

# РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



## ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2737769

### СПОСОБ ОБОГАЩЕНИЯ АПАТИТОВОЙ РУДЫ

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Санкт-Петербургский горный университет" (RU)*

Авторы: *Александрова Татьяна Николаевна (RU), Хассан Абдалла Мохамед Элбэндари (RU), Николаева Надежда Валерьевна (RU)*

Заявка № 2020113990

Приоритет изобретения 16 апреля 2020 г.

Дата государственной регистрации в

Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 02 декабря 2020 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 16 апреля 2040 г.

Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

 Г.П. Ивлиев





ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК  
*B03B 7/00 (2020.08)*

(21)(22) Заявка: 2020113990, 16.04.2020

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
16.04.2020

Дата регистрации:  
02.12.2020

Приоритет(ы):  
(22) Дата подачи заявки: 16.04.2020

(45) Опубликовано: 02.12.2020 Бюл. № 34

Адрес для переписки:  
199106, Санкт-Петербург, В.О., 21 линия, 2,  
федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего  
образования "Санкт-Петербургский горный  
университет", Патентно-лицензионный отдел

(72) Автор(ы):  
Александрова Татьяна Николаевна (RU),  
Хассан Абдалла Мохамед Элбандари (RU),  
Николаева Надежда Валерьевна (RU)

(73) Патентообладатель(и):  
федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего  
образования "Санкт-Петербургский горный  
университет" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: RU 2207915 C2, 10.07.2003. RU  
2079376 C1, 20.05.1997. SU 1304891 A1,  
23.04.1987. RU 2017112413 A, 11.10.2018. RU  
2584626 C1, 20.05.2016. RU 2614962 C1,  
31.03.2017. GB 1086438 A, 11.10.1967.

## (54) СПОСОБ ОБОГАЩЕНИЯ АПАТИТОВОЙ РУДЫ

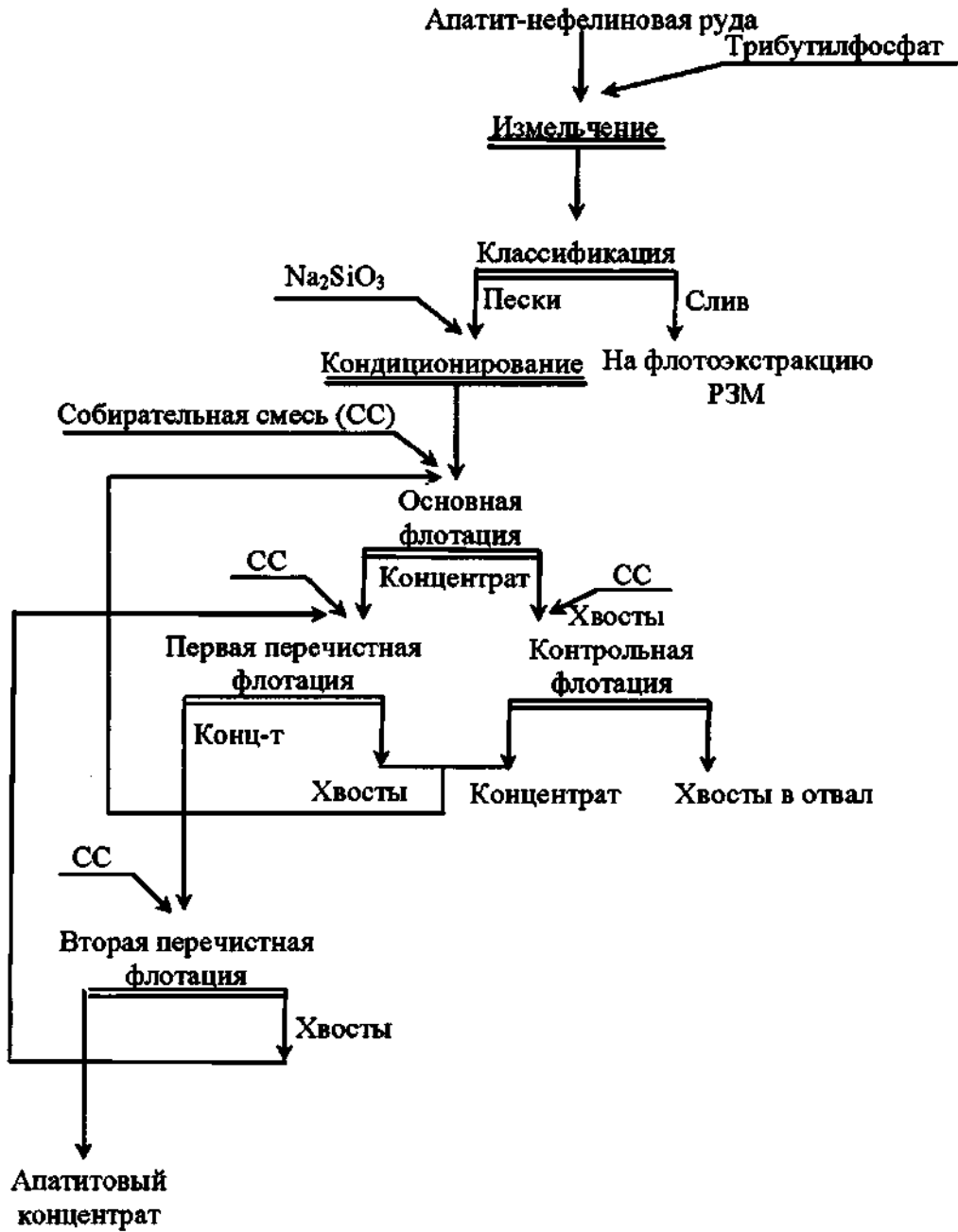
(57) Реферат:

Предложенное изобретение относится к горнодобывающей промышленности и может быть использовано для извлечения ценных компонентов из апатитовых руд, в частности для извлечения оксида фосфора и редкоземельных металлов, и может быть использовано при обогащении и переработке фосфорсодержащих руд и техногенного сырья различного происхождения. Способ обогащения апатитовой руды включает обработку пульпы жидким стеклом, кондиционирование и последующую флотацию. Руда поступает на измельчение с добавкой трибутилфосфата, затем поступает на классификацию с получением слива и песков. Слив идет на флотоэкстракцию редкоземельных металлов, пески на кондиционирование с жидким стеклом. Полученную пульпу отправляют на основную флотацию, в качестве собирателя используют собирательную смесь с получением

концентрата и хвостов основной флотации. Концентрат основной флотации поступает на первую перечистную флотацию, а хвосты на контрольную флотацию. Хвосты первой перечистной флотации объединяют с концентратом контрольной флотации. Хвосты контрольной флотации отправляют в отвал. Концентрат первой перечистной поступает во вторую перечистную флотацию с получением готового апатитового концентрата и хвостов, которые отправляют в голову перечистной флотации. Технический результат - повышение эффективности извлечения оксида фосфора и редкоземельных металлов при обогащении апатит-нефелиновых руд, сокращение потерь ценных компонентов, а также повышение экологической безопасности переработки минерального сырья. 3 ил., 2 табл.

RU  
2 737 769  
C1

RU  
2 737 769  
C1



Фиг. 1

RU 2737769 C1

RU 2737769 C1



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC  
*B03B 7/00 (2020.08)*

(21)(22) Application: **2020113990, 16.04.2020**

(24) Effective date for property rights:  
**16.04.2020**

Registration date:  
**02.12.2020**

Priority:

(22) Date of filing: **16.04.2020**

(45) Date of publication: **02.12.2020** Bull. № 34

Mail address:

**199106, Sankt-Peterburg, V.O., 21 liniya, 2,  
federalnoe gosudarstvennoe byudzhethnoe  
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego  
obrazovaniya "Sankt-Peterburgskij gornyj  
universitet", Patentno-litsenzionnyj otdel**

(72) Inventor(s):

**Aleksandrova Tatyana Nikolaevna (RU),  
Khassan Abdalla Mokhamed Elbendari (RU),  
Nikolaeva Nadezhda Valerevna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe byudzhethnoe  
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego  
obrazovaniya "Sankt-Peterburgskij gornyj  
universitet" (RU)**

(54) **APATITE ORE DRESSING METHOD**

(57) Abstract:

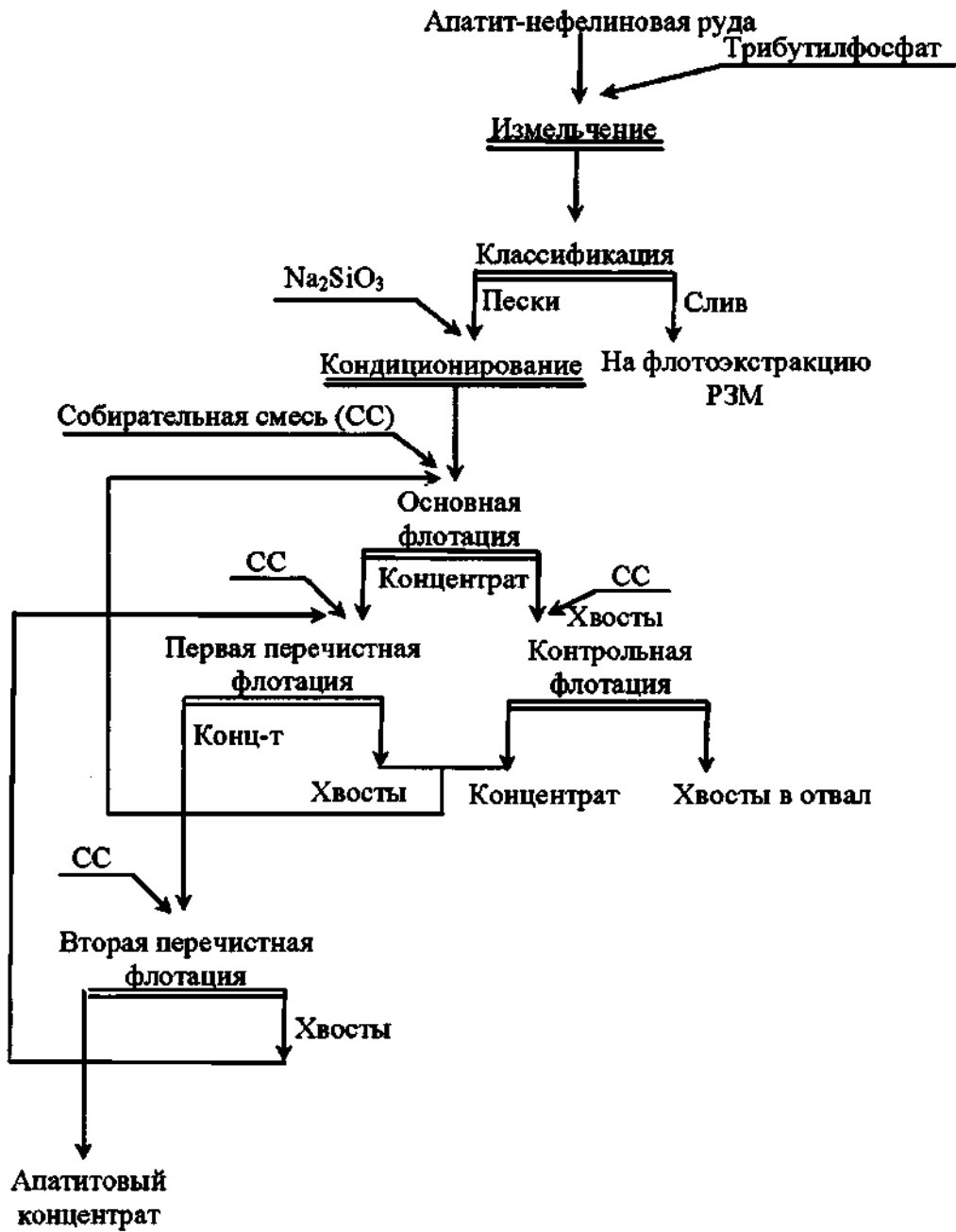
FIELD: mining.

SUBSTANCE: present invention relates to the mining industry and can be used for extraction of valuable components from apatite ores, in particular for extraction of phosphorus oxide and rare-earth metals, and can be used in enrichment and processing of phosphorus-containing ores and technogenic raw materials of various origin. Apatite ore beneficiation method involves pulp treatment with liquid glass, conditioning and subsequent flotation. Ore is fed for grinding with tributyl phosphate, then comes for classification to produce drainage and sands. Drain goes to flotation of rare-earth metals, sands for conditioning with liquid glass. Produced pulp is fed for main flotation, collector is used as collector to produce concentrate and tails of main flotation. Concentrate of

the main flotation is supplied to the first de-flotation flotation, and tails to the reference flotation. Tails of first cleaning floatation are combined with concentrate of control flotation. Tails of control floatation are sent to dump. First cleaning concentrate is fed into the second cleaning flotation to obtain ready apatite concentrate and tailings, which are sent to the head of the clean-up flotation.

EFFECT: technical result is higher efficiency of extraction of phosphorus oxide and rare-earth metals in enrichment of apatite-nepheline ores, reduction of losses of valuable components, as well as higher environmental safety of processing of mineral raw materials.

1 cl, 3 dwg, 2 tbl



Фиг. 1

RU 2737769 C1

RU 2737769 C1

Изобретение относится к горнодобывающей промышленности и может быть использовано для извлечения ценных компонентов из апатитовых руд, в частности для извлечения оксида фосфора и редкоземельных металлов, и может быть использовано при обогащении и переработке фосфорсодержащих руд и техногенного сырья различного происхождения.

Известен способ флотации апатитовых руд (патент RU №2164824 опубл. 10.04.2001 г.), который включает последовательную обработку пульпы содой, жидким стеклом, сульфит-спиртовой бардой, кондиционирование и последующую флотацию собирателем, содержащим ацилированные аминокислоты. Перед кондиционированием пульпу обрабатывают этилидендиаминацетатом (из расчета 20-25 г/т).

Недостатком способа является низкая эффективность флотации сульфит-спиртовой бардой, что приводит к снижению селективности процесса обогащения.

Известен способ флотации апатитовых руд (патент RU №2168369 опубл. 10.06.2001 г.), включающий последовательную обработку пульпы содой, жидким стеклом, сульфит-спиртовой бардой, собирателем, содержащим смесь ацилированных аминокислот. Пульпу перед кондиционированием с собирателем дополнительно обрабатывают иминобис (метилендифосфоновою кислотой) - ИБИДФК.

Недостатком способа является низкая эффективность флотации с использованием сульфит-спиртовой бардой, что приводит к снижению селективности флотационного процесса, а также ухудшение водного баланса фабрики.

Известен способ флотации фосфорсодержащих руд (авторское свидетельство СССР №1559506 опубл. 20.07.1995 г.), включающий кондиционирование пульпы с карбонатом, силикатом натрия и лигносульфонатом. Затем вводят собиратель и выделяют в пенный продукт фосфорсодержащие минералы. В операцию кондиционирования также вводят хлориды кальция и/или магния.

Недостатком способа является низкое депрессирующее действие лигносульфоната, что приводит к усложнению технологической схемы для достижения требуемого качества концентрата.

Известен способ комплексного обогащения апатитонепелиновых руд (патент RU №2152258 опубл. 10.07.2000 г.), включающий доизмельчение хвостов контрольной апатитовой флотации, дофлотацию апатита после этой операции, возврат пенного продукта в апатитовый цикл и последующее выделение из камерного продукта после его обесшламливания титаномагнетитового, нефелинового, сфенового и эгиринового концентратов.

Недостатками данного способа неполное извлечение ценных компонентов, высокие энергетические затраты из-за введения дополнительных операций доизмельчения.

Известен способ флотации апатитовых руд в условиях водооборота (патент RU №2207915 опубл. 10.07.2003 г.), принятый за прототип, который включает последовательную обработку пульпы едким натром, жидким стеклом, органическим регулятором, кондиционирование и последующую флотацию оксигидрильным собирателем, отличающийся тем, что в качестве органического регулятора используют полиэтиленгликолевые эфиры моноалкилфенолов.

Недостатками способа являются незначительная избирательная способность собирателя в условиях снижения качества минерального сырья, низкая селективность флотационного обогащения и негативное экологическое воздействие в связи с повышенным расходом реагентов.

Техническим результатом является повышение эффективности извлечения оксида фосфора и редкоземельных металлов при обогащении апатит-нефелиновых руд,

сокращения потерь ценных компонентов, а также повышение экологической безопасности переработки минерального сырья.

Технический результат достигается тем, что руда поступает на измельчение с добавкой трибутилфосфата, затем поступает на классификацию с получением слива и песков, слив идет на флотоэкстракцию редкоземельных металлов, пески на кондиционирование с жидким стеклом, полученную пульпу отправляют на основную флотацию, в качестве собирателя используют собирательную смесь, с получением концентрата и хвостов основной флотации, концентрат основной флотации поступает на первую перечистную флотацию, а хвосты на контрольную флотацию, хвосты первой перечистой флотации объединяют с концентратом контрольной флотации, хвосты контрольной флотации отправляют в отвал, концентрат первой перечистой поступает во вторую перечистную флотацию, с получением готового апатитового концентрата и хвостов, которые отправляют в голову перечистой перечистой флотации.

Способ обогащения апатитовой руды поясняется следующими фигурами:

- 15 фиг. 1 - технологическая схема способа;
- фиг. 2 - микрофотография кристаллов апатита в отраженном свете;
- фиг. 3 - микрофотография кристаллов апатита в обратно рассеянных электронах,

где:

- 1 - апатит;
- 20 2 - мусковит;
- 3 - сфен;
- 4 - эгирин-авгит;
- 5 - каолинит;
- 6 - карбонат редкоземельных элементов;
- 25 7 - цеолиты.

Реализация способа осуществляется следующим образом (фиг. 1). Исходная апатитовая руда (фиг. 2), содержащая апатит 1 (фиг 3), мусковит 2, сфен 3, эгирин-авгит 4, каолинит 5, карбонат редкоземельных элементов 6 и цеолиты 7, поступает на измельчение с трибутилфосфатом. Добавка трибутилфосфата при измельчении апатит-нефелиновой руды позволяет повысить эффективность измельчения (табл. 1) и перевести редкоземельные металлы (РЗМ) в комплексные соединения с трибутилфосфатом.

35

40

45

Таблица 1 – Результаты измельчения апатитовой руды без и с добавкой трибутилфосфата.

№	Время измельчения	Выход класса +0,25 мм	Выход класса +0,16 мм	Выход класса -0,16 мм
<b>без трибутилфосфата</b>				
1	12	4,73	17,70	77,57
<b>с добавкой трибутилфосфата 500 г/т</b>				
2	12	2,64	14,83	82,53
<b>с добавкой трибутилфосфата 1000 г/т</b>				
3	12	2,11	13,85	84,04

Измельченный продукт идет на классификацию. После классификации получают слив, который содержит комплексные соединения редкоземельных металлов, и пески, которые направляются на флотацию для выделения апатита. Полученный слив отправляют на флотоэкстракцию, где в качестве комплексообразователя и собирателя используют предварительно диспергированный трибутилфосфат и получение РЗМ происходит в виде концентрата флотоэкстракции. Пески классификации направляются на кондиционирование с жидким стеклом, после чего обработанная пульпа поступает на флотацию. Цикл флотации включает основную флотацию, две перечистных и одну контрольную операции флотации. В качестве собирателя в операциях флотации используется собирательная смесь. После основной флотации получают концентрат и хвосты основной флотации. Концентрат основной флотации поступает в первую перечистную флотацию, хвосты - на контрольную флотацию. В результате первой перечистной флотации получают концентрат и хвосты первой перичистой флотации, после контрольной флотации: концентрат и хвосты контрольной флотации. Хвосты первой перечистной флотации и концентрат контрольной флотации объединяются и возвращаются в голову основной флотации. Хвосты контрольной флотации являются отвальным продуктом. Концентрат первой перечистной флотации поступает во вторую перечистную флотацию. Хвосты второй перечистной флотации возвращаются в голову первой перечистной флотации. Концентрат второй перечистной флотации является готовым апатитовым концентратом. В качестве собирателя используется собирательная смесь. В результате обогащения апатит-нефелиновой руды получают товарный апатитовый концентрат и продукт, содержащий РЗМ.

Способ поясняется следующим примером. Обогащению подвергается апатит-нефелиновая руда, содержащая РЗМ. Содержание РЗМ - 1% (масс.) в расчете на оксиды. Измельчение апатит-нефелиновой руды до технологически готового класса крупности (80% класса -160 + 0 мм) осуществляется путем механохимикоактивации в растворе трибутилфосфата 1000 г/т. Механохимикоактивация позволяет снизить циркулирующую нагрузку в цикле измельчения, при этом во время измельчения происходит экстракция трибутилфосфатом для коллективного выделения всех РЗМ из апатит-нефелиновой



руды. В раствор переходит до 4% (масс.). Измельченный материал поступает на классификацию в о беспшлывающие воронки, в которой осуществляется разделение на пески и слив, содержащий экстракт РЗМ, который после выделения направляется на флотоэкстракцию редкоземельных металлов. Пески поступают на кондиционирование с жидким стеклом - 400 г/т. И затем проводят флотацию с добавлением оборотной воды, содержащей катионы  $\text{Ca}^{2+}$ , которые оказывают активирующее действие на флотацию апатита. Цикл флотации состоит из основной флотации, двух перечистных и одной контрольной операций. В качестве собирателя используется собирательная смесь (Дистиллированное талловое масло (ДТМ) + Сырое талловое масло (СТМ (хв.)) + Сырое талловое масло (СТМ (лист.)) + Алкилбензолсульфокислота (АБСК) + ОКИД). Наилучший результат в собирательной смеси показал оксиэтилированный изотридеканол. Общий расход собирательной смеси - 130 г/т (85 г/т - в основную операцию, 15 г/т - в контрольную флотацию и 25 г/т и 5 г/т в первую и вторую перечистную операции соответственно). В результате основной флотации получают грубый концентрат и хвосты. Грубый концентрат поступает в питание первой перечистой флотации, а хвосты подаются в питание контрольной флотации. Хвосты первой перечистой флотации объединяются с концентратом контрольной флотации и возвращаются в голову основной флотации. Концентрат первой перечистой флотации поступает на перечистку во вторую перечистную флотацию, где происходит разделение на хвосты, которые возвращаются в голову первой перечистки и концентрат. Концентраты второй перечистой флотации является готовым апатитовым концентратом. А отвальным продуктом являются хвосты контрольной флотации. Таким образом, в результате обогащения апатит-нефелиновой руды два товарных продукта: апатитовый концентрат и продукт, содержащий РЗМ. В таблицах 2 представлены результаты флотационного обогащения.

Таблица 2 – Результаты опытов по флотационному извлечению

Наименование продукта	Выход, %	Содержание, %				Извлечение, %			
		$\text{P}_2\text{O}_5$	Fe	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{SiO}_2$	$\text{P}_2\text{O}_5$	Fe	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{SiO}_2$
Апатитовый концентрат	26,74	39,01	1,77	4,16	10,13	96,66	11,01	5,62	7,22
Хвосты	73,26	0,49	5,22	25,49	47,54	3,34	88,99	94,38	92,78
Руда	100,00	10,80	4,30	19,79	37,54	100,00	100,00	100,00	100,00

Разработанный способ позволяет повысить эффективность извлечения оксида фосфора в концентрат с попутным получением концентрата, содержащего редкоземельные металлы, при обогащении апатит-нефелиновой руды, является экологически безопасным и экономически выгодным.

(57) Формула изобретения

Способ обогащения апатитовой руды, включающий обработку пульпы жидким стеклом, кондиционирование и последующую флотацию, отличающийся тем, что руда поступает на измельчение с добавкой трибутилфосфата, затем поступает на классификацию с получением слива и песков, слив идет на флотоэкстракцию редкоземельных металлов, пески на кондиционирование с жидким стеклом, полученную пульпу отправляют на основную флотацию, в качестве собирателя используют собирательную смесь с получением концентрата и хвостов основной флотации, концентрат основной флотации поступает на первую перечистную флотацию, а хвосты на контрольную флотацию, хвосты первой перечистой флотации объединяют с концентратом контрольной флотации, хвосты контрольной флотации отправляют в отвал, концентрат первой перечистой флотации поступает во вторую перечистную флотацию с получением готового апатитового концентрата и хвостов, которые отправляют в голову перечистой флотации.

15

20

25

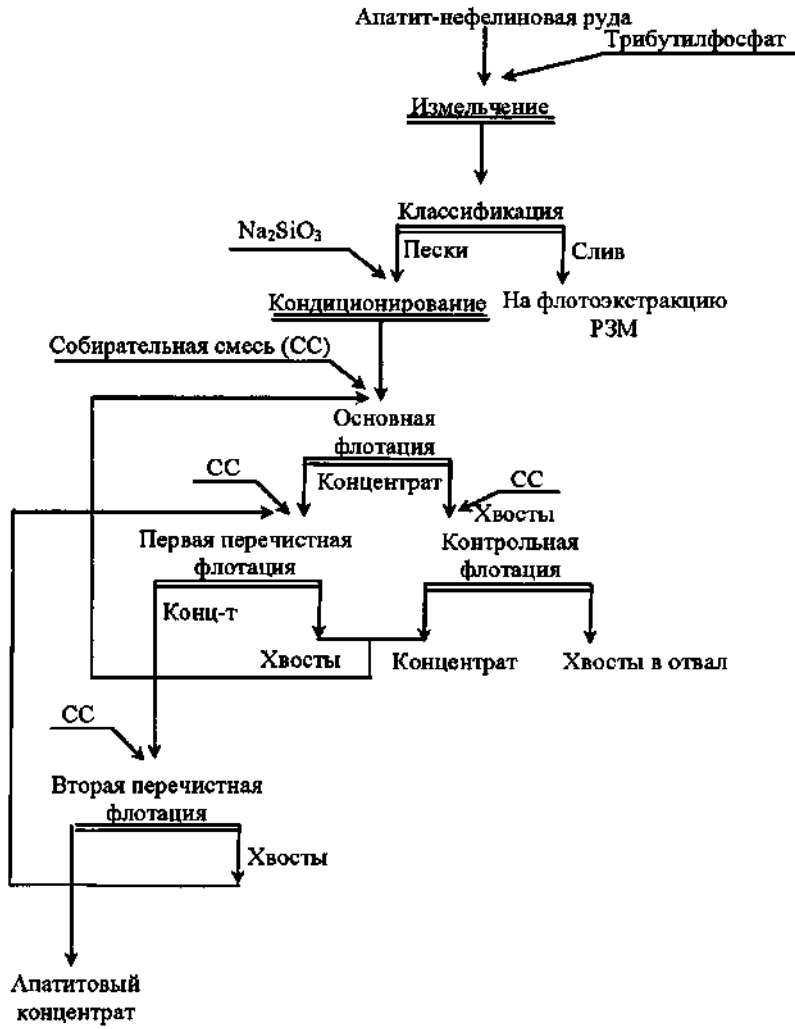
30

35

40

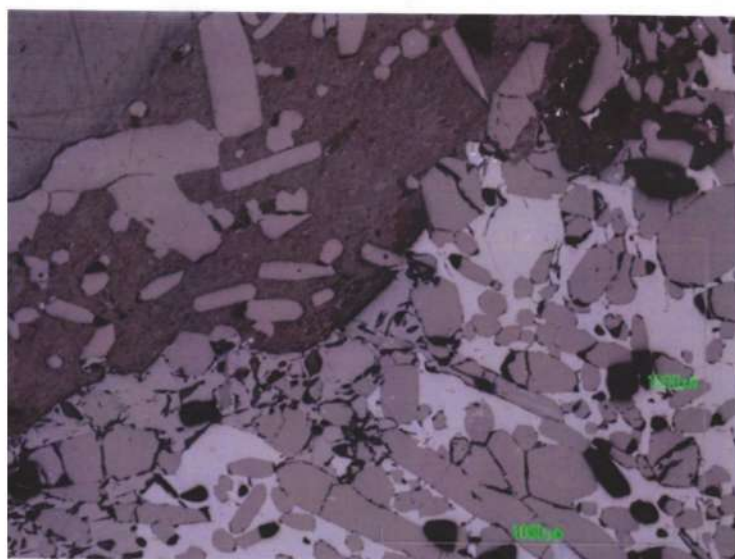
45

1

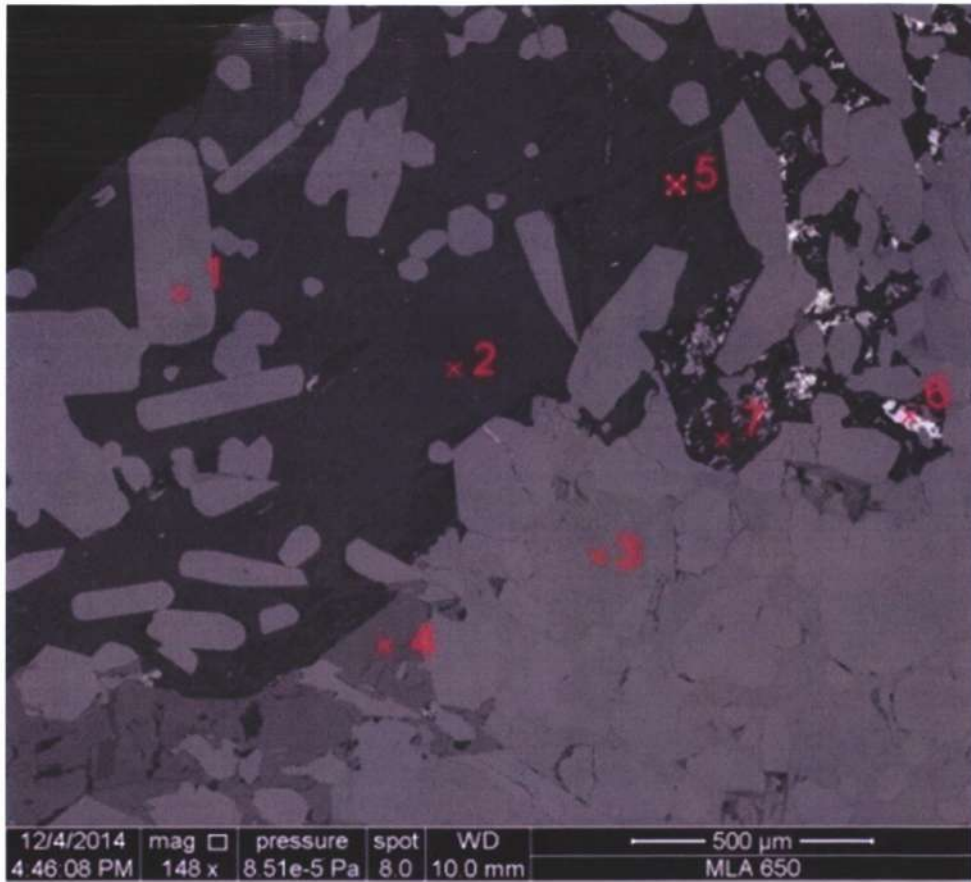


Фиг. 1

2



Фиг. 2



Фиг. 3