чем, работа должна быть вновь отредактирована с целью ограничения заимствований;

обнаруженные в работе заимствования являются недобросовестными и обладают признаками плагиата, или в ней содержатся преднамеренные искажения текста, указывающие на попытки сокрытия недобросовестных заимствований. В связи с чем, не допускаю работу к защите.

Обоснование:

.....

.....
Дата

Подпись
Научного руководителя



Шаутинов М.Р.

Протокол анализа Отчета подобия
заведующего кафедрой / начальника структурного подразделения

Заведующий кафедрой / начальник структурного подразделения
заявляет, что ознакомился(-ась) с

Полным отчетом подобия, который был сгенерирован Системой
выявления и предотвращения
плагиата в отношении работы:

Автор: Әбіласан Нұрболат Нұрланұлы

Название: Исследования по переработке вольфрамсодержащих хвостов
с получением вольфрамового концентрата

Координатор: Мэлс Шаутенов

Коэффициент подобия 1:0,4

Коэффициент подобия 2:0

Замена букв:133

Интервалы:0

Микропробелы:0

Белые знаки:0

После анализа отчета подобия заведующий кафедрой / начальник
структурного

подразделения констатирует следующее:

обнаруженные в работе заимствования являются добросовестными и
не обладают признаками

плагиата. В связи с чем, работа признается самостоятельной и
допускается к защите;

обнаруженные в работе заимствования не обладают признаками
плагиата, но их чрезмерное

количество вызывает сомнения в отношении ценности работы по
существу и отсутствием

самостоятельности ее автора. В связи с чем, работа должна быть вновь
отредактирована с целью

ограничения заимствований;

обнаруженные в работе заимствования являются
недобросовестными и обладают признаками

плагиата, или в ней содержатся преднамеренные искажения текста,
указывающие на попытки

сокрытия недобросовестных заимствований. В связи с чем, работа не
допускается к защите.

Обоснование:

Работа выполнена добросовестно и не обладает признаками плагиата.....
.....
.....
.....
.....
.....

05.07.2020

Барменишинова М.Б.

Дата

Подпись заведующего кафедрой / начальника структурного подразделения

Окончательное решение в отношении допуска к защите, включая обоснование: *Магистерская диссертация на тему «Исследования по переработке вольфрамсодержащих хвостов с получением вольфрамового концентрата» выполнена самостоятельно, добросовестно и не обладает признаками плагиата.*

Допуск к защите.

05.07.2020

Барменишинова М.Б.

Дата

Подпись заведующего кафедрой / начальника структурного подразделения

ДАТА ОТЧЕТА: 2020-07-01 09:54:31

НАЗВАНИЕ:

Исследования по переработке вольфрамсодержащих хвостов с получением вольфрамового концентрата

АВТОР:

Эбiласан Нурболат Нурланулы

НАУЧНЫЙ РУКОВОДИТЕЛЬ:

Мэлс Шаугенов

ПОДРАЗДЕЛЕНИЕ:

ИМиПИ

ДАТА ЗАГРУЗКИ ДОКУМЕНТА:

2020-07-01 09:53:02

КОЛИЧЕСТВО ПОВТОРНЫХ ПРОВЕРЕК ДОКУМЕНТА:

1

ПРОПУЩЕННЫЕ ВЕБ-СТРАНИЦЫ:

Объем найденных подоби

Обратите внимание! Высокие значения коэффициентов не означают плагиат. Отчет должен быть проанализирован экспертом.



Список возможных попыток манипуляций с текстом

В этом разделе вы найдете информацию, касающуюся манипуляций в тексте, с целью изменить результаты проверки. Для того, кто оценивает работу на бумажном носителе или в электронном формате, манипуляции могут быть невидимы (может быть также целенаправленное вписывание ошибок). Следует оценить, являются ли изменения преднамеренными или нет.

Замена букв Использование символов из другого алфавита - может указывать на способ обойти систему, поэтому следует установить их использование.	133	показать в тексте
Интервалы Количество увеличенного расстояния между буквами (просим определить является ли расстояние имитацией пробела, так как исходя слова могут быть написаны слитно).	0	показать в тексте
Микропробелы Количество пробелов с нулевым размером - необходимо проверить являются ли они на неправильное разделение слов в тексте.	0	показать в тексте
Белые знаки Количество символов, выделенных белым цветом, пожалуйста, проверьте не используются ли белые символы вместо пробела, соединя слова (в отчете подобия система изменяет автоматически цвет букв в черный, чтобы их сделать видимыми).	0	показать в тексте

Подобия по списку источников

Посмотрите список и проанализируйте, в особенности, те фрагменты, которые превышают КП №2 (выделенные жирным шрифтом). Используйте ссылку «Обозначить фрагмент» и обратите внимание на то, являются ли выделенные фрагменты повторяющимися короткими фразами, разбросанными в документе (совпадающие сходства), многочисленными короткими фразами расположенные рядом друг с другом (парафразирование) или обширными фрагментами без указания источника ("криптоцитаты").

10 самых длинных фраз (0,36 %)

Десять самых длинных фрагментов найденных во всех доступных ресурсах.

ПОРЯДКОВЫЙ НОМЕР	НАЗВАНИЕ И АДРЕС ИСТОЧНИКА URL (НАЗВАНИЕ БАЗЫ)	АВТОР	КОЛИЧЕСТВО ИДЕНТИЧНЫХ СЛОВ	
1	Probing the ZZgamma and Zgammagamma Couplings Through the Process $e^+e^- \rightarrow \nu\bar{\nu}\gamma$ (- https://arxiv.org/)	M. A. Hernandez-Ruiz, A. Gutierrez-Rodriguez, M. A. Perez;	14	0,16 %
2	Generation of Porous Alumina Layers in a Polydimethylsiloxane/Hydrogen Peroxide Medium on Aluminum Substrate in Corona Discharges (- Paperity)	C. Negrila, C. Luculescu, M. Ganciu, C. Diplasu, A. Groza, A. Surmelan;	9	0,10 %
3	https://studopedia.su/7_54546_himicheskie-svoystva.html		8	0,09 %

из базы данных RefBooks (0,26 %)

Все фрагменты найдены в базе данных RefBooks, которая содержит более 3 миллионов научных публикаций.

ПОРЯДКОВЫЙ НОМЕР	НАЗВАНИЕ	АВТОР	КОЛИЧЕСТВО ИДЕНТИЧНЫХ СЛОВ (КОЛИЧЕСТВО ФРАГМЕНТОВ)
---------------------	----------	-------	---

Источник: *Paperity*

1	Generation of Porous Alumina Layers in a Polydimethylsiloxane/Hydrogen Peroxide Medium on Aluminum Substrate in Corona Discharges	(C. Negriřa, C. Luculescu, M. Ganciu, C. Diplasu, A. Groza, A. Surmeian;)	9 (1) 0,10 %
---	---	---	--------------

Источник: <https://arxiv.org/>

1	Probing the ZZgamma and Zgammagamma Couplings Through the Process e+e- --> nu anti-nu gamma	(M. A. Hernandez-Ruiz, A. Gutierrez-Rodriguez, M. A. Perez;)	14 (1) 0,16 %
---	---	---	---------------

из домашней базы данных (0,00 %)

Все фрагменты найдены в базе данных вашего университета.

ПОРЯДКОВЫЙ НОМЕР	НАЗВАНИЕ	АВТОР	ДАТА ИНДЕКСАЦИИ (АРХИВАЦИИ)	КОЛИЧЕСТВО ИДЕНТИЧНЫХ СЛОВ (КОЛИЧЕСТВО ФРАГМЕНТОВ)
---------------------	----------	-------	-----------------------------------	---

ЗАИМСТВОВАНИЙ НЕ НАЙДЕНО

из программы обмена базами данных (0,00 %)

Все фрагменты найдены в базе данных других университетов.

ПОРЯДКОВЫЙ НОМЕР	НАЗВАНИЕ НАЗВАНИЕ БАЗЫ ДАННЫХ	АВТОР	ДАТА ИНДЕКСАЦИИ (АРХИВАЦИИ)	КОЛИЧЕСТВО ИДЕНТИЧНЫХ СЛОВ (КОЛИЧЕСТВО ФРАГМЕНТОВ)
---------------------	----------------------------------	-------	-----------------------------------	---

ЗАИМСТВОВАНИЙ НЕ НАЙДЕНО

из интернета (0,09 %)

Все фрагменты найдены в глобальных интернет-ресурсах открытого доступа.

ПОРЯДКОВЫЙ НОМЕР	ИСТОЧНИК URL	КОЛИЧЕСТВО ИДЕНТИЧНЫХ СЛОВ (КОЛИЧЕСТВО ФРАГМЕНТОВ)
1	https://studopedia.su/7_54546_himicheskie-svoystva.html	8 (1) 0,09 %