

ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ ΚΡΗΤΗΣ

ΤΜΗΜΑ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΟΡΥΚΤΩΝ ΠΟΡΩΝ

ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

«Διερεύνηση εμπλουτισιμότητας μεταλλεύματος φωσφορίτη Δυτικής Ελλάδας»

ΜΠΕΛΛΗΣ Δ. ΓΕΩΡΓΙΟΣ

<u>Εξεταστική επιτροπή</u>

Σταμπολιάδης Ηλίας, Καθηγητής (επιβλέπων)

Αλεβίζος Γεώργιος, Επίκουρος καθηγητής

Πεντάρη Δέσποινα, Λέκτορας

Χανιά

Φεβρουάριος 2013

ΠΡΟΛΟΓΟΣ

Η παρούσα διπλωματική εργασία εκπονήθηκε στο τμήμα Μηχανικών Ορυκτών Πόρων του Πολυτεχνείου Κρήτης υπό την επίβλεψη του Καθηγητή κυρίου Ηλία Σταμπολιάδη. Στην αξιολόγηση της εργασίας συμμετείχαν οι κ.κ. Γεώργιος Αλεβίζος και Δέσποινα Πεντάρη. Αντικείμενο της εργασίας είναι η μελέτη θραύσης μεταλλεύματος φωσφορίτη σε αυτοσχέδιο φυγοκεντρικό σπαστήρα και ο εμπλουτισμός του.

Ο φωσφορίτης αποτελεί παγκοσμίως την μοναδική πηγή από την οποία μπορεί ο άνθρωπος να βρει οικονομικά εκμεταλλεύσιμες ποσότητες φωσφόρου. Αποτελείται από τον απατίτη, κύριο ορυκτό του φωσφόρου και από διάφορα σύνδρομα ορυκτά όπως ασβεστίτη, χαλαζία, αιματίτη. Ο φωσφόρος αποτελεί την πρώτη ύλη για την παραγωγή φωσφορικών λιπασμάτων.

Το δείγμα φωσφορίτη που χρησιμοποιήθηκε προέρχεται από την περιοχή της Ηπείρου, όπου έχουν εντοπιστεί τα τελευταία 30 χρόνια εμφανίσεις εκατομμυρίων τόνων. Παρά την ύπαρξη μεγάλων αποθεμάτων, ο ελληνικός φωσφορίτης είναι αρκετά φτωχός σε πεντοξείδιο του φωσφόρου (P_2O_5) η περιεκτικότητα του οποίου κυμαίνεται από 10 έως 12%. Η χημική βιομηχανία λιπασμάτων χρειάζεται για την παραγωγή λιπασμάτων φωσφορίτες με περιεκτικότητα σε P_2O_5 της τάξης του 30%. Αυτός είναι και ο κύριος παράγοντας για τον οποίο οι εμφανίσεις παραμένουν ανεκμετάλλευτες.

ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ

Κλείνοντας τον κύκλο των προπτυχιακών μου σπουδών στο τμήμα Μηχανικών Ορυκτών Πόρων θα ήθελα ιδιαίτερα να ευχαριστήσω τον επιβλέποντα καθηγητή της εργασίας μου κύριο Ηλία Σταμπολιάδη, για τις γνώσεις που μου πρόσφερε κατά τη διάρκεια των προπτυχιακών μου σπουδών, για το ότι με δέχτηκε να πραγματοποιήσω τη διπλωματική μου εργασία στο εργαστήριο Εμπλουτισμού των Μεταλλευμάτων και για τη διαρκή του καθοδήγηση σε κάθε στάδιο των πειραμάτων.

Επίσης, ευχαριστώ θερμά τον επίκουρο καθηγητή κύριο Γεώργιο Αλεβίζο, για τη βοήθειά του στην μικροσκοπική και ακτινοσκοπική εξέταση των δειγμάτων φωσφορίτη καθώς και τη λέκτορα κυρία Δέσποινα Πεντάρη για τη βοήθεια και τις υποδείξεις για τη χημική ανάλυση όλων των δειγμάτων φωσφορίτη.

Ακόμη θα ήθελα να εκφράσω ένα θερμό ευχαριστώ στα μέλη του εργαστηρίου Εμπλουτισμού Μεταλλευμάτων την κυρία Όλγα Παντελάκη και τον κύριο Βαγγέλη Πετράκη. Ευχαριστώ την κυρία Όλγα Παντελάκη για τη μεγάλη της υπομονή και μεγάλη βοήθεια για τη σωστή εκτέλεση όλων των πειραμάτων εμπλουτισμού του φωσφορίτη. Ευχαριστώ τον κύριο Βαγγέλη Πετράκη για τη βοήθειά του για τη σωστή εκτέλεση όλων των πειραμάτων θραύσης και λειοτρίβησης.

Ευχαριστώ θερμά τον κύριο Γεώργιο Αποστολάκη για την παρασκευή των λεπτών και στιλπνών τομών φωσφορίτη αλλά και για το ότι μου δίδαξε την παρασκευή ταμπλετών XRF. Ευχαριστώ τον κύριο Αντώνη Στρατάκη για την πραγματοποίηση της ακτινοσκόπησης του δείγματος φωσφορίτη και την κυρία Δέσποινα Κατσιμίχα για την επίλυση αποριών σε θέματα πραγματοποίησης των χημικών αναλύσεων.

Ένα πολύ μεγάλο ευχαριστώ εκφράζω στον πατέρα μου, ο οποίος δέχτηκε να πραγματοποιηθεί αναλυτική χημική ανάλυση δείγματος φωσφορίτη στην Βιομηχανία ΕΛΛΗΝΙΚΑ ΛΙΠΑΣΜΑΤΑ ΚΑΙ ΧΗΜΙΚΑ ELFE ABEE. Για το λόγο αυτό ευχαριστώ ακόμη και τους εργαζόμενους του χημείου που ασχολήθηκαν με το θέμα αυτό.

Θα ήθελα να εκφράσω την ευγνωμοσύνη μου στους γονείς μου και την αδερφή μου για την καθημερινή συμπαράστασή τους αλλά και για το ότι με βοήθησαν να ολοκληρώσω τις σπουδές μου.

iii

Ευχαριστώ πολύ όλους τους καθηγητές του τμήματος Μηχανικών Ορυκτών Πόρων του Πολυτεχνείου Κρήτης για τις γνώσεις που μου μετέδωσαν.

Τέλος ευχαριστώ τον Μάρκο Παπά και τους υπόλοιπους συμφοιτητές μου για τις καθημερινές όμορφες στιγμές στο Πολυτεχνείο.

Mein herzlicher Dank gilt Frau Anita Bartel, die immer neben mir war.

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Σκοπός της παρούσας έρευνας είναι η διερεύνηση εμπλουτισιμότητας συμπαγούς μεταλλεύματος φωσφορίτη Δυτικής Ελλάδας.

Στο πρώτο μέρος πραγματοποιήθηκαν δοκιμές θραύσης του μεταλλεύματος σε αυτοσχέδιο φυγοκεντρικό σπαστήρα στα κοκκομετρικά κλάσματα 16-22,4 mm, 4-5,6 mm και 1-1,4 mm. Τα αποτελέσματα έδειξαν ότι όσο μικρότερη είναι τροφοδοσία του σπαστήρα τόσο πιο δύσκολη είναι η θραύση του υλικού. Επίσης σε κάθε κοκκομετρικό κλάσμα τροφοδοσίας όσο μεγαλύτερη είναι η συχνότητα περιστροφής του δίσκου του σπαστήρα τόσο πιο λεπτόκοκκο υλικό παράγεται.

Στο δεύτερο μέρος, περιλαμβάνονται ο προσδιορισμός της ποιότητας του μεταλλεύματος με την διενέργεια χημικών και ορυκτολογικών αναλύσεων και οι δοκιμές εμπλουτισμού του με τις μεθόδους του βαρυτομετρικού διαχωρισμού με βαρέα υγρά, της επίπλευσης και της καυστικοποίησης. Γενικά ο εμπλουτισμός του συγκεκριμένου μεταλλεύματος είναι δύσκολος καθώς ο φρανκολίτης, το κύριο ορυκτό του φωσφόρου, δεν είναι αποδεσμευμένος. Παρόλα αυτά καλύτερα αποτελέσματα έδωσε ο βαρυτομετρικός διαχωρισμός με βαρέα υγρά καθώς το υλικό από μία περιεκτικότητα σε P2O5 11,62 % (που είναι η περιεκτικότητα του αρχικού υλικού) 15,71%. απέκτησε περιεκτικότητα 0 εμπλουτισμός με επίπλευση έγινε αντιδραστήρια τέσσερεις γρησιμοποιώντας ως αλκυλοφωσφορικές ενώσεις [δισ(προπυλο φωσφορικό νάτριο, δισ(βουτανο) φωσφορικό νάτριο, δισ(εξανο) φωσφορικό νάτριο, δισ(οκτανο) φωσφορικό νάτριο]. Τα αποτελέσματα δεν έδωσαν κάποιο ικανοποιητικό αποτέλεσμα καθώς από τα συμπυκνώματα απέκτησαν περιεκτικότητα σε P2O5 γύρω στο 12%. Με την καυστικοποίηση το υλικό πυρώθηκε στους 950° C για έξι ώρες και στη συνέγεια ενυδατώθηκε και κοσκινίστηκε με αποτέλεσμα το κλάσμα +63 μm να αποκτήσει περιεκτικότητα σε P_2O_5 13,43 %.

۷

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

ΕΙΣΑΓΩΓΗ	1
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1: ΦΩΣΦΟΡΟΣ ΚΑΙ ΦΩΣΦΟΡΙΤΗΣ	4
1.1: Ιδιότητες φωσφόρου	4
1.2: Κύκλος φωσφόρου	5
1.3: Απατίτης	6
1.4: Φωσφορικά κοιτάσματα	8
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2: ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΕΣ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΕΣ	10
2.1: Θραύση	10
2.1.1: Εργαστηριακός σιαγονωτός σπαστήρας	10
2.1.2: Εργαστηριακός κωνικός σπαστήρας	12
2.1.3: Αυτοσχέδιος Φυγοκεντρικός σπαστήρας	13
2.1.3.1: Υπολογισμός φυγόκεντρης ταχύτητας	14
2.2: Ταξινόμηση μεγέθους	18
2.2.1: Εργαστηριακός δονητής κοσκίνων	18
2.3: Λειοτρίβηση	20
2.3.1: Εργαστηριακός πλανητικός μύλος	20
2.3.2: Εργαστηριακός ραβδόμυλος και σφαιρόμυλος	21
2.4: Βαρυτομετρικός διαχωρισμός με βαρέα υγρά	25
2.5: Επίπλευση	26
2.6: Καυστικοποίηση	27
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3: ΧΗΜΙΚΗ ΚΑΙ ΟΡΥΚΤΟΛΟΓΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ	29
3.1: Φασματομετρία ορατού υπεριώδους	29
3.2: Φασματομετρία ατομικής απορρόφησης	31
3.3: Φασματομετρία ακτίνων Χ φθορισμού (X-Ray Fluorescence)	33
3.4: Ορυκτολογική ανάλυση	34
3.4.1: Περιθλασιμετρία ακτίνων Χ (XRD) vi	34

ΜΕΡΟΣ ΠΡΩΤΟ

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4: ΘΡΑΥΣΗ ΣΕ ΦΥΓΟΚΕΝΤΡΙΚΟ ΣΠΑΣΤΗΡΑ	35
4.1: Κοκκομετρικό κλάσμα 16-22,4 mm	35
4.1.1: Δημιουργία κοκκομετρικού κλάσματος 16-22,4 mm	35
4.1.2: Θραύση στο φυγοκεντρικό σπαστήρα του κλάσματος 16-22,4 mm	36
4.1.3: Κοκκομετρική ανάλυση του κλάσματος 16-22,4 mm	37
4.2: Κοκκομετρικό κλάσμα 4 -5,6 mm	39
4.2.1: Δημιουργία κοκκομετρικού κλάσματος 4-5,6 mm	39
4.2.2: Θραύση στο φυγοκεντρικό σπαστήρα του κλάσματος 4-5,6 mm	41
4.2.3: Κοκκομετρική ανάλυση του κλάσματος 4-5,6 mm	42
4.3: Κοκκομετρικό κλάσμα 1-1,4 mm	44
4.3.1: Δημιουργία κοκκομετρικού κλάσματος 1-1,4 mm	44
4.3.2: Θραύση στο φυγοκεντρικό σπαστήρα του κλάσματος 1-1,4 mm	46
4.3.3: Κοκκομετρική ανάλυση του κλάσματος 1-1,4 mm	47

ΜΕΡΟΣ ΔΕΥΤΕΡΟ

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5: ΧΗΜΙΚΗ ΚΑΙ ΟΡΥΚΤΟΛΟΓΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΑΡΧΙΚΟΥ ΥΛΙΚΟΥ 50

5.1: Ομογενοποίηση	50
5.2: Δειγματοληψία	50
5.3: Χημική ανάλυση	51
5.4: Ορυκτολογική ανάλυση	54
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 6: ΒΑΡΥΤΟΜΕΤΡΙΚΟΣ ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΣ ΜΕ ΒΑΡΕΑ ΥΓΡΑ	57
6.1: Δοκιμή με βαρύ υγρό πυκνότητας 2,7 g/cm ³	54
6.2: Δοκιμή με βαρύ υγρό πυκνότητας 2,65 g/cm ³	61
6.3: Σύγκριση αποτελεσμάτων βαρυτομετρικού διαχωρισμού	65

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 7: ΔΟΚΙΜΕΣ ΕΠΙΠΛΕΥΣΗΣ	67
7.1: Λειοτρίβηση σε σφαιρόμυλο	67
7.2: Επίπλευση	80
7.3: Παρασκευή αντιδραστηρίων	81
7.4: Κατανάλωση αντιδραστηρίων	82
7.4.1: Κατανάλωση δισ(οκτανο)φωσφορικού νάτριου	82
7.4.2: Κατανάλωση δισ(εξανο)φωσφορικού νάτριου	83
7.4.3: Κατανάλωση δισ(βουτανο)φωσφορικού νάτριου	83
7.4.4: Κατανάλωση δισ(πρόπυλο)φωσφορικού νάτριου	84
7.5: Επίπλευση με ελαϊκό οξύ	84
7.6: Επίπλευση με δισ(πρόπυλο)φωσφορικό νάτριο	93
7.7: Επίπλευση με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο	101
7.8: Επίπλευση με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο	109
7.9: Επίπλευση με δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο	118
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 8: ΚΑΥΣΤΙΚΟΠΟΙΗΣΗ	127
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 9: ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ	132
ПАРАРТНМА	134
ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΚΕΣ ΚΑΙ ΔΙΑΔΙΚΤΥΑΚΕΣ ΠΗΓΕΣ	135

KATAΛΟΓΟΣ ΣΧΗΜΑΤΩΝ

6
7
11
12
14
18
19
20
22
23
25
27
30
30 31
30 31 31
30 31 31 32
 30 31 31 32 36
 30 31 31 32 36 38
 30 31 31 32 36 38 39
 30 31 31 32 36 38 39 41

Σχήμα 4.6: Μεταβολή αθροιστικώς παραγόμενου σε σχέση με την ειδική ενέργεια για κάθε κοκκομετρικό κλάμα του 4-5,6 mm	44
Σχήμα 4.7: Διαχωρισμός της ποσότητας του κλάσματος 1-1,4 mm σε τέσσερα μέρη του ενός κιλού	46
Σχήμα 4.8: Μεταβολή βάρους % αθροιστικώς διερχόμενο σε σχέση με το μέγεθος για διάφορες ειδικές ενέργειες για το κλάσμα 1-1,4 mm	48
Σχήμα 4.9: Μεταβολή αθροιστικώς παραγόμενου σε σχέση με την ειδική ενέργεια για κάθε κοκκομετρικό κλάμα του 1-1,4 mm	48
Σχήμα 5.1: Μεταβολή Βάρους (%) Αθροιστικά Διερχόμενου σε σχέση με το μέγεθος για το αρχικό υλικό	52
Σχήμα 5.2: Ακτινοδιάγραμμα αρχικού δείγματος φωσφορίτη	54
Σχήμα 5.3: Λεπτή τομή φωσφορίτη (διερχόμενο φως // Nic)	55
Σχήμα 5.4: Στιλπνή τομή φωσφορίτη (ανακλώμενο φως // Nic)	56
Σχήμα 6.1: Κατανομή βάρους στα προϊόντα της δοκιμής με βαρύ υγρό πυκνότητας 2,7 $\rm g/cm^3$	59
Σχήμα 6.2: Περιεκτικότητα των βαρυτομετρικών προϊόντων σε P_2O_5 , CaO, Fe ₂ O ₃ και SiO ₂ με υγρό πυκνότητας 2,7 g/cm ³	60
Σχήμα 6.3: Πυρωμένα προϊόντα βαρυτομετρικού διαχωρισμού σε πυκνότητα 2,7 g/cm ³ (Αριστερά: Βυθισθέν, Δεξιά: Επιπλεύσαν	61
Σχήμα 6.4: Κατανομή βάρους στα προϊόντα της δοκιμής με βαρύ υγρό πυκνότητας 2.65 g/cm ³	64
Σχήμα 6.5: Περιεκτικότητα των βαρυτομετρικών προϊόντων σε P_2O_5 , CaO, Fe ₂ O ₃ και SiO ₂ με υγρό πυκνότητας 2,65 g/cm ³	65
Σχήμα 6.6: Μεταβολή περιεκτικότητας P_2O_5 στα προϊόντα των βαρυτομετρικών διαχωρισμών	65
Σχήμα 6.7: Μεταβολή μεταλλομονάδων P_2O_5 στα προϊόντα των βαρυτομετρικών διαχωρισμών	66
Σχήμα 6.8: Σύγκριση περιεκτικότητας και κατανομής μεταλλομονάδων P_2O_5 στα βυθισθέντα προϊόντα	66
Σχήμα 7.1: Καμπύλες αθροιστικού διερχόμενου συναρτήσει του μεγέθους για κάθε δοκιμή λειοτρίβησης	72

х

Σχήμα 7.2: Καμπύλες αθροιστικώς διερχόμενων προϊόντων σε σχέση με την ειδική ενέργεια για κάθε κοκκομετρικό κλάσμα	73
Σχήμα 7.3: Καμπύλες αθροιστικώς παραγόμενων προϊόντων σε σχέση με την ειδική ενέργεια για κάθε κοκκομετρικό κλάσμα	75
Σχήμα 7.4: Περιεκτικότητα σε P_2O_5 των προϊόντων -0,063 mm για όλους τους χρόνους λειοτρίβησης	76
Σχήμα 7.5: Βάρος των προϊόντων λειοτρίβησης για 15 min	78
Σχήμα 7.6: Περιεκτικότητα σε P_2O_5 των προϊόντων λειοτρίβησης για 15 min	78
Σχήμα 7.7: Κατανομή Μεταλλομονάδων των προϊόντων λειοτρίβησης για 15 min	79
Σχήμα 7.8: Αντιδραστήρια που παρασκευάστηκαν για την διεξαγωγή των δοκιμών επίπλευσης	82
Σχήμα 7.9: Βάρος % για τα προϊόντα επίπλευσης με ελαϊκό οξύ	86
Σχήμα 7.10: Περιεκτικότητα % του P_2O_5 στα προϊόντα επίπλευσης με ελαϊκό οξύ	88
Σχήμα 7.11: Βάρος % και περιεκτικότητες του αθροιστικώς επιπλεύσαντος προϊόντος με ελαϊκό οξύ	91
Σχήμα 7.12: Βάρος % και περιεκτικότητες του αθροιστικώς βυθισθέντος προϊόντος με ελαϊκό οξύ	91
Σχήμα 7.13: Βαθμός διαχωρισμού με αντιδραστήριο ελαϊκό οξύ	93
Σχήμα 7.14:Βάρος % για τα προϊόντα επίπλευσης με δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο	94
Σχήμα7.15: Περιεκτικότητα % του P2O5 στα προϊόντα επίπλευσης με δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο	96
Σχήμα 7.16: Βάρος % και περιεκτικότητες του αθροιστικώς επιπλεύσαντος προϊόντος με δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο	99
Σχήμα 7.17: Βάρος % και περιεκτικότητες του αθροιστικώς βυθισθέντος προϊόντος με δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο	99
Σχήμα 7.18: Βαθμός διαχωρισμού με δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο	100
Σχήμα 7.19:Βάρος % για τα προϊόντα επίπλευσης με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο	102
Σχήμα 7.20: Περιεκτικότητα % του P2O5 στα προϊόντα επίπλευσης με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο	104
Σχήμα 7.21: Βάρος % και περιεκτικότητες του αθροιστικώς επιπλεύσαντος προϊόντος με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο	107

Σχήμα 7.22: Βάρος % και περιεκτικότητες του αθροιστικώς βυθισθέντος προϊόντος με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο	107
Σχήμα 7.23: Βαθμός διαχωρισμού με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο	109
Σχήμα 7.24:Βάρος % για τα προϊόντα επίπλευσης με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο	111
Σχήμα 7.25: Περιεκτικότητα % του P2O5 στα προϊόντα επίπλευσης με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο	113
Σχήμα 7.26: Βάρος % και περιεκτικότητες του αθροιστικώς επιπλεύσαντος προϊόντος με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο	116
Σχήμα 7.27: Βάρος % και περιεκτικότητες του αθροιστικώς βυθισθέντος προϊόντος με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο	116
Σχήμα 7.28: Βαθμός διαχωρισμού με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο	118
Σχήμα 7.29:Βάρος % για τα προϊόντα επίπλευσης με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο Σχήμα 7.30: Περιεκτικότητα % του P2O5 στα προϊόντα επίπλευσης με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο	119 121
Σχήμα 7.31: Βάρος % και περιεκτικότητες του αθροιστικώς επιπλεύσαντος προϊόντος με δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο	124
Σχήμα 7.32: Βάρος % και περιεκτικότητες του αθροιστικώς βυθισθέντος προϊόντος με δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο	124
Σχήμα 7.33: Βαθμός διαχωρισμού με δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο	126
Σχήμα 8.1: Διαφορική θερμική ανάλυση δείγματος φωσφορίτη	127
Σχήμα 8.2: Περιεκτικότητα P_2O_5 στα προϊόντα της καυστικοποίησης	131
Σχήμα Α.1.1: Χημική ανάλυση αρχικού δείγματος φωσφορίτη	134

καταλογός πινακών

Πίνακας 1.1: Ταυτότητα του στοιχείου	4
Πίνακας 1.2: Ατομικές ιδιότητες φωσφόρου	4
Πίνακας 1.3: Φυσικές ιδιότητες φωσφόρου	4
Πίνακας 2.1: Κοκκομετρία υλικού δ που αποκενώνεται στις διαφορετικές θέσεις	11
Πίνακας 2.2: Τεχνικά χαρακτηριστικά εργαστηριακού δονητή κοσκίνων	19
Πίνακας 2.3: Τεχνικά χαρακτηριστικά πλανητικού μύλου	21
Πίνακας 4.1: Προσδιορισμός στροφών και εδικής ενέργειας για κάθε δείγμα του κλάσματος 16-22,4 mm	36
Πίνακας 4.2: Προσδιορισμός απώλειας βάρους για κάθε δείγμα του κλάσματος 16-22,4 mm	37
Πίνακας 4.3: Βάρος % Αθροιστικώς διερχόμενο για το κλάσμα 16-22,4 mm	38
Πίνακας 4.4: Προσδιορισμός στροφών και εδικής ενέργειας για κάθε δείγμα του κλάσματος 16-22,4 mm	42
Πίνακας 4.5: Προσδιορισμός απώλειας βάρους για κάθε δείγμα του κλάσματος 4-5,6 mm	42
Πίνακας 4.6: Βάρος % Αθροιστικώς διερχόμενο για το κλάσμα 4-5,6 mm	43
Πίνακας 4.7: Προσδιορισμός στροφών και εδικής ενέργειας για κάθε δείγμα του κλάσματος 16-22,4 mm	46
Πίνακας 4.8: Προσδιορισμός απώλειας βάρους για κάθε δείγμα του κλάσματος 4-5,6 mm	47
Πίνακας 4.9: Βάρος % Αθροιστικώς διερχόμενο για το κλάσμα 1-1,4 mm	47
Πίνακας 5.1: Χημική Ανάλυση αρχικού υλικού με τη μέθοδο της ατομικής απορρόφησης	51
Πίνακας 5.2: Κοκκομετρική ανάλυση του 1/32 της ποσότητας του αρχικού υλικού	52
Πίνακας 5.3: Χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων κοκκομετρικών κλασμάτων αρχικού υλικού	53
Πίνακας 5.4: Ποσοστό βάρους των ορυκτών του αρχικού δείγματος φωσφορίτη	54
Πίνακα 6.1: Αποτελέσματα βαρυτομετρικού διαχωρισμού με βαρύ υγρό πυκνότητας 2,7 g/cm ³	58

Πίνακα 6.2: Αποτελέσματα βαρυτομετρικού διαχωρισμού με βαρύ υγρό πυκνότητας 2,65 g/cm ³	63
Πίνακας 7.1: Κοκκομετρική ανάλυση προϊόντων λειοτρίβησης	71
Πίνακας 7.2: Σύγκριση του αθροιστικώς διερχόμενου προϊόντος με την ειδική ενέργεια λειοτρίβησης	73
Πίνακας 7.3: Σύγκριση του αθροιστικώς παραγόμενου προϊόντος με την ειδική ενέργεια λειοτρίβησης	74
Πίνακας 7.4: Χημική Ανάλυση των προϊόντων -0,063 mm όλων των λειοτριβήσεων	75
Πίνακας 7.5: Χημική Ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων των προϊόντων λειοτρίβησης για 15 min	77
Πίνακας 7.6 Ποσότητα προστιθέμενων αλκοολών στα αντιδραστήρια	81
Πίνακας 7.7: Χαρακτηριστικά επίπλευσης με ελαϊκό οξύ	85
Πίνακας 7.8: Κατανομή βάρους % στα προϊόντα επίπλευσης με ελαϊκό οξύ	85
Πίνακας 7.9: Χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα προϊόντα επίπλευσης με ελαϊκό οξύ	87
Πίνακας 7.10: Κατανομή βάρους, χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα αθροιστικώς επιπλεύσαντα προϊόντα με ελαϊκό οξύ	89
Πίνακας 7.11: Κατανομή βάρους, χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα αθροιστικώς βυθισθέντα προϊόντα με ελαϊκό οξύ	90
Πίνακας 7.12: Βαθμός διαχωρισμού με αντιδραστήριο ελαϊκό οξύ	92
Πίνακας 7.13: Χαρακτηριστικά επίπλευσης με δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο Πίνακας7.14: Κατανομή βάρους % στα προϊόντα επίπλευσης με	93
δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο	94
Πίνακας 7.15: Χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα προϊόντα επίπλευσης με δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο	95
Πίνακας 7.16: Κατανομή βάρους, χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα αθροιστικώς επιπλεύσαντα προϊόντα με δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο	97
Πίνακας 7.17: Κατανομή βάρους, χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα αθροιστικώς βυθισθέντα προϊόντα με δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο	98
Πίνακας 7.18: Βαθμός διαχωρισμού με δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο	100
Πίνακας 7.19: Χαρακτηριστικά επίπλευσης με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο	101

Πίνακας 7.20: Κατανομή βάρους % στα προϊόντα επίπλευσης με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο	102
Πίνακας 7.21: Χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα προϊόντα επίπλευσης με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο	103
Πίνακας 7.22: Κατανομή βάρους, χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα αθροιστικώς επιπλεύσαντα προϊόντα με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο	105
Πίνακας 7.23: Κατανομή βάρους, χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα αθροιστικώς βυθισθέντα προϊόντα με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο	106
Πίνακας 7.24: Βαθμός διαχωρισμού με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο	108
Πίνακας 7.25: Χαρακτηριστικά επίπλευσης με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο	110
Πίνακας 7.26: Κατανομή βάρους % στα προϊόντα επίπλευσης με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο	110
Πίνακας 7.27: Χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα προϊόντα επίπλευσης με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο	112
Πίνακας 7.28: Κατανομή βάρους, χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα αθροιστικώς επιπλεύσαντα προϊόντα με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο	114
Πίνακας 7.29: Κατανομή βάρους, χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα αθροιστικώς βυθισθέντα προϊόντα με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο	115
Πίνακας 7.30: Βαθμός διαχωρισμού με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο	117
Πίνακας 7.31: Χαρακτηριστικά επίπλευσης με δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο	118
Πίνακας7.32: Κατανομή βάρους % στα προϊόντα επίπλευσης με δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο	119
Πίνακας 7.33: Χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα προϊόντα επίπλευσης με δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο	120
Πίνακας 7.34: Κατανομή βάρους, χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα αθροιστικώς επιπλεύσαντα προϊόντα με δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο	122
Πίνακας 7.35: Κατανομή βάρους, χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα αθροιστικώς βυθισθέντα προϊόντα με δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο	123
Πίνακας 7.36: Βαθμός διαχωρισμού με δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο	125

Πίνακας 8.1: Απώλεια πύρωσης αρχικού υλικού φωσφορίτη	128
Πίνακας 8.2: Μετρήσεις pH και θερμοκρασίας σε πολφό απύρωτου και πυρωμένου αρχικού δείγματος	128
Πίνακας 8.3 Κατανομή βάρους % στα προϊόντα της υγρής κοσκίνησης	129
Πίνακας 8.4: Χημική ανάλυση προϊόντων υγρής κοσκίνησης	130

ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Για την πραγματοποίηση της παρούσας διπλωματικής εργασίας χρησιμοποιήθηκαν 20 kg συμπαγούς φωσφορίτη. Με την ποσότητα αυτή πραγματοποιήθηκε αρχικά μελέτη θραύσης του πετρώματος σε αυτοσχέδιο φυγοκεντρικό σπαστήρα που αποτελεί εξοπλισμό του εργαστηρίου Εμπλουτισμού Μεταλλευμάτων του τμήματος Μηχανικών Ορυκτών Πόρων. Η μελέτη έγινε σε τρία κοκκομετρικά κλάσματα (16 - 22,4 mm, 4 -5,6 mm, 1- 1,4 mm) που δημιουργήθηκαν με θραύση και των 20 kg σε εργαστηριακό σιαγονωτό σπαστήρα. Για κάθε κλάσμα συγκεντρώθηκαν τέσσερα κιλά, τα οποία χωρίστηκαν σε τέσσερα μέρη του ενός κιλού με χρήση του διαχωριστή Jones. Για κάθε δείγμα του ενός κιλού πραγματοποιήθηκε θραύση στον φυγοκεντρικό σπαστήρα σε διαφορετικές στροφές του κινητήρα του σπαστήρα. Ακολούθως πραγματοποιήθηκε κοκκομετρική ανάλυση των προϊόντων θραύσης σε εργαστηριακό δονητή κοσκίνων.

Με την ολοκλήρωση της μελέτης θραύσης, πραγματοποιήθηκε χημική και ορυκτολογική ανάλυση του αρχικού δείγματος φωσφορίτη ώστε να είναι γνωστή η ποιότητά του πριν τον επερχόμενο εμπλουτισμό του. Αναφορικά με τη χημική ανάλυση, για το αρχικό δείγμα φωσφορίτη προσδιορίστηκε η περιεκτικότητα του σε P_2O_5 με τη μέθοδο της φασματομετρίας ορατού – υπεριώδους, η περιεκτικότητά του σε CaO, Fe₂O₃ και SiO₂ με τη μέθοδο της φασματομετρίας ατομικής απορρόφησης καθώς και η απώλεια πύρωσης. Για το αρχικό δείγμα φωσφορίτη προέκυψε ότι η περιεκτικότητά του στα παραπάνω χημικά στοιχεία είναι 11,62 % P_2O_5 , 38,76 % CaO, 0,28 % Fe₂O₃, 3,25 % SiO₂, 29,78 % LOI. Σε ότι αφορά την ορυκτολογική ανάλυση, έγινε προσδιορισμός των ορυκτών από τα οποία αποτελείται ο φωσφορίτης. Για το σκοπό αυτό χρησιμοποιήθηκε περιθλασίμετρο ακτίνων X και μεταλλογραφικό μικροσκόπιο. Συγκεκριμένα το δείγμα φωσφορίτη (11 %) και χαλαζία (3 %).

Στη συνέχεια πραγματοποιήθηκε βαρυτομετρικός διαχωρισμός του αρχικού δείγματος φωσφορίτη, μεγέθους 0,5-4 mm, με χρήση δύο βαρέων υγρών πυκνότητας 2,65 και 2,7g/cm³. Για τα προϊόντα (επιπλεύσαντα και βυθισθέντα) του βαρυτομετρικού διαχωρισμού πραγματοποιήθηκε χημική ανάλυση με τη μέθοδο του φθορισμού των ακτίνων Χ. Τα αποτελέσματα έδειξαν ότι καλύτερος

1

εμπλουτισμός επιτεύχθηκε με τη χρήση του βαρέως υγρού πυκνότητας 2,7 g/cm³ όπου το συμπύκνωμα παρουσίαζε περιεκτικότητα σε P_2O_5 15,7 %.

Ο εμπλουτισμός του μεταλλεύματος με επίπλευση αποτέλεσε την επόμενη μέθοδο που χρησιμοποιήθηκε. Η επιτυχία μιας επίπλευσης καθορίζεται από το μέγεθος των κόκκων αλλά και από το είδος των αντιδραστηρίων που θα χρησιμοποιηθούν. Για την εύρεση του κατάλληλου μεγέθους που πρέπει να έχουν οι κόκκοι φωσφορίτη πραγματοποιήθηκαν πέντε δοκιμές υγρής λειοτρίβησης σε σφαιρόμυλο. Κάθε δοκιμή διέφερε από την άλλη μόνο ως προς τον χρόνο λειοτρίβησης. Οι χρόνοι λειοτρίβησης ήταν 5 λεπτά, 10 λεπτά, 15 λεπτά, 20 λεπτά, 25 λεπτά. Από όλους τους προαναφερθέντες χρόνους επιλέχτηκε ως χρόνος λειοτρίβησης του προς επίπλευση δείγματος φωσφορίτη τα 15 λεπτά καθώς είναι ο οικονομικότερος ενεργειακά χρόνος λειοτρίβησης κατά τον οποίο παράγεται σε μεγάλο ποσοστό υλικό μεγέθους μικρότερο από 0,2 mm.

Αναφορικά με την επίπλευση, συνολικά πραγματοποιήθηκαν είκοσι δοκιμές επίπλευσης χρησιμοποιώντας πέντε αντιδραστήρια. Συγκεκριμένα για κάθε αντιδραστήριο έγιναν τέσσερεις επιπλεύσεις. Τα αντιδραστήρια που χρησιμοποιήθηκαν είναι:

- Ελαϊκό οξύ
- Δισ(πρόπυλο)φωσφορικό νάτριο
- Δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο
- Δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο
- Δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο

Για όλα τα προϊόντα των δοκιμών επίπλευσης πραγματοποιήθηκαν χημικές αναλύσεις με τη μέθοδο του φθορισμού των ακτίνων Χ. Με βάση τις χημικές αναλύσεις δεν προέκυψε κάποια εμφανής διαφορά στην περιεκτικότητα των προϊόντων επίπλευσης σε P₂O₅ με τη χρήση των προαναφερθέντων αλκυλοφωσφορικών ενώσεων. Η περιεκτικότητα αυτή ήταν της τάξης του 12,5 %. Σημειώνεται ότι ο καλύτερος εμπλουτισμός από όλα τα αντιδραστήρια έγινε με χρήση του ελαϊκού οξέος.

Τέλος σε μικρή λειοτριβημένη ποσότητα έγινε δοκιμή καυστικοποίησης, δηλαδή πύρωσης για έξι ώρες στους 950° C και στη συνέχεια ενυδάτωση. Ο φωσφορίτης αποτελείται από ασβεστίτη και απατίτη. Ο ασβεστίτης διασπάται στην ανωτέρω θερμοκρασία σε οξείδιο του ασβεστίου ενώ ο απατίτης παραμένει ανέπαφος. Με την ενυδάτωση του πυρωμένου προϊόντος το οξείδιο του ασβεστίου μετατράπηκε σε υδροξείδιο του ασβεστίου. Έτσι προέκυψε πολφός υδροξειδίου του ασβεστίου, για τον οποίο πραγματοποιήθηκε υγρή κοσκίνιση σε κόσκινο 63 μm. Για τα προϊόντα της υγρής κοσκίνισης, μετά από διήθηση και ξήρανση πραγματοποιήθηκε χημική ανάλυση από την οποία προέκυψε ότι το προϊόν +63 μm έχει περιεκτικότητα σε P_2O_5 13,43 % ενώ το προϊόν -63 μm 9,02 %. Με την πύρωση και ενυδάτωση αρχικού δείγματος φωσφορίτη προέκυψε προϊόν ελαφρώς εμπλουτισμένο σε P2O5 καθώς μια ποσότητα του CaO απομακρύνθηκε υπό μορφή $Ca(OH)_2$.

Σημειώνεται ότι οι μέθοδοι της φασματομετρίας ατομικής απορρόφησης και ορατού – υπεριώδους χρησιμοποιήθηκαν για να γίνει η ποιοτική ανάλυση δειγμάτων που χρησιμοποιήθηκαν σαν πρότυπα στη βαθμονόμηση που απαιτείται για XRF. Για το λόγο αυτό, η χημική ανάλυση των προϊόντων του βαρυτομετρικού διαχωρισμού, της λειοτρίβησης, της επίπλευσης και της καυστικοποίησης έγινε με τη μέθοδο φθορισμού των ακτίνων Χ.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1: ΦΩΣΦΟΡΟΣ ΚΑΙ ΦΩΣΦΟΡΙΤΗΣ

1.1: Ιδιότητες φωσφόρου

Ο φωσφόρος είναι ένα χημικό στοιχείο με το σύμβολο P που ανήκει στην τρίτη περίοδο και στην πέμπτη κύρια ομάδα (V₅ ή 15) του περιοδικού πίνακα των χημικών στοιχείων. Ανακαλύφθηκε το 1669 από το γερμανό φαρμακοποιό και αλχημιστή Hennig Brand με ξηρά απόσταξη ανθρώπινων ούρων.

Ο φωσφόρος εμφανίζεται με τέσσερεις στερεές φυσικές μορφές, το λευκό, το ερυθρό, το μαύρο και το μωβ φωσφόρο. Κάθε μία μορφή σχηματίζει διαφορετική κρυσταλλική δομή με αποτέλεσμα να παρουσιάζει διαφορετικές φυσικές ιδιότητες. Ορισμένες από αυτές παρουσιάζονται στους παρακάτω πίνακες.

Πίνακας 1.1: Ταυτότητα του στοιχείου

CAS-ID	12185-10-3 (λευκός φωσφόρος)
	7723-14-0 (ερυθρός φωσφόρος)
Κατηγορία	Αμέταλλα

Πίνακας 1.2: Ατομικές ιδιότητες φωσφόρου

Ατομικός αριθμός (Ζ)	15
Ατομικό βάρος (amu)	30,97376
Ηλεκτρονιακή διαμόρφωση	$1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^3$

Πίνακας 1.3: Φυσικές ιδιότητες φωσφόρου

Πυκνότητα (g/cm ³)	1,823 (λευκός φωσφόρος)
	2-2,4 (ερυθρός φωσφόρος)
	2,69 (μαύρος φωσφόρος)
Θερμοκρασίας τήξης (°C)	44,2 (λευκός φωσφόρος)
Σημείο Βρασμού (°C)	280,5 (λευκός φωσφόρος)

1.2: Κύκλος φωσφόρου

Ορυκτά του φωσφόρου εμφανίστηκαν στον φλοιό της Γης είτε από τη διάβρωση μαγματικών πετρωμάτων και μεταφορά των τεμαχίων στη θάλασσα είτε από υποθαλάσσιες ηφαιστειακές εκχύσεις. Τα κυριότερα κοιτάσματα φωσφοριτών προήλθαν από τη διαγένεση πλούσιων σε φωσφόρο θαλάσσιων ιζημάτων, τα οποία με το πέρας εκατομμυρίων ετών αναδύθηκαν, με αποτέλεσμα να απαντώνται σήμερα στον ηπειρωτικό φλοιό. Σε περίπτωση που τα πετρώματα αυτά εκτίθενται στην ατμόσφαιρα, διαβρώνονται από τον ατμοσφαιρικό αέρα και τα διάφορα κλιματολογικά φαινόμενα που επικρατούν όπως (βροχή, χιονόπτωση, ζέστη, κρύο). Με επίδραση της βαρύτητας και κυρίως των επιφανειακών υδάτων τα τεμαχίδια καταλήγουν στις θάλασσες. Κατά τη μεταφορά αυτή ο φωσφόρος που βρίσκεται μέσα σε ορυκτά διαλύεται μέσα στο νερό. Έτσι και στα επιφανειακά ρέοντα νερά αλλά και στις θάλασσες ο φωσφόρος βρίσκεται υπό διαλελυμένη μορφή.

Ο διαλυμένος στα νερά της θάλασσας φωσφόρος είτε καθιζάνει και σχηματίζει θαλάσσια ιζήματα είτε προσλαμβάνεται από το πλαγκτόν της θάλασσας. Μετά τον θάνατο τους ο φωσφόρος απελευθερώνεται είτε υπό διαλελυμένη μορφή μέσα στα νερά είτε καθιζάνει στον πυθμένα των θαλασσών ως συστατικό του κελύφους του πλαγκτόν σχηματίζοντας ιζηματογενείς αποθέσεις.

Ο φωσφόρος που είναι διαλελυμένος στα επιφανειακά νερά δεσμεύεται από τα φυτά. Από τα φυτά μεταφέρεται στη συνέχεια στα φυτοφάγα ζώα που τρέφονται με τα φυτά. Ακολούθως ο φωσφόρος περνάει στα σαρκοφάγα ζώα. Με τον θάνατο των τελευταίων ο φωσφόρος είναι και πάλι διαθέσιμος στα φυτά.

Ένας διαφορετικός τρόπος μεταφοράς του φωσφόρου είναι οι εκκρίσεις πτηνών, τα οποία τρέφονται με ψάρια τα οποία περιέχουν φωσφόρο.

Με την εξόρυξη μεταλλεύματος φωσφορίτη, παράγονται λιπάσματα που χρησιμοποιούνται στη γεωργία. Λόγω αυτής της δραστηριότητας, ο φωσφόρος επιστρέφει και πάλι στο έδαφος με αποτέλεσμα να ολοκληρώνεται ο κύκλος.

5



Σχήμα 1.1: Κύκλος φωσφόρου (Πηγή:<u>http://www.wadsworthmedia.com/biology/starr_udl11_tour/phos_anim.htm</u>)

1.3: Απατίτης

Στη φύση, ο φωσφόρος δεν εμφανίζεται σε στοιχειακή κατάσταση αλλά είναι ενωμένος με άλλα στοιχεία σχηματίζοντας ορυκτά. Κύρια ορυκτά του φωσφόρου αποτελούν ο φθοροαπατίτης, ο υδροξυαπατίτης, ο χλωραπατίτης και ο ανθρακοαπατίτης. Τα ορυκτά αυτά ανήκουν σε μια ομάδα με γενική ονομασία απατίτης. Ο απατίτης έχει χημικό τύπο $Ca_5(PO_4)_3(OH,F,Cl)$. Συγκεκριμένα ο απατίτης που περιέχει φθόριο (F) μέχρι 3,8% κατά βάρος ονομάζεται φθοροαπατίτης. Όταν περιέχει ανιόντα υδροξυλίου (OH⁻) καλείται υδροξυαπατίτης. Σε περίπτωση που εμφανίζονται ανθρακικές ρίζες (CO_3^{2-}), ο απατίτης ονομάζεται ανθρακοαπατίτης.

(Πηγή: <u>www.metal.ntua.gr/uploads/3472/432/10_fwsfata.ppt</u>)

Ο απατίτης κρυσταλλώνεται στο εξαγωνικό σύστημα και ανήκει στην εξαγωνική διπυραμιδική τάξη (6/m-C_{6h}). Η τάξη αυτή έχει έναν άξονα στροφής έκτης τάξης και κάθετα σε αυτόν ένα επίπεδο συμμετρίας. Σχηματίζει βραχυστηλοειδείς, μακρυστηλοειδείς ή πλακοειδείς κρυστάλλους. Ο απατίτης που απαντάται σε ιζηματογενείς σχηματισμούς έχει κρυπτοκρυσταλλική μορφή. (Κωστάκης, 2005)



Σχήμα 1.2: Κρυσταλλική δομή απατίτη ως προς τον άξονα c με κυψελίδα που οριοθετείται από τις διακεκομμένες γραμμές.

(http://www.mineralienatlas.de/lexikon/index.php/Bildanzeige?pict=1329255597)

Το όνομά του προέρχεται από την ελληνική λέξη απατώ καθώς το ορυκτό αυτό εμφανίζεται με πολλές μορφές και με πολλά χρώματα και έτσι είναι δυνατόν να συγχέεται με άλλα ορυκτά όπως ο ασβεστίτης και ο χαλαζίας. Ο απατίτης είναι ένα πιεζοηλεκτρικό ορυκτό που λιώνει δύσκολα στη φωτιά, είναι αδιάλυτο στο νερό και προσβάλλεται από οξέα.

Ορισμένα ορυκτολογικά χαρακτηριστικά του απατίτη είναι

- Κρυσταλλικό σύστημα: Εξαγωνικό
- Χρώμα: Λευκό, κίτρινο, κόκκινο, πράσινο, ιώδες
- Πυκνότητα: 3,2 g/cm³
- Σκληρότητα κατά Mohs: 5
- Γραμμή κόνεως: Λευκή
- Λάμψη: Υαλώδης

1.4: Φωσφορικά κοιτάσματα

Ως φωσφορικό κοίτασμα ονομάζεται η οικονομική συγκέντρωση ορυκτών του φωσφόρου. Τα φωσφορικά κοιτάσματα ανάλογα του τρόπου γένεσής τους διακρίνονται σε εκρηξιγενή, ιζηματογενή και γκουανό. Κύριο ορυκτό στα φωσφορικά κοιτάσματα είναι ο απατίτης. Ειδικότερα για ιζηματογενούς προέλευσης φωσφορικό κοίτασμα ο απατίτης είναι γνωστός ως φρανκολίτης, υποδηλώνοντας με αυτόν τον τρόπο την κρυπτοκρυσταλλικότητά του. Ορισμένα σύνδρομα ορυκτά που απαντώνται σε ένα πυριγενούς προέλευσης φωσφορικό κοίτασμα είναι: πυρόξενοι, νεφελίνης, άστριοι, βιοτίτης, κεροστίλβη, χαλαζίας. Σε κοίτασμα ιζηματογενούς προέλευσης απαντώνται ασβεστίτης, χαλαζίας, οξείδια του σιδήρου, οργανική ύλη (Αναστασάκης, 1989).

Ένα μετάλλευμα φωσφόρου χρησιμοποιείται κατά κύριο λόγο στην μεταλλουργία για την παραγωγή του στοιχειακού φωσφόρου Ρ καθώς και στη χημική βιομηχανία για την παραγωγή φωσφορικών λιπασμάτων (Σικαλίδης, Κ. και Χατζησπύρου, Σ., 2005)

Μεταλλουργία φωσφόρου

Για την παραγωγή του στοιχειακού φωσφόρου, το μετάλλευμα μαζί με διοξείδιο του πυριτίου και με άνθρακα πυρώνεται στους (1300° – 1500° C) σε ηλεκτρική κάμινο και πραγματοποιείται η παρακάτω χημική αντίδραση:

$$Ca_5F (PO_4)_3 + 18SiO_2 + 30C \rightarrow 18CaSiO_3 + 2CaF_2 + 30CO + 3P_4$$
 (1.1)

Στη συνέχεια ο στοιχειακός φώσφορος καίγεται και παράγεται πεντοξείδιο του φωσφόρου με βάση την χημική αντίδραση:

 $P_4 + 5O_2 \rightarrow 2P_2O_5 \qquad (1.2)$

Χημική βιομηχανία φωσφορικών λιπασμάτων

Τα μεταλλεύματα φωσφόρου χρησιμοποιούνται στη χημική βιομηχανία για την παραγωγή φωσφορικού οξέος που αποτελεί απαραίτητη ουσία για την παραγωγή φωσφορικών λιπασμάτων.

Η παραγωγή φωσφορικού οξέος γίνεται με διαλυτοποίηση του μεταλλεύματος με χρήση θειικού οξέος (H₂SO₄) με βάση την παρακάτω κύρια χημική αντίδραση:

$$Ca_{5}F (PO_{4})_{3} + 5H_{2}SO_{4} \rightarrow 5CaSO_{4} + 3H_{3}PO_{4} + HF \quad (1.3)$$

Σημειώνεται ότι το μετάλλευμα δεν αποτελείται μόνο από το ορυκτό φθροροαπατίτη Ca₅F(PO₄)₃ αλλά και από άλλα ορυκτά, όπως ο ασβεστίτης (CaCO₃), ο χαλαζίας (SiO₂), ο αιματίτης (Fe₂O₃). Το γεγονός αυτό οδηγεί στην πραγματοποίηση δευτερευόντων χημικών αντιδράσεων μεταξύ των προϊόντων της κύριας χημικής αντίδρασης και των υπόλοιπων συστατικών του μεταλλεύματος όπως:

 $SiO_2 + 4HF \rightarrow SiF_4 + 2H_2O$ (1.4)

 $SiO_2 + 6HF \rightarrow H_2SiF_6 + 2H_2O \qquad (1.5)$

 $Fe_2O_3.Al_2O_3 + 4H_3PO_4 \rightarrow 2 (FePO_4.AlPO_4) + 6H_2O$ (1.6)

$$CaCO_3 + H_2SO_4 + H_2O \rightarrow CaSO_4.2H_2O + CO_2 \qquad (1.7)$$

Από τις παραπάνω χημικές αντιδράσεις προκύπτουν διάφοροι περιορισμοί στη σύσταση που θα πρέπει να έχει το μετάλλευμα. Συγκεκριμένα,

- Το μετάλλευμα πρέπει να έχει μικρή περιεκτικότητα σε F και SiO₂ ώστε να παράγονται μικρές ποσότητες από τα επικίνδυνα αέρια HF και SiF₄.
- Το μετάλλευμα πρέπει να έχει μικρή περιεκτικότητα σε Fe₂O₃ και Al₂O₃ ώστε να αποφευχθεί τυχόν κατανάλωση του χρήσιμου για τα λιπάσματα H₃PO₄.

Το μετάλλευμα πρέπει να έχει όσο το δυνατόν μικρότερη περιεκτικότητα σε
 CaO ώστε να αποφεύγεται μεγάλη κατανάλωση H₂SO₄ καθώς και στη μείωση εκπομπών CO₂ που προκαλεί άφρισμα του πολφού.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2: ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΕΣ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΕΣ

2.1: Θραύση

Η θραύση αποτελεί το πρώτο στάδιο ελάττωσης του μεγέθους του υλικού που εξορύσσεται από ένα μεταλλείο με σκοπό την αποδέσμευση των ορυκτών του μεταλλεύματος.

Γενικά υπάρχουν τα παρακάτω είδη δυνάμεων που μπορούν να προκαλέσουν θραύση: (Σταμπολιάδης, 2008)

 Θλίψη: Οι θλιπτικές δυνάμεις είναι το αποτέλεσμα συμπίεσης ενός τεμαχιδίου μεταξύ δύο επιφανειών. Τα μηχανήματα όπου εφαρμόζονται τέτοιου είδους δυνάμεις είναι ο σιαγονωτός σπαστήρας, ο γυροσκοπικός και ο κωνικός σπαστήρας.

 Κρούση: Οι κρουστικές δυνάμεις εξασκούνται όταν ένα τεμαχίδιο προσκρούει σε κινούμενη επιφάνεια ή αντιστρόφως. Οι σπαστήρες που ανήκουν σε αυτή τη κατηγορία είναι οι σφυρόμυλοι, οι ραβδόμυλοι, οι σφαιρόμυλοι και οι μύλοι αυτογενούς λειοτρίβησης.

Τριβή: Η τριβή εμφανίζεται όταν το υλικό βρίσκεται μεταξύ δύο παράλληλων
 και αντιθέτως κινούμενων επιφανειών. Σε αυτή τη κατηγορία ανήκουν ο σφυρόμυλος, ο ραβδόμυλος και ο σφαιρόμυλος.

Διάτμηση: Πρόκειται για μια εφελκυστική δύναμη και έχει εφαρμογή στους
 σφυρόμυλους και οδοντωτούς κυλινδρόμυλους.

Για την εκτέλεση της παρούσας μελέτης χρησιμοποιήθηκαν: Εργαστηριακός σιαγονωτός σπαστήρας, εργαστηριακός κωνικός σπαστήρας και αυτοσχέδιος φυγοκεντρικός σπαστήρας.

2.1.1: Εργαστηριακός σιαγονωτός σπαστήρας

Ο σιαγονωτός σπαστήρας του εργαστηρίου Εμπλουτισμού είναι τύπου FRITSCH PULVERISETTE 1. Αποτελείται από δύο επιφάνειες, μία κατακόρυφη που παραμένει πάντα ακίνητη και μία κινούμενη που βρίσκεται απέναντι από την πρώτη και έχει ορισμένη κλίση.

Η κίνηση της σιαγόνας επιτυγχάνεται από το κάτω σημείο της επιφάνειάς της με αποτέλεσμα το μέγεθος των προϊόντων να μεταβάλλεται. Αυτό επιτυγχάνεται με τη

10

χειροκίνητη αυξομείωση του χώρου αποκένωσης με έναν λεβιέ που μπορεί να μετακινηθεί σε πέντε διαφορετικές θέσεις και συγκεκριμένα από τη θέση 1 στη θέση 5.

Στη θέση 1 δημιουργούνται τα πιο λεπτόκοκκα τεμαχίδια που μπορεί να προκύψουν από θραύση υλικού. Όσο αυξάνεται ο αριθμός τόσο αυξάνεται και το μέγεθος των προϊόντων θραύσης, με τη θέση 5 να αποτελεί τη θέση στην οποία το σπασμένο υλικό έχει το μεγαλύτερο δυνατό μέγεθος.



Σχήμα 2.1 : Εργαστηριακός σιαγονωτός σπαστήρας

Πίνακας 2.1: Κοκκομετρία υλικού δ που αποκενώνεται στις διαφορετικές θέσεις (Πετράκης, 2004)

Θέση	$\delta_{\min}(mm)$	$\delta_{max}(mm)$	$\delta_{avg}(mm)$
1	1	3	2
2	2	5	3,5
3	4	9	6,5
4	6	12	9
5	9	15	12

Τα υλικά κατασκευής αυτών των επιφανειών είναι μαγγανιούχος χάλυβας ή κράματα από Fe-Cr-Ni. Η τροφοδοσία του με υλικό γίνεται χειροκίνητα ακριβώς πάνω από το χώρο θραύσης. Κάθε κόκκος που έχει μέγεθος μεγαλύτερο από το άνοιγμα του πάνω μέρους των σιαγόνων δέχεται θλιπτικές δυνάμεις και θραύεται σε μικρότερους, οι οποίοι απελευθερώνονται κατά την απομάκρυνση των σιαγόνων και συλλέγονται σε συρτάρι στο κάτω μέρος του σπαστήρα.

2.1.2: Εργαστηριακός κωνικός σπαστήρας

Ο κωνικός σπαστήρας του εργαστηρίου Εμπλουτισμού χρησιμοποιείται όταν απαιτείται θραύση του υλικού κάτω από 2 mm. Αποτελείται από έναν όρθιο εσωτερικό κώνο που είναι ελεύθερος στο πάνω άκρο και στηρίζεται από το κάτω μέρος. Ο εξωτερικός κώνος είναι επίσης όρθιος αλλά παραμένει ακίνητος κατά τη διάρκεια της θραύσης. Η θραύση επιτυγχάνεται με την κίνηση του εσωτερικού κώνου και τη σύνθλιψη των κόκκων μεταξύ του εσωτερικού και του εξωτερικού κώνου. (Σταμπολιάδης, 2008)



Σχήμα 2.2: Εργαστηριακός κωνικός σπαστήρας

2.1.3: Αυτοσχέδιος Φυγοκεντρικός σπαστήρας

Ο φυγοκεντρικός σπαστήρας, που αποτελεί αντικείμενο μελέτης του πρώτου μέρους της παρούσας εργασίας, σχεδιάστηκε από τον Κύριο Σταμπολιάδη Ηλία και κατασκευάστηκε από την εταιρία *Εργαλειοτεχνική Κρήτης*. Το σχήμα του είναι κυλινδρικό και αποτελείται από τα εξής μέρη:

Το πάνω μέρος του σπαστήρα περιλαμβάνει ένα καπάκι το οποίο ασφαλίζεται πάνω στο κυρίως σώμα με τρία κουμπώματα. Στο κέντρο του καπακιού υπάρχει ένα κυκλικό άνοιγμα από όπου γίνεται η τροφοδοσία του σπαστήρα με υλικό.

Το κυρίως μέρος του σπαστήρα αποτελούν τα τοιχώματα, τα οποία από την εσωτερική μεριά φέρουν επένδυση οδοντωτού σχήματος. Το σχήμα αυτό βοηθά στην καλύτερη θραύση των κόκκων καθώς αυτοί προσπίπτουν στα τοιχώματα με γωνία 45°. Επιπλέον στο εσωτερικό μέρος και στο κέντρο υπάρχει ένας οριζόντιος δίσκος διαμέτρου 0,5m που φέρει μία μπάρα και κατά τη διάρκεια της θραύσης αυτός περιστρέφεται.

Το κάτω μέρος του σπαστήρα περιλαμβάνει ένα κυκλικό άνοιγμα από όπου απομακρύνεται το σπασμένο υλικό, το οποίο συλλέγεται σε ένα δοχείο που είναι τοποθετημένο ακριβώς κάτω από το άνοιγμα. Κατά τη διάρκεια της θραύσης ένα καπάκι σφραγίζει το άνοιγμα καθώς

α) αποφεύγεται η απώλεια υλικού, το οποίο παραμένει μέσα στο σπαστήρα

β) ελαττώνεται η εκπομπή σκόνης

γ) το δοχείο κάτω από το σημείο εξόδου του υλικού απομακρύνεται από τη θέση
 του αφού προκαλεί θόρυβο.

Δίπλα από το δοχείο υπάρχει ακόμη ένας διακόπτης ρύθμισης των στροφών του κινητήρα. (Stamboliadis E et al, 2012)



Σχήμα 2.3: Αυτοσχέδιος φυγοκεντρικός σπαστήρας

2.1.3.1: Υπολογισμός φυγόκεντρης ταχύτητας

Ας υποθέσουμε ένα δίσκο ακτίνας R με μία αντιδιαμετρική μπάρα στην επιφάνειά του που περνά από το κέντρο του. Ο δίσκος περιστρέφεται οριζοντίως με συχνότητα N και κάθε κόκκος πάνω σε αυτόν αναγκάζεται να περιστραφεί από τη μπάρα. Έστω ένας κόκκος μάζας m να είναι σε απόσταση r από το κέντρο της περιστροφής. Σε αυτό το σημείο ο κόκκος έχει μία περιφερειακή ταχύτητα που δίνεται από την εξίσωση (2.1).

$$v_{p} = 2 * \pi * r * N \tag{2.1}$$

Στον κόκκο ασκείται μία φυγόκεντρη δύναμη F_c η οποία σχετίζεται με την περιφερειακή ταχύτητα σύμφωνα με την εξίσωση (2.2)

$$F_{c} = \frac{m^{*} v_{p}^{2}}{r}$$
(2.2)

Η φυγόκεντρος δύναμη μετακινεί τον κόκκο προς την περίμετρο με μία επιτάχυνση που υπολογίζεται από το νόμο του Νεύτωνα και που δίνεται από την εξίσωση (2.3).

$$F_c = m^* \gamma_c \tag{2.3}$$

Αντικαθιστώντας τις εξισώσεις (2.1) και (2.2) στην εξίσωση (2.3) παίρνουμε την εξίσωση (2.4) σύμφωνα με την οποία:

$$\gamma_c = (2 * \pi * N)^2 * r \tag{2.4}$$

Από τους νόμους της κίνησης έχουμε τη σχέση μεταξύ της ταχύτητας, του χρόνου και της ακτίνας που δίνεται από την εξίσωση (2.5) και τη σχέση μεταξύ της ταχύτητας, του χρόνου και της επιτάχυνσης που δίνεται από τη σχέση (2.6).

$$v_c = \frac{dr}{dt} \tag{2.5}$$

$$\gamma_c = \frac{dv_c}{dt} \tag{2.6}$$

Εξισώνοντας και απαλείφοντας το dt από τις εξισώσεις (2.5) και (2.6) προκύπτει η σχέση (2.7)

$$\frac{dv_c}{\gamma_c} = \frac{dr}{v_c} \qquad \dot{\eta} \qquad v_c * dv_c = \gamma_c * dr \qquad (2.7)$$

Αντικαθιστώντας την εξίσωση (2.4) στην εξίσωση (2.7) προκύπτει η διαφορική εξίσωση (2.8) που σχετίζει με τη φυγόκεντρη επιτάχυνση προς την ακτίνα, η οποία ακτίνα είναι η απόσταση από το σημείο περιστροφής του δίσκου (που είναι το κέντρο του).

$$v_c * dv_c = (2 * \pi * N)^2 * r * dr$$
 (2.8)

Με ολοκλήρωση της σχέσης (2.8) προκύπτει:

$$v_c = 2 * \pi * N * r + C \tag{2.9}$$

Για r=0 (κέντρο του δίσκου) η ταχύτητα του κόκκου είναι μηδενική δηλαδή $v_c=0$ και συνεπώς από την σχέση (2.9) προκύπτει ότι C=0.

Τη στιγμή που ο κόκκος απομακρύνεται από το δίσκο (r=R) η φυγόκεντρη αξονική ταχύτητα δίνεται από τη σχέση

$$V_c = 2 * \pi * R * N \tag{2.10}$$

Την ίδια στιγμή η περιφερειακή ταχύτητα του κόκκου (V_p) είναι ίση σε μέτρο με τη φυγόκεντρη αξονική ταχύτητα (V_c) αλλά το διάνυσμά της είναι κάθετο προς το διάνυσμα της τελευταίας σχηματίζοντας γωνία 45° με την ακτίνα του δίσκου τη στιγμή της διαφυγής του κόκκου.

$$V_{p} = 2 * \pi * R * N \tag{2.11}$$

Το διάνυσμα της ταχύτητας V που προκύπτει από την πρόσθεση των διανυσμάτων των ταχυτήτων V_c και V_p αποτελεί την πραγματική ταχύτητα διαφυγής του κόκκου από το δίσκο και δίνεται από την εξίσωση (2.12).

$$V^2 = V_c^2 + V_p^2 (2.12)$$

Λαμβάνοντας υπόψη τις εξισώσεις (2.10) και (2.11) και αντικαθιστώντας τις στην εξίσωση (2.12) προκύπτει ότι:

$$V = 2 * \sqrt{2} * \pi * R * N \qquad \acute{\eta} \qquad V = \sqrt{2} * \pi * D * N \qquad (2.13)$$

όπου D= 2R η διάμετρος του δίσκου.



Η κινητική ενέργεια Ε του κόκκου με ταχύτητα V δίνεται από τη σχέση:

$$E = \frac{1}{2} * m * V^2 \tag{2.14}$$

Αντικαθιστώντας την εξίσωση (2.13) στην εξίσωση (2.14), η κινητική ενέργεια του κόκκου τη στιγμή διαφυγής από τον δίσκο είναι:

$$E = m^* (2^* \pi^* R^* N)^2 \qquad \acute{\eta} \qquad E = m^* (\pi^* D^* N)^2 \qquad (2.15)$$

Η ειδική ενέργεια
 ε του κόκκου που είναι ανεξάρτητη από τη μάζα του (e= E/m) δίνεται από τη σχέση (2.16)

$$e = (2 * \pi * R * N)^2$$
 $\acute{\eta}$ $e = (\pi * D * N)^2$ (2.16)



Σχήμα 2.4: Εσωτερικό φυγοκεντρικού σπαστήρα

2.2: Ταξινόμηση μεγέθους

2.2.1: Εργαστηριακός δονητής κοσκίνων

Για την κατανομή ενός υλικού σε διάφορα κοκκομετρικά κλάσματα χρησιμοποιήθηκε ο εργαστηριακός δονητής κοσκίνων τύπου RETSCH VE 1000. Τα κόσκινα που χρησιμοποιήθηκαν ήταν προδιαγραφών ASTM και είχαν άνοιγμα βρόγχου 16 mm, 8 mm, 4 mm, 2 mm, 1 mm, 0,5 mm, 0,25 mm, 0,125 mm και 0,063 mm.

Στο δονητή τα κόσκινα τοποθετούνται το ένα κάτω από το άλλο, από το κόσκινο με το μεγαλύτερο άνοιγμα βρόγχου προς το κόσκινο με το μικρότερο άνοιγμα βρόγχου. Κάτω από το τελευταίο κόσκινο τοποθετείται ένα ταψάκι ώστε να συλλέγεται το διερχόμενό υλικό του τελευταίου κόσκινου.



Σχήμα 2.5: Εργαστηριακός δονητής κοσκίνων

Γενικά στον εργαστηριακό δονητή κοσκίνων υπάρχει η δυνατότητα ρύθμισης του χρόνου διάρκειας της δόνησης, ο οποίος κυμαίνεται από 1-99 λεπτά. Στην παρούσα εργασία όλες οι κοκκομετρικές αναλύσεις διήρκησαν επτά λεπτά. Ακόμη υπάρχει η δυνατότητα επιλογής μεταξύ της συνεχόμενης και της διακοπτόμενης λειτουργίας της μηχανής. Από αυτές τις δύο επιλογές, χρησιμοποιήθηκε η συνεχόμενη λειτουργία. Τέλος μία επιπλέον ρύθμιση που μπορεί να γίνει στη μηχανή είναι το εύρος της δόνησης των κοσκίνων, η οποία κυμαίνεται 0,2-3 mm αλλά χρησιμοποιήθηκε η τιμή 0,78 mm.

Πίνακας 2.2: Τεχνικά χαρακτηριστικά εργαστηριακού δονητή κοσκίνων

(Πηγή:www.Fritsch.de)

Τάση	220 V	
Συχνότητα	50 Hz	
Ισχύς	430 W	
Ύψος μηχανής	, μηχανής 755 mm	
Μήκος μηχανής	420 mm	
Πλάτος μηχανής	300 mm	

2.3: Λειοτρίβηση

Η λειοτρίβηση είναι το δεύτερο στάδιο κατάτμησης όπου οδηγείται το υλικό της πρωτογενούς θραύσης, το οποίο λειοτριβείται είτε για να αποκτήσει μια συγκεκριμένη κοκκομετρία είτε για να εμπλουτιστεί. Η λειοτρίβηση πραγματοποιείται σε μηχανές που ονομάζονται μύλοι. Στην παρούσα μελέτη έγινε χρήση του εργαστηριακού πλανητικού μύλου καθώς και του σφαιρόμυλου και του ραβδόμυλου.

2.3.1: Εργαστηριακός πλανητικός μύλος

Ο πλανητικός μύλος του εργαστηρίου Εμπλουτισμού είναι μία μηχανή λειοτρίβησης τύπου FRITSCH PULVERISETTE 5. Αποτελείται από έναν οριζόντιο δίσκο πάνω στον οποίο υπάρχουν δύο βάσεις υποδοχής δοχείων. Κατά τη διάρκεια λειτουργίας του μύλου ο δίσκος περιστρέφεται με αποτέλεσμα τα δοχεία να περιστρέφονται γύρω από το κέντρο του δίσκου αλλά και γύρω από τον άξονά τους. Ο τρόπος λειτουργίας αυτού του μύλου είναι παρόμοιος με την κίνηση των πλανητών γύρω από τον Ήλιο αλλά και γύρω από τον εαυτό τους. Η λειοτρίβηση επιτυγχάνεται χάρη σε σφαίρες λειοτρίβησης, οι οποίες ασκούν στο υλικό δυνάμεις κρούσεις και τριβής. Ο μύλος διαθέτει χρονοδιακόπτη για τη ρύθμιση του χρόνου λειοτρίβησης και διακόπτη ρύθμισης των στροφών.



Σχήμα 2.6: Εργαστηριακός πλανητικός μύλος
Τάση (V)	200-240
Συχνότητα (Hz)	50-60
Ισχύς (Watt)	1300-1600
Βάρος (kg)	100
Διαστάσεις (ΠxMxY) (cm)	58x67x57
Μέγιστη ποσότητα υλικού (ml)	450
Ελάχιστη ποσότητα υλικού (ml)	10
Στροφές δίσκου (rpm)	50-400
Υλικό λειοτρίβησης	σφαίρες

Πίνακας 2.3: Τεχνικά χαρακτηριστικά πλανητικού μύλου

2.3.2: Εργαστηριακός ραβδόμυλος και σφαιρόμυλος

Ο μύλος του εργαστηρίου Εμπλουτισμού είναι μία μηχανή λειοτρίβησης τύπου SEPOR. Έχει κυλινδρικό σχήμα και στο εσωτερικό του τοποθετούνται κυλινδρικές ράβδοι (ραβδόμυλος) ή σφαίρες (σφαιρόμυλος) καθώς και το προς λειοτρίβηση υλικό. Ο μύλος τοποθετείται πάνω σε ένα σύστημα με τρεις περιστρεφόμενους κυλίνδρους αλλά η κίνηση δίνεται μόνο στο μεσαίο κύλινδρο. Αυτός με τη σειρά του μεταδίδει την κίνηση στο μύλο με αποτέλεσμα να περιστρέφεται και αυτός γύρω από τον άξονά του.

Η περιστροφή του μύλου προκαλεί την ανύψωση των μέσων λειοτρίβησης, τα οποία αρχικά ακολουθούν την κυκλική τροχιά των τοιχωμάτων του μύλου αλλά από ένα σημείο και μετά πέφτουν ελεύθερα. Αυτό το φαινόμενο εξηγείται ως εξής:

Αρχικά αφού ο μύλος, ακτίνας R, τοποθετηθεί στη σωστή θέση πάνω στο σύστημα των περιστρεφόμενων κυλίνδρων και δε βρίσκεται σε λειτουργία, τα μέσα λειοτρίβησης με ακτίνα διατομής r, βρίσκονται όλα μαζί στο κάτω σημείο του μύλου. Αυτό συμβαίνει καθώς η μόνη δύναμη που ασκείται σε αυτά είναι το βάρος B το οποίο εξαρτάται από τη μάζα του και την επιτάχυνση της βαρύτητας.



Σχήμα 2.7: Θέση μέσου λειοτρίβησης σε ακίνητο μύλο

Με το που ο μύλος αρχίζει να περιστρέφεται, σε κάθε μέσο λειοτρίβησης εκτός από τη δύναμη του βάρους ασκείται και μία φυγόκεντρος δύναμη F_c η οποία είναι συνάρτηση της μάζας, της περιφερειακής ταχύτητας V και της απόστασης του κέντρου της διατομής του μέσου λειοτρίβησης από το κέντρο του μύλου με βάση την εξίσωση:

$$F_c = \frac{m * V^2}{(R - r)}$$
(2.18)

Επειδή η φυγόκεντρος δύναμη έχει διεύθυνση από το κέντρο του μύλου προς τα τοιχώματά του, τραβά τη ράβδο ή τη σφαίρα προς αυτά. Όμως σε κάθε μέσο εξακολουθεί να ασκείται και η δύναμη του βάρους η οποία, για τυχαία θέση που σχηματίζει γωνία α με την κατακόρυφο, αναλύεται σε δύο συνιστώσες, τις B₁ και B₂.

$$B_1 = m^*g^*\sin\alpha$$
 (2.19)
 $B_2 = m^*g^*\cos\alpha$ (2.20)

Η συνιστώσα B_1 είναι κάθετη στη φυγόκεντρη δύναμη και με φορά προς τα κάτω ενώ η συνιστώσα B_2 έχει την ίδια διεύθυνση με τη φυγόκεντρη δύναμη αλλά αντίθετη φορά.



Σχήμα 2.8: Μέσο λειοτρίβησης σε τυχαία θέση σε κινούμενο μύλο

Σε περίπτωση που η ταχύτητα περιστροφής του μύλου είναι μικρή τα μέσα λειοτρίβησης θα ανυψωθούν μέχρι κάποιο σημείο. Ακολούθως λόγω ύπαρξης της κατακόρυφης συνιστώσας του βάρους κυλίονται προς τα κάτω με αποτέλεσμα ένα μέρος του υλικού να λειοτριβείται καθώς σε αυτό ασκούνται δυνάμεις τριβής.

Σε περίπτωση που η ταχύτητα περιστροφής του μύλου είναι τέτοια ώστε η φυγόκεντρος δύναμη να είναι μεγαλύτερη από την οριζόντια συνιστώσα του βάρους, το μέσο λειοτρίβησης παραμένει προσκολλημένο στα τοιχώματα του μύλου. Όσο ανεβαίνει το μέσο λειοτρίβησης τόσο η οριζόντια συνιστώσα του βάρους αυξάνεται λόγω του ότι η γωνία α μικραίνει. Σε κάποιο σημείο λοιπόν η φυγόκεντρος δύναμη θα εξισωθεί με την οριζόντια συνιστώσα του βάρους με αποτέλεσμα το μέσο λειοτρίβησης να αποκολληθεί από τα τοιχώματα και να εκτελέσει ελεύθερη πτώση προς τα κάτω. Το παραπάνω φαινόμενο εκφράζεται μαθηματικώς με βάση την παρακάτω εξίσωση.

$$\frac{m * V^2}{(R-r)} = m * g * \cos\alpha \quad (2.21)$$

Eπειδή R>>r θεωρείται ότι R-r= R=D/2 m.

Επίσης ισχύει ότι:

$$V=2*\pi R*N=\pi D*N (m/min)=\pi D*N/60 (m/sec).$$

Έτσι η παραπάνω εξίσωση δίνει:

$$\frac{m * (\pi * D * \frac{N}{60})^2}{R} = m * g * \cos\alpha \quad (2.22)$$

$$\frac{(\pi * D * \frac{N}{60})^2}{R} = g * \cos\alpha \qquad (2.23)$$

$$\frac{(\pi^2 * D^2 * N^2)}{3600 * R} = g * \cos\alpha \tag{2.24}$$

$$N^{2} = \frac{3600 * g * \cos\alpha * R}{\pi^{2} * D^{2}}$$
(2.25)

$$N^{2} = \frac{3600 * g * \cos \alpha * D}{2 * \pi^{2} * D^{2}}$$
(2.26)

$$N^2 = \frac{3600 * g * \cos\alpha}{2 * \pi^2 * D}$$
(2.27)

Για α=0 => cosα=1 έχουμε το υψηλότερο σημείο στο οποίο μπορεί να φθάσει το μέσο λειοτρίβησης. Σε αυτό το σημείο μέσω της εξίσωσης (2.27) ισχύει:

$$N^{2} = \frac{(3600 * g * 1)}{(2 * \pi^{2} * D)}$$
(2.28)

$$N^{2} = \frac{(3600 * 9,81 * 1)}{(2 * 3,14^{2} * D)}$$
(2.29)

$$N^2 = \frac{35316}{(19,72*D)} \tag{2.30}$$

$$N^2 = \frac{1790,87}{D} \tag{2.31}$$

$$N = N_c = \frac{42,3}{\sqrt{D}}$$
(2.32)

Από την παραπάνω εξίσωση συμπεραίνεται ότι όταν ο μύλος περιστρέφεται με συχνότητα μεγαλύτερη από N_c το μέσο λειοτρίβησης θα παραμένει συνέχεια προσκολλημένο στα τοιχώματα του μύλου και δε θα πέφτει ποτέ. (Σταμπολιάδης, 2008).



Σχήμα 2.9: Εργαστηριακός μύλος (σφαιρόμυλος και ραβδόμυλος)

2.4: Βαρυτομετρικός διαχωρισμός με βαρέα υγρά

Ο βαρυτομετρικός διαχωρισμός με βαρέα υγρά είναι μία μέθοδος εμπλουτισμού που εκμεταλλεύεται τη διαφορά των πυκνοτήτων των προς διαχωρισμό ορυκτών. Μία εργαστηριακή μέθοδος βαρυτομετρικού διαχωρισμού πραγματοποιείται με υγρά οργανικής σύστασης, τα επονομαζόμενα βαρέα υγρά. Σκοπός είναι το βαρύ υγρό να έχει ενδιάμεση πυκνότητα μεταξύ του ορυκτού α και του ορυκτού β που είτε συνυπάρχουν σε ένα τεμαχίδιο είτε βρίσκονται σε διαφορετικά τεμαχίδια. Οι κόκκοι που θα έχουν πυκνότητα μεγαλύτερη από την πυκνότητα του υγρού θα βυθισθούν ενώ εκείνοι που θα έχουν μικρότερη πυκνότητα θα επιπλεύσουν. Το πλεονέκτημα της χρήσης οργανικών υγρών είναι ότι τα υγρά αυτά είναι αναμίζιμα και έτσι είναι δυνατή η δημιουργία υγρού με οποιαδήποτε πυκνότητα. Το μειονέκτημα είναι ότι τα υγρά είναι ακριβά και έτσι είναι αδύνατη η χρήση τους σε βιομηχανική κλίμακα.

Η μέθοδος βαρέων υγρών πραγματοποιείται ως εξής: Σε ορισμένο αριθμό δοχείων τοποθετείται συγκεκριμένη ποσότητα υγρού με αύξουσα πυκνότητα. Αρχικά το υλικό τοποθετείται στο υγρό με τη μεγαλύτερη πυκνότητα. Ορισμένοι κόκκοι θα βυθισθούν ενώ άλλοι θα επιπλεύσουν. Η ποσότητα που θα επιπλεύσει θα μεταφερθεί σε δεύτερο δοχείο που έχει την αμέσως μικρότερη πυκνότητα όπου πάλι ένα μέρος βυθίζεται και ένα άλλο επιπλέει. Τα βυθισθέντα και επιπλεύσαντα προϊόντα διηθούνται, πλένονται με ακετόνη και ξηραίνονται στον ατμοσφαιρικό αέρα. Τέλος ζυγίζονται και πραγματοποιείται χημική ανάλυση στο χρήσιμο συστατικό. (Σταμπολιάδης, 2008).

2.5: Επίπλευση

Η επίπλευση είναι μια φυσικοχημική μέθοδος διαχωρισμού ορυκτών κατά την οποία το υλικό υπό μορφή πολφού προστίθεται σε ένα κελί. Εκεί προστίθενται αντιδραστήρια ενώ ταυτόχρονα ένας αναδευτήρας τον αναδεύει ώστε οι κόκκοι να βρίσκονται σε αιώρηση. Στη συνέχεια αναρροφάται από το περιβάλλον αέρας ο οποίος εισέρχεται στον πολφό και παίρνει τη μορφή φυσαλίδων. Οι κόκκοι που περιέχουν ορυκτά των οποίων η επιφάνεια μετατράπηκε σε υδρόφοβη, προσκολλώνται στις φυσαλίδες. Επειδή το μέγεθος των κόκκων είναι μικρό και ο αέρας έχει μικρότερη πυκνότητα από το νερό, οι φυσαλίδες ανεβαίνουν και ταυτόχρονα ανεβάζουν τους κόκκους στην επιφάνεια του κελιού από όπου και υπερχειλίζουν.

Τα χημικά αντιδραστήρια που χρησιμοποιούνται κατηγοριοποιούνται σε συλλέκτες, αφριστικά και ρυθμιστικά.

Ως συλλέκτες ονομάζονται οι χημικές ουσίες που χρησιμοποιούνται για την μετατροπή των υδρόφιλων επιφανειών των κόκκων σε υδρόφοβες. Οι συλλέκτες έχουν ένα πολικό τμήμα και ένα τμήμα υδρογονάνθρακα. Ανάλογα με το πολικό τους τμήμα διακρίνονται σε μη ιονιζόμενους και σε ιονιζόμενους συλλέκτες.

Τα αφριστικά αντιδραστήρια χρησιμοποιούνται για τη δημιουργία αφρού, ώστε οι φυσαλίδες που φέρουν μετάλλευμα να μη σπάζουν όταν φτάνουν στην επιφάνεια του πολφού.

Τα ρυθμιστικά αντιδραστήρια διακρίνονται σε δύο κατηγορίες:

α) τα ενεργοποιητικά που βοηθούν την καλύτερη προσρόφηση του συλλέκτη στην
 επιφάνεια των κόκκων.

β) τα καταβυθιστικά που ενισχύουν την υδροφιλία των επιφανειών των κόκκων που δεν πρέπει να επιπλεύσουν. (Σταμπολιάδης, 2008)



Σχήμα 2.10: Εργαστηριακή μηχανή επίπλευσης

2.6: Καυστικοποίηση

Καυστικοποίηση ονομάζεται η διαδικασία κατά την οποία ένα γεωυλικό πυρώνεται σε κλίβανο και τα ορυκτά του υφίστανται θερμικές διασπάσεις. Το υλικό που χρησιμοποιήθηκε είναι το αρχικό δείγμα φωσφορίτη το οποίο αποτελείται από ασβεστίτη, απατίτη, χαλαζία κλπ. Τα ορυκτά αυτά διασπώνται σε διαφορετικές θερμοκρασίες οι οποίες προκύπτουν μετά από διεξαγωγή της διαφορικής θερμικής ανάλυσης. Ο απατίτης είναι ένα ορυκτό που διασπάται σε θερμοκρασία άνω των 1000°C ενώ η διάσπαση του ασβεστίτη ξεκινά σε χαμηλότερες θερμοκρασίες. Κατά τη διάσπαση του ασβεστίτη παράγεται οξείδιο του ασβεστίου και διοξείδιο του άνθρακα με βάση τη χημική αντίδραση:

 $CaCO_3 + \theta \epsilon \rho \mu \acute{o} \tau \eta \tau \alpha \rightarrow CaO + CO_2$

Η διάσπαση του ανθρακικού ασβεστίου στα προϊόντα του εξαρτάται από τους παρακάτω παράγοντες: (Ρεπούσκου, 2011)

- Η θερμοκρασία διάσπασης πρέπει να διατηρηθεί για συγκεκριμένη χρονική διάρκεια
- Το διοξείδιο του άνθρακα (CO₂) που παράγεται πρέπει να απομακρύνεται

Η διάσπαση είναι ομοιόμορφη γύρω από το υλικό και προχωρά από την εξωτερική επιφάνεια του προς το εσωτερικό του. Ακόμη για να προχωρήσει η διάσπαση προς το εσωτερικό απαιτείται όλο και μεγαλύτερη θερμοκρασία.

Μετά την πύρωση ακολουθεί η ενυδάτωση του προϊόντος της πύρωσης κατά την οποία πραγματοποιείται αντίδραση του οξειδίου του ασβεστίου με το νερό και παράγεται υδροξείδιο του ασβεστίου με βάση την αντίδραση.

CaO + H₂O
$$\rightarrow$$
 Ca (OH) ₂ + θερμότητα

Η ενυδάτωση του οξειδίου του ασβεστίου εξαρτάται από τους παρακάτω παράγοντες:

- Χημική καθαρότητα: Η απουσία προσμίξεων επιβραδύνει την ενυδάτωση
- Μέγεθος των κόκκων: Σε μικρούς κόκκους επιτυγχάνεται πιο εύκολη ενυδάτωση
 σε σχέση με τους μεγάλους κόκκους

Θερμοκρασία: Ο ρυθμός της ενυδάτωσης αυξάνει όσο αυξάνει η θερμοκρασία
 του νερού

Με την ενυδάτωση των προϊόντων της πύρωσης του δείγματος φωσφορίτη προκύπτει υδροξείδιο του ασβεστίου, το οποίο βρίσκεται υπό μορφή πολφού καθώς οι κόκκοι που περιέχουν απατίτη δεν έχουν διαλυτοποιηθεί. Με απομάκρυνση του υδροξειδίου ασβεστίου επιτυγχάνεται εμπλουτισμός σε πεντοξείδιο του φωσφόρου που περιέχεται στον απατίτη.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3: ΧΗΜΙΚΗ ΚΑΙ ΟΡΥΚΤΟΛΟΓΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ

3.1: Φασματομετρία ορατού υπεριώδους

Στη φασματομετρία ορατού υπεριώδους μετράται η μείωση της ισχύος ενός ηλεκτρομαγνητικού κύματος, συγκεκριμένου μήκους κύματος λ, κατά τη διέλευσή του μέσα από διάλυμα που περιέχει την υπό προσδιορισμό χημική ένωση.

Η μείωση της ισχύος του ηλεκτρομαγνητικού κύματος περιγράφεται μαθηματικώς από το νόμο των Lambert και Beer που παρουσιάζεται στην εξίσωση (3.1)

$$A = -\log \frac{I_1}{I_0} = -\log T = \varepsilon * l * c \qquad (3.1)$$

όπου:

- I_o η ένταση του εισερχόμενου στο διάλυμα ηλεκτρομαγνητικού κύματος (W/m²).
- Ι₁ η ένταση του εξερχόμενου από το διάλυμα ηλεκτρομαγνητικού κύματος (W/m^2) .
- Α η απορρόφηση
- Τ η διαπερατότητα
- ε μία σταθερά αναλογίας
- 1 η απόσταση που διανύει το ηλεκτρομαγνητικό κύμα μέσα στο διάλυμα (m).
- c η συγκέντρωση της υπό προσδιορισμού ουσίας στο διάλυμα (mg/L).

Από την εξίσωση 3.1 διαπιστώνεται ότι η μείωση της ισχύος του ηλεκτρομαγνητικού κύματος είναι ανάλογη της συγκέντρωσης της υπό προσδιορισμού ουσίας στο διάλυμα αλλά και της απόστασης που διανύει μέσα από το διάλυμα.



Σχήμα 3.1: Απορρόφηση ηλεκτρομαγνητικού κύματος από διάλυμα ουσίας σε κυψελίδα (de.wikipedia.org/wiki/Lambert-Beersches_Gesetz)

Οι μετρήσεις πραγματοποιήθηκαν σε φασματόμετρο. Το όργανο αυτό αποτελείται από τα παρακάτω μέρη: (Pecsok R et al, 1980)

 <u>Μία πηγή ακτινοβολίας</u>: Η ακτινοβολία δημιουργείται από υλικά (π.χ. νήμα βολφραμίου) των οποίων τα άτομα διεγείρονται με την εφαρμογή είτε υψηλής τάσης είτε ηλεκτρικής θέρμανσης με αποτέλεσμα τα ηλεκτρόνιά τους να μεταπηδούν σε ανώτερες στοιβάδες. Κατά την αποδιέγερσή τους σε χαμηλότερες στοιβάδες εκπέμπονται ηλεκτρομαγνητικά κύματα ενέργειας ίσης με τη διαφορά ενέργειας της τελικής και της αρχικής στοιβάδας.

 <u>Μία σχισμή εισόδου</u>: Η σχισμή αυτή επιτρέπει τη διέλευση της πολυχρωματικής ακτινοβολίας από την πηγή

3) Έναν φακό ευθυγράμμισης

4) Ένα πρίσμα: Το πρίσμα αναλύει το κύμα στα διάφορα μήκη κύματος.

5) <u>Έναν φακό εστίασης</u>: Αυτός ο φακός εστιάζει κάποιο μήκος κύματος προς μία σχισμή εξόδου. Για τον προσδιορισμό του P₂O₅ το μήκος κύματος του ηλεκτρομαγνητικού κύματος ήταν 460 nm.

 <u>Μία Κυψελίδα</u>: Μέσα στην κυψελίδα τοποθετείται το διάλυμα που περιέχει την υπό προσδιορισμό ουσία.

7) Έναν Ανιχνευτή



Σχήμα 3.2: Φασματόμετρο ορατού-υπεριώδους

Με τη μέθοδο της φασματομετρίας ορατού – υπεριώδους πραγματοποιήθηκε η μέτρηση της συγκέντρωσης του αρχικού υλικού σε P₂O₅ παρασκευάζοντας το σύμπλοκο μολυβδοβαναδοφωσφορικό οξύ, το οποίο απορροφά ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία μήκους κύματος 460 nm.

3.2: Φασματομετρία ατομικής απορρόφησης

Η μέθοδος φασματομετρία ατομικής απορρόφησης βασίζεται στην απορρόφηση ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας από τα άτομα χημικών στοιχείων που απαντώνται σε ένα γεωυλικό.

Το όργανο όπου γίνονται αυτές οι μετρήσεις ονομάζεται φασματόμετρο και αποτελείται από τα παρακάτω μέρη: Μία πηγή ακτινοβολίας, ένα σύστημα ατομοποίησης του δείγματος και έναν ανιχνευτή μονοχρωμάτορα.



Σχήμα 3.3: Φασματοφωτόμετρο ατομικής απορρόφησης

Η πηγή ακτινοβολίας αποτελείται από μία κυλινδρική λυχνία, η κάθοδος της οποίας είναι επικαλυμμένη με το προς προσδιορισμό χημικό στοιχείο. Σημειώνεται ότι για κάθε στοιχείο υπάρχει διαφορετική λυχνία. Ακόμη στο εσωτερικό της λυχνίας υπάρχει αδρανές αέριο (Ne ή Ar). Στη λυχνία εφαρμόζεται τάση και τα ιονιζόμενα άτομα του αερίου συγκρούονται με άτομα του υπό προσδιορισμού χημικού στοιχείου. Τα τελευταία απομακρύνονται και εκπέμπουν ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία. Η ακτινοβολία αυτή οδηγείται προς τον καυστήρα όπου γίνεται η ατομοποίηση των ατόμων των χημικών στοιχείων του γεωυλικού που βρίσκεται υπό μορφή διαλύματος. Έτσι τα ατομοποιημένα του υπό προσδιορισμού στοιχείου άτομα είναι τα μοναδικά άτομα που απορροφούν τμήμα της προσπίπτουσας ακτινοβολίας η οποία εξέρχεται με μειωμένη ισχύ. Η απορρόφηση περιγράφεται μαθηματικώς από το νόμο των Lambert-Beer. Η εξερχόμενη ακτινοβολία ανιχνεύεται από το μονοχρωμάτορα.



Σχήμα 3.4: Πηγή ακτινοβολίας φασματόμετρου ατομικής απορρόφησης

[Ηλεκτρονική πηγή: Φασματοσκοπία Ατομικής Απορρόφησης, (1993)].

Με τη μέθοδο της φασματομετρίας ατομικής απορρόφησης έγινε προσδιορισμός της συγκέντρωσης του αρχικού δείγματος στις χημικές ενώσεις CaO, Fe₂O₃, SiO₂.

3.3: Φασματμετρία ακτίνων Χ φθορισμού (X-Ray Fluorescence)

Η Φασματμετρία ακτίνων Χ φθορισμού είναι μία χημική μέθοδος προσδιορισμού της συγκέντρωσης των χημικών στοιχείων που απαντούν σε ένα γεωυλικό. Σύμφωνα με αυτή τη μέθοδο τα άτομα των στοιχείων βομβαρδίζονται με φωτόνια που εκπέμπονται από μια πηγή ακτίνων Χ με αποτέλεσμα να διεγείρονται. Κατά τη διέγερση ηλεκτρόνια μεταβαίνουν από μία στοιβάδα σε μία άλλη που βρίσκεται πιο μακριά από τον πυρήνα των ατόμων και έχουν μεγαλύτερη ενέργεια. Το κενό που δημιουργείται καλύπτεται από τη μετάβαση ενός ηλεκτρονίου που βρίσκεται σε μεγαλύτερη ενεργειακά στοιβάδα στην αρχική στοιβάδα. Κατά τη μετάβαση αυτή εκπέμπεται ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία χαρακτηριστική για το κάθε στοιχείο που ανιχνεύεται από ένα σύστημα ανίχνευσης. Με τη μέθοδο αυτή είναι δυνατόν να προσδιοριστούν σε σύντομο χρονικό διάστημα οι συγκεντρώσεις ενός γεωυλικού στα κύρια στοιχεία από τα οποία αποτελείται. Σημειώνεται ότι τα αποτελέσματα της διαδικασίας απεικονίζουν τις συγκεντρώσεις των οξειδίων των στοιχείων. (Σιανούδης Ι κ.ά., 2006).

Για να εφαρμοστεί η μέθοδος το δείγμα πρέπει να έχει τη μορφή ταμπλέτας. Για το σκοπό αυτό, το δείγμα λειοτριβήθηκε αρχικά στον πλανητικό μύλο για 10 min στις 190 στροφές. Στη συνέχεια ζυγίστηκαν σε ζυγαριά ακριβείας 5 g δείγματος και 0,5 g κεριού τα οποία αναμείχτηκαν. Το μείγμα τοποθετήθηκε σε καλούπι όπου προστέθηκε μικρή ποσότητα βορικού οξέος. Ακολούθως σε υδραυλική πρέσα πραγματοποιήθηκε συμπίεση του μείγματος μέχρι τα 100 bar. Το μείγμα απέκτησε τη μορφή ταμπλέτας, η βάση της οποίας αποτελούνταν από βορικό οξύ ενώ η οροφή από το υλικό. Σημειώνεται ότι όλες οι ταμπλέτες αποτελούνταν από ωμό υλικό φωσφορίτη καθώς οι ταμπλέτες από πυρωμένο φωσφορίτη απορροφούσαν υγρασία και ράγιζαν. Τέλος η ταμπλέτα τοποθετείται στο μηχάνημα XRF όπου και γίνονται οι μετρήσεις.

Η μέθοδος φθορισμού των ακτίνων Χ χρησιμοποιήθηκε για τη μέτρηση των συγκεντρώσεων του αρχικού υλικού, των κοκκομετρικών κλασμάτων, των προϊόντων του βαρυτομετρικού διαχωρισμού, των προϊόντων της επίπλευσης και των προϊόντων της καυστικοποίησης.

33

3.4: Ορυκτολογική ανάλυση

3.4.1: Περιθλασιμετρία ακτίνων X (XRD)

Οι ακτίνες Χ αποτελούν το τμήμα του ηλεκτρομαγνητικού φάσματος με μήκος κύματος μεταξύ 0,01-10 nm. Ανακαλύφθηκαν από τον Wilhelm Röntgen (1895) και η πρώτη εφαρμογή σε στερεά κρυσταλλικά σώματα έγινε από τον Max von Laue (1912). Παράγονται σε ειδικές συσκευές όπου ένα νήμα βολφραμίου πυρακτώνεται με χρήση ηλεκτρικού ρεύματος με αποτέλεσμα να απομακρύνονται ηλεκτρόνια. Αυτά επιταχύνονται στη συνέχεια μέσω ενός ηλεκτρικού πεδίου και βομβαρδίζουν τα άτομα ενός τεμαχιδίου μετάλλου που βρίσκεται απέναντι από το νήμα. (Κωστάκης Γ, 2005). Οι ακτίνες Χ συμπεριφέρονται σαν κύμα και σαν σωματίδια. Στην ορυκτολογία ενδιαφέρει η κυματική τους φύση καθώς γίνεται εντοπισμός των ορυκτών που υπάρχουν σε ένα γεωυλικό. Μία κυματική ιδιότητα είναι η περίθλαση σύμφωνα με την οποία οι ακτίνες Χ αλληλεπιδρούν με τα ηλεκτρόνια ενός ατόμου. Τα ηλεκτρόνια ταλαντώνονται και παράγουν ακτίνες Χ ίδιας συχνότητας με την προσπίπτουσα ακτινοβολία. Η περιθλασιμετρία ακτίνων Χ είναι μια μέθοδος προσδιορισμού των γωνιών και των εντάσεων των ανακλάσεων ακτίνων Χ που προσπίπτουν σε κρυστάλλους που βρίσκονται σε ένα γεωυλικό. Το φαινόμενο αυτό εκφράζεται μαθηματικώς από τον νόμο Bragg σύμφωνα με τον οποίο:

 $n \lambda = 2 d \sin\theta$

n= η τάξη ανάκλασης

λ= το μήκος κύματος των ακτίνων

θ= η γωνία πρόσπτωσης των ακτίνων επί των κρυσταλλικών πλεγμάτων

d= η απόσταση των πλεγμάτων ενός κρυστάλλου που είναι χαρακτηριστική ιδιότητα κάθε κρυστάλλου.

Από την μέτρηση των γωνιών θ και την εφαρμογή της εξίσωσης Bragg, προσδιορίζεται η πλεγματική απόσταση των επιπέδων ανάκλασης του κρυστάλλου (d) που είναι μονοσήμαντη για κάθε κρύσταλλο. Τα αποτελέσματα μιας ακτινοσκόπησης παρουσιάζονται σαν πολλαπλές κορυφές που αντιστοιχούν σε ανακλάσεις. Στον άξονα των x παριστάνεται η γωνία 2θ ενώ στον άξονα y παριστάνεται η ένταση της ανακλώμενης ακτινοβολίας. (Κωστάκης, 2005)

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4: ΘΡΑΥΣΗ ΣΕ ΦΥΓΟΚΕΝΤΡΙΚΟ ΣΠΑΣΤΗΡΑ

Σκοπός του πρώτου μέρους της παρούσας εργασίας είναι η μελέτη θραύσης δείγματος φωσφορίτη σε αυτοσχέδιο φυγοκεντρικό σπαστήρα. Η έρευνα πραγματοποιήθηκε στα εξής τρία κοκκομετρικά κλάσματα:

- Κοκκομετρικό κλάσμα 16 22,4 mm
- Κοκκομετρικό κλάσμα 4 -5,6 mm
- Κοκκομετρικό κλάσμα 1-1,4 mm

4.1: Κοκκομετρικό κλάσμα 16-22,4 mm

4.1.1: Δημιουργία κοκκομετρικού κλάσματος 16-22,4 mm

Το υλικό που χρησιμοποιήθηκε ήταν συμπαγής φωσφορίτης από τον οποίο ελήφθησαν 20 kg. Όλη αυτή η ποσότητα θραύστηκε στο σιαγονωτό σπαστήρα του εργαστηρίου Εμπλουτισμού των Μεταλλευμάτων στη θέση πέντε.

Στη συνέχεια όλο το υλικό κοσκινίστηκε στο κόσκινο 22,4 mm. Το διερχόμενο από το κόσκινο υλικό συλλέχτηκε ενώ το παραμένον επαναθραύστηκε στο σιαγονωτό σπαστήρα αλλά αυτή τη φορά στη θέση τέσσερα με σκοπό να αποκτήσει μέγεθος μικρότερο από 22,4 mm.

Ακολούθως όλο το αρχικό υλικό, που απέκτησε μέγεθος -22,4 mm, κοσκινίστηκε στο κόσκινο 16 mm. Το υλικό που παρέμεινε πάνω στο κόσκινο αποτελούσε το ζητούμενο κοκκομετρικό κλάσμα. Στόχος ήταν να μαζευτούν τέσσερα κιλά αλλά από τη θραύση των 20 kg συλλέχθηκαν 3621 g. Αντίθετα το διερχόμενο υλικό από το κόσκινο 16 mm αποθηκεύτηκε ώστε να χρησιμοποιηθεί στη δημιουργία των υπόλοιπων δύο κοκκομετρικών κλασμάτων.

Για τη δημιουργία των δειγμάτων, στα οποία θα γινόταν μελέτη θραύσης στο φυγοκεντρικό σπαστήρα, χωρίστηκαν αρχικά τα 3621 g του κλάσματος (16-22,4 mm) σε τέσσερα μέρη του ενός κιλού περίπου το καθένα.



Σχήμα 4.1 : Διαχωρισμός της ποσότητας του κλάσματος 16-22,4 mm σε τέσσερα μέρη του ενός κιλού.

4.1.2: Θραύση στο φυγοκεντρικό σπαστήρα του κλάσματος 16-22,4 mm

Οι δοκιμές θραύσης περιελάμβαναν τη θραύση κάθε δείγματος σε διαφορετική τιμή στροφών του κινητήρα του σπαστήρα.

Για κάθε ένα από τα τέσσερα δείγματα προσδιορίστηκε ο αριθμός των στροφών και η ειδική ενέργεια με βάση το μοντέλο υπολογισμού της φυγόκεντρης ταχύτητας.

Πίνακας 4.1: Προσδιορισμός στροφών και εδικής ενέργειας για κάθε δείγμα του κλάσματος 16-22,4 mm

Δείγμα	Στροφές (rpm)	Ειδική Ενέργεια (J/kg)
1	1000	685
2	1500	1541
3	2000	2739
4	2500	4279

Μετά την ολοκλήρωση της θραύσης των τεσσάρων δειγμάτων στον σπαστήρα πραγματοποιήθηκαν ζυγίσεις και προσδιορίστηκε για το κάθε ένα η απώλεια βάρους καθώς η συλλογή τους από το σπαστήρα γινόταν χειροκίνητα.

	Βάρος	Βάρος		Δπέλλοια
Δείγμα	πριν τη θραύση	μετά τη θραύση		
	(g)	(g)	(g)	υλικου (%)
1	966	966	0	0
2	935	918	17	1,8
3	874	835	39	4,5
4	844	809	35	4,2

Πίνακας 4.2: Προσδιορισμός απώλειας βάρους για κάθε δείγμα του κλάσματος 16-22,4 mm.

4.1.3: Κοκκομετρική ανάλυση του κλάσματος 16-22,4 mm

Με τη συλλογή του θραυσθέντος υλικού από το σπαστήρα πραγματοποιήθηκε κοκκομετρική ανάλυση για κάθε ένα από τα δείγματα. Για το σκοπό αυτό χρησιμοποιήθηκαν τα κόσκινα 16 mm, 8 mm, 4 mm, 2 mm, 1 mm, 0,5 mm, 0,25 mm, 0,125 mm, 0,063 mm Μετά την ολοκλήρωση αυτής της διαδικασίας ζυγίστηκε κάθε ποσότητα υλικού που παρέμεινε επί των κοσκίνων. Τα αποτελέσματα της κοκκομετρικής ανάλυσης παρουσιάζονται στον πίνακα 4.3.

RPM	0	1000	1500	2000	2500		
ε(J/kg)	0	685	1541	2739	4279		
Μέγεθος (mm)	Βάρος % Αθροιστικά Διερχόμενο						
22,4	100	100	100	100	100		
16	0	94,70	96,19	97,49	95,05		
8	0	55,61	76,91	85,51	84,28		
4	0	32,54	52,07	63,71	65,35		
2	0	17,15	31,59	42,87	47,15		
1	0	8,73	16,78	24,67	29,46		
0,5	0	4,47	8,28	12,69	16,21		
0,25	0	2,60	4,14	6,47	8,42		
0,125	0	1,56	1,85	2,75	3,71		
0,063	0	1,04	0,54	0,96	1,11		
0,037	0	0	0	0	0		

Πίνακας 4.3: Βάρος % Αθροιστικώς διερχόμενο για το κλάσμα 16-22,4 mm



Σχήμα 4.2: Μεταβολή βάρους % αθροιστικώς διερχόμενο σε σχέση με το μέγεθος για διάφορες ειδικές ενέργειες για το κλάσμα 16-22,4 mm.



Σχήμα 4.3: Μεταβολή αθροιστικώς παραγόμενου σε σχέση με την ειδική ενέργεια για κάθε κοκκομετρικό κλάμα του 16-22,4 mm

Από το σχήμα 4.2 παρατηρείται για σταθερό μέγεθος τροφοδοσίας, όσο αυξάνεται η ειδική ενέργεια τόσο περισσότερο λεπτόκοκκο υλικό παράγεται. Από το σχήμα 4.3 παρατηρείται ότι για την ίδια τροφή, ο ρυθμός παραγωγής ενός προϊόντος κάτω από ένα μέγεθος, είναι μεγαλύτερος όσο το μέγεθος αυτό είναι μεγαλύτερο.

Σημειώνεται ακόμη ότι κατά τη διάρκεια της ζύγισης συλλέχθηκαν ξεχωριστά όλα τα παραμένοντα επί των κοσκίνων υλικά που είχαν μέγεθος μικρότερο από τέσσερα χιλιοστά (4 mm), ώστε να χρησιμοποιηθούν στη δημιουργία των επόμενων κοκκομετρικών κλασμάτων.

4.2: Κοκκομετρικό κλάσμα 4 -5,6 mm

4.2.1: Δημιουργία κοκκομετρικού κλάσματος 4-5,6 mm

Με την ολοκλήρωση της κοκκομετρικής ανάλυσης των τεσσάρων δειγμάτων στο κλάσμα 16-22,4 mm το διαθέσιμο υλικό είχε τα εξής μεγέθη.

- -16 mm από την κοσκίνιση του αρχικού υλικού στο κόσκινο 16 mm
- 4-16 mm από την ανάλυση του κλάσματος 16-22,4 mm
- -4 mm από την ανάλυση του κλάσματος 16-22,4 mm

Για τη δημιουργία του κοκκομετρικού κλάσματος 4-5,6 mm χρησιμοποιήθηκε το υλικό μεγέθους 4-16 mm.

Αρχικά έγινε θραύση στο σιαγονωτό σπαστήρα στη θέση δύο. Το θραυσθέν υλικό κοσκινίστηκε στο κόσκινο 5,6 mm. Το διερχόμενο από το κόσκινο υλικό συλλέχτηκε ενώ το παραμένον επαναθραύστηκε στο σιαγονωτό σπαστήρα αλλά αυτή τη φορά στην θέση ένα. Στην συνέχεια κοσκινίστηκε και πάλι στο κόσκινο 5,6 mm.

Σκοπός της παραπάνω διαδικασίας θραύσης και κοσκίνησης ήταν να αποκτηθεί όσο το δυνατόν μεγαλύτερη ποσότητα από το χρησιμοποιηθέν υλικό με μέγεθος μικρότερο από 5,6 mm.

Το διερχόμενο υλικό από το κόσκινο 5,6 mm κοσκινίστηκε στο κόσκινο 4 mm. Το διερχόμενο από το κόσκινο 4 mm συλλέχτηκε και αναμίχτηκε με το υλικό μεγέθους -4 mm που προέκυψε κατά την κοκκομετρική ανάλυση του κλάσματος 16-22,4 mm. Αντίθετα το παραμένον υλικό στο κόσκινο 4 mm αποτελούσε το ζητούμενο κοκκομετρικό κλάσμα (4-5,6 mm).

Από το κλάσμα αυτό έπρεπε να συλλεχτούν τέσσερα κιλά. Επειδή όμως με την προαναφερθείσα διαδικασία θραύσης και κοσκίνησης δεν συμπληρώθηκαν τα τέσσερα κιλά χρησιμοποιήθηκε ποσότητα από το διαθέσιμο υλικό μεγέθους -16 mm.

Συγκεκριμένα στο εν λόγω υλικό πραγματοποιήθηκε κοσκίνιση στα κόσκινα 5,6 mm και 4mm.

Το παραμένον επί του κόσκινου 5,6 mm θραύστηκε στο σιαγονωτό σπαστήρα στη θέση δύο και στη συνέχεια κοσκινίστηκε ξανά στο κόσκινο 5,6 mm. Το παραμένον υλικό θραύστηκε και πάλι στο σιαγονωτό σπαστήρα αυτή τη φορά στη θέση ένα και περάστηκε για ακόμη μία φορά από το κόσκινο 5,6 mm. Η μικρή ποσότητα υλικού μεγέθους +5,6 mm τοποθετήθηκε ξανά στο υλικό -16 mm.

Όπως αναφέρθηκε και πιο πάνω, όλο το υλικό που πέρασε από το κόσκινο 5,6 mm κοσκινίστηκε στο κόσκινο 4 mm. Το παραμένον επί του κόσκινου 4 mm αποτελεί το ζητούμενο κλάσμα από το οποίο συλλέχτηκε τελικά ποσότητα τεσσάρων κιλών. Το διερχόμενο υλικό μεγέθους -4 mm αποθηκεύτηκε μαζί με την ήδη

40

αποθηκευμένη ποσότητα υλικού -4 mm που προέκυψε από την κοκκομετρική ανάλυση του κλάσματος 16-22,4 mm.

Αφού μαζεύτηκαν τα τέσσερα κιλά μεγέθους 4-5,6 mm διαχωρίστηκαν σε τέσσερα μέρη του ενός κιλού περίπου το καθένα από αυτά.



Σχήμα 4.4: Διαχωρισμός της ποσότητας του κλάσματος 4-5,6 mm σε τέσσερα μέρη του ενός κιλού.

4.2.2: Θραύση στο φυγοκεντρικό σπαστήρα του κλάσματος 4-5,6 mm

Μετά την ζύγιση των τεσσάρων δειγμάτων προσδιορίστηκαν για κάθε ένα από τα τέσσερα δείγματα ο αριθμός των στροφών και η ειδική ενέργεια με βάση το μοντέλο υπολογισμού της φυγόκεντρης ταχύτητας.

Πίνακας 4.4: Προσδιορισμός στροφών	και εδικής ενέργειας για κάθε δείγμα του
κλάσματος 16-22,4 mm	

Δείγμα	Ταχύτητα (rpm)	Ειδική Ενέργεια (J/kg)
1	1000	685
2	1500	1541
3	2000	2739
4	2500	4279

Μετά την ολοκλήρωση της θραύσης των τεσσάρων δειγμάτων στον σπαστήρα πραγματοποιήθηκαν ζυγίσεις και προσδιορίστηκε για το κάθε ένα η απώλεια βάρους καθώς η συλλογή τους από τον σπαστήρα γινόταν χειροκίνητα.

Πίνακας 4.5: Προσδιορισμός απώλειας βάρους για κάθε δείγμα του κλάσματος 4-5,6 mm.

	Βάρος	Βάρος	Δπώλεια μλικού	Δπώλοια
Δείγμα	πριν τη θραύση	μετά τη θραύση		
	(g)	(g)	(g)	υλικου (%)
1	1000	967	33	3,3
2	1018	981	37	3,6
3	988	935	53	5,4
4	993	914	79	8

4.2.3: Κοκκομετρική ανάλυση του κλάσματος 4-5,6 mm

Για την πραγματοποίηση της κοκκομετρικής ανάλυσης χρησιμοποιήθηκαν τα κόσκινα 4 mm 2 mm 1 mm 0,5 mm 0,25 mm 0,125 mm 0,063 mm τα οποία τοποθετήθηκαν στον εργαστηριακό δονητή κοσκίνων.

Μετά την ολοκλήρωση αυτής της διαδικασίας πραγματοποιήθηκε ζύγιση κάθε ποσότητας υλικού που παρέμεινε επί των κοσκίνων. Τα αποτελέσματα παρουσιάζονται στον παρακάτω πίνακα.

RPM	0	1000	1500	2000	2500
ε(J/kg)	0	685	1541	2739	4279
Μέγεθος (mm)		Βάρος	% Αθροιστικά Διε	ρχόμενο	
5,6	100	100	100	100	100
4	0	62,25	72,45	78,40	81,40
2	0	24,72	39,49	50,91	57,99
1	0	10,03	18,67	27,70	34,25
0,5	0	4,45	8,47	13,37	17,18
0,25	0	2,17	3,98	6,31	8,10
0,125	0	0,93	1,63	2,57	3,28
0,063	0	0,41	0,61	0,86	1,09
0,037	0	0	0	0	0

Πίνακας 4.6: Βάρος % Αθροιστικώς διερχόμενο για το κλάσμα 4-5,6 mm



Σχήμα 4.5: Μεταβολή βάρους % αθροιστικώς διερχόμενο σε σχέση με το μέγεθος για διάφορες ειδικές ενέργειες για το κλάσμα 4-5,6 mm



Σχήμα 4.6: Μεταβολή αθροιστικώς παραγόμενου σε σχέση με την ειδική ενέργεια για κάθε κοκκομετρικό κλάμα του 4-5,6 mm

Από το σχήμα 4.5 παρατηρείται για σταθερό μέγεθος τροφοδοσίας, όσο αυξάνεται η ειδική ενέργεια τόσο περισσότερο λεπτόκοκκο υλικό παράγεται. Από το σχήμα 4.6 παρατηρείται ότι για την ίδια τροφή, ο ρυθμός παραγωγής ενός προϊόντος κάτω από ένα μέγεθος, είναι μεγαλύτερος όσο το μέγεθος αυτό είναι μεγαλύτερο.

4.3: Κοκκομετρικό κλάσμα 1-1,4 mm

4.3.1: Δημιουργία κοκκομετρικού κλάσματος 1-1,4 mm

Με την ολοκλήρωση της κοκκομετρικής ανάλυσης στο κλάσμα 4-5,6 mm το διαθέσιμο υλικό είχε τα εξής μεγέθη.

- -16 mm από την κοσκίνιση του αρχικού υλικού στο κόσκινο 16 mm
- -4 mm από την ανάλυση του κλάσματος 16-22,4 mm

Για τη δημιουργία του κλάσματος 1-1,4 mm χρησιμοποιήθηκε υλικό μεγέθους -4 mm που συλλέχτηκε από τη δημιουργία των κλασμάτων 16-22,4 mm και 4-5,6 mm.

Αρχικά πραγματοποιήθηκε κοσκίνιση στο κόσκινο 1,4 mm.

Το παραμένον επί του κόσκινου 1,4 υλικό περάστηκε από το σιαγονωτό σπαστήρα στη θέση ένα. Επειδή όμως το υλικό δεν έσπαγε, θραύστηκε στον κωνικό σπαστήρα του εργαστηρίου. Ακολούθησε κοσκίνιση για δεύτερη φορά στο κόσκινο 1,4 mm. Το παραμένον υλικό συλλέχτηκε για να χρησιμοποιηθεί σε περίπτωση που δεν συμπληρωθούν τα τέσσερα κιλά ενώ τα διερχόμενα κοσκινίστηκαν στο κόσκινο 1 mm.

Το παραμένον υλικό στο κόσκινο 1 mm αποτελούσε το ζητούμενο κοκκομετρικό κλάσμα 1-1,4 mm για το οποίο έγινε μελέτη θραύσης στο φυγοκεντρικό σπαστήρα ενώ το διερχόμενο συλλέχτηκε και αποθηκεύτηκε.

Στόχος ήταν και εδώ η συλλογή ποσότητας τεσσάρων κιλών από το εν λόγω κλάσμα Όμως με την παραπάνω περιγραφείσα διαδικασία δεν συγκεντρώθηκαν τα απαραίτητα κιλά. Για αυτό το λόγο χρησιμοποιήθηκε υλικό μεγέθους -16 mm και η διαδικασία που ακολουθήθηκε είναι η εξής:

Αρχικά πραγματοποιήθηκε θραύση του υλικού στο σιαγονωτό σπαστήρα στη θέση ένα και αμέσως μετά θραύση στον κωνικό σπαστήρα. Στη συνέχεια το σπασμένο υλικό κοσκινίστηκε στο κόσκινο 1,4 mm. Το παραμένον επί του κόσκινου υλικό συλλέχτηκε και αποθηκεύτηκε μαζί με το υλικό μεγέθους +1,4 mm.

Το διερχόμενο υλικό κοσκινίστηκε στο κόσκινο 1 mm. Το παραμένον επί του κόσκινου 1 mm αποτελούσε το κοκκομετρικό κλάσμα 1-1,4 mm ενώ το διερχόμενο συλλέχτηκε και αποθηκεύτηκε.

Αφού μαζεύτηκαν τα τέσσερα κιλά μεγέθους 1-1,4 mm διαχωρίστηκαν στον διαχωριστή Jones σε τέσσερα μέρη του ενός κιλού περίπου το καθένα από αυτά.



Σχήμα 4.7: Διαχωρισμός της ποσότητας του κλάσματος 1-1,4 mm σε τέσσερα μέρη του ενός κιλού.

4.3.2: Θραύση στο φυγοκεντρικό σπαστήρα του κλάσματος 1-1,4 mm

Μετά την ζύγιση των τεσσάρων δειγμάτων προσδιορίστηκαν για κάθε ένα από τα τέσσερα δείγματα ο αριθμός των στροφών και η ειδική ενέργεια με βάση το μοντέλο υπολογισμού της φυγόκεντρης ταχύτητας.

Πίνακας 4.7: Προσδιορισμός στροφών και εδικής ενέργειας για κάθε δείγμα του κλάσματος 16-22,4 mm

Δείγμα	Ταχύτητα (rpm)	Ειδική Ενέργεια (J/kg)
1	1000	685
2	1500	1541
3	2000	2739
4	2500	4279

Μετά την ολοκλήρωση της θραύσης των τεσσάρων δειγμάτων στον σπαστήρα πραγματοποιήθηκαν ζυγίσεις και προσδιορίστηκε για το κάθε ένα η απώλεια βάρους καθώς η συλλογή τους από τον σπαστήρα γινόταν χειροκίνητα.

	Βάρος	Βάρος		
Δείγμα	πριν τη θραύση	μετά τη θραύση	Απωλεία υλικου	
	(g)	(g)	(g)	(%)
1	998	950	48	4,8
2	1004	955	49	4,9
3	995	918	77	7,7
4	1002	913	89	8,9

Πίνακας 4.8: Προσδιορισμός απώλειας βάρους για κάθε δείγμα του κλάσματος 4-5,6 mm.

4.3.3: Κοκκομετρική ανάλυση του κλάσματος 1-1,4 mm

Για την πραγματοποίηση της κοκκομετρικής ανάλυσης χρησιμοποιήθηκαν τα κόσκινα 1 mm 0,5 mm 0,25 mm 0,125 mm 0,063 mm τα οποία τοποθετήθηκαν στον εργαστηριακό δονητή κοσκίνων.

Μετά την ολοκλήρωση αυτής της διαδικασίας πραγματοποιήθηκε ζύγιση κάθε ποσότητας υλικού που παρέμεινε επί των κοσκίνων. Τα αποτελέσματα παρουσιάζονται στον παρακάτω πίνακα.

RPM	0	1000	1500	2000	2500	
ε(J/kg)	0	685	1541	2739	4279	
Μέγεθος (mm)	Βάρος % Αθροιστικώς Διερχόμενο					
1,4	100	100	100	100	100	
1	0	33,93	51,16	63,36	71,96	
0,5	0	7,93	15,34	23,34	31,11	
0,25	0	3,07	5,99	9,16	13,47	
0,125	0	1,16	2,31	3,49	5,37	
0,063	0	0,42	0,95	1,53	1,97	
0,037	0	0	0	0	0	

Πίνακας 4.9: Βάρος % Αθροιστικώς διερχόμενο για το κλάσμα 1-1,4 mm



Σχήμα 4.8: Μεταβολή βάρους % αθροιστικώς διερχόμενο σε σχέση με το μέγεθος για διάφορες ειδικές ενέργειες για το κλάσμα 1-1,4 mm



Σχήμα 4.9: Μεταβολή αθροιστικώς παραγόμενου σε σχέση με την ειδική ενέργεια για κάθε κοκκομετρικό κλάμα του 1-1,4 mm

Από το σχήμα 4.2 παρατηρείται για σταθερό μέγεθος τροφοδοσίας, όσο αυξάνεται η ειδική ενέργεια τόσο περισσότερο λεπτόκοκκο υλικό παράγεται. Από το σχήμα 4.3 παρατηρείται ότι για την ίδια τροφή, ο ρυθμός παραγωγής ενός προϊόντος κάτω από ένα μέγεθος, είναι μεγαλύτερος όσο το μέγεθος αυτό είναι μεγαλύτερο.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5: ΧΗΜΙΚΗ ΚΑΙ ΟΡΥΚΤΟΛΟΓΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΑΡΧΙΚΟΥ ΥΛΙΚΟΥ

5.1: Ομογενοποίηση

Μετά την ολοκλήρωση της διαδικασίας της θραύσης στον αυτοσχέδιο φυγοκεντρικό σπαστήρα πραγματοποιήθηκαν χημικές αναλύσεις στο αρχικό υλικό φωσφορίτη και σε ορισμένα κοκκομετρικά κλάσματα του αρχικού υλικού, ώστε να είναι γνωστή η ποιότητα του πριν τον επερχόμενο εμπλουτισμό του.

Το αρχικό υλικό, ποσότητας 20 kg, ήταν ταξινομημένο στα εξής κλάσματα:

- 1) κοκκομετρικό κλάσμα 1,4 4 mm
- 2) κοκκομετρικό κλάσμα 1-1,4 mm
- 3) κοκκομετρικό κλάσμα -1 mm

Για το λόγο αυτό έπρεπε τα παραπάνω κλάσματα να ομογενοποιηθούν σε ένα υλικό μεγέθους – 4mm. Η ομογενοποίηση πραγματοποιήθηκε σε ένα πανί, πάνω στο οποίο απλώθηκε όλο το υλικό. Στη συνέχεια το υλικό ανακατεύτηκε και ομογενοποιήθηκε με το διαδοχικό σύρσιμο των γωνιών του πανιού μέχρι περίπου το κέντρο του.

5.2: Δειγματοληψία

Μετά την ομογενοποίηση των 20 kg συλλέχτηκε μικρή αντιπροσωπευτική ποσότητα.

Για το σκοπό αυτό χρησιμοποιήθηκε ο διαχωριστής Jones στον οποίο πραγματοποιήθηκαν συνολικά πέντε περάσματα του αρχικού υλικού. Έτσι τα 20 kg χωρίστηκαν σε 10 μέρη διαφορετικών ποσοτήτων.

<u>1° πέρασμα:</u>

Κατά το πρώτο πέρασμα από το διαχωριστή, τα 20 kg διαχωρίστηκαν σε δύο μέρη των 10 kg περίπου το καθένα. Από αυτά, τα 10kg αποθηκεύτηκαν ενώ για τα άλλα 10kg ακολούθησε δεύτερο πέρασμα.

<u>2° πέρασμα:</u>

Κατά το δεύτερο πέρασμα, με τροφοδοσία υλικού 10 kg προέκυψαν δύο ίσες περίπου ποσότητες των 5kg η καθεμιά. Η μία ποσότητα των 5kg αποθηκεύτηκε +ενώ τα άλλα 5kg διαχωρίστηκαν στον Jones.

<u>3° πέρασμα:</u>

Στο τρίτο διαδοχικό πέρασμα η τροφοδοσία ήταν πέντε κιλά και προέκυψαν δύο ποσότητες των 2,5kg περίπου η κάθε μία. Η μία ποσότητα αποθηκεύτηκε ενώ η άλλη διαχωρίστηκε στον Jones

<u>4° πέρασμα:</u>

Με το πέρασμα των 2,5 kg προέκυψαν δύο ποσότητες των 1,25kg από τις οποίες η μία αποθηκεύτηκε ενώ η άλλη περάστηκε από τον διαχωριστή.

<u>5° πέρασμα:</u>

Κατά το πέμπτο πέρασμα τα 1,25kg διαχωρίστηκαν σε δύο ποσότητες των 0,625 kg.

Καθεμία από τις δύο ποσότητες των 0,625kg αποτελεί το 1/32 της αρχικής ποσότητας των 20 kg.

5.3: Χημική ανάλυση

Για την μία ποσότητα των 0,625 kg πραγματοποιήθηκε χημική ανάλυση με την μέθοδο της φασματομετρίας ατομικής απορρόφησης. Όλες οι χημικές αναλύσεις πραγματοποιήθηκαν στο εργαστήριο Ανόργανης και Οργανικής Γεωχημείας και Οργανικής Πετρογραφίας του Πολυτεχνείου Κρήτης.

Πίνακας 5.1: Χημική Ανάλυση αρχικού υλικού με τη μέθοδο της ατομικής απορρόφησης

P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe_2O_3 (%)	SiO ₂ (%)	LOI(%)	Απροσδιόριστα (%)	Σύνολο (%)
11,62	38,76	0,28	3,25	29,78	16,32	100

Για την άλλη ποσότητα των 0,625kg πραγματοποιήθηκε κοκκομετρική ανάλυση στα κόσκινα 2 mm, 1 mm, 0,5 mm, 0,25 mm, ώστε να υπάρχει μία εικόνα του πώς κατανέμονται οι κόκκοι του αρχικού υλικού ανάλογα του μεγέθους τους. Τα αποτελέσματα της κοκκομετρικής ανάλυσης παρουσιάζονται στον πίνακα 5.2.

Μέγεθος (mm)	Βάρος (g) Βάρος (%)		Βάρος (%) Αθροιστικώς Διερχόμενο
4	0	0	100
2	42	7,24	92,76
1	206	35,52	57,24
0,5	174	30,00	27,24
0,25	76	13,10	14,14
0,125	82	14,14	7,52
Σύνολο	580	100	

Πίνακας 5.2: Κοκκομετρική ανάλυση του 1/32 της ποσότητας του αρχικού υλικού





Για κάθε κοκκομετρικό κλάσμα πραγματοποιήθηκε ακόμη χημική ανάλυση με τη μέθοδο φθορισμού των ακτίνων Χ. Τα αποτελέσματα παρουσιάζονται στο πίνακα 5.3

Μέγεθος (mm)	Χημική ανάλυση					Κατανομή μεταλλομονάδων								
	P_2O_5	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	LOI	Απ	Σύνολο	P_2O_5	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	LOI	Απ	Σύνολο
	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
2	12,12	40,44	0,27	3,03	29,55	14,59	100	7,73	7,31	6,40	7,25	7,35	6,55	7,24
1	10,88	37,54	0,27	2,99	28,79	19,52	100	34,01	33,30	31,29	35,12	35,11	42,96	35,52
0,5	10,97	40,21	0,29	2,89	29,26	16,38	100	28,96	30,12	28,68	28,66	30,14	30,45	30,00
0,25	11,02	39,44	0,30	2,98	29,53	16,73	100	12,70	12,91	12,78	12,91	13,29	13,59	13,10
-0,25	13,35	46,31	0,45	3,43	29,09	7,37	100	16,60	16,35	20,85	16,06	14,12	6,46	14,14
Σύνολο	11,36	40,04	0,31	3,02	29,13	16,14	100	100	100	100	100	100	100	100

Πίνακας 5.3: Χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων κοκκομετρικών κλασμάτων αρχικού υλικού

 $A\pi = Aπροσδιόριστα$

5.4: Ορυκτολογική ανάλυση

Η ορυκτολογική ανάλυση του αρχικού δείγματος φωσφορίτη πραγματοποιήθηκε στο εργαστήριο Γενικής και Τεχνικής Ορυκτολογίας του Πολυτεχνείου Κρήτης με χρήση του περιθλασίμετρου ακτίνων X (XRD) καθώς και των πολωτικών μικροσκοπίων διερχόμενου και ανακλώμενου φωτός.

Από το αρχικό λειοτριβημένο, σε πλανητικό μύλο, δείγμα φωσφορίτη τοποθετήθηκε μικρή ποσότητα σε κατάλληλο δειγματοφορέα, ο οποίος στη συνέχεια τοποθετήθηκε στο περιθλασίμετρο ακτίνων Χ όπου και πραγματοποιήθηκε η ακτινοσκόπηση του δείγματος. Τα αποτελέσματα της ακτινοσκόπησης έδειξαν ότι το αρχικό δείγμα φωσφορίτη αποτελείται από τα ορυκτά ασβεστίτη, φρανκολίτη, φθοροαπατίτη και χαλαζία: Το ποσοστό βάρους με το οποίο συμμετέχουν τα παραπάνω ορυκτά στο δείγμα παρουσιάζονται στον πίνακα 5.4

Ορυκτό	Χημικός τύπος	Ποσοστό βάρους (%)
Ασβεστίτης	CaCO ₃	70
Φρανκολίτης	$CaF(Ca,C)_4[(P,C)(O,OH,F)_4]_3$	16
Φθοροαπατίτης	$Ca_5(PO_4)_3F$	11
Χαλαζίας	SiO ₂	3

Πίνακας 5.4: Ποσοστό βάρους των ορυκτών του αρχικού δείγματος φωσφορίτη



Σχήμα 5.2: Ακτινοδιάγραμμα αρχικού δείγματος φωσφορίτη

Παράλληλα πραγματοποιήθηκε ορυκτολογική εξέταση με τη βοήθεια των πολωτικών μικροσκοπίων διερχόμενου και ανακλώμενου φωτός. Πρόκειται για όργανα με τα οποία γίνεται παρατήρηση και εντοπισμός των ορυκτών που περιέχονται σε ένα πέτρωμα ή σε ένα μετάλλευμα με βάση τις διαφορετικές οπτικές ιδιότητες που παρουσιάζουν. Για τον σκοπό αυτό κατασκευάστηκαν στο εργαστήριο Πετρολογίας και Οικονομικής Γεωλογίας δύο λεπτές τομές από συμπαγή πέτρα φωσφορίτη και δύο στιλπνές τομές από τα κοκκομετρικά κλάσματα +2mm και +1mm. Η παρατήρηση λεπτών τομών γίνεται σε διερχόμενο φως ενώ των στιλπνών τομών σε ανακλώμενο φώς.



Σχήμα 5.3: Λεπτή τομή φωσφορίτη (διερχόμενο φως // Nic)



Σχήμα 5.4: Στιλπνή τομή φωσφορίτη (ανακλώμενο φως // Nic)

Από το σχήμα 5.3 παρατηρείται η ύπαρξη κρυστάλλων ασβεστίτη με άσπρο χρώμα καθώς και ορισμένες στρώσεις μαύρου χρώματος που πιθανόν να οφείλεται στην ύπαρξη οργανικού υλικού που εγκλωβίστηκε κατά τον σχηματισμό της πέτρας.

Από το σχήμα 5.4 παρατηρούνται κόκκοι ασβεστίτη που περιβάλλονται από ρητίνη, που χρησιμοποιήθηκε για την κατασκευή της στιλπνής τομής. Σημειώνεται ότι δεν παρατηρήθηκαν μεμονωμένοι κόκκοι απατίτη καθώς ο απατίτης είναι κρυπτοκρυσταλλικός, δηλαδή βρίσκεται μαζί με τον ασβεστίτη ως μια μάζα. Πιθανός εντοπισμός θα ήταν εφικτός με εξέταση του δείγματος σε ηλεκτρονικό μικροσκόπιο.
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 6: ΒΑΡΥΤΟΜΕΤΡΙΚΟΣ ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΣ ΜΕ ΒΑΡΕΑ ΥΓΡΑ

Στο εργαστήριο Εμπλουτισμού των Μεταλλευμάτων πραγματοποιήθηκαν δοκιμές εμπλουτισμού του αρχικού δείγματος φωσφορίτη χρησιμοποιώντας δύο βαρέα υγρά (οργανικής φύσεως) με δύο διαφορετικές πυκνότητες, ρ₁=2,7 g/cm³ και ρ₂=2,65 g/cm³.

6.1: Δοκιμή με βαρύ υγρό πυκνότητας 2,7 g/cm³

Από το αρχικό δείγμα φωσφορίτη (μεγέθους -4mm) ελήφθη μία ποσότητα η οποία κοσκινίστηκε σε κόσκινο 0,5 mm.

Στη συνέχεια ένα ποτήρι ζέσεως πληρώθηκε με βαρύ υγρό πυκνότητας ρ = 2,7 g/cm³ όπου προστέθηκε όλο το υλικό μεγέθους 0,5-4mm. Σημειώνεται ότι η επιλογή της συγκεκριμένης πυκνότητας έγινε ύστερα από βιβλιογραφική ανασκόπηση (Ρίζου Μ, 1999) όπου εξακριβώθηκε ότι σε αυτήν τη πυκνότητα περίπου το 50% του βάρους του αρχικού υλικού πηγαίνει στο επιπλεύσαν προϊόν και το υπόλοιπο 50% στο βυθισθέν. Επίσης η πυκνότητα αυτή αποτελεί την πυκνότητα του ασβεστίτη.

Με την ολοκλήρωση της διαδικασίας, οι κόκκοι που επέπλευσαν πλύθηκαν με ακετόνη και αφέθηκαν να στεγνώσουν. Οι κόκκοι που βυθίστηκαν μέσα στο βαρύ υγρό έπρεπε καταρχήν να διαχωριστούν από αυτό. Για το λόγο αυτό πραγματοποιήθηκε διήθηση και το βαρύ υγρό συλλέχτηκε ώστε να ξαναχρησιμοποιηθεί. Ακολούθως οι κόκκοι ξεπλύθηκαν και αυτοί με ακετόνη και αφέθηκαν να στεγνώσουν στον ατμοσφαιρικό αέρα.

Οι στεγνοί κόκκοι του επιπλεύσαντος και του βυθισθέντος προϊόντος ζυγίστηκαν και προσδιορίστηκε η απώλεια πύρωσής τους καθώς και η χημική τους ανάλυση με τη μέθοδο XRF. Τα αποτελέσματα του βαρυτομετρικού διαχωρισμού του φωσφορίτη με βαρύ υγρό πυκνότητας 2,7g/cm³ παρουσιάζονται στον πίνακα 6.1

	Κοκκομετρικό κλάσμα 0,5-4 mm															
Προϊόν				Χημική ανάλυση						Κατανομή μεταλλομονάδων						
	Βάρος (g)	Βάρος (%)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)
Ελαφρύ	34,6	58,9	7,70	36,70	0,26	2,99	35,23	17,13	100	41,30	57,60	56,53	61,52	70,51	53,49	58,94
Βαρύ	24,1	41,1	15,71	38,79	0,29	2,68	21,15	21,38	100	58,70	42,40	43,47	38,48	29,49	46,51	41,06
Αρχικό υλικό	58,7	100	10,99	37,56	0,27	2,86	29,45	18,87	100	100	100	100	100	100	100	100

Πίνακα 6.1: Αποτελέσματα βαρυτομετρικού διαχωρισμού με βαρύ υγρό πυκνότητας 2,7 g/cm³



Από τον πίνακα 6.1 δημιουργήθηκαν τα σχήματα 5.2 - 5.6

Σχήμα 6.1: Κατανομή βάρους στα προϊόντα της δοκιμής με βαρύ υγρό πυκνότητας 2.7 g/cm³

Από τον πίνακα 6.1 παρατηρείται ότι με το διαχωρισμό του αρχικού υλικού με βαρύ υγρό πυκνότητας (ρ= 2,7 g/cm³), το 58,9% του βάρους του αρχικού υλικού επέπλευσε και το 41,1 % βυθίστηκε. Οι τιμές αυτές είναι αρκετά κοντά στην επιθυμητή τιμή 50 %.

Από τον πίνακα 6.1 παρατηρείται ακόμη ότι στο βυθισθέν προϊόν μετακινήθηκαν, όπως ήταν αναμενόμενο, οι περισσότερες μεταλλομονάδες του αρχικού υλικού σε P₂O₅. Στο ίδιο προϊόν μετακινήθηκαν οι περισσότερες μεταλλομονάδες του αρχικού υλικού σε CaO, Fe₂O₃ και SiO₂.

Αυτό εξηγείται ως εξής:

Οι τυχόν αποδεσμευμένοι σε ορυκτά του φωσφόρου κόκκοι καθώς και οι σύμμεικτοι που το μεγαλύτερο ποσοστό βάρους αντιστοιχεί στα ορυκτά του φωσφόρου, παρουσίαζαν πυκνότητα μεγαλύτερη από 2.7 g/cm³ με αποτέλεσμα να βουλιάξουν.



Σχήμα 6.2: Περιεκτικότητα των βαρυτομετρικών προϊόντων σε P_2O_5 , CaO, Fe₂O₃ και SiO₂ με υγρό πυκνότητας 2,7 g/cm³

Από τα σχήματα 6.2 παρατηρείται ότι το βαρύ προϊόν εμπλουτίστηκε σε P_2O_5 έχοντας περιεκτικότητα 15,71%. Το πρόβλημα όμως εντοπίζεται ότι στο βαρύ προϊόν η περιεκτικότητα σε CaO είναι ελαφρώς μεγαλύτερη από εκείνη του επιπλεύσαντος. Ενώ όσο αυξάνεται η περιεκτικότητα σε P_2O_5 θα έπρεπε η περιεκτικότητα σε CaO να μειωνόταν. Η παράλληλη αύξηση των περιεκτικοτήτων σε P_2O_5 και CaO οφείλεται στο γεγονός ότι το P_2O_5 βρίσκεται υπό μορφή απατίτη, ο οποίος στη δομή του περιέχει και CaO. Για τα χημικά στοιχεία Fe_2O_3 και SiO₂, η περιεκτικότητα παραμένει στα ίδια επίπεδα και στα δύο βαρυτομετρικά προϊόντα.

Σημειώνεται ακόμη ότι η διαδικασία εμπλουτισμού φάνηκε και από την οπτική παρατήρηση των πυρωμένων σε φούρνο στους 980° C προϊόντων κατά τον προσδιορισμό της απώλειας πύρωσης, με το επιπλεύσαν να παρουσιάζει γκρι χρώμα και το βυθισθέν μπεζ χρώμα.



Σχήμα 6.3: Πυρωμένα προϊόντα βαρυτομετρικού διαχωρισμού σε πυκνότητα 2,7 g/cm³(Αριστερά: Βυθισθέν, Δεξιά: Επιπλεύσαν)

6.2: Δοκιμή με βαρύ υγρό πυκνότητας 2,65 g/cm³

Από το αρχικό δείγμα (μεγέθους -4mm) ελήφθη μία ποσότητα η οποία κοσκινίστηκε σε κόσκινο 0,5 mm.

Στη συνέχεια ένα ποτήρι ζέσεως πληρώθηκε με βαρύ υγρό πυκνότητας ρ= 2,65 g/cm³ όπου προστέθηκε όλο το υλικό μεγέθους 0,5-4mm. Για τη δημιουργία αυτής της πυκνότητας χρησιμοποιήθηκαν δύο υγρά με πυκνότητες 2,7 g/cm³ και 2,4 g/cm³. Με βάση αυτά προσδιορίστηκε η σχέση που συνδέει τον όγκο των δύο υγρών που πρέπει να προστεθεί ώστε να προκύψει το υγρό με τη ζητούμενη πυκνότητα και με συγκεκριμένη ποσότητα. Οι σχέσεις που χρησιμοποιήθηκαν είναι:

$$m_1 + m_2 = mo\lambda \tag{6.1}$$

$$V_1 + V_2 = Vo\lambda \tag{6.2}$$

$$\rho o \lambda = \frac{m o \lambda}{V o \lambda} = \frac{m_1 + m_2}{V_1 + V_2} = \frac{\rho_1 V_1 + \rho_1 V_2}{V_1 + V_2}$$
(6.3)

$$\rho o \lambda = \frac{\rho_1 V_1 + \rho_1 V_2}{V_1 + V_2}$$

$$2,65 = \frac{2,7V_1 + 2,4V_2}{V_1 + V_2}$$

$$2,65V_1 + 2,65V_2 = 2,7V_1 + 2,4V_2$$

$$2,65V_2 - 2,4V_2 = 2,7V_1 - 2,65V_1$$

$$0,25V_2 = 0,05V_1$$

$$V_2 = 0,2V_1$$
(6.4)

Η διαδικασία που ακολουθήθηκε για τον βαρυτομετρικό διαχωρισμό με υγρό πυκνότητας 2,65g/cm³ είναι ίδια με εκείνη της δοκιμής με βαρύ υγρό πυκνότητας 2,7 g/cm³ και τα αποτελέσματα παρουσιάζονται στον πίνακα 6.2

	Κοκκομετρικό κλάσμα 0,5-4 mm															
Προϊόν				Χημική ανάλυση						Κατανομή μεταλλομονάδων						
	Βάρος (g)	Βάρος (%)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)
Ελαφρύ	22,2	38,7	7,02	37,03	0,30	3,43	37,90	14,32	100	27,70	38,81	38,92	46,67	48,73	27,58	38,68
Βαρύ	35,2	61,3	11,56	36,82	0,29	2,47	25,15	23,70	100	72,30	61,19	61,08	53,33	51,27	72,42	61,32
Αρχικό υλικό	57,4	100	9,81	36,90	0,30	2,84	30,08	20,07	100	100	100	100	100	100	100	100

Πίνακα 6.2: Αποτελέσματα βαρυτομετρικού διαχωρισμού με βαρύ υγρό πυκνότητας 2,65 g/cm³

 $A\pi = Aπροσδιόριστα$



Σχήμα 6.4: Κατανομή βάρους στα προϊόντα της δοκιμής με βαρύ υγρό πυκνότητας 2.65 g/cm³

Από τον πίνακα 6.2 παρατηρείται ότι με το διαχωρισμό του αρχικού υλικού σε βαρύ υγρό πυκνότητας (ρ = 2,65 g/cm³), το 38,7% του βάρους του αρχικού υλικού επέπλευσε και το 61,3 % βυθίστηκε. Προκύπτει λοιπόν ότι με μείωση της πυκνότητας του υγρού από 2,7g/cm3 σε 2,65 g/cm³ αυξήθηκε το ποσοστό του βάρους του βυθισθέντος υλικού.

Από τον πίνακα 6.2 παρατηρείται ακόμη ότι στο βυθισθέν προϊόν μετακινήθηκε το 72,3 % των μεταλλομονάδων του αρχικού υλικού σε P_2O_5 . Στο ίδιο προϊόν μετακινήθηκαν οι περισσότερες μεταλλομονάδες του αρχικού υλικού σε CaO, Fe₂O₃ και SiO₂.



Σχήμα 6.5: Περιεκτικότητα των βαρυτομετρικών προϊόντων σε P_2O_5 , CaO, Fe₂O₃ και SiO₂ με υγρό πυκνότητας 2,65 g/cm³

Από το σχήμα 6.5 παρατηρείται ότι η περιεκτικότητα του βυθισθέντος προϊόντος σε P₂O₅ είναι μεγαλύτερη από εκείνη του επιπλεύσαντος και η τιμή της κυμαίνεται στο 12 %. Για τα υπόλοιπα χημικά στοιχεία, CaO, Fe₂O₃ και SiO₂ η περιεκτικότητα παραμένει στα ίδια επίπεδα στα δύο προϊόντα

6.3: Σύγκριση αποτελεσμάτων βαρυτομετρικού διαχωρισμού







Σχήμα 6.7: Μεταβολή μεταλλομονάδων P_2O_5 στα προϊόντα των βαρυτομετρικών διαχωρισμών

το σχήμα 6.6 παρατηρείται ότι με αύξηση της πυκνότητας του βαρέως υγρού από 2,65 σε 2,7g/cm³ η περιεκτικότητα του βαρέως προϊόντος σε P_2O_5 αυξάνεται από 12 σε 16 % ενώ στο ελαφρύ η περιεκτικότητα παραμένει σχεδόν αμετάβλητη.

Από το σχήμα 6.7 παρατηρείται ότι και στις δύο δοκιμές, τα ορυκτά του φωσφόρου πηγαίνουν περισσότερο στο βυθισθέν προϊόν. Αυτό οφείλεται στο γεγονός ότι ο απατίτης έχει πυκνότητα 3,2 g/cm³ που είναι μεγαλύτερη από τις πυκνότητες των βαρέων υγρών.



Σχήμα 6.8: Σύγκριση περιεκτικότητας και κατανομής μεταλλομονάδων P_2O_5 στα βυθισθέντα προϊόντα

Από το σχήμα 6.8 παρατηρείται ότι όσο μεγαλώνει η πυκνότητα του βαρέως υγρού, τόσο λιγότερο P_2O_5 πηγαίνει στο βαρύ προϊόν ενώ η περιεκτικότητά του σε P_2O_5 αυξάνεται. Αυτό σημαίνει ότι όσο αυξάνεται η πυκνότητα του υγρού τόσο λιγότεροι σύμμεικτοι κόκκοι μεταλλεύματος βουλιάζουν με αποτέλεσμα να χάνουμε από τη μεριά κόκκους που περιέχουν απατίτη αλλά από την άλλη μεριά να κερδίζουμε καλύτερης ποιότητας προϊόν.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 7: ΔΟΚΙΜΕΣ ΕΠΙΠΛΕΥΣΗΣ

7.1: Λειοτρίβηση σε σφαιρόμυλο

Στο αρχικό δείγμα φωσφορίτη μεγέθους μικρότερο από 4 mm πραγματοποιήθηκαν δοκιμές υγρής λειοτρίβησης σε εργαστηριακό σφαιρόμυλο. Οι δοκιμές λειοτρίβησης πραγματοποιήθηκαν ώστε να διερευνηθεί ο χρόνος στον οποίο δημιουργούνται οι περισσότεροι κόκκοι μεγέθους μικρότερο από 0,2 mm. Αυτό είναι προϋπόθεση για τον εμπλουτισμό του δείγματος με επίπλευση γιατί η φυσαλίδα μπορεί να σηκώσει κόκκους αυτής της τάξεως μεγέθους. Συνολικά έγιναν πέντε δοκιμές σε διαφορετικό χρόνο η κάθε μια.

Πριν από τη διεξαγωγή των δοκιμών, προσδιορίστηκε ο αριθμός των περιστροφών του μύλου σε κατάσταση μέγιστης δυνατής λειτουργίας του. Για το σκοπό αυτό στο μύλο τοποθετήθηκαν οι σφαίρες και ο μύλος τέθηκε σε λειτουργία. Ο αριθμός των στροφών προέκυψε με τη μέτρηση, από συγκεκριμένη οπτική γωνία, του αριθμού των περασμάτων μίας χαραγμένης επί του μύλου γραμμής επί ένα λεπτό. Ύστερα από πέντε μετρήσεις διαπιστώθηκε ότι ο μύλος σε μέγιστη λειτουργία πραγματοποιεί 71 στροφές το λεπτό.

Επίσης προσδιορίστηκε τι ποσοστό της κρίσιμης συχνότητας του μύλου (Nc) αποτελεί η μετρηθείσα τιμή της συχνότητας περιστροφής. Σημειώνεται ότι ως κρίσιμη συχνότητα ενός σφαιρόμυλου ονομάζεται εκείνη η συχνότητα περιστροφής πάνω από την οποία οι σφαίρες παραμένουν προσκολλημένες στα τοιχώματα του με αποτέλεσμα να μην επιτυγχάνεται λειοτρίβηση του υλικού. Η κρίσιμη συχνότητα Νc δίνεται από τη σχέση:

$$Nc = \frac{42.3}{\sqrt{D}} \tag{7.1}$$

όπου:

Nc:= η κρίσιμη συχνότητα περιστροφής σε rpm

D: = η διάμετρος του μύλου (D= 0.204 m για το μύλο όπου έγιναν οι δοκιμές λειοτρίβησης)

Από την παραπάνω σχέση, με αντικατάσταση της τιμής της διαμέτρου, προκύπτει ότι Nc= 93,65 rpm (στροφές το λεπτό).

Η τιμή που μετρήθηκε για μέγιστη λειτουργία του μύλου είναι 71 rpm οπότε η τιμή αυτή προκύπτει ότι είναι το 75,81 % της Nc.

Γενικά οι επιθυμητές τιμές συχνότητας περιστροφής ενός μύλου είναι περίπου (60-80% της κρίσιμης συχνότητας περιστροφής του. Συνεπώς η τιμή που μετρήθηκε βρίσκεται μέσα στα επιτρεπόμενα όρια.

Ακολούθως για το σφαιρόμυλο προσδιορίστηκε η ισχύς του με βάση την παρακάτω εξίσωση:

$$P = 9.9 * N * M * D \tag{7.2}$$

όπου:

P:= η ισχύς του σφαιρόμυλου σε Watt.

 $N:=\eta$ συχνότητα περιστροφής σε στροφές το δευτερόλεπτο (N=1,18)

M:= η μάζα του φορτίου του μύλου δηλαδή των σφαιρών και του υλικού (M= 4,135 kg).

D: = η διάμετρος του μύλου (D= 0.204 m για τον μύλο όπου έγιναν οι δοκιμές λειοτρίβησης).

Με αντικατάσταση των τιμών στην παραπάνω εξίσωση προκύπτει ότι η ισχύς του μύλου είναι: P= 9,88 Watt.

Με βάση την ισχύ αλλά και το φορτίο του μύλου προσδιορίστηκε η ειδική ενέργεια e. Συγκεκριμένα,

$$E = P * t \tag{7.3}$$

$$e = E/m \tag{7.4}$$

όπου:

P:= η ισχύς του σφαιρόμυλου σε Watt.

t:= ο χρόνος λειοτρίβησης σε sec

m:= η μάζα του φορτίου του μύλου δηλαδή των σφαιρών και του υλικού (M= 4,135 kg).

Μετά τον προσδιορισμό της συγνότητας περιστροφής και της ισγύς του μύλου, πραγματοποιήθηκαν πέντε δοκιμές λειοτρίβησης. Σε κάθε μία χρησιμοποιήθηκαν 500 g αρχικού δείγματος φωσφορίτη και 350 mL νερού. Η μάζα του φορτίου παρέμενε σταθερή ενώ η μόνη παράμετρος που άλλαζε ήταν ο χρόνος λειοτρίβησης. Συγκεκριμένα πραγματοποιήθηκαν δοκιμές για 5 min, 10 min, 15 min, 20 min και 25 min. Μετά την ολοκλήρωση κάθε μιας δοκιμής λειοτρίβησης, ακολούθησε υγρή κοσκίνιση του πολφού σε κόσκινο 63μm. Ο διεργόμενος πολφός (-63μm) όπως και ο παραμένων αφέθηκαν αρχικά να ηρεμήσουν ώστε να καθίσουν οι κόκκοι. Αυτή η διαδικασία ονομάζεται πάχυνση και είναι το πρώτο στάδιο αφυδάτωσης. Με την καθίζηση των κόκκων, απομακρύνθηκε η μεγάλη ποσότητα νερού και στη συνέχεια τα δύο προϊόντα (- 63 μm και +63 μm) διηθήθηκαν υπό κενό ώστε να απομακρυνθεί περαιτέρω ποσότητα νερού. Μετά τη διήθηση ακολούθησε η ξήρανση. Μετά και το πέρας της ξήρανσης τα δύο προϊόντα είχαν πλέον στεγνώσει και όλο το νερό είχε απομακρυνθεί. Για κάθε προϊόν μετρήθηκε το βάρος και στη συνέχεια πραγματοποιήθηκαν για όλα τα προϊόντα +63 μm κοκκομετρική ανάλυση στα κόσκινα 2mm, 1mm, 0,5mm, 0,25mm, 0,125mm, 0,063mm. Τέλος το -0,063 mm κάθε κοκκομετρικής ανάλυσης αναμείχτηκε με το υλικό -0,063 mm της υγρής κοσκίνησης καθώς τα υλικά έχουν ίδιο μέγεθος.

Τα αποτελέσματα των κοκκομετρικών αναλύσεων όλων των δοκιμών λειοτρίβησης παρουσιάζονται στον πίνακα 7.1

70

	5 AI	ΕΠΤΑ ΛΕΙΟΤΙ	ριβησης	10 ΛΕΠΤΑ ΛΕΙΟΤΡΙΒΗΣΗΣ		15	15 ΛΕΠΤΑ ΛΕΙΟΤΡΙΒΗΣΗΣ			20 ΛΕΠΤΑ ΛΕΙΟΤΡΙΒΗΣΗΣ			25 ΛΕΠΤΑ ΛΕΙΟΤΡΙΒΗΣΗΣ		
ΚΟΚΚΟΜΕΤΡΙΚΑ ΚΛΑΣΜΑΤΑ (mm)	BAPOΣ (g)	ΒΑΡΟΣ (%)	ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΣ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΟ (%)	BAPOΣ (g)	ΒΑΡΟΣ (%)	ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΣ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΟ (%)	BAPOΣ (g)	ΒΑΡΟΣ (%)	ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΣ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΟ (%)	BAPOΣ (g)	ΒΑΡΟΣ (%)	ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΣ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΟ (%)	BAPOΣ (g)	ΒΑΡΟΣ (%)	ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΣ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΟ (%)
2	1,1	0,22	99,78	0	0	100	0	0	100	0	0	100	0	0	100
1	14,7	3,00	96,77	0,5	0,10	99,90	0	0	100	0	0	100	0	0	100
0,5	89,3	18,25	78,52	9,6	1,94	97,96	0,5	0,10	99,90	0,1	0	100	0	0	100
0,25	134,9	27,56	50,96	104,9	21,17	76,80	33,8	6,94	92,96	9,9	2,02	97,96	3,40	0,69	99,31
0,125	88,4	18,06	32,90	130	26,23	50,56	125,3	25,71	67,25	96,6	19,66	78,30	72,00	14,65	84,66
0,063	41,6	8,50	24,40	65,4	13,20	37,37	85,5	17,55	49,70	94,5	19,23	59,07	101,60	20,68	63,98
-0,063	119,4	24,40		185,2	37,37		242,2	49,70		290,2	59,07		314,4	63,98	
ΣΥΝΟΛΟ	489,4	100		495,6	100		487,3	100		491,3	100		491,4	100	

Πίνακας 7.1: Κοκκομετρική ανάλυση προϊόντων λειοτρίβησης

Από τον πίνακα 7.1 προκύπτει το παρακάτω σχήμα



Σχήμα 7.1: Καμπύλες αθροιστικού διερχόμενου συναρτήσει του μεγέθους για κάθε δοκιμή λειοτρίβησης.

Από το σχήμα 7.1 παρατηρείται ότι όσο περισσότερο διαρκεί η λειοτρίβηση τόσο περισσότεροι κόκκοι διέρχονται από το κόσκινο 0,2 mm. Για πέντε και για δέκα λεπτά λειοτρίβηση παρατηρείται ότι το ποσοστό των κόκκων είναι σχετικά μικρό (τάξη 60% όλου του υλικού) ενώ αυξάνεται σημαντικά για 15, 20 και 25 λεπτά (τάξη 80-90% του υλικού). Μεταξύ 15, 20 και 25 λεπτών λειοτρίβησης παρατηρείται μικρή αύξηση στο ποσοστό του υλικού που έχει μέγεθος κάτω από 0,2 mm. Για λόγους οικονομίας στην κατανάλωση ρεύματος και αποφυγής δημιουργίας πολύ λεπτόκοκκου υλικού, επιλέχτηκε ως χρόνος λειοτρίβησης του αρχικού υλικού πριν τον εμπλουτισμό τα 15 λεπτά.

Πίνακας 7.2: Σύγκριση του αθροιστικώς διερχόμενου προϊόντος με την ειδική ενέργεια λειοτρίβησης

ΧΡΟΝΟΣ ΛΕΙΟΤΡΙΒΗΣΗΣ (sec)	0	300	600	900	1200	1500				
ΕΙΔΙΚΗ ΕΝΕΡΓΕΙΑ (J/kg)	0	5929	11859	17788	23718	29647				
ΚΟΚΚΟΜΕΤΡΙΚΑ ΚΛΑΣΜΑΤΑ (mm)	ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΣ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΟ (%)									
2	92,76	99,78	100	100	100	100				
1	57,24	96,77	99,90	100	100	100				
0,5	27,24	78,52	97,96	99,90	99,98	100				
0,25	14,14	50,96	76,80	92,96	97,96	99,31				
0,125	7,52	32,90	50,56	67,25	78,30	84,66				
0.063	4.00	24,40	37,37	49,70	59,07	63,98				



Σχήμα 7.2: Καμπύλες αθροιστικώς διερχόμενων προϊόντων σε σχέση με την ειδική ενέργεια για κάθε κοκκομετρικό κλάσμα

Από τον πίνακα 7.2 παρατηρείται ότι όσο μεγαλώνει η ειδική ενέργεια για τη θραύση του ίδιου δείγματος τόσο μεγαλύτερο είναι το ποσοστό του υλικού που διέρχεται από κάποιο συγκεκριμένο κοκκομετρικό κλάσμα. Επιπλέον για συγκεκριμένη ειδική ενέργεια προκύπτει ότι οι χονδροί κόκκοι σπάνε πιο πολύ από ότι οι λεπτοί για αυτό το λόγο παρατηρείται ότι το ποσοστό του υλικού που διέρχεται από τα μεγάλα κοκκομετρικά κλάσματα είναι μεγαλύτερο από εκείνο που διέρχεται από τα μικρότερα κλάσματα.

ΧΡΟΝΟΣ ΛΕΙΟΤΡΙΒΗΣΗΣ (sec)	0	300	600	900	1200	1500		
ΕΙΔΙΚΗ ΕΝΕΡΓΕΙΑ (J/kg)	0	5929	11859	17788	23718	29647		
ΚΟΚΚΟΜΕΤΡΙΚΑ ΚΛΑΣΜΑΤΑ (mm)	ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΣ ΠΑΡΑΓΟΜΕΝΟ (%) ΑΝΗΓΜΕΝΟ							
2	0	96,90	100	100	100	100		
1	0	92,45	99,76	100	100	100		
0,5	0	70,48	97,20	99,86	99,97	100		
0,25	0	42,89	72,98	91,80	97,63	99,19		
0,125	0	27,44	46,55	64,59	76,54	83,41		
0.000		24.25	2476	47.04	F7 2 C	C2 40		

Πίνακας 7.3: Σύγκριση του αθροιστικώς παραγόμενου προϊόντος με την ειδική ενέργεια λειοτρίβησης



Σχήμα 7.3: Καμπύλες αθροιστικώς παραγόμενων προϊόντων σε σχέση με την ειδική ενέργεια για κάθε κοκκομετρικό κλάσμα

Για τα προϊόντα μεγέθους -0,063 mm όλων των λειοτριβήσεων αλλά και για όλα τα κοκκομετρικά κλάσματα για 15 min λειοτρίβησης πραγματοποιήθηκε χημική ανάλυση με τη μέθοδο φθορισμού των ακτίνων Χ.

Πίνακας 7.4: Χημική Ανάλυση των προϊόντων -0,063 mm όλων των λειοτριβήσεων

			Χημική ανάλυση									
Χρόνος λειοτρίβησης (min)	Μέγεθος (mm)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)				
5	-0,063	12,68	47,49	0,53	3,29	30,22	5,79	100				
10	-0,063	11,19	44,35	0,44	2,94	29,93	11,15	100				
15	-0,063	10,71	39,82	0,34	2,96	29,79	16,37	100				
20	-0,063	11,45	41,24	0,35	3,00	29,78	14,17	100				
25	-0,063	11,92	44,71	0,39	2,92	29,97	10,09	100				



Σχήμα 7.4: Περιεκτικότητα σε P_2O_5 των προϊόντων -0,063 mm για όλους τους χρόνους λειοτρίβησης

			Χημική	ί ανάλυο	ող			Κατανομή Μεταλλομονάδων							
Μέγεθος	Βάρος	P_2O_5	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	LOI	Απ	Σύνολο	P_2O_5	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	LOI	Απ	Σύνολο
(mm)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
0,25	6,94	13,06	40,51	0,30	3,29	28,19	14,65	100	7,80	6,74	6,31	7,66	6,63	7,35	6,94
0,125	25,74	12,69	46,14	0,35	2,91	29,00	8,92	100	28,12	28,48	26,93	25,10	25,29	16,57	25,74
0,063	17,56	12,02	41,01	0,30	3,04	28,82	14,81	100	18,18	17,27	15,75	17,89	17,15	18,78	17,56
0,032	49,75	10,71	39,82	0,34	2,96	30,22	15,95	100	45,90	47,50	51,01	49,35	50,93	57,30	49,75
Σύνολο	100	11,61	41,70	0,33	2,98	29,52	13,85	100	100	100	100	100	100	100	100

Πίνακας 7.5: Χημική Ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων των προϊόντων λειοτρίβησης για 15 min



Σχήμα 7.5: Βάρος των προϊόντων λειοτρίβησης για 15 min



Σχήμα 7.6: Περιεκτικότητα σε P_2O_5 των προϊόντων λειοτρίβησης για 15 min



Σχήμα 7.7: Κατανομή Μεταλλομονάδων των προϊόντων λειοτρίβησης για 15 min

7.2: Επίπλευση

Για το αρχικό δείγμα φωσφορίτη πραγματοποιήθηκαν συνολικά είκοσι (20) δοκιμές επίπλευσης χρησιμοποιώντας πέντε διαφορετικά αντιδραστήρια. Για κάθε ένα αντιδραστήριο πραγματοποιήθηκαν τέσσερεις επιπλεύσεις. Τα αντιδραστήρια που χρησιμοποιήθηκαν είναι τα εξής:

- 1) Ελαϊκό οξύ
- 2) Δισ(πρόπυλο)φωσφορικό νάτριο
- 3) Δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο
- 4) Δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο
- 5) Δισ(οκτανο) φωσφορικό νάτριο

Σημειώνεται ότι για το ελαϊκό οξύ υπήρχε διαθέσιμη ποσότητα για την πραγματοποίηση μιας δοκιμής τεσσάρων επιπλεύσεων ενώ τα υπόλοιπα αντιδραστήρια παρασκευάστηκαν στο εργαστήριο. Η επιλογή όλων των προαναφερθέντων μιγμάτων, η σύστασή τους και ο τρόπος παρασκευής τους αποτέλεσε ιδέα του κυρίου Ηλία Σταμπολιάδη (Σταμπολιάδης, 1979).

Για την εκτέλεση όλων των δοκιμών χρησιμοποιήθηκαν συνολικά 2,5 kg αρχικού δείγματος φωσφορίτη.

Συγκεκριμένα, για κάθε δοκιμή, που περιελάμβανε τέσσερεις διαδοχικές επιπλεύσεις με χρήση ενός αντιδραστηρίου, ζυγίστηκαν 500 g αρχικού δείγματος τα οποία υποβλήθηκαν σε υγρή λειοτρίβηση για 15 λεπτά στον εργαστηριακό σφαιρόμυλο. Το λειοτριβημένο υλικό του πολφού τοποθετήθηκε στην εργαστηριακή κυψέλη επίπλευσης. Για κάθε επίπλευση, αφού προσδιορίστηκε η ποσότητα του προστιθέμενου αντιδραστηρίου, μετρήθηκε ο συνολικός χρόνος διάρκειάς της, η θερμοκρασία και το pH του πολφού. Σημειώνεται ότι από μία διαδοχική επίπλευση σε μία άλλη εκτός από την προσθήκη νέας ποσότητας αντιδραστηρίου, προστέθηκε και ορισμένη ποσότητα νερού ώστε να είναι εφικτή η υπερχείλιση των επιπλευσάντων κόκκων. Μετά την ολοκλήρωση κάθε δοκιμής πραγματοποιήθηκε διήθηση υπό κενό των πέντε προϊόντων (Επιπλεύσαν 1, Επιπλεύσαν 2, Επιπλεύσαν 3, Επιπλεύσαν 4, Βυθισθέν). Στη συνέχεια πραγματοποιήθηκε ξήρανση των προϊόντων σε εργαστηριακό ξηραντήρα. Έτσι έγινε πλήρης απομάκρυνση του νερού από τον πολφό των προϊόντων επίπλευσης. Ακολούθως αφού κάθε προϊόν ζυγίστηκε, λειοτριβήθηκε στον πλανητικό μύλο για 10 min στις 190 στροφές. Από τα λειοτριβημένα πλέον προϊόντα ζυγίστηκαν για κάθε ένα περίπου 1 g ώστε να πραγματοποιηθεί απώλεια πύρωσης καθώς και 5 g για τον προσδιορισμό της σύστασής τους σε P₂O₅, CaO, Fe₂O₃, SiO₂ με τη μέθοδο φασματομετρίας ακτίνων X φθορισμού (XRF).

7.3: Παρασκευή αντιδραστηρίων

Για την παρασκευή των αντιδραστηρίων δισ(προπυλο) φωσφορικό νάτριο, δισ(βουτανο) φωσφορικό νάτριο, δισ(εξανο) φωσφορικό νάτριο, δισ(οκτανο) φωσφορικό νάτριο χρησιμοποιήθηκαν 10 g P_2O_5 , 5,6 g NaOH (αναλογία μαζών NaOH: $P_2O_5 = 2:1$) και ποσότητα αλκοόλης ROH ώστε να υπάρχει αναλογία μαζών αλκοόλη: $P_2O_5 = 4:1$).

Οι χημικές αντιδράσεις που λαμβάνουν χώρα κατά την ανάμειξη των προαναφερθέντων χημικών ενώσεων είναι

 $4 \text{ ROH} + P_2O_5 \rightarrow 2[(\text{RO})_2 \text{ PO}_2\text{H}]$

 $2[(RO)_2 PO_2H] + NaOH \rightarrow 2[(RO)_2 PO_2Na] + H_2O$

Αντιδραστήριο	Αλκοόλη	Ποσότητα αλκοόλης
δισ(προπυλο) φωσφορικό νάτριο	Προπανόλη (C3H7OH)	17 g
δισ(βουτανο) φωσφορικό νάτριο	Βουτανόλη (C4H9OH)	20,8 g
δισ(εξανο) φωσφορικό νάτριο	Εξανόλη (C6H11OH)	28,7 g
δισ(οκτανο) φωσφορικό νάτριο	Οκτανόλη (C8H13OH)	36,6 g

TT/ 7	(11 /	01	2	^ <i>i</i>	° ,	
Πηλακας /	$6 110\sigma_0\tau_1$	τα ποοστιθει	Πελωλ αγκου	$\lambda \omega v \sigma \tau \alpha$	αντιλοαστη	010
III watas /	.0 11000011				a r tiop ao tij	più

Κατά την ανάμειξη των προαναφερθέντων χημικών ενώσεων για την παρασκευή των αντιδραστηρίων παρατηρήθηκε ακαριαίος αναβρασμός και διαφοροποίηση του χρώματος όπως φαίνεται στο σχήμα 7.8



Σχήμα 7.8: Αντιδραστήρια που παρασκευάστηκαν για τη διεξαγωγή των δοκιμών επίπλευσης.

7.4: Κατανάλωση αντιδραστηρίων

7.4.1: Κατανάλωση δισ(οκτανο)φωσφορικού νατρίου

Ο προσδιορισμός της κατανάλωσης αντιδραστηρίου για τη διεξαγωγή μιας επίπλευσης έγινε με βάση του ότι για 1000 kg υλικού καταναλώνονται 200 g δισ(οκτανο)φωσφορικού νατρίου και ότι τα αντιδραστήρια προστίθενται στο κελί υπό μορφή υδατικού διαλύματος συγκέντρωσης 5%.

Για κάθε δοκιμή όμως χρησιμοποιήθηκαν 0,5 kg υλικού με συνέπεια να προκύπτει ότι:

200 g δισ(οκτανο)φωσφορικού νατρίου καταναλώνονται για 1.000 kg υλικού <u>X g δισ(οκτανο)φωσφορικού νατρίου καταναλώνονται για 0,5 kg υλικού</u> X= 0.5*200/1000= 0.1 g

Υδατικό διάλυμα 5%

Στα 50ml διαλύματος περιέχονται για 2,5 g δισ(οκτανο)φωσφορικού νατρίου <u>Στα Yml διαλύματος περιέχονται για 0,1 g δισ(οκτανο)φωσφορικού νατρίου</u> Y= 0.1*50/2,5= 2 mL

Έτσι λοιπόν η κατανάλωση των υπολοίπων αντιδραστηρίων προσδιορίστηκε ως εξής:

7.4.2: Κατανάλωση δισ(εξανο)φωσφορικού νατρίου
Από τα 36,6 g δισ(οκτανο)φωσφορικού νατρίου χρησιμοποιήθηκαν 0,1 g
<u>Από τα 28,7 g δισ(εξανο)φωσφορικού νατρίου χρησιμοποιήθηκαν X g</u>
X= 0.1*28,7/36,6= 0.078 g

Υδατικό διάλυμα 5%

Στα 50ml διαλύματος περιέχονται για 2,5 g δισ(εξανο)φωσφορικού νατρίου <u>Στα Yml διαλύματος περιέχονται για 0,078 g δισ(εξανο)φωσφορικού νατρίου</u> Y= 0.078*50/2,5= 1.56 ml

7.4.3: Κατανάλωση δισ(βουτανο)φωσφορικού νατρίου
Από τα 36,6 g δισ(οκτανο)φωσφορικού νατρίου χρησιμοποιήθηκαν 0,1 g
<u>Από τα 20,8 g δισ(βουτανο)φωσφορικού νατρίου χρησιμοποιήθηκαν X g</u>
X= 0.1*20,8/36,6= 0.057 g

Υδατικό διάλυμα 5%

Στα 50ml διαλύματος περιέχονται για 2,5 g δισ(βουτανο)φωσφορικού νατρίου <u>Στα Yml διαλύματος περιέχονται για 0,057 g δισ(βουτανο)φωσφορικού νατρίου</u> Y= 0.057*50/2,5= 1.14 ml 7.4.4: Κατανάλωση δισ(προπανο)φωσφορικού νατρίου
Από τα 36,6 g δισ(οκτανο)φωσφορικού νατρίου χρησιμοποιήθηκαν 0,1 g
<u>Από τα 17,0 g δισ(προπανο)φωσφορικού νατρίου χρησιμοποιήθηκαν X g</u>
X= 0.1*17/36,6= 0.046 g

Υδατικό διάλυμα 5%

Στα 50ml διαλύματος περιέχονται για 2,5 g δισ(προπανο)φωσφορικού νατρίου <u>Στα Yml διαλύματος περιέχονται για 0,046 g δισ(προπανο)φωσφορικού νατρίου</u> Y= 0.046*50/2,5= 0.92 ml

7.5: Επίπλευση με ελαϊκό οξύ

Το ελαϊκό οξύ αποτέλεσε το αντιδραστήριο για το οποίο έγιναν οι πρώτες τέσσερεις επιπλεύσεις. Πριν από την εκτέλεση της δοκιμής προσδιορίστηκε η ποσότητα αντιδραστηρίου που έπρεπε να προστεθεί για κάθε διαδοχική επίπλευση. Αυτό πραγματοποιήθηκε ως εξής: Ένα σιφόνι πληρώθηκε αρχικά με το αντιδραστήριο και μετρήθηκε ο αριθμός των σταγόνων που εξέρχονταν από το κάτω μέρος του σιφονιού για μία μείωση όγκου 1ml. Συγκεκριμένα παρατηρήθηκε ότι ο αριθμός των σταγόνων ανέρχονταν σε 40. Για μια κατανάλωση αντιδραστηρίου της τάξεως των 200 ml για 1000 kg μεταλλεύματος προέκυψε ότι:

1.000 kg μετάλλευμα \rightarrow 200 ml αντιδραστηρίου

<u>0,5 kg μετάλλευμα \rightarrow X ml αντιδραστηρίου</u>

X = 0.5*200/1000 = 0.1 ml

1 ml αντιδραστηρίου → 40 σταγόνες

0,1 ml αντιδραστηρίου -> Υ σταγόνες

Y = 0,1*40/1 = 4 σταγόνες

Έτσι λοιπόν πριν την διεξαγωγή μιας επίπλευσης προστέθηκαν στο κελί 4 σταγόνες ελαϊκού οξέος. Σημειώνεται ότι το ελαϊκό οξύ έχει την ιδιότητα του συλλέκτη και του αφριστικού.

Τα αποτελέσματα της πρώτης δοκιμής επίπλευσης παρουσιάζονται στους πίνακες 7.7-7.12

	Κατανάλωση	Χρόνος	Χρόνος
Προϊόν	ελαϊκού οξέος	προοδοποίησης	επίπλευσης
	(ml/t)	(min)	(min)
Επιπλεύσαν 1	200	1	15
Επιπλεύσαν 2	400	1	12
Επιπλεύσαν 3	600	1	12
Επιπλεύσαν 4	800	1	12
Βυθισθέν	-	-	-

Πίνακας 7.8: Κατανομή βάρους % στα προϊόντα επίπλευσης με ελαϊκό οξύ

Προϊόν	Βάρος (g)	Βάρος (%)
Επιπλεύσαν 1	66,1	13,42
Επιπλεύσαν 2	35,7	7,25
Επιπλεύσαν 3	35,1	7,13
Επιπλεύσαν 4	26,7	5,42
Βυθισθέν	328,9	66,78
Τροφή	492,5	100



Σχήμα 7.9: Βάρος % για τα προϊόντα επίπλευσης με ελαϊκό οξύ

		ΧΗΜΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ								ΚΑΤΑΝΟΜΗ ΜΕΤΑΛΛΟΜΟΝΑΔΩΝ						
	Βάρος (%)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)	
Επιπλεύσαν 1	13,42	11,65	41,52	0,25	2,81	30,82	12,96	100	12,01	12,47	9,19	11,59	14,06	18,75	13,42	
Επιπλεύσαν 2	7,25	12,02	42,88	0,27	2,86	30,99	10,98	100	6,69	6,96	5,43	6,37	7,64	8,58	7,25	
Επιπλεύσαν 3	7,13	12,46	43,73	0,29	2,88	30,91	9,73	100	6,82	6,97	5,81	6,31	7,49	7,48	7,13	
Επιπλεύσαν 4	5,42	13,49	46,59	0,36	3,12	30,39	6,05	100	5,62	5,65	5,50	5,19	5,60	3,54	5,42	
Βυθισθέν	66,78	13,42	45,47	0,40	3,44	28,72	8,56	100	68,85	67,95	74,07	70,54	65,21	61,66	66,78	
Τροφή	100	13,01	44,69	0,36	3,25	29,41	9,27	100	100	100	100	100	100	100	100	

Πίνακας 7.9: Χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα προϊόντα επίπλευσης με ελαϊκό οξύ



Σχήμα 7.10: Περιεκτικότητα % του P_2O_5 στα προϊόντα επίπλευσης με ελαϊκό οξύ

Πίνακας 7.10: Κατανομή βάρους, χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα αθροιστικώς επιπλεύσαντα προϊόντα (απορρίμματα) με ελαϊκό οξύ

ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΣ ΕΠΙΠΛΕΥΣΑΝ			хнмікн	ΑΝΑΛΥΣΗ	Ι ΑΘΡΟΙΣ	ΤΙΚΩΝ ΠΙ	ροιοντω	N	ΚΑΤΑΝΟΜΗ ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΟΜΟΝΑΔΩΝ						
Συνολική κατανάλωση ελαϊκού οξέος (mL/t)	βάρος (%)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)
200	13,42	11,65	41,52	0,25	2,81	30,82	12,96	100	12,01	12,47	9,19	11,59	14,06	18,75	13,42
400	20,67	11,78	42,00	0,25	2,83	30,88	12,26	100	18,71	19,43	14,61	17,96	21,70	27,33	20,67
600	27,80	11,95	42,44	0,26	2,84	30,89	11,61	100	25,53	26,40	20,43	24,27	29,19	34,81	27,80
800	33,22	12,20	43,12	0,28	2,89	30,81	10,71	100	31,15	32,05	25,93	29,46	34,79	38,34	33,22

Πίνακας 7.11: Κατανομή βάρους, χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα αθροιστικώς βυθισθέντα προϊόντα (συμπυκνώματα) με ελαϊκό οξύ

ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΣ ΒΥΘΙΣΘΕΝ			хнмікі	Η ΑΝΑΛΥΣ	Η ΑΘΡΟΙ	ετικΩΝ Π	POIONTO	2N	ΚΑΤΑΝΟΜΗ ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΟΜΟΝΑΔΩΝ						
Συνολική κατανάλωση	βάρος	P ₂ O ₅	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	LOI	Απ	Σύνολο	P ₂ O ₅	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	LOI	Απ	Σύνολο
ελαϊκού οξέος (mL/t)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
200	86,58	13,23	45,18	0,38	3,32	29,20	8,70	100	87,99	87,53	90,81	88,41	85,94	81,25	86,58
400	79,33	13,34	45,39	0,39	3,36	29,03	8,50	100	81,29	80,57	85,39	82,04	78,30	72,67	79,33
600	72,20	13,42	45,55	0,39	3,41	28,85	8,37	100	74,47	73,60	79,57	75,73	70,81	65,19	72,20
800	66,78	13,42	45,47	0,40	3,44	28,72	8,56	100	68,85	67,95	74,07	70,54	65,21	61,66	66,78



Σχήμα 7.11: Βάρος % και περιεκτικότητες του αθροιστικώς επιπλεύσαντος προϊόντος με ελαϊκό οξύ



Σχήμα 7.12: Βάρος % και περιεκτικότητες του αθροιστικώς βυθισθέντος προϊόντος με ελαϊκό οξύ

Από τον πίνακα 8.9 παρατηρείται ότι όσο αυξάνεται η κατανάλωση ελαϊκού οξέος, μειώνεται σημαντικά το βάρος του συμπυκνώματος ενώ η περιεκτικότητά του σε P₂O₅ αυξάνεται πολύ λίγο.

	ΒΑΘΜΟΣ ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΥ										
Κατανάλωση αντιδραστηρίου (mL/t)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)							
200	2,62	-1,62	4,29	2,07							
400	3,65	-2,12	6,13	3,06							
600	4,22	-2,38	7,46	3,99							
800	3,85	-1,99	7,39	4,25							

Πίνακας 7.12: Βαθμός διαχωρισμού με αντιδραστήριο ελαϊκό οξύ

Για τον προσδιορισμό του βαθμού διαχωρισμού χρησιμοποιήθηκε η σχέση:

$$n = \frac{(f-t)(c-f)c_{max}}{f(c-t)(c_{max}-f)} * 100$$

όπου:

f= η αρχική ανάλυση του δείγματος

c= η ανάλυση του αθροιστικού συμπυκνώματος (αθροιστικώς βυθισθέν)

t= η ανάλυση του αθροιστικού απορρίμματος (αθροιστικώς επιπλεύσαν)

 c_{max} = η χημική ανάλυση σε P_2O_5 του φθοροαπατίτη $[Ca_5F(PO_4)_3]$ =28,17


Σχήμα 7.13: Βαθμός διαχωρισμού με αντιδραστήριο ελαϊκό οξύ

Από τον πίνακα 7.15 παρατηρείται το P_2O_5 πηγαίνει στο συμπύκνωμα που είναι το βυθισθέν προϊόν. Ο βαθμός διαχωρισμού αυξάνεται μέχρι και μια κατανάλωση ελαϊκού οξέος 600 mL/t ενώ από την τιμή αυτή και πάνω μειώνεται.

7.6: Επίπλευση με δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο

Με το αντιδραστήριο που προέκυψε με την ανάμειξη προπανόλης, πεντοξειδίου του φωσφόρου και υδροξειδίου του νατρίου αλλά και με την προσθήκη δύο σταγόνων αφριστικού κάθε φορά, πραγματοποιήθηκε η δεύτερη δοκιμή επίπλευσης τα αποτελέσματα της οποίας παρουσιάζονται στους πίνακες 7.13-7.18

Προϊόν	Κατανάλωση μίγματος προπανόλης (mL)	Χρόνος προοδοποίησης (min)	Χρόνος επίπλευσης (min)
Επιπλεύσαν 1	0,92	1	5
Επιπλεύσαν 2	0,92	1	4,25
Επιπλεύσαν 3	0,92	1	5
Επιπλεύσαν 4	0,92	1	5
Βυθισθέν	-	-	-

Πίνακας 7.13: Χαρακτηριστικά επίπλευσης με δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο

Προϊόν	Βάρος (g)	Βάρος (%)
Επιπλεύσαν 1	91,2	18,50
Επιπλεύσαν 2	41,1	8,34
Επιπλεύσαν 3	36,6	7,42
Επιπλεύσαν 4	16,6	3,37
Βυθισθέν	307,5	62,37
Τροφή	493	100

Πίνακας 7.14: Κατανομή βάρους % στα προϊόντα επίπλευσης με δισ (προπανο)φωσφορικό νάτριο



Σχήμα 7.14: Βάρος % για τα προϊόντα επίπλευσης με δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο

				XHMI	KH ANA/	\YΣH			ΚΑΤΑΝΟΜΗ ΜΕΤΑΛΛΟΜΟΝΑΔΩΝ							
	Βάρος (%)	P₂O₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)	P2O5 (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)	
Επιπλεύσαν 1	18,50	12,63	44,96	0,33	2,98	30,28	8,82	100	18,49	19,37	18,86	17,70	18,88	14,42	18,50	
Επιπλεύσαν 2	8,34	13,55	46,70	0,34	3,02	30,23	6,16	100	8,94	9,07	8,65	8,08	8,49	4,54	8,34	
Επιπλεύσαν 3	7,42	11,99	40,67	0,33	3,04	29,75	14,23	100	7,05	7,03	7,50	7,24	7,44	9,33	7,42	
Επιπλεύσαν 4	3,37	12,62	44,61	0,36	3,03	30,38	9,00	100	3,37	3,50	3,68	3,27	3,45	2,68	3,37	
Βυθισθέν	62,37	12,59	42,02	0,32	3,18	29,37	12,53	100	62,15	61,03	61,30	63,71	61,74	69,03	62,37	
Τροφή	100	12,63	42,94	0,33	3,12	29,67	11,32	100	100	100	100	100	100	100	100	

Πίνακας 7.15: Χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα προϊόντα επίπλευσης με δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο



Σχήμα 7.15: Περιεκτικότητα % του P_2O_5 στα προϊόντα επίπλευσης με δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο

Πίνακας 7.16: Κατανομή βάρους, χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα αθροιστικώς επιπλεύσαντα προϊόντα (συμπυκνώματα) με δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο

ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΣ ΕΠΙΠΛΕΥΣΑΝ			хнмікн	ΑΝΑΛΥΣΗ	ΑΘΡΟΙΣ	ΓΙΚΩΝ Π	ροιοντα	ΣN	ΚΑΤΑΝΟΜΗ ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΟΜΟΝΑΔΩΝ						
Συνολική κατανάλωση δισ(προπανο) φωσφορικό νάτριο (mL)	βάρος (%)	P2O5 (%)	CaO (%)	Fe2O3 (%)	SiO2 (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)	P2O5 (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)
0,92	18,50	12,63	44,96	0,33	2,98	30,28	8,82	100	18,49	19,37	18,86	17,70	18,88	14,42	18,50
1,84	26,84	12,91	45,50	0,33	2,99	30,27	7,99	100	27,44	28,44	27,52	25,78	27,37	18,96	26,84
2,76	34,26	12,71	44,45	0,33	3,00	30,16	9,35	100	34,48	35,47	35,02	33,01	34,82	28,29	34,26
3,68	37,63	12,71	44,47	0,33	3,00	30,18	9,31	100	37,85	38,97	38,70	36,29	38,26	30,97	37,63

Πίνακας 7.17: Κατανομή βάρους, χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα αθροιστικώς βυθισθέντα προϊόντα (απορρίμματα) με δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο

ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΣ ΒΥΘΙΣΘΕΝ			хнмік	Η ΑΝΑΛΥΣ	ΣΗ ΑΘΡΟ	ΙΣΤΙΚΩΝ ΠΙ	ροιοντω	N	ΚΑΤΑΝΟΜΗ ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΟΜΟΝΑΔΩΝ						
Συνολική κατανάλωση δισ(προπανο) φωσφορικού νατρίου (mL)	βάρος (%)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe2O3 (%)	SiO2 (%)	LOI (%)	Ап (%)	Σύνολο (%)	P2O5 (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO2 (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)
0,92	81,50	12,63	42,48	0,32	3,15	29,53	11,88	100	81,51	80,63	81,14	82,30	81,12	85,58	81,50
1,84	73,16	12,53	42,00	0,32	3,16	29,45	12,54	100	72,56	71,56	72,48	74,22	72,63	81,04	73,16
2,76	65,74	12,59	42,15	0,32	3,17	29,42	12,34	100	65,52	64,53	64,98	66,99	65,18	71,71	65,74
3,68	62,37	12,59	42,02	0,32	3,18	29,37	12,53	100	62,15	61,03	61,30	63,71	61,74	69,03	62,37



Σχήμα 7.16: Βάρος % και περιεκτικότητες του αθροιστικώς επιπλεύσαντος προϊόντος με δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο



Σχήμα 7.17: Βάρος % και περιεκτικότητες του αθροιστικώς βυθισθέντος προϊόντος με δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο

	I	ΒΑΘΜΟΣ ΔΙΑΣ	ΚΩΡΙΣΜΟΥ	
Κατανάλωση αντιδραστηρίου (mL)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)
0,92	-0,01	-1,66	0,37	-0,90
1,84	1,09	-3,05	0,69	-1,19
2,76	0,41	-2,30	0,77	-1,40
3,68	0,40	-2,55	1,09	-1,51

Πίνακας 7.18: Βαθμός διαχωρισμού με δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο

Για τον προσδιορισμό του βαθμού διαχωρισμού χρησιμοποιήθηκε η σχέση:

$$n = \frac{(f-t)(c-f)c_{max}}{f(c-t)(c_{max}-f)} * 100$$

όπου:

f= η αρχική ανάλυση του δείγματος

c= η ανάλυση του αθροιστικού συμπυκνώματος (αθροιστικώς επιπλεύσαν)

t= η ανάλυση του αθροιστικού απορρίμματος (αθροιστικώς βυθισθέν)

 $c_{max} =$ η χημική ανάλυση σε P_2O_5 του φθοροαπατίτη $[Ca_5F(PO_4)_3]$ =28.17



Σχήμα 7.18: Βαθμός διαχωρισμού με δισ(προπανο)φωσφορικό νάτριο

Από τον πίνακα 7.18 παρατηρείται το P₂O₅ πηγαίνει στο συμπύκνωμα που είναι το επιπλεύσαν προϊόν. Ο βαθμός διαχωρισμού αυξάνεται μέχρι και μια κατανάλωση δισ(προπανο)φωσφορικού νατρίου 1.84 ml ενώ από την τιμή αυτή και πάνω μειώνεται.

7.7: Επίπλευση με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο

Με το αντιδραστήριο που προέκυψε με την ανάμειξη βουτανόλης, πεντοξειδίου του φωσφόρου και υδροξειδίου του νατρίου αλλά και με την προσθήκη δύο σταγόνων αφριστικού κάθε φορά, πραγματοποιήθηκε η τρίτη δοκιμή επίπλευσης τα αποτελέσματα της οποίας παρουσιάζονται στους πίνακες 7.19-7.24

Προϊόν	Κατανάλωση μίγματος βουτανόλης (mL)	Χρόνος προοδοποίη σ ης (min)	Χρόνος επίπλευσης (min)
Επιπλεύσαν 1	1,14	1	5
Επιπλεύσαν 2	1,14	1	5
Επιπλεύσαν 3	1,14	1	6
Επιπλεύσαν 4	1,14	1	5
Βυθισθέν	-	-	-

Πίνακας 7.19: Χαρακτηριστικά επίπλευσης με μίγμα δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο

Πίνακας	7.20:	Κατανομή	βάρους	%	στα	προϊόντα	επίπλευσης	με
δισ(βουτα	νο)φωσφ	ρορικό νάτριο						

Προϊόν	Βάρος (g)	Βάρος (%)
Επιπλεύσαν 1	112,9	23,37
Επιπλεύσαν 2	46,5	9,63
Επιπλεύσαν 3	33,5	6,93
Επιπλεύσαν 4	21,7	4,49
Βυθισθέν	268,5	55,58
Τροφή	483,1	100



Σχήμα 7.19:Βάρος % για τα προϊόντα επίπλευσης με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο

				XHMIk	KH ANA	ΑΛΥΣΗ			ΚΑΤΑΝΟΜΗ ΜΕΤΑΛΛΟΜΟΝΑΔΩΝ							
	Βάρος (%)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)	
Επιπλεύσαν 1	23,37	11,40	41,29	0,31	2,89	30,50	13,62	100	22,41	23,94	23,67	21,78	24,10	21,46	23,37	
Επιπλεύσαν 2	9,63	11,54	40,58	0,30	2,97	30,08	14,52	100	9,34	9,69	9,66	9,24	9,79	9,42	9,63	
Επιπλεύσαν 3	6,93	12,30	41,33	0,32	3,10	29,77	13,18	100	7,18	7,11	7,23	6,93	6,98	6,16	6,93	
Επιπλεύσαν 4	4,49	12,78	41,87	0,32	3,13	29,09	12,80	100	4,83	4,67	4,79	4,53	4,42	3,88	4,49	
Βυθισθέν	55,58	12,03	39,59	0,30	3,21	29,11	15,77	100	56,24	54,59	54,65	57,51	54,71	59,08	55,58	
Τροφή	100	11,89	40,31	0,30	3,10	29,58	14,83	100	100	100	100	100	100	100	100	

Πίνακας 7.21: Χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα προϊόντα επίπλευσης με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο



Σχήμα 7.20: Περιεκτικότητα % του P_2O_5 στα προϊόντα επίπλευσης με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο

Πίνακας 7.22: Κατανομή βάρους, χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα αθροιστικώς επιπλεύσαντα προϊόντα (απορρίμματα) με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο

ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΣ ΕΠΙΠΛΕΥΣΑΝ			хнмікн	ΑΝΑΛΥΣΗ	ΑΘΡΟΙΣ	ΤΙΚΩΝ Π	ροιοντα	ΣN	ΚΑΤΑΝΟΜΗ ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΟΜΟΝΑΔΩΝ						
Συνολική κατανάλωση δισ(βουτανο) φωσφορικού νατρίου (mL)	βάρος (%)	P2O5 (%)	CaO (%)	Fe2O3 (%)	SiO2 (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)	P2O5 (%)	CaO (%)	Fe2O3 (%)	SiO2 (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)
1,14	23,37	11,40	41,29	0,31	2,89	30,50	13,62	100	22,41	23,94	23,67	21,78	24,10	21,46	23,37
2,28	33,00	11,44	41,08	0,31	2,91	30,38	13,88	100	31,75	33,63	33,33	31,02	33,89	30,88	33,00
3,42	39,93	11,59	41,12	0,31	2,94	30,28	13,76	100	38,93	40,74	40,56	37,96	40,87	37,04	39,93
4,56	44,42	11,71	41,20	0,31	2,96	30,16	13,66	100	43,76	45,41	45,35	42,49	45,29	40,92	44,42

Πίνακας 7.23: Κατανομή βάρους, χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα αθροιστικώς βυθισθέντα προϊόντα (συμπυκνώματα) με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο

ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΣ ΒΥΘΙΣΘΕΝ			хнмікі	Η ΑΝΑΛΥΣ	Η ΑΘΡΟΙΣ	ΕΤΙΚΩΝ ΠΡ	οιοντων	I	ΚΑΤΑΝΟΜΗ ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΟΜΟΝΑΔΩΝ						
Συνολική κατανάλωση δισ(βουτανο)	βάρος	P ₂ O ₅	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	LOI	Аπ	Σύνολο	P ₂ O ₅	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	LOI	Аπ	Σύνολο
φωσφορικού νατρίου (mL)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
1,14	76,63	12,03	40,01	0,30	3,16	29,29	15,20	100	77,59	76,06	76,33	78,22	75,90	78,54	76,63
2,28	67,00	12,11	39,92	0,30	3,19	29,18	15,30	100	68,25	66,37	66,67	68,98	66,11	69,12	67,00
3,42	60,07	12,08	39,76	0,30	3,20	29,11	15,55	100	61,07	59,26	59,44	62,04	59,13	62,96	60,07
4,56	55,58	12,03	39,59	0,30	3,21	29,11	15,77	100	56,24	54,59	54,65	57,51	54,71	59,08	55,58



Σχήμα 7.21: Βάρος % και περιεκτικότητες του αθροιστικώς επιπλεύσαντος προϊόντος με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο



Σχήμα 7.22: Βάρος % και περιεκτικότητες του αθροιστικώς βυθισθέντος προϊόντος με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο

		ΒΑΘΜΟΣ	ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟ	DY
Κατανάλωση αντιδραστηρίου (mL)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)
1,14	1,66	1,32	-0,31	1,78
2,28	2,15	1,47	-0,34	2,22
3,42	1,73	1,88	-0,64	2,22
4,56	1,14	2,29	-0,94	2,17

Πίνακας 7.24: Βαθμός διαχωρισμού με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο

Για τον προσδιορισμό του βαθμού διαχωρισμού χρησιμοποιήθηκε η σχέση:

$$n = \frac{(f-t)(c-f)c_{max}}{f(c-t)(c_{max}-f)} * 100$$

όπου:

f= η αρχική ανάλυση του δείγματος

c= η ανάλυση του αθροιστικού συμπυκνώματος (αθροιστικώς βυθισθέν)

t= η ανάλυση του αθροιστικού απορρίμματος (αθροιστικώς επιπλεύσαν)

 c_{max} = η χημική ανάλυση σε P_2O_5 του φθοροαπατίτη [$Ca_5F(PO_4)_3$] =28,17



Σχήμα 7.23: Βαθμός διαχωρισμού με δισ(βουτανο)φωσφορικό νάτριο

Από τον πίνακα 7.24 παρατηρείται το P₂O₅ πηγαίνει στο συμπύκνωμα που είναι το βυθισθέν προϊόν. Ο βαθμός διαχωρισμού αυξάνεται μέχρι και μια κατανάλωση δισ(βουτανο)φωσφορικού νατρίου 2,28 mL ενώ από την τιμή αυτή και πάνω μειώνεται.

7.8: Επίπλευση με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο

Με το αντιδραστήριο που προέκυψε με την ανάμειξη εξανόλης, πεντοξειδίου του φωσφόρου και υδροξειδίου του νατρίου αλλά και με την προσθήκη δύο σταγόνων αφριστικού κάθε φορά, πραγματοποιήθηκε η τέταρτη δοκιμή επίπλευσης τα αποτελέσματα της οποίας παρουσιάζονται στους πίνακες 7.25-7.30.

Πίνακας 7.25: Χαρακτηριστικά επίπλευσης με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο

Προϊόν	Κατανάλωση μίγματος εξανόλης	Χρόνος προοδοποίησης	Χρόνος επίπλευσης (min)		
	(mL)	(min)			
Επιπλεύσαν 1	1,56	1	12		
Επιπλεύσαν 2	1,56	1	3		
Επιπλεύσαν 3	1,56	1	3		
Επιπλεύσαν 4	1,56	1	5		
Βυθισθέν	-	-	-		

Πίνακας 7.26: Κατανομή βάρους % στα προϊόντα επίπλευσης με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο

Προϊόν	Βάρος (g)	Βάρος (%)
Επιπλεύσαν 1	213,1	43,17
Επιπλεύσαν 2	83,9	17,00
Επιπλεύσαν 3	23,6	4,78
Επιπλεύσαν 4	7,1	1,44
Βυθισθέν	165,9	33,61
Τροφή	493,6	100



Σχήμα 7.24: Βάρος % για τα προϊόντα επίπλευσης με μίγμα εξανόλης

				XHMI	KH AN.	ΑΛΥΣΗ	-		ΚΑΤΑΝΟΜΗ ΜΕΤΑΛΛΟΜΟΝΑΔΩΝ						
	Βάρος (%)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)
Επιπλεύσαν 1	43,17	10,78	37,59	0,28	2,87	29,98	18,50	100	39,58	40,73	37,95	39,98	44,09	51,12	43,17
Επιπλεύσαν 2	17,00	12,32	41,60	0,31	2,92	28,77	14,07	100	17,81	17,75	16,76	16,00	16,66	15,31	17,00
Επιπλεύσαν 3	4,78	13,74	44,93	0,43	3,24	28,41	9,25	100	5,59	5,39	6,50	5,00	4,63	2,83	4,78
Επιπλεύσαν 4	1,44	15,03	46,24	0,50	3,66	28,46	6,11	100	1,84	1,67	2,28	1,70	1,39	0,56	1,44
Βυθισθέν	33,61	12,31	40,85	0,35	3,45	29,02	14,02	100	35,19	34,46	36,51	37,33	33,23	30,17	33,61
Τροφή	100	11,76	39,84	0,32	3,10	29,35	15,62	100	100	100	100	100	100	100	100

Πίνακας 7.27: Χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα προϊόντα επίπλευσης με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο



Σχήμα 7.25: Περιεκτικότητα % του P_2O_5 στα προϊόντα επίπλευσης με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο

Πίνακας 7.28: Κατανομή βάρους, χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα αθροιστικώς επιπλεύσαντα προϊόντα (απορρίμματα) με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο

ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΣ ΕΠΙΠΛΕΥΣΑΝ			хнмікн	Ι ΑΝΑΛΥΣ	Η ΑΘΡΟΙΣ	ΤΙΚΩΝ ΠΡ	οιοντων	l	ΚΑΤΑΝΟΜΗ ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΟΜΟΝΑΔΩΝ						
Συνολική κατανάλωση δισ(εξανο) φωσφορικού νατρίου (mL)	βάρος (%)	P2O5 (%)	CaO (%)	Fe2O3 (%)	SiO2 (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)	P2O5 (%)	CaO (%)	Fe2O3 (%)	SiO2 (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)
1,56	43,17	10,78	37,59	0,28	2,87	29,98	18,50	100	39,58	40,73	37,95	39,98	44,09	51,12	43,17
3,12	60,17	11,22	38,72	0,29	2,89	29,63	17,25	100	57,39	58,48	54,71	55,98	60,75	66,44	60,17
4,68	64,95	11,40	39,18	0,30	2,91	29,54	16,66	100	62,98	63,87	61,21	60,97	65,37	69,27	64,95
6,24	66,39	11,48	39,33	0,30	2,93	29,52	16,43	100	64,81	65,54	63,49	62,67	66,77	69,83	66,39

Πίνακας 7.29: Κατανομή βάρους, χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα αθροιστικώς βυθισθέντα προϊόντα (συμπυκνώματα) με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο

ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΣ ΒΥΘΙΣΘΕΝ			хнмікн	ΙΑΝΑΛΥΣ	Η ΑΘΡΟΙΣ	ετικΩΝ Π	ροιοντα	2N	ΚΑΤΑΝΟΜΗ ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΟΜΟΝΑΔΩΝ						N
Συνολική κατανάλωση δισ(εξανο) φωσφορικού νατρίου (mL)	βάρος (%)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO2 (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)
1,56	56,83	12,50	41,55	0,35	3,28	28,88	13,44	100	60,42	59,27	62,05	60,02	55,91	48,88	56,83
3,12	39,83	12,58	41,53	0,36	3,43	28,93	13,16	100	42,61	41,52	45,29	44,02	39,25	33,56	39,83
4,68	35,05	12,42	41,07	0,35	3,45	29,00	13,70	100	37,02	36,13	38,79	39,03	34,63	30,73	35,05
6,24	33,61	12,31	40,85	0,35	3,45	29,02	14,02	100	35,19	34,46	36,51	37,33	33,23	30,17	33,61



Σχήμα 7.26: Βάρος % και περιεκτικότητες του αθροιστικώς επιπλεύσαντος προϊόντος με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο



Σχήμα 7.27: Βάρος % και περιεκτικότητες του αθροιστικώς βυθισθέντος προϊόντος με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο

	I	ΒΑΘΜΟΣ ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΥ											
Κατανάλωση αντιδραστηρίου (mL)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)									
1,56	6,16	-5,89	5,28	3,59									
3,12	4,77	-4,08	5,52	4,71									
4,68	3,39	-2,61	3,78	4,47									
6,24	2,70	-2,05	2,94	4,18									

Πίνακας 7.30: Βαθμός διαχωρισμού με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο

Για τον προσδιορισμό του βαθμού διαχωρισμού χρησιμοποιήθηκε η σχέση:

$$n = \frac{(f-t)(c-f)c_{max}}{f(c-t)(c_{max}-f)} * 100$$

όπου:

f= η αρχική ανάλυση του δείγματος

c= η ανάλυση του αθροιστικού συμπυκνώματος (αθροιστικώς βυθισθέν)

t= η ανάλυση του αθροιστικού απορρίμματος (αθροιστικώς επιπλεύσαν)

 c_{max} = η χημική ανάλυση σε P_2O_5 του φθοροαπατίτη [$Ca_5F(PO_4)_3$] =28,17



Σχήμα 7.28: Βαθμός διαχωρισμού με δισ(εξανο)φωσφορικό νάτριο

Από τον πίνακα 7.30 παρατηρείται το P₂O₅ πηγαίνει στο συμπύκνωμα που είναι το βυθισθέν προϊόν. Ο βαθμός διαχωρισμού διαρκώς μειώνεται με αύξηση της κατανάλωσης του δισ(εξανο)φωσφορικού νατρίου.

7.9: Επίπλευση με δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο

Με το αντιδραστήριο που προέκυψε με την ανάμειξη οκτανόλης, πεντοξειδίου του φωσφόρου και υδροξειδίου του νατρίου αλλά και με την προσθήκη δύο σταγόνων αφριστικού κάθε φορά, πραγματοποιήθηκε η πέμπτη δοκιμή επίπλευσης τα αποτελέσματα της οποίας παρουσιάζονται στους πίνακες 7.31-7.36.

Προϊόν	Κατανάλωση δισ(οκτανο) φωσφορικού νατρίου (mL)	Χρόνος προοδοποίησης (min)	Χρόνος επίπλευσης (min)
Επιπλεύσαν 1	2,00	1	6,45
Επιπλεύσαν 2	2,00	1	5,28
Επιπλεύσαν 3	2,00	1	3,24
Επιπλεύσαν 4	2,00	1	5,25
Βυθισθέν	-	-	-

Πίνακας 7.31: Χαρακτηριστικά επίπλευσης με δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο

Πίνακας	7.32:	Κατανομή	βάρους	%	στα	προϊόντα	επίπλευσης	με
δισ(οκταν	ο)φωσφα	ορικό νάτριο						

Προϊόν	Βάρος (g)	Βάρος (%)
Επιπλεύσαν 1	196,4	39,75
Επιπλεύσαν 2	94,2	19,06
Επιπλεύσαν 3	53,3	10,79
Επιπλεύσαν 4	19,7	3,99
Βυθισθέν	130,5	26,41
Τροφή	494,1	100



Σχήμα 7.29:Βάρος % για τα προϊόντα επίπλευσης με δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο

				XHMI	KH AN	ΑΛΥΣΗ			ΚΑΤΑΝΟΜΗ ΜΕΤΑΛΛΟΜΟΝΑΔΩΝ						
	Βάρος (%)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	LOI (%)	Aπ (%)	Σύνολο (%)
Επιπλεύσαν 1	39,75	12,26	43,20	0,31	2,97	30,05	11,22	100	40,13	41,53	38,64	37,83	40,69	32,50	39,75
Επιπλεύσαν 2	19,06	11,62	40,55	0,31	2,87	29,61	15,05	100	18,25	18,69	18,66	17,48	19,23	20,93	19,06
Επιπλεύσαν 3	10,79	12,93	45,33	0,36	2,99	29,90	8,50	100	11,49	11,82	12,38	10,31	10,99	6,69	10,79
Επιπλεύσαν 4	3,99	11,94	38,06	0,31	3,17	29,24	17,29	100	3,92	3,67	3,89	4,04	3,97	5,03	3,99
Βυθισθέν	26,41	12,05	38,03	0,31	3,59	27,92	18,10	100	26,21	24,29	26,43	30,34	25,12	34,85	26,41
Τροφή	100	12,14	41,35	0,31	3,12	29,35	13,72	100	100	100	100	100	100	100	100

Πίνακας 7.33: Χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα προϊόντα επίπλευσης με δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο



Σχήμα 7.30: Περιεκτικότητα % του P_2O_5 στα προϊόντα επίπλευσης με δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο

Πίνακας 7.34: Κατανομή βάρους, χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα αθροιστικώς επιπλεύσαντα προϊόντα (συμπυκνώματα) με δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο

ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΣ ΕΠΙΠΛΕΥΣΑΝ			хнмікн	ΑΝΑΛΥΣΗ	ΑΘΡΟΙΣΊ	ΓΙΚΩΝ ΠΙ	ροιοντΩ	۱N	ΚΑΤΑΝΟΜΗ ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΟΜΟΝΑΔΩΝ						
Συνολική κατανάλωση δισ(οκτανο) φωσφορικού νατρίου (mL)	βάρος (%)	P2O5 (%)	CaO (%)	Fe2O3 (%)	SiO2 (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)	P2O5 (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO2 (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)
2	39,75	12,26	43,20	0,31	2,97	30,05	11,22	100	40,13	41,53	38,64	37,83	40,69	32,50	39,75
4	58,81	12,05	42,34	0,31	2,94	29,90	12,46	100	58,38	60,22	57,30	55,32	59,92	53,43	58,81
6	69,60	12,19	42,80	0,31	2,95	29,90	11,85	100	69,87	72,04	69,68	65,62	70,90	60,12	69,60
8	73,59	12,17	42,55	0,31	2,96	29,87	12,14	100	73,79	75,71	73,57	69,66	74,88	65,15	73,59

Πίνακας 7.35: Κατανομή βάρους, χημική ανάλυση και κατανομή μεταλλομονάδων στα αθροιστικώς βυθισθέντα προϊόντα (απορρίμματα) με δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο

ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΣ ΒΥΘΙΣΘΕΝ		ΧΗΜΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΝ ΠΡΟΙΟΝΤΩΝ						ΚΑΤΑΝΟΜΗ ΑΘΡΟΙΣΤΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΟΜΟΝΑΔΩΝ							
Συνολική κατανάλωση δισ(οκτανο) φωσφορικού νατρίου (mL)	βάρος (%)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)	P ₂ O ₅ (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	LOI (%)	Απ (%)	Σύνολο (%)
2	60,25	12,06	40,13	0,32	3,22	28,90	15,36	100	59,87	58,47	61,36	62,17	59,31	67,50	60,25
4	41,19	12,27	39,94	0,33	3,39	28,57	15,51	100	41,62	39,78	42,70	44,68	40,08	46,57	41,19
6	30,40	12,03	38,03	0,31	3,53	28,10	17,99	100	30,13	27,96	30,32	34,38	29,10	39,88	30,40
8	26,41	12,05	38,03	0,31	3,59	27,92	18,10	100	26,21	24,29	26,43	30,34	25,12	34,85	26,41



Σχήμα 7.31: Βάρος % και περιεκτικότητες του αθροιστικώς επιπλεύσαντος προϊόντος με δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο



Σχήμα 7.32: Βάρος % και περιεκτικότητες του αθροιστικώς βυθισθέντος προϊόντος με δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο

	ΒΑΘΜΟΣ ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΥ							
Κατανάλωση αντιδραστηρίου (mL)	$P_2O_5(\%)$	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)				
2	0,67	-3,80	-1,12	-2,15				
4	-0,76	-3,00	-1,53	-3,93				
6	0,46	-5,22	0,08	-4,47				
8	0,35	-4,54	-0,02	-4,42				

Πίνακας 7.36: Βαθμός διαχωρισμού με δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο

Για τον προσδιορισμό του βαθμού διαχωρισμού χρησιμοποιήθηκε η σχέση:

$$n = \frac{(f-t)(c-f)c_{max}}{f(c-t)(c_{max}-f)} * 100$$

όπου:

f= η αρχική ανάλυση του δείγματος

c= η ανάλυση του αθροιστικού συμπυκνώματος (αθροιστικώς επιπλεύσαν)

t= η ανάλυση του αθροιστικού απορρίμματος (αθροιστικώς βυθισθέν)

 c_{max} = η χημική ανάλυση σε P_2O_5 του φθοροαπατίτη [$Ca_5F(PO_4)_3$] =28,17



Σχήμα 7.33: Βαθμός διαχωρισμού με δισ(οκτανο)φωσφορικό νάτριο

Από τον πίνακα 8.36 παρατηρείται το P_2O_5 πηγαίνει στο συμπύκνωμα που είναι το επιπλεύσαν προϊόν. Ο βαθμός διαχωρισμού μειώνεται μέχρι και μια κατανάλωση δισ(οκτανο)φωσφορικού νατρίου 4 mL . Από την τιμή αυτή και μέχρι μια κατανάλωση 6 mL αυξάνεται. Για κατανάλωση αντιδραστηρίου από 6 έως 8 mL παρατηρείται μείωση του βαθμού διαχωρισμού.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 8: ΚΑΥΣΤΙΚΟΠΟΙΗΣΗ

Από το αρχικό δείγμα φωσφορίτη λειοτριβήθηκε στον πλανητικό μύλο μικρή ποσότητα για την οποία πραγματοποιήθηκε διαφορική θερμική ανάλυση. Με βάση την ανάλυση αυτή προκύπτουν οι θερμοκρασίες στις οποίες παρουσιάζονται μεγάλες απώλειες βάρους λόγω θερμικής διάσπασης των ορυκτών του φωσφορίτη. Τα αποτελέσματα της διαφορικής θερμικής διάσπασης παρουσιάζονται στο σχήμα 9.1.



Σχήμα 8.1: Διαφορική θερμική ανάλυση δείγματος φωσφορίτη

Με βάση το σχήμα 8.1 παρατηρείται ότι στην περιοχή θερμοκρασιών από 700-900° C παρατηρείται μεγάλη απώλεια υλικού που σημαίνει ότι στην περιοχή αυτή πραγματοποιείται η διάσπαση του ασβεστίτη. Σε αυτή την περιοχή ο απατίτης παραμένει αδιάσπαστος.

Από το αρχικό δείγμα φωσφορίτη ζυγίστηκαν 1000 g τα οποία λειοτριβήθηκαν εν ξηρώ σε ραβδόμυλο για πέντε λεπτά. Το λειοτριβημένο υλικό ζύγιζε 991,6 g. Για την ποσότητα αυτή πραγματοποιήθηκε η απώλεια πύρωσής της. Για το σκοπό αυτό ζυγίστηκαν στην αρχή δύο κάψες στην αρχή άδειες και μετά γεμάτες με το υλικό. Στη συνέχεια οι κάψες με το υλικό τοποθετήθηκαν σε φούρνο, όπου παρέμειναν για έξι ώρες σε θερμοκρασία 950° C. Η θερμοκρασία αυτή επιλέχτηκε με βάση τα αποτελέσματα της διαφορικής θερμικής ανάλυσης. Με την ολοκλήρωση της πύρωσης οι κάψες ζυγίστηκαν ώστε να προσδιοριστεί η απώλεια βάρους λόγω πύρωσης.

Τα αποτελέσματα της απώλειας πύρωσης παρουσιάζονται στον πίνακα 8.1

Κάψα	Βάρος άδειας (g)	Βάρος υλικού (g)	Κάψα+υλικό πριν την πύρωση (g)	Κάψα + υλικό μετά την πύρωση (g)	Απώλεια πύρωσης (g)	Απώλεια πύρωσης (%)
1	317,6	592,4	910	737,5	172,5	29,12
2	278,5	399,2	677,7	561,8	115,9	29,03
	596,1	991,6	1587,7	1299,3	288,4	29,08

Πίνακας 8.1: Απώλεια πύρωσης αρχικού υλικού φωσφορίτη.

Στη συνέχεια από το αρχικό ωμό δείγμα φωσφορίτη αλλά και από το αρχικό πυρωμένο δείγμα φωσφορίτη ζυγίστηκαν 100 g τα οποία τοποθετήθηκαν σε 1L νερού. Τα διαλύματα ανακατεύονταν συνεχώς και παράλληλα γίνονταν μετρήσεις του pH και της θερμοκρασίας του πολφού. Ορισμένες τιμές των μετρήσεων pH και θερμοκρασίας παρουσιάζονται στον πίνακα 8.2

Πίνακας 8.2: Μετρήσεις pH και θερμοκρασίας σε πολφό ωμού και πυρωμένου αρχικού δείγματος.

Μέτρηση	p	H	Θερμοκρασία (°C)			
	Πυρωμένο	Ωμό	Πυρωμένο	Ωμό		
1	12,77	8,91	21,9	17,3		
2	12,43	8,53	20,3	16,9		
3	12,53	8,92	21,5	16,9		

Κάθε πολφός κοσκινίστηκε εν υγρώ στο κόσκινο +63μm με αποτέλεσμα να προκύψουν τέσσερα προϊόντα, που είναι:

- ωμό δείγμα φωσφορίτη +63 μm
- ωμό δείγμα φωσφορίτη -63 μm
- πυρωμένο δείγμα φωσφορίτη +63 μm
- πυρωμένο δείγμα φωσφορίτη -63 μm
Τα προϊόντα αυτά αφού διηθήθηκαν και ξηράνθηκαν, ζυγίστηκαν. Τα βάρη τους παρουσιάζονται στον πίνακα 8.3

	Κοκκομετρικό κλάσμα	Βάρος (g)	Βάρος (%)
Πυρωμένο	- 63 μm	23,9	23,9
δείγμα	+63 μm	76,1	76,1
Ωμό	- 63 μm	38,1	38,1
δείγμα	+ 63 μm	61,9	61,9

Πίνακας 8.3 Κατανομή βάρους % στα προϊόντα της υγρής κοσκίνισης

Για κάθε ένα προϊόν ζυγίστηκαν στην συνέχεια 1g για να προσδιοριστεί η απώλεια πύρωσής τους καθώς και 5 g για να προσδιοριστεί η χημική τους ανάλυση. Τα αποτελέσματα παρουσιάζονται στον πίνακα 8.4

	Χημική Ανάλυση							Κατανομή Μεταλλομονάδων							
	Βάρος	P_2O_5	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	LOI	Απ	Σύνολο	P_2O_5	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	LOI	Απ	Σύνολο
	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
Πυρωμένο															
δείγμα															
+63 µm	76,1	13,43	43,57	0,26	3,05	11,02	28,67	100	82,58	73,85	69,32	80,53	59,29	85,85	76,10
-63 µm	23,9	9,02	49,13	0,37	2,35	24,09	15,04	100	17,42	26,15	30,68	19,47	40,71	14,15	23,90
	100	12,38	44,90	0,29	2,88	14,14	25,41	100	100	100	100	100	100	100	100
Ωμό															
δείγμα															
-63 μm	38,1	11,60	44,15	0,39	2,95	39,17	1,75	100	38,02	38,83	44,03	39,81	43,89	8,44	38,10
+63µm	61,9	11,64	42,80	0,30	2,74	30,83	11,68	100	61,98	61,17	55,97	60,19	56,11	91,56	61,90
	100	11,63	43,32	0,33	2,82	34,00	7,90	100	100	100	100	100	100	100	100

Πίνακας 8.4: Χημική ανάλυση προϊόντων υγρής κοσκίνισης.

Απ= Απροσδιόριστα



Σχήμα 8.2: Περιεκτικότητα P_2O_5 στα προϊόντα της καυστικοποίησης

Με βάση το σχήμα 8.2 παρατηρείται ότι για στο πυρωμένο δείγμα φωσφορίτη πραγματοποιήθηκε εμπλουτισμός με το P₂O₅ να έχει την τάση να μεταφέρεται στο υλικό μεγέθους +63μm.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 9: ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

Ορισμένα συμπεράσματα που προέκυψαν από τις δοκιμές θραύσης σε φυγοκεντρικό σπαστήρα, την χημική και ορυκτολογική ανάλυση και από όλες τις δοκιμές εμπλουτισμού είναι:

- Η μελέτη θραύσης έδειξε ότι για σταθερό μέγεθος τροφοδοσίας, όσο αυξάνεται η ειδική ενέργεια τόσο περισσότερο λεπτόκοκκο υλικό παράγεται. Ακόμη για την ίδια τροφή, ο ρυθμός παραγωγής ενός προϊόντος κάτω από ένα μέγεθος, είναι μεγαλύτερος όσο το μέγεθος αυτό είναι μεγαλύτερο.
- Όσο αυξάνονταν οι στροφές του κινητήρα του σπαστήρα, τόσο μεγαλύτερη ήταν η απώλεια βάρους της τροφοδοσίας
- Ο φωσφορίτης αποτελείται από τα ορυκτά: ασβεστίτης (70%), φρανκολίτης (16%) φθοροαπατίτης (11%), και χαλαζίας (3%)
- Η χημική ανάλυση του αρχικού δείγματος με τη μέθοδο της φασματομετρίας ακτίνων Χ φθορισμού έδειξε ότι η περιεκτικότητα του φωσφορίτη σε P₂O₅ είναι 11,62 % . Η περιεκτικότητες σε CaO, Fe₂O₃ και SiO₂ είναι 38,76 %, 0,28 %, 3,25% αντίστοιχα.
- 5) Από τις δοκιμές βαρυτομετρικού διαχωρισμού με βαρέα υγρά παρατηρήθηκε ο καλύτερος εμπλουτισμός χρησιμοποιώντας υγρό πυκνότητας 2,7 g/cm³ καθώς ο φωσφορίτης από μία περιεκτικότητα σε P₂O₅ 11,62% απέκτησε περιεκτικότητα 15, 7%. Σημειώνεται ότι το αποτέλεσμα αυτό ήταν το καλύτερο που προέκυψε από όλες τις δοκιμές εμπλουτισμού που πραγματοποιήθηκαν (βαρυτομετρικός διαχωρισμός με βαρέα υγρά, επίπλευση, καυστικοποίηση).
- 6) Από τις δοκιμές λειοτρίβησης προέκυψε ότι όσο μεγαλύτερος είναι ο χρόνος λειοτρίβησης συγκεκριμένης τροφοδοσίας φωσφορίτη τόσο μεγαλύτερο είναι το ποσοστό βάρους του προϊόντος με μέγεθος κάτω από 0,2 mm. Μεταξύ των διαφόρων δοκιμών επιλέχθηκε ως χρονική διάρκεια λειοτρίβησης του προς επίπλευση δείγματος τα 15 λεπτά.
- 7) Από τις δοκιμές επίπλευσης οι μεγαλύτερες περιεκτικότητες P₂O₅ παρατηρήθηκαν με χρήση ελαϊκού οξέος και είναι της τάξης του 13,3% και ότι τα ορυκτά του φωσφόρου συγκεντρώνονται περισσότερο στο βυθισθέν προϊόν.

- 8) Οι δοκιμές επίπλευσης με τις διάφορες αλκυλοφωσφορικές ενώσεις δεν έδωσαν κάποια διαφοροποίηση στην περιεκτικότητα του φωσφορίτη σε P₂O₅ η οποία ήταν της τάξης του 12.5%.
- 9) Η καυστικοποίηση και η ενυδάτωση αρχικού δείγματος φωσφορίτη έδειξε ότι στο κλάσμα +63 μm πραγματοποιήθηκε εμπλουτισμός καθώς η περιεκτικότητά του σε P₂O₅ ήταν 13,43 %

ПАРАРТНМА

ΧΗΜΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΑΡΧΙΚΟΥ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ ΦΩΣΦΟΡΙΤΗ

ΕΛΛΗΝΙΚΑ ΛΙΠΑΣΜΑΤΑ & XHMIKA ELFE ABEE

10/1/2013

ΠΕΡΙΓΡΑΦΗ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ	ΔΕΙΓΜΑ ΦΩΣΦΟΡΙΤΗ Δ.ΕΛΛΑΔΟΣ (ΜΡ-1380)
ΑΠΟΣΤΟΛΕΑΣ	ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ ΚΡΗΤΗΣ
ΠΑΡΑΛΑΒΗ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ	07/12/2012
ΑΙΤΗΣΗ ΑΝΑΛΥΣΗΣ	Δ. Ε/ΩΝ

ΠΡΟΣΛΙΟΡΙΣΜΟΙ	MON	ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ				
		ΕΠΙ ΦΥΣΙΚΟΥ	ΕΠΙ ΞΗΡΟΥ			
H ₂ O	%	0.15	-			
P ₂ O ₅	%	12.19	12.21			
Ca ₃ (PO ₄) ₂	%	26.64	26.68			
CaO	%	50.76	50.84			
SiO ₂	%	3.10	3.11			
Fe ₂ O ₃	%	0.216	0.216			
Al ₂ O ₃	%	0.228	0.229			
CO ₂	%	28.08	28.12			
Απώλειες (1000 °C)	%	29.29	29.14			
F	%	1.18	1.18			
Cl	ppm	500	501			
Cd	ppm	0.8	0.8			

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΚΕΣ ΚΑΙ ΔΙΑΔΙΚΤΥΑΚΕΣ ΠΗΓΕΣ

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΚΕΣ ΠΗΓΕΣ

 Pecsok R, L. Shields, T. Cairns and I. McWilliam. Σύγχρονες μέθοδοι στη χημική ανάλυση .Εκδόσεις Πνευματικός, Αθήνα, 1980, (σελ.155-157, 171-174)

[2] Stamboliadis E, D Stamboliadis, K Kiskira, C Emejulu (2012), *Crushing of mineral particles by control of their kinetic energy*, Material Science and Applied Chemistry, Riga Technical University, 53rd International Scientific Conference

[3] Αναστασάκης, Γ. (1989). Συμβολή στον εμπλουτισμό του μη εξαλλοιωμένου φωσφορίτη Ηπείρου, Διδακτορική διατριβή, Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, Αθήνα (σελ. 7, 9, 10,11, 12)

Δημητρίου, Μ. (2010). Εμπλουτισμός χρυσοφόρου μεταλλεύματος μαγγανίου, Διπλωματική εργασία, Πολυτεχνείο Κρήτης, Χανιά. (σελ.16, 21)

[4] Κισκήρα, Κ.(2012). Μελέτη θραύσης υλικών και πετρωμάτων από αυτοσχέδιο φυγοκεντρικό σπαστήρα, Διπλωματική εργασία, Πολυτεχνείο Κρήτης, Χανιά, (σελ. 8-9, 34)

[5] Κούκνης, Ε. (2009): Εμπλουτισμός μεταλλεύματος βωζίτη Παρνασσού – Γκιώνας, Διπλωματική Εργασία, Πολυτεχνείο Κρήτης, Χανιά.

[6] Κρομυδούσας, Π (2010), Επίδραση της ορυκτολογικής σύστασης και της μικροδομής των πετρωμάτων στην αντοχή και στην αντίστασή τους στην διάτρηση, Διπλωματική εργασία, Πολυτεχνείο Κρήτης, Χανιά (σελ.8)

[7] Κωστάκης Γ, (2005), Γενική Ορυκτολογία, Σημειώσεις μαθήματος, Χανιά, Πολυτεχνείο Κρήτης (σελ. 98, 265-266)

[8] Κωστάκης Γ, (2005), Συστηματική Ορυκτολογία, Σημειώσεις μαθήματος, Χανιά,
Πολυτεχνείο Κρήτης (σελ. 116-117)

[9] Παναγιωταρά, Ε. (2011). Εμπλουτισμός μαγνησίτη από την περιοχή Zarghat της Σαουδικής Αραβίας, Μεταπτυχιακή εργασία, Πολυτεχνείο Κρήτης, Χανιά. (σελ.35-37, 44-46) [10] Περδικάτσης Β. και Δ.Πεντάρη (2008). Εργαστηριακές Ασκήσεις Γεωχημείας, Πολυτεχνείο Κρήτης, Χανιά, σελ. (31-32)

[11] Πετράκης, Ε.(2004). Σχέση ενέργειας και μεγέθους κόκκων κατά τη λειοτρίβηση ψαθυρών υλικών, Μεταπτυχιακή εργασία, Πολυτεχνείο Κρήτης, Χανιά (σελ. 20-21, σελ.24)

[12] Ρεπούσκου, Ε. (2011). Τεχνολογία δομικών και αδρανών υλικών, Ηλεκτρονικές σημειώσεις μαθήματος, Πολυτεχνείο Κρήτης, Χανιά

[13] Σιανούδης Ι, Καρύδας Α, Ζαρκάδας Χ, Δρακάκη Ε, (2006). Φασματοσκοπία Φθορισμού Ακτίνων Χ (XRF): Μια πρόταση για αξιοποίησητης στην εκπαιδευτική διαδικασία ", e-Journal of Science & Technology, Τόμος 1, σελ. 86-103

[14] Σικαλίδης, Κ. και Χατζησπύρου, Σ. (2005), Βιομηχανική ανόργανη χημεία, Σημειώσεις μαθήματος, Θεσσαλονίκη, Αριστοτέλειο πανεπιστήμιο Θεσσαλονίκης (σελ.32-33)

[15] Σταμπολιάδης, Η. (1979). Η επίπλευση του αλουνίτη χρησιμοποιώντας αλκυλοφωσφορικές ενώσεις ως συλλέκτες, Δίπλωμα Ευρεσιτεχνίας 63004 Υπουργείο Εμπορίου

[16] Σταμπολιάδης, Η. (2008). Μηχανική των τεμαχιδίων, Χανιά (σελ.85, 87-88, 92, 109-111)

[17] Σταμπολιάδης, Η. (2008). Εμπλουτισμός των μεταλλευμάτων, Χανιά (σελ.113-115, 169-170, 172, 182,190)

[18]Φασματοσκοπία Ατομικής Απορρόφησης, (1993). "Σημειώσεις Εργαστηρίου Ανόργανης Γεωχημείας, Οργανικής Γεωχημείας και Οργανικής Πετρογραφίας", Πολυτεχνείο Κρήτης, Χανιά.

ΔΙΑΔΙΚΤΥΑΚΕΣ ΠΗΓΕΣ

[19] <u>http://www.labexchange.com/en/buy-devices/d/?sn=18822</u>

[20] http://www.fritsch.de/produkte/mahlen/planetenmuehlen/pulverisette-52-classicline/technische-daten/ [21]http://el.wikipedia.org/wiki/%CE%A6%CF%89%CF%83%CF%86%CF%8C%C F%81%CE%BF%CF%82

[22]<u>http://el.wikipedia.org/wiki/%CE%91%CF%80%CE%B1%CF%84%CE%AF%C</u> F%84%CE%B7%CF%82

[23] http://de.wikipedia.org/wiki/Phosphor

[24] www.metal.ntua.gr/uploads/3472/432/10_fwsfata.ppt

- [25] http://www.wadsworthmedia.com/biology/starr_udl11_tour/phos_anim.html
- [26] http://www.mineralienatlas.de/lexikon/index.php/Bildanzeige?pict=1329255597
- [27] de.wikipedia.org/wiki/Lambert-Beersches_Gesetz