

**НАУЧНО ВЕЋЕ**

ИНСТИТУТА ЗА ТЕХНОЛОГИЈУ НУКЛЕАРНИХ  
И ДРУГИХ МИНЕРАЛНИХ СИРОВИНА  
Франше д Епереа 86, Београд

На основу Правилника о верификацији и валидацији техничко-технолошких решења и процедуре ИП 19 Израда и поступак верификације и валидације техничко-технолошких решења, Научно веће Института за технологију нуклеарних и других минералних сировина, на седници одржаној 15.05.2012. год., донело је

## ОДЛУКУ

Да се резултат истраживачког рада „Валоризација фосфатне јаловине из блискоисточних постројења за прераду фосфата(Сирија)“, који је проистекао као резултат рада на Пројектима МПН

ТР 31003 и ТР 34013

**Назив пројекта:**

**РАЗВОЈ ПРОИЗВОДА НА БАЗИ МИНЕРАЛНИХ СИРОВИНА И ОТПАДНЕ БИОМАСЕ У  
ЦИЉУ ЗАШТИТЕ РЕСУРСА ЗА ПРОИЗВОДЊУ БЕЗБЕДНЕ ХРАНЕ**

**и**

**ОСВАЈАЊЕ ТЕХНОЛОШКИХ ПОСТУПАКА ДОБИЈАЊА ЕКОЛОШКИХ МАТЕРИЈАЛА НА  
БАЗИ НЕМЕТАЛИЧНИХ МИНЕРАЛНИХ СИРОВИНА**

**аутора:**

1. **др Драган С. Радуловић**, истраживач сардник, ИТНМС, Београд,
2. **проф. др Душица Вучинић**, редовни професор, РГФ, Београд,
3. **др Јовица Стојановић**, научни сарадник, ИТНМС, Београд,
4. **Бранислав Ивошевић**, истраживач сардник, ИТНМС, Београд,
5. **др Живко Секулић**, научни саветник, ИТНМС, Београд,
6. **др Мирјана Стојановић**, научни саветник, ИТНМС, Београд,
7. **Снежана Зилцовић**, истраживач сарадник, ИТНМС, Београд.

верификује као техничко решење према индикаторима научне компетентности (М 83) - нови технолошки поступак, у складу са Правилником о поступку и начину вредновања и квантитативном исказивању научноистраживачких резултата истраживача (Сл. гласник РС бр. 38/2008), а након усвајања рецензија рецензена **проф.др Предрага Лазића**, Рударско-геолошки факултет Београд, и **проф.др Славена Деушића**, Рударско-геолошки факултет Београд.

Коначну одлуку о верификацији доноси надлежни Матични научни одбор МПН Р Србије.

Доставити:

- руководиоцу Пројекта,
- ауторима,
- архиви НВ.



**ПРЕДСЕДНИК НАУЧНО ВЕЋА**

**Др Мирослав Сокић**

*научни сарадник*

4/7  
01.02.12

Naučnom veću ITNMS-a

Beograd

**Predmet: Pokretanje postupka za validaciju i verifikaciju tehničkog rešenja**

U skladu sa procedurom QMS, IP 19, Izrada i postupak validacije i verifikacije tehničko-tehnoloških rešenja, obraćamo se Naučnom veću Instituta za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina (ITNMS) sa molbom da, prema Pravilniku o postupku i načinu vrednovanja i kvantitativnom iskazivanju naučnoistraživačkih rezultata istraživača (Sl.glasnik RS, 38/08), pokrene postupak za validaciju i verifikaciju tehničkog rešenja, kategorije M 83 – Novi tehnološki postupak, pod nazivom: **Valorizacija fosfatne jalovine iz postrojenja na Bliskom istoku (Sirija) postupkom flotacijske koncentracije**

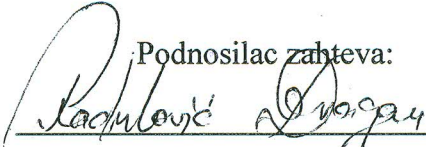
**Autori:**

1. dr Dragan S. Radulović, dipl. ing rud.
2. prof. dr Dušica Vučinić, redovni profesor
3. Branislav Ivošević, istraživač saradnik
4. dr Živko Sekulić, naučni savetnik
5. dr Mirjana Stojanović, naučni savetnik
6. Snežana Zildžović, istraživač saradnik

Za recenzente predlažemo:

1. prof dr Predrag Lazić, Rudarsko-geološki fakultet Beograd
2. prof dr Slaven Deušić, Rudarsko-geološki fakultet Beograd

Beograd, 01.02.2012. godine

Podnosilac zahteva:  
  
dr Dragan S. Radulović, dipl ing rud

**НАУЧНО ВЕЋЕ**  
ИНСТИТУТА ЗА ТЕХНОЛОГИЈУ НУКЛЕАРНИХ  
И ДРУГИХ МИНЕРАЛНИХ СИРОВИНА  
Франше д Епера 86, Београд

На основу члана 40 Статута Института за технологију нуклеарних и других минералних сировина, Научно веће је, на седници одржаној 21.02.2012. год., донело

## ОДЛУКУ

Покреће се поступак за валидацију и верификацију техничког решења под називом „**Валоризација фосфатне јаловине из постројења на Блиском истоку (Сирија) поступком флотацијске концентрације**„ аутора др Драгана Радуловића, дипл. инж. рударства, проф. др Душице Вучинић, редовног професора, Ивошевић Бранислава, дипл. инж., истраживача сарадника, др Живка Секулића, научног саветника, др Мирјане Стојановић, научног саветника и Снежане Зилцовић, истраживача сарадника и бирају рецензенти проф. др. Предраг Лазић, Рударско-геолошки факултет Београд, и проф. др. Славен Деушић, Рударско-геолошки факултет Београд



**ПРЕДСЕДНИК НАУЧНО ВЕЋА**

**Др Мирослав Сокић**

*научни сарадник*



## Naučnom veću ITNMS-a

**Predmet:** Recenzija tehničko-tehnološkog rešenja

Na osnovu Odluke Naučnog veća ITNMS donete 21.02.2012. imenovan sam za jednog od recenzenata tehničko-tehnološkog rešenja: **Valorizacija fosfatne jalovine iz bliskoistočnih postrojenja za preradu fosfata (Sirija)**

(kategorija M-83)

Autori: dr Dragan S. Radulović\*, prof. dr Dušica Vučinić<sup>□</sup>, dr Jovica Stojanović\*,  
dipl. ing. Branislav Ivošević\*, dr Živko Sekulić\*, dr Mirjana Stojanović\*,  
dipl. hem. Snežana Zildžović\*

\* Institut za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina, 11 000 Beograd

<sup>□</sup> Rudarsko-geološki fakultet u Beogradu

Na osnovu toga dajem,

### *Mišljenje recenzenta:*

Tehničko-tehnološko rešenje pod naslovom „**Valorizacija fosfatne jalovine iz bliskoistočnih postrojenja za preradu fosfata (Sirija)**“, dato je na 16 strana teksta (format A4), sadrži pet tabela i četrnaest slika na kojima su prikazane 3 tehnološke šeme, 5 mikrofotografija 5 spektara i jedan difraktogram. Tehničko tehnološko rešenje sastoji se iz pet poglavlja glavnog teksta, literature i šest priloga datih na 14 strana.

U prvom poglavlju pod nazivom „*Predmet ispitivanja*“ dat je uvod u kome su prikazani osnovni podaci, značaj i primena fosfata kao sirovinskog resursa u svetskim razmerama. Zatim su ukratko dati podaci (rezerve kao i osnovni geološki i mineraloški podaci) o Mediteranskom fosfatnom resursu, odakle potiče uzorak fosfatane jalovine koji je predmet ispitivanja. Na kraju je dat kratak osvrt na stanje rešenosti tehnološkog problema odvajanja fosfata od karbonata u svetskim okvirima.

U drugom poglavlju pod naslovom „*Cilj Ispitivanja*“ određene su osnovne mineraloške karakteristike uzorka fosfatne jalovine i na osnovu toga je definisan cilj ispitivanja:

1. dobijanje koncentrata fosfata K/P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> komercijalnog kvaliteta, ili
2. dobijanje proizvoda sa povećanim sadržajem P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> koji bi se mogao mešati sa bogatijim koncentratima fosfata.

U tećem poglavlju pod naslovom „*Eksperimentalni rad*“ prikazana je:

- šema pripreme rude za tehnološka ispitivanja u laboratorijskim uslovima, kao i
- fizičko-hemijska-mineraloška karakterizacija uzorka.

U okviru mineraloške analize posebno je skrenuta pažnja na način javljanja fosfata kao i finoću pri kojoj se postiže njihova optimalna oslobodjenost iz rude. U okviru ovoga poglavlja uradjena su i preliminarna laboratorijska ispitivanja (I serija opita) izvedena na klasičan način direktnom flotacijom fosfata iz rude, koja nije dala zadovoljavajući rezultata.

U četvrtom poglavlju pod naslovom "*Ispitivanja u cilju definisanja tehnološkog rešenja*" obavljena je rendgenska analiza uzorka, a na skenirajućem elektronskom mikroskopu uradjena je morfološka i semikvantitativna hemijska analiza. Na osnovu ovih dodatnih ispitivanja utvrđeni su razlozi za loše rezultate prve serije opita i napravljena je analiza svih dobijenih podataka. Na osnovu ove analize definisani su pravci daljih ispitivanja, u okviru kojih je VI serijom opita flotiranja unapredjeno dosadašnje i usvojeno novo tehnološka znanja. Na osnovu dobijenih rezultata ove serije opita i u skladu sa načinom izvodjenja eksperimenta dat je predlog šeme tehnološkog rešenja.

U petom poglavlju pod naslovom "*Zaključak obavljenih laboratorijski ispitivanja*" dat je sažeti pregled svih obavljenih ispitivanja i analiza dobijenih rezultata.

U prilogima su prikazani hemijski sastavi fosfatne jalovine po klasama krupnoće, kao i šest serija sa šemama izvodjenja opita flotiranja koje su omogućile da se dodje do tehnološkog rešenja.

Na osnovu pregleda tehničko-tehnološkog rešenja pod naslovom: „**Valorizacija fosfatne jalovine iz bliskoistočnih postrojenja za preradu fosfata (Sirija)**“, dajem sledeći zaključak:

Tekst je pisan jasno i tehnički razumljivo, a tehničko-tehnološko rešenje daje značajan doprinos oblasti dobijanja koncentrata apatita za hemijsku industriju.

Takodje treba naglasiti da tehničko rešenje ima korisnika rezultata "Victoriaphosphate" čime su ispunjeni svi zahtevi Pravilnika o postupku i načinu vrednovanja i kvantitativnom iskazivanju naučnoistraživačkih rezultata istraživanja, Sl.Glasnik RS br.38/2008.

Na osnovu svega iznetog, predlažem Naučnom Veću ITNMS-a iz Beograda da prihvati tehničko-tehnološko rešenje, pod naslovom **Valorizacija fosfatne jalovine iz bliskoistočnih postrojenja za preradu fosfata (Sirija)**“, dr Dragan S. Radulović, prof. dr Dušica Vučinić, dr Jovica Stojanović, dipl. ing. Branislav Ivošević, dr Živko Sekulić, dr Mirjana Stojanović, dipl. hem. Snežana Zildžović

U Beogradu

Recenzent:

prof dr Predrag Lazić, dipl.ing.rud.



Na osnovu člana 25. tačka 2) i 3) Zakona o naučnoistraživačkoj delatnosti i Prilogu 2 Pravilnika o postupku i načinu vrednovanja i kvantitativnom iskazivanju naučnoistraživačkih rezultata istraživača daje se

## MIŠLJENJE o tehničkom rešenju

Naziv tehničkog rešenja: **Valorizacija fosfatne jalovine iz bliskoistočnih postrojenja za preradu fosfata (Sirija)**

**Autori:** dr Dragan S. Radulović, prof. dr Dušica Vučinić, dr Jovica Stojanović, dipl. ing. Branislav Ivošević, dr Živko Sekulić, dr Mirjana Stojanović, dipl. hem. Snežana Zildžović

**Godina:** 2012.

**Prijavljena kategorija:** M83

**Pregledom svih priloženih dokaza sam utvrdila da:**

1. Rešenje poseduje stručnu komponentu celokupnog i samostalnog rezultata	DA
2. Rešenje ima originalni naučno-istraživački doprinos	DA
3. Rešenje poseduje uredan tehnički elaborat (naslovna strana sa osnovnim podacima, potom elaborat sa opisima, crtežima itd)	DA
3.1. Naveden je korisnik rešenja (naručilac)	DA
3.2. Navedeno je ko je rešenje prihvatio, ko ga primenjuje	DA
3.3. Priložen je dokaz o komercijalizaciji rezultata (korišćenju)	DA
4. Opisan je problem koji se rešava	DA
4.1. Dato je stanje rešenosti tog problema u svetu	DA
4.2. Dato je stanje rešenosti tog problema kod nas	DA
5. Opisane su tehničke karakteristike	DA
6. Za kritičke evaluacije podataka, baza podataka	DA
6.1. Deo je međunarodnog projekta	NE
6.2. Publikovana je kao internet publikacija ili objavljena na internetu	NE
6.3. Publikovano u časopisu sa SCI liste	NE
6.3. Ostalo	—
7. Rešenje je rađeno u okviru projekta Ministarstva nauke i dat je broj projekta ili broj ugovora sa privredom iz kog proizilazi	TR 34013 TR 31003

\* uneti da/ne u prazne kockice


**Dato tehničko rešenje:**

1. Ispunjava uslove za priznavanje prijavljene kategorije M83
2. Ispunjava uslove za priznavanje kategorije \_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_ različite od prijavljene.
3. Ne ispunjava uslove za priznavanje tehničkih rešenja.

**ZAKLJUČAK I MIŠLJENJE RECENZENTA DATO U POSEBNOM DOKUMENTU**

Mesto i datum \_\_\_\_\_

RECENZENT:

  
prof. dr Predrag Lazić, docent  
(Ime i prezime, potpis)

## Naučnom veću ITNMS-a

**Predmet:** Recenzija tehničko-tehnološkog rešenja

Na osnovu Odluke Naučnog veća ITNMS donete 21.02.2012. imenovan sam za jednog od recenzenata tehničko-tehnološkog rešenja: **Valorizacija fosfatne jalovine iz bliskoistočnih postrojenja za preradu fosfata (Sirija)**

(kategorija M-83)

Autori: dr Dragan S. Radulović\*, prof. dr Dušica Vučinić<sup>□</sup>, dr Jovica Stojanović\*,  
dipl. ing. Branislav Ivošević\*, dr Živko Sekulić\*, dr Mirjana Stojanović\*,  
dipl. hem. Snežana Zildžović\*

\* Institut za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina, 11 000 Beograd  
<sup>□</sup> Rudarsko-geološki fakultet u Beogradu

Na osnovu toga dajem,

### *Mišljenje recenzenta:*

Tehničko-tehnološko rešenje pod naslovom „**Valorizacija fosfatne jalovine iz bliskoistočnih postrojenja za preradu fosfata (Sirija)**“, dato je na 16 strana teksta (format A4), sadrži pet tabela i četrnaest slika na kojima su prikazane 3 tehnološke šeme, 5 mikrofotografija 5 spektara i jedan difraktogram. Tehničko tehnološko rešenje sastoji se iz pet poglavlja glavnog teksta, literature i šest priloga datih na 14 strana.

U prvom poglavlju pod nazivom „*Predmet ispitivanja*“ dat je uvod u kome su prikazani osnovni podaci, značaj i primena fosfata kao sirovinskog resursa u svetskim razmerama. Zatim su ukratko dati podaci (rezerve kao i osnovni geološki i mineraloški podaci) o Mediteranskom fosfatnom resursu, odakle potiče uzorak fosfatane jalovine koji je predmet ispitivanja. Na kraju je dat kratak osvrt na stanje rešenosti tehnološkog problema odvajanja fosfata od karbonata u svetskim okvirima.

U drugom poglavlju pod naslovom „*Cilj Ispitivanja*“ određene su osnovne mineraloške karakteristike uzorka fosfatne jalovine i na osnovu toga je definisan cilj ispitivanja:

1. dobijanje koncentrata fosfata  $K/P_2O_5$  komercijalnog kvaliteta, ili
2. dobijanje proizvoda sa povećanim sadržajem  $P_2O_5$  koji bi se mogao mešati sa bogatijim koncentratima fosfata.

U tećem poglavlju pod naslovom „*Eksperimentalni rad*“ prikazana je šema pripreme rude za tehnološka ispitivanja u laboratorijskim uslovima, kao i fizičko-hemijska-mineraloška karakterizacija uzorka. U okviru mineraloške analize posebno je skrenuta pažnja na način javljanja fosfata kao i finoću pri kojoj se postiže njihova optimalna oslobodjenost iz rude. U okviru ovoga poglavlja uradjena su i preliminarna laboratorijska ispitivanja (I serija opita)



izvedena na klasičan način direktnom flotacijom fosfata iz rude, koja nije dala zadovoljavajući rezultata.

U četvrtom poglavlju pod naslovom *“Ispitivanja u cilju definisanja tehnološkog rešenja”* obavljena je rendgenska analiza uzorka, a na skenirajućem elektronskom mikroskopu uradjena je morfološka i semikvantitativna hemijska analiza. Na osnovu ovih dodatnih ispitivanja utvrđeni su razlozi za loše rezultate prve serije opita i napravljena je analiza svih dobijenih podataka. Na osnovu ove analize definisani su pravci daljih ispitivanja, u okviru kojih je VI serijom opita flotiranja unapredjeno dosadašnje i usvojeno novo tehnološka znanja. Na osnovu dobijenih rezultata ove serije opita i u skladu sa načinom izvodjenja eksperimenta dat je predlog šeme tehnološkog rešenja.

U petom poglavlju pod naslovom *“Zaključak obavljenih laboratorijski ispitivanja”* dat je sažeti pregled svih obavljenih ispitivanja i analiza dobijenih rezultata.

U priložima su prikazani hemijski sastavi fosfatne jalovine po klasama krupnoće, kao i šest serija sa šemama izvodjenja opita flotiranja koje su omogućile da se dodje do tehnološkog rešenja.

Na osnovu pregleda tehničko-tehnološkog rešenja pod naslovom: **„Valorizacija fosfatne jalovine iz bliskoistočnih postrojenja za preradu fosfata (Sirija)“**, dajem sledeći zaključak:

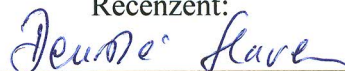
- Tekst je pisan jasno i tehnički razumljivo.
- Tehničko-tehnološko rešenje daje značajan doprinos oblasti dobijanja koncentrata apatita za hemijsku industriju.

Takodje treba naglasiti da tehničko rešenje ima korisnika rezultata *“Victoriaphosphate”* čime su ispunjeni svi zahtevi Pravilnika o postupku i načinu vrednovanja i kvantitativnom iskazivanju naučnoistraživačkih rezultata istraživanja, Sl.Glasnik RS br.38/2008.

Na osnovu svega iznetog, predlažem Naučnom Veću ITNMS-a iz Beograda da prihvati tehničko-tehnološko rešenje, pod naslovom **Valorizacija fosfatne jalovine iz bliskoistočnih postrojenja za preradu fosfata (Sirija)“**, dr Dragan S. Radulović, prof. dr Dušica Vučinić, dr Jovica Stojanović, dipl. ing. Branislav Ivošević, dr Živko Sekulić, dr Mirjana Stojanović, dipl. hem. Snežana Zildžović

U Beogradu

Recenzent:



prof dr Slaven Deusić, redovni profesor

Na osnovu člana 25. tačka 2) i 3) Zakona o naučnoistraživačkoj delatnosti i Prilogu 2 Pravilnika o postupku i načinu vrednovanja i kvantitativnom iskazivanju naučnoistraživačkih rezultata istraživača daje se

## MIŠLJENJE o tehničkom rešenju

**Naziv tehničkog rešenja: Valorizacija fosfatne jalovine iz bliskoistočnih postrojenja za preradu fosfata (Sirija)**

**Autori:** dr Dragan S. Radulović, prof. dr Dušica Vučinić, dr Jovica Stojanović, dipl. ing. Branislav Ivošević, dr Živko Sekulić, dr Mirjana Stojanović, dipl. hem. Snežana Zildžović

**Godina:** 2012.

**Prijavljena kategorija:** M83

**Pregledom svih priloženih dokaza sam utvrdila da:**

1. Rešenje poseduje stručnu komponentu celokupnog i samostalnog rezultata	DA
2. Rešenje ima originalni naučno-istraživački doprinos	DA
3. Rešenje poseduje uredan tehnički elaborat (naslovna strana sa osnovnim podacima, potom elaborat sa opisima, crtežima itd)	DA
3.1. Naveden je korisnik rešenja (naručilac)	DA
3.2. Navedeno je ko je rešenje prihvatio, ko ga primenjuje	DA
3.3. Priložen je dokaz o komercijalizaciji rezultata (korišćenju)	DA
4. Opisan je problem koji se rešava	DA
4.1. Dato je stanje rešenosti tog problema u svetu	DA
4.2. Dato je stanje rešenosti tog problema kod nas	DA
5. Opisane su tehničke karakteristike	DA
6. Za kritičke evaluacije podataka, baza podataka	
6.1. Deo je međunarodnog projekta	NE
6.2. Publikovana je kao internet publikacija ili objavljena na internetu	NE
6.3. Publikovano u časopisu sa SCI liste	NE
6.3. Ostalo	/
7. Rešenje je rađeno u okviru projekta Ministarstva nauke i dat je broj projekta ili broj ugovora sa privredom iz kog proizilazi	TR 34013 TR 31003

\* uneti da/ne u prazne kockice

**Dato tehničko rešenje:**

1. Ispunjava uslove za priznavanje prijavljene kategorije M83
2. Ispunjava uslove za priznavanje kategorije \_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_ različite od prijavljene.
3. Ne ispunjava uslove za priznavanje tehničkih rešenja.

**ZAKLJUČAK I MIŠLJENJE RECENZENTA DATO U POSEBNOM DOKUMENTU**

Mesto i datum \_\_\_\_\_

RECENZENT:  
  
\_\_\_\_\_  
prof. dr Slaven Deušić, redovni profesor  
(Ime i prezime, potpis)



VICTORIA PHOSPHATE doo  
Broj 20/12  
7.05. 2012 god.  
BOSILEGRAD

ИДРУГИХ МИНЕРАЛНИХ СИРОВИНА са п.о.  
Број 4/42-2  
10.05. 2012 год.  
Београд  
Франше Д'Еспере-а 86, пошт. факс 390

ITNMS Beograd

Datum: 07.05.2012.

**Predmet:** Valorizacija fosfatne jalovine iz bliskoistočnih postrojenja za preradu fosfata (Sirija)

Institut za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina (ITNMS), Beograd u okviru projekata (TR 31003 i TR34013, period 2011-2014) čiju realizaciju finansira Ministarstvo prosvete i nauku Republike Srbije, osvojio je novu tehnologiju valorizacije jalovine sa fosfatnih jalovišta na Bliskom Istoku (Sirija). Postupak valorizacije fosfatne jalovine postupkom obrnutog flotiranja predstavlja novu tehnologiju koja je dovedena do koncepta tehničko- tehnološkog rešenja :

### Valorizacija fosfatne jalovine iz bliskoistočnih postrojenja za preradu fosfata (Sirija)

**Autora:** dr Dragan S. Radulović, dipl. ing rud.  
prof. dr Dušica Vučinić, redovni profesor  
dr Jovica Stojanović, naučni saradnik  
Branislav Ivošević, istraživač saradnik  
dr Živko Sekulić, naučni savetnik  
dr Mirjana Stojanović, naučni savetnik  
Snežana Zildžović, israživač saradnik

Ispitivanja koja su izvedena, u okviru ovog tehnološkog rešenja, imala su za cilj definisanje optimalnih parametara tehnološkog postupka valorizacije jalovine iz postrojenja za preradu fosfata iz Sirije, u cilju dobijanja proizvoda koji bi svojim kvalitetom mogao da se primenjuje u industriji mineralnih đubriva. Ova ispitivanja su trebala da definišu uslove koncentracije fosfata tj. povećanja sadržaja  $P_2O_5$  do optimalno moguće granice sa zadovoljavajućim iskorišćenjem.

Osnovni cilj ovih ispitivanja je bio dobijanje koncentrata fosfata  $K/P_2O_5$  komercijalnog kvaliteta koji se može primeniti kao sirovina u daljoj industrijskoj preradi, ili dobijanja proizvoda sa povećanim sadržajem  $P_2O_5$  koji bi se mogao mešati sa bogatijim koncentratima fosfata (sa sadržajem  $P_2O_5$  preko 32% ili više procenata) što bi omogućilo dobijanje skupnog koncentrata sa minimum 30%  $P_2O_5$ .

Obavljena ispitivanja u okviru ovog tehnološkog rešenja, dobijeni su osnovni podaci o mogućnosti valorizacije jeftine sirovine čije su rezerve na području Severne Afrike i Bliskog Istoka praktično neiscrpne (milijarde tona), a u današnjem vremenu predstavljaju jalovinu. Tretmanom ovakve sirovine postupkom flotacijske koncentracije moguće je dobiti koncentrat  $K/P_2O_5$  sa preko 26,14%  $P_2O_5$  (preko 57% TCP) i relativno visokim iskorišćenjem  $P_2O_5$  od preko 86%. Dobijeni proizvod se može razmatrati na dva načina: kao definitivni komercijalni koncentrat ili da se meša sa bogatijim koncentratima fosfata čime bi se dobio zbirni koncentrat sa oko 30%  $P_2O_5$ .

Ovakve mineralne sirovine u odnosu na rude fosfata koje se moraju iskopavati podzemnom ili površinskom eksploatacijom imaju niz prednosti (sadrže relativno visok sadržaj  $P_2O_5$  (oko 20%), ne moraju se otkopavati, sirovina je oprana i isklasisrana, ne sadrži glinovite materije i sitnež (u pulpi ne stvara mulj), relativno je mekana i lako se usitnjava, pored toga sirovina je veoma jeftina, a na pomenutim geografskim područjima nalazi se u ogromnim količinama). Valorizacijom ovakve fosfatne sirovine mogli bi se uštedeti ogromni kapitalni troškovi (ulaganja u izgradnju rudnika, rudarskih objekata, pristupnih puteva i postrojenja). Zbog svega ovoga startni troškovi bi bili bitno smanjeni, kao i sami troškovi eksploatacije i prerade ovakve fosfatne sirovine.

Prihvatamo da Tehničko-tehnološko rešenje **valorizacija fosfatne jalovine iz bliskoistočnih postrojenja za preradu fosfata (Sirija)**, predstavlja nov tehnološki postupak u oblasti pripreme ove rude. Takođe prihvatamo da ono predstavlja doprinos daljim ispitivanjima i da smo zainteresovani za primenu i nastavak aktivnosti koncentracije fosfata postupcima pripreme mineralnih sirovina, u cilju dobijanja fosfatnih mineralnih đubriva.

Victoria Phosphate

Direktor

Slobodan Mijailović







**INSTITUT ZA TEHNOLOGIJU NUKLEARNIH I DRUGIH MINERALNIH SIROVINA**

**Autori:**

1. dr Dragan S. Radulović, dipl. ing rud.
2. prof. dr Dušica Vučinić, redovni profesor
3. dr Jovica Stojanović, naučni saradnik
4. Branislav Ivošević, stručni savetnik
5. dr Živko Sekulić, naučni savetnik
6. dr Mirjana Stojanović, naučni savetnik
7. Snežana Zildžović, israživač saradnik

**TEHNOLOŠKO REŠENJE**

**M 83 –NOVI TEHNOLOŠKI POSTUPAK**

**Valorizacija fosfatne jalovine iz bliskoistočnih postrojenja za preradu fosfata (Sirija)**

**Sadržaj:**

	<b>strana</b>
1.0 Predmet ispitivanja	3
1.1. Mediteranski fosfatni resurs	3
1.2. Stanje rešenosti problema u svetu	4
2.0. Cilj ispitivanja	4
3.0. Eksperimentalni rad	4
3.1. Preliminarna laboratorijska ispitivanja	5
3.1.1. Hemijska analiza	5
3.1.2. Mineraloška ispitivanja	6
3.1.2.1. Mikroskopska analiza uzorka fosfata iz Sirije "US-1"	6
3.1.3. Opiti mlevenja	6
3.2. Opiti flotiranja apatita	7
3.2.1. I serija opita flotiranja apatita	7
4.0. Ispitivanja u cilju definisanja tehničkog rešenja	9
4.1. Rendgenska analiza uzorka fosfata iz Sirije "US-1"	9
4.2. Metoda skenirajuće elektronske mikroskopije uzorka fosfata iz Sirije "US-1"	9
4.3. Analiza dobijenih podataka iz dodatnih mineraloških analiza i I serije opita flotiranja	12
4.4. Pravac daljih ispitivanja	12
4.5. Opita flotiranja apatita u cilju definisanja tehničkog rešenja (VI serija opita)	13
4.6. Predlog tehnološke šeme tehničko-tehnološkog rešenja	14
5.0. Zaključak obavljenih laboratorijskih ispitivanja	15
6.0. Podrška privrednih subjekata	15
7.0. Literatura	16
Prilozi	19

## 1.0 Predmet ispitivanja

Predmet tehničkog rešenja, je definisanje optimalnih parametara tehnološkog postupka valorizacije jalovine iz postrojenja za preradu fosfata iz Sirije, u cilju dobijanja proizvoda koji bi svojim kvalitetom mogao da se primenjuje u industriji mineralnih đubriva.

Porast upotrebe fosfata kao minerala, u svim granama privrede a takodje i proizvoda dobijenih od fosfata, u svih zemalja sveta, svrstava ovaj mineral u strateške sirovine u svetskim razmerama i njihov značaj raste iz dana u dan. Fosfati se u najvećoj meri koriste u industriji proizvodnje veštačkih đubriva oko 85 %, oko 5% se koristi kao dodatak stočnoj hrani, ostalih 10 % potrošnje fosfora je u različitim granama hemijske industrije. Intezivna upotreba veštačkih đubriva, a medju njima i fosfatnih, koje proizvodi hemijska industrija na bazi rude ili koncentrata fosfata, je osnov za postizanje prinosa koji omogućavaju prehranu stanovništva (*D. Radulović, 2011*).

Značaj fosfora za živi svet ogleda se u tome što učestvuje u gradnji nukleinskih kiselina, fosfolipida, u biljkama služi da učestvuje u procesima transformacije šećera, belančevina i drugih jedinjenja.

U ITNMS-u je stigao uzorak fosfatne jalovine iz Sirije pod oznakom „US-1”, klase krupnoće -250 + 50 mm, i mase od oko  $m = 250$  kg. Sirijiski fosfati po svojoj genezi i načinu javljanja zajedno sa ležištima Severne Afrike i Bliskog Istoka pripadaju ležištima Mediteranskog fosfatnog basena.

### 1.1 Mediteranski fosfatni resurs

Severna Afrika je pokrivena fosfatnim ležištima sedimentnog porekla koja su starosti gornje Krede do Eocena. Najveće rezerve fosfata u Mediteranskom fosfatnom basenu poseduje Maroko oko 50.000.000.000 t rude. Fosfati sedimentnog porekla se ne eksploatišu samo u Maroku koji je glavni proizvođač i izvoznik (proizvodnja oko 25.000.000 t/god) već i u: Angoli, Alžiru, Egiptu, Senegal, Togu, Tunisu i Tanzaniji.

Na Bliskom Istoku glavni proizvođači fosfata su: Jordan, Izrael, Egipat, Irak i Sirija. Jordanska Rudarska kompanija za fosfate je proizvodila oko 6.000.000 t fosfata 2009 i 2010 godine. Rezerve fosfat u Jordanu se procenjuju na preko 2 milijarde tona. Rezerve fosfata u Izraelu kao i potencijalni fosfatni resursi se procenjuju na po 300 miliona tona svaki (*Jems J. Bartels i Theodore M. Gurr, 1991*). Egipatske rezerve i resursi prema izveštajima se procenjuju na 700 miliona tona fosfatne rude odnosno na 3 milijarde tona fosfatnog resursa. Rezerve fosfata u Iraku se procenjuju na 60 miliona tona odnosno na 400 miliona tona fosfatne rude u resursima. Sirijske fosfatne rezerve i resursi se procenjuju na po 400 miliona tona rude svaki. Za Saudijske fosfate (ležište Al Jalamida) procenjene su rezerve od oko 900 miliona tona fosfatne rude.

Za sve fosfate iz Mediteranske oblasti je karakteristično da je sadržaj  $P_2O_5$  relativno visok (oko i iznad 25%) i da su rezerve ogromne. Koncentrati fosfata iz ovakvih ruda se dobijaju jednostavnim postupcima pripreme uglavnom usitnjavanjem, pranjem i klasiranjem. Posle ovih postupaka pripreme ostaju velike količine fosfatne jalovine sa reletivno visokim sadržajem  $P_2O_5$  (oko i preko 20%) i veoma visokim sadržajem  $CaCO_3$  od koje se fosfat bilo

kojim postupkom teško odvaja. Zbog toga ogromne količine ovakvog materijala za sada predstavljaju samo potencijalni resurs i dok se ne iznadje način za odvajanje fosfata od  $\text{CaCO}_3$  one će ostati samo sirovine niske vrednosti.

## 1.2 Stanje rešenosti predmetnog problema u svetu

Priprema fosfatnih ruda sedimentnog porekla sa visokim sadržajem karbonatne jalovine (npr. u južnoj Floridi i oblast Mediterana) je svetski problem i adekvatna tehnologija za preradu takve rude na industrijskom nivou trenutno ne postoji (*Prasad i sar., 2000*). Budući da se većina svetskih resursa fosfata (oko 80% ), sastoji od karbonatno sedimentnih ruda, obavljaju se opsežna istraživanja ovih vrsta ruda, na laboratorijskom nivou i u pilot-postrojenjima sa ciljem da se iznadje način odvajanja karbonata od fosfata postupkom flotiranja. Loša flotabilnost neizmenjenih sedimentnih fosfata se pripisuje nepovoljnoj teksturi i mineralnoj raspodeli u rudi kao što su to u svojim ispitivanjima objasnili Baudet i Save (*Baudet i Save 1999*).

## 2.0 Cilj ispitivanja

Dosadašnja tehnološka ispitivanja fosfata u ITNMS-u su uglavnom bila vezana za ležište "Lisina"-Bosilegrad. "Victoriagroup", kao glavni pokretač i investitor kako tehnoloških ispitivanja tako i svih drugih aktivnosti vezanih za fosfate na teritoriji naše zemlje, u poslednjih nekoliko godina, nam je dostavio uzorak fosfatne jalovine iz Sirije US-1.

Uzorak je bio krupno komadast s` tim da se primećuje da je klasiran i opran (nema sitneži i gline u uzorku). Pošto je uzorak komadast i stigao je u četiri džaka primećuje se da se sastoji od bar dve klase krupnoće: -250+120mm i -120+50mm. Vizuelnim pregledom pod lupom je utvrđeno da su klase pripadaju rudi iz istog ležišta, ali da je u sitnijim klasama veće prisustvo fosfatnih minerala a u krupnijim klasama se javljaju i komadi čistog kalcita što automatski znači da je sadržaj fosfata u njima niži.

U cilju definisanja uslova koncentracije fosfata tj. povećanja sadržaja  $\text{P}_2\text{O}_5$  do optimalno moguće granice sa zadovoljavajućim iskorišćenjem, na uzorku jalovine su obavljena preliminarne laboratorijska ispitivanja. Naime, osnovni cilj ovih ispitivanja je dobijanje koncentrata fosfata  $\text{K/P}_2\text{O}_5$  komercijalnog kvaliteta koji se može primeniti kao sirovina u daljoj industrijskoj preradi, ili dobijanja proizvoda sa povećanim sadržajem  $\text{P}_2\text{O}_5$  koji bi se mogao mešati sa bogatijim koncentratima fosfata (sa sadržajem  $\text{P}_2\text{O}_5$  preko 32% ili više procenata) što bi omogućilo dobijanje skupnog koncentrata sa minimum 30%  $\text{P}_2\text{O}_5$ .

Uobičajeno je da se sadržaj  $\text{P}_2\text{O}_5$  u koncentratu kreće od 30% pa i više procenata, mada se na tržištu mogu naći fosfati i sa 26-27%  $\text{P}_2\text{O}_5$ .

## 3.0 Eksperimentalni rad

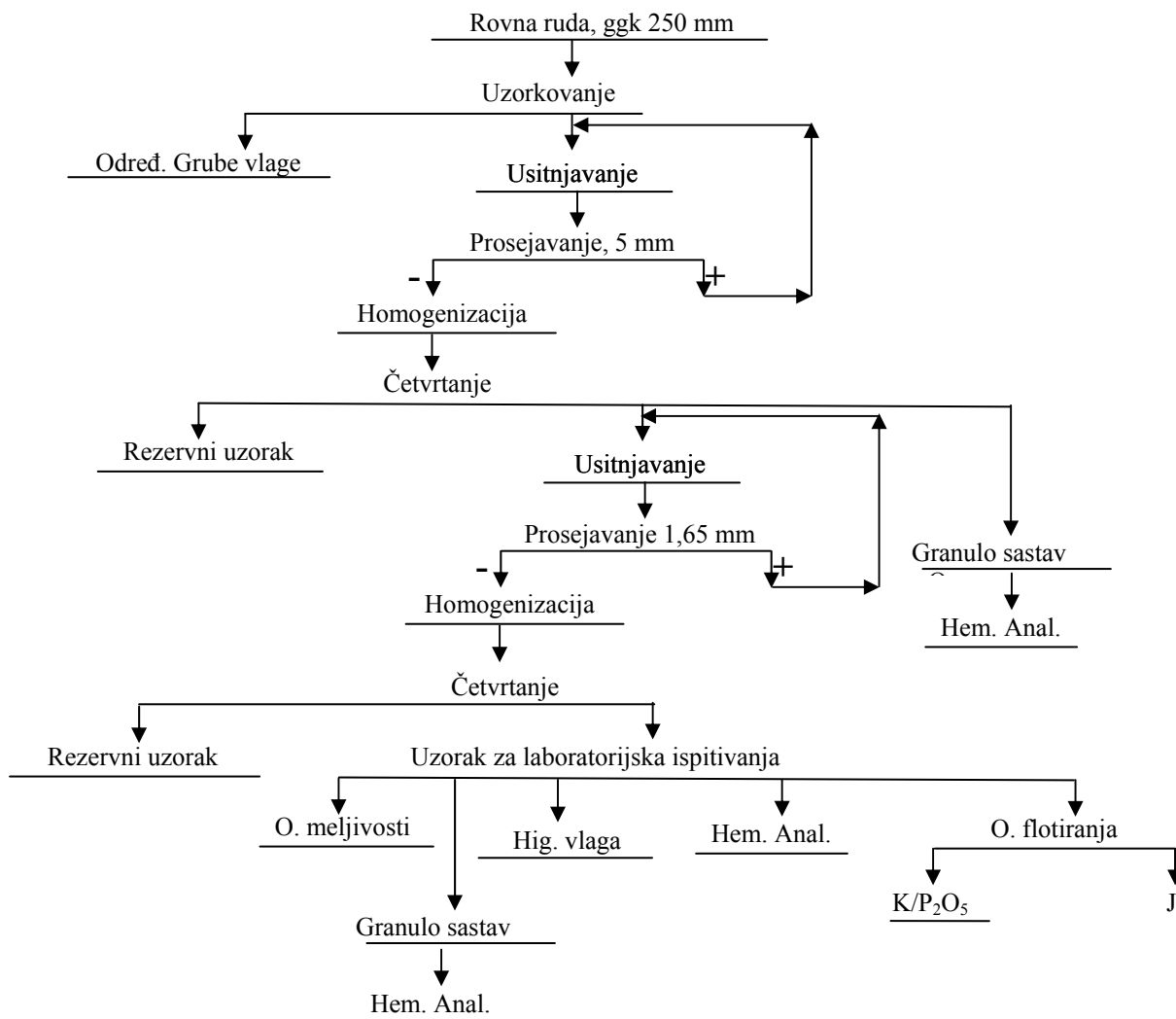
Ceo uzorak je spojen i homogenizovan a zatim je usitnjen i pripremljen za laboratorijska ispitivanja. U okviru laboratorijskih ispitivanja trebalo je upotrebiti stečena tehnološka znanja i rešenja osvojena na fosfatnoj rudi "Lisina", kao i ispitati mogućnost



njihove primene na ovoj rudi, u cilju dobijanja koncentrata fosfata kao komercijalnog proizvoda.

### 3.1. Preliminarna laboratorijska ispitivanja

Polazni uzorak mase  $m = 250$  kg, ustvari je predstavljao dva uzorka različite krupnoće -250+120mm i -120+50 mm koji su spojeni, usitnjeni, homogenizovani i pripremljeni za laboratorijska ispitivanja prema pisanoj šemi prikazanoj na slici 1.



Slika 1. Pisana šema pripreme fosfatne rude “US-1” Sirija za tehnološka ispitivanja u cilju dobijanja koncentrata  $K/P_2O_5$  u laboratorijskim uslovima

#### 3.1.1. Hemijska analiza

Hemijska analiza je obavljena na uzorku sitnije klase -120+50 mm, a posle spajanja i homogenizacije na celokupnom polaznom uzorku. Ove hemijske analize na dva uzorak različite krupnoće trebalo je da ukažu da li postoji razlika u sadržaju  $P_2O_5$  po klasama

krupnoće u primarnom uzorku. Rezultati hemijske analize rovnog uzorku i uzorka klase -120+50 mm su dati u tabelama 1 i 2.

Tabela 1. Hemijska analiza uzoraka rude „US-1” Sirija klase -120+50mm

Komponenta	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	CaO	MgO	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Sadržaj, %	22,48	41,63	0,25	27,01	0,52	0,018	0,30	0,31

Tabela 2. Hemijska analiza rovnog uzoraka rude “US-1” Sirija

Komponenta	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	CaO	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O
Sadržaj, %	19,55	44,46	15,49	0,54	0,012	0,17

Na osnovu hemijske analize (tabele 1 i 2) se vidi da je zaključak vizuelnog pregleda uzoraka bio validan, odnosno da je u sitnijem uzorku (klasa -120+50 mm) veći sadržaj P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> i niži sadržaj karbonata nego u krupnijoj klasi -250+120 mm, što je veoma bitan podatak za neka buduća ispitivanja. U oba uzorka sadržaj gvoždja i alumo-silikata je minimalan, što je takođe uočeno vizuelnim pregledom rovnog uzorka. Tako da je uzorak rovne rude, koji je nastao spajanjem ove dve klase, siromašniji u pogledu sadržaja P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nego klasa -120+50mm.

### 3.1.2. Mineraloška ispitivanja

Kvalitativna mineraloška analiza uzoraka urađena je pod polarizacionim mikroskopom za propuštenu svetlost imerzionom metodom (imerzija ksilol) sa kvalitativnom identifikacijom prisutnih minerala. Uvećanje objektiva je od 3,2 do 50x.

#### 3.1.2.1. Mikroskopska analiza uzorka fosfata iz Sirije “US-1”

**Mineralni sastav:** *APATIT, KOLOFANIT, KVARC, MINERALI KARBONATA, FELDSPATI, CIRKON, NEPROVIDNI MINERALI.*

**Mikroopis:** Glavni minerali u analiziranom uzorku su *apatit, karbonati, kolofanit i kvarc*. Apatit se javlja u vidu krupnih prizmatičnih kristala koji su često kataklazirani. Kolofanit se javlja u vidu krupnih oolita i sferolita koji su pod ukrštenim Nikolovim prizmama izotropni, odnosno amorfni. Ovaj mineralod je zastupljen u rudi više nego apatit, možda čak preko 60%. Karbonati se javljaju kao sitnokristalasti agregati koji čine osnovnu masu uzorka. Kvarc se javlja dvojako: u vidu krupnijih izometričnih kristala obliha ivica i u osnovnoj masi zajedno sa karbonatima gde je manje zastupljen. Svi ostali minerali su zanemarljivo zastupljeni.

### 3.1.3. Opiti mlevenja

Opiti mlevenja su izvođeni u laboratorijskom mlinu “Denver”, mokrim postupkom, sa polaznim uzorkom rude mase m= 1kg, čiji je ggk bio 1,65 mm. Opitima mlevenja je utvrđeno

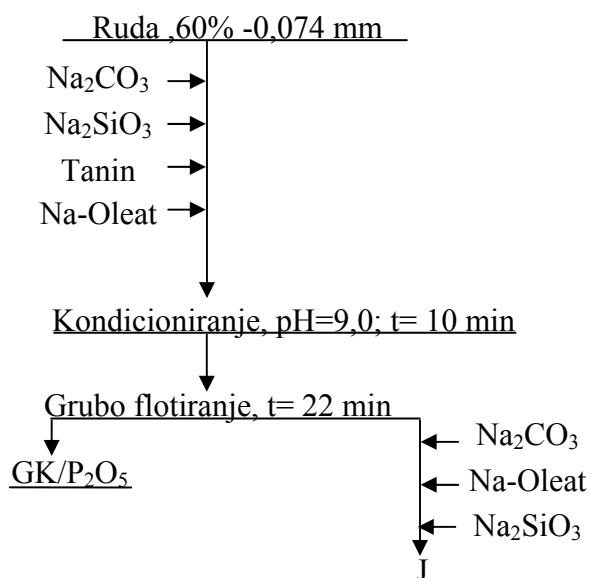
da se oslobodjenost apatita od 80% postiže pri finoći mlevenja rude od 60% -0,074mm i za vreme mlevenja od  $t = 8 \text{ min } 45 \text{ sec}$ .

### 3.2. Opiti flotiranja apatita

Opiti flotiranja apatita iz rude fosfata "US-1"-Sirija u laboratorijskim uslovima su izvodjeni u flotacijskim mašinama "Denver" zapremine  $V = 2,8 \text{ l}$ , na uzorcima mase  $m = 1 \text{ kg}$ . Pošto ova ruda za nas predstavlja novost u praktičnom smislu i pored literaturno poznatih karakteristika odlučeno je da se izvode po tri opita u seriji na isti način, radi reproduktivnosti rezultata i da se ti rezultati prikazuju kao srednja vrednost u obliku jednog bilansa.

#### 3.2.1. I serija opita flotiranja apatita

Prva serija opita je izvedena prema načinu kako je flotirana fosfatna ruda "Lisina". Uzorak koji je flotiran bio je uzet iz sitnije klase (klasa -120+50mm, koja je sa većim sadržajem  $\text{P}_2\text{O}_5$  oko 22,5% tabela 1). U okviru opita flotiranja ispitivan je reagentni režim, kao i primenljivost utvrdjene tehnološke šema postupka flotiranja fosfata "Lisina" u cilju iznalaženja optimalnih uslova flotiranja apatita i deprimiranja minerala jalovine. Ovim postupkom, utvrdjivana je potrebna količina reagenasa: kolektora za uspešno flotiranje minerala apatita i deprimatora za efikasno deprimiranje minerala jalovine. Posebno je ispitivan način da se sadržaj  $\text{CaCO}_3$  postupkom flotiranja svede u koncentratu  $\text{P}_2\text{O}_5$  ispod 20%. Primenjena šema po kojoj su izvodjeni opiti sa uslovima kondicioniranja i flotiranja kao i mestima dodavanja reagenasa prikazana je na slici 2.



Slika 2. Osnovna tehnološka šema kondicioniranja i flotiranja primenjena u opitima prve serije

Prilikom izvodjenja opita flotiranja nije izvodjeno prečišćavanje grubog koncentrata, već se nastojalo da se izdvoji grubi koncentrat sa maksimalnim iskorišćenjem, u cilju sagledavanja njegovog kvaliteta u pogledu sadržaja  $\text{P}_2\text{O}_5$ .

Na slici 2. data je osnovna tehnološka šema koja je primenjena prilikom ispitivanja reagentnog režima u ova tri opita. Modifikacije u pogledu utroška reagenasa u odnosu na osnovnu šemu iz opita grubog flotiranja ruda "Lisina" se sastojala u sledećem:

- utrošak oleata u grubom flotiranju fosfat "US-1" bio je veći oko 600 g/t, prema 375 g/t ruda "Lisina" (vizuelno uočeno da je potrebno dodati više kolektora)
- dodato 250 g/t  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  što je manje od 400g/t  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  koliko je dodavano za ruda "Lisina", jer je sadržaj  $\text{SiO}_2$  kod fosfata Sirija daleko manji nego kod fosfata "Lisine"
- povećana je potrošnja tanina 20 g/t za uzorak "US-1" u odnosu na 10g/t za "Lisinu" jer imamo povećan sadržaj  $\text{CaCO}_3$  u uzorku rude "US-1" (oko 19% tabela 2.) u odnosu na rudu "Lisina" (oko 10%)
- primetno je veća potrošnja  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  kod uzorka "US-1" nego kod "Lisine".  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  je dodavan čak u pet navrata da bi se pH održavao na vrednosti oko 9.

Posle završetka opita svi proizvodi su sušeni, izmereni i uzorci su dati na hemijsku analizu. Dobijeni rezultati hemijske analize su sredjeni i zajedno sa masama su prikazani u tabeli 3 u obliku bilansa.

Tabela 3. Bilans rezultata prve serije opita flotiranja

Proizvodi		M,%	$\text{P}_2\text{O}_5$ ,%	CaO, %	$\text{SiO}_2$ ,%	I $\text{P}_2\text{O}_5$ ,%	I CaO, %	I $\text{SiO}_2$ ,%
Opit I serije	GK	36,34	21,28	47,18	11,67	34,34	42,51	15,47
	Jalovina	63,66	23,23	36,42	36,40	65,66	57,49	84,53
	Ulaz	100,00	22,52	40,33	27,41	100,00	100,00	100,00

Na osnovu rezultata datih u tabeli 3., gde je dat bilans za sva tri opita može se uočiti sledeće:

- nisu dobijeni dobri rezultati u pogledu sadržaja  $\text{P}_2\text{O}_5$  u koncentratu apatita, odnosno apatit nije prešao u preliv flotacije i pored većeg utroška kolektora prilikom flotiranja, manji je sadržaj  $\text{P}_2\text{O}_5$  u koncentratu 21,28% nego u ulazu 22,52%.
- na osnovu sadržaja CaO vidimo da je u koncentrat flotiranja prešao kalcit, racionalnom analizom se može izračunati da je oko 33%  $\text{CaCO}_3$  u koncentratu dok je sadržaj kalcita u ulazu oko 19%, to znači da se oleat prvenstveno trošio na flotiranje karbonata i da ga tanin ne deprimira, odnosno da tanin bolje deprimira fosfat nego kalcit (iskorišćenje kalcita u koncentratu flotiranja oko 63%, naspram iskorišćenja fosfata od 34%).
- što se tiče sadržaja  $\text{SiO}_2$  i njegov sadržaj je relativno visok i pored upotrebe dva deprimatora jalovine tanina i  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ , ali i pored toga je kvarc izgleda jednim manjim delom mehanički prešao u preliv, a većim delom je flotirao. Do flotiranja kvarca moglo je da dodje u ovim uslovima ako su mu površine aktivirane jonima Ca koji su nastali rastvaranjem kalcita a donekle i apatita. Adsorpcija jona oleata na tako izmenjenoj površini kvarca je hidrofobizuje, na šta nas navodi i povećana potrošnja oleata.

Na osnovu rezultata ove serije opita generalno se može zaključiti da su primenjeni uslovi bili nepovoljni za flotiranje apatita, odnosno da su bili povoljniji za flotiranje minerala jalovine, te je odlučeno da se urade dodatna mineraloška ispitivanja u cilju utvrđivanja

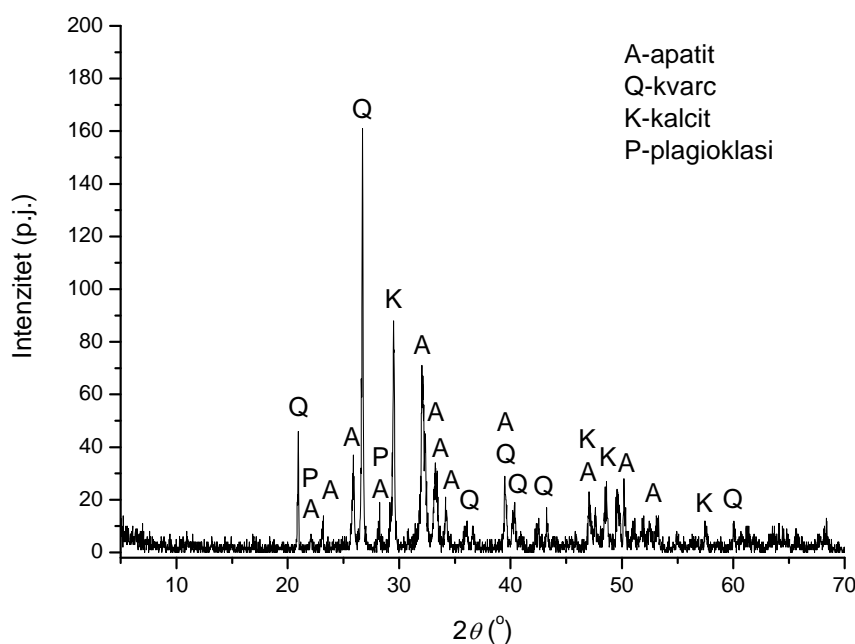
razloga za ovako loš rezultat. Stoga je napravljeno rudni poreparat i urađena je rendgenska difraktometrija kao i analiza skenirajućim elektronskim mikroskopom.

#### 4.0. Ispitivanja u cilju definisanja tehničkog rešenja

##### 4.1. Rendgenska analiza uzorka fosfata iz Sirije “US-1”

Rendgenska difrakciona analiza korišćena je za određivanje i praćenje faznog sastava uzorka. Uzorak je analiziran na rendgenskom difraktometru marke “PHILIPS”, model PW-1710, sa zakrivljenim grafitnim monohromatorom i scintilacionim brojačem. Intenziteti difraktovanog  $\text{CuK}\alpha$  rendgenskog zračenja ( $\lambda=1.54178\text{\AA}$ ) mereni su na sobnoj temperaturi u intervalima  $0.02^\circ 2\theta$  i vremenu od 1s, a u opsegu od  $5^\circ$  do  $70^\circ 2\theta$ . Rendgenska cev je bila opterećena sa naponom od 40 kV i strujom od 30 mA, dok su prorezi za usmeravanje primarnog i difraktovanog snopa bili  $1^\circ$  i 0,1 mm.

Uzorak je ispitan metodom rendgenske difrakcije na polikristalnom uzorku (prahu). Identifikovani su sledeći minerali: *apatit*, *kvarc*, *kalcit*, *plagioklasi*. Najznačajniji minerali u analiziranom uzorku su apatit, kalcit i kvarc, dok su plagioklasi zanemarljivo prisutni. Difraktogram ispitanog uzorka dat je na slici 3.



Slika 3. Difraktogrami praha uzorka fosfata „US-1“ iz Sirije.

##### 4.2. Metoda skenirajuće elektronske mikroskopije uzorka fosfata iz Sirije “US-1”

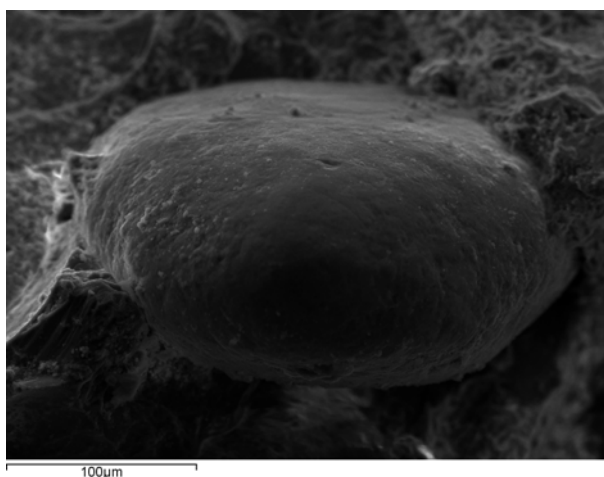
Morfološka i semikvantitativna hemijska analiza urađena je na skenirajućem elektronskom mikroskopu marke “JEOL” model JSM 6610 LV. Urađene su morfološke i semikvantitativne analize amornog mineraloida kolofanita. Oblik kolofanita je redovno



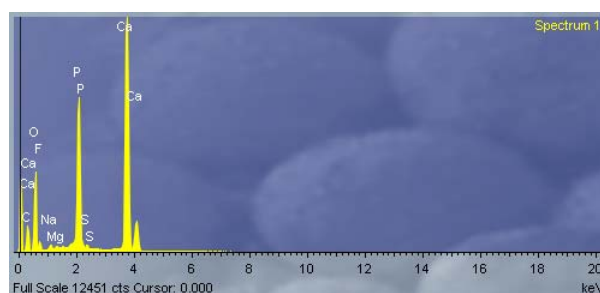
izometričan, loptastog do elipsoidnog oblika. Hemijska analiza je potvrdila da je hemijski sastav kolofanita sličan apatitu. U tabeli 4. dati su rezultati hemijskih analiza pet uzoraka kolofanita, a na slikama od 5 do 8 mikrofotografije, na slikama 9 do 13 prikazan je hemijski spektar ovih pet uzoraka. Na osnovu svih ovih analiza može da se konstatuje da analizirani uzorak pripada organogenoj sedimentnoj steni fosforita.

Tabela 4. Semikvantitativna hemijska analiza kolofanita izražena u težinskim procentima.

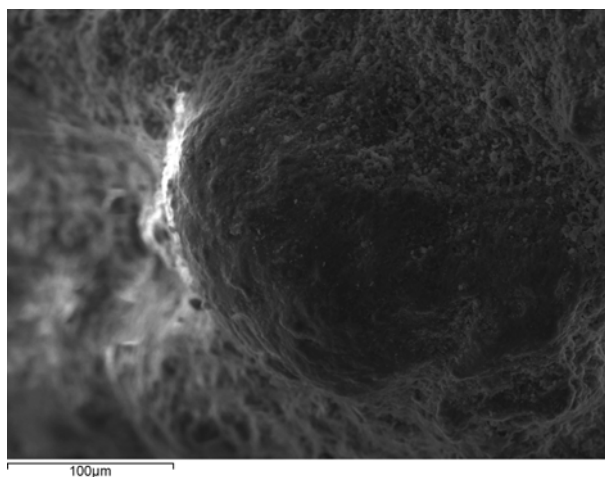
Uzorak	F	Na	Mg	Al	Si	P	S	Ca	O
1.	9,96	0,58	0,17	0,10	0,00	<b>15,92</b>	0,45	36,53	36,20
2.	10,72	0,74	0,00	0,40	0,71	<b>16,25</b>	0,38	33,89	36,63
3.	11,04	0,96	0,22	0,20	0,22	<b>16,30</b>	0,49	34,22	36,35
4.	8,32	0,42	0,17	0,28	0,50	<b>16,64</b>	0,29	35,85	37,38
5.	10,58	1,03	0,19	0,42	1,31	<b>15,94</b>	0,44	32,88	36,79



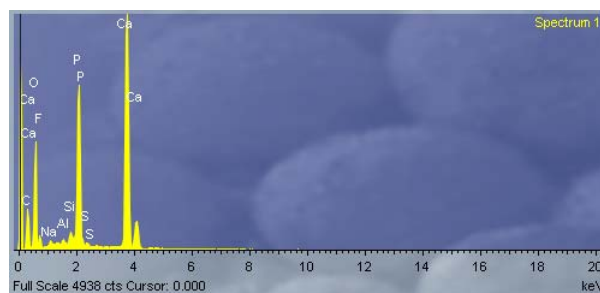
Slika 4. Mikrofotografija kolofanita uzorka 1 na kome je urađena hemijska analiza.



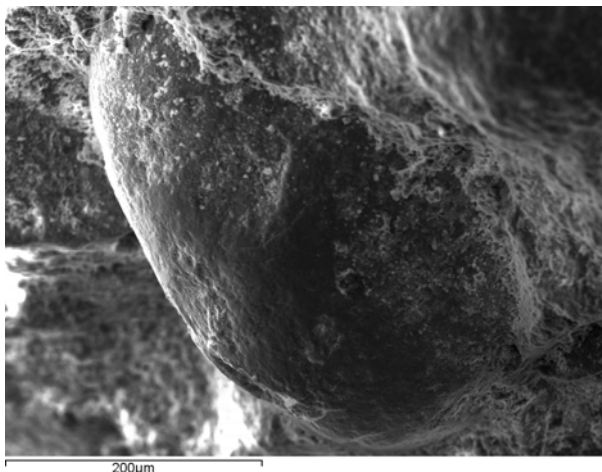
Slika 9. Hemijski spektar kolofanita sa uzorka 1.



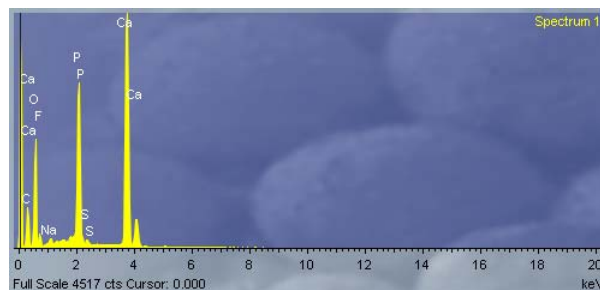
Slika 5. Mikrofotografija kolofanita uzorka 2 na kome je urađena hemijska analiza.



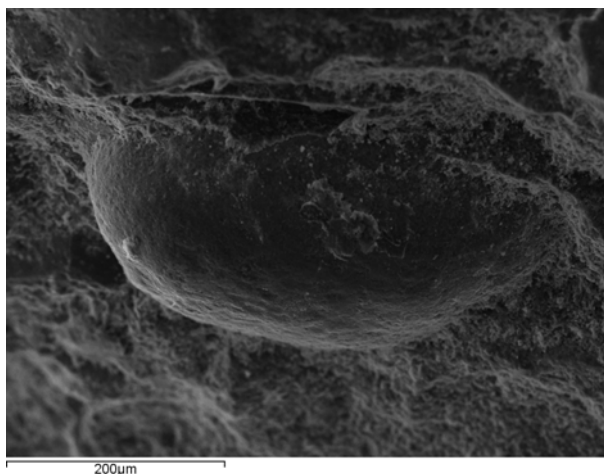
Slika 10. Hemijski spektar kolofanita sa uzorka 2.



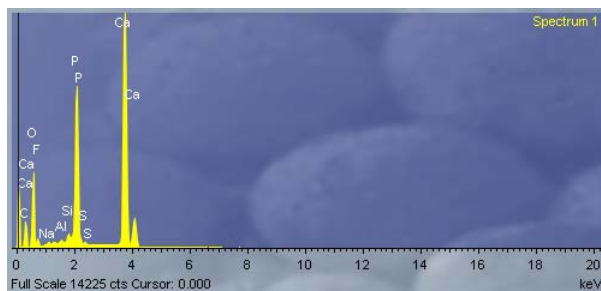
Slika 6. Mikrofotografija kolofanita uzorka 3 na kome je urađena hemijska analiza.



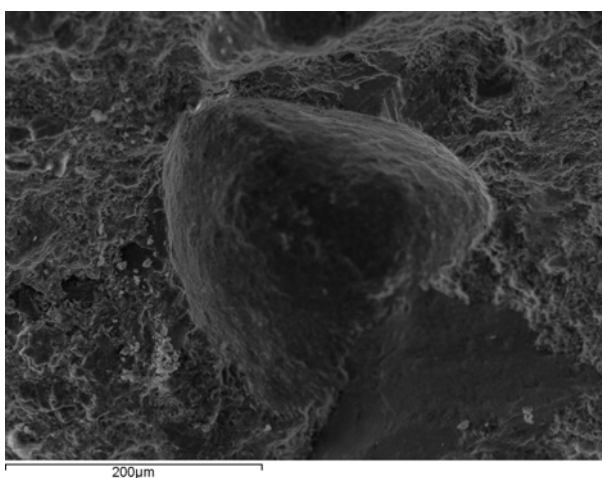
Slika 11. Hemijski spektar kolofanita sa uzorka 3.



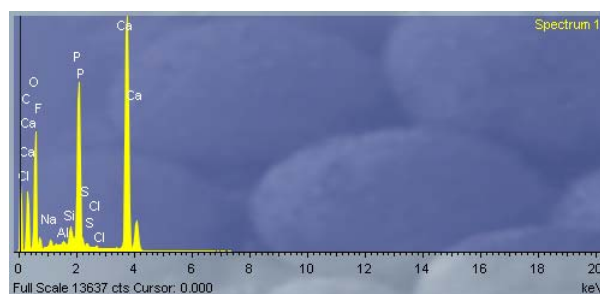
Slika 7. Mikrofotografija kolofanita uzorka 4 na kome je urađena hemijska analiza.



Slika 12. Hemijski spektar kolofanita sa uzorka 4.



Slika 8. Mikrofotografija kolofanita uzorka 5 na kome je urađena hemijska analiza.



Slika 13. Hemijski spektar kolofanita sa uzorka 5.

### **4.3. Analiza dobijenih podataka iz dodatnih mineraloških analiza i I serije opita flotiranja**

Na osnovu dobijenih rezultata I serije opita flotiranja, kao i na osnovu dodatnih rezultata mineraloške analize možemo da zaključimo sledeće:

- uzorak fosfatne rude iz Sirije "US-1" je mineraloški veoma jednostavan u poredjenju sa fosfatnom rudom „Lisina“. U uzorku fosfata "US-1" ima svega četiri minerala (difraktogram slika 3) od kojih je plagioklas zanemarljiv, dok je ruda fosfat „Lisina“ daleko složenija ima skoro deset puta više različitih minerala prisutnih u rudi
- sastav samih fosfata kod uzorka fosfatne rude iz Sirije "US-1" je daleko komplikovaniji u odnosu na rudu fosfata „Lisina“. U uzorku fosfata "US-1" postoji jedan deo fosfata koji je kristalna forma apatit koji je otprilike 35-40% od ukupne mase fosfata i postoji fosfatni mineraloid koji nije kristalna nego amorfan, kod rude „Lisina“ celokupan fosfat je u formi kristalnog apatita.
- takodje se zna da u ovakvim ležištima (sedimentnim) i ove geološke starosti kristalne pljosni nisu dobro razvijene (*Jems J. Bartels i Theodore M. Gurr, 1991*) i kod kristalnih minerala zato se u literaturi kaže da su ovde prisutne mikrokristalaste forme
- u uzorku fosfatne rude iz Sirije "US-1, daleko je veći sadržaj kalcita  $\text{CaCO}_3$  (oko 19% tabela 2) u odnosu na rudu fosfata „Lisina“ gde sadržaj kalcit prema podacima ne prelazi 10 % (Studija izvodljivosti 2008.)
- pošto je za pripremu fosfatnih ruda najvažniji odnos fosfat: kalcit i ako je ovaj odnos manji od 2:1, onda je ruda izuzetno komplikovana za pripremu, ovaj odnos kod fosfatne rude Sirija "US-1" je 2,4:1, a kada se uzme u obzir samo kristalni fosfat prema kalcitu onda je taj odnos još nepovoljniji odnosno iznosi 0,9:1
- pošto je amorfni fosfat koji čini preko 60% ukupnog fosfata u uzorku loptastog do elipsoidnog oblika čiji je prečnik preko 500 $\mu\text{m}$ , očigledno je da se ove forme prilikom mlevenja dalekosežno usitne i predju najsitniju klasu što dodatno otežava njegovu koncentraciju

### **4.4. Pravac daljih ispitivanja**

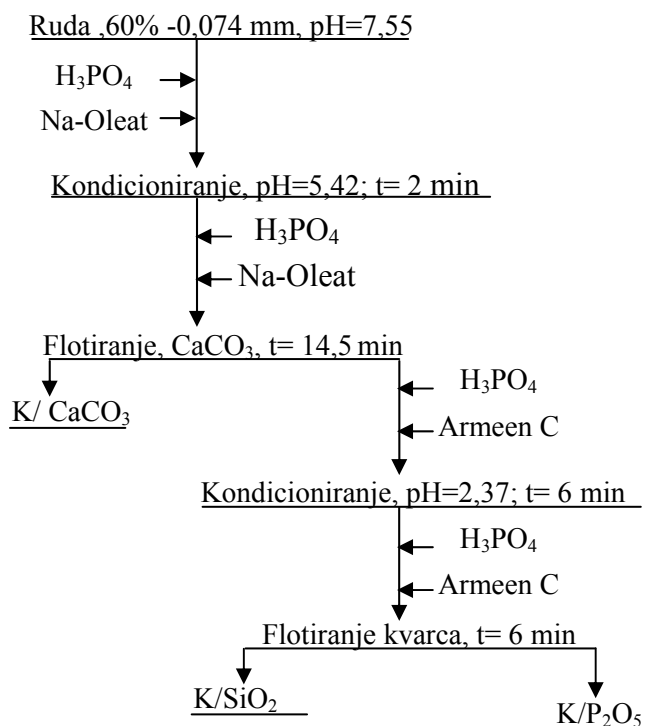
Na osnovu analize podataka koji su dobijeni iz dodatnih mineraloških analiza i I serije opita flotiranja ispitivanja su nastavljena u nekoliko pravaca:

- Pošto je kolofanit krupnoće iznad 0,5mm odlučeno da se uzorak fosfata "US-1" raseje po klasama krupnoće, i to klasa -5+0,00mm i klasa -2+0,00mm, i da se uradi hemijska analiza po klasama krupnoće sa ciljem da se vidi da li se u nekoj od klasa koncentriše fosfat u bilo kom obliku (prilog 1)
- Da se obave opiti flotiranja u baznoj sredini sa vremenskim koncentratima sa ciljem da se utvrdi da li kalcit odnosno apatit imaju različitu kinetiku flotiranja (pošto je vreme flotiranja u prvoj seriji opita bilo  $t=22\text{min}$ ) tj. da li će doći do koncentracije apatita u nekom od vremenskih koncentrata koji bi bili kraćeg trajanja (prilozi 2 i 3)
- Da se obave opiti flotiranja nečistoća u kiseljoj sredini, odnosno da se primeni obrnuta flotacija tj. da se u otoku flotiranja dobije koncentrat fosfata (prilog 4 i 5)

- Da se obave opiti flotiranja, kalcita u kiseljoj sredini i samo kristalnog apatita u baznoj u cilju dobijanja bar nekakvog komercijalnog koncentrata fosfata (prilog 6)

#### 4.5. Opita flotiranja apatita u cilju definisanja tehničkog rešenja (VI serija opita)

U ovoj seriji opita je kao i u prethodnim uradjeno tri opita. U ovoj seriji opita je, na osnovu rezultata prethodnih opita i zaključka da kalcit iz rude flotira sa masnim kiselinama u kiseljoj sredini na oko pH 5 do 5,5, promenjen regulator pH. Prema radovima Elgillani i Abouzeid (*Elgillani i Abouzeid, 1993*) kada se pri flotiranju karbonata koriste različiti regulatori sredine onda važi sledeći prioritet deprimiranja fosfatnih  $H_3PO_4 > H_2C_2O_4 > H_2SO_4$ . Tako da je u ovoj seriji opita kao regulator sredine umesto  $H_2SO_4$  korišten  $H_3PO_4$ . Sve ostalo je ostalo isto kao u četvrtoj seriji opita. Uslovi izvodjenja opita i mesta dodavanja reagenasa su prikazani na slici 14.



Slika 14. Osnovna tehnološka šema kondicioniranja i flotiranja primenjena u opitima šeste serije

Vizuelna zapažanja prilikom izvodjenja opita bila su sledeća:

Potrošena je velika količina fosforne kiseline radi regulisanja pH vrednosti procesa, prilikom svakog dodavanja reakcija nije bila burna kao kod sumporne jer je fosforna kiselina slabija od nje. Prilikom flotiranja silkata potrošena ogromna količina amina preko 300 g/t ulazne rude, a vizuelno se videlo da silkat slabo flotira.

Posle završetka opita svi proizvodi su sušeni, izmereni i uzorci su dati na hemijsku analizu. Dobijeni rezultati hemijske analize su sredjeni i zajedno sa masama su prikazani u tabeli 5 u obliku bilansa.

Tabela 5 . Bilans rezultata šeste serije opita flotiranja

Proizvodi		M,%	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ,%	SiO <sub>2</sub> ,%	I P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ,%	I SiO <sub>2</sub> ,%
Opiti VI serije	K/CaCO <sub>3</sub>	24,23	10,78	1,38	12,14	0,90
	K/SiO <sub>2</sub>	4,74	7,12	21,84	1,57	6,78
	K/P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	71,03	26,14	19,57	86,29	91,03
	Ulaz	100,00	21,52	15,27	100,00	100,00

#### 4.6. Predlog tehnološke šeme tehničko-tehnološkog rešenja

Na osnovu bilans datog u tabeli 5., za sva tri opita iz šeste serije može se uočiti sledeće:

- da su postignuti bolji rezultati u šestoj seriji opita nego u četvrtoj (Prilog 4), odnosno da je H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> bolji regulator sredine pri flotiranju karbonata i bolji deprimator fosfata nego H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.
- maseni udeo koncentrata kalcita je preko dva puta veći u ovoj seriji opita 24,23% (tabela 5) nego u četvrtoj seriji opita 11,21% (Prilog 4, tabela 10), dok je sadržaj P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> u ovome koncentratu manji u šestoj seriji opita (10,78%), nego u četvrtoj seriji (17,35%). Po masenom udelu koncentrata kalcita ovaj opit mnogo bolje odgovara ulaznoj rudi jer u ulaznoj rudi sadržaj kalcita je oko 19%. Pošto je gubitak P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> u koncentratu kalcita oko 12% može se reći da je postignuta relativno dobra separacija u sistemu kalcit-apatit
- sadržaj i iskorišćenje P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (26,14% i 86,29%) u otoku flotiranja koji predstavlja koncentrat fosfata je takodje bolje nego u četvrtoj seriji opita (24,15% i 80,19%). Iskorišćenje P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> od 86,29% je vrlo dobro jer sa sadržajem P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> od 26,14% predstavlja dobru osnovu za dobijanje koncentrat fosfata u kome bi posle uklanjanja kvarca iskorišćenje bilo oko 80%.
- lošiji rezultat u ovoj seriji opita je postignut prilikom flotiranja silikata gde je maseno učešće ovog proizvoda svega 4,74% (tabela 5) u odnosu na četvrtu seriju gde ono iznosilo 23,54% (Prilog 4, tabela10). Pošto je sadržaj SiO<sub>2</sub> u ulazu 15,49% (tabela2) to je maseno učešće od 4,74 veoma malo i zato je iskorišćenje silkata u otoku preko 90% i nije uspešno izvršeno separacija u sistemu fosfat-kvarc.
- neuspešno flotiranje silkata u ovoj seriji opita ne bi trebalo da ima veze sa regulatorom sredine već sa izborom samog kolektora za flotiranje kvarca, jer ni u jednoj seriji opita nisu postignuti dobri rezultati prilikom flotiranja kvarca. Ovaj kolektor Armeen C se inače ne upotrebljava za flotiranje kvarca već feldspata i da treba izvršiti ispitivanje sa drugim katjonskim kolektorom (aminom) ili posle aktiviranja površina kvarca jonima teških metala izvršiti flotiranje kvarca nekim najonskim kolektorom.

Na osnovu svega ovoga predlaže se da šema novoosvojenog tehnološkog rešenja **Valorizacija fosfatne jalovine iz bliskoistočnih postrojenja za preradu fosfata (Sirija)** bude adekvatna tehnološkoj šemi prikazanoj na slici 14.



### **5.0. Zaključak obavljenih laboratorijskih ispitivanja:**

- uzorak rude "US-1" Sirija nema nikakve sličnosti sa aptitskom rudom "Lisina" i potpuno se drugačije ponaša prilikom flotiranja. Ispitivanja su pokazala da ne postoji nikakva analogija između ove dve fosfatne sirovine, i da zaključci i rezultati koji su dobijeni za "Lisinu" ne vrede za fosfatnu rudu "US-1" Sirija
- uzorak rude "US-1" je veoma prost po mineralnom sastavu praktično se sastoji od tri minerala (slika 3. difraktogram uzorka fosfata "US-1" Sirija), međutim prisutni fosfati u rudi su složeni po sastavu jer je od ukupno prisutnog fosfata u rudi preko 60% amorfno. Amorfni fosfat pri usitnjavanju prelazi u najfinije klase i ne flotira, tako da bez obzira na koji način se flotiranje izvodi amorfni fosfat ostaje u otoku flotiranja. Ova činjenica je umnogome odredila i pravac ispitivanja i šemu tehnološkog procesa koja je primenjena u istraživanjima
- kalcit koji je prisutan u uzorku rude "US-1" je flotabilniji od kristalnog aptita, pa se njihova separacija može ostvariti samo flotiranjem kalcita iz rude
- nisu dobijeni dobri rezultati u separaciji kvarca od fosfata, i uglavnom je kvarc pri svim opitima flotiranja ostajao u otoku flotiranja zajedno sa fosfatom
- potrebno je nastaviti ispitivanja u cilju optimizacije svih faza procesa, kao i iznalaženja načina za dobijanje komercijalnog proizvoda sa sadržajem  $P_2O_5$  od preko 30%, sa zadovoljavajućim iskorišćenjem

### **6.0. Podrška privrednih subjekata**

„Victoria phosphate“ kao deo „Victoria group“ podržava realizaciju ovog programa koji je proistekao iz angažovanja na dva projekta TR 31003 i TR34013 koje finansira Ministarstvo prosvete i nauke Republike Srbije u periodu 2011-2014.

Razlog: Primenom ovog tehnološkog rešenja, dobijeni su osnovni podaci o mogućnosti valorizacije jeftine sirovine čije su rezerve na području Severne Afrike i Bliskog Istoka praktično neiscrpne (milijarde tona), a u današnjem vremenu predstavljaju jalovinu. Tretmanom ovakve sirovine postupkom flotacijske koncentracije moguće je dobiti koncentrat K/ $P_2O_5$  sa preko 26%  $P_2O_5$  (preko 57% TCP) i relativno visokim iskorišćenjem  $P_2O_5$  od preko 86%. Uobičajeno je da koncentrat fosfata ima oko 30%  $P_2O_5$  (66% TCP), ali se na tržištu javljaju kao komercijalni i koncentri sa nižim sadržajem  $P_2O_5$  ispod 28% (odnosno ispod 60% TCP).

Moguće je ovakav proizvod razmatrati na dva načina: kao prvo tretirati ga kao definitivni komercijalni koncentrat, dok bi druga opcija bila da se meša sa bogatijim koncentratima fosfata čime bi se dobio zbirni koncentrat sa oko 30%  $P_2O_5$ .

Takodje je moguće nastaviti ispitivanja u cilju dobijanja koncentrata K/ $P_2O_5$  sa preko 30%  $P_2O_5$ , sa zadovoljavajućim iskorišćenjem, o čemu odlučuju ekonomski pokazatelji i analize svrsishodnosti dalje primene ovog proizvoda.

U svakom slučaju ovakve mineralne sirovine imaju u startu niz prednosti u odnosu na rude fosfata koje bi se morale otkopavati podzemnom ili površinskom eksploatacijom, a te prednosti se ogledaju u sledećem:

- ne moraju se otkopavati, sadrže relativno visok sadržaj  $P_2O_5$  (oko 20%), sirovina je oprana i isklasisirana, ne sadrži glinovite materije i sitnež (u pulpi ne stvara mulj),

relativno je mekana i lako se usitnjava, pored toga sirovina je veoma jeftina, a na pomenutim geografskim područjima nalazi se u ogromnim količinama.

Zbog svega gore pomenutog, valorizacijom ovakve mineralne sirovine mogli bi se uštedeti ogromni kapitalni troškovi (ulaganja u izgradnju rudnika, rudarskih objekata, pristupnih puteva i postrojenja). Zbog svega ovoga startni troškovi bi bili bitno smanjeni, kao i sami troškovi eksploatacije i prerade ovakve fosfatne sirovine.

### Literatura

1. Dragan .S. Radulović: “Uticaj jona apatita i kalcita na njihove površinske osobine“, doktorska disertacija, Rudarsko-geološki fakultet, Univerzitet u Beogradu, 2011.
2. J.J. Bartels, & T.M. Gurr, ”*Phosphate Rock*”, In: Donald D.Carr, 6<sup>th</sup> “Industrial minerals and rocks”, Indiana Geological Survey, Bloomington, 1991.
3. Cathcart, J.B.:”Sedimentary Phosphate Deposits of the World-Present Status and Outlook for the Future”, Industrial Minerals Conference Proceedings, Phosphate- What Prospects for Growth?, Orlando, FL, (1983), pp.78-79.
4. Gurr,T.M. :”Geology of Phosphate Deposits”, SME preprint 77-H-84, pp. 684-690.
5. M. Prasad, A.K. Maajmudar, T.C. Rao, , *SME Min. Metall. Process.* 17 (1), (2000) 49–55.
6. G. Baudet, M. Save,. Phosphoric esters as carbonate collectors in the flotation of sedimentary phosphate ores. In: Zhang, P., El- Shall, H., Wiegel, R. (Eds.),
7. Elgillani, D.A., Abouzeid, A.Z.M., 1993. *Flotation of carbonates from phosphate ores in acidic media*. Int. J. Min. Process. 38, 235–256.
8. Houot, R., Joussement, R., Tracez, J., Brouard, R., 1985. *Selective flotation of phosphate ores having a silicious and/or a carbonated gangue*. Int. J. Min. Process. 14, 245–264.
9. B.M. Buttner, J. Grote, V. Vogt, A. Bahr, Flotation and flocculation of ultrafine-grained apatite ores. In: Proceedings of XVII. Int. Min. Process. Congress, Bergakademie, Freiberg, vol. 1, 1991, pp. 71–82.
10. Shao, X., Jiang, C.L., Parekh, P.K., 1998. *Enhanced flotation separation of phosphate and dolomite using a new amphoteric collector*. SME Min. Metall. Process. 15 (2), 11–14.
11. Zhang, P., Yu, Y., Bogan, M., 1997. *Challenging the “Crago” double float process ii. Amine-type-fatty acid flotation of silicious phosphates*. Minerals Eng. 10 (9), 983–994.
12. Hana H.S. and Somasundaran P.:”*Flotation of Salt-Type Minerals*”, in M.C. Fuerstenau (ED.), Flotation, A.M. Gaudin Memorial Vol.1, AIME, New York, NY, (1976), pp. 197-271
13. Milošević S.: “Flotacijska koncentracija “, Beograd, 1994.
14. Izveštaj mineraloške analize uzorka fosfata iz Sirije US-1, ITNMS, Beograd, 2010.
15. Izveštaj o preliminarnim laboratorijskim ispitivanjima uzoraka fosfatne rude „US-1”- Sirija, Arhiva ITNMS, Beograd, 2011.

16. Somasundaran P.: "On the Problem of Separation of Calcite From Calcareous Apatite", XIth Int. Miner. Proc. Congress, Instituto di arte mineraria e preparazione dei minerali, Cagliari, Vol. 2, (1975), pp. 155-156.
17. Somasundaran P. and Wang Y.H. in „*Adsorption and Surface Chemistry of Hydroxyapatite*“ Plenum Press, D.N. Mishra Ed., New York (1984) p. 129-149
18. Anathapadmanabhan K.P. and Somasundaran P.: "The Role of Dissolved Mineral Species in Calcite- Apatite Flotation ", Mine. Metall. Process., SME AIME, 1 (1984) p. 36-42
19. Somasundaran P., Amankonah J. O. and Anathapadmanabhan K.P.: "Mineral-Solution Equilibria in Sparingly Soluble Mineral Systems", Colloids and Surfaces, 15 (1985) pp. 309-333.
20. Houot R.: "Beneficiation of Phosphatic Ores Through Flotation: Review of Industrial Applications and Potential Developments" Int. J. Miner. Process., 9 (1982) pp. 353-384.
21. Iwasaki I. and Soto H.: "Fundamentals of Phosphate Flotation", Prog. Rep., (1981) 22.
22. Smani M.S., Blazy P. and Cases J.M. : „Beneficiation of sedimentary Phosphate ores“ Part 3: "Selective flotation and recovery", Part 4: "Depression of Phosphate oolites and calcite flotation" Trans. SME/AIME, 258(2) (1975), pp. 176-182
23. Andersen J.B., El-Mofty S.E. and Somasundaran P.: "Using Electrophoresis for Determining the Mechanism of Amine, Sulfate and Oleate Adsorption on Calcite", Colloids and Surfaces, 55 (1991) pp. 365-368.
24. C.A. Young , J.D. Miller, *Effect of temperature on oleate adsorption at a calcite surface: an FT-NIR/IRS study and review*, Int. J. Miner. Process. 58 (2000) 331–350.
25. Hu Yuehua, Ruan Chi, and Zhenghe Xu: "Solution Chemistry Study of Salt-type Mineral Flotation Systems: Role of Inorganic Dispersants" Ind. Eng. Chem. Res. 2003, 42, 1641-1647
26. A.-Z.M. Abouzeid , A.T. Negm, D.A. Elgillan: "Upgrading of calcareous phosphate ores by flotation: Effect of ore characteristics", Int. J. Miner. Process. 90 (2009) 81–89
27. Anazia, I., Hanna, J., 1987. *New flotation approach for carbonate phosphate separation*. Min. Metall. Process. 4, 196–202.
28. Houot, R., Polgaire, J.L., Pivette, P., Vant\_t Hoff, J., 1981. *Reverse cationic flotation of sedimentary siliceous phosphates*. Trans. Inst. Min. Metall. 10, C142–C146.
29. Shao, X., Jiang, C.L., Parekh, P.K., 1998. *Enhanced flotation separation of phosphate and dolomite using a new amphoteric collector*. SME Min. Metall. Process. 15 (2), 11–14.
30. Sis, H., Chander, S., 2003. *Reagents used in the flotation of phosphate ores, a critical review*. Minerals Engineering 16 (7), 577– 585.
31. H. Sis , S. Chander: "Improving froth characteristics and flotation recovery of phosphateores with nonionic surfactants", Minerals Engineering 16 (2003) 587–595

32. Houot, R., 1982. *Beneficiation of phosphatic ores through flotation: review of industrial applications and potential development*. Int. J. Miner. Process. 9, 353– 384.
33. D. Radulović, B. Ivošević, V. Antanasković, D. Vidanović, V. Došić Inovirana Studija Izvodljivosti: “*Eksploatacija Fosforitne Rude iz Ležišta "Lisina" kod Bosilegrada i Proizvodnja Koncentrata Fosfata (K/P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) Tržišnog Kvaliteta*”, Knjiga 4: “*Primarna Prerada Fosforitne Rude "Lisina" – Proizvodnja Koncentrata Fosfata (K/P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) Tržišnog Kvaliteta za kapacitet od 1.500.000 t*”, Tehnolološko-mašinski deo, ITNMS, Beograd, 2009.
34. “*Izveštaj o laboratorijskim i poluindustrijskim ispitivanjima uzoraka fosforitske rude "Lisina" – Bosilegrad, lokalitet Selište*”, Arhiva ITNMS, Beograd, 2009.



**Prilozi za tehničko-tehnološko rešenje “Valorizacija fosfatne jalovine iz bliskoistočnih postrojenja za preradu fosfata (Sirija)”:**

1. Hemijska analiza fosfatne jalovine po klasama krupnoće
2. II serija opita flotiranja apatita sa vremenskim koncentratima, bez primene tanina kao deprimatora (pH oko 9)
3. III serija opita flotiranja apatita sa vremenskim koncentratima uz primenu tanina kao deprimatora (pH oko 9)
4. IV serija opita, dobijanja koncentrata apatita, u postupku obrnutog flotiranja nečistoća, uz primenu  $H_2SO_4$  kao regulatora sredine (pH=5-5,5)
5. V serija opita, dobijanja koncentrata apatita, u postupku obrnutog flotiranja nečistoća, u blago kiseloj sredini (pH < 7)
6. VII serija opita, dobijanja koncentrata apatita, flotiranjem kalcita u kiseloj sredini (pH oko 5) a zatim kristalnog apatita u baznoj (pH oko 9)

## Prilog 1

### 1. Hemijska analiza po klasama krupnoće

Na osnovu saznanja o poreklu uzorka, i na osnovu rezultata dodatne mineraloške analize i pošto je sadržaj fosfata povezan sa klasama krupnoće, uradjena je hemijska analiza po klasama krupnoće da bi se utvrdilo da li se fosfat eventualno koncentriše u nekoj od klasa. U tom cilju iz rezervnog uzorka krupnoće -5+0,00 mm uzet je uzorak koji je rasejan po klasama (-5+2; -2 +0,5; -0,5+0,1; -0,1+0,037 i 0,037+0,00 mm), takodje je definitivno usitnjen uzorak rasejan na klase (-2 +0,5; -0,5+0,1; -0,1+0,037 i 0,037+0,00 mm). Uzorci rasejanih klasa -5+0,00mm i -2+0,00 mm su homogenizovani i dati su na hemijsku analizu, čiji su rezultati prikazani u tabelama 6 i 7.

Tabela 6. Hemijska analiza uzoraka rude US-1 Sirija klase -5+0,0mm

Klasa krupnoće, mm	M, %	Element ili jedinjenje, %		
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	CaO	SiO <sub>2</sub>
-5+2	41,71	16,47	/	/
-2 +0,5	29,21	20,84	/	/
-0,5+0,1	17,93	22,34	/	/
-0,1+0,037	3,92	12,53	44,99	12,53
-0,037+0,00	7,23	17,75	45,08	14,53
Ulaz	100,00	19,55	44,46	15,49

Tabela 7. Hemijska analiza uzoraka rude US-1 Sirija klase -2+0,0mm

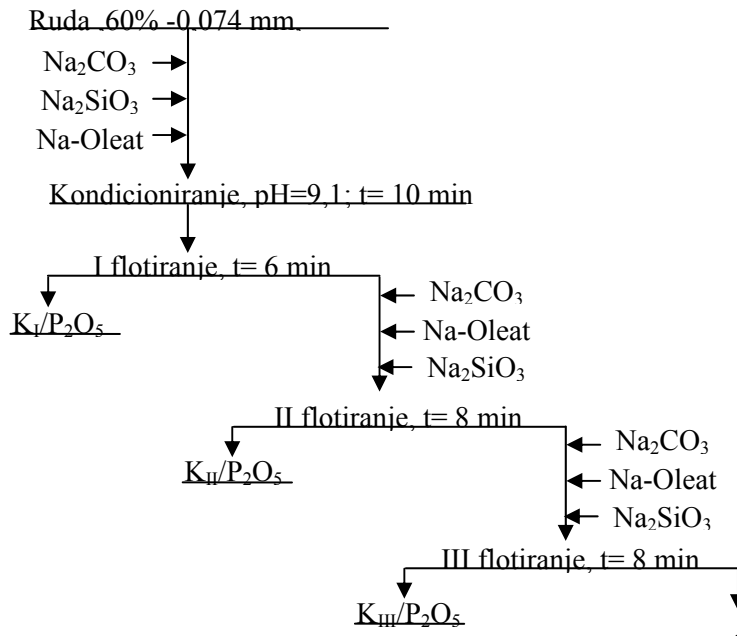
Klasa krupnoće, mm	M, %	Element ili jedinjenje, %		
		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	CaO	SiO <sub>2</sub>
-2 +0,5	23,11	17,24	/	/
-0,5+0,1	38,37	20,33	/	/
-0,1+0,037	7,63	20,07	46,41	11,85
-0,037+0,00	30,88	20,58	43,89	15,86
Ulaz	100,00	19,55	44,46	15,49

Hemijska analiza po klasama krupnoće je pokazala da postoji izvesna koncentracija fosfata u najsitnijim klasama i silikata odnosno kvarca kao najtvrdjeg minerala u paragenezi u krupnijim klasama. Medjutim ova separacija nije u razmeri koja bi mogla da nas opredeli da primenimo neki drugi postupak pripreme kao na primer gravitacijsku pretkoncentraciju ili neko usitnjavanje sa klasiranjem u cilju koncentracije minerala nosioca P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Uočava se da se kod uzorka koji je polazni za laboratorijska isptivanja pre mlevenja oko 38 % mase je ispod 0,1 mm, a od toga je preko 30% u klasi -0,037mm, i da je došlo do izvesne koncentracije SiO<sub>2</sub> u najsitnijoj klasi. Sve ovo nam govori da se do krupnoće -5+0,00 mm uzorak ravnomerno usitnjavao (klase -0,1mm ima samo oko 11%) dok je još jednostepenim usitnjavanjem i svodjenjem ovog uzorka na -2mm, naglo porastao udeo sitnih klasa ispod 0,1mm za preko 27% i da je u najfinijim klasama porastao udeo SiO<sub>2</sub> iznad prosečnog sadržaja u ulazu, odnosno da su verovatno alumosilikatni minerali na neki način uklopljeni u unutrašnjosti zrna minerala i da posle određenog stepena usitnjavanja prelaze u najsitniju klasu -0,037+0,00mm.

## Prilog 2

### 2. II serija opita flotiranja apatita

U ovoj seriji opita je uradjeno takodje tri opita, zbog reproduktivnosti rezultata. Uslovi flotiranja su bili slični kao u prvoj seriji opita, osim što je izostavljen tanin za koji smo zaključili da ne deprimira kalcit, i što je vreme flotiranja iz prve serije opita ( $t=22$  min) podeljeno u tri dela ( $t_1=6$  min;  $t_2=8$  min; i  $t_3=8$  min) tako su dobijena tri vremenska koncentrata. Uslovi izvodjenja opita i mesta dodavanja reagenasa su prikazani na slici 15.



Slika 15. Osnovna tehnološka šema kondicioniranja i flotiranja primenjena u opitima druge serije

U ovoj seriji opita i svim sledećim korišćeni su uzorci koji su uzeti iz celokupne homogenizovane i usitnjene mase rovnog uzorka i koji su siromašniji u pogledu  $P_2O_5$  (ispod 20%, Tehnološko rešenje, tabela 2) dok je u prvoj seriji opita korišćen uzorak koji je bogatiji u pogledu sadržaja  $P_2O_5$  (oko 22,5% Tehnološko rešenje, tabela1).

Posle završetka opita svi proizvodi su sušeni, izmereni i uzorci su dati na hemijsku analizu. Dobijeni rezultati hemijske analize su sredjeni i zajedno sa masama su prikazani u tabeli 8 u obliku bilansa.

Tabela 8. Bilans rezultata druge serije opita flotiranja

Proizvodi		M,%	$P_2O_5$ ,%	I $P_2O_5$ ,%
Opiti II serije	$K_I/P_2O_5$	27,07	18,27	25,23
	$K_{II}/P_2O_5$	2,73	19,04	2,66
	$K_{III}/P_2O_5$	2,98	21,61	3,28
	$K_{ukup}/P_2O_5$	32,78	18,64	31,17
	Jalovina	67,22	20,07	68,83
	Ulaz	100,00	19,60	100,00

## Prilog 2

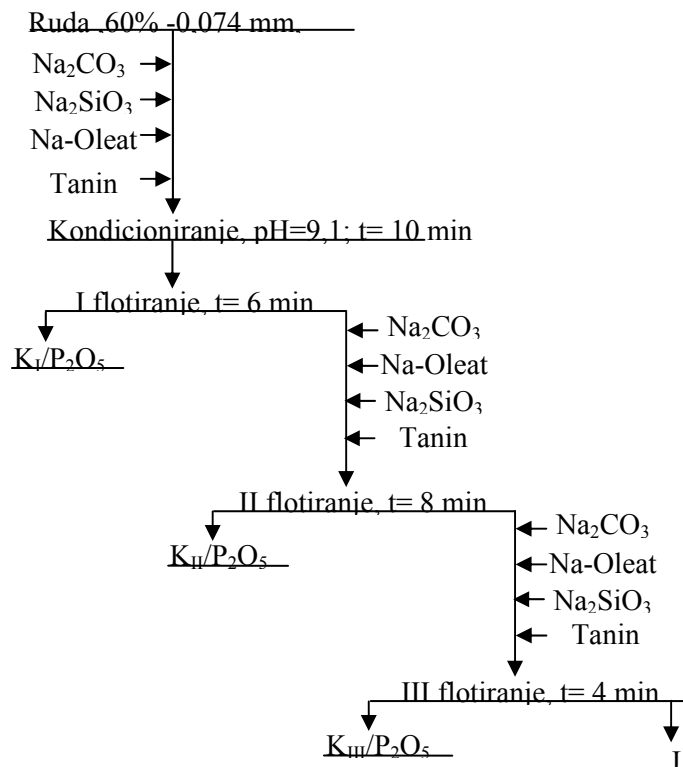
Na osnovu rezultata datih u tabeli 8., gde je prikazan bilans za sva tri opita iz druge serije može se uočiti sledeće:

- rezultati su slični kao u prvoj seriji opita i nisu dobijeni dobri rezultati u pogledu sadržaja  $P_2O_5$  ni u jednom vremenskom koncentratu. Apatit nije prešao u preliv flotacije i pored toga što smo isključili tanin za koji smo utvrdili u prvoj seriji opita da ne deprimira kalcit.
- ipak iz vremenskih koncentrata se uočava da sadržaj sadržaja  $P_2O_5$  raste tako da je najviši u zadnjem  $K_{III}$  koncentratu što znači da u početku najbolje flotira kalcit jer je u  $K_I$  sadržaj  $P_2O_5$  najniži a on je maseno i najveći što znači da je osim apatita flotirao i kalcit.
- flotiranjem u ovakvim uslovima postigli smo dobro iskorišćenje kristalnog dela fosfata od oko 31%, što je zadovoljavajuće jer je sadržaj apatita u ukupnom fosfatu između 35 i 40%, ali nismo uspeali da izvršimo separaciju između kristalnog fosfata i kalcita



### 3. III serija opita flotiranja apatita

Uslovi flotiranja u ovoj seriji opita su bili slični kao u drugoj seriji opita, odnosno flotiranje apatita je izvodjeno u baznoj sredini. Reagentni režim se razlikovao u odnosu na prethodnu seriju opita u tome da je vraćen tanin kao deprimator koji nije korišćen u drugoj seriji opita. Isto kao u drugoj seriji opita flotirani su vremenski koncentrat, s'tim da je skraćeno vreme flotiranja trećeg koncentrata u ovoj seriji u odnosu na vreme flotiranja u drugoj seriji opita sa 8 na 4 min ( $t_1=6$  min;  $t_2=8$  min; i  $t_3=4$  min). Na ovaj nači trebalo je dobiti kao i u prethodnoj seriji tri vremenska koncentrata. Uslovi izvodjenja opita i mesta dodavanja reagenasa prikazani su na slici 16.



Slika 16. Osnovna tehnološka šema kondicioniranja i flotiranja primenjena u opitima treće serije

Tabela 9. Bilans rezultata treće serije opita flotiranja

Proizvodi		M, %	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , %	SiO <sub>2</sub> , %	CaO, %	I P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , %
Opiti III serije	K <sub>I</sub> /P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	15,01	19,76	/	45,95	14,63
	K <sub>II</sub> /P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	11,47	20,32	/		11,50
	K <sub>III</sub> /P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	5,74	21,83	/		6,18
	J	67,78	20,24	17,92		67,69
	Ulaz	100,00	20,27	15,49		100,00

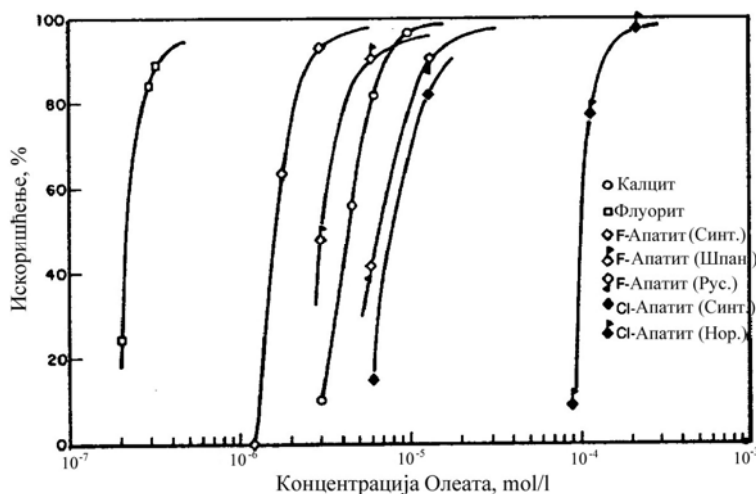
Na osnovu rezultata u tabeli 9., gde je dat bilans za sva tri opita iz treće serije može se uočiti sledeće:

- iz masa vremenskih koncentrata može se uočiti da je masa prvog koncentrata otprilike kao masa drugog i trećeg koncentrata zajedno (15,01% prema 17,21%), dok je kod

prethodne serije opita u kojoj nismo upotrebljavali tanin masa prvog koncentrata 27%, dok je masa ostala dva bila 2,73 i 2,98%.

- u pogledu sadržaja  $P_2O_5$  u vremenskim koncentratima može se uočiti da postoji isti trend kao kod vremenskih koncentrata opita druge serije odnosno najmanji je sadržaj  $P_2O_5$  u prvom koncentratu a najviši u trećem ali ovaj porast je relativno mali svega dva posto,
- sadržaj  $P_2O_5$  u otoku ove serije (20,27%) takodje je sličan sa sadržajem  $P_2O_5$  u otoku druge serije odnosno (20,07%) i iskorišćenja su po proizvodima slična
- na osnovu sadržaja CaO u prvom koncentratu koji iznosi 45,95%, racionalnom analizom možemo utvrditi da je u ovom proizvodu sadržaj kalcita preko 34%, odnosno za njegovo učešće u ulazu od oko 19% dobijamo da je iskorišćenje kalcita u ovom proizvodu oko 27%, dok je iskorišćenje apatita 14,63% u istom proizvodu, što znači da nije došlo do razdvajanja kalcita i apatita, tako je verovatno i u drugim
- i pored primene tanina nije došlo do značajnijeg deprimiranja kalcita, već se čini da je došlo do deprimiranja apatita, odnosno u ovoj rudnoj paragenezi kalcit je flotabilniji od apatita. O ovakvom ponašanju u sistemu kalcit-apatit kada se koristi oleat kao kolektor postoje mnogi podaci u literaturi (*Sorensen, 1964, Hana i Somasundaran, 1976 itd.*).
- generalni zaključak je da se mora na drugi način pristupiti razmišljanju i rešavanju problema koncentracije fosfatne rude "US-1" Sirija

Pošto je, u apatitu i kalcitu kao jonskim jedinjenjima, prisutan jon Ca, on sa kolektorima odnosno jonom oleata gradi na površinama minerala teško rastvorno jedinjenje kalcijum-oleat. Na ovaj način, ako je sadržaj kalcita u rudi visok, bez njegovog deprimiranja, je nemoguće dobiti kvalitetan koncentrat apatita. Ovaj problem je vezan i za prisustvo drugih minerala u rudi, iz IV grupe po Ejgelsu, koji sadrže jon kalcijuma ili magnezijuma, odnosno prisustvo bilo koja dva minerala iz ove grupe u rudi stvara probleme u ostvarivanju uslova za njihovo selektivno razdvajanje. Na osnovu literaturnih podataka se zna da veoma mali broj uzoraka apatita, poreklom iz različitih ležišta, ima bolju flotabilnost od kalcita (*Hanumatha Rao sa sardnicima, 1988 a, Cases sa saradnicima 1975, 1985, 1986, Somasundaran*). Sorensen je ispitivao flotabilnost različitih kalcijumovih minerala u prisustvu oleata (slika 17.) i utvrdio je da se kalcit veoma teško odvaja od ostalih kalcijumovih minerala.



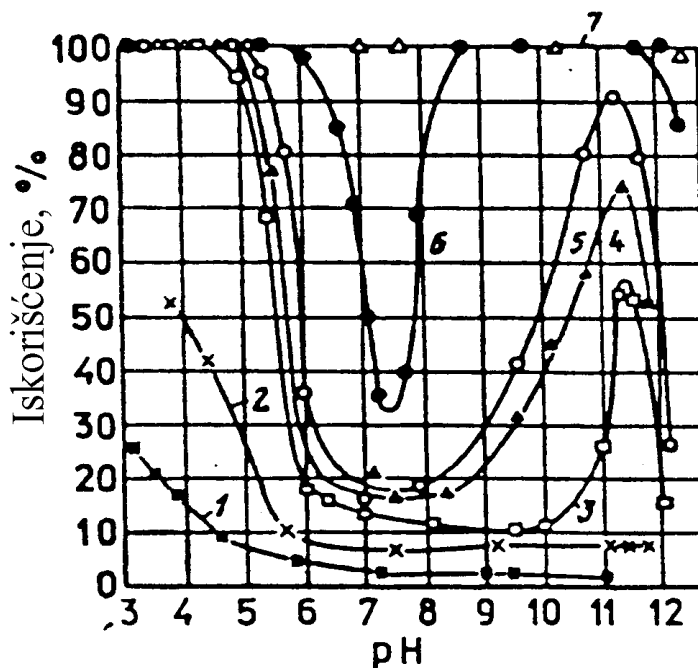
Slika 17. Flotacijsko iskorišćenje različitih minerala kalcijuma u funkciji koncentracije Na-oleata (*Sorensen, 1973*)

### Prilog 3

Sa slike 17 se vidi da fluorit, sintetički fluorni apatit i donekle prirodni fluorni apatit iz Španije pri manjim koncentracijama od  $8 \times 10^{-6}$  mol/l kolektora flotiraju dok je ova koncentracija kolektora nedovoljna za flotiranje kalcita. Dok druga tri uzorka apatita od kojih je jedan čak sintetički hlorni apatit ne mogu se odvojiti od kalcita u ovim uslovima.

## 4. IV serija opita flotiranja apatita

U ovoj seriji opita je kao i u prethodnim uradjeno tri opita. U ovoj seriji opita je na osnovu rezultata prethodnih opita i zaključka da je kalcit iz rude flotabilniji od apatita odlučeno je da se proba obrnuta flotacija odnosno da se flotira kalcit. Mogućnost flotiranja kalcita u ovim uslovima usvojeno je na osnovu literaturnih podataka (*S. Milošević, 1994, D. Radulović, 2007, F. Hernrinz Bermudez de Castro, sa sarad., 1996, M. Irannajad sa sarad, 2009*) o flotiranju kalcita u kiseljoj sredini na oko pH 5 do 5,5. Kod ovakvog načina flotiranja veoma je teško održavati pH vrednost pulpe u kiseljoj oblasti prvo prilikom kondicioniranja a posle i tokom flotiranja, jer se rastvaranjem kalcita i pojavom  $\text{Ca}^{2+}$  jona u rastvoru veoma brzo podiže pH vrednost pulpe koja i veoma brzo prelazi u baznu oblast, tako da se sa promenom pH vrednosti remete uslovi flotiranja kalcita. Na slici 18. je prikazano iskorišćenje kalcita u funkciji koncentracije oleata pri različitim pH vrednostima pulpe.



Slika 18. Uticaj pH na iskorišćenje kalcita pri različitim koncentracijama natrijumoleata (mol/l) kriva(1) koncentracij  $1 \times 10^{-5}$ ; (2)  $2,5 \times 10^{-5}$ ; (3)  $5 \times 10^{-5}$ ; (4)  $8 \times 10^{-5}$ ; (5)  $1 \times 10^{-4}$ ; (6)  $2,5 \times 10^{-4}$ ; (7)  $5 \times 10^{-4}$  (*S. Milošević, 1994*)

Kako vidimo sa slike 18. najbolja flotabilnost kalcita za različite potrošnje kolektora, je u pH opsegu do 5,5 kada počinje pad iskorišćenja i pri porastu pH iznad 9 kada ponovo počinje da raste iskorišćenje. Kako od pH 8 počinje da flotira apatit to znači da separacija u baznoj sredini oleatom ova dva minerala nije moguća (upotreba tanina i  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  kao deprimatora kalcita nije dala rezultate). Na osnovu ovoga možemo da zaključimo, pošto se flotiranje apatita izvodi na oko pH 9, da do koncentracije  $1 \times 10^{-4}$  mol/l (kriva 5), iskorišćenje kalcita je ispod 30%, ova količina odgovara potrošnji od 85 g/t, tako da je u našim uslovima rada pri potrošnji od oko 600 g/t oleata kalcit lako flotirao.

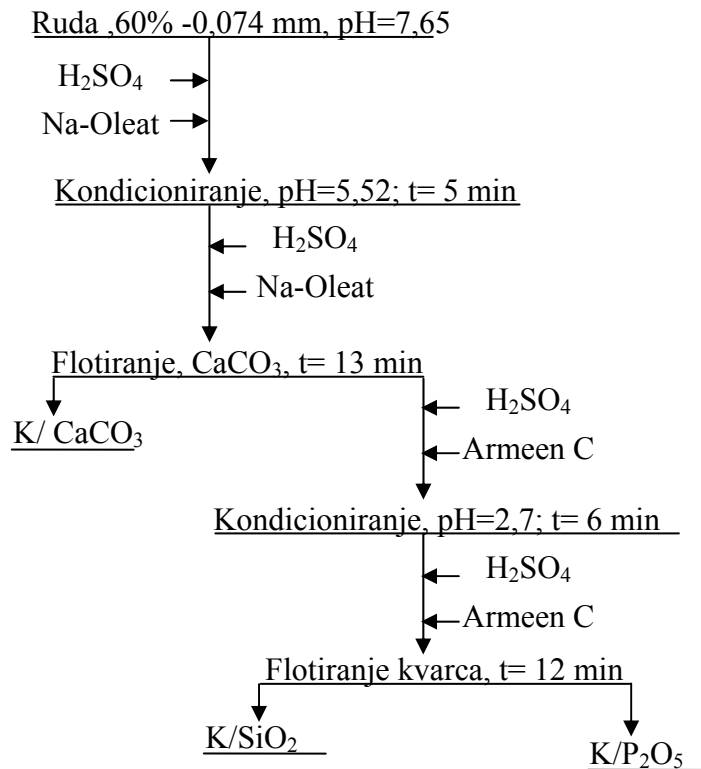
Zbog svega iznetog u prethodnom pasusu odlučeno je da se proba da se dobije koncentrat fosfata obrnutom flotacijom odnosno flotiranjem nečistoća u kiseljoj sredini. Uslovi flotiranja pri izvodjenju opita u ovoj seriji su bili sledeći:



## Prilog 4

- prvo se u kiseloj sredini pri pH od 5 do 5,5 flotiraju karbonati sa oleatom, kao regulator sredine će se koristiti  $H_2SO_4$
- zatim se takodje u kiseloj sredini pri pH vrednosti od 2 do 3 flotira kvarc sa aminima

Uslovi izvodjenja opita i mesta dodavanja reagenasa su prikazani na slici 19.



Slika 19. Osnovna tehnološka šema kondicioniranja i flotiranja primenjena u opitima četvrte serije

Posle završetka opita svi proizvodi su sušeni, izmereni i uzorci su dati na hemijsku analizu. Dobijeni rezultati hemijske analize su sredjeni i zajedno sa masama su prikazani u tabeli 10 u obliku bilansa.

Tabela 10. Bilans rezultata četvrte serije opita flotiranja

Proizvodi		M,%	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ,%	SiO <sub>2</sub> ,%	I P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ,%
Opiti IV serije	K/CaCO <sub>3</sub>	11,21	17,35	/	9,90
	K/SiO <sub>2</sub>	23,54	8,27	/	9,91
	Otok	65,25	24,15	16,90	80,19
	Ulaz	100,00	19,65	15,49	100,00

Vizuelna zapažanja prilikom izvodjenja opita bila su sledeća:

Potrošena je velika količina sumporne kiseline radi regulisanja pH vrednosti procesa, prilikom svakog dodavanja reakcija je bila veoma burna usled razlaganja kalcita istvaranja velike količine gasa (CO<sub>2</sub>) u pulpi. U jednom opitu pokušano da se dodaje razblaženiji rastvor H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, da bi se umirila reakcija u pulpi ali to se pokazalo kao nemoguće jer se ispostavilo da

## Prilog 4

je potrebno dodati zapreminski ogromnu količinu takve kiseline da bi se dobio zadovoljavajući pH, za šta je flotacijska ćelija bila premala. Posle merenja masa gotovih proizvoda utvrđeno je da njihov zbir prelazi 1000g, verovatno su joni kalcijuma sa sumpornom kiselinom gradili gips koji se taložio i prelazio pomalo u sve proizvode. Potrošnja Armeen C u flotiranju silikata bila 40g/t.

Na osnovu rezultata datih u tabeli 10., gde je prikazan bilans za sva tri opita iz četvrte serije može se uočiti sledeće:

- po prvi put od kako su počela ispitivanja došlo je do izvesnog pomaka u pozitivnom smeru što se tiče rezultata u pogledu sadržaja i iskorišćenja  $P_2O_5$ , naime obrnutom flotacijom u otoku flotiranja došlo je do koncentracije fosfata sa 19,65%  $P_2O_5$  u ulazu na 24,15%, pri čemu je iskorišćenje  $P_2O_5$  bilo preko 80%, sadržaj  $SiO_2$  u otoku je previsok 16,9%, i to posle flotiranja silikata, što znači da je postupak flotiranja silikata neuspešan jer je iskorišćenje  $SiO_2$  u koncentratu fosfata preko 70%
- ako se posmatra koncentrat kalcita može se uočiti da mu je masa relativno mala (masa kalcita u ulazu oko 19%) i da je sadržaj  $P_2O_5$  u njemu relativno visok oko 17%, što znači da je verovatno u nekom obimu flotirao i kristalni apati sa oleatom. Takodje je najverovatnije zbog burne reakcije nastale razlaganjem kalcita u kiseloj pulpi prilikom njegovog flotiranja jedan deo amornog fosfata mehanički prešao u preliv
- ako se pogleda koncentrat  $SiO_2$  uočavamo da je njegova masa od oko 24% relativno velika u odnosu na sadržaj  $SiO_2$  ulaz koji je nešto preko 15%, takodje je i gubitak  $P_2O_5$  u ovom proizvodu relativno velik oko 10%, najverovatnije zbog mehaničkog prelaženja amornog fosfata u ovaj proizvod.

### 5. V serija opita flotiranja apatita

U petoj seriji opita je kao i u prethodnim uradjeno tri opita. U ovoj seriji opita je na osnovu rezultata prethodnih opita i zaključka da je kalcit iz rude flotabilniji od apatita odlučeno da se i dalje nastavi sa obrnutom flotacijom odnosno da se flotira kalcit. Razlika u odnosu na prethodnu seriju opita sastoji se u tome da je pokušano da se kalcit flotira u slabo kiseloj sredini, odnosno pri pH vrednosti malo ispod 7, jer je potrošnja sumporne kiseline bila ogromna. O ovim i ovakvim uslovima izvođenja opita iskustvo nam je veoma malo a i podaci iz literature su oskudni (*A.-Z.M. Abouzeid sa sarad. 2009*). Abouzeid je u laboratorijskim uslovima ispitivao flotiranje kalcita od pH 5 do 7, pri čemu je kao kolektor koristio K-oleat, kao modifikator  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  i kao regulator sredine KOH. Anazia i Hana (*Anazia i Hana 1987,1990*) su razvili u okviru Instituta za Mineralne Resurse (MRI) postupak flotiranja karbonata bez kondicioniranja jer su utvrdili da se adsorpcija kolektora na karbonatau odvija mnogo brže nego na apatitu. Ispitivanja su izvodili u pH oblasti 4-6. Njihova ispitivanja su se odnosila uglavnom na dolomitom, bogate rude fosfata dobijenih iz različitih regiona. U procesu flotiranja korišćene su masne kiseline kao kolektori za selektivno flotiranje karbonata bez korišćenja bilo kog dodatnog depresanti za fosfat.

U ovim ispitivanjima vizuelno smo pod binokularom posmatrali i prema uočenim fenomenima menjali uslove rada. Ispitivanje je izgledalo na sledeći način:

- kondicioniranje je u skladu sa literaturnim podacima skraćeno na 2 min, što stvara daleko manje gipsa u pulpi a prema literaturnim podacima je dovoljno vreme za adsorpciju oleata na površini kalcita, takodje za ovako kratko vreme se ne menja drastično pH vrednost rastvora (ne poraste do vrednosti u koju flotira i apatit)
- flotiranje je počelo na pH=6,8, a sa 100g/t oleata uzorak nije hteo da flotira pa je dodato još 100 g/t, posle 2,5 min flotiranje je prestalo, pa je dodata  $\text{H}_2\text{SO}_4$  da se pH vrati na 6,5 i dodato je 200g/t oleata i posle dodatna 2 min flotiranje je prestalo pa je izdvojen ovaj proizvod kao  $\text{K}_I/\text{CaCO}_3$ .
- pošto je utvrđeno da je masa ovog proizvoda mala odnosno da nije isflotirao sav kalcit dodat je NaOH da se pH podigne iznad 11 i da se proba da se isflotira ostatak kalcita nadajući se da u ovim uslovima (zbog visokog pH) neće flotirati apatit. Na pH 11,5 dodato je 100 g/t oleata i posle dva minuta uočeno je da je prazna pena, dodato još 100 g/t oleata i posle 3 minuta ponovo je dobijena prazna pena. Nakon toga dodato još 200 g/t oleata i NaOH da pH bude 11,45 pa zatim nastavljeno flotiranje posle ukupno  $t=8$  min ponovo je dobijena prazna pena, a dobijeni proizvod je nazvan  $\text{K}_{II}/\text{CaCO}_3$ .
- zatim je odlučeno da se flotiraju silikati pa je dodata  $\text{H}_2\text{SO}_4$  i pH je spušten u prvi mah na 4,95. Pri ovom pH se pojavilo mnogo pene što je značilo da nismo isflotirali sav kalcit u prethodna pokušaja. Pa je odlučeno da se nastavi flotacija kalcita na oko pH 5, uočeno je da nije trebalo dodavati kolektor i da je pena bila vrlo stabilna što znači da i pored toga što smo dodali veliku količinu kolektora na pH 6,5-7 i na pH=11,5 on nije utrošen odnosno u tim uslovima nisu flotirali ni kalcit ni apatit. Vreme flotiranja je bilo  $t=6$  min, pH nakraju flotiranja je bio 5,7. Na ovaj način je dobijen  $\text{K}_{III}/\text{CaCO}_3$
- zatim je odlučeno da se flotiraju silikati pa je dodata  $\text{H}_2\text{SO}_4$  da se pH spusti na 2,40 i dodato je 16 g/t Armeen C u kondicioniranje od  $t=10$  min, za flotaciju silikata. Kada je flotacija počela uočeno je da je slaba pena pa je dodato još 32g/t Armeen C, posle 3 minuta dobijena je prazna pena, pa je dodato još 32g/t Armeen C, ponovo posle 3 minuta

## Prilog 5

dobijena je prazna pena pa je dodato još 48g/t Armeen C, posle još tri minuta pena prazna i tu je postupak izvodjenja opita završen i dobijen je proizvod K/SiO<sub>2</sub>.

Posle završetka opita svi proizvodi su sušeni, izmereni i uzorci su dati na hemijsku analizu. Dobijeni rezultati hemijske analize su sredjeni i zajedno sa masama su prikazani u tabeli 11 u obliku bilansa.

Tabela 11. Bilans rezultata pete serije opita flotiranja

Proizvodi		M,%	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ,%	I P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ,%
Opiti Vserije	K <sub>I</sub> /CaCO <sub>3</sub>	5,27	20,53	5,57
	K <sub>II</sub> /CaCO <sub>3</sub>	25,07	20,07	25,89
	K <sub>III</sub> / CaCO <sub>3</sub>	7,62	14,55	5,70
	K/SiO <sub>2</sub>	19,58	8,53	8,59
	Otok	42,46	24,83	54,25
	Ulaz	100,00	19,44	100,00

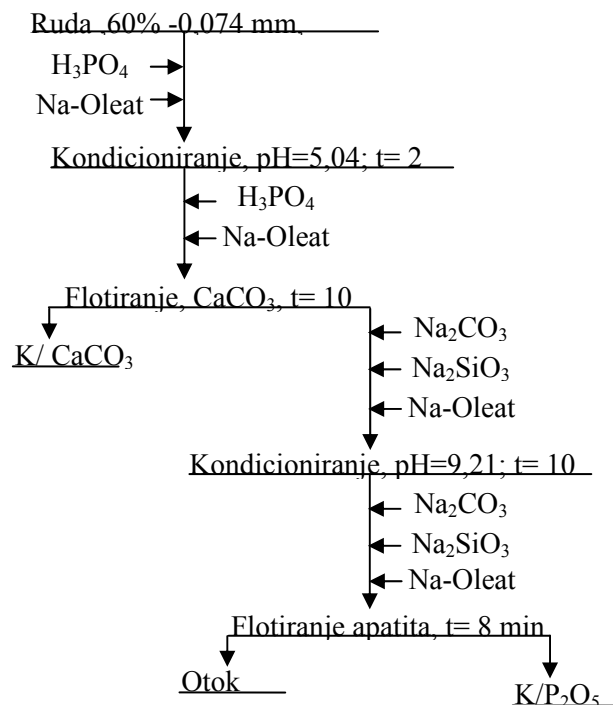
Na osnovu rezultata datih u tabeli 11., gde je dat bilans za sva tri opita iz pete serije može se uočiti sledeće:

- Kada se pogledaju koncentracije CaCO<sub>3</sub> očigledno je da se ne može vršiti flotiranje kalcita u blago kiselj ili čak neutralnoj sredini kao ni u jako bazičnoj jer je u oba slučaja gubitak P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> prilično velik. U oba koncentrat K<sub>I</sub>/CaCO<sub>3</sub> i K<sub>II</sub>/CaCO<sub>3</sub> sadržaj P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> se kreće iznad 20%. Tek u trećem koncentratu kalcita koji je i flotiran u uslovima koji su preporučeni i za koje smo dobili najbolje rezultate pri pH 5-5,5 je gubitak P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> najmanji.
- Što se tiče otoka flotiranja u njemu je došlo do koncentracije P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ali je iskorišćenje jedva nešto preko 54%, što znači da je veliki deo fosfata prešao u druge proizvode
- Ova serija opita je imala za cilj da se smanji velika potrošnja kiseline ali se pokazalo da to nije moguće i na osnovu svega ovoga možemo zaključiti da se flotiranje karbonata mora vršiti u strogo kontrolisanom pH opsegu od 5-5,5.



## 6. VII serija opita flotiranja apatita

U ovoj seriji su uradjena takodje tri opita. Opiti su izvodjeni tako da je prvo flotiran kalcit na pH 5-5,5 pri čemu je kao regulator sredine korišćena  $H_3PO_4$ . Zatim je u drugom stadijum u baznoj sredini na pH oko 9 flotiran kristalni apatit, pri čemu je kao regulator sredine korišten  $Na_2CO_3$ . Osnovni cilj ispitivanja u ovoj seriji opita je bila da ispita mogućnost dobijanja komercijalnog proizvoda koncentrata sa sadržajem od oko 30%  $P_2O_5$ . Ideja kojom smo se vodili je bila da će posle flotiranja kalcita, u preostaloj pulpi biti pristni kristalni i amorfni fosfat sa kvarcom, i da će iz te pulpe biti moguće isflotirati samo kristalni apatit u zaseban proizvod zadovoljavajućeg kvaliteta. Takodje je u postupku flotiranja kalcita odlučeno da se skрати vreme flotiranja sa 14,5 na 10 min, kao i da se pH flotiranja kalcita snizi na oko pH5, sve u cilju snižavanja gubitaka  $P_2O_5$  u koncentratu kalcita. Uslovi izvodjenja opita i mesta dodavanja reagenasa su prikazani na slici 20.



Slika 20. Osnovna tehnološka šema kondicioniranja i flotiranja primenjena u opitima sedme serije

Rezultati hemijske analize proizvoda flotiranja su sredjeni i zajedno sa masama su prikazani u tabeli 12 u obliku bilansa.

Tabela 12. Bilans rezultata sedme serije opita flotiranja

Proizvodi		M, %	$P_2O_5$ , %	$SiO_2$ , %	I $P_2O_5$ , %	I $SiO_2$ , %
Opiti VII serije	K/CaCO <sub>3</sub>	17,44	8,52	/	6,93	/
	K/P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	20,88	26,78	/	26,07	/
	Otok	61,68	23,30	22,26	67,00	88,64
	Ulaz	100,00	21,45	15,49	100,00	100,00

## Prilog 6

Na osnovu bilansa, za sva tri opita iz sedme serije, datog u tabeli 12., može se uočiti sledeće:

- sa skraćenim vremenom flotiranja sa  $t=14,5$  min iz prethodne serije na  $t=10$  minuta u ovoj seriji u ciklusu flotiranja kalcita, smanjeno je maseno učešće koncentata kalcita sa 24,23% (Tehnološko rešenje, tabela 5) na 17,44% (tabela 12) za skoro 7%, pri tome je smanjen i gubitak  $P_2O_5$  za preko 3,6%. interesantno je uočiti da je smanjen i sadržaj  $P_2O_5$  u koncentratu kalcita za 2,26%, što znači da u produženom vremenu ciklusa flotiranja kalcita počinje da sve više flotira i apatit pa se samim tim povećavaju i gubici fosfata u ovom proizvodu
- što se tiče  $K/P_2O_5$  čije je maseno učešće oko 21% u odnosu na ulaz, ovaj koncentrat u svim dosad obavljenim ispitivanjima na ovoj rudi predstavlja proizvod sa najvećim sadržajem  $P_2O_5$  26,78%, ali ovaj sadržaj nije dovoljan da bi ovaj koncentrat po kvalitetu predstavljao komercijalni proizvod. Verovatno je u ovaj proizvod u nekom obimu flotirao i zaostali kalcit kao i nešto silikata koji su ovde mogli da dospeju mehanički kao i usled aktiviranja njihovih površina jonima kalcijuma (usled velike rastvorljivosti kalcita, a donekle i apatita). Kalcit kao i apatit spada među minerale tipa soli, ali u odnosu na apati je daleko rastvorljiviji mineral 0,0014g u 100 ml vode (*Browder sa sar., 1991. C.A. Young sa sar., 2000*)
- što se tiče otoka flotiranja sa sadržajem  $P_2O_5$  od 23,30% i iskorišćenjem  $P_2O_5$  od 67%, ovaj proizvod se mora dodatno tretirati zbog velikog iskorišćenja  $P_2O_5$  u njemu. Iskorišćenje  $SiO_2$  od preko 88% u otoku nam govori da je verovatno u ciklusu flotiranja apatita jedan deo silikata prešao u koncentrat apatita i na taj način ga onečistio