

УДК 622.7

К.Л. ШПИЛЬОВИЙ

(Україна, ТОВ "Азов-Мінералтехніка")

СУЧАСНИЙ СТАН ТЕОРІЇ І ПРАКТИКИ ЗБАГАЧЕННЯ ТА ПЕРЕРОБКИ БІДНИХ НІОБІЄВИХ РУД

Проблема та її зв'язок з науковими і практичними завданнями. За своєю технологічною значимістю ніобій може слугувати індикатором рівня розвитку економіки країни або, в усякому випадку, одного з найважливіших її секторів – чорної металургії, яка споживає до 90% світового виробництва ніобію, де він застосовується у вигляді фероніобію, як легуючий метал для різних марок сталі. Сировинною базою промислового виробництва ніобію та танталу в Україні може стати Мазурівське родовище бідних рідкіснометалевих руд в Донецькій області, яке розроблялося до середини 60-х років минулого століття. Незважаючи на комплексний характер руд родовища – циркон, пірохлор, нефелін, польові шпати, – видобування їх велося лише з метою вилучення циркону. Низький вміст циркону в руді та високі витрати на його вилучення робили родовище неконкурентоспроможним в порівнянні з Малишівським цирконієвим родовищем в Дніпрої області, що й спричинило його консервацію.

Залучення руд родовища до переробки сьогодні є важливим завданням з огляду на те, що Мазурівське родовище – єдине в Україні потенційне джерело ніобію, танталу, нефеліну та польових шпатів. Комплексне використання всіх корисних копалин дозволяє знизити собівартість виробництва та створює передумови економічно ефективної експлуатації родовища [1]. Розробка технології збагачення бідних тонковкраплених руд родовища з огляду на це є актуальною науковою проблемою, вирішенням якої тривалий час займалися різні наукові організації [2-4].

Аналіз досліджень і публікацій. Дослідження збагачуваності бідних і важко збагачуваних руд Мазурівського родовища проводилися з 50-х років минулого століття. Результати досліджень наведені в численних звітах про науково-дослідні роботи [2, 3, 5-8]. Значно менше публікацій в науково-технічних виданнях в зв'язку з забороною оприлюднення результатів досліджень в рідкіснометалевої галузі в колишньому СРСР, та практично припиненням наукових досліджень в цій галузі в пострадянські часи [1, 4, 9, 10]. Обмежений доступ до результатів досліджень не дозволяє врахувати недоліки та використати позитивний досвід попередніх робіт по розробці технології збагачення рідкіснометалевих руд.

Постановка задачі. Метою роботи є вивчення і аналіз сучасного стану теорії і практики збагачення бідних рідкіснометалічних руд, що дозволить створити ефективну технологію переробки руд Мазурівського родовища.

Виклад основного матеріалу та результати. Для збагачення руд, що міс-

Загальні питання технологій збагачення

тять ніобій і тантал, в світовій практиці застосовуються в основному складні технологічні схеми переробки, які включають методи гравітації, флотації, магнітної та електричної сепарації, хімічної доводки концентратів [11-14].

Руди більшості промислових родовищ цих металів важко збагачуються, що зумовлено низьким вмістом металів у вихідній руді; тонкою вкрапленістю рудоутворюючих мінералів; змінами мінералів, що нівелюють відмінності у їх фізичних властивостях [15, 16].

Гравітація є основним методом збагачення тантало-ніобієвих руд. Первинний (чорновий) гравітаційний концентрат піддають доводці до кондиційного флотогравітацією, флотацією, магнітною, електромагнітною та електростатичною сепарацією, іноді в поєднанні з різними хімічними способами.

Тантало-ніобієві руди складаються зазвичай з легких мінералів з питомою масою менше $3,0 \text{ г/см}^3$ (кварц, польовий шпат, нефелін, кварцит і т.п.) та важких мінералів з питомою масою більше $4,0 \text{ г/см}^3$ (тантало-ніобати, пірохлор, циркон, ільменіт, каситеріт і інші) [17]. Значна різниця в питомій масі мінералів та пустої породи дозволяє з достатньою ефективністю застосувати для первинного збагачення крупновкраплених руд відповідної структури відсаджувальні машини, концентраційні столи та гвинтові сепаратори. Іноді успішно застосовують пневматичне збагачення.

Переваги гвинтових сепараторів перед відсаджувальними машинами при збагаченні колумбіт-каситеритових пісків деяких родовищ були встановлені в дослідженнях Іргірідмета [18].

Гвинтові сепаратори застосовуються для збагачення пегматитової руди родовища *Гардінг* (штат Нова Мексика, США) з вмістом 0,4% мікроліта, 0,03% танталіта, 5% сподумена, 1% лепідоліта, 2% амблігоніта, 0,5% мусковіта та 85% кварца. При подрібненні сподумен утворює частинки плоскої та голчатої форми, які сильно утруднюють виділення мікроліта на концентраційних столах. В зв'язку з цим на фабриці встановили гвинтові сепаратори, при збагаченні на яких сподумен не заважає виділенню танталу.

Гвинтові сепаратори також встановлені для збагачення мікролітової руди на фабриці *Браун дербі* (штат Колорадо, США). Вони дозволяють при збагаченні руд цього типу отримати більш багаті концентрати безпосередньо з руди [19].

В Росії сировиною для виробництва ніобієвої і танталової продукції є головним чином лопаритовий концентрат, який отримують на Ловозерському ГЗК. В рудах Ловозерського родовища основним цінним мінералом є лопарит, вміст якого у руді близько 2,5%. В лопариті міститься більше 8,5% пентоксиду ніобію і близько 0,65% пентоксиду танталу (0,3 і 0,024% в руді). Супутніми лопариту мінералами є егірін, а також нефелін та польовий шпат, вміст яких складає, відповідно 10-20 та 60-70% [20].

Основним методом збагачення лопариту є гравітаційний, що базується на різній густині лопариту та нефеліну, польового шпату і кварцу. Вихідну руду на збагачувальній фабриці після двостадійного дроблення і тристадійного здриб-

нення направляють на гідравлічну класифікацію, і далі на збагачення на гвинтових сепараторах з отриманням чорного концентрату (30-40% лопариту). Чорновий концентрат виділяють на концентраційних столах із стадійним доздрібненням хвостів доводки. Крім того, технологічна схема фабрики включає в себе так звану "шламову гілку" [21].

Тантал-ніобієві лужні рідкіснометалічні квальміти представлені корінними рудами, корою вивітрювання та розсипами. Збагачення проводять за простими схемами, що включають дезінтеграцію та класифікацію вихідного матеріалу з виділенням у відходи крупних фракцій мулової частини, яка не збагачується. Гравітаційному збагаченню на гвинтових сепараторах та концентраційних столах піддають звичайно продуктивну зернисту частину (16,0-0,1 мм) з використанням шлюзів (уловлювання колумбіту, крупнішого за 4 мм, який втрачається на гвинтових сепараторах) з вилученням із кори вивітрювання на "колумбітоносних гранітах" (лужних квальмітах) плато Джонс у Північній Нігерії, де колумбіт видобувають супутньо з каситеритом. Колумбіт максимальною крупністю 0,6 мм та густиною $5,5 \text{ г/см}^3$ разом з каситеритом та цирконом вилучається за гравітаційною схемою, що включає видалення до відвалу матеріалу крупніше 2,5 мм, видалення мулу та класифікацію матеріалу, дрібнішого 2,5 мм за крупністю 0,3 мм. Основна маса колумбіту концентрується в дрібнодисперсному класі, з якого вилучаються на концентраційних столах у чорновий концентрат.

Мікроліт-танталіт-колумбітові рідкісноземельні граніти (квальміти) містять найбільш важкі тантало-ніобати (танталіт, мікроліт, колумбіт) та збагачуються за традиційними стадіальними гравітаційними схемами із додрібненням промпродукту, та окремим збагаченням за класами крупності. Початкова крупність збагачення перевищує максимальний розмір цінних мінералів у 2-3 рази. При наявності у руді більш легких цінних мінералів (сподумен або петаліт, берил, слюди та ін.) гравітаційні схеми доповнюються флотацією шламів та дрібнозернистих класів руди (-0,2 мм). З крупновкраплених колумбіт-танталітових руд вилучення колумбіту у концентрат складає 70-80%.

На Татарському родовищі (Красноярський край) виділено ділянку для першочергового відпрацювання з легкозбагачуваними зернистими рудами кори вивітрювання карбонатитів. Для збагачення руди з вмістом 0,6% пентоксиду ніобію розроблена гравітаційно-флотаційна технологія, що забезпечує випуск пірохлорового концентрату, придатного для виробництва фероніобію [22].

Гравітаційні методи збагачення бідних тонковкраплених пірохлорових руд не забезпечують достатньо високого вилучення металів у чорнові концентрати; якість концентратів залишається низькою, а втрати металу досить значними. Основними причинами втрат з хвостами гравітаційного збагачення є схильність мінералів до перездрібнення та перехід зерен у дрібні класи. Втрати танталу і ніобію за рахунок тонких класів досягають 30% і більше [23]. Деякі руди за своїми структурними особливостями зовсім не можуть збагачуватися гравітацією.

Суттєво підвищити вилучення танталу і ніобію можна було б при застосуванні флотації ніобієвих мінералів з тонких класів і хвостів гравітаційного зба-

Загальні питання технологій збагачення

гачення. Але незважаючи на численні дослідження, проведені в цій галузі, промислове використання флотації ніобієвих і танталових руд сьогодні є досить обмеженими.

Ускладнення в застосуванні флотації викликані підвищеною кількістю гідроокислів заліза та глинястих мінералів. Незважаючи на це показники флотаційного збагачення і в цьому випадку є кращими, ніж за гравітаційним збагаченням. Так, руди родовища *Араша* (Бразилія), представлені токовкрапленим баріопірохлором (пандаїтом), збагачуються за схемою, яка передбачає послідовне дроблення руди, подрібнення у шаровому млині у замкнутому циклі з гідроциклоном до крупності менше 0,1 мм, магнітну сепарацію з малою інтенсивністю магнітного поля для видалення магнетиту, тристадійну класифікацію послідовно у трьох батареях гідроциклонів, та роздільну флотацію крупно- та дрібнозернистих пісків гідроциклонів.

Пірохлоровий флотаційний концентрат, що містить фосфор, сірку та свинець, піддають фільтруванню, змішують з негашеним вапном та хлоридом кальцію, прожарюють при температурі 800 °С, охолоджують та вилуговують 5%-ою соляною кислотою при співвідношенні Т:Р близько 1:1. В результаті одержують пірохлоровий концентрат з вмістом пентоксиду ніобію більше 60% при вилученні ніобію 70-80% [24].

Відомо, що на фабриці *ОКА* в Канаді (провінція Квебек), яка переробляє карбонатні пірохлорвміщуючі руди, проводиться флотація пірохлора з хвостів переочищувальних столів. Метод флотації запатентовано і відомості про нього у літературі відсутні. Флотаційний концентрат містить більше 50 % пентоксиду ніобію [24].

Для особливо тонкодисперсних рідкісноземельних та рідкіснометалевих руд (мулів перевідкладеної кори вивітрювання родовища "Томтор", Росія) *Гуредметом* розроблена технологія флотаційного збагачення з вилученням 45% ніобію у пірохлоровий концентрат, що містить 30% пентоксиду ніобію. На тому ж виді сировини ще більш високе вилучення забезпечує розроблена у *ВИМС* схема збагачення, що включає послідовне механо-хімічне диспергування, селективну флокуляцію та флотацію флокул цінних мінералів [25].

Для руд Томторського родовища (Якутія) розроблено флотаційну технологію збагачення тонкодисперсних руд з отриманням пірохлорового концентрату (35-40% пентоксиду ніобію). Крім того, *Гуредметом*, *ВРРМС*, *ИХиХМПСО РАН* запропоновано комплекс методів гідрометалургійної переробки, що забезпечують отримання як пірохлорового, так і рідкісноземельного продукту, який містить лантаніди, скандій, ітрій. Отриманий після флотації пірохлоровий концентрат буде знефосфорюватися та направлятися на Ключовський ферросплавний завод для виробництва ферроніобію. Камерний продукт флотаційного збагачення та тонкодисперсні незбагачені шлами можуть перероблятися на одному з глиноземних заводів по існуючій технології лужного розкриття з отриманням ніобій- рідкісноземельного кеку та розчину, що містить алюміній і фосфор. Кек, близький за хімічним складом до лопаритового концентрату, пла-

нується переробляти хлорним методом на Солікамському магнієвому заводі. Кінцеві продукти переробки – пентоксид ніобію та плав хлоридів РЗМ.

Для Великотагнінського родовища в Іркутській обл. (РФ) розроблена технологічна схема, що забезпечує наскрізне вилучення 70-75% ніобію з руд, в яких вміст пентоксиду ніобію – близько 1%. Технологія збагачення полягає в покусковій радіометричній сепарації, флотаційному вилученню пірохлора, та його хімічній доводці. Попутньо можливе отримання апатитового і високоякісного мікроклінового концентратів [26].

Вишньовогірське рудоуправління розробляє родовище, руди якого характеризуються дуже низьким вмістом пентоксиду ніобію (близько 0,1%). При переробці руди на збагачувальній фабриці до недавнього часу у циклі первинного збагачення застосовувалися гравітаційні методи збагачення (гвинтові сепаратори, концентрація на столах), для доводки чорнового концентрату застосовувалось поєднання гравітаційних методів з магнітною та електричною сепарацією. В результаті отримували пірохлоровий концентрат з вмістом оксиду ніобію близько 40% [27].

Доведення чорнових рідкіснометалічних концентратів здійснюється поєднанням різних видів механічного збагачення, а також гідрометалургійних та біохімічних процесів вилуговування. Для забезпечення оптимальних умов роботи обладнання при доведенні чорнових концентратів навіть крупновкраплені руди подрібнюють до крупності менше $2\div 3$ мм, а частіше менше $1,0\div 0,5$ мм. При цьому мінімальне перездрібнення цінних мінералів забезпечують застосуванням спеціального дробильно-подрібнювального обладнання та схем з виведенням готового матеріалу по мірі його утворення. Легкі породоутворюючі мінерали, що забруднюють концентрати, відділяються гравітаційними методами.

Флотацією матеріалу крупністю менше 0,3 мм та флотогравітацією більш крупного матеріалу виділяються сульфідні мінерали, фосфати, берил, слюди та інші алюмосилікати, інколи тантало-ніобати, циркон. Хімічна обробка, яка включає традиційне вилуговування, електрохімію, біотехнологію, випалювання, як і ультразвукова обробка, – використовуються для очищення поверхні мінералів перед збагаченням, спрямованої зміни їх технологічних властивостей та видалення залишкових домішок (фосфору, миш'яку, урану та ін.). Вилучення цінних компонентів в процесі доводки залежить від речовинного складу руд і, відповідно, чорнових концентратів. В першу чергу на вилучення впливають вкрапленість та мінеральна форма тантал-ніобатів [28].

Пірохлорові руди в корінних карбонатитах збагачують за кількома технологічними схемами у залежності від вкрапленості пірохлору. Крупновкраплені руди збагачуються за стандартними гравітаційними схемами, середньовкраплені піддають первинному збагаченню за комбінованою гравітаційно-флотаційною схемою, а тонковкраплені – за флотаційною схемою.

Пірохлорові руди у корах вивітрювання карбонатитів збагачуються за технологіями, що принципово не відрізняються від технологій збагачення корінних руд. Схеми є дуже різноманітними, тому що розмір вкраплень пірохлору у

Загальні питання технологій збагачення

рудах змінюється від кількох міліметрів до кількох мікрон. Для дрібнокрапельних руд з врахуванням густини пірохлору більш ефективними є флотаційні або комбіновані гравітаційно-флотаційні схеми.

Лопаритові руди нефелінових сієнітів збагачуються за класичними стадіальними гравітаційними схемами (для вилучення найбільш крупного лопариту) з подальшою флотацією шламів. Механобром розроблена альтернативна технологія вилучення лопариту із шламів шляхом високоінтенсивної магнітної сепарації [29].

Головну роль при доведенні чорнових концентратів відіграють магнітна та електрична сепарації. Треба відзначити, що магнітні та електричні властивості конкретних тантал-ніобатів є дуже нестабільними, їх величини часто відрізняються на порядок та більше. Пояснюється це непостійністю складу рудних мінералів як за вмістом основних елементів, так і елементів-домішок (в основному парамагнітних – Mn, Fe, Ti, TR), змінністю мінералів, присутністю на їх поверхні плівок інших речовин [30]. Магнітна сепарація нерідко застосовується для доводки чорнових концентратів на зарубіжних збагачувальних фабриках.

Чорнові концентрати з Нігерії піддають доводці за схемою, яка включає сушку та розділення концентрату на два класи: -0,25 та +0,25 мм. Клас -0,25 мм обробляють на концентраційних столах з одержанням хвостів та концентрату, який після сушки піддають магнітній сепарації. Клас +0,25 мм розділяють на фракції: +0,75; -0,75+0,5; -0,5+0,4 та -0,4+0,25 мм, кожен з яких окремо обробляють на магнітному сепараторі. В результаті магнітної сепарації одержують декілька продуктів: сильномагнітний (ільменітовий), магнітний (складається з колумбіту, монациту, магнітного каситериту) та немагнітний (в основному циркон та каситерит) [31].

З практики збагачення вивітрених гранітів на підприємствах Плато-Джонс у Нігерії відомо, що чорнові концентрати містять 25,8% колумбіту, 7,6% каситериту, 6,0% магнетиту, 4,1% ільменіту, 4,5% циркону, 5,4% оранжеріту, 1,1% ксенотиму, 1,0% монациту, та інші мінерали. Чорнові концентрати висушують та піддають грохоченню на два класи. Клас крупністю +0,25 мм доздрібнюється у замкнутому циклі з грохотом; продукт крупністю -0,25 мм поступає на електростатичну сепарацію. Провідникова фракція (магнетит, ільменіт, колумбіт, каситерит) направляється на магнітну сепарацію з одержанням чотирьох продуктів: магнетитова та ільменітові фракції являються відвальними продуктами; промпродукт, що складається з колумбіту та магнітного каситериту, розділяють на столах; немагнітна фракція цілком складається з каситериту [31].

Для успішного розділення мінералів на електричних сепараторах необхідним є не тільки їх підігрівання до 100-110 °С, але й розділення на вузькі класи за крупністю. Після електричної сепарації в провідниковій фракції містилось 68% колумбіту та 23% каситериту при вилученні відповідно 97 та 98%, в провідниковій фракції – 40% циркону та 28% оранжеріту при вилученні 95-94% [32].

Первинне збагачення здійснюють на магнітних сепараторах для одержання колумбіт-танталітового концентрату та олов'яного промпродуктів, а також си-

льномагнітної фракції, що містить металічне залізо, магнетит, ільменіт для видалення у відвал. Промпродукти переочищують на концентраційних столах. Фінальна перечистка магнітною сепарацією концентратів проводиться для одержання готових кондиційних концентратів.

Кислотна обробка соляною або сірчаною кислотою проводиться для видалення з поверхні пірохлору оксидних плівок заліза, які нівелюють магнітні властивості мінералів. Відмивання кислоти зазвичай здійснюють на концентраційних столах; продукти сушать та спрямовують на магнітну сепарацію. Вилучення в циклі доведення дрібнозернистих цінних мінералів зазвичай складає близько 80% [33].

Промислове освоєння Мазурівського родовища комплексних руд рідкісних металів розпочато у 1939 р. з переробки за простою гравітаційно-магнітною схемою пухких руд кори вивітрювання з отриманням цирконового концентрату (масова частка в ньому діоксиду цирконію 58-59%, вилучення 60-65%. В подальшому схема була вдосконалена (Уралмеханобр, Урдірідмет, ЦНІГРІ): впроваджена гідравлічна класифікація, роздільне збагачення класів на концентраційних столах, доздрібнення промпродуктів при доводці чорнових концентратів. Вилучення циркону в товарний концентрат зросло до 68%.

З кінця 50-х років руди родовища почали розглядати як джерело отримання, крім цирконового, також пірохлорового та польовошпатового (або нефелін-польовошпатового) концентратів.

Питаннями розробки технології комплексного збагачення руд займалися на протязі тривалого часу Уралмеханобр (м. Свердловськ), Механобр (м. С. Петербург), ЦНІГРІ (м. Москва), Ірдірідмет (м. Іркутськ), *Гиредмет* (м. Москва), КазПТИ (м. Алма-Ата), ІМР (м. Сімферополь) [34].

При дослідженні вивітрених і щільних руд родовища застосовувались гравітаційні, флотаційні, магнітні та хімічні методи збагачення. Вивчення збагачуваності руди гравітаційними методами при здрібнення руди до 0,2-0,1 мм показало, що основна частина пірохлору до 80% губиться з хвостами.

Після доведення чорнових гравітаційних концентратів магнітною сепарацією був отриманий колективний концентрат з масовою часткою пентоксиду ніобію 1,2-1,6% і діоксиду цирконію 54-60% при вилученні відповідно 9-10% і 63-77% (табл. 1).

У зв'язку з низьким вилученням пірохлору у гравітаційному циклі в подальшому за основу було прийнято флотаційне збагачення руди і флотаційна селекція пірохлор-цирконових концентратів. Зведені результати досліджень по флотації, які були проведені в інститутах Росії (Уралмеханобр, ЦНІГРІ, Іргиредмет), Казахстану (КазПТИ), наведені в табл. 2.

Слід підкреслити, що за флотаційними схемами збагачення в жодній з раніше виконаних робіт не був отриманий якісний пірохлоровий концентрат, а вилучення ніобію в бідний чорновий концентрат 2-7% не перевищує 20-25%.

Починаючи з 60-х років дослідженням руд родовища займався лише ІМР (м. Сімферополь); при цьому головна увага дослідників була зосереджена як на пок-

Загальні питання технологій збагачення

ращенні показників збагачення в рідкіснометалевому циклі, так і на можливості отримання нефелін-польовошпатового концентрату з низьким вмістом заліза.

В результаті виконаних ІМРом робіт в 60-ті роки були отримані прийнятні режими флотації руд – вивітрених, змішаних і щільних, що сприяло підвищенню технологічних показників. Встановлено, що руди важкозбагачувані через тонку вкрапленість рідкіснометалевих мінералів, в першу чергу пірохлору. Останній вивільнюється, в основному, при крупності 0,05 мм, а повністю – при крупності 0,03 мм. Циркон знаходиться у розкритому стані при крупності менше 0,2 мм. В вивітрених рудах пірохлор зазнав гіпергенної зміни, через що він легко перездрібнюється, а це приводить до суттєвого зростання його втрат [35].

При флотації руди були отримані колективні концентрати з масовою часткою 2,5-7,0% пентоксиду ніобію і 17-40% діоксиду цирконію при вилученні ніобію 34-37% (для вивітрених руд) і 61-85% (для змішаних і щільних руд) та цирконію 82-91%. Показники розділення колективного концентрату: – пірохлоровий концентрат вміщує 7 % пентоксиду ніобію при вилученні 34,7%, цирконовий мав масову частку ZrO_2 32,4% при вилученні 86,5%; останній можна довести до вмісту діоксиду цирконію більше 60%.

Хвости основної флотації, які після знезалізнення методом флотації і магнітної сепарації можуть знайти застосування у скляній і керамічній промисловості як нефелін-польовошпатовий концентрат.

Флотаційна технологія була перевірена при проведенні напівпромислових випробувань у 1966 році на дослідній фабриці Донецького ХМЗ продуктивністю 50 т/добу (дві проби змішаної руди масою 1000 т, та 2000 т, і проба вивітрених руд масою 2000 т).

Таблиця 1

Результати гравітаційного збагачення руд

Найменування установа	Рік	Nb_2O_5			ZrO_2		
		мас. частка, %		вилу- чення, %	мас. частка, %		вилу- чення, %
		в руді	в кон- центраті		в руді	в кон- центраті	
1	2	3	4	5	6	7	8
1. Вивітрени руди							
Механобр (відсадка, столи з доз- дрібненням до 0,5-0,2 -0,1 мм) (доводка гра- вітац. концентр. магн. сепарацією)	1956	0,077	0,33	20,4	0,48	8,73	85,76
			1,23	9,75		60,12	76,66
Ірдірідмет (ВС і концентр. столи)	1958	0,075	0,33	18,0	0,43	7,63	72,48
ЦНІГРІ (кл. –1мм, доздріб- нення, збагачення на столах)	1957		0,16- 0,395	26,8- 23,61		3,95- 8,96	

Загальні питання технологій збагачення

Продовження табл. 1

1	2	3	4	5	6	7	8
2. Щільні руди							
Механобр (здрібнення до 2 мм, збагачення на столах, доопрацювання пром-продукту і хвостів) (доводка концентрату після доздріблення до 0,071 мм на магн. сепар. і концентр. столах)	1957	0,091	0,42	45,45	0,48	4,3	88,56
			1,63	9,32		53,6	62,55
Іргірідмет (концентр. на столах 2-0,5-0,2-0,1 мм)	1958	0,10	0,28	29,8	0,45	3,53	79,16
Уралмеханобр	1953	0,090		61,7	0,30		70,54
	1953	0,065	0,294	20,53	0,30	5,67	87,64

Таблиця 2

Результати флотаційних досліджень руди різними інститутами

Найменування установи	Рік	Пентооксид ніобію			Діоксид цирконію		
		мас. частка, %		вилучення, %	мас. частка, %		вилучення, %
		в руді	в концентраті		в руді	в концентраті	
1. Вивітрені руди							
Уралмеханобр	1957	0,12	1,0-1,2 11,1	29 36,7	0,29	7,0	85,8
ЦНІГРІ	1958		5,3	40,0			
Ірдірідмет	1958	0,09	1,4	22,4	0,45	7,4	20,2
ЦНІГРІ	1965	0,08	4,0-4,5	39,0			
2. Щільні руди							
Уралмеханобр	1956	0,14	2,38	49,1	0,51	11,0	72,4
	1957	0,09	0,54	81,0	0,36	2,4	88,0
ЦНІГРІ	1959	0,09	1,16-1,60	30-46	0,46	5,4-8,4	35,0-43
ЦНІГРІ	1963	0,07	4-5	36-48	0,3-0,6	38,1	56,8
			4-6	53,7			
КазПТІ	1964	0,11	3,9	72	0,27	9,3	72,5
			4,5-5,0	55,7			

Зроблено висновок про те, що за схемами збагачення руд, в яких передбачається доводка чорнових концентратів застосуванням їх кислотної обробки і відмивання шламів, неможливо отримати прийнятне вилучення ніобію в концентрат.

Техніко-економічними розрахунками доведено можливість і доцільність переробки руд за розробленою флотаційною технологією з отриманням пірохлорового і нефелін-польовошпатового концентратів. При випробовуваннях нових проб руди в 1981 році вказаний режим було спрощено, а в якості збирача

Загальні питання технологій збагачення

запропонована суміш КОЖК і талактаму. При цьому був отриманий колективний пірохлор-цирконовий концентрат, вміщуючий 2,3% пентоксиду ніобію і 9,6% диоксиду цирконію при вилученні 66-76% Nb_2O_5 та 60-65% Zr_2O_5 (від операції). З хвостів флотації після флотаційного знезалізнення отриманий кондиційний нефелін-польовошпатовий концентрат марки ПШС. Циркон пропонується вилучати із кеків вилуговуванням [36].

Аналіз виконаних робіт по флотаційному збагаченню руди показав, що флотацією можна отримати продукти – бідний пірохлоровий концентрат (вміст Nb_2O_5 до 21-26%, звичайно 7-13%), цирконовий концентрат (масова частка ZrO_2 60-61% і нефелін-польовошпатовий концентрат, у т.ч. придатний для використання в скляній і керамічній промисловості (вихід до 45-52%).

При флотаційному збагаченні для отримання пірохлорового і цирконового концентрату необхідне застосування складного реагентного режиму, особливо при селекції колективного пірохлор-цирконового концентрату (щавелева і сірчана кислоти, екзотичний реагент купферон і т.п.), а витрати застосованих реагентів є досить значними; досить проблематична організація ефективної очистки стічних вод у зв'язку з таким же складним реагентним режимом, у т.ч. присутність жирних органічних кислот.

У 80-х роках ІМР зосередив зусилля на дослідженні комбінованих гравітаційно-магнітних методів збагачення руд Мазурівського родовища. У 1981 році з застосуванням методів гравітації, магнітної та електричної сепарації була показана можливість отримання якісного цирконового концентрату 60,3% при вилученні компонента 74% і відносно багатого ніобієвого продукту, вміщуючого 13,5% пентоксиду ніобію при вилученні 22%.

У 1987-1989 роках Інститутом мінеральних ресурсів доопрацьована ця технологія переробки руд родовища, принципово відмінна введенням попередніх методів збагачення у важких середовищах, що дозволило підвищити ефективність основного циклу переробки і суттєво зменшити експлуатаційні і капітальні витрати майбутнього підприємства, а також отримати додатково нову товарну продукцію – нефеліновий і польовошпатовий якісний концентрат марки ПШМ-2-0,2 і, крім цього, щебінку і будівельний пісок.

Розглядалися два варіанти попереднього збагачення [37]:

- з попереднім збагачуванням у важких середовищах (4 операції розділення руди крупністю -4+0,5 мм по густині 2,7; 2,62; 2,57 и 2,52 г/см³);
- з комбінуванням радіометричного збагачення рудного класу -70 +30 мм і збагачення у важких середовищах рудного класу -30 мм після його доздрібнення та здрібнення до -4 мм (фракція -4 +0,5 мм), при цьому гранична густина складала 2,7; 2,62 и 2,52 г/см³.

У 2003-2004 роках Федеральним державним унітарним підприємством "Гиредмет" (м. Москва, РФ) розроблена технологія комплексної переробки руд Мазурівського родовища. Для проведення дослідження була відібрана технологічна проба, що характеризує комплексні ніобій-цирконові корінні руди. Вміст у пробі Nb_2O_5 становив 0,11-0,12%, та ZrO_2 – 0,62-0,65%. Була підтвердження

можливість комплексної переробки руд родовища і розроблено два варіанти технологічної схеми: магнітно-гравітаційна та гравітаційно-магнітно-флотаційна. Вилучення у 10 %-ий ніобієвий концентрат досягало 27% [3].

Ще одну комбіновану схему збагачення руди Мазурівського родовища запропоновано інститутом Механобрчермет (м. Кривий Ріг) в роботі [38]. Розроблена гравітаційно-магнітно-флотаційна схема збагачення, яка забезпечує отримання пірохлорового продукту (8,2% Nb_2O_5) при вилученні 39,4% та цирконового концентрату (44,3% ZrO_2) при вилученні 61,1%. Вихід польовошпатового продукту становив 76% . Встановлено, що пірохлоровий та цирконовий концентрат є придатними для металургійної або гідрометалургійної переробки; польовошпатовий концентрат – для використання у керамічній промисловості.

В 1988-1989 рр. проведені роботи по гідрометалургійному розділенню бідних тантал-ніобієвих концентратів (7-10% Nb_2O_5) з використанням сульфат-піроксидного і сульфат-фторидного методів. В результаті було отримано технічну п'ятиокис ніобію, гідроксид танталу і рідкісноземельний продукт із задовільними технологічними показниками [39].

В 1990 році ВІМС виконана оцінка радіометричного збагачення руди Мазурівського родовища в статичних умовах, а потім проведені і укрупнені випробування радіометричного сортування руди на стадії її попереднього збагачення. Встановлено, що радіометрична сепарація дозволяє з матеріалу крупністю +30 мм виділити відвальну фракцію (щєбінку) з виходом 29,7% від руди при вмісті в цій фракції 0,05% пентаоксиду ніобію і 0,14% діоксиду цирконію.

Аналіз відомих робіт по збагаченню руд Мазурівського родовища показує, що показники збагачення є досить низькими: вилучення пірохлору, як правило, не перевищує 35-40%, а при напівпромислових випробуваннях складало всього 9%; вилучення циркону в низці проб складало 45-50%, причому необхідний вміст діоксиду цирконію 60-61% досягнуто тільки при збагаченні окремих проб.

Висновки

Значний обсяг робіт по дослідженню збагачення бідних тонковкраплених пірохлорових руд, у тому числі єдиного в Україні Мазурівського рідкометалевого родовища, не призвів до створення раціональної, економічно вигідної технології переробки, яка забезпечує високе вилучення пірохлору.

Гравітаційні методи збагачення бідних тонковкраплених пірохлорових руд не забезпечують достатньо високого вилучення металів у чорнові концентрати; якість концентратів залишається низькою, а втрати металу досить значними. Однією з основних причин високих втрат пірохлору з хвостами гравітаційного збагачення є схильність мінералів до перездрібнення та перехід зерен в дрібні класи при застосуванні традиційних методів підготування руди до збагачення. Втрати танталу і ніобію за рахунок тонких класів досягають 30% і більше.

При флотаційному збагаченні для отримання пірохлорового концентрату необхідне застосування складного реагентного режиму, особливо при селекції

Загальні питання технологій збагачення

колективного пірохлор-цирконового концентрату (щавелева і сірчана кислоти, екзотичний реагент купферон і т.п.), а витрати реагентів є досить значними; досить проблематична організація ефективної очистки стічних вод у зв'язку з таким же складним реагентним режимом, у т.ч. присутність жирних органічних кислот. Ускладнення в застосуванні флотації викликані підвищеною кількістю гідроокислів заліза та глинястих мінералів на поверхні частинок пірохлору.

Аналіз відомих робіт по збагаченню руд Мазуровського родовища показує, що показники збагачення є досить низькими: вилучення пірохлору, як правило, не перевищує 35-40%, а при напівпромислових випробуваннях склало всього 9%. Значна кількість пірохлору втрачається на стадіях доводки чорнових концентратів до кондиційної якості.

Для підвищення ефективності переробки тонковкраплених рідкіснометалевих руд необхідний пошук оптимального способу дезінтеграції руди, який забезпечить селективне розкриття цінних мінералів без їх перездрібнення.

Перспективним методом первинного гравітаційного збагачення тонкозернистих ніобійвміщуючих руд може бути метод відцентрового збагачення, який широко застосовується у світовій золотовидобувній промисловості.

Застосування хімічних, гідро- та пірометалургійних методів доводки чорнових гравітаційних концентратів і промпродуктів дозволяє оптимізувати глибину механічного збагачення, обмежитися при переробці бідної руди отриманням гравітаційних концентратів з меншим вмістом рідкісних металів при більш високому їх вилученні.

Список літератури

1. Черниенко Н.Н. Мазуровское месторождение редкометалльных нефелин-полевошпатовых руд – проблемы и перспективы освоения // Зб. наук. праць Ін-т геол. наук НАН України. Сучасні економічні можливості розвитку та реалізації мінерально-сировинної бази України і Росії в умовах глобалізації ринку мінеральної сировини / Під ред. Л. С. Галецького. – К., 2005. – С. 280-286.

2. Попов Р.Л. Результати мінералогічних та технологічних досліджень руд Мазурівського родовища та рідкісноземельних руд України: Звіт про НДР / КВ УкрДГРІ. – № 343. держ рег. № 0197009822. – Сімферополь, 2002. – 138 с.

3. Чистов Л.Б. Исследование и разработка технологии комплексной переработки коренных руд Мазуровского месторождения с получением полевошпатового и циркониевого концентратов, технических оксидов редких металлов, РЗЭ технической чистоты и сырья для производства поликремния: Отчет о НИР / ФГУП "ГИРЕДМЕТ". – Москва, 2004. – 126 с.

4. Рідкісні метали України – погляд у майбутнє / Під ред. Л.С. Галецького – К.: Ін-т геол. наук НАН України, 2001. – 117 с.

5. Зубков Л.Б., Прозорова М.В., Акоева Е.К. и др. Оценка минерально-технологических перспектив комплексной переработки ниобий-циркониевых руд Октябрьского месторождения: Отчет о НИР / Гиредмет. – М., 1984. – 124 с.

6. Тихонов С.А. и др. Изучение вещественного состава и технологических особенностей 25 малообъемных проб руд Мазуровского месторождения: Отчет о НИР по теме 59/80-8 / ИМР. – Симферополь, 1985. – 125 с.

7. Шаповалов Г.М., Быков Ю.А. и др. Изучение вещественного состава и разработка схемы обогащения пирохлоро-цирконовых руд Октябрьского месторождения: Отчет о НИР

по теме / ИМР. – Симферополь, 1968. – 155 с.

8. Зив Е.Ф., Мамонтова Л.Н. Изучение вещественного состава и разработка схемы обогащения крепких комплексных руд Ждановского месторождения: Отчет о НИР / Гиредмет. – М., 1957. – 122 с.

9. Чернієнко Н. М. Комплексне використання руд Мазурівського родовища Приазов'я // Наукові праці Донецького НТУ. Серія: "Гірничо-геологічна". Вип. 8(136).- Донецьк, Дон-НТУ, 2008. – С. 215-222.

10. Эпштейн Е.М. и др. Ниобий России: состояние, перспективы освоения и развития минерально- сырьевой базы // Минеральное сырьё. Серия геолого- экономическая. – 2000. – № 8. – М.: Изд. ВИМС. – 103 с.

11. Зеликман А.Н., Коршунов Б. Г., Елютин А.В., и др. Ниобий и тантал. – М.: Металлургия, 1990. – 296 с.

12. Зубынин Ю.Л., Чистов Л.Б., Охрименко В.Е., и др. Комбинированные химико-обогащительные методы – главное направление комплексной переработки редкометалльных руд / В кн.: Новые процессы в комбинированных схемах обогащения полезных ископаемых. – М.: Наука, 1989. – С.59-68.

13. Кармазин В.В., Кармазин В.И. Современное состояние и перспективы разделения минералов в магнитных и электрических полях / В кн.: Переработка труднообогатимых руд. Теория и практика. – М.: Наука, 1987. – С. 44-58.

14. Остапенко П.Е., Кузнецов В. П., Казакова Р. В., и др. Повышение комплексности использования редкометалльных и оловянных руд / В кн.: Новые процессы в комбинированных схемах обогащения полезных ископаемых. – М., Наука, 1989. – С. 68-70.

15. Чистов Л.Б., Зубков Л. Б. Современное состояние и задачи минералоготехнологических исследований редкометалльных руд / В кн.: Применение технологической минералогии для повышения эффективности исследования минерального сырья. – М., 1984. – С. 33-39.

16. Ревнивцев В.И. Перспективы развития физических методов обогащения полезных ископаемых / В кн.: Новые физические методы обогащения полезных ископаемых. – Л., 1983. – С. 3-17.

17. Кудрин В.С., Кушпаренко Ю.С., Петрова Н.В., и др. Минеральное сырьё. Ниобий и тантал. – М.: Геоинформарк, 1988. – 82 с.

18. Аникин М.Ф. Исследование процесса и параметров винтовых сепараторов при обогащении оловянных и тантало-ниобиевых руд: Дисс. ... канд. техн. наук. / ИрГиредмет. – Иркутск, 1967. – 146 с.

19. Burt, R.O. and Mills, C., Gravity Concentration-Still Alive and Doing Well. CIM Bulletin, November, 1985 г.

20. Химическая технология лопаритового концентрата // Апатиты. – 1997. – № 3. – 65 с.

21. Петров И.М. Повышение эффективности переработки и извлекаемой ценности редкометалльных руд на основе оптимизации параметров и глубины обогащения минеральных компонентов: Дисс. ... докт. техн. наук: 25.05.13 / МГТУ. – Москва, 2002. – 390 с.

22. Орлов В.П. Минерально-сырьевая база России и мира: взгляд в 21 век // Минеральные ресурсы России. – 1999. – № 3. – С. 2-11.

23. Заярный А. А. Повышение эффективности обогащения труднообогатимых тантало-ниобиевых руд на основе центробежной сепарации (на рудах месторождения "Липовый Лог"): Дисс. ... канд. техн. наук: 25.00.13 / ЧГУ. – Чита, 2004. – 160 с.: илл., табл.

24. Араха niobium mine, Mining magazine, 1982 г. vol. 147 № 2, P. 134-147.

25. Испытания на обогатимость гравитационными методами оловянных и редкометалльных руд. – Методические рекомендации № 19. Научный совет по методам технологических исследований. – М., ВИМС. – 1982. – 27 с.

26. Елютин А.В., Чистов Л.Б., Эпштейн Е.М. Проблемы освоения минерально-

Загальні питання технологій збагачення

сырьевой базы ниобия // Минеральные ресурсы России. – 1999. – № 3. – С. 22-29.

27. Гинзбург А.Г., Фельдман Л.Г. Месторождения тантала и ниобия / В кн. : Рудные месторождения СССР. – Т. 3. – М.: Недра, 1979. – С. 251.

28. Кушпаренко Ю.С., Петрова И.В. Технология переработки редкометалльных руд. – М.: Геоинформмарк, 1994. – 63 с.

29. Давыдова Л.А. Хотинская Н.Э. Основные тенденции развития магнитной сепарации // Цветные металлы. – 1989. – № 12. – С. 98-100.

30. Карнаухов Н.М. Технология доводки коллективных концентратов с помощью электрической сепарации. – М.: Недра, 1966. – 166 с.

31. Ломовцев Л.А., Кравец Б.А., Давыдова Ю.А. Оборудование для магнитного обогащения слабомагнитных руд за рубежом / Сер. Обогащение руд. Обзорная информация. ЦНИИ информации и технико-экономических исследований черной металлургии. – М., 1985. – 98 с.

32. Кармазин В.В., Кармазин В.И. Магнитные и электрические методы обогащения. – М.: Недра, 1988. – 304 с.

33. Грекулова Л.А. О влиянии кислотной обработки на магнитные свойства минералов тантал-ниобиевых концентратов / В кн.: Обогащение руд редких металлов и неметаллов. – М.: Недра, 1967. – С. 139-159.

34. Разработка технологии обогащения комплексных руд Мазуровского месторождения: Отчет о НИР / Механообрчермет. – № ГР 0193 017475; инв. № 086311/17-93. – Кривой Рог, 1994. – 100 с.

35. Попов Р.Л., Тихонов С.А., и др. Изучить вещественный состав и разработать принципиальную схему переработки руд Мазуровского месторождения после их предварительного обогащения с получением пирохлорового, цирконового и полевошпатового концентратов: Отчет по договору 020 / ИМР. – Симферополь, 1987. – 237 с.

36. Кирикилица С.И., Марченко Е.Я., и др. Прогнозная оценка Украинского щита на апатитосодержащие руды, разработка и усовершенствование технологии обогащения комплексных руд на основании изыскания новых флотореагентов: Отчет о НИР / ИМР. – Симферополь, 1985. – 277 с.

© Шпильовий К.Л., 2016

Надійшла до редколегії 04.06.2016 р.

Рекомендовано до публікації д.т.н. В.С. Білецьким