

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



دانشکده مهندسی معدن، نفت و ژئوفیزیک

پایان نامه کارشناسی ارشد فرآوری مواد معدنی

سولفیدی کردن کانی‌های سرب به منظور بهبود بازیابی فلوتاسیون

نگارنده: امید کرمی

استاد راهنما:

دکتر محمد کارآموزیان

تیر ۱۳۹۸

شماره: ۹۵۱۲۲۵۴
تاریخ: ۴۸/۱۵

باسمه تعالی



مدیریت تحصیلات تکمیلی

فرم شماره (۳) صورتجلسه نهایی دفاع از پایان نامه دوره کارشناسی ارشد

با نام و یاد خداوند متعال، ارزیابی جلسه دفاع از پایان نامه کارشناسی ارشد آقای امید کرمی با شماره دانشجویی ۹۵۱۲۲۵۴ رشته مهندسی معدن گرایش سولفیدی کردن کانی‌های سرب به منظور بهبود بازیابی فلوتاسیون که در تاریخ ۱۳۹۸/۴/۱۵ با حضور هیأت محترم داوران در دانشگاه صنعتی شاهرود برگزار گردید به شرح ذیل اعلام می‌گردد:

قبول (با درجه: ☒ خیلی خوب) ☐ مردود

نوع تحقیق: ☐ نظری ☒ عملی

عضو هیأت داوران	نام و نام خانوادگی	مرتبه علمی	امضاء
۱- استاد اهنمای اول	دکتر محمد کارآموزیان	دانشیار	
۲- استاد اهنمای دوم	—	—	—
۳- استاد مشاور	—	—	—
۴- نماینده تحصیلات تکمیلی	دکتر رامین رفیعی	استادیار	
۵- استاد ممتحن اول	دکتر اصغر عزیزی	دانشیار	
۶- استاد ممتحن دوم	دکتر محمد جهانی	استادیار	

نام و نام خانوادگی رئیس دانشکده: دکتر محمد عطایی

تاریخ و امضاء و مهر دانشکده:



تیمبره در صورتی که کسی مردود شود حداکثر یکبار دیگر (در صورت مجاز تحصیل) می‌تواند از پایان نامه خود دفاع نماید (دفاع مجدد نباید زودتر از ۴ ماه برگزار شود).

تقدیم به

پدرم به استواری کوه و مادر عزیز و مهربانم به زلالی
چشمه؛

که در سختی‌ها و دشواری‌های زندگی همواره یآوری دلسوز
و فداکار و پشتیبانی محکم و مطمئن برایم بوده‌اند.

همسرم به صمیمیت باران؛

به پاس قدر دانی از قلبی آکنده از عشق و معرفت که
محیطی سرشار از سلامت و امنیت و آرامش و آسایش برای
من فراهم آورده است.

تشکر و قدردانی

سپاس مخصوص خداوند مهربان که به انسان توانایی و دانایی بخشید تا به بندگان شفق و دردت، مهربانی کند و در حل مشکلاتشان یاریشان نماید. از راحت خویش بگذرد و آسایش هم‌نوعان را مقدم دارد، با او معامله کند و در این خلوص انباز نگیرد و خوش باشد که پروردگار سمیع و بصیر است.

به مصداق «من لم یشکر المخلوق لم یشکر الخالق» بسی شایسته است از استاد فرهیخته و فرزانه جناب آقای دکتر محمد کارآموزیان استاد راهنمای پایان‌نامه که با کرامتی چون خورشید، سرزمین دل را روشنی بخشیدند و گلشن سرای علم و دانش را با راهنمایی‌های کارساز و سازنده بارور ساختند، تقدیر و تشکر نمایم.

(و یزکیهم و یعلمهم الكتاب و الحکمه).

معلمان مقامات ز عرش برتر باد همیشه توسن اندیشه‌ات مظفر باد
به نکته‌های دلاویز و گفته‌های بلند صحیفه‌های سخن از تو علم پرور باد

همچنین از تمامی دوستان که آرامش روحی و آسایش فکری فراهم نمودند تا با حمایت‌های همه‌جانبه در محیطی مطلوب، مراتب تحصیلی و نیز پایان‌نامه درسی را به اتمام برسانم، سپاسگزاری نمایم. شکر خدا که هر چه طلب کردم از خدا بر منت‌های همت خود کامران شدم.

تعهد نامه

اینجانب امید کرمی دانشجوی دوره کارشناسی ارشد رشته فرآوری مواد معدنی دانشکده مهندسی معدن، نفت و ژئوفیزیک دانشگاه صنعتی شاهرود نویسنده پایان نامه سولفیدی کردن کانی‌های سرب به منظور بهبود بازیابی فلوتاسیون تحت راهنمایی دکتر محمد کارآموزیان متعهد می‌شوم.

- تحقیقات در این پایان نامه توسط اینجانب انجام شده است و از صحت و اصالت برخوردار است.
- در استفاده از نتایج پژوهشهای محققان دیگر به مرجع مورد استفاده استناد شده است.
- مطالب مندرج در پایان نامه تاکنون توسط خود یا فرد دیگری برای دریافت هیچ نوع مدرک یا امتیازی در هیچ جا ارائه نشده است.
- کلیه حقوق معنوی این اثر متعلق به دانشگاه شاهرود می‌باشد و مقالات مستخرج با نام «دانشگاه شاهرود» و یا «Shahrood University» به چاپ خواهد رسید.
- حقوق معنوی تمام افرادی که در به دست آمدن نتایج اصلی پایان نامه تأثیرگذار بوده‌اند در مقالات مستخرج از پایان نامه رعایت می‌گردد.
- در کلیه مراحل انجام این پایان نامه، در مواردی که از موجود زنده (یا بافتهای آنها) استفاده شده است ضوابط و اصول اخلاقی رعایت شده است.
- در کلیه مراحل انجام این پایان نامه، در مواردی که به حوزه اطلاعات شخصی افراد دسترسی یافته یا استفاده شده است اصل رازداری، ضوابط و اصول اخلاق انسانی رعایت شده است.

تاریخ

امضای دانشجو

مالکیت نتایج و حق نشر

- کلیه حقوق معنوی این اثر و محصولات آن (مقالات مستخرج، کتاب، برنامه های رایانه ای، نرم افزار ها و تجهیزات ساخته شده است) متعلق به دانشگاه شاهرود می باشد. این مطلب باید به نحو مقتضی در تولیدات علمی مربوطه ذکر شود.
- استفاده از اطلاعات و نتایج موجود در پایان نامه بدون ذکر مرجع مجاز نمی باشد.

چکیده:

در طراحی و توسعه یک مدار فلوتاسیون نیاز مبرم به شناخت خصوصیت و رفتار کانسنگ در فرآیند فلوتاسیون است. بررسی رفتار شناور شوندگی کانسنگ با انجام آزمایش‌های ناپیوسته صورت می‌گیرد. با انجام این آزمایش‌ها، تأثیر پارامترها شامل غلظت و نوع مواد شیمیایی روی رفتار کانسنگ در فرآیند فلوتاسیون بررسی می‌شود. همچنین اجزای قابل فلوتاسیون در واحدهای مختلف مدار، مدل‌سازی می‌شوند. فراوان‌ترین کانی اکسیده سرب سروزیت و در مرحله بعد انگلزیت می‌باشد، که در اکثر کارخانه‌های کانه‌آرایی، مدار فلوتاسیون متعلق به سروزیت است. روش کانه‌آرایی به این صورت است که، سروزیت ابتدا به وسیله‌ی سولفید سدیم و یا هیدروسولفید سدیم سولفور و آنگاه بوسیله‌ی گزانتات‌ها شناور می‌شود. سیلیکات سدیم به عنوان تمیزکننده سطوح ذرات، سولفات روی به عنوان بازداشت‌کننده اسفالریت (در صورت وجود)، و سیانید سدیم به عنوان بازداشت‌کننده پیریت (در صورت وجود) به کار می‌رود. در تحقیق حاضر یک کانسنگ کم عیار سرب اکسیده به منظور بهبود بازیابی آن مورد توجه قرار گرفته است. ابتدا خصوصیات کانسنگ اکسیده با استفاده از روش‌های XRF و XRD و سپس تأثیر ترکیب کلکتورهای امیل گزانتات پتاسیم، اتیل گزانتات سدیم و مرکاپتان با انجام آزمایش‌های فلوتاسیون انجام شد و سپس نسبت ۵۰٪، ۳۰٪ و ۲۰٪ به عنوان بهترین ترکیب سه کلکتور انتخاب شد. تأثیر عوامل شیمیایی کلکتور ترکیبی، سولفید سدیم، pH و کف‌ساز، با استفاده از طراحی آزمایش سطح پاسخ، با هدف بهبود بازیابی کانی‌های اکسیده سرب بررسی شد. در محدوده پارامترهای بررسی شده، بازیابی کانی‌های اکسیده سرب در کنسانتره سرب، ۸۹/۷ درصد به دست آمد. این مقدار بازیابی در pH=۸، مقدار کف ساز ۴۰ گرم بر تن، مقدار سولفید سدیم ۱۵۰۰ گرم بر تن و مقدار کلکتور ترکیبی ۱۵۰ گرم بر تن بدست آمد.

کلمات کلیدی: طراحی آزمایش، فلوتاسیون، کانی‌های اکسیده سرب، کلکتور ترکیبی

فهرست مطالب

۱- فصل اول.....	۱
۱-۱- مقدمه	۲
۱-۱-۱- خواص فیزیکی و شیمیایی سرب.....	۳
۱-۱-۲- اصول فلوتاسیون.....	۴
۲-۱- آزمایش‌های فلوتاسیون.....	۷
۲-۱-۱- استاندارد برای انجام آزمایش‌های فلوتاسیون.....	۸
۲-۲-۱- روش‌های آزمایشگاهی فلوتاسیون.....	۹
۳-۱- فلوتاسیون کانی‌های اکسیدی سرب.....	۱۸
۴-۱- سولفیداسیون کانی‌های اکسیده سرب.....	۱۹
۵-۱- ضرورت انجام تحقیق.....	۲۱
۶-۱- اهداف تحقیق.....	۲۱
۷-۱- ساختار تحقیق.....	۲۲
۲- فصل دوم.....	۲۳
۱-۲- مقدمه	۲۴
۲-۲- نقش سولفیداسیون در فلوتاسیون کانی‌های اکسیده سرب.....	۲۴
۳-۲- تأثیر متفرق کننده‌ها بر روی فلوتاسیون سرب سولفیدی.....	۲۸
۴-۲- تأثیر pH بر فلوتاسیون سروزیت سولفید شده.....	۲۸
۵-۲- تأثیر یون‌های کلرید بر فعال‌سازی سطح سروزیت.....	۲۹
۶-۲- شرایط مختلف فلوتاسیون بر بازیابی کانی‌های اکسیده سرب و روی معدن گوشفیل.....	۲۹
۷-۲- آزمایش‌های استاندارد رافر و کلینر (آزمایش سینتیک).....	۳۰
۸-۲- جمع بندی.....	۳۰
۳- فصل سوم.....	۳۳

۳-۱- مقدمه	۳۴
۳-۲- معرفی کارخانه فرآوری شایان سنگ سمنند	۳۴
۳-۳- مواد و تجهیزات	۳۵
۳-۳-۱- تجهیزات و دستگاه‌های مورد استفاده در آزمایش	۳۵
۳-۴- روش‌ها	۳۶
۳-۴-۱- تهیه و آماده‌سازی نمونه	۳۶
۳-۵- انجام آزمایش‌های فلوتاسیون	۳۸
۳-۵-۱- طراحی آزمایش‌ها و تعیین مقدار بهینه	۳۸
۳-۶- طراحی آزمایش‌ها جهت بررسی تأثیر پارامترهای شیمیایی	۴۰
۳-۷- شرایط انجام آزمایش	۳۹
۴- فصل چهارم	۴۵
۴-۱- مقدمه	۴۶
۴-۲- تحلیل ANOVA	۴۶
۴-۳- نحوه تأثیر پارامترها بر روی بازیابی سرب اکسیده	۵۰
۴-۴- بهینه‌سازی	۵۶
۵- فصل پنجم	۵۹
۵-۱- نتیجه‌گیری	۶۰
۵-۲- پیشنهادات	۶۱

فهرست شکل‌ها

- شکل ۱-۱: جدایش در سلول فلوتاسیون (Runge, K, ۲۰۰۷)..... ۵
- شکل ۱-۲: سلول فلوتاسیون (a)، بانک (b) و چیدمان مدار فلوتاسیون (c) (Runge, K, ۲۰۰۷)..... ۶
- شکل ۱-۳: فلوشیت انجام آزمایش رهایی (Varadi, R. 2011)..... ۱۰
- شکل ۱-۴: فلوشیت انجام آزمایش فلوتاسیون درختی (Varadi, R. 2011)..... ۱۱
- شکل ۱-۵: فلوشیت انجام آزمایش چند مرحله‌ای ناپیوسته (Varadi, R. 2011)..... ۱۴
- شکل ۱-۶: روش انجام آزمایش MFT (Dobby, G. S., & SAVASSI-SGS, ON 2005)..... ۱۵
- شکل ۱-۷: فلوشیت انجام روش آزمایش ایزوله (Varadi, R. 2011)..... ۱۷
- شکل ۱-۳: طرح مدار پیشنهادی برای فلوتاسیون سرب اکسیدی ۴۲
- شکل ۱-۴: نمودار نرمال باقیمانده‌ها..... ۴۷
- شکل ۲-۴: ارزیابی نتایج پیش بینی مدل..... ۴۸
- شکل ۳-۴: نمودار کاکس باکس..... ۴۸
- شکل ۴-۴: نمودار مانده استیودنتیده بیرونی..... ۴۹
- شکل ۵-۴: نمودار آشفستگی، مقایسه اثر همه پارامترها در یک نقطه خاص..... ۵۰
- شکل ۶-۴: تأثیر سولفید سدیم بر روی بازیابی..... ۵۲
- شکل ۷-۴: تأثیر کلکتور بر روی بازیابی..... ۵۲
- شکل ۸-۴: نمودار ۳ بعدی تأثیر همزمان کلکتور و سولفید سدیم بر روی بازیابی..... ۵۳
- شکل ۹-۴: نمودار ۳ بعدی تأثیر همزمان کف ساز و سولفید سدیم بر روی بازیابی..... ۵۴
- شکل ۱۰-۴: نمودار ۳ بعدی تأثیر همزمان pH و سولفید سدیم بر روی بازیابی..... ۵۵
- شکل ۱۱-۴: نمودار ۳ بعدی تأثیر همزمان کف ساز و کلکتور بر روی بازیابی..... ۵۶
- شکل ۱۲-۴: نمایش شرایط نقطه بهینه فلوتاسیون..... ۵۷

فهرست جدول‌ها

- جدول ۱-۱: کانی‌های مهم سرب، فرمول شیمیایی و عیار سرب آنها..... ۴
- جدول ۱-۲: مطالعه‌های انجام شده بر روی سولفیداسیون در فلوتاسیون مواد معدنی..... ۲۵
- جدول ۱-۳: مواد شیمیایی مورد استفاده در آزمایش‌ها..... ۳۶
- جدول ۳-۲: کانی‌های شناسایی شده با XRF..... ۳۷
- جدول ۳-۳: بهینه کردن نسبت کلکتورها..... ۴۰
- جدول ۴-۳: مقادیر سطوح پارامترهای مورد بررسی ۴۳
- جدول ۵-۳: شرایط آزمایش‌های انجام شده با استفاده از روش طراحی آزمایش داده‌های قبلی ۳۶
- جدول ۱-۴: ANOVA..... ۴۶

فصل اول

کلیات

با توجه به افزایش روز افزون مصرف فلزات در زندگی روزمره انسان‌ها، اکتشاف و استخراج کانسارهای جدید امری اجتناب‌ناپذیر است. با توجه به اتمام ذخایر پرعیار و کاهش عیار حد در سال‌های اخیر، نقش کانه‌آرایی و فلوتاسیون برای آماده‌سازی و افزایش نسبی عیار خوراک ورودی به کارخانه‌های متالورژی هر روز پر رنگ‌تر می‌شود.

سرب و روی از پر مصرف‌ترین فلزات غیر آهنی در صنایع مختلف و علم پزشکی محسوب می‌شوند. کانسنگ‌های اکسیده (کربناته) این دو فلز، پس از انواع سولفیدی آنها مهم‌ترین منبع تولید این فلزات هستند. فلوتاسیون علیرغم مشکلات و پیچیدگی‌های موجود در این زمینه (به خاطر طبیعت این نوع کانسنگ‌ها) متداول‌ترین روش برای فرآوری این نوع کانسنگ می‌باشد. دنیای صنعت و تکنولوژی مدرن با روندی که امروزه در پیش گرفته است هر روز نیاز بیشتری به مواد معدنی پیدا می‌کند. سرب در ایران از اواخر هزاره سوم پیش از میلاد شناخته شد و چون ذوب کربنات‌های سرب آسان‌تر بود، معادن کربنات سرب استخراج و در معادنی که سولفید و کربنات، همزمان وجود داشتند، تنها از سنگ‌های کربنات، بهره‌برداری می‌شد. تقریباً در تمامی کانسارها و معادن سرب یا سرب و روی ایران، آثار معدن‌کاری قدیمی (کار شدادی) به صورت تونل، چاه، ابزار قدیمی و سیاره‌ها، بر جای مانده که گواه بر فعالیت قدیمی استخراج سرب در ایران است (Noaparast et al. 2011).

معرفی فرآیند فلوتاسیون در اوایل قرن بیستم، باعث ایجاد تحول اساسی در صنایع معدنی شده است و یک گام مهم در پیشرفت صنعتی بشر محسوب می‌شود (اولیاءزاده و همکاران، ۱۳۸۴). این روش در ابتدا برای فرآوری مواد معدنی سولفیدی مس، سرب و روی توسعه یافت. فلوتاسیون برای مواد معدنی فلزی سولفیدی مانند نیکل، پلاتین، سنگ معدنی میزبان طلا و مواد معدنی فلزی غیر سولفیدی شامل اکسیدها مانند هماتیت، کاسیتريت و مواد معدنی غیر فلزی مانند فلوریت، تالک، فسفات، پتاس و مواد

معدنی سوختی مانند زغال سنگ گسترش یافته است (Rao & Leja, 2004).

لازم به ذکر است هرچند کاربرد عمده فلوتاسیون در آرایش مواد معدنی است. اما در سایر صنایع از قبیل تصفیه پساب‌های صنعتی، صنایع کاغذ سازی به منظور بازیافت کاغذهای مستعمل مورد استفاده قرار گرفته است (نعمت‌اللهی، ۱۳۸۷).

۱-۱-۱ خواص فیزیکی و شیمیایی سرب

سرب فلزی نادر به رنگ خاکستری مایل به آبی با نماد Pb، عدد اتمی ۸۲، وزن اتمی ۲۰۷/۲، وزن مخصوص ۱۱/۳۵ گرم بر سانتی‌متر مکعب، سختی ۱/۵ در مقیاس موس، نرم، جلای فلزی، دارای خاصیت انعطاف‌پذیری ضعیف، چکش‌خوار، قابل برش، نقطه جوش بالای ۱۷۰۰ درجه سانتیگراد و نقطه ذوب پایین ۳۲۷/۴ درجه سانتیگراد است. سرب و روی در طبیعت معمولاً با هم آمیخته بوده و سنگ‌های درون گیر مشترکی دارند. سرب فلزی استراتژیک است زیرا عمده فعالیت‌های شهری و نظامی به انرژی ذخیره شده در باتری‌های اسیدی سربی متکی است. روی نیز کاربرد فراوانی در ساخت آلیاژها دارد. سرب تصفیه شده خالص را سرب نرم می‌نامند (شهاب‌پور، ۱۳۸۲).

کانسار سرب و روی معمولاً با نهشته‌های مهمی از باریت و فلوتورین همراه است و از این جهت بسیار حائز اهمیت است زیرا در مراحل اکتشاف می‌توان به کانسارهای دیگر نیز دست یافت، علاوه بر آن در فرآیند فرآوری نیز می‌توان از کانی‌های همراه استفاده کرد. در طبیعت دو عنصر سرب و روی، اغلب با هم همراه هستند. نزدیک به ۷۰ درصد سرب معدنی از کانی‌های مخلوط سرب و روی که به طور معمول مقادیر روی آنها بیشتر از سرب است، تولید می‌شود. نزدیک به ۲۰ درصد از تولید سرب مربوط به کانی‌های مخلوطی است که مقدار سرب در آن‌ها از روی بیشتر است و ۱۰ درصد بقیه تولید سرب در رابطه با کانی‌های مس‌دار است. تاکنون ۱۳۰ نوع کانی سرب شناخته شده است. که در میان آن‌ها سولفور سرب گالن (PbS) مهم‌ترین و اقتصادی‌ترین است و ۹۰ درصد از تولید فلز سرب از این کانه است، دیگر کانی با اهمیت سرب سروزیت یا کربنات سرب ($PbCO_3$) است (مقدسی و همکاران،

(۱۳۸۳) سرب در طبیعت به صورت سولفید، سولفات، کربنات و نمک‌های سرب یافت می‌شود (مقدسی و همکاران، ۱۳۸۳).

جدول ۱-۱: کانی‌های مهم سرب، فرمول شیمیایی و عیار سرب آن‌ها (<http://zarmesh.com/>)

نام کانی	فرمول	درصد Pb
گالن	PbS	۸۶/۶
سروزیت	PbCO ₃	۷۷/۵۵
انگلزیت	PbSO ₄	۶۸/۳۳
پیرومورفیت	Pb(C(PO ₄) ₃)	۷۶/۳۸
بورنونیت	CuPbSbS ₃	۴۲/۴

۱-۲ اصول فلوتاسیون

فلوتاسیون یکی از مهم‌ترین و متداول‌ترین روش‌های آرایش مواد معدنی است که بر مبنای خواص شیمی- فیزیکی سطوح جامد برای ذرات ۲۰ تا ۲۰۰ میکرون در یک محیط سیال و جریان هوا برای تولید حباب‌های مناسب بنا شده است (Rezaei, 1996).

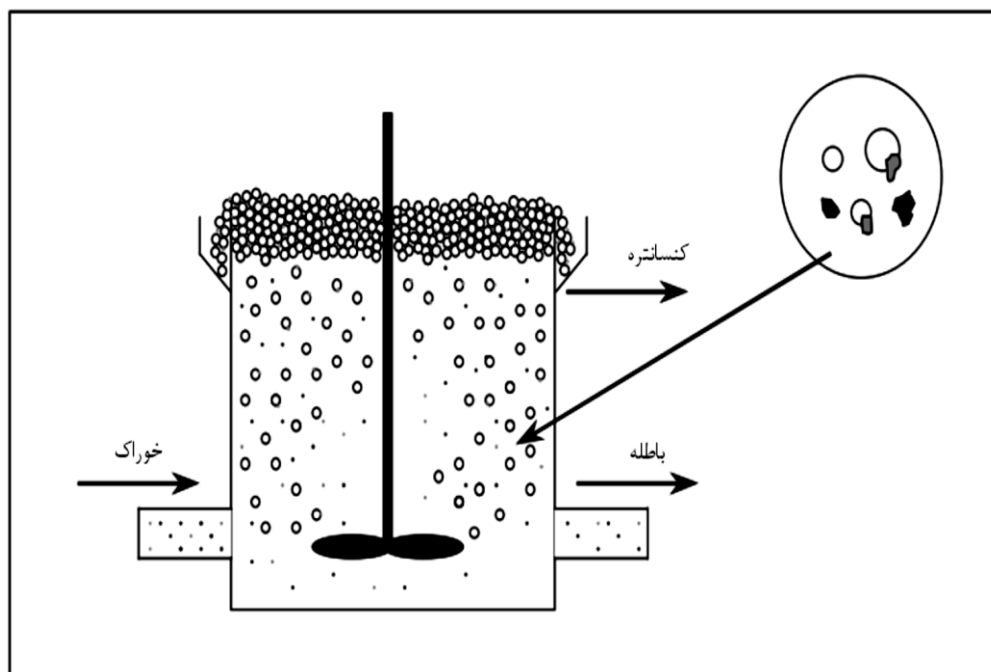
فلوتاسیون مهم‌ترین روش فرآوری است که به منظور پرعیار سازی فلزات پایه به کار گرفته می‌شود. در اصل فلوتاسیون در فرآوری کانه‌های سولفیدی مس، سرب و روی به کار می‌رود. علاوه بر این، امروزه فلوتاسیون را در فرآوری کانه‌های غیرفلزی مانند زغال سنگ دانه‌ریز، فلوریت، فسفات، پتاس و اکسیدهای مانند کاسیتريت و هماتیت استفاده می‌کنند. در فلوتاسیون، جدایش کانی‌ها بر پایه تفاوت در ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی سطوح آنها است. به این ترتیب که پس از آماده‌سازی پالپ با معرف‌های شیمیایی مصرفی، پاره‌ای از آنها آب‌پذیر^۱ و گروه دیگری آب‌گریز^۲ می‌شوند. در فرآیندهای جدایش انتخابی، حباب‌های هوا به ذرات آب‌گریز چسبیده و باعث انتقال آنها به سطح و تشکیل یک لایه

^۱ Hydrophilic

^۲ Hydrophobic

کف پایدار می‌شود. این لایه کف از سوی پاروهای که در سطح سلول فلوتاسیون قرار دارند، قابل جمع‌آوری است (Srdjan, 2007).

فلوتاسیون یک سیستم ۳ فازي است که در این سیستم اتصال ذره به حباب اساس فرآیند محسوب می‌شود. شکل (۱-۱) کلیتی از این روش را نشان می‌دهد.

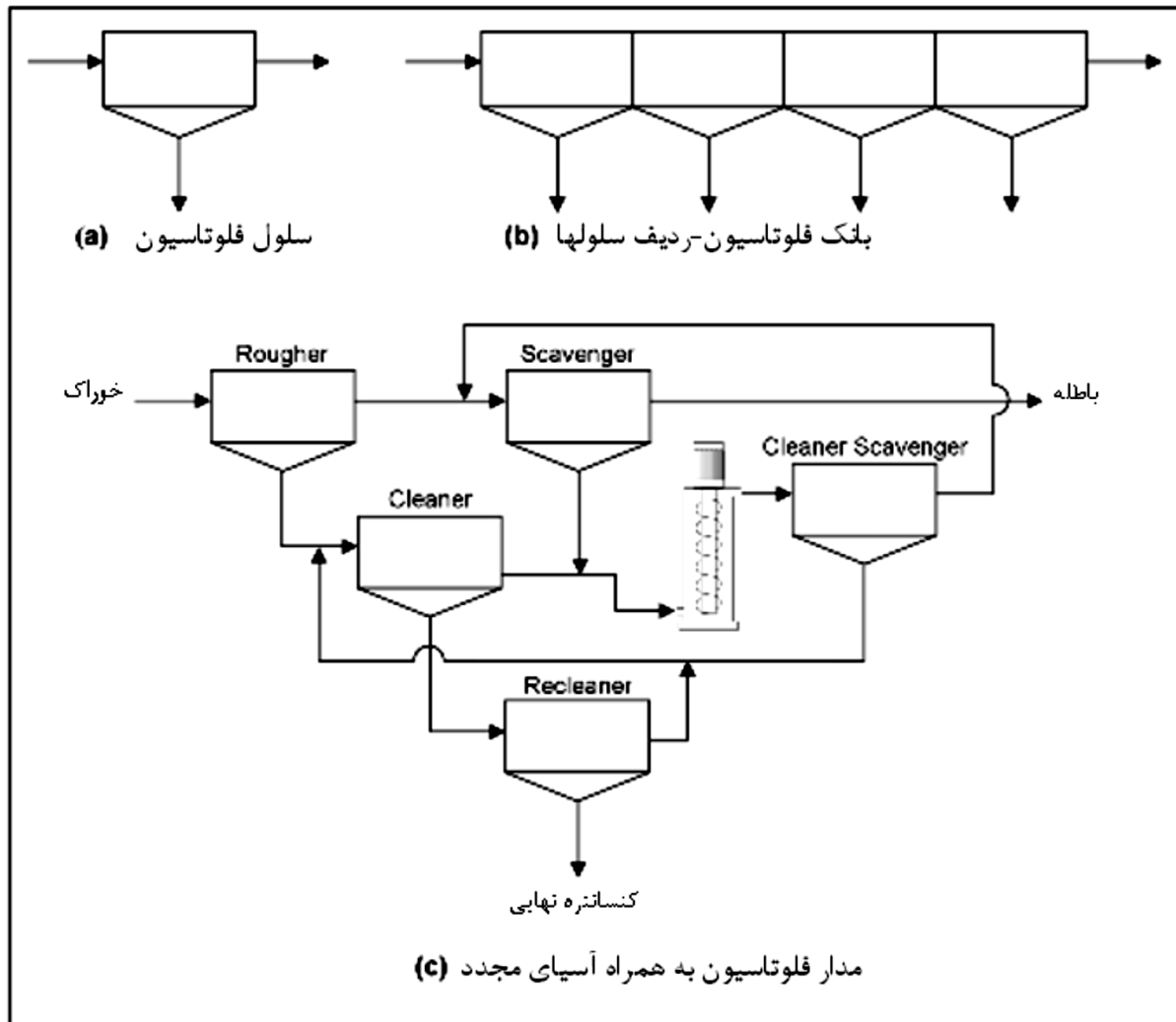


شکل ۱-۱: جدایش در سلول فلوتاسیون (Runge, K, ۲۰۰۷)

کانی با ارزش آبریز به صورت انتخابی به وسیله چسبیدن به حباب عبور داده شده و اغتشاش ایجاد شده در پالپ از گانگ آب‌پذیر جدا می‌شود. کلکتور به سیستم اضافه می‌شود تا مواد با ارزش یا مواد گانگ در (فلوتاسیون معکوس) را آبریز کند. هنگامی که وضعیت پایدار باشد ذرات آبریز به حباب چسبیده و بالا می‌آید تا به سطح پالپ برسد. این تجمع حباب ذره در سطح، کف نامیده می‌شود. تجمع حباب ذره در فاز کف بعنوان کنسانتره جمع‌آوری و ذرات غیر شناور شونده نیز به عنوان باطله سلول از پایین سلول خارج می‌شوند.

در این روش برای رسیدن به کنسانتره مطلوب و با کیفیت مناسب از چندین مرحله فلوتاسیون

استفاده می‌شود. سلول‌های فلوتاسیون که پشت سرهم به شکل سری قرار می‌گیرند، تشکیل یک بانک سلول را می‌دهند. سلول‌ها و بانک سلول‌ها با یک چیدمان در ارتباط با هم قرار می‌گیرند که به این چیدمان مدار فلوتاسیون گفته می‌شود شکل (۲-۱) (Runge, K, ۲۰۰۷).



شکل ۲-۱: سلول فلوتاسیون (a)، بانک (b) و چیدمان مدار فلوتاسیون (c) (Runge, K, ۲۰۰۷)

معمولاً ذرات قابل شناور شدن در کنسانتره رافر می‌آیند. کنسانتره رافر مجدداً در مرحله کلینر شناور می‌شود تا عیار آن افزایش یابد. باطله کلینر اغلب جهت افزایش بازیابی به مدار برمی‌گردد. آسیای مجدد نیز گاهی برای آزادسازی کانی‌های با ارزش مورد نیاز است. شکل (۲-۱) نمایی از یک سلول، یک بانک و مدار فلوتاسیون را نشان می‌دهد (Runge, K, ۲۰۰۷).

کلکتورها، کف‌سازها، تنظیم‌کننده‌ها، فعال‌کننده‌ها و بازداشت‌کننده‌ها از جمله مواد شیمیایی هستند که در عملیات فلوتاسیون مورد استفاده قرار می‌گیرند.

۲-۱ آزمایش‌های فلوتاسیون

نقطه شروع در توسعه روش آزمایشگاهی بازبینی روش‌هایی است که برای فلوتاسیون زغال و کانه‌های مختلف با اهدافی مانند مدل‌سازی قابلیت فلوتاسیون، ارزیابی عملکرد مدارهای موجود توسعه و طراحی فلوشیت فلوتاسیون و نیز بزرگ مقیاس کردن، استفاده یا منتشر شده است (Runge, K& , 2010). در این قسمت روش‌های آزمایشگاهی فلوتاسیون را معرفی و به استانداردهای آزمایشگاهی جهت کاهش خطا پرداخته می‌شود.

چنانچه اشاره شد آزمایش‌های ناپیوسته برای تعیین قابلیت فلوتاسیون یک کانه، ارزیابی نهایی یا عیار نهایی یک کانه، ارزیابی تأثیر تغییر خوراک، آزمایش مواد شیمیایی مختلف و بسیاری دیگر استفاده می‌شود.

با وجود اینکه مشکلاتی در حین استفاده از داده‌های آزمایش ناپیوسته نسبت به داده‌های آزمایش‌های پایلوت وجود دارد، این آزمایش‌ها هزینه زیادی ندارند و سریع و آسان انجام می‌شوند و اطلاعات سینتیکی باارزشی برای مدل‌سازی فرآیند پیچیده فلوتاسیون مهیا می‌سازند. لذا با توجه به عدم سهولت دسترسی به پایلوت و مشکلات آن باید به آزمایش‌های ناپیوسته آزمایشگاهی به عنوان ابزار ضروری تعیین ویژگی‌های قابلیت فلوتاسیون کانسار و اساس مطالعات فلوتاسیون نگریست (Runge, K, 2010).

فلوتاسیون آزمایشگاهی معمولاً به تجهیزات زیادی نیاز ندارد. تجهیزات معمول آزمایش فلوتاسیون عبارتند از: ماشین فلوتاسیون، سلول فلوتاسیون و یک پارو برای جمع‌آوری کف. تعیین عمق ثابت برای پارو و یا سرریز کردن سلول جزء استانداردهایی است که برای هر آزمایش توسط اپراتور تعیین می‌شود. خوراک آزمایش یا از خوراک کارخانه نمونه‌برداری و یا از خردایش یا آسیای نمونه مغزه‌های حفاری

تهیه می‌شود.

۱-۲-۱ استاندارد برای انجام آزمایش‌های فلوتاسیون

معمولاً در طول انجام یک آزمایش ناپیوسته فلوتاسیون شرایط تغییر می‌کند که این تغییر خطایی ایجاد می‌کند. خطای آزمایشگاهی مربوط به تغییر شرایط را می‌توان با استفاده از روش‌های دقیق و طراحی تجهیزات کاهش داد (Runge, K, 2010). برای مثال، حجم پالپ را می‌توان با افزودن آب به شکل دستی یا خودکار ثابت نگه داشت و نیز کنسانتره کف را می‌توان با افزودن کف ساز به آب ثابت نگه داشت.

شرایط عملیاتی برای یک مجموعه استاندارد به شکل زیر در نظر گرفته می‌شود (Varadi, R., 2010):

۱. حجم پالپ با اضافه کردن آب ثابت می‌ماند و از این جهت اطمینان حاصل می‌شود که همزن در عمق ثابتی قرار دارد. همچنین عمق کف در طول آزمایش ناپیوسته ثابت است.
۲. کف‌ساز هرگز به شکل مستقیم به سلول در طول آزمایش اضافه نمی‌شود بلکه مقداری کف‌ساز در آبی که برای ثابت نگه داشتن سطح پالپ اضافه می‌شود ریخته و به شکل امولسیون در می‌آید.
۳. سرعت همزن به گونه‌ای انتخاب می‌شود که ذرات پالپ معلق بمانند. سرعتی که انتخاب می‌شود نباید خیلی زیاد باشد که اغتشاش بالایی در پالپ ایجاد شود. اغتشاش بالا سبب می‌شود که سطوح ذرات از مواد شیمیایی (کف ساز و کلکتور و...) پاک شود.
۴. اگر هوایی در پالپ دمیده می‌شود، نباید آنقدر زیاد باشد که ذرات سرریز کند و کف متلاشی شود و آنقدر کم نباشد که هوا از بین سلول عبور کند و پالپ و نرمه را مستقیماً وارد کنسانتره کند.

۵. عمق کف باید ثابت و کل حجم کف با پارو جمع‌آوری شود تا اثر کف روی پالپ کمتر شود. در این حالت بازیابی کف R_f در هر مرحله از آزمایش ناپیوسته ۱۰۰٪ فرض شده و اثری روی پارامترهای قابلیت فلوتاسیون ندارد.

۶. برای کاهش اثر دنباله‌روی پارویی به شکل T ساخته می‌شود و حداقل در حد ۵/۰ سانتی متر بالاتر از سطح پالپ قرار می‌گیرد (Varadi, R. , 2010).

۲-۲-۱ روش‌های آزمایشگاهی فلوتاسیون

از آزمایش‌های ناپیوسته فلوتاسیون به طور کلی می‌توان به آزمایش‌های رافر و کلینر استاندارد، آنالیز رهایی، فلوتاسیون درختی، سیکل بسته، آزمایش‌های ایزوله، چندمرحله‌ای و هواده‌ی و همچنین آزمایش‌های با اعتماد بالا اشاره کرد (Varadi, R. 2011). با توجه به هدف و نوع ماده معدنی یک یا چند روش از موارد ذکر شده قابل استفاده هستند.

۱. آزمایش‌های استاندارد رافر و کلینر (آزمایش سینتیک)

آزمایش‌های ناپیوسته رافر و کلینر برای ارزیابی عملکرد مدار فلوتاسیون استفاده می‌شود.

این آزمایش‌ها اطلاعات زیادی در ازای تلاش اندکی فراهم می‌کنند.

یک آزمایش رافر تنها یک آزمایش فلوتاسیون آزمایشگاهی ناپیوسته با چند کنسانتره است که به شکل متوالی در یک دوره زمانی خاص جمع‌آوری شده است. آزمایش کلینر با فلوتاسیون مجدد کنسانتره رافر عملی است که معمولاً در سلول آزمایشگاهی کوچکتری انجام می‌شود.

قبل از مرحله کلینر اغلب کانه مجدداً آسیا و یا مواد شیمیایی به آن اضافه می‌شود. این مواد همچنین در طول مرحله رافر نیز اضافه می‌شوند.

نمونه خوراک آزمایش رافر ممکن است از خوراک مدار فلوتاسیون باشد یا اینکه در آزمایشگاه آماده شده باشد. بر اساس بحث سطح اعتماد در پارامترهای مشخص کننده قابلیت فلوتاسیون

کانه، در این روش حداقل انجام ۴ آزمایش نیاز است (Runge, K2010).

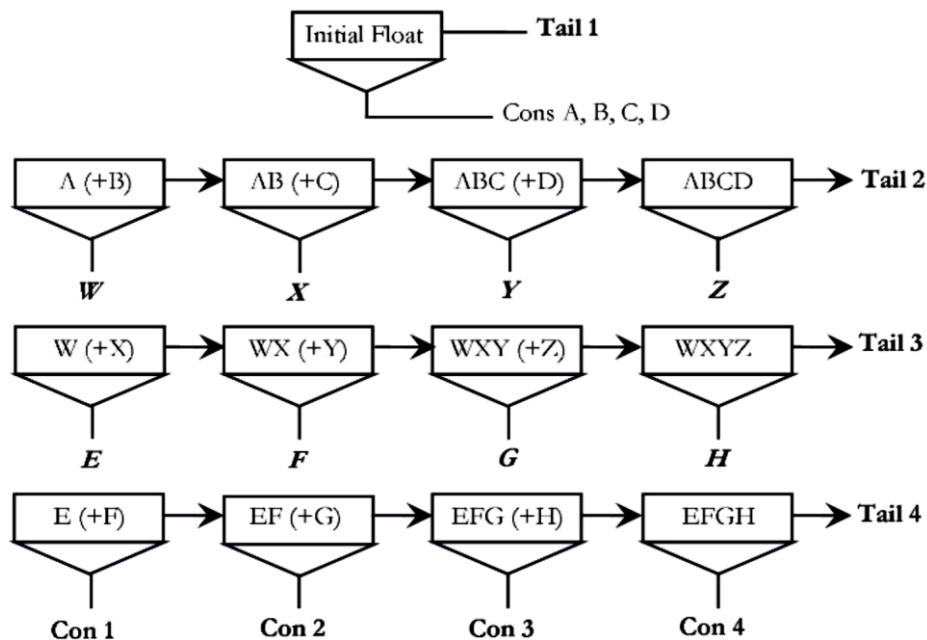
۲. آنالیز رهایی

این روش توسط دل^۱ در اواخر سال ۱۹۵۰ توسعه یافت. آنالیز رهایی یک روش فلوتاسیون است که قابل مقایسه با آنالیز غرق و شناورسازی^۲ است که در جدایش ثقلی کاربرد دارد. این آزمایش برای استفاده در صنعت زغال طراحی شده و بازیابی کلی برای زغال در شرایط شیمیایی داده شده را به دست می‌آورد. هدف این روش تفکیک کانی بطور کامل به تعداد فراکسیون‌هایی است که در درجه آزادی متفاوت هستند.

آنالیز رهایی، تقسیم‌های مکرر یک نمونه خوراک در سلول آزمایشگاهی است که در طی زمان به کنسانتره و باطله تبدیل می‌شود. سپس کنسانتره‌ها مجدداً شناور شده و ترکیب می‌شوند.

شمایی

از این روش در شکل (۱-۳) دیده می‌شود (Varadi, R. 2011).



شکل ۱-۳: فلوشیت انجام آزمایش رهایی (Varadi, R. 2011).

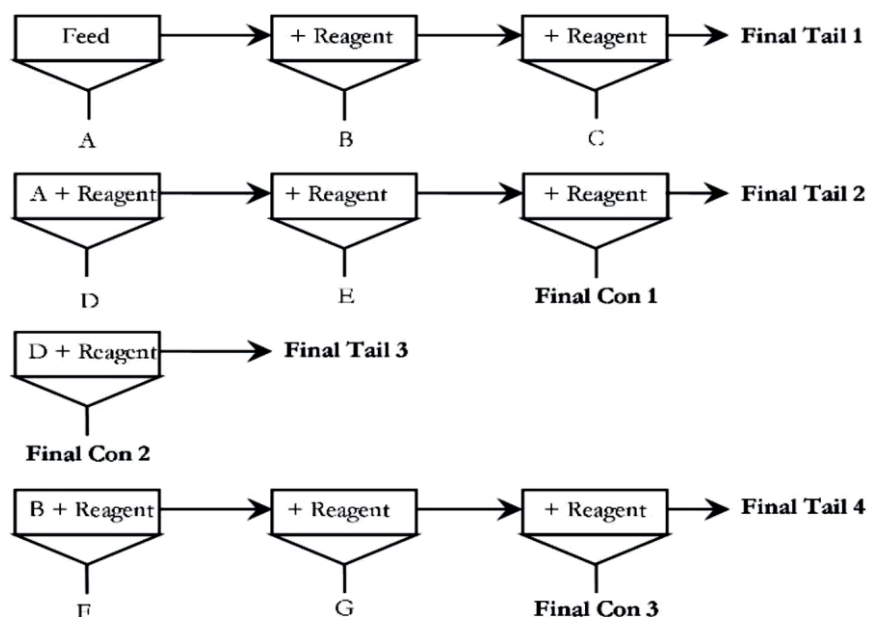
^۱ DELL

^۲ FLOAT- SINK

اساس این فرآیند، تفاوت آبریزی ذرات است. آنالیز رهایی روشی طولانی است و مراحل متعددی دارد. همچنین مواد شیمیایی اضافه شده به پالپ در هر مرحله متفاوت است که می‌تواند قابلیت فلوتاسیون ذرات را تغییر دهد. چنانچه هدف ارزیابی مستقیم قابلیت فلوتاسیون کانه است، به دلیل اینکه تغییر در شیمی فلوتاسیون منجر به تغییر قابلیت فلوتاسیون کانه می‌شود، نمی‌توان جهت بررسی خصوصیت قابلیت فلوتاسیون از این روش استفاده کرد.

۳. فلوتاسیون درختی

فلوتاسیون درختی به وسیله شناور کردن هر نمونه در هر مرحله، انجام می‌شود. هر نمونه فلوتاسیون در شرایط کلکتوری تا زمانی که فلوتاسیون ذرات کاملاً انجام شود شناور می‌شود. مواد شیمیایی بیشتری اضافه شده و فلوتاسیون تا زمانی که دیگر هیچ ذره‌ای شناور نشود ادامه پیدا می‌کند. این فرآیند تا زمانی که در باطله چیزی باقی نماند تکرار می‌شود. کنسانتره دوباره وارد سلول شده و با روشی یکسان شناور می‌شود (Varadi, R 2011) و (Brown, D. W., & Hall, S. T. 1999). یک دیاگرام از این روش در شکل (۴-۱) است.



شکل ۴-۱: فلوشیت انجام آزمایش فلوتاسیون درختی (Varadi, R. 2011).

فلوتاسیون درختی به عنوان ابزار تحلیل برای کمک به ارزیابی بهتر بازدهی (کارآیی) مدار استفاده و به عنوان استاندارد استرالیایی ثبت شده است (Varadi, R. 2011).

مواد شیمیایی در این روش نقش مهمی را بازی می‌کنند. بنابراین برای تعیین قابلیت فلوتاسیون کانه نامناسب به نظر می‌آیند، هرچند برای هدف مقایسه شیوه‌ی مطلوبی است. در آزمایش فلوتاسیون درختی، تکرار مراحل باعث انتخابی‌تر شدن جدایش شده و آن را به جدایش ایده‌آل نزدیک‌تر می‌کند.

۴. آزمایش سیکل بسته

آزمایش سیکل بسته یک آزمایش چند مرحله‌ای طراحی شده است که تأثیر گردش مواد را شامل می‌شود (Runge, K. 2010)، (Agar, G. E. 2000)، (Ounpuu, M. 2001). آزمایش سیکل بسته می‌تواند برای بسیاری از فرآیندهای مختلف قابل اجرا باشد. آزمایش باند یک نوع از آزمایش‌های سیکل بسته است. فلوتاسیون این آزمایش با ساختار مدار پیوسته به وسیله اجرا کردن یک سری از آزمایش‌های کلینر و رافر، اسکونجر (رمق‌گیر) و حتی آسیای مجدد ناپیوسته آزمایشگاهی در هر چرخه انجام می‌پذیرد. اهداف یک آزمایش سیکل بسته عبارتند از:

- پژوهش متالورژیکی از رفتار مدار پیوسته
- ارزیابی پایداری مدار یا ضعف آن
- توسعه فلوشیت فلوتاسیون

همچنین آزمایش‌ها می‌توانند برای ارزیابی موارد زیر نیز به کار روند:

- تغییر در بازیابی مورد انتظار از برگشت باطله‌های کلینر
- تأثیر غلظت مواد شیمیایی و همچنین مواد شیمیایی اضافی که ممکن است بر اثر بار در گردش افزوده شوند.

▪ تأثیر نرمه و مواد گانگ که ممکن است در فلوتاسیون دخالت کند.

در آزمایش سیکل بسته، چرخه‌ها با هم مقایسه می‌شوند. در حقیقت در آزمایش سیکل بسته برای به دست آمدن نتایج رضایت‌بخش و ثابت، سیکل‌ها تکرار می‌شوند. برای دستیابی به این هدف، معمولاً ۶ - ۷ سیکل آزمایش انجام می‌شود. مخصوصاً وقتی که بار در گردش زیاد می‌شود. این آزمایش اغلب ۸ تا ۱۰ ساعت زمان می‌برد و برای حالت‌های گسترده نتیجه نمی‌دهد (Runge, K. 2010)، (Agar, G. E. 2000)، (Ounpuu, M. 2001).

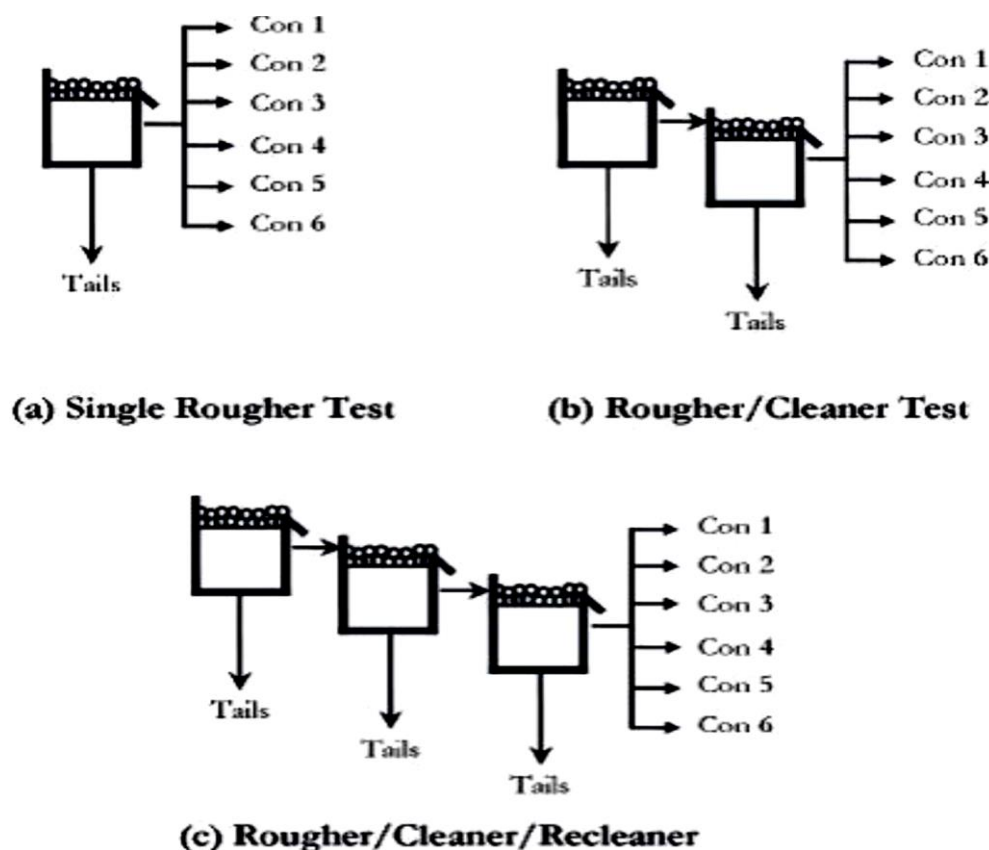
۵. آزمایش‌های چند مرحله‌ای ناپیوسته^۱ MSBT

اولین بار رانج و همکاران^۲ (Runge, K. 2007) با موفقیت این آزمایش را برای تولید پارامترهای قابلیت فلوتاسیون در آزمایشی در معدن تک کمینکو رد داگ^۳ استفاده کردند. شکل (۱-۵) شماتیکی از روش را نشان می‌دهد.

^۱ Multi-stage batch test

^۲ Runge

^۳ Teck Cominco's Red Dog



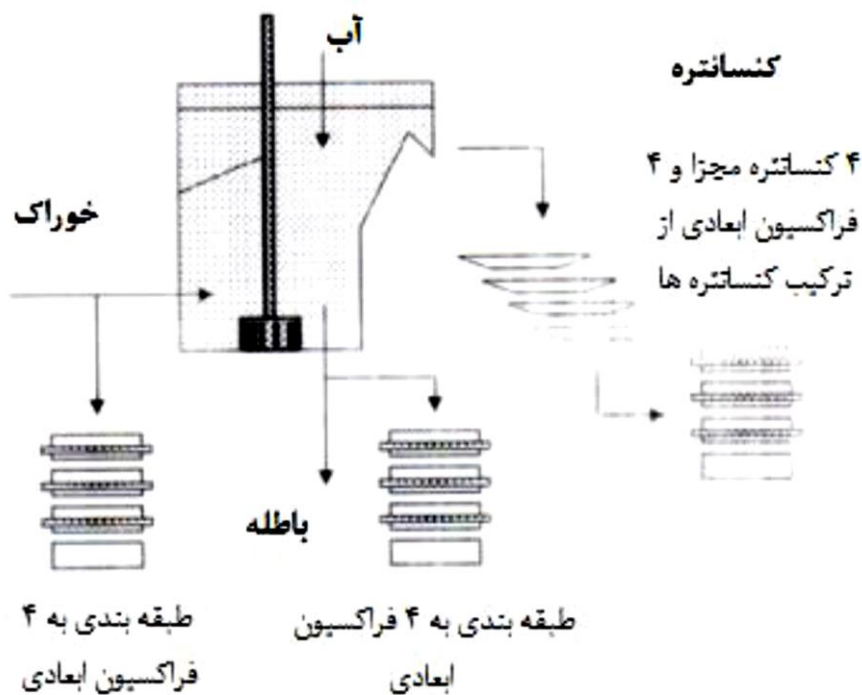
شکل ۱-۵: فلوشیت انجام آزمایش چند مرحله‌ای ناپیوسته (Varadi, R. 2011).

در این روش ۳ دسته داده برای مدل اجزای قابلیت فلوتاسیون نیاز است: داده‌های هر جریان، داده‌های آزمایش ناپیوسته و اندازه‌گیری‌های شرایط عملیاتی سلول و فلوتاسیون.

البته این اندازه‌گیری‌ها مستقیماً نمی‌توانند برای طراحی استفاده شوند. بنابراین یک پارامتر بزرگ مقیاس کردن که با برازش کردن روی نمودار به دست می‌آید می‌تواند در مدل استفاده شود. آزمایش‌های ناپیوسته روی نمونه‌های هر شاخه از مدار فلوتاسیون با یک مجموعه استاندارد از شرایط عملیاتی انجام می‌شود (Varadi, R. 2011). این آزمایش به نسبت آزمایش طولانی‌ای نیست و انجام آن آسان است. نکته این آزمایش شرایط عملیاتی هر سلول است که به نسبت شرایط عملیاتی کارخانه سنجیده می‌شود. بنابراین احتمال خطا در پاسخ آزمایش کم است.

۶. آزمایش فلوتاسیون مینووکس (MFT)^۱

آزمایش فلوتاسیون مینووکس یک آزمایش فلوتاسیون ناپیوسته آزمایشگاهی است که بخشی از برنامه FLEET و یک روش برای پیش‌گویی عملکرد کارخانه فلوتاسیون صنعتی است (Dobby, G. S., & SAVASSI-SGS, O. N. 2005). FLEET برای طراحی مدار فلوتاسیون، بزرگ مقیاس کردن، بهینه‌سازی و توسعه استفاده شده است و با گرفتن داده‌های آزمایشگاهی قادر به پیش‌گویی بازیابی و عیار کنسانتره در کل عمر معدن است (Dobby, G. S., & SAVASSI-SGS, O. N. 2005) چنانچه در شکل زیر (۱-۶) دیده می‌شود، این آزمایش یک آزمایش رافر سینتیکی بوده که با طبقه‌بندی ابعادی کنسانتره و باطله در ارتباط است.



شکل ۱-۶: روش انجام آزمایش MFT (Dobby, G. S., & SAVASSI-SGS, O. N. 2005)

^۱ MinnovEX

۷. - آزمایش‌های SUPASIM

توسط اسنودگراس^۱، هی^۲ و دوپز^۳ در اواسط ۱۹۸۰ مطرح شد؛ و برای طراحی کارخانه‌ها و شبیه‌سازی عملکرد کارخانه‌های فلوتاسیون استفاده و همچنین برای کاربران به شکل ویژه طراحی شد. ورودی‌های مدل شامل نرخ جریان خوراک، دانسیته پالپ، حجم سلول، ساختار مدار و نرخ جریان هوا هستند که به آسانی قابل اندازه‌گیری است (Hay, M. P., & Rule, C. M. 2003). SUPASIM شامل ۲ بخش است :

▪ یک روش فلوتاسیون آزمایشگاهی ناپیوسته که می‌تواند به آسانی در آزمایشگاه انجام شود

▪ یک برنامه شبیه‌سازی که در طول آزمایش ناپیوسته با استفاده از برخی اطلاعات اصلی از

کارخانه جهت تعیین سینتیک فلوتاسیون به کار گرفته می‌شود.

۸. آزمایش‌های ایزوله

این آزمایش به وسیله داتین^۴ برای هدف جدایش فیزیکی توسعه داده شد و بدین صورت نمونه‌هایی با سینتیک سریع، آهسته و غیر شناور شونده تولید گردید. یک دیاگرام از این روش در

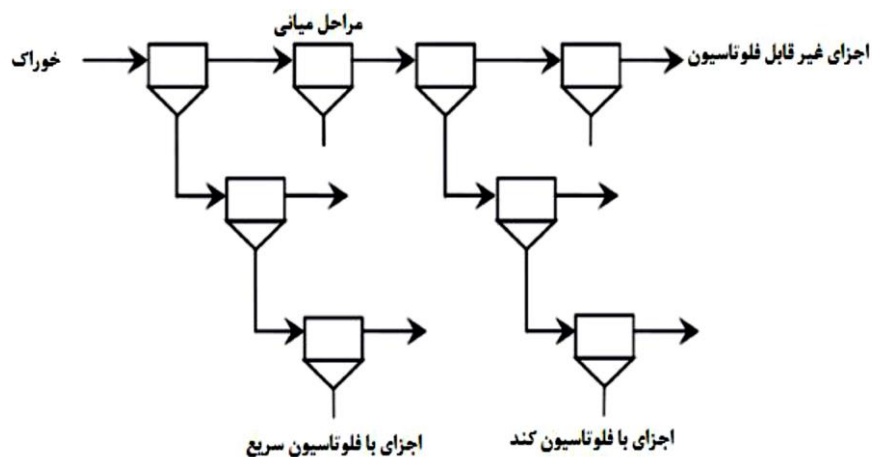
شکل (۷-۱) نشان داده شده است (Varadi, R. 2011).

^۱ Snodgrass

^۲ Hay

^۳ DuPreez

^۴ Deighton



شکل ۱-۷: فلوشیت انجام روش آزمایش ایزوله (Varadi, R. 2011)

سلول‌های فلوتاسیون به طور پیوسته به سمت افزایش ابعاد پیش می‌روند. مطالعات روی سلول‌ها به وسیله علم دینامیک سیالات محاسباتی با استفاده از سلول‌های ۳۰۰ مترمکعبی انجام شده است. آزمایش‌های گسترده روی سلول‌ها یک بار با آب و بار دیگر با پالپ عملی می‌گردد. ماشین‌های فلوتاسیون مکانیکی در انواع شکل‌ها طراحی شده‌اند. ماشین‌ها برای اکثر عملیات فلوتاسیون، مکانیکی یا پنوماتیکی هستند. ماشین‌های پنوماتیک شامل ستون‌ها، سلول‌های جیمسون و ... هستند که در این بخش گنجانده نمی‌شود. ماشین‌های مکانیکی ۳ نوع هستند :

۱. تانک‌های خودهواده، با روتوری نزدیک بالای تانک
۲. تانک‌های با هوادهی خارجی با روتوری نزدیک به مرکز تانک
۳. تانک‌های با هوادهی خارجی با روتوری نزدیک به کف تانک

ماشین‌های خودهواده تنها توسط شرکت FLSmidth Minerals با نام‌های WEMCO-Smartcell و WEMCO- 1+1 ساخته می‌شود. ماشین‌های با هوادهی خارجی بوسیله شرکت FLSmidth Minerals تحت نام‌های DORR-Oliver (روتور در کف)، Agitair (روتور در کف)، و XCELL (روتور در مرکز) و همچنین شرکت‌های Metso Minerals و Outotec OY ساخته می‌شوند.

۳-۱ فلوتاسیون کانی‌های اکسیدی سرب

کانی‌های اکسیده شامل همه کانی‌های اکسیژن‌دار از قبیل اکسیدها، کربنات‌ها، سولفات‌ها و سیلیکات‌های فلزی و غیره می‌شوند. بسیاری از این کانی‌ها خاصیت شناور شدن نداشته و برای فلوتاسیون آنها باید تدابیر خاصی به کار برد. کانی‌هایی که بیشتر در صنعت مورد توجه هستند و روش فلوتاسیون برای پر عیارسازی آنها به کار می‌رود، کانی‌های فلزی مس، قلع، سرب و روی هستند. بررسی فلوتاسیون کانی‌های اکسیده از جنبه‌های اقتصادی اهمیت ویژه‌ای دارد، چرا که قسمتی از ذخایر معدنی موجود در سرتاسر دنیا از نوع اکسیده بوده و فلوتاسیون می‌تواند یک روش مؤثر برای فرآوری آنها باشد (آمار معدن، ۱۳۹۸).

کانی‌های اکسیده سرب ظرفیت قابل توجهی برای این فلزات دارند و اغلب به صورت کربناته و سیلیکاته یافت می‌شوند. اما به دلیل مشکلات موجود در زمینه فرآوری آنها میزان تولید جهانی از این ذخایر کم است (آمار معدن، ۱۳۹۰). مهم‌ترین کانی اکسیده سرب سروزیت ($PbCO_3$) است. درباره فلوتاسیون کانی‌های اکسیده، به مسائلی همچون ظرفیت، بار الکتریکی سطحی، خواص الکتریکی فصل مشترک، ماهیت کلکتور، وضعیت حلالیت سطحی کانی و پایداری نمک حاصل کلکتور یون فلزی مورد مطالعه قرار گیرد (Green wood, N. 2014).

روش متداول بازیابی کانی‌های اکسیده سرب مانند سروزیت، آنگلزیت و پلامبوژاروسیت، فلوتاسیون است. قابلیت شناوری کم کانسنگ‌های مخلوط اکسیده سولفوره و در نتیجه پاسخ ضعیف این گونه کانسنگ‌ها به فلوتاسیون حتی در مقادیر بالای ترکیبات تیوفسفات به عنوان کلکتور، مربوط به حلالیت نسبتاً زیاد کانی‌های سرب نوع اکسیده و گالن اکسیده- کربناته و آب، پوشیدگی بسیار زیاد سطوح آنها می‌باشد (Onal, G et al, 2005). یون‌های سرب حل شده از شبکه کانی با کلکتور واکنش داده و بصورت گزنتات سرب نامحلول رسوب کرده و باعث مصرف بالای کلکتور می‌شوند. برای شناور کردن سروزیت، مصرف کلکتور چند برابر مقدار مورد نیاز برای فلوتاسیون گالن است. دلیل اصلی برای

مصرف زیاد کلکتور احتمالاً واکنش بین X^- و $PbCO_3$ و در نتیجه هدر رفتن کلکتور است. بنابراین کانی های اکسیده سرب معمولاً قبل از فلوتاسیون با عوامل سولفیدکننده عمل آوری می شوند. افزودن نمک- های سولفید به سیستم، سطح را به سولفید سرب نامحلول تبدیل می کند و در نتیجه مصرف کلکتور کاهش می یابد (Fuerstenau, M.C.; Miller, J.D.; Kuhn, M.C.; 1985).

۴-۱ سولفیداسیون کانی های اکسیده سرب

اگر کانی های اکسیده سرب در مقادیر قابل توجه موجود باشند، معمولاً ابتدا سولفیدهای سرب و سپس سولفید روی، در صورت وجود، شناور می شوند. سولفید سدیم یا هیدروسولفید سدیم به عنوان عامل سولفیدکننده، با تبدیل سطح کانی های اکسیدی به سولفیدی، سطح آنها را آب گریز کرده و شناور می شوند. میزان عامل سولفیدکننده در کانسارهای مختلف معمولاً بین ۵۰۰ تا ۲۵۰۰ گرم بر تن می باشد. کنترل دقیقی در افزودن عامل سولفیدکننده ضروری است، زیرا کمبود یون سولفید موجب ناکارآمدی سولفیداسیون سطح کانی شده و بازیابی ضعیفی را به همراه دارد. از سوی دیگر فزونی سولفید در صورت استفاده از ترکیبات تیوفسفات به عنوان کلکتور باعث بازداشت توام کانی های سولفیدی و سولفید شده می گردد (Herrera-Urbina, R et al; 1998 & Herrera-Urbina, R et al; 1998).

آثرو ۴۰۷، ۴۰۴ یا ۴۱۲ به همراه ایزوپروپیل یا آمیل گزنات، کلکتورهای ترجیحی برای کانی های سرب هستند. افزودن عامل سولفید کننده و کلکتور به صورت مرحله به مرحله در فلوتاسیون رافر معمول است (Onal G., Abramov A., 2002). همچنین فلوتاسیون کانی های سولفیدی- اکسیدی با گزنات ها بستگی زیادی به pH پالپ دارد. بدین ترتیب که بازیابی سرب در pH بالاتر از ۱۰ افت می کند (Seke, M.D., 2005; Quast, K.; Hobart, G., 2006). فلوتاسیون کانسنگ های نیمه اکسیده نیازمند به ترکیب کلکتورهای مختلف، مصرف بالای مواد شیمیایی و استفاده از سولفید سدیم و پیچیده تر از کانسنگ های اکسیده است. درباره فلوتاسیون کانی های اکسیده باید مسائلی همچون ظرفیت، بار الکتریکی سطحی، خواص الکتریکی فصل مشترک، ماهیت کلکتور، وضعیت حلالیت سطحی کانی،

پایداری نمک حاصل کلکتور یون فلزی و دما مورد توجه قرار گیرند (آقاجانی وحید و فرزندگان، اکبر، ۱۳۹۳).

کانی‌هایی که بیشتر در صنعت مورد توجه هستند و روش فلوتاسیون برای پر عیارسازی آنها به کار می‌رود، کانی‌های فلزی مس، قلع، سرب و روی هستند. بررسی فلوتاسیون کانی‌های اکسیده از جنبه‌های اقتصادی اهمیت ویژه‌ای دارد، چرا که قسمتی از ذخایر معدنی موجود در سرتاسر دنیا از نوع اکسیده بوده و فلوتاسیون می‌تواند یک روش مؤثر برای فرآوری آنها باشد (Rashchi, F et al; 2005). مشکلات موجود در فلوتاسیون کانی‌های اکسیده سرب عبارتند از :

• کانی‌ها و گانگ از نظر فرم بلوری، خواص فیزیکی، ترکیب شیمیایی و خواص فیزیک و شیمیایی سطح خواص مشابهی دارند (Hajati, A. (2002)).

• پیچیدگی و درگیری کانی‌های با ارزش و گانگ در هم دیگر باعث می‌شود که اندازه آزادی بسیار ریز باشد. برای رسیدن به درجه آزادی باید ماده معدنی را تا ابعاد ریز خرد کرد که باعث ایجاد نرمة می‌شود و زمان فلوتاسیون، مشکلاتی را به وجود می‌آورد (Hajati, A. 2002).

امروزه استفاده از کلکتورهای کاتیونی به دلیل بازیابی بالا بیش از بقیه کلکتورها معمول است. گزینتات‌ها بیشتر به عنوان کلکتور کانی‌های سولفیده مورد استفاده قرار می‌گیرند. برای استفاده از این کلکتورها در فلوتاسیون کانی‌های اکسیده باید سطح کانی‌های اکسیده را سولفوری کرد که این عمل به طور معمول توسط سولفید سدیم (Na_2S) انجام می‌شود. سپس همانند فلوتاسیون کانی‌های سولفوری با آنها رفتار می‌شود.

محدودیت‌ها و مشکلات این فرآیند به شرح ذیل هستند (Herrera-Urbina, R et al 1998):

• میزان مصرف کلکتور (گزینتات قوی) و فعال کننده (سولفات مس) زیاد است.

• بهتر است که برای عمل سولفوراسیون دمای پالپ را حدود ۵۰ درجه سانتی گراد حفظ کرد.

• حضور اکسیدها و هیدروکسیدهای آهن در کانسنگ اثر منفی بر فلوتاسیون دارد.

مصرف سولفید سدیم باید به اندازه‌ای باشد که فقط لایه‌ای در سطح کانی تشکیل شود. مصرف بیش از حد آن باعث بازداشت برخی از کانی‌ها مانند گالن می‌شود. به همین دلیل اگر کانه‌های با ارزش، ترکیب گالن و سروزیت باشد، ابتدا گالن را شناور می‌کنند. از طرفی مصرف اضافی سولفید سدیم باعث تشکیل یون HS^- و جذب آن در سطح کانی، بار منفی ایجاد می‌کند و از جذب کلکتور در سطح کانی جلوگیری می‌کند و در نهایت سبب کاهش بازیابی فلوتاسیون می‌شود (Rezaei, B. 1996).

۵-۱ ضرورت انجام تحقیق

تغییرات مینرالوژیکی خاک معدن و همچنین توسعه عمق معدن، باعث می‌شود خوراک کارخانه فرآوری از نظر کانی‌شناسی تغییر کند و در مناطق مختلف درصد انواع خاک‌های سرب سولفیدی و اکسیدی تغییراتی داشته باشد. در کارخانه فرآوری شرکت شایان سنگ سمنند حدود ۴۰٪ خوراک از کانی‌های اکسیدی تشکیل شده است؛ و در اثر تغییرات کانی‌شناسی و همچنین عدم کارایی مناسب فلوتاسیون هم‌زمان کانی‌های سولفیدی و اکسیدی سرب، تلفات سرب در باطله نهایی افزایش پیدا کرده و بازیابی کمتر شده است. از اینرو با انتخاب روش سولفیداسیون مناسب در فلوتاسیون و جداسازی خط تولید کانی‌های اکسیدی و سولفیدی سرب می‌توان بدون تأثیر منفی روی شناورسازی کانی‌های سولفیدی سرب، بازیابی و عیار کانی‌های اکسیدی سرب را بالا برد. این تحقیق برای بررسی این موضوع انجام شده است.

۶-۱ اهداف تحقیق

- بررسی تغییرات بازیابی فلوتاسیون کانی‌های اکسیده سرب در دامنه ابعادی و درصد عیار خوراک متفاوت با استفاده از سولفیداسیون؛

- بررسی تأثیر سولفیداسیون بر روی پارامترهای عملیاتی در فلوتاسیون کانی‌های اکسیده سرب؛
- بررسی تأثیر ترکیب کلکتورهای امیل گزنتات پتاسیم، ایزوپروپیل گزنتات سدیم و مرکاپتان بر روی پارامترهای عملیاتی فلوتاسیون کانی‌های اکسیده سرب؛

۷-۱ ساختار تحقیق

این تحقیق شامل پنج فصل می‌باشد که به صورت مختصر توضیح داده می‌شوند.

- فصل یک: شامل کلیاتی از جمله مقدمه‌ای از نیاز صنعت به فلوتاسیون، اصول فلوتاسیون و انواع روش‌های آزمایش فلوتاسیون، توضیحی در مورد سولفیداسیون و سولفیدی کردن کانی‌های اکسیده سرب در فلوتاسیون داده شده است و در ادامه شامل، بیان مسئله، ضرورت انجام تحقیق و اهداف تحقیق است.
- فصل دوم: مروری بر پژوهش‌های پیشین مطرح شده است که بعد از بیان آن، نتایج حاصل از تحقیقات گذشته بیان شده است.
- فصل سوم: تجهیزات و مواد شیمیایی به کار گرفته شده، پارامترهای عملیاتی و نحوه محاسبه شاخص‌های فرآیندی و سینتیک فلوتاسیون در این بخش بیان شده است.
- فصل چهارم: در این بخش تأثیر سولفیداسیون، ترکیب کلکتورهای پتاسیم امیل گزنتات، سدیم ایزوپروپیل گزنتات و مرکاپتان بر پارامترهای عملیاتی و تأثیر همزمان سولفیداسیون و ترکیب کلکتورهای ترکیبی، سینتیک فلوتاسیون و زمان ماند سولفید سدیم بررسی شده است.
- فصل پنجم: در این فصل، نتایج حاصل از تحقیق و پیشنهادهایی برای پژوهش‌های آینده ارائه شده است.

فصل دوم

مروری بر مطالعه تحقیقات انجام شده گذشته

پیشرفت دانش بشری وابسته به استفاده از علوم و دانش گذشتگان و به کارگیری روش‌های نوین برای اصلاح و یا تکمیل آن‌ها است. در این فصل مطالعات و تحقیقات انجام شده روی سولفیداسیون کانی‌های اکسیده سرب در فرآوری مواد معدنی و سینیتیک فلوتاسیون ارائه شده است. در ادامه با توجه به بررسی انجام شده بر روی مراجع تحقیق، بخش‌های قابل توسعه و وجود تمایز مطالعات قبلی انجام شده با توجه به موضوع این پایان نامه مورد بررسی قرار گرفته است.

۲-۲ نقش سولفیداسیون در فلوتاسیون کانی‌های اکسیده سرب

اثر مثبت سولفیدی کردن کانی‌های اکسیدی با سولفور سدیم برای مدت زیادی شناخته شده است (Fuerstenau, M.C.; Miller, J.D.; Kuhn, M.C.; 1985). بعد از سولفیدی شدن، سطح در اثر حضور یون سولفیدی جذب شیمیایی شده، خیلی کمتر آب‌پذیر است و در نتیجه بصورت مؤثرتری شناور می‌شود. تحت چنین شرایطی مصرف کلکتور بصورت قابل ملاحظه‌ای کاهش می‌یابد. اگر کانی‌های اکسیده سرب در مقادیر قابل توجه موجود باشند، معمولاً ابتدا سولفیدهای سرب و سپس سولفید روی، در صورت وجود، شناور می‌شوند. سولفیدسدیم یا هیدروسولفید سدیم به عنوان عامل سولفیدکننده، با تبدیل سطح کانی‌های اکسیدی به سولفیدی، سطح آن‌ها را آبران کرده و شناور می‌شوند. از سوی دیگر فزونی سولفید در صورت استفاده از ترکیبات تیوفسفات به عنوان کلکتور باعث بازداشت همزمان کانی‌های سولفیدی و سولفید شده می‌گردد در ضمن در مورد نمونه مورد مطالعه، سولفوراسیون کانی‌های اکسیدی هدف اصلی در استفاده از سولفور سدیم است. وقتی سولفید به میزان بیش از $10^{-4} \times 5/3$ مول در لیتر اضافه شود، به علت اینکه سولفید ترجیحاً به جای گزنتات جذب می‌شود مجدداً بازداشت رخ می‌دهد (Fuerstenau, M.C.; Miller, J.D.; Kuhn, M.C. 1985).

جدول ۲-۱: مطالعه‌های انجام شده بر روی سولفیداسیون در فلوتاسیون مواد معدنی

ردیف	محققین	موضوع	نتایج
۱	M.H. JONES and J.T. WOODCOCK (1979)	بررسی بازیابی سرب اکسیدی از Na_2S و یک الکترو دین سولفیدی به عنوان سولفید کننده	با توجه به اینکه بازیابی سرب اکسیده در این پتانسیل تحت تأثیر زمان سولفید شدن در محدوده ۱ تا ۵ دقیقه بود، در زمان طولانی‌تر سولفیداسیون تا ۳۰ دقیقه بازیابی سرب اکسیده بیشتر می‌شود. همچنین بازیابی سرب اکسیده با استفاده از الکترو دین بیشتر از Na_2S است
۲	GERALD H. LUTTRELL and ROE-HOAN YOON (1984)	فلوتاسیون تجمعی بر روی شش نوع کانی کالکوپیریتی با کنترل Eh و سولفیداسیون سطح کانی	این بررسی نشان داد که فلوتاسیون تجمعی تنها در محیط‌های اکسیداسیون مطلوب است
۳	M.J.G. SALUM, A.C. de ARAUJO and A.E.C. PERES (1992)	بررسی نقش سولفید سدیم در فلوتاسیون آمین‌ها	در این بررسی اضافه شدن Na_2S در یک مرحله قبل از فلوتاسیون (قبل از سولفیداسیون) به عنوان تنظیم کننده pH به دلیل اختلاف سینتیکی جذب کننده بین کلکتور و فعال کننده (جذب اولیه سریعتر از آخر) نسبت به اینکه در طی فلوتاسیون اضافه شود بهتر است
۴	Th. Pauport I, D. Schuhmann (1996)	بررسی رفتار الکتروشیمی یک گالن (PbS) با اکسیداسیون نمونه در پتانسیل مثبت بالا و واکنش پذیری آن با ترکیب دو معرف	در این بررسی نشان داده شده است که در حضور Na_2S مقداری خاصیت شیمیایی اتیل گزنتات کاهش یافته است و همچنین نقش بازداشت کننده توضیح داده شده است

ادامه جدول (۱-۲)

۵	Ozlem Bicak, Zafir Ekmekci (2012)	تعریف یک شاخص اکسیداسیون به منظور اندازه‌گیری کمی اکسیداسیون کانی‌های سولفیدی و پیش‌بینی رفتار فلوتاسیون در چند نوع سنگ معدن تعریف کردند	این بررسی نشان داد که اندازه ذرات و زمان استخراج دو پارامتر مهم در مصرف مواد اکسیدکننده هستند، با استفاده از شاخص اکسیداسیون می‌توان ترکیب سنگ معدن و شرایط عملکرد فلوتاسیون را پیش‌بینی کرد
۶	F.K. Crundwell (2016)	تعریف مدل جابجایی جایگزین که براساس انحلال یون‌ها و رسوب یون‌ها بر روی سطح مواد معدنی	که در این مدل انحلال دلیل اصلی برای شکل‌گیری جذب الکترواستاتیک بین بار سطح و بار کلکتور در سطح معرفی شده است
۷	Dandan Wua et al. (2017)	بررسی تأثیر سولفو سالیسیلات سدیم را بر افزایش سولفیدیت فلوتاسیون اسمیت زونیت	یون‌های اسید سولفو سالیسیلات باعث افزایش روند سولفید شدن فلوتاسیون شدند. انحلال اسمیت زونیت در شرایط مختلف نشان داد که حلالیت سطح اسمیت زونیت در حضور اسید سولفو سالیسیلات به طور قابل توجهی کاهش می‌یابد
۸	Kai Jia et al. (2017)	فلوتاسیون همی‌مورفیت با سولفید سدیم به عنوان سولفیدکننده	نتایج نشان داد که فرآیند سولفیدی کردن یک روش مؤثر برای فلوتاسیون همی‌مورفیت است و حداکثر بازده کنسانتره همی‌مورفیت از ۴۰٪ به ۹۰٪ افزایش یافته است

ادامه جدول (۱-۲)

۴	Th. Pauport I, D. Schuhmann (1996)	بررسی رفتار الکتروشیمی یک گالن (PbS) با اکسیداسیون نمونه در پتانسیل مثبت بالا و واکنش پذیری آن با ترکیب دو معرف	در این بررسی نشان داده شده است که در حضور Na_2S مقداری خاصیت شیمیایی اتیل گزنات کاهش یافته است و همچنین نقش بازداشت کننده توضیح داده شده است
۵	Ozlem Bicak, Zafir Ekmekci (2012)	تعریف یک شاخص اکسیداسیون به منظور اندازه گیری کمی اکسیداسیون کانی های سولفیدی و پیش بینی رفتار فلوتاسیون در چند نوع سنگ معدن تعریف کردند	این بررسی نشان داد که اندازه ذرات و زمان استخراج دو پارامتر مهم در مصرف مواد اکسید کننده هستند، با استفاده از شاخص اکسیداسیون می توان ترکیب سنگ معدن و شرایط عملکرد فلوتاسیون را پیش بینی کرد
۶	F.K. Crundwell (2016)	تعریف مدل جابجایی جایگزین که براساس انحلال یون ها و رسوب یون ها بر روی سطح مواد معدنی	که در این مدل انحلال دلیل اصلی برای شکل گیری جذب الکترواستاتیک بین بار سطح و بار کلکتور در سطح معرفی شده است
۷	Dandan Wua et al. (2017)	بررسی تأثیر سولفو سالیسیلات سدیم را بر افزایش سولفیدیت فلوتاسیون اسمیت زونیت	یون های اسید سولفو سالیسیلات باعث افزایش روند سولفید شدن فلوتاسیون شدند. انحلال اسمیت زونیت در شرایط مختلف نشان داد که حلالیت سطح اسمیت زونیت در حضور اسید سولفو سالیسیلات به طور

ادامه جدول (۱-۲)

قابل توجهی کاهش می یابد			
نتایج نشان داد که فرآیند سولفیدی کردن یک روش مؤثر برای فلوتاسیون همی مورفیت است و حداکثر بازده کنسانتره همی مورفیت از ۴۰٪ به ۹۰٪ افزایش یافته است	فلوتاسیون همی مورفیت با سولفید سدیم به عنوان سولفیدکننده	Kai Jia et al. (2017)	۸
نتایج آزمایش های فلوتاسیون نشان داد که افزودن نمک سدیم بر روی عیار و بازیابی روی در دماهای مختلف اثر متفاوتی دارد. و Na_2CO_3 به علت تشکیل آهن فلزی به جای سولفید آهن پس از سولفید شدن بهترین افزودنی برای افزایش عیار روی بود	اثر نمک های سدیم بر رفتار سولفیدی شدن در فلوتاسیون	Junwei Han et al. (2017)	۹

۳-۲ تأثیر متفرق کننده ها بر روی فلوتاسیون سرب سولفیدی

در تحقیقی در سال ۲۰۰۹ سه عامل پراکنده کننده برای فلوتاسیون سرب انتخاب شدند. معیارهای انتخاب بر اساس درجه پراکندگی بالا برای گالن و اسفالریت کم برای سایر گونه ها بود. آزمایش های فلوتاسیون سرب برای بررسی تأثیر عامل پراکنده کننده، pH و کربنات سدیم انجام شد. استفاده از متفرق کننده ها باعث بهبود بازیابی سرب شد (M.O. Silvestre, et al ۲۰۰۹).

۴-۲ تأثیر pH بر فلوتاسیون سروزیت سولفید شده

اثر pH بر روی ویژگی های سطح و فلوتاسیون سولفید شده سروزیت با استفاده از آزمایش های

میکروفلوتاسیون، آزمایش‌های انحلال، طیف سنج پراکندگی انرژی (SEM) اسکن الکترونیک (SEM) و طیف سنج فوتوالکترون اشعه ایکس (XPS) انجام شد. آزمایش‌های میکروفلوتاسیون نشان داد که افزایش بازیابی سروزیت در محلول‌های اسیدی بیشتر از محلول‌های قلیایی است. علیرغم اضافه شدن غلظت کلکتور، فلوتاسیون سروزیت در محلول‌های قلیایی بهبود نیافت (Qicheng FENG, ۲۰۱۵). (Shuming WEN, Wenjuan ZHAO).

۵-۲ تأثیر یون‌های کلرید بر فعال‌سازی سطح سروزیت

نتایج اندازه‌گیری پتانسیل زتا نشان داد که با جذب یون‌های کلرید بر روی سطح سروزیت، پتانسیل زتای مثبت ایجاد می‌شود. نتایج تجزیه و تحلیل XPS نشان داد که تعداد یون‌های سرب بر روی سطح ماده معدنی یا جذب یون‌های کلرید بر سطح سروزیت افزایش یافت. نتایج محاسبات DFT نشان داد پس از جذب PbCl بر روی سطح سروزیت، تعداد اتم‌های سرب نیز افزایش یافت که موجب بهبود یافتن عملیات سولفیداسیون سرب اکسیدی شد (Maurice C et.al 2009).

۶-۲ تأثیر شرایط مختلف فلوتاسیون بر بازیابی کانی‌های اکسیده سرب و روی معدن گوشفیل

آزمایش‌های فلوتاسیون برای شناور کردن سرب و روی روی نمونه‌ای با ۲/۴ درصد سرب، ۸ درصد روی و ۱۰ درصد آهن از معدن گوشفیل انجام شد که کانه‌های با ارزش آن اغلب از نوع اکسیده بود. نتایج حاصل نشان داد که کانه‌های سرب در pH های ۹/۵ و ۱۱/۵ قابلیت شناور شدن دارند و به نظر می‌رسد که ناشی از وجود دو یا چند نوع کانه سرب باشد. از نظر خردایش وقتی که ذرات ابعاد ریزتر ۱۰۰ میکرون دارند، بهترین نتیجه حاصل شد. استفاده از کلکتورهای مختلف برای فلوتاسیون روی نشان داد که بازیابی فلوتاسیون روی پایین بوده و قسمت اعظم روی موجود بازیابی نشد در بهترین حالت با استفاده از آرماک- تی به عنوان کلکتور، بازیابی روی به ۲۷٪ رسید. از این رو فرآیند فلوتاسیون برای بازیابی روی مناسب نبود ولی در مورد سرب در نهایت می‌توان به بازیابی در حدود ۷۰٪ سرب با عیار بیش از ۴۰٪ رسید (شهبازی و همکاران، ۱۳۹۳).

۷-۲ آزمایش‌های استاندارد رافر و کلینر (آزمایش سینتیک)

آزمایش‌های ناپیوسته رافر و کلینر برای ارزیابی عملکرد مدار فلوتاسیون استفاده می‌شود. این آزمایش‌ها اطلاعات زیادی در ازای تلاش اندکی فراهم می‌کنند.

یک آزمایش رافر تنها یک آزمایش فلوتاسیون آزمایشگاهی ناپیوسته با چند کنسانتره است که به شکل متوالی در یک دوره زمانی خاص جمع آوری شده است. آزمایش کلینر با فلوتاسیون مجدد کنسانتره رافر عملی است که معمولاً در سلول آزمایشگاهی کوچکتری انجام می‌شود.

قبل از مرحله کلینر اغلب کانه مجدداً آسیا و یا مواد شیمیایی به آن اضافه می‌شود. این مواد همچنین در طول مرحله رافر نیز اضافه می‌شوند.

نمونه خوراک آزمایش رافر ممکن است از خوراک مدار فلوتاسیون باشد یا اینکه در آزمایشگاه آماده شده باشد (Runge, K2010).

۸-۲ جمع بندی

نتایج حاصل از تحقیقات گذشته به صورت زیر بیان می‌شود:

- کانه‌های سرب در pH های ۹/۵ و ۱۱/۵ قابلیت شناور شدن دارند و به نظر می‌رسد که ناشی از وجود دو یا چند نوع کانه سرب باشد. از نظر خردایش وقتی که ذرات ابعاد ریزتر از ۱۰۰ میکرون دارند، بهترین نتیجه حاصل شده است.
- نتایج اندازه‌گیری پتانسیل زتا نشان داد که با جذب یون‌های کلرید بر روی سطح سروزیت، پتانسیل زتای مثبت ایجاد می‌شود که موجب بهبود عملیات سولفیداسیون سرب اکسیدی شده است.
- آزمایش‌های میکروفلوتاسیون نشان داده که افزایش بازیابی سروزیت در محلول‌های

اسیدی بیشتر از محلول‌های قلیایی است. علیرغم اضافه شدن غلظت کلکتور، فلوتاسیون

سروزیّت در محلول‌های قلیایی بهبود نیافت است.

- اندازه ذرات و زمان استخراج دو پارامتر مهم در مصرف مواد اکسید کننده هستند.
- با بررسی نقش سولفید سدیم در فلوتاسیون آمین‌ها با اضافه شدن Na_2S در یک مرحله قبل از فلوتاسیون (قبل از سولفیداسیون) به عنوان تنظیم کننده pH به دلیل اختلاف سینتیکی جذب کننده بین کلکتور و فعال کننده (جذب اولیه سریعتر از آخر) نسبت به اینکه در طی فلوتاسیون اضافه شود بهتر است.

فصل سوم

مواد و روش‌ها

انجام عملیات فلوتاسیون مستلزم فراهم نمودن مواد اولیه، آشنایی با دستگاه‌ها و شناخت دقیق عملکرد آن‌ها، مشخص کردن شرایط کلی برای انجام هر آزمایش، معین کردن پارامترهای مورد بررسی و پارامترهای پاسخ و نحوه‌ی محاسبه‌ی هر یک از آن‌ها و در نهایت انجام آزمایش‌ها است.

در این فصل ابتدا معرفی کارخانه فرآوری، تجهیزات، دستگاه‌ها و مواد مورد استفاده در آزمایش‌های مربوط به این پایان نامه شرح داده شده و سپس چگونگی تهیه و آماده سازی نمونه سرب اکسیده ارائه می‌شود. در انتهای فصل، به اختصار به نحوه ارزیابی زمان ماند سولفید سدیم، ترکیب کلکتور، و محاسبه‌ی شاخص‌های فرآیندی هر آزمایش نظیر بازیابی و عیار که به عنوان معیارهای تحلیل و مقایسه آزمایش‌ها به کار می‌روند، پرداخته خواهد شد.

۲-۳ معرفی کارخانه فرآوری شایان سنگ سمند

این مجموعه با نام شرکت شایان سنگ سمند در سال ۱۳۹۴ به بهره‌برداری رسیده است. فعالیت تولیدی این شرکت در محل کارخانه در شهرک صنعتی سمنان است.

در کارخانه شایان سنگ سمند ابتدا خوراک توسط کامیون‌ها به محوطه انباشت خوراک ریخته می‌شود. این مواد متناسب با تناژ کارخانه توسط لودر به بالای سیلوی ۳۵ تنی سنگ شکن فکی برده می‌شود. مواد از طریق خوراک دهنده انتهای سیلو وارد سنگ شکن فکی می‌شود. ظرفیت خوراک این سنگ شکن ۳۰ تن بر ساعت است. محصول سنگ شکن فکی توسط نوار نقاله به طرف سنگ شکن مخروطی ارسال می‌شود. بر روی نوار نقاله سنگ شکن مخروطی یک دستگاه آهنربای مغناطیسی نصب شده است که هدف از آن جذب قطعات فلزی احتمالی و جلوگیری از ورود این قطعات به سنگ شکن مخروطی است. خوراک قبل از ورود به سنگ شکن مخروطی وارد یک سرند می‌شود. هدف از طراحی این سرند جلوگیری از خردایش مجدد بخش دانه ریز محصول سنگ شکنی فکی است. مواد عبور کرده

از سرند بطور مستقیم توسط نوار نقاله وارد سیلوی واحد آسیا با ظرفیت ۸۵ تن ارسال می‌شود و ذرات بزرگتر از چشمه سرند وارد سنگ شکن مخروطی می‌شوند. محصول سنگ شکن مخروطی دوباره وارد سرند می‌شوند و در یک سیستم بسته این کار ادامه پیدا می‌کند. مواد معدنی خردایش شده زیر سرند ۱۰ میلیمتری داخل سیلوی آسیا، توسط نوار نقاله زیر سیلو وارد آسیای گلوله‌ای با ظرفیت ۸ تن بر ساعت می‌شود. محصول خردایش توسط آسیای گلوله‌ای وارد هیدروسیکلون می‌شود و ته‌ریز هیدروسیکلون دوباره به صورت سیستم بسته به عنوان بار در گردش همراه با بار ورودی و آب وارد آسیا گلوله‌ای می‌شود. سرریز هیدروسیکلون بدون نیاز به خردایش وارد مخزن آماده سازی فلوتاسیون می‌شود. در این مخزن سرریز هیدروسیکلون با استفاده از مواد شیمیایی سیلیکات سدیم و سولفات آهن به عنوان بازداشت کننده مواد سیلیکاته و آهن، سولفید سدیم به عنوان فعال کننده سطح کانی‌های اکسیده سرب و کلکتورهای مرکاپتان، امیل گزانتات پتاسیم و سدیم ایزوپروپیل گزانتات و در نهایت روغن کاج و MIBC (متیل ایزوبوتیل کربونیل) به عنوان کف ساز برای ورود به مدار فلوتاسیون آماده می‌شود. مدار فلوتاسیون دارای دو خط سرب سولفیدی و اکسیدی است. در این مدار ابتدا فلوتاسیون سرب سولفیدی انجام می‌شود و کنسانتره سرب وارد فیلتر پرس می‌شود و به دیو کنسانتره منتقل می‌شود. باطله این خط به عنوان خوراک به خط فلوتاسیون سرب اکسیدی وارد می‌شود و پس از اضافه نمودن برخی مواد شیمیایی لازم کنسانتره سرب اکسیدی به استخرهای کنسانتره در محوطه کارخانه قرار دارد ارسال می‌شود. باطله این خط به عنوان باطله نهایی به تیکر ارسال شده و آب بازیابی شده توسط تیکر و دیسک فیلتر به کارخانه برگشت داده می‌شود.

۳-۳ مواد و تجهیزات

۱-۳-۳ تجهیزات و دستگاه‌های مورد استفاده در آزمایش

- سنگ شکن آزمایشگاهی: به منظور خردایش نمونه‌ها سنگ شکن فکی و غلتکی آزمایشگاهی به کار گرفته شد؛
- آسیای آزمایشگاهی: به منظور خردایش ثانویه آسیای گلوله‌ای آزمایشگاهی به کار گرفته شد؛

- سرندهای استاندارد و شیکر^۱ آزمایشگاهی: پس از عملیات خردایش برای دانه بندی، با استفاده از شیکر و سرندهای استاندارد (ASTM) محدوده ابعادی مورد نظر برای ذرات نمونه به دست آمد؛
- ماشین فلو تاسیون مکانیکی: برای انجام آزمایش‌ها از سلول مکانیکی دنور با حجم سلول دو لیتری استفاده شد؛
- سایر تجهیزات آزمایشگاهی، کرنومتر، ترازوی دیجیتال با دقت ۰/۰۰۱ و ۰/۰۱ گرم، فیلتر پرس، آون و هیتر آزمایشگاهی.

جدول ۳-۱: مواد شیمیایی مورد استفاده در آزمایش‌ها

ردیف	مواد شیمیایی	کاربرد
۱	آهک	تنظیم pH
۲	سیلیکات سدیم	بازداشت کننده مواد سیلیکاته
۳	سولفات آهن	بازداشت کننده آهن و هماتیت
۴	فولوکولانت	بازداشت مواد رسی
۵	امیل گزنتات پتاسیم	کلکتور
۶	اتیل گزنتات سدیم	کلکتور
۷	روغن کاج	کف ساز
۸	MIBC	کف ساز
۹	سولفید سدیم	فعال کننده سطح
۱۰	مرکاپتان	کلکتور

۴-۳ روش‌ها

۳-۴-۱ تهیه و آماده سازی نمونه

نمونه شاخص و مناسب، ضروری‌ترین نیاز برای آزمایش‌های فرآوری و طراحی واحد می‌باشد. برای انتخاب تجهیزات یک واحد کانه‌آرایی اقتصادی، گزینه‌های مختلف از پیش‌بینی عملکرد، معیارهای طراحی و فلو شیت‌های ممکن باید مورد ارزیابی و تحلیل قرار گیرد. طبیعی است نمونه‌گیری از مراحل مختلف فعالیت‌های معدنی و کانه‌آرایی ویژگی‌های خاص خود را داشته و تمهیدات منحصر به فرد خود

^۱ Shaker

را می‌طلبید. در این فصل نمونه‌برداری و تهیه‌ی آنالیز XRF و XRD گرفته شده و در نتیجه طراحی آزمایش‌ها و انجام آزمایش‌های فلوتاسیون مورد مطالعه قرار خواهد گرفت. نمونه‌های مورد استفاده در این تحقیق از دیپوی کارخانه با توجه به روش‌های استاندارد ۲۰۰ کیلوگرم نمونه به صورت کلوخه‌ای و سنگ برداشت شد و به دو صورت نمونه‌گیری شد. یکسری از نمونه‌ها بصورت نمونه‌برداری شبکه‌ای از دیپوی کارخانه و سری دوم از سرریز هیدروسیکلون برای انجام آنالیز عیاری و آزمایش‌های تکمیلی انجام شد.

نمونه مورد مطالعه در این تحقیق از دیپوی کارخانه فراوری شایان سنگ سمند، با وزن تقریبی ۲۰۰ کیلوگرم و ابعاد اولیه ۱۵-۱۰ سانتی متر تهیه شد. برای رسیدن به درجه آزادی مورد نظر، نمونه‌ها طی ۳ مرحله سنگ‌شکنی شامل دو سنگ‌شکن فکی و یک سنگ‌شکن غلتکی خرد شدند. مطالعات کانی‌شناسی میکروسکوپی این معدن در جدول ۲-۳ نشان داده شده است. نتایج بررسی‌های کانی‌شناسی به روش XRD بر روی نمونه، علاوه بر کانی گالن، سروزیت که کانی‌های اصلی هستند کانی‌های اسمیت زونیت، هماتیت، و کوارتز را نشان داد. در مطالعات میکروسکوپی خوراک مشاهده شد که بیش از ۵۰ درصد گالن در معرض هوازدگی و اکسیداسیون به سروزیت تبدیل شده است. در آنالیز شیمیایی خوراک با روش جذب اتمی، عیار سرب ۳/۲۱ درصد گزارش شد که آنالیز شیمیایی خوراک با روش تیتراسیون عیار سرب سولفیدی ۱/۷ و عیار سرب اکسیدی ۱/۶ درصد گزارش شد.

جدول ۲-۳: کانی‌های شناسایی شده با XRF

SiO ₂ (%)	CaO(%)	Fe ₂ O ₃ (%)	MnO(%)
۴۸/۱۴	۰/۲۷	۳۱/۲۸	۳/۹۵
SO ₃ (%)	TiO ₂ (%)	Pb(%)	Zn(%)
۰/۰۸	۰/۳	۱/۸	۰/۸۴

برای رسیدن به درجه آزادی مورد نظر، نمونه‌ها طی ۳ مرحله خردایش، دو مرحله سنگ‌شکنی فکی و یک مرحله آسیای گلوله‌ای برای تولید محصول با ابعاد ذرات ۸۰ درصد ریزتر از ۱۰۰ مش برای

سرب سولفیدی و ۸۰ درصد ریزتر از ۱۵۰ مش برای سروزیت خرد شدند. برای تهیه‌ی نمونه‌های آزمایش فلوتاسیون، محصول بدست آمده از سنگ شکنی فکی به مدت ۱۰ دقیقه در آسیایی گلوله‌ای تا ابعاد ۱۰۰ مش تحت خردایش قرار گرفت. برای جلوگیری از تولید نرمه برای خردایش آزمایشگاهی، نمونه را آماده کرده و ۱۰ دقیقه در آسیای گلوله‌ای آزمایشگاهی بصورت تر خردایش شد، نمونه از سرند ۱۰۰ مش رد شده و روی سرند دوباره به مدت ۱۰ دقیقه خردایش شد و همین منوال تا اتمام نمونه انجام شد و در آخر کل نمونه‌های زیر سرندي خشک و ترکیب شدند.

آزمایش‌های فلوتاسیون در سلول‌های ۲ لیتری توسط ماشین فلوتاسیون دنور با دور موتور ۹۰۰ دور در دقیقه در مرحله آماده سازی و ۱۲۰۰ دور در دقیقه در مرحله کف‌گیری و با درصد جامد ۲۵٪ انجام شد. در این سری آزمایش‌ها از آمیل گزنتات پتاسیم، ایزوپروپیل گزنتات سدیم و مرکاپتان به عنوان کلکتور، سولفید سدیم به عنوان عامل فعال کننده برای کانی‌های اکسیده، کف ساز MIBC و آهک به عنوان تنظیم کننده pH کننده استفاده شد.

۳-۵ انجام آزمایش‌های فلوتاسیون

۳-۵-۱ طراحی آزمایش‌ها و تعیین مقدار بهینه

در صنعت پر رقابت امروز دستیابی به شرایط بهینه در مدت زمانی کوتاه با صرف هزینه کم، از عوامل مهم در صنعت اقتصادی است. برای تحلیل و تعیین مقادیر بهینه از روش طراحی آزمایش استفاده شد. با بکارگیری روش طراحی آزمایش در عملیات فلوتاسیون سرب اکسیدی، تأثیر عوامل مختلف مورد بررسی قرار گرفته است. هدف این طرح، یافتن بهترین شرایط عملیاتی روش فلوتاسیون به منظور افزایش بازیابی سرب اکسیده می‌باشد منظور از شرایط عملیاتی در این طرح، مقدار کلکتور، بازداشت کننده، فعال کننده و pH عملیات فلوتاسیون سرب کارخانه فرآوری شایان سنگ سمند می‌باشد.

به منظور بررسی تأثیر مواد شیمیایی و ارزیابی نتایج کارهای گذشته، آزمایش‌های فلوتاسیون در

شرایط مختلف انجام شد. برای کم کردن تأثیر اکسیداسیون نمونه‌ها، هر آزمایش فلوتاسیون بلافاصله پس از آسیا کردن انجام پذیرفت. همچنین مواد شیمیایی برای هر آزمایش در همان زمان آماده سازی شد. آزمایش‌ها با استفاده از ماشین فلوتاسیون دنور آزمایشگاهی و سلول ۲ لیتری موجود انجام شد. مقدار درصد جامد تعیین شده برای تمامی آزمایش‌ها حدود ۲۵٪ در نظر گرفته شد.

مرحله آماده سازی برای آزمایش‌های فلوتاسیون شامل: تنظیم pH و آماده سازی ۵ دقیقه با استفاده از آهک، افزودن سولفید سدیم فعال کردن سطح ۸ دقیقه و اضافه کردن کلکتور پس از ۳ دقیقه، و اضافه کردن کف ساز پس از ۱ دقیقه دیگر و در نهایت باز کردن شیر هوا و شروع کف گیری پس از ۳۰ ثانیه. در مدت زمان آماده سازی دور همزن ۹۰۰ دور بر دقیقه و در زمان کف گیری ۱۲۰۰ دور بر دقیقه تنظیم شد. کل زمان کف گیری در آزمایش‌ها ۷ دقیقه بود. به منظور یکسان بودن عمق کف گیری و کنترل اثر پدیده دنباله‌روی در بازیابی، از پارویی به شکل T استفاده شد که حدود ۵ میلی متر بالاتر از سطح پالپ را کف گیری می‌کرد.

قبل از شروع آزمایش‌های آزمایشگاهی مقادیر مواد شیمیایی برای بازداشت کردن مواد سیلیکاته و آهن و هماتیت بهینه و ثابت شد. برای شروع از سیلیکات سدیم به عنوان متفرق کننده مواد سیلیکاته با زمان ماند ۳ دقیقه، اضافه کردن سولفات آهن برای بازداشت هماتیت با زمان ماند ۳ دقیقه در این مرحله با اضافه کردن سولفات آهن، pH محیط به شدت افت می‌کرد و برای تنظیم pH دوباره آهک استفاده شد. سپس، اضافه کردن سولفید سدیم به مدت ۸ دقیقه زمان ماند و اضافه کردن کلکتور با زمان ماند ۶ دقیقه و اضافه کردن کف ساز بعد از ۳۰ ثانیه شروع کف گیری انجام شد.

۳-۶ شرایط انجام آزمایش

در انتخاب پارامترهای موثر بر فلوتاسیون سعی شد شرایط عملیاتی با توجه به شرایط فعلی کارخانه انتخاب شود. در آزمایش فلوتاسیون با استفاده از ترکیب کلکتورهای امیل گزنتات پتاسیم، سدیم ایزوپروپیل گزنتات و مرکاپتان با نسبت ۵۰٪ امیل گزنتات، ۳۰٪ درصد اتیل گزنتات و ۲۰٪

مرکاپتان و ثابت قرار دادن سایر پارامترها در بخش فلوتاسیون کانی سروزیت بهترین نتیجه با افزایش بازیابی حاصل شد. نسبت بهینه کلکتورها در جدول (۳-۳) نشان داده شده است.

جدول ۳-۳: بهینه کردن نسبت کلکتورها

شماره آزمایش‌ها	پتاسیم امیل گزنتات	سدیم ایزوپروپیل گزنتات	مرکاپتان	بازیابی
۱	۱۵۰	۰	۰	۴۵/۲۶
۲	۰	۱۵۰	۰	۳۸/۷۸
۳	۰	۰	۱۵۰	۲۵/۴۷
۴	۷۵	۷۵	۰	۵۷/۹۵
۵	۰	۷۵	۷۵	۵۱/۲۳
۶	۷۵	۰	۷۵	۵۵/۴۳
۷	۷۵	۴۵	۳۰	۶۸/۲۴

با توجه به نتایج آزمایش‌های انجام شده ترکیب کلکتورها (X₄₀₇) با بیشترین بازیابی هم در آزمایش‌های آزمایشگاهی و هم در خط فلوتاسیون نتیجه بهتری حاصل شد که به عنوان کلکتور نهایی مورد استفاده قرار گرفت و برای خط فلوتاسیون کارخانه فرآوری شایان سنگ سمنند بصورت صنعتی تولید و مورد استفاده قرار گرفت.

۷-۳ طراحی آزمایش‌ها جهت بررسی تأثیر پارامترهای شیمیایی

جهت بررسی تأثیر غلظت مواد شیمیایی از جمله کلکتور ترکیبی، سولفید سدیم، بازیابی سرب در کنسانتره، pH، کف‌ساز در این آزمایش انجام شد. مقادیر سطوح بالا و پایین و پارامتر میانی سطح، با توجه به مقادیر مصرفی در کارخانه و مقادیر مصرفی در تحقیقات گذشته در جدول ۳-۴ آمده است.

جدول ۳-۴: مقادیر سطوح پارامترهای مورد بررسی

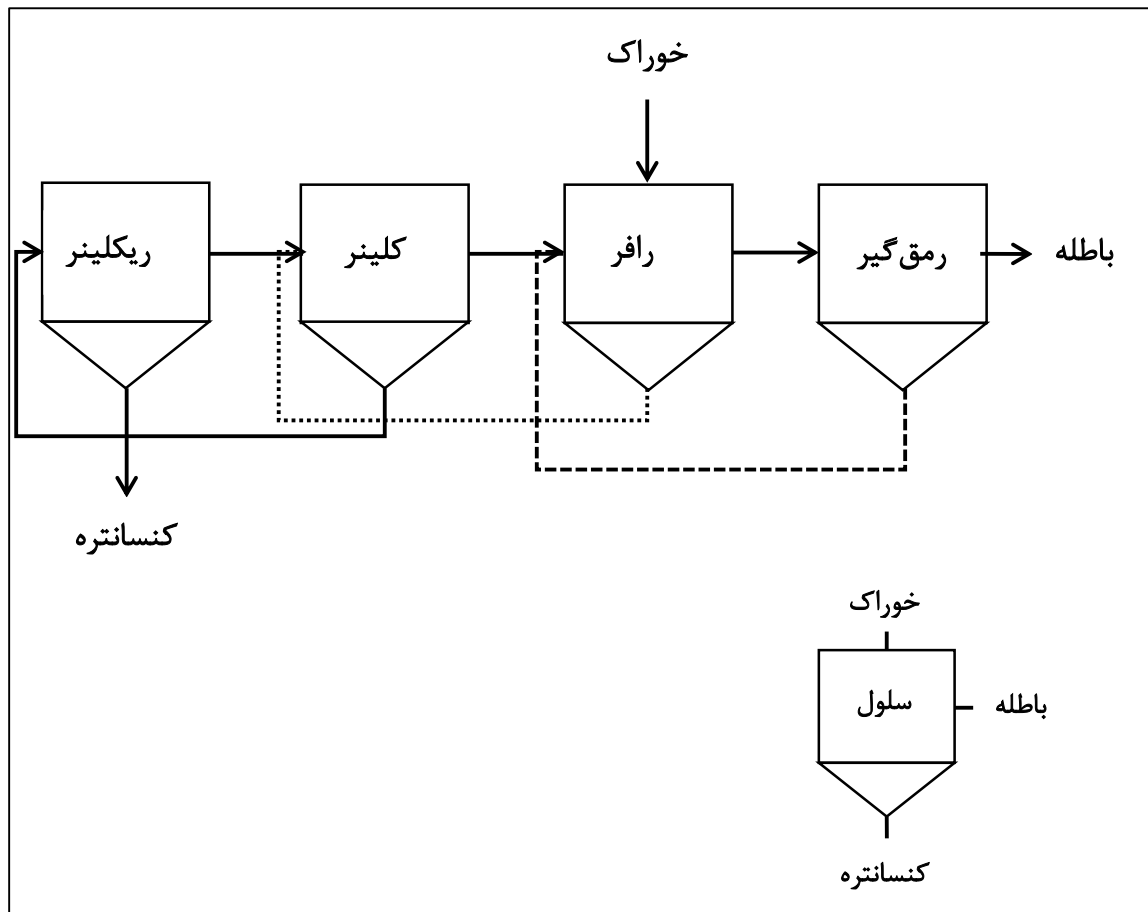
سطح	pH	سولفید سدیم (gr/t)	کلکتور (gr/t)	MIBC (gr/t)
۱	۸/۵	۵۰۰	۵۰	۲۰
۲	۹/۵	۱۲۰۰	۱۰۰	۴۵
۳	۱۰/۵	۲۲۰۰	۲۰۰	۶۵

شرایط آزمایش‌های فلوتاسیونی با استفاده از طراحی آزمایش‌ها با روش داده‌های قبلی انجام شد در جدول (۳-۵) آمده است. همچنین در طراحی آزمایش‌ها از کلکتور ترکیبی که در مراحل قبل با استفاده از آزمایش‌های فلوتاسیون بهینه شده است، استفاده شد.

جدول ۳-۵: شرایط آزمایش‌های انجام شده با استفاده از روش طراحی آزمایش داده‌های قبلی

آزمایش‌ها	pH	سولفید سدیم (gr/t)	کلکتور ترکیبی (gr/t)	کف ساز (gr/t)	بازیابی (%)
۱	۸/۵	۰	۵۰	۶۵	۲۶/۶۳
۲	۹/۵	۵۰۰	۵۰	۶۵	۴۷/۱۶
۳	۸/۵	۵۰۰	۵۰	۶۵	۵۰/۶۳
۴	۹/۵	۰	۵۰	۴۵	۴۴/۹۱
۵	۸/۵	۰	۵۰	۴۵	۳۳/۵۴
۶	۹/۵	۵۰۰	۵۰	۴۵	۳۲/۶۷
۷	۸,۵	۵۰۰	۵۰	۶۵	۴۳/۸۱
۸	۹/۵	۰	۵۰	۶۵	۴۱/۲۸
۹	۸/۵	۵۰۰	۵۰	۲۵	۲۹/۴۴
۱۰	۹/۵	۵۰۰	۱۰۰	۲۵	۳۷/۲۴
۱۱	۸/۵	۱۰۰۰	۱۰۰	۴۵	۴۷/۳۷
۱۲	۸/۵	۱۰۰۰	۲۰۰	۴۵	۵۰/۸۹
۱۳	۸/۵	۵۰۰	۳۰۰	۴۵	۵۵/۴۶
۱۴	۸/۵	۱۰۰۰	۲۰۰	۴۵	۶۴/۵۶
۱۵	۸/۵	۵۰۰	۲۰۰	۴۵	۷۵/۲۱
۱۶	۸/۵	۵۰۰	۲۰۰	۴۵	۸۷/۳۵
۱۷	۸/۵	۱۰۰۰	۱۰۰	۴۵	۸۲/۴۵
۱۸	۸/۵	۱۰۰۰	۱۰۰	۶۵	۷۸/۳۶
۱۹	۸/۵	۱۲۰۰	۱۰۰	۶۵	۶۸/۱۳
۲۰	۸/۵	۱۲۰۰	۱۰۰	۶۵	۴۸/۱۶
۲۱	۱۰/۵	۱۲۰۰	۱۰۰	۶۵	۶۲/۵۱
۲۲	۱۰/۵	۲۲۰۰	۵۰	۴۵	۹۰/۲۶
۲۳	۸/۵	۲۲۰۰	۵۰	۴۵	۹۴/۳۲
۲۴	۸/۵	۲۲۰۰	۵۰	۴۵	۹۵/۲۹
۲۵	۸/۵	۲۲۰۰	۵۰	۴۵	۹۳/۲۲

شکل (۱-۳) طرح مدار پیشنهادی برای فلوتاسیون سرب اکسیدی را نمایش می‌دهد. با توجه به آزمایش‌های انجام شده، و همچنین طراحی آزمایش‌ها و شرایط کارخانه در شکل زیر مدار فلوتاسیون اکسیده-سرب که شامل یک مرحله رافر، رمق‌گیر، کلینر و ری‌کلینر برای تولید کنسانتره اکسید سرب می‌باشد پیشنهاد شده‌است.



شکل (۱-۳): طرح مدار پیشنهادی برای فلوتاسیون سرب اکسیدی

جدول ۴ میزان بهینه مواد شیمیایی مورد استفاده در آزمایش‌های اولیه را نشان می‌دهد (اعداد بهینه پس از چند مرحله آزمایش با محدوده‌های مختلف به دست آمد). در آزمایش‌های فلوتاسیون، تاثیر پارامترهای کمی مختلف مانند بازیابی همزمان یا جداگانه کانی‌های سولفوری و اکسیدی سرب، نوع کلکتور و نوع کف ساز بررسی شد و میزان بهینه پارامترهای کمی مانند زمان ماند ذرات در آسیا،

میزان کلکتور، میزان سولفور سدیم و زمان آماده سازی آن، میزان سیلیکات سدیم و pH برای دستیابی به بازیابی حداکثر، تعیین شد. سپس آزمایش‌های تکمیلی برای شستشوی محصول رافر و بالا بردن عیار آن صورت پذیرفت.

فصل چهارم

یافته‌های تحقیق

۱-۴ مقدمه

با استفاده از روش طراحی آزمایش‌های سطح پاسخ، آزمایش‌هایی انجام شد و تأثیر پارامترهای کف ساز، کلکتور ترکیبی، سولفید سدیم و pH بر بازیابی سرب اکسیده در فلوتاسیون با استفاده از نرم افزار DX7.0 مورد بررسی قرار گرفت.

۲-۴ تحلیل ANOVA:

جدول ۱-۴: جدول ANOVA

منبع	مجموع مربعات	درجه آزادی	میانگین مربعات	نسبت واریانس	ارزش احتمال	
مدل	۳۱,۶۸	۴	۷,۹۲	۱۰,۴۸	<۰,۰۰۰۱	significant
A-pH	۴,۹۷	۱	۴,۹۷	۶,۸۰	۰,۹۳۵۱	
B-Co X407	۴,۲۷	۱	۴,۲۷	۵,۸۵	۰,۰۲۵۳	
C-MIBC	۰,۷۱	۱	۰,۷۱	۰,۹۸	۰,۳۳۵۲	
D-Na2S	۲۲,۶۳	۱	۲۲,۶۳	۳۰,۹۷	<۰,۰۰۰۱	
Residual	۱۴,۶۱	۲۰	۰,۷۳			
Lack of Fit	۹,۵۲	۱۰	۰,۹۵	۱,۸۷	۰,۱۶۹۳	not significant
Pure Error	۵,۰۹	۱۰	۰,۵۱			
Cor Total	۴۶,۲۹	۲۴				

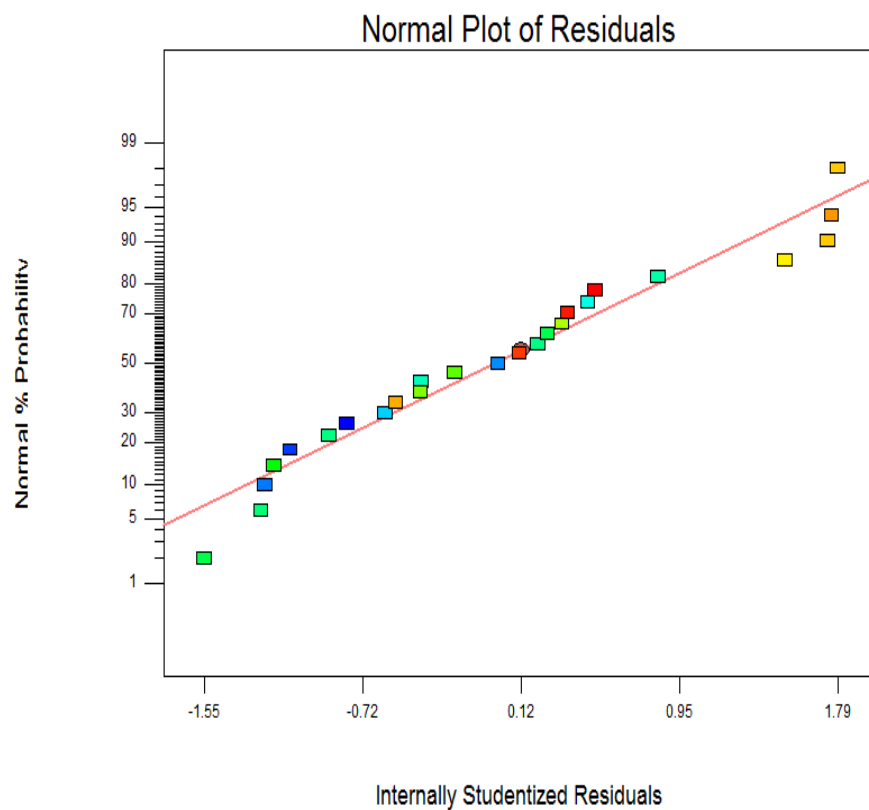
همچنین مدل ارائه شده توسط نرم افزار در محدوده مورد بررسی به صورت زیر بدست آمده است.

$$\text{Sqrt}(R1) = +8.31 + 0.037 * A + 0.92 * B + 0.25 * C + 1.7 * D$$

بعد از تجزیه و تحلیل ANOVA برای صحت مدل چهارتا نمودار زیر تایید کننده مدل هستند.

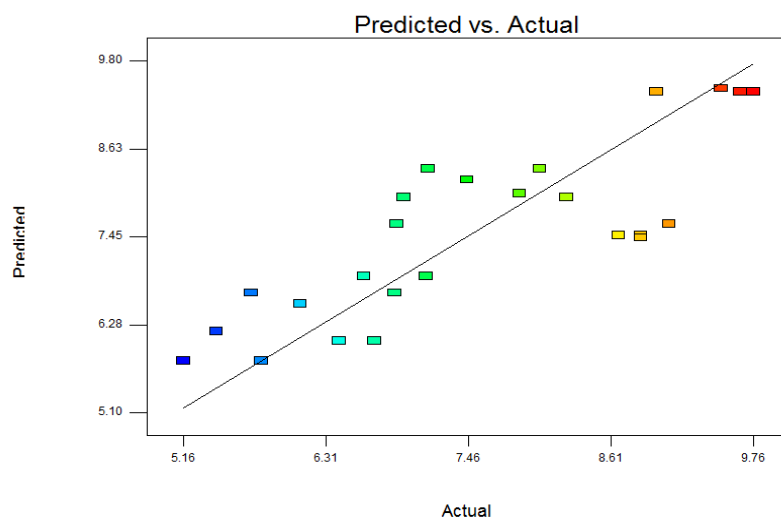
نمودار احتمال نرمال باقیمانده‌ها نشان می‌دهد که مانده‌ها چگونه از یک توزیع نرمال پیروی می‌کنند، حتی با وجود داده‌های طبیعی انتظار برخی پراکنش‌های متوسط وجود دارد شکل (۱-۴).
الگوهای منحنی شکل و مشخص قابل تشخیص می‌باشند. نشان می‌دهد که با انجام یک تابع انتقال بر

روی متغیر وابسته یا پاسخ مدل، تجزیه و تحلیل بهتری به دست خواهد آمد. چون آزمون شاپیرو وابسته به فرض استقلال است نمی توان از آن در نمودار آزمون برای تشخیص نرمال بودن داده ها استفاده نمود. همبستگی بین مانده ها نیز، اعتبار آزمون شاپیرو را از بین می برد.



شکل (۴-۱) : نمودار نرمال باقی مانده ها

نمودار مقادیر پاسخ پیش بینی شده در مقابل مقادیر واقعی برای کمک به تشخیص مقادیر یا گروهی از مقادیر که توسط مدل پیش بینی نشده است و این نمودار میزان تطابق مقادیر واقعی و پیش بینی شده را بر یکدیگر را نشان می دهد.



شکل (۲-۴) : ارزیابی نتایج پیش بینی مدل

نمودار کاکس باکس ابزاری برای کمک به تشخیص مناسب‌ترین تابع انتقال توانی به منظور اعمال بر پاسخ می‌باشد. پایین‌ترین نقطه در نمودار باکس کاکس بهترین مقدار لاندرا را که در آن حداقل مجموع مربعات مانده در مدل تبدیل شده ایجاد می‌شود را نشان می‌دهد. همچنین در این نمودار محدوده اطمینان ۹۵٪ نیز نشان داده شده است.

Design-Expert® Software
Sqrt(R1)

Lambda
Current = 0.5
Best = 0.27
Low C.I. = -0.86
High C.I. = 1.51

Recommend transform:
None
(Lambda = 1)

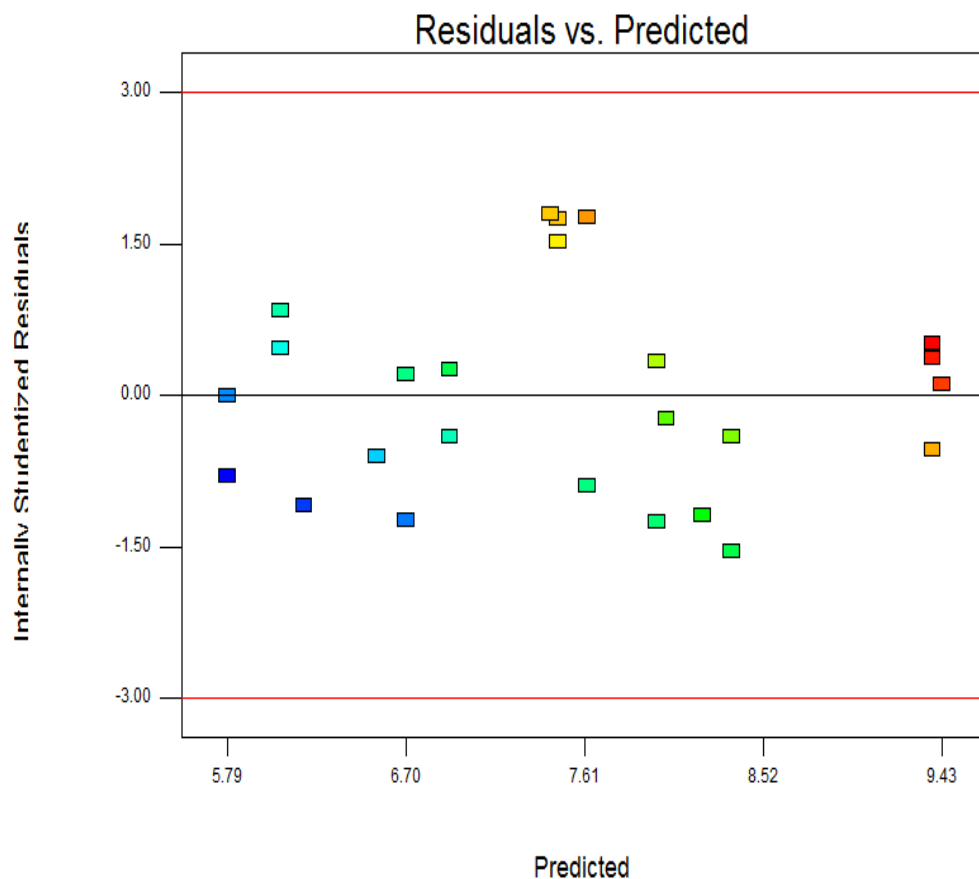


شکل (۳-۴) : نمودار کاکس باکس

نمودار مانده استیودنتیده بیرونی^۱ مبین مقدار انحراف معیار مقدار واقعی از مقدار پیش بینی شده، پس از حذف یک نقطه می‌باشد. از آنجا که در این اندازه‌گیری‌ها از یک نقطه در محاسبه برآورد

^۱studentized

واریانس استفاده نمی‌شود، به این عمل، مانده استیودنتیده خارجی یا بیرونی گفته می‌شود. در این نمودار برای شناسایی آسان تر نقاط غیرطبیعی حدود کنترل نیز به شکل دو خط آورده شده است.



شکل (۴-۴) : نمودار مانده استیودنتیده بیرونی

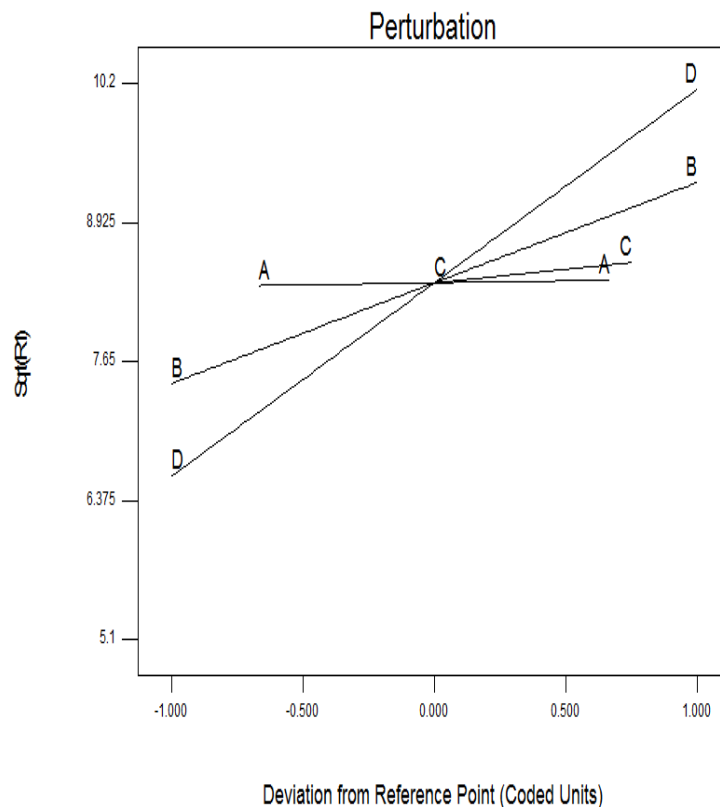
نمودار آشفستگی^۱ مقایسه اثر همه پارامترها در یک نقطه خاص از فضای طراحی را امکان پذیر می کند. نقطه مرجع در نقطه میانی عوامل که با کد صفر مشخص شده است قرار داده شده است. شیب یا انحنای تند یک پارامتر نشان می دهد که پاسخ، به این پارامتر حساس است. خط نسبتاً صاف، غیر حساس بودن پاسخ را به تغییر در آن عامل خاص نشان می دهد. در این نمودار اثر برهم کنشها قابل مشاهده نیست. نتیجه های حاصل از تأثیر همه پارامترها در یک نقطه خاص بر روی بازیابی تفریقی

' perturbation

سرب اکسیده در نمودار شکل ۴-۵ نشان داده شده است. همانطور که در نمودار شکل ۴-۵ مشاهده می شود مقدار بازیابی فلوتاسیون تفریقی سرب اکسیده نسبت به سولفید سدیم دارای بیشترین حساسیت و نسبت به pH تقریباً بدون حساسیت می باشد و تأثیری بر روی بازیابی تفریقی فلوتاسیون سرب اکسیده نداشته است. همچنین مشاهده می شود که مقدار بازیابی نسبت به کلکتور ترکیبی نیز حساس می باشد. با توجه به اینکه در این نمودار تأثیر برهم کنشها قابل مشاهده نمی باشد، می توان گفت با افزایش مقادیر سولفید سدیم و کلکتور مقدار بازیابی افزایش یافته است.

Design-Expert® Software
Transformed Scale
Sqrt(R1)

Actual Factors
A: pH = 9.50
B: Co X407 = 175
C: MIBC = 25.00
D: Na2S = 1200.00



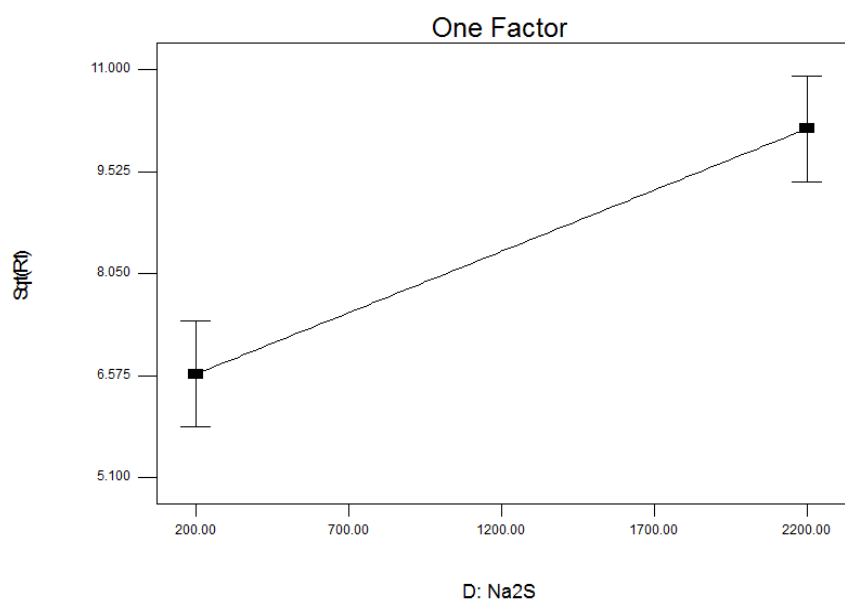
شکل (۴-۵) : نمودار آشفتگی، مقایسه اثر همه پارامترها در یک نقطه خاص

۳-۴ نحوه تأثیر پارامترها بر روی بازیابی سرب اکسیده:

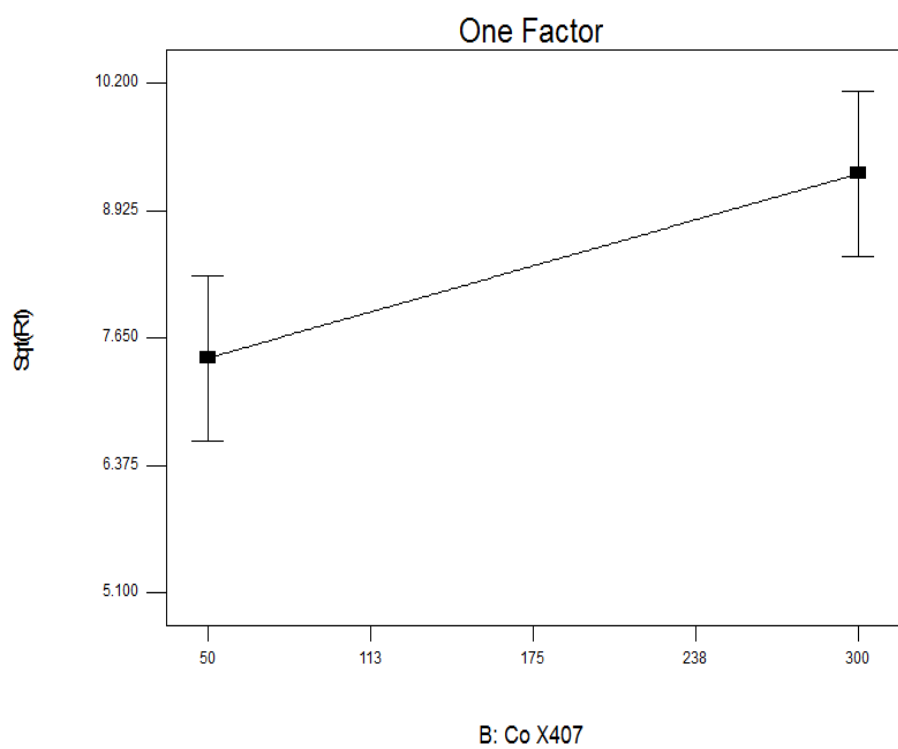
در شکل (۴-۶) و (۴-۷) نحوه تأثیر پارامترها بر روی متغیر پاسخ بازیابی سرب اکسیده نشان داده شده است. چنانچه در شکل (۴-۸) و (۴-۹) نشان داده شده است، افزایش بازیابی سرب با افزایش کلکتور نشان می دهد میزان کلکتور موجود در سیستم هنوز به غلظت بحرانی میسبیلی شدن نرسیده

است. افزایش کف ساز معمولاً سبب افزایش بازیابی می‌شود اما به نظر می‌رسد در آزمایش‌های انجام شده سطح بالای در نظر گرفته شده برای کف ساز در حدی است که برای شناور شدن کانی سروزیت مزاحمت ایجاد کرده است. همچنین افزایش بازیابی با افزایش سولفید سدیم نشان می‌دهد که مقدار بیشتر سولفید سدیم در سطح بیشتر نیز قابل استفاده می‌باشد و سطح کانی‌های بیشتری را برای سولفیداسیون آماده می‌کند و باعث افزایش بازیابی خواهد شد. همچنین باتوجه به نمودارهای تأثیر متقابل، افزایش pH تأثیری چندانی بر روی بازیابی سروزیت نداشته است و در نتیجه می‌توان از مصرف آهک برای افزایش pH صرفه نظر کرد.

همانطور که در شکل‌های ۴-۱۰ و ۴-۱۱ مشاهده می‌شود تأثیر پارامترهای سولفید سدیم و کلکتور بر روی بازیابی مشاهده می‌شود. با توجه به این نمودارها با افزایش سولفید سدیم و کلکتور بازیابی افزایش پیدا می‌کند. اثر مثبت سولفیدی کردن کانی‌های اکسیدی با سولفور سدیم برای مدت زیادی شناخته شده است (Fuerstenau, M.C.; Miller, J.D.; Kuhn, M.C.; 1985). بعد از سولفیدی شدن، سطح در اثر حضور یون سولفیدی جذب شیمیایی شده، خیلی کمتر آپذیر است و در نتیجه بصورت موثرتری شناور می‌شود. تحت چنین شرایطی مصرف کلکتور بصورت قابل ملاحظه‌ای کاهش می‌یابد. همچنین با افزایش کلکتور ترکیبی بازیابی افزایش می‌یابد تا به مقدار مشخص کلکتور برسد که بازیابی ثابت می‌شود.



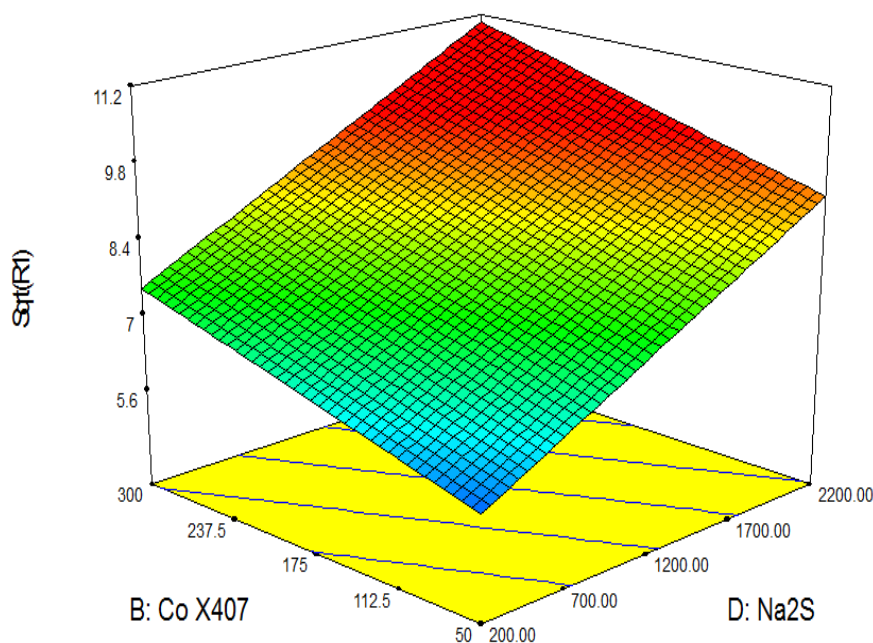
شکل (۴-۶): تأثیر سولفید سدیم بر روی بازیابی



شکل (۴-۷): تأثیر کلکتور بر روی بازیابی

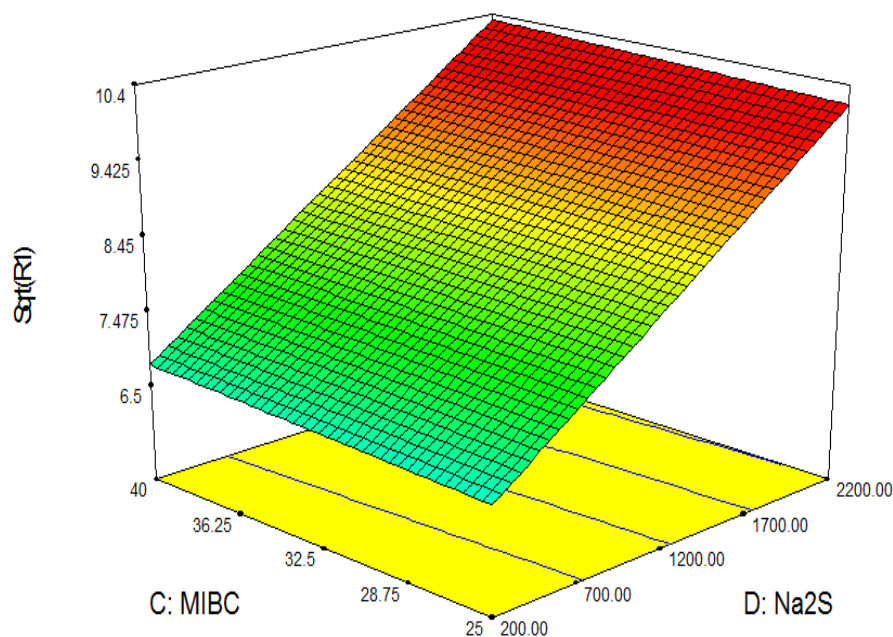
شکل (۴-۹) نمودار ۳ بعدی تأثیر همزمان مقدار ۵۰ تا ۳۰۰ گرم بر تن کلکتور و مقدار ۲۰۰ تا

۲۲۰ گرم بر تن سولفید سدیم را بر روی بازیابی نشان می‌دهد که با افزایش مقدار سولفید سدیم تا ۲۲۰۰ سطح کانی کاملاً سولفیدی شده و افزایش کلکتور تا مقدار ۳۰۰ گرم بر تن نیز باعث بازیابی شده است. با توجه به اینکه با افزایش سولفید سدیم بعد از سولفیدی شدن، سطح در اثر حضور یون سولفیدی جذب شیمیایی شده، خیلی کمتر آپذیر است و در نتیجه بصورت موثرتری شناور می‌گردد. تحت چنین شرایطی مصرف کلکتور بصورت قابل ملاحظه‌ای کاهش می‌یابد، مشاهده می‌شود که در این نمودار افزایش سولفید سدیم تا مقدار ۲۲۰۰ گرم بر تن باعث کاهش مصرف کلکتور نشده است.



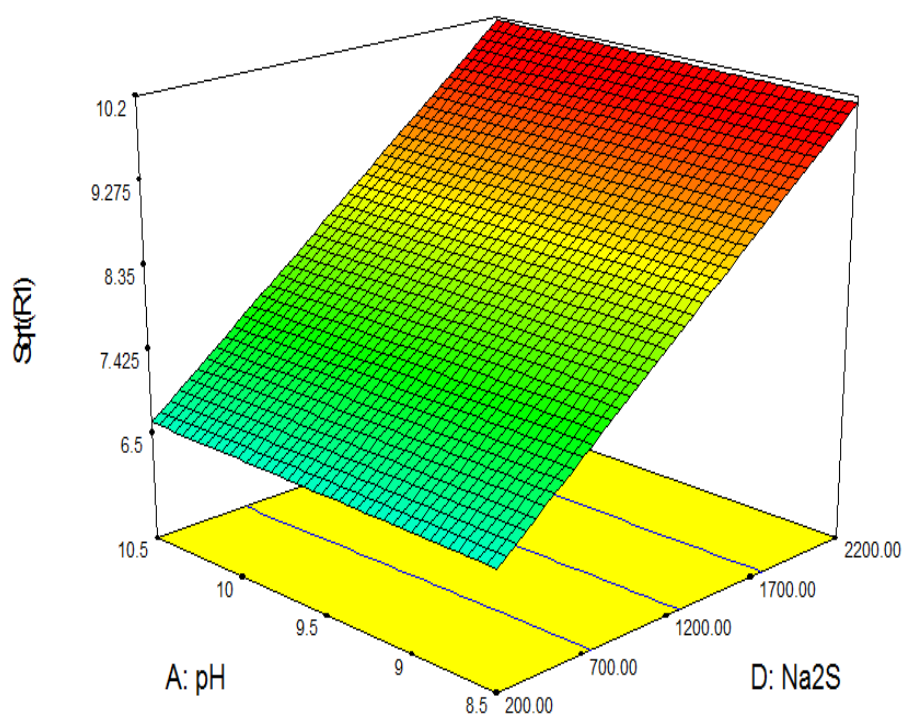
شکل (۴-۸) : نمودار ۳ بعدی تأثیر همزمان کلکتور و سولفید سدیم بر روی بازیابی

شکل (۴-۱۰) که نمودار ۳ بعدی تأثیر همزمان کف ساز و سولفید سدیم بر روی بازیابی را نشان می‌دهد؛ با توجه به نمودار مقدار کف ساز از ۲۵ تا ۴۰ گرم بر تن بر روی بازیابی تأثیری نداشته است و ثابت می‌باشد.



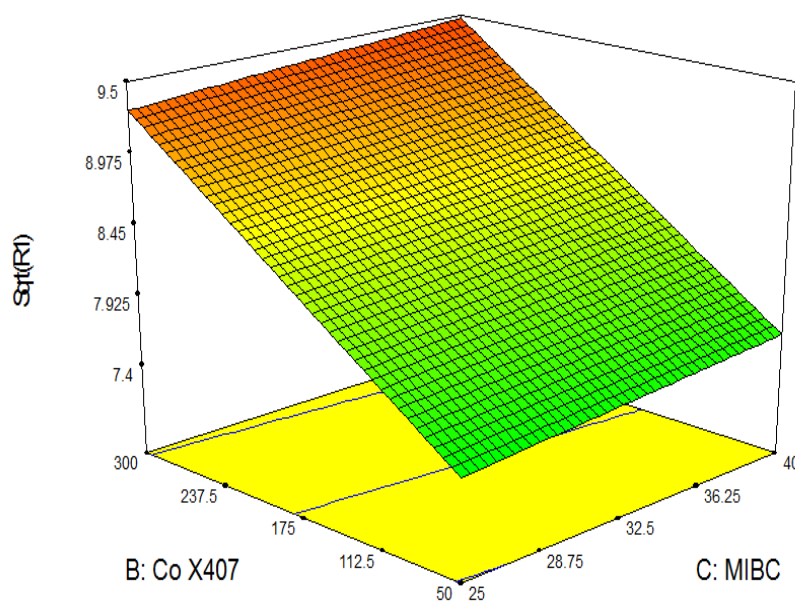
شکل (۹-۴) : نمودار ۳ بعدی تأثیر همزمان کف ساز و سولفید سدیم بر روی بازیابی

شکل ۴-۱۱ نمودار ۳ بعدی تأثیر همزمان pH و سولفید سدیم بر روی بازیابی را در مقادیر ۸,۵ تا ۱۰,۵ و ۲۰۰ تا ۲۲۰۰ گرم بر تن نشان می‌دهد که مقدار pH تأثیری بر روی سولفید سدیم و بازیابی نداشته است و ثابت می‌باشد. سولفید سدیم در محلول ابتدا هیدرولیز و سپس تجزیه می‌شود. با توجه به اینکه هنگام تجزیه سولفید سدیم HS^- آزاد می‌شود، بنابراین HS^- با یون‌های فلزی دز سطح کانی واکنش می‌دهد و یک لایه نازک سولفیدی تولید می‌کند که باعث فعال شدن و شناورسازی کانی‌های اکسیده می‌شود.



شکل (۱۰-۴): نمودار ۳ بعدی تأثیر همزمان pH و سولفید سدیم بر روی بازیابی

شکل ۴-۱۲ نمودار ۳ بعدی تأثیر همزمان کف ساز و کلکتور بر روی بازیابی را نشان می‌دهد. با توجه به اینکه اندرکنش‌های احتمالی کف سازها بر روی کلکتورها می‌تواند هم‌جذبی بر روی سطح کانی یا تغییر در کشش سطحی پالپ فلوتاسیون باشد، در نمودار شکل ۴-۱۶ مشاهده می‌شود که مقدار کف ساز در ۲۵ تا ۴۰ گرم بر تن تأثیری بر روی بازیابی نداشته است و ثابت می‌باشد.

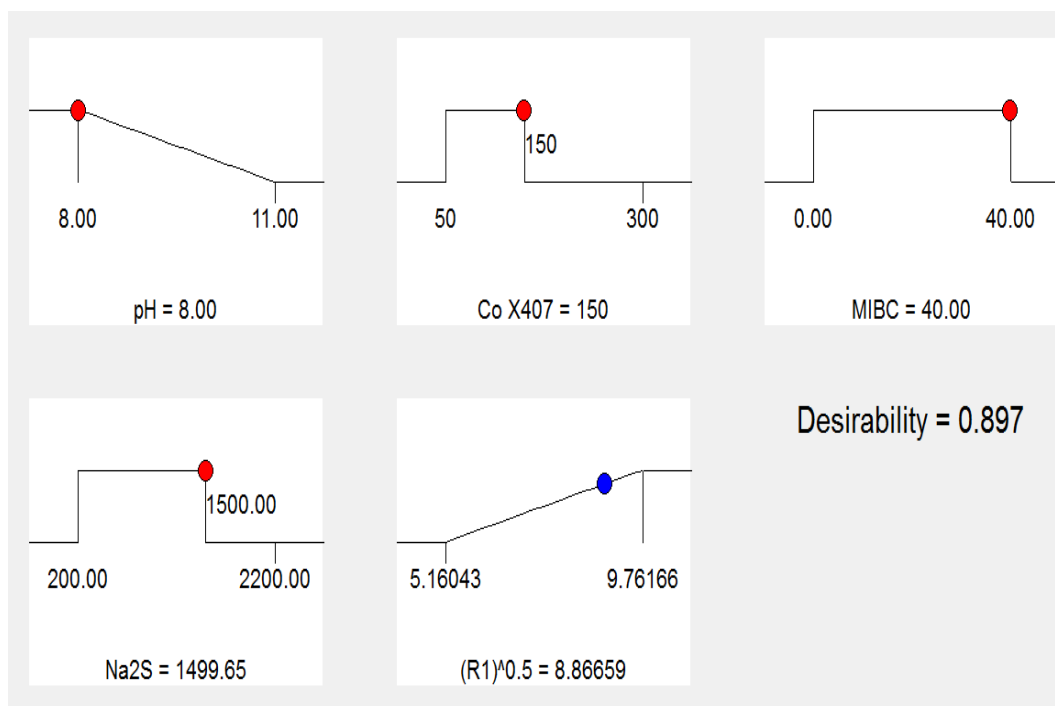


شکل (۴-۱۱) : نمودار ۳ بعدی تأثیر همزمان کف ساز و کلکتور بر روی بازیابی

۴-۴ بهینه سازی

با استفاده از نرم افزار design expert با هدف بهینه‌سازی بازیابی سروزیت (با توجه به اینکه مواد برای قسمت رافر استفاده می‌شوند)، بهترین شرایط برای آزمایش در غلظت کلکتور ۱۵۰ گرم بر تن، سولفید سدیم ۱۵۰۰ گرم بر تن، $pH=8$ ، و کف ساز ۴۰ گرم بر تن پیش بینی شد. اما چنانچه در آزمایش‌های انجام شده دیده می‌شود مقدار بهتری نسبت به پیش بینی نرم افزار به دست آمده است. زیرا پیش بینی نرم افزار بر اساس مدل ریاضی‌ای است که بر اساس داده‌های ورودی ساخته می‌شود؛ بنابراین میزان خطای مدل و وجود Curvature دلیلی برای پیش بینی ناصحیح نرم افزار خواهد بود. شکل (۴-۱۳)

(۱۳) نقطه بهینه پیش بینی شده توسط نرم افزار را نشان می‌دهد.



شکل (۴-۱۲) : نمایش شرایط نقطه بهینه فلوتاسیون

فصل پنجم

نتیجه‌گیری و پیشنهادها

۱. پارامترهای مؤثر بر بازیابی سروزیت به ترتیب عبارتند از: تأثیر متقابل کلکتور و سولفید سدیم، تأثیر متقابل کلکتور و pH، تأثیر متقابل کلکتور و کف‌ساز، تأثیر متقابل سولفید سدیم و pH، همچنین تأثیر متقابل pH و کف‌ساز، که pH و کف‌ساز که در درجه اهمیت کم‌تری قرار دارند. با استفاده از نرم افزار design expert با هدف بهینه کردن بازیابی سروزیت (با توجه به اینکه مواد برای قسمت رافر استفاده می‌شوند)، بهترین شرایط برای آزمایش در غلظت کلکتور ۱۵۰ گرم بر تن، سولفید سدیم ۱۵۰۰ گرم بر تن، $pH=8$ ، و کف ساز ۴۰ گرم بر تن پیش بینی شد و بازیابی در این حالت به مقدار ۷۵٪ افزایش پیدا کرد.
۲. با ترکیب سه کلکتور امیل گزنتات پتاسیم، ایزوپروپیل گزنتات سدیم و مرکاپتان، بهترین ترکیب با نسبت ۵۰، ۳۰، ۲۰ درصد حاصل شد که با توجه به آزمایش‌های انجام شده و محاسبه بازیابی دارای بازیابی ۶۸٪ می‌باشد.
۳. با توجه به نمودارهای تأثیر متقابل پارامترها، افزایش pH تأثیر چندانی بر روی بازیابی سروزیت نداشت.
۴. با توجه به نمودارهای تأثیر متقابل پارامترها، مقدار کف‌ساز با توجه به اینکه باید باعث افزایش بازیابی بشود ولی روند افزایشی چشم گیری نداشت و احتمالاً مقدار سطح پاسخ زیادی در نظر گرفته شده است.
۵. با توجه به انجام آزمایش‌های مختلف برای تأثیر زمان ماند سولفید سدیم برای فعال کردن سطح کانی‌های سروزیت، بهترین زمان ماند ۱۲ دقیقه با بیشترین بازیابی است.

- ✓ با توجه به اینکه نوع سلول آزمایشگاهی با نوع کارخانه‌ای متفاوت است، امکان بررسی پارامترهای ماشین در به دست آوردن پارامترهای فاکتور بزرگ مقیاس وجود ندارد، لذا پیشنهاد می‌شود با استفاده از سلول و ماشین فلوتاسیون آزمایشگاهی مناسب با خط فلوتاسیون تأثیر نسبت ابعاد، اختلاط، اندازه همزن و هوادهی و نگهداری هوا و دور روتور فاکتور بزرگ مقیاس محاسبه و با مقدار به دست آمده از طریق نسبت ثابت سینتیک آزمایشگاهی و صنعتی مقایسه شود.
- ✓ با طراحی یک سیستم پاروی اتوماتیک و افزایش آب به پالپ برای ثابت نگه داشتن سطح پالپ می‌توان خطاهای آزمایشگاهی را به حداقل رساند.

- اولیاءزاده م، نوع پرست م، عبداللهی ه، (۱۳۸۴) “ماشین‌های فلوتاسیون (مبانی و اصول طراحی)”. چاپ اول، انتشارات جهاد دانشگاهی (دانشگاه صنعتی امیر کبیر)، تهران.
- نعمت اللهی، حسین، “کانه‌آرایی”. جلد دوم، انتشارات دانشگاه تهران، ۱۳۸۰
- شهاب‌پور، جمشید، “زمین‌شناسی اقتصادی”. انتشارات دانشگاه شهید باهنر کرمان، ۱۳۸۲.
- آمار معادن فعال کشور، مرکز آمار ایران، ۱۳۹۸.
- ام. اوانز، انتونی، مر، فرید مقدسی، سید جواد. “مقدمه‌ای بر زمین‌شناسی کانسنگ‌ها”. ۱۳۸۳.
- Noaparast M.; Rahmati S.; Jozanikohan G.; Aslani S.; Ghorbani A.; "A Work Index Parameters Modeling, Using Miduk Copper Ore", 15th Confernce of Environment and Mineral Processing, 2011.
- Noaparast M.; Rahmati S.; Jozanikohan G.; Aslani S.; Ghorbani A.; " A Methodology to Estimate Ores Work Index Values, Using Miduk Copper Mine Sample", Int J Min & Geo-Eng, vol. 46, p.p.27-34, 2012.
- Runge, K. (2010).“ Laboratory flotation testing—an essential tool for ore 120haracterization. Flotation Plant Optimisation A Metallurgical Guide to Identifying and Solving Problems in Flotation Plants. Spectrum Series“, (16), 155-173.
- Varadi, R. (2011). “Laboratory Methods for Characterising the Floatability of Ore“.
- Rezaei, B. (1996). “Flotation. Book in Persian language“. Hormozgan University Publisher
- Sadjan M Bulatovic, “Handbook of Flotation Reagents: Chemistry“, Theory

and Practice, 2007

- Fuerstenau, M.C.; Miller, J.D.; Kuhn, M.C.; 1985; **“Chemistry of Flotation”**, American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, Inc., New York, p. 132.
- Onal, G.; Bulut, G.; Gul, A., Kangal, O.; Perek, K.T.; Arslan, F.; 2005; “Flotation of Aladag oxide lead–zinc ores”, *Minerals Engineering*, Vol. 18, pp. 279–282.
- Onal G., Abramov A., 2002, **“Mining Chemicals Handbook”**, Cytec Industries Inc., pp.107–108.
- Quast, K.; Hobart, G., 2006, **“Marmattite depression in galena flotation”**, *Minerals Engineering*, Vol. 19, pp. 869-880.
- Seke, M.D., 2005; **“Optimisation of the selective flotation of galena and sphalerite at Rosh Pinah Mine”**, Doctorial thesis, university of pretoria.
- - Rashchi, F, Dashti, A, Arabpour-Yazdi, M and Abdizadeh, H. (2005). **“Anglesite flotation: a study for lead recovery from zinc leach residue”**. *Minerals Engineering*, Vol. 18, PP. 205–212.
- Fuerstenau, M. C, Olivas, S. A., Herrera-Urbina, R. and Han, K. N. (1987). **“The surface characteristics and flotation behavior of anglesite and cerussite”**. *Int. J. of Mineral Processing*, Vol. 20, PP. 73–85.
- Hajati, A. (2002). **“Removal iron and concentration of Gooshfil low grade oxidized zinc sample”**. Master Thesis, Tarbiat Modarres University , Tehran, Iran
- Herrera-Urbina, R., Sotillo, F. J. and Fuerstenau, D. W. (1998). **“Amyl xanthate uptake by natural and sulfidated cerussite and galena”**. *Int. J. of Mineral Processing*, Vol. 55, PP. 113-128.
- M.O. Silvestre, C.A. Pereira, R. Galery, A.E.C. Peres, **“Dispersion effect on a lead–zinc sulphide ore flotation”**, 2009.
- Qicheng FENG, Shuming WEN, Wenjuan ZHAO, **“Effect of pH on surface characteristics and flotation of sulfidized cerussite”**, 2015.

- **Froth Flotation A Century of Innovation**, 2009.
- Runge, K. (2007). **“Modelling of ore floatability in industrial flotation circuits”**.
- Brown, D. W., & Hall, S. T. (1999). **“Froth flotation: preparation of a laboratory standard”**. *Fuel*, 78(14), 1621-1629.
- Ounpuu, M. (2001). Was that locked cycle test any good. In *Proceedings 33rd Annual Meeting of the Canadian Mineral Processors* (pp. 389-403).
- Agar, G. E. (2000). Calculation of locked cycle flotation test results. *Minerals engineering*, 13(14), 1533-1542.
- Dobby, G. S., & SAVASSI-SGS, O. N. (2005). **“An advanced modelling technique for scale-up of batch flotation results to plant metallurgical performance”**. *TECHNICAL BULLETIN*, 09.
- Hay, M. P., & Rule, C. M. (2003). SUPASIM: a flotation plant design and analysis methodology. *Minerals engineering*, 16(11), 1103-1109.
- Maurice C Fuerstenau; Graeme J Jameson; R H Yoon **Froth Flotation A Century of Innovation**, 2009.

Abstract:

In designing and developing a flotation circuit, it is imperative to know the characteristics and behavior of the ore in the process of flotation. Investigating the behavior of ore flotation by performing batch experiments is carried out. By performing these experiments, the effect of parameters such as concentration and type of chemicals on ore behavior in the flotation process is investigated. Also, the components of flotation capability are modeled in different units of the circuit.

The most oxidized lead mineral is cerussite, and later it is anglesite, which in most mineral processing plant, the flotation circuit belongs to the cerussite. The processing method is such that, in first cerussite sulfided by sodium sulfide or sodium hydro-sulfide, and then floated by xanthates. Sodium silicate is used as a particle level cleaner, zinc sulfate is used as a depression of sphalerite(if available), and sodium cyanide as a depression of pyrite(if available).

In this study, a low-grade oxidized lead ore system ore has been considered to improve its recovery. First, the properties of oxidized ore were investigated using XRF and XRD methods, and then the effect of the collectors combination of potassium emyl-xanthate, sodium ethyl-xanthate, and mercaptan collectors with flotation experiments was performed, then the ratio of 50%, 30% and 20% as the best combination of three collectors was chosen. The effect of chemical agents as combinational collector; sodium sulfide, pH and frother agent was investigated using the response surface design test to improve recovery of lead oxide minerals. In the range of parameters studied, recovery of lead oxide minerals in lead concentrate was 89.7%. This amount was recovered at pH = 8, the amount of frother agent is obtained 40 g/t, sodium sulfide content 1500 g/t, and the combinational collector content of 150 g/t.

Keywords: Test design, Flotation, Oxidized lead minerals, Combinational collector



Shahrood University of Technology

Faculty of Mining, Petroleum and Geophysics Engineering

M.Sc. Thesis in Mineral Processing

**Sulphidation of lead oxide to improve the
efficiency of flotation**

By: Omid Karami

Supervisors:

Dr. Mohammad Karamozian

July 2019