

На правах рукописи

Хассан Абдалла Мохамед Элбэндари



**ПОВЫШЕНИЕ КОМПЛЕКСНОСТИ ПЕРЕРАБОТКИ ФОСФАТНЫХ
РУД ФЛОТАЦИОННЫМ МЕТОДОМ**

Специальность 25.00.13 – Обогащение полезных ископаемых

**Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук**

Санкт-Петербург – 2021

Работа выполнена в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Санкт - Петербургский горный университет»

Научный руководитель:

доктор технических наук, профессор

Александрова Татьяна Николаевна

Официальные оппоненты

Пестряк Ирина Васильевна

доктор технических наук, доцент, федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», кафедра общей и неорганической химии, доцент.

Мезенин Антон Олегович

кандидат технических наук, Научно-производственная корпорация «Механобр-техника» (акционерное общество), отдел продаж, руководитель.

Ведущая организация – Горный институт – обособленное подразделение Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федерального исследовательского центра «Кольский научный центр Российской академии наук», г. Апатиты.

Защита состоится 23 июня 2021 г. в 14 час. 30 мин. на заседании диссертационного совета ГУ 212.224.03 Горного университета по адресу: 199106, г. Санкт-Петербург, В.О., 21 линия, д.2, ауд. 1171а.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Горного университета и на сайте: www.spmi.ru

Автореферат разослан 23 апреля 2021 г.

УЧЕНЫЙ СЕКРЕТАРЬ
диссертационного совета

БОДУЭН
Анна Ярославовна

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования. На фоне повышающегося спроса на продукцию горной промышленности возрастают требования к комплексности переработки минерального сырья. Повышение степени извлечения ценных компонентов из руд требует внедрения «глубоких» технологий переработки.

Одним из наиболее перспективных видов комплексного сырья являются фосфатные руды. Продукты переработки фосфатных руд широко востребованы в пищевой и химической промышленности, являясь источником фосфорной кислоты и сырьем для производства минеральных удобрений. Важность этого ресурса обуславливается растущим спросом на продукцию пищевой промышленности и невозможностью восполнения его другим путем, кроме как горной добычи. Помимо этого, фосфатные руды могут служить источником ряда редкоземельных элементов, связанных с рудными минералами. Однако сокращение месторождений с высоким содержанием P_2O_5 приводит к повышению требуемых объемов переработки фосфатной руды и понижению рентабельности производства.

Степень разработанности темы исследования. В проблеме повышения эффективности и степени комплексности переработки фосфатного сырья ключевую роль играет обогатительный передел. Вопросам переработки фосфатных руд посвящены работы многих отечественных и зарубежных ученых, таких как: Плаксин И.Н., Эйгельс М.А., Абрамов А.А., Митрофанов С.И., Брыляков Ю.Е., Fuerstenau M.C., Lawendy T.A. и др.

Широкий спектр научных исследований посвящен повышению эффективности основного обогатительного передела фосфатных руд - флотации. Основными проблемами флотационного обогащения для таких руд являются низкое извлечение ценного компонента в концентрат и высокий расход реагентов. Это обусловлено тремя факторами: 1) высокая степень замещения в кристаллической решетке ионов PO_4^{3-} на ионы CO_3^{2-} и F^- ; 2) неравномерность и пористость поверхности минеральных частиц, что приводит к повышенной сорбционной способности поверхности минералов; 3) склонность сырья к ошламованию в процессе обогащения.

Для оценки эффективности технических решений необходимо проведение лабораторных исследований обогатимости сырья. Лабораторные исследования процессов флотационного обогащения фосфатного сырья производятся с использованием различных методов статистического анализа. В основе этих методов лежит возможность математического планирования эксперимента.

В ходе аналитического обзора современной научной литературы установлена возможность повышения эффективности флотационного обогащения за счет синергетического эффекта при применении смеси нескольких собирателей.

Таким образом, разработка эффективных технологий переработки фосфатных руд как магматического, так и осадочного происхождения с целью повышения комплексности сырья и качества концентратов **является актуальной задачей** и имеет научную и практическую значимость в современных экономических условиях.

Цель работы. Обоснование и разработка технологических решений флотационного обогащения Хибинских апатит-нефелиновых руд и фосфатных руд месторождения Абу-Тартур (Арабская Республика Египет) для повышения качества концентратов и комплексности использования фосфатного минерального сырья

Задачи исследований:

1. Систематизация и анализ минерально-сырьевой базы фосфатного сырья.
2. Изучение вещественного и минералогического состава исследуемых руд;
3. Экспериментальные исследования обогащения фосфатных руд месторождения Абу-Тартур для обоснования эффективной технологической схемы переработки.
4. Экспериментально-теоретические исследования влияния параметров флотации (рН, тонина помола, тип реагентов и их расходы) на содержание и извлечение пятиоксида фосфора с использованием статистического метода для оптимизации процесса и повышения качества концентрата.
5. Разработка технологической схемы обогащения Хибинских апатит-нефелиновых руд для повышения комплексности их переработки

Объект исследования. В настоящей работе в качестве объектов исследования выбраны Хибинские апатит-нефелиновые руды (Россия) и фосфоритовые руды месторождения Абу-Тартур (Арабская Республика Египет).

Методология и методы исследований. Экспериментальные исследования проводились на лабораторной базе кафедры обогащения полезных ископаемых Горного университета. Анализ исходных проб и продуктов обогащения проводился с использованием рентгенофлуоресцентного спектрометра EDX-7000, фирмы Shimadzu, Япония. В оптических методах исследований использовался

поляризационный микроскоп для работы в проходящем и отраженном свете Leica DM2700P, укомплектованный цифровой камерой Leica DFC495. Минеральный анализ в аншлифах-брикетах и автоматизированный минералогический анализ (MLA) проводился на инструментальном автоматическом комплексе MLA 650 (FEI Company), включающем сканирующий электронный микроскоп FEI Quanta 650 SEM, оснащенный системой рентгеноспектрального микроанализа с двумя детекторами. Флотационные исследования проводились на механических флотомашинах НПК «Механобр-техника», Россия. Исследования оттирки проводились на пневмомеханических флотационных машинах Laarmann, Нидерланды. Статистический анализ данных проведен с помощью программы Design expert.

Научная новизна работы:

1. Установлены регрессионные зависимости влияния на содержание и извлечение пятиокси фосфора и вредных примесей при флотации осадочных фосфоритовых руд расхода реагента депрессора триполифосфата натрия и расхода катионного реагента-собирателя класса амины: $\varepsilon, \beta = f(A; B)$, где A – расход реагента депрессора триполифосфат натрия (г/т), B – расход реагента катионного собирателя класса аминов (г/т)
2. Обосновано применение в качестве реагента депрессора триполифосфата натрия (ТПФН) при флотации осадочного фосфата. Показано, что ТПФН позволяет селективно депрессировать фосфатные минералы.
3. Разработан новый реагентный режим прямой флотации апатит-нефелиновой руды на основе оксиэтилированного изотридеканолола (ОКИД). Установлено, что замена фосфолана оксиэтилированным изотридеканололом повышает селективность флотации апатита.
4. Установлены корреляционные зависимости влияния на содержание и извлечение пятиокси фосфора в концентрат при флотации апатит-нефелиновых руд расхода собирательной смеси, расхода депрессора и уровня pH: $\beta_{P_{2O_5}}, \varepsilon_{P_{2O_5}} = f(A, B, C)$, где A – расход собирательной смеси с обоснованным составом (г/т), B – расход реагента депрессора (г/т), C – уровень pH.

Теоретическая и практическая значимость работы.

Разработаны технологические схемы переработки фосфатных руд осадочного и магматического происхождения с обоснованными режимными параметрами на основе углубленного изучения минералогических особенностей фосфатных руд. Полученные результаты дают основу для развития теоретических исследований в направлении более глубокого

изучения влияния минералого-технологических особенностей исследуемого сырья на повышение комплексности их переработки.

Практическая значимость работы заключается в разработке способа извлечения фосфорсодержащих руд и сопутствующих редкоземельных металлов (патент РФ № 2737769 от 02.12.2020).

На защиту выносятся следующие положения:

1. Применение обратной флотации с использованием катионного собирателя на основе амина и триполифосфата натрия (НТПФ) в качестве депрессора с обоснованными расходами с предварительной оттиркой и обесшламливанием пульпы позволяет повысить эффективность обогащения фосфатных руд месторождения Абу-Тартур.

2. Сочетание апатитовой флотации с использованием установленного сочетания собирательной смеси на основе оксигидрильных собирателей с добавлением оксиэтилированного изотридеканолола и нефелиновой флотации с использованием катионного собирателя, при обоснованных режимных параметрах (pH, тонина помола, тип реагентов и их расходы) позволяет повысить качество концентрата и комплексность переработки с учетом минералогического состава сырья.

Связь темы диссертации с научно-техническими программами, отраслевыми планами министерств и т.д.

Диссертационная работа выполнена в соответствии с федеральной целевой программой «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технического комплекса России» на 2014–2020 годы, утвержденной Постановлением Правительства Российской Федерации № 426 от 21 мая 2013 года, № 14.574.21.0168 от 26.09.2017, уникальный идентификатор RFMEFI57417X0168.

Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов и рекомендаций, содержащихся в диссертации, подтверждается достаточным объемом проведенных экспериментальных исследований, их представительностью и сходимостью, оценкой полученных данных методами математической статистики; применением современного оборудования и средств измерения, а также апробацией полученных результатов на международных и всероссийских конференциях.

Апробация работы проведена на научно-практических мероприятиях с докладами:

1. международная научно-практическая конференция «50 лет российской научной школе комплексного освоения недр земли» (г. Москва, 2017);

2. международная научно-практическая конференция «Geomechanics and geodynamics of rock masses, EUROCK 2018, Saint-Petersburg, Russia, 2018;

3. международная научно-практическая конференция «14th International congress for applied mineralogy (ICAM 2019)» (г. Белгород, 2019);

4. всероссийская конференция-школа молодых ученых и специалистов «Развитие технологий добычи и обогащения месторождений полезных ископаемых» (ГОИ КНЦ РАН, г. Апатиты, 2019);

5. VIII международная научно-практическая конференция «Problems of complex development of georesources» (ИГД ДВО РАН, г. Хабаровск, 2020);

6. X всероссийская научно-практическая конференция «Инновационные направления в проектировании горнодобывающих предприятий: Эффективное освоение месторождений полезных ископаемых» (г. Санкт-Петербург, 2020).

Публикации по работе. Результаты диссертационной работы в достаточной степени освещены в 9 печатных работах, в том числе в 3 статьях - в изданиях из перечня рецензируемых научных изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, на соискание ученой степени доктора наук (далее – Перечень ВАК) и в 4 статьях - в изданиях, входящих в международную базу данных и систему цитирования Scopus. Получен 1 патент.

Личный вклад автора в получении научных результатов.

Автором изучен и проанализирован опубликованный материал по флотации фосфорсодержащих руд, сформулированы и реализованы научно-исследовательские задачи, обоснованы научные положения.

Непосредственное выполнение лабораторных исследований по флотации, определению минерального и химического состава проб, с последующей обработкой и статистической интерпретацией полученных результатов. Разработка и обосновании эффективных технологических решений переработки фосфорсодержащих руд с использованием новых реагентов для повышения извлечения пятиоксида фосфора.

Структура и объем работы. Диссертация состоит из введения, 5 глав, заключения, списка литературы, включающего 122 источника. Работа изложена на 134 страницах машинописного текста и содержит 92 рисунка и 46 таблиц.

Благодарности. Автор глубоко признателен доктору технических наук, профессору Татьяне Николаевне Александровой и коллективу кафедры обогащения полезных ископаемых Горного университета за оказанную поддержку и научное консультирование на протяжении всей работы.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении изложены проблематика и актуальность работы, сформулированы цель и задачи исследования, основные защищаемые положения, а также научная и практическая значимость полученных результатов исследований.

В первой главе проведен обзор минерально-сырьевой базы фосфатного сырья. Рассмотрены современные способы обогащения фосфатных руд.

Во второй главе приведена характеристика объектов исследования. Описан комплекс методов по исследованию обогащения фосфатных руд для повышения комплексности переработки, включающий минералогические исследования образцов руды, исследование процессов рудоподготовки сырья к обогащению, оттирке и обесшламливанию пульпы перед флотацией, оптимизацию процессов флотационного обогащения фосфатного сырья.

В третьей главе представлены результаты исследования минералогических особенностей фосфатных руд и обратной анионной и обратной катионной флотации, обоснован реагентный режим. Определена необходимость оттирки и обесшламливания пульпы перед флотацией. Разработана эффективная технологическая схема флотационного обогащения фосфатных руд месторождения Абу-Тартур (Арабская Республика Египет).

В четвертой главе приведены результаты исследований минералогических особенностей Хибинских апатит-нефелиновых руд. Проведено исследование дезинтеграции сырья при измельчении для обоснования крупности питания флотации. Проведена оптимизация флотационного извлечения апатита, представлены результаты интенсификации процесса флотации нефелина. Определено влияния ионов жесткости воды на процесс флотационного обогащения. Приведены результаты исследований магнитной сепарации хвостов апатитовой флотации с целью получения железосодержащего концентрата.

В пятой главе приведены результаты маркетинговых исследований и технико-экономическая оценка рыночного потенциала разработанных технологических решений. Рассчитан коэффициент комплексности.

В заключении даны обобщенные выводы по результатам диссертационного исследования

ЗАЩИЩАЕМЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1. Применение обратной флотации с использованием катионного собирателя на основе амина и триполифосфата натрия (НТПФ) в качестве депрессора с обоснованными расходами с предварительной оттиркой и обесшламливанием пульпы позволяет повысить эффективность обогащения фосфатных руд месторождения Абу-Тартур.

Объектом исследования была выбрана фосфатная руда осадочного происхождения месторождения Абу-Тартур (Арабская Республика Египет). В таблице 1 представлены химический состав руды.

Таблица 1 – Химический состав руды Абу Тартур

Компонент	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO
Содержание, %	10,4	0,072	1,05	4,2	46,4	0,62
Компонент	MnO	K ₂ O	Na ₂ O	P ₂ O ₅	SO ₃	ппп
Содержание, %	0,21	0,40	0,57	22,5	9,5	4,1

По данным химического анализа (таблица 1) содержание пятиокси фосфора в исследуемых рудах составляет 22,5 %, содержание глинозема 1,05 %. Потери при прокаливании составляют 4,1 %. Проведены исследования минералогических особенностей исследуемого сырья. Основными составляющими руды являются фторапатит, гипс, кварц и оксиды железа. На рисунках 1–2 представлены результаты исследования минералогических особенностей образцов фосфоритовой руды.

Зерна фторапатита представлены преимущественно двумя разновидностями – в виде илестых и единичных обломков (биокластов). Илестые шламы фторапатита форму от округлой до округло-сферической и лишены различной внутренней структуры. Их размеры варьируются от 40 до 90 мкм в диаметре, цвет варьируется от бесцветных прозрачных, желтых до коричневых полупрозрачных. Зерна кварца имеют размеры от 60 до 80 мкм, имеют цвет от бледно-серого до бледно-коричневого. Гипс встречается в виде кристаллических и микрокристаллических агрегатов, цвет варьируется от бесцветного до полупрозрачного бледно-желтого и составляет порядка 20–30 %.

Оксиды железа представлены преимущественно в виде частиц красного или коричневого цвета размеров 20–100 мкм, заполняющих поры или частично перекрывающие зерна фторапатита. В некоторых разновидностях образцах гипс представляет собой жилы с вкраплениями

зерен фторапатита. Гранулометрический состав исходной руды представлен на рисунке 3. Получено, что выход класса -160 мкм в исходной пробе составляет 23,4 %.

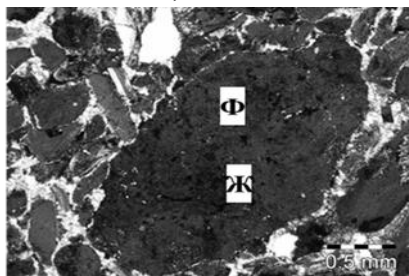


Рисунок 2— Крупное зерно фторапатита (Ф), цементированное гипсом и частично замещенное коричневым оксидом железа (Ж)

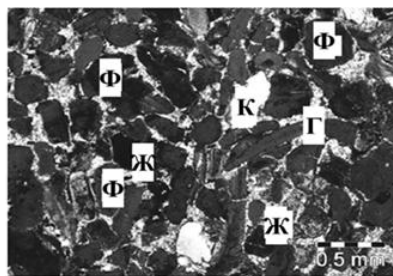


Рисунок 1 — Основные составляющие фосфоритовой руды: зерна фторапатита (Ф), гипс (Г), оксиды железа (Ж) и детритовый кварц (К)

Чтобы определить время измельчения до необходимого размера и избежать переизмельчения материала, проведено исследование кинетики измельчения руды.

В качестве готового класса крупности для флотации апатита выбран класс -160 мкм. По результатам исследования кинетики измельчения получено уравнение (1), описывающее зависимость прироста требуемого класса крупности -160 мкм от времени измельчения:

$$\gamma_{-160\text{мкм}} = 100 - 76.7e^{-0.21412t^{0.6545}} \quad (1),$$

где $\gamma_{-160\text{мкм}}$ — выход класса -160 мкм, %;

t — время измельчения, мин.

Проведено исследование оттирки и обесшламливания руды по классу 53 мкм. Оттирка пульпы проводилась при содержании твердого 60 %, частота оборотов импеллера 1500 об/мин, время оттирки составляло 15 минут. В таблице 2 представлены результаты. Анализ данных, представленных в таблице 2, показывает, что в класс крупности -53+0 мкм переходит значительное количество породообразующих минералов, например извлечение оксида кремния составляет 81,71 % при содержании 20,23 %. В классе крупности -250+53 мкм содержание пятиоксида фосфора после оттирки и обесшламливания составляет 27,97 % при извлечении 72,1 %. Таким образом, для фосфатных руд месторождения Абу Тартур обоснована необходимость оттирки и обесшламливания перед флотационным обогащением. Проведено сравнение обратной анионной флотации с использованием в качестве собирателя талового масла при pH=6,

и обратной катионной флотации с использованием в качестве собирателя реагента класса амины. Результаты исследования расхода собирателя на извлечения пятиоксида фосфора и вредных примесей в концентрат представлены на рисунке 4.

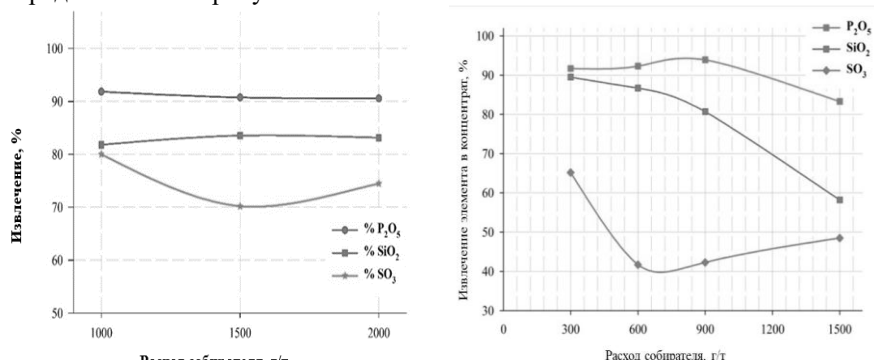


Рисунок 4 – Результаты исследования влияния расхода собирателя на извлечение в концентрат пятиоксида фосфора и вредных примесей для обратной анионной (слева) и обратной катионной (справа) флотации

Анализ данных, представленных на рисунке 4 показывает, что наибольшее извлечение пятиоксида фосфора и минимальное извлечение гипса и кварца в концентрат получено при использовании обратной катионной флотации.

С целью оптимизации процесса флотации фосфоритовой руды было проведено планирование эксперимента с применением дисперсионного анализа ANOVA. В качестве факторов варьирования были выбраны были выбраны расход депрессора ТПФН (фактор А) и расход собирателя (фактор В) класса аминов (Flotigam EDA). Поверхности отклика для извлечения пятиоксида фосфора и оксида кремния в концентрат представлены на рисунке 5. На основании анализа данных с применением дисперсионного анализа получено, что оптимальным расходом реагентов амина и ТПФН является составляет 950,86 г/т и 500 г/т соответственно. Оптимальные параметры процесса и результаты флотационного обогащения для стадии основной флотации представлены в таблице 3.

Таблица 3 – Оптимальные параметры расхода амина и НТПФ при обратной аминной флотации фосфатной руды месторождения Абу-Тартур

Расход амина, г/т	Расход ТПФН, г/т	P_2O_5		SiO_2		SO_3	
		β , %	ϵ , %	β , %	ϵ , %	β , %	ϵ , %
950.86	500	31.23	95.22	2.13	55.10	3.43	44.65

В результате исследования получены адекватные корреляционные зависимости (уравнение 2-7) для извлечения и содержания в концентрате ценных компонентов и вредных примесей от расхода депрессора (ТПФН) и собирателя (амин).

$$\beta P_2O_5 = 27.87 + 8.246 \cdot 10^{-3} A - 1.8959 \cdot 10^{-3} B - 4.1029 \cdot 10^{-6} A^2 + 8.517 \cdot 10^{-7} B^2, (2)$$

$$\epsilon P_2O_5 = 88.567 + 2.094 \cdot 10^{-2} A - 1.5925 \cdot 10^{-5} A^2, (3)$$

$$\beta SiO_2 = 4.284 - 3.2369 \cdot 10^{-3} A - 4.697 \cdot 10^{-4} B + 1.264 \cdot 10^{-6} A^2 + 2.0069 \cdot 10^{-7} B^2, (4)$$

$$\epsilon SiO_2 = 117.29 - 9.367 \cdot 10^{-2} A - 7.4689 \cdot 10^{-3} B + 3.386 \cdot 10^{-5} A^2, (5)$$

$$\beta SO_3 = 6.486 - 6.856 \cdot 10^{-3} A + 3.174 \cdot 10^{-4} B + 3.648 \cdot 10^{-6} A^2 - 2.662 \cdot 10^{-7} B^2 + 1.5000 \cdot 10^{-7} AB, (6)$$

$$\epsilon SO_3 = 88.14 - 8.434 \cdot 10^{-2} A - 2.6846 \cdot 10^{-3} B + 4.1029 \cdot 10^{-5} A^2, (7)$$

где A - расход собирателя (амин, г/т), а B - расхода депрессора (ТПФН, г/т).

На рисунке 6 показана разработанная технологическая схема для флотационного обогащения фосфоритовых руд месторождения Абу-Тартур. Для разработанной технологической схемы обоснованы параметры измельчения до крупности материала в питании флотации 84 % класса -160 мкм. Продукт после измельчения поступает на оттирку и обесшламливание после чего происходит разделение на песковую и шламовую фракции по классу 53 мкм. Слив гидроциклона рекомендован для флотационного обогащения в колонных флотомашинах. Пески гидроциклона поступают на обратную катионную флотацию с получением кондиционного продукта.

2. Сочетание апатитовой флотации с использованием установленного сочетания собирательной смеси на основе оксигидрильных собирателей с добавлением оксиэтиллированного изотридеканола и нефелиновой флотации с использованием катионного собирателя, при обоснованных режимных параметрах (рН, тонина помола, тип реагентов и их расходы) позволяет повысить качество концентрата и комплексность переработки с учетом минералогического состава сырья.

Объектом исследования была выбрана апатит-нефелиновая руда магматического происхождения Хибинского месторождения (Россия). Результаты исследования образцов методами электронной микроскопии с применением автоматизированного минералогического анализа (MLA) показаны на рисунке 7. Преобладающими минералами пробы являются нефелин, апатит, полевые шпаты и пироксены, составляющие в сумме 81,13%. С содержанием от 1 до 4% в руде присутствуют слюды, натролит, канкринит, сфен и магнетит. Основным минералом-концентратором фосфора является апатит, в котором распределено 99,92% компонента, в

редких случаях отмечаются эшинит, фосфаты РЗЭ и ломоносовит. С применением методов электронной микроскопии проведено углубленное изучение минералогических особенностей апатита. На рисунке 8 представлено срастание кристаллической формы апатита с нефелином, пироксенами и сфеном. Зерна апатита имеют размеры 0,05-1,0 мм, преимущественно преобладают 0,15-0,5 мм. Большая часть зерен апатита имеет однородное строение, однако в отдельных зернах можно увидеть зональное строение.

На образцах исследуемой руды проведено определение содержания основных компонентов по классам крупности (рисунок 9).

Анализ данных, представленных на рисунке 10, показал, что по содержанию оксидов алюминия, кальция и фосфора значительных колебаний по классам крупности не отмечено (Al_2O_3 – от 14,00 до 16,06 %, CaO – от 12,92 до 16,88 % P_2O_5 – от 6,96 до 9,27 %).

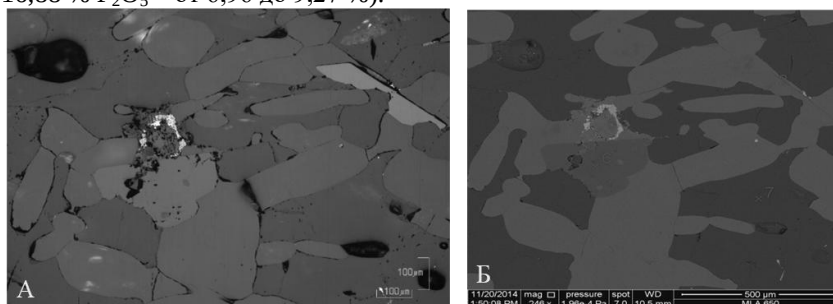


Рисунок 8 – Срастание кристаллической формы апатита с нефелином, пироксенами и сфеном. 1, 2, 4 – апатит, 3 – сфен, 5 – биотит, 6 – авгит, 7 – нефелин. А – отраженный свет, Б – в обратно рассеянных электронах

Содержание других контролируемых компонентов (оксидов железа общего, магния, натрия, калия) близкое и колеблется по классам крупности в пределах: оксид железа общего – 6,58–7,82 %, оксид магния – 1,10–1,60 %, оксид натрия – 35–8,07 %, оксид калия – 4,68–5,75 %. Распределение доли апатита в составе бинарных и полиминеральных сростков с другими преобладающими минералами пробы показано на рисунках 10 и 11 соответственно.

На основании анализа данных, приведенных на рисунках 10-11, установлено, что во всех классах крупности наблюдаются бинарные сростки апатита с нефелином, с отчетливым пиком в классе крупности $-0,071 \pm 0,045$ мм. В значительно меньших количествах встречаются сростки апатита с пироксенами и полевыми шпатами, в которых доля апатита в классе

крупности -0,5+0,2 мм составляет 2,53 и 2,23%. Наибольший процент бинарных сростков апатита со всеми вышеперечисленными минералами получен для классов крупности -0,16+0,071 и -0,071+0,045 мм, что предопределяет крупность материала для раскрытия сростков и как следствие повышение селективности флотационного обогащения фосфорсодержащих руд. Наибольший процент полиминеральных сростков для апатита наблюдается в классе крупности -0,5+0,2 мм, преимущественно с нефелином и пироксенами, с долей 3,89 и 4,44 % соответственно. Также пик для полиминеральных сростков апатита с полевыми шпатами, нефелином и слюдисто-глинистыми минералами отмечен для крупности +0,16+0,071 мм. Значительно меньшее количество сростков апатита наблюдается в классе крупности -0,045+0 мм. По результатам исследования кинетики измельчения апатит-нефелиновых руд получено уравнение 8, описывающее зависимость прироста требуемого класса крупности –160 мкм от времени измельчения:

$$\gamma_{-160\text{мкм}} = 100 - 80.1e^{-0.04254t^{1.3146}} \quad (8)$$

где $\gamma_{-160\text{мкм}}$ – выход класса -160 мкм, %;

t – время измельчения, мин.

Для максимизации извлечения апатита в концентрат проведена оптимизация процесса апатитовой флотации. В качестве факторов варьирования были выбраны расход собирателя и депрессора и уровень pH. Факторы варьирования и их уровни представлены в таблице 4. В качестве собирателя была использована собирательная смесь из талловых масел, в качестве депрессора было выбрано жидкое стекло.

Таблица 4 – Факторы и диапазоны их варьирования

Обозначение	Выбранный фактор	Уровни факторов		
		-1	0	+1
A	Расход собирателя, г/т	60	100	140
B	Расход депрессора, г/т	100	300	500
C	pH	9.5	10.25	11

На рисунке 12 представлены поверхности отклика для влияния на содержание и извлечение пятиокси фосфора в концентрат расхода собирателя и депрессора, и уровня pH. После компьютерной обработки экспериментальных данных были получены прогностические математические модели (9, 10), адекватно описывающие зависимость содержания и извлечения P_2O_5 в концентрат от расхода собирателя, расхода депрессора, pH:

$$\beta_{P_{2O_5}} = -556.2446 + 0.77228A - 0.064487B + 104.069C - 1.7723e^{-004}A^2 - 5.29095e^{-005}B^2 - 4.60634C^2 + 2.71091e^{-004}AB - 0.078651AC + 6.95953e^{-003}BC, \quad (9)$$

$$\varepsilon_{P_{2O_5}} = -2731.648 + 4.3255A - 0.76447B + 502.865C - 4.6351e^{-003}A^2 - 1.9296e^{-004}B^2 - 22.747C^2 + 1.2022e^{-003}AB - 0.3438AC + 0.06988BC, \quad (10)$$

где А - расход собирателя, г/т, В - расход депрессора, г/т; и С – уровень рН.

Результаты сопоставления расчетных и экспериментальных данных показали, что погрешность не превышает 5 %, что позволяет использовать данные модели для прогноза показателей флотации в исследуемом диапазоне. На основании полученных данных установлено, что максимальное содержание и извлечение пятиокси фосфора в концентрат получено при расходе собирателя 135, г/т и расходе депрессора 380 г/т. Для повышения селективности процесса флотационного извлечения апатита в концентрат пенной флотации было проведено исследование замены в составе собирательной смеси фосфолана на оксигетилированный изотридеканол (ОКИД). Результаты исследования представлены в таблице 5. На основании анализа полученных в таблице 5 определено, что замена фосфолана на ОКИД положительно сказывается на селективности извлечения пятиокси фосфора в концентрат. С применением ОКИД получен после стадии основной флотации концентрат с содержанием пятиокси фосфора 33,1 % при извлечении 96,82 %. Также отмечается снижение в концентрате содержания нефелина и кварца.

Для интенсификации флотации нефелина было проведено исследование кинетики процесса. На нефелиновую флотацию поступали хвосты апатитовой флотации. Флотация проводилась с применением в качестве активатора нефелина кремнефтористого натрия с расходом 4 кг/т, уровне рН 4,5 создаваемым серной кислотой с последующим повышением до 5,8-6. В качестве реагента-депрессора был использован хлорид калия, в качестве собирателя реагент класса амин (расход 100 г/т). Для описания кинетики было проведено разбиение времени флотации на скоростной и равномерный с получением системы уравнений (11) для прогнозирования извлечения нефелина в концентрат в исследуемых условиях:

$$\begin{cases} \varepsilon_1(t) = -263,16 \cdot t \cdot (t + 1311,75), t \leq 240, \\ \varepsilon_2(t) = 112,36 \cdot t \cdot (t + 181,28), 240 < t \leq 420 \end{cases} \quad (11)$$

где t – время флотации, с.

На основании полученных данных определено время флотации нефелина, равное 5 минутам. Для проведения исследования влияния увеличения расхода собирателя на процесс флотации был увеличен расход

активатора с 4 до 7 кг/т при постоянных условиях. Результаты флотационного опыта представлены в таблице 6.

В результате проведения исследований лучшие технологические показатели по содержанию (28,94 %) и извлечению (86,65 %) Al_2O_3 в пенный продукт были получены при расходе активатора 6 кг/т. С целью повышения комплексности технологии переработки апатит-нефелиновых руд перед нефелиновой флотацией были проведены опыты высокоградиентной мокрой магнитной сепарации с целью выделения в железистых слюдах в железосодержащий концентрат. Параметры проведения магнитной сепарации: диаметр стержня матрицы 4 мм; частота пульсации 250 мин^{-1} ; -индукция магнитного поля 1,2 Тл. Разработанная технология представлена на рисунке 13. С применением разработанной технологии переработки апатит-нефелиновых руд для повышения комплексности использования ресурсов получены три концентрата: апатитовый (содержание пятиоксида фосфора 39,2 % при извлечении 94,25, %), нефелиновый (содержание глинозема 29,50 % при извлечении 91,68 %) и железосодержащий (содержание оксида железа 19,35 % при извлечении 31,19 %) концентраты. Результаты представлены в таблице 7.

Таблица 6 – Результаты исследования влияния на флотацию нефелина расхода кремнефтористого натрия

Расход активатора	γ , %	$\beta_{Al_2O_3}$, %	$\epsilon_{Al_2O_3}$, %
4	75,89	28,24	76,93
5	77,01	28,30	78,22
6	83,42	28,94	86,65
7	81,19	28,32	73,07
Питание флотации	100	27,86	100

Разработанная технология позволяет повысить коэффициент комплексности с 72,23 % до 91,85 % за счет вовлечения в процесс нефелинового сырья с получением нефелинового концентрата и получения магнитными методами железосодержащего концентрата, который возможно продавать как железорудное сырье.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Диссертация представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой предлагается новое решение актуальной научной задачи повышения комплексности переработки фосфатных руд. Выполненные исследования позволяют сделать следующие выводы и рекомендации:

1. На основании проведенных минералого-технологических исследований фосфоритовой руды месторождения Абу-Тартур (Арабская Республика Египет) определен химический состав руды: содержание пятиоксида фосфора в исследуемых рудах составляет 22,5 %, содержание оксида алюминия составляет 1,05 %. Минеральный состав руд представлен преимущественно фторапатитом, гипсом, кварцем и оксидами железа.

2. Обоснована необходимость проведения перед флотационным обогащением оттирки и обесшламливания руды. Параметры оттирки: содержание твердого 60 %, частота оборотов импеллера 1500 об/мин, время оттирки 15 минут. Обесшламливание проведено на сите с размером ячейки 53 мкм. Показана эффективность применения обратной катионной флотации для флотации фосфоритовых руд месторождения Абу-Тартур по сравнению с обратной анионной флотацией. Обоснован реагентный режим флотации: уровень pH 6, депрессор фосфорсодержащих минералов триполифосфат натрия и катионный собиратель класса аминов Flotigam EDA для извлечения в пенный продукт породообразующих минералов. Оптимизация процесса флотации позволила определить расход собирателя, равный 950,86 г/т и депрессора 500 г/т для максимального извлечения пятиоксида фосфора в концентрат. В результате исследования получены адекватные корреляционные зависимости (уравнения 1-6) для извлечения и содержания в концентрате ценных компонентов и вредных примесей (силикаты и гипс) от расхода депрессора (ТПФН) и собирателя (амин):

$$\beta P_2O_5 = 27.87 + 8.246 \cdot 10^{-3} A - 1.8959 \cdot 10^{-3} B - 4.1029 \cdot 10^{-6} A^2 + 8.517 \cdot 10^{-7} B^2, (1)$$

$$\epsilon P_2O_5 = 88.567 + 2.094 \cdot 10^{-2} A - 1.5925 \cdot 10^{-5} A^2, (2)$$

$$\beta SiO_2 = 4.284 - 3.2369 \cdot 10^{-3} A - 4.697 \cdot 10^{-4} B + 1.264 \cdot 10^{-6} A^2 + 2.0069 \cdot 10^{-7} B^2, (3)$$

$$\epsilon SiO_2 = 117.29 - 9.367 \cdot 10^{-2} A - 7.4689 \cdot 10^{-3} B + 3.386 \cdot 10^{-5} A^2, (4)$$

$$\beta SO_3 = 6.486 - 6.856 \cdot 10^{-3} A + 3.174 \cdot 10^{-4} B + 3.648 \cdot 10^{-6} A^2 - 2.662 \cdot 10^{-7} B^2 + 1.5000 \cdot 10^{-7} AB, (5)$$

$$\epsilon SO_3 = 88.14 - 8.434 \cdot 10^{-2} A - 2.6846 \cdot 10^{-3} B + 4.1029 \cdot 10^{-5} A^2, (6)$$

где A - расход собирателя (амин, г/т), а B - расхода депрессора (ТПФН, г/т). На основании проведенных исследований разработана и обоснована эффективная технологическая схема для переработки фосфоритовых руд месторождения Абу-Тартур.

3. Исследование минералогических особенностей апатит-нефелиновых руд Хибинского месторождения методами автоматизированного минералогического анализа (MLA) показало, что преобладающими минералами пробы являются нефелин, апатит, полевые шпаты и пироксены, составляющие в сумме 81,13%. С содержанием от 1 до

4% в руде присутствуют слюды, натролит, канкринит, сфен и магнетит. Основным минералом-концентратором фосфора является апатит, в котором распределено 99,92% компонента. Установлено, что во всех классах крупности наблюдаются бинарные сростки апатита с нефелином, с отчетливым пиком в классе крупности $-0,071+0,045$ мм. В значительно меньших количествах встречаются сростки апатита с пироксенами и полевыми шпатами, в которых доля апатита в классе крупности $-0,5+0,2$ мм составляет 2,53 и 2,23%. Наибольший процент бинарных сростков апатита со всеми вышеперечисленными минералами получен для классов крупности $-0,16+0,071$ и $-0,071+0,045$ мм, что предопределяет крупность материала для раскрытия сростков и как следствие повышение селективности флотационного обогащения фосфорсодержащих руд.

На основании проведенной оптимизации процесса апатитовой флотации получены прогностические математические модели (уравнения 7, 8), адекватно описывающие зависимость содержания и извлечения P_2O_5 в концентрат от расхода собирателя, расхода депрессора, pH:

$$\beta_{P_2O_5} = -556.2446 + 0.77228A - 0.064487B + 104.069C - 1.7723e^{-0.04}A^2 - 5.29095e^{-0.05}B^2 - 4.60634C^2 + 2.71091e^{-0.04}AB - 0.078651AC + +6.95953e^{-0.03}BC \quad (7)$$

$$\varepsilon_{P_2O_5} = -2731.648 + 4.3255A - 0.76447B + 502.865C - 4.6351e^{-0.03}A^2 - 1.9296e^{-0.04}B^2 - 22.747C^2 + 1.2022e^{-0.03}AB - 0.3438AC + 0.06988BC, \quad (8)$$

где A - расход собирателя; г/т, B - расход депрессора, г/т; и C – уровень pH. На основании полученных данных установлено, что максимальное содержание и извлечение пятиокси фосфора в концентрат получено при расходе собирателя 135, г/т и расходе депрессора 380 г/т. определено, что замена фосфолана на ОКИД положительно сказывается на селективности извлечения пятиокси фосфора в концентрат. С применением ОКИД получен после стадии основной флотации концентрат с содержанием пятиокси фосфора 33,1 % при извлечении 96,82 %. Также отмечается снижение в концентрате содержания нефелина и кварца.

4. Для нефелиновой флотации получена система уравнений 9 для прогнозирования извлечения нефелина в концентрат в исследуемых условиях:

$$\begin{cases} \varepsilon_1(t) = -263,16 \cdot t \cdot (t + 1311,75), t \leq 240, \\ \varepsilon_2(t) = 112,36 \cdot t \cdot (t + 181,28), 240 < t \leq 420 \end{cases} \quad (9)$$

На основании полученных данных определено время флотации нефелина, равное 5 минутам. На основании проведенных исследований обоснован реагентный режим для флотации нефелина: активатор нефелина кремнефтористый натрий с расходом 6 кг/т, уровне pH 4,5 создаваемым серной кислотой с последующим повышением до 5,8-6. В качестве

реагента-депрессора был использован хлорид калия, в качестве собирателя реагент класса амин (расход 100 г/т).

С целью повышения комплексности технологии переработки апатит-нефелиновых руд перед нефелиновой флотацией были проведены опыты высокоградиентной мокрой магнитной сепарации с целью выделения в железистых слюдах в железосодержащий концентрат. Параметры проведения магнитной сепарации: диаметр стержня матрицы 4 мм; частота пульсации 250мин^{-1} ; - индукция магнитного поля 1,2 Тл.

5. На основании проведенных исследований разработана технология для повышения комплексности переработки апатит-нефелиновых руд Хибинского месторождения. Разработанная технология позволяет повысить коэффициент комплексности с 72,23 % до 91,85 % за счет вовлечения в процесс переработки нефелинового сырья с получением нефелинового концентрата и получения магнитными методами железосодержащего концентрата, который возможно продавать как железорудное сырье.

СПИСОК ОСНОВНЫХ РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Публикации в изданиях из Перечня ВАК

1. Элбэндари, А.М. Минералогические особенности апатит-нефелиновой руды и их влияние на технологию обогащения / Н.В. Николаева, А.О. Ромашев, А.М. Элбэндари, Е. Ю. Кучеренко // Современные тенденции в обогащении природного и техногенного сырья различного минерального состава. Горный информационно-аналитический бюллетень (научно-технический журнал). – 2018. – №12 (специальный выпуск 56). – 56с. – М.: Издательство «Горная книга». С. 26-34. ISSN: 0236-1493.

2. Элбэндари, А.М. Моделирование реологических свойств минеральных суспензий с использованием методов вычислительной гидродинамики / В. А. Потемкин, А. М. Элбэндари // Маркшейдерия и недропользование. 2018. №1 (93). С 58-61. ISSN: 2079-3332.

3. Элбэндари, А.М. Оптимизация реагентного режима при обогащении апатит-нефелиновых руд / А. М. Элбэндари, Т. Н. Александрова, Н. В. Николаева // Горный информационно-аналитический бюллетень (научно-технический журнал). 2020. №10. С.123-132. DOI: 10.25018/0236-1493-2020-10-0-123-132.

Публикации в изданиях, входящих в международную базу данных и систему цитирования Scopus

4. Elbendari, A.M. Ore strength property evaluation in the design of ore preparation cycles/ Nikolaeva, N. V., Aleksandrova, T.N., Elbendari A.M. // ISRM Regional Symposium-EUROCK 2018. International Society for Rock Mechanics and Rock Engineering, 2018. –pp. 333-338. (Scopus)

5. Elbendari, A. Influence of operating parameters on the flotation of the Khibiny Apatite-Nepheline Deposits / A. Elbendari, T. Aleksandrova, N. Nikolaeva, // Journal of Materials Research and Technology. 2019. Vol. 8(6). P.5080-5090. E-ISSN:2238-7854 (Scopus).

6. Elbendari, A. Beneficiation of a low-grade phosphate ore using a reverse flotation technique / T. Aleksandrova, A. Elbendari, N. Nikolaeva // Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review. 2020. DOI: 10.1080/08827508.2020.1806834. ISSN: 0882-7508 (Scopus).

7. Elbendari, A. Selective flotation of phosphorus-bearing ores / A. Elbendari, A. Aleksandrov, N. Nikolaeva, A. Afanasova // E3S Web of Conferences. 2020. Vol. 192. №02021 (Scopus).

Публикации в прочих изданиях:

8. Elbendari, A. Mineralogical and Technological Aspects of Phosphate Ore Processing. / A. Elbendari, V. Potemkin, T. Aleksandrova, N. Nikolaeva // International Congress on Applied Mineralogy. 2019. P. 59-65.

9. Элбэндари, А. Снижение трудозатрат на получение индекса шарового измельчения бонда через применение альтернативных методик / А. Элбэндари, Л.С. Читалов, В.В. Львов // 50 лет Российской научной школе комплексного освоения недр Земли. Материалы Международной научно-практической конференции. 13-16 ноября 2017 г. – М: ИПКОН РАН, 2017. С.488-491.

Патент:

10. Патент № 2737769 Российская Федерация, МПК В03В 7/00 (2006.01), В03В 7/00 (2020.08). Способ обогащения апатитовой руды: № 2737769; заявл. 16.04.2020; опубл. 02.12.2020, Бюл. № 34. / Александрова Т.Н., Элбэндари А. М., Николаева Н. В.– 12 с.

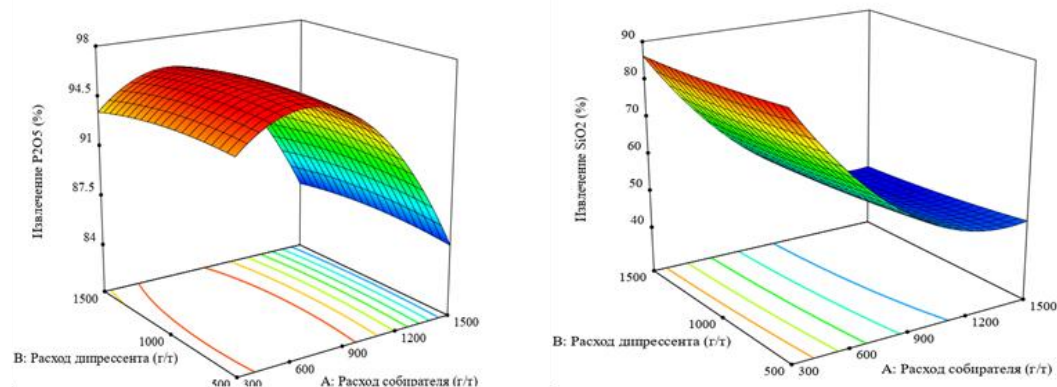


Рисунок 5 – Поверхности отклика для извлечения в концентрат пятиоксида фосфора и оксида кремния

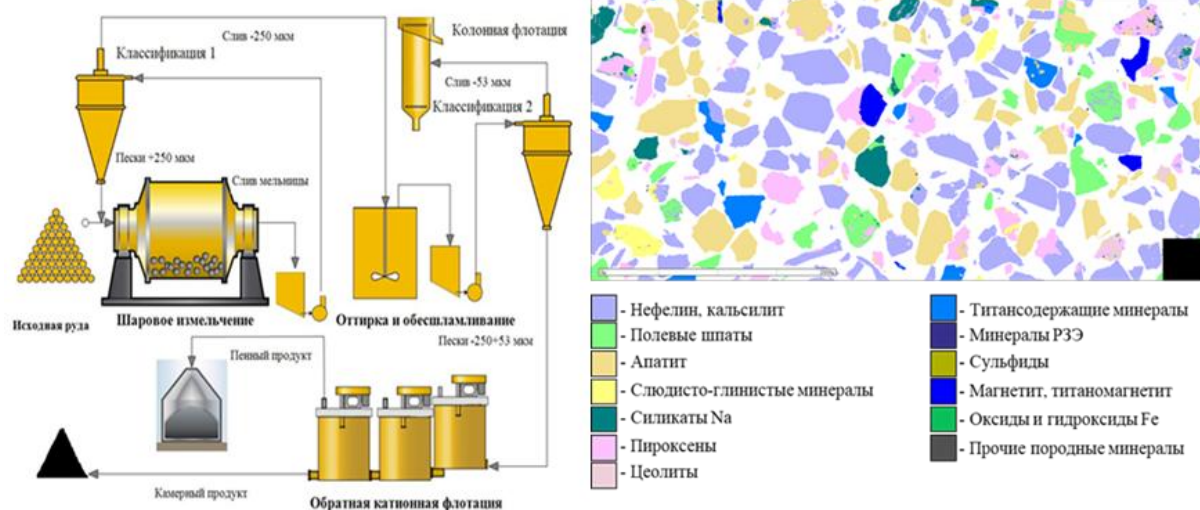


Рисунок 6 – Разработанная технологическая схема переработки руд месторождения Абу-Тартур

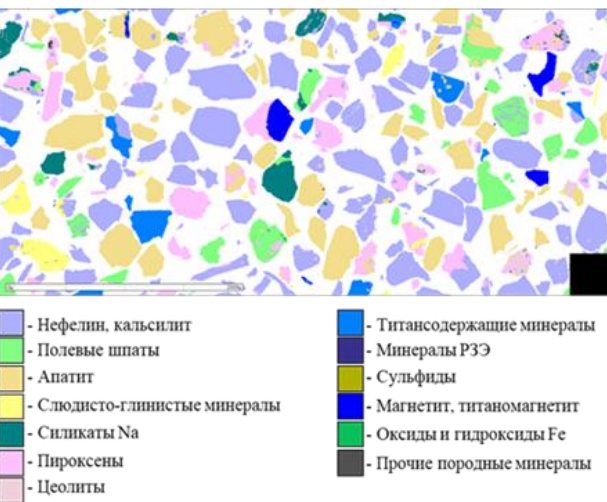


Рисунок 7 – Результаты исследования образцов с применением автоматизированного минералогического анализа (MLA)

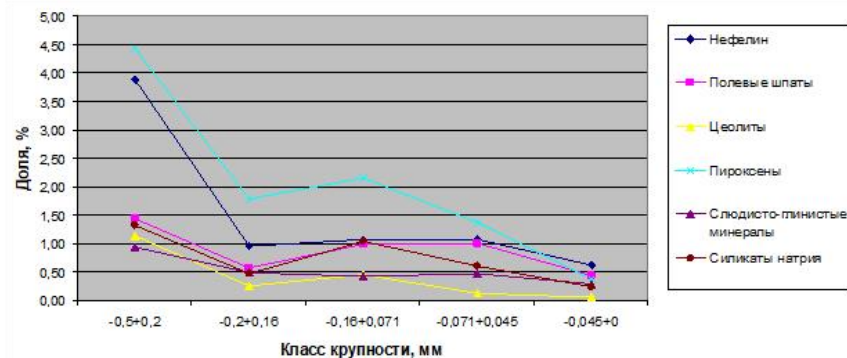


Рисунок 11 – Доля апатита в полиминеральных сростках в классифицированном материале фосфорсодержащей руды

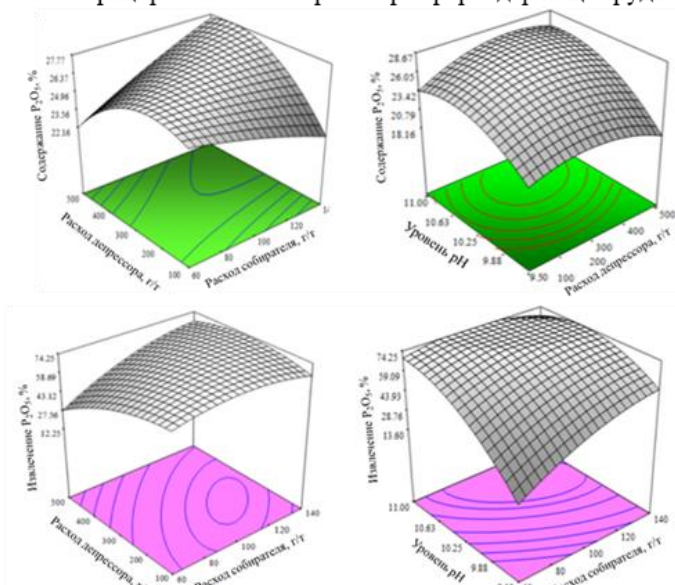


Рисунок 12 – Результаты исследования влияния на содержание и извлечение пятиоксида фосфора в концентрат расхода собирателя и депрессора и уровня pH

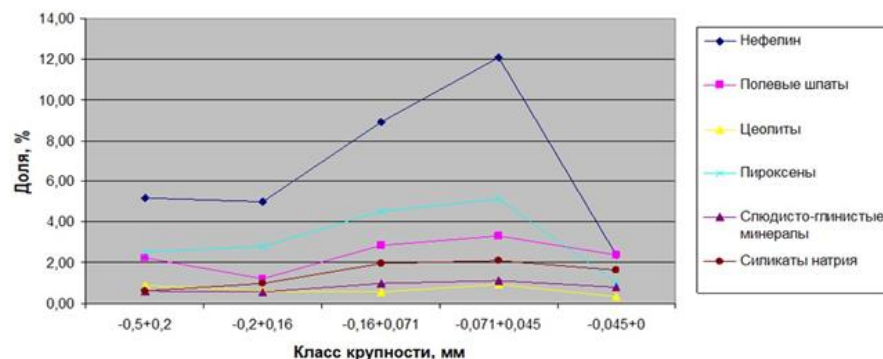


Рисунок 10 – Доля апатита в бинарных сростках с другими минералами в классифицированном материале фосфорсодержащей руды



Рисунок 13 – Разработанная технологическая схема для комплексной переработки апатит-нефелиновых Хибинских руд

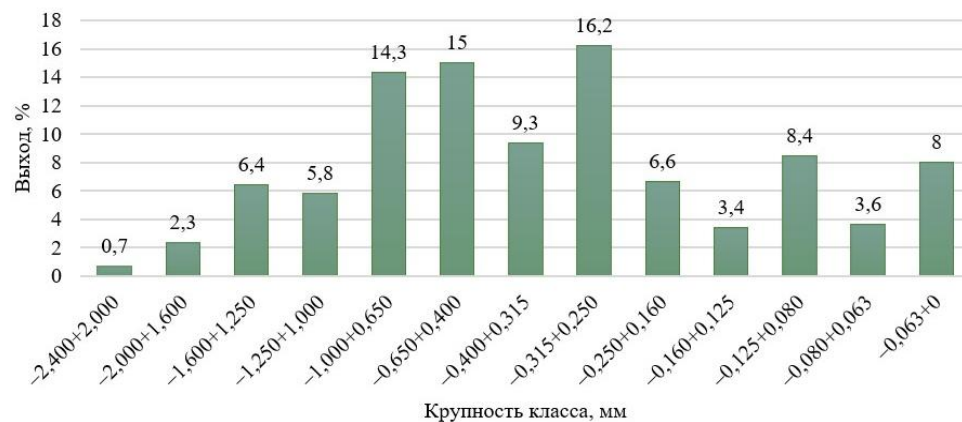


Рисунок 3 – Гранулометрический состав исходной пробы

Таблица 5 – Результаты исследования влияния на флотацию апатита замены фосфолана на ОКИД в составе собирательной смеси

Добавка к соб. смеси	Продукт	Выход, %	Содержание, %			Извлечение, %		
			P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	SiO ₂
Фосфолан	Концентрат	31.3	32.7	4.53	9.22	94.18	7.12	8.83
	Хвосты	68.7	0.94	26.9	43.3	5.92	92.8	91.1
	Исх. руда	100	10.88	19.92	32.70	100	100	100
ОКИД	Концентрат	31.83	33.1	2.94	5.29	96.82	5.15	5.8
	Хвосты	68.17	0.6	27.8	45.5	3.18	94.8	94.2
	Исх. руда	100	10.88	19.92	32.70	100	100	100

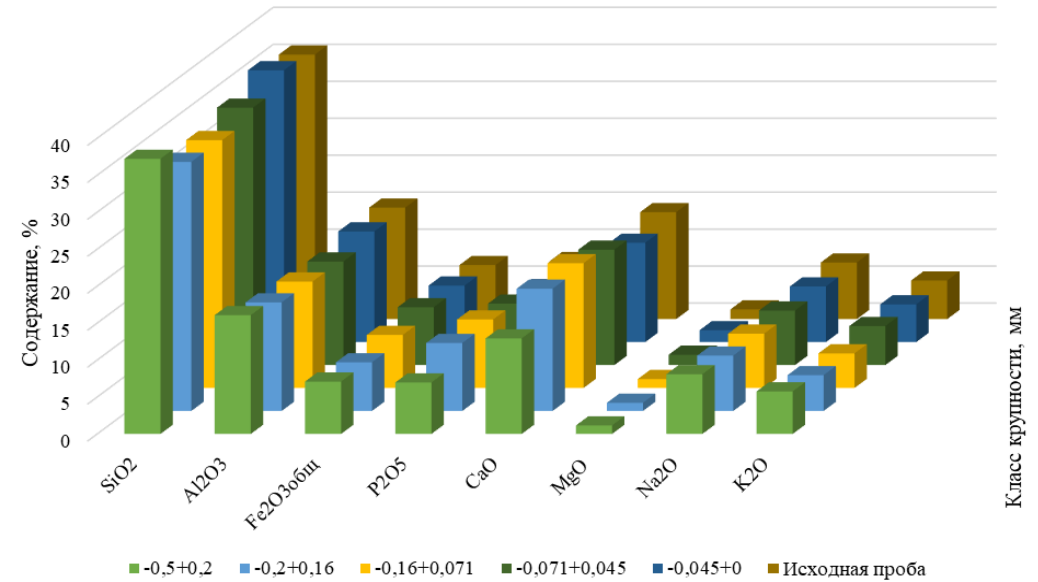


Рисунок 9 – Содержание основных компонентов в исследуемых образцах фосфорсодержащих руд по классам крупности

Таблица 7 – Результаты обогащения апатит-нефелиновых руд Хибинского месторождения, полученные с применением разработанной технологии для повышения комплексности переработки

Наименование продукта	γ, %	Содержание, %			Извлечение, %		
		P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃
Апатитовый концентрат	26,16	39,20	1,93	1,99	94,25	2,55	12,39
Нефелиновый концентрат	61,60	0,35	29,50	2,85	1,98	91,68	41,80
Железосодержащий концентрат	6,77	2,56	5,13	19,35	1,59	1,75	31,19
Хвосты	5,47	4,32	14,56	11,22	2,17	4,02	14,62
Исходная руда	100,00	10,88	19,82	4,20	100,00	100,00	100,00

Таблица 2 – Результаты экспериментальных исследований по оттирке и обесшламливанию фосфоритовой руды

Крупность класса, мкм	γ, %	P ₂ O ₅		SiO ₂		SO ₃		CaO	
		β, %	ε, %	β, %	ε, %	β, %	ε, %	β, %	β, %
-250+53	58	27,97	72,1	3,28	18,29	6,86	41,88	54,1	54,1
-53+0	42	14,94	27,9	20,23	81,71	13,14	58,12	35,76	35,76
Исх. руда	100	22,5	100	10,4	100	9,5	100	46,4	46,4