

КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОДУКТОВ УГЛИСТЫХ СЛАНЦЕВ МЕСТОРОЖДЕНИЯ БАЛА-САУСКАНДЫК

^{1,2}С.В. Нечипуренко[✉], ²Р.К. Канаев, ^{1,2}С.А.Ефремов, ³А.А. Кузнецов, ^{1,2}Г.А.Мун

¹РОО «Национальная Инженерная Академия Республики Казахстан», Алматы, Казахстан,

²НАО «Казахский национальный университет имени аль-Фараби», Алматы, Казахстан,

³ТОО «Фирма Балауса», Алматы, Казахстан

[✉]Корреспондент-автор: nechipurenkos@mail.ru

Рассмотрены особенности флотирующей способности по углероду углерод-минерального материала. В качестве объекта исследований выступают отходы переработки полиметаллического рудника Бала-Саускандык, предметом исследований является углистый кек, отход после автоклавного выщелачивания ванадиевой руды. Изучен химический анализ кека, в основу состава которого входит углерод, диоксид кремния, соединения щелочных и щелочноземельных металлов, а также соединения железа и алюминия. Представленные в статье исследования показали, что для работы по флотационному обогащению углерод-минерального материала, учитывая его исходный pH-3, адсорбционные и электрокинетические характеристики, в качестве реагентов флотации рекомендуется использовать реагенты с преобладанием в основном терпеновых спиртов. Для возможности раскрытия углерод-минерального материала для флотационного обогащения и дальнейшего внедрения в производственный процесс проведены исследования и расчеты определения рабочего индекса измельчаемости по методике Бонда в шаровой мельнице с производительностью 2,72 кг/час и удельным расходом энергии 2,62 кВт•ч/т. Исходя из результатов фракционного анализа измельченного кека определена средняя плотность пульпы $\rho = 2,8 \div 3,3$ или в соотношении Т:Ж = 300÷350 г/л. В качестве реагентов для пенной флотации опробованы синтетические ацетат 3-амилтетрагидропиран-4-ол и ксантогенат 1-метил-3-карбэтокси-1,2,5,6-тетрагидропиридин-4-ол и коммерческий реагент-собирающий Flotol B. В качестве вспенивателя керосин осветленный. Установлено, что оптимальным является совместное использование керосина и «Flotol B», при этом в процессе обогащения в одну стадию без дополнительной перемешки содержание углерода в концентрате увеличилось до $40,0 \pm 2 \%$.

Получены углеродные концентраты, стабильные по химическому составу. Учитывая гибкую схему ведения процесса обогащения возможно варьировать содержание углерода и минеральной составляющей в концентратах, что является важным экономическим и технологическим фактором при расчете химико-технологических процессов. Полученные углеродные концентраты могут быть использованы в технологических процессах производства сорбентов, композиционных материалов и эластомеров, в качестве альтернативных товарных материалов на основе аморфного углерода.

Ключевые слова: месторождение Бала-Саускандык, отходы, физико-химические исследования, углистый кек, флотация, флотореагент, углерод, концентрат.

CONCENTRATION AND RESEARCH OF PRODUCTS OF CARBONACEOUS SHALES OF THE BALA-SAUSKANDYK DEPOSIT

^{1,2} S.V.Nechipurenko[✉], ²R.K. Kanaev, ^{1,2}S.A.Yefremov, ³A.A.Kuznetsov, ^{1,2}G.A. Mun

¹RPA «National Academy of Engineering of the Republic of Kazakhstan», Almaty, Kazakhstan,

²NJSC «al-Farabi Kazakh National University», Almaty, Kazakhstan,

³LLP «The Balause company», Almaty, Kazakhstan,

e-mail: nechipurenkos@mail.ru

The features of the carbon flotation capacity of a carbon-mineral material are considered. The object of research is waste from the processing of the polymetallic mine Bala-Sauskandyk, the subject of research is carbonaceous cake, waste after autoclave leaching of vanadium ore. The chemical analysis of the cake, which is

based on carbon, silicon dioxide, compounds of alkaline and alkaline earth metals, as well as compounds of iron and aluminum, has been studied. The research presented in the article showed that for flotation enrichment of carbon-mineral material, taking into account its initial pH 3, adsorption and electrokinetic characteristics, it is recommended to use reagents with a predominance of mainly terpene alcohols as flotation reagents. To enable the disclosure of carbon-mineral material for flotation enrichment and further introduction into the production process, studies and calculations were carried out to determine the working index of shreddability using the Bond method in a ball mill with a capacity of 2.72 kg/hour and a specific energy consumption of 2.62 kWh/t. Based on the results of fractional analysis of the crushed cake, the average pulp density $p = 2.8 \div 3.3$ or in the ratio S:L = 300÷350 g/l was determined. Synthetic 3-amyltetrahydropyran-4-ol acetate and 1-methyl-3-carbethoxy-1,2,5,6-tetrahydropyridine-4-ol xanthogenate and commercial collector reagent Flotol B were tested as reagents for foam flotation. Clarified kerosene is used as a foamer. It was found that the optimal use is the combined use of kerosene and Flotol B, while in the process of enrichment in one stage without additional purification, the carbon content in the concentrate increased to $40.0 \pm 2\%$.

Carbon concentrates stable in chemical composition were obtained. Given the flexible scheme of the enrichment process, it is possible to vary the content of carbon and mineral components in concentrates, which is an important economic and technological factor in the calculation of chemical and technological processes. The resulting carbon concentrates can be used in technological processes for the production of sorbents, composite materials and elastomers, as alternative commercial materials based on amorphous carbon.

Keywords: Bala-Sauskandyk deposit, waste, physico-chemical studies, carbon cake, flotation, flotation reagents, carbon, concentrate.

БАЛА-САУСКАНДЫҚ КЕН ОРНЫНЫҢ КӨМІРТЕКТІ ТАҚТАТАС ӨНІМДЕРІН ШОҒЫРЛАНДЫРУ ЖӘНЕ ЗЕРТТЕУ

^{1,2}С.В. Нечипуренко[✉], ²Р.К. Канаев, ^{1,2}С.А.Ефремов, ³А.А.Кузнецов, ^{1,2}Г.А.Мун

¹«Қазақстан Республикасының Ұлттық Инженерлік Академиясы» РҚБ, Алматы, Қазақстан,

²«әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті» КЕАҚ, Алматы, Қазақстан,

³«Фирма Балауса» ЖШС, Алматы, Қазақстан,

e-mail: nechipurenkos@mail.ru

Көміртек-минералды материалдың көміртегі бойынша флотация қабілетінің ерекшеліктері қарастырылды. Зерттеу нысаны ретінде Бала-Саускандық полиметалл кенішінің қайта өңдеу қалдықтары, зерттеу пәні көміртекті кек, ванадий кенін автоклавты шаймалаудан кейінгі қалдықтар болып табылады. Кектің химиялық талдауы зерттелді, оның құрамына көміртегі, кремний диоксиді, сілтілік және жер сілтілік металдардың қосылыстары, сондай-ақ темір мен алюминий қосылыстары кіреді. Мақалада келтірілген зерттеулер көміртегі-минералды материалды флотациялық байыту бойынша жұмыс істеу үшін оның бастапқы рН 3, адсорбциялық және электрокинетикалық сипаттамаларын ескере отырып, флотация реагенттері ретінде негізінен терпен спирттері басым реагенттерді қолдану ұсынылатынын көрсетті. Флотациялық байыту және өндірістік процеске одан әрі енгізу үшін көміртек-минералды материалды ашу мүмкіндігі үшін өнімділігі 2,72 кг/сағ және энергияның меншікті шығыны 2,62 кВт•сағ/т шар диірменінде Бонд әдістемесі бойынша ұсақталудың жұмыс индексі анықтау бойынша зерттеулер мен есептеулер жүргізілді. Ұсақталған кекті фракциялық талдау нәтижелеріне сүйене отырып, пульпаның орташа тығыздығы анықталды $p = 2.8 \div 3.3$ немесе Қ:С қатынасында = 300÷350 г/л. Көбік флотациясы үшін реагенттер ретінде синтетикалық ацетат 3-амилтетрагидропиран-4-ол және ксантогенат 1-метил-3-карбэтокси-1,2,5,6-тетрагидропиридин-4-ол және Flotol B коммерциялық реагент-жинаушы сыналды. Көбіктендіргіш ретінде жеңілдетілген керосин қолданылды. Керосин мен "Flotol B" бірге қоладану оңтайлы екендігі анықталды, бұл ретте байыту процесінде концентраттағы көміртегі мөлшері қосымша тазартусыз бір сатыда $40,0 \pm 2\%$ дейін өсті.

Химиялық құрамы бойынша тұрақты көміртекті концентраттар алынды. Байыту процесін жүргізудің икемді сызбанұсқасын ескере отырып, химиялық және технологиялық процестерді есептеу кезінде маңызды экономикалық және технологиялық фактор болып табылатын концентраттардағы көміртегі мен минералды компоненттердің құрамын өзгертуге болады. Алынған көміртегі концентраттарын сорбенттерді,

композициялық материалдарды және эластомерлерді өндірудің технологиялық процестерінде, аморфты көміртегі негізіндегі балама тауарлық материалдар ретінде пайдалануға болады.

Түйінді сөздер: Бала-Саускандық кен орны, қалдықтар, физика-химиялық зерттеулер, көміртекті кек, флотация, флотореагенттер, көміртек, концентрат.

Введение. Актуальной задачей современных производств является комплексное использование природных ресурсов и создание безотходных технологий. В этой связи в последнее десятилетие существенное изменение претерпело отношение к отходам. С точки зрения рационального природопользования промышленные отходы являются вторичными материальными ресурсами. Широко известно большое значение углеродных материалов (сажи, активированного угля и др.) для различных отраслей промышленности. Учитывая сложный минералогический и химический составы углеродсодержащего сырья, залегающего в рудном теле и в отвалах промышленных предприятий, разработка безотходной технологии переработки, получение новых многофункциональных материалов, становится актуальной проблемой, имеющей как научное, так и практическое значение [1,2].

В статье представлены материалы по обогащению углистого кека, отхода после автоклавного выщелачивания ванадиевой руды месторождения Бала-Саускандык. Изучены физико-химические характеристики углистого кека и продуктов обогащения.

Материалы и методы. В качестве источника для получения ряда углеродсодержащих материалов многоцелевого использования, могут служить углистые сланцы («кеки») – отходы переработки полиметаллического рудника Бала-Саускандык. Месторождение Бала-Саускандык разрабатываемое компанией Ferro-Alloy Resources Group, представляет собой крупное ванадиевое месторождение, расположенное в Кызылординской области в Южном Казахстане [3].

Предметом исследований явились углистые «ке-

ки», отходы после автоклавного выщелачивания ванадиевой руды.

Основной технологический процесс производства предприятия представляет собой низкотемпературный натрирующий обжиг с последующим выщелачиванием, сорбцией, десорбцией и осаждением солей ванадия и молибдена. Основа материала составляет глинозем, и углеродная составляющая остается в твердой фазе – «кек». Данный кек после фильтрации отправляется как низкосортный материал на строительные нужды или направляется в отвалы [4].

Проведенный химический анализ кека показывает неоднородность его состава. Анализ проводили рентгеноспектральным методом в ТОО ЦЛ «Гео-Аналитика», категория точности анализа – III, по СТ РК 1354-2005 инструкция НСАМ №313-РС. Определение содержания общего углерода проводили при температуре 850-900 °С в муфельной печи в воздушной атмосфере, в таблице 1 отмечено как п.п.п. – потери после прокаливании. Выбор данного метода определения углерода обусловлен тем, что исходная ванадиевая руда подвергается агрессивному воздействию и, следовательно, в углистом кеке после обогащения отсутствует органический углерод.

Результаты исследований говорят о том, что данный кек – это сложная система, в состав которой входят углерод, диоксид кремния, соединения щелочных и щелочноземельных металлов, а также соединения железа, алюминия, таблица 1. Для всех исследований в работе углистый кек был предварительно просушен при температуре 105±2°С для стабилизации по влажности до показания не более 1,0 %.

Таблица 1 - Химический состав «кека» и продуктов обогащения

№ пробы	Содержание, %							
	Fe2O3	Al2O3	SiO2	TiO2	MnO	V2O5	п.п.п.	Сумма
Пр № 1 исх	9,2	2,62	75,12	0,44	<0,10	0,53	14,19	100
Пр № 1 конц.	2,45	7,74	48,18	0,37	<0,10	0,44	39,53	100
Пр № 1 хвост	10,73	2	82,8	0,17	<0,10	0,42	7,43	100

Проведены исследования на понимание каким образом флотореагенты и электролиты (активатор или депрессор) адсорбируются на поверхности углерод-минерального материала в зависимости от pH среды. В качестве наиболее информативного примера, было рассмотрено, как закрепляется бутиловый ксантогенат (БКс) на поверхности углерод-минерального материала и флотационного концентрата. Проведены исследования факторов, влияющих на адсорбцию ионов ПАВ на границе раздела фаз, с учетом взаимодействия в области двойного электрического слоя.

Проведены работы по определению рабочего индекса измельчаемости углерод-минерального кека по методике Бонда. Исследования проводились на представительной пробе углерод-минерального кека, класс крупности минус 2,5 мм в шаровой мельнице типа МЛ-40 объемом 9,0 дм³, общий вес шаровой загрузки составлял 9,46 кг, диаметры шаров от 16 до 40 мм. Разделение измельченного продукта проводилось на сите с ячейками 0,074 × 0,074 мм. Далее готовый продукт сушился, взвешивался и по разности с первоначальной навеской определялся выход остатка на сите +0,074 мм. После этого к нему добавлялась исходный материал по массе до принятой навески и вода по заданному для данного опыта отношению Т : Ж. Приготовленное таким способом питание мельницы вводилось в последующий цикл измельчения. Продолжительность измельчения измерялась количеством оборотов вращения барабана мельницы. Частота вращения барабана 73 мин⁻¹. Испытание в замкнутом цикле считается установившимся, если обеспечивается выход готового продукта по массе близкий к тому, который необходим для 250-270% циркулирующей нагрузки.

Проведен фракционный и ситовой анализ. К фракционному анализу относится метод разделения отдельных групп минеральных частиц, отличающихся по плотности. Фракционный состав продуктов отсадки дает наиболее объективную и полную информацию о точности разделения исходного материала по плотности. Проведение фракционного анализа проводили в соответствии с [5]. Для расслоения исследуемого материала размером зерен менее 0,63 мм применяли органические жидкости плотностью от 1300 до 2600 кг/м³, раствор хлористого цинка плотностью от 1100 до 2000 кг/м³ и органические жидкости плотностью от 2000 до 2600 кг/м³.

Проведено флотационное обогащение углистого

кека по углероду. Как известно, основными свойствами флотационной пульпы, влияющими на процесс флотации, являются ее плотность, температура и концентрация водородных ионов. Плотность пульпы измеряется отношением массы твердого к массе воды Т:Ж или $\rho = \frac{Ж}{Т}$; содержанием твердого в 1 л пульпы (г/л) или содержанием твердого в процентах. С увеличением плотности пульпы повышается производительность флотационной установки, снижаются расходы реагентов на единицу объема пульпы, электроэнергии и воды. Однако при чрезмерном увеличении плотности пульпы понижается аэрация и ухудшается флотация крупных частиц вследствие их отрыва от пузырьков воздуха при столкновении с соседними частицами. При этом происходит интенсивная флотация тонких частиц породы, загрязняющих концентрат. Потери углеродной части с отходами увеличиваются. Процесс флотационного обогащения проводился на лабораторной флотационной машине ФМУ-М2, объем камеры 3,0 дм³ [6-8].

Результаты и обсуждения. 1. *Определение флотирующей способности и адсорбционные свойства углистого кека.* Необходимым требованием, предъявляемым к сырьевым материалам, используемым в технологическом переделе, является постоянство химического и гранулометрического составов. Учитывая, что химический состав кека постоянен, нами были проведены работы по стабилизации его состава [9] методом флотационного обогащения.

Наиболее важными показателями флотирующей способности являются — смачиваемость поверхности твердой фазы и адсорбционные свойства материала при взаимодействии с флотационными реагентами.

На первом этапе было важно понять каким образом флотореагенты и электролиты (активатор или депрессор) адсорбируются на поверхности углистого кека в зависимости от pH среды. В качестве наиболее информативного примера, было рассмотрено, как закрепляется бутиловый ксантогенат (БКс) на поверхности углистого кека и флотационного концентрата. Адсорбцию БКс на границе раздела вода-воздух проводили путем измерения поверхностного натяжения их растворов методом отрыва пластинки Вильгельми [10]. Данные этих определений приведены на рисунке 1. Из которых видно, что с увеличением pH среды адсорбция БКс снижается, что может быть связано с гидрофиллизацией поверхности углистого кека гидроксил-ионами.

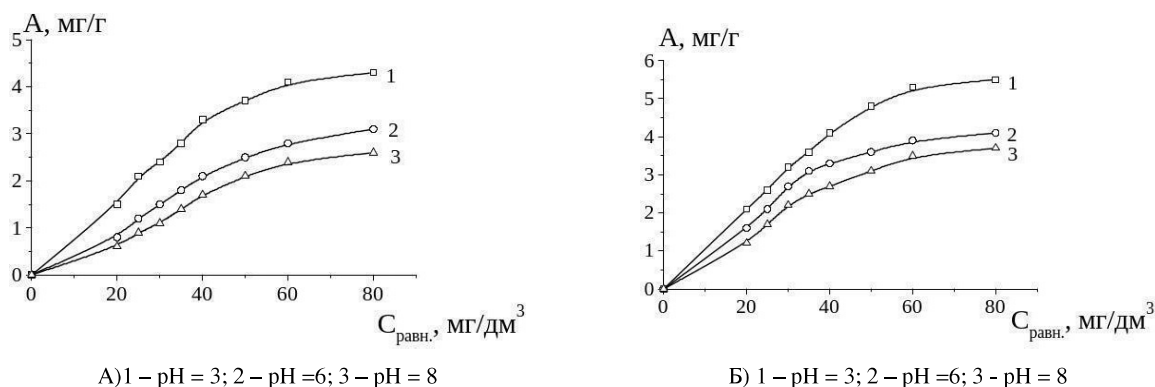


Рис. 1- Зависимость адсорбции БКс на поверхности углистого кека А и флотационного концентрата Б, при разных рН среды

В пользу такого предположения свидетельствуют электрокинетические данные, которые представлены на рисунке 2. Измерение электрокинетического потенциала частиц флотируемого материала проводили в несколько видоизмененном приборе Рабиновича и Фодиман по методу подвижной границы раздела вода-суспензия [11]. Показано, что с увеличением рН среды отрицательный заряд углистого кека увеличивается за счет преимущественной адсорбции гидроксил-ионов. При увеличении концентрации БКс отрицательный заряд поверхности также увеличивается за счет гидрофобных взаимодействий между углеводородными радикалами БКс и алифатическими метиленовыми группами циклических нафтеновых фаз углеродного материала. В результате этого полярные группы БКс будут обращены в водную фазу, что придает материалу отрицательный дополнительный заряд. Следует отметить, что из-за большей доступности гидрофобных участ-

ков на поверхности обогащенного углистого кека для молекул БКс создаются благоприятные условия для сорбции его молекул.

Хорошо известно, что одним из основных факторов, влияющих на адсорбцию ионов ПАВ на границе раздела фаз, являются взаимодействия в области двойного электрического слоя. Образование поверхностного заряда при контакте твердой фазы с водным раствором характерно почти для всех систем. Только в определенных условиях, существующих в растворе, общий поверхностный заряд равен нулю, что соответствует точке нулевого заряда (ТНЗ). Чтобы система в целом оставалась электронеutralной, в растворе должно находиться одинаковое число ионов с противоположными по знаку зарядами, эта совокупность электрических зарядов противоположных знаков, распределенных вдоль границы, раздела двух фаз, образует двойной электрический слой [12,13].

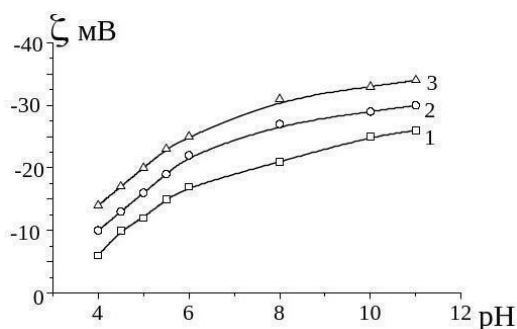


Рис. 2 - Зависимость электрокинетического потенциала частиц углистого кека (углерод -19,5 % масс.) (1); флотационного концентрата (углерод -39,5 % масс.) (2) и концентрата, после дополнительного химического обогащения (углерод - 73,2 %) (3) от рН среды

Таким образом, проведенные исследования показали, что для работы по флотационному обогащению углистого кека, учитывая его исходный рН-3, а так же адсорбционные и электрокинетические характеристики в качестве реагентов флотации использовали реагенты с преобладанием в основном

терпеновых спиртов.

2. Определение рабочего индекса измельчаемости углистого кека по методике Бонда.

Результаты испытаний по определению индекса измельчаемости углистого кека приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Результаты испытаний по определению индекса измельчаемости углистого кека

Циклы измельчения	Число оборотов мельницы за 1 цикл	Кол-во материала - 0,074мм, образовавшегося за циклы, г	Остаток материала на сите +0,074мм, г	Циркуляционная нагрузка, %
1	145	230	770	335
2	325	205	795	388
3	425	260	740	285
4	438	275	725	264

После стабилизации показателей измельчения определялась гранулометрическая характеристика готового продукта (таблица 3) [14,15] методом ситового анализа.

Таблица 3 – Гранулометрическая характеристика исходного и измельченного кека

Исходный кек			Измельченный кек		
Размер сита, мм	выход классов, оставшихся на сите, %		суммарный выход классов, прошедших через сито, %	выход классов, оставшихся на сите, %	
	частный	суммарный		частный	суммарный
-2,5+1,0	62	62	100	10,02	10,02
-1,0+0,5	13	75	38	5,11	15,13
-0,5+0,2	11,6	86,6	25	25,05	40,18
-0,2+0,1	7,4	94	13,4	10,74	50,92
-0,1+0,074	4	98	6	21,47	72,39
0,074+0,044	1,8	99,8	2	14,83	87,22
Итого:	100			100	

Расход энергии, потребляемой при измельчении, определялся с помощью трехфазного счетчика. Полезная энергия, затрачиваемая на измельчение, определялась по разности показаний счетчика при работе мельницы под нагрузкой и без нее при вращении пустого барабана по формуле:

$$E = \frac{N - N_{x-x}}{Q}, \text{кВт} \cdot \text{ч/т},$$

где E – удельный расход энергии, затраченной только на измельчение, кВтч/т;

N – мощность, потребляемая при измельчении, кВт;

N_{x-x} – мощность холостого хода мельницы без измельчающей среды, кВт;

Q – производительность мельницы по исходному питанию, т/ч.

Производительность шаровой мельницы Q рассчитывалась по времени измельчения t (сек) и навеске кека P (кг):

$$Q = \frac{P \times 3600}{t(1 + C)}, \text{ кг/час}$$

где C – циркулирующая нагрузка, доли единицы, в нашем случае равны 2,68.

$$Q = \frac{1 \times 3600}{360(1 + 2.68)} = \frac{3600}{360 \cdot 3.68} = 2.72 \text{ кг/час}$$

Удельный расход энергии равен:

$$E = \frac{29.97 - 22.834}{2.72} = \frac{7.136}{2.72} = 2.62 \text{ кВт} \cdot \text{ч/т},$$

Индекс чистой работы измельчения в шаровой мельнице по Бонду определялся по формуле:

$$W_{\text{изм.}} = \frac{E \times \sqrt{F_{80}}}{10 \times \left(\sqrt{\frac{F_{80}}{P_{80}}} - 1 \right)}, \quad \frac{\text{кВт} \cdot \text{ч}}{\text{т}} \text{ мкм}^{0.5}$$

F_{80} и P_{80} – размеры отверстий сит, через которые соответственно проходит 80% исходного питания и готового продукта измельчения, мкм.

Параметры F_{80} и P_{80} для исследуемого кека определялся по кривым, представленным на рисунке 3.

$$Wi = \frac{2.62 \times \sqrt{2200}}{10 \times \left(\sqrt{\frac{2200}{440}} - 1 \right)} = \frac{122.878}{10 \times (2.237 - 1)} = \frac{122.878}{12.37} = 9.93 \frac{\text{кВт} \cdot \text{ч}}{\text{т}} \text{ мкм}^{0.5}$$

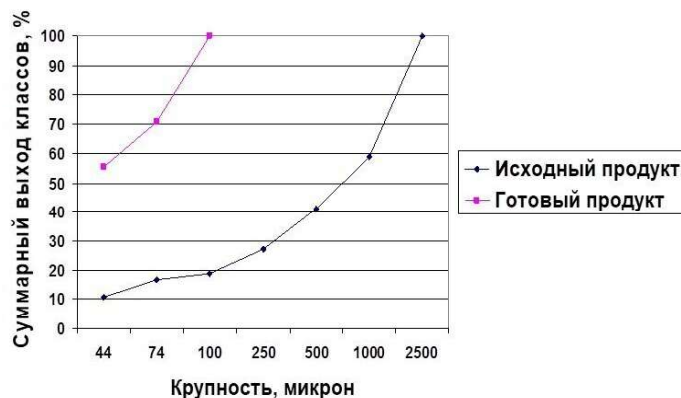


Рис.3 - Гранулометрическая характеристика исходного и конечного продуктов измельчения

Анализ полученных расчетных данных и зависимостей позволил сделать вывод о равномерном распределении работы измельчения без необходимости проводить многостадийное измельчение для проведения дальнейшего флотационного обогащения.

Испытание в замкнутом цикле считается установленным, т.к. обеспечивается выход готового продукта по массе для 250-270% циркулирующей нагрузки.

3. Обогащение углистого кека пенной флотацией.

Одним из важных параметров обогащаемого материала является фракционный состав. Фракционный анализ кека размером зерен менее 0,63 мм проводили методом центрифугирования. Для исследований использовались растворы хлористого цинка плотностью от 1300 кг/м³ до 1800 кг/м³. Результаты фракционного и ситового анализа представлены в таблице 4 и 5.

Таблица 4 - Фракционный анализ углистого кека

Плотность фракций, кг/м ³	Выход фракций, %	Суммарно, %	
		всплывшие фракции	невсплывшие фракции
<1300	60,5	60,5	100
1300-1400	22,6	83,1	39,5
1400-1500	4,9	88,0	16,9
1500-1800	3,1	91,1	12,0
>1800	8,9	100	8,9

Параллельно с фракционным анализом был проведен ситовый анализ используемого кека для флотации. Класс крупности рабочей фракции составил – 0,63 мм.

Таблица 5 - Ситовой состав исходной пробы углистого кека

Фракция, мм	-0,63+0,20	-0,20+0,074	-0,074+0,044	-0,044+0,00
Содержание, % масс.	11,3	23,7	46,1	18,9

При флотационном обогащении углистого кека средняя плотность пульпы принималась как $\rho = 2,8 \div 3,3$ или Т:Ж = 300÷350 г/л. Такое соотношение Т:Ж было определено как оптимальное. Учитывая адсорбционные и электрокинетические характеристики исследуемого материала, описанных выше, в качестве реагентов для пенной флотации были опробованы синтетические ацетат 3-амилтетрагидропиран-4-ол и ксантогенат 1-метил-3-

карбэтокси-1,2,5,6-тетрагидропиридин-4-ол, синтезированные в НАО «КазНУ им. аль-Фараби», а также коммерческий реагент-собирающий Flotol B. В качестве собирателя керосин осветленный. Дозирование флотационных реагентов велось дробно, через дозаторы. Режимные параметры ведения процесса флотации экспериментально определенные, как оптимальные, представлены в таблице 6.

Таблица 6 – Режимные параметры технологического процесса флотации, пересчитанные на 1 тонну углистого кека на флотацию

Наименование параметра	Ед. изм.	Значение
Расход вспенивателя на 1 тонну руды	г	320
Расход собирателя на 1 тонну руды	г	280
Содержание класса -0,074 мм в питании флотации	%	65
Плотность питания основной флотации	% тв	30

Основной характеристикой качества флотореагентов является устойчивость пены. Результаты проведенных нами исследований этого показателя для

применяемых флотореагентов представлены в таблице 7 [16,17].

Таблица 7 – Время устойчивости пены при различных флотореагентах

Тип флотореагента	Время устойчивости, мин.		
	начальный сбор	средний сбор	конечный сбор
Flotol B	>60	10-15	<1
Ацетат 3-амилтетрагидропиран-4-ола	5-10	<1	<1
1-метил-3-карбэтокси-1,2,5,6-тетрагидропиридин-4-ола	10-15	1-2	<1

По проведенным исследованиям, наиболее эффективным пенообразователем зарекомендовал Flotol B. Он и был определен, как наиболее перспективный. Дальнейшие работы по флотации углистого кека, в качестве вспенивателя проводили с этим ре-

агентом. Flotol B состоит в основном из терпеновых спиртов, в которых терпинеол является основным компонентом. Характеристики процесса флотации исследуемых флотореагентов показаны в таблицах 8-9.

Таблица 8 - Показатели обогащения углистого кека, %

Показатель	Флотореагент		
	Flotol B	Ацетат	Ксантогенат
Содержание углерода в кеке	19,5	19,5	19,5
Выход концентрата	35	22	31
Содержание углерода в концентрате	39,5	35,2	29,4
Содержание углерода в хвостах	8,1	12,5	15,5
Извлечение углерода в концентрат	73,4	40,5	47,5

Из результатов таблицы 8 видно, что оптимальным соотношением флотационных реагентов, является совместное использование, в качестве собирателя – керосина и пенообразователя – реагент

«Flotol B», при этом в процессе флотационного обогащения, в одну стадию без дополнительной очистки, содержание углерода в концентрате увеличилось до $40,0 \pm 2$ %.

Таблица 9 - Результаты флотационного обогащения углистого кека

№ п/п	Расход флотореагентов, см3 (на 1 кг руды)				Продукты	Выход, %	Сод-е углерода, % мас.	Извлечение углерода, %
	Собиратель	пенообразователь						
	керосин	Flotol B	Ксанто-генат	Ацетат				
1	2	1,8	-	-	концентрат	35,2	39,5	73,4
					хвосты	64,8	8,1	-
3	2	-	-	5	концентрат	22	35,2	40,5
					хвосты	78	12,5	-
4	2	1,8	5	-	концентрат	36,2	32,2	61,3
					хвосты	63,8	9,6	-

Таким образом, изучен процесс флотационного извлечения углерода из некондиционного углистого кека после обогащения ванадиевой руды. Получены углеродные концентраты, стабильные по химическому составу. Химический состав исходного кека и продуктов обогащения представлены в таблице 1. Учитывая гибкую схему ведения процесса обогащения возможно варьировать содержание углерода и минеральной составляющей в концентратах, что является важным экономическим и технологическим фактором при расчете химико-технологических процессов. Полученные углеродные концентраты могут быть использованы в технологических процессах производства сорбентов, композиционных материалов и эластомеров, в качестве альтернативных товарных материалов на основе аморфного углерода.

Выводы. Изучен химический анализ углистого кека (отход после автоклавного выщелачивания ванадиевой руды), в основу состава которого входит углерод, диоксид кремния, соединения щелочных и щелочноземельных металлов, а также соединения железа и алюминия. Для возможности раскрытия углистого кека для флотационного обогащения и дальнейшего внедрения в производственный процесс проведены исследования и расчеты определения рабочего индекса измельчаемости по методике Бонда в шаровой мельнице. Анализ полученных расчетных данных и зависимостей позволил сделать вывод о равномерном распределении работы измельчения без необходимости проводить многостадийное измельчение для проведения дальнейшего флотационного обогащения. Испытание в замкнутом цикле считается установив-

шимся, т.к. обеспечивается выход готового продукта по массе для 250-270% циркулирующей нагрузки. Определена средняя плотность пульпы $\rho=2,8\div 3,3$. В качестве реагентов для пенной флотации опробованы синтетические ацетат 3-амилтетрагидропиран-4-ол и ксантогенат 1-метил-3-карбэтокси-1,2,5,6-тетрагидропиридин-4-ол и коммерческий реагент-собирающий Flotol B. В качестве вспенивателя кетосин осветленный. В процессе обогащения в одну стадию без дополнительной перемешки содержа-

ние углерода в концентрате увеличилось до $40,0 \pm 2$ %. Полученные углеродные концентраты стабильны по химическому составу и могут быть использованы в технологических процессах производств в качестве альтернативных товарных материалов на основе аморфного углерода.

Финансирование. Работа выполнена в рамках исследования, профинансированного Комитетом науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан (Грант № BR21882289).

Литература

1. Ахременко Н.П. Мониторинг обращения с вторичными материальными ресурсами на территории региона, на примере Ленинградской области. Выпускная квалификационная работа, уровень образования: Магистратура, направление 05.04.06 «Экология и природопользование». - Санкт-Петербургский государственный университет. - Санкт-Петербург, 2019. - 80 с.
2. ГОСТ Р 54098-2010. Ресурсосбережение. Вторичные материальные ресурсы. Термины и определения. - М.: Стандартинформ, 2011. - 19 с.
3. Материал из Википедии — свободной энциклопедии «Каратауский ванадиевый бассейн».
<https://ru.wikipedia.org/>
4. Вохидов Б.Р., Мамараимов Г.Ф., Хасанов А.С. Разработка технологии получения пятиоксида ванадия из минерального и техногенного сырья // Universum: технические науки: электрон. научн. журн., 2020.- № 3 (72). <https://7universum.com/ru/tech/archive/item/9085>
5. ГОСТ 4790—93. ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ. Определение и представление показателей фракционного анализа. Общие требования к аппаратуре и методике. - ИПК Издательство стандартов, 2002. - 19 с.
6. Фридман С.Э., Щербаков О.К., Еремин Н.Я. Основы обогащения руд и углей и окучивание концентратов. - М.: Недра. 1991.- 270 с.
7. Бедрань, Н.Г. Флотационные машины для обогащения угля. - М.: Недра, 1968. - 127 с.
8. Богданов О. С., Максимов И. И., Поднек А. К., Янис Н. А. Теория и технология флотации руд. - М.: Недра, 1990. - 363 с.
9. Ефремов С.А. Технология производства углерод-минеральных материалов на основе шунгитовых пород: дис. ... д.х.н. - Алматы, 2010. - 307 с.
10. Е.Р. Сабырбаев, К.Б. Мусабеков, Н.К. Тусупбаев. Поверхностные и флотационные свойства модифицирующей добавки бутилтриэтилтетрамина // Вестник КазНУ. Серия химическая, 2014.- №1 (73).- С. 40-48.
11. Духин С.С. Электропроводность и электрокинетические свойства дисперсных систем. - Киев: Наукова думка, 1975.- 246 с.
12. R. Sato Elektron diffraction investigation of xanthates on cooper activated spalerite cleavage face // Journal Mining Institute Japan, 1971.- Vol.70. - P. 28-33.
13. Нечипуренко С.В., Калугин С.Н., Ефремов С.А., Асылханов Ж.С., Балтабаев А., Кушечкова А.К. Исследование флотирующей способности производных тетрагидропирана и пиперидина в процессах обогащения шунгитовых пород // Хим. журн. Казахстана. - 2006. - № 4(13). - С. 221-224.
14. Л.С. Читалов, В.В. Львов. Сравнительная оценка методов определения рабочего индекса шарового измельчения бонда // ГИАБ. Горный информационно-аналитический бюллетень. -2021.- N.1.- С.130-145. DOI: 10.25018/0236-1493-2021-1-0-130-145
15. Читалов Л.С. Разработка комплексного метода оценки эффективности процессов измельчения сульфидных медно-никелевых руд: дис. ... к.т.н. - Санкт-Петербург, 2021. - 118 с.

16. Обогащение угля. Справочник / под. Ред. Благова И.С., Коткина А.М., Зарубина Л.С., 2-е изд. - М.: Недра, 1984. - 614 с.
17. Хан Г.А., Габриелова Л.И., Власова Н.С. Флотационные реагенты и их применение. - М.: Недра, 1986. - 270 с.

References

1. Ahremenko N.P. Monitoring obrashheniya s vtorichnymi material'nymi resursami na territorii regiona, na primere Leningradskoj oblasti. Vypusknaja kvalifikacionnaja rabota, uroven' obrazovaniya: Magistratura, napravlenie 05.04.06 «Jekologija i prirodopol'zovanie». - Sankt-Peterburgskij gosudarstvennyj universitet. - Sankt-Peterburg, 2019. - 80 s.[Russian]
2. GOST R 54098-2010. Resursosberezhenie. Vtorichnye material'nye resursy. Terminy i opredeleniya. - M.: Standartinform, 2011. - 19 s. .[Russian]
3. Material iz Vikipedii — svobodnoj jenciklopedii «Karatauskij vanadievij».[Russian]
<https://ru.wikipedia.org/>
4. Vohidov B.R., Mamaraïmov G.F., Hasanov A.S. Razrabotka tehnologii polucheniya pjatiokisi vanadiya iz mineral'nogo i tehnogennogo syr'ja // Universum: tehničeskie nauki: jelektron. nauchn. zhurn., 2020.- № 3 (72).
<https://7universum.com/ru/tech/archive/item/9085>. [Russian]
5. GOST 4790—93. TOPLIVO TVERDOE. Opredelenie i predstavlenie pokazatelej frakcionnogo analiza. Obshhie trebovaniya k apparature i metodike. - IPK Izdatel'stvo standartov, 2002. - 19 s. .[Russian]
6. Fridman S.Je., Shherbakov O.K., Eremin N.Ja. Osnovy obogashheniya rud i uglej i okuskovanie koncentratov. - M.: Nedra. 1991.- 270 s. .[Russian]
7. Bedran', N.G. Flotacionnye mashiny dlja obogashheniya uglja. - M.: Nedra, 1968. - 127 s. .[Russian]
8. Bogdanov O. S., Maksimov I. I., Podnek A. K., Janis N. A. Teorija i tehnologija flotacii rud. - M.: Nedra, 1990. - 363 s. .[Russian]
9. Efremov S.A. Tehnologija proizvodstva uglerod-mineral'nyh materialov na osnove shungitovyh porod: dis. ... d.h.n.-Almaty, 2010.-307 s.[Russian]
10. E.R. Sabyrbaev, K.B. Musabekov, N.K. Tusupbaev. Poverhnostnye i flotacionnye svoystva modifizirujushhej dobavki butiltrijsililantetramina // Vestnik KazNU. Serija himičeskaja, 2014.- №1 (73).- S. 40-48. [Russian]
11. Duhin S.S. Jelektroprovodnost' i jelektrokineticheskie svoystva dispersnyh sistem. - Kiev: Naukova dumka, 1975. 246 s. [Russian]
12. R. Sato Elektron diffraction investigation of xanthates on cooper activated spalerite cleavage face // Journal Mining Institute Japan, 1971.- Vol.70. - R. 28-33. [Russian]
13. Nechipurenko S.V., Kalugin S.N., Efremov S.A., Asylhanov Zh.S., Baltabaev A., Kushekov A.K. Issledovanie flotirujushhej sposobnosti proizvodnyh tetragidropirana i piperidina v processah obogashheniya shungitovyh porod// Him. zhurn. Kazahstana. - 2006. - № 4(13). - S. 221-224. [Russian]
14. L.S. Chitalov, V.V. L'vov. Sravnitel'naja ocenka metodov opredeleniya rabočego indeksa sharovogo izmel'čeniya bonda // GIAB. Gornyj informacionno-analiticheskij bjulleten'. -2021.- N.1.- S.130-145. DOI: 10.25018/0236-1493-2021-1-0-130-145.[Russian]
15. Chitalov L.S. Razrabotka kompleksnogo metoda ocenki jeffektivnosti processov izmel'čeniya sul'fidnyh medno-nikelevykh rud: dis. ... k.t.n. - Sankt-Peterburg, 2021.-118 s. .[Russian]
16. Obogashhenie uglja. Spravochnik / pod. Red. Blagova I.S., Kotkina A.M., Zarubina L.S., 2-е изд. - М.: Недра, 1984. - 614 с. [Russian]
17. Han G.A., Gabrielova L.I., Vlasova N.S. Flotacionnye reagenty i ih primenenie. - М.: Недра, 1986. - 270 с. [Russian]

Сведения об авторах

Нечипуренко С.В.- к.т.н., доцент, «Казахский Национальный университет имени аль-Фараби», Алматы, Ка-

захстан, e-mail: nechipunrenkos@mail.ru;

Канаев Р.К.- магистрант «Казахский национальный университет имени аль-Фараби», Алматы, Казахстан, e-mail: ramazankanaev@gmail.com;

Ефремов С.А. - д.х.н., профессор, «Казахский национальный университет имени аль-Фараби», Алматы, Казахстан, e-mail: nechipunrenkos@mail.ru;

Кузнецов А.А.- коммерческий директор ТОО «Фирма Балауса», Алматы, Казахстан, e-mail: akuz@ferro-alloy.com;

Мун Г.А. -д.х.н., профессор,природных соединений и полимеров, «Казахский национальный университет имени аль-Фараби», Алматы, Казахстан, e-mail: munrig@yandex.ru

Information about authors

Nechipunrenko S.V. - с.т.с.с, Associate Professor al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan, e-mail: nechipunrenkos@mail.ru;

Kanaev R.K.-Master student, al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan, e-mail: ramazankanaev@gmail.com;

Yefremov S.A.- Doctor of Chemical Sciences, Professor,al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan, e-mail: nechipunrenkos@mail.ru;

KuznetsovA.A.-Commercial Director of Balausa Firm LLP, Almaty, Kazakhstan, e-mail: akuz@ferro-alloy.com;

Mun G.A.-Doctor of Chemical Sciences, Professor, al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan, e-mail: munrig@yandex.ru