

Михеев Григорий Владимирович

**ИЗЫСКАНИЕ ЭФФЕКТИВНЫХ РЕАГЕНТОВ-СОБИРАТЕЛЕЙ ДЛЯ
ПОВЫШЕНИЯ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ОКСИДНЫХ ФОРМ СУРЬМЫ**

Специальность 25.00.13 – Обогащение полезных ископаемых

Диссертация
на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
Богидаев Сергей Александрович
доктор технических наук, профессор

Иркутск 2022

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
ГЛАВА 1. ПЕРЕРАБОТКА СУРЬМЯНЫХ РУД И СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ ОТРАСЛИ	9
1 Общие сведения	9
1.1. Флотация сульфидных форм сурьмы	11
1.2. Флотация оксидных форм сурьмы	14
1.2.1 Флотация оксидов сурьмы собирателями анионного типа	15
1.2.2 Флотации оксидных форм сурьмы катионными собирателями	20
1.2.3 Модификаторы для флотации оксидных минералов сурьмы	23
1.2.4 Физико-механические свойства руды	27
1.2.5 Лабораторные исследования по разработке технологии в НИИ ОАО «ЗабГОК»	28
1.2.6 Исследования по извлечению сурьмы по флотационной и гравитационно-флотационной технологиям в ОАО «Иргиредмет» ...	30
Выводы по главе 1	32
ГЛАВА 2. ИЗУЧЕНИЕ ОБЪЕКТА ИССЛЕДОВАНИЙ	34
2.1 Месторождение «Жипхоша»	34
2.2 Краткий обзор выполненных ранее исследований	35
2.2.1 Вещественный состав руды Западного участка месторождения «Жипхоша»	35
Выводы по главе 2	39
ГЛАВА 3. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ КОМПОНЕНТНОГО СОСТАВА ЖИРНОКИСЛОТНЫХ ПРОДУКТОВ	40
3.1 Физико-химические методы, применяемые для изучения химического состава компонентов реагента	40
3.1.1 Изучение химического состава хлопкового соапстока	42
3.1.2 Изучение химического состава «БТ-1С»	46
3.1.3 Изучение химического состава реагента «Аспарал Ф»	48

3.1.4 Изучение химического состава комплексного реагента-собираателя $KCSb$	50
3.2 Квантово-химический расчет модели взаимодействия реагента-собираателя с поверхностью оксидного металла сурьмы	54
Выводы по главе 3	62
ГЛАВА 4. ФЛОТАЦИОННЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ НОВОГО РЕАГЕНТА-СОБИРАТЕЛЯ $KCSb$ ОКСИДНЫХ ФОРМ СУРЬМЫ	63
4.1 Исследования процессов гравитации сульфидных хвостов флотационного обогащения, с целью повышения извлечения сурьмы ...	63
4.2 Изучение влияния реагентного режима на показатели флотационного обогащения оксидных минералов сурьмы	64
4.3 Уточнение условий оксидной флотации руды месторождения «Жипхоша» на основе применения комплексного реагента-собира-теля ($KCSb$)	71
4.4 Полупромышленные испытания	80
4.5 Исследования нового реагента-собираателя $KCSb$ при переработке руд месторождения «Удережское»	95
Выводы по главе 4	97
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	99
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	101
ПРИЛОЖЕНИЕ А – Полный факторный эксперимент для выявления адекватности процесса флотации окисленной сурьмы, с использованием комплексного реагента-собираателя $KCSb$	112
ПРИЛОЖЕНИЕ Б – Расчёт ожидаемого экономического эффекта	115

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследования. Сурьма является стратегически важным минеральным сырьем и находит широкое применение в разных отраслях промышленности: металлургии, машиностроении, авиации, фармацевтике и других сферах. Крупнейшими месторождениями сурьмы в современной России являются «Сыра-лах» и «Сентачанское» (Якутия), «Жипхоша» (Восточное Забайкалье), «Олимпиадинское» и «Удережское» (Красноярский край), «Малоурканское», «Ленинское», «Солокачинское» (Приморский край). В мировом масштабе запасы сурьмы в Российской Федерации составляют 1/5 часть.

По флотационным свойствам сурьму относят к минералам, которые хорошо флотируются собирателями оксигидрильной группы, являющимися жирными кислотами (олеиновая кислота).

Вопросы переработки сурьмяных руд традиционными методами рассмотрены известными учеными А.А. Абрамовым, В.И. Зеленовым, Е.П. Леманом, В.А. Лилеевым, Э.Г. Литвинцевым, В.А. Мокроусовым, П.М. Соложенкиным, В.П. Мязиным, Л.В. Шумиловой, Е.М. Шлюфманом, Г.В. Сидельниковой, Л.П. Старчиком, коллективами ЦНИГРИ, ИПКОН РАН, «Иргиредмет» и другими НИИ России.

Основными способами переработки сурьмяных руд являются гравитационные и флотационные методы обогащения. Основная доля сурьмы (Sb) при обогащении различных типов сурьмяных руд извлекается за счет наличия в рудах сульфидной формы металла (антимонита). Потери сурьмы, в свою очередь, связаны с оксидными минералами (стибиконит, валентинит, керамзит), форма нахождения которых представлена в виде плёнок, линз или чешуек. Единственным известным способом для извлечения оксидов сурьмы из руд различных месторождений является флотационное обогащение, но используемые реагенты можно назвать неэффективными и дорогостоящими. До настоящего времени для предприятий, перерабатывающих сурьмяные типы руды, нет разработанных схем и режимов флотационного обогащения, позволяющих получить кондиционные или близкие к кондиционным концентраты из оксидных форм сурьмы.

На рентабельность переработки сурьмяных руд влияет относительно низкая

стоимость металла, поэтому возникает потребность в поисковых исследованиях, направленных на сокращение расходов при обогащении сурьмы, сокращение потерь при сохранении и улучшении качества готовой продукции и, как следствие, наращивание производственных мощностей.

Исходя из вышеизложенного, поиск и применение достаточно недорогих и эффективных реагентов-собирателей для флотации оксидных форм сурьмы является актуальным.

Объект исследования – сурьмяные руды месторождения «Жипхоша» (Западный участок, Забайкальский край).

Идея работы заключается в повышении значений показателей обогащения сурьмяных руд за счет доизвлечения оксидных форм сурьмы (валентинит, стибиконит) посредством применения комплексного реагента-собирателя, обладающего селективными свойствами и повышенной эффективностью, за счет синергетического эффекта между составляющими его компонентами.

Цель работы – изыскание эффективных флотационных реагентов-собирателей для повышения извлечения оксидных форм сурьмы.

Основные задачи исследования:

1. Проведение комплексной оценки химического состава нового флотационного реагента-собирателя оксидных форм сурьмы ($КС_{Sb}$).
2. Определение физико-химических особенностей взаимодействия реагента-собирателя $КС_{Sb}$ с поверхностью оксидов сурьмы.
3. Теоретическое обоснование и экспериментальное подтверждение эффективности разработанного реагентного режима для флотации оксидных форм сурьмы, с использованием $КС_{Sb}$.
4. Проведение оценки качества получаемого товарного концентрата на основе лабораторных исследований и полупромышленных испытаний.
5. Обоснование сравнительной оценки экономической эффективности использования $КС_{Sb}$ для флотации оксидных форм сурьмы.

6. Выдача рекомендаций применения реагента-собираателя $KCSb$ для разработки технологического реагента переработки сурьмяных руд месторождения «Жипхоша».

Научная новизна:

1. Научно обосновано применение нового флотационного реагента-собираателя $KCSb$ на основе сочетания смеси насыщенных и ненасыщенных жирных кислот при флотационных методах обогащения оксидных форм сурьмы.

2. Применение современного комплекса физико-химических методов исследований (спектроскопия ядерного магнитного резонанса, инфракрасная спектроскопия, хромато-масс спектрометрия) установлен механизм взаимодействия флотационного реагента-собираателя с минеральной поверхностью оксидных форм сурьмы.

3. На основе квантовохимических расчетов модели взаимодействия реагента-собираателя $KCSb$ с поверхностью оксидного металла сурьмы установлен хемосорбционный характер.

Теоретическая и практическая значимость:

По итогам выполненных исследований предложен реагент-собираатель $KCSb$ для оксидных минералов сурьмы, состоящий из трех основных реагентов группы жирнокислотных продуктов (хлопковый соапсток «Даллес», водная паста натриевых солей карбоновых кислот «БТ-1С», производная аспарагиновой кислоты «Ас-парал-Ф»). По результатам исследованных химических свойств реагента-собираателя $KCSb$, определены и установлены оптимальные режимные параметры оксидного цикла флотации, позволяющие повысить эффективность извлечения сурьмы. Разработан технологический регламент по переработке сурьмяной руды месторождения «Жипхоша».

Методология и методы исследования. Исследования проведены с использованием современных методов физико-химического и минералогического анализов, среди которых основными являются: 1) спектроскопия ядерного магнитного резонанса (ЯМР) – резонансное поглощение электромагнитных волн атомными ядрами, происходящее при изменении ориентации векторов их собственных

моментов количества движения (спинов); 2) инфракрасная спектроскопия (ИК) – это измерение взаимодействия инфракрасного излучения с веществом путем поглощения, испускания или отражения, используемое для изучения и идентификации химических веществ или функциональных групп в твердых, жидких или газообразных формах; 3) хромато-масс спектрометрия – аналитический метод, основанный на сочетании возможностей хроматографа и масс-спектрометра, использующийся для количественного и качественного определения отдельных компонентов в сложных смесях.

Обработка данных выполнена с применением современных приборов (импульсный спектрометр Bruker DPX250, хромато-масс-спектрометр Shimadzu QP5050A, ИК-спектрометр Specord 75 IR) и соответствующего программного обеспечения. Экспериментальные исследования проведены с использованием специальных и стандартных измерительных устройств, приборов, установок. Полупромышленные испытания выполнены на установке в АО «Иргиредмет». Содержание Sb определено атомно-абсорбционным анализом.

Положения, выносимые на защиту:

1. Эффективное закрепление реагента-собирателя $KCSb$ на основе смеси хлопкового соапстока («Даллес»), водной пасты натриевых солей карбоновых кислот («БТ-1С») и производной аспарагиновой кислоты («Аспарал Ф») достигается за счёт взаимодействия компонентов системы « $COONa-Sb_2O_3$ », обусловленный хемосорбционным характером.

2. Разработаны методологические принципы построения технологической схемы получения объединённого флотационного концентрата (сульфидного и оксидного), соответствующего марке готовой продукции КСУФ-3.

Личный вклад автора состоит в обосновании идеи работы и её реализации посредством постановки цели и основных задач исследования. Непосредственное участие в проведении лабораторных экспериментов и полупромышленных испытаний технологии переработки руды Западного участка месторождения «Жипхоша», а также в разработке технологического регламента для переработки сурьмяных руд месторождения «Жипхоша».

Достоверность научных положений и результатов подтверждена представительностью и большим количеством отобранных проб, полученных аналитическими зависимостями, экспериментальной проверкой в лабораторных и полупромышленных условиях с использованием современного метода планирования экспериментов – полного факторного эксперимента.

ГЛАВА 1. ПЕРЕРАБОТКА СУРЬМЯНЫХ РУД И СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ ОТРАСЛИ

1 Общие сведения

Сурьма – элемент главной подгруппы пятой группы периодической системы элементов Д. И. Менделеева; ее порядковый номер 51, атомная масса 121,76. В природных условиях самородная сурьма встречается на ряде месторождений сурьмяных, серебряных и мышьяковистых руд Европы, Австралии и Америки. Твердость природной сурьмы 3-3,5; плотность 6,691 г/см³.

Сурьма известна в четырех модификациях: обычной – кристаллической и трех аморфных – желтой, черной и взрывчатой. Наиболее распространенная из них кристаллическая – серебристо-белый металл с сильным блеском и синеватым оттенком в изломах.

Все разведанные в мировом масштабе сурьмяные месторождения содержат в общем металла на уровне 5-5,5 млн. тонн. Подавляющее количество сурьмяных месторождений при этом находятся в Азиатской части земного шара. Лидирующие мировые позиции, как по добыче, так и по производству сурьмы, удерживает Китайская народная республика (50-55 % общемировых ресурсов); Боливия и ЮАР имеют 10 % и 6 % мировых запасов, соответственно. Мировая добыча металла составляет до 110 тыс. тонн в год, на долю Китая приходится 60-65 % [1-10]. Кроме России, добычу сурьмы ведут в Таджикистане, Киргизии, Германии. По запасам металла в международном масштабе Российская Федерация находится в лидирующей тройке. Качество разведанных сурьмяных руд в нашей стране отвечает самым высоким стандартам, содержание в некоторых из них достигает значений, соответствующих требованиям, предъявляемым к кондиционным концентратам. В современной России на балансе находится одиннадцать разведанных месторождений: золотосурьмяные, сурьмяные и полиметаллическое с попутной сурьмой.

Сурьма как элемент является редко распространённым металлом. Самым распространённым минералом сурьмы в промышленности является стибнит (антимонит) Sb_2S_3 , присутствующий в подавляющем большинстве сурьмяных месторождений [10]. Все типы месторождений сурьмяных руд подвергаются одному и тому же способу обогащения, включающему в себя гравитационные, либо гравитационно-флотационные методы. Флотационное обогащение широко применяется для обогащения сульфидных типов руд, гравитационно-флотационное обогащение на смешанных и окисленных рудах.

Современные тенденции развития ряда отраслей техники требуют ускоренного роста выпуска цветных металлов. Сурьма благодаря ряду ценных свойств находит все большее применение в народном хозяйстве. Значительный рост потребления сурьмы вызывает необходимость повышения комплексности переработки руд. Комплексность и экономическая эффективность использования руд цветных металлов определяются эффективностью процесса обогащения.

При обогащении сурьмяных руд большую трудность представляет извлечение оксидных минералов сурьмы [11-18]. Как правило, в концентрат извлекается только та часть оксидов, которая находится в сростках с антимонитом, основная же часть оксидов теряется в хвостах. В то же время окисленные руды составляют определенную существенную долю в общих запасах сурьмы. Требуется своего удовлетворительного решения проблема обогащения сурьмяных мышьяксодержащих руд.

Сурьмяные руды подразделяются на чисто сурьмяные, комплексные (кроме сурьмяных, содержащие несколько разновидностей металлов) и сурьмосодержащие (сурьма представлена как попутно извлекаемый металл). Сурьмяные руды делятся на:

1. сульфидные (не более 30 % окисленных минералов);
2. смешанные (более 30, но менее 50 % окисленных минералов);
3. окисленные (более 50 % оксидных минералов).

Из сурьмяных руд (Sb_2S_3) извлекается до 90 % сурьмы в основном сульфидной формы, а все потери связаны с оксидными формами, причиной этому служит отсутствие или низкая эффективность способов их извлечения при обогащении.

Оставшаяся часть 10 % сурьмы извлекается при переработке комплексных руд и сурьмянистого свинца.

Промышленный интерес в подавляющем большинстве случаев представляют чисто сурьмяные руды. Разделяются они на весьма богатые (содержание сурьмы более 15 %), богатые (от 6 до 12 %), рядовые (от 2 до 6 %), бедные (от 1 до 2 %), убогие (ниже 1 %).

Из комплексных руд выделяются: сурьмяно-ртутные, сурьмяно-золотые, вольфрамо-сурьмяно-золотосеребряные, сурьмяно-флюоритовые, сурьмяно-мышьяковые и др. Комплексные руды характеризуются весьма сложным минералогическим составом, значительным числом полезных минералов, подлежащих извлечению из руд.

Все отмеченные выше характеристики сурьмяных руд приводят к большому количеству вариантов технологий обогащения разными известными способами. В основном выделяются два способа обогащения сурьмянистых руд:

1. Извлечение металла из руды способами гравитационного, флотационного или химического (выщелачивание) обогащения, с последующим извлечением попутно извлекаемых компонентов цианированием, например, золота, из хвостовых продуктов сурьмяной технологии.

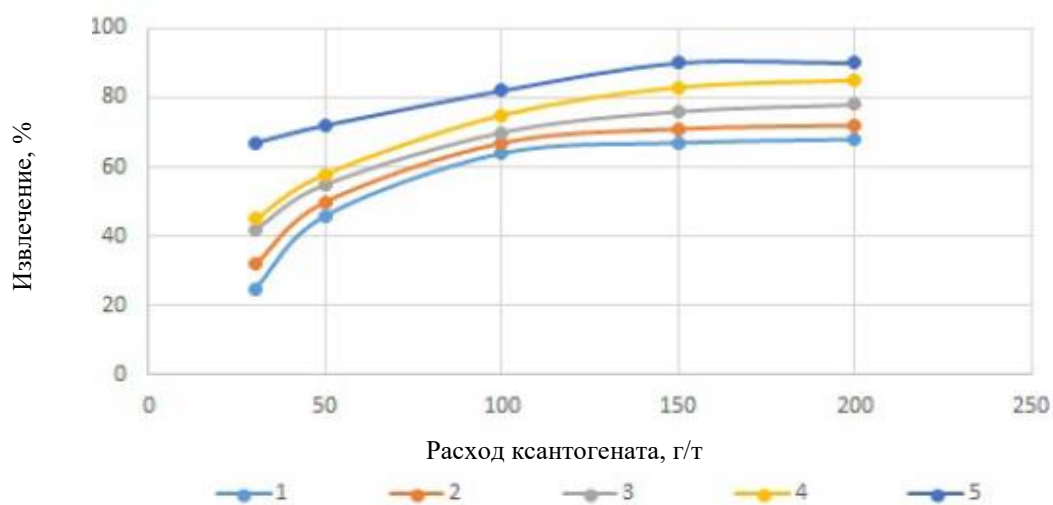
2. Извлечение металла при цианировании концентрата по индивидуальной технологии с переводом сурьмы в кек или гидрохлорирование шлаков с переводом Sb в раствор с попутно извлекаемыми металлами (как правило, золота) с последующим их разделением на стадии переработки растворов до товарных марок выпускаемой продукции согласно ГОСТ.

1.1 Флотация сульфидных форм сурьмы

Антимонит в сурьмяных рудах является основным сульфидным минералом. В мировой практике при флотации антимонита в качестве собирателя используются карбоновые кислоты, сланцевые продукты, различные углеводороды [11, 19]. Хорошие результаты получены с использованием смеси смолы с сосновым маслом. Березовый

деготь, торфяная смола, керосин, скипидар, смесь Т-Т (раствор тиокарбонилида в орто-толуидине) также флотируют сульфид сурьмы [20-22]. При расходе Т-Т, равном 0,6 кг/т, извлечение сурьмы составляет порядка 98 %, при содержании Sb – 39,41 %.

Флотацию антимонита в некоторых случаях возможно вести с помощью только одного пенообразователя с использованием серной кислоты [23,24]. При флотации ксантогенатами эффект гидрофобизации непрерывно возрастает с удлинением углеводородной цепи. На рисунке 1.1 представлены данные по флотируемости антимонита от расхода ксантогенатов с различной длиной углеводородного радикала.



Ксантогенаты: 1 – этиловый; 2 – пропиловый; 3 – бутиловый; 4 – амиловый; 5 – октиловый

Рисунок 1.1 – Флотируемость антимонита, активированного $Pb(NO_3)_2$ (200 г/т), в зависимости от расхода ксантогената

Исследования, проводимые с применением смесей ксантогенатов (этилксантогенат + изопропилксантогенат; этилксантогенат + амилксантогенат; изопропил-ксантогенат + амилксантогенат; этилксантогенат + изопропилксантогенат + амилксантогенат и т. д.), показали, что они не более эффективны, чем индивидуальные коллекторы.

При флотации антимонита диалкилдитиофосфатами наиболее эффективным является дигексилдитиофосфат натрия – при расходе его 100 мг/л, выход антимонита достигает 82 %. Разветвление цепи в диалкилдитиофосфате положительно сказывается на эффективности коллектора. Крезильовый дитиофосфат по своей собирательной способности превосходит крезилловый дисульфид и бутиловый дитиофосфат.

Одним из активных сульфгидрильных собирателей при флотации антимонита является диэтилдитиокарбамат. При флотации антимонита может использоваться гексаметилендитиокарбамат натрия. Этот реагент получают при утилизации отходов производства капрона. Диалкилдитиокарбаматы тяжелых металлов более успешно флотируют антимонит, чем диэтилдитиокарбамат натрия [25]. Диксантогенид также хорошо флотирует антимонит; при этом отпадает необходимость в активации поверхности минерала катионами тяжелых металлов. При расходе бутилового диксантогенида 75 мг/л, извлечение антимонита достигает 90 %.

Органические дисульфиды как флотореагенты известны давно. Они являются продуктами окисления соответствующих сульфгидрильных реагентов и, как правило, нерастворимы в воде. В ряде случаев они имеют некоторые преимущества перед анионными реагентами, так как более устойчивы в кислой среде, не связываются с присутствующими в пульпе катионами тяжелых металлов.

Один из органических дисульфидов – тетраметилтиурамдисульфид (ТМТД) – является эффективным собирателем сурьмы. С использованием ТМТД отпадает необходимость применения активатора – азотнокислого свинца.

Применение реагентов, полученных из продуктов нефтяного происхождения, является перспективным направлением во флотации, так как эти продукты весьма доступны и отличаются невысокой стоимостью. Одним из представителей этого типа являются сульфоксиды. Сульфоксиды получают путем извлечения из раствора серной кислотой органических сульфидов из сернистых соединений нефти с последующим их окислением каким-нибудь окислителем, например, перекисью водорода.

Одной из важных проблем флотации сурьмяных руд является разделение минералов сурьмы и мышьяка [26]. Жесткие требования к содержанию мышьяка (не более 0,25-0,5 % для различных сортов) в сурьмяном концентрате обуславливают необходимость изыскивать эффективные режимы флотации для руд с высоким содержанием мышьяка. *n*-Диэтиламинофенил-меркурацетат является селективным собирателем для флотации мышьяксодержащих руд. Изучение кинетики флотации сурьмяных и мышьяковых минералов показало, что основная (50-75%) часть антимонита флотируется в течение 2,5-5 мин, в то время как арсенопирит – лишь на 16 %. Следовательно,

при скоростной флотации антимонита можно выделить сурьмяный концентрат с невысоким содержанием мышьяка. *n*-Диэтил-аминофенилмеркурацетат является селективным собирателем и при флотации мышьяксодержащей золотосурьмяной руды.

Повышение температуры пульпы положительно влияет на разделение арсенопирита и антимонита. Опыты с подачей ксантогената указывают на различный характер гидрофобизирующего действия собирателя на антимонит и арсенопирит с повышением температуры.

Флотация сурьмяных руд ксантогенатом с предварительной активацией их катионами меди способствует тому, что в концентрат переходит значительная часть металлов-активаторов. Поэтому при переработке на металлургическом заводе необходимо предусматривать операции по удалению из сурьмы свинца и меди. Применение поверхностно-активных веществ (ПАВ) помогает решить эти проблемы. Наиболее эффективными представителями этих веществ являются синтетические поверхностно-активные вещества, продукты обработки различных углеводородов окисью этилена: ОП-4, ОП-10, ОП-7, ОС-20, алкамон, выравниватель.

Процесс флотации антимонита сильно зависит от изменения водородного показателя среды при флотации пульпы, так, например, при повышении рН более 9 флотационные свойства сильно ухудшаются. Эффективная флотация антимонита в кислой среде объясняется подготовкой поверхности минерала и количеством ионов водорода.

1.2 Флотация оксидных форм сурьмы

Оксидные минералы сурьмы при флотации практически не извлекаются из руд. Основные потери сурьмы в отвальные хвосты происходят за счет того, что оксидные формы представлены в виде пленок и линз, весьма тонких частиц.

Так, при анализе отвальных хвостов после переработки сурьмяных руд месторождений методом флотации, выяснено, что значительная часть сурьмы представлена оксидными формами и частично антимонитом, покрытым пленками. Размеры зерен антимонита и минералов оксидной сурьмы в сростках весьма малы и

составляют около 10 мкм. Задача извлечения оксидных минералов сурьмы из руд очень сложна, и для ее решения проведен ряд исследований в различных направлениях [27-32].

1.2.1 Флотация оксидов сурьмы собирателями анионного типа

Флотация сурьмяных руд разных месторождений проходит с переменным успехом, в основном это зависит от содержания в рудах оксидной сурьмы и формы её нахождения. Например, если взять трехокись сурьмы, то чем выше ее содержание в руде, тем лучше она извлекается при флотации [33]. При увеличении содержания четырехокси сурьмы в руде извлечение возрастает, но теряется качество концентрата. При увеличении содержания пятиокси сурьмы в руде показатель извлечения сурьмы при флотации снижается.

Например, стибиконит содержит агрегатную воду, сорбционно связанную с минералами, и это затрудняет флотацию [34, 35], так как флотация при использовании собирателя одновременно наблюдается на поверхностях агрегатов, обладающих одинаковой структурой поверхности с одинаковой агрегатной водой. Кроме того, поверхность криптокристаллических агрегатов минералов обладает различной шероховатостью, поэтому очень трудно подобрать оптимальные условия флотации минеральных комплексов.

При флотации оксидов сурьмы разными учеными подмечено, что флотация светлых или светло-желтых минеральных комплексов проходит менее эффективно, чем темных окрасок. Также для флотации в одном цикле разных оксидных минералов сурьмы, которые имеют еще, как правило, разную степень гидрофобности, трудно подобрать режимные параметры процесса.

При обычных технологических режимах извлекается только та часть оксидов, которая находится в сростках с антимонитом. В результате извлечение в концентрат очень низкое.

Изучение поведения оксидных минералов сурьмы – стибиконита и валентинита – в среде бутилового ксантогената показало, что не активированные поверхности окисленных минералов сорбируют незначительное и примерно одинаковое количество собирателя [36, 37]. Увеличение концентрации собирателя практически не изменяет его сорбцию на минералах. Активация минералов ионами меди, свинца и серебра способствует резкому росту сорбции.

Поглощение ксантогената зависит от природы катионов. По степени увеличения сорбции их можно расположить в ряду в следующем порядке: для стибиконита - Sb^{2+} , Cu^{2+} , Ag^{1+} , для валентинита - Cu^{2+} , Pb^{2+} , Ag^{1+} . Катионы меди активируют поверхность стибиконита. При концентрации медного купороса 5-10 мг/л извлечение стибиконита повышается с 49 до 67 %.

Опыты с применением в качестве собирателей кубовых остатков высших жирных спиртов, талового масла в смеси с ОП-7 (ОП-10), олеата натрия, олеиновой кислоты, как в отдельности, так и в смеси с керосином и трансформаторным маслом, мыла хлопкового соапстока и др. в совокупности с рядом регуляторов (кальцинированной соды, жидкого стекла, пирофосфата натрия, фтористого или кремнефтористого натрия) отличаются малой избирательностью с получением концентратов низкого качества [38-40].

В Механобре проведено исследование флотированности оксидной сурьмы по двум направлениям: 1 - флотация жирными кислотами; 2 - сульфидизация оксидов с последующей флотацией ксантогенатом в кислой среде.

Из отвальных хвостов с содержанием сурьмы 0,93 % при расходе жидкого стекла 100 г/т, соды 3 кг/т, олеата натрия 250 г/т, $pH = 9,8$ получен оксидный сурьмяный концентрат с содержанием сурьмы 1,76 % и извлечением 56 %.

Сульфидизация оксидных минералов сурьмы сероводородом, образующимся при взаимодействии сернистого натрия и серной кислоты, также не дала желаемых результатов. После предварительного удаления из хвостов сульфидной флотации кальцита, сульфидизации хвостов при температуре 30-60 °С, расходе серной кислоты 5 кг/т и использовании для флотации оксидных минералов сурьмы $SiSO_4$ – 160 г/т, бутилового ксантогената – 275 г/т, керосина – 50 г/т, ИМ-68 – 10 г/т

выделен оксидный сурьмяный концентрат с содержанием 2,4 % сурьмы и извлечением 24,4 %.

Повышение кислотности до 10 % H_2SO_4 с использованием медного купороса, алкилсульфата вместо ксантогената, изменение температуры сульфидизации сероводородом от 20 до 80°C не дали положительных результатов.

Оксиды сурьмы, сульфидизированные сернистым аммонием, также не позволяют получить приемлемых результатов. На примере окисленной сурьмяной руды Кадамджайского месторождения, в Механобре, сульфидизация проводилась путем пропускания сероводорода через пульпу (0,15 л/мин), а также сернистым натрием. Более успешная флотация достигнута при сульфидизации в сильно кислой среде, когда концентрация кислоты в пульпе составляла несколько процентов при $t = 60$ °C с доведением pH пульпы перед флотацией путем загрузки соды до 7,8-8. В среде H_2SO_4 извлечение составило 44,5 %, в среде HCl – 54 %. Добавки цианида не улучшили результаты флотации. Растворением промпродукта перерешетки в HCl удалось перевести в раствор около 90 % Sb, при этом расход кислоты значительный.

При сульфидизации сернистым натрием в присутствии фтористоводородной кислоты HF результаты флотации еще хуже. Теоретически обоснована и предложена технология сульфидизации оксидных сурьмяных минералов сернистым натрием в кислой среде при подогреве с последующей флотацией в обычном для сульфидов сурьмы флотационном режиме [41]. В.С. Сергеевым в 1954 г. апробирован метод флотации оксидной сурьмяной руды ксантогенатом после сульфидизации ее сероводородом в сильноокислой среде при температуре 60 °C. Содержание в хвостах удалось снизить с 0,8-1 до 0,2 %. Большие расходы реагентов, особенно кислоты, присутствие ядовитого газообразного сероводорода и необходимость подогрева пульпы делают этот способ неудобным и не рентабельным.

Из многочисленных собирателей, испытанных Криворожским горнорудным институтом при флотации оксидных минералов, выбраны кубовые остатки высших жирных спиртов и таловое масло. Таловое масло и кубовые остатки высших жирных спиртов обладают большой собирательной способностью и расходуются в меньших количествах. Они позволяют получить более богатый черновой

концентрат. Для флотации окисленной сурьмы рекомендовано омыленное таловое масло (300 г/т) в смеси с ОП-7, ОП-10 (75 г/т), кубовые остатки высших жирных спиртов (600 г/т). В качестве регуляторов предлагается использовать кальцинированную соду (2 кг/т), серную кислоту (0,5 г/т), жидкое стекло (200 г/т), пиррофосфат натрия, фтористый или кремнефтористый натрий (1800 г/т). Активатор минералов – азотнокислый или уксуснокислый свинец.

Ф.Н. Белаш и О.В. Пугина [20] проводили опыты по флотации окисленной сурьмы из гравитационного концентрата, полученного из фабричных хвостов сульфидной флотации. Окисленные сурьмяные минералы удовлетворительно флотировали в содовой среде с олеатом натрия, мылом, смесью смоляных и жирных кислот, жидким мылом. Часто при селективной флотации с применением мыла жирных кислот электролиты так воздействуют на минералы, что удается почти полностью парализовать флотационную способность одного или нескольких минералов.

При перемешивании окисленного сурьмяного концентрата, полученного флотацией с олеатом натрия в содовой среде, в пульпу введено 2 мг/т соляной кислоты, затем 1,5 кг/т силиката натрия. Вторая очистная флотация велась без добавки реагентов. Пенный продукт содержал значительное количество барита и флюорита. В камерном продукте концентрировалось: сервантита и валентинита – 25 %, стибиконита – 15 %, сенармонтита – 5 %, кермезита и антимонита – единичные зерна. Кроме того, в нем содержалось кварца – 25 %, обломков сланцев – 15 %, барита – 5 %, серы – 3 %, флюорита – 2 %, кальцита – 1 %.

Установлено, что оксидные минералы сурьмы хорошо извлекаются флотационным обогащением из хвостов флотации сульфидных форм сурьмы в том случае, когда последняя ведется с использованием БКК, соли свинца и соснового масла. Исследователями предложено при флотации оксидных форм сурьмы использовать комплексно олеиновую кислоту и трансформаторное масло в соотношении 1:2 и 3:2, с использованием жидкого стекла. При расходе смеси олеиновой кислоты и трансформаторного масла (в соотношении 3:2), фабричные хвосты с содержанием сурьмы 0,66 % уменьшены до 0,29 % [42].

В качестве собирателей при окисленной флотации возможно применять также мыло хлопкового соапстока, олеиновую кислоту в смеси с керосином, мыло-нафт с олеатом натрия. Перечистку концентратов следует вести в кислой среде. Извлечение окисленной сурьмы возможно из хвостов сульфидной флотации в содовой среде при $\text{pH} = 9,4$ с использованием коллектора – жидкого мыла.

С целью изучения возможности снижения потерь сурьмы в Гиредмете хвосты сульфидной флотации были подвергнуты обработке серной кислотой с последующей обработкой йодистым калием и мочевиной. Флотацию вели смесью олеиновой кислоты и олеата натрия (0,5 кг/т) при $\text{pH} = 5 \div 5,5$. Содержание сурьмы в хвостах снизилось незначительно.

Применение при флотации в качестве сульфидизатора сероводорода при предварительной обработке пульпы медным купоросом и азотнокислым свинцом положительного эффекта также не дало.

Применение гравитационного способа обогащения (концентрационный стол) с целью извлечения окисленных минералов сурьмы из хвостов сульфидной флотации привело к снижению содержания сурьмы в хвостах с 1,8 до 0,9 %. Полученный при этом промпродукт гравитации требует дальнейшей обработки, так как качество его низкое (5,7 %).

В Белградском горном институте проведены исследования по оценке возможного извлечения оксидов сурьмы из руды месторождения «Брасина» [43]. С целью извлечения оксидов сурьмы методом флотации опыты проводили на относительно чистых минералах: сенармонтите и валентините. Олеиновая кислота не способна флотировать указанные выше минералы без их активации. При активации Fe_2SO_4 (10^{-3} моль/л) сенармонтит при $\text{pH} = 7,5-8$ извлекается олеиновой кислотой на 100 %. CaCl_2 также активировать флотацию сенармонтита. Валентинит при указанных выше условиях извлекается только на 60 %. После активации валентинита $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ (10^{-5} моль/л) при $\text{pH} = 7-9$ сульфат натрия As флотирует минерал полностью.

Успешно флотирует валентинит и сенармонтит в большом интервале $\text{pH} = 3-10$ без предварительной активации минералов *ADOGEN-151* (50-100 мг/л). Но,

несмотря на хорошую флотированность оксидов сурьмы, селективность в разделении их от пустой породы очень низкая.

Для флотации оксидов сурьмы месторождения «Брасина» известно применение производного пирокатехина 1,2-диокси-*n*-бутилбензола [44]. Применение его основано на образовании труднорастворимого осадка Sb^{3+} с алкилпирокатехином. Оптимальная флотация оксидов 1,2-диоксил-бутилбензолом находится в области $pH = 6-7$. 1,2-Диоксида-этилбензол в оптимальной области дает извлечение 60 %. После предварительной сушки руды над силикагелем в течение 24 ч извлечение в оптимальной области $pH = 8-10$ достигает значения 85 %. Такие же результаты могут быть получены при флотации руды, не подвергающейся сушке, при добавлении к собирателю неспецифичного катионоактивного реагента ундециламина.

При исследовании влияния газов и температуры на флотацию минералов окисленной сурьмы установлено, что CO_2 подавляет флотацию в большей степени, чем O_2 .

1.2.2 Флотация оксидных форм сурьмы катионными собирателями

Эффективными собирателями для флотации оксидов сурьмы являются катионные. М.А. Орел, исследуя флотированность смеси окисленных минералов, состоящей в основном из гидроромейта с примесью валентинита и сенармонтита, показал, что при концентрации собирателя АНП-14, равной 8-10 мг/л, извлечение сурьмы достигает 50-53 % [45]. Наилучшая флотированность минералов наблюдается в слабокислой среде. При исследовании роли различных модификаторов на флотированность минералов собирателем АНП-14 установлено, что хлорное железо депрессирует окисленные сурьмяные минералы. При концентрации фтористого натрия (NaF) до 25 мг/л незначительно активизирует, а крахмал при концентрации до 250 мг/л депрессирует оксиды сурьмы. Дальнейшее увеличение концентрации восстанавливает флотированность оксидов [46, 47].

В Средазнипроцветмете проведен ряд работ по исследованию флотации сульфидно-окисленных руд Терексайского и Хайдарканского месторождений. АНП-2 более эффективно флотировал минералы окисленной сурьмы, флотация смеси, состоящей из антимонита и оксидов сурьмы, включала сульфидную флотацию с последующей дофлотацией окисленных минералов. Переход в пену оксидов составлял 1 %. Суммарное извлечение сурьмы составило 70-73 %.

Попытка предварительной флотации кварца из смеси его с оксидами сурьмы при концентрации собирателя АНП-2 0,5 мг/л показала возможность селективного разделения смеси. При этом извлечение сурьмы в концентрат составило 5,6 %, выход – 45 %, содержание сурьмы в концентрате – 4 %. На смеси антимонит и кварц, антимонит и сланцы с применением АНП-2 и ксантогената разделение минералов не было достигнуто.

При подборе условий флотации окисленных минералов сурьмы из ртутно-сурьмяно-флюоритовой руды Хайдарканского месторождения испытаны нефть, смола, смеси ксантогенатов, АНП [48]. Лучшие результаты получены с АНП. При расходе его 600 г/т содержание сурьмы в окисленном концентрате составило 2 % при извлечении 49,8 %. Флотацию проводили в среде, близкой к нейтральной (рН = 7,5), без использования модификаторов. Добавление депрессоров кварца: декстрина, крахмала, жидкого стекла, щавелевой кислоты, карбоксиметилцеллюлозы – введение перечисток грубого концентрата не улучшили качество сурьмяного концентрата.

В Институте химии проводилось изучение флотируемости оксидов сурьмы на примере мономинералов стибиконита, валентинита, кермезита. Исследовали влияние катионных собирателей на флотируемость указанных минералов. Установлено, что амины с короткой углеводородной цепью, а также ненасыщенные амины, малоэффективны при флотации оксидов. Амины с C_{11} и выше являются хорошими собирателями окисленных минералов сурьмы [49].

При флотации оксидов сурьмы испытывали следующие амины: лаурил-амин, додециламингидрохлорид, цетиламин, стеариламин, октадециламин, АНП-14, жирный амин ГДР 5Р и жирный амин ГДР сырой.

Стибиконит хорошо флотируется высшими аминами [50]. При концентрации собирателя 50 мг/л выход минерала составляет 75-90 %. Хуже, чем другими высшими аминами, флотируется стибиконит собирателем АНП-14. При концентрации собирателя 50 мг/л выход стибиконита составляет 52 %, при увеличении концентрации амина вдвое выход минерала повышается только до 73 %.

Из практики работы фабрик, перерабатывающих сурьмы [51], известно, что при флотации ксантогенатом трехвалентные оксиды сурьмы извлекаются значительно лучше, чем оксиды четырех- и пятивалентной сурьмы. При флотации же катионными собирателями трехвалентный оксид сурьмы – валентинит – извлекается хуже, чем высший оксид – стибиконит.

Так, при концентрации лауриламина 50 мг/л выход валентинита составляет 54 %, а при концентрации 100 мг/л – 76 %. Другие высшие амины – цетиламин, а при концентрации 100 мг/л – 76 %. Другие высшие амины – цетиламин, стеариламин, октадециламин также хуже флотируют трехвалентный оксид сурьмы. *n*-Диэтиламинофенилмеркурацетат удовлетворительно флотирует оксиды сурьмы. Выход стибиконита и валентинита при концентрации собирателя 100 мг/л составляет 66-67 %.

Исследование закрепления лауриламина, меченного C^{14} , на поверхности окисленных минералов в зависимости от концентрации собирателя показало, что с увеличением последней сорбция реагентов повышается. С учетом подсчитанной поверхности минералов, которая составляет ($см^2/г$) для стибиконита – 16 650, для валентинита – 3 760 и кермезита – 8 940, на стибиконите при концентрации амина 100 мг/л сорбируется такое количество собирателя, которое может занять на поверхности минерала около 10 % условного монослоя. На валентините и кермезите при той же концентрации реагента количество сорбированного лауриламина равно 30 % условного монослоя.

Для выяснения прочности закрепления лауриламина на оксиде сурьмы стибиконите проводили опыты по отмывке пенного продукта флотации [52]. После четырех отмывок выход стибиконита составлял 8 %. Промывки стибиконита и

валентинита, обработанных лауриламином, меченным C^{14} , снижают количество сорбированного амина с 0,08 до 0,025-0,03 мг/г.

Таким образом, проведенные вышеописанные опыты показывают, что закрепление амина на оксидных минералах сурьмы также носит физический характер.

1.2.3 Модификаторы для флотации оксидных минералов сурьмы

Изучение влияния двухвалентных катионов тяжелых металлов Pb^{2+} , Cd^{2+} , Cu^{2+} на флотируемость оксидов сурьмы аминами показало, что двухвалентный ион меди несколько активизирует поверхность окисленных минералов при концентрации их 5-10 мг/л (таблица 1.1) [53, 54]. В случае стибиконита извлечение повышается с 49 до 67 %. Это связано с незначительным повышением сорбции амина. Дальнейшее повышение концентрации двухвалентной соли в растворе приводит к депрессиям оксидов. Адсорбция амина на них также уменьшается. Вероятно, в объеме раствора амина образуются комплексные соединения последнего с катионами двухвалентных металлов, что ведет к связыванию амина добавляемыми катионами и к ухудшению флотации. Поверхность стибиконита после обработки ее азотнокислым серебром сорбирует значительно больше амина, чем поверхность необработанная. С ростом сорбции лауриламина связано повышение на 18 % выхода стибиконита.

Согласно теории двойного электрического слоя, при вытеснении ионов водорода, находящихся в диффузионном слое, активность неорганических катионов будет в значительной степени определяться их валентностью. Поэтому наибольшее влияние на флотацию минералов катионными собирателями оказывают многовалентные катионы.

Обработка стибиконита $AlCl_3$ и кварца $Fe_2(SO_4)_3$ приводит к понижению сорбции лауриламина на минералах. Понижение сорбции собирателя на кварце и стибиконите, обработанных солями трехвалентных металлов, объясняет депрессию при последующей флотации их лауриламином. Растворы хлористого алюминия представлены ионами Al^{3+} , $Al(OH)_3^{2+}$, $Al(OH)_2^+$ наряду с $Al(OH)_3$ и основными солями.

В области рН = 4-8 преобладает концентрация иона $Al(OH)_2^+$, за счет которого и происходит депрессия минералов. По мере того, как соли трехвалентных металлов при повышении рН превращаются в основные соли и гидроокиси металлов, действие их как подавителей ослабляется.

Таблица 1.1 – Влияние катионов тяжелых металлов на флотирруемость стибиконита лауриламином (40 мг/л) и валентинита АНП (10 мг/л)

Концентрация соли мг/л	Выход, %						
	$Pb(NO_3)_2$		$Cu(NO_3)_2$		$CdCl_2$		$AgNO_3$
	стибиконит	валентинит	стибиконит	валентинит	стибиконит	валентинит	стибиконит
0	49	68	49	50	49	68	54
5	-	62	-	58	-	-	-
10	49	66	67	40	53	60	55
20	-	-	-	40	-	62	60
50	49	52	52	-	44	60	65
75	-	-	-	-	49	-	-
100	44	50	49	34	42	58	72
200	31	-	47	-	48	-	-
300	-	-	34	-	35	-	-

Примечание: - нет данных

Удаление избытка трехвалентных катионов путем декантации уменьшает конкуренцию их с катионами собирателя, повышает количество сорбированного амина на поверхности кварца и стибиконита и снимает их депрессирующее действие при флотации минералов.

Некоторую активацию стибиконита в данном случае можно объяснить удалением налипших на легкошламующихся зернах стибиконита тонких шламов в процессе отмывок. Это подтверждается флотацией стибиконита лауриламином после трех предварительных отмывок его водой – выход стибиконита увеличивается с 47 до 68 %.

Изучалось влияние NaF , Na_2SiF_6 , Na_2SiO_3 , $Na(PO_3)_6$ на сорбцию амина поверхностью минералов. Фтористый натрий повышает сорбцию лауриламина на стибиконите. Повышение сорбции амина после обработки стибиконита NaF может служить одной из причин его активации при флотации.

Жидкое стекло до концентрации 200 мг/л практически не влияет на флотацию стибиконита, дальнейшее увеличение концентрации регулятора приводит к депрессии

минерала, что, по-видимому, объясняется повышением щелочности пульпы и переходом амина в нерастворенное состояние. Это подтверждается увеличением сорбции амина с ростом концентрации соли.

Обработка поверхности стибиконита Na_2SiF_6 незначительно увеличивает сорбцию собирателя с достижением максимума сорбции при концентрации амина 50 мг/л. Зависимость флотации стибиконита в идентичных условиях имеет аналогичный характер.

Увеличение сорбции амина после обработки поверхности стибиконита гексаметафосфатом способствует увеличению выхода минерала при флотации с 55 до 81 %, при концентрации реагента 50 мг/л. Сернистый натрий активирует флотацию трехокиси сурьмы-валентинита при флотации его АНП-14 (таблица 1.2).

При концентрации сульфида натрия 20 мг/л выход валентинита повышается на 24 %. Дальнейший рост концентрации сульфида приводит к депрессии валентинита. При этом рН пульпы повышается и при концентрации Na_2S , равной 100 мг/л, составляет 9,4. На флотацию кермезита сернистый натрий оказывает менее эффективное действие и при повышении концентрации последнего выше 10 мг/л также имеет место депрессия минерала. Сернистый натрий не оказывает какого-либо заметного воздействия на флотацию высшего оксида сурьмы – стибиконита лауриламином.

В случае отмывки растворенного сульфидизатора наблюдается повышение извлечения оксидов сурьмы в пенный продукт до 93 %. При этом отрицательное значение дзета-потенциала повышается. Увеличение концентрации сульфидизатора с 10 до 100 мг/л вызывает рост дзетапотенциала с 6 до 21 мВ, без отмывки сернистого натрия в этих же условиях дзета-потенциал уменьшается с 9 до 2 мВ.

Обработка поверхности кермезита и валентинита сернистым натрием значительно повышает сорбцию лауриламина на них, так как адсорбция ионов S^{2-} провоцирует адсорбцию «+» заряженных ионов и диполей молекул собирателя. Кроме того, внедрение молекул, образующихся в результате повышения рН, между сорбированными на поверхности ионами амина позволяет снизить электрическое отталкивание между ними и увеличить сорбцию.

Низкую флотуемость высших оксидов сурьмы объясняют невозможностью участия в реакциях электронов атомов сурьмы, находящихся в пятивалентном состоянии. В связи с этим в институте «САИГИМС» Е.Л. Попов и сотрудники вели работы в направлении восстановления высших оксидов сурьмы.

Таблица 1.2 – Влияние сернистого натрия на флотацию оксидов сурьмы аминами

Концентрация Na_2S , мг/л	Выход, %			Концентрация Na_2S , мг/л	Выход, %		
	Стибиконит	Валентинит	Кермезит		Стибиконит	Валентинит	Кермезит
0	50	60	58	100	52	40	-
1	42	-	-	200	55	-	-
5	47	66	62	400	52	-	-
10	-	82	64	800	53	-	-
20	49	84	48	1066	50	-	-
50	52	52	46	-	-	-	-

Примечание: «-» нет данных

В качестве восстановителя применяли солянокислый раствор KCl с $\text{pH} = 1,5$. При этом выход смеси окисленных минералов при флотации ее октадециламином увеличивался. Добавление пиридина в обработку минералов KCl несколько повышает выход оксидов, вероятно, за счет образующегося гидрофобного осадка пиридина с сурьмой. Активирующее действие KCl на оксиды сурьмы, возможно, связано: 1 - с частичным растворением поверхности порошка оксидов, очисткой поверхности от окисленной пленки пятивалентной сурьмы и обнажением свежей поверхности с некоторым увеличением роли атомов трехвалентной сурьмы; 2 - с восстановлением поверхностных атомов пятивалентной сурьмы до трехвалентной или металлической.

Флотуемость оксидов сурьмы смесью бутилового ксантогената и АНП-2, а также предварительная обработка пульпы катионами тяжелого металла с последующей отмывкой раствора позволяют повысить выход минералов при более низкой концентрации АНП-2. Гидроксиламин, гидразин, тиосульфат натрия оказывают активирующее влияние на флотацию оксидов сурьмы АНП-2 (80 мг/л); β -нафтохинолин, тионалид улучшают флотацию окисленных минералов сурьмы октадециламином.

В целях интенсификации флотации окисленных минералов сурьмы в Институте химии исследовалось влияние гамма-облучения на флотационные свойства

стибиконита, валентинита, кермезита. Облучение минералов производилось на гамма-установке Co^{60} . Мощность гамма-излучения составляла 376 рентген/с. Образцы облучали при 30 °С и атмосферном давлении $997,5 \cdot 10^2$ Па. Дозу облучения изменяли от 10 до 100 млн. рентген в случае стибиконита и от 5 до 50 млн. рентген в случае валентинита и кермезита (таблица 1.3). Флотационные опыты вели по истечении нескольких дней с момента облучения.

Из табличных данных видно, что облучение кермезита и особенно валентинита незначительно интенсифицирует процесс флотации минералов лауриламином. Что касается стибиконита, то увеличение дозы облучения до 100 тыс. рентген не сказывается на выходе минерала.

При увеличении дозы облучения до 50 млн. рентген процесс флотации активизируется и выход стибиконита повышается с 56 до 90 %. Под влиянием ионизирующего облучения в кристаллической структуре стибиконита возникают дефекты, энергетическое состояние поверхности меняется, о чем свидетельствует изменение спектров ЭПР облученных образцов.

Таблица 1.3 – Влияние гамма-облучения на флотационную активность оксидов сурьмы

Доза облучения, тыс. рентген	Выход, %			Доза облучения, тыс. рентген	Выход, %		
	Стибиконит	Валентинит	Кермезит		Стибиконит	Валентинит	Кермезит
0	56	60	56	2000	71	-	-
10	62	-	-	5000	70,7	63,2	75,5
20	59	-	-	10000	74,7	60,4	75
50	62	-	-	20000	72	63,2	71,4
100	57	-	-	50000	90	70,8	-
1000	67	-	-	100000	88	-	-

Примечание: «-» нет данных

1.2.4 Физико-механические свойства руды

Физические свойства продукта, поступающего на обогащение (концентраты рентгенометрической сепарации (далее РРС) и тяжелосредной сепарации

(далее ТСС) плюс класс минус 2 мм исходной руды), определены при проведении полупромышленных испытаний в ОАО «Иргиредмет»:

- плотность – 2,7 г/см³;
- объемный вес – 1,84 г/см³;
- пористость – 32,6 %.

Крепость руды определялась на образцах руды, отобранных из концентрата РРС по ГОСТ 21153.1 с переходом на коэффициент крепости по шкале М.М. Протодьяконова. Коэффициент крепости составил 8 (руды средней крепости).

1.2.5 Лабораторные исследования по разработке технологии в НИИ ОАО «ЗабГОК»

Исследования по разработке технологии извлечения сурьмы из руды Западного участка месторождения «Жипхоша» проведены в 2006 г. научно-исследовательской лабораторией ОАО «Забайкальский горно-обогатительный комбината» [55].

Поступившая на исследования проба руды содержала следующие полезные компоненты: сурьмы – 3,3 %, золота – 0,2 г/т, серебра – 0,8 г/т. На основании анализа, полученных результатов исследований, при сравнении разных технологий обогащения, рекомендована комбинированная гравитационно-флотационная схема обогащения, предусматривающая переделы, указанные на рисунке 1.2.

Обогащение руды по рекомендуемой схеме позволило получить сурьмяный концентрат марки КСУФ-3, с содержанием 34,03 % сурьмы, при содержании в хвостах обогащения на уровне 1 %. Относительно высокие потери сурьмы с хвостами флотации обусловлены присутствием окисленных минералов сурьмы в исходной руде. Флотационное обогащение хвостов гравитационного обогащения крупностью 70 % класса минус 0,074 мм рекомендовано проводить с использованием реагентов активатора Pb (NO₃)₂, собирателя БКК, вспенивателя Т-80.

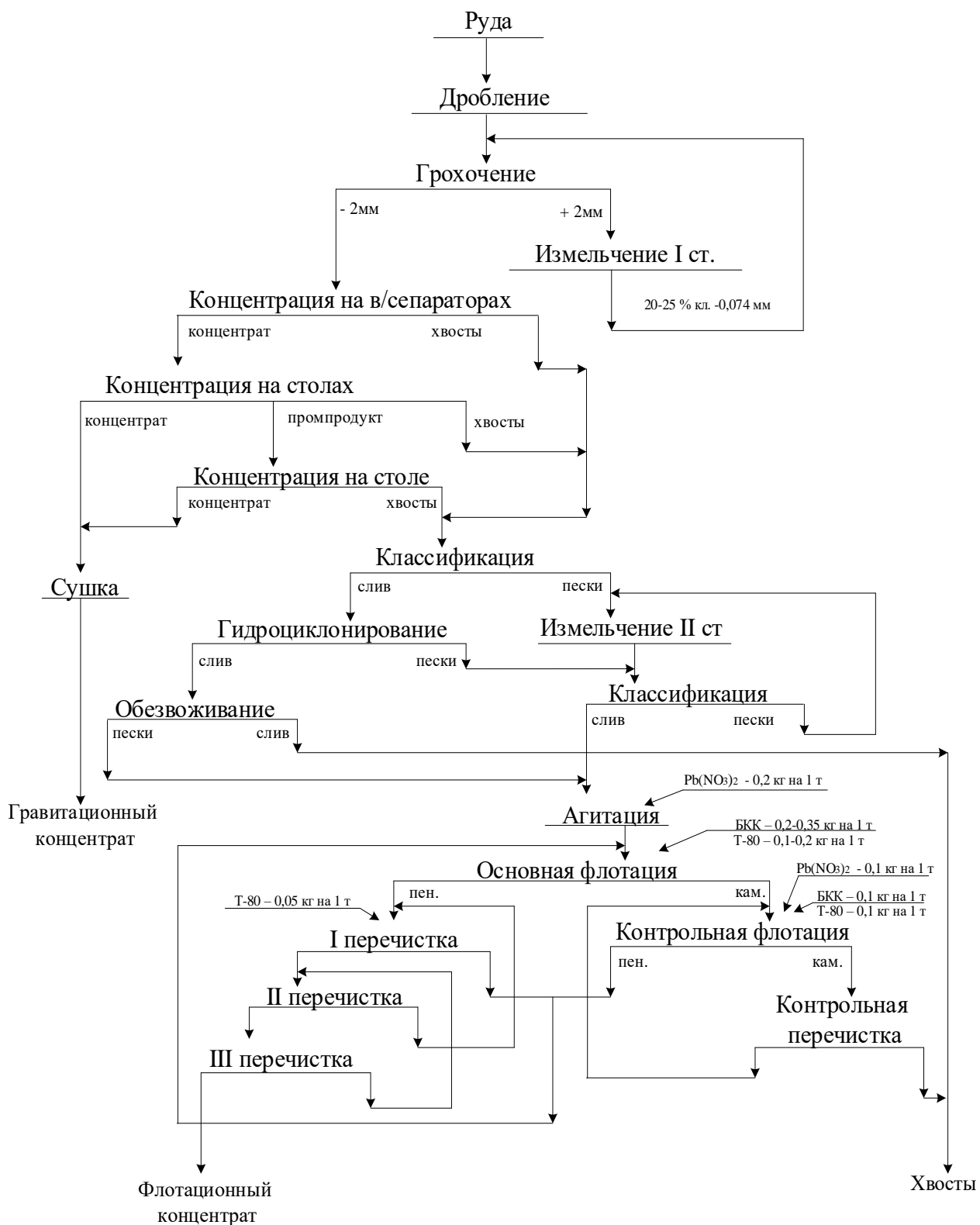


Рисунок 1.2 – Принципиальная схема обогащения руды месторождения «Жипхоша», рекомендованная НИЛ ОАО «ЗабГео» к проверке в полупромышленных условиях

1.2.6 Исследования по извлечению сурьмы по флотационной и гравитационно-флотационной технологиям в ОАО «Иргиредмет»

На основании выполненных исследований и полупромышленных испытаний в ОАО «Иргиредмет», рекомендуют технологию переработки бедной сурьмяной руды, предусматривающую предконцентрацию ценного компонента – сурьмы с использованием РРС и ТСС, которые позволяют сократить объем переработки руды в четыре раза, при извлечении 94,4 % [56-59].

По гравитационно-флотационной схеме рекомендуется вести переработку концентратов РРС и ТСС, а также несортируемого класса минус 2 плюс 0 мм исходной руды.

Расчет технологической схемы переработки руды месторождения «Жипхоша» и подбор оборудования выполнен для обогатительной фабрики производительностью 500 тыс. т/год (1630 т/сутки).

Расчет качественно-количественной схемы обогащения выполнен при заданном содержании сурьмы в исходной руде 2,0 %.

Качественно-количественная схема представлена на рисунке 1.3. В таблице 1.4 приведен баланс металла.

Таблица 1.4 – Баланс металла в продуктах обогащения

Наименование продуктов	Выход, %	Содержание сурьмы, %	Извлечение сурьмы, %
Гравитационный концентрат	1,44	35,90	24,4
Флотационный концентрат	2,06	52,50	54,1
Флотационные хвосты	22,40	1,42	15,9
Хвосты радиомет. сепарации	60,0	0,10	3,0
Хвосты тяжелоср. сепарации	14,1	0,37	2,6
Общие технологические хвосты (хвосты ТСС + хвосты РРС + хвосты флотации)	96,5	0,45	21,5
Исходная руда	100,0	2,00	100,0

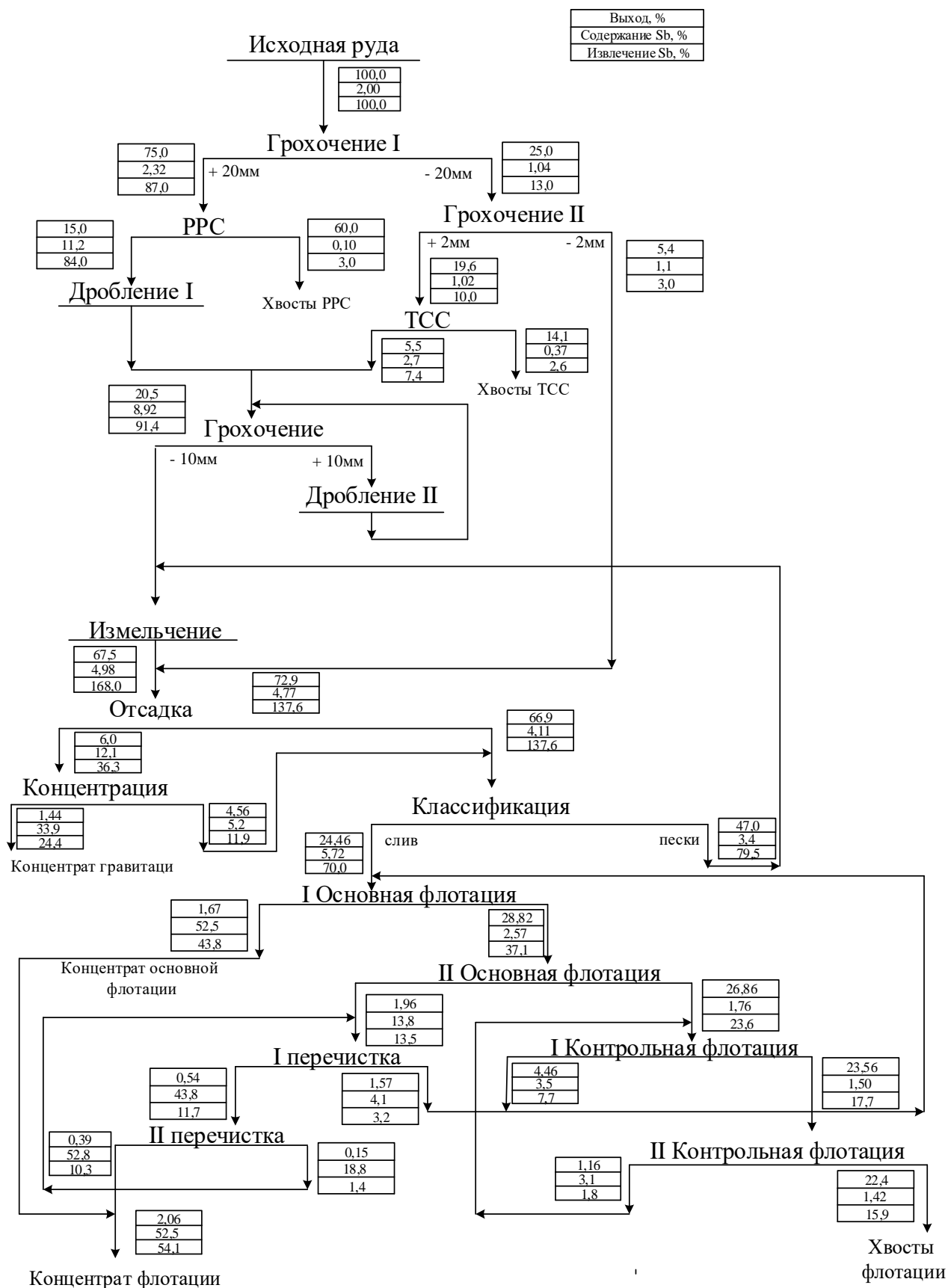


Рисунок 1.3 – Качественно-количественная схема переработки руды месторождения «Жипхоша»

Выводы по главе 1

На основании проведенного анализа современного состояния сурьмяной перерабатывающей отрасли сделаны следующие выводы:

1. Для обогащения сурьмяных руд в современной мировой практике в основном используются традиционные методы гравитационного и флотационного обогащения.

2. Гравитационными и флотационными методами хорошо извлекаются сульфидные формы сурьмы, а оксидные формы сурьмы трудно поддаются обогащению.

3. Основным способом обогащения оксидных форм сурьмы является флотация.

4. В качестве основных реагентов-собирателей оксидной сурьмы применяют жирнокислотные собиратели катионного типа, углеводороды, нефтяные масла и сланцевую смолу.

5. Флотация оксидных минералов сурьмы более качественно проходит в щелочной среде, при pH более 10.

6. Рентабельность разработанных методов флотации оксидных форм сурьмы очень низкая, а зачастую минусовая, так как складывается из нескольких факторов, таких как незначительный выход металла, при сохранении качества концентрата не менее 30 %; низкая цена на такой концентрат, при значительных затратах на обогащение; труднодоступность (малоразвитая инфраструктура, удаленность областных центров) до месторождения, что влияет на затраты при перевозке как материалов до места, так и самого концентрата до Заказчика;

7. В России на реализацию принимают концентрат только богатых марок, с содержанием сурьмы более 50 %, а концентраты низших марок реализуются в Китае.

Технологическая схема переработки руды Западного участка месторождения «Жипхоша» включает предварительное обогащение методами ТСС, РРС, гравитационное и флотационное обогащение концентратов ТСС и РРС. Качество концентрата относится к марке КСУФ-2, содержание Sb 40-50 %;

Основным недостатком ранее разработанной технологии для обогащения сурьмяной руды месторождения «Жипхоша» является высокие потери Sb с хвостами флотации. Это связано с присутствием оксидной формы сурьмы, которая находится в тонкодисперсном состоянии в виде линз и пленок. Для уменьшения потерь, необходимо применение новых реагентов-собирателей для флотации оксидных форм сурьмы.

Задачи исследования

1. Проведение комплексной оценки химического состава нового флотационного реагента-собирателя оксидных форм сурьмы (KC_{Sb}).
2. Определение физико-химических особенностей взаимодействия реагента-собирателя KC_{Sb} с поверхностью оксидов сурьмы.
3. Теоретическое обоснование и экспериментальное подтверждение эффективности разработанного реагентного режима для флотации оксидных форм сурьмы, с использованием KC_{Sb} .
4. Проведение оценки качества получаемого товарного концентрата на основе лабораторных исследований и полупромышленных испытаний.
5. Обоснование сравнительной оценки экономической эффективности использования KC_{Sb} для флотации оксидных форм сурьмы.
6. Выдача рекомендации применения реагента-собирателя KC_{Sb} для разработки технологического реагента переработки сурьмяных руд месторождения «Жипхоша».

ГЛАВА 2. ИЗУЧЕНИЕ ОБЪЕКТА ИССЛЕДОВАНИЙ

2.1 Месторождение «Жипхоша»

Жипхошинское месторождение сурьмы находится на границе Могойтуйского и Шилкинского районов Забайкальского края в шести км к северо-западу от автомобильной трассы Агинское – Первомайск. Ближайшими населенными пунктами являются районный центр Хара-Шибирь (14 км к юго-западу) и ближайшая железнодорожная станция Могойтуй (55 км к юго-западу). Месторождение расположено на южных отрогах Могойтуйского хребта (Агинский массив Центрального Забайкалья). Оно состоит из двух участков: Западного (на территории Могойского района) и Восточного (на территории Шилкинского района) в 800 метрах друг от друга, разделённых падью Лево́й Жипхоши. Месторождение выявлено в 1955 г. Усть – Ононской партией Читинского геологического управления. Сурьмяное месторождение «Жипхоша» представляет собой жильное и жильно-прожилково-вкрапленное кварц-антимонитовое оруденение. Минеральный состав кварц-антимонитовой жилы простой, монометалльный. Основной рудный минерал – антимонит, составляет 60-80 % объёма жилы.

При изучении вещественного состава проб руды установлено, что кварц-антимонитовая жила содержит от 15,8 до 51,1 % сурьмы. Это позволяет относить её к разряду штуфных руд. Прожилково-вкрапленное оруденение содержит от 33 до 8.3 % сурьмы и представляет собой серию ветвящихся кварц – антимонитовых прожилков мощностью до 3 см. Оруденение не имеет четких границ по простиранию.

В настоящее время месторождение «Жипхоша» изучено комплексом геологических, геофизических и технических методов, отвечающих требованию существующих инструкций и рекомендаций. Исходя из горнотехнических и горно-геологических условий, принят карьерный способ отработки месторождения.

2.2 Краткий обзор выполненных ранее исследований

2.2.1 Вещественный состав руды Западного участка месторождения «Жипхоша»

Вещественный состав исходной руды Жипхошинского месторождения представлен по результатам технологических исследований в научно-исследовательской лаборатории ОАО «ЗабГОК» на средней пробе прожилково-вкрапленной руды Западного участка, массой 6 тонн, исследованной в ОАО «Иргиредмет» в 2008 году технологической пробы ТП-10 Западного участка (обогащенного продукта рентгенорадиометрической сепарации и класса минус 20 мм – отсев от исходной руды, предоставленный ООО «Радос» г. Красноярск) [60-62].

В составе изученных проб присутствуют в основном кварцевые метасоматиты и жильный кварц, в различной степени затронутые гипергенными процессами. Цвет пород неравномерный за счет развития ржаво-бурых пленок, корок и охристых покрытий гидроксидов железа. Поверхности обломков покрыты пилитовой пылью за счет процессов аргиллизации. В кварцевых метасоматитах присутствуют прожилковые, линзовидные и гнездовые выделения игольчатого антимонита, наблюдаемые под бинокулярным микроскопом. Размер зерен сульфида сурьмы варьируется от 5 до 0,05 мм. Жильный кварц так же лимонитизирован и пропитан с различной степенью интенсивности гидроксидами железа: от заполнения тонких трещин до полного ожелезнения обломков. В некоторых обломках наблюдаются прожилки антимонита, мощность которых достигает 1 см.

Установлено, что метасоматическим изменениям подвергались эффузивные породы. Основными минералами, входящими в состав метасоматитов, являются кварц и гидрослюда. Отдельные обломки пород пропитаны гидроксидами железа. Текстура пород массивная, структура неравномерно зернистая до скрытокристаллической. Химический и минеральный состав изученных проб приводится в таблицах 2.1 и 2.2. Результаты, представленные в таблице 2.1, свидетельствуют об

идентичности химического состава исходной руды Западного и Восточного участков месторождения.

Следует отметить, что в пробе большая часть железа находится в оксидной форме, а сера, практически вся, присутствует в сульфидной форме. Доля окисленной сурьмы составляет 18 и 23 % от общей массы элемента. В пробах руды фиксируется присутствие мышьяка 0,12; 0,32 и 0,15 %. Массовые доли других цветных металлов не превышают сотых и тысячных единиц процента.

Таблица 2.1 – Химический состав руды месторождения «Жипхоша» (Западного участка)

Компоненты	ОАО «ЗабГОК»	АО «Иргиредмет»	
	Западный участок		
	Исходная руда	Концентрат РРС	Отсев минус 20мм
	Массовая доля, %		
SiO ₂	69,91	66,02	69,63
Al ₂ O ₃	12,47	6,61	13,5
MgO	0,32	0,83	0,93
TiO ₂	-	0,15	0,33
CaO	1,33	0,78	1,4
Na ₂ O	1,98	0,54	2,7
MnO	-	0,069	0,07
K ₂ O	-	2,75	4,8
Fe общ.	-	1,85	2,10
Fe окисл.	3,24	1,60	1,90
Fe сульф.	-	0,25	0,20
S общ.	0,77	4,66	0,8
S сульфид.	-	4,46	0,7
As	0,12	0,32	0,15
Sb общ.	3,5	12,9	1,34
Sb оксид.	-	2,4	0,31
Sb сульфид.	-	10,5	1,03
Zn	0,054	0,01	0,004
Cu	0,0014	0,005	0,010
Pb	<0,1	0,008	0,026
C орг.	-	0,05	0,05
CO ₂ кар	-	0,30	0,30
Au, г/т	0,2	0,44	0,315
Ag, г/т	0,8	2,37	1,23

Примечание: «-» – нет данных

Степень окисления исходной пробы руды по железу находится в пределах 96 %, что позволяет отнести её к окисленному типу руды, а концентрат РРС и отсев минус 20 мм составляет 80 и 85 %, таким образом, пробы классифицируют смешанный тип руды.

Промышленное значение в руде имеет только сурьма, золото и серебро могут извлекаться попутно, так как их содержание ничтожно мало.

Таблица 2.2 – Минеральный состав исходной руды и продуктов РРС

Минералы, группы минералов	ОАО «ЗабГОК»	АО «Иргиредмет»	
	Западный участок		
	Исходная руда	Концентрат РРС	Отсев минус 20мм
	Массовая доля, %		
Породообразующие:			
Кварц	73,5	58,0	42,0
Глинисто-сланцевые	21,9	13,5	23,1
Полевые шпаты (плагиоклаз, ортоклаз)		6,0	25,5
Карбонаты		0,6	4,0
Ярозит		1,3	н/о
Скородит		н/о	н/о
Гидроксиды и сульфаты железа		1,0	2,2
Оксидные минералы сурьмы		4,0	0,4
Магнетит		-	0,2
Сульфиды, в т.ч.:	4,6	15,4	2,1
Антимонит	4,6	14,7	1,4
Арсенопирит	-	0,7	0,3
Пирит	-	-	0,4
Акцессорные минералы		-	-
Всего	100,0	100,00	100,0

Как видно из таблицы 2.2, перечень минералов в руде Западного участка Жипхошинского месторождения невелик. Руда на 85-95 % состоит из породообразующих минералов, основными из которых являются кварц, полевые шпаты и глинисто – гидросланцевые образования.

Рудные минералы представлены сульфидами, оксидными минералами сурьмы и гидроксидами железа, присутствует скородит, а в обогащенном продукте

PPC – ярозит. Общее количество сульфидов в пробах составляет 4,6; 15,4 и 2,1 %, соответственно, исходная руда Западного участка, концентрат PPC и отсев Западного участка, из них 100; 95 и 67 % приходится на антимонит. Установлено, что рудная минерализация имеет массивную, вкрапленную и прожилково-вкрапленную текстуру.

Антимонит является преобладающим сульфидным минералом руды, с которым связана основная масса сурьмы. В исходной руде количество антимонита 1-5 %. При проведении рентгенорадиометрической сепарации его доля в обогащенном продукте возрастает в 3-3,5 раза по сравнению с исходной рудой. В основной массе дробленной руды наблюдаются шестоватые зерна с чистой поверхностью, реже встречаются зерна, затронутые вторичными процессами. В полированных шлифах минерал сурьмы фиксируется главным образом в виде удлинённых разномерных кристаллов, подвергшихся деформации. В скрещенных николях видна структура давления (двойники давления). Размер выделений сульфида сурьмы колеблется от первых миллиметров до долей миллиметра. В отдельных зернах в ассоциации с антимонитом фиксируются оксидные минералы сурьмы, которые замещают первичный минерал с образованием реликтовых микроструктур, а также наблюдаются в виде корочек по антимониту. По данным рентгеноструктурного анализа оксидные минералы сурьмы представлены ромеитом (Ca, Na, Mn) Sb_2O_6 (F, OH, O) и стибиконитом (Sb_3O_6 [OH]).

Арсенопирит присутствует в виде неправильных зерен, кристаллов укороченной дипирамидальной формы и их сростаний так же, как в виде самостоятельных выделений, так и в сростаниях с антимонитом. Цвет их оловянно – белый, поверхности свежие, чистые.

Пирит регистрируется в единичных, мелких и тонких аллотриоморфных зернах, в массе пород находится в виде нечетко выраженных прожилковых выделений и вкрапленности. Наблюдается сростание пирита с антимонитом.

Выводы по главе 2

Месторождение «Жипхоша» по своим запасам сурьмы относится к стратегическим объектам и одним из крупнейших в России, находится в Забайкальском крае. Для исследований выбран Западный участок месторождения и изучен его вещественный состав.

Руда Западного участка месторождения «Жипхоша» представляет собой жильное и жильно-прожилково-вкрапленное кварц-антимонитовое оруденение.

Основным полезным компонентом в руде является сурьма с содержанием 2,0 %, попутно извлекаемыми элементами, являются золото и серебро, содержания благородных металлов 0,2 и 0,8 г/т соответственно.

Содержание сульфидной формы сурьмы порядка 1,76 % – антимонит, оксидной формы (стибиконит, ремеит) – 0,45 %.

ГЛАВА 3. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ КОМПОНЕНТНОГО СОСТАВА ЖИРНОКИСЛОТНЫХ ПРОДУКТОВ

3.1 Физико-химические методы, применяемые для изучения химического состава компонентов реагента

Для исследования качественного и количественного состава органических смесей проводят комплексный анализ соединений с использованием современных физико-химических методов, среди которых основными являются:

1) спектроскопия ядерного магнитного резонанса (ЯМР) – резонансное поглощение электромагнитных волн атомными ядрами, происходящее при изменении ориентации векторов их собственных моментов количества движения (спинов);

2) инфракрасная спектроскопия (ИК) – это измерение взаимодействия инфракрасного излучения с веществом путем поглощения, испускания или отражения. Метод ИК используется для изучения и идентификации химических веществ или функциональных групп в твердых, жидких или газообразных формах;

3) хромато-масс спектрометрия – аналитический метод, основанный на сочетании возможностей хроматографа и масс-спектрометра, используемый для количественного и качественного определения отдельных компонентов в сложных смесях.

Спектры ЯМР, записанные на резонансных частотах водорода (^1H), углерода (^{13}C) и других магнитных изотопов позволяют определить количество магнитно-неэквивалентных атомов и их химическое окружение. Важная особенность метода – возможность количественного анализа спектров по интегральной интенсивности сигнала ЯМР [63]. Высокое разрешение спектров позволяет изучать сложные смеси без предварительной обработки образцов. Наличие банков данных спектров ЯМР значительно облегчает идентификацию исследуемых соединений.

Инфракрасная спектроскопия, или колебательные спектры, могут качественно и своевременно определить функциональные группы с кратными связями или двойными и тройными углерод-углеродными связями ароматических и гетероароматических структур [64-66]. Следует отметить, что при этом соединения алкильных и циклоалкильных групп не представляется возможным расшифровать с помощью ИК.

В этом случае используют масс-спектры, позволяющие определить брутто-формулу соединения и установить состав исследуемого соединения. Наличие хроматограммы позволяет определить процентное содержание веществ, входящих в состав смеси [67]. Для исследования компонентов, вошедших в состав собирателя окисленных форм сурьмы KC_{Sb} , использованы методы, позволившие установить точный состав жирнокислотных продуктов и их соотношение.

Для записи спектра ЯМР 1H приготовлен 5 % раствор соапстока в дейтерированной воде (D_2O).

Методика получения свободных кислот для записи масс-спектров: сухую истертую навеску соапстока в количестве 34 г разбавили в 0,20 л воды. Водородный показатель полученной смеси составил 8,5. Далее при интенсивном перемешивании этой смеси в течение 20 часов, при комнатной температуре добавили 40 грамм концентрированной соляной кислоты (HCl). Перемешав свободные кислоты, их фильтровали и промывали холодной водой до $pH = 6,5$, далее отфильтрованные кислоты сушили в вакууме при 38-42 °C до сухого состояния, при котором вес не меняется. По данным дальнейших исследований с помощью элементного анализа выявили, что полученный продукт не содержит натрия и хлора. Масс-спектры насыщенного раствора продукта в хлороформе зарегистрировали на хромато-масс спектрометре Shimazu QP5050A. ИК спектры регистрировали на спектрометре Specord 75 IR.

3.1.1 Изучение химического состава хлопкового мыла

По данным элементного анализа твердый образец хлопкового мыла (коммерческий продукт «Даллес») состоит на 69,3 % из углерода, на 12,9 % из водорода, на 8,1 % из натрия, на кислород приходится 9,7 %.

Анализ спектра (рисунок 3.1) позволяет выделить характерные области резонансных сигналов протонов различных функциональных групп [68-71].

Подобный элементный состав хорошо соответствует натриевым солям жирных кислот. Например, вычисленный элементный состав стеарата натрия состоит из, %: 1 – Углерод 70,78; 2 – Водород 11,22; 3 – Натрий 7,53; 4 – Кислород 10,48.

В слабopольной части спектра (5.2-5.4 м.д.) резонируют сигналы протонов при двойной связи. Вклад в эту область спектра дают протоны ненасыщенных жирных кислот – олеиновой и линолевой. Мультиплет в области 2.6 м.д. характерен для CH_2 -групп, расположенных между двумя олефиновыми фрагментами линолевой кислоты. Группы $-\text{CH}_2-\text{COO}$, т.е. находящиеся в α -положении к карбоксильному фрагменту, проявляются в виде мультиплета в области 2.1 м.д. Метиленовые группы, находящиеся при метиновых с двойной связью $-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2-$ дают вклад в сигнал с химическим сдвигом 1.9 м.д. Метиленовые группы углеводородной цепи $(-\text{CH}_2-)_n$ (1.0 – 1.3 м.д.) дают максимальный вклад в интегральную интенсивность спектра. Концевые метильные группы $-\text{CH}_3$ проявляются отдельным сигналом (0.9-0.6 м.д.) и, для удобства анализа спектра, их интегральная интенсивность нормирована на 3 единицы. Интенсивный сигнал с химическим сдвигом 4.7 м.д. принадлежит остаточным сигналам растворителя (H_2O , HDO).

Сопоставление интегральной интенсивности соответствующих сигналов с количеством протонов, ответственных за их проявление, позволяет по данным спектра ЯМР ^1H определить относительное содержание полиненасыщенных, мононенасыщенных и насыщенных жирных кислот в составе мыла в количестве 30 %, 20 % и 50 % соответственно.

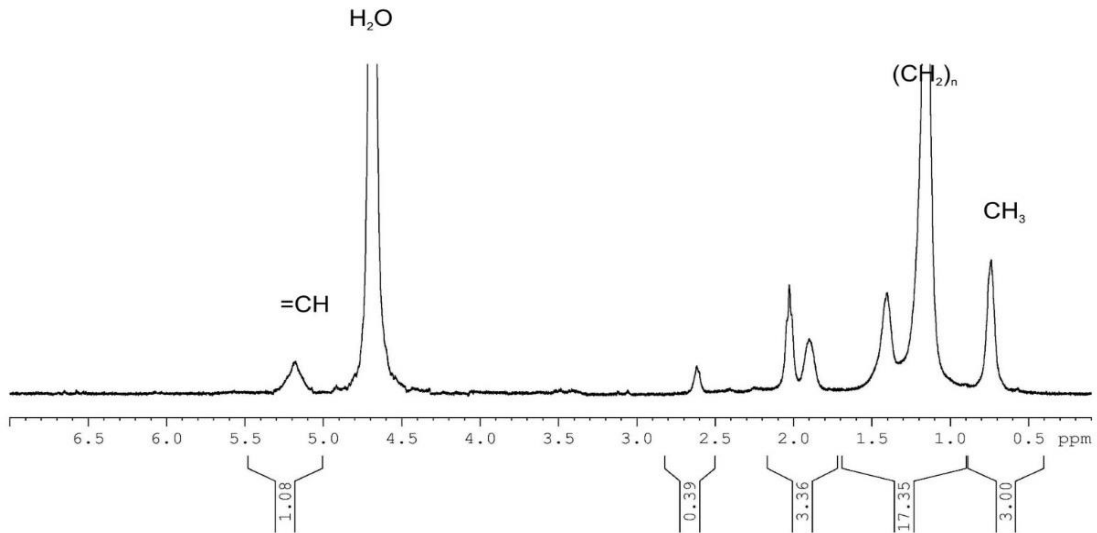


Рисунок 3.1 – Спектр ЯМР ^1H хлопкового соапстока «Даллес» в D_2O

Следует отметить ограниченную растворимость продукта в воде, что сказалось на качестве полученного спектра ЯМР ^{13}C . Кроме этого замечено, что в процессе записи спектра (20 часов) исходная концентрация раствора заметно уменьшилась за счет концентрации части продуктов в верхнем слое раствора, который не захватывается катушкой ЯМР детектора.

Повторно записанный спектр ЯМР ^1H (рисунок 3.2) свидетельствует об изменении концентрации раствора, причем интенсивность сигналов от ненасыщенных кислот в нем уменьшается, что может являться следствием их лучшего мицеллообразования по сравнению с насыщенными жирными кислотами.

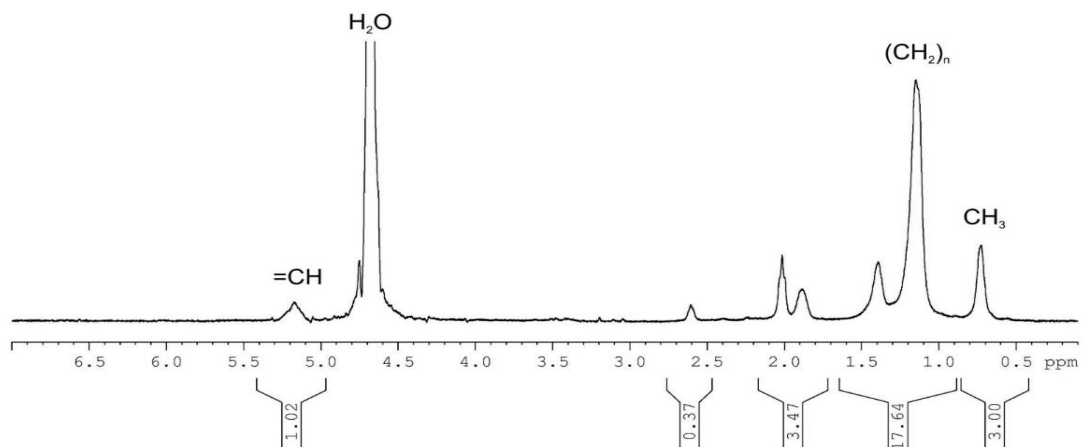


Рисунок 3.2 – Спектр ЯМР ^1H хлопкового соапстока «Даллес» в D_2O , записанный через 20 часов после записи первого спектра (рисунок 3.1)

Несмотря на вышеуказанные трудности получения спектра ЯМР ^{13}C , он достаточно информативен и позволяет выделить резонансные области карбонильных групп (183-180 м.д.), олефиновых фрагментов (131-127 м.д.), $\alpha\text{-CH}_2$ -групп (39-37 м.д.), CH_2 -групп (32-22 м.д.) и сигналы концевых метильных атомов углерода 14.50 и 13.87 м.д.

Установлено наличие в смеси солей пальмитиновой ($\text{C}_{16}\text{H}_{32}\text{O}_2$), олеиновой ($\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2$) и линолевой ($\text{C}_{18}\text{H}_{32}\text{O}_2$) кислот как основных компонентов смеси, с привлечением данных из электронной базы ЯМР спектров (SDBS) www.aist.go.jp.

Значительное перекрытие сигналов в области 30-25 м.д. свидетельствует о том, что разновидность насыщенных фрагментов и их изомерия в изучаемом образце представлена широко. Низкая интенсивность карбонильного сигнала говорит о наличии предельных углеводородов в исследуемом компоненте.

Спектр ЯМР ^{13}C хлопкового мыла в D_2O представлен на рисунке 3.3.

В колебательном спектре компонента «Даллес» видна достаточно широкая полоса поглощения 1700 см^{-1} . Эта полоса подтверждает свое отношение к группе карбоновых кислот и наличие углерод-углеродной связи. Рисунок 3.4 подтверждает наличие углеводородной связи в смеси ненасыщенных компонентов (полоса спектра 3105 см^{-1}).

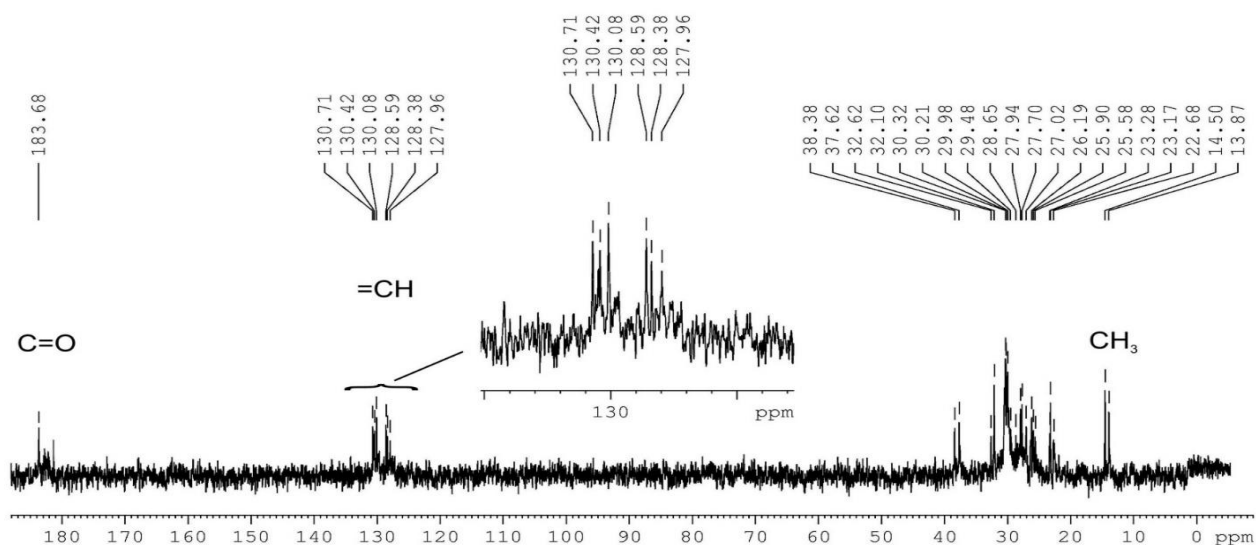


Рисунок 3.3 – Спектр ЯМР ^{13}C хлопкового мыла в D_2O

Наиболее информативным в определении качественного состава компонентов продукта выступил метод хромато-масс спектрометрии. Для этой цели натриевые соли переведены в свободные кислоты и после этого исследовался состав и масс-спектр насыщенного раствора продукта в хлороформе.

Хроматограмма показала наличие в нем семи основных компонентов, для которых найдены соответствия с эталонными масс-спектрами.

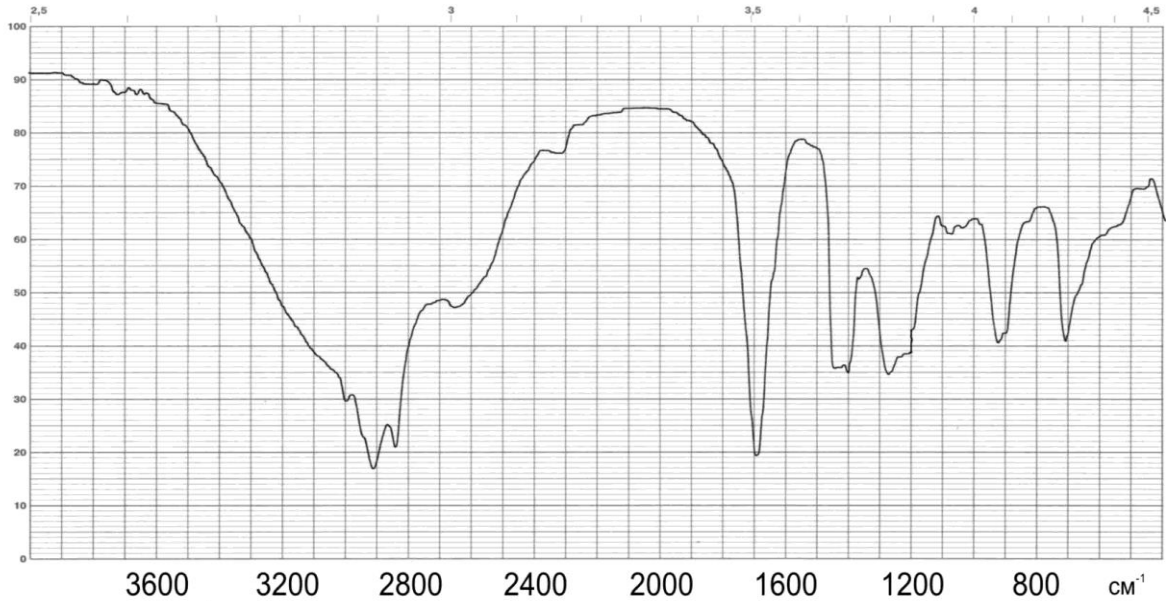


Рисунок 3.4 – ИК спектр хлопкового соапстока

Состав «Деллес»: пальмитиновая кислота – 40,2 %; линолевая кислота – 29,2 %; олеиновая кислота ($C_{18}H_{34}O_2$) – 15,5 %; эйкозан ($C_{20}H_{42}$) – 4,8 %; геникозан ($C_{21}H_{44}$) – 4,4 %; докозан ($C_{22}H_{46}$) – 2,6 %; трикозан ($C_{23}H_{48}$) – 2,5 %.

Наличие значительной доли (14 %) предельных углеводородов (парафинов), не несущих кислотного фрагмента, является недостатком продукта «Даллес», так как они не принимают участия в процессе флотации (контактирования). Так как парафины нерастворимы в воде, вероятнее всего, именно эта часть продукта образует взвесь на поверхности раствора при длительном хранении образца.

3.1.2 Изучение химического состава «БТ-1С»

При проведении элементного анализа исходного материала компонента «БТ-1С» определено, что он содержит порядка 40 % H_2O , после сушки в оставшейся массе определены содержания следующих элементов: 1) углерода 70,7 %; 2) водорода – 12,1 %; 3) натрия – 6,5 %, 4) кислорода – 10,3 %. По элементному составу исходного материала компонента «БТ-1С» сделан вывод, что он представляет собой водную пасту натриевых солей карбоновых кислот.

Анализ спектра ЯМР ^1H реагента в D_2O позволил определить интегральные соотношения характерных сигналов для различных типов кислот (рисунок 3.5).

Как и в случае с ранее описанным спектром ЯМР ^1H хлопкового мыла, можно выделить диапазоны неперекрывающихся сигналов CH_2 -групп в области 2.6 м.д. линолевой кислоты и резонансы протонов при двойной связи (5.3-5.1 м.д.). Основное отличие приведенного спектра ЯМР ^1H от спектра продукта Даллес состоит в распределении интегральных интенсивностей. В случае БТ-1С, при нормировке сигнала концевых метильных групп на 3 единицы, площадь сигнала олефиновых протонов значительно выше – 2.8 (для Даллеса она составляет 1.08, рисунок 3.1). По данным расчета процентное содержание полиненасыщенных, мононенасыщенных и насыщенных жирных кислот в составе БТ-1С составляет 50 %, 40 % и 10 %, соответственно.

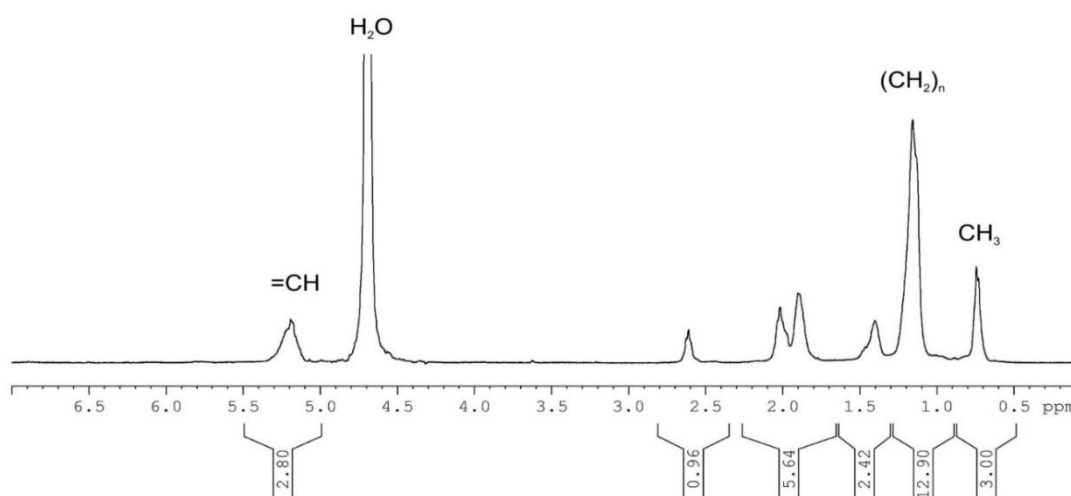


Рисунок 3.5 – Спектр ЯМР ^1H реагента БТ-1С в D_2O

В спектре ЯМР ^{13}C реагента БТ-1С (рисунок 3.6) обнаруживаются сигналы атомов углерода при двойной связи (131-128 м.д.), сигналы карбонильных групп 183.6 м.д., метиновых групп (38-23 м.д.) и метильных (14.49 м.д.). Вследствие похожего структурного строения олеиновой и линолевой кислоты, сигналы метильных групп совпадают, а карбоксильный углерод проявляется в виде двух близких сигналов, разрешаемых при специальной обработке спектра.

Область сигналов атомов углерода при двойной связи содержит хорошо разрешенные сигналы, химические сдвиги которых согласуются с данными ЯМР ^{13}C для указанных выше жирных кислот (SDBS) www.aist.go.jp.

ИК спектр реагента БТ-1С из-за присутствия большого объема воды не представлялось возможности запечатлеть с нормальным разрешением.

Для проведения масс-спектрометрического исследования натриевые соли реагента переведены в свободные кислоты. Хроматограмма БТ-1С показывает наличие в нем 5 компонентов (рисунок 3.7). Масс-спектр каждого из этих компонентов соотнесен с базой спектров эталонных соединений. По результатам анализа в состав продукта входят: линолевая кислота (45,1 % - пик 2, рисунок 3.7); олеиновая кислота (36,3 % - пик 3, рисунок 3.7); пальмитиновая кислота (11,6 % - пик 1, рисунок 3.7); стеариновая кислота (3,0 % - пик 4, рисунок 3.7); линоленовая кислота (2,5 % - пик 5, рисунок 3.7).

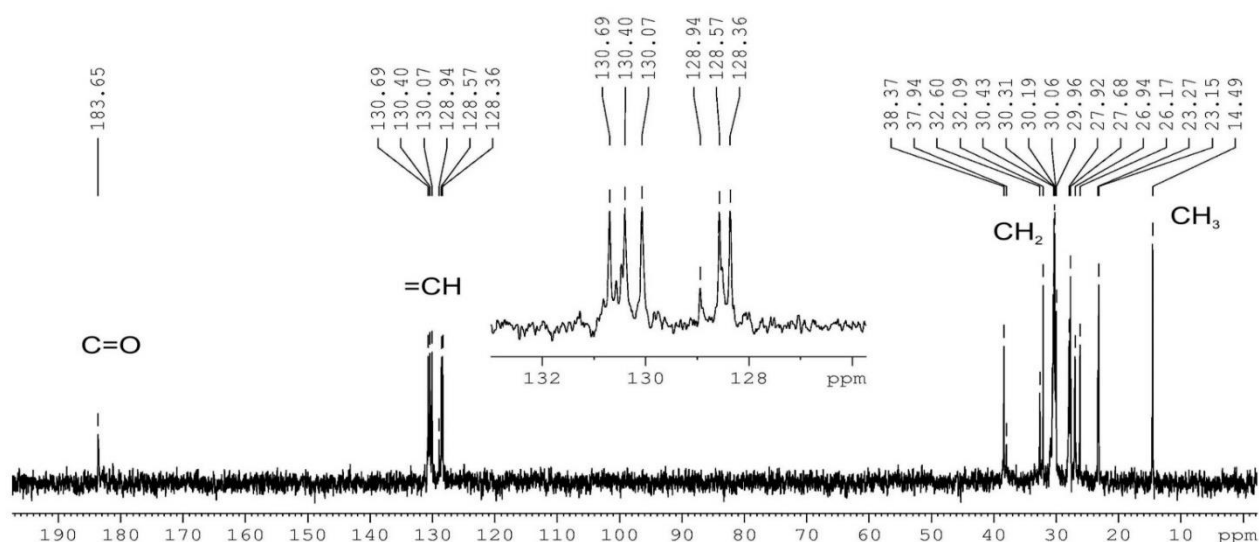


Рисунок 3.6 – Спектр ЯМР ^{13}C реагента БТ-1С в D_2O .

Проведенное комплексное исследование реагента БТ-1С показало, что в его составе присутствуют в основном соли ненасыщенных жирных кислот, при этом линолевая и линоленовая кислота составляет 1/2 часть реагента.

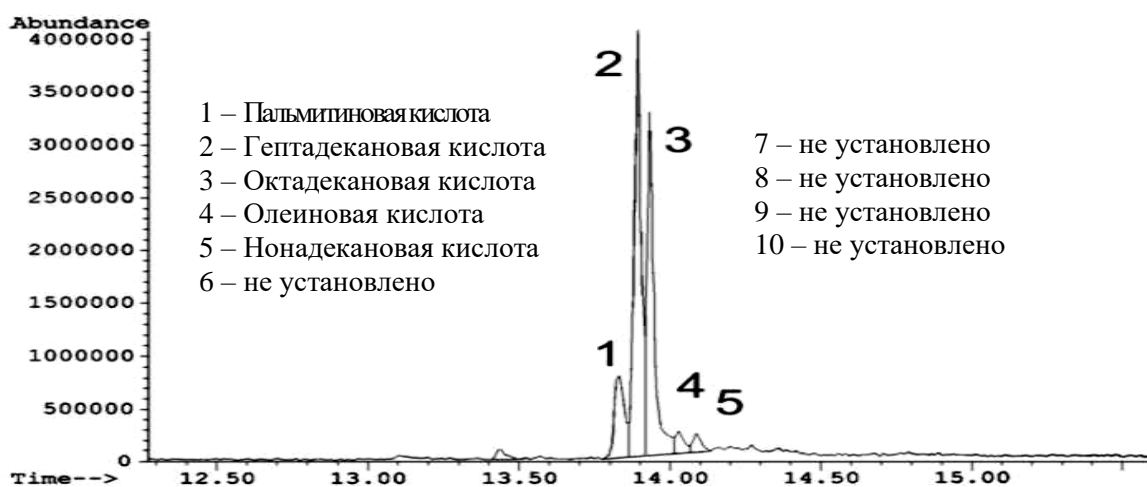


Рисунок 3.7 – Хроматограмма БТ-1С в хлороформе

3.1.3 Изучение химического состава реагента «Аспарал Ф»

По техническому описанию «Аспарал Ф» представляет собой натриевые соли производных аспарагиновой кислоты с массовой долей основного вещества порядка 36 %.

По литературным данным химические сдвиги в спектре ЯМР ^1H аспарагиновой кислоты в D_2O составляют 3.98 (CH) и 2.9 и 2.8 м.д. (CH_2). В экспериментальном спектре ЯМР ^1H (рисунок 3.8) в указанных областях присутствуют уширенные мультиплеты, соответствующие сигналам аспарагиновой кислоты, но кроме этих сигналов в спектре обнаруживаются характерные для насыщенных жирных кислот сигналы метиленовых групп (1.3-1.1 м.д.) и сигнал метильной группы (0.8-0.6 м.д.). Характеристичные сигналы протонов при двойной связи в спектре не проявляются.

Более детальная информация о составе продукта получена при рассмотрении спектра ЯМР ^{13}C , записанного в D_2O (рисунок 3.9).

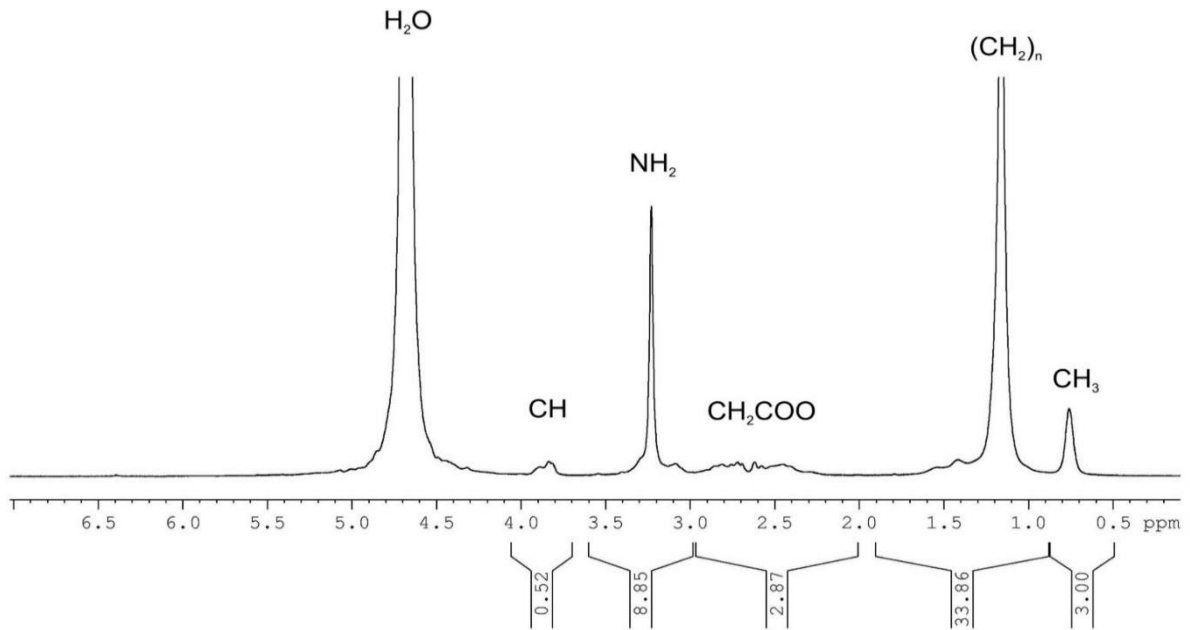


Рисунок 3.8 – Спектр ЯМР ^1H реагента «Аспарал Ф» в D_2O .

Сигналы карбоксильных групп в спектре данного образца проявляются в области 172-180 м.д. Эта область спектра соответствует данным химических сдвигов для аспарагиновой кислоты, которые зависят от pH раствора и находятся в диапазоне 170-174 м.д. Сигнал СН-фрагмента имеет химический сдвиг 49.6 м.д., а резонанс CH_2 -группы проявляется в спектре на 32.6 м.д.

Набор сигналов в спектре ЯМР ^{13}C 14.54 м.д. (CH_3), 23.28 (CH_2), 30.56 (CH_2)_n, 32.60 (CH_2), 39.41 м.д. ($\alpha\text{-CH}_2$) 179.96 ($\text{C}=\text{O}$) отнесен к стеариновой кислоте. Сигналы от углеродов при двойной связи в данном спектре не проявляются, что свидетельствует о насыщенном типе карбоновой кислоты.

Основываясь на данных интегральной интенсивности сигналов в спектре ЯМР ^1H , можно оценить количественное соотношение насыщенных кислот и производных аспарагиновой кислоты как 60 % к 40 % массовых процентов соответственно.

Комплексный реагент KCSb готовился из соотношения «Даллес»: «БТ-1С» : «Аспарал Ф», как 1: 1: 0,2 массовых частей. Учитывая известный состав

органических составляющих каждого компонента смеси и содержания воды в «БТ-1С» и «Аспарал Ф», итоговое распределение солей жирных кислот выглядит следующим образом: 1) насыщенные: пальмитиновая кислота – 28 %; стеариновая кислота – 3 %; 2) ненасыщенные: линолевая кислота – 35 %; олеиновая кислота – 23 %; парафины – 7 %; аспарагиновая кислота – 2 %.

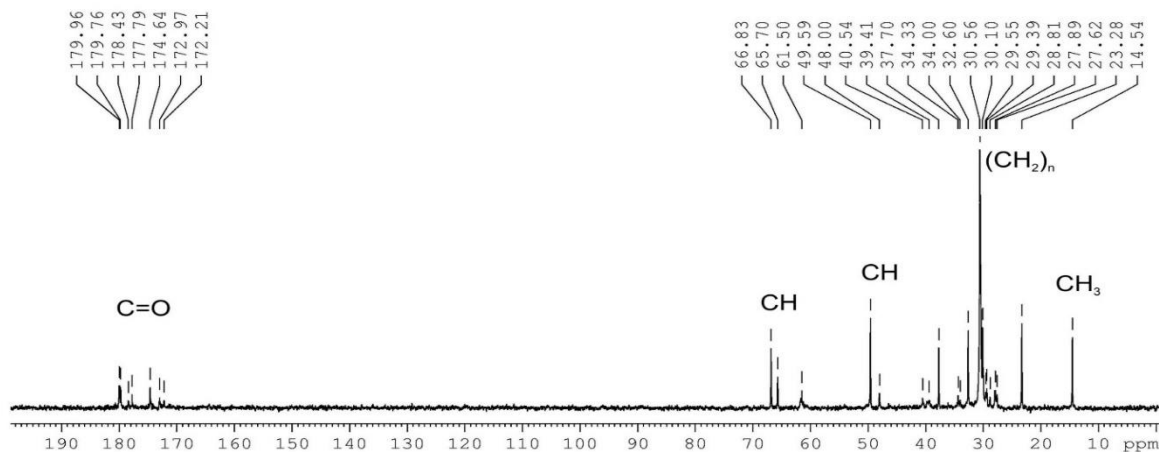


Рисунок 3.9 – Спектр ЯМР ^{13}C реагента «Аспарал Ф» в D_2O

3.1.4 Изучение химического состава комплексного реагента-собираателя KCSb

Согласно приведенным расчетам на насыщенные жирные кислоты приходится 31 %, а на ненасыщенные и полиненасыщенные жирные кислоты 58 %. Существенный вклад (7 %) высокомолекулярных парафинов является следствием их высокого содержания в хлопковом соапстоке и в конечном счете может влиять на свойства поверхностного натяжения.

Вклад производных аспарагиновой кислоты существенно ниже (2 %), но при проведении флотационного обогащения неоспоримо имеет влияние на сорбцию.

С целью определения компонентного состава реагента KCSb приготовлен его рабочий раствор в дистиллированной воде. Спектр ЯМР ^1H в этом случае оказался малоинформативным за счет интенсивного сигнала протонов H_2O . В спектре ^{13}C

раствора KCSb (рисунок 3.10) можно проследить основные сигналы, ранее описанные для отдельных компонентов.

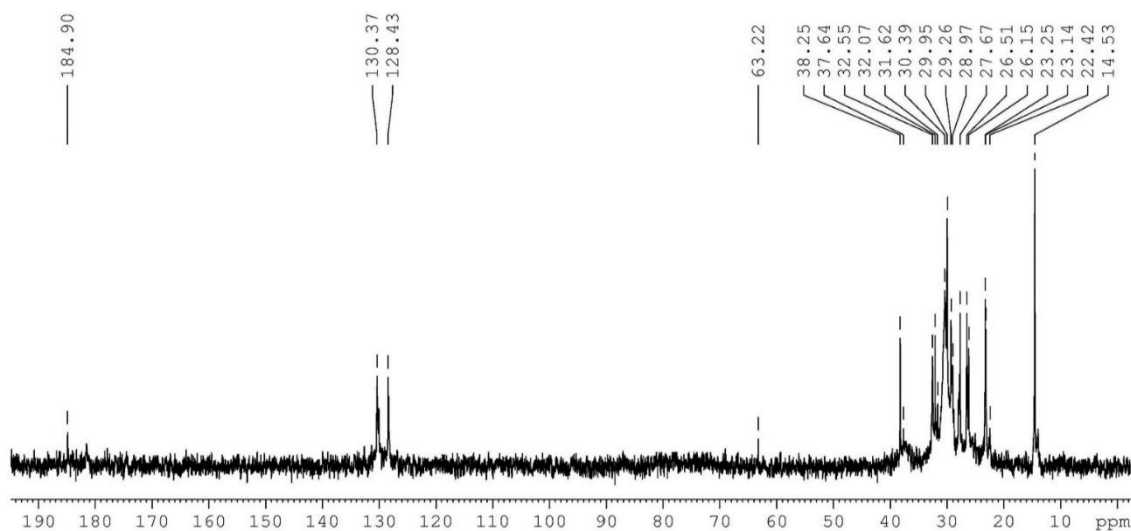


Рисунок 3.10 – Спектр ЯМР ^{13}C реагента KCSb в H_2O

С целью определения эффективных компонентов собирателя KCSb , активно закрепляющихся на поверхности минерала, проведено контактирование раствора с оксидной сурьмой.

Для проведения контактирования приготовлен рабочий раствор собирателя. После агитации в течение 30 мин. с минералом (10 г) твердая фракция отбиралась фильтрацией и сушилась. Отделение органической составляющей, закрепившейся на минерале, проводилось по следующей методике. Высушенный минерал перемешивался в 20 мл хлороформа в течение 30 минут магнитной мешалкой. После фильтрации раствора хлороформ удалялся на роторном испарителе. Полученная органическая фракция (20 мг) исследовалась методом спектроскопии ЯМР ^1H в растворе дейтерохлороформа. По данным спектра ЯМР ^1H (рисунок 3.11) основной составляющей, закрепляющейся на минерале, является смесь ненасыщенных и полиненасыщенных жирных кислот. Это прослеживается по наличию сигналов

протонов = СН (5.4 – 5.3 м.д.) и характерным мультиплетам СН₂-групп линолевой и олеиновой кислот 2.8 и 2.4 м.д.

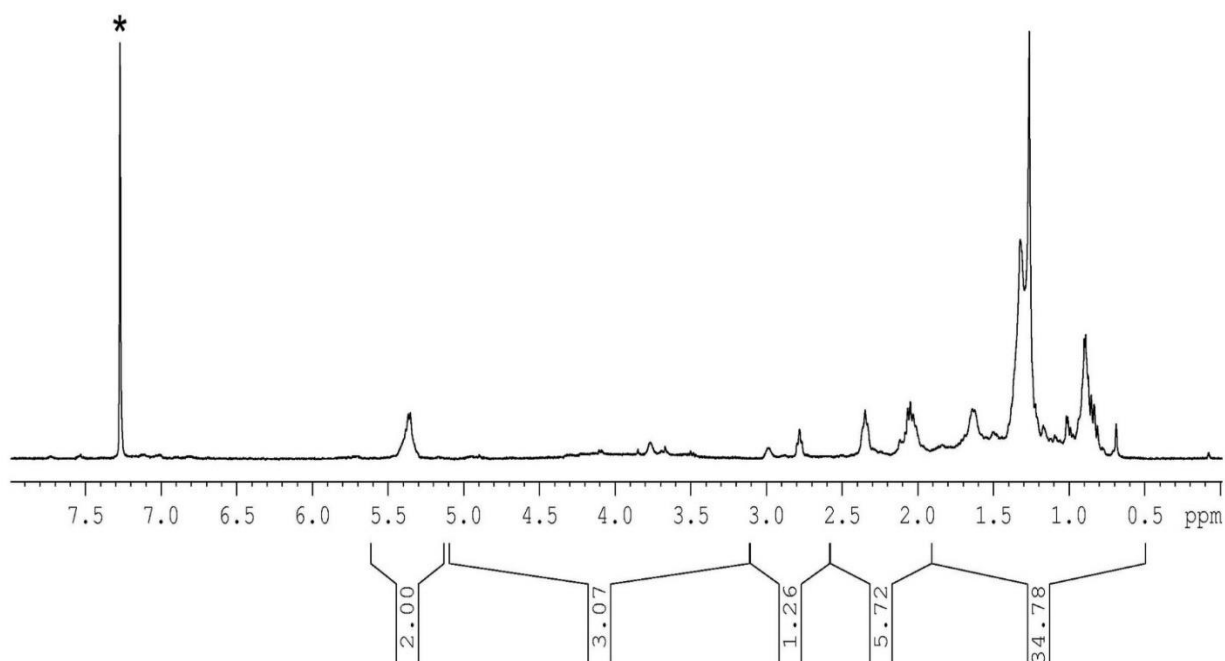


Рисунок 3.11 – Спектр ЯМР ¹Н органической фракции после контакта КС₂О₇ с сурьмой (растворитель CDCl₃ ; * - остаточные сигналы растворителя)

В области спектра 5.0-3.0 м.д., характерной для сигналов аспарагиновой кислоты, наблюдается сильно уширенный сигнал, дающий заметный вклад в полную интегральную интенсивность спектра. Для подтверждения возможного закрепления компонента «Аспарал Ф» проведен дополнительный модельный эксперимент, в котором роль собирателя выполнял только реагент «Аспарал Ф».

Приготовленный раствор (мл) контактировали с минералом (10 г) и после отбора твердой фракции обрабатывали вышеописанным способом. Полученная органическая фракция (13 мг) растворялась в дейтерохлороформе и исследовалась методом спектроскопии ЯМР ¹Н (рисунок 3.12).

В этом случае спектр ЯМР ¹Н содержит только сигналы насыщенных кислот, что подтверждает их наличие в «Аспарал Ф». Сигналов от протонов ненасыщенных кислот в спектре не обнаружено. Предполагаемые сигналы от

производных аспарагиновой кислоты (4.5-3.0 м.д.) имеют низкую интенсивность, что не позволяет достоверно утверждать об их закреплении на поверхности минерала.

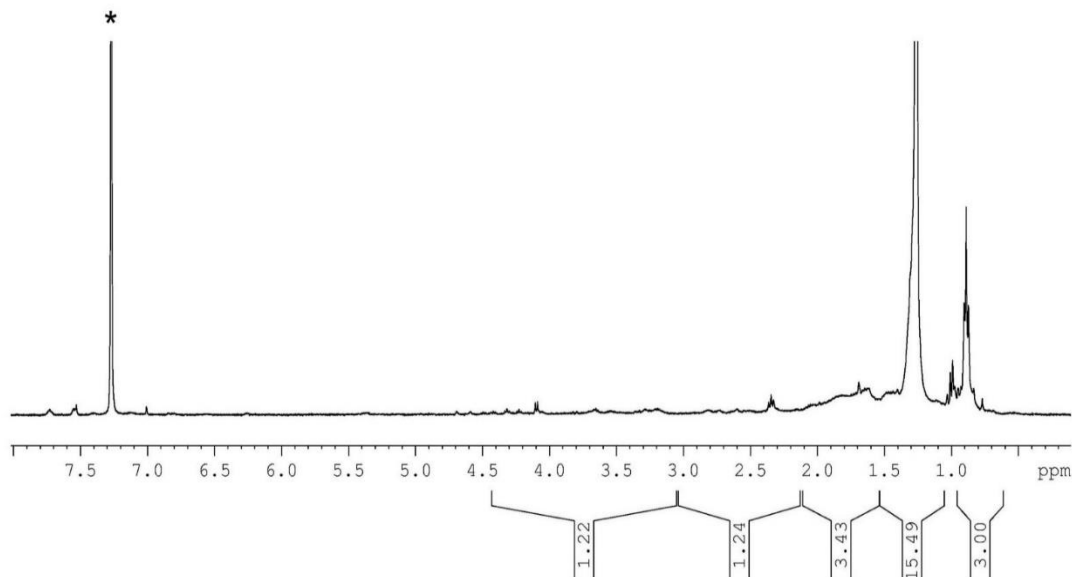


Рисунок 3.12 – Спектр ЯМР ^1H органической фракции после контакта «Аспарал Ф» с сурьмой (растворитель CDCl_3 ; * - остаточные сигналы растворителя)

Выводы по ЯМР и ИК-спектроскопии

1. Методом хромато-масс спектрометрии установлен состав хлопкового соапстока «Даллес», %:

- пальмитиновая кислота – 40,2;
- линолевая кислота – 29,2;
- олеиновая кислота – 15,5;
- эйкозан ($\text{C}_{20}\text{H}_{42}$) – 4,8;
- геникозан ($\text{C}_{21}\text{H}_{44}$) – 4,4;
- докозан ($\text{C}_{22}\text{H}_{46}$) – 2,6;
- трикозан ($\text{C}_{23}\text{H}_{48}$) – 2,5.

2. Методом масс-спектрометрического исследования установлен состав компонента «БТ-1С», в который входит, %:

- линолевая кислота – 45,1;

- олеиновая кислота – 36,3;
- пальмитиновая кислота – 11,6;
- стеариновая кислота – 3,0;
- линоленовая кислота – 2,5.

3. Основываясь на данных интегральной интенсивности сигналов в спектре ЯМР, установлено количественное соотношение насыщенных карбоновых кислот и натриевых солей производных аспарагиновой кислоты в «Аспарал Ф», как 60 % к 40 % массовых процентов соответственно.

Согласно приведенным расчетам в составе собирателя $КС_{Sb}$ на насыщенные жирные кислоты приходится 31 %, а на ненасыщенные и полиненасыщенные жирные кислоты - 58 %. Существенный вклад (7 %) высокомолекулярных парафинов является следствием их высокого содержания в хлопковом мыльном растворе и в конечном счете может влиять на свойства поверхностного натяжения. Вклад производных аспарагиновой кислоты существенно ниже (2 %), однако они могут создавать необходимый баланс при сорбции во флотационном обогащении.

3.2 Квантовохимический расчет модели взаимодействия реагента-собирателя с поверхностью оксидного металла сурьмы

Механизм флотационного обогащения оксидных форм сурьмы, с точки зрения физического процесса, трудно установить из-за разных трактовок тех или иных терминов, применяемых при описании процессов [72-78].

Применение математического моделирования процессов, происходящих при флотационном обогащении оксидов сурьмы, зависит от выбора начальных условий, которые подобрать также затруднительно из-за разных трактовок терминов.

Поскольку при флотации происходит процесс сорбции, то особую значимость при теоретических исследованиях сорбционных процессов приобретает учет электростатического взаимодействия между частицами Sb_2O_3 и реагента-собирателя – сольватация. На основании чего для построения адекватных моделей

процессов флотации оксидных форм сурьмы можно применить квантово-химические исследования. Квантовая химия – это направление химии, изучающее химические и физические свойства веществ на атомарном уровне, определяя свойства химических соединений, механизм химических реакций на основе квантовой механики, протекающие реакции и их продолжительность [79-83].

Для обоснования результатов исследований используются математические расчеты, применяемые в квантовой химии.

Чёткое разделение квантовохимических и физических вопросов не всегда возможно, поскольку технически квантовая химия является адаптацией квантовой механики под химические запросы.

Основной задачей квантовой химии является решение уравнения Шредингера и его релятивистского варианта (уравнение Дирака) для атомов и молекул. Уравнение Шредингера решается аналитически, учитывая следующие ограничения: жёсткий ротатор, гармонический осциллятор, одноэлектронная система. Но реальные многоатомные системы содержат большое количество взаимодействующих электронов и, к сожалению, для таких систем не существует аналитического решения уравнения, и, по всей видимости, оно не будет найдено и в дальнейшем. По этой причине в квантовой химии приходится строить различные приближённые, обычно численные или получисленные, решения. Из-за быстрого роста сложности поиска решений с ростом сложности системы и требований к точности расчёта, возможности квантово-химических расчётов сильно ограничиваются текущим развитием вычислительной техники, хотя наблюдаемые в последние два десятилетия революционные сдвиги в развитии компьютерной техники, приведшие к её заметному удешевлению, заметно стимулируют развитие прикладной квантовой химии. Решение уравнения Шредингера строится на уравнении Хартри-Фока-Рутана итерационным методом (SCF-self consistent field – самосогласованное поле) и состоит в нахождении вида волновой функции.

Приближения, используемые в квантовой химии:

1. Приближение Борна-Оппенгеймера (адиабатическое): движение электронов и движение ядер разделено (ядра движутся настолько медленно, что при

расчёте движения электронов ядра можно принять за неподвижные объекты). В связи с этим приближением существует так называемый эффект Яна-Теллера. Данное приближение позволяет представить волновую функцию системы как произведение волновой функции ядер и волновой функции электронов.

2. Одноэлектронное приближение (или приближение Хартри): считается, что движение электрона не зависит от движения других электронов системы. В связи с этим в уравнения, используемые в квантовой химии, вносятся поправки на взаимное отталкивание электронов. Это позволяет волновую функцию электронов представить в виде суммы волновых функций отдельных электронов.

3. Приближение МО ЛКАО (Молекулярная Орбиталь как Линейная Комбинация Атомных Орбиталей): в данном подходе волновая функция молекулы представляется как сумма атомных орбиталей с коэффициентами:

$$\Psi(\mathbf{r}) = c_1\psi_1 + c_2\psi_2 + \dots + c_n\psi_n,$$

где, $\Psi(\mathbf{r})$ - волновая функция (а точнее, её электронная часть); c_1 - коэффициент при атомной орбитали; ψ_1 - волновая функция атомной орбитали (получается при решении уравнения Шредингера для атома водорода — известно в точном виде). Решение задачи состоит в нахождении коэффициентов C . При учёте всех интегралов – так называемый метод *Ab initio* – количество вычислений растёт пропорционально количеству электронов в 6-8 степени, при полуэмпирических методах – в 4-5 степени;

Ab initio (лат. "из первых принципов", "с начала") – основной метод расчета в современной квантовой химии. Исходными данными служат заряды ядер и их положения в молекуле или кристалле и наборы базисных функций (как правило, слейтеровского или гауссового типов). Эквивалентное название – неэмпирический расчет. Это наиболее точный из вычислительных методов. Обычно состоит в решении одноэлектронных уравнений Хартри-Фока или Кона-Шэма с учетом электронной корреляции. Чаще всего при решении используют приближение МОЛКАО (молекулярные орбитали в виде линейной комбинации атомных орбиталей).

В настоящей работе выполнены квантово-химические расчеты электронного строения и энергии взаимодействия системы «олеат натрия-Sb₂O₃», с учетом

эффектов растворителя. Олеиновая кислота является основным компонентом реагента Соапсток, используемого для флотационного обогащения руд месторождения «Жипхоша».

Расчеты выполнены с использованием программного комплекса Gaussian-94, в приближении гибридного функционала плотности D3LIP с трехпараметрическим функционалом B3LYP. Все структуры полностью оптимизированы в базисе LAN2DZ. Полная оптимизация геометрии молекулярных систем проводилась до величины 10^{-5} а.е./бор. При анализе плоских участков ППЭ значения градиента устанавливались на уровне 10^{-6} а.е./бор. Стационарные точки идентифицированы анализом матрицы Гессе. Поиск и локацию переходных состояний (ПС) проводили методом линейного синхронного транзита QST2. С его помощью устанавливалась приблизительная структура ПС с последующим ее уточнением методом квадратичного синхронного транзита QSN3. Проводился анализ частот колебаний в седловой точке и доказывалось соответствие критических точек градиентной линии, их соединяющей, методом внутренней координаты реакции (IRC). Учет влияния сольватного окружения проводился в рамках метода самосогласованного реактивного поля SCRF [84-88], базирующегося на континуальной модели Кирквуда – Онзагера. Этот метод позволяет на уровне расчетов *ab initio* оценить вклад электростатических эффектов в сольватацию анионов растворителем. Растворитель – вода характеризуется только диэлектрической постоянной (диэлектрическая проницаемость воды $\sim \epsilon = 81$).

Структура Sb_2O_3 представлена бициклическими клетками, подобными родственной окиси фосфора. В твердом теле она выкристаллизовывается в октаэдрической сингонии. Расстояние Sb-O равно 1.977 Å и угол O-Sb-O равен 95,6°. Эта форма представлена минералом (антимонит) сенармонтинит *senarmontite*. При 606°C, более стабильна ромбическая форма, в которой спарены цепи Sb-O-Sb-O посредством объединения мостиковыми кислородсодержащими связями между атомами Sb. Эта форма представлена минералом валентинит *valentinite* стибнит. Исходя из этих представлений были подготовлены исходные данные по геометрии элементарной ячейки Sb_2O_3 для квантово-химических расчетов.

Результаты расчетов приведены в таблицах 3.1-3.3. Электронную конфигурацию внешней электронной оболочки сурьмы можно представить, как $5s^25p^3$ и кислорода: $1s^22s^22p^4$.

В составе кристаллической решетки Sb_2O_3 атом сурьмы связан с тремя атомами кислорода и атом кислорода связан с двумя атомами сурьмы. При взаимодействии с кислородом три p – электрона атома сурьмы могут частично и, в предельном случае, полностью локализоваться на валентных орбиталях кислорода, которые представлены гибридными sp^2 – орбиталями. Одна неподеленная электронная пара кислорода находится на p – орбитали, расположенной перпендикулярно плоскости, в которой размещаются под углом 120° три sp^2 – орбитали. Две из них являются валентными и участвуют в образовании связей $Sb - O$, на третьей локализована неподеленная пара электронов. Аналогичное строение внешней электронной оболочки характерно и для карбоксильного атома кислорода в составе группы $COONa$ основного компонента флотореагента – олеата натрия.

Данные таблицы 3.1 указывают на то, что связь $Sb - O$ в составе Sb_2O_3 не является чисто ионной. Так, в случае ионной связи заряд на атоме сурьмы должен быть $+3$ э.е. А заряд на атоме кислорода -2 э.е. Помимо p – орбиталей атома сурьмы, в образовании связи $Sb - O$ принимает участие и $5s$ – орбиталь, на это указывает недостаток заряда 0.22 э.е. на соответствующей орбитали. Подтверждением sp^2 -гибридизации атома кислорода является равномерное распределение избыточного отрицательного заряда на атоме кислорода (-1.36) по s (-0.45) и двум p (-0.90) - орбиталям. Подобное распределение электронной плотности указывает на то, что неподеленные электронные пары кислорода не участвуют в связывании $Sb - O$.

Ранее было показано, что при флотации сурьмы флоторегентом, основным компонентом которого является олеиновая кислота, механизм процесса флотации обусловлен взаимодействием электронных оболочек Sb и кислорода группы $COONa$.

Предположив, что в нашем случае механизм флотации будет аналогичным, мы рассчитали заряд на карбоксильном атоме кислорода (равен -0.94) в составе функциональной группы $COONa$ и заселенность орбиталей внешней электронной

оболочки (на $2s = -2.28$; на $2p = -4.62$). Результаты расчета указывают на то, что связь O – Na является чисто ионной. Отличие заряда на атоме кислорода от -1 объясняется слабым индукционным эффектом по отношению к атому углерода в составе карбоксильной группы, на который и смещается часть электронной плотности. Заряд -0.90 почти равномерно распределен по $2s$ и двум $2p$ - орбиталям, что подтверждает sp^2 – гибридизацию карбоксильного кислорода.

Таблица 3.1 – Заселенность орбиталей и эффективные заряды(q) на атомах сурьмы и кислорода в Sb_2O_3 , и кислорода в составе группы COONa (по Малликену)

Рассчитанные параметры	Заряды на атомах и заселенность орбиталей (э.е.)
qO	-1,36
qSb	1,92
$5s$	-1,78
$5p$	-1,24
$2s$	-2,45
$2p$	-4,90
$2s$ (COONa)	-2.28
$2p$ (COONa)	-4.62

Для оценки энергетических параметров процесса флотации выполнен расчет энергии взаимодействия компонентов системы «олеат натрия-сурьма». При расчете компоненты системы сближались, начиная с расстояния 6 \AA , с шагом 0.4 \AA .

По данным предварительных расчетов именно с расстояния порядка 6 \AA начинается значимое донорно-акцепторное взаимодействие объемных молекул. На каждом шаге выполнялись расчет энергии взаимодействия и оптимизация геометрии. Результаты расчета приведены в таблице 3.3. В этом случае минимальная энергия на рассматриваемом интервале расстояний равна $24,1 \text{ кДж/моль}$. Это значение ниже, чем энергия химических связей и характерна для донорно-акцепторных взаимодействий. Энергия активации процесса флотации составляет $10,5 \text{ кДж/моль}$.

Для выяснения механизма взаимодействия компонентов системы «олеат натрия – Sb_2O_3 » рассчитаны заряды на атомах, заселенность валентных орбиталей сурьмы и кислорода в составе Sb_2O_3 и соответствующие параметры для кислорода в составе карбоксильной группы олеата натрия (таблица 3.2).

При расчете расстояние между компонентами системы соответствовало точке энергетического минимума (рисунок 3.13).

Таблица 3.2 – Энергия взаимодействия компонентов системы «COONa - Sb₂O₃» в зависимости от расстояния

№	Расстояние между компонентами системы, А	Энергия взаимодействия, Е, кДж/моль
1	2,4	7,5
2	2,8	-13,3
3	3	-24,1
4	3,2	-18,1
5	3,6	-6,5
6	4	7,2
7	4,4	10,5
8	4,8	6,9
9	5,2	2,8
10	5,6	1,5
11	6	0,4
12	6,4	0

Из таблицы 3.3 видно, что заряд на атоме кислорода в составе Sb₂O₃ изменился незначительно по сравнению с исходным Sb₂O₃, заряд же на атоме Sb равен 1.70 и изменился по сравнению с данными таблицы 1 на 0.22 э.е. Общее увеличение отрицательного заряда на Sb₂O₃ составило 0.26 э.е. Примерно на такую же величину уменьшился заряд на кислороде группы COONa. Это дает основание утверждать, что механизм процесса флотации обусловлен взаимодействием электронных оболочек Sb и карбоксильного кислорода. При этом заряд на 2s – орбитали карбоксильного кислорода практически не изменился по сравнению с зарядом в исходном олеате натрия.

Поскольку валентные орбитали кислорода существуют в sp² – гибридизации, то и на валентных гибридизованных sp² – орбиталях заряд должен оставаться неизменным. Следовательно, заряд с атома кислорода на атом сурьмы может перейти только с неподеленной электронной пары кислорода, которая локализована на гибридной sp² орбитали.

Таблица 3.3 – Заселенность орбиталей и эффективные заряды(q) на атомах сурьмы и кислорода в Sb_2O_3 и на карбоксильном атоме кислорода в составе функциональной группы $COONa$ для системы

Расчитанные параметры	Заряды на атомах и заселенность орбиталей (э.е.)
qO	-1.40
qSb	1.74
5s	-1.88
5p	-1.62
2s	-2.49
2p	-4.98
$qO (COONa)$	-0.48
$2sO (COONa)$	-0,27)
$2pO (COONa)$	-0,29

Таким образом, при взаимодействии компонентов системы «карбоксил ион – Sb_2O_3 » электронная плотность неподеленной электронной пары кислорода гибридной sp^2 орбитали кислорода группы $COONa$ частично локализуется на р-орбиталях атома Sb . При этом выигрыш энергии при взаимодействии компонентов системы составляет 24.1 кДж/моль.

Заселенность орбиталей и эффективные заряды (q) на атомах сурьмы и кислорода в Sb_2O_3 (по Малликену).



Рисунок 3.13 – Энергия взаимодействия компонентов системы « $COONa— Sb_2O_3$ »

Выводы по квантовохимическому расчету

Установленная минимальная энергия взаимодействия компонентов системы «COONa-Sb₂O₃» составила 24,1 кДж/моль, что характерно для донорно-акцепторных взаимодействий. Энергия активации процесса флотации составляет 10,5 кДж/моль. Этот факт свидетельствует о том, что комплексный реагент-собираатель КС_{Sb} эффективно закрепляется на минерале окисленной сурьмы за счет синергетического эффекта компонентов, составляющих реагент КС_{Sb}.

Выводы по главе 3

С использованием физико-химических методов анализа (ЯМР, ИК и хромато-масс спектроскопия) определен состав нового комплексного реагента-собираателя, основную долю которого составляют жирные кислоты, такие как пальмитиновая – 28 %, линолевая и олеиновая – 35 и 23 %, в незначительной мере присутствует стеариновая кислота – 3 %, парафины – 7 % и аспарагиновая кислота – 2 %.

На основании квантовохимического расчета установлен хемосорбционный характер взаимодействия нового комплексного реагента-собираателя КС_{Sb} с минеральной поверхностью оксидных форм сурьмы. Эти факты, в свою очередь, дают основание полагать, что исследуемый реагент-собираатель КС_{Sb} имеет эффективность при извлечении оксидных форм сурьмы флотационным методом за счет синергетического эффекта, но слабое выделение энергии в незначительный промежуток времени при контакте его с минеральной поверхностью также говорит о непродолжительном (коротком) времени самого процесса обогащения.

ГЛАВА 4. ФЛОТАЦИОННЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ НОВОГО РЕАГЕНТА-СОБИРАТЕЛЯ KC_{Sb} ОКСИДНЫХ ФОРМ СУРЬМЫ

Основные трудности разработки технологии обогащения золотосурьмяных руд зачастую обуславливаются присутствием в рудах оксидных минералов сурьмы [89-92].

Флотационные исследования проводили на сурьмяной руде месторождения «Жипхоша» с содержанием сурьмы 2,21 % (оксидная форма 20 %). Исходным питанием процесса флотации на месторождение «Жипхоша» являлась шихта, состоящая из концентратов ТСС и РРС и отсева минус 2 мм, полученных после предобогащения руды.

Для повышения извлечения сурьмы, частично присутствующей в оксидной форме, использовали хвосты сульфидной флотации золотосурьмяного месторождения «Удереиское».

4.1 Исследования процессов гравитации сульфидных хвостов флотационного обогащения с целью повышения извлечения сурьмы

Анализируя отечественную и зарубежную практику обогащения сурьмяных руд, приходится констатировать, что именно присутствие в рудах окисленных минералов сурьмы является основной причиной низкого извлечения этого компонента. Единственным способом для заметного снижения потерь сурьмы, находящейся в окисленной форме, в практике действующих обогатительных фабрик является введение гравитационного способа до или после флотации.

Результаты исследований по гравитации на хвостах флотационного обогащения, полученных при переработке укрупненной пробы руды месторождения «Жипхоша», приводятся в таблице 4.1.

Результаты, представленные в таблице 4.1, свидетельствуют, что извлечение сурьмы в концентрат составило 7,9 % при массовой доле компонента 15,8 %.

Таблица 4.1 – Результаты гравитационной перерешетки хвостов флотации

Наименование продуктов	Выход, %		Содержание сурьмы, %	Извлечение сурьмы, %	
	С операции	С руды		С операции	С руды
			Гравитационный концентрат		
Гравитационный промпродукт	5,17	1,227	1,98	7,0	1,1
Гравитационные хвосты	94,10	22,33	1,32	85,1	13,0
Флотационные хвосты	100,0	23,73	1,46	100,0	15,3

В пересчете на исходную руду извлечение сурьмы можно повысить на 1,5 - 2,0 % за счет гравитационной перерешетки хвостов флотации с получением концентрата, который следует объединять с гравитационным концентратом. Содержание сурьмы в общем гравитационном концентрате снизится незначительно, до 32 %.

Следует отметить, что гравитация хвостов сульфидной флотации малоэффективна: позволила снизить содержание сурьмы в отвальных хвостах флотации только до 1,32 %, против 1,46 % в питании.

4.2 Изучение влияния реагентного режима на показатели флотационного обогащения оксидных минералов сурьмы

Извлечение оксидов сурьмы флотацией – одна из наиболее трудных проблем в технологии переработки сурьмяных руд [89-90]. За прошедшие годы много исследований было связано с флотацией сурьмяных оксидных руд, но ни одна из технологий пока не доведена до промышленного внедрения.

Поиск эффективных реагентов для флотации оксидных сурьмяных руд продолжается. Ниже приводятся некоторые интересные разработки в этом направлении:

1. При активации оксидов сурьмы марганцем (30 мг/л) и использования в качестве коллектора гидроксамовой кислоты (80 мг/л) флотация их заметно улучшается (извлечение 95 %). В отсутствие солей марганца извлечение достигало всего 42 %. В результате активации поверхности оксидов сурьмы марганцем

усиливается взаимодействие поверхности с коллектором, что приводит к снижению образования оксидов (улучшение флокуляции) и, соответственно, к уменьшению активации минералов пустой породы.

2. При флотации оксидной сурьмяной руды с содержанием сурьмы 3,04 % и использовании октангидросамовой кислоты, эмульгатора – синтекс (сложного алкилсульфата), трансформаторного масла и медного купороса при интенсивном их перемешивании получен сурьмяный концентрат с содержанием 12,66 % сурьмы, при извлечении 88,3 %.

3. Исследован механизм активации оксидных минералов сурьмы катионами меди [93-97]. Показано, что катионы меди могут эффективно способствовать флотации оксидов сурьмы. при концентрации катионов меди 100 мг/л и рН=4,0.

Указанные выше способы флотации оксидных руд проверены на хвостах сульфидной флотации, полученных при полупромышленных испытаниях гравитационно-флотационной и флотационной схем обогащения руды месторождения «Жипхоша» (хвостах сульфидной флотации), а также на исходном питании флотации. При проведении опытов использованы применяемые реагенты на хвостах сульфидной флотации месторождения «Удережское», синтезированные в институте «ИрИХ»: олеат натрия 69 % + моноалкилтрисоксипропиленгликоль 3,2 % (Р-4), олеат натрия 64,5 % + алкилдиметилбензиламмоний олеат 5,4 % (Р-5), N,N-бис(Звинилоксиэтокси-2-гидроксипропил)амин (Р-7), алкилсульфаты (Р-8), цис-9-октадецерпгидроксамовая кислота 40 % (Р-10), Na соль гидроксамовой кислоты из олеиновой кислоты ~ 20 % (Р-12). Проверен комплексный реагент $КС_{sb}$, который представляет собой однородный водный раствор трех составляющих: хлопкового соапстока («Даллес»), омыленных жирных талловых кислот (БТ-1С) и диспергатора. При приготовлении комплексного реагента $КС_{sb}$ в качестве диспергатора использовался Аспарал-Ф-тетранатриевая соль N-n-октадецил-N сульфосукциноиласпаргиновой кислоты. Также проверены известные способы с использованием карбоновых кислот (на примере олеиновой кислоты) и аполярных реагентов (керосина, трансформаторного масла).

На рисунке 4.1 показана зависимость потерь Sb от типа реагента-собирателя оксидной сурьмы. Показатели обогащения оксидной флотации с рекомендованными альтернативными реагентными режимами представлены в таблицах 4.2, 4.3.



Рисунок 4.1 – Зависимость содержания Sb в хвостах флотации от типа реагента-собирателя оксидной сурьмы

Из всех проверенных опытов выделяется опыт 7 с использованием $KCSb$: содержание сурьмы в хвостах флотации заметно снизилось с 1,43 до 1,12 %, но при этом получен низкий по качеству концентрат.

Заметное снижение потерь сурьмы наблюдалось с использованием гидроксидной кислоты при рекомендованной концентрации реагента, но при этом получен значительный выход концентрата (29,8 %) низкого содержания, который не удалось перечистить (стоял плотной «шапкой»). При снижении расхода собирателя визуально флотация протекала удовлетворительно, но уменьшение потерь сурьмы с хвостами было незначительным при низком качестве полученного концентрата. Практически подобная картина наблюдалась и при использовании остальных вариантов реагентного режима.

Таблица 4.2 – Показатели обогащения оксидной флотации с рекомендованными альтернативными реагентными режимами

№ п/п	Наименование продуктов	Выход, %	Содержание Sb, %	Извлечение Sb, %	Реагентный режим, расход реагентов на 1 т, грамм
1	Концентрат флотации оксидных форм Sb	29,8	2,25	44,7	KMnO ₄ – 120, P-12 – 320, P-8 – 12, T-92 – 30
	Хвосты флотации оксидных форм Sb	70,2	1,18	55,3	
	Хвосты сульфидной флотации	100,0	1,50	100,0	
2	Концентрат флотации оксидных форм Sb	9,2	2,51	15,3	KMnO ₄ -120 P-12 -120 P-8 - 10, T-92 - 30
	Хвосты флотации оксидных форм Sb	90,8	1,41	84,7	
	Хвосты сульфидной флотации	100,0	1,51	100,0	
3	Концентрат	7,7	2,90	15,2	CuSO ₄ -200, P-10 – 200, P-8-10, T-92 - 60, трансформаторное масло -200
	Хвосты флотации оксидных форм Sb	92,3	1,35	84,8	
	Хвосты сульфидной флотации	100,0	1,47	100,0	
4	Концентрат флотации оксидных форм Sb	8,5	2,35	13,4	CuSO ₄ -200, P-10 – 200, P-8 – 10, керосин -200, T-92 -60
	Хвосты флотации оксидных форм Sb	91,5	1,41	86,6	
	Хвосты сульфидной флотации	100,0	1,49	100,0	
5	Концентрат флотации оксидных форм Sb	10,3	2,83	19,2	pH=4 (H ₂ SO ₄) CuSO ₄ -400 БКК-150, T-92 - 60
	Хвосты флотации оксидных форм Sb	89,7	1,37	80,8	
	Хвосты сульфидной флотации	100,0	1,52	100,0	
6	Концентрат флотации оксидных форм Sb	12,6	2,48	20,8	pH=4 (H ₂ SO ₄) CuSO ₄ -600, БКК-150, T-92 - 60
	Хвосты флотации оксидных форм Sb	87,4	1,36	79,2	
	Хвосты сульфидной флотации	100,0	1,50	100,0	
7	Концентрат флотации оксидных форм Sb	14,8	3,15	32,7	Ж. ст. – 200, KC _{Sb} – 420+300, T-92 - 60
	Хвосты флотации оксидных форм Sb	85,9	1,12	67,3	
	Хвосты сульфидной флотации	100,0	1,43	100,0	

*Продолжительность флотации 10 мин

Таблица 4.3 – Показатели обогащения хвостов сульфидной флотации с использованием известных реагентных режимов с целью извлечения окидных минералов сурьмы

№ п/п	Наименование продуктов	Выход, %	Содержание Sb, %	Извлечение Sb, %	Реагентный режим*, расход реагентов на 1 т, г
8	Концентрат сульфидной флотации	4,2	2,65	7,5	KMnO ₄ -120, Pb(NO ₃) ₂ -150, БКК-100, Т-92 – 60. FeSO ₄ -500, БКК-50, ж.ст.-800, олеиновая кислота 300+100, Т-92 -30.
	Концентрат флотации оксидных форм Sb, в т.ч:	6,4	2,63	7,6	
	Концентрат перерешетки	0,2	5,81	0,8	
	Промпродукт перерешетки	6,2	1,64	6,8	
	Хвосты флотации	89,4	1,41	84,9	
	Хвосты сульфидной флотации	100,0	1,49	100,0	
9	Концентрат сульфидной флотации	4,3	2,65	7,6	KMnO ₄ -120, Pb(NO ₃) ₂ -150, БКК-100, Т-92 – 60. FeSO ₄ -500, БКК-50, олеиновая кислота 300, трансформаторное масло -80, Т-92 -30.
	Концентрат флотации оксидных форм Sb, в т.ч:	26,5	1,81	32,0	
	Концентрат перерешетки	7,6	1,91	9,7	
	Промпродукт перерешетки	18,9	1,77	22,3	
	Хвосты флотации	69,2	1,31	60,4	
	Хвосты сульфидной флотации	100,0	1,50	100,0	
10	Концентрат сульфидной флотации	4,6	2,71	8,4	KMnO ₄ -120, Pb(NO ₃) ₂ -150, БКК-100, ДМДК-100, Т-92 – 60. керосин-200, Р-12 – 200, Р-8 – 10, Т-92 - 30.
	Концентрат оксидных форм Sb	5,9	1,98	7,9	
	Хвосты флотации оксидных форм Sb	89,6	1,38	83,7	
	Хвосты сульфидной флотации	100,0	1,48	100,0	
11	Концентрат сульфидной флотации	5,8	2,47	9,6	KMnO ₄ -120, Pb(NO ₃) ₂ -150, БКК-100, ДМДК-100, Т-92 – 60. трансформаторное масло-200, Р-12 – 200, Р-10 – 10, Т-92 – 30.
	Концентрат оксидных форм Sb	6,2	1,85	7,7	
	Хвосты флотации оксидных форм Sb	88,0	1,40	82,7	
	Хвосты сульфидной флотации	100,0	1,49	100,0	

Примечание: БКК – бутиловый ксантогенат калия, ДМДК – диметилдитиокарбомат натрия. Основная флотация проводилась в режиме сульфидной флотации 10 минут, концентрат не перерешивался. Концентрат оксидной флотации перерешивался без реагентов.

Реагенты на основе олеата натрия, синтезированные в институте ИрИХ, а также комплексный реагент KCS_b испытаны при флотации исходного продукта. Опыты проводили по схеме, представленной на рисунке 4.2. Результаты опытов с использованием указанных выше реагентов приведены в таблице 4.4.

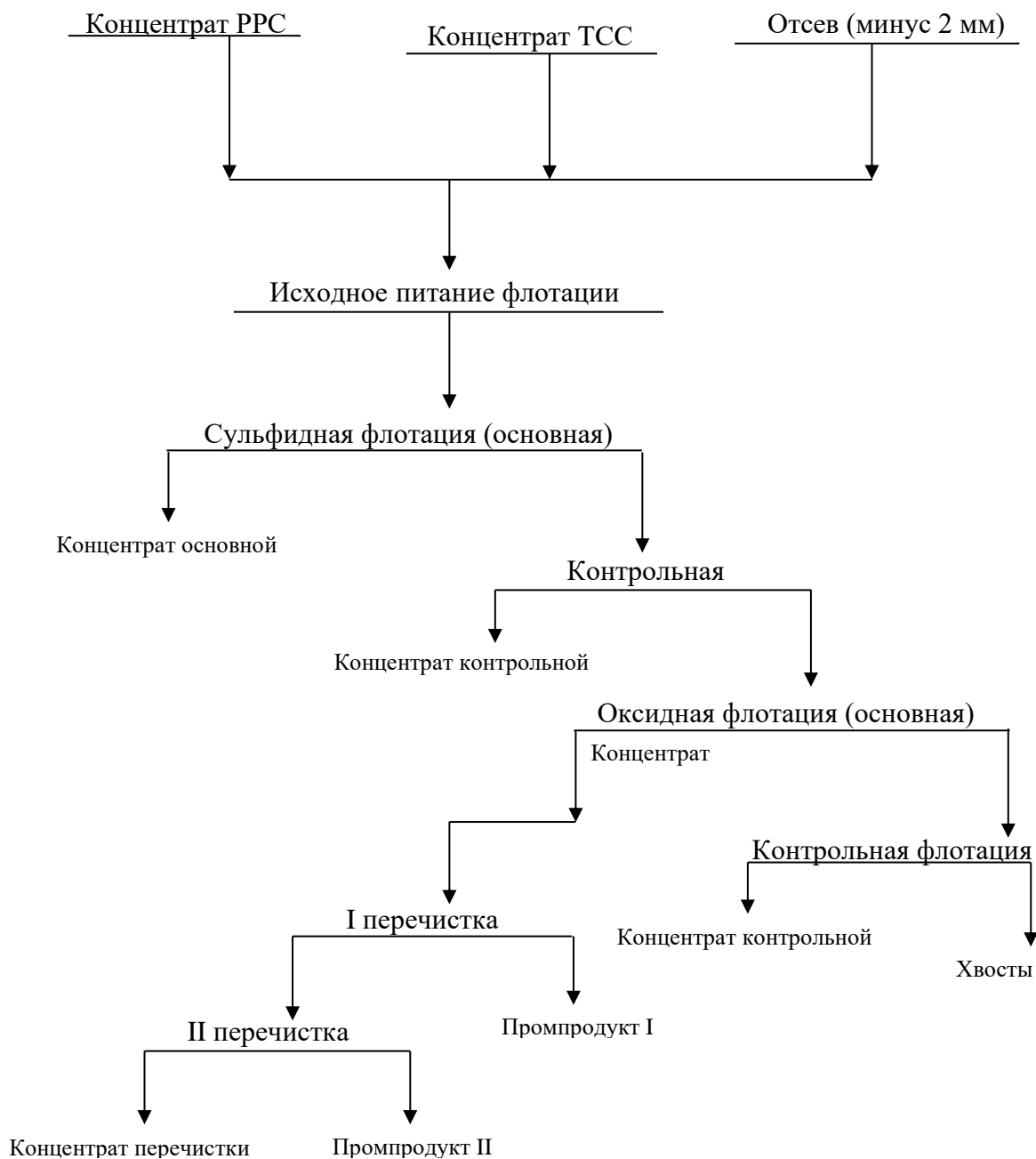


Рисунок 4.2 – Схема исследований оксидной флотации шихты из концентратов сепарации и отсева исходной руды (минус 2 мм)

Показатели экспериментальных исследований, представленные в таблице 4.4, позволяют констатировать, что лучшие результаты получены при использовании комплексного реагента $KCSb$.

На рисунке 4.3 приведены зависимости потерь Sb от типа реагента-собираателя оксидной сурьмы на исходной руде.

Таблица 4.4 – Показатели флотации исходного питания с использованием реагентов-собираателей Р-5, Р-4, Р-7, синтезированных в институте ИрИХ, и $KCSb$

№ п/п	Наименование продуктов	Выход, %	Содержание Sb, %	Извлечение Sb, %	Реагентика
1	Концентрат сульфидной флотации	22,39	30,30	80,1	pH-9,0, ж.ст. -100, Р-5 – 200 +200+200+200+200, Т-92 – 30
	Концентрат флотации оксидной Sb	15,98	3,81	7,2	
	Объединенный концентрат	38,37	19,25	87,3	
	Хвосты флотации	61,63	1,74	12,7	
	Исходная руда	100,0	8,46	100,0	
2	Концентрат сульфидной флотации	20,37	33,8	81,0	pH-9,0, ж.ст. -100, Р-4 – 200 +200+200+200+200, Т-92 – 30
	Концентрат флотации оксидной Sb	12,23	4,45	6,4	
	Объединенный концентрат	32,6	22,8	87,4	
	Хвосты флотации	67,4	1,59	12,6	
	Исходная руда	100,0	8,504	100,0	
3	Концентрат сульфидной флотации	20,91	33,17	81,8	pH-9,0, Р-7 – 150+150 I окис. фл.: pH-9, Р-7 – 150+150, Т-92 – 30 10 мин. II окис. фл.: pH-9, Р-4 – 300+200, Р-7 – 100+100,
	Концентрат I флотации оксидной Sb	3,64	3,49	1,4	
	Концентрат II флотации оксидной Sb	7,02	3,74	3,1	
	Объединенный концентрат	31,57	23,18	86,3	
	Хвосты флотации	68,43	1,7	13,7	
4	Концентрат сульфидной флотации	22,16	29,42	81,0	pH-9,0, ж.ст. -100, $KCSb$ – 300+300, Т-92 – 30
	Концентрат флотации оксидной Sb	29,97	3,17	11,8	
	Объединенный концентрат	52,13	14,33	92,8	
	Хвосты флотации	47,87	1,21	7,2	
	Исходная руда	100,0	8,05	100,0	

Примечание *: Режим сульфидной флотации: расход реагентов на 1 т, г: основной – $Pb(NO_3)_2$ – 200, БКК – 200, Т-92 – 60, продолжительность 10 мин; контрольной – БКК – 100, Т-92 – 20, продолжительность 15 мин.

На основании результатов исследований установлено, что меньше всего потерь Sb получены в 4 опыте (таблица 4.4) и это означает, что выбранный реагент-

собиратель KC_{Sb} оказывает большее влияние на извлечение оксидной формы сурьмы и поэтому выбран как основной для проведения дополнительных исследований.

Ниже приводятся результаты экспериментальных исследований по определению оптимальных условий флотации и уточнению показателей по извлечению ценного компонента, а также качества получаемого концентрата.

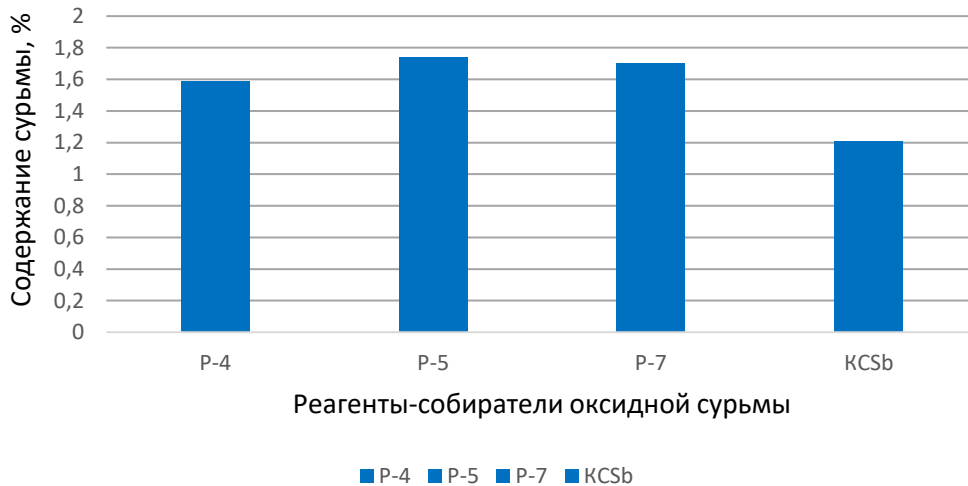


Рисунок 4.3 – Зависимость потерь Sb с хвостами флотации от применения синтезированных реагентов-собирателей P-5, P-4, P-7 оксидной сурьмы и выбранного KC_{Sb}

4.3 Уточнение условий оксидной флотации руды месторождения «Жипхоша» на основе применения комплексного реагента-собирателя (KC_{Sb})

В первую очередь исследовано влияние расхода жидкого стекла (500 - 100 г/т) – таблица 4.5. Исходный продукт флотации – хвосты сульфидной флотации, наработаны при проведении полупромышленных испытаний в АО «Иргиредмет».

Результаты исследований (таблицы 4.5) показывают, что снижение расхода жидкого стекла с 500 до 100 г/т не оказывает существенного влияния на показатели извлечения Sb. Указанный расход жидкого стекла принят в дальнейших испытаниях 100 г/т.

Следующий этап – проведение исследований по определению оптимального расхода реагента-собирателя по схеме: основная флотация - контрольная флотация (рисунок 4.4).

По результатам исследований принят оптимальный расход реагента-собирателя 600 г/т: 480 г/т – основная флотация, 120 г/т контрольная.

Таблица 4.5 – Влияние расхода жидкого стекла на показатели флотации хвостов сульфидной флотации

Наименование продуктов оксидной флотации	Выход, %	Содержание Sb, %	Извлечение Sb, %	Расход реагентов, г/т
Опыт 1				
Концентрат флотации окс. Sb	13,12	2,87	21,3	pH-9,0 Ж.ст.-500, КС _{Sb} – 250, Т-92 - 60
Хвосты флотации окс. Sb	86,88	1,60	78,7	
Хвосты сульфидной флотации	100,0	1,77	100,0	
Опыт 2				
Концентрат флотации окс. Sb	14,53	2,53	20,1	pH-9,0, ж.ст. -300, КС _{Sb} – 250, Т-92 - 60
Хвосты флотации окс. Sb	85,47	1,71	79,9	
Хвосты сульфидной флотации	100,0	1,83	100,0	
Опыт 3				
Концентрат основ. флот. окс. Sb	15,81	2,98	27,5	Осн. флот.: pH-9,0, ж.ст. -200, КС _{Sb} – 250, Т-92 – 60 Контр. флот.: КС _{Sb} - 190
Концентрат контр. флот. окс. Sb	9,38	2,74	14,9	
Объединенный к-т окс. Sb	25,19	2,89	42,4	
Хвосты флотации окс. Sb	74,81	1,32	57,6	
Хвосты сульфидной флотации	100,0	1,72	100,0	
Опыт 4				
Концентрат основ. флот. окс. Sb	14,86	3,24	28,0	Осн. флот.: pH-9,0, ж.ст. -150, КС _{Sb} – 300, Т-92 – 60 Контр. флот.: КС _{Sb} – 200 Перечистка: ж.ст. – 30
Концентрат контр. флот. окс. Sb	6,61	3,58	13,5	
Объединенный к-т окс. Sb	21,47	3,36	41,5	
Хвосты флотации окс. Sb	78,53	1,3	58,5	
Хвосты сульфидной флотации	100,0	1,74	100,0	
Опыт 5				
Концентрат осн. флот. окс. Sb	12,61	3,75	26,6	Осн. флот.: pH-9,0, ж.ст. -100, КС _{Sb} – 300, Т-92 – 60 Контр. флот.: КС _{Sb} – 200
Концентрат контр. флот. окс. Sb	10,93	3,11	19,1	
Объединенный к-т окс. Sb	23,54	3,46	45,7	
Хвосты флотации окс. Sb	76,46	1,26	54,7	
Хвосты сульфидной флотации	100,0	1,78	100,0	

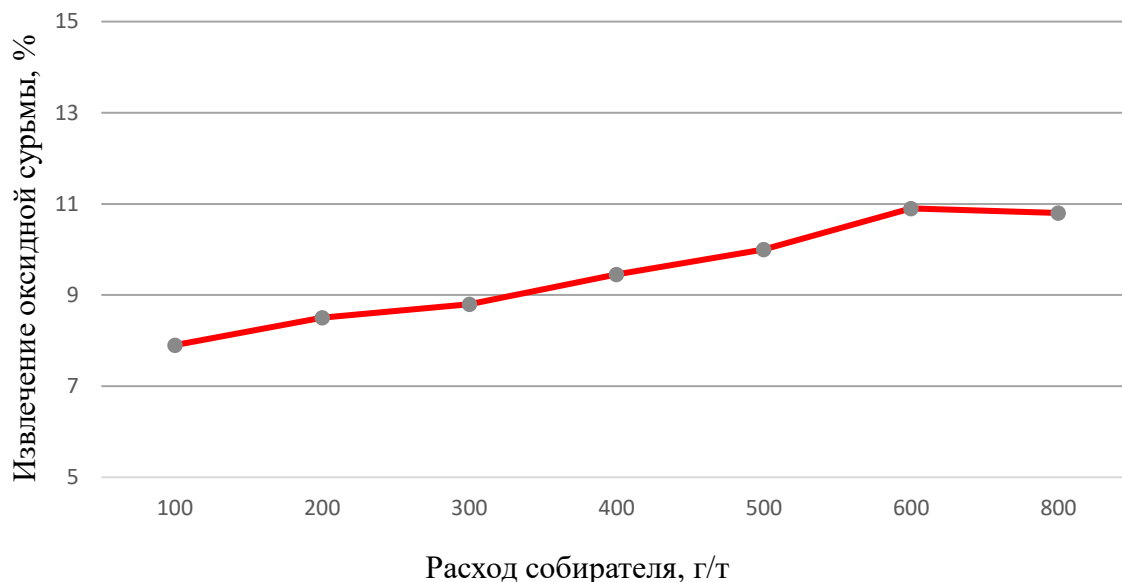


Рисунок 4.4 – Зависимость извлечения оксидной сурьмы от расхода реагента-собирателя $KCSb$

В таблице 4.6 приведены показатели флотации исходного продукта при различном pH в питании оксидной флотации (регулятор среды - Na_2CO_3).

Таблица 4.6 – Влияние pH на показатели флотации оксидной сурьмы с комплексным реагентом $KCSb$

№ п/п	Наименование продуктов	Выход, %	Содержание Sb, %	Извлечение Sb, %	Расход реагентов в оксидную флотацию
1	Концентрат сульфидной флотации	25,54	27,46	84,1	pH – 7,2, ж.ст. – 100, $KCSb$ – 600, T-92 – 30
	Концентрат флотации оксидной Sb	25,92	2,84	8,8	
	Объединенный концентрат	51,46	15,06	92,9	
	Хвосты флотации оксидной Sb	48,54	1,22	7,1	
	Исходная руда	100,0	8,34	100,0	
2	Концентрат сульфидной флотации	27,21	28,42	84,9	pH – 9,0, ж.ст. – 100, $KCSb$ – 600, T-92 – 30
	Концентрат флотации оксидной Sb	37,96	2,59	10,8	
	Объединенный концентрат	65,17	13,38	95,7	
	Хвосты флотации оксидной Sb	34,83	1,12	4,3	
	Исходная руда	100,0	9,11	100,0	
3	Концентрат сульфидной флотации	28,45	24,6	84,5	pH – 9,5, ж.ст. – 100, $KCSb$ – 600, T-92 – 30
	Концентрат флотации оксидной Sb	23,85	3,71	10,7	
	Объединенный концентрат	52,3	15,07	95,2	
	Хвосты флотации оксидной Sb	47,7	0,83	4,8	
	Исходная руда	100,0	8,28	100,0	

Примечание: режим сульфидной флотации постоянный: расход реагентов на 1т, г: $Pb(NO_3)_2$ – 200 г/т, БКК – 300 г/т, T-92 – 80, продолжительность операций, мин: сульфидная основная – 10, контрольной – 15, оксидная – 15.

Представленные результаты свидетельствуют о том, что повышение pH в питании оксидной флотации до 9,5 позволило получить более бедные по содержанию сурьмы хвосты при увеличении извлечения ценного компонента.

В таблице 4.7 приведены результаты исследований с использованием $КС_{Sb}$ при изменении расхода реагента и продолжительности флотации за счет введения дополнительной контрольной операции.

Таблица 4.7 – Показатели флотации исходного продукта при увеличении расхода $КС_{Sb}$ и продолжительности операции

Наименование продуктов	Выход, %	Содержание Sb, %	Извлечение Sb, %	Расход реагентов в оксидную флотацию,
Концентрат сульфидной флотации	26,94	25,44	84,4	Основная + I контрольная флотация pH-9,5, ж.ст. -100, $КС_{Sb} - 480 + 120$, T-92 – 30 10+5 мин II контрольная $КС_{Sb} - 300$, T-92 – 30 5 мин
Концентрат основной оксидной флотации + I контрольной флотации оксидной Sb	27,05	3,67	11,0	
Концентрат II контрольной оксидной флотации оксидной Sb	4,44	1,52	0,8	
Объединенный концентрат флотации	58,43	13,9	96,2	
Хвосты флотации оксидной Sb	41,57	0,78	3,8	
Исходная руда	100,0	8,44	100,0	

Анализ данных таблицы 4.7 показывает, что вторая контрольная флотация способствовала повышению извлечения сурьмы только на 0,8 % при получении концентрата с низким содержанием ценного компонента (1,52 %), поэтому увеличивать общую продолжительность флотации и расход реагентов представляется нецелесообразным.

В результате дальнейших исследований определено оптимальное соотношение компонентов комплексного реагента-собирателя $КС_{Sb}$ (таблица 4.8, рисунок 4.5). Испытания проводились на хвостах сульфидной флотации при расходе $КС_{Sb} - 600$ г/т, продолжительность флотации 10 минут.

Таблица 4.8 – Определение оптимального соотношения компонентов, составляющих комплексный реагент собиратель $КС_{Sb}$ («Даллес»:«БТ-1С»:Аспарал «Ф»)

Наименование	Выход, %	Содержание, %	Извлечение от операции, %
Опыт 1 – Соотношение 1:1:1			
Концентрат оксидной Sb	4,21	17,70	41,4
Хвосты оксидной Sb	95,79	1,1	58,6
Сульфидные хвосты	100,00	1,8	100,00
Опыт 2 – Соотношение 1:1:0,5			
Концентрат оксидной Sb	4,27	18,00	42,0
Хвосты оксидной Sb	95,73	1,11	58,0
Сульфидные хвосты	100,00	1,83	100,00
Опыт 3 – Соотношение 1:1:0,2			
Концентрат оксидной Sb	4,15	18,20	42,40
Хвосты оксидной Sb	95,85	1,07	57,60
Сульфидные хвосты	100,00	1,78	100,00
Опыт 4 – Соотношение 0,5:1:0,2			
Концентрат оксидной Sb	4,00	19,00	40,20
Хвосты оксидной Sb	96,00	1,18	59,80
Сульфидные хвосты	100,00	1,89	100,00
Опыт 5 – Соотношение 0,5:0,5:0,2			
Концентрат оксидной Sb	3,96	17,00	38,20
Хвосты оксидной Sb	96,04	1,13	61,80
Сульфидные хвосты	100,00	1,76	100,00
Опыт 6 – Соотношение 1:0,5:0,2			
Концентрат оксидной Sb	3,73	18,80	38,00
Хвосты оксидной Sb	96,27	1,19	62,00
Сульфидные хвосты	100,00	1,85	100,00
Опыт 7 – Соотношение 0,5:0,5:1			
Концентрат оксидной Sb	3,63	18,80	37,9
Хвосты оксидной Sb	96,37	1,16	62,1
Сульфидные хвосты	100,00	1,8	100,00

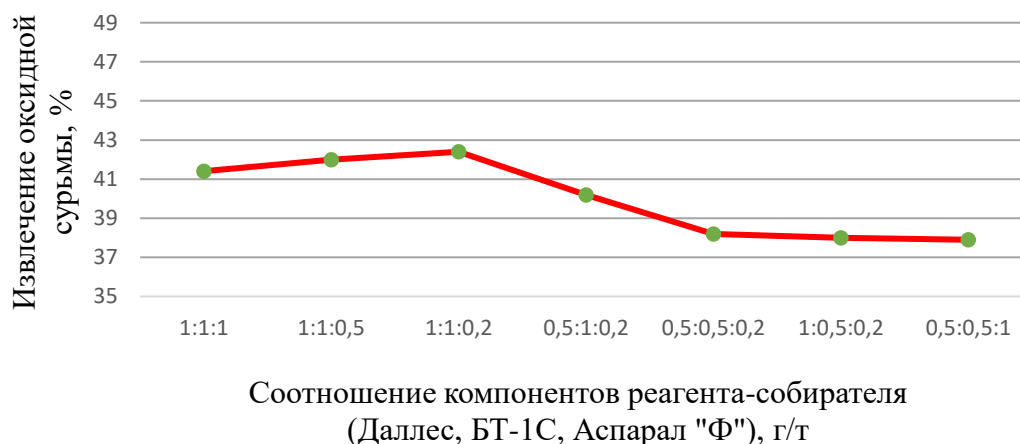


Рисунок 4.5 – Зависимость извлечения оксидной сурьмы от состава реагента-собирателя $КС_{Sb4}$

Анализ результатов исследований (таблицы 4.8 и рисунка 4.5) показал, что оптимальное соотношение компонентов комплексного флотореагента относится к опыту 3 – 1 часть «Даллес»:1 часть «БТ-1С»:0,2 Аспарал «Ф».

На рисунке 4.6 приведена зависимость извлечения оксидной сурьмы от кинетики флотационного обогащения.

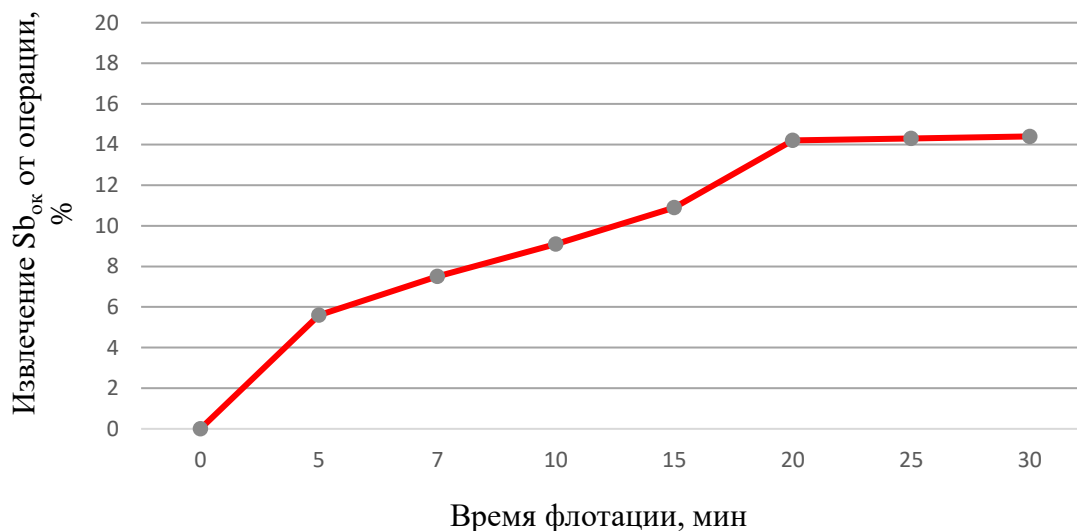


Рисунок 4.6 – Кинетика флотационного обогащения оксидной сурьмы с использованием реагента-собирателя $KCSb$

На основании проведенных испытаний по кинетике флотационного обогащения оксидной сурьмы (см. данные рисунка 4.6) время флотации определено 20 минут: 10 минут основная, 10 минут контрольная, 3 минуты перечистка. Продолжительность перечистки определена визуально по нагруженности пенного продукта.

Оптимальные условия оксидной флотации, установленные экспериментально: $\geq pH-9,5$; расход реагентов на 1 т, г – основная: жидкое стекло – 100, комплексный реагент $KCSb$ – 480, Т-92 – 30, продолжительность 10 минут; контрольная: комплексный реагент $KCSb$ – 120; продолжительность 3 минуты; III перечистка: жидкое стекло-20 [98-106]. Результаты контрольного опыта показаны в таблице 4.9, режим сульфидной флотации см. примечание таблицы 4.6.

При контрольном опыте получен концентрат перечистки оксидной флотации с содержанием сурьмы 19,8 %, извлечение от питания флотации 9,6 % или 6,2 % от исходной руды.

В условиях контрольного опыта проведены исследования в замкнутом цикле на пяти навесках по схеме, представленной на рисунке 4.7.

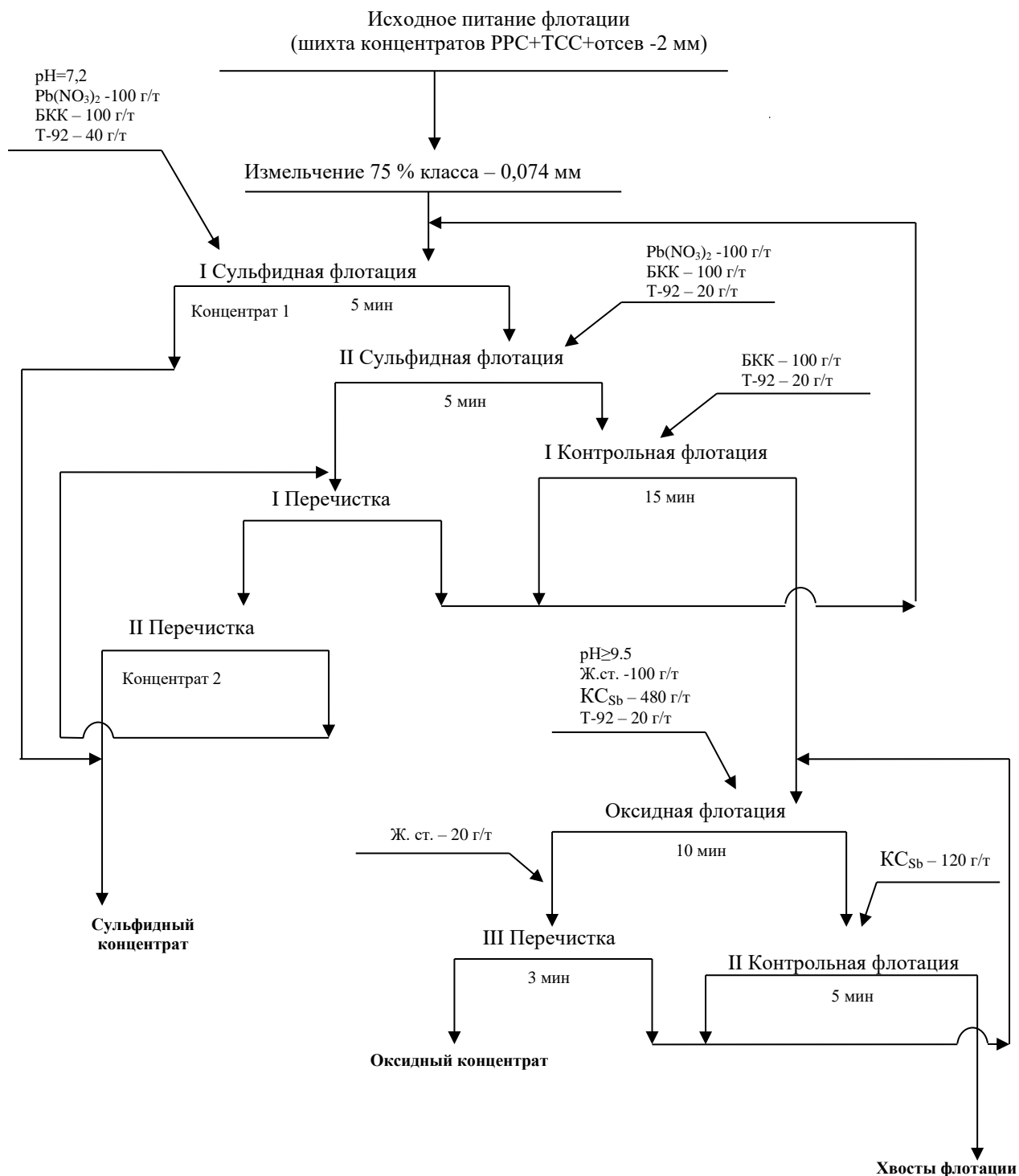


Рисунок 4.7 – Схема проведения исследований в замкнутом цикле

Результаты опытов по флотации в замкнутом цикле представлены в таблице 4.10, баланс металлов по продуктам обогащения – в таблице 4.11.

Таблица 4.9 – Результаты контрольного опыта по флотации исходного продукта с использованием в оксидной флотации реагента KC_{Sb}

Наименование продуктов	Выход, %			Содержание Sb, %	Извлечение сурьмы, %		
	По операции оксидной флотации	от питания флотации	от исходной руды		по операции оксидной флотации	от питания флотации	от исходной руды
Концентрат сульфидной флотации		23,7	6,1	29,0		79,4	51,5
Концентрат флотации оксидной Sb	32,0	24,4	6,3	5,03	68,9	14,2	9,2
Концентрат перерешетки	5,5	4,2	1,1	19,8	46,6	9,6	6,2
Хвосты флотации оксидной Sb	68,0	51,9	13,3	1,07	31,1	6,4	4,2
Исходное питание флотации		100,0	25,7	8,65		100,0	64,9

Таблица 4.10 – Результаты опыта по флотации исходного продукта в замкнутом цикле

Продукты обогащения	Выход, г	Содержание сурьмы, %
Сульфидный концентрат I навески, в т.ч.:		
концентрат 1-ой основной флотации	67,4	54,0
концентрат 2-ой основной флотации	40,85	48,6
Сульфидный концентрат II навески, в т.ч.:		
концентрат 1-ой основной флотации	75,55	54,0
концентрат 2-ой основной флотации	46,15	49,2
Сульфидный концентрат III навески, в т.ч.:		
концентрат 1-ой основной флотации	87,75	50,7
концентрат 2-ой основной флотации	44,6	48,3
Сульфидный концентрат IV навески, в т.ч.:		
концентрат 1-ой основной флотации	64,3	51,8
концентрат 2-ой основной флотации	61,0	50,4
Сульфидный концентрат V навески, в т.ч.:		
концентрат 1-ой основной флотации	69,55	53,0
концентрат 2-ой основной флотации	47,95	56,8
Промпродукт I перерешетки концентрата II сульфидной флотации	49,65	5,45
Концентрат контрольной сульфидной флотации	76,0	6,57
Оксидный концентрат I навески	29,55	12,2
Оксидный концентрат II навески	26,35	15,0
Оксидный концентрат III навески	28,46	14,8
Оксидный концентрат IV навески	30,75	14,6
Оксидный концентрат V навески	51,0	15,1

Продолжение таблицы 4.10

Продукты обогащения	Выход, г	Содержание сурьмы, %
Промпродукт I перерешетки концентрата флотации оксидной Sb	120,75	3,56
Промпродукт II перерешетки концентрата флотации оксидной Sb	34,0	6,07
Концентрат контрольной флотации оксидной Sb	149,05	3,65
Хвосты I навески	620,0	0,96
Хвосты II навески	792,0	0,94
Хвосты III навески	700,0	0,93
Хвосты IV навески	837,85	0,97
Хвосты V навески	826,0	1,08
Итого: исходное питание флотации	23,5	8,51

Как свидетельствуют результаты, представленные в таблице 4.10, введение в схему флотации оксидного цикла с использованием комплексного реагента $KCSb$ позволило снизить потери сурьмы в хвостах от 1,99 % до 1,08 %, при этом извлечение сурьмы в объединенный концентрат повысилось на 10,1 % от питания флотации, что обеспечило прирост извлечения ценного компонента от исходной руды на 9,1 %.

Таблица 4.11 – Баланс металла по конечным продуктам флотации

Наименование продуктов	Выход, %			Содержание Sb, %	Извлечение сурьмы, %		
	от питания флотации	от питания оксидной флотации	от исходной руды		от питания флотации	от питания оксидной флотации	от исходной руды
Сульфидный концентрат, в т.ч.:	12,40	-	2,9	54,55	79,5	-	71,8
Перерешетка I	7,34	-	1,7	53,00	45,7	-	41,3
Перерешетка II	5,06	-	1,2	56,8	33,8	-	30,5
Хвосты сульфидной флотации	87,60	100,0	20,6	1,99	20,5	100,0	18,5
Оксидный концентрат перерешетки III	5,70	6,5	1,3	15,1	10,1	49,3	9,1
Объединенный концентрат	18,10	-	4,2	42,1	89,6	-	80,9
Хвосты флотации оксидной Sb	81,90	93,5	19,3	1,08	10,4	50,7	9,4
Итого: исходное питание флотации	100,0	-	23,5	8,51	100,0	-	90,3

Результаты лабораторных исследований проверены в полупромышленных условиях на полузаводской установке АО «Иргиредмет».

4.4 Полупромышленные испытания

Аппаратурное оформление технологической схемы обогащения

Схема обогащения по варианту I – гравитационно-флотационная, предусматривала (рисунки 4.8, 4.9) измельчение объединенных концентратов РРС и ТСС, гравитационное обогащение измельченного продукта мельницы и отсева минус 2 мм, классификацию по крупности 75-80 % класса минус 0,071 мм и флотационное обогащение [107-108].

Исходные продукты – концентраты РРС и ТСС крупностью минус 5 мм и отсев минус 2 мм, поступающие в переработку, предварительно взвешивались и дозировались согласно принятой производительности. Объединенные концентраты РРС и ТСС загружались через бункер (1) посредством вибрационного питателя (2) в мельницу МШР 400х400 (3). Выход мельницы вместе с отсевом минус 2 мм направлялся на гравитационное обогащение на концентрационном столе СКО-1 (5), хвосты стола посредством насоса поступали в классификатор 1КСН-1,5 (4), пески которого возвращались в мельницу, слив классификатора крупностью 75-80 % класса минус 0,071 мм направлялся на флотацию во флотомашины ФМ-0,12. Концентрат первой основной флотации выводился в товарную продукцию, концентрат второй основной флотации после двух перечисток также являлся товарным концентратом. Концентраты контрольных флотаций возвращались в схему, как промежуточные продукты, в соответствии с содержанием в них сурьмы.

При обогащении руды по варианту II технологическая схема цепи аппаратов оставалась как при работе по варианту I, на хвостах схемы была добавлена дополнительная операция оксидной флотации (рисунок 4.10, 4.11).

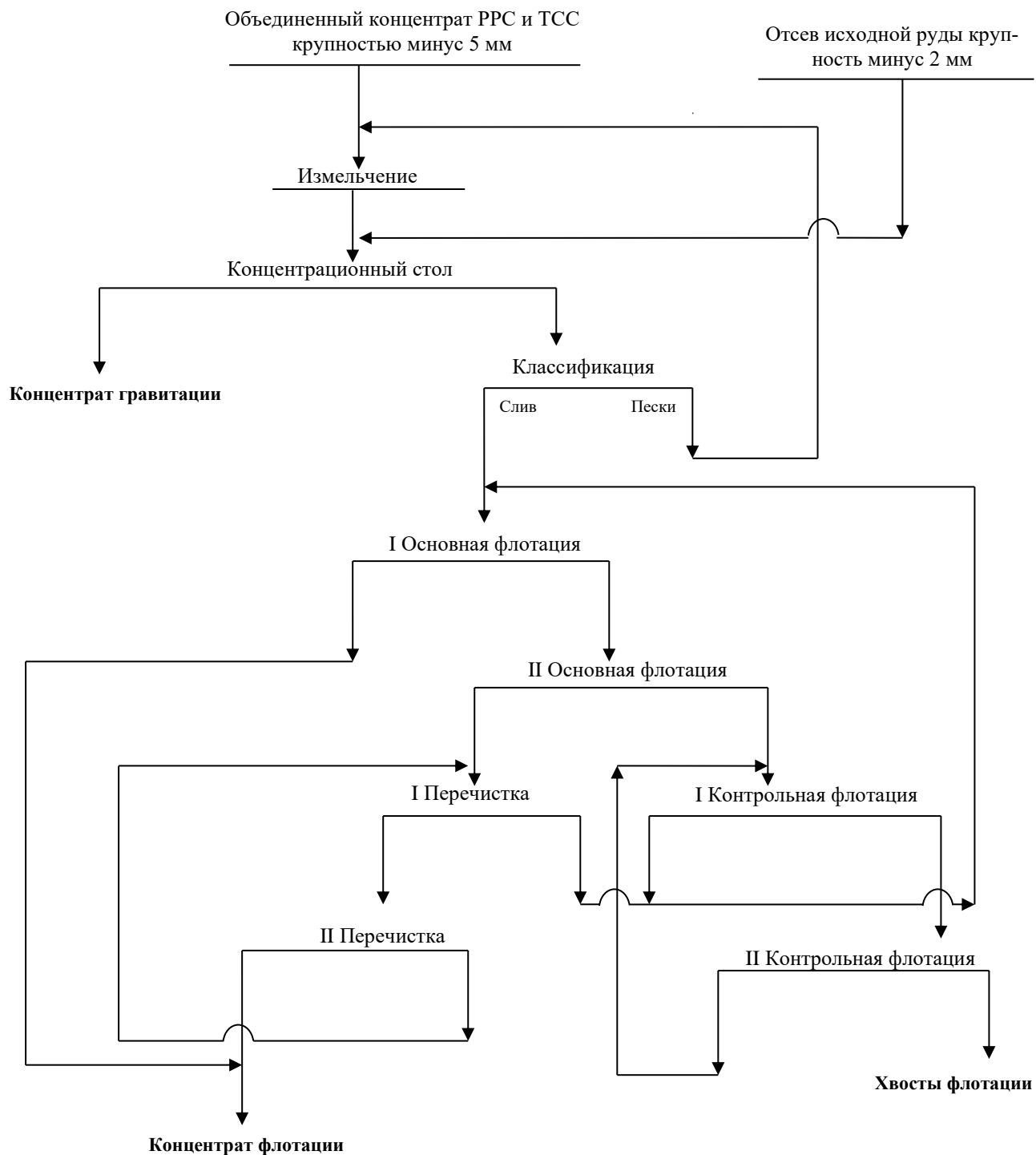
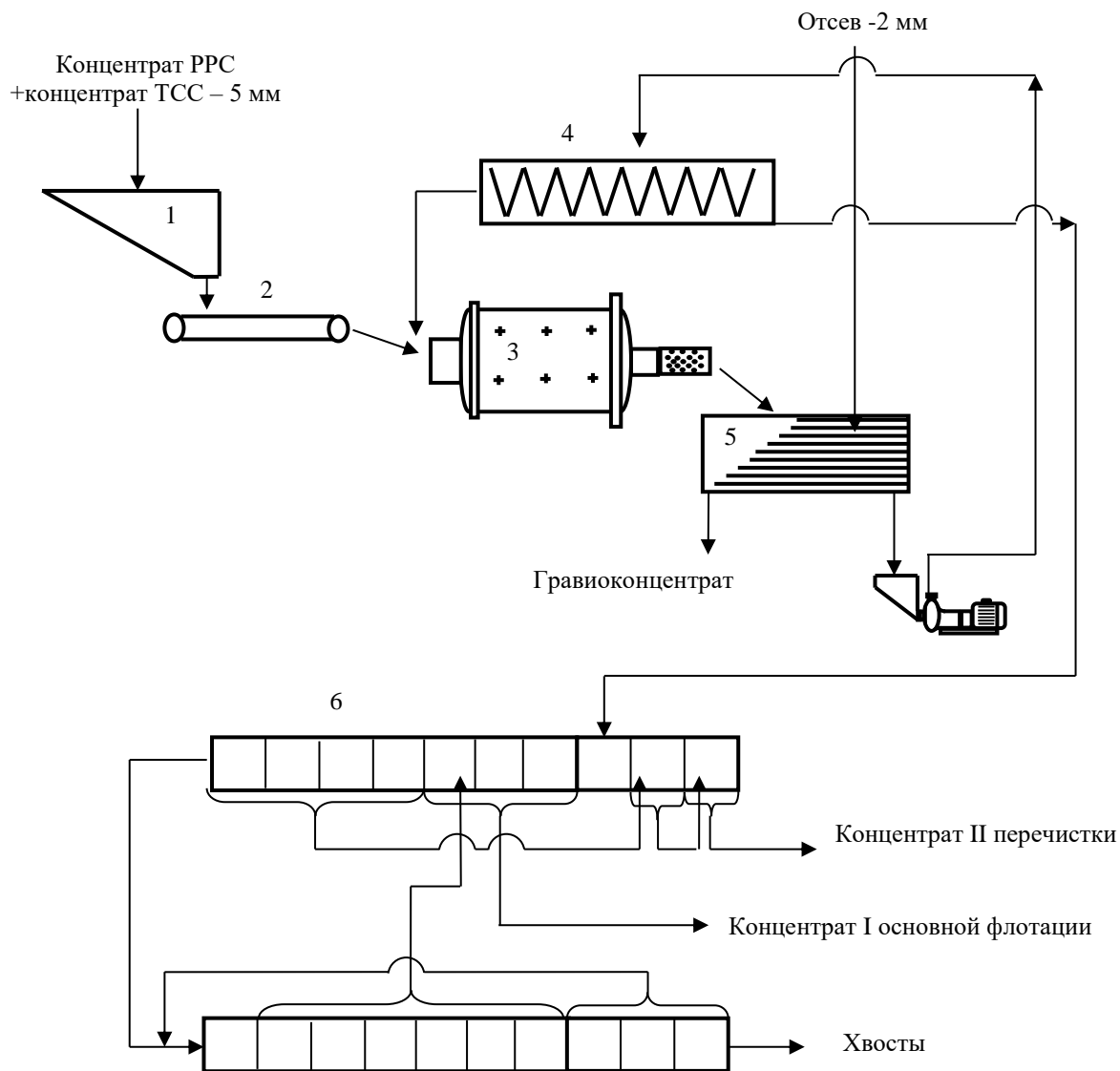


Рисунок 4.8 – Схема полупромышленных испытаний технологии обогащения руды месторождения «Жипхоша» (вариант I)



- 1 - бункер;
- 2 - питатель;
- 3 - мельница МШР 400x400, V =50 л;
- 4 - классификатор I КСН-1,5;
- 5 - концентрационный стол СКО-1;
- 6 - флотомашинa ФМ-1,2

Рисунок 4.9 – Схема цепи аппаратов полупромышленных испытаний технологии обогащения руды месторождение «Жипхоша» по варианту I – гравитационно-флотационная схема

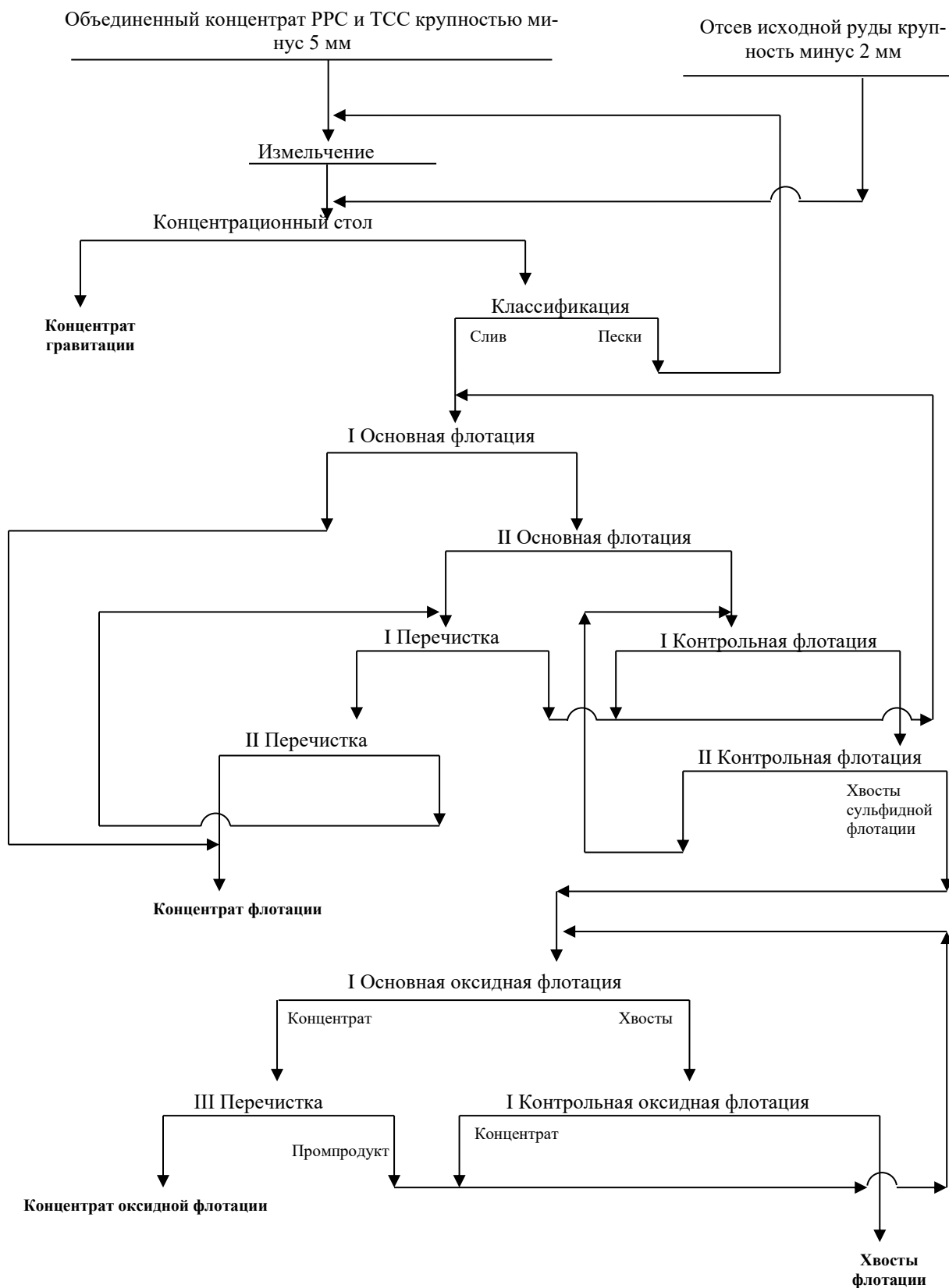


Рисунок 4.10 – Схема полузаводских испытаний технологии обогащения руды месторождения «Жипхоша» (вариант II)

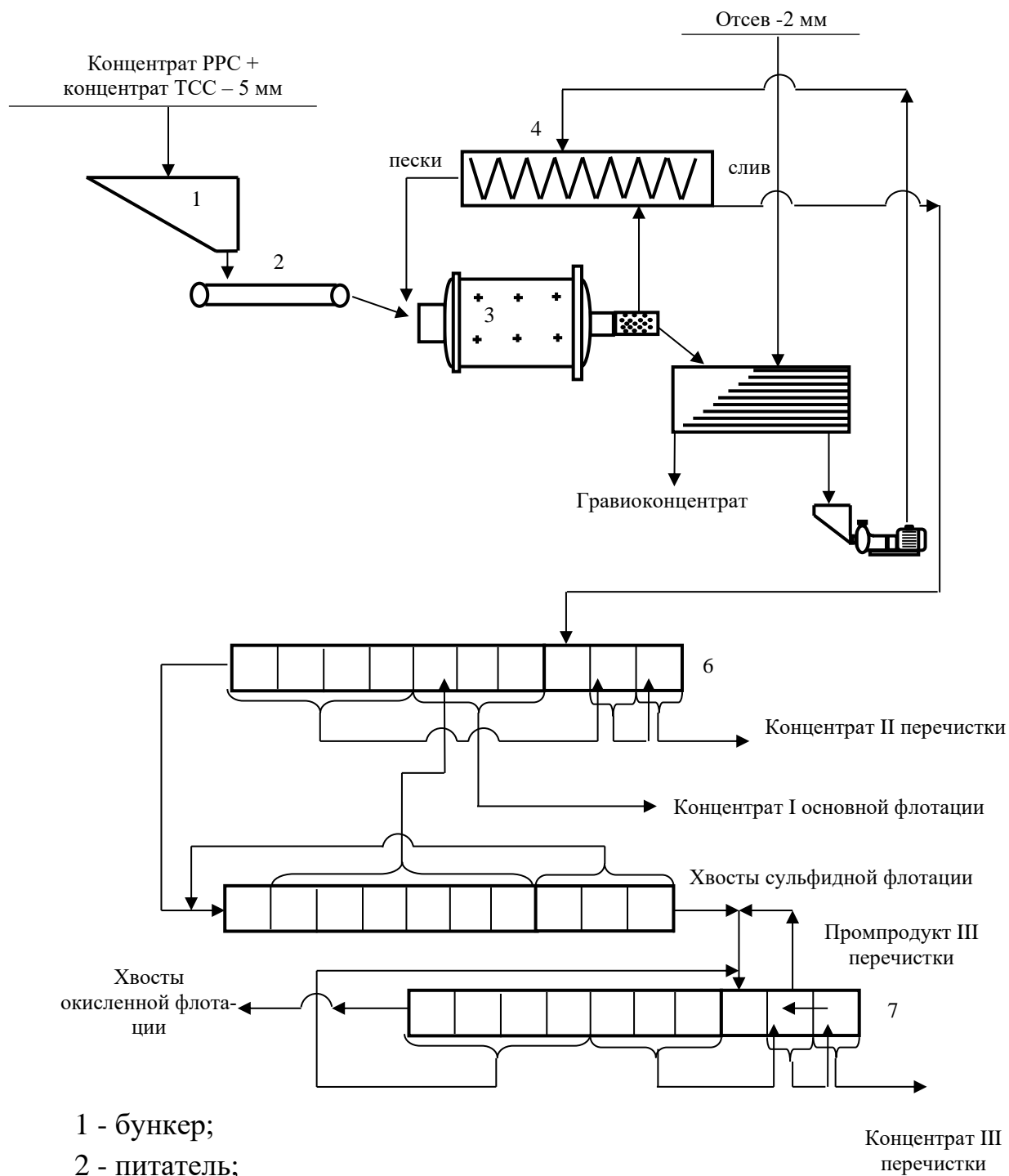


Рисунок 4.11 – Схема цепи аппаратов полупромышленных испытаний технологии обогащения руды месторождение «Жипхоша» по варианту II – гравитационно-флотационная схема

Определение параметров рудоподготовки

Для измельчения сшихтованного материала использовалась шаровая мельница МШР 400х400 вместимостью 50 л. В качестве мелющих тел в мельницу загружалась шихта шаров 40-45 % от объема мельницы.

Гранулометрические характеристики исходного питания и конечных продуктов измельчения приведены в таблице 4.12, по данным которой рассчитывалась удельная производительность по вновь образованному классу минус 0,071 мм (q_{74}):

$$q_{74} = \frac{Q(\beta - \alpha)}{V \cdot 100} \text{ кг/(л·ч)}, \text{ где}$$

Q – часовая производительность, кг/ч;

α и β – массовая доля класса минус 0,071 мм в исходном и конечном продуктах измельчения, %

V – вместимость мельницы, л.

Таблица 4.12 – Гранулометрические характеристики исходной руды и конечного продукта измельчения

Класс крупности, мм	Массовая доля классов, %	
	Исходная руда	Измельченный продукт (слив классификатора)
+5,0	0,4	-
-5,0+3,2	8,5	-
-3,2+2,0	26,3	-
-2,0+1,0	22,6	-
-1,0+0,5	13,8	-
-0,5+0,315	5,7	-
-0,315+0,2	4,9	0,5
-0,2+0,1	5,4	13,1
-0,1+0,071	1,3	9,0
-0,071	11,1	77,4
Итого	100,0	100,0

Производительность мельниц поддерживалась на уровне 40-45 кг в час, массовая доля класса минус 0,071 мм в конечном продукте 80 %. Удельная производительность по вновь образованному классу минус 0,071 мм шаровой мельницы МШР 400х400 составила 0,50-0,53 кг/(л·ч).

Режим и показатели измельчения и классификации представлены в таблице 4.13.

Таблица 4.13 – Режимные параметры и показатели рудоподготовки

Наименование показателей	Значение параметров
Тип мельницы	МШР 400х400
Вместимость, м ³	0,050
Степень загрузки шаров, %	45
Крупность шаров, мм	12-40
Шаровая загрузка, кг	110
Плотность пульпы на выходе мельницы, % твердого	65-70
Производительность, кг/ч	40-45
Удельная производительность, кг/(л·ч)	0,8
Удельная производительность по вновь образованному классу минус 0,074 мм, кг/(л·ч)	0,50-0,53
Плотность конечного продукта измельчения, % твердого	18-22
Массовая доля класса минус 0,074 мм в конечном продукте измельчения, %	80

Результаты испытаний

В период испытаний контроль за технологическим процессом осуществлялся ежечасно с помощью экспресс-анализов: весовым методом проводились замеры плотности (содержание твердого) продуктов измельчения и классификации; отмывкой продуктов на сите с размером ячейки 0,071 мм определялась их гранулометрическая характеристика по классу минус 0,071 мм. Балансовые пробы отбирались в течение смены через каждые 30 минут путем отсечки потока пульпы. Гранулометрическая характеристика продуктов обогащения определялась на пробах, отобранных за смену [109-111]. В таблице 4.14 приведена усредненная гранулометрическая характеристика основных продуктов схемы обогащения, в таблице 4.15 массовая доля твердого в продуктах по сменам.

Таблица 4.14 – Гранулометрическая характеристика продуктов рудоподготовки и обогащения (выход класса, %)

Наименование продуктов	Класс крупности, мм							
	+2,0	-2,0+1,0	-1,0+0,5	-0,5+0,315	-0,315+0,2	-0,2+0,1	-0,1+0,071	-0,071
Исходное питание:	35,2	21,1	13,5	5,9	5,2	6,0	1,2	11,4
в т.ч. концентраты РРС и ТСС	32,0	23,7	14,0	6,7	5,6	6,3	1,6	10,1
отсев (- 2 мм)	1,2	27,0	21,9	9,4	8,0	9,2	2,1	21,2
Выход мельницы	0,2	4,3	6,0	7,1	16,6	34,2	4,2	27,4
Концентрат стола	-	10,7	2,6	6,5	19,0	43,6	7,8	9,8
Хвосты стола	1,1	4,5	5,4	5,9	15,6	36,6	4,2	26,9
Слив классификатора	-	-	-	-	0,5	13,1	9,0	77,4
Пески классификатора	1,9	5,1	8,2	9,0	21,5	40,0	4,1	10,2
Концентрат I осн. флотации	-	-	-	-	-	-	2,0	98,0
Концентрат II перечистки	-	-	-	-	-	-	20,3	79,7
Хвосты II контр. флотации	-	-	-	-	1,3	14,9	9,5	74,3

По данным гранулометрического анализа выявлено, что в исходной руде готового класса минус 0,071 мм содержится 11,4 %. Содержание готового класса в сливе и песках классификации 77,4 % и 10,2 %, соответственно, что свидетельствует о высокой эффективности работы применяемого классификатора.

Таблица 4.15 – Массовая доля твердого в продуктах по сменам

Наименование продуктов	Массовая доля твердого, %				
	31.11	1.12	2.12	3.12	4.12
Выход мельницы		64,8	69,6	69,4	68,3
Концентрат стола	9,2	15,4	29,4	-	-
Хвосты стола		29,1	32,4	-	-
Слив классификатора	24,6	16,3	15,0	22,8	24,5
Пески классификатора		72,1	77,5	71,7	75,4
Концентрат I основной флотации	16,3	20,9	18,1	30,9	23,2
Концентрат II перерешетки	14,1	10,7	19,1	23,4	33,6
Концентрат II основной флотации		5,1	4,8	5,3	6,1
Концентрат I контрольной флотации		4,1	3,9	6,6	5,3
Концентрат II контрольной флотации		4,4	5,1	5,3	4,6
Хвосты II контрольной флотации	13,7	15,2	13,9	19,7	18,2
Промпродукт I перерешетки		3,5	3,2	3,6	4,1

Полученные показатели массовых долей твердого в продуктах переработки свидетельствуют о качественном ведении технологического процесса согласно режимным разработанным параметрам.

Для получения сурьмяного концентрата при флотации использовались реагенты: активатор – азотнокислый свинец ($Pb(NO_3)_2$); собиратели – бутиловый ксантогенат калия (БКК) и диэтилдитиокарбонат натрия ($ДЭДК_{Na}$), вспениватель – Т-92, комплексный реагент собиратель $КС_{Sb}$. Флотация хвостов гравитации осуществлялась при условиях, представленных в таблице 4.16.

Показатели обогащения по двум вариантам схемы – гравитационно-флотационной и флотационной – приведены в таблицах 4.17-4.19.

Таблица 4.16 – Режим и условия флотации

Наименование операций	Тип реагента	Расход реагентов на 1 т руды, г		Продолжительность флотации, мин
		Варианты 1	Вариант 2	
I Основная сульфидная флотация	$Pb(NO_3)_2$	100	100	5
	БКК	50	50	
	ДЭДК _{Na}	100	100	
	T-92	40	40	
II Основная сульфидная флотация	$Pb(NO_3)_2$	100	100	5
	БКК	50	50	
	ДЭДК _{Na}	100	100	
	T-92	20	20	
I контрольная сульфидная флотация	$Pb(NO_3)_2$	100	100	10
	БКК	40	40	
	ДЭДК _{Na}	80	80	
	T-92	-	-	
II контрольная сульфидная флотация	Без реагентов		5	
I перечистка сульфидная	То же		5	
II перечистка сульфидная	То же		3	
I основная оксидная флотация	КС _{Sb}	-	480	10
	T-92	-	20	
I контрольная оксидная флотация	КС _{Sb}	-	120	5
	T-92	-	10	
III перечистка оксидная	Жид. Стекло	-	20	3
Общий расход реагентов	$Pb(NO_3)_2$	300	300	-
	БКК	140	420	
	ДЭДК _{Na}	280	280	
	T-92	60	110	
	КС _{Sb}	-	600	

Таблица 4.17 – Баланс металлов в продуктах гравитационно-флотационной схемы обогащения (вариант 1)

Наименование продуктов	Смена 1-3 – 31.11.12-2.12.12		
	Выход, %	Содержание, %	Извлечение, %
		Sb	
Концентрат гравитации, в т.ч.:	6,32	32,85	27,0
концентрат перечистки	3,14	51,4	21,0
Промпродукт	0,41	28,1	1,5
Хвосты	2,77	12,5	4,5
Концентрат сульф. флотации, в т.ч.:	8,59	45,66	51,0
концентрат основной флотации	6,59	41,78	35,8
концентрат II перечистки	2,0	58,44	15,2
Хвосты флотации	85,09	1,99	22,0
Исходная руда	100,0	7,69	100,0

Таблица 4.18 – Баланс металла в продуктах по схеме обогащения (вариант 2)

Наименование продуктов	Смена 4-5 – 4.12.12-5.12.12		
	Выход, %	Содержание, %	Извлечение, %
		Sb	
Концентрат гравитации, в т.ч:	6,41	30,52	25,7
концентрат перерешетки	3,51	44,66	20,6
промпродукт	0,46	31,44	1,9
хвосты	2,44	9,98	3,2
Концентрат сульфидной флотации, в т.ч.:	8,63	47,53	53,9
концентрат основной флотации	6,68	44,25	38,84
концентрат II перерешетки	1,95	58,77	15,06
Концентрат оксидной флотации Sb	4,59	15,1	9,1
Хвосты флотации	80,37	1,07	11,3
Исходная руда	100,0	7,61	100,0

Таблица 4.19 – Показатели обогащения руды в период полупромышленных испытаний

Дата, смена	Переработка руды, кг	Содержание в смеси		Концентрат гравитации		
		Sb, %	Выход, %	Сурьма, %		
				Содержание	Извлечение	
31.11.12 (1)	220	7,83	6,26	35,8	28,6	
01.12.12 (2)	217	7,65	6,52	33,4	28,5	
02.12.12 (3)	217	7,58	6,18	30,9	25,2	
Ср. знач. 1-3 смен	654	7,69	6,32	32,85	27,0	
03.12.12 (4)	220	7,59	6,35	30,6	25,6	
04.12.12 (5)	205	7,63	6,47	30,4	25,8	
Ср. знач. 4-5 смены	425	7,61	6,41	30,5	25,7	

Таблица 4.20 – Показатели обогащения руды в период полупромышленных испытаний

Дата, смена	Концентрат флотации						Хвосты флотации		
	Выход, %		Сурьма, %				Выход, %	Сурьма, %	
			Содержание		Извлечение			Содержание	Извлечение
	Сульф.	Оксид.	Сульф.	Оксид.	Сульф.	Оксид.	-	-	-
31.11.12 (1)	8,74	-	44,8	-	50,0	-	85,00	2,06	22,3
01.12.12 (2)	8,12	-	49,0	-	52,0	-	85,36	1,99	22,2
02.12.12 (3)	8,92	-	43,3	-	51,0	-	84,90	1,92	21,5
Ср. знач. 2 и 3 смен	8,59	-	45,7	-	51,0	-	85,09	1,99	22,0
03.12.12 (4)	8,61	4,56	47,0	15,1	53,3	9,1	80,45	1,08	11,4
04.12.12 (5)	8,65	4,62	48,08	15,2	54,5	9,2	80,29	1,07	11,2
Ср. знач. 4 и 5 смен	8,63	4,59	47,53	15,1	53,9	9,1	80,37	1,07	11,3

В ходе проведенных полупромышленных испытаний получены следующие результаты (таблицы 4.19 и 4.20):

- по гравитационно-флотационной схеме (вариант I) при исходном содержании сурьмы 7,69 % получено общее извлечение на уровне 78,0 %. Гравитационным обогащением извлекается порядка 27,0 % сурьмы, при содержании 33,0 %, далее с хвостов гравитации флотационным обогащением доизвлекается 51,0 % металла, потери Sb составляют 22,0, при содержании сурьмы 1,99 %.

- по гравитационно-флотационной схеме (вариант II) флотационное обогащение проводилось с использованием дополнительного узла флотации оксидной Sb, для доизвлечения оксидных форм сурьмы с применением нового реагента собирателя KC_{Sb} . При обогащении исходного продукта по варианту II общее извлечение сурьмы составило 88,7 %, при исходном содержании металла 7,61 %. Гравитационным методом извлекается порядка 25,7 % сурьмы, при содержании 30,5 %, из хвостов гравитации доизвлекается флотационным обогащением 63,0 %, из них на долю сульфидной флотации приходится 53,9 %, на долю флотации оксидной Sb – 9,1 %. Потери с хвостами флотации составляют 11,3 % с содержанием 1,07 %.

Исходя из сводных результатов испытаний (см. табл. 4.19), для обогащения рекомендуется использование гравитационно-флотационной схемы с доизвлечением оксидных форм сурьмы.

Баланс металла в продуктах полупромышленных испытаний приведен в таблице 4.21.

Таблица 4.21 – Баланс металлов в продуктах при проведении полупромышленных испытаний

Наименование продуктов	Выход		Содержание, % Sb	Распределение, % Sb
	кг	%		
Переработка	1067,7	98,95	7,74	98,81
Зачистка схемы, в т. ч	11,3	1,05	8,78	1,19
бутара мельницы	2,0	0,20	2,33	0,06
шнек МШР	3,1	0,28	10,79	0,39
постель классификатора	5,4	0,50	10,7	0,69
разгрузка МШР	0,8	0,07	5,5	0,05
Итого:	1079,0	100,0	7,75	100,0

Анализируя в целом результаты полупромышленных испытаний, следует отметить следующее:

- результаты полупромышленных испытаний подтвердили технологические показатели, полученные при выполнении лабораторной стадии работы;

- технологическое извлечение сурьмы при обогащении по гравитационно-флотационной схеме с доизвлечением оксидных форм сурьмы на 9,1 % выше, чем при гравитационно-флотационной;

- из исходной руды с содержанием сурьмы порядка 7,61 % получен объединенный флотационный концентрат (сульфидный и оксидный концентраты) с общим содержанием сурьмы 36,3 %, что соответствует марке КСУФ-3 ТУ 1726-002-00201655-2004 [90]. Общее извлечение сурьмы по гравитационно-флотационной схеме обогащения составило 88,7 %. Потери сурьмы в хвостах составили 11,3 % при содержании 1,07 %;

- рекомендуется использовать в качестве собирателя оксидных форм сурьмы комплексный реагент $КС_{Sb}$ в соотношении 1:1:0,2.

Предварительный расчет качественно-количественных показателей по полной схеме переработки исходной руды месторождения Жипхоша приведен на рисунке 4.12 и в таблице 4.22.

Таблица 4.22 – Балансовые показатели извлечения сурьмы из исходной руды месторождения «Жипхоша», рассчитанные на основании результатов полупромышленных испытаний

Наименование продуктов	Выход, %	Содержание Sb, %	Извлечение Sb, %
Концентрат гравитации	1,76	30,5	24,2
Концентрат флотации	3,40	36,3	55,7
Общие хвосты, в т.ч.	94,84	0,47	20,1
Хвосты РРС	58,4	0,26	6,9
Хвосты ТСС	14,1	0,37	2,4
Хвосты оксидной флотации	22,34	1,07	10,8
Исходная руда	100,0	2,21	100,0

Из руды с содержанием сурьмы 2,21 % извлечение сурьмы, предположительно, составит 79,9 %, с получением товарных концентратов марки КСУФ-2. Содержание сурьмы в хвостах обогащения – 0,47 %, повышенное содержание сурьмы в хвостах флотации (1,07 %) связано с присутствием значительной части сурьмы в оксидной форме.

Результаты проведенных исследований дают основание рекомендовать комплексный реагент КС_{Sb} для обогащения сурьмяных руд других месторождений.

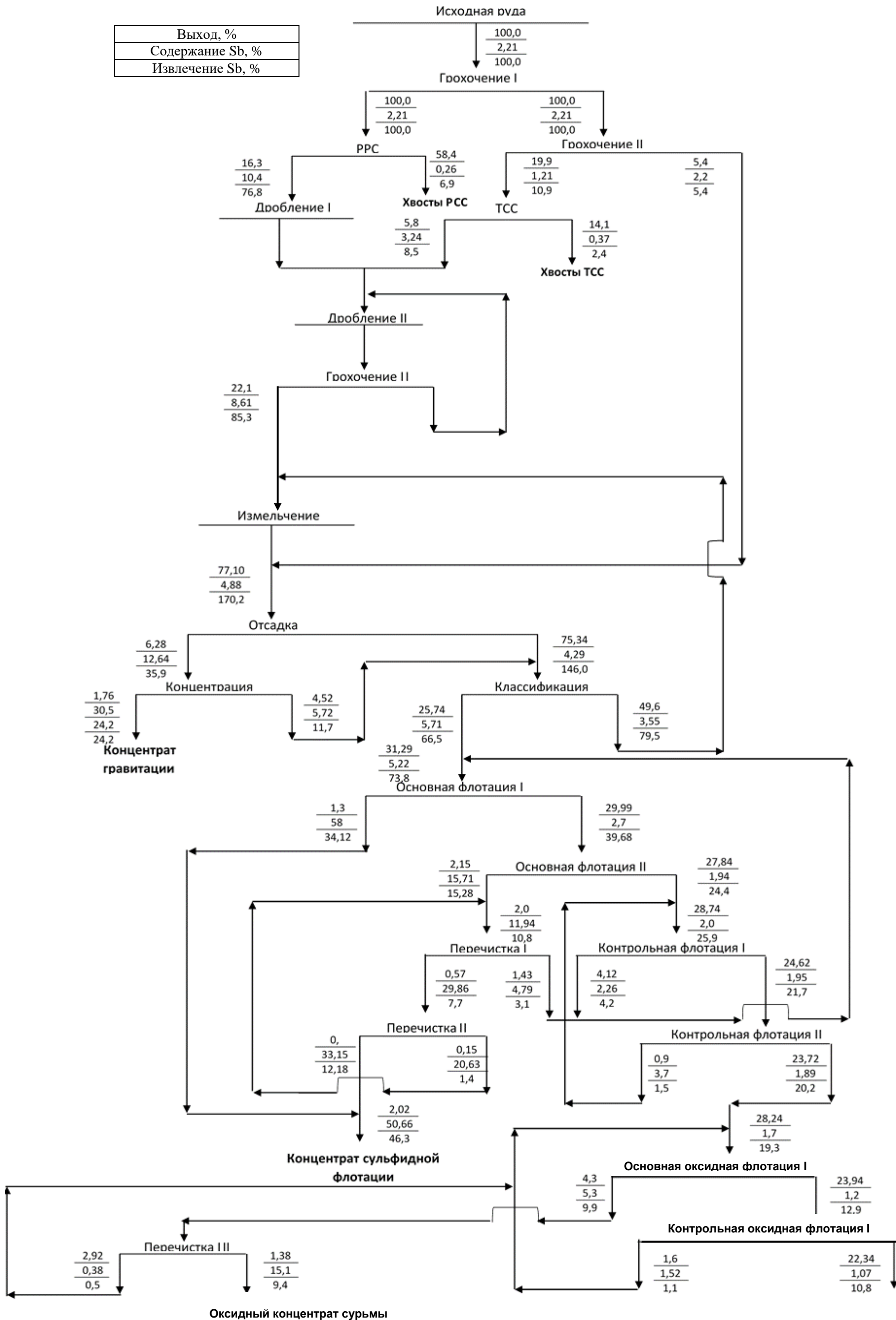


Рисунок 4.12 – Качественно-количественная схема обогащения руды месторождения «Жипхоша» с использованием результатов полупромышленных испытаний

4.5 Исследование нового реагента-собираателя KC_{Sb} при переработке руд месторождения «Удере́йское»

После получения положительных результатов при переработке руд месторождения «Жипхоша» с применением нового реагента-собираателя KC_{Sb} проведены аналогичные исследования на продуктах обогащения (хвостах сульфидной флотации), полученных при переработке руд месторождения «Удере́йское» [108, 109].

В хвостах сульфидной флотации массовая доля сурьмы составляла 0,55-0,56 %, из которых, по результатам фазового анализа на сурьму, 50 % ценного компонента находилось в оксидной форме. С целью увеличения извлечения оксидной Sb исследованы реагенты на основе олеата натрия, синтезированные в институте ИрИХ: олеат натрия 69 % + моноалкилтриоксипропиленгликоль 3,2 % (P-4), олеат натрия 69 % + алкилдиметилбензиламмоний олеат 5,4 % (P-5) и комплексный реагент (KC_{Sb}). Полученные результаты приведены в таблице 4.22.

При использовании реагентов P-4 и P-5 полученные флотоконцентраты оксидной флотации отличались низким содержанием ценного компонента, после двух перечисток содержание сурьмы в концентратах составляло не более 3,57 % при извлечении 2,2-2,3 % от исходной руды, дополнительная подача аполярного реагента (керосин) при расходе 80 г/т повысила извлечение только до 2,9 % (эксперимент 3).

В опытах с подачей в оксидную флотацию KC_{Sb} извлечение ценного компонента в концентрат возросло до 9,0 % при содержании сурьмы 8,6 % (эксперимент 5). Увеличение расхода жидкого стекла до 200 г/т (эксперимент 6) сказалось отрицательно – снизилось как качество концентрата оксидной флотации и концентрата перечистки (4,63 %), так и извлечение ценного компонента (3,7 %). Таким образом, из проверенных реагентов лучшие показатели по извлечению сурьмы получены в опыте 5 при использовании комплексного реагента KC_{Sb} : содержание сурьмы в хвостах сульфидной флотации 0,56 % снижено до 0,31 %. На основании вышеизложенного, для снижения потерь сурьмы с хвостами флотации представляет интерес продолжение исследований по оптимизации режима оксидной флотации с использованием комплексного реагента KC_{Sb} .

Таблица 4.22 – Показатели флотации исходной руды с использованием реагентов Р-4, Р-5 и КС_{Sb}

№ п/п	Наименование продуктов	Выход, %	Содержание Sb, %	Извлечение Sb, %	Условия * оксид. флотации
1	Концентрат сульфидной флотации, в т.ч.:	24,99	5,02	74,3	рН-9,5, Р-4 – 200 г/т Продолжительность 8 мин
	основной	14,02	8,15	67,4	
	контрольной	10,97	1,07	6,9	
	Концентрат оксидной флотации, в т. ч.:	26,66	0,97	15,4	
	концентрат перерешетки	3,18	2,16	4,0	
	промпродукт перерешетки	23,48	0,82	11,4	
	Объединенный концентрат	51,65	2,94	89,7	
	Хвосты флотации	48,35	0,36	10,3	
Исходная руда	100,0	1,69	100,0		
2	Концентрат сульфидной флотации, в т.ч.:	24,34	4,94	74,6	рН-9,5, ж.ст. -100, Р-4 – 150+150+ 150 Продолжительность 8 мин
	основной	16,07	6,90	68,7	
	контрольной	8,27	1,14	5,9	
	Концентрат оксидной флотации, в т. ч.:	16,73	0,93	9,7	
	концентрат перерешетки	1,12	3,32	2,3	
	промпродукт I перерешетки	13,33	0,62	5,1	
	промпродукт II перерешетки	2,28	1,61	2,3	
	Объединенный концентрат	41,07	3,3	84,3	
Хвосты флотации	58,23	0,43	15,7		
Исходная руда	100,0	1,61	100,0		
3	Концентрат сульфидной флотации, в т.ч.:	19,24	6,3	73,6	рН-9,5, ж.ст. -100, Р-5– 150+150+ 150, керо- син – 80, продолжи- тельность 8 мин
	основной	12,72	9,11	69,8	
	контрольной	6,52	0,97	3,8	
	Хвосты сульфидной флотации	80,76	0,54	56,4	
	Концентрат оксидной флотации, в т. ч.:	18376	1,02	11,5	
	концентрат перерешетки	1,39	3,44	2,9	
	промпродукт I перерешетки	13,64	0,58	4,8	
	промпродукт II перерешетки	3,73	1,68	3,8	
Объединенный концентрат	38,00	3,72	85,1		
Хвосты флотации	62,00	0,40	14,9		
Исходная руда	100,0	1,66	100,0		
4	Концентрат сульфидной флотации, в т.ч.:	20,30	6,07	73,8	рН-9,5, ж.ст. - 100, Р-5– 150+150+ 150, продолжи- тельность 8 мин
	основной	13,13	8,74	68,9	
	контрольной	7,17	1,15	4,9	
	Хвосты сульфидной флотации	79,7	0,55	26,2	
	Концентрат оксидной флотации, в т. ч.:	16,02	1,09	10,5	
	концентрат перерешетки	1,04	3,57	2,2	
	промпродукт I перерешетки	13,06	0,77	6,1	
	промпродукт II перерешетки	1,92	1,86	2,2	
Объединенный концентрат	36,32	3,88	84,3		
Хвосты флотации	63,68	0,41	15,7		
Исходная руда	100,0	1,67	100,0		

Продолжение таблицы 4.22

№ п/п	Наименование продуктов	Выход, %	Содержание Sb, %	Извлечение Sb, %	Условия * оксид. флотации
5	Концентрат сульфидной флотации, в т.ч.:	27,64	4,64	75,9	pH-9,5, ж.ст. -100, КС _{Sb} – 300, продолжи- тельность 10 мин
	основной	15,66	7,39	68,5	
	контрольной	11,98	1,04	7,4	
	Хвосты сульфидной флотации	72,36	0,56	24,1	
	Концентрат оксидной флотации, в т. ч.:	15,3	1,50	13,6	
	концентрат перерешетки	1,77	8,6	9,0	
	промпродукт I перерешетки	12,68	0,56	4,2	
	промпродукт II перерешетки	0,85	0,72	0,4	
	Объединенный концентрат	42,94	3,52	89,5	
	Хвосты флотации	57,06	0,31	10,5	
	Исходная руда	100,0	1,69	100,0	
6	Концентрат сульфидной флотации, в т.ч.:	24,34	5,35	74,8	pH-9,5, ж.ст. -200, КС _{Sb} – 300, продолжи- тельность 10 мин
	основной	15,37	7,82	69,2	
	контрольной	8,97	1,08	5,6	
	Хвосты сульфидной флотации	75,66	0,58	25,2	
	Концентрат оксидной флотации, в т. ч.:	15,06	1,13	9,8	
	концентрат перерешетки	1,40	4,63	3,7	
	промпродукт I перерешетки	12,42	0,66	4,7	
	промпродукт II перерешетки	1,24	1,94	1,4	
	Объединенный концентрат	39,4	3,60	81,6	
	Хвосты флотации	60,60	0,44	15,4	
	Исходная руда	100,0	1,74	100,0	

Примечание: * в первую перерешетку концентрата окисленной флотации подавали жидкое стекло при расходе 80 г/т; во всех опытах постоянные условия сульфидной флотации: pH-6,86, расход реагентов на 1 т, г: основная; флотация – Pb(NO₃)₂ – 200, БКК – 75, Т-92 – 60, контрольная – Pb(NO₃)₂ – 100, БКК – 50, Т-92 – 20; продолжительность операций, мин: основной -10, контрольной – 10.

Выводы по главе 4:

С целью изыскания возможности совершенствования реагентного режима для обеспечения оптимальных условий процесса флотации сурьмяных руд проведен комплекс исследований на пробе хвостов сульфидной флотации смешанной сурьмяной руды месторождения «Жипхоша» и частично оксидной золотосурьмяной руды Удерейского месторождения.

Полученные результаты исследований по флотационному обогащению руды месторождения «Жипхоша» показали, что при испытаниях во флотационном

обогащении оксидных форм сурьмы предложенный новый комплексный реагент-собирающий KC_{Sb} , является более эффективным, чем известные реагенты-собирающие.

Разработан технологический и реагентный режим ведения оксидного цикла флотации: крупность помола – 75-80% класса минус 0,071 мм; $pH \geq 9,5$; плотность пульпы 25 %; расход KC_{Sb} 10 % – 600 г/т (основная – 480 + контрольная – 120); расход жидкого стекла – 120 г/т. Время флотации: основной – 10 мин., контрольной – 10 мин.; перечистная флотация – 3 мин. Время агитации с реагентом собирающим – 3 мин.

Технологическое извлечение ценного компонента возможно увеличить на 9,1 %, с получением оксидного концентрата, содержащего 15,1 % сурьмы. При этом качество в объединенном флотоконцентрате (концентрат флотационный сульфидный – концентрат флотационный оксидный) составит на уровне 36,3 % и общее извлечение процесса флотации – 55,7 %, что соответствует требованиям ТУ для переработки сурьмяных концентратов [110].

Результаты исследований с использованием комплексного реагента KC_{Sb} рекомендуется использовать при разработке технологии обогащения смешанных и окисленных сурьмяных руд других месторождений.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В диссертации, на основе выполненных автором экспериментально-теоретических исследований извлечения оксидных форм сурьмы, с применением эффективного и дешёвого комплексного реагента-собирателя KC_{Sb} , решена актуальная научно-практическая задача совершенствования технологии обогащения сурьмяных руд, имеющая существенное значение для развития горноперерабатывающей отрасли.

Основные научные и практические результаты заключаются в следующем:

1. Экспериментально установлено, что извлечение сурьмы в товарную продукцию зависит от форм нахождения металла в руде. Основные потери сурьмы при обогащении связаны с оксидными формами металла (валентинит, стибиконит, кермесит). Для извлечения оксидных минералов сурьмы применяют жирнокислотные собиратели катионного типа, углеводороды, нефтяные масла и сланцевую смолу, при этом флотация более эффективно проходит в щелочной среде при рН не менее 9,5.

2. В результате поисковых работ предложен новый комплексный реагент-собиратель оксидных форм сурьмы KC_{Sb} , состоящий из трех жирнокислотных компонентов: хлопковый соапсток «Даллес»; водная паста натриевых солей карбоновых кислот «БТ-1С»; натриевые соли аспарагиновой кислоты «Аспарал Ф».

3. Физико-химическими методами ЯМР, хромато-масс и ИК-спектроскопии изучен и определен состав KC_{Sb} , который представлен на 31 % насыщенными жирными кислотами (пальмитиновая – 28 %, стеариновая – 3 %) и на 58 % - ненасыщенными и полиненасыщенными жирными кислотами (линолевая – 35 %, олеиновая – 23 %). В незначительной мере присутствуют парафины – 7 %, которые оказывают влияние на поверхностное натяжение, и аспарагиновая кислота – 2 %, которая создает необходимый баланс при сорбции во флотационном обогащении.

4. С помощью квантовохимических расчётов впервые установлен хемосорбционный характер взаимодействия нового комплексного реагента-собирателя KC_{Sb} с минеральной поверхностью оксидных форм сурьмы.

5. На основании теоретических и экспериментальных исследований разработаны основные режимные параметры цикла флотации оксидных форм сурьмы: тонина помола – 75-80% класса минус 0,071 мм; $\text{pH} \geq 9,5$; плотность пульпы - 25 %; расход КС_{Sb} 10 % – 600 г/т; расход жидкого стекла – 120 г/т; время флотации: основной – 10 мин., контрольной – 10 мин.; перечистой флотации – 3 мин; время агитации с реагентом собирателем – 3 мин.

6. В полупромышленных испытаниях подтверждены результаты лабораторных опытов. При использовании комплексного реагента-собирающего КС_{Sb} , получен товарный сурьмяный флотоконцентрат (содержание Sb – 36,3 %), соответствующий требованиям перерабатывающих заводов, предъявляемым к сурьмяным концентратам марки КСУФ-3 (содержание Sb 30-40 %).

7. Полным факторным экспериментом с использованием критерия Стьюдента с вероятностью 95 % установлена эффективность флотационного обогащения оксидных форм сурьмы (адекватность модели).

8. В результате применения реагента-собирающего КС_{Sb} в цикле флотационного обогащения оксидных форм сурьмы, на примере обогащения руды Западного участка сурьмяного месторождения «Жипхоша», получен экономический эффект, составляющий в денежном выражении 30,38 млн. руб/год.

9. На основании выполненных исследований разработан технологический регламент по переработке сурьмяной руды месторождения «Жипхоша».

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Об утверждении методических рекомендаций по применению классификации запасов месторождений и прогнозных ресурсов твердых полезных ископаемых [Электронный ресурс]. – Министерство природных ресурсов РФ. – Распоряжение от 5 июня 2007 г. – №37-р. – Режим доступа [http://docs/cntd.ru/document/902305753](http://docs.cntd.ru/document/902305753).
2. HENCKENS, M.L.C.M., DRIESSEN, P.P.J., WORRELL, E. How can we adapt to geological scarcity of antimony? Investigation of antimony's substitutability and of other measures to achieve a sustainable use // *Resour. Conserv. – Recy.* – 2016. – 108. – S. 54-62.
3. Bhatti A. M., Kazmi R. K., Nizami S. M., Anwar S. M., Saleemi A. A., Butt K. Mineralogical and Liberation Characteristics of Antimony Ore of Chitral NWFP // – Pakistan. – 2009. – *J. Chem. Soc. Pak.* Vol. – 31 No. 1, – pp. 39-45.
4. Золотосурьмяная промышленность. Министерство промышленности и геологии Республики Саха «Якутия» [Электронный ресурс]. – 2018. – Режим доступа: <https://minprom.sakha.gov.ru/zoloto-surmjanaja-promyshlennost>.
5. Соложенкин, П. М. Обогащение сурьмяных руд Забайкалья / П. М. Соложенкин, Е. В. Бондаренко, Е. В. Чертогова // *Обогащение руд.* – 2008. – № 1. – С. 15.
6. Соложенкин, П. М. Комплексное использование сурьмяных руд Забайкальского края / П. М. Соложенкин, Е. В. Бондаренко: материалы III междунар. науч.-практ. конф., посвящ. Году планеты Земля и 85-летию Республики Бурятия. – Улан-Удэ: Правительство Республики Бурятия. – 2008. – С. 277.
7. Соложенкин, П. М. Инновационные технологии переработки золото-сурьмяных материалов (на примере извлечения сурьмы и золота из хвостов Сарылахской обогатительной фабрики) / П. М. Соложенкин // *Современные проблемы обогащения и глубокой комплексной переработки минерального сырья: материалы*

международ. совещания «Плаксинские чтения». – Владивосток: – 2008. – Ч. 1. – С. 229.

8. Производство и импорт сурьмяной продукции ООО «Хаучан» [Электронный ресурс]. – 2015. – Режим доступа: http://ru.antimony-cn.com/Quality_Cataly.php.

9. Геологическая служба США (USGS). Статистика по сурьме [Электронный ресурс]. – 2015. – Режим доступа: <http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/antimony>.

10. А.Ф. Ян. Минералогическое исследование руд цветных и редких металлов / А.Ф. Ян – М.: Недра. – 1967. – С. 257.

11. ГОСТ р 59117 – 2020 Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии. Национальный стандарт Российской Федерации. Концентрат сурьмяный. Технические условия. – М.: Стандартинформ. – 2020. – 28 с.

12. Технология обогащения комплексных руд Китая. // Обзорная информация. – Выпуск 1. – М., 1992. – С. 54.

13. Мельников, С.М. Сурьма / С.М. Мельников, А.А. Розловский, А.М. Шуклин. // – Издательство М.: «Металлургия». – 1977 г. – С. 535.

14. Бочаров, В.А. Технология обогащения полезных ископаемых: В 2т. Т.1: Минерально-сырьевая база полезных ископаемых. Обогащение руд цветных металлов, руд и россыпей редких металлов. – М.: Издательский дом «Руда и металлы». – 2007. – 472 с.

15. Клебанов, О.Б. Справочник технолога по обогащению руд цветных металлов. – М., «Недра». – 1974. – 472 с.

16. Минеральные ресурсы России и других стран СНГ на начало 1998 года // Справочник. – М.: МПР РФ. ГНПП "Аэрогеология". – 1999. – С. 163-168.

17. Мязин, В.П. Обогащение и переработка сурьмяных руд Восточного Забайкалья: монография / В.П. Мязин, Л.В. Шумилова, О.А. Поляков; Забайкал. гос. ун-т. – Чита: – ЗабГУ. – 2015. – 223 с.

18. Васильев, В.Г. Сурьмяные оруденения Восточного Забайкалья / В.Г. Васильев // Новый век. Новые открытия Межрегиональной конференции,

посвященной 40-летию Забайкальского комплексного научно-исследовательского института. – Чита. – 2001. – С. 65-76.

19. Васильев, В.Г. Восточно-Забайкальская сурьмяная провинция (типы оруденения, условия образования, перспективы освоения) / В.Г. Васильев. – Чита: Экспресс-изд-во. – 2013. – 228 с.

20. Белаш, Ф.Н. Опыт работы Кадамжайской сурьмяной фабрики / Ф.Н. Белаш // Цветные металлы. – 1939 г. – №2. – С. 76-93.

21. Круглов, М.С. Пуск Кадамжайской фабрики №2 / М.С. Круглов // Цветные металлы. – 1941 г. – № 8. – С. 22-26.

22. Алексеев, Л.М. Опыт обогащения руды Кадамжайского месторождения / Алексеев, Л.М. // Цветные металлы. – 1931 г. – №9. – С. 35-41.

23. Вериги, И.Н. К вопросу обогащения сурьмяных руд / И.Н. Вериги // Горнообогатительный журнал. – 1937 г. – № 1. – С. 34-36.

24. Плаксин, И.Н., Шукакидзе Н.Д. Сравнительное изучение флотуемости антимонита трех месторождений в зависимости от рН среды / И.Н. Плаксин, Н.Д. Шукакидзе // Цветная металлургия. – Изв. Вузов. – 1960 г. – №6. – С. 42-45.

25. Derjaguin B.V., Shukakidse N.D. Dependence of the flotability antimonte on the value of zenta-potential. – Bull. Inst. Mining and Metallurgy. – Trans., 1960, vol. 70. – №10. – p. 569-574.

26. Глембоцкий, В.А. Флотация окисленных руд цветных металлов / В.А. Глембоцкий. – М.: Недра. – 1966. – 253 с.

27. Глембоцкий, В.А. Основы физикохимии флотационных процессов / В.А. Глембоцкий. – М.: Недра. – 1980. – 471 с.

28. Шубов, Л.Я. Флотационные реагенты в процессах обогащения минерального сырья: Справочник / Шубов Л.Я., С.И. Иванков, Н.К. Щеглов. – М: Недра. – 1990. Кн.1. – 400 с. Кн.2. – 263 с.

29. Хан, Г.А. Флотационные реагенты и их применение / Г.А. Хан, Л.И. Габриелова, Н.С. Власова. – М.: Недра. – 1986. – С. 271.

30. Васильев, В.Г. Перспективы развития сурьмяной отрасли в Забайкальском крае / В.Г. Васильев, Ю.Г. Сайтов, Е.С. Болотов // Горный журнал. – 2011. – №3. – С.63-67.
31. Мязин, В. П. Оценка эффективности технологических схем переработки сложных по составу сурьмяных золотосодержащих руд в России и за рубежом / В. П. Мязин, Е. Н. Сергеенко // Горный информ.-аналит. бюл. – 2008. – № 6. – С. 159-163.
32. Матвеева, Т.Н. Исследование влияния таннина на адсорбцию комбинированного собирателя и флотацию стибнита и арсенопирита из комплексных руд / Т.Н. Матвеева, Н.К. Громова, Л.Б. Ланцова // Физико-технические проблемы разработки полезных ископаемых. – 2017. – №6. – С. 155-162.
33. Бердичевский, Б.И. О распределении соединений сурьмы в руде и продуктах флотации / Б.И. Бердичевский, И.В. Тырышкин // Цветная металлургия. – 1966 г. – №3. – С. 21.
34. Тюменцев, Ю. А. Предпроектная сравнительная оценка эффективных методов обогащения кварц-антимонитовых руд месторождения Жипкоша: автореф. дис. канд. техн. наук: 25.00.13 / Ю. А. Тюменцев. – Чита. – 2009. – 23 с.
35. Сергеенко, Е. Н. Разработка и основные направления создания рациональной технологии переработки сурьмяных руд Восточного Забайкалья / Е. Н. Сергеенко // ГИАБ. – 2008. – № 6. – С. 186–190.
36. Поляков О. А. Технологическая типизация основных типов сурьмяных месторождений Восточного Забайкалья / О. А. Поляков, Ю. В. Павленко. – Москва: Горная книга (препр.). – 2012. – С. 16-32.
37. Поляков, О. А. Минерально-сырьевые ресурсы Забайкальского края / О. А. Поляков, В. В. Минин, М. В. Лизункин // Горный журнал. – 2011. – № 3. – С. 4-7.
38. Поляков, О. А. Экономическая эффективность использования технологических схем / О. А. Поляков. – Чита: Экспресс-изд-во. – 2012. – С.136–147.
39. Herbet P. Antimonocher and ihre flotations problematic. – Bergbanwissenschaften. – 1963. – №7. – p. 146-151.

40. RIAZ, M., JAN, N., HUSSAIN, M., KHAN, F., YAMIN, A. Флотационные исследования низкосортной стибнитовой руды из района Криндж (Читрал). J. Chem. Soc. – Пакистан. – 2008. – 30 (4). – pp. 584-587.
41. Глембоцкий, В.А. Флотация окисленных минералов сурьмы / В.А. Глембоцкий, П.М. Соложенкин, З.А. Зинченко // В кн.: Усовершенствование технологии обогащения руд цветных металлов. – М.: ЦНИИ информация и технико-экономические исследования цветной металлургии. – 1969. – С. 22-30.
42. Поляков, О. А. Технологические особенности полезного ископаемого, непосредственно влияющих на переработку / О. А. Поляков, Ю. В. Павленко. – Чита, Экспресс-изд-во. – 2012. – С. 50–90.
43. Соложенкин, П.М. Собиратель флотации сурьмяных руд / П.М. Соложенкин, Е.С. Соколов, Е.П. Орлова, А.Ф. Емельянов // Заявление 11.10.74. – 1976. – № 26; – МПК В 03.
44. Белаш, Ф.Н. Улучшение процесса флотации сурьмяных минералов из руды / Ф.Н. Белаш, О.В. Пугина // В кн.: обогащение полезных ископаемых. – 1958. выпуск 1. – С. 185.
45. Зубков, А.А. Совершенствование технологии обогащения окисленных сурьмяных руд / А.А. Зубков // В кн.: Лабораторные и технологические исследования и методы обогащения минерального сырья. – М.: Всесоюзный институт экономики минерального сырья и геологоразведочных работ. – 1974. – С. 9-17.
46. Stojsic A., Bulatovic P., Milosevic M. Investigation on possibilities of antimony concentration from oxide ores by a combined segregation-flotation process. – Rudy. – 1970. – №5. – p. 176-182.
47. Орел, М.А. Обогащение комплексных ртутно-сурьмяно-флюоритовых руд / М.А. Орел, С.Ш. Розенфельд // В кн.: Комплексная переработка полиметаллических руд. – М.: Металлургия. – 1965. – №14. – С. 12-14.
48. Thrun E. Zur flotation vonantimonoxyd. / Chemiker-Ztg. – 1959. – Bd. 83. – №20. – S. 681-685.
49. Thrun E. Zur flotation vonantimonoxyd. / Chemiker-Ztg. – 1959. – Bd. 83. – №20. – S. 746-753.

50. Цинью Мэн. Обзор по переработке полезных ископаемых в добывающей металлургии / Цинью Мэн // – Том 38. – 2017. – №5. – С. 25-29.

51. Данилов, В.Г. Разработка технологии флотации окисленных сурьмяных минералов на примере Кадамжайского месторождения / В.Г. Данилов // В кн.: Аннотация научно-исследовательских работ. Фрунзе: ИНТИ. – 1959. ч. II. – С. 246-251.

52. Соложенкин, П.М. Обогащение сурьмяных и ртутных руд / П.М. Соложенкин. – Москва. – 1968. – 88 с.

53. Тырышкин И.В. Испытание флотации окисленных минералов сурьмы из ртутно-сурьмяно-флюоритовой руды / И.В. Тырышкин // Цветная металлургия. – 1964. – №24. – С. 7-8.

54. Бердичевский, Б.И. Изучение условий флотации окислов сурьмы / Б.И. Бердичевский, Е.Л. Попов, Л.Н. Салихова // В кн.: Обогащение руд цветных металлов и золота. Ташкент: Среднеазиатский научный институт и проектный институт цветной металлургии. – 1971. – №3. – С. 88-92.

55. Лабораторные исследования по отработке приемлемой технологии извлечения сурьмы из антимонитового рудопроявления месторождения «Жипхоша»: Отчет / Чертогова Е.В. – п. Первомайский: НИЛ ОАО «ЗабГОК». – 2007. – 48 с.

56. Разработка проекта «Хара-Шибирской обогатительной фабрики с объектами инфраструктуры», шефмонтаж поставляемого оборудования, инженеринговое сопровождение проектирования, запуска и вывода на проектные показатели: Отчет / Панченко Г.М. – Иркутск: ОАО «Иргиредмет», 2008. – 57 с.

57. Проведение технологических испытаний сурьмяной руды месторождения «Жипхоша» с целью выдачи технологического регламента: Аннотация / Панченко Г.М. – Иркутск: ОАО «Иргиредмет». – 2007. – 27 с.

58. Разработка проекта «Хара-Шибирской обогатительной фабрики с объектами инфраструктуры», шефмонтаж поставляемого оборудования, инженеринговое сопровождение проектирования, запуска и вывода на проектные показатели: Отчет / Панченко Г.М. – Иркутск: ОАО «Иргиредмет». – 2008. – 57 с.

59. Проведение технологических испытаний сурьмяной руды месторождения «Жипхоша» с целью выдачи технологического регламента: Аннотация / Панченко Г.М. – Иркутск: ОАО «Иргиредмет». – 2007. – 27 с.
60. Проектирование обогатительной фабрики по переработке сурьмяной руды месторождения «Жипхоша»: Технологический регламент / Панченко Г.М. – Иркутск: ОАО «Иргиредмет». – 2008. – 141 с.
61. Проектирование дробильно-сортировочной установки с РРС бедной сурьмяной руды месторождения «Жипхоша»: Технологический регламент / Федоров Ю.О. – Красноярск: ООО «Радос». – 2008. – 43 с.
62. Полупромышленные испытания технологии обогащения сурьмяной руды месторождения «Жипхоша»: Акт / Панченко Г.М. – Иркутск: ОАО «Иргиредмет». – 2008. – 20 с.
63. Воронов, В.К. Основы магнитного резонанса / В.К. Воронов, Р.З. Сагдеев // Восточно-Сибирское книжное издательство. Иркутск. – 1995. – 352 с.
64. Наканси, К. Инфракрасные спектры и строение органических соединений / К. Наканси. Издательство «МИР». – 1965. – 210 с.
65. Плюснина, И.И. Инфракрасные спектры минералов / И.И. Плюснина // Издательство Московского университета. – 1977. – 175 с.
66. Андреева, В. Д. Электронная микроскопия материалов / В.Д. Андреева, И.И. Горшков // Издательство Политехнического университета. Санкт-Петербург. – 2016. – 139 с.
67. Алексеева, К. В. Пиролитическая газовая хроматография / К. В. Алексеева – М.: Химия. – 1985. – 256 с.
68. Ионин, Б.И. ЯМР-спектроскопия в органической химии / Б.И. Ионин, Б.А. Ершов, А.И. Кольцов. – Л.: Химия. – 1983. – 269 с.
69. Воронов В.К., Сагдеев Р.З. Основы магнитного резонанса / В.К. Воронов, Р.З. Сагдеев. Восточно-Сибирское книжное издательство. – Иркутск. – 1995, – 352 с.

70. Кушнарев Д.Ф. Количественная спектроскопия ядерного магнитного резонанса природного органического сырья и продуктов его переработки: дис. докт. хим. наук. – Иркутск. – 1997. – 267 с.
71. Калабин, Г.А. Количественная спектроскопия ЯМР природного органического сырья и продуктов его переработки / Г.А. Калабин, Л.В. Каницкая, Д.Ф. Кушнарев. – М.: Химия. – 2000. – 408 с.
72. Паддефет, Р. Химия золота / Р. Паддефет. – Москва. Мир. – 1982. – 260 с.
73. Стромберг, А.Г: Физическая химия / А.Г: Стромберг. – М.: Высшая школа. – 2006. – 115 с.
74. Уманский, С.Я. Теория элементарных химических реакций / С.Я. Уманский. Долгопрудный: Интеллект. – 2009. – 25-36 с.
75. Wong H. W., Frish M. J., Wiberg K. B. // J. Am. Chem. Sos. 1991. Vol. 113, N 13, P. 4776 – 4782.
76. Roulet R., Lan N. Q., Mason W. R., Fenske G. P. // Helv. Chim. Acta. 1973. 56. 2405.
77. Disipio L, Tandello E, DeVichelis G, Okari L // Chem.Phys. Lett.9.1971.- 11. p. 287.
78. Disipio L, Tandello E, DeVichelis G, Okari L // Inorg . Chem. 1970.9. p. 927
79. Грибов, Л.А.: Квантовая химия / Л.А. Грибов. - М.: Гардарики. – 1999. – р.190
80. Левин, А.А.: Введение в квантовую химию твердого тела / А.А. Левин. – М.: Химия. – 1974. – 237 с.
81. Ивановский, А.Л. Неметаллические тугоплавкие соединения и неметаллическая керамика / А.Л. Ивановский. Квантовая химия в материаловедении. – Екатеринбург. – 2000. – 136-139 с.
82. Жуковский, Н. П. Новые методы технологических расчётов в обогащении / Н. П. Жуковский, В. А. Петров. – М: Недра. – 1968.

83. Ермаков, А. И. Квантовая механика и квантовая химия. Учебник и практикум / А.И. Ермаков. – М.: Юрайт. – 2015. – 556 с.
84. Пендин, А.А. Избирательная сольватация в трех- и многокомпонентных жидких растворах / А.А. Пендин // Журнал физической химии. – 1985. – № 9. – С. 2193-2197.
85. Пендин, А.А. Расчет структурных характеристик водных растворов 1-1 электролитов по значениям коэффициентов активности / А.А. Пендин, А.П. Белоусов, Т.И. Львова // Журнал физической химии. – 1996. – Т. 70. - № 5. – С. 825-829.
86. Пендин, А.А. Структурные характеристики водных растворов одноосновных кислот и щелочей / А.А. Пендин, П.К. Леонтьевская, А.С. Казак // Журнал физической химии. – 1996. – Т. 70. – № 11. – С. 1965-1970.
87. Пендин, А.А. Применение концепции сольватационных избытков для изучения взаимного распределения частиц компонентов раствора в системах $\text{KCl} - \text{NaCl} - \text{H}_2\text{O}$ и $\text{KNO}_3 - \text{NaNO}_3 - \text{H}_2\text{O}$ / А.А. Пендин, А.С. Казак // Журнал физической химии. – 2010. – Т. 84. – № 8. – С. 1481-1487.
88. PAYNE, M.C., TETER, M.P., ALLAN, D.C., ARIAS, T.A., JOANNOPOULOS J.D. Методы итерационной минимизации для расчета полной энергии *ab initio*: молекулярная динамика и градиенты сопряженных элементов, *Rev. Mod. Phys.*. 64 (4). – 1992. pp. – 1045-1097.
89. Соложенкин, П.М. Обогащение сурьмяных руд / П.М. Соложенкин. – М.: Наука. – 1985. – 180 с.
90. ANDERSON, C.G. The metallurgy of antimony, *Chem. Erde-Geochem.* – 2012. 72 (S4). – pp. 3-8.
91. Xiao Liping, Liao Pinjun, Hu Weibai. Activation of Cu^{2+} ions on the flotation of fine antimony oxides. *J of Cent. -Soyth Institute of Mining and Metallurgy*, Dec. – 1985. № 4 Suppl. Sum. 46. – pp. 63-75.
92. Xiao Liping, et. al. Effect of physicochemical characteristics and surfactant emulsion on antimony oxide flotation, *Colloid and Surface.* – 1987. – p. 26.

93. Евразийский химический рынок. Триоксид сурьмы: обзор мирового рынка [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.chemmarket.info.ru/home/article/570/> (дата обращения: 23.11.2015).

94. Мелик-Гайказян, В.И. О капиллярном механизме упрочнения контакта частица-пузырек при пенной флотации. / В.И. Мелик-Гайказян, Н.П. Емельянова, З.И. Глазунова // Обогащение руд. – 1976. – №1. – 25-31 с.

95. Разумов, К.А. Проектирование обогатительных фабрик: Учебник для вузов. / К.А. Разумов, В.А. Перов. 4-е изд. – М.: Недра. – 1982. – 518 с.

96. Козин, В.З. Опробование минерального сырья / В.З. Козин // Научная монография. Изд-во УГГУ. – 2011. – С. 316.

97. Барский, Л.А. Исследование полезных ископаемых на обогатимость / Л.А. Барский, С.И. Митрафанов, В.Д. Самыгин. – М.: Недра. – 1974. – 352 с.

98. Богидаев, С.А. Изыскание эффективных реагентов-собирателей для флотационного обогащения окисленной сурьмы на примере месторождения «Жипхоша» / С.А. Богидаев, Г.М. Панченко, Г.В. Михеев // Международная конференция молодых специалистов стран СНГ. – Москва. – 2008. – С. 86-89.

99. Богидаев, С.А. Изыскание эффективных реагентов-собирателей для флотационного обогащения окисленной сурьмы / С.А. Богидаев, Г.М. Панченко, Г.В. Михеев / Плаксинские чтения. – Новосибирск. – 2009. – С. 155-158.

100. Рандин, О.И. «Изыскание эффективных реагентов-собирателей для флотационного обогащения окисленной сурьмы» / О.И. Рандин, Г.В. Михеев, С.А. Богидаев. Вестник ИрГТУ. – 2012, – выпуск 5. – С. 140-143.

101. Панченко, Г.М. Полупромышленные испытания по извлечению сурьмы из руды месторождения «Жипхоша»: Акт полупромышленных испытаний / Г.М. Панченко, Г.В. Михеев. – ОАО «Иргиредмет». – Иркутск. – 2012. – 17 с.

102. Панченко, Г.М. Разработка технологии по обогащению сурьмяной руды месторождения «Жипхоша»: Технологический регламент / Г.М. Панченко, Г.В. Михеев. – ОАО Иргиредмет. – Иркутск. – 2012. – 126 с.

103. Михеев, Г.В. Оценка флотационной активности новых реагентов по результатам квантово-химических расчетов / Г.В. Михеев, С.А. Богидаев // Науки о земле и недропользование. – Том 42. – №3. – Иркутск. – 2019. – С. 358-365.

104. Михеев, Г.В. Испытание нового реагента-собирателя для окисленных форм сурьмы месторождения «Жипхоша» и оценка их флотационной активности по результатам математических расчетов / Г.В. Михеев, С.А. Богидаев // Журнал «Золотодобыча» №9 (250). АО «Иргиредмет». – Иркутск. – 2019. – С. 10-13.

105. Михеев, Г.В. Исследование и разработка технологии флотационного обогащения окисленных форм сурьмы на основе применения нового реагента-собирателя / Михеев Г.В., Богидаев С.А. // Науки о земле и недропользование. – Том 43. – №1. – Иркутск. – 2020. – С. 59-65.

106. Михеев, Г.В. Флотационное обогащение сурьмяной руды с помощью экологически безопасного реагента-собирателя KC_{Sb} / Михеев Г.В., Богидаев С.А. // XXI век. Техносферная безопасность. – Том 6 (2). – Иркутск. – 2021. – С. 221-228.

107. Михеев, Г.В. Линия обогащения оксидных форм сурьмы на примере месторождения «Жипхоша» / Михеев Г.В., Богидаев С.А. // Вестник Забайкальского государственного университета. – Чита. – 2021. – Том 27. – №5. – С. 36-43.

108. Муллов, В.М. Технологический регламент для проектирования перерабатывающего комплекса при переработке руд месторождения «Удере́йское» / В.М. Муллов, Г.М. Панченко. – АО «Иргиредмет». – Иркутск. – 2008. – 198 с.

109. Панченко, Г.М. Проведение технологических испытаний пробы золотосодержащей руды месторождения «Удере́йское» с целью выдачи технологического регламента: Информационная записка / Г.М. Панченко. – Иркутск: ОАО «Иргиредмет». – 2007. – 63 с.

110. ГОСТ Р 59117-2020 Национальный стандарт Российской Федерации. Концентрат сурьмяный. – М.: Стандартиформ. – 2021. – 24.

ПРИЛОЖЕНИЕ А. Полный факторный эксперимент для выявления адекватности процесса флотации оксидной сурьмы с использованием комплексного реагента-собирателя $КС_{sb}$

1. Полный факторный эксперимент проводят для изучения влияния факторов и их взаимодействия на функцию цели.

Исследуемый объект – эффективность флотации (E), %.

В качестве факторов принимаем: крупность питания флотации по классу минус 0,071 мм – X1 (%), pH среды – X2, расход реагента-собирателя – X3 (г/т) – таблица 1 А.

Таблица 1 А– Составление модели

Фактор	Размерность	Основной уровень фактора (0)	Интервал варьирования (Δ)	Верхний уровень фактора (+1)	Нижний уровень фактора (-1)
X1	%	80	5	85	75
X2	-	9,5	1,5	8	11
X3	г/т	600	60	660	540

2. Далее необходимо составить план ПФЭ в кодированных и натуральных единицах (таблица 2А).

Таблица 2 А– ПФЭ в кодовом и натуральном масштабе

№ опыта	X1	X2	X3	X1 (%)	X2	X3 (г/т)	E1, %	E2, %	E3, %	\square , %
1	+	+	+	85	8	660	89,5	89,0	90,5	89,6
2	-	+	+	75	8	660	91,5	92,0	91,5	91,6
3	+	-	+	85	11	660	85,5	86,0	84,5	85,3
4	-	-	+	75	11	660	87,5	88,0	88,5	88,0
5	+	+	-	85	8	540	92,5	91,0	91,5	91,7
6	-	+	-	75	8	540	94,5	95,0	93,5	94,3
7	+	-	-	85	11	540	88,5	87,0	89,5	88,3
8	-	-	-	75	11	540	90,5	90,0	89,5	90,0

3. Рассчитываем коэффициенты модели вида:

$$\ddot{E} = a_0 + a_1 \cdot X1 + a_2 \cdot X2 + a_3 \cdot X3$$

$$a_0 = (89,6 + 91,6 + 85,3 + 88,0 + 91,7 + 94,3 + 88,3 + 90,0) : 8 = 89,9$$

$$a_1 = (89,6 - 91,6 + 85,3 - 88,0 + 91,7 - 94,3 + 88,3 - 90,0) : 8 = - 1,3$$

$$a_2 = (89,6+91,6+85,3+88,0+91,7+94,3+88,3+90,0) : 8 = 1,98$$

$$a_3 = (89,6+91,6+85,3+88,0-91,7-94,3-88,3-90,0) : 8 = - 1,2$$

Получаем модель с кодированными факторами эксперимента:

$$\ddot{E} = 89,9 - 1,13 \cdot X_1 + 1,98 \cdot X_2 - 1,2 \cdot X_3$$

4. Рассчитываем дисперсию воспроизводимости каждого опыта плана:

$$S_1^2 = ((89,5 - 89,6)^2 + (89,0 - 89,6)^2 + (90,5 - 89,6)^2) : 2 = 0,59$$

$$S_2^2 = ((91,5 - 91,6)^2 + (92,0 - 91,6)^2 + (91,5 - 91,6)^2) : 2 = 0,09$$

$$S_3^2 = ((85,5 - 85,3)^2 + (86,0 - 85,3)^2 + (84,5 - 85,3)^2) : 2 = 0,59$$

$$S_4^2 = ((87,5 - 88,0)^2 + (88,0 - 88,0)^2 + (88,5 - 88,0)^2) : 2 = 0,25$$

$$S_5^2 = ((92,5 - 91,7)^2 + (91,0 - 91,7)^2 + (91,5 - 91,7)^2) : 2 = 0,59$$

$$S_6^2 = ((94,5 - 94,3)^2 + (95,0 - 94,3)^2 + (93,5 - 94,3)^2) : 2 = 0,59$$

$$S_7^2 = ((88,5 - 88,3)^2 + (87,0 - 88,3)^2 + (89,5 - 88,3)^2) : 2 = 1,59$$

$$S_8^2 = ((90,5 - 90,0)^2 + (90,0 - 90,0)^2 + (89,5 - 90,0)^2) : 2 = 0,25$$

Рассчитываем среднюю дисперсию воспроизводимости:

$$S_{cp.}^2 = (0,59 + 0,09 + 0,59 + 0,25 + 0,59 + 0,59 + 1,59 + 0,25) : 8 = 0,57$$

5. Рассчитываем погрешность или дисперсию воспроизводимости модели:

$$S_{BM}^2 = S_{cp.}^2 / p = 0,57 : 3 = 0,19,$$

где p – число факторов, 3

6. Рассчитываем погрешность воспроизводимости коэффициентов модели:

$$Sa_j = (S_{BM}^2 : N)^{0,5} = (0,19 : 8)^{0,5} = 0,15,$$

где N – число опытов.

7. Рассчитываем доверительный интервал коэффициентов модели:

$$/a_j/_{пред.} = Sa_j \cdot t^* = 0,314; f_B = p \cdot (N-1) = 21,$$

где t^* - критическое значение критерия Стьюдента = 2,09

8. Оцениваем значимость коэффициентов модели:

$$a_1 > /a_j/_{пред.} = 1,13 > 0,314$$

$$a_2 > /a_j/_{пред.} = 1,98 > 0,314$$

$$a_3 > /a_j/_{пред.} = 1,2 > 0,314$$

Как видно из уравнений все три фактора значимо влияют на процесс флотации.

9. Оцениваем адекватность модели со значимыми коэффициентами прогнозных значений функций цели (\ddot{E}_{1M}):

$$\ddot{E}_{1M} = 89,9 - 1,13 \cdot (+1) + 1,98 \cdot (+1) - 1,2 \cdot (+1) = 89,55$$

$$\ddot{E}_{2M} = 89,9 - 1,13 \cdot (-1) + 1,98 \cdot (+1) - 1,2 \cdot (+1) = 91,81$$

$$\ddot{E}_{3M} = 89,9 - 1,13 \cdot (+1) + 1,98 \cdot (-1) - 1,2 \cdot (+1) = 85,59$$

$$\ddot{E}_{4M} = 89,9 - 1,13 \cdot (-1) + 1,98 \cdot (-1) - 1,2 \cdot (+1) = 87,85$$

$$\ddot{E}_{5M} = 89,9 - 1,13 \cdot (+1) + 1,98 \cdot (+1) - 1,2 \cdot (-1) = 91,95$$

$$\ddot{E}_{6M} = 89,9 - 1,13 \cdot (-1) + 1,98 \cdot (+1) - 1,2 \cdot (-1) = 94,21$$

$$\ddot{E}_{7M} = 89,9 - 1,13 \cdot (+1) + 1,98 \cdot (-1) - 1,2 \cdot (-1) = 87,99$$

$$\ddot{E}_{8M} = 89,9 - 1,13 \cdot (-1) + 1,98 \cdot (-1) - 1,2 \cdot (-1) = 90,25$$

10. Рассчитываем дисперсию адекватности:

$$S_{ag} = (1/p) \cdot (1/f_{ag}) \cdot \Sigma^n_1 \cdot \Delta y^2 = 0,032,$$

$$f_{ag} = N - K - 1 = 4,$$

где K – число значимых коэффициентов модели = 3.

11. Оцениваем адекватность модели путём сравнения дисперсии воспроизводимости модели и дисперсии адекватности:

$$S^2_{BM} > S_{ag} = 0,19 > 0,032$$

Вывод: так как дисперсия воспроизводимости модели больше дисперсии адекватности, то можно утверждать с вероятностью 95 %, что модель адекватна и может быть использована для оптимизации процесса.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б. Расчет ожидаемого экономического эффекта

В данном разделе сравниваются экономические эффекты от результатов полупромышленных испытаний двух вариантов технологических схем:

- 1) гравитационно-флотационная схема;
- 2) гравитационно-флотационная схема с ведением на хвосты флотации дополнительного узла окисленной флотации, с применением реагента-собирателя KC_{Sb} .

Экономический расчет флотации руды месторождения «Жипхоша» основывается на реальных показателях, полученных непосредственно при испытаниях.

Технико-экономическое сравнение вариантов двух технологий проведено по затратам только на технологический передел флотации, отличающиеся друг от друга введением дополнительной операции флотации окисдных форм сурьмы, которая повлекла за собой дополнительный расход оборудования, реагентов, электроэнергии и увеличение выхода товарного концентрата.

Капитальные затраты при сравнении вариантов не учитываются, так как являются одинаковыми для обоих вариантов. Затраты на все переделы, которые используются в обоих схемах в расчетах, не учитываются.

Для технико-экономических расчетов приняты следующие основные исходные данные:

1. производительность фабрики по переработке руды – 500 тыс. т в год;
2. режим работы предприятия – круглогодичный (330 дней);
3. цена за 1 кВт электроэнергии 4,15 рублей;
4. цена на реагент принята по данным завода-изготовителя по состоянию на 2 квартал 2019 года;
5. Цена концентрата сурьмы на марку КСУФ-3 (30-40 % Sb) 500 000 руб./т, КСУФ-2 (40-50 % Sb) – 550 000 руб./т (средняя за 10 месяцев 2019 года по данным ЦБ РФ).

Конечным показателем, по которому оценивается технологический вариант, принята условная прибыль.

Технико-экономические показатели по сравниваемым технологическим вариантам представлены в таблице 1 Б.

Таблица 1 Б – Технико-экономические показатели

Наименование показателя	Единица измерения	Варианты	
		С применением реагента KC_{Sb}	Без применения реагента KC_{Sb}
Годовая производительность	тыс. т	500,00	
Содержание сурьмы	%	2,00	
Масса сурьмы в исходной руде	кг	10 000,00	
Флотационное обогащение			
Поступило:			
Хвосты гравитации	тыс. т	122,30	
Содержание сурьмы в хвостах гравитации	%	5,72	
Масса сурьмы в хвостах гравитации	кг	6996,00	
Извлечение сурьмы	%	70,00	
Расход KC_{Sb}	тонн/год	3,40	0
Цена KC_{Sb}	тыс. руб./т	25,00	0
Стоимость KC_{Sb}	тыс. руб.	85,00	0
Получено:			
Извлечение в сульфидный флотоконцентрат от питания флотации	%	79,5	
Извлечение в окисленный флотоконцентрат	%	9,1	-
Концентрат сульфидной флотации	т	5561,471	
Концентрат окисленной флотации	т	706,552	-
Содержание сурьмы в сульфидном концентрате	%	54,55	
Содержание сурьмы в окисленном концентрате	%	15,1	-
Цена сурьмы	руб./т концентрата	500 000,00	550 000,00
Стоимость сурьмы, полученной из флотоконцентрата	тыс. руб.	3 134 011,50	3 058 809,05
Итого доходы:	тыс. руб.	3 134 011,50	3 058 809,05
Итого расходы:	тыс. руб.	2 180 027,00	2 135 204,00
Условная прибыль	тыс. руб.	953 984,50	923 605,05

Выводы

По итогам сравнения технико-экономических показателей двух технологий процесса флотационного обогащения, на примере переработки руды сурьмяного месторождения «Жипхоша», можно сделать вывод о преимуществе технологии с

введением дополнительной операции флотации с использованием реагента-собирателя оксидных форм сурьмы KC_{Sb} .

Основанием является результат расчета условной прибыли (таблица 1), величина которой выше у технологии с применением реагента-собирателя KC_{Sb} .

В результате применения реагента собирателя KC_{Sb} и дополнительной линии флотации и оборудования происходит следующее:

1. увеличивается выход флотоконцентрата сурьмы на 706,552 тонн;
2. повышается извлечение сурьмы во флотоконцентрат на 9,1 % и как следствие снижаются потери металла с хвостами;
3. экономический эффект от применения флотации оксидных форм сурьмы с помощью реагента-собирателя KC_{Sb} составляет 30,38 млн. р.