

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(21) **201900101** (13) **A1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки
2020.08.31

(51) Int. Cl. **B03D 1/00 (2006.01)**

(22) Дата подачи заявки
2019.02.08

**(54) СПОСОБ ФЛОТАЦИОННОГО ОБОГАЩЕНИЯ КАЛИЙНОЙ РУДЫ ПРИ
ПОВЫШЕННОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ**

(96) 2019/ЕА/0011 (ВУ) 2019.02.08

(71) Заявитель:
**ОТКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ
ОБЩЕСТВО
"БЕЛГОРХИМПРОМ" (ОАО
"БЕЛГОРХИМПРОМ") (ВУ)**

(72) Изобретатель:

**Турко Михаил Романович, Шутин
Сергей Георгиевич, Соловьева
Людмила Александровна, Белькевич
Татьяна Ивановна, Каратченя
Татьяна Николаевна, Миськов
Евгений Михайлович (ВУ)**

(57) Изобретение относится к технологии обогащения калийных руд с получением кондиционного хлористого калия и может быть использовано для повышения эффективности переработки калийной руды в регионах с жарким климатом и не стабильным минеральным составом руды. Способ флотационного обогащения калийной руды при повышенной температуре включает дробление, классификацию с доведением руды до требуемой флотационной крупности, приготовление маточного раствора и растворов реагентов, обесшламливание и классификацию обесшламленной руды, кондиционирование питания сильвиновой флотации, основную и перечистную сильвиновую флотацию, обезвоживание продуктов флотации и выщелачивание из них галита и отличается тем, что растворы реагентов сильвиновой флотации готовят на воде питьевого качества, а маточный раствор - на артезианской воде с содержанием солей жесткости, не превышающим 25 мг-экв./дм³; отдельно кондиционируют мелкую и крупную фракции руды, при этом собирательную смесь подают на крупную, а депрессор - на крупную и мелкую фракцию питания сильвиновой флотации в соотношении 50/50; обогащение руды ведут при температурах от 23 до 51°C, причем, предварительно, уточняют технологические параметры обогащения путем проведения операций приготовления маточного раствора и растворов реагентов, флотационного обесшламливания, кондиционирования питания сильвиновой флотации, основной и перечистой сильвиновой флотации, а также обезвоживания продуктов флотации в оборудованной для этой цели термокамере с поддержанием постоянной температуры воздуха, а затем полученные данные используют для ведения указанных стадий процесса в условиях внешней среды. Изобретение решает задачу расширения диапазона температур эффективного использования способа сильвиновой флотации до 51°C с применением в составе маточного раствора воды повышенной жесткости.

A1

201900101

201900101

A1

СПОСОБ ФЛОТАЦИОННОГО ОБОГАЩЕНИЯ КАЛИЙНОЙ РУДЫ ПРИ ПОВЫШЕННОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ

Изобретение относится к технологии обогащения калийных руд с получением кондиционного хлористого калия и может быть использовано для повышения эффективности переработки калийной руды в регионах с жарким климатом и не стабильным минеральным составом руды.

При современном развитии техники флотационный метод является доминирующим в производствах по обогащению калийных руд. При этом в качестве наиболее эффективного собирателя в питании флотации используются первичные алифатические амины. Однако они не лишены недостатков, одним из которых является снижение разницы в углах смачивания частиц хлоридов натрия и калия с увеличением температуры, которая при $27\pm 3^{\circ}\text{C}$ становится равной нулю [1], что приводит к падению селективности и, в конечном счете, к снижению технических и экономических показателей процесса. До последнего времени добыча и обогащение калийных руд осуществлялись в подавляющем большинстве на территориях с достаточно умеренным климатом, где температура благоприятна для процесса флотации и редко превышает 30°C . Соответственно и интервалы температур разрабатываемых способов флотационного обогащения ограничивались верхним пределом в 35°C . Однако с истощением запасов калийных солей и ростом их потребления подобные калийные производства стали размещать и в регионах с жарким климатом, в частности в Средней Азии – в Узбекистане, Туркменистане, где летняя температура иногда может превышать 45°C , а также в других частях Света. Создание новых производств требует разработки способов сильвиновой флотации при повышенных температурах с оптимальными параметрами собирателя на основе зарекомендовавших себя первичных алифатических аминов. Такие способы, помимо высокой температуры окружающей среды в летнее время, должны учитывать также и то, что запасы калийных солей новых месторождений часто характеризуются изменчивостью состава и сложной морфологией рудных залежей. Это приводит к снижению селективности извлечения полезного ископаемого из недр, разубоживанию и, как результат, к значительной вариабельности минерального состава руды и характеристик полезного компонента.

На эффективность флотации многих минералов, включая сильвин, оказывает влияние также химический состав воды, на котором готовится маточный раствор, и, в частности, ее жесткость, связанная с присутствием в воде солей щелочноземельных металлов (кальция и магния). Вступая во взаимодействие с реагентами, снижая селективность процесса, они отрицательно влияют на флотацию [2], осуществляемую известными способами. Для снижения негативного влияния на флотацию сильвина жесткую воду подвергают умягчению, что связано с дополнительными расходами на производство единицы продукции. Проблема жесткой воды очень существенна в регионах с жарким климатом, где вода особенно жесткая.

В этой связи разработка способов флотационного обогащения природных калийных солей при температурах превышающих $30 - 35^{\circ}\text{C}$ с применением в этом процессе воды повышенной жесткости является весьма актуальной.

Известен способ флотационного обогащения калийных руд, включающий измельчение и обесшламливание руды, обработку реагентами - первичными алифатическими аминами и вспенивателем, флотацию хлористого калия, отличающийся тем, что в качестве вспенивателя применяется 2,2,4-триметилпентадиол-1,3-моноизобутират (синоним-2,2,4-триметил-3-пентанол-1-изобутират).

Недостатком прототипа является ограничение его применения верхним пределом температуры 35°C и ограничение минеральной части использованного маточного раствора хлоридами натрия и калия [3].

Известен также способ флотации калийсодержащих руд, включающий кондиционирование пульпы с депрессором и эмульгированными в водной среде солью алифатического амина и пенообразователем, отличающийся тем, что при кондиционировании пульпы дополнительно вводят эмульсию нефтепродукта и полиэтиленгликоля следующего состава, мас. %: нефтепродукт, содержащий парафиновые углеводороды нормального строения 10,6-32,0; полиэтиленгликоль 2,0-4,0; эмульгатор 1,2-3,8; вода остальное, при этом массовое соотношение соли алифатического амина к эмульсии нефтепродукта и полиэтиленгликоля составляет 1:(0,3-0,6) [4] – прототип.

Недостатком данного способа является отсутствие данных о диапазоне температур его использования и характеристиках использованного маточного раствора.

Задачей заявленного изобретения является расширение диапазона температур эффективного использования способа сильвиновой флотации с применением в составе маточного раствора воды повышенной жесткости.

Решение поставленной задачи достигается тем, что в способе флотационного обогащения калийной руды, включающем дробление, классификацию с доведением руды до требуемой флотационной крупности, приготовление маточного раствора и растворов реагентов, обесшламливание и классификацию обесшламленной руды, кондиционирование питания сильвиновой флотации, основную и перечистную сильвиновую флотацию, обезвоживание продуктов флотации и выщелачивание из них галита, а также раствор реагентов сильвиновой флотации готовят на воде питьевого качества, а маточный раствор – на артезианской воде с содержанием солей жесткости не превышающем 25 мг-экв/дм^3 ; отдельно кондиционируют мелкую и крупную фракции руды, при этом собирательную смесь подают на крупную, а депрессор – на крупную и мелкую фракцию питания сильвиновой флотации в соотношении 50/50; обогащение руды ведут при температуре от 23 до 51°C , причем, предварительно уточняют технологические параметры обогащения путем проведения операций приготовления маточного раствора и растворов реагентов, флотационного обесшламливания, кондиционирования питания сильвиновой флотации, основной и перечистой сильвиновой флотации, а также обезвоживания продуктов флотации в оборудованной для этой цели термокамере с поддержанием постоянной температуры воздуха, а затем полученные данные используют для ведения указанных стадий процесса в условиях внешней среды.

Заявленный способ осуществляют следующим образом.

Руду после дробления до проектной крупности, подают на измельчение и классифицируют, доводя руду до флотационной крупности $1,0 \text{ мм}$. Затем приготавливают маточный раствор и раствор реагентов. Раствор реагентов готовят на воде питьевого качества, а маточный раствор на технической артезианской воде с общей жесткостью от 7 до $24,9 \text{ г-экв.}$ с тем, чтобы обеспечить насыщенность маточного раствора по основным компонентам руды – NaCl и KCl при заданной температуре процесса. Затем руду обесшламливают, после обесшламливания классифицируют и проводят кондиционирование питания сильвиновой флотации, а также основную и перечистную сильвиновую флотацию черного концентрата. Собирательную смесь подают на крупную, а депрессор – на крупную и мелкую фракцию питания флотации в соотношении 50/50. Процесс сильвиновой флотации ведут при установившейся температуре внешней

среды в интервале от 23 °С до 51 °С, причем, предварительно, с целью оценки оптимальных технологических параметров в зависимости от минерального состава и характеристик полезного компонента руды, операции приготовления маточного раствора, растворов реагентов, флотационного обесшламливания, кондиционирования питания сильвиновой флотации, основной и перечистой сильвиновой флотации, а также обезвоживания продуктов флотации проводят в оборудованной для этой цели термокамере с поддержанием постоянной температуры воздуха, а полученные данные используют для ведения указанных стадий процесса в условиях внешней среды (натурных метеоусловий). После перечистой флотации полученный продукт обезвоживают, а обезвоженный продукт – флотоконцентрат, направляют на выщелачивание галита для получения кондиционного продукта с концентрацией не менее 95 % КС1.

Ниже приведены примеры осуществлении заявленного способа в сравнении с известными. Эффективность процесса обогащения оценивали по интегральному показателю E , % [5]:

$$E = \frac{\varepsilon - \gamma}{100 - \alpha} * 100,$$

где ε – извлечение ценного компонента, %; γ – выход концентрата, %;
 α – массовая доля КС1 в питании флотации, %.

Пример 1.

При заданной температуре процесса 23 °С (средняя, согласно [3]) и руде состава КС1 – 23,40 %, NaCl – 70,33 %, MgCl₂ – 1,57 %, Н.О. – 4,70 % на основе предварительной отработки процесса обогащения в термокамере установили, что для получения кондиционного продукта в среде маточного раствора, приготовленном на технической артезианской воде при общей жесткости 24,9 мг-экв/дм³ и сухом остатке 3960 мг/дм³ и растворах реагентов, приготовленных на воде питьевого качества с общей жесткостью 4,15 мг-экв/дм³ с сухим остатком 241 мг/дм³, необходимо проведение 3-х перечисток черного концентрата. Оптимальная дозировка комплексного собирателя сильвина составила 55 г/т стандартного (22 % KCl) питания флотации. При этом массовое соотношение: амин (Агмеен НТ) / парафин жидкий (ПЖ) / полиэтиленгликоль (ПЭГ) / сосновое масло (СМ) в соотношении 40/5/10/10 по массе подавали на крупную фракцию питания флотации. Депрессор – крахмал картофельный подавали на крупную и мелкую фракцию питания флотации в соотношении 50/50 при расходе 150 г/т

натурального питания флотации. В результате выход концентрата 3-ей перечистки составил 20,03% от питания флотации, а извлечение KCl – 80,16%, также от питания флотации. Эффективность обогащения составила 78,96%.

Пример 2.

В данном примере в отличие от примера 1 (при сохранении всех других условий проведения обогащения) маточный раствор и растворы реагентов готовили на одной и той же воде с общей жесткостью 4,15 мг-экв/дм³, при сухом остатке 241 мг/дм³. В результате выход концентрата 3-ей перечистки составил 16,9% от питания флотации, а извлечение KCl – 70,9%, также от питания флотации. Эффективность обогащения составила 70,1%.

Пример 3.

При заданной температуре процесса 40⁰С и руде состава KCl – 23,40 %, NaCl – 70,33 %, MgCl₂ – 1,57 %, Н.О. – 4,70 % на основе предварительной отработки процесса обогащения в термокамере установили, что для получения кондиционного продукта в среде маточного раствора, приготовленном на технической артезианской воде при общей жесткости 24,9 мг-экв/дм³ и сухом остатке 3960 мг/дм³ и растворах реагентов, приготовленных на воде питьевого качества общей жесткостью 4,15 мг-экв/дм³ и с сухим остатком 241 мг/дм³, необходимо проведение 3-х перечисток черного концентрата. Оптимальная дозировка комплексного собирателя сильвина составила 75 г/т стандартного (22 % KCl) питания флотации. При этом массовое соотношение: смесь аминов (Lilaflot FAB 53/Armeen M в процентном по массе соотношении 30/70) / парафин жидкий (ПЖ) / полиэтиленгликоль (ПЭГ) / сосновое масло (СМ) в соотношении 40/5/10/18 по массе подавали на крупную фракцию питания флотации. Депрессор – крахмал картофельный подавали на крупную и мелкую фракцию питания флотации в соотношении 50/50 при расходе 150 г/т натурального питания флотации. В результате выход концентрата 3-ей перечистки составил 19,5 % от питания флотации, а извлечение KCl – 73,0 %, также от питания флотации. Эффективность обогащения составила 70,6 %.

Пример 4.

В данном примере в отличие от примера 3 (при сохранении всех других условий проведения обогащения) маточный раствор и растворы реагентов готовили на одной и той же воде с общей жесткостью 4,15 мг-экв/дм³ при сухом остатке 241 мг-экв/дм³. В результате выход концентрата 3-ей перечистки составил 18,6% от питания флотации, а извлечение KCl – 70,2%, также от питания флотации. Эффективность обогащения составила 68,2%.

Пример 5.

При заданной средней температуре процесса 51°C и разубоженной руде состава $\text{KCl} - 18,24\%$, $\text{NaCl} - 77,75\%$, $\text{MgCl}_2 - 0,82\%$, $\text{H}_2\text{O} - 3,19\%$ на основе предварительной отработки процесса обогащения в термокамере установили, что для получения кондиционного продукта в среде маточного раствора, приготовленном на технической артезианской воде общей жесткостью $14,6 \text{ мг-экв/дм}^3$ при сухом остатке 2100 мг/дм^3 , и растворах реагентов, приготовленных на воде питьевого качества общей жесткостью $3,4 \text{ мг-экв/дм}^3$ и с сухим остатком 333 мг/дм^3 , необходимо проведение 3-х перечисток черного концентрата. Оптимальная дозировка комплексного собирателя сильвина составила 55 г/т стандартного ($22\% \text{ KCl}$) питания флотации. При этом массовое соотношение: смесь аминов (Lilafлот FАВ 53/Armeen М в процентном по массе соотношении 30/70) / парафин жидкий (ПЖ) / полиэтиленгликоль (ПЭГ) / сосновое масло (СМ) в соотношении 40/5/10/18 по массе подавали на крупную фракцию питания флотации. Депрессор – крахмал картофельный подавали на крупную и мелкую фракцию питания флотации в соотношении 50/50 при расходе 140 г/т натурального питания флотации. В результате выход концентрата 3-ей перечистки составил $13,1\%$ от питания флотации, а извлечение $\text{KCl} - 64,8\%$, также от питания флотации. Эффективность обогащения составила $63,5\%$.

Пример 6.

В данном примере в отличие от примера 5 (при сохранении всех других условий проведения обогащения) маточный раствор и растворы реагентов готовили на одной и той же воде с общей жесткостью $3,4 \text{ мг-экв/дм}^3$ при сухом остатке 333 мг-экв/дм^3 . В результате выход концентрата 3-ей перечистки составил $12,9\%$ от питания флотации, а извлечение $\text{KCl} - 64,3\%$, также от питания флотации. Эффективность обогащения составила $62,8\%$.

Пример 7.

В данном примере в отличие от примера 6 процесс вели при средней температуре $22,5^{\circ}\text{C}$ (при сохранении всех других условий проведения обогащения) маточный раствор и растворы реагентов готовили на одной и той же воде с общей жесткостью $4,15 \text{ мг-экв/дм}^3$, при сухом остатке 241 мг-экв/дм^3 . В результате выход концентрата 3-ей перечистки составил $12,5\%$ от питания флотации, а извлечение $\text{KCl} - 67,9\%$, также от питания флотации. Эффективность обогащения составила $67,8\%$.

Анализ результатов обогащения, приведенных в примерах 1 – 6 показывает, что при осуществлении обогащения руды по заявленному

способу (примеры 1,3,5) выход концентрата 3-ей перемешки, извлечение KCl, а также эффективность обогащения в целом превышают, аналогичные показатели, полученные по известным способам сильвиновой флотации (примеры 2,4,6 – соответственно).

Таким образом, заявленный способ решает задачу расширения диапазона температур эффективного использования способа сильвиновой флотации до 51⁰С с применением в составе маточного раствора воды повышенной жесткости.

Источники информации

1. Proceedings of the XXI International Mineral Processing Congress, STUDIES OF SURFACE AND SORPTION BEHAVIOUR OF SALINE AND CLAY CARBONATE MINERALS IN ELECTROLYTES \ S. Titkov, N. Panteleeva, A. Chistyakov, L. Pimkina, I. Mikhaylova \ 2000 .– S.C8b-(36-41). (Research and Development Institute of Halurgy, St. Petersburg, Russia “Uralkaliy” Joint-Stock Company, Berezniki, Russia).
2. Глембоцкий И. А., Классен В. И. Флотация. М., «Недра», 1973 .– С.29-30.
3. Патент RU 2151011, опубл. 20.06.2000.
4. ВУ 20464, опубл. 30.10.2016 – прототип.
5. Митрофанов, С. И. Исследование полезных ископаемых на обогатимость / С. И. Митрофанов. – М.: Недра, 1974.

Генеральный директор
ОАО «Белгорхимпром»



В.И. Коршун

Формула изобретения

Способ флотационного обогащения калийной руды при повышенной температуре, включающий дробление, классификацию с доведением руды до требуемой флотационной крупности, приготовление маточного раствора и растворов реагентов, обесшламливание и классификацию обесшламленной руды, кондиционирование питания сильвиновой флотации, основную и перечистную сильвиновую флотацию, обезвоживание продуктов флотации и выщелачивание из них галита, отличающийся тем, что растворы реагентов сильвиновой флотации готовят на воде питьевого качества, а маточный раствор – на артезианской воде с содержанием солей жесткости не превышающем 25 мг-экв/дм³; отдельно кондиционируют мелкую и крупную фракции руды, при этом собирательную смесь подают на крупную, а депрессор – на крупную и мелкую фракцию питания сильвиновой флотации в соотношении 50/50; обогащение руды ведут при температурах от 23 до 51 °С, причем, предварительно, уточняют технологические параметры обогащения путем проведения операций приготовления маточного раствора и растворов реагентов, флотационного обесшламливания, кондиционирования питания сильвиновой флотации, основной и перечистой сильвиновой флотации, а также обезвоживания продуктов флотации в оборудованной для этой цели термокамере с поддержанием постоянной температуры воздуха, а затем полученные данные используют для ведения указанных стадий процесса в условиях внешней среды.

Генеральный директор
ОАО «Белгорхимпром»



В.И. Коршун

ЕВРАЗИЙСКОЕ ПАТЕНТНОЕ ВЕДОМСТВО

ОТЧЕТ О ПАТЕНТНОМ
ПОИСКЕ(статья 15(3) ЕАПК и правило 42
Патентной инструкции к ЕАПК)Номер евразийской заявки:
201900101

Дата подачи: 08 февраля 2019 (08.02.2019) | Дата испрашиваемого приоритета:

Название изобретения: Способ флотационного обогащения калийной руды при повышенной температуре

Заявитель: ОТКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО "БЕЛГОРХИМПРОМ" (ОАО "БЕЛГОРХИМПРОМ")

☐ Некоторые пункты формулы не подлежат поиску (см. раздел I дополнительного листа)☐ Единство изобретения не соблюдено (см. раздел II дополнительного листа)

А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:

МПК: B03D 1/00 (2006.01)

СПК: B03D 1/00 (2016-05)

Согласно Международной патентной классификации (МПК) или национальной классификации и МПК

Б. ОБЛАСТЬ ПОИСКА:

Минимум просмотренной документации (система классификации и индексы МПК)

B03D 1/02, 1/00

Другая проверенная документация в той мере, в какой она включена в область поиска:

В. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ

Категория*	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
A	ТУРКО М.Р. и др. Флотация сильвина из калийных руд при повышенных температурах. Труды БГТУ, 2014, № 3, Химия и технология неорганических веществ, сс. 71-77	1
A	RU 2237521 C1 (ОТКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО "НИЖНЕКАМСК-НЕФТЕХИМ" и др.) 10.10.2004	1
A	RU 2152264 C1 (ОТКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО "УРАЛКАЛИЙ") 10.07.2000	1
A	RU 2136594 C1 (ОТКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО "УРАЛКАЛИЙ") 10.09.1999	1
A	US 2006/0226051 A1 (THE MOSAIC COMPANY) 12.10.2006	1

☐ последующие документы указаны в продолжении графы В☐ данные о патентах-аналогах указаны в приложении

* Особые категории ссылочных документов:

"А" документ, определяющий общий уровень техники

"Е" более ранний документ, но опубликованный на дату подачи евразийской заявки или после нее

"О" документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д.

"Р" документ, опубликованный до даты подачи евразийской заявки, но после даты испрашиваемого приоритета

"D" документ, приведенный в евразийской заявке

"Г" более поздний документ, опубликованный после даты

приоритета и приведенный для понимания изобретения

"Х" документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну или изобретательский уровень, взятый в отдельности

"У" документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий изобретательский уровень в сочетании с другими документами той же категории

"&" документ, являющийся патентом-аналогом

"L" документ, приведенный в других целях

Дата действительного завершения патентного поиска: 18 июля 2019 (18.07.2019)

Наименование и адрес Международного поискового органа:

Федеральный институт

промышленной собственности

РФ, 125993, Москва, Г-59, ГСП-3, Бережковская наб., д. 30-1. Факс: (499) 243-3337, телетайп: 114818 ПОДАЧА

Уполномоченное лицо:

Ю.В. Жилина

Телефон № (499) 240-25-91