

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

«Казахский национальный исследовательский технический университет»
имени К.И. Сатпаева

Горно-металлургический институт имени О.А. Байконурова

Кафедра «Металлургия и обогащение полезных ископаемых»

Сағындық Әділхан Нұрланұлы

Исследование возможности получения сподуменового концентрата из хвостов
обогажительной фабрики Бакенского месторождения

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

к дипломному проекту

ОП 6В07203 – Metallургия и обогащение полезных ископаемых

Алматы 2024

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

«Казахский национальный исследовательский технический университет»
имени К.И. Сатпаева

Горно-металлургический институт имени О.А. Байконурова

Кафедра «Металлургия и обогащение полезных ископаемых»

ДОПУЩЕН К ЗАЩИТЕ
НАО «КазНТУ им.К.И.Сатпаева»
Горно-металлургический институт
им. О.А. Байконурова

ДОПУЩЕН К ЗАЩИТЕ
Заведующая кафедрой
«Металлургия и обогащение
полезных ископаемых»,
к.т.н, асоц.проф.
М.Б. Барменшинова
« 04 » 06 2024 г.

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА
к дипломному проекту

На тему: Исследование возможности получения сподуменового концентрата из хвостов
обогащительной фабрики Бакенского месторождения

ОП 6В07203 – Metallургия и обогащение полезных ископаемых

Выполнил

Сағындық Ә.Н.

Рецензент,
Заместитель начальника
производственно-технического отдела
ГӨК «Пустынное», магистр техн. наук
Кучербаев Б.Р.

« 3 » 06 2024 г.



Научный руководитель,
Ассоциированный профессор,
PhD-доктор

Мотовилов И.Ю.
« 3 » 06 2024 г.

Алматы 2024

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

«Казахский национальный исследовательский технический университет»
имени К.И. Сатпаева

Горно–металлургический институт имени О.А. Байконурова

Кафедра «Металлургия и обогащение полезных ископаемых»

ОП 6В07203 – Metallургия и обогащение полезных ископаемых

УТВЕРЖДАЮ

Заведующая кафедрой
«Металлургия и обогащение
полезных ископаемых»,

к.т.н., асоц.проф.

М.Б. Барменшинова

« 04 » *06* 2024 г.

ЗАДАНИЕ

на выполнение дипломного проекта

Обучающийся Сагындык Ә.Н.

Тема: Исследование возможности получения сподуменового концентрата из хвостов обогатительной фабрики Бакенского месторождения

Утверждена приказом Ректора Университета №548-П/Ө от «4» декабря 2023 г.

Срок сдачи законченной работы: « 11 » июня 2024 г.

Исходные данные к дипломному проекту: проба хвостов обогатительной фабрики Бакенского месторождения

Перечень подлежащих разработке в дипломном проекте вопросов:

а) литературный обзор

б) методика исследования

в) экспериментальная часть

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

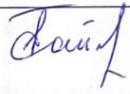
представлены _____ слайдов презентации работы

Рекомендуемая основная литературы: из 11 наименований

ГРАФИК
подготовки дипломного проекта

Наименование разделов, перечень разрабатываемых вопросов	Сроки представления научному руководителю	Примечание
Литературный обзор	02.01.2024-01.02.2024	
Методика исследования	01.02.2024-15.02.2024	
Экспериментальная часть	15.02.2024-01.05.2024	

Подписи
консультантов и нормоконтролера на законченный дипломный проект с указанием относящихся к ним разделов проекта

Наименования разделов	Консультанты, И.О.Ф. (уч. степень, звание)	Дата подписания	Подпись
Технологическая часть работы	Научный руководитель, ассоциированный профессор, PhD-доктор Мотовилов И.Ю.	03.06.2024	
Нормоконтролер	А.Н. Таймасова Ведущий инженер, магистр техн. наук	05.06.2024	

Научный руководитель



Мотовилов И.Ю.

Задание принял к исполнению

Сағындық Ә.Н.

Дата и подпись



«02» 01 2024 г.

АНДАТПА

Жұмыстың мақсаты – Бакен кен орнының байыту фабрикасының қалдықтарынан ниобийді толық бөліп алу бойынша зерттеу және құрамында литий бар концентрат алу технологиясын әзірлеу.

Мақсатты шешу үшін кенді байытуға дайындық процестерін жүргізу, заттық құрамын зерттеу, ең оңтайлы әдісті таңдау және байыту процестерін жүргізу, байыту өнімдерінің соңғы технологиялық схемасы мен өнімдердің балансын құру қажет.

Жұмыста 39 бет, 15 сурет, 9 кесте, 11 дереккөз бар. Түйінді сөздер: байыту, талдау, концентрат, қалдық, флотация, концентрациялық столда байыту, тантал-ниобий, литий, слюда.

Зерттеу нысаны – Бакен кен орнының байыту фабрикасының қалдықтары.

Жүргізілген жұмыстардың нәтижелері бойынша Бакен кен орнының қалдықтарын байытудың технологиялық схемасы әзірленіп, металдар балансы есептелді.

АННОТАЦИЯ

Цель работы – исследования по доизвлечению из хвостов обогатительной фабрики Бакенского месторождения ниобия и разработка технологии получения литийсодержащего концентрата.

Для решения цели необходимо провести подготовительные процессы для обогащения руды, изучить вещественный состав, выбрать наиболее оптимальный метод и провести обогатительные процессы, составить конечную технологическую схему и баланс продуктов обогащения.

Работа содержит 39 страниц, 15 рисунков, 9 таблиц, 11 источников. Ключевые слова: обогащение, анализ, концентрат, хвосты, флотация, концентрация на столе, тантало-ниобий, литий, слюда.

Объектом исследования является хвосты обогатительной фабрики Бакенского месторождения.

По результатам проведенных работ была разработана технологическая схема обогащения хвостов Бакенского месторождения и рассчитан баланс металлов.

ANNOTATION

The purpose of the work is research on the additional extraction of niobium from the tailings of the Bakenskoye processing plant and the development of technology for producing lithium-containing concentrate.

To achieve this goal, it is necessary to carry out preparatory processes for ore enrichment, study the material composition, choose the most optimal method and carry out enrichment processes, draw up the final technological scheme and balance of enrichment products.

The work contains 39 pages, 15 figures, 9 tables, 11 sources. Keywords: enrichment, analysis, concentrate, tailings, flotation, concentration on the table, tantalum-niobium, lithium, mica.

The object of the study is the tailings of the processing plant of the Bakenskoye deposit.

Based on the results of the work carried out, a technological scheme for enriching the tailings of the Baku deposit was developed and the balance of metals was calculated.

СОДЕРЖАНИЕ

	Введение	7
1	Литературный обзор	8
1.1	Типы редкометальной минерализации	8
1.2	Технологическая типизация руд редких металлов	9
1.3	Гравитационное обогащение редкометальных руд	11
1.4	Обогащение литиевых руд	12
1.5	Исследование руды на обогатимость	15
1.5.1	Обогащение руды на концентрационных столах	15
1.5.2	Доводка черновых гравитационных концентратов магнитной сепарацией	16
1.5.3	Флотация хвостов гравитационного обогащения	17
1.6	Анализ литературного обзора. Постановка задач	18
2	Методика исследования	19
2.1	Ситовой анализ и седиментационный анализ руды	19
2.2	Гравитационное обогащение. Концентрация на столе	23
2.3	Магнитная сепарация	25
2.4	Флотационное обогащение	26
3	Экспериментальная часть	27
3.1	Подготовка проб руды к исследованиям	27
3.2	Вещественный и химический состав исходной пробы	27
3.3	Ситовой анализ и седиментационный анализ	29
3.4	Концентрация на столе	30
3.5	Магнитная сепарация	31
3.6	Флотация лития из хвостов гравитационного обогащения	32
3.7	Разработка технологической схемы. Баланс металлов	34
	Заключение	36
	Список использованных источников	38

ВВЕДЕНИЕ

Обогащение руд редких металлов – это быстро растущая отрасль обогатительной техники, выдвигающая ряд новых требований к эффективности отдельных процессов обогащения и к их теории.

Для нужд современного химического машиностроения, металлургии высококачественных сталей (особожаропрочных и коррозионноустойчивых), радиотехники и электроники необходимы многие редкие металлы, используемые в основном в качестве легирующих добавок к конструкционным материалам, покрытий, высокомагнитных материалов. На редкие металлы предъявляет требования и современная хирургическая техника.

Развитие новых областей техники также тесно связано с применением редких металлов, частично или полностью входящих в состав особых материалов с резко улучшенными и новыми свойствами.

Все больше отраслей редкометальной промышленности переходит от выпуска малых партий металлов, сплавов и соединений к многотоннажному их производству.

Цель нашей работы – исследовать возможность доизвлечения ниобия и получения литийсодержащего концентрата из хвостов обогатительной фабрики Бакенского месторождения, и разработать технологическую схему обогащения.

Основными полезными компонентами на месторождении изначально считаются тантал и ниобий. По этому поводу при литературном обзоре учитывались редкие металлы в особенности тантал и ниобий.

1 Литературный обзор

1.1 Типы редкометальной минерализации

По типам минерализации руды редких металлов разделяются на четыре группы:

1) Руды, содержащие минералы одного редкого металла с более или менее постоянным содержанием в них ценного компонента, например, сподумен, берилл, бертрандит, циркон.

2) Руды, содержащие минералы нескольких редких металлов с непостоянным содержанием в них ценных компонентов, например, тантало-ниобаты изоморфных рядов пироклор-микролит колумбит-танталит, титано-тантало-ниобаты, лопарит, рутил, цезий- и рубидий содержащий поллуцит, и др.

3) Руды, содержащие изоморфные примеси редких металлов и металлоидов в полезных минералах, подвергаемых металлургической или химической переработке, например, кадмий содержащий сфалерит, индий содержащий марматит, кобальтсодержащий пирит, германийсодержащие магнетит или уголь и др. Рассеянные элементы в этих минералах имеют промышленную ценность. Последняя определяется экономикой их извлечения при химическом или металлургическом переделе основного концентрата.

Наличие некоторых редких металлов в минералах-носителях при достаточной их концентрации увеличивает отпускную цену на концентрат. Однако часто стоимость химического извлечения рассеянного элемента высока, в таких концентратах содержание редкого элемента не оплачивается горно-обогатительному предприятию.

4) Руды, содержащие не перерабатываемые химически минералы с изоморфной примесью непромышленных количеств редких металлов, например, слюды с рассеянным бериллием, литием, таллием, галлием, ниобием или редкими землями и др.

Руды часто характеризуются несколькими типами редко металльной минерализации. В них наряду с собственно редко металльными минералами первого или второго типа, та или иная часть редкого металла представлена минералами с рассеянными редкими элементами последних двух типов.

Часть рассеянных элементов, которая содержится в безрудных минералах, не подвергаемых химической или металлургической переработке, не имеет практической ценности. Устойчивой промышленной ценностью обладает только первый тип руд редких металлов. Для экономической оценки второго и третьего типов редкометальных руд решающее значение имеет распределение полезных элементов по минералам.

Обогащение редкометальных руд четвертого типа экономически нецелесообразно.

Для первых трех типов руд редких металлов детальное исследование вещественного состава является первым и весьма важным этапом технологического изучения. Количественный элементный анализ - химический,

спектральный или иной – не может охарактеризовать руду. Возникает необходимость составления баланса полезных компонентов по минералам, что в ряде случаев связано с большими трудностями. Очень часто наиболее эффективно решается эта задача благодаря сочетанию минералогических и обогащительных методов изучения полезного ископаемого.

Задачи обогащения руд разных типов редкометальной минерализации не совпадают.

Обогащение руд двух первых типов имеет своей целью получение селективных концентратов редкометальных и попутных полезных минералов и удаление вредных примесей. При этом из руд второго типа минерализации иногда стремятся получить концентраты отдельных минералов или их разновидностей, например, колумбитовые, микролитовые, гатчеттолитовые или пироклоровые с разным содержанием тантала. Получение селективных концентратов отдельных минералов существенно улучшает суммарные экономические показатели технологического передела руды.

Руды третьего типа обогащаются как руды минералов-носителей на медь, цинк, свинец, железо, углистое вещество, фосфаты и др. Из руд этого типа редкометальные концентраты получаются чаще всего при химико-металлургическом переделе в виде пылей, шлаков, кеков, шламов и т. д. В обогащительной части схемы получают концентраты минералов-носителей, которые в качестве редкометального сырья представляют собой только полупродукты.

Возможность более полного извлечения рассеянных элементов, независимо от их влияния на отпускные цены, является составным элементом рациональной схемы обогащения.

1.2 Технологическая типизация руд редких металлов

Для технологической типизации руд редких металлов, находящейся еще на предварительной стадии, имеют значение минералого-петрографическая и текстурно-структурная характеристики руд, которые могут оказаться близкими у руд разного генезиса. Эти особенности руд исключительно важны для их обогащения. Они определяют: минеральный комплекс, подлежащий разделению; размер вкрапленности рудообразующих минералов; характер ассоциаций и состав сростков; степень развития вторичных процессов — каолинизации, серицитизации, окисления и др. В совокупности эти особенности определяют возможные методы и схемы обогащения руды.

Вместе с тем геолого-минералогическая характеристика руд не исчерпывает всех факторов, определяющих технологический тип руд. Важнейшее значение для первичной технологии руды, в первую очередь, для ее обогащения, имеют:

1) содержание и относительная промышленная ценность отдельных полезных компонентов руды, определяющие направленность схемы обогащения на полноту извлечения основных компонентов;

2) соотношение содержаний в руде трудноразделяемых минералов, наиболее надежно определяемое модулями, т. е. отношением полезного минерала к трудноотделяемому минералу;

3) допустимое содержание лимитируемых вредных примесей согласно техническим требованиям на концентраты.

Рассмотрение всех этих факторов и их технико-экономический анализ создают основы для технологической типизации руд, которая во многих случаях существенно отличается от минералого-петрографической типизации.

Возможность технологической типизации рассмотрим на примере бериллиевых и тантало-ниобиевых руд. Минералого-генетическая характеристика этих руд и месторождений приведена в ряде работ.

Основными признаками при технологической типизации бериллиевых руд, существенными для их обогащения, могут быть приняты:

1) минеральные формы бериллия: берилл, фенакит, бертрандит, хризоберилл (руды, содержащие эти минералы, относятся преимущественно к первому типу редкометальной минерализации); во многих рудах бериллий представлен несколькими минеральными формами;

2) размер вкрапленности: крупно- и средневкрапленные, из которых значительная часть берилла или безрудного материала может быть извлечена в кусковом виде рудоразборкой; мелко- и тонкокристаллические, которые могут обогащаться флотационными методами; тонкодисперсные, из которых методами механического обогащения могут быть получены полупродукты для химико-металлургического передела;

3) отсутствие или наличие других ценных минералов: простые и комплексные бериллиевые руды, содержащие, помимо бериллиевых, другие полезные минералы;

4) вещественный состав рудной массы: руды кварцево-полевошпатовые, слюдитовые, силикатные, карбонатные, грейзены, скарновые;

5) наличие и содержание бериллия в минералах породы, т. е. доля редкометальной минерализации четвертого типа, определяющая количество металла, не извлекаемого при механическом обогащении.

Предварительная технологическая типизация бериллиевых руд дает возможность выделить следующие типы руд:

1) кварцево-полевошпатово-берилловые мелкозернистые и смешанной вкрапленности;

2) слюдистые берилловые;

3) слюдисто-кварцево-полевошпатовые вольфрамито-молибдено-берилловые;

4) сподумено-берилловые и сподумено-танталито-колумбито-берилловые;

5) хризоберилл-фенакитсодержащие флюоритовые руды;

- 6) флюоритсодержащие карбонатные берилловые руды;
- 7) флюоритсодержащие слюдистые берилловые руды;
- 8) флюорит-содержащие карбонатные бертрандитовые руды;
- 9) хризоберилл-содержащие магнетито-флюоритовые скарны.

Каждому из перечисленных технологических типов бериллиевых руд соответствуют свои особенности схемы и режима обогащения, направленные на решение основных технологических задач.

В тантало-ниобиевых рудах основные металлы-тантал и ниобий – представлены второй формой редкометальной минерализации. В тантало-ниобиевых минералах того или иного изоморфного ряда содержатся оба металла, но соотношение их резко различно в зависимости от разновидности. В связи с более высокой стоимостью тантала промышленная ценность руд меняется в соответствии с переменным соотношением содержаний тантала и ниобия. Кроме того, технологические свойства тантало-ниобиевых руд определяются размером вкрапленности, наличием и содержанием других ценных минералов, вещественным составом рудного комплекса.

При технологической типизации тантало-ниобиевых руд можно выделить три основные группы руд: преимущественно танталовые с отношением $Ta : Nb = 1:2,5$ и более; преимущественно ниобиевые руды с отношением $Ta : Nb = 1:20$ и меньше и тантало-ниобиевые руды с отношением $Ta : Nb = 1:2,5-20$.

В каждой группе руд можно выделить следующие основные типы:

А. Танталовые руды: кварцево-полевошпатовые берилл-содержащие танталитовые; кварцевые сподумено-берилловые танталитовые; крупновкрапленные кварцевые сподумено-микролитово-танталитовые; кварцево-полевошпатовые берилло-касситерито-колумбито-танталитовые; кварцево-полевошпатовые лепидолито-микролитовые; касситерито-колумбито-танталитовые россыпи; монацитсодержащие эвксенито-танталитовые россыпи и др.

Б. Ниобиевые руды: средневкрапленные силикатные пироксеновые с малым количеством циркона; мелковкрапленные силикатные пироксено-цирконовые со значительным содержанием циркона; карбонатитовые апатитсодержащие пироксеновые; карбонатитовые апатито-пироксеновые руды коры выветривания; пироксеновые россыпи и др.

В. Тантало-ниобиевые руды: карбонатитовые пироксено-гатчеттолитовые; нефелино-сиенитовые лопаритовые; касситерито-колумбитовые россыпи и др [1].

1.3 Гравитационное обогащение редкометальных руд

Основой промышленных схем обогащения руд большей части редких металлов являются гравитационные методы в различных вариантах и в их сочетании – отсадка, концентрация на столах и шлюзах и в струйных желобах, центробежная сепарация на винтовых сепараторах, суспензионное обогащение,

разделение в тяжелых жидкостях и т. д. Это связано с тем, что минералы многих редких металлов характеризуются повышенной плотностью ($>4 \text{ г/см}^3$), например, пироклор ($4,1-5,5 \text{ г/см}^3$), микролит ($5,4-6,4 \text{ г/см}^3$).

Технология гравитационного обогащения руд тяжелых минералов мелкой и смешанной вкрапленности разработана в основном на касситеритовых рудах и титановых россыпях.

Наиболее типичная схема гравитационного обогащения руд тяжелых минералов предусматривает многостадийное обогащение руды после осторожного ее дробления и измельчения до начальной крупности, при которой около 20% полезного минерала раскрыто и представлено свободными частицами и богатыми сростками. Промпродукты и хвосты промежуточных классов крупности доизмельчаются до крупности, обеспечивающей достаточное раскрытие полезных минералов [6].

Практически для обогащения редкометальных руд используют в большинстве схем отсадку и концентрацию на столах, редко на шлюзах. Помимо выбора той или иной конструкции отсадочной машины или концентрационного стола при испытании каждой руды возникает необходимость разработать оптимальный режим обогатительной операции и подготовки руды к ней. Эти испытания часто сложны, но весьма важны для эффективного обогащения [2].

1.4 Обогащение литиевых руд

Содержание лития в земной коре составляет 0,01 %. Он обнаружен более чем в 150 минералах, но промышленное значение в настоящее время имеют лишь пять минералов.

Таблица 1 – Характеристика минералов лития, имеющих промышленное значение

Минерал	Формула	Содержание, %	Плотность, г/см^3	Твердость
Сподумен	$\text{LiAl}(\text{Si}_2\text{O}_6)$	8,1	3,2	6,5-7
Лепидолит	$\text{KLi}_{1,5}\text{Al}_{1,5}(\text{Si}_3\text{AlO}_{10})(\text{F},\text{OH})_2$	5,9	2,8-2,9	2-3
Амблигонит	$\text{LiAl}(\text{PO}_4)(\text{F},\text{OH})$	10,1	3-3,15	6
Циннвальдит	$\text{KLiFeAl}(\text{Si}_3\text{AlO}_{10})(\text{F},\text{OH})$	4,12	2,9-3,2	2-3
Петалит	$(\text{Li},\text{Na})(\text{AlSi}_4\text{O}_{10})$	4,89	2,39-2,46	6-6,5

Источником сырья для производства лития являются также соляные озера, например рассолы оз. Сирлз (США) содержат до 0,32 г/л LiCl .

Содержание окиси лития в получаемых литиевых концентратах зависит от вещественного состава перерабатываемых руд и содержащихся в них минералов лития.

При переработке литиевых руд применяются следующие методы:

– селективная добыча и ручная сортировка применяются при наличии крупнокристаллических минералов лития, которые окрашены в различные цвета в зависимости от содержащихся примесей. При сортировке разделяют куски руды по цвету. Рудоразборка – малопроизводительный процесс, применяется она, как правило, в сочетании с другими процессами обогащения, так как часто руды лития содержат также минералы бериллия, тантала и ниобия, касситерит, монацит, вольфрамит и др.;

– иногда сподуменовые руды обогащают в тяжелой суспензии, так как сподумен имеет плотность $3,2 \text{ г/см}^3$, а минералы пустой породы – $2,6-2,7 \text{ г/см}^3$. Этот процесс применяют для руды крупностью не менее 3 мм. В качестве утяжелителя для суспензии используют ферросилиций крупностью менее 0,074 мм;

– для сподуменовых руд может также применяться метод термического обогащения (декрипитация). Сподумен при нагревании до $950-1100^\circ\text{C}$ переходит из α - в β -модификацию, в результате чего растрескивается и рассыпается в порошок, который отделяют от минералов породы грохочением;

– для обогащения руд, содержащих циннвальдит, применяется магнитная сепарация, так как он содержит до 12,5% железа, является слабомагнитным минералом и может быть выделен в сильномагнитном поле;

– химические процессы применяются при обогащении соляных рассолов, а также при обработке литиевых руд сульфатным, щелочным (известковым) или серноокислотным методами. При этом образующиеся легкорастворимые соли лития выщелачиваются водой. Из раствора литий осаждается в виде карбоната или гидроокиси;

– в настоящее время основным методом обогащения литиевых руд является флотация. Сподумен и амблигонит хорошо флотируются жирными кислотами и их солями, а катионными собирателями флотируются все остальные литиевые минералы.

Сподумен можно сфлотировать при pH 6,5-8,5 олеиновой кислотой (400—750 г/т) и сосновым маслом. Вместо олеиновой кислоты применяют нафтенное и талловое масла. Хорошо флотируется сподумен в кислой среде алкилсульфатами и сульфонатами. Применяя катионный собиратель, удается в пенный извлечь минералы пустой породы – полевые шпаты, слюду и др. Необходимым условием успешной флотации сподумена является предварительная обработка пульпы при плотности 50-70% твердого едким натром (1-3 кг/т) с последующей отмывкой шламов. Такая обработка позволяет очистить поверхность минералов от примесей, особенно ионов железа, загрязняющих грани минералов.

Лепидолит после активации плавиковой кислотой (350 г/т) флотируется олеатом натрия, а без активации – катионным собирателем, например реагентом ИМ-11 при pH 2-10.

Петалит даже после активации не флотируется жирными кислотами. Хорошим собирателем для его флотации является реагент ИМ-11 при pH 5,5-6.

Депрессируется петалит содой, жидким стеклом, сернистым натрием и органическими подавителями - таннином и крахмалом.

Амблигонит активно извлекается как анионными, так и катионными собирателями при pH 6-8,5. Сподуменные руды, как правило, содержат кварц, слюды, полевые шпаты, окислы железа и др. Для флотации таких руд применяются три принципиальные схемы:

- флотация сподумена жирными кислотами или их мылами в щелочной среде;

- флотация минералов пустой породы катионными собирателями в щелочной среде при депрессии сподумена известью с декстрином. Литиевый концентрат в этом случае будет камерным продуктом;

- коллективная флотация сподумена и мусковита смесью жирной кислоты и катионного собирателя в слабощелочной среде. Из полученного коллективного концентрата после подачи серной кислоты катионным собирателем флотируют мусковит.

На фабрике Хилл-Сити (США) перерабатывают руду, содержащую 12-20% сподумена, 30-50% кварца, 20-40% полевого шпата и около 2% слюды. Схема обогащения (рис.1) включает обесшламливание, перемешивание с едким натрием, вторичное обесшламливание и флотацию сподумена олеиновой и нафтеновой кислотами. Общий расход едкого натрия составляет 1,3 кг/т. Перемешивание осуществляется при 60-70% твердого. Расход олеиновой кислоты в основную флотацию составляет 200 г/т, нафтеновой – 250 г/т. В перечистные флотации подается жидкое стекло, квебрахо и вспениватель. По этой схеме на руды, содержащей 0,8% Li_2O , получают концентраты с содержанием Li_2O до 4% при извлечении 80-90%.

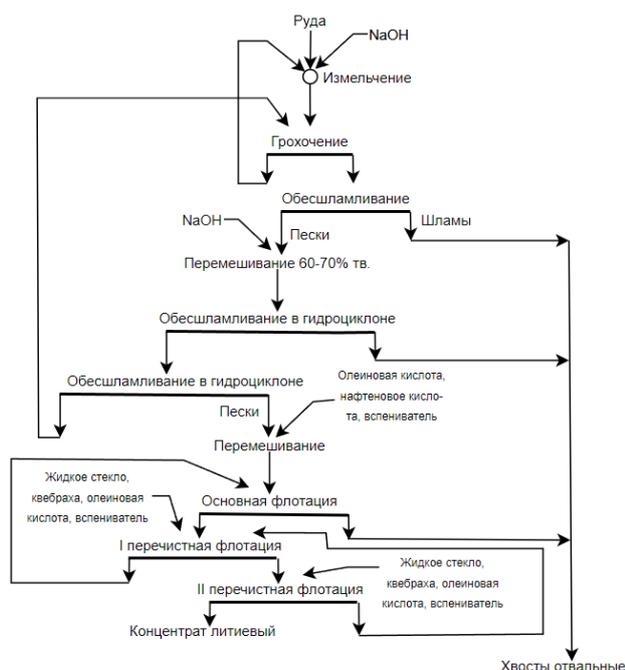


Рисунок 1 – Схема обогащения литиевой руды на фабрике Хилл-Сити (США)

Если используют катионный собиратель, то в щелочной среде сподумен можно депрессировать декстрином с известью и сфлотировать минералы пустой породы (слюда, полевые шпаты, кварц). Литиевые минералы и минералы окислов железа остаются в камерном продукте. Если этот продукт обработать плавиковой кислотой и добавить жирную кислоту, то в пенный продукт извлекаются железосодержащие минералы, литиевый концентрат останется в камере.

Коллективная флотация руд месторождения Кет-Лейк (Канада), содержащих 1,4% Li_2O , кварц, альбит, микроклин, гранат, слюду, проводится при pH 8,5 олеиновой кислотой и катионным собирателем. В пенный продукт извлекаются сподумен и слюда. После подачи серной кислоты на коллективного концентрата извлекается слюда, а в хвостах остается литиевый концентрат, содержащий до 6% Li_2O при извлечении 64-70% [3].

1.5 Исследование руды на обогатимость

Известно, что основным методом обогащения тантало-ниобиевых руд, независимо от содержания этих элементов, является до настоящего времени гравитационный, обеспечивающий возможность получения черного, низкосортного и обычно коллективного концентратов. Последний доводится до товарного продукта другими методами обогащения: флотогравитацией, флотацией, электромагнитной и электростатической сепарацией.

В настоящей работе для первичного обогащения изучаемой руды также использовался гравитационный метод — концентрация на столах. Предварительно проведенное разделение в тяжелых жидкостях зернистого материала показало, что наиболее полное вскрытие танталосодержащих минералов имеет место при крупности измельчения до — 0,15 мм.

Извлечение Ta_2O_5 в тяжелую фракцию плотностью $>3,1 \text{ г/см}^3$ для класса - 0,15+0,07 мм составляет 84,1%, а для классов -0,5+0,2 и -0,2+0,15 мм — соответственно 30,4 и 75,6%.

В тяжелую фракцию извлекаются колумбит-танталит, пирохлор-микролит, касситерит, сульфиды и топаз. Последний является основным разубоживающим минералом тяжелой фракции.

Во избежание переизмельчения для материала, поступающего на первичное обогащение на концентрационные столы, была принята крупность измельчения -0,5 мм [8].

1.5.1 Обогащение руды на концентрационных столах

Типовая схема первичного гравитационного обогащения на концентрационных столах показана на рисунке 2:

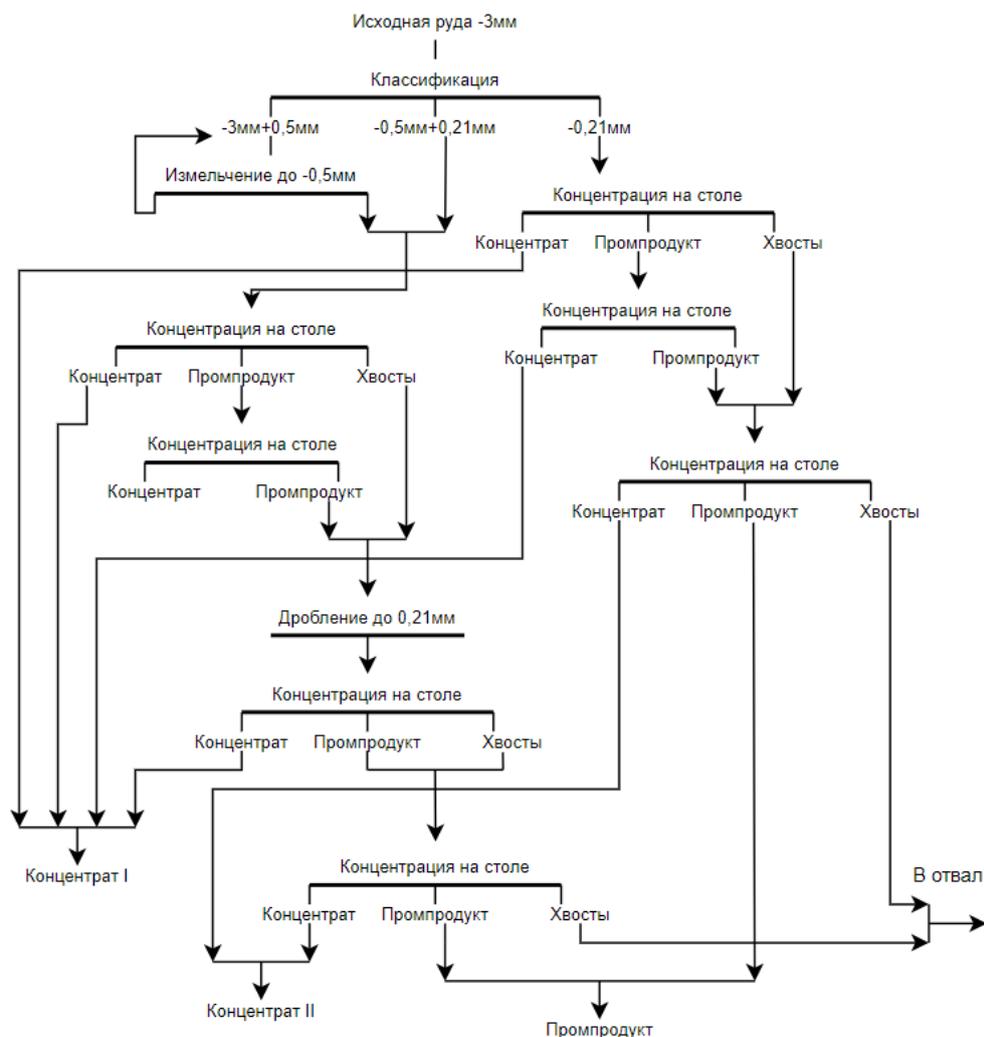


Рисунок 2 – Схема обогащения руды на концентрационных столах

Благоприятным обстоятельством для гравитационного обогащения на столах тонковкрапленных альбитизированных гранитов является наличие в них небольшого количества (около 0,7%) топаза плотностью 3,5-3,6, создающего своего рода барьер между минералами тяжелой фракции и минералами вмещающей породы. Это обстоятельство особенно важно в данном случае при очень малом содержании ценных минералов [5].

1.5.2 Доводка черновых гравитационных концентратов магнитной сепарацией

В состав черновых гравитационных концентратов, помимо тантало-ниобиевых минералов (колумбит-танталита и пирохлор-микролита), входят сульфиды (пирит, галенит и сфалерит), касситерит, топаз, полевые шпаты, кварц и в небольшом количестве литиевые слюды (из группы циннвальдитов). Количественное соотношение этих минералов в черновом концентрате обуславливается режимом гравитационного обогащения и может изменяться по

существо только за счет последних трех минералов, которые в значительной мере разубоживают ниобиево-танталовые концентраты.

Для доводки этих концентратов разработана схема, в которую входят последовательно следующие операции:

1) удаление магнитной сепарацией в слабом поле частиц оттертого железа, полученного при измельчении;

2) кислотная обработка гравитационного концентрата для удаления ожелезненности с поверхности немагнитных минералов (топаза, полевого шпата, кварца и др.);

3) вывод из концентрата сульфидов флотацией;

4) магнитная сепарация в сильном поле с раздельным получением тантало-ниобиевых концентратов и касситеритового продукта.

После удаления магнитных частиц оттертого железа черновой коллективный концентрат обрабатывался технической соляной кислотой при Т:Ж=1:1,5 с подогревом до 60—70°C в течение 30 мин. Расход соляной кислоты составлял 500 кг/т чернового концентрата. После отмывки чернового концентрата до нейтральной или слабокислой среды из него удаляли сульфиды флотацией с использованием в качестве собирателя бутилового ксантата калия, а в качестве вспенивателя - соснового масла. Расход реагентов составлял соответственно 1,5 и 0,3 кг/т чернового концентрата. Необходимость введения в схему доводки коллективного концентрата флотации сульфидов вызвана тем, что они даже при «глубокой» кислотной обработке сохраняют магнитные свойства и переходят вместе с колумбит-танталитом и пирохлор-микролитом магнитную фракцию, в значительной степени разубоживая ее.

Камерный продукт (хвосты сульфидной флотации) подвергался магнитной сепарации в сильном поле на индукционно-роликовом сепараторе, на котором последовательно выделялись при напряженности поля 3500 э колумбито-танталитовый, а при 12000 э пирохлоро-микролитовый концентраты. В немагнитный продукт вместе с топазом, полевыми шпатами и кварцем, извлекался касситерит.

1.5.3 Флотация хвостов гравитационного обогащения

Хвосты гравитационного обогащения тантало-ниобиевых руд, как указывалось выше, могут служить исходным материалом для получения флотацией литиевых концентратов и полевошпатового продукта для тонкой керамической промышленности. Эти задачи решены флотацией хвостов без дополнительного измельчения с использованием в качестве собирателя катионного реагента АНП-14 в кислой среде, создаваемой соляной кислотой до рН=3-4, с добавкой в пульпу жидкого стекла. На рисунке 3 показана схема комплексного обогащения для бедных тантало-ниобиевых руд.

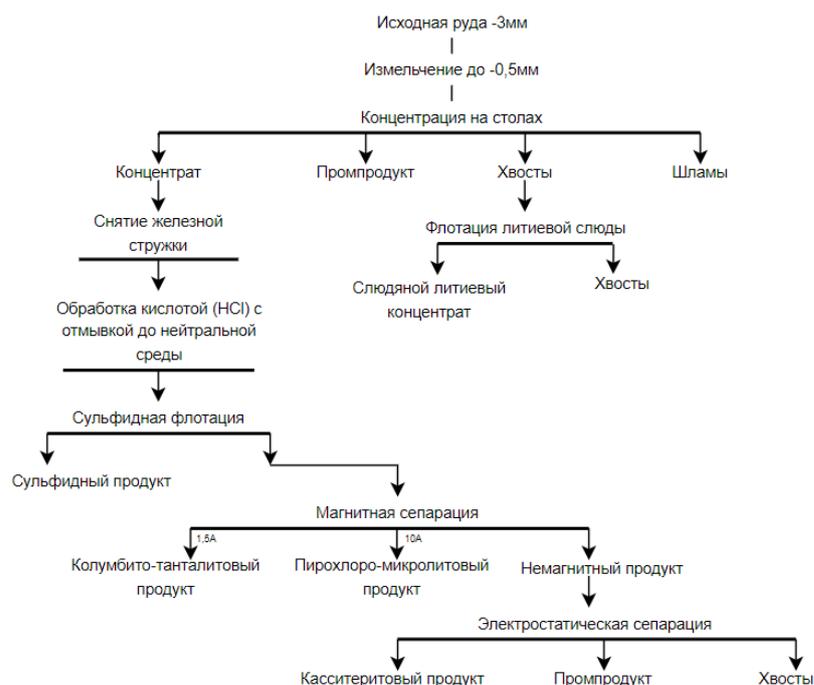


Рисунок 3 – Схема комплексного обогащения для бедных тантало-ниобиевых руд

Хвосты слюдяной (циннвальдитовой) флотации состоят в основном из полевых шпатов (микроклина, альбита) и кварца при том же весовом отношении, что и в исходной руде. Топаз и литиевые слюды представлены в них в очень незначительном количестве.

1.6 Анализ литературного обзора. Постановка задач

Исходя из анализа литературы следует, что обогащение руд редких металлов осуществляется комбинированными гравитационно-магнитно-флотационными методами и для доизвлечения ниобия и получения литийсодержащего концентрата из хвостов Бакенского месторождения необходимо решить следующие задачи:

- изучить вещественный состав;
- определить гранулометрический состав;
- выполнить эксперименты по гравитационному обогащению на концентрационном столе;
- выполнить эксперименты по доводке гравитационного концентрата магнитной сепарацией;
- провести флотационное обогащение хвостов гравитационного обогащения;
- по результатам выполненных исследований разработать технологическую схему обогащения хвостов Бакенского месторождения.

2 Методика исследования

2.1 Ситовой анализ и седиментационный анализ руды

Методика ситового анализа заключается в том, что контролируемую пробу определенной массы пропускают через набор сит с отверстиями различного диаметра.

Набор сит характеризует модуль шкалы сит – постоянное отношение размеров отверстий смежных сит от большего сита к меньшему ситу и основное сито (основание).

Среди распространенных в лабораториях типичных шкал, характеризующих наборы сит, наиболее употребительны следующие:

- для продуктов измельчения: Шкала Риттингера. Основанием является сито с отверстиями размером 1 мм. Модуль шкалы равен $2^{0,5} = 1,414$, т. Е. площади квадратных отверстий двух смежных сит относятся друг к другу как 2 к 1. Шкала Ричардса. Основанием является сито с отверстиями размером 1 мм. Модуль набора, равный $2^{0,25} = 1,189$, часто называется двойным модулем Риттингера. Набор сит, изготовленный по шкале Ричардса, дает полные и точные анализы. Шкала Тайлера (США) является наиболее распространенной. Модуль шкалы $2^{0,5} = 1,414$. Набор сит начинается с 2,362 мм (8 меш) и кончается 0,104 мм (150 меш), с модулем $2^{0,25} = 1,189$ – от ячеек 0,104 мм до 0,043 мм (325 меш);

- для крупного материала используют шкалу с основанием 1 мм и модулем 2.

Во всех случаях проведение ситового анализа должно быть основано на технологических инструкциях, утвержденных руководством предприятия.

Пробы рассеивают сухим или мокрым способом в зависимости от крупности материала и необходимой точности ситового анализа. Если не требуется особой точности и материал не слипающийся, то применяют сухой способ отсева. Сита устанавливают сверху вниз от крупных размеров отверстий к мелким. Пробу засыпают на верхнее сито и весь набор сит встряхивают на механическом встряхивателе в течение 10-30 минут. Затем сита снимают по одному и проверяют качество отсева просеиванием материала вручную. Если за 1 минуту контрольного просеивания материала через сито проходит менее 1 % его остатка на сите, то сев считается законченным. Остаток на каждом сите взвешивается с точностью до 0,01 г на технических весах. Сумма весов всех полученных классов не должна расходиться более чем на 1 % с весом исходной пробы. Если это условие выдерживается, то сумму весов всех классов принимают за 100 %.

Частный выход классов γ получают делением массы каждого класса на общую их массу, % по формуле:

$$\gamma_j = \frac{100 \cdot m_j}{m_{\text{и}}}, \quad (1)$$

где m_j – масса j-го класса крупности, кг; $m_{\text{и}}$ – масса исходной пробы, кг

Вычисление ведут до первого десятичного знака.

При наличии в пробе значительного количества мелкого материала и необходимости повышенной точности анализа пробу рассеивают мокрым способом. Пробу засыпают на сито с отверстиями наименьшего размера, например 0,074 мм, и отмывают от нее мельчайшие частицы (шлам) слабой струей воды или погружая сито в бак с водой. Промывку ведут до тех пор, пока промывочная вода не станет прозрачной. Остаток на сите высушивают, взвешивают и по разности весов определяют вес отмытого шлама. Высушенный остаток рассеивают сухим способом на ситах, включая и самое мелкое сито, на котором отмывался шлам. Подрешетный продукт этого последнего сита прибавляют к полученному ранее весу отмытого шлама.

Результаты ситового анализа записывают в таблицу, вычисляют суммарные выходы, представляющие сумму выходов всех классов крупнее (суммарный выход по плюсу) и мельче (суммарный выход по минусу) отверстий данного сита.

В таблице 2 в качестве примера приведены результаты ситового анализа пробы руды и рассчитаны частные и суммарные выходы классов крупности.

Таблица 2 – Результаты ситового анализа пробы руды

Классы крупности, мм	Средний диаметр, мм	Частный выход		Суммарный выход, %	
		в кг	в процентах	«по плюсу»	«по минусу»
-80+40	60	51	30,2	30,2	100,0
-40+20	30	26	15,4	45,6	69,8
-20+10	15	25	14,8	60,4	54,4
-10+5	7,5	18	10,7	71,0	39,6
-5+2,5	3,75	12	7,1	78,1	29,0
-2,5+1,25	1,875	16	9,5	87,6	21,9
-1,25+0,0	0,625	21	12,4	100,0	12,4
Всего		169	100,0		

Для построения кривых ситового анализа в прямоугольной системе координат (рисунок 4) по оси абсцисс откладываются диаметр зерен или размеры отверстий сит, а по оси ординат – процентные выходы данных классов.

При построении кривой характеристики крупности может быть неизвестен предел крупности руды. Эта величина может быть определена при экстраполяции кривой до пересечения ее с осью абсцисс.

На рисунке 4 приведены суммарные характеристики крупности для рассмотренного примера.

Обе характеристики – «по плюсу» и «по минусу» - симметричны относительно прямой, соответствующей значению суммарного выхода 50 %. Сумма выходов классов по обеим кривым равна 100 %. По любой из суммарных характеристик можно определить содержание любого класса крупности.

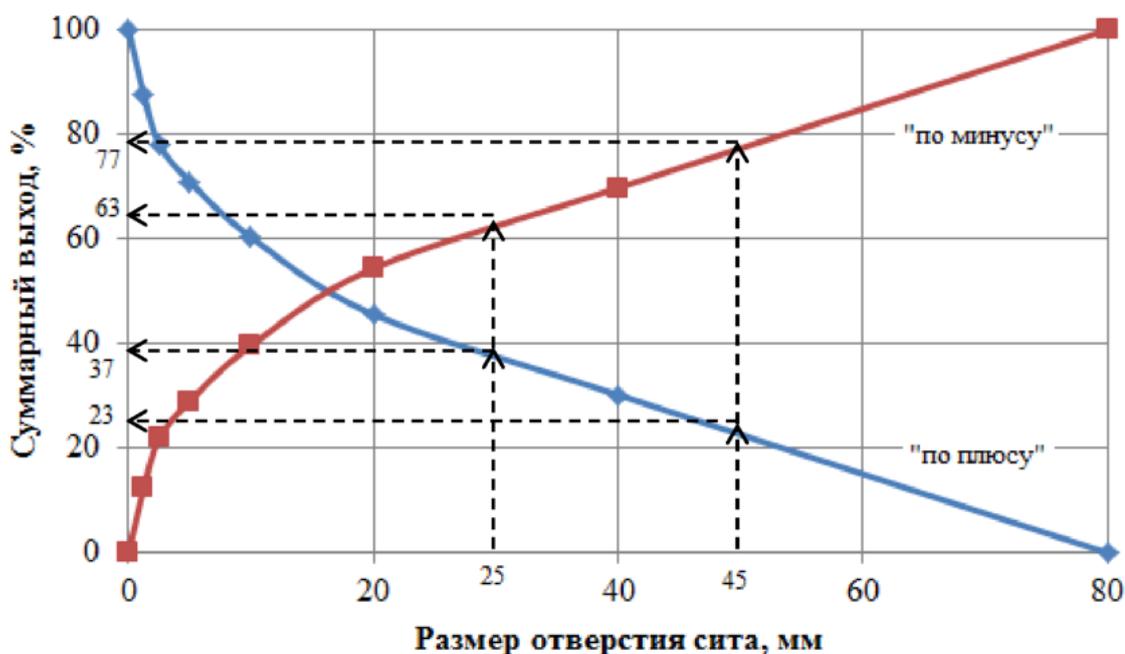


Рисунок 4 – Суммарные характеристики крупности

По данным ситового анализа определяется средневзвешенный диаметр для всей смеси зерен или нескольких классов по формуле

$$D_{\text{ср}} = \frac{D_1\gamma_1 + D_2\gamma_2 + \dots + D_n\gamma_n}{\gamma_1 + \gamma_2 + \dots + \gamma_n}, \quad (2)$$

где D_1, D_2, D_n – средний диаметр отдельных классов, мм;
 $\gamma_1, \gamma_2, \gamma_n$ – выходы отдельных классов, %.

Седиментационный (дисперсионный) анализ. При необходимости получения гранулометрической характеристики материала мельче 40 мкм обычно применяют дисперсионный анализ, который основан на разделении минеральных зерен различной крупности по их скорости падения в воде. Скорость оседания минеральных частиц в вязкой среде зависит от крупности частиц и их плотности. Эту скорость можно определить по формуле Стокса:

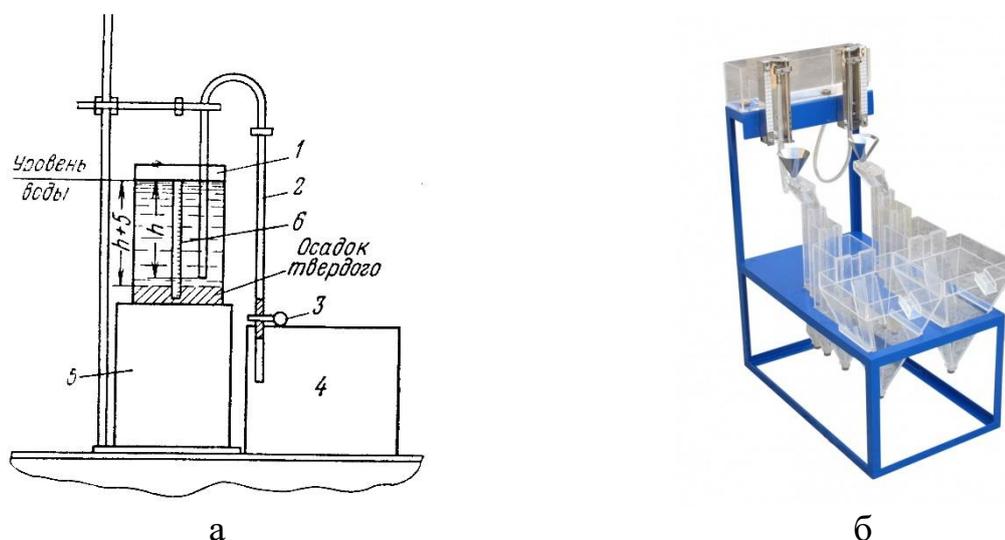
$$V = 545 \cdot d^2 \cdot (\delta - \Delta), \text{ мм/с}, \quad (3)$$

где d – диаметр частиц, мм;
 δ – плотность материала, т/м³;
 Δ – плотность воды, т/м³.

Пользуясь этой формулой, можно определить время оседания t частиц определенного размера с заданной высотой оседания h . Время оседания частиц:

$$t = h / (545 \cdot d^2 \cdot (\delta - \Delta)) = h / V, \text{ с.}, \quad (4)$$

Дисперсионный анализ проводят методом отмучивания или гидравлической классификацией в специальных аппаратах (рис.5).



а – метод отмучивания: 1 – цилиндр; 2 – сифон; 3 – зажим; 4 – приемник; 5 – подставка;
б – миллиметровая бумага, б – аппарат АДАП для гидравлической классификации

Рисунок 5 – Установки для седиментационного анализа

Отмучивание осуществляется в батарейном стакане диаметром 100-200 мм и высотой 100-300 мм или в мерном цилиндре емкостью 1 л, рисунок 5 а. С наружной стороны цилиндра или стакана наклеивают ленту миллиметровой бумаги для замера уровня пульпы в нем. В цилиндр загружают навеску материала крупностью –40 мкм в количестве 50-100 г, наливают воду и тщательно перемешивают. Когда пульпа отстоится, на миллиметровой бумаге, наклеенной на цилиндр, отмечают черту на 5 мм выше уровня осевшего материала и вторую черту выше первой на определенном расстоянии h . Для более тонких классов, у которых скорость падения частиц мала, h берут меньше, чем для крупных частиц. По приведенной выше формуле определяют время оседания частиц необходимых размеров. После этого содержимое цилиндра хорошо перемешивают. Затем отмечают время прекращения взмучивания и приступают к отмучиванию самой тонкой фракции. Через определенное, рассчитанное для этой фракции время, сливают не осевший материал в бутылку. Эту операцию повторяют до тех пор, пока слив не станет совершенно прозрачным. Затем в другую емкость отмучивают следующую, более крупную, фракцию материала. Таким же образом выделяются все необходимые фракции крупности материала. Материал в бутылках отстаивается до полного осветления воды, высушивается и взвешивается. Выход определяется в массовых единицах и в процентах. Этот метод дисперсионного анализа является продолжительным.

Гораздо быстрее процесс разделения тонкодисперсных продуктов по крупности можно осуществить в гидравлических классификаторах различной конструкции. Одним из таких классификаторов является аппарат типа АДАП для

дисперсионного анализа порошков в непрерывном потоке воды на пять классов крупности, рисунок 5 б. Продолжительность одного анализа на этом аппарате зависит от плотности материала и крупности разделяемых классов и составляет в среднем от 5 до 24 ч. Разделение материала в анализаторе АДАП требует времени меньше по сравнению с отмучиванием в цилиндре и дает очень хорошие результаты [4].

2.2 Гравитационное обогащение. Концентрация на столе

Концентрация на столах представляет собой процесс разделения по плотности мелких минеральных зерен при движении их в тонком слое воды по слабонаклонной деке, совершающей возвратно- поступательное движение, рисунок 6.

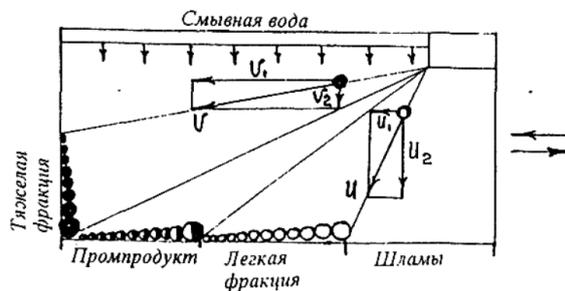


Рисунок 6 – Схема действия сил на зерна с различной плотностью.

Концентрация на столах применяется для обогащения мелкозернистых руд редких, благородных и черных металлов. Крупность обогащаемого материала находится в пределах от 3 до 0,02 мм. Тонкий слой воды турбулизуется качанием деки и нарифлениями. В процессе движения по качающейся деке эти зерна расслаиваются по плотности и крупности. Зерна с большей плотностью (и крупностью) концентрируются в нижних слоях потока ближе к деке, поэтому зерна с большей плотностью сильнее подвергаются воздействию деки и меньше смывному воздействию потока воды. Задерживаясь нарифлениями на деке, зерна с большей плотностью движутся преимущественно вдоль нее. Зерна с меньшей плотностью, сосредоточенные в верхних слоях потока воды, меньше подвергаются воздействию вибрации деки стола и, смываясь потоком воды, движутся преимущественно поперек деки. Схема разделения зерен показана на рисунке 7. На схеме изображены силы, действующие на зерно с малой плотностью (Л) и с большей плотностью (Т). Условные обозначения: 1 – сила инерции, направленная вдоль продольной оси; 2 – сила воздействия потока смывной воды, направленная поперек деки. Векторами с индексами «Л» и «Т» изображены результирующие воздействия, соответственно, на зерна с малой и большой плотностью.

Число вибраций деки стола можно определить по ориентировочной формуле:

$$n = \frac{250}{\sqrt[5]{d_{\max}}}, \quad (5)$$

где n – число вибраций деки, мин.;

d_{\max} – максимальная крупность зерен в питании, мм.

Длина хода деки может быть определена по эмпирической формуле

$$l = 18\sqrt[4]{d_{\max}}, \quad (6)$$

где L – длина хода деки, мм;

d_{\max} – максимальная крупность зерен, мм.

Перед концентрацией на столах исходный материал (-3+0 мм) подвергают гидравлической классификации в пределах шкалы равнопадаемости на 3-4 класса, каждый из которых обогащается отдельно. Расход воды обычно составляет 1,5-2,5 м³/т.

Описание работы концентрационного стола.

Лабораторный концентрационный стол состоит из деки 2, приводимой в возвратно-поступательное движение с помощью кривошипно-шатунного приводного механизма 1. Дека установлена на опорном устройстве и механизма 3, регулирующего поперечный наклон деки, рисунок 7.

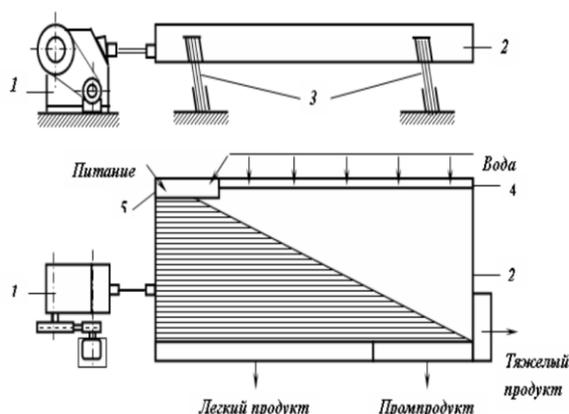


Рисунок 7 – Схема лабораторного концентрационного стола

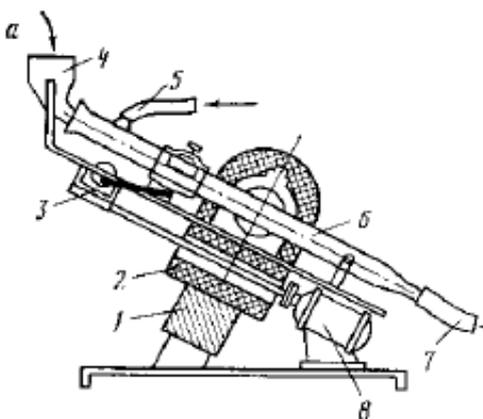
На деке 2 имеются нарифления и два желоба: длинный 4 для подачи смывной воды, короткий 5 – подачи питания. В желобе имеются подвижные планки, которыми можно регулировать подачу смывной воды.

При работе стола, ближе к загрузочной части, смываются зерна с малой плотностью в желоб, а к концу нарифлений – зерна с большей плотностью. Тяжелые зерна, при падении со стола разделяются отсекающими и попадают в разные приемники, установленные под декой. Регулирование хода деки

осуществляется с помощью перемещения подвижного упора, в который входит один из двух распорных сухарей кривошипно-шатунного механизма 1. Регулирование частоты вибраций стола осуществляется с помощью сменных шкивов и клиноременной передачи [10].

2.3 Магнитная сепарация

Методика проведения опыта на трубчатом магнитном анализаторе: Анализатор состоит из сердечника и обмоток замкнутой электромагнитной системы с конусными полюсными наконечниками, между которыми с помощью электродвигателя и кривошипно-шатунного механизма вращательно-возвратно-поступательно движется стеклянная трубка (рис.8). В трубку подают промывочную воду, расход которой регулируется по установленному сливу через шланг удаления продуктов. Уровень воды в трубке поддерживается выше полюсных наконечников. Анализируемую пробу (масса не более 20 г) смачивают в стаканчике, постепенно заливают в трубку через приемное устройство и грушей вымывают из стаканчика при этом сливной шланг направляют в емкость для сбора немагнитной фракции.



- 1 – сердечник; 2 – обмотки электромагнитной системы; 3 – механизм привода трубки;
4 – приемное устройство; 5 – шланг подачи воды; 6 – трубка; 7 – сливной шланг;
8 – электродвигатель

Рисунок 8 – Трубчатый анализатор

Магнитная фракция при напряженности установленной током электромагнитной системы притягивается к стенкам трубки у полюсов. Сложное движение трубки способствует вымыванию немагнитных частиц из флокул. Анализ продолжают до получения чистой сточной воды в нижней части трубки, после чего сливной шланг переносят в емкость для сбора магнитной фракции и выключают ток электромагнитной системы. Подачу воды прекращают после полного смыва магнитной фракции. Полученные продукты отстаивают, воду декантируют, продукты высушивают и взвешивают.

2.4 Флотационное обогащение

Для опытов могут быть использованы различные конструкции лабораторных флотационных машин типа ФМ.

В зависимости от цели и условий исследований перед началом непосредственных опытов необходимо выполнить ряд подготовительных расчетов и измерений. Этими подготовительными операциями могут быть: определение полезного объема камеры, аэрированности пульпы при данном гидроаэрационном режиме работы машины, определение и подготовка массы исходной навески пробы исходного минерала, определение расхода подаваемых флотационных реагентов [11].

Исходная пульпа для опыта может быть приготовлена двумя способами. Для минералов плохо и медленно смачиваемых водой (например, серные, графитовые руды) пульпу готовят в отдельной емкости.

Для этого исходную навеску помещают в 0,5—2-литровую кружку и заливают водой до объема, равного 0,5—0,7 необходимого рабочего объема пульпы. Замачивают ее в воде в течение 15-20 мин. Замоченную пробу переводят в камеру флотомашин, смывая осевшие частицы в кружке водой из промывалки или резиновой груши. Доливают воду в камеру до риски, соответствующей рабочему уровню пульпы.

Для минералов, хорошо и быстро смачиваемых водой, пульпу приготавливают непосредственно в камере флотомашин. Для этого заполняют камеру водой на высоту 0,5-0,7 ее объема, включают привод импеллера при закрытых вентилях подачи воздуха.

Данные взвешиваний химических анализов, параметров технологического режима, расчетные показатели заносят в таблицу, составленную с учетом характера и целей опытов. Качественно-количественные показатели – γ , β , ε — определяют по общепринятым формулам.

Сравнительная оценка эффективности тех или иных технологических режимов флотации может быть произведена по качественно-количественным показателям, а также по степени концентрации r , эффективности обогащения η , коэффициент селективности c , рассчитанных по формулам:

$$r = \beta / \alpha, \quad (7)$$

$$\eta = (\varepsilon - \gamma) / (1 - \alpha\beta^{-1}_m), \quad (8)$$

$$c = \ln [1 / (1 - \varepsilon)] / \ln [1 / (1 - \varepsilon_n)], \quad (9)$$

где r – степень концентрации; α , β – содержание ценного компонента, соответственно в исходном и концентрате, %; η – эффективность обогащения, %; ε – извлечение ценного компонента в концентрат, %; β_m – содержание ценного компонента в чистом минерале, %; ε_n – извлечение породы (или других ценных компонентов) в концентрат, % [7].

3 Экспериментальная часть

3.1 Подготовка проб руды к исследованиям

На исследование в виде исходной пробы был взят хвосты обогатительной фабрики Бакенского месторождения. В самом месторождений основными полезными компонентами считались редкоземельные металлы тантал и ниобий. Но кроме них в руде встречаются в малом количестве литий. Исследуемая проба была представлена мелкими частицами -2мм. На рисунке 9 показана схема пробоподготовки к исследованиям:

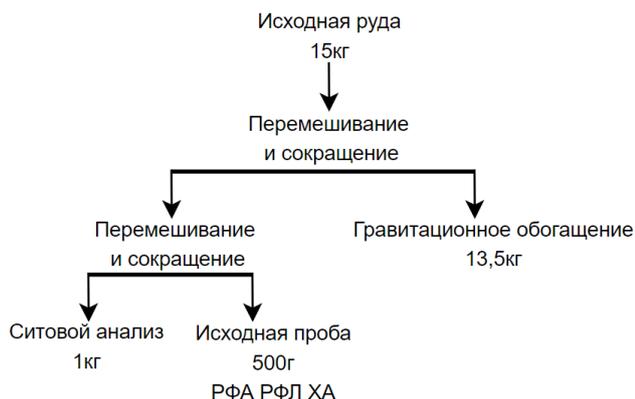


Рисунок 9 – Схема подготовки пробы к исследованиям

В результате подготовки пробы к исследованиям были отобраны представительные пробы на ситовой, химический, рентгенофазовый, рентгенофлуоресцентный анализ и на гравитационное обогащение.

3.2 Вещественный и химический состав исходной пробы

По результатам химических анализов исходной пробы содержание оксида ниобия составило 0,02 % и оксида лития 0,1 %.

В таблице 3 приведены результаты рентгенофлуоресцентного анализа.

Таблица 3 – Результат рентгенофлуоресцентного анализа

Элемент	Содержание, %	Элемент	Содержание, %
фтор, F	0,108	железо, Fe	1,14
натрий, Na	2,58	медь, Cu	0,012
магний, Mg	0,159	цинк, Zn	0,011
алюминий, Al	6,77	галлий, Ga	0,003
кремний, Si	30,122	рубидий, Rb	0,1
фосфор, P	0,162	стронций, Sr	0,004
сера, S	0,037	цирконий, Zr	0,003
калий, K	1,416	ниобий, Nb	0,002
кальций, Ca	0,293	свинец, Pb	0,012
титан, Ti	0,135	кислород, O	51,75
марганец, Mn	0,078		

Рентгенофазовый анализ.

Метод испытания: Рентгенодифрактометрический анализ проведен на автоматизированном дифрактометре ДРОН-3 с $\text{Cu}_{K\alpha}$ – излучением, β -фильтр. Условия съемки дифрактограмм: $U=35$ кВ; $I=20$ мА; съемка θ - 2θ ; детектор 2 град/мин. Рентгенофазовый анализ на полуколичественной основе выполнен по дифрактограммам порошковых проб с применением метода равных навесок и искусственных смесей. Определялись количественные соотношения кристаллических фаз. Интерпретация дифрактограмм проводилась с использованием данных картотеки ICDD: база порошковых дифрактометрических данных PDF2 (PowderDiffractionFile) Release 2022 и дифрактограмм чистых от примесей минералов. Для основных фаз проводился расчет содержания. Дифрактограмма исходной пробы показана на рисунке 10.

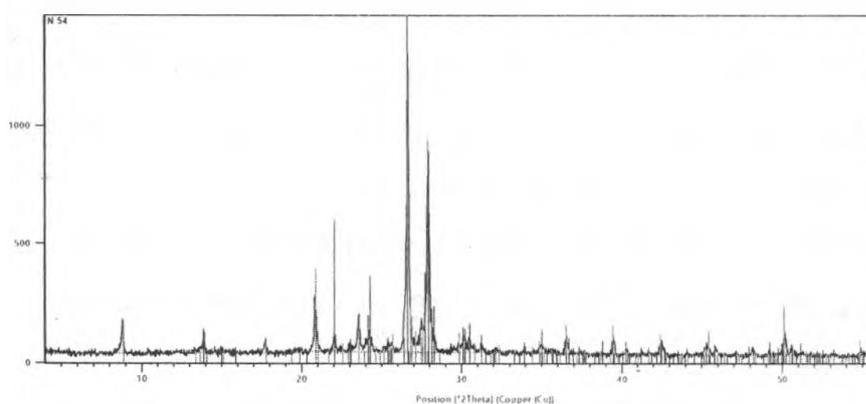


Рисунок 10 – Дифрактограмма исходной пробы

В таблице 4 приведены результаты полуколичественного анализа кристаллических фаз.

Таблица 4 – Результаты полуколичественного анализа кристаллических фаз

№ карточки PDF	Формула	Минерал	Концентрация, %
01-075-8321	SiO_2	Кварц	73
01-070-3752	$(\text{Na}_{0.98}\text{Ca}_{0.02})(\text{Al}_{1.02}\text{Si}_{2.98}\text{O}_8)$	ПШ (альбит)	18
00-058-2035	$\text{KAl}_2(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$	Слюда (мусковит)	7
01-083-6915	$(\text{K}_{0.92}\text{Na}_{0.08})(\text{AlSi}_3\text{O}_8)$	КПШ (ортоклаз)	3

Согласно результатов полуколичественного анализа кристаллических фаз исходная проба хвостов представлена кварцем на 73 %, полевым шпатом – 18 %, слюдой – 7 % и калиевым полевым шпатом – 3 %.

3.3 Ситовой анализ и седиментационный анализ

Ситовой анализ был выполнен комбинированным способом, первоначально проба была подвергнута промывки по контрольному ситы 0,071 мм, надрешетный продукт не содержащий шламов после просушки рассеивался на классы крупности, включая контрольное сито. Полученный класс крупностью менее 0,071 мм, в результате рассева надрешетного продукта объединялся с классом крупностью менее 0,071 мм, полученным при промывке.

На классе крупностью менее 0,071 мм выполнялся седиментационный анализ методом отмучивания, который основан на скоростях падения твердых частиц в водной среде, с получением классов крупностью: более 0,04 мм, -0,04+0,03 мм, -0,03+0,02 мм, -0,02+0,01 мм, и менее 0,01 мм.

Результаты ситового и седиментационного анализа приведены в таблице 5.

Таблица 5 – Результаты ситового и седиментационного анализа

Крупность, мм	Масса, мг	Выход, %
-2 +1	7120	0,712
-1 +0,8	960	0,096
-0,8 +0,63	3840	0,384
-0,63 +0,4	10390	1,039
-0,4 +0,2	32070	1,039
-0,2 +0,1	105180	10,518
-0,1 +0,071	151510	15,151
-0,071 +0,04	315200	31,52
-0,04 +0,03	83830	8,383
-0,03 +0,02	115600	11,56
0,02 +0,01	85100	8,51
-0,01 +0	89200	8,92
Итого	1 000 000	100

График ситовой характеристики приведен на рисунке 10.

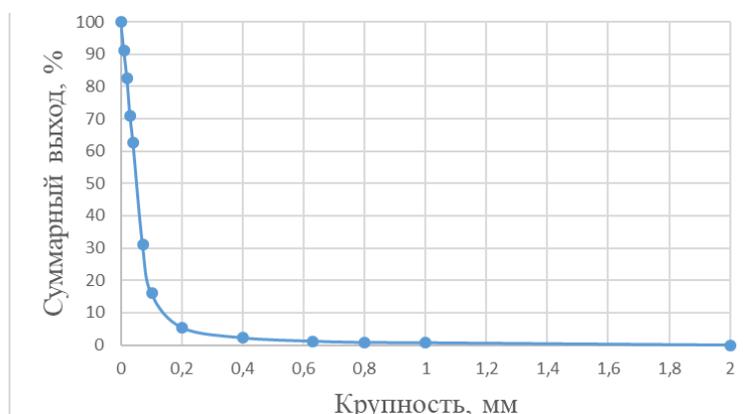


Рисунок 10 – Суммарная характеристика крупности материалов

По результатам ситового и седиментационного анализа мы видим, что классы крупности +0,2 мм имеют маленький выход и их количество составляет всего 5,438 % от всей массы.

Выход шламов крупностью менее 0,02 мм которые мешают флотации литийсодержащих минералов составил 17,43 %. Данные шламы перед флотационным обогащением удалялись гидроциклонированием.

Ввиду незначительного выхода классов крупностью более 0,2 мм их подвергали доизмельчению до крупности менее 0,2 мм.

3.4 Концентрация на столе

Для доизвлечения ниобия из хвостов Бакенского месторождения проводили обогащение на концентрационном столе. Концентрация на столе была выполнена на лабораторном столе 51-КЦ с площадью деки 0,4 м². Схема проведения опыта показана на рисунке 11, а результаты обогащения на концентрационном столе показаны в таблице 6.

Таблица 6 – Результаты обогащения на концентрационном столе

Наименование	Выход, %	Содержание, %		Извлечение, %	
		Nb ₂ O ₅	Li ₂ O	Nb ₂ O ₅	Li ₂ O
Гравитационный концентрат	0,53	1,321	0,189	70,00	1,00
Хвосты	99,47	0,003	0,100	30,00	99,00
Итого	100,00	0,010	0,100	100,00	100,00

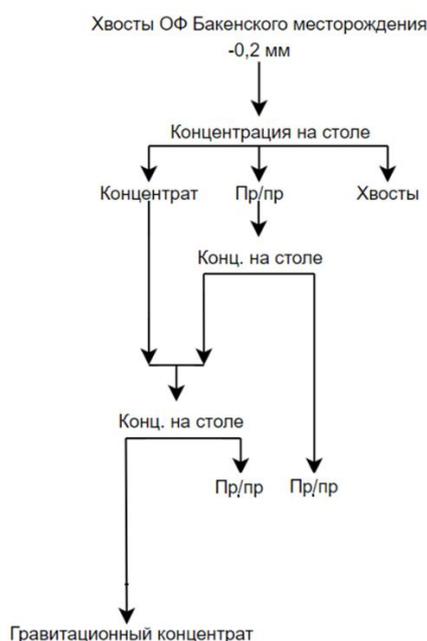


Рисунок 11 – Схема концентрации на столах

В результате обогащения на концентрационном столе получен общий ниобиевый черновой концентрат выходом 0,53 % с содержанием оксида ниобия 1,321 % при извлечении 70 %, на котором проводили магнитную сепарацию в слабом магнитном поле с целью удаления натертого железа и присутствующего в исходном питании магнетита.

3.5 Магнитная сепарация

Доводка гравитационного концентрата осуществлялась магнитной сепарацией.

Магнитная сепарация проводилась на трубчатом магнитном анализаторе. В магнитную фракцию извлекалась железо и магнетит в немагнитной фракции оставался ниобий содержащий продукт. Схема магнитной сепарации показана на рисунке 12.



Рисунок 12 – Схема магнитного обогащения в трубчатом анализаторе

Продукты магнитной сепарации изучались под биноклем (рис.13).

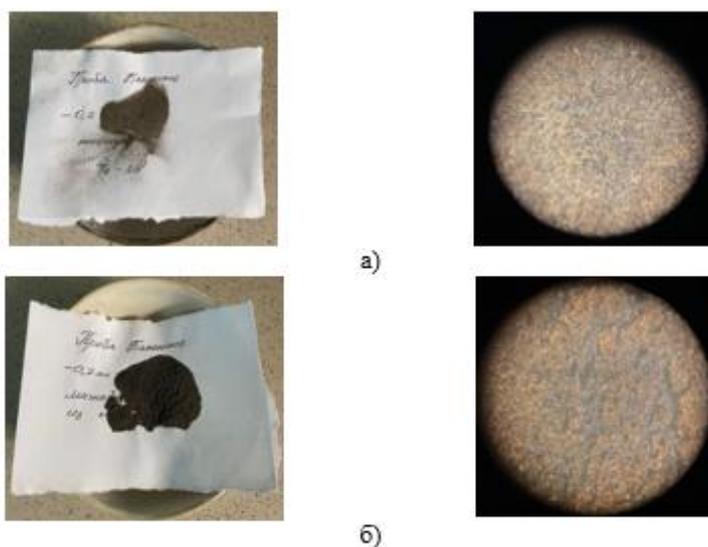


Рисунок 13 – Наблюдение концентратов магнитной сепарации под биноклем: а – немагнитная фракция, концентрат- Nb; б – магнитная фракция магнетит и железо

Результаты магнитной сепарации приведены в таблице 7.

Таблица 7 – Результаты доводки гравитационного концентрата магнитной сепарацией

Наименование	Выход, % от		Содержание Nb ₂ O ₅ , %	Извлечение Nb ₂ O ₅ , %	
	класса	руды		класса	руды
Немагнитная фракция, концентрат- Nb	5,51	0,03	21,577	90,00	63,00
Магнитная фракция, хвосты магнетит и железо	94,49	0,50	0,140	10,00	7,00
Итого гравитационный концентрат	100,00	0,53	1,321	100,00	70,00

В результате доводки гравитационного концентрата магнитной сепарацией был получен ниобиевый черновой концентрат выходом 0,03 % от руды с содержанием оксида ниобия 21,577 % при извлечении 63 % от руды. В связи с ограниченностью исходной пробы дальнейшие работы по получению кондиционного ниобиевого концентрата не проводились.

3.6 Флотация лития из хвостов гравитационного обогащения

Хвосты гравитационного обогащения поступили на флотацию. Флотационная схема включала следующие операции:

- обесшламливание в гидроциклонах.
- оттирка проводилась с добавлением NaOH, расход 3кг/т. NaOH использовался для механического удаления шламистых покрытий, пленок с поверхности зерен.
- кондиционирование пульпы проводилось для того, чтобы оптимизировать физико-химические свойства пульпы для улучшения эффективности флотации. Длительность кондиционирования составила около 5 минут, в процессе в пульпу были добавлены вспениватель Т-80 и олеиновая кислота.
- в основной флотации качестве собирателя литиевых частиц была использована олеиновая кислота C₁₈H₃₄O₂, расход 150 г/т, в виде вспенивателя был добавлен Т-80, расход 38-40 г/т. В первой перемешивающей флотации реагентов не было добавлено, во второй перемешивающей добавлен Т-80 – 38/40 г/т.

Длительность основной флотации составляет 5 минут, перемешивающих флотаций 2 минуты.

Схема флотации показана на рисунке 14.

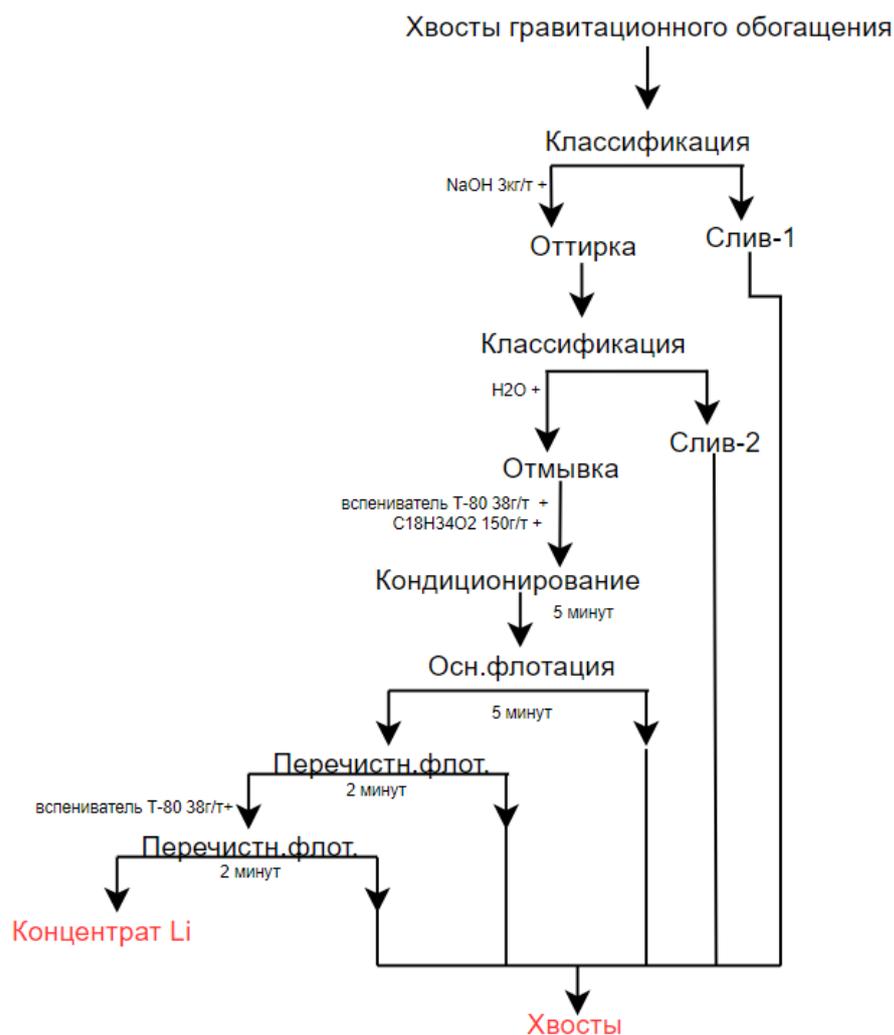


Рисунок 14 – Схема флотации хвостов

Результаты флотации приведены в таблице 8.

Таблица 8 – Результаты флотации

Наименование	Выход, % от		Содержание Li ₂ O, %	Извлечение Li ₂ O, %	
	класса	руды		класса	руды
Концентрат Li	2,63	2,62	1,520	39,98	39,54
Слив-1	10,50	10,44	0,095	9,97	9,82
Слив-2	10,00	9,95	0,100	10,00	9,72
Хвосты	76,87	76,46	0,052	40,05	39,92
Общие хвосты	97,37	96,85	0,062	60,02	59,46
Итого	100,00	99,47	0,100	100,00	99,00

В результате флотации был получен литиевый концентрат выходом 2.62 % от руды с содержанием оксида лития 1.52 % при извлечении 39.54 % от руды.

3.7 Разработка технологической схемы. Баланс металлов

В результате проведенных исследований разработана технологическая схема переработки хвостов Бакенского месторождения позволяющая доизвлекать ниобий и получать литиевый концентрат.

Разработанная гравитационно-магнитная-флотационная схема включает:

- концентрацию на столах с получением черного концентрата оксида ниобия, литий почти полностью извлекается в хвосты;
- доводку гравитационного концентрата магнитной сепарацией в слабомагнитном поле с получением концентрата оксида ниобия;
- флотацию литий содержащих минералов с получением литиевого концентрата.

Разработанная технологическая схема приведена на рисунке 15.

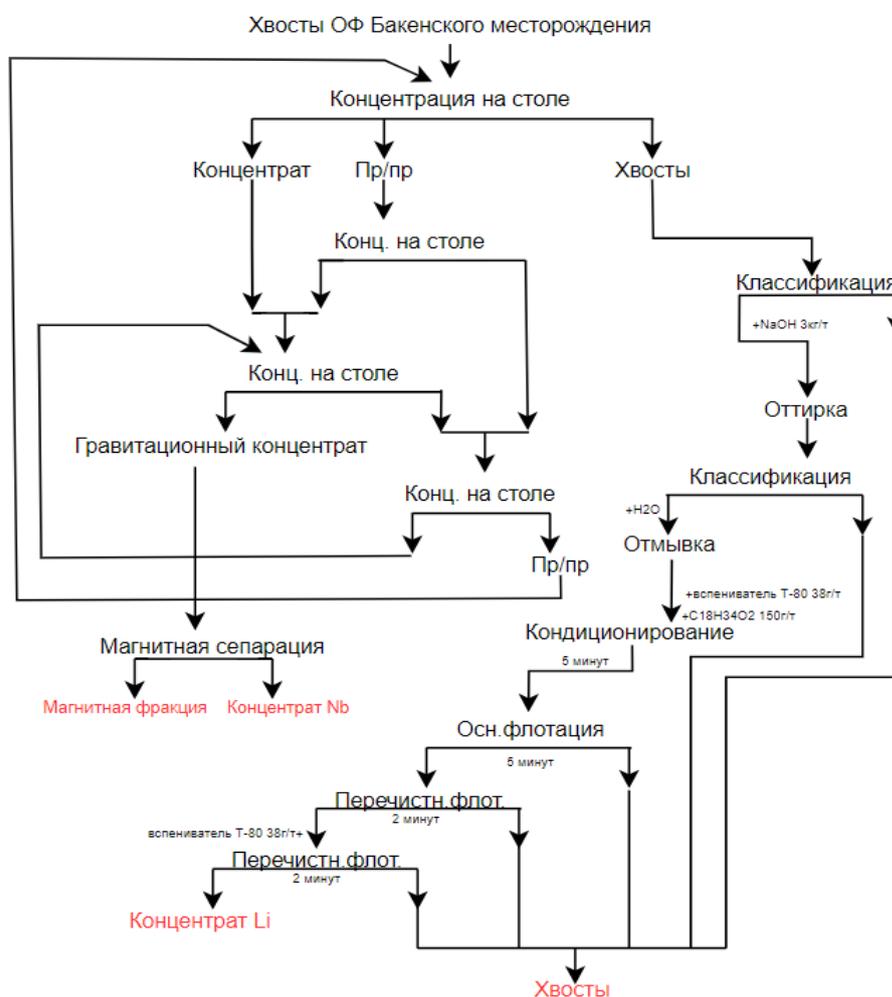


Рисунок 15 – Разработанная технологическая схема обогащения хвостов Бакенского месторождения

Баланс металлов по разработанной технологической схеме приведен в таблице 9.

Таблица 9 – Баланс металлов переработки хвостов Бакенского месторождения по гравитационно-магнитно-флотационной схеме

Наименование	Выход, %	Содержание, %		Извлечение, %	
		Nb ₂ O ₅	Li ₂ O	Nb ₂ O ₅	Li ₂ O
Немагнитная фракция, концентрат- Nb	0,03	21,577	0,189	63,00	0,05
Концентрат Li	2,62	0,003	1,520	0,82	39,54
Магнитная фракция, хвосты магнетит и железо	0,50	0,140	0,189	7,00	0,95
Хвосты флотации	96,85	0,003	0,062	29,18	59,46
Итого, хвосты Бакенского месторождения	100,00	0,010	0,100	100,00	100,00

По разработанной схеме получены:

- ниобиевый черновой концентрат выходом 0,03 % с содержанием оксида ниобия 21,577 % при извлечении 63 %;
- литиевый концентрат выходом 2,62 % с содержанием оксида лития 1,52 %, при извлечении 39,54 %;
- магнитная фракция выходом 0,5 % с содержанием оксида ниобия 0,14 % и лития 0,189 % при извлечении оксида ниобия 7 % и лития 0,95 %;
- хвосты флотации выходом 96,85 % с содержанием оксида ниобия 0,003 % и лития 0,062 % при извлечении оксида ниобия 29,18 % и лития 59,46 %.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

По результатам выполненных исследований можно сделать следующие основные выводы:

– Был изучен вещественный состав хвостов обогатительной фабрики Бакенского месторождения: по результатам химических анализов исходной пробы содержание оксида ниобия составило 0,02 % и оксида лития 0,1 %. В результате полуколичественного анализа кристаллических фаз проба представлена кварцем на 73 %, полевым шпатом – 18 %, слюдой – 7 % и калиевым полевым шпатом – 3 %;

– Определен гранулометрический состав пробы: в результате ситового анализа выяснилось, что основная масса исходной пробы представлена классом менее 0,2 мм;

– Выполнены эксперименты по гравитационному обогащению и получены гравитационный концентрат выходом 0,53 % с содержанием оксида ниобия 1,321 % при извлечении 70 %;

– Была проведена доводка гравитационного концентрата магнитной сепарацией и получены ниобиевый черновой концентрат выходом 0,03 % от руды с содержанием оксида ниобия 21,577 % при извлечении 63 % от руды;

– Проведено флотационное обогащение хвостов гравитационного обогащения в результате которого был получен литиевый концентрат выходом 2,62 % от руды с содержанием оксида лития 1,52 % при извлечении 39,54 % от руды.

В результате проведенных исследований разработана технологическая схема переработки хвостов Бакенского месторождения позволяющая доизвлекать ниобий и получать литиевый концентрат.

Разработанная гравитационно-магнитная-флотационная схема включает:

Концентрацию на столах с получением чернового концентрата оксида ниобия, литий почти полностью извлекается в хвосты;

Доводку гравитационного концентрата магнитной сепарацией в слабомагнитном поле с получением концентрата оксида ниобия;

Флотацию литий содержащих минералов с получением литиевого концентрата.

По разработанной схеме получены:

– ниобиевый черновой концентрат выходом 0,03 % с содержанием оксида ниобия 21,577 % при извлечении 63 %;

– литиевый концентрат выходом 2,62 % с содержанием оксида лития 1,52 %, при извлечении 39,54 %;

– магнитная фракция выходом 0,5 % с содержанием оксида ниобия 0,14 % и лития 0,189 % при извлечении оксида ниобия 7 % и лития 0,95 %;

– хвосты флотации выходом 96,85 % с содержанием оксида ниобия 0,003 % и лития 0,062 % при извлечении оксида ниобия 29,18 % и лития 59,46 %.

В результате переработки хвостов обогатительной фабрики Бакенского месторождения получен ниобиевый черновой концентрат с содержанием оксида

ниобия 21,577 %, что значительно ниже стандарта в 50 % и литиевый с содержанием оксида лития 1,52 %. Таким образом, продукты классифицируются как промежуточные и требуют дальнейшей переработки для достижения необходимого содержания оксида ниобия и оксида лития. Дополнительные этапы обработки повысят качество концентратов до стандартных значений, обеспечив их пригодность для дальнейшего использования в производственных процессах.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 Сборник научных трудов ВИМС. Обогащение руд редких металлов и неметаллов – Недра, 1967г. стр. 1-416
- 2 С.И. Польшкин, Э.В. Адамов. Обогащение руд цветных и редких металлов – Недра, 1975г.
- 3 С.И. Польшкин. Обогащение руд и россыпей редких и благородных металлов – Недра, 1987г.
- 4 Мотовилов И.Ю. Кен дайындау процестері мен жабдықтары: Қазақстанның жоғары оқу орындарының студенттеріне арналған оқу құралы – Алматы: ҚазҰТЗУ, 2023ж. – 144 б.
- 5 Синакевич А.С., Тимощенко Р.Л., Чипанин И.В. Обогащение руд россыпей золота и редких металлов – ОАО Иргиредмет, Иркутск, 1972 г., 179 стр
- 6 Ласкорин Б.Н. Комбинированные методы обогащения полезных ископаемых – Наука, Москва, 1978г., 136стр., УДК: 662-1:669.053+622.765
- 7 Шилаев В.П. Основы обогащения полезных ископаемых – Москва, «Недра» 1986г.
- 8 Белькова О.Н., Леонов С.Б Исследование полезных ископаемых на обогатимость – Интерметинжиниринг, Москва, 2001г., 631стр.
- 9 Корчевский А.Н, Самойлик В.Г. Практикум по обогащению руд – ДонНТУ, Донецк, 2020г., 60стр.
- 10 Верхотуров М.В. Гравитационные методы обогащения – МАКС Пресс, Москва, 2006г. 352стр.
- 11 Наумов М.Е., Тюрникова В.И. Повышение эффективности флотации – Москва, «Недра», 1980г., 224стр.