

В. Д. Мазуренко, Е. З. Новикова

ИССЛЕДОВАНИЕ НЕФЕЛИНОВОГО КОНЦЕНТРАТА НА ОБОГАТИМОСТЬ

Успехи в создании новых материалов и веществ обусловлены сейчас глубоким пониманием связи свойств вещества с его химическим составом и физической структурой, всесторонним познанием физико-химических процессов их образования.

Высокая степень чистоты исходных материалов, новые физические методы перестройки их структуры позволяют обеспечить высокие прочностные и другие техничеки важные свойства материалов. Природное сырье обычно содержит повышенное количество вредных примесей и поэтому из него трудно получить изделия требуемого качества. В связи с этим возникает необходимость обогащения.

В настоящее время существует много методов обогащения: механические, магнитная и электрическая сепарация, химические, разделение в тяжелых средах и т. д. Но ни один из этих методов не дает положительных результатов относительно удаления значительного количества присутствующих в нефелиновом концентрате окислов железа, которые ограничивают его применение в стекольной промышленности.

Впервые исследования обогатимости апатит-нефелиновой породы, а также хвостов апатитовой флотации проводились в институте «Механобр» в 1930—1937 гг. К этому периоду относятся работы В. А. Рундквиста, Г. А. Степаняна [1], О. С. Богданова, Г. Г. Берлянда [2]. Снижение Fe_2O_3 в хвостах апатитовой флотации осуществлялось флотацией, магнитной сепарацией и комбинацией этих методов.

Позднее [3] было показано, что прокаливание в окислительных или восстановительных условиях может изменить магнитную проницаемость некоторых железосодержащих минералов и в комбинации с магнитной и электромагнитной сепарацией способствовать их выделению в мономинеральные фракции. По данным В. А. Новикова и А. И. Буханова [3], этим методом можно повысить магнитные свойства ильменита, гематита и некоторых железосодержащих силикатов.

Прокаливание в восстановительных условиях с сажей усиливает магнитную проницаемость этих минералов, позволяя в дальнейшем оттянуть их ручным магнитом, а также ведет к образованию в зернах железосодержащих минералов закиси окиси железа, которая придает магнитные свойства продуктам прокаливания. При слишком продолжительном прокаливании в окислительных условиях или при недостатке сажи образовавшаяся закись-окись переходит в окись железа, и магнитная проницаемость понижается или исчезает.

Для повышения магнитных свойств железосодержащих минералов В. А. Новиков [4] предложил применять окислительный или восстановительный обжиг в муфельных печах при $t = 550\text{—}600^\circ$ в течение 30—50 мин. В 1960 г. в Чехословакии был запатентован флотационный способ обогащения хибинских апатитовых руд [5], заключающийся в применении синтапона — смеси цетила и олеинсульфатов натрия.

С целью поиска путей обогащения нефелинового концентрата нами было проведено его комплексное исследование.

Минералогический анализ показал, что в отсепарированном нефелине главной железосодержащей примесью является эгирин, который встречается в отдельных крупных зернах и в виде включений мелких призм.

При магнитной сепарации отделяется большое количество черных пластин, очевидно ильменита или магнетита. В оставшемся концентрате нефелина имеется много зерен эгирина, через которые в шихту вводится заметное количество железа. Удалить эгирин можно флотацией, поскольку у него удельный вес больше, чем у нефелина, или прокаливанием нефелинового сырья и последующей магнитной сепарацией. Всего железа удалить не представляется возможным, поскольку в самих зернах нефелина имеются включения эгирина, а также зерна в виде сростков эгирина с нефелином. Из концентрата ручным магнитом удалось извлечь около 1% железа, которое, вероятно, находится в форме магнетита. При сепарации в магнитную фракцию переходит магнетит, мартетизированный магнетит, ильменит, хромит и другие минералы с вросшими зернами магнетита. Ильменит является слабомагнитным минералом. В восстановительном пламени он становится магнитным. Эгирин можно выделить сепарацией по удельному весу (его удельный вес равен 3, а нефелина — 2,6).

Нами был также произведен рентгенофазовый анализ нефелинового концентрата. Рентгенограммы снимались на установке для рентгенофазового анализа УРС-50И излучения Cu_α . Счетчик для регистрации излучений — ионизационный. Рент-

рентгенограммы снимались методом порошка. На рентгенограмме отходов обогащения нефелина видно, что основной кристаллической фазой, присутствующей здесь, является магнетит, а также прослеживаются линии, свойственные нефелину.

Спектральный анализ нефелинового концентрата проведен на спектрографе ИСП-28 в физическом отделе Проблемной лаборатории стекла БПИ, а также в Центральной заводской лаборатории Минского тракторного завода. Результаты анализа подтвердили имеющиеся в литературе данные о спектральном составе концентрата.

На основании опытных данных анализов дальнейшая работа проводилась в направлении поиска метода обогащения, поскольку рациональной методики по удалению окислов железа из нефелинового концентрата не имеется. Для обогащения нами отбиралась средняя проба, которая высушивалась и подвергалась ситовому анализу.

Сущность принятой нами методики анализа заключается в последовательном удалении или выделении из нефелина групп железоносителей путем отмучивания, отделения тяжелых минералов, обработки щавелевой кислотой и т. д.

Содержание глинистых примесей и определение количества присутствующих в них окислов железа определялось методом отмучивания. Среднее количество глинистых примесей — 11,38%, а количество окислов железа, связанного с ними и отнесенного к содержанию его в исходном нефелине, составило 16,72%. Удельный вес обогащенного концентрата определялся пикнометрическим методом и равен 2,70.

Определение количества тяжелых минералов и содержания в них окислов железа производилось в бромформе (удельный вес 2,9). Среднее количество тяжелых минералов в исходном нефелине — 9,05%. Количество Fe_2O_3 , связанного с тяжелыми минералами и отнесенного к содержанию его в исходном нефелине, составило 49,06%.

Весовое количество пленки гидроокислов железа и содержание в ней окислов железа определялись путем обработки навески нефелина 5%-ным раствором щавелевой кислоты с последующим химическим анализом. Среднее количество пленки гидроокислов железа составляет 41,37%. Количество Fe_2O_3 , связанной с пленкой гидроокислов железа, по отношению к его содержанию в исходном нефелине составляет 19,56%. Определение количества железосодержащих включений внутри зерен нефелина и содержание в них окислов железа производилось путем измельчения зерен с последующей обработкой пробы царской водкой. Среднее количество железосодержащих включений составило 26,95%. Количество

окислов железа, связанных с железосодержащими включениями, по отношению к их содержанию в исходном нефелине составляют 10,55%.

Химический анализ нефелина (полный) после обработки царской водкой (%): SiO_2 70,20; Al_2O_3 6,50; Fe_2O_3 0,83; CaO 0,93; MgO 1,08; $\text{K}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O}$ 16,99; п. п. п. 3,33%. Сумма — 99,86%.

Нефелиновый концентрат был также подвергнут магнитной сепарации ручным магнитом. После магнитной сепарации нефелин прокаливали в муфельной печи при различных температурах и выдержках: при 400° в течение 1 ч; при 500° в течение 4 ч; при 560° в течение 4 ч. Проводимая магнитная сепарация после прокаливания положительных результатов не дала. После магнитной сепарации и прокаливания нефелин подвергался химическому анализу для определения содержания железа — количество Fe_2O_3 составило 1,87%. К навеске нефелина, полученной после магнитной сепарации и прокаливания, добавлялся уголь (для создания восстановительной среды), после чего ее прокаливали в муфельной печи при 560° в течение 4 ч.

Уголь добавляли следующими дозами: 100 г нефелина + 0,5 г угля; 100 г нефелина + 1,0 г угля; 100 г нефелина + 2,0 г угля; 97,9 г нефелина + 3,0 г угля; 97,9 г нефелина + 4,0 г угля. После добавления 3,0 и 4,0 г угля железистые включения не были обнаружены. В нефелине, полученном после такой обработки, количество Fe_2O_3 составляло 1,75%.

Проба нефелина, которую получили после прокаливания в восстановительной среде, подвергалась промывке раствором 2 N HCl (более крепкие концентрации HCl образовывали с нефелином гель и затрудняли дальнейшую работу). Затем пробу помещали в муфельную печь и при 800° прокаливали в течение 4 ч, затем проводили магнитную сепарацию ручным магнитом. Нефелин, полученный после этой обработки, показал на химическом анализе содержание окислов железа 2,15%. После этого нефелин подвергался промывке пылью (порошок «Новость») и помещался в печь для прокаливания при 800° в течение 4 ч с последующей магнитной сепарацией. Химический анализ нефелина показал содержание Fe_2O_3 1,83%. После прокаливания в восстановительной среде пробу прокаливали совместно с NaCl при 800° . Количество NaCl брали равным количеству Fe_2O_3 , содержащемуся в нефелине. Химический анализ нефелина на содержание окислов железа показал, что Fe_2O_3 содержится в пробе 1,22%.

После магнитной сепарации нефелин подвергался прокаливанию при 900° с добавками NaCl, KCl, NaCl + CaCl_2 ,

KCl + CaCl₂ в течение 4 ч. При более высокой температуре нефелин начинал оплавляться. Соли NaCl, KCl, NaCl + CaCl₂, KCl + CaCl₂ добавлялись из расчета на 100 в. ч. нефелина 2 в. ч. соли.

После термической обработки химический анализ показал следующее содержание Fe₂O₃ в пробах: а) с добавкой NaCl — 0,903%; б) с добавкой KCl — 1,61%; в) с добавкой NaCl + CaCl₂ — 2,06%; г) с добавкой KCl + CaCl₂ — 2,16%.

На основании опытных данных можно сделать вывод, что только комплексный метод исследования дает возможность резко снизить содержание вредных примесей. Наилучшие результаты получаются при термической обработке нефелина в муфельной печи в присутствии NaCl. Этот факт наводит на мысль использования для обогащения нефелинового концентрата отходов сильвинитсодержащих пород Солигорского калийного комбината, богатых NaCl.

Литература

1. В. А. Рундквист, Г. А. Степанянц. В сб.: Обогащение полезных ископаемых Ленинградской области. Л., 1933.
2. О. С. Богданов, Г. Г. Берлянд. Испытания обогатимости хвостов апатитовой флотации с целью получения нефелинового концентрата. Сб. научн.-иссл. работ по теории и практике флотации. Л., 1938.
3. В. А. Новиков, А. И. Буханов. В сб.: Кора выветривания, вып. 3. М., 1956.
4. В. А. Новиков. Применение пленочных реакций и диагностического травления для минералогического анализа шлифов. «Советская геология», 1939, № 10-11.
5. Способ обогащения Хибинских апатитов. Чехословакия, пат. 94127, 15/IV-1960.