

Влияние щелочности пульпы на флотацию апатита¹

К. Ф. Белоглазов и Г. А. Осолоджов

The influence of the pulp alkalinity on the flotation of apatite

K. F. Beloglazov e G. A. Osolodcow

При флотации руд цветных металлов, особенно при обработке полиметаллических руд, сохранению значения щелочности пульпы в определенных, иногда узких пределах, на обогатительных фабриках уделяется большое внимание.

Для целого ряда неметаллических ископаемых, как, например, графит, сера, апатит и др., этот вопрос как будто теряет свое значение, и процесс флотации на этих фабриках ведется без контроля щелочности пульпы.

Если для графита и серы последнее объясняется резко выраженными флотационными свойствами минералов и применением простых и дешевых реагентов, то для апатита такого объяснения привести нельзя.

Отсутствие до настоящего времени детальной экспериментальной проработки вопроса о влиянии щелочности пульпы на флотацию апатита вызвано вероятно тем, что Хибиногорская обогатительная фабрика, обрабатывающая апатито-нефелиновую руду, за весь период ее эксплуатации дает неизменно хорошие результаты.

Однако с пуском второй очереди, когда производительность фабрики по сырой руде достигает 1 500 000 т в год, вопросы рационализации флотационного процесса приобретают особое значение.

Одним из узловых моментов в этих вопросах является уточнение расхода флотационных реагентов.

Несмотря на то, что после работы инж. П. Д. Трусова² (Механобр) фабрика перешла с олеиновой кислоты на более дешевый реагент — торфяную смолу, этот вопрос еще нельзя считать законченным, так как расходы реагентов безусловно велики.

Настоящая работа имела задачей выяснить необходимость контроля щелочности пульпы на Хибиногорской обогатительной фабрике. Основное внимание в работе было уделено изучению свойств минералов и флотации апатита с различной щелочностью пульпы.

¹ Работа исполнена бригадой студентов ЛГИ обогатительной специальности в составе: Г. А. Осолоджова, ответственного исполнителя, К. П. Александрова, П. И. Васильева, И. Х. Влодавского.

² Горнообогатительное дело, 1932, № 4—5.

Подготовка минералов

Исходным материалом для опытов послужили любезно представленные трестом «Апатит» пегматитовый апатит и нефелин в кусках $\sim 100-30$ мм.

Штуфы апатита имели значительное количество включений посторонних минералов, главным образом нефелина, и потому были подвергнуты предварительной обработке по схеме, указанной на рис. 1.

Рассев разубоженной части пробы, после последнего приема дробления, сделан с целью выделения посторонних минералов, обладающих, как известно, меньшей хрупкостью по сравнению с апатитом.

Просмотр класса 1—0 мм этой части пробы под бинокулярной лупой показал достаточную чистоту этого продукта.

Апатит крупностью $\sim 2-0$ мм отдельными порциями измельчался далее в 10-литровой фарфоровой шаровой мельнице в следующих условиях:

Вес твердого . . .	1 кг
Отношение Т:Ж	1 1
Вес шаров . . .	2 кг
Продолжительность дробления	2 часа

Из измельченного продукта помощью статического отмучивания в стеклянных цилиндрах выделялась фракция крупностью 0,15—0,05 мм.

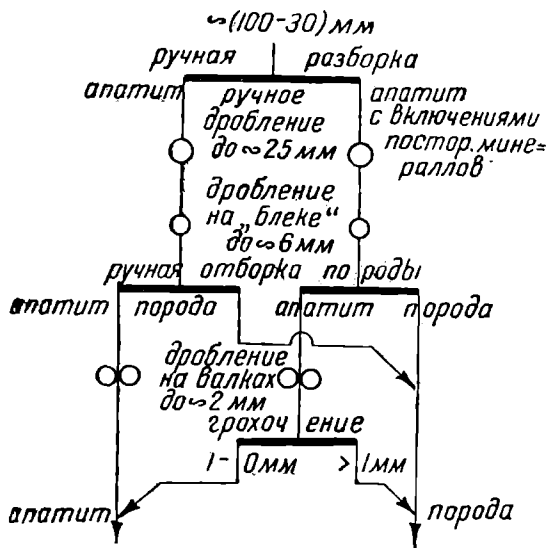


Рис. 1. Схема исходного материала для флотационных опытов.

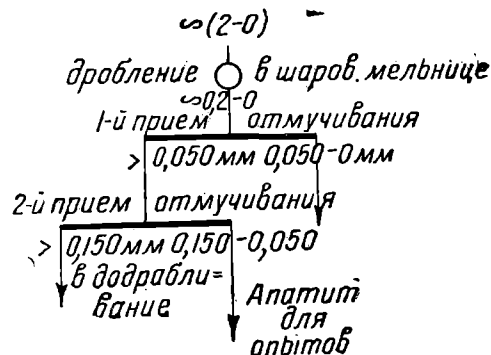


Рис. 2. Схема измельчения и классификации апатита.

Скорость осаждения частиц вычислялась по формуле Стокса. Последовательность операций при отмучивании указана на рис. 2. Число повторных промывок в каждом приеме отмучивания составляло 8—10. Готовая фракция не высушивалась, а сохранялась для опыта в воде.

Принятый метод подготовки минералов преследовал цель более полного отделения шламмов и получения продукта, по крупности близкого к фабричному.

Ситовой анализ фракции 0,15—0,05 мм дал следующие результаты:

Крупность класса		Выход класса %
меш	мм	
+65	>0,208	—
— 65+100	—0,208+0,147	0,6
—100+150	—0,147+0,104	9,0
—150+200	—0,104+0,074	53,3
—200	—0,074	37,1
Итого	—	100,0

Химический анализ показал содержание P_2O_5 в этом продукте 39,68% (среднее из двух определений), или, в пересчете на минерал, около 96% апатита.

Н е ф е л и н. Образцы нефелина были загрязнены включениями посторонних минералов (главным образом эгирином), и поэтому подготовка его свелась к дроблению в три приема (вручную на Бляке и валках) до крупности 2—0 мм и расसेву на ситах Тэйлора.

Химический анализ средней пробы дал:

SiO_2	Al_2O_3	F_2O_3	MnO	TiO_2	P_2O_5
43,70	26,66	4,24	0,07	0,38	1,03

Растворимость апатита в воде

Опыты по определению растворимости апатита в воде поставлены с целью: 1) выяснить кинетику процесса растворения апатита и 2) определить порядок величины растворимости.

Определения растворимости проводились кондуктометрическим методом по удельной электропроводности растворов.

Апатит для всех опытов выбирался с особой тщательностью. Химический анализ отобранного материала показал 40,84% P_2O_5 (среднее из двух определений).

Навеска измельченного в фарфоровой ступке апатита агитировалась с дистиллированной водой стеклянной мешалкой заданное время. Пульпа после агитации фильтровалась, и электропроводность отфильтрованного раствора определялась с помощью мостика Уитстона.

Вся посуда при опытах промывалась хромовой смесью (около 24 ч.), затем выдерживалась в проточной воде (около 12 ч.) и пропаривалась.

Колебания температуры термостата при измерениях составляли $\pm 0,1^\circ C$.

Расхождения между параллельными определениями (в среднем 6 определений в каждом опыте) не превышали 3%.

Емкостное сопротивление сосуда ($= 0,2046$) определялось по электропроводности 0,02 нКСl (фирмы Мерк). Препарат предварительно выдерживался при $270^\circ C$ в течение 4 часов. Вода для приготовления раствора применялась двойной перегонки.

Удельная электропроводность воды, с которой проводились опыты по растворимости апатита, по определению равна:

$$l_0 = 2,03 \cdot 10^{-5} \text{ ом}^{-1} (18^\circ C).$$

Ниже приведены результаты опытов, полученные с апатитом одной крупности, для различного времени агитации.

Агитация проводилась при постоянных: вес твердого 40 г и отношение Т Ж=1:1,25.

Удельные электропроводности отфильтрованных растворов оказались следующими ($18^\circ C$):

Агитация мин.	5	15	30	60
l_0 в ом^{-1}	$6 \cdot 30 \cdot 10^{-5}$	$7 \cdot 75 \cdot 10^{-5}$	$7 \cdot 89 \cdot 10^{-5}$	$11 \cdot 78 \cdot 10^{-5}$
t° при агитации	14°C		12°C	

Отсюда удельная электропроводность раствора апатита в зависимости от времени агитации минерала с водой будет ($18^\circ C$):

l_0 в ом^{-1}	$4,27 \cdot 10^{-5}$	$5,72 \cdot 10^{-5}$	$5,86 \cdot 10^{-5}$	$9,75 \cdot 10^{-5}$
--------------------------	----------------------	----------------------	----------------------	----------------------

Полученные результаты изображены на рис. 3.

Для выяснения влияния величины поверхности минерала на скорость растворения апатита проведен опыт с более мелким, чем в предыдущих опытах, материалом.

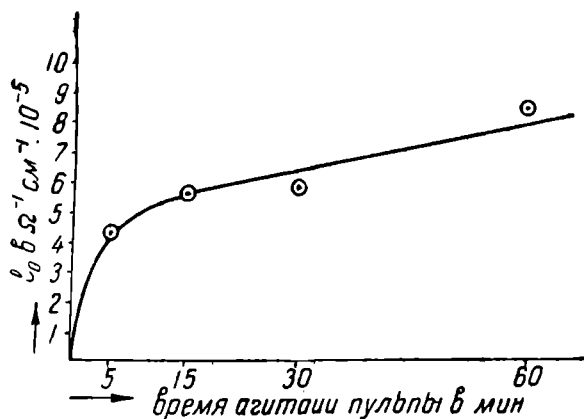


Рис. 3. Удельная электропроводность раствора апатита в зависимости от времени агитации.

Общая поверхность всех зерен для 100-граммовой навески апатита вычислялась по ситовым анализам:

Классы в меш.	Выход, классов в проц.		Суммарная поверхность всех зерен класса в $\text{см}^2 \cdot 10^2$ на 100 г	
	крупный матер.	мелкий матер.	крупный матер.	мелкий матер.
— 8+14	0,4	—	0,1	—
— 14+20	0,8	нет	0,2	—
— 20+35	11,2	3,5	3,8	1,2
— 35+65	36,5	32,4	23,0	20,4
— 65+100	28,4	27,1	28,0	28,7
— 100+150	10,3	12,5	15,7	19,0
— 150+200	6,6	7,8	14,0	16,5
— 200	7,8	16,7	38,6	82,7
Итого	100,0	100,0	123,4	168,5

Условия агитации в этом опыте те же: время агитации — 15 мин., вес твердого — 40 г, $T : Ж = 1 : 1,25$, t при агитации — 12°C .

Определение удельной электропроводности отфильтрованного раствора дало для мелкого материала (18°C)— $10,05 \cdot 10^{-5} \text{ ом}^{-1}$, откуда удельная электропроводность раствора апатита в зависимости от величины поверхности при одной и той же продолжительности агитации (15 мин.) будет:

Суммарная поверхность всех зерен апатита для ввзвешенной навески в см^2	$30,9 \cdot 10^2$	$42,2 \cdot 10^2$
Удельная электропроводность раствора апатита	$5,72 \cdot 10^{-5}$	$8,02 \cdot 10^{-5}$

Отсюда, задаваясь подвижностями ионов 51 и 60, вычисляли концентрацию растворов апатита. Для «крупного» материала концентрация раствора получена

$$\frac{5,72 \cdot 10^{-5} \cdot 10^8}{111} = 5,15 \cdot 10^{-4} \text{ гр.-эк./л.},$$

а для мелкого — по той же формуле концентрации равна $7,2 \cdot 10^{-4}$ гр.-эк./л.

В пересчете на весовые количества апатита в 100 г воды получим, что в случае «крупного» материала раствор содержал

$$5,15 \cdot 10^{-5} \cdot 51,38 = 2,66 \cdot 10^{-3} \text{ г},$$

а в случае мелкого материала —

$$7,2 \cdot 10^{-5} \cdot 51,38 = 3,70 \cdot 10^{-3} \text{ г}$$

апатита после 15-минутной агитации.

Сравнивая полученный результат с растворимостью фосфорно-кальциевой соли $[\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2]$ при комнатной температуре — $3,10^{-3}$ г на 100 см³ воды, видим, что растворимость апатита примерно того же порядка.

Опыты показывают, что растворение апатита в воде идет очень медленно (см. рис. 3); только при агитации «крупного» материала в течение часа достигается электропроводность раствора, равная $9,75 \cdot 10^{-5}$, что отвечает содержанию $4,6 \cdot 10^{-3}$ г на 100 г воды.

Концентрация водородных ионов водных растворов нефелина

Нефелин является вторым главным породообразующим минералом хибинских апатитов. Содержание его в руде, поступающей на обогатительную фабрику, достигает 20—30%.

Как известно, нефелин — весьма неустойчивый против химического воздействия минерал, легко разлагающийся при воздействии даже сравнительно слабых растворов кислот и щелочей. Несомненно, что и нейтральная вода способна разлагать этот минерал даже при комнатной температуре, извлекая из поверхности слоя зерен минерала щелочные металлы (в виде окислов), входящие в его состав.

Так как действие воды ограничивается только разложением поверхностного слоя, то количество щелочи, перешедшей в раствор, а следовательно и щелочность пульпы, создаваемая нефелином, прямо пропорциональна значению выражения:

$$C = K \frac{S}{v},$$

где S — поверхность зерен нефелина для Q кг дробленого материала,

v — объем воды в литрах,

K — постоянная, равная числу граммов эквивалентов щелочи, переходящей в раствор с единицы поверхности зерен нефелина.

Поверхность зерен S прямо пропорциональна $\frac{Q}{d}$, где d — диаметр зерен в сантиметрах, а потому

$$C = K \frac{Q}{d \cdot v};$$

так как

$$\frac{Q}{v} = T \cdot \mathcal{K},$$

то окончательно

$$C = K \frac{T \cdot \mathcal{K}}{d},$$

откуда

$$\frac{C \cdot d}{T \cdot \mathcal{K}} = K.$$

Поятно, что повышение щелочности раствора ограничено значением ее, отвечающим щелочности силикатов и алюминатов натрия, устойчивых при условиях опыта.

Опыты, поставленные с чистым минералом (схему подготовки см. выше) имели целью выяснить:

1) значение щелочности пульпы, создаваемой нефелином в зависимости от продолжительности агитации с водой и крупности минерала, — и

2) влияние нефелина на расход щелочи (NaOH), необходимый для получения заданной концентрации OH ионов.

Опыты проводились по следующей схеме: навеска нефелина определенной крупности агитировалась с дистиллированной водой стеклянной мешалкой. Пульпа после агитации отстаивалась (4 мин.) и фильтровалась. В фильтрате потенциометрически определялась концентрация водородных ионов. Электродом сравнения служил насыщенный каломельный электрод. Для исследуемого раствора применялся U-образный электрод Михаэлиса с постоянным пузырьком водорода.

В каждом опыте наполнение U-образного электрода и определение концентрации водородных ионов производилось два раза.

Разность потенциалов устанавливалась постоянной примерно через 20—40 мин. Точность отсчетов при измерениях щелочности растворов составляла 1% (для воды — 3%).

Щелочность пульпы в зависимости от длительности агитации

Опыты проведены с нефелином крупностью — 65 + 100 меш. Условия агитации были: вес твердого — 50 г, отношение Т : Ж = 1 : 1, температура при агитации 14° С. Щелочность пульпы, получившаяся за счет нефелина, оказалась следующей:

Ph пульпы	Вода	Продолжительность агитации нефелина с водой		
		5 мин.	30 мин.	60 мин.
	7,32	8,70	8,62	8,33

Следует отметить, что хотя опыты проводились с классифицированным материалом и пульпа после агитации фильтровалась, все же растворы были мутными.

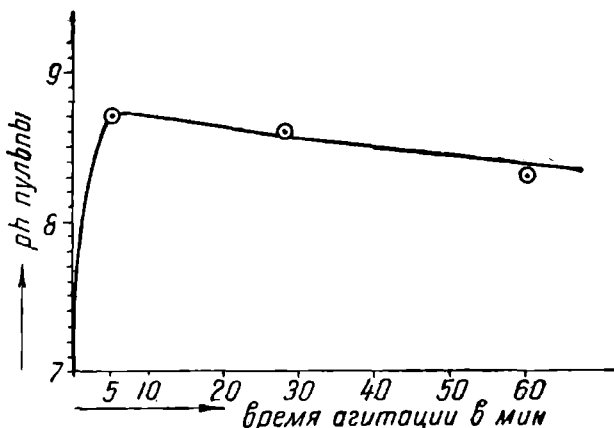


Рис. 4. Влияние времени агитации на щелочность пульпы, получающуюся за счет растворения нефелина.

Это повидимому и объясняет расхождение с параллельными определениями Ph пульпы калориметрически. Последние по сравнению с потенциометрическими давали во всех опытах меньшие значения щелочности пульпы на 0,5—0,1 Ph, повидимому за счет адсорбции индикаторов.

Здесь во всех остальных опытах с нефелином приняты значения, полученные по первому наполнению электрода.

Графическое изображение результатов опытов см. на рис. 4.

Из графика видно, что при «растворении» нефелина в воде щелочность пульпы очень быстро устанавливается постоянной и почти не изменяется во времени.

Это можно объяснить лишь тем, что на поверхности зерен минерала образуется слой измененного вещества, который прекращает или сильно замедляет процесс растворения нефелина.

Некоторое увеличение кислотности пульпы с увеличением времени агитации следует объяснить вероятно неисключенным нами при опытах воздействием углекислоты воздуха

Щелочность пульпы в зависимости от крупности зерен нефелина

Опыты проведены с различными по крупности классами нефелина при постоянной продолжительности агитации с водой. Агитация проводилась в условиях: отношение Т : Ж = 1 : 1, продолжительность агитации 15 минут. Остальные условия и результаты определений сведены в следующую таблицу:

Крупность исходного материала, меш	20+35	—35+65	—65+100	—150+200
Вес твердого, г	50	65	50	
t° при агитации .	11°C	10°C	14°C	12°C
Ph пульпы	7,83	8,34	8,65 ¹	8,81

¹ Щелочность пульпы для класса — 65 + 100 найдена из графика (см. рис. 4).

Подсчитывая поверхность зерен минерала для взятой крупности и перевода Ph пульпы, а грамм-эквиваленты щелочи для объема воды, с которым проводилась агитация, будем иметь:

Крупность исходного материала, меш	—20+35	—35+65	—65+100	—150+200
Суммарная поверхность зерен для взятой навески, см ²	$18,4 \cdot 10^2$	$48,8 \cdot 10^2$	$64,5 \cdot 10^2$	$129,5 \cdot 10^2$
Содержание щелочи во взятом объеме воды в грамм-эквивалентах	$3,38 \cdot 10^{-8}$	$1,42 \cdot 10^{-7}$	$2,24 \cdot 10^{-7}$	$3,23 \cdot 10^{-7}$
Щелочь в растворе в грамм-эквивалентах на единицу поверхности нефелина . .	$2 \cdot 10^{-9}$	$3 \cdot 10^{-9}$	$3,5 \cdot 10^{-9}$	$2,5 \cdot 10^{-9}$

Результат подсчета количества щелочи в грамм-эквивалентах, переходящий в раствор с единицы поверхности зерен нефелина, как видим, дает для всех крупностей значения одного порядка, несмотря на условность оценки поверхности зерен и сложность определения щелочности.

Это среднее значение отвечает величине K в вышеприведенной формуле.

В среднем можно считать, что 1 м² поверхности нефелина дает в раствор $3 \cdot 10^{-5}$ грамм-эквивалента щелочи.¹

Подъезжая этим числом, интересно определить примерную щелочность пульпы при флотации апатитнефелиновой руды на Хибиногорской обогатительной фабрике.

¹ Позднее (1934 г.) была определена растворимость нефелина в процессе измельчения. Навески нефелина — по 1 кг. Т : Ж — 1 : 1. Продолжительность измельчения — 50 мин. Загрузка шаров различна. Среднее значение K в этих опытах:

$$K = 5,3 \cdot 10^{-6} \text{ гр. экв. щелочи/м}^2.$$

Хвосты обогатительной фабрики имеют примерно следующую характеристику (средние данные за 5-е декабря 1932 г.): ¹

Крупность класса, меш	Выход классов в %	Суммарная поверхность зерен в см ² на 1 кг
+ 65	3	2,3 · 10 ³
— 65 + 100	12	15,5 · 10 ³
— 100 + 150	17	31,4 · 10 ³
— 150 + 200	18	46,7 · 10 ³
— 2 0	50	309 · 10 ³
Итого	100	~ 400 · 10 ³

Последний столбец содержит значения поверхности зерен, вычисленные в предположении, что нефелин имеет характеристику крупности, аналогичную характеристике хвостов.

При отношении $T : Ж = 1 : 3$ следует ожидать следующей щелочности пульпы:

а) При содержании в руде 20% нефелина

$$Ph = 14 + \lg \frac{a \cdot \alpha \cdot S \cdot K}{100 \cdot v} = 14 + \lg \frac{1000 \cdot 20 \cdot 400 \cdot 10^3 \cdot 3 \cdot 10^{-9}}{100 \cdot 3000} \cong 9,8,$$

где:

a — вес руды в кг,

α — содержание в руде нефелина в %,

S — поверхность всех зерен 1 кг нефелина в см²,

K — грамм-эквиваленты щелочи с 1 см² поверхности нефелина,

v — объем воды в литрах, приходящихся на взятый вес руды.

б) При содержании в руде 30% нефелина

$$Ph = 14 + \lg \frac{1000 \cdot 30 \cdot 400 \cdot 10^3 \cdot 3 \cdot 10^{-9}}{100 \cdot 3000} \cong 10,1.$$

Таким образом щелочность пульпы на Хибиногорской обогатительной фабрике, получающаяся за счет нефелина, при температурах воды, близких к опытным, должна достигать значений $Ph = 9,8$ до $Ph = 10,1$.

Этот результат интересно подтвердить замером щелочности пульпы на самой фабрике. ²

Щелочность пульпы, создаваемая NaOH в присутствии нефелина

В этих опытах нефелин крупностью —35 +65 меш вводился в воду различными количествами NaOH.

Для первых трех опытов исходный раствор щелочи имел концентрацию NaOH — 0,01% по весу, для последнего 1,0%.

Щелочь вводилась при помощи пипетки 2 см³, градуированной через 0,02 см³.

¹ М. Т. Архипцев, И. Н. Исаев, Г. А. Осолодков. Материалы к отчету о производственной практике на Хибиногорской обогатительной фабрике. 1933.

² В июне 1934 г. на Кировской обогатительной фабрике (Кировск) одним из авторов было произведено потенциометрическое определение Ph пульпы, получающегося за счет растворения нефелина (реагенты в пульпе отсутствовали).

Пробы раствора отбирались фарфоровым фильтром у сливного порога классификатора (2-я очередь). Фильтр работал непрерывно за все время определения.

Среднее значение 13 определений (за 6,5 смен) получилось:

$$Ph = 9,11.$$

Агитация проводилась в следующих условиях:

Вес твердого в г	65				
Отношение Т:Ж	1:1				
Агитация	15 минут				
t° при агитации	10 $^{\circ}$ C	12 $^{\circ}$ C		13 $^{\circ}$ C	
Вес добавленной щелочи NaOH 10^{-4} г	Без щелочи	0,26	2,6	26	260
Ph пульпы, вычисленный по добавленной щелочи NaOH	≈ 7	9,0	10,0	11,0	12,0
Измерения щелочности пульпы показали:					
Ph пульпы, вычисленной по расходу NaOH	≈ 7	9,0	10,0	11,0	12,0
Ph пульпы, найденный при измерении	8,34	8,34	8,34	8,84	10,86

Следует отметить, что Ph пульпы по колориметру в этих опытах превышали найденные потенциометрически показатели концентрации водородных ионов на 0,2—0,5, однако и по колориметру возрастание щелочности пульпы началось с расхода NaOH, отвечающего Ph = 11,0.

Результаты изображены на графике (см. рис. 5).

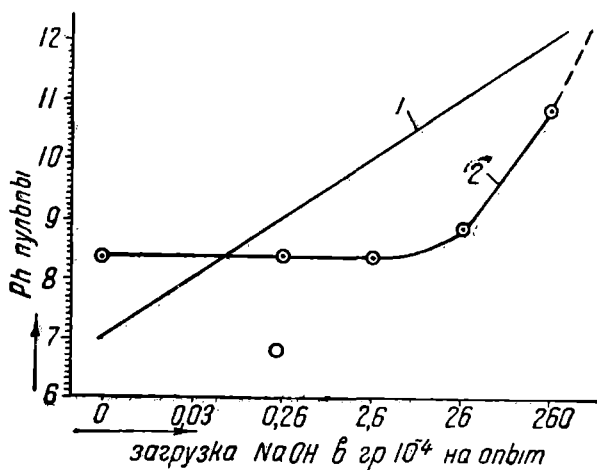


Рис. 5. Буферные свойства нефелина.

I — Ph пульпы, вычисленный по расходу щелочи.
 II — Ph пульпы, определенный потенциометрически.

Из графика видно, что в присутствии нефелина расход едкого натра не определяет щелочности пульпы. Влияние NaOH на Ph пульпы начинает сказываться лишь при расходе, отвечающем Ph пульпы = 11. Перелом кривой в этой области в дальнейшем следует уточнить.

Пересчитывая результаты опытов на грамм-эквиваленты щелочи во взятом для агитации объеме воды, будем иметь:

Ph пульпы, вычисленный по расходу NaOH	Содержание во взятом объеме воды щелочи в грамм-эквивалентах		
	от растворения нефелина	от загруженного NaOH	Вычисленное по замеренному Ph пульпы
∞ 7 (без NaOH)	$1,42 \cdot 10^{-7}$	—	$1,42 \cdot 10^{-7}$
9,0	$1,42 \cdot 10^{-7}$	$6,5 \cdot 10^{-7}$	$1,42 \cdot 10^{-7}$
10,0	$1,42 \cdot 10^{-7}$	$65 \cdot 10^{-7}$	$1,42 \cdot 10^{-7}$
11,0	$1,42 \cdot 10^{-7}$	$650 \cdot 10^{-7}$	$4,49 \cdot 10^{-7}$
12,0	$1,42 \cdot 10^{-7}$	$6\ 500 \cdot 10^{-7}$	$471,0 \cdot 10^{-7}$

Значительные расхождения между грамм-эквивалентами щелочи, загруженной в пульпу и вычисленной по замеренному показателю концентрации водородных ионов, указывают с несомненностью на реакцию NaOH с нефелином (например образование алюминатов). Последнее делает нефелин хорошим «буфером».

Введение в раствор количеств NaOH, даже примерно в 50 раз превосходящих количество щелочи, получающейся за счет растворения нефелина, не изменяет совершенно Ph пульпы.

Таким образом расход NaOH, доходящий до $\sim 0,6$ кг на тонну руды (при 25% содержании нефелина), на щелочность пульпы при взятых в опыте крупностях нефелина влиять не будет.

Этот предел при уточнении перелома кривой Ph пульпы после агитации с едким натром (см. рис. 5) вероятно будет выше, так как возможно, что при увеличении продолжительности агитации реакция NaOH с нефелином пойдет дальше, и Ph пульпы, даже при больших расходах едкого натра, будет целиком определяться нефелином.

Однако при продолжительности процесса флотации (контакт + основная флотация) апатитовой руды на обогатительной фабрике $\sim 10 - 20$ минут дальнейший ход реакции для практики теряет интерес.

Выводы

1. При растворении нефелина в воде щелочность пульпы очень быстро устанавливается постоянной.

2. Щелочность пульпы, получающаяся за счет растворения нефелина, определяется поверхностью соприкосновения минерала с водою.

Примерно каждый квадратный метр поверхности нефелина дает в раствор $3 \cdot 10^{-5}$ грамм-эквивалентов щелочи.

3. Реакция пульпы нефелина с введенным NaOH сохраняет значения щелочности, созданной минералом, даже при сравнительно очень больших расходах едкого натра.

Влияние щелочности пульпы на флотацию апатита

Опыты производились в 100-граммовом целлулоидном аппарате типа M. S.

Минерал (схему подготовки см. выше) для опытов взвешивался с водой в колбочке с постоянным объемом пульпы.

В этом случае вес колбы с водой и 100 г апатита определяется по уравнению.

$$G = q \frac{100}{\delta} + 100,$$

где:

q — вес колбы с предельным объемом воды в граммах,
 δ — удельный вес апатита.

Суммарный вес высушенных продуктов опыта отклонялся от 100 г не более — 5%.

Щелочи — едкий натр (химически чистый) и жидкое стекло (техническое), при расходах, отвечающих Ph пульпы от 8 до 10, применялись в виде 0,01% растворов, при больших расходах в виде 1,0% растворов (по весу).

При расчете расходов жидкого стекла было принято отношение (по весу) в нем $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 = 1 : 2,9$, определенное химическим анализом.

Растворы реагентов вводились в пульпу с помощью 2 см³ пипетки, градуированной через 0,02 см³.

Олеиновая кислота (Кальбаум) употреблялась в спиртовом растворе (этиловый спирт).

Вода во всех опытах применялась водопроводная. Отношение Т:Ж при флотации 1:4,2. За все время выделения концентрата добавочная вода в аппарат не вводилась.

Щелочность пульпы определялась колориметрически в компараторе с набором буферных растворов через 0,2 Ph, изготовленных в лаборатории физической химии института «Механобр»

Пуск в ход флотационного аппарата производился после загрузки проагитированной пульпы. В опытах 1 — 3 пульпа загружалась на ходу

После каждого опыта флотационный аппарат промывался проточной водой не менее 8 часов.

Первые 3 опыта были поставлены с целью выяснить влияние расхода этилового спирта на результаты флотации.

Условия при агитации:

Навеска апатита — 100 г, отношение Т Ж = 1 2, количество олеиновой кислоты — 200 г/т, продолжительность — 15 минут. Этиловый спирт вводился в количествах, указанных ниже.

Флотация дала следующие результаты:

Фракция	Время выдел. фракц.	Выход. фракций в %		
		оп. 1	оп. 2	оп. 3
Расход спирта в т/т в агитацию	—	1	3	5
1-й концентрат	5 мин.	84,3	82,9	84,9
2-й концентрат	5 мин.	8,0	17,1	10,0
Хвосты	—	7,7		5,1
Итого	10 мин.	100,0	100,0	100,0

Результаты получились близкие. Влияние различных количеств спирта почти не сказалось; возможно, что при меньшем расходе олеиновой кислоты действие спирта проявилось бы сильнее.

В следующих опытах расход этилового спирта был принят равным 4 кг/т.

Флотация апатита олеиновой кислотой и едким натром

1. Расход олеиновой кислоты — 0,12 кг/т

Условия агитации следующие: навеска — 100 г, Т Ж = 1 2, температура — 16° С, продолжительность

агитации пульпы без реагентов	2 минуты,
” ” со щелочью	3 минуты,
” ” со щелочью и олеиновой кислотой . .	15 минут
<hr/>	
Всего . .	20 минут

Расход щелочи (NaOH) в отдельных опытах был:

№ опыта	4	10	5	6	12	7	8	9
Расход NaOH в г/т .	без щел.	0,09	0,17	3,68	9,25	16,8	168	1 680

После каждого приема агитации замерялась щелочность пульпы; результаты оказались следующими:

	№ опыта							
	4	10	5	6	12	7	8	9
	Показатель концентрации водородных ионов							
Вода (водопровод)	6,8	6,7	6,8	6,8	6,7	—	—	—
Пульпа после первой агитации (без реагентов)		6,9	7,0	6,8	6,9	6,9	7,1	6,9
Пульпа после агитации со щелочью { Ph — вычисленный по расходу NaOH ¹ Ph — по колориметру	6,7	7,5	8,0	9,0	9,5	10,0	11,0	12,0
Пульпа после агитации со щелочью и олеиновой кислотой	—	6,9	6,9	6,9	7,3	7,6	10,8	12
	6,8	6,8	6,7		6,8	6,9	10,6	12

Графическое изображение результатов определений см. на рис. 6.

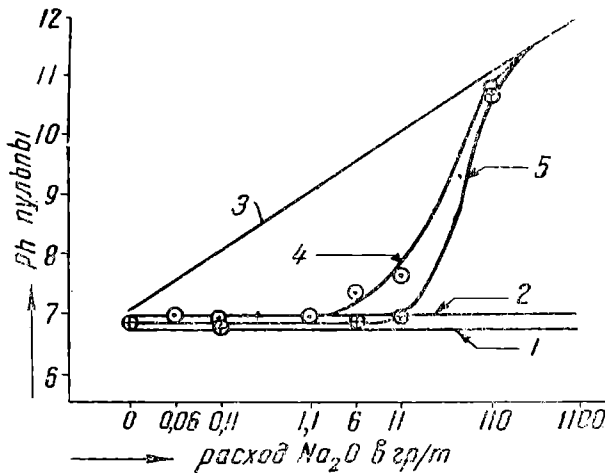


Рис. 6. Щелочность пульпы при агитации.

1 — вода; 2 — пульпа после 1-й агитации; 3 — щелочность пульпы по расходу NaOH; 4 — пульпа после агитации с NaOH; 5 — пульпа после агитации с NaOH и олеиновой кислотой.

Из графика видно, что:

- 1) щелочность пульпы после первой агитации несколько повышается,
- 2) загрузка NaOH начинает влиять на щелочность пульпы лишь при сравнительно больших расходах.

¹ Вычисления сделаны для пульпы Т : Ж = 1 : 4,2.

² Средние данные по двум опытам.

Флотация дала следующие результаты:

Фракция	№ опыта							
	4	10	5	6	12	7	8 ¹	9 ¹
	Выход фракций в %							
1-й концентрат	20,5	15,5	22,8	16,5	13,6	10,1	2,0	3,1
2-й "	21,5	21,8	34,3	22,3	19,6	13,0	2,6	4,1
3-й "	19,2	26,0	23,6	32,2	23,9	15,0	3,3	10,6
4-й "	2,6	16,9	9,3	18,7	12,5	10,6	6,7	12,6
Хвосты	36,2	19,8	10,0	10,3	30,4	51,3	85,4	69,6
Итого .	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Здесь и во всех следующих опытах фракция, выделявшаяся:

в первые 2 минуты названа . . . 1-м концентратом
 в следующие 3 мин. 2-м концентратом
 " 5 " 3-м концентратом
 в последние 5 " 4-м концентратом
 Общее время флотации 15 минут.

Замеры щелочности после окончания флотации давали результаты, хорошо совпадающие с начальными значениями Ph пульпы.

2. Расход олеиновой кислоты — 0,29 кг/т.

Агитация в условиях, аналогичных предыдущим опытам: температура при агитации — 15°C. Расход NaOH в опытах составил:

	№ опыта			
	13	15	16	17
Расход NaOH г/т	0,17	17,0	170	1 700

Щелочность пульпы после агитации с едким натрием и с олеиновой кислотой:

	№ опыта			
	Показатель концентрации водородных ионов			
	13	15	16	17
Пульпа после агитации с NaOH { Ph — вычисленный по расходу NaOH	8,0	10,0	11,0	12,0
	6,9	7,6	10,9	> 12
Пульпа после агитации с NaOH и олеиновой кислотой .	6,7	6,8	10,0	> 12

¹ В таблице даны средние для двух опытов выходы концентрата, на графике указан суммарный выход концентрата для каждого опыта отдельно.

Результаты флотации оказались следующими:

Фракция	№ опыта			
	13	15	16	17
	Выход фракций в %			
1-й концентрат	16,0	19,7	3,9	6,0
2-й "	19,1	21,4	5,3	6,5
3-й "	25,6	21,5	12,3	12,9
4-й "	29,3	15,8	21,8	13,9
Хвосты .	10,0	21,6	56,7	60,7
Итого .	100,0	100,0	100,0	100,0

3. Расход олеиновой кислоты — 0,6 кг/т

Агитация проводилась в тех же условиях.

Температура при агитации: в опыте 19—16° С, в опыте 18—13° С.

Расход щелочи (NaOH): в опыте 19 — 168 г/т, в опыте 18 — 1,7 кг/т.

Показатель концентрации водородных ионов в этих опытах определялся только после агитации пульпы со щелочью.

	№ опыта	
	19	18
Ph — вычисленный по расходу щелочи .	11,0	12,0
Ph — по колориметру	10,9	> 12

Результаты флотации получились:

Фракция	№ опыта	
	19	18
	Выход фракции в %	
1-й концентрат	54,2	58,1
2-й	40,0	39,7
3-й .	3,6	—
4-й "	—	—
Хвосты .	2,2	2,2
Итого	100,0	100,0

Графическое изображение результатов опытов флотации с едким натром и различными загрузками олеиновой кислоты см. на рис. 7.

На оси абсцисс крестиком отмечена точка, отвечающая щелочности пульпы, которая получилась бы за счет растворения нефелина при содержании 30%, и крупности, отвечающей характеристике материала при флотации.

При рассмотрении графика следует иметь в виду, что в зависимости от расхода олеиновой кислоты и едкого натра в пульпе могут быть: 1) только олеиновая кислота, 2) олеиновая кислота и олеат натрия, 3) только олеат натрия.

Таким образом на графике совмещены опыты флотации с различными реагентами.

Из графика видно, что:

1) результат флотации апатита при данном расходе олеиновой кислоты в одно время выделения концентрата определяется щелочностью пульпы, и

2) высокая щелочность пульпы для повышения извлечения минерала при данном времени флотации требует увеличенного расхода олеиновой кислоты.

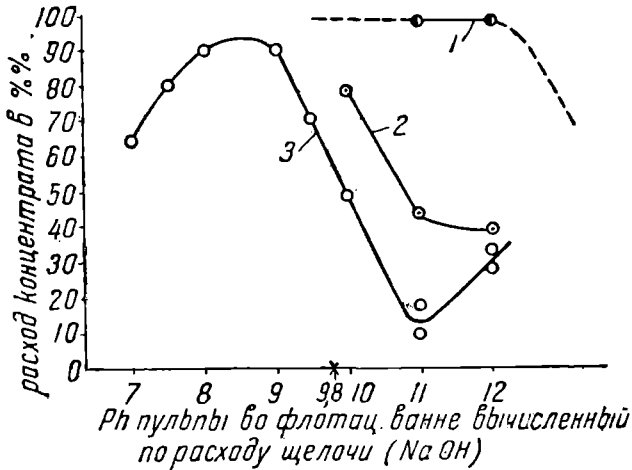


Рис. 7. Влияние расхода щелочи (NaOH) на флотацию апатита. Время выделения концентрата 15 м.

I — расход олеиновой кислоты 0,12 кг/т; II — расход олеиновой кислоты 0,29 кг/т; III — расход олеиновой кислоты 0,6 кг/т.

Флотация апатита с олеиновой кислотой и жидким стеклом

Условия агитации пульпы те же, температура при агитации 14° С.

№ опыта	20	21	22	23	24	25
Расход жидкого стекла (по сухому весу) в г/т	Без щелочи	0,45	4,5	44,5	445	4 450
Расход Na ₂ O в г/т	—	0,11	1,1	11	110	1 100

Расход олеиновой кислоты — 0,12 кг/т, расход этилового спирта — 4 кг/т.
Щелочность пульпы в различные моменты агитации оказалась

№ опыта	Показатель концентрации водородных ионов						
	20	21	22	23	24	25	
Вода (водопровод)	6,7	5,7	6,7	6,7		—	
Пульпа после 1-й агитации (без реагентов)	6,8	6,9	6,8	6,7	6,7	—	
Пульпа после агитации со щелочью	Ph — вычисленный по расходу щелочи	7	8,0	9,0	10,0	11,0	12,0
	Ph — по колориметру	—	6,8	6,9	7,0	10,7	>12
Пульпа после агитации со щелочью и олеиновой кислотой	6,7	6,8	6,8	6,9	10,6	>12	

Выводы, сделанные для аналогичных опытов с NaOH (см. выше), могут быть повторены и для этих данных

Сравнение щелочности пульпы после агитации с NaOH и жидким стеклом (см. рис. 8) показывает, что, несмотря на эквивалентное расходование Na_2O , в последнем случае пульпа несколько кислее.

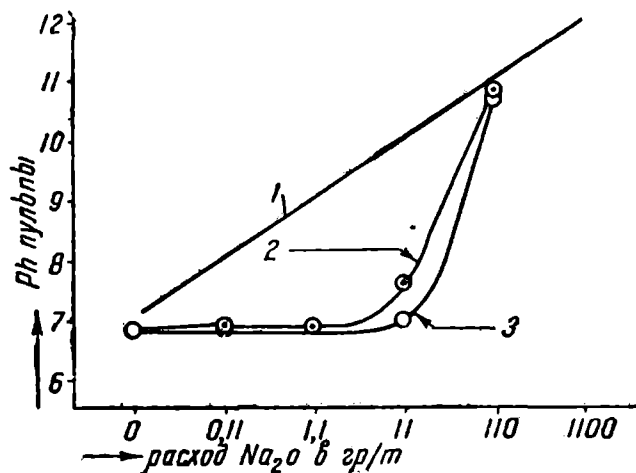


Рис. 8. Щелочность пульпы при агитации.

1—щелочность пульпы по расходу NaOH или жидк. стекла; 2—пульпа после агитации с NaOH; 3—пульпа после агитации с жидким стеклом.

Флотация дала следующие результаты:

Фракция	Выход фракций в %					
	№ опыта					
	20	21	22'	23	24	25
1-й концентрат	24,1	52,5	50,1	44,8	—	} < 1%
2-й "	22,4	29,2	31,3	24,5	—	
3-й "	8,3	7,2	7,6	6,2	—	
4-й "	2,0	—	—	—	—	
Хвосты	43,2	11,1	11,0	24,5	100,0	∞ 99
Итого.	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

¹ В таблице приведены средние данные для двух опытов; на графике суммарный выход концентрата отмечен для каждого опыта отдельно.

Необходимо отметить, что опыты флотации с жидким стеклом проводились в другом аппарате.

Совпадение результатов флотации с одной олеиновой кислотой позволяет этому обстоятельству не придавать значения.

Сравнивая кривые выходов концентрата в зависимости от щелочности пульпы для этих опытов (см. рис. 9) и для опытов с едким натром (рис. 7), можно видеть почти полную аналогию в действии эквивалентных загрузок NaOH и жидкого стекла.

Резкое понижение результатов флотации при сравнительно больших расходах жидкого стекла вызывается, видимо, присутствием в пульпе коллоида кремнезема.

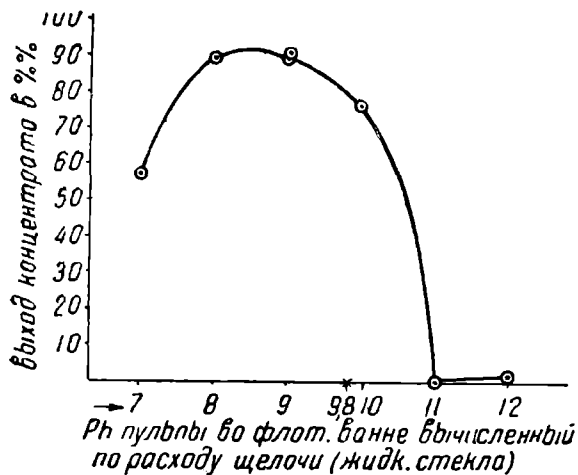


Рис. 9. Влияние расхода щелочи (жидкого стекла) на флотацию апатита. Время выделения концентрата 15 м. (Расход олеиновой кислоты 0,12 кг/т.)

42096.

Влияние щелочности пульпы на скорость выделения концентрата

За скорость выделения концентрата принимаем выход концентрата за минуту, выраженный в % по отношению к твердому оставшемуся к моменту выделения данной фракции в пульпе флотационной ванны.

1. Флотация апатита с едким натром и олеиновой кислотой — 0,12 кг/т

Период флотации	Ph пульпы, вычисленный по расходу щелочи,						
	7,5	8,0	9,0	9,5	10,0	11,0	12,0
	Скорость выделения концентрата						
Выделение 1-го концентрата	7,8	11,4	8,3	6,8	5,0	1,0	1,6
Выделение 2-го концентрата	8,6	14,8	12,3	7,6	5,6	0,9	1,5
Выделение 3-го концентрата	8,3	11,0	10,5	7,2	3,9	0,7	2,3
Выделение 4-го концентрата	9,2	9,6	12,9	5,8	3,4	1,5	3,1
Средняя скорость	8,6	11,3	13,1	6,8	4,2	1,0	2,3

Графическое изображение результатов представлено на рис. 10.

Как видим, увеличение расхода щелочи выравнивает скорость выделения концентрата, делая ее в продолжение всего времени флотации практически постоянной.

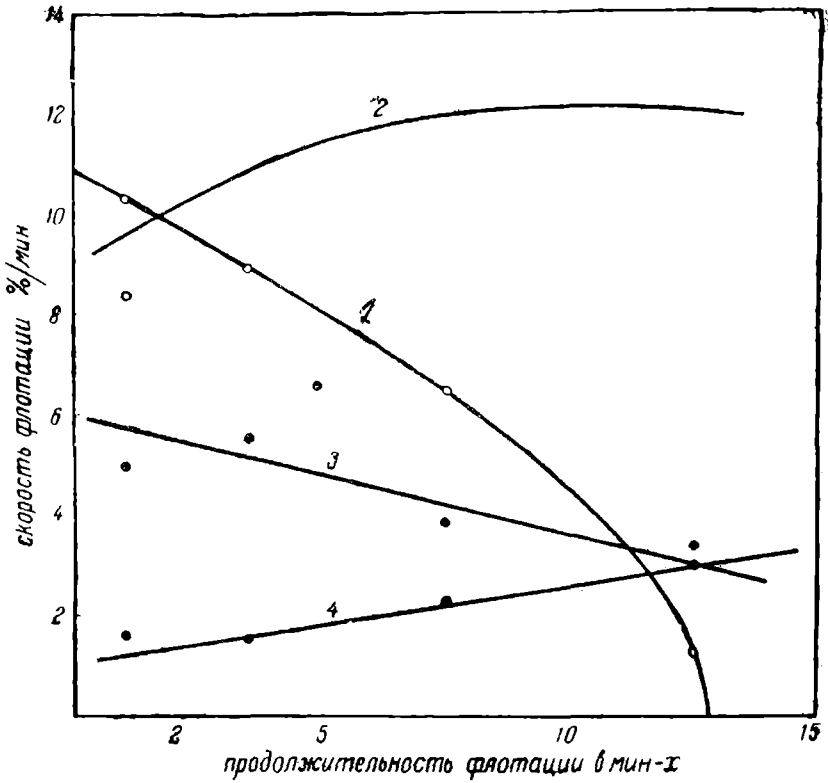


Рис. 10. Влияние щелочности пульпы на скорость флотации апатита олеиновой кислотой. Расход кислоты 120 грамм на тонну.

1 — Ph пульпы — 7,0 (без щелочи); 2 — Ph пульпы — 9,00 (по расходу NaOH); 3 — Ph пульпы — 10,00 (по расходу NaOH); 4 — Ph пульпы — 12,00 (по расходу NaOH).

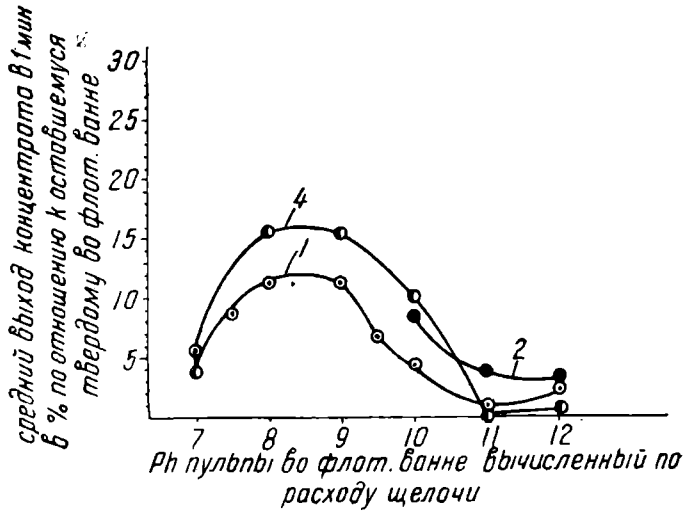


Рис. 11. Средняя скорость выделения концентратов в зависимости от расхода щелочи и олеиновой кислоты.

1 — едкий натр и олеиновая кислота 0,12 кг/т; 2 — едкий натр и олеиновая кислота 0,29 кг/т; 3 — жидкое стекло и олеиновая кислота 0,12 кг/т.

2. Флотация апатита едким натром и олеиновой кислотой—0,29 кг/т

Период флотации	Ph пульпы, вычисленный по расходу щелочи			
	8,0	10,0	11,0	12,0
	Скорость выделения концентрата			
Выделение 1-го концентрата	8,0	9,8	2,0	3,0
Выделение 2-го концентрата	7,6	8,9	2,4	2,3
Выделение 3-го концентрата	7,9	7,4	3,2	2,9
Выделение 4-го концентрата	14,9	8,4	5,6	3,7
Средняя скорость	10,2	8,4	3,7	3,1

3. Флотация апатита едким натром и олеиновой кислотой—0,6 кг/т

Период флотации	Ph пульпы, вычисленный по расходу щелочи	
	11,0	12,0
	Скорость выделения концентрата	
Выделение 1-го концентрата	27,1	29,0
Выделение 2-го концентрата	28,1	31,6
Выделение 3-го концентрата	12,4	—
Выделение 4-го концентрата	—	—
Средняя скорость	20,1	30,6

4. Флотация апатита жидким стеклом и олеиновой кислотой—0,12 кг/т

Период флотации	Ph пульпы, вычисленный по расходу щелочи					
	7	8,0	9,0	10,0	11,0	12,0
	Скорость выделения концентрата					
Выделение 1-го концентрата	12,0	26,2	25,0	22,4	0	< 0,2
Выделение 2-го концентрата	9,8	20,5	20,9	14,6	0	< 0,2
Выделение 3-го концентрата	3,1	7,9	8,2	4,0	0	< 0,2
Выделение 4-го концентрата	0,9	—	—	—	0	< 0,2
Средняя скорость	4,9	15,4	15,4	10,9	0	< 0,2

Результаты, приведенные в последних таблицах, изображены на графике (см. рис. 11). Из графиков следует, что при прочих равных условиях:

1) скорость выделения концентрата определяется щелочностью пульпы; при сравнительно больших расходах щелочи скорость выделения резко падает, оставаясь при этом во все время флотации практически постоянной;

2) для ускорения процесса флотации при работе с пульпами высокой щелочности необходим повышенный расход олеиновой кислоты;

3) присутствие в пульпе коллоидного кремнезема (в небольшом количестве) увеличивает скорость выделения концентрата.

Summary

1. Experiments have shown that the process of apatite dissolution in the pulp goes on very slowly, and does not reach the equilibrium state in 60 minutes (for the coarse fraction— 20 mesh).

2. The potentiometric measurements have shown that the reaction of nephelin and water results in an alcalinization of the latter, this alcalinization being determined by the coarsness and the amount of nephelin in the pulp.

3. The tests have shown that water is able to extract alkaline metals from the surface layer of nephelin grains. The proportion of alkali passing into the solution, is $3 \cdot 10^{-5}$ equivalent g from m^2 of grain surface, which corresponds to a thickness of layer of the transformed mineral equal to $1,64 \cdot 10^{-7}$ cm.

4. The alcalinity of the pulp in the presence of nephelin is determined by its coarsness and its content in the ore. Alkali additions (NaOH), that do not exceed 0,6 kg per 1 t of ore do not affect the alcalinity of the pulp.

5. During the flotation of apatite the alcalinity of the pulp affects considerably the results of the process. A high alcalinity reduces the rate of concentrate extraction, and for a given duration of the flotation the extraction of apatite is lessened.

An increase of olein acid consumption accelerates the process.
