



(12) **BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)**
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11) 
1-0021294

(51)⁷ **B03D 1/008, 1/01, 101/02, 103/04**

(13) **B**

-
- | | | | | | |
|------|---|------------|------------|---------------|------------|
| (21) | 1-2012-02318 | (22) | 06.01.2011 | | |
| (86) | PCT/EP2011/050133 | 06.01.2011 | (87) | WO2011/083136 | 14.07.2011 |
| (30) | 10290006.5 | 08.01.2010 | EP | | |
| (45) | 25.07.2019 | 376 | (43) | 25.12.2012 | 297 |
| (73) | 1. Universite de Lorraine (FR)
34 Cours Leopold, CS 25233, 54052 Nancy Cedex, France | | | | |
| | 2. CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIC (C.N.R.S) (FR)
3, rue Michel Ange, Cedex 16, F-75794 Paris, France | | | | |
| | 3. IMERYS CERAMICS FRANCE (FR)
154 rue de l'universite, F-75007 Paris, France | | | | |
| (72) | FILIPPOV, Lev O. (FR) | | | | |
| (74) | Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES) | | | | |
-

(54) **QUY TRÌNH TUYỂN NỔI ĐỂ THU HỒI FELSPAT TỪ NGUYÊN LIỆU CHỨA FELSPAT**

(57) Quy trình tuyển nổi để thu hồi feldspar từ nguyên liệu chứa feldspar, bao gồm các bước sau: (1) tạo ra huyền phù nước của nguyên liệu chứa feldspar, khi không có mặt axit flohydric, trong đó huyền phù này chứa chất phản ứng tuyển nổi với lượng nằm trong khoảng từ 0,004% đến 0,3% khối lượng bao gồm: (a) một hoặc nhiều amin, chứa ít nhất một mạch hydrocarbon béo, mạch mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, có từ 8 đến 50 nguyên tử cacbon, hoặc muối của chúng; và (b) một hoặc nhiều rượu bậc một, bậc hai hoặc bậc ba, chứa ít nhất một mạch hydrocarbon béo, mạch mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, có từ 8 đến 50 nguyên tử cacbon; tỷ lệ khối lượng giữa (a) và (b) nằm trong khoảng từ 500:1 đến 1:40; (2); khuấy huyền phù thu được để tạo ra phân đoạn chứa feldspar, và (3) tách phân đoạn chứa feldspar ra.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình tuyển nổi cải tiến để tách feldspar ra khỏi thạch anh trong quặng feldspar để thu hồi feldspar, trong đó hỗn hợp đặc thù các chất phản ứng tuyển nổi được sử dụng dưới điều kiện axit, khi không có mặt axit flohydric.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các quy trình tuyển nổi được sử dụng rộng rãi để làm giàu và tách các thành phần quặng có mặt trong trầm tích có trong tự nhiên, như quặng feldspar. Quy trình tuyển nổi thông thường bao gồm các bước đập và nghiền nguyên liệu quặng tới mức phù hợp để tách, xử lý nguyên liệu đã được nghiền dưới điều kiện axit cao bằng chất trợ xúc tác, như axit flohydric hoặc natri florua, để tạo ra huyền phù nước có độ pH bằng 2-3, và tuyển nổi nguyên liệu này để thu được hỗn hợp giàu feldspar và chất thải, thường gọi là "đuôi quặng".

Huyền phù nước này thường được xử lý bằng "chất kết tụ", thường là chất hoạt động bề mặt loại amin cation. Chất tạo bọt có thể được bổ sung vào. Bước tuyển nổi được thực hiện bằng cách sục không khí hoặc nitơ vào huyền phù. Khi đó các feldspar được thu hồi vào trong váng bọt hoặc bọt được tạo ra, trong khi đó các thành phần khác, như thạch anh, sẽ ở lại trong đuôi quặng.

Theo truyền thống, axit flohydric (HF) được sử dụng trong nhà máy để xử lý feldspar với vai trò là chất điều chỉnh pH và chất hoạt hoá. Kết quả là, HF làm cho quy trình có độ chọn lọc rất tốt. Tuy nhiên, độc tính của HF và ảnh hưởng về mặt sinh thái của nó từ sự nhiễm tạp ion florua đối với cả nguồn nước mặt và nguồn nước ngầm là các yếu tố làm hạn chế việc sử dụng HF trong các quy trình có quy mô công nghiệp. Thực tế là, HF cần các thao tác xử lý cẩn thận và các bước xử lý bổ sung để xử lý nước thải ra từ quá trình tuyển nổi, do đó làm tăng đáng kể chi phí xử lý. Ngoài ra, HF còn có nhược điểm là nó tạo ra môi trường ăn mòn hoá học trong các thùng tuyển nổi và thiết bị xử lý. Do đó, cần phát triển các quy trình mới không sử dụng HF.

Nhiều quy trình khác nhau để tách feldspar ra khỏi thạch anh được phát triển trong lĩnh vực kỹ thuật này, đã tìm cách chỉ sử dụng rất ít hoặc không sử dụng HF; cụ thể, hệ chất phản ứng không florua khác nhau, bao gồm hỗn hợp các chất kết tụ cation và anion, đã được bộc lộ trong lĩnh vực kỹ thuật này. Patent Mỹ số US 3,844,939 đề cập đến quy trình tuyển nổi bọt, trong đó axit flohydric được thay thế bằng axit sulfuric làm chất hoạt hoá, và hệ chất kết tụ bao gồm hỗn hợp của muối amin béo bậc cao (như axetat điamin mỡ động vật) và sulfonat béo bậc cao hoặc sulfonat thơm; độ pH của bùn khoáng tuyển nổi được điều chỉnh đến 2-3,5. Ngoài việc giá thành chất phản ứng cao, quy trình này còn có nhược điểm là mức thu hồi feldspar từ quặng giàu feldspar không đạt yêu cầu. Ngoài ra, nếu độ pH không được kiểm soát một cách cẩn thận, axit sulfuric sẽ phản ứng với amin béo bậc cao để tạo ra chất kết tủa, do đó chất lượng của feldspar không đạt yêu cầu và cần phải có các bước tuyển nổi bổ sung.

Phương án khác được đề cập trong patent Mỹ số US 4,038,179, trong đó axit clohydric được sử dụng để thay thế axit sulfuric, và hệ chất kết tụ bao gồm hỗn hợp của sulfonat dầu mỏ và muối alkyl-alkylendiamin N bậc cao.

A. Vidyadhar và các đồng tác giả, *Journal of Colloid and Interface Science* 248, 19-29 (2002), đề cập đến việc sử dụng hỗn hợp hệ chất kết tụ gồm điamin alkyl cation và oleat, ở độ pH bằng 2. Hệ này có mức thu hồi feldspar rất thấp (ít hơn 60% mức thu hồi albit, như được thể hiện trên Fig. 17, trang 28) và độ chọn lọc feldspar thấp. So với các quy trình tuyển nổi HF thông thường, các hệ nêu trên vẫn chưa đạt yêu cầu; do đó cần có quy trình tuyển nổi mới không sử dụng các chất hoá học nguy hiểm như HF, và đồng thời có thể cải thiện mức thu hồi feldspar, có độ chọn lọc cao đối với feldspar.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Các tác giả sáng chế đã bất ngờ phát hiện ra rằng, feldspar có thể được thu hồi với hiệu suất cao và độ chọn lọc cao bằng cách sử dụng hệ chất kết tụ chứa hỗn hợp chất hoạt động bề mặt cation/không ion, bao gồm một hoặc nhiều amin béo bậc cao và một hoặc nhiều rượu bậc cao. Theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất quy trình tuyển nổi không sử dụng HF để thu hồi feldspar từ nguyên liệu chứa feldspar, bao gồm các

bước sau:

(1) tạo ra huyền phù nước của nguyên liệu chứa feldspar, khi không có mặt axit flohydric, trong đó huyền phù này chứa chất phản ứng tuyển nổi với lượng nằm trong khoảng từ 0,004% đến 0,3% khối lượng, gồm:

(a) một hoặc nhiều amin, chứa ít nhất một mạch hydrocacbon béo, mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, có từ 8 đến 50 nguyên tử cacbon, hoặc muối của chúng; và

(b) một hoặc nhiều rượu bậc một, bậc hai hoặc bậc ba, chứa ít nhất một mạch hydrocacbon béo, mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, có từ 8 đến 50 nguyên tử cacbon;

tỷ lệ khối lượng giữa (a) và (b) nằm trong khoảng từ 500:1 đến 1:40;

(2) khuấy huyền phù thu được ở trên để tạo ra phân đoạn chứa feldspar, và

(3) tách phân đoạn chứa feldspar.

Theo phương án được ưu tiên, trong bước (1) độ pH của huyền phù nước nằm trong khoảng từ 1,3 đến 3,0, và tốt hơn nếu lượng tiêu thụ axit nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,5 kg/tấn nguyên liệu. Ngoài ra, tốt hơn nếu trong bước (1) nguyên liệu chứa feldspar có hàm lượng chất rắn nằm trong khoảng từ 20% đến 75% khối lượng.

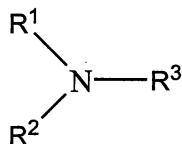
Mô tả chi tiết sáng chế

Việc sử dụng chất phản ứng tuyển nổi gồm các thành phần (a) và (b) trong quy trình của sáng chế này có ưu điểm về mặt an toàn môi trường và vận hành, tránh được việc sử dụng HF, đồng thời tạo ra mức thu hồi feldspar tốt và độ chọn lọc cao đối với feldspar.

Thành phần amin (a) là amin béo bậc cao hoặc muối của nó, thường được sử dụng trong lĩnh vực kỹ thuật này làm chất kết tụ trong các quy trình tuyển nổi thông thường; cụ thể hơn, amin (a) là amin, tốt hơn là amin bậc một, bậc hai hoặc bậc ba,

chứa ít nhất một mạch hydrocacbon béo, mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, có từ 8 đến 50 nguyên tử cacbon, tốt hơn là từ 10 đến 30, và tốt hơn nữa là từ 15 đến 25 nguyên tử cacbon, hoặc muối của nó với axit hữu cơ hoặc vô cơ.

Theo phương án được ưu tiên, amin (a) có công thức (I):



(I)

trong đó R^1 là nhóm alkyl, mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, có từ 8 đến 50 nguyên tử cacbon, tốt hơn là có từ 10 đến 30, và tốt hơn nữa là có từ 12 đến 25 nguyên tử cacbon, và

R^2 và R^3 được chọn một cách độc lập từ H và nhóm alkyl, mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon, tốt nhất là có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon.

Tốt hơn nếu hàm lượng amin (a) trong huyền phù nước nằm trong khoảng từ 0,003% đến 0,15% khối lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,01% đến 0,05% khối lượng; tốt hơn nếu lượng tiêu thụ amin (a) nằm trong khoảng từ 0,05 đến 2 kg/tấn nguyên liệu, và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,7 kg/tấn.

Ví dụ về amin phù hợp hoặc các muối của nó gồm alkyl hoặc alkenylamin bậc cao như dodecylamin, pentadecylamin, hexadecylamin, octadecylamin và octadecenylamin; amin bậc một như hỗn hợp amin, ví dụ, amin dầu dừa, amin mỡ động vật và amin dầu đậu tương; amin bậc hai như N-dodecylpropylendi-amin, N-pentadecyletylendi-amin, N-dexylhexametylendi-amin và propylendi-amin mỡ động vật; và amin bậc ba như phần ngưng của axit stearic với N-oleyl-N', N'-dietyletylendi-amin hoặc trietanolamin và N-axylat của alkylentriamin, với các axit vô cơ như axit clohydric và axit phosphoric hoặc với các axit hữu cơ như axit axetic, axit propionic, axit tartaric và axit succinic.

Thành phần rượu (b) có thể là rượu bậc một, bậc hai hoặc bậc ba, và tốt hơn nếu là rượu bậc một. Theo phương án được ưu tiên, thành phần rượu (b) chứa ít nhất một mạch hydrocacbon béo, mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, có từ 8 đến 50 nguyên tử cacbon, tốt hơn là có từ 10 đến 25 nguyên tử cacbon, và tốt hơn nữa là có từ 12 đến 18 nguyên tử cacbon. Theo phương án được ưu tiên khác, thành phần rượu (b) chứa một hoặc nhiều rượu iso, tốt hơn nếu mạch hydrocacbon phân nhánh có từ 10 đến 25 nguyên tử cacbon; thành phần rượu (b) có thể cũng chứa hỗn hợp của các rượu iso có cấu trúc và/hoặc chiều dài mạch hydrocacbon khác nhau. Theo phương án được ưu tiên khác, thành phần rượu (b) bao gồm một hoặc nhiều 2-alkyl-1-alkanol có từ 12 đến 32 nguyên tử cacbon, cũng được biết trong lĩnh vực kỹ thuật này như các rượu Guerbet.

Tốt hơn nếu hàm lượng rượu (b) trong huyền phù nước nằm trong khoảng từ 0,0005% đến 0,15% khối lượng, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,001% đến 0,07% khối lượng; tốt hơn nếu hàm lượng rượu (b) nằm trong khoảng từ 0,01 đến 2 kg/tấn nguyên liệu, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,02 đến 1 kg/tấn nguyên liệu.

Tốt hơn nếu tỷ lệ khối lượng giữa amin (a) và rượu (b) nằm trong khoảng từ 500:1 đến 40, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 200:1 đến 1:20, và còn tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 35:1 đến 1:5. Ví dụ, tỷ lệ khối lượng giữa amin (a) và rượu (b) có thể nằm trong khoảng từ 5:1 đến 1:1, hoặc có thể nằm trong khoảng từ 3:1 đến 1:1, hoặc có thể nằm trong khoảng từ 2:1 đến 1:1.

Trong bước huyền phù hoá (1), chất phản ứng tuyển nổi chứa các thành phần (a) và (b) có hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,004% đến 0,3% khối lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,05% đến 0,2% khối lượng.

Tốt hơn nếu nguyên liệu chứa feldspar có cỡ hạt trung bình nằm trong khoảng từ 1µm đến 800µm, và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 50µm đến 400µm. Nguyên liệu chứa feldspar có thể thu được từ quặng feldspar bằng cách nghiền một cách thích hợp để thu được cỡ hạt trung bình tốt hơn nếu nhỏ hơn 1mm; phần đã nghiền có thể được rửa bằng nước để khử bùn. Do đó, quy trình tuyển nổi theo sáng chế này có

thể còn bao gồm, trước bước (1), bước nghiền nguyên liệu ban đầu để tạo ra nguyên liệu đầu vào có cỡ hạt trung bình nhỏ hơn 1mm, và tùy ý bước khử bùn nguyên liệu đã nghiền nhỏ. Thuật ngữ “felspat” có nghĩa là các khoáng như plagiocla, octocla, petalit, hyalophan, và các khoáng tương tự khác có trong granit, diorit, granodiorit, pecmatit, leptinit, anbitit, cát felspat và các khoáng tương tự khác. Các khoáng được ưu tiên bao gồm plagiocla và octocla.

Trong bước (1) của quy trình theo sáng chế này, tốt hơn nếu nồng độ chất rắn của nguyên liệu chứa felspat trong huyền phù nước nằm trong khoảng từ 20% đến 75% khối lượng, và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 60% đến 70% khối lượng. Độ pH của huyền phù nước có thể được kiểm soát bằng cách bổ sung axit được chọn từ nhóm gồm axit sulfuric và axit clohydric và hỗn hợp của chúng, và tốt hơn nếu là axit sulfuric. Tốt hơn nếu huyền phù nước có độ pH nằm trong khoảng từ 1,3 đến 3,0, và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 1,6 đến 1,9. Tốt hơn nếu lượng axit tiêu thụ nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,5 kg/tấn nguyên liệu, và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,3 đến 1,0 kg/tấn.

Trong bước (1) của quy trình theo sáng chế này, các thành phần (a) và (b) có thể được bổ sung vào huyền phù nước một cách đồng thời, độc lập hoặc kết hợp, hoặc kiểu bất kỳ.

Trong bước (2) của quy trình theo sáng chế này, quá trình tuyển nổi được thực hiện theo các phương pháp thông thường đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Tốt hơn nếu huyền phù nước thu được từ bước (1) được cho vào khoang tuyển nổi; tốt hơn nếu huyền phù này được pha loãng tiếp đến nồng độ của nguyên liệu chứa felspat nằm trong khoảng từ 5% đến 50% khối lượng, và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 25% đến 30% khối lượng. Tốt hơn nếu độ pH của huyền phù được giữ trong khoảng từ 1,6 đến 5,5, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 2,5 đến 4,0, và thậm chí tốt hơn nữa nếu bằng 3,00.

Tốt hơn nếu quá trình tuyển nổi được thực hiện bằng cách sục không khí hoặc nitơ qua huyền phù; trong quá trình tuyển nổi, phân đoạn chứa felspat sẽ được chuyển

vào vùng váng bột của khoang tuyển nổi, trong khi đó phần đuôi quặng chứa thạch anh sẽ được chuyển vào vùng đáy khoang tuyển nổi.

Chất tạo bọt tùy ý có thể được cho vào huyền phù nước; các chất tạo bọt phù hợp là các chất đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này cho tuyển nổi váng bột, như tinh dầu thực vật và axit cresolic. Cánh khuấy có thể được sử dụng để tạo bọt hiệu quả hơn và váng bột thu được được tách ra khỏi đuôi quặng. Do đó, phần chứa feldspar và phần chứa thạch anh thu được lần lượt là váng bột và đuôi quặng.

Trong bước (3) của quy trình theo sáng chế này, phần chứa feldspar được tách ra bằng các phương pháp thông thường được biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Phần chứa feldspar, thường là phần váng bột, có thể được sấy khô và được xử lý theo các cách xử lý thông thường.

Quy trình theo sáng chế này có ưu điểm về an toàn môi trường và vận hành, do không sử dụng HF, đồng thời tạo ra mức thu hồi feldspar đáp ứng yêu cầu, với độ chọn lọc rất cao đối với feldspar.

Quy trình theo sáng chế này sẽ được minh họa bằng các ví dụ sau, các ví dụ này không được dự tính để giới hạn phạm vi sáng chế này. Trừ khi có các quy định khác, tất cả các phần và phần trăm được tính theo khối lượng.

Các đặc tính được nêu chi tiết trong phần mô tả và trong các ví dụ đã được xác định theo các phương pháp được nêu trong phần sau.

Trước các thử nghiệm tuyển nổi, thành phần hoá học của mỗi loại khoáng được xác định bằng cách sử dụng đầu dò vi mô điện tử (ít nhất 30 phân tích điểm cho mỗi khoáng). Sau đó các số liệu này được sử dụng cùng với kết quả phân tích hoá học được thực hiện sau mỗi thử nghiệm tuyển nổi để chuyển đổi từ kết quả phân tích sang thành phần khoáng. Để thực hiện sự chuyển đổi này, giả sử rằng toàn bộ % Na_2O là của feldspar khoáng albit, toàn bộ % K_2O là của khoáng microclin, và chỉ albit, microclin và thạch anh là có mặt trong nguyên liệu tuyển nổi.

Thành phần khoáng của mỗi sản phẩm (hỗn hợp giàu feldspat và đuôi quặng) được tính toán như sau:

$$\% \text{ Albit} = \frac{\% Na_2O}{9,3414} \times 100,0$$

$$\% \text{ Microclin} = \frac{\% K_2O}{15,015} \times 100,0$$

$$\% \text{ Thạch anh} = 100 - (\% \text{ Albit} + \% \text{ Microclin})$$

Cuối cùng, mức thu hồi khoáng của mỗi sản phẩm (hỗn hợp giàu nồng độ feldspat, đuôi quặng hoặc nguyên liệu tuyển nổi) được tính toán như sau:

$$\text{Mức thu hồi albit} = \frac{\% \text{ khối lượng} \times \% \text{ albit}}{\% \text{ albit trong nguyên liệu}} \times 100,0$$

LOI (tổn thất do bốc cháy, viết tắt của *loss on ignition*) được xác định bằng cách đo khối lượng mẫu trước và sau khi đốt ở 1050°C trong 1 giờ. Tỷ lệ % tổn thất tương ứng với LOI.

Lượng tiêu thụ chất phản ứng, được biểu thị bằng gam trên tấn, được tính như sau:

$$\frac{\text{Hàm lượng chất phản ứng tinh khiết được bổ sung trong thử nghiệm (g)} \times 1000}{\text{Khối lượng của nguyên liệu tuyển nổi (kg)}}$$

Sau khi nghiền, % khối lượng của mỗi phần trong mẫu hạt được phân loại khô, với cỡ hạt (µm), được xác định để biết độ phân bố cỡ hạt của nguyên liệu.

Các chất phản ứng sau được sử dụng trong các ví dụ:

Thành phần (a): Cataflot® CSO, được sản xuất bởi Ceca, Arkema Group. Do nó là hỗn hợp của N-alkylamin, không tan trong nước, Cataflot® CSO được hoà tan như sau:

- Cataflot® CSO (là chất rắn ở nhiệt độ phòng) được gia nhiệt tới 50°C;
- 25,15% khối lượng axit axetic, 8,19% khối lượng Cataflot® CSO và 66,66% khối lượng nước đã được khử ion được trộn với nhau;
- dung dịch thu được được khuấy trong nhiều giờ.

Thành phần (b):

Isofol® 12, được bán bởi Sasol Olefins & Surfactants GmbH, chứa 2-butyloctanol;

Isofol® 16, được bán bởi Sasol Olefins & Surfactants GmbH, chứa 2-hexyldecanol; và

Isotridecan-1-ol, rượu iso béo bậc một.

Các rượu này được sử dụng ở dạng tinh khiết, dạng không pha loãng.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ từ 1 đến 4

Quặng feldspar từ trầm tích loại leptinit biến chất, có thành phần được trình bày trong Bảng 1 (dạng khô), được sử dụng trong các ví dụ này:

Bảng 1

	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	MnO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	TiO ₂	P ₂ O ₅	LOI
% khối lượng	3,5	4,13	1,22	0,08	0,95	0,11	14,81	74,73	0,009	0,11	0,51

	Albit	Microclin	Granat	Thạch anh
% khối lượng	37,27	28,13	2,87	31,72

Quặng được nghiền đến kích thước bằng 2mm và các hạt granat được loại bỏ bằng xử lý khô từ tính, sử dụng nam châm vĩnh cửu PermRoll® có từ tính mạnh, có đường kính trụ bằng 70mm.

1 kg nguyên liệu thu được được nghiền trong máy nghiền trục làm bằng thép không gỉ, với 6,65kg chất mang và 530mL nước (tỷ trọng của bùn khoáng bằng 66%) trong 9,5 phút. Kích thước nguyên liệu được giảm xuống tới mức 90% qua được sàng 400µm. Sau bước nghiền, nguyên liệu được khử bùn lần cuối bằng nước và sàng qua sàng lọc 50µm, thu được nguyên liệu chứa feldspar có thành phần được trình bày trong Bảng 2.

Bảng 2

	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SiO ₂	TiO ₂	LOI
% khối lượng	3,42	4,29	1,31	0,01	0,04	14,26	76,32	0,02	0,33

	Albit	Microclin	Granat	Thạch anh
% khối lượng	36,46	29,24	0,12	34,17

1 kg nguyên liệu chứa feldspar thu được như được nêu trên được chuyển vào thùng xử lý sáu cạnh, có sử dụng 3 cánh bơm, chiều rộng 6,35cm (2,5 in) ở tốc độ 1000 vòng/phút. Tỷ trọng bùn khoáng được điều chỉnh tới 70% khối lượng chất rắn cấp vào chứa feldspar bằng nước máy. Bùn khoáng thu được được điều chỉnh bằng H_2SO_4 (nồng độ 6N) đến độ pH được trình bày trong Bảng 3, và huyền phù thu được được khuấy ở nhiệt độ phòng trong thời gian ít nhất là 1 phút (bước xử lý).

Sau đó, amin (a) được nêu trong Bảng 3 được bổ sung và huyền phù thu được được khuấy ở nhiệt độ phòng trong 3 phút.

Một phút sau đó (chẳng hạn một phút sau khi bổ sung thành phần (a)), thành phần (b) như nêu trong Bảng 3 được bổ sung và huyền phù thu được được khuấy ở nhiệt độ phòng trong thời gian ít nhất là 2 phút. Tỷ lệ thành phần (a)/thành phần (b) bằng 1,4.

Lượng tiêu thụ chất phản ứng (g chất phản ứng/tấn nguyên liệu chứa feldspar) được nêu trong Bảng 3.

Huyền phù thu được được chuyển vào khoang tuyển nổi và bước tuyển nổi được thực hiện trong khoang thử nghiệm WEMCO, có thể tích khoang bằng 3L, ở tốc độ vòng 1200 vòng/phút. Tỷ trọng của bùn khoáng được điều chỉnh tới 25-30% bằng nước máy. Độ pH của quá trình tuyển nổi không được điều chỉnh, nhưng độ pH được đo ở giai đoạn đầu của bước tuyển nổi. Quá trình tuyển nổi được thực hiện trong 5 phút.feldspar

Kết quả thu được được trình bày trong Bảng 4 và Fig. 1.

Ví dụ so sánh 1

Quy trình của các ví dụ 1-3 được lặp lại, chỉ khác là 390g HF/tấn nguyên liệu chứa feldspar được sử dụng thay cho H_2SO_4 với chỉ Cataflot® CSO (không có chất đồng kết tụ nào được sử dụng), với lượng được nêu trong Bảng 4. Kết quả tuyển nổi được trình bày trong Bảng 4 và Fig. 1.

Ví dụ so sánh 2

Quy trình của các ví dụ 1-3 được lặp lại, nhưng chỉ sử dụng duy nhất thành phần (a) và không sử dụng thành phần (b), như được nêu trong Bảng 3, với lượng được nêu trong đó. Kết quả tuyển nổi được trình trong Bảng 4 và Fig 1.

Ví dụ 4

Quy trình của các ví dụ 1-3 được lặp lại có sử dụng rượu mạch thẳng (đodecanol) làm thành phần (b) thay cho các rượu iso được thử nghiệm trong các ví dụ 1, 2 và 3.

Bảng 3

	Axit, (g/t nguyên liệu chứa felspat)	Thành phần (a)	Thành phần (b)	Lượng (a), g/t nguyên liệu chứa felspat	Lượng (b), g/t nguyên liệu chứa felspat	Độ pH trong bước xử lý
Ví dụ 1	H ₂ SO ₄ (780)	Cataflot® CSO	Isofol® 12	430	290	1,6
Ví dụ 2	H ₂ SO ₄ (770)	Cataflot® CSO	Isofol® 16	425	305	1,8
Ví dụ 3	H ₂ SO ₄ (800)	Cataflot® CSO	Isotridecan- 1-ol	430	320	1,8
Ví dụ so sánh 1	HF (390)	Cataflot® CSO	--	545	--	không xác định*
Ví dụ so sánh 2	H ₂ SO ₄ (775)	Cataflot® CSO	--	425	--	1,8
Ví dụ 4	H ₂ SO ₄ (420)	Cataflot® CSO	Đodecanol	530	125	1,8

*pH được xác định cho HF do nó quá ăn mòn.

Bảng 4

	Mức thu hồi feldpat, (% khối lượng)	Mức thu hồi thạch anh, (% khối lượng)
Ví dụ 1	55,6	5,1
Ví dụ 2	68,6	8,5
Ví dụ 3	71,5	7,6
Ví dụ so sánh 1	92,3	15,7
Ví dụ so sánh feldpat2	18,9	4,3
Ví dụ 4	71,5	28,6

Số liệu được trình bày trong Bảng 4 và Fig. 1 cho thấy rằng các hoá chất tuyển nổi của các ví dụ từ 1 đến 3 cho kết quả gần đạt tới mức thu được với hệ chất phản ứng HF của ví dụ so sánh 1, dưới cùng điều kiện về lượng tiêu thụ chất phản ứng và độ pH. Các hoá chất tuyển nổi của các ví dụ 2 và 3 cho kết quả về mức thu hồi feldpat rất cao. Ví dụ so sánh 2 cho mức thu hồi feldpat không đạt; đây là minh chứng về lợi ích tác dụng hiệp đồng của các chất kết tụ được sử dụng trong sáng chế này, với cấu trúc phân tử khác nhau.

Các ví dụ từ 5 đến 8

Các thử nghiệm khác được thực hiện để đánh giá ảnh hưởng của pH trong bước xử lý. Quy trình của ví dụ 3 được lặp lại, bằng cách sử dụng 415 g/t Cataflot® CSO làm thành phần (a) và 270 g/t isotridecan-1-ol làm thành phần (b).

Trước khi bổ sung thành phần (a) và (b), bước xử lý được thực hiện bằng cách điều chỉnh bằng H_2SO_4 (nồng độ 6N) đến độ pH được nêu trong Bảng 5; huyền phù thu được được khuấy ở nhiệt độ phòng với thời gian ít nhất là 1 phút.

Kết quả tuyển nổi được trình bày trong Bảng 5 và Fig. 2 và 3. Từ kết quả đó thấy rằng với độ pH thấp xuống đến 1,80, độ pH xử lý hầu như không ảnh hưởng đến

độ chọn lọc đối với feldspar; do đó, mức thu hồi thạch anh hầu như không đổi và hàm lượng thạch anh trong hỗn hợp giàu feldspar là rất thấp. Tuy nhiên, số liệu này chỉ ra rằng mức thu hồi feldspar có thể nhạy cảm với độ pH xử lý: độ pH càng thấp, mức thu feldspar càng nhỏ. Mức thu hồi feldspar tăng rõ rệt cho tới khi độ pH bằng 1,77, nhưng khi vượt quá độ pH bằng 1,80, độ chọn lọc đối với feldspar bắt đầu giảm, với việc tăng hàm lượng thạch anh trong hỗn hợp giàu feldspar. Đối với các thử nghiệm này, độ chọn lọc feldspar là rất thấp ở độ pH bằng 2,4.

Bảng 5

	Độ pH xử lý	Mức thu hồi feldspar, (% khối lượng)	Mức thu hồi thạch anh, (% khối lượng)
Ví dụ 5	1,4	35,2	7,8
Ví dụ 6	1,7	68,9	11,9
Ví dụ 7	1,9	82,6	33,6
Ví dụ 8	2,4	85,5	88,0

Ví dụ từ 9 đến 10

Các thử nghiệm khác được thực hiện để đánh giá ảnh hưởng của hàm lượng tiêu thụ axit sulphuric trong bước xử lý của quy trình theo sáng chế này. Quy trình của ví dụ 3 được lặp lại, nhưng hàm lượng chất phản ứng bổ sung là khác nhau, như được nêu trong Bảng 6. Kết quả tuyển nổi được trình bày trong Bảng 7 và Fig. 4.

Bảng 6

	Hàm lượng (a), g/t nguyên liệu chứa feldspar	Hàm lượng (b), g/t nguyên liệu chứa feldspar	Hàm lượng H ₂ SO ₄ 6N, (mL) g/t nguyên liệu chứa feldspar	Độ pH
Ví dụ 9	410	270	(1,1) 425	1,9
Ví dụ 10	410	370	(1,3) 530	1,9

Bảng 7

	Mức thu hồi feldpat, (% khối lượng)	Mức thu hồi thạch anh, (% khối lượng)
Ví dụ 9	82,6	33,6
Ví dụ 10	82,7	21,6

Thông thường, lượng tiêu thụ chất phản ứng càng cao, thì mức thu hồi cả feldpat và thạch anh càng cao; do đó, ở cùng lượng tiêu thụ trong amin (a), việc tăng lượng thành phần (b) được cho là sẽ làm giảm độ chọn lọc đối với feldpat. Một cách bất ngờ, các kết quả nêu trên cho thấy rằng mức thu hồi feldpat hầu như không đổi, trong khi đó mức thu hồi các hạt thạch anh bị giảm một cách đáng kể (nhiều hơn 10%). Do đó, thậm chí ở cùng độ pH, lượng tiêu thụ axit tăng sẽ làm tăng độ chọn lọc. Các kết quả này cũng có ý nghĩa rất quan trọng đối với việc áp dụng công nghiệp quy trình theo sáng chế này; trên thực tế, trong vận hành nhà máy thông thường, việc duy trì độ pH xử lý trong khoảng hẹp thường là công việc phức tạp. Các thí nghiệm này chứng minh rằng kết quả tuyển nổi feldpat không bị ảnh hưởng, miễn là lượng tiêu thụ axit sulfuric được giữ không đổi.

Các ví dụ từ 11 đến 12

Các thử nghiệm khác được thực hiện để đánh giá ảnh hưởng của độ pH trong bước tuyển nổi (2) của quy trình theo sáng chế này. Quy trình của ví dụ 3 được lặp lại, nhưng huyền phù được chuyển tới khoang tuyển nổi được pha loãng bằng nước máy tới tỷ trọng của bùn khoáng nằm trong khoảng từ 25% đến 30% khối lượng, và độ pH tuyển nổi được điều chỉnh đến giá trị như được nêu trong Bảng 8.

Kết quả tuyển nổi được trình bày trong Bảng 8 và Fig. 5.

Bảng 8

	Độ pH tuyển nổi	Mức thu hồi feldspar (% khối lượng)	Mức thu hồi thạch anh, (% khối lượng)
Ví dụ 11	2,99	68,7	8,6
Ví dụ 12	1,82	53,4	5,5

Các kết quả nêu trên chứng minh rằng, nếu độ pH của huyền phù nước của quá trình tuyển nổi giảm, thì độ chọn lọc đối với feldspar tăng không đáng kể, nhưng mức thu hồi feldspar có thể bị ảnh hưởng một cách tiêu cực.

Các ví dụ từ 13 đến 14

Các thử nghiệm khác được thực hiện trên quặng feldspar khác (quặng Spruce Pine, U.S.). Quy trình của các ví dụ từ 1 đến 3 được lặp lại: trong bước xử lý, tỷ trọng bùn khoáng được điều chỉnh tới 70% khối lượng chất rắn là nguyên liệu chứa feldspar bằng nước máy. Bùn khoáng thu được được điều chỉnh đến độ pH bằng 1,7 bằng H_2SO_4 (nồng độ 6N) và huyền phù thu được được khuấy ở nhiệt độ phòng trong thời gian ít nhất là 1 phút (bước xử lý).

Sau đó, amin (a) với lượng được nêu trong Bảng 9 được bổ sung và huyền phù thu được được khuấy ở nhiệt độ phòng trong 3 phút.

Một phút sau, thành phần (b) với lượng được nêu trong Bảng 9 được bổ sung và huyền phù thu được được khuấy ở nhiệt độ phòng trong 2 phút. Tỷ lệ giữa thành phần (a)/thành phần (b) bằng 2.

Lượng tiêu thụ các chất phản ứng đối với H_2SO_4 là 465 g/tấn nguyên liệu chứa feldspar, đối với thành phần (a) là 460 g/tấn nguyên liệu chứa feldspar, và đối với thành phần (b) là 230 g/tấn nguyên liệu chứa feldspar.

Huyền phù thu được cuối cùng được chuyển đến khoang tuyển nổi. Tỷ trọng bùn khoáng được điều chỉnh tới 25-30% bằng nước máy. Độ pH của quá trình tuyển nổi pH không được điều chỉnh, nhưng độ pH được xác định ở giai đoạn đầu của bước tuyển nổi. Quá trình tuyển nổi được thực hiện trong 5 phút.felspat

Các kết quả thu được được trình bày trong Bảng 10 và Fig. 6.

Bảng 9

	Axit, g/t nguyên liệu chứa felspat	Thành phần (a)	Thành phần (b)	Hàm lượng (a), g/t nguyên liệu chứa felspat	Hàm lượng (b), g/t nguyên liệu chứa felspat	Độ pH trong bước xử lý
Ví dụ 13	H ₂ SO ₄ (460)	Cataflot® CSO	Isotridecan- 1-ol	460	230	1,70
Ví dụ 14	H ₂ SO ₄ (470)	Cataflot® CSO	Isofol® 16	465	230	1,70

Bảng 10

	Mức thu hồi felspat, (% khối lượng)	Mức thu hồi thạch anh, (% khối lượng)
Ví dụ 13	88,4	10,3
Ví dụ 14	82,0	3,9

Các kết quả nêu trên cho thấy rằng hệ chất phản ứng tuyển nổi được sử dụng trong quy trình theo sáng chế này có hiệu suất cao cho dù quặng có được xử lý hay không.

Mặc dù chỉ các phương án được ưu tiên của sáng chế này được bộc lộ một cách rõ ràng và được minh hoạ ở trên, cần hiểu rằng nhiều cải biến và thay đổi của

sáng chế này có thể được thực hiện trên cơ sở này, trong phạm vi của sáng chế này như được xác định bởi các yêu cầu bảo hộ sau.

Ví dụ 15

Thử nghiệm với quy mô thí điểm được thực hiện để xác nhận các kết quả thu được ở quy mô phòng thí nghiệm trong quy trình liên tục (khoảng 160 kg nguyên liệu/giờ). feldspar được quay vòng trong thử nghiệm này. Nguyên liệu chứa feldspar được sử dụng là pecmatit từ North Carolina (U.S.) và có thành phần được nêu trong Bảng 11 dưới đây.

Điều kiện vận hành áp dụng trong thử nghiệm này được trình bày trong Bảng 12. Các kết quả (được biểu thị dưới dạng hàm lượng các oxit và sự phân bố nguyên liệu nổi và đuôi quặng của quá trình tuyển nổi) được trình bày trong Bảng 13 dưới đây.

Bảng 12

H ₂ SO ₄ , (g/t)	pH	% chất rắn	Amin, (g/t)	Rượu, (g/t)	Tỷ lệ khối lượng Amin: Rượu
1130	1,7 – 1,85	57%	Cataflot® CSO (725)	Isofol 16 (705)	1,03

Coi rằng tất cả Na₂O và Al₂O₃ có nguồn gốc từ khoáng feldspar, mức thu hồi feldspar bằng 84% và độ chọn lọc đối với feldspar là rất tốt, lưu ý rằng hàm lượng kiềm trong hỗn hợp giàu quặng 1 là 12,4% và hàm lượng nhôm oxit lớn hơn 19%.

Do đó, có thể thấy rằng sáng chế này có thể thực hiện theo sơ đồ liên tục mà không bị ảnh hưởng bởi việc quay vòng nước trong quy trình này.

Bảng 11

	Khối lượng, %	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	LOI (1050°C)	Tổng
315-400 μm	27,90%	75,6	13,1	0,15	0,02	1,23	0,01	5,20	3,87	0,36	99,54
250-315 μm	29,00%	76,1	13,1	0,12	0,02	1,22	0,01	5,20	3,63	0,30	99,70
160-250 μm	26,30%	76,2	13,0	0,08	0,02	1,18	0,01	5,03	3,42	0,30	99,24
50-160 μm	16,50%	75,4	13,6	0,08	0,02	1,24	0,01	5,39	3,62	0,36	99,72
<50 μm	0,26%	71,6	16,0	0,26	0,02	1,29	0,01	4,89	4,53	0,39	98,99
	99,96%	75,83	13,16	0,11	0,02	1,22	0,01	5,18	3,64	0,33	99,50

21294

Bảng 13

	Khối lượng %	Hàm lượng, %				Hiệu suất		
		Al ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	
Hỗn hợp 1	51,70%	19,16	7,68	4,74	68,7%	69,2%	65,9%	
Hỗn hợp 2	12,40%	17,51	6,67	4,56	15,1%	14,4%	15,2%	
felspat	64,10%	18,84	7,48	4,71	83,8%	83,6%	81,1%	
Đuôi quặng	35,90%	6,51	2,62	1,96	16,2%	16,4%	18,9%	
Nguyên liệu tuyển feldspat	100,00%	14,41	5,74	3,72	100,0%	100,0%	100,0%	

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình tuyển nổi để thu hồi fenspat từ nguyên liệu chứa fenspat bao gồm các bước sau:

(1) tạo ra huyền phù nước của nguyên liệu chứa fenspat, khi không có mặt axit flohydric, trong đó huyền phù này gồm chất phản ứng tuyển nổi với lượng nằm trong khoảng từ 0,004% đến 0,3% khối lượng, bao gồm:

(a) một hoặc nhiều amin, chứa ít nhất một mạch hydrocacbon béo, mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, có từ 8 đến 50 nguyên tử cacbon, hoặc muối của nó; và

(b) một hoặc nhiều rượu bậc một, bậc hai hoặc bậc ba, chứa ít nhất một mạch hydrocacbon béo, mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, có từ 8 đến 50 nguyên tử cacbon;

tỷ lệ khối lượng giữa (a) và (b) nằm trong khoảng từ 500:1 đến 1:40;

(2) khuấy huyền phù thu được để tạo ra phân đoạn chứa fenspat, và

(3) tách phân đoạn chứa fenspat này.

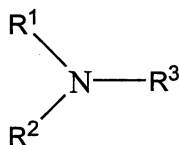
2. Quy trình tuyển nổi theo điểm 1, trong đó tỷ lệ khối lượng giữa (a) và (b) nằm trong khoảng từ 200:1 đến 1:20, tốt hơn là từ 35:1 đến 1:5.

3. Quy trình tuyển nổi theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó trong bước (1), độ pH của huyền phù nước nằm trong khoảng từ 1,3 đến 3,0, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,6 đến 1,9.

4. Quy trình tuyển nổi theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó trong bước (1), độ pH của huyền phù nước được điều chỉnh bằng cách bổ sung axit sulfuric hoặc axit clohydric.

5. Quy trình tuyển nổi theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó trong bước (1), nguyên liệu chứa feldspat có hàm lượng chất rắn nằm trong khoảng từ 20% đến 75% khối lượng.

6. Quy trình tuyển nổi theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó thành phần (a) là amin có công thức (I):



(I)

trong đó, R^1 là nhóm alkyl, mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, có từ 8 đến 50 nguyên tử cacbon, tốt hơn là từ 10 đến 30 nguyên tử cacbon, và tốt hơn nữa nếu có từ 12 đến 25 nguyên tử cacbon, và

R^2 và R^3 được chọn một cách độc lập từ H và nhóm alkyl, mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon, tốt hơn là từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon.

7. Quy trình tuyển nổi theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó thành phần (b) là rượu chứa ít nhất một mạch hydrocacbon béo, mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, có từ 10 đến 25 nguyên tử cacbon, tốt hơn là từ 12 đến 18 nguyên tử cacbon.

8. Quy trình tuyển nổi theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó thành phần (b) được chọn từ nhóm gồm rượu iso và hỗn hợp của nó.

9. Quy trình tuyển nổi theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó thành phần (b) được chọn từ nhóm gồm 2-alkyl-1-alkanol có từ 12 đến 32 nguyên tử cacbon, rượu iso có từ 10 đến 25 nguyên tử cacbon và hỗn hợp của chúng.

10. Quy trình tuyển nổi theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó nguyên liệu có cỡ hạt trung bình nằm trong khoảng từ 1 μ m đến 800 μ m, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50 μ m đến 400 μ m.

11. Quy trình tuyển nổi theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó, trong bước (2), độ pH của huyền phù nằm trong khoảng từ 1,6 đến 5,5, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2,5 đến 4,0.

12. Quy trình tuyển nổi theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó nguyên liệu chứa feldspar được tạo ra từ quặng feldspar.