

УДК 621.926

**В.С. БІЛЕЦЬКИЙ**, д-р техн. наук

(Україна, Полтава, Державний ВНЗ "Полтавський національний технічний університет ім. Юрія Кондратюка"),

**К.Л. ШПИЛЬОВИЙ**

(Україна, Маріуполь, ТОВ "Азов-Мінералтехніка"),

**П.В. СЕРГЄЄВ**, д-р техн. наук

(Україна, Красноармійськ, Державний ВНЗ "Донецький національний технічний університет")

### **ОБҐРУНТУВАННЯ РАЦІОНАЛЬНОГО СПОСОБУ СЕЛЕКТИВНОЇ ДЕЗІНТЕГРАЦІЇ ПІРОХЛОРОВИХ РУД**

*Постановка проблеми.* Низькі показники вилучення пірохлору незалежно від прийнятих методів збагачення зумовлені тонкою вкрапленістю ніобієвих руд, та пов'язаною з цим необхідністю їх подрібнення до крупності  $-0,071 \dots -0,044$  мм. Внаслідок високої крихкості пірохлору та меншої його міцності в порівнянні з іншими мінералами руди відбувається його переподрібнення і утворення "примазок" на поверхні породотвірних мінералів, втирання частинок пірохлору в поверхневий шар зерен альбіту, мікрокліну, нефеліну. Властивості поверхні цих мінералів змінюються, знижується контрастність їх властивостей і, як наслідок, ефективність збагачення.

Вдосконалення рудопідготовки шляхом дослідження відомих методів селективної дезінтеграції та обґрунтування способу, який забезпечує найменше переподрібнення пірохлору і високі показники його вилучення, є актуальним завданням.

*Аналіз останніх досліджень і публікацій.* Дослідженням селективного подрібнення пірохлорових руд тривалий час не приділяли належної уваги. Розкриття руд здійснюється методами, які засновані на подрібненні мінералів, яке спеціально не спрямоване на руйнування їх по площинах спайності [1, 2]. Коли кінцевою метою подрібнення є утворення якнайбільшої нової поверхні матеріалу на одиницю витраченої енергії, то така мета не тільки не відповідає, але й суперечить основним завданням підготування руди до збагачення, так як не відповідає принципу "не дробити нічого зайвого". Це є однією з причин того, що підготування руди залишається найбільш енергоємною, витратною та погано керованою операцією у технології переробки руд [3-5]. При збільшенні питомої поверхні подрібненого матеріалу відбувається агрегація часток, виникають значні сили молекулярної взаємодії, які починають перевищувати сили розділення, що призводить до зниження селективності збагачення [6].

Селективна дезінтеграція різних руд в апаратах відцентрово-ударної дії досліджувалася в багатьох роботах [7, 8]. В роботі [9] вперше були виявлені закономірності подрібнення рідкіснометалічних руд кількох родовищ. Зроблено висновок, що при цих способах дезінтеграції основна маса вмісної породи руйнується по площинах спайності. Характер руйнування руд і мінеральних зерен в резуль-

таті подрібнення в значній мірі визначається структурними особливостями. Навіть лише при одних і тих самих стискаючих, розтягуючих чи зсувних навантаженнях напружений стан і деформація грудки руди та окремих зерен будуть складними. Так, при руйнуванні зерна кальциту шляхом відриву по площині спайності на поверхні руйнування утворюються уступи (сходинки), на яких розвиваються деформації зсуву. При руйнуванні полікристалічної руди розтягом, зсувом чи стисканням завжди присутні площини зсуву і відриву [6, 7, 9].

В роботах [10, 11] ми започаткували дослідження процесу дезінтеграції рідкіснометалічної руди Мазурівського родовища. Ця робота є продовженням попередніх наших досліджень.

*Метою* цієї роботи є дослідження процесу селективної дезінтеграції ніобієвої руди Мазурівського родовища в апаратах різного типу, обґрунтування раціонального способу подрібнення руди та технологічних параметрів процесу.

*Виклад основного матеріалу.* Досліджувався основний різнотип руд Мазурівського родовища – маріуполіт, – мінеральний та хімічний склад якого наведено в роботі [11]. Пірохлор – єдиний власне ніобієвий мінерал на Мазурівському родовищі. Як встановлено в роботі [12], в руді пірохлор знаходиться в незначній кількості (0,15-0,17%) і спостерігається у спеціально виділених фракціях при мінералогічних аналізах в петрографічних шліфах. Він утворює невеликі гніздові скупчення з дрібних зерен в альбіті, рідше – в лепідомелані та егірині. Пірохлор має вигляд ідіоморфних ізометричних зерен та кристалів октаедричного обрису червонувато-коричневого або жовтувато-коричневого кольору, з жирним блиском.

В альбіті зерна пірохлору оточені дрібними тріщинками і тонкою (0,01-0,02 мм) оболонкою з найдрібніших частинок слюдоподібного мінералу та кальциту, в лепідомелані – плеохроїчними ореолами.

Розміри зерен пірохлору звичайно знаходяться в межах 0,005-0,030 мм, інколи – до 0,05 мм і лише в поодиноких випадках відмічаються зерна, що досягають 0,07-0,2 мм. Внаслідок цього розкриття пірохлору відбувається тільки при тонкому подрібненні. В матеріалі крупніше 0,125 мм пірохлор знаходиться у вигляді включень, здебільшого в альбіті, в класі  $-0,125+0,063$  мм близько 27% його виділяється у вільному вигляді, в класі  $-0,063+0,032$  мм – близько 60%, а в класах дрібніше 0,032 мм він розкривається достатньо повно і його вільні зерна суттєво домінують над зростками. Густина пірохлору  $4,2 \text{ г/см}^3$ , міцність за шкалою Мооса – 2...3 [13].

Експериментальні дослідження подрібнення руд і визначення оптимального способу дезінтеграції включали вивчення кінетики подрібнення та розкриття рідкіснометалічних руд в млинах, які реалізують різні фізичні принципи подрібнення. Було випробувано кульове, стержневе подрібнення, подрібнення у млинах ударно-відцентрового типу. В табл. 1 наведені технічні характеристики млинів.

Технічні характеристики млинів

Найменування дезінтегратора	Тип дезінтегратора	Продуктивність, т/год (об'єм, л)	Встановлена потужність, кВт	Маса проб, кг	Умови проведення експерименту	
					Максимальний розмір вихідного зерна, мм	Крупність подрібненого продукту, мм
Млин кульовий	МЛ-40	7 л	0,6	2,5	3	0,1
Млин стрижневий	84А-МЛ-1	40 л	1,0	12	3	0,1
Млин ударно-відцентрової дії	ДЦ-0,36	3,0	8,0	100	8	0,1

Для руд Мазурівського родовища характерним є дуже дрібна вкрапленість пірохлору, зерна якого мають розміри, в основному, менше 0,05 мм, а також порівняно висока міцність вмісних мінералів.

Наявність тонких вкраплень рудних мінералів (пірохлору) в рудах Мазурівського родовища вимагає проведення подрібнення руди до 0,063 мм або й 0,044 мм для повнішого розкриття зростків. З іншого боку таке тонке подрібнення призводить до утворення великої кількості шламів (до 27% від вихідної руди), з якими втрачається щонайменше 15-20% Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Вилучення цінних компонентів із шламів є досить проблематичним. Тому основним завданням було визначення такого способу рудопідготовки, при якому забезпечується низький рівень втрат цінних компонентів із шламами в результаті подрібнення, та високий ступінь розкриття по контактах спайності мінералів.

При дослідженні різних способів дезінтеграції первинна оцінка ефективності дезінтеграції руди у відповідності з першим критерієм (зниження втрат зі шламами) здійснювалася шляхом порівняння ситового складу подрібнених продуктів та розподілу цінного компоненту по класах крупності. Ці дані представлені на рис. 1-3.

Із наведених даних витікає, що для основного типу руд Мазурівського родовища – маріуполіту, – для способів подрібнення у кульовому та стержневому млинах спостерігалася зростання вмісту пентоксиду ніобію в подрібнених продуктах в інтервалі крупності -0,09+0,010 мм (максимум – в інтервалі -0,02+0,01 мм). Для ударно-відцентрового способу подрібнення максимум вмісту пентоксиду ніобію в подрібненому продукті спостерігався вже в інтервалі -0,056+0,044 мм (рис. 1).

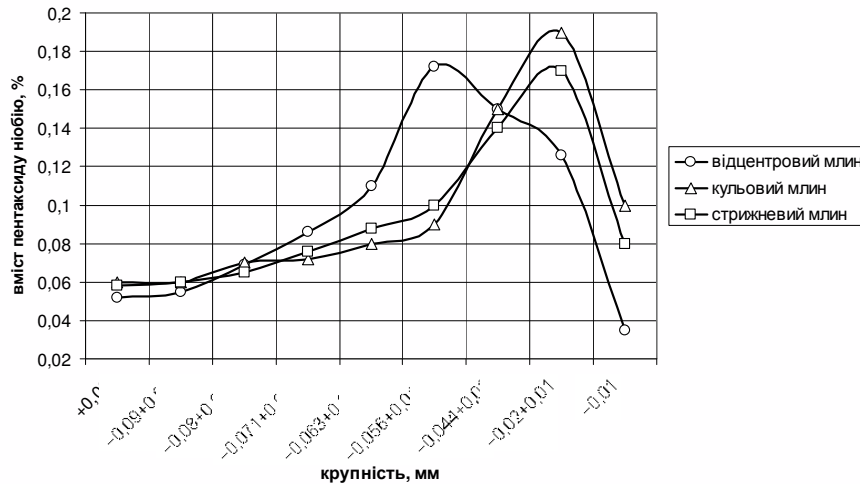


Рис. 1. Залежність вмісту пентоксиду ніобію від крупності частинок подрібненого продукту та способу дезінтеграції

Максимуми виходу подрібненого матеріалу для способів подрібнення у кульовому та стрижневому млинах припадають на клас -0,044+0,02 мм (рис. 2). Для відцентрового подрібнення максимум припадає на клас -0,08+0,071 мм. Це, ймовірно, пояснюється різною міцністю пірохлору та вмісних порід.

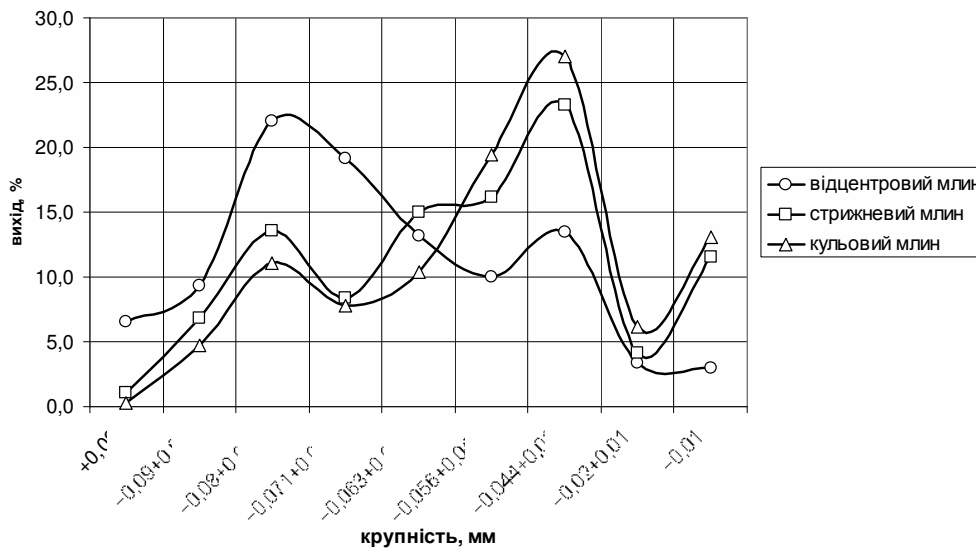


Рис. 2. Залежність виходу класів від крупності частинок та способу дезінтеграції

Аналіз розподілу пентоксиду ніобію по класах крупності (рис. 3) показує, що вилучення пентоксиду ніобію в шлами (-0,01 мм) найнижчим є при відцентровому подрібненні – не вище 0,03% (відносн.), найвищим – до 12% пентоксиду ніобію, – при подрібненні у кульовому млині.

Результати гравітаційного аналізу подрібненого матеріалу, виконаного за

## Підготовчі процеси збагачення

методикою [14], показують, що на відміну від інших способів дезінтеграції максимальне значення вилучення пентоксиду ніобію у важкій фракції густиною вище  $2,8 \text{ г/см}^3$  має місце в крупності  $-0,071-0,050 \text{ мм}$  при подрібненні в млині ударно-відцентрової дії. При цьому ж способі дезінтеграції втрати пентоксиду ніобію є мінімальними.

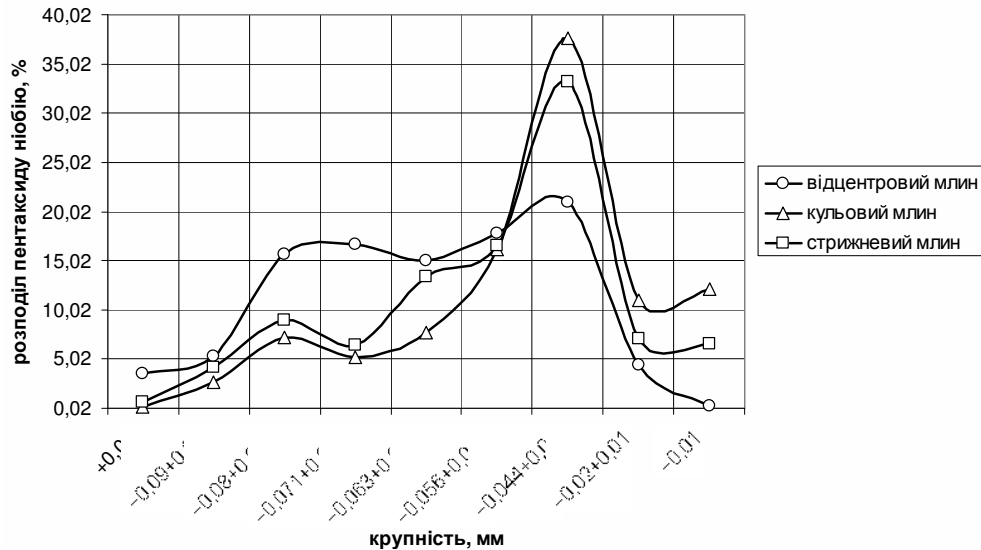


Рис. 3. Залежність розподілу пентоксиду ніобію від крупності частинок подрібненого продукту та способу дезінтеграції

Таким чином, ударно-відцентрове подрібнення можна вважати оптимальним способом рудопідготовки рідкіснометалічної руди Мазурівського родовища з точки зору мінімізації втрат цінного компонента з шламами.

Дані по розкриттю досліджуваного різновиду руди – маріуполіту, – при дезінтеграції в різних апаратах наведені в табл. 2 (оцінка розкриття проводилася по нерудній складовій). Як бачимо, ступінь їх розкриття після різних способів подрібнення коливається в широких межах. Оцінку результатів проводили за допомогою показника ефективності рудопідготовки по розкриттю руди у відповідності до формули його визначення [9].

Розрахована величина цього показника для кожного способу дезінтеграції також наведена в табл. 2. На основі такого порівняння найбільш прийнятним виявилось відцентрово-ударне подрібнення, яке суттєво перевищує найближче до нього по ефективності подрібнення у млині стрижневого типу. Характерно, що величина показника ефективності рудопідготовки по розкриттю руди для цього способу дезінтеграції близька до одиниці, що свідчить про переважне розкриття руд по площинах спайності.

Оцінка результатів подрібнення мариуполіту

Способи подрібнення	Крупність подрібнення (% класу 0,1 мм)	Вихід класу, %				Вміст Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , %				Ступінь розкриття нерудного матеріалу, %	Показник інтеркристалічного руйнування (і), частка од.
		-0,044 мм		+0,044 мм		-0,044 мм		+0,044 мм			
		<2,8	>2,8	<2,8	>2,8	<2,8	>2,8	<2,8	>2,8		
Кульовий млин	96,3	43,84	0,96	51,77	3,43	0,070	2,95	0,040	0,59	77,4	0,38
Стрижневий млин	94,8	37,68	1,22	56,87	4,23	0,068	3,01	0,038	0,82	71,2	0,48
Млин ударно-відцентровий	93,5	18,30	1,60	74,16	5,94	0,027	0,92	0,023	4,70	93,7	0,87

Порівнюючи результати оцінки селективності розкриття руд різними методами, треба сказати, що для руд Мазурівського родовища подрібнення у млині відцентрово-ударного типу дає найкращі результати. При цьому відбувається вибіркове руйнування як рудних, так і нерудних (альбіту, мікрокліну, нефеліну) мінералів. Ступінь руйнування визначається характеристикою руд і способами дезінтеграції. Дані, які підтверджують наявність селективного руйнування руд, наведені на рис. 1-3, та в табл. 2.

При подрібненні основного різновиду руд Мазурівського родовища – мариуполіту, – відбувається суттєвий приріст масової частки пентоксиду ніобію в тонких класах. Такий приріст можна використати для фракціонованого збагачення крупних та дрібних класів після подрібнення. Але таке фракціонування має передбачати високу ефективність технології вилучення пентоксиду ніобію з тонких класів. Виходячи з критерію кращого розкриття руд, що визначається ступенем розкриття та коефіцієнтом ефективності рудопідготовки по розкриттю руди, оптимальним для руд Мазурівського родовища є подрібнення у апараті відцентрово-ударного типу.

Для обґрунтування раціональних технологічних параметрів селективного подрібнення руди дослідження проводилися у відцентровому млині відцентрово-ударного типу ДЦ-0,36. Млин був оснащений динамічним відцентровим сепаратором та системою пилеочищення.

Вивчалася залежність вмісту класу -0,044 мм у подрібненому продукті від частоти обертання ротора (прискорювача) млина, навантаження на млин по вихідній руді та крупності вихідної руди.

Вплив основних факторів на вміст (С, %) класу -0,044 мм у подрібненому продукті вивчали за допомогою активного експерименту. Для планування експерименту застосовували ротатабельний центральний композиційний план дру-

## **Підготовчі процеси збагачення**

гого порядку [15], який дозволяє одержати однакову точність поліноміальної моделі у всіх напрямках факторного простору у вигляді:

$$Y = b_0 + \sum_{1 \leq i \leq k} b_i X_i + \sum_{1 \leq i, 1 \leq k} b_{i1} X_i X_1 + \sum_{1 \leq i \leq k} b_{ii} X_i^2,$$

де  $Y$  – функція відгуку;  $b_0$  – вільний член;  $b_i, b_{ii}, b_{ii}$  – коефіцієнти при змінних, коваріаціях та квадратичних членах;  $X_i$  – лінійні ефекти;  $X_i X_1$  – парні взаємодії;  $X_i^2$  – квадратичні члени;  $k$  – число незалежних змінних.

В основі методу лежить факторне планування типу ПФЕ  $2^n$ , матриця якого доповнюється "зоряними точками" і нульовими (центральними) точками.

Ядро плану представлено напівреплікою  $2^3$  ( $1=X_1 X_2 X_3$ ). Реалізовувалось 8 дослідів на основних рівнях та ще 6 дослідів в зіркових точках (величина зіркового плеча в цьому випадку дорівнює 1,682), і шість дослідів в центрі плану.

Вибрані фактори задовольняють вимогам керованості, незалежності, однозначності, яким повинні задовольняти варіативні чинники при плануванні експерименту.

Основні рівні, інтервали варіювання факторів та межі області дослідження, наведені в табл. 3, вибрані на основі апріорної інформації [16] та за результатами попередніх експериментів. Матриця планування та результати її реалізації наведені у табл. 4.

Таблиця 3

Основні рівні, інтервали варіювання факторів та межі області дослідження

Параметр	Позначення	Код	Одиниці виміру	Основні рівні				
				+1,682	+1	0	-1	-1,682
Колова (окружна) швидкість ротора відцентрового млина	$V$	$X_1$	м/с	86,88	80	70	60	53,18
Крупність вихідної руди	$d$	$X_2$	мм	18,7	16	12	8	5,3
Витрати вихідної руди	$Q$	$X_3$	кг/год	2841	2500	2000	1500	1159

Обробку результатів експериментів та аналіз регресійних моделей здійснювали за допомогою модуля "Планування експерименту" статистичної програми Statgraphics 5.1 Plus [17].

Матриця планування і результати її реалізації

№	$X_1$	$X_2$	$X_3$	$C_{експ.}$	$C_{розн.}$
1	-1,0	-1,0	-1,0	50,86	50,6663
2	1,0	-1,0	-1,0	72,85	73,8741
3	-1,0	1,0	-1,0	35,65	35,9311
4	1,0	1,0	-1,0	54,05	55,1538
5	-1,0	-1,0	1,0	41,85	41,7932
6	1,0	-1,0	1,0	60,66	61,4259
7	-1,0	1,0	1,0	28,43	28,453
8	1,0	1,0	1,0	42,86	44,1007
9	-1,68179	0,0	0,0	28,00	28,4729
10	1,68179	0,0	0,0	63,10	62,1463
11	0,0	-1,68179	0,0	63,30	62,8894
12	0,0	1,68179	0,0	37,00	35,9299
13	0,0	0,0	-1,68179	62,00	61,1876
14	0,0	0,0	1,68179	45,10	44,4317
15	0,0	0,0	0,0	50,50	50,409
16	0,0	0,0	0,0	50,50	50,409
17	0,0	0,0	0,0	50,00	50,409
18	0,0	0,0	0,0	50,80	50,409
19	0,0	0,0	0,0	50,10	50,409
20	0,0	0,0	0,0	50,30	50,409

Обробка результатів експерименту (табл.4) дозволила отримати модель у вигляді рівняння регресії з врахуванням значущості коефіцієнтів:

$$C = 50,409 + 9,71388X_1 - 8,01511X_2 - 4,98155X_3 - 1,97968X_1^2 - 0,99625X_1X_2 - 0,89375X_1X_3 + 0,848756X_3^2 \quad (1)$$

Коефіцієнти моделі наведено в нормованому (кодованому) виді.

Значущість коефіцієнтів моделі визначали за допомогою Р – рівня і наведено на стандартизованому Парето-графіку (рис. 4). Вертикальна лінія на рисунку відповідає 95% статистичній значущості коефіцієнтів.

Як видно з Парето-графіка, статистично значущими є коефіцієнти при лінійних членах рівняння регресії, коефіцієнти при  $X_1^2$  та  $X_3^2$ , та коефіцієнти при парних взаємодіях членів  $X_1$  та  $X_2$ , і  $X_1$  та  $X_3$ .

Значення коефіцієнтів регресії в рівнянні (1) визначають силу впливу відповідних факторів чи їх комбінацій на величину функції відгуку, а знак перед коефіцієнтом – характер цього впливу. Як бачимо, на вміст класу -0,044 мм у вихідному продукті найбільше впливають колова (окружна) швидкість ротора відцентрового млина та крупність вихідної руди. Але треба враховувати, що фактори  $X_1$  та  $X_3$  входять до рівняння у вигляді квадратичних членів, що призводить до зниження їх впливу на функцію відгуку при оцінці за величиною коефіцієнтів регресії.



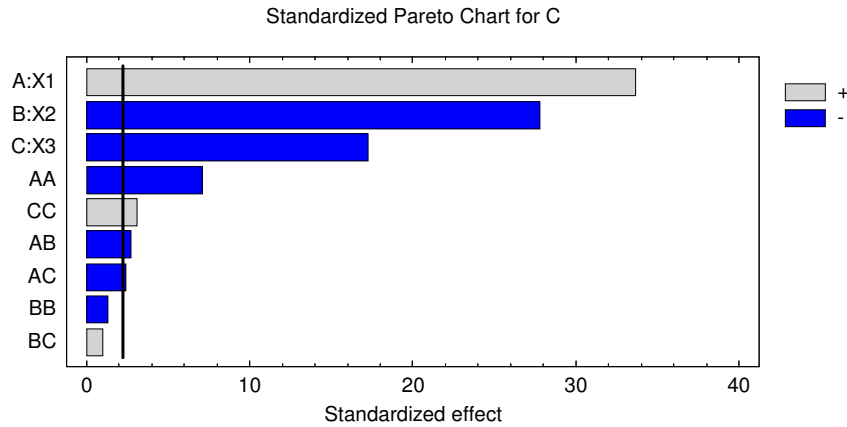


Рис. 4. Значущість коефіцієнтів моделі (Парето-графік)

Адекватність одержаних регресійних моделей визначили за високим значеннями коефіцієнту детермінації R-квадрат:  $R^2 = 99,5\%$ .

Середньоквадратичне відхилення (стандартна похибка)  $\sigma = 1,07\%$ ; похибка моделі складає  $\pm 2,12\%$ .

Аналіз регресійної моделі здійснено за допомогою згаданої статистичної програми "Statgraphics 5.1 Plus".

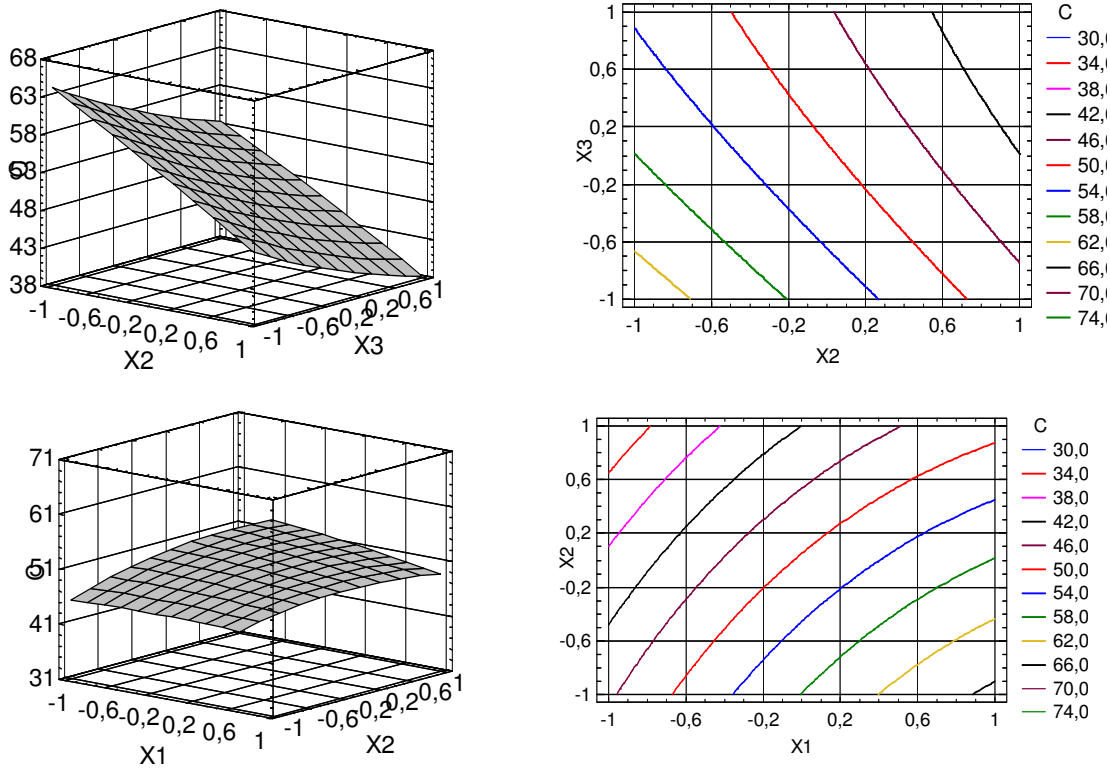


Рис. 5. Тривимірні поверхні відгуку та їх перетини

На рис. 5 наведено тривимірні поверхні функції відгуку та їх перетини. Аналіз залежностей, наведених на рис. 5, показує, що зростання окружної швидкості прискорювача відцентрового млина призводить до помітного зростання вмісту класу  $-0,044$  мм у вихідному продукті дроблення. Зростання вмісту класу дещо уповільнюється при зміні окружної швидкості прискорювача від 80 до 85-87 м/с. Швидкість 85-87 м/с можна вважати оптимальною для цієї моделі млина відцентрово-ударної дії.

Зростання крупності вихідної руди, що подається на подрібнення, приводить до зниження вмісту класу  $-0,044$  мм. Найвищий вміст цього класу спостерігається при подрібненні дрібної руди крупністю 6-4 мм.

Нарешті, зростання навантаження на відцентровий млин по вихідній руді також призводить до зниження вмісту класу  $-0,044$  мм у готовому продукті. Оптимальним за цим критерієм навантаженням треба прийняти 1100-1200 кг/год.

### *Висновки*

Ударно-відцентрове подрібнення є оптимальним способом рудопідготовки рідкіснометалічної руди Мазурівського родовища з точки зору мінімізації втрат цінного компоненту – ніобію, з шламами, та розкриття мінералів. При цьому відбувається вибіркоче руйнування як рудних, так і нерудних (альбіту, мікрокліну, нефеліну) мінералів.

Розкриття відбувається в більш грубому класі – 0,08-0,071 мм. Це сприятиме зростанню показників гравітаційного збагачення. Вихід "технологічного" (найбільш розкритого) класу при цьому суттєво вищий.

Раціональними технологічними параметрами млина ударно-відцентрової дії є: окружна швидкість ротора – 85-87 м/с, продуктивність по вихідній руді – 1100-1200 кг/год, крупність вихідної руди – 4-6 мм.

### **Список літератури**

1. Ревнивцев В.И. О рациональной организации процесса раскрытия минералов в соответствии с современными представлениями физики твердого тела: В кн. Совершенствование и развитие процесса подготовки руд к обогащению. – Л., 1975. – С. 153-169.
2. Звягин Б.М. К теории дробления горных пород. L О раскрытии зерен минералов при мелком дроблении // Изв. АН СССР, ОТН. – 1950. – № 7. – С. 17-23.
3. О развитии работ по созданию новых способов дробления и измельчения твердых материалов и оборудования для этих способов: Доклад Временной науч.-техн. комиссии Государственного комитета СССР по науке и технике. – М., 1985. – 136 с.
4. Районов Г.В., Ревнивцев В.И. К вопросу об оптимизации процессов измельчения // Обогащение руд. – 1985. – № 2. – С. 2-5.
5. Атомная структура межзеренных границ. – М.: Мир, 1978. – 291 с.
6. Мохначев М.П., Присташ В.В. Динамическая прочность горных пород. – М.: Наука, 1982. – 141с.
7. Поль Б. Макроскопические критерии пластического течения и хрупкого разрушения: В кн. Разрушение. – М.: Мир, 1975. – Т. 2. – С. 336-520.
8. Ревнивцев В.И. Селективное измельчение минералов. – М.: Недра, 1988. – 328 с.

## **Підготовчі процеси збагачення**

---

9. Петров И.М. Повышение эффективности переработки и извлекаемой ценности редкометалльных руд на основе оптимизации параметров и глубины обогащения минеральных компонентов: Дисс. ... д-ра техн. наук: 25.05.13 / МГГУ. – М., 2002. – 390 с.

10. Шпилевой К.Л., Шпилевой Л.В. Повышение извлечения пироклора за счет совершенствования рудоподготовки // Сб. материалов 1X Конгресса обогатителей стран СНГ. 26-28 февраля 2013 г. – М.: МИСиС, 2013. – Т. II. – С. 679-681.

11. Мостика Ю.С., Шпилевой К.Л., Шпилевой Л.В. Совершенствование рудоподготовки при обогащении нефелиновых сиенитов для повышения извлечения пироклора // Вісник НТУ"ХП". – 2013. – № 57(1030). – С. 85-89.

12. 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" – М., 2004. – 126 с.

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

14. Леонов С.Б., Белькова О.Н. Исследование полезных ископаемых на обогатимость. – М.: Интермет Инжиниринг, 2001. – 631 с.

15. Білецький В.С., Смирнов В.О. Моделювання процесів збагачення корисних копалин. – Донецьк: Східний видавничий дім, 2013. – 304 с.

16. Шпилевой Л. В., Назарова Т. С. Совершенствование технологии переработки полевошпатового сырья на основе избирательного измельчения минералов // Вісник НТУ"ХП". 2009. – № 25. – С. 115-122.

17. Статграфік: Руководство пользователя. – М., 2004. – 159 с.

© Білецький В.С., Шпильовий К.Л., Сергеев П.В., 2015

*Надійшла до редколегії 08.08.2015 р.  
Рекомендовано до публікації д.т.н. Л.Ж. Горобець*