МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33656— 2015

УГЛИ КАМЕННЫЕ

Стандартный метод испытания пенной флотацией

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 179 «Твердое минеральное топливо» на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 10 декабря 2015 г. № 48)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 февраля 2016 г. № 98-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33656—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2017 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к стандарту ASTM D 5114-90 Standard test method for laboratory froth flotation of coal in a mechanical cell (Стандартный метод испытания пенной флотацией угля в механической флотомашине) путем изменения отдельных фраз, ссылок, которые выделены в тексте курсивом.

Перевод с английского языка (en).

Степень соответствия — модифицированная (MOD)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Введение

Пенная флотация широко применяется для обогащения углей крупностью менее 600 мкм. Эффективность процесса зависит от множества факторов и в связи с этим плохо поддается стандартизации.

Настоящий стандарт включает описание типового оборудования и процедуры проведения испытания в лабораторных условиях, направленных на уменьшение количества факторов, влияющих на процесс. Целью настоящего стандарта является разработка процедуры проведения испытания без конкретизации отдельных величин и ограничений на применение результатов.

Настоящий стандарт не включает способ подготовки пробы, требования к гранулометрическому составу и нижний предел крупности. Однако эти факторы оказывают влияние на результаты пенной флотации.

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УГЛИ КАМЕННЫЕ

Стандартный метод испытания пенной флотацией

Hard coals. Standard test method for froth flotation

Дата введения — 2017—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод испытания угля крупностью менее 500 мкм пенной флотацией при заданных начальных параметрах процесса.

Настоящий метод не включает процедуру изучения кинетики флотации.

Поскольку указанные в настоящем стандарте начальные параметры для большинства углей не являются оптимальными, в приложении А описана процедура выбора оптимальных параметров процесса. Процедура включает проведение серии испытаний углей и дальнейшую обработку полученных данных.

Результаты лабораторных испытаний углей не могут быть перенесены на промышленные масштабы, однако они могут приниматься за основу при выборе условий проведения флотации в промышленных условиях.

Значения, указанные в единицах системы СИ, являются стандартными. Значения в других единицах измерения, указанные в скобках, даны только для информации.

В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 147–2013 Топливо твердое минеральное. Определение высшей теплоты сгорания и вычисление низшей теплоты сгорания

ГОСТ ISO 1171–2012 Топливо твердое минеральное. Определение зольности[1)]

ГОСТ 2059–95 Топливо твердое минеральное. Метод определения общей серы сжиганием при высокой температуре

ГОСТ 2093–82 Топливо твердое. Ситовый метод определения гранулометрического состава

ГОСТ 8606–93 Топливо твердое минеральное. Определение общей серы. Метод Эшка

ГОСТ 10742–71 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ 17070–2014 Угли. Термины и определения

ГОСТ 17321–71 Уголь. Обогащение. Термины и определения

ГОСТ 32465–2013 Топливо твердое минеральное. Определение серы с использованием ИК-спектрометрии

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55661–2013 (ИСО 1171:2010) «Топливо твердое минеральное. Определение зольности».

Издание официальное

ГОСТ ISO 11722–2012 Топливо твердое минеральное. Уголь каменный. Определение влаги в аналитической пробе для общего анализа высушиваем в токе азот[1)]

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по *ГОСТ 17070 и ГОСТ 17321*, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **горючая часть угля** (combustible): Величина, равная массе пробы угля за вычетом его зольности и влажности, рассчитанная в процентах от исходной массы пробы. Массу пробы принимают за 100 %.

3.2 **модификатор** (conditioning agents): Любой флотационный реагент, кроме собирателя и вспенивателя, изменяющий свойства поверхности минерала (угля) или среды. К таким реагентам относят активаторы, подавители, флокулянты, pH-модификаторы и прочие.

3.3 **содержание/извлечение** (grade/recovery): Соотношение между качеством и количеством концентрата. Качество определяется такими показателями, как зольность, содержание серы, теплота сгорания. Количество определяет выход концентрата.

3.4 **естественный pH** (natural pH): Показатель pH, измеренный в пульпе до момента добавления флотационных реагентов.

3.5 **содержание твердого в пульпе** (solids concentration): Содержание твердых частиц в пульпе, выраженное в процентах.

4 Сущность метода

Настоящий метод устанавливает начальные параметры испытания угля пенной флотацией для оценки их изменения и эффективности процесса.

5 Оборудование

5.1 Машина лабораторная флотационная объемом 2–6 л (рисунок 1) должна обеспечивать непрерывное удаление пены механическим способом, а также должна быть оснащена автоматическим устройством контроля уровня жидкости.

5.1.1 Скорость вращения пеногона должна составлять приблизительно 30 об/мин, что позволит избежать ручного съема пены. Лопатка пеногона должна вращаться, не касаясь поверхности пульпы, но не выше чем на 6 мм ($^1/_4$ in) над ней. Расстояние между сливным порогом и краем лопатки пеногона должно составлять 3–6 мм ($^1/_8$–$^1/_4$ in).

5.1.2 Уровень пульпы в камере флотационной машины поддерживают на постоянном уровне, используя небольшую емкость с переливом, расположенным на требуемом уровне пульпы.

Примечание – Для контроля уровня пульпы может быть использована система, состоящая из резистивного уровнемера, реле сопротивления и соленоидного клапана. Уровнемер устанавливают внутри камеры и соединяют с реле датчика сопротивления, которым управляет соленоидный клапан. Когда уровень пульпы опускается ниже заданного, реле передает сигнал на соленоидный клапан и в камеру поступает вода. Когда уровень жидкости достигает заданного уровня, сигнал перестает поступать на соленоидный клапан и подача воды прекращается.

5.2 pH-метр, с ценой деления 0,1.

5.3 Секундомер.

5.4 Расходомер.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52917—2008 (ИСО 11722:1999, ИСО 5068-2:2007) «Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги в аналитической пробе».

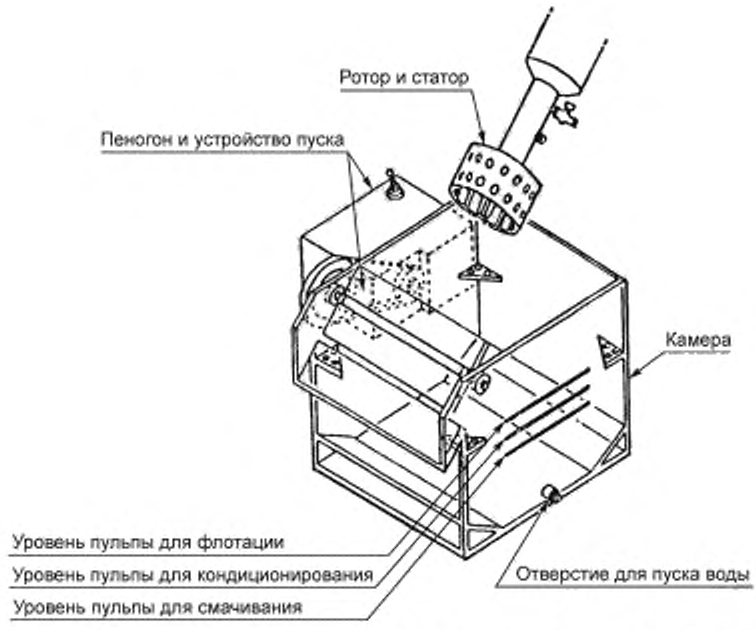


Рисунок 1 – Типовое исполнение механической лабораторной флотационной машины

5.5 Микрошприцы или пипетки.
5.6 Весы, с ценой деления не менее 0,5 % от общей массы пробы.
5.7 Фильтр вакуумный или нагнетательный, или воронка для фильтрования.
5.8 Шкаф сушильный с принудительной вентиляцией, способный поддерживать температуру 40 °С.
5.9 Бутылка промывная.

6 Подготовка пробы

Происхождение, содержание влаги, изменения исходной влажности и поверхностных свойств оказывают существенное влияние на флотационные характеристики угля. Все пробы, подвергаемые испытанию, необходимо хранить и транспортировать таким образом, чтобы свести к минимуму возможные изменения поверхностных свойств. Для испытания следует использовать представительные пробы материала. Отбор и подготовку проб проводят по *ГОСТ 10742. Для испытуемой пробы угля определяют массовое содержание влаги в аналитической пробе по ГОСТ ISO 11722, зольность по ГОСТ ISO 1171, содержание общей серы по ГОСТ 2059, ГОСТ 8606 или по ГОСТ 32465, высшую теплоту сгорания по ГОСТ 147.*

7 Условия флотации

Условия проведения испытания, регламентированные настоящим стандартом, могут варьироваться для построения графика зависимости «извлечение (выход)/содержание». В таблице 1 представлены начальные условия проведения лабораторного испытания.

Таблица 1 – Начальные условия флотации

Параметр	Значение параметра	Пояснения
Содержание твердого	8 %	Если при проведении испытания воспроизводят условия конкретной фабрики, то содержание твердого берут аналогично содержанию твердого на фабрике

Окончание таблицы 1

Параметр	Значение параметра	Пояснения
Общий объем	2–6 л	—
Уровень пульпы	13–16 мм (0,50–0,62 in)	Под уровнем пульпы понимают расстояние от поверхности пульпы до сливного порога, измеренное при включенной подаче воздуха в условиях перемешивания
Температура пульпы	(22±5) °C (72±9) °F	—
Время смачивания	5 мин	Смачивание проводят за 5–10 мин до момента добавления реагентов, включая импеллер в рабочем режиме, при выключенной подаче воздуха. Если проба находится в жидкой форме, смачивание не проводят
pH	Естественный	—
Скорость вращения импеллера	1200 об/мин	—
Порядок добавления реагентов:	—	—
1 Добавить собиратель	—	Добавление реагентов и кондиционирование проводят в рабочем режиме импеллера при выключенной подаче воздуха
2 Время обработки (кондиционирования)	90 с	
3 Добавить вспениватель	—	
4 Время обработки (кондиционирования)	30 с	
Расход воздуха	3 л/мин на литр пульпы	—
Скорость вращения пеногона	30 об/мин	—
Сбор пены (с шагом)	15, 30, 60, 90, 120, 240 (суммарное время, с)	—

8 Проведение испытания

8.1 Рассчитывают общую массу пробы для испытания, исходя из объема камеры флотационной машины, содержания твердого в пульпе и планируемого количества испытаний.

8.2 Используя рифельный делитель, разделяют общую массу пробы на необходимое количество реплицированных проб одинаковой массы. Допускается перераспределить часть пробы в пределах 15 % от общей массы для получения строго одинакового веса каждой реплицированной пробы.

8.3 Определяют гранулометрический состав одной из реплицированных проб в соответствии с *ГОСТ 2093*.

8.4 Ополаскивают водой камеру флотационной машины, затем добавляют $^1/_2$—$^3/_4$ от общего объема воды для испытания. Включают импеллер на заданную скорость. Переносят представительную пробу в камеру флотационной машины. Проводят смачивание в течение приблизительно 5 мин. Добавляют оставшуюся часть воды, оставляя небольшую часть для ополаскивания (8.8).

8.5 Определяют pH и температуру пульпы.

8.6 Включают секундомер, добавляют собиратель и проводят кондиционирование в течение 90 с. Через 90 с смывают частицы угля, оставшиеся на стенках камеры.

8.7 Включают секундомер, добавляют вспениватель и проводят кондиционирование в течение 30 с.

8.8 Смывают частицы угля, оставшиеся на стенках камеры. Включают систему контроля уровня пульпы (таблица 1).

8.9 Включают пеногон и подачу воздуха, одновременно включают секундомер.

8.10 Собирают пену в поддон. Пену, налипшую на стенки камеры, смывают водой назад в пульпу. Продолжают собирать пену в течение заданных временных периодов либо до тех пор, пока пена не перестанет содержать частицы угля (исчезнет черная окраска пены). Время сбора пены указывают в отчете (таблица 2).

8.11 По окончании периода флотации выключают систему контроля уровня пульпы и подачу воздуха. Частицы, оставшиеся на стенках камеры и патрубке, смывают в камеру флотационной машины (отходы). Частицы, оставшиеся на лопатке пеногона и сливном пороге, смывают в поддон (присоединяют к концентрату).

8.12 Обезвоживают отходы и концентрат (обычно фильтрованием), высушивают на воздухе и взвешивают. Определяют влажность, зольность и другие параметры в отходах и концентрате каждой пробы в соответствии со стандартами, указанными в разделе 2.

9 Обработка результатов

9.1 Все величины рассчитывают на сухое состояние.

9.2 Выход концентрата *Y*, %, рассчитывают по формуле

$$Y = \frac{100 \cdot W_c}{W_c + W_t},$$

где W_c – масса концентрата, г;

W_t – масса отходов, г.

9.3 Изменение значения любого аналитического параметра *K*, %, пенного концентрата (*зольность, содержание серы, теплота сгорания, горючая часть*) по отношению к его значению в восстановленной пробе рассчитывают по формуле

$$K = \frac{Y \ P_c}{P_f},$$

где P_c – аналитический параметр пенного концентрата;

P_f – аналитический параметр восстановленной пробы (таблица 2).

9.4 Изменение значения любого аналитического параметра в результате флотационного испытания рассчитывают по формуле

$$B = \frac{P_f - P_c}{P_f}.$$

9.5 Изменение значения любого аналитического параметра *T*, %, отхода (*зольность, содержание серы, теплота сгорания, горючая часть*) по отношению к его значению в восстановленной пробе рассчитывают по формуле

$$T = \frac{(100 - Y) \cdot P_t}{P_f}.$$

9.6 Эффективность обогащения *E*, %, рассчитывают по формуле

$$E = \frac{Y \cdot A_t}{A_c},$$

где A_t – зольность, %.

Таблица 2 – Пример формы представления результатов испытания

Испытание №		Номер пробы:	
Условия флотации			
Показатель			Значение показателя
Вспениватель			
Собиратель			
Модификатор			
Содержание твердого в пульпе			

Окончание таблицы 2

pH пульпы								
Температура пульпы								
Расход воздуха								
Масса пробы								
Скорость вращения импеллера								
Тип использованной воды								
Концентрат							Отходы	
	Суммарное время							
	15 с $n = 1$	30 с $n = 2$	60 с $n = 3$	90 с $n = 4$	120 с $n = 5$	240 с $n = 6$		
Масса сухой фракции, г								
$w_c(n)$							w_t	
Выход фракции, %								
$Y(n)$							Y_t	
Зольность, %								
$A_c(n)$							A_t	
Содержание серы, %								
$S_c(n)$							S_t	
Теплота сгорания, ккал/г								
$B_c(n)$							B_t	
Изменение теплоты сгорания, ккал/г								
$R(n)$							R_t	
Изменение зольности, %								
$Z(n)$							Z_t	
Изменение содержания серы								
$V(n)$							V_t	
Время окончания флотации, с								

	Исходная проба	Восстановленная проба[1)2)]	
Масса, г		w_f	
Зольность, %		A_f	
Содержание серы, %		S_f	
Теплота сгорания, ккал/г		B_f	

[1)]
$$W_f = W_c(1) + W_c(2) + \ldots + W_c(n) + W_t;$$
$$A_f = Y(1) * A_c(1) + Y(2) * A_c(2) + \ldots + Y(n) * A_c(n) + Y_t * A_t;$$
$$S_f = Y(1) * S_c(1) + Y(2) * S_c(2) + \ldots + Y(n) * S_c(n) + Y_t * S_t;$$
$$B_f = Y(1) * B_c(1) + Y(2) * B_c(2) + \ldots Y(n) * B_c(n) + Y_t * B_t.$$

[2)] Масса восстановленной пробы – это сумма масс концентрата и отходов. Если масса исходной и восстановленной пробы отличается более чем на 3 %, результаты анализа считают недостоверными.

10 Отчет

Отчет должен включать следующую информацию:
- происхождение и полную идентификацию пробы;
- гранулометрический состав пробы;
- тип и расход реагентов;
- время смачивания;
- время кондиционирования;

- содержание твердого в пульпе;
- показатель pH пульпы;
- температуру пульпы;
- расход воздуха;
- массу пробы;
- скорость вращения импеллера;
- массу фракций концентрата и хвостов;
- время сбора пены;
- тип использованной воды.

Показатели, определенные по 8.12, представляют по форме, приведенной в таблице 2.

11 Точность метода

Данные о точности метода в настоящий момент не получены.

Приложение А
(справочное)

Выбор оптимальных условий

Настоящее приложение описывает процедуру оценки флотационных характеристик угля путем изменения начальных условий проведения испытания.

Результаты лабораторного испытания не отражают флотационные характеристики угля в условиях обогатительной фабрики. Однако кривые «извлечение/содержание», полученные по данным лабораторного испытания, дают информацию о поведении угля при изменении отдельных параметров. На процесс флотации угля оказывают влияние такие факторы, как:

- условия флотации;
- поверхностные свойства угля;
- гранулометрический состав пробы.

Для управления процессом флотации наиболее часто изменяют следующие условия флотации:

- время кондиционирования;
- время флотации;
- тип реагентов;
- расход реагентов;
- расход воздуха;
- показатель pH пульпы;
- содержание твердого в пульпе.

Индивидуальные флотационные испытания проводят для определения влияния каждого из указанных выше параметров на результат. На основе полученных данных выбирают наиболее подходящие для данного угля условия флотации.

Наиболее распространенными являются испытания по подбору оптимального расхода реагентов. Для этого проводят серию испытаний в одинаковых условиях, изменяя расход реагентов в соответствии с планом эксперимента.

Результаты испытаний по изменению одного или нескольких параметров могут быть представлены графически (рисунки 2 и 3).

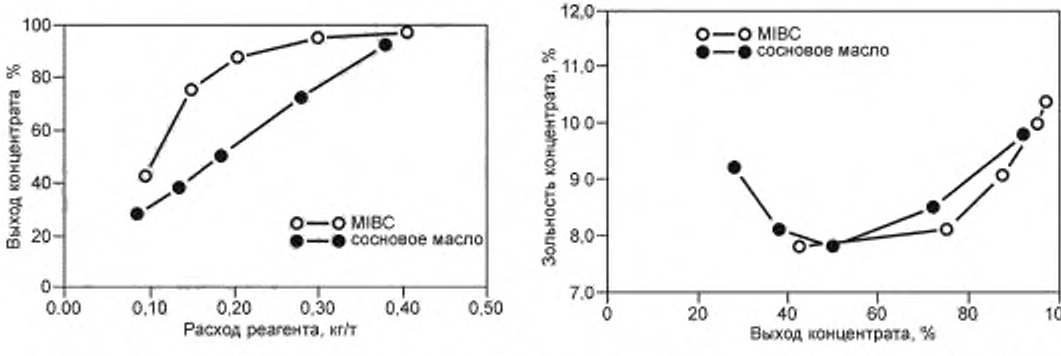


Рисунок А.1 — Пример построения кривых «извлечение/содержание» для углей месторождения Мэри Ли

Приложение Б
(справочное)

Рекомендуемая методика определения оптимального режима обогащения пенной флотацией

Б.1 Введение

Настоящая методика применима для углей крупностью менее 500(300) мкм и включает описание оборудования и процедуры проведения испытания в лабораторных условиях, направленные на определение оптимального режима обогащения пенной флотацией.

Методика включает способ подготовки пробы, требования к гранулометрическому составу, плотности пульпы, расходу реагентов, времени кондиционирования, времени флотации, расходу воздуха, показателю pH пульпы.

Б.2 Оборудование

Б.2.1 Машина лабораторная флотационная объемом 1–3 л (рисунок Б.1) должна обеспечивать непрерывное удаление пены механическим способом, а также должна быть оснащена устройством подачи воздуха (ротаметр), регулировки окружной скорости и контроля уровня жидкости. В зависимости от применяемой камеры используют соответствующие импеллеры и статоры.

Б.2.1.1 Основными рабочими органами машины являются камера, шпицкастен, блок импеллера, пеногон, ротаметр.

Б.2.1.2 Блок импеллера и пеногона смонтированы на корпусе, внутри которого расположены двигатель привода импеллера, привод пеногона, элементы электрической части машины. Верхняя часть корпуса закрыта крышкой, под которой расположен привод импеллера. Камеру устанавливают на корпус при помощи направляющегося устройства и фиксируют поворотным столиком.

Б.2.1.3 Машина флотационная является устройством периодического действия.

Б.2.1.4 Материал, предназначенный для флотации, загружают в виде пульпы. Возможна (допускается) загрузка сухого угля в заполненную водой камеру машины. При вращении импеллера происходит интенсивное перемешивание без подачи воздуха. Затем подают флотационные реагенты. Задают время кондиционирования пульпы с реагентами, после чего через ротаметр подают в камеру воздух. Регулировку количества подаваемого воздуха осуществляют с помощью вентиля ротаметра.

Б.2.1.5 Всплывший пенный продукт удаляют из камеры пеногоном.

Б.2.1.6 Наличие в камере шпицкастена (переднего кармана) с отверстием позволяет вернуть в зону импеллера случайно занесенные в пенный продукт частицы, что повышает качество флотации.

Б.2.1.7 В зависимости от свойств и количества перерабатываемого материала подбирают основные регулируемые параметры: частота вращения импеллера и количество подаваемого на флотацию воздуха.

Б.2.1.8 Окружная скорость не должна превышать более 9 м/с. Подачу воздуха в камеры регулируют двумя ротаметрами. Малый расход воздуха от 0,1 до 1 л/мин регулируют одним ротаметром, а больший расход от 0,66 до 4,1 л/мин – другим ротаметром.

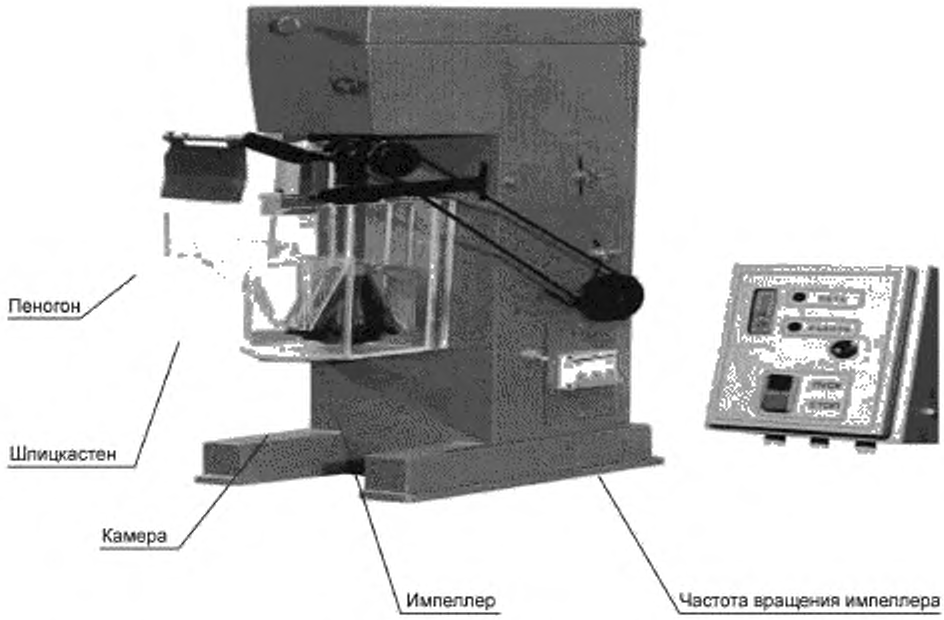


Рисунок Б.1 — Типовое исполнение механической лабораторной флотационной машины

Б.2.2 Дополнительное оборудование

Б.2.2.1 Приемники (миски) для пенного продукта.
Б.2.2.2 Резервуары (ведра) для отходов.
Б.2.2.3 Груша смывная.
Б.2.2.4 Вакуум-насос.
Б.2.2.5 Воронка Бюхнера.
Б.2.2.6 Колба Бунзена.
Б.2.2.7 Фильтры бумажные.
Б.2.2.8 Цилиндр мерный.
Б.2.2.9 Пипетки мерные, микрошприцы.
Б.2.2.10 Весы лабораторные (чашечные).
Б.2.2.11 Шкаф сушильный с принудительной вентиляцией, способной поддерживать температуру 40 °С.
Б.2.2.12 Набор гирь (разновесы) для лабораторных весов.
Б.2.2.13 Весы аналитические, точность до 0,001 г.
Б.2.2.14 Разновесы для аналитических весов.

Б.3 Подбор реагентов

В процессе обогащения угольных шламов используют апполярные реагенты (собиратели) и гетерополярные реагенты (пенообразователи).

Реагенты для флотации угольных шламов должны соответствовать техническим условиям или стандартам и иметь гигиенические сертификаты.

Основными показателями реагентов, определяющих их применение для угольной флотации являются: вязкость, плотность, молекулярный вес, растворимость в воде и органических растворителях, поверхностное натяжение, агрегатное состояние.

Основные показатели реагентов, определяющие их применение для угольной флотации:

- удобство в эксплуатации — пожаробезопасность, корродирующее действие, летучесть;
- стабильность состава продукта при изготовлении и длительном хранении в условиях обогатительной фабрики;
- транспортабельность и удобство хранения.

Б.4 Порядок проведения исследования

Б.4.1 Испытания выполняют во флотомашине объемом 1 дм^3, на водопроводной воде, материал — шлам, полученный в лабораторных условиях в зависимости от свойств флотируемости, предварительно замачивают на 2, 5, 10, 15 и 30 мин; для более труднофлотируемых — в течение 1 ч.

Б.4.2 Для определения флотируемости шламов проводят опыты дробной флотации. Опыт дробной флотации позволяет выявить возможности по качеству продуктов при флотации, определить расходы реагента собирателя и вспенивателя.

Б.4.3 Пульпу, перенесенную в камеру, перемешивают в течение 1 мин. После чего подают первую дозу собирателя. Пульпу с собирателем тщательно перемешивают в течение 45 с и затем добавляют пенообразователь. Кондиционирование продолжается еще 15 с, и затем включают подачу воздуха.

Съем продукта проводят каждую минуту в отдельные емкости.

Б.4.4 Реагенты подают в натуральном виде каплями; реагент-собиратель подают по капле каждую минуту, а реагент-вспениватель каждые 2 мин. После добавки следующей порции реагентов пульпу кондиционируют 10–15 с и снова включают подачу воздуха.

Б.4.5 Периодическую подачу реагента и съем концентрата проводят до полного прекращения образования пены. Стенки камеры постоянно омываются водой при помощи груши. Уровень пульпы на всех стадиях, кроме окончательной, поддерживается достаточно высоким для облегчения съема пены, но пульпа ни в коем случае не должна переливаться.

Б.4.6 Продукты флотации высушивают, взвешивают, определяют выход продукта каждой минуты, определяют его зольность и результаты заносят в таблицу Б.1.

Таблица Б.1 – Результаты построения кривой флотируемости

Время флотации, мин	γ, %	A^d,%	Суммарные, %			
			Концентрат		Отходы	
			γ	A^d	γ	A^d
1	21,9	8,7	21,9	8,7	100,0	14,0
2	17,5	9,5	39,4	9,1	78,1	15,6
3	41,8	10,4	81,2	9,8	60,6	17,3
4	6,6	13,2	87,8	10,1	18,8	32,5
5	5,4	23,0	93,2	10,8	12,2	43,0
6	0,8	29,1	94,0	11,0	6,8	58,9
7	1,1	34,8	95,1	11,2	6,0	62,9
Концентрат	95,1	11,2	100,0	14,0	4,9	69,2
Отходы	4,9	69,2				
Итого:	100,0	14,0				

Б.5 Определение теоретического предела флотируемости угольного шлама

Б.5.1 Теоретический предел флотируемости угольной пробы определяют методом флотационного фракционирования.

Флотационное фракционирование — метод разделения угольного шлама на ряд фракций путем проведения селективной флотации при определенных условиях.

Б.5.2 При анализе флотируемости процесс состоит из нескольких последовательных стадий:

- основная флотация — обычный флотационный опыт с использованием дробной подачи реагентов; задача — максимальное извлечение всего флотирующегося материала;
- перечистная флотация — два-три раза перечистка пенного продукта; задача — отделить все механически увлеченные минеральные примеси в отходы;
- фракционирование — разделение концентрата перечистной операции на отдельные фракции при различном числе оборотов импеллера без подачи воздуха.

Б.5.3 Количество флотационных реагентов рассчитывают на основе значений $С_{ср}$ и $П_{ср}$, где:

$С_{ср}$ — среднее количество собирателя, необходимое для обычного флотационного опыта с данным угольным шламом (в граммах на тонну угля);

$П_{ср}$ — средняя концентрация пенообразователя в мг/л флотационной пульпы;

$С_{ср}$ и $П_{ср}$ определяют на основе эмпирических данных.

Условия проведения флотационного фракционирования и полученные результаты оформляют в виде таблицы Б.2.

Таблица Б.2 — Пример формы представления результатов флотационного фракционирования

Опыт №
Происхождение пробы: питание флотации
Тип угля: марка
Дата отбора пробы:
Дата анализа:
Цель анализа: определение предельной флотируемости
Тип воды: водопроводная
Тип лабораторной машины: механическая
Емкость флотокамеры: 2,5 $дм^3$
Навеска угля: 250 г
Флотореагенты: собиратель –
пенообразователь –
Вес капли, мг: собиратель –
пенообразователь –

Б.6 Определение оптимального режима флотации

Б.6.1 Существует два метода планирования эксперимента: классический (традиционный метод Зайделя-Гаусса) и статистический. При классическом методе поочередно изменяется каждый фактор до определенного частного максимума при постоянном значении всех прочих факторов.

Б.6.2 Методы статистического планирования эксперимента основаны на одновременном изменении факторов. При этом статистическая обработка позволяет выделить влияние каждого отдельного фактора и их совокупности на изменение показателей процесса.

Б.6.3 При исследовании методом крутого восхождения (метод Бокса-Уилсона) возможно применение полного факторного эксперимента, когда реализуются все возможные комбинации уровней переменных факторов.

Б.6.4 По классической методике в опытах по уточнению оптимальных расходов реагенты, обладающие собирательными свойствами, подают сразу в один прием при расходах 100, 300, 500, 700, 900, 1100, 1300, 1500 и до 2000 г/т. Если результаты флотации не изменяются или ухудшаются при увеличении расхода реагента, опыты прекращают.

В случае необходимости опыты ставят при промежуточных расходах реагента (200, 400, 600 г/т и т. д.). Определяют оптимальный расход собирателя. Определение оптимального расхода реагента вспенивателя проводят на оптимальном расходе собирателя. Для этого ставят опыты на различных расходах вспенивателя (25, 50, 75, 100, 150, 200 г/т и т. д.).

Б.6.5 Съем концентрата в зависимости от полученных результатов производят в отдельные приемники через 1, 2, 3, 4, 5 мин, и каждый соответственно обозначается: «концентрат I», «концентрат II» и т. д., а также съем всей пены — концентрат «общий» за все время флотации.

Б.6.6 При установленном оптимальном расходе реагентов и способе их загрузки постановкой специальных серий опытов уточняют и все остальные условия флотации: время кондиционирования с собирателем, плотность пульпы.

Б.6.7 Методы статистического планирования экспериментов основаны на одновременном изменении многих факторов, причем планы экспериментов допускают такую последующую статистическую обработку данных, которая позволяет выделить влияние каждого отдельного фактора и их совокупности на изменение выходных параметров процесса.

Б.6.8 Информацию о процессе представляют уравнением регрессии.

Б.6.9 Статистика позволяет оценить надежность полученных данных, вычислить доверительные интервалы результатов отдельных опытов, экстремальные точки и коэффициенты уравнений регрессий.

Б.6.10 Выбор преобладающих факторов и оценка их значимости по коэффициентам регрессии линейной модели позволяют спланировать последующие эксперименты для достижения оптимальной области кратчайшим путем.

Например, по методу крутого восхождения для всех проб принимается несколько переменных факторов:

- плотность пульпы, кг/$м^3$(X_1);
- расход собирателя, кг/т (X_2);
- расход вспенивателя, кг/т (X_3) и время флотации, мин (X_4), и т. д.;
- время кондиционирования пульпы с собирателем, мин;
- количество опытов, определяемое как $n = 2^K$,

где К — число переменных факторов, для четырех переменных $n = 2^4 = 16$.

Б.6.11 За критерий оптимизации приняты или извлечение горючей массы в концентрат, или зольность концентрата, или зольность отходов.

Б.6.12 В таблице 3 приведены значения нулевой точки и интервалов варьирования факторов при определении оптимального режима флотации сгущенного продукта радиального сгустителя.

Таблица Б.3 — Интервалы варьирования факторов

Показатели	Переменные факторы			
	Содержание твердого в пульпе, кг/м^3, X_1	Расход собирателя, кг/т, X_2	Расход вспенивателя, кг/т, X_3	Время флотации, мин, X_4
Основной уровень (X_j = 0)	100	1,500	0,300	4
Интервал варьирования (ΔX)	20	0,200	0,100	1
Верхний уровень (X_j = +1)	120	1,700	0,400	5
Нижний уровень (X_j = –1)	80	1,300	0,200	3

Б.6.13 Для определения ошибки повторяемости опыты проводят на основном уровне, результаты которых приведены в таблице Б.4.

Таблица Б.4 — Опыты на основном уровне

№ опыта	Переменные факторы				Функции отклика				
	X_1	X_2	X_3	X_4	A^d_K	$A^d_{отх}$	$A^d_{исх}$	γ_K, %	$E_{тор}$
1	100	1,500	0,300	4	13,0	47,5	21,7	74,7	83,0
2	100	1,500	0,300	4	13,4	43,8	22,1	71,3	79,3
3	100	1,500	0,300	4	13,0	49,8	22,1	74,8	83,5
4	100	1,500	0,300	4	12,8	47,8	22,0	73,7	82,4
Среднее значение					13,1	47,1		73,6	82,0

Б.6.14 Ошибку повторяемости определяют по формуле

$$\sigma_Y = \sqrt{\frac{\sum \left(\overline{Y} - Y_i\right)^2}{n-1}},$$

где $\overline{Y}$ — среднее значение извлечения горючей массы в концентрат по основному уровню;

Y_i — каждое значение извлечения горючей массы в концентрат;

n — количество опытов в основном уровне.

$\overline{Y}$ = (83,0 + 79,3 + 83,5 + 82,4) : 4 = 82,0

1) $(\overline{Y} - Y_1)^2 = (82 - 83)^2 = 1,0$;
2) $(\overline{Y} - Y_2)^2 = 7,29$;
3) $(\overline{Y} - Y_3)^2 = 2,25$;
4) $(\overline{Y} - Y_4)^2 = 0,16$.

$$\sigma_Y = \sqrt{\frac{1,0 + 7,29 + 2,25 + 0,16}{4-1}} = 1,89$$

$S^2_{воспр.} = \sqrt{\frac{\sum \overline{Y} - Y_1^2}{n-1}}$. — дисперсия повторяемости, $S^2_{воспр.}$ = 3,57.

Б.6.15 Определение ошибки повторяемости по параметру оптимизации:

- выход концентрата:

$\overline{Y}$ = 73,6%; $(\overline{Y} - Y_1)^2$ =1,21;
$(\overline{Y} - Y_2)^2$ = 5,29;
$(\overline{Y} - Y_3)^2$ = 1,99; $(\overline{Y} - Y_4)^2$ = 0,01;
$\sigma_Y = \sqrt{2,65}$ = 1,63; $S^2_{воспр.}$ = 2,65.

Б.6.16 В таблице Б.5 приведена матрица планирования и результаты опытов флотации.

Коэффициенты уравнения регрессии вычисляют по формуле

$$B_j = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} X_{ij} Y_{ij},$$

где B_j – коэффициент регрессии j-ой колонки матрицы;

i – номер опыта;

n — количество опытов в матрице;

Y_i — результат параметра оптимизации в i-ом опыте;

X_{ij} — условная безразмерная переменная j-ой колонки i-го опыта (элементы матрицы планирования +1 или –1).

Уравнение регрессии имеет вид:

$$Y_5 = B_0 + B_1x_1 + B_2x_2 + B_3x_3 + B_4x_4;$$

$$Y_5 = 64{,}07 + 4{,}56x_1 + 6{,}67x_2 + 20{,}97x_3 + 2{,}02x_4.$$

Т а б л и ц а Б.5 – Матрица планирования и результаты опытов

№ опыта	X_1	X_2	X_3	X_4	Y_1	Y_2	Y_3	Y_4	Y_5
					$A^d_к$	$A^d_{отх}$	$A^d_{исх}$	$\gamma_к$,%	$E_{гор}$
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	-	-	-	-	11,9	24,7	22,0	21,1	23,83
2	+	-	-	-	11,4	26,2	22,4	26,0	29,69
3	-	+	-	-	9,9	28,7	22,1	35,2	40,71
4	+	+	-	-	11,2	35,0	22,0	54,7	62,27
5	-	-	+	-	12,0	45,1	22,9	67,2	76,70
6	+	-	+	-	13,5	51,4	21,6	78,5	86,60
7	-	+	+	-	12,6	54,5	21,7	78,3	87,40
8	+	+	+	-	13,5	56,4	21,8	80,6	89,15
9	-	-	-	+	10,4	27,9	21,5	36,4	41,54
10	+	-	-	+	12,1	26,6	22,3	29,8	33,71
11	-	+	-	+	11,4	29,0	22,0	40,0	45,43
12	+	+	-	+	11,8	37,3	22,1	59,7	67,60
13	-	-	+	+	12,2	44,9	22,2	69,4	78,30
14	+	-	+	+	14,1	55,3	22,2	80,4	88,80
15	-	+	+	+	12,9	48,6	22,5	73,1	82,15
16	+	+	+	+	14,7	63,4	23,6	81,7	91,20
	B_1	B_2	B_3	B_4					
Среднее	+4,56	+6,67	+20,97	+2,02				$B_0 = 64{,}07$	
Среднее	+4,42	+5,91	+19,14	+1,81				$B_0 = 57{,}01$	

Б.6.17 Проверяют значимость коэффициентов уравнений регрессии. Коэффициенты значимы, если выполнено условие

$$B_i \geq \frac{t \cdot \sigma_\gamma}{\sqrt{N}},$$

где t – коэффициент Стьюдента;

σ_γ – ошибка повторяемости.

При доверительной вероятности $P = 0{,}95$ число степеней свободы

$f = n - 1 = 4 - 1 = 3$, где n – число опытов в основном уровне.

При данном числе степеней свободы и доверительной вероятности определяют коэффициент Стьюдента $t = 3{,}182$. Таким образом, коэффициенты значимы, если

$$B_i \geq \frac{3{,}182 \cdot 1{,}89}{\sqrt{16}} = 1{,}50,$$ а так как $B_1 = 4{,}56 \geq 1{,}50$; $B_2 = 6{,}67 \geq 1{,}50$; $B_3 = 20{,}97 \geq 1{,}50$; $B_4 = 2{,}02 \geq 1{,}50$, то все коэффициенты уравнения значимы.

Б.6.18 Проверку адекватности модели по критерию Фишеру определяют по формуле

$$F = \frac{S^2_{ост}}{S^2_{воспр}},$$

где $S^2_{ост}$ — остаточная дисперсия, которая равна

$$S^2_{ост} = \frac{(E_{гор1} - Y_1)^2 + (E_{гор2} - Y_2)^2 + ... (E_{гор i} - Y_i)^2}{N - (K + 1)},$$

где N – число опытов в матрице;

K – число переменных факторов;

$E_{гор i}$ – извлечение горючей массы в концентрат для i-го опыта

$S^2_{ост}$ = 64,60.

Расчетное значение критерия Фишера: $F_{расч.} = \frac{64,60}{3,57} = 18,1.$

Модель адекватна, если $F_{расч.} \geq F_{табл.}$

Б.6.19 Критерий Фишера F табличный определяют по значениям f_1 и f_2

$f_2 = N - (f + 1)$, где f — число переменных факторов;

$f_1 = 4$; $f_2 = 16 - (4+1) = 11$, $F_{табл.} = 3,36_{расч.} \geq F_{табл.}$

Следовательно, функция линейна и модель адекватна, возможно движение по градиенту. Возможен поиск оптимального режима. Таким образом, уравнение регрессии будет иметь вид

$Y_5 = 64,07 + 4,56x_1 + 6,67x_2 + 20,97x_3 + 2,02x_4$.

Дисперсии: повторяемости – 3,57; коэффициентов регрессии – 1,50; адекватности – 64,60; критерий Фишера F расчетный – 18,1.

Б.6.20 Уравнение регрессии по параметру оптимизации выхода концентрата при флотации сгущенного продукта радиального сгустителя имеет вид:

$Y_4 = 57,01 + 4,42x_1 + 5,91x_2 + 19,14x_3 + 1,81x_4$.

$$B_i \geq \frac{3,182 \cdot 1,63}{\sqrt{16}} = 1,30.$$

Все коэффициенты уравнения регрессии значимы. Проверку адекватности модели определяют также по критерию Фишера. Остаточная дисперсия по выходу концентрата $S^2_{ост} = 67,74$; $F_{расч.} = \frac{67,74}{2,65} = 25,56$; $F_{расч} \geq F_{табл.}$

Модель адекватна, возможно движение по градиенту Y_4.

Б.6.21 Движение по градиенту Y_5 приведено в таблице Б.6.

Т а б л и ц а Б.6 – Движение по градиенту для Y5 ($E_{гор}$)

	X_1	X_2	X_3	X_4	Y_1, A^d_K	Y_2, $A^d_{отх}$	Y_3, $A^d_{исх}$	Y_4 γ_k, %	Y_5, $E_{гор}$
Коэффициенты регрессии: B_i $B_i \cdot \Delta X$	 +4,56 91,2	 +6,67 1,334	 +20,97 2,097	 +2,02 2,02					
Шаг, соответствующий изменению x в 20 раз	4,6	0,067	0,105	0,1					
Округление	5	0,067	0,105	-					
Исходный уровень	100	1,500	0,300	4					
№ опыта: 1	105	1,567	0,405	4	14,9	51,1	21,7	81,2	88,25
2	110	1,634	0,510	4	14,9	56,6	22,1	82,6	90,23
3	115	1,701	0,615	4	15,6	59,0	21,3	86,9	93,19
4	120	1,768	0,720	4	16,4	60,4	21,8	87,8	93,86
5	125	1,835	0,825	4	17,0	63,6	22,9	87,3	98,51

Б.6.22 За оптимальный расход реагента принимают расход, при котором получены наилучшие технологические результаты (зольность продуктов флотации, выход концентрата). В оптимальных условиях флотации ставят от трех до пяти опытов.

При контроле работы обогатительных фабрик, а также при лабораторных испытаниях необходимо ввести оценку эффективности операций обогащения. Из числа существующих оценок некоторые из них получили широкое распространение:

1) Точную научную оценку эффективности обогащения дает так называемый индекс селективности, определяемый по формуле

$$S = \sqrt{\frac{E_К^Г \cdot E_{отх}^З}{E_{отх}^Г \cdot E_К^З}},$$

где $E_К^Г$ — извлечение горючей массы в концентрат; $E_{отх}^Г$ — извлечение горючей массы в отходы; $E_К^З$ — извлечение золы в концентрат; $E_{отх}^З$ — извлечение золы в отходы.

Физический смысл: чем больше горючей массы извлекается и чем меньше отходов остается в концентрате, тем значение дроби $\frac{E_К^Г}{E_{отх}^Г}$ больше. Чем больше золы извлекается в отходы и чем меньше ее остается в концентрате, тем больше значение дроби $\frac{E_{отх}^З}{E_К^З}$.

Эффективность процесса обогащения тем выше, чем больше селективность, являющаяся среднеарифметической этих двух величин.

2) Для оценки селективности процесса флотации профессором К.Ф. Белоглазовым предложен коэффициент селективности, определяемый по формуле

$$S = \frac{\lg\frac{1}{1-E_1}}{\lg\frac{1}{1-E_2}},$$

где E_1 и E_2 — извлечение соответствующих минералов в концентрат за некоторое время, мин.

В применении к углю E_1 и E_2 — соответственно извлечение в концентрат горючей массы и золы.

3) Коэффициент селективности Трушлевича $K = \frac{A_{отх}^d - A_К^d}{A_{исх}^d}$.

4) Формула Ханкока-Луйкена, %, $E = \frac{\gamma\left(A_П^d - A_К^d\right)}{\left(100 - A_П^d\right)A_П^d}$,

где: γ — выход концентрата, $A_П^d$ — зольность питания на сухое состояние, $A_К^d$ — зольность концентрата на сухое состояние.

5) Коэффициент технологической эффективности определяют по формулам:

$$E = \frac{E_К \cdot E_{отх}}{100},\ \%;$$

$$E_К = \frac{\gamma\left(100 - A_К^d\right)}{100 - A_{исх}^d},\ \%;$$

$$E_{отх} = \frac{\gamma_{отх}\left(100 - A_{отх}^d\right)}{100 - A_{исх}^d},\ \%.$$

Формула Циперовича, %, $E = \frac{\gamma_К - A_{отх}^d}{A_К^d}$.

Формула Т.Г. Фоменко, %, $E = \frac{E_1 E_2}{100}$,

где E_1 – извлечение полезной части в концентрат;

E_2 – извлечение неполезной части в отходы.

Формула после подстановки значений E_1 и E_2, %, имеет вид

$$E = \frac{\gamma_K \left(100 - A_K^d\right) \cdot (100 - \gamma_K) \cdot A_{отх}^d}{100 \cdot \left(100 - A_{исх}^d\right) \cdot A_{исх}^d}.$$

6) Энтропийный критерий, %, $E_ф = 1 - \frac{\gamma_K H_K + \gamma_{отх} H_{отх}}{H_{исх}}$,

где H_k – энтропия концентрата;
$H_{отх}$ – энтропия отходов;
$H_{исх}$ – энтропия исходного материала.

Б.7 Точность

Точность настоящей рекомендуемой методики указана в таблице Б.7.

Таблица Б.7 – Критическое значение t – распределение Стьюдента и x^2 – распределение Пирсона

№ опыта	t – распределение		x^2 – распределение	
	P = 0,05	P = 0,01	P = 0,05	P = 0,01
1	12,7	63,66	3,841	6,635
2	4,303	9,925	2,991	9,210
3	3,182	5,841	7,815	11,34
4	2,776	4,604	9,488	13,28
5	2,571	4,032	11,07	15,09
6	2,447	3,707	12,59	16,81
7	2,365	3,499	14,07	18,48
8	2,306	3,355	15,51	20,09
9	2,262	3,250	16,92	21,67
10	2,228	3,169	18,31	23,31
11	2,201	3,106	19,68	24,72
12	2,179	3,055	21,03	26,22
13	2,160	3,012	22,36	27,89
14	2,145	2,977	23,38	29,14
15	2,131	2,947	25,00	30,58
16	2,120	2,921	26,30	32,00
17	2,110	2,898	27,59	33,41
18	2,101	2,878	28,87	34,81
19	2,093	2,861	30,14	36,19
20	2,086	2,845	31,41	37,57
21	2,080	2,831	32,67	38,93
22	2,074	2,819	33,92	40,29
23	2,069	2,807	35,17	41,64
24	2,064	2,797	36,42	42,98
25	2,060	2,787	37,65	44,31
30	2,042	2,750	43,77	50,89

УДК 662.7:006.354 МКС 73.040 MOD

Ключевые слова: уголь каменный, флотация

Редактор *И.В. Кириленко*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 01.06.2016. Подписано в печать 23.06.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,30 Тираж 30 экз. Зак. 1533.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва. Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru