

Wanda BARZYK, Andrzej POMIANOWSKI
Zakład Katalizy i Fizykochemii Powierzchni PAN
Kraków

APARATURA DO BADAŃ LABORATORYJNYCH FLOTOWALNOŚCI MINERAŁÓW W WARUNKACH KONTROLOWANEJ SORPCJI ODCZYNNIKÓW FLOTACYJNYCH

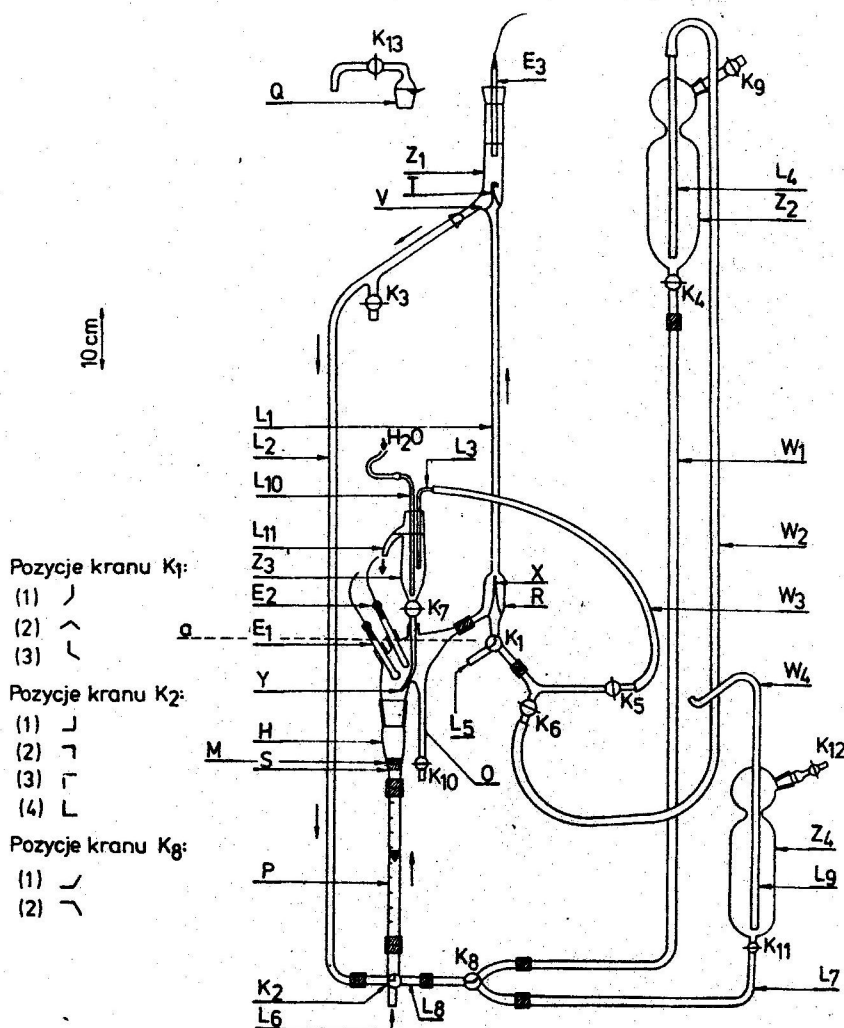
Opracowany przez nas zestaw aparaturowy (rys. 1) dostosowany jest do badań sorpcji odczynników flotacyjnych na ziarnach minerału, w kontrolowanych warunkach pH oraz natlenienia roztworu. Aparatura jest rozwinięciem modeli opisanych we wcześniejszych pracach [1,2].

Ta sama aparatura umożliwia ponadto przeprowadzenie laboratoryjnego testu flotacyjnego, analogicznego do testu Hallimonda, bezpośrednio po pomiarze przebiegu pochłaniania kolektora przez próbkę ziaren minerału lub rudy.

Ilość kolektora związanego na ziarnach wyznacza się ze zmian jego stężenia w roztworze cyrkulacyjnym przez próbkę, umieszczoną na spieku w odpowiednio zmodyfikowanej rurce Hallimonda, włączonej w obieg roztworu w aparacie. Stężenie kolektora kontroluje się bezpośrednio potencjometrycznie lub spektrofotometrycznie, w próbkach pobieranych z aparatu przez kran K_3 i zwracanych po pomiarze absorpcji UV do zbiornika Z_1 . Cyrkulacja roztworu przez naczynko z próbką minerału wymuszana jest przepływem strumienia gazu, wysycającego równocześnie roztwór, a przepuszczanego przez urządzenie działające na zasadzie odwróconej pompki wodnej. Gaz wywołujący cyrkulację przechodzi kolejno przez: wlot L_5 , kran K_1 ustawiony w pozycji (1), kapilarę X, rurkę L_1 , kapilarę T i uchodzi do atmosfery przez otwór górny zbiornika Z_1 .

Prowadzenie cyrkulacji strumieniem mieszaniny o ustalonym stosunku gazu obojętnego i tlenu zapewnia utrzymywanie wybranego, stałego natlenienia roztworu, kontrolowanego w sposób ciągły elektrodą tlenową (E_3). Umożliwia to pomiary sorpcji kolektora, w zależności od natlenienia roztworu. W obieg aparatu włączony jest przepływomierz P w celu kontroli szybkości obiegu roztworu oraz wmontowane są elektrody do ciągłego pomiaru pH (E_1 i E_2).

W badaniach sorpcji kolektora na minerałach decydującą rolę odgrywa ilość produktów utlenienia obecnych na powierzchni, co zależy od sposobu przygotowania próbki przed pomiarem. W pomiarach przeprowadzonych w opisanej aparaturze zastosowano cztery sposoby przygotowywania próbek minerału:



Rys. 1. Schemat aparatury do badań laboratoryjnych flotowalności minerałów, w warunkach kontrolowanej sorpcji odczynników flotacyjnych. Oznaczenia: Z₁-Z₄ - zbiorniki, K₁-K₁₃ - krany, L₁-L₁₁ - rurki szklane, W₁-W₄ - węże polipropylenowe, E₁, E₂ - elektrody do pomiaru pH, E₃ - elektroda tlenowa (OXI WTW 012), S - spiek, M - próbka ziaren minerału, Y - kapilara wprowadzająca próbkę na spiek (używana w pomiarach typu II i IV), H - komora naczynka sorpcyjnego, zbliżonego kształtem do rurki Hallimonda, O - odbieralnik dla ziaren wyflotowanych, R, X - część ssąca "odwróconej pompki wodnej", P - przepływomierz, Q - przykrywka zbiornika Z₁ używana w czasie odtleniania aparatu a zdejmowana dla włożenia elektrody tlenowej, V - miejsce wprowadzania kolektora, a - poziom roztworu w czasie przeprowadzania testu flotacyjnego

I. Rozdrabnianie i klasyfikacja na sucho lub mokro przy dostępie powietrza.

II. Rozmielenie próbki frakcji wyjściowej (ok. 10-krotne zwiększenie jej powierzchni) w mikromłynku agatowym wypełnionym odtlenioną wodą, a następnie przeniesienie rozmielonej beztlenowo próbki do aparatu, w sposób zapewniający izolację od atmosfery.

III. Przemycie próbki ziaren umieszczonych w komorze H aparatu odtlenionym roztworem Na_2S (0,2 M), w celu usunięcia z powierzchni produktów jej utlenienia, a następnie odmycie pozostałości roztworu Na_2S odtlenioną wodą.

IV. Przygotowanie zapasu ziaren wielokrotnie odmytych odtlenionym roztworem Na_2S i przechowywanych w zamkniętym zbiorniku, wypełnionym 0,2 M(Na_2S). Próbkę pobieraną z tak przechowywanego zapasu były bezpośrednio przed pomiarem odmywane odtlenioną wodą i wprowadzane do aparatu w sposób zapewniający izolację od tlenu z powietrza.

Sposoby II, III, IV zapewniały zadowalającą powtarzalność pomiarów sorpcji.

Dla badań sorpcji i flotowalności przy użyciu opisanej aparatury stosujemy następującą kolejność czynności:

1. Zestawienie czystych i suchych części aparatu wg schematu na rysunku 1. Wprowadzenie odważonej próbki minerału na spiek S naczynka H.

2. Odtlenienie zapasu wody w zbiorniku Z_2 strumieniem gazu obojętnego, przepuszczanego przez: L_5 , K_1 w poz. (2), K_6 przy zamkniętym K_5 , W_2 , L_4 , K_9 . W przypadku zaplanowanego przemycia próbki roztworem Na_2S , zapas tego roztworu odtlenia się w zbiorniku Z_4 przepuszczając strumień gazu obojętnego przez: L_5 , K_1 w poz. (2), K_5 przy zamkniętym K_6 , W_4 , L_9 , K_{12} .

3. Odtlenienie aparatu strumieniem gazu obojętnego, przepuszczanego przez: L_5 , K_1 w poz. (1), X, L_1 , T, zbiornik Z_1 zamknięty przykrywką Q, L_2 , K_2 w poz. (1), P, H, K_{10} . Po ukończeniu odtleniania należy zamknąć kran K_{10} oraz zamknąć dopływ gazu do aparatu.

4. Przemycie próbki minerału odtlenionym roztworem Na_2S . W tym celu należy:

- ustawić kran K_8 w pozycji (2), kran K_2 w pozycji (3);
- niewielki strumień gazu obojętnego skierować do zbiornika Z_4 (analogicznie jak przy odtlenianiu zapasu roztworu Na_2S);
- przez otwarcie kranu K_{11} usunąć na zewnątrz przez wylot L_6 pierwsze porcje roztworu, wypierające powietrze z przewodów L_7 i L_8 ;
- przez przestawienie kranu K_2 w pozycję (4) strumień roztworu przemycanego skierować do naczynka z próbką;

- przez otwarcie kranu K_{10} roztwór przemywający minerał wyprowadzać na zewnątrz;

- po ukończeniu przemycia zamknąć krany K_{11} i K_{10} .

5. Odmycie próbki minerału odtlenioną wodą prowadzi się w sposób analogiczny do opisanego w punkcie 4. Należy:

- niewielki strumień gazu obojętnego skierować do zbiornika Z_2 z wodą odtlenioną (analogicznie jak przy odtlenianiu zapasu wody);

- kran K_2 ustawić w pozycji (3), kran K_8 w pozycji (1);

- po otwarciu kranu K_4 , wyprowadzić na zewnątrz przez wylot L_6 pierwsze porcje wody, wypierające powietrze z przewodów W_1 i L_8 ;

- przez przestawienie kranu K_2 w pozycję (4) strumień wody skierować do naczynia z próbką;

- przez otwarcie kranu K_{10} ciecz przemywającą wyprowadzać na zewnątrz;

- po ukończeniu odmycia zamknąć kran K_{10} .

6. Napełnienie aparatu odtlenioną wodą i rozpoczęcie cyrkulacji.

Po wykonaniu czynności opisanych w punkcie 5 otwarcie kranu K_{13} (w przykrywcę Q zbiornika Z_1) powoduje stopniowe wypełnianie aparatu wodą ze zbiornika Z_2 . Po napełnieniu aparatu do połowy wysokości zbiornika Z_1 należy zamknąć kran K_4 , a przez przestawienie kranu K_1 w pozycję (1) skierować strumień gazu obojętnego do aparatu. Wówczas przestawienie kranu K_2 w pozycję (1) powoduje rozpoczęcie cyrkulacji. Szybkość cyrkulacji (w wybranym zakresie szybkości 70-90 ml/min) regulowano przez dobór odpowiednio dużego przepływu strumienia gazu wywołującego cyrkulację. Dokładniejszą regulację szybkości osiągnano przez minimalne zmiany położenia kranów K_1 i K_2 .

7. Wstępną cyrkulację wody odtlenionej przez minerał prowadzi się w celu ustalenia zmian pH. W tym etapie doświadczenia można również ustalić pH przez dodatek małej ilości stężonego, odtlenionego buforu, wprowadzonego do zbiorniczka Z_1 .

8. Wprowadzenie kolektora i badanie jego sorpcji na minerale.

Niewielką ilość stężonego roztworu kolektora (ok. 3 ml) wprowadza się do zbiornika Z_1 aparatu. W celu równomiernego rozprowadzenia kolektora już w ciągu jego pierwszego obiegu w aparacie wprowadza się go przez odpowiedni zbiorniczek z kapilarą (sięgającą w miejsce V zbiornika Z_1), przez którą dodawana ilość roztworu wycieka do strumienia cyrkulującego w czasie równym jednemu obiegowi całej objętości cieczy w aparacie (w aparacie stosowanym przez nas całkowita objętość cieczy cyrkulującej wynosiła 300 ml a czas jednego jej obiegu ok. 4 min.).

Od momentu zetknięcia roztworu kolektora z próbką rozpoczyna się sorpcja, której efekty są mierzone w roztworze: spadkiem stężenia kolektora, zmianami pH i stanem natlenienia. Zastosowanie trójpunktowego rejestratora w połączeniu z odpowiednim zestawem elektrod umożliwia pełną dokumentację doświadczenia. Pierwszą próbkę do spektrofotometrycznej kontroli stężenia kolektora należy pobrać nie wcześniej niż po czasie odpowiadającym obiegowi całej objętości cieczy w aparacie.

Na ogół kolektor wprowadzono do roztworu odtlenionego i dopiero po obserwacji etapu sorpcji limitowanej stanem utlenienia powierzchni próbki (zależnym od sposobu jej przygotowania) roztwór natleniało, przechodząc do cyrkulacji gazem obojętnym do cyrkulacji gazem zawierającym tlen.

9. Przeprowadzenie testu flotacyjnego. Przed wykonaniem testu flotacyjnego część roztworu z aparatu należy wyprowadzić na zewnątrz, tak by jego poziom w aparacie spadł do kreski oznaczonej na rysunku 1 literą a. Najwygodniej jest posłużyć się w tym celu kranem K_{10} .

Strumień gazu używanego do wywołania flotacji wprowadza się przez wlot L_8 , po odłączeniu go od kranu K_8 . Przy ustawieniu kranu K_2 w pozycji (3) reguluje się odpowiednią szybkość przepływu strumienia gazu, który następnie skierowuje się do naczynka w kształcie rurki Hallimonda, przez przestawienie kranu K_2 z pozycji (3) na (4). Przebieg wynoszenia ziaren minerału przez bańki gazu obserwuje się w ciągu ustalonego czasu. W przypadku rudy "koncentrat" należy oceniać pod mikroskopem.

Opisany sposób przeprowadzenia doświadczenia dotyczy pomiarów sorpcji na próbkach przygotowywanych wg typu III. Przy zastosowaniu próbek typu I pomija się czynności opisane w punktach 4, oraz 5e, f.

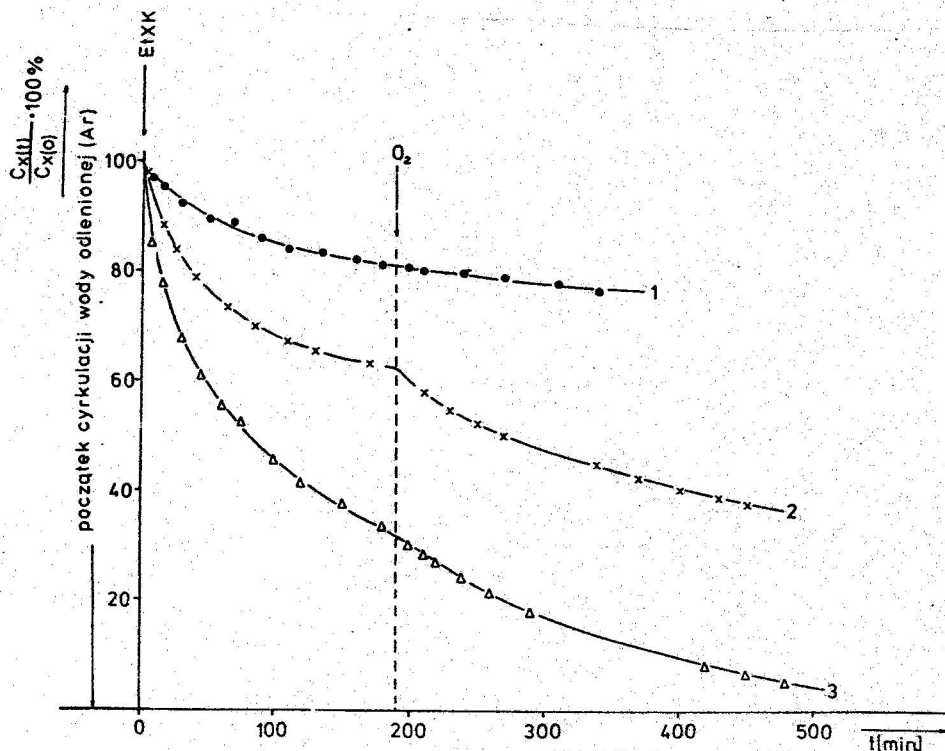
Pomiary typu II i IV wymagają przygotowania powierzchni próbki na zewnątrz i wprowadzenia jej do odtlenionego aparatu, w izolacji od dostępu tlenu. Wykorzystuje się przy tym zbiorniczek Z_3 wypełniony odtlenioną wodą, nasyconą gazem obojętnym przez kapilarę L_3 .

Próbkę typu II wsypuje się z mikromłynka do zbiorniczka Z_3 a następnie przez kran K_7 wprowadza je do aparatu, wraz z niewielką objętością odtlenionej wody.

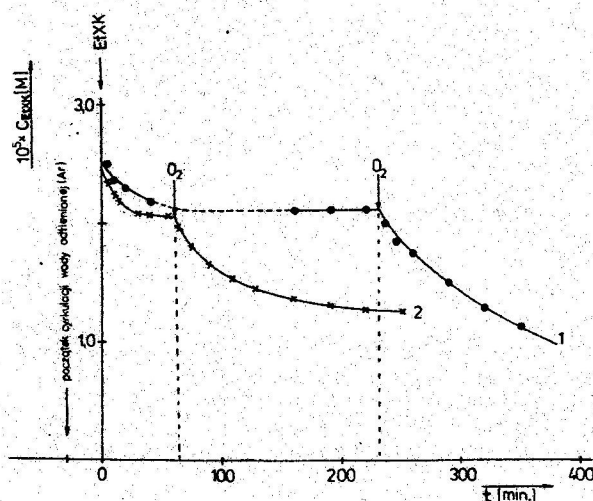
Próbkę typu III pobiera się pipetą z przygotowanej wcześniej zawiesiny, a po wprowadzeniu jej do zbiorniczka Z_3 , dodatkowo przemywa odtlenioną wodą, wprowadzoną przez kapilarę L_{10} a wyprowadzoną przez wypływ L_{11} .

Planujemy umieszczenie całej aparatury - wraz z czynnościami przygotowawczymi łącznie z rozdrabnianiem minerału - w komorze rękawicowej, wypełnionej gazem obojętnym (oczyszczonym od tlenu), znajdu-

jącym się w ciągłym obiegu. Pomiaru sorpcji przeprowadzone w opisanej aparaturze na próbkach typu I i II ilustruje rysunek 2, na próbkach typu IV wykres 3. Przebieg sorpcji na próbkach typu III ma charakter zbliżony do wykresów na rysunku 3.



Rys. 2. Przebieg sorpcji ksantogenianu na syntetycznym Cu_2S dla próbki frakcji wyjściowej o uziarnieniu -65 +115 mesh (krzywa 1) oraz dla próbek powstałych przez ok. 10-krotne zwiększenie powierzchni frakcji wyjściowej w wodzie natlenionej (krzywa 2) oraz w wodzie natlenionej (krzywa 3). Masa Cu_2S - 0,10 g; roztwór o pH 9,5 (bufor boranowy); początkowe stężenie EtXK $2,20 \cdot 10^{-2}$ M



Rys. 3. Przebieg sorpcji ksantogenianu na próbkach syntetycznego Cu_2S pobranych z zapasu ziaren przemytych roztworem Na_2S . Masa Cu_2S - 0,50 g; roztwór o pH 9,5 (bufor boranowy)

LITERATURA

- 1 POMIANOWSKI A., LEJA J., Equimolar Solutions of Xanthate and Alkyl Trimethyl Ammonium Bromide Adsorption on Copper, Nickel and Sphalerite Powders, Trans. AIME, 229, 307-312, 1964.
- 2 POMIANOWSKI A., SZCZYPA J., POLING G.W., LEJA J., Influence of Iron Content in Sphalerite-Marmatite on Copper Ion Activation in flotation, XI International Mineral Processing Congress, Cagliari 1975.