

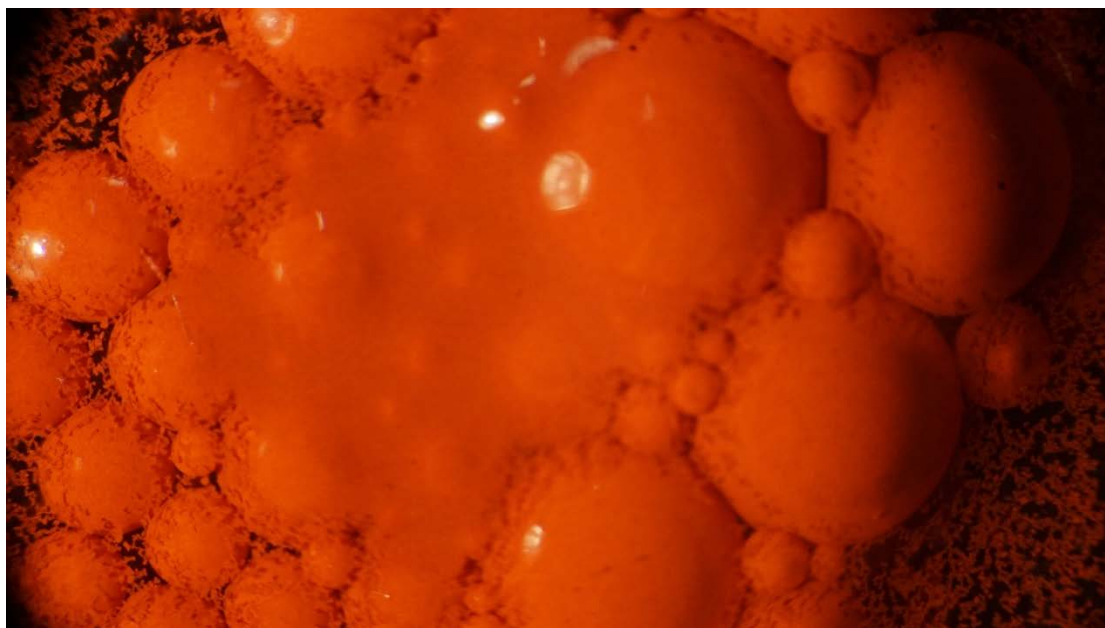


ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ
ΣΧΟΛΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΕΙΩΝ – ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΩΝ
ΤΟΜΕΑΣ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΥΛΙΚΩΝ
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΟΥ ΜΕΤΑΛΛΕΥΜΑΤΩΝ

ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

ΕΙΡΗΝΗ ΕΥΑΓΓΕΛΟΥ

**ΔΙΕΡΕΥΝΗΣΗ ΤΗΣ ΔΥΝΑΤΟΤΗΤΑΣ ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΥ ΑΙΜΑΤΙΤΗ ΑΠΟ
ΧΑΛΑΖΙΑ ΣΕ ΛΕΠΤΟΜΕΡΕΣ ΜΕΓΕΘΟΣ ΜΕ ΦΥΣΙΚΟΧΗΜΙΚΕΣ
ΜΕΘΟΔΟΥΣ**



ΕΠΙΒΛΕΠΩΝ ΚΑΘΗΓΗΤΗΣ: ΓΕΩΡΓΙΟΣ ΑΝΑΣΤΑΣΑΚΗΣ

ΖΩΓΡΑΦΟΥ, ΙΟΥΛΙΟΣ 2019



ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ
ΣΧΟΛΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΕΙΩΝ – ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΩΝ
ΤΟΜΕΑΣ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΥΛΙΚΩΝ
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΟΥ ΜΕΤΑΛΛΕΥΜΑΤΩΝ

ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

ΕΙΡΗΝΗ ΕΥΑΓΓΕΛΟΥ

**ΔΙΕΡΕΥΝΗΣΗ ΤΗΣ ΔΥΝΑΤΟΤΗΤΑΣ ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΥ ΑΙΜΑΤΙΤΗ ΑΠΟ
ΧΑΛΑΖΙΑ ΣΕ ΛΕΠΤΟΜΕΡΕΣ ΜΕΓΕΘΟΣ ΜΕ ΦΥΣΙΚΟΧΗΜΙΚΕΣ
ΜΕΘΟΔΟΥΣ**

Εγκρίθηκε από την τριμελή επιτροπή στις 11/07/2019

Αναστασάκης Γεώργιος, Καθηγητής (Επιβλέπων)

Αγατζίνη – Λεονάρδου Στυλιανή, Καθηγήτρια

Ρεμουντάκη Εμμανουέλα, Καθηγήτρια

Ευχαριστίες

Η παρούσα διπλωματική εργασία εκπονήθηκε το ακαδημαϊκό έτος 2018-2019 στο Εργαστήριο Εμπλουτισμού Μεταλλευμάτων της Σχολής Μηχανικών Μεταλλείων – Μεταλλουργών του Εθνικού Μετσόβιου Πολυτεχνείου.

Αποτελεί μια προσπάθεια διαχωρισμού των ορυκτών αιματίτη και χαλαζία, σε λεπτομερή μορφή, με τη μέθοδο της επίπλευσης και εύρεσης των βέλτιστων παραμέτρων διαχωρισμού.

Σε αυτό το σημείο, θα ήθελα να ευχαριστήσω βαθύτατα τον επιβλέποντα καθηγητή της Διπλωματικής Εργασίας, κ. Γιώργο Αναστασάκη, ο οποίος υπήρξε αρωγός στην προσπάθεια μου και μου προσέφερε την αμέριστη βοήθειά του.

Ευχαριστώ, ιδιαίτερα, την κα Ευαγγελία Μυλωνά, η οποία πραγματοποίησε τις χημικές αναλύσεις όλων των δειγμάτων καθ' όλη τη διάρκεια της πειραματικής διαδικασίας.

Πολύ σημαντική ήταν η βοήθεια του κ. Ηλία Χατζηθεοδωρίδη, Αναπληρωτή Καθηγητή της Σχολής, στην ανάλυση των δειγμάτων με Raman και FTIR και στην ερμηνεία των αποτελεσμάτων, όπως επίσης του κ. Ελευθέριου Προφήτη, Υποψήφιου Διδάκτορα της Σχολής, στην λήψη των φωτογραφιών με τη χρήση των μικροσκοπίων του Εργαστηρίου Πετρολογίας – Ορυκτολογίας, του Τομέα Γεωλογικών Επιστημών.

Επίσης, ευχαριστώ πολύ τον κ. Σταύρο Τριανταφυλλίδη, Επίκουρο Καθηγητή της Σχολής, για την πραγματοποίηση των ορυκτολογικών αναλύσεων XRD και την ερμηνεία τους.

Τέλος, ευχαριστώ όλα τα οικεία μου πρόσωπα, που στάθηκαν στο πλευρό μου καθ' όλη τη διάρκεια των σπουδών μου και την εκπόνηση της Διπλωματικής Εργασίας.

Περίληψη

Σε πολλές περιπτώσεις εμπλουτισμού μεταλλευμάτων, η δημιουργία λεπτομερών έως πολύ λεπτομερών τεμαχιδίων είναι αναπόφευκτη κατά την διαδικασία της λειοτρίβησης με σκοπό την επίτευξη ικανοποιητικού βαθμού αποδέσμευσης του χρήσιμου συστατικού. Αυτό είναι σύνηθες στην περίπτωση εμπλουτισμού πτωχών κοιτασμάτων αλλά και αναγκαιότητα. Όμως, τα λεπτομερή και υπερλεπτομερή τεμαχίδια έχουν ιδιότητες που κάνουν δύσκολο τον διαχωρισμό τους με τις κλασικές μεθόδους εμπλουτισμού, με αποτέλεσμα σημαντικό ποσοστό χρήσιμων συστατικών να χάνεται στο απόρριμμα και τα διάφορα συμπυκνώματα να έχουν σχετικά χαμηλή περιεκτικότητα στο αντίστοιχο χρήσιμο συστατικό.

Η παρούσα ερευνητική εργασία ασχολείται με τον διαχωρισμό λεπτομερούς αιματίτη από λεπτομερή χαλαζία με την μέθοδο της επίπλευσης τόσο σε καθαρά ορυκτά όσο και σε τεχνητό μείγμα σύστασης 15% αιματίτη και 85% χαλαζία. Ως συλλέκτης χρησιμοποιήθηκε σουλφονικό αντιδραστήριο. Για την βελτιστοποίηση των συνθηκών (pH, ποσότητα συλλέκτη, χρόνος προοδοποίησης, χρόνος επίπλευσης) έγιναν δοκιμές καθίζησης και επίπλευσης σε καθαρά ορυκτά. Τα αποτελέσματα αυτών των δοκιμών έδειξαν ότι ο εκλεκτικός διαχωρισμός των παραπάνω ορυκτών είναι δυνατός. Επίσης, οι μικροσκοπικές παρατηρήσεις έδειξαν ότι ο αιματίτης επιπλέει υπό μορφή συσσωματωμάτων, ενώ η επίπλευση του χαλαζία οφείλεται στην μηχανική παράσυρσή του.

Οι δοκιμές, που έγιναν σε μείγμα ορυκτών στις βέλτιστες τιμές, έδωσαν ενθαρρυντικά αποτελέσματα, αλλά δεν οδήγησαν στον πλήρη διαχωρισμό των ορυκτών. Η μηχανική παράσυρση του χαλαζία στον αφρό, που παρατηρήθηκε και στην περίπτωση του μείγματος, είχε ως αποτέλεσμα την λήψη συμπυκνώματος με σχετικά χαμηλή περιεκτικότητα σε αιματίτη. Πάντως, ο διπλασιασμός της περιεκτικότητας του συμπυκνώματος σε αιματίτη είναι ενθαρρυντική ένδειξη για την δυνατότητα εφαρμογής της μεθόδου στον διαχωρισμό των παραπάνω λεπτομερών ορυκτών αλλά και γενικότερα.

Abstract

In many cases of mineral processing operations, fine to ultrafine mineral particles are inevitably produced during the process of mineral grinding in order to achieve high degree of liberation of the mineral value. In the case of a low-grade ore, this is not only the common case but necessity as well. As fine and ultrafine particles possess peculiar properties, their separation through conventional processing methods is difficult, resulting in the loss of mineral values to the tailings and in relatively low-grade concentrates.

The current research deals with the separation of fine hematite particles from quartz ones through flotation both on single minerals and artificial mixtures composed of 15% hematite and 85% quartz. Sulfonate collector was used throughout the tests. To optimize the test conditions (pH, collector dose, conditioning time, flotation time) sedimentation and flotation tests were carried out on single minerals. The results of the tests clearly show that it is possible to selectively separate the aforementioned minerals. Microscopic examination of the single minerals products clearly show that hematite floats as agglomerates while quartz flotation is due to mechanical entrainment.

Finally, the results of flotation tests on artificial mineral mixtures hematite/quartz=15/85 were promising but didn't lead to the selective separation of the minerals completely. The mechanical entrainment of quartz, observed in the case of mineral mixtures as well, resulted in concentrates of relatively low-grade in hematite. In any case, doubling of hematite-grade in the concentrates is promising for the potential application of the current procedure as separation method of the aforementioned fine particles, and in other similar cases as well.

Περιεχόμενα

1. Εισαγωγή	15
1.1 Αιματίτης	15
1.2 Χαλαζίας	17
2. Επίπλευση	20
2.1 Ανιονικοί Συλλέκτες για Οξείδια	23
2.2 Αφρός – Φυσαλίδες Αέρα	23
3. Συσσωμάτωση	25
4. Πειραματική Διαδικασία	29
4.1 Υλικά – Προετοιμασία	29
4.2 Κυψέλη Επίπλευσης	35
4.3 Αντιδραστήρια	36
4.4 Διαδικασία	36
4.5 Επίδραση του pH	37
4.5.1 Αιματίτης	37
4.5.2 Χαλαζίας	40
4.6 Επίδραση της Ποσότητας Συλλέκτη	44
4.6.1 Αιματίτης	44
4.6.2 Χαλαζίας	46
4.7 Επίδραση του Χρόνου Προοδοποίησης	49
4.7.1 Αιματίτης	49
4.7.2 Χαλαζίας	51
4.8 Επίδραση του Χρόνου Καθίζησης	54

4.8.1 Αιματίτης	54
4.8.2 Χαλαζίας	56
4.9 Δοκιμές Επίπλευσης	59
4.9.1 Μεμονωμένα Ορυκτά	60
4.9.1.1 Χαλαζίας	60
4.9.1.2 Αιματίτης	63
4.9.2 Μεικτή Τροφοδοσία	69
4.9.3 Επίδραση Ποσότητας Συλλέκτη	76
4.9.4 Ανάλυση Raman	82
4.9.5 Ανάλυση FTIR	86
5. Συμπεράσματα	89
6. Βιβλιογραφία	91

Ευρετήριο Διαγραμμάτων

Διάγραμμα 1: Ορυκτολογική ανάλυση χαλαζία	31
Διάγραμμα 2: Ορυκτολογική ανάλυση αιματίτη	33
Διάγραμμα 3: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει σε συνάρτηση με το pH χωρίς συλλέκτη (λευκά πειράματα)	38
Διάγραμμα 4: Αποτελέσματα καθίζησης αιματίτη σε συνάρτηση με το pH για πειράματα με συλλέκτη	39
Διάγραμμα 5: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με το pH	40
Διάγραμμα 6: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει χωρίς συλλέκτη (λευκά πειράματα) σε συνάρτηση με το pH	41
Διάγραμμα 7: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει σε πειράματα με συλλέκτη σε συνάρτηση με το pH	42
Διάγραμμα 8: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με το pH	43
Διάγραμμα 9: Βάρος αιματίτη και βάρος χαλαζία που καθιζάνουν υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με το pH	43
Διάγραμμα 10: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει σε συνάρτηση με την ποσότητα του συλλέκτη	45
Διάγραμμα 11: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη	46
Διάγραμμα 12: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει σε συνάρτηση με την ποσότητα του συλλέκτη	47
Διάγραμμα 13: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη	48

Διάγραμμα 14: Βάρος αιματίτη και βάρος χαλαζία που καθιζάνουν υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη	48
Διάγραμμα 15: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει σε συνάρτηση με τον χρόνο προοδοποίησης	50
Διάγραμμα 16: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο προοδοποίησης	51
Διάγραμμα 17: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει σε συνάρτηση με τον χρόνο προοδοποίησης	52
Διάγραμμα 18: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο προοδοποίησης	53
Διάγραμμα 19: Βάρος αιματίτη και βάρος χαλαζία που καθιζάνουν υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο προοδοποίησης	53
Διάγραμμα 20: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει σε συνάρτηση με τον χρόνο καθίζησης	55
Διάγραμμα 21: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο καθίζησης	56
Διάγραμμα 22: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει σε συνάρτηση με τον χρόνο καθίζησης.....	57
Διάγραμμα 23: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο καθίζησης	58
Διάγραμμα 24: Βάρος αιματίτη και βάρος χαλαζία που καθιζάνουν υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο καθίζησης	58
Διάγραμμα 25: Αθροιστική ανάκτηση χαλαζία σε συνάρτηση με τον χρόνο	61
Διάγραμμα 26: Αθροιστική ανάκτηση αιματίτη σε συνάρτηση με τον χρόνο	65
Διάγραμμα 27: Αθροιστική ανάκτηση αιματίτη σε συνάρτηση με τον χρόνο	78

Διάγραμμα 28: Φάσματα Raman αιματίτη από επίπλευση. (A) Το φάσμα από 200 έως 700 cm^{-1} (B) Το φάσμα από τα 1200 έως τα 1500 cm^{-1} . Τα φάσματα από δείγματα αναφοράς φαίνονται με τα κόκκινα και καφέ ίχνη 84

Διάγραμμα 29: Φάσματα Raman χαλαζία που ξηράνθηκε στον αέρα (στεγνό δείγμα) και σε υγρή φάση. (A) Το φάσμα από 200 έως 550 cm^{-1} (B) Το φάσμα από τα 1300 έως τα 1500 cm^{-1} 85

Διάγραμμα 30: Φάσματα FTIR χαλαζία και αιματίτη. (A) Φάσμα από 400 έως 2000 cm^{-1} (B) Το φάσμα από τα 2000 έως τα 6500 cm^{-1} . Το γκρι ίχνος φάσματος αντιστοιχεί στο υπόβαθρο, που είναι η ταμπλέτα KBr χωρίς δείγμα 87

Ευρετήριο Εικόνων

Εικόνα 1: Κρυσταλλική δομή αιματίτη	17
Εικόνα 2: Κρυσταλλική δομή χαλαζία	19
Εικόνα 3: Λειοτριβέας LABTECHNICKS	30
Εικόνα 4: Κυψέλη επίπλευσης DENVER	35
Εικόνα 5: Λεπτομερής, ασταθής αφρός κατά την επίπλευση χαλαζία	62
Εικόνα 6: Μικροσκοπική παρατήρηση μη συσσωματωμένων τεμαχιδίων χαλαζία μετά από επίπλευση	62
Εικόνα 7: Μικροσκοπική παρατήρηση μη συσσωματωμένων τεμαχιδίων χαλαζία μετά από επίπλευση (λεπτομέρεια της προηγούμενης)	63
Εικόνα 8: Σταθερός αφρός με φυσαλίδες μεγάλου μεγέθους κατά την επίπλευση αιματίτη	65
Εικόνα 9: Ψιλομερής αφρός, ανοικτού κόκκινου χρώματος κατά την επίπλευση αιματίτη	66
Εικόνα 10: Μικροσκοπική παρατήρηση συσσωματωμένων τεμαχιδίων αιματίτη μετά την επίπλευση – Φυσαλίδες αέρα καλυμμένες από τεμαχίδια αιματίτη.....	67
Εικόνα 11: Μικροσκοπική παρατήρηση συσσωματωμένων τεμαχιδίων αιματίτη μετά την επίπλευση – Φυσαλίδες αέρα καλυμμένες από τεμαχίδια αιματίτη (λεπτομέρεια της προηγούμενης).....	67
Εικόνα 12: Φυσαλίδα αέρα καλυμμένη από συσσωματώματα αιματίτη	68
Εικόνα 13: Μικροσκοπική παρατήρηση συσσωματωμένων τεμαχιδίων αιματίτη μετά από επίπλευση – Έλξη των συσσωματωμάτων αιματίτη από την ενιαία αιματιτική μάζα λόγω υδροφοβίας	68

Εικόνα 14: Ασταθής αφρός, κόκκινου χρώματος κατά την επίπλευση μεικτής τροφοδοσίας	72
Εικόνα 15: Μικροσκοπική παρατήρηση μετά από επίπλευση μίκτης τροφοδοσίας – Συσσωματώματα αιματίτη και μεμονωμένα τεμαχίδια χαλαζία	74
Εικόνα 16: Παρατήρηση προϊόντος επίπλευσης σε μικροσκόπιο διερχομένου φωτός με αναλυτή και πολωτή (x100)	75

Ευρετήριο Πινάκων

Πίνακας 1: Κοκκομετρική ανάλυση χαλαζία	32
Πίνακας 2: Κοκκομετρική ανάλυση αιματίτη	34
Πίνακας 3: Αποτελέσματα καθίζησης αιματίτη σε συνάρτηση με το pH χωρίς προσθήκη συλλέκτη (λευκά πειράματα)	37
Πίνακας 4: Αποτελέσματα καθίζησης αιματίτη σε συνάρτηση με το pH για πειράματα με συλλέκτη	38
Πίνακας 5: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με το pH	39
Πίνακας 6: Αποτελέσματα καθίζησης χαλαζία χωρίς συλλέκτη (λευκά πειράματα) σε συνάρτηση με το pH	40
Πίνακας 7: Αποτελέσματα καθίζησης χαλαζία για πειράματα με συλλέκτη σε συνάρτηση με το pH	41
Πίνακας 8: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με το pH	42
Πίνακας 9: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει σε συνάρτηση με την ποσότητα του συλλέκτη	44
Πίνακας 10: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά της ποσότητας του συλλέκτη	45
Πίνακας 11: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει σε συνάρτηση με την ποσότητα του συλλέκτη	46
Πίνακας 12: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη	47

Πίνακας 13: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει σε συνάρτηση με τον χρόνο προοδοποίησης	49
Πίνακας 14: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο προοδοποίησης	50
Πίνακας 15: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει σε συνάρτηση με τον χρόνο προοδοποίησης	51
Πίνακας 16: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο προοδοποίησης	52
Πίνακας 17: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει σε συνάρτηση με τον χρόνο καθίζησης	54
Πίνακας 18: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο καθίζησης	55
Πίνακας 19: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει σε συνάρτηση με τον χρόνο καθίζησης	56
Πίνακας 20: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο καθίζησης	57
Πίνακας 21: Αθροιστική ανάκτηση χαλαζία σε συνάρτηση με τον χρόνο επίπλευσης (ποσότητα χαλαζία 10g)	60
Πίνακας 22: Αθροιστική ανάκτηση χαλαζία σε συνάρτηση με τον χρόνο επίπλευσης (ποσότητα χαλαζία 25g)	61
Πίνακας 23: Αθροιστική ανάκτηση αιματίτη σε συνάρτηση με τον χρόνο επίπλευσης (ποσότητα αιματίτη 10g)	64

Πίνακας 24: Αθροιστική ανάκτηση αιματίτη σε συνάρτηση με τον χρόνο επίπλευσης (ποσότητα αιματίτη 25g)	64
Πίνακας 25: Παρατηρήσεις σχετικά με την εικόνα του αφρού κατά τη διάρκεια της επίπλευσης σε pH = 4 με σύνθεση τροφοδοσίας 85% SiO ₂ και 15% Fe ₂ O ₃ (ποσότητα συλλέκτη 800g/t)	69
Πίνακας 26: Χημική ανάλυση συμπυκνώματος με σύνθεση τροφοδοσίας 85% SiO ₂ και 15% Fe ₂ O ₃ σε pH = 4 (ποσότητα συλλέκτη 800g/t)	70
Πίνακας 27: Παρατηρήσεις σχετικά με την εικόνα του αφρού κατά τη διάρκεια της επίπλευσης σε pH = 6 με σύνθεση τροφοδοσίας 85% SiO ₂ και 15% Fe ₂ O ₃ (ποσότητα συλλέκτη 800g/t).....	72
Πίνακας 28: Χημική ανάλυση συμπυκνώματος με σύνθεση τροφοδοσίας 85% SiO ₂ και 15% Fe ₂ O ₃ σε pH = 6 (ποσότητα συλλέκτη 800g/t)	73
Πίνακας 29: Χημική ανάλυση συμπυκνώματος με σύνθεση τροφοδοσίας 85% SiO ₂ και 15% Fe ₂ O ₃ σε pH = 8.....	75
Πίνακας 30: Αθροιστική ανάκτηση αιματίτη (ποσότητα 10g) σε συνάρτηση με τον χρόνο επίπλευσης για ποσότητα συλλέκτη 200g/t αιματίτη	77
Πίνακας 31: Αθροιστική ανάκτηση αιματίτη (ποσότητα 10g) σε συνάρτηση με τον χρόνο επίπλευσης για ποσότητα συλλέκτη 400g/t αιματίτη	77
Πίνακας 32: Αθροιστική ανάκτηση αιματίτη (ποσότητα 10g) σε συνάρτηση με τον χρόνο επίπλευσης για ποσότητα συλλέκτη 800g/t αιματίτη	78
Πίνακας 33: Παρατηρήσεις σχετικά με την εικόνα του αφρού κατά τη διάρκεια της επίπλευσης με σύνθεση τροφοδοσίας 85% SiO ₂ και 15% Fe ₂ O ₃ και ποσότητα συλλέκτη 200g/t αιματίτη σε pH = 6.....	79

Πίνακας 34: Χημική ανάλυση προϊόντων με σύνθεση τροφοδοσίας 85% SiO ₂ και 15% Fe ₂ O ₃ και ποσότητα συλλέκτη 200g/t αιματίτη σε pH=6	80
Πίνακας 35: Παρατηρήσεις σχετικά με την εικόνα του αφρού κατά τη διάρκεια της επίπλευσης με σύνθεση τροφοδοσίας 85% SiO ₂ και 15% Fe ₂ O ₃ και ποσότητα συλλέκτη 400g/t αιματίτη σε pH=6	80
Πίνακας 36: Χημική ανάλυση προϊόντων με σύνθεση τροφοδοσίας 85% SiO ₂ και 15% Fe ₂ O ₃ και ποσότητα συλλέκτη 400g/t αιματίτη σε pH=6	81

1. Εισαγωγή

Σε πολλές περιπτώσεις εμπλουτισμού μεταλλευμάτων και, ιδίως των πτωχών, η λειοτρίβησή τους σε πολύ λεπτομερές μέγεθος είναι αναγκαία, για να επιτευχθεί ικανοποιητικός βαθμός αποδέσμευσης του χρήσιμου συστατικού. Εξαιτίας, όμως, των ιδιοτήτων που κατέχουν τα λεπτομερή και υπερλεπτομερή τεμαχίδια, ο διαχωρισμός τους με τις κλασικές μεθόδους εμπλουτισμού είναι δύσκολος έως ανέφικτος. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα τις σημαντικές απώλειες χρήσιμων συστατικών στα απορρίμματα αλλά και στην παραγωγή συμπτκνωμάτων με χαμηλή περιεκτικότητα σε αντίστοιχα χρήσιμα συστατικά.

Η παρούσα εργασία πραγματεύεται τον διαχωρισμό του λεπτομερούς αιματίτη (Fe_2O_3) από λεπτομερή χαλαζία (SiO_2). Αντικειμενικός της στόχος είναι η εκλεκτική συσσωμάτωση του ενός ορυκτού, εν προκειμένω του αιματίτη και στη συνέχεια, ο διαχωρισμός τους με τη μέθοδο της επίπλευσης.

Αρχικά, πραγματοποιήθηκαν πειράματα προσδιορισμού εκείνων των συνθηκών, οι οποίες εξασφαλίζουν τις βέλτιστες ανακτήσεις αιματίτη. Οι παράμετροι που μελετήθηκαν είναι το pH, η ποσότητα του συλλέκτη, ο χρόνος προοδοποίησης και τέλος, ο χρόνος καθίζησης. Τα πειράματα πραγματοποιήθηκαν για καθένα από τα δύο ορυκτά, ξεχωριστά. Η διαδικασία πραγματοποιήθηκε ως εξής: σε κάθε ομάδα πειραμάτων μεταβαλλόταν μόνο η προς μελέτη παράμετρος για να προσδιοριστεί η βέλτιστη τιμή. Η τιμή αυτή διατηρείτο σταθερή στις επόμενες σειρές πειραμάτων των υπόλοιπων παραμέτρων.

Στη συνέχεια, βάσει των παραπάνω αποτελεσμάτων, πραγματοποιήθηκαν δοκιμές επίπλευσης. Ως τροφοδοσία των πειραμάτων επίπλευσης χρησιμοποιήθηκαν τόσο μεμονωμένα ορυκτά αιματίτη και χαλαζία, όσο και σύνθετα μείγματα αυτών.

1.1 Αιματίτης

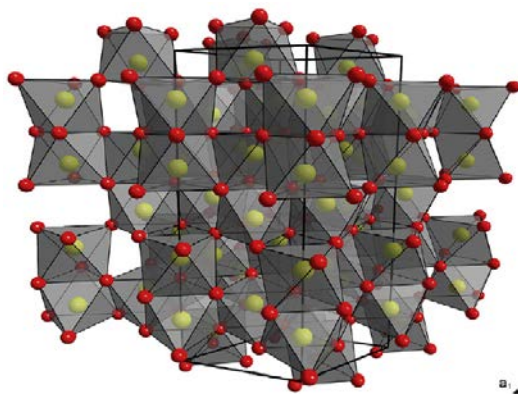
Τα κοιτάσματα σιδήρου διαδραματίζουν πολύ σημαντικό ρόλο στην σύγχρονη κοινωνία, λόγω της αξιοποίησής τους στην παραγωγή σιδήρου και χάλυβα [1]. Τα κύρια ορυκτά τους είναι ο μαγνητίτης (Fe_3O_4) και ο αιματίτης (Fe_2O_3). Η πολύ έντονη

εξόρυξη του μαγνητίτη τις προηγούμενες δεκαετίες, είχε ως αποτέλεσμα την στροφή στην αξιοποίηση κοιτασμάτων αιματίτη .

Παρ' όλα αυτά, η αξιοποίηση του αιματίτη δεν είναι εύκολη υπόθεση. Δεν μπορεί να τροφοδοτηθεί απευθείας στις ηλεκτρικές καμίνους, καθώς άκρως απαραίτητη είναι η απομάκρυνση των στείων υλικών, όπως ο χαλαζίας ή διάφορα πυριτικά ορυκτά. Οι συνηθέστερες μέθοδοι απομάκρυνσης είναι ο βαρυτομετρικός διαχωρισμός και ο μαγνητικός διαχωρισμός [2]. Ωστόσο, η πολύ έντονη αξιοποίηση των κοιτασμάτων αιματίτη, οδήγησε στην εκμετάλλευση φτωχότερων, με επακόλουθο την ανάγκη για έντονη λειοτρίβηση, προκειμένου να αποδεσμευθούν τα τεμαχίδια αιματίτη. Συνεπώς, ήταν επιβεβλημένη η εύρεση πιο αποδοτικών μεθόδων διαχωρισμού, με επικρατέστερη την επίπλευση [3].

Ο αιματίτης έχει σκληρότητα από 5,5 έως 6,5 στην κλίμακα Mohs, ενώ η πυκνότητα του είναι $5,254\text{g/cm}^3$. Έχει λάμψη μεταλλική έως ημιμεταλλική και χρώμα από καστανοκόκκινο έως μαύρο [4]. Εν γένει, ο αιματίτης είναι ένα ασθενώς σιδηρομαγνητικό υλικό σε θερμοκρασία δωματίου, ωστόσο οι μαγνητικές του ιδιότητες εξαρτώνται άμεσα από τη θερμοκρασία [5].

Ο αιματίτης ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) κρυσταλλώνεται στο τριγωνικό κρυσταλλικό σύστημα και η μοναδιαία κυψελίδα του έχει σχήμα εξαγωνικό (Εικόνα 1). Η κρυσταλλική του δομή αποτελείται από οκτάεδρα ιόντων οξυγόνου O^{2-} και ιόντων σιδήρου Fe^{+3} . Τα ιόντα τρισθενούς σιδήρου καταλαμβάνουν τα δύο τρίτα των θέσεων στο οκτάεδρο [6]. Πολύ συχνές είναι και οι αντικαταστάσεις ιόντων τρισθενούς σιδήρου από άλλα ιόντα, διαφορετικού ή ίδιου σθένους. Επίσης, μικρές ποσότητες μαγγανίου και τιτανίου περιέχονται στον αιματίτη. Σχηματίζει μεικτούς κρυστάλλους με τον ιλμενίτη (FeTiO_3) σε θερμοκρασία μεγαλύτερη των 950°C [4].



Εικόνα 1: Κρυσταλλική δομή αιματίτη [7]

Στη φύση, ο αιματίτης απαντάται πολύ συχνά τόσο στο έδαφος, όσο και στα πετρώματα. Ο αιματίτης περιλαμβάνει διάφορα μεταλλικά ιόντα, ως αποτέλεσμα των αντικαταστάσεων που αναφέρθηκαν προηγουμένως [7]. Εμφανίζεται σαν πρωτογενές, επουσιώδες ορυκτό στα πυριγενή πετρώματα και σε μικρές ποσότητες σε υψηλής θερμοκρασίας υδροθερμικές φλέβες [4].

Οι εφαρμογές του αιματίτη εντοπίζονται σε ένα πολύ ευρύ φάσμα. Ο αιματίτης χρησιμοποιείται ως ημιαγωγός, ως καταλύτης, σε αισθητήρες αερίων, σε εφαρμογές για την αποκατάσταση των υδάτων, αλλά και στις μπαταρίες ιόντων λιθίου. Η πληθώρα των εφαρμογών του οφείλεται στο ότι είναι μη τοξικό ορυκτό, με χαμηλό κόστος επεξεργασίας και με υψηλή αντοχή στη διάβρωση [8].

1.2 Χαλαζίας

Ο χαλαζίας αποτελεί ένα από τα πρωτεύοντα ορυκτά του φλοιού της Γης. Εμφανίζει ιδιαίτερα σταθερή δομή σε ένα ευρύ φάσμα πιέσεων και θερμοκρασιών. Οι συνθήκες υπό τις οποίες σχηματίζεται ο χαλαζίας, ανακλώνται στις ιδιότητες του και στην κρυσταλλική του δομή [9]. Ο χαλαζίας είναι ένα φυσικά διαφανές ορυκτό και μάλιστα στον κρύσταλλο του παρατηρήθηκε για πρώτη φορά το φαινόμενο της διάχυσης του φωτός, ως ιδιότητα ενός κρυστάλλου [10].

Ο πιο συχνός τύπος χαλαζία στη Γη είναι το πολύμορφο α-χαλαζίας, εξαιτίας της υψηλής του σταθερότητας σε έντονες μεταβολές πίεσης και θερμοκρασίας [11]. Ο

χαλαζίας κρυσταλλώνεται στο τριγωνικό σύστημα. Όπως φαίνεται στην Εικόνα 2, η μοναδιαία του κυψελίδα αποτελείται από τρία τετράεδρα πυριτίου [12]. Κάθε τετράεδρο δημιουργείται από τέσσερα ισόπλευρα τρίγωνα. Ένα άτομο οξυγόνου τοποθετείται σε κάθε μία από τις τέσσερις κορυφές του τριγώνου, ενώ το άτομο πυριτίου στο βαρύκεντρο. Τα τετράεδρα πυριτίου ενώνονται μεταξύ τους καθώς, ανά δύο, μοιράζονται ένα άτομο οξυγόνου.

Εκτός από τον α -χαλαζία, πολύ σημαντικά για διάφορες εφαρμογές είναι και τα υπόλοιπα πολύμορφα του πυριτίου. Οι μεταβάσεις από τον ένα τύπο στον άλλο, πραγματοποιούνται με αυξομειώσεις στην πίεση και τη θερμοκρασία.

Ο α -χαλαζίας μετατρέπεται σε κοεσίτη σε θερμοκρασία δωματίου με ταυτόχρονη αύξηση της πίεσης. Περαιτέρω αύξηση της πίεσης, οδηγεί στον σχηματισμό στισοβίτη. Ωστόσο, οι μεταβολές αυτές είναι αντιστρέψιμες και τα ορυκτά αποκτούν ξανά τη δομή του α -χαλαζία, μόλις σταματήσει η άσκηση της πίεσης.

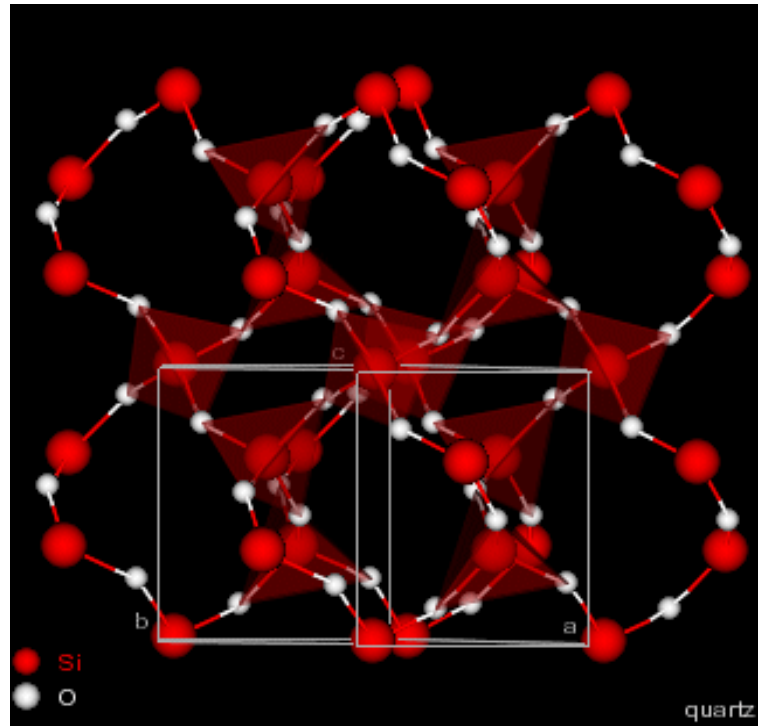
Σε πίεση 1atm, ο α -χαλαζίας μετατρέπεται σε β -χαλαζία με αύξηση της θερμοκρασίας άνω των 573°C. Ο β -χαλαζίας κρυσταλλώνεται στο εξαγωνικό σύστημα. Επιπλέον αύξηση της θερμοκρασίας, με σταθερή πίεση 1atm, έχει ως αποτέλεσμα την εμφάνιση τριδυμίτη, πάνω από τους 867°C και την εμφάνιση χριστοβαλίτη σε θερμοκρασίες υψηλότερες των 1470°C. Το σημείο τήξης του χριστοβαλίτη είναι οι 1713°C. Από εκεί και έπειτα, έχουμε τη δημιουργία υάλου.

Όλες αυτές οι μεταβολές είναι αντιστρέψιμες. Απαραίτητη όμως προϋπόθεση είναι η βραδεία απόψυξη του τήγματος, προκειμένου να επιτευχθεί η ορθή ανάπτυξη του κρυσταλλικού πλέγματος κάθε φάσης. Μοναδική εξαίρεση αποτελεί η απευθείας μετάβαση από τον τριδυμίτη στον α -χαλαζία. Σε περίπτωση που η απόψυξη δεν είναι βραδεία, τότε σχηματίζεται χριστοβαλίτης ή/και τριδυμίτης, ακόμα και σε συνθήκες περιβάλλοντος.

Η περιστροφή των τετραέδρων πυριτίου του πλέγματος του β -χαλαζία δεν είναι αρκετή για να σχηματιστούν οι δομές του τριδυμίτη ή του χριστοβαλίτη. Απαιτείται το σπάσιμο των δεσμών O-Si-O και πολύ μεγάλα ποσά ενέργειας ενεργοποίησης, προκειμένου να σχηματιστούν αυτές οι δομές.

Η κρυστάλλωση μετασταθούς τριδυμίτη ή χριστοβαλίτη προτιμάται πριν την ανακρυστάλλωση σε μια σταθερή φάση, όπως ο α -χαλαζίας, καθώς η δομή της

πυριτικής υάλου ομοιάζει με εκείνη των συγκεκριμένων πολύμορφων. Έτσι, απαιτείται χαμηλότερη ενέργεια ενεργοποίησης προκειμένου να ξεκινήσει η διαδικασία ανακρυστάλλωσης [12].



Εικόνα 2: Κρυσταλλική δομή χαλαζία (<https://www.orykta.gr/>, πρόσβαση 25/6/2019)

2. Επίπλευση

Η επίπλευση, ή ειδικότερα η επίπλευση αφρού, αποτελεί φυσικοχημική μέθοδο εμπλουτισμού, στην οποία επιδιώκεται η εκλεκτική συγκέντρωση μεταλλεύματος ή ορυκτού μέσα στο νερό και ο διαχωρισμός του από το στείρο, ή μεταλλευμάτων μεταξύ τους, όταν είναι περισσότερα από ένα, με τη βοήθεια φυσαλίδων αέρα [13].

Η επίπλευση εγγυάται υψηλές ανακτήσεις και αποδόσεις. Αναπτύχθηκε για την εκμετάλλευση φτωχών και πολύ φτωχών κοιτασμάτων, ειδικά σε περιπτώσεις στις οποίες απαιτείται έντονη λειοτριβήση για αποδέσμευση των ορυκτών [14]. Περαιτέρω εφαρμογές αποτελούν η απομάκρυνση επιβλαβών συστατικών σε μεταλλεύματα και η παραγωγή τελείως καθαρών συμπυκνωμάτων.

Πιθανές παγιδεύσεις, στείρου στο συμπύκνωμα, ή χρήσιμου στο απόρριμμα, ή επικάλυψη των τεμαχιδίων του χρήσιμου συστατικού από λεπτομερή τεμαχίδια στείρου επηρεάζουν αρνητικά τα αποτελέσματα της επίπλευσης. Επιπλέον, η πολύ μεγάλη ειδική επιφάνεια που δημιουργείται σε κάθε τεμαχίδιο, εξαιτίας της υπερλειοτριβήσης, συνεπάγεται την πολύ υψηλή κατανάλωση αντιδραστηρίων. Κατά συνέπεια, η εκλεκτικότητα των αντιδραστηρίων παύει να υφίσταται, είτε γιατί αντιδραστήρια προσροφούνται σε μεγάλες ποσότητες από τα τεμαχίδια του χρήσιμου συστατικού και η δράση τους αναστέλλεται, είτε γιατί προσροφούνται από τα τεμαχίδια του στείρου υλικού. Η έννοια της εκλεκτικότητας επεξηγείται καλύτερα στη συνέχεια [15].

Άλλοι παράγοντες που δυσχεραίνουν την απόδοση της μεθόδου είναι οι ιδιότητες και η σύσταση των επιφανειών των τεμαχιδίων, η ορυκτολογία των τεμαχιδίων, ύπαρξη ιόντων εντός του πολφού κ.λπ.[16].

Η επιτυχία της διαδικασίας οφείλεται στην προσκόλληση των τεμαχιδίων στις φυσαλίδες αέρα, φαινόμενο που συναρτάται με την υδροφοβία της επιφάνειας των τεμαχιδίων. Οι υδρόφοβες επιφάνειες προσκολλώνται στις φυσαλίδες αέρα, όταν έρθουν σε επαφή με αυτές, ενώ οι υδρόφιλες όχι. Υπογραμμίζεται πως όσο μικρότερα είναι τα τεμαχίδια, τόσο μικρότερη είναι και η πιθανότητα σύγκρουσης τους με τις φυσαλίδες αέρα [17]. Στην πλειοψηφία τους, τα ορυκτά είναι υδρόφιλα. Η υδροφοβία των επιφανειών των ορυκτών, επομένως, είναι μια επίκτητη ιδιότητα, η οποία

δημιουργείται με την προσθήκη κατάλληλων αντιδραστηρίων κατά τη διάρκεια της επίπλευσης.

Τα υδρόφοβα τεμαχίδια, αφού έλθουν σε επαφή με τις φυσαλίδες, ανέρχονται στην επιφάνεια του νερού, σχηματίζουν ένα στρώμα αφρού και απομακρύνονται, είτε από την υπερχειλίση, είτε με μηχανικά μέσα. Τα υδρόφιλα τεμαχίδια (του στείρου ή των άλλων μεταλλευμάτων ή ορυκτών) παραμένουν βυθισμένα στο νερό και απομακρύνονται από την απορροή.

Γίνεται, λοιπόν, σαφής η σπουδαιότητα των αντιδραστηρίων που καθιστούν τις επιφάνειες των ορυκτών υδρόφοβες. Τα αντιδραστήρια αυτά ονομάζονται συλλεκτικά αντιδραστήρια, ή συλλέκτες. Το μόριο κάθε συλλέκτη αποτελείται από μια πολική και μια μη πολική ομάδα. Η πολική ομάδα έρχεται σε επαφή με την επιφάνεια των τεμαχιδίων, ενώ η μη πολική προσανατολίζεται προς τα έξω. Ο προσανατολισμός αυτός είναι υπεύθυνος για την υδρόφοβη επιφάνεια επάνω στην επιφάνεια των τεμαχιδίων. Σε αυτό το σημείο πρέπει να διευκρινιστεί το εξής, κάθε συλλέκτης είναι υπεύθυνος για τη υδροφοβία ενός συγκεκριμένου ορυκτού, ή ομάδας ορυκτών. Δηλαδή θα προσδίδει ή θα επαυξάνει εκλεκτικά την υδροφοβία στις επιφάνειες των τεμαχιδίων του συγκεκριμένου ορυκτού.

Βέβαια, για την επιτυχή ολοκλήρωση της επίπλευσης πολύ σημαντικό ρόλο διαδραματίζουν και οι υπόλοιπες κατηγορίες αντιδραστηρίων, ρυθμιστικά, αφριστικά, ενεργοποιητικά κ.λπ. Για λόγους συνάφειας με την πειραματική διαδικασία, θα αναπτυχθούν μόνο εκείνα τα αντιδραστήρια που χρησιμοποιήθηκαν, χωρίς ωστόσο να υποβαθμίζεται η βαρύτητα των υπόλοιπων κατηγοριών.

Στην κατηγορία των ρυθμιστικών υπάγονται τα διασπορικά, τα κροκιδωτικά, τα αντιδραστήρια αποσκλήρυνσης του νερού και τα αντιδραστήρια ρύθμισης pH. Από τα παραπάνω, μόνο τα τελευταία χρησιμοποιήθηκαν στη διεξαγωγή των εργαστηριακών δοκιμών επίπλευσης.

Τα αφριστικά αντιδραστήρια είναι η αιτία παραγωγής των φυσαλίδων, με τις οποίες συγκρούονται τα χρήσιμα τεμαχίδια και ανέρχονται στην επιφάνεια, έχοντας διαχωριστεί από το στείρο υλικό. Η δημιουργία πολυάριθμων, μικρών φυσαλίδων, διεσπαρμένων σε όλον τον πολφό, είναι αναγκαία προϋπόθεση για την επίτευξη της

μέγιστης ανάκτησης, υπερτονίζοντας έτσι τη σημασία της επιλογής του κατάλληλου αφριστικού αντιδραστηρίου.

Αναφέρθηκε προηγουμένως πως η υδροφοβία συνιστά μια επίκτητη ιδιότητα για την πλειοψηφία των ορυκτών. Η όλη διαδικασία πρόσδοσης ή επαύξησης της ιδιότητας της υδροφοβίας των ορυκτών συνιστά την προοδοποίηση. Ως προοδοποίηση καλείται μια προδρομική διαδικασία, που προηγείται της κύριας επεξεργασίας και με την οποία επιτυγχάνεται η αύξηση μιας ιδιότητας ή η δημιουργία μιας νέας δοτής και ικανής να δώσει τη δυνατότητα εκμετάλλευσης και τον διαχωρισμό του προοδοποιημένου από εκείνο που δεν έχει προοδοποιηθεί [13].

Άλλη μια βασική παράμετρος, άμεσα συνυφασμένη με την επιτυχία της επίπλευσης, είναι το μέγεθος των τεμαχιδίων. Το μέγεθος αυτό πρέπει να κυμαίνεται μεταξύ 0,8 mm και μερικών μικρών [13]. Το μικρό μέγεθος είναι αναγκαίο, αφενός για να συγκρατείται το τεμαχίδιο στη φυσαλίδα και να μην αποκολλάται από αυτήν λόγω βαρύτητας, και αφετέρου, για να μπορέσει το σύστημα φυσαλίδα-τεμαχίδιο να ανέλθει στην επιφάνεια του νερού. Το μέγεθος των τεμαχιδίων εξαρτάται και από τον βαθμό λειοτρίβησης, όπως αναφέρθηκε προηγουμένως, προκειμένου να επιτευχθεί ο επιθυμητός βαθμός αποδέσμευσης.

Υπογραμμίζεται πως το ειδικό βάρος του προς επίπλευση ορυκτού δεν επηρεάζει την επιτυχία της μεθόδου, καθώς το ειδικό βάρος του συστήματος φυσαλίδα-τεμαχίδιο είναι μικρότερο της μονάδας και εν τέλει επιπλέει.

Εκτός από την ευθεία επίπλευση, διαχωρισμός των ορυκτών μπορεί να γίνει με εφαρμογή της αντίστροφης επίπλευσης. Στη διαδικασία αυτή, το στείρο υλικό είναι εκείνο που επιπλέει, ενώ το χρήσιμο υλικό συγκεντρώνεται στο απόρριμμα [18]. Ωστόσο, η αντίστροφη επίπλευση δεν έχει κάποια άλλη διαφοροποίηση, σε σχέση με την ευθεία, ως προς την εκτέλεσή της ή ως προς τις αρχές που τη διέπουν.

Έχουν παρατηρηθεί και άλλοι παράγοντες, οι οποίοι δυσχεραίνουν την επίπλευση των πολύ λεπτομερών τεμαχιδίων [13]. Για να επιπλεύσουν τα πολύ λεπτομερή τεμαχίδια, είναι πολύ σημαντικό να προστεθεί ο συλλέκτης, όσο το δυνατόν νωρίτερα, ακόμα και στη φάση της λειοτρίβησης, προκειμένου να δημιουργηθεί η μη πολική επιφάνεια στα τεμαχίδια. Έτσι, επιτυγχάνεται η εκλεκτική συσσωμάτωση, χωρίς τη διοχέτευση αέρα. Η ευνοϊκή επίδραση αυτού του φαινομένου μπορεί να οφείλεται, όχι μόνο στη χημική

προστασία των επιφανειών των τεμαχιδίων, αλλά και στη φυσική επίδραση του σχηματισμού μεγάλων τεμαχιδίων σε βάρος των μικρών.

2.1 Ανιονικοί Συλλέκτες για Οξείδια

Οι συλλέκτες που χρησιμοποιούνται στα μη θειούχα μεταλλεύματα, είναι λιπαρά οξέα με μια ρίζα καρβονυλίου ως πολική ομάδα του γενικού τύπου: R-COOH, όπου R είναι μικρής αλυσίδας υδρογονάνθρακας [13]. Ωστόσο, λιπαρά οξέα με, συγκριτικά, μικρές αλυσίδες δεν είναι κατάλληλα για αντιδραστήρια επίπλευσης. Οι σχηματιζόμενες, αντίστοιχα, ενώσεις με τις αλκαλικές γαίες είναι σχετικά διαλυτές στο νερό και επομένως, δε δημιουργούν υδρόφοβες επιφάνειες. Από αυτά, το συνηθέστερα χρησιμοποιούμενο είναι το ελαϊκό οξύ (C₁₇H₃₃COOH). Το ελαϊκό οξύ προσροφάται ως μόριο ή ως ανιόν στην επιφάνεια μιας αλκαλικής γαίας ή ενός βαριού μετάλλου και τελικά σχηματίζει μια μεμβράνη αδιάλυτου ελαϊκού άλατος.

Στην επίπλευση των μη θειούχων μεταλλευμάτων χρησιμοποιούνται ορισμένα απορρυπαντικά και διαβρεκτικά αντιδραστήρια. Αυτά σχηματίζουν δραστικούς συλλέκτες και υπερέχουν από τη σειρά του ελαϊκού οξέος, γιατί δεν επηρεάζονται από τη σκληρότητα του νερού.

Χαρακτηριστικά αντιδραστήρια αυτού του τύπου είναι τα άλατα των θειικών εστέρων και τα θειώδη με γενικό τύπο: R-O-SO₃M και RSO₃M αντίστοιχα.

Το M μπορεί να είναι αλκάλιο, συνήθως Na και σπανιότερα H ή NH₃.

Το R είναι ευθύγραμμη, διακλαδισμένη ή κυκλική αλυσίδα υδρογονάνθρακα, συνήθως με πολύπλοκη δομή.

Η συνηθέστερη πολική ομάδα είναι η θειική ή θειώδης, αλλά παράγονται και αντιδραστήρια, άλλων ομάδων, όπως φωσφορικών, οξικών, κ.λπ..

2.2 Αφρός – Φυσαλίδες Αέρα

Προκειμένου να ολοκληρωθεί η διαδικασία της επίπλευσης, είναι απαραίτητο να έρθουν σε επαφή τα τεμαχίδια, ή τα συσσωματώματα που έχουν δημιουργηθεί, με τις

φουσαλίδες αέρα και το σύστημα, πλέον, να ανέλθει στην επιφάνεια του πολφού, δημιουργώντας στρώμα αφρού.

Υπάρχουν δύο θεωρίες, σύμφωνα με τις οποίες πραγματοποιείται η επαφή τεμαχιδίου και φουσαλίδας. Σύμφωνα με την πρώτη θεωρία, υπάρχει σταθερή προσκόλληση τεμαχιδίων στις φουσαλίδες αέρα στις κυψέλες με ανάδευση και η προσκόλληση αυτή είναι το αποτέλεσμα της εκλεκτικής κατακρήμνισης αερίου. Ωστόσο, στις κυψέλες με εμφύσηση αέρα η προσκόλληση των τεμαχιδίων στις φουσαλίδες, δεν είναι εκλεκτική και το αποτέλεσμα αυτό δε συνδέεται με την εκλεκτική κατακρήμνιση αερίου [13]. Υποστηρικτές της δεύτερης θεωρίας αναφέρουν πως οι φουσαλίδες συγκρούονται με τα τεμαχίδια, κατά την ανάδευση του πολφού. Ο μηχανισμός αυτός ονομάζεται σύγκρουση τεμαχιδίου – φουσαλίδας [13].

Καθώς η φουσαλίδα ανέρχεται σταδιακά προς την επιφάνεια του αφρού, πλησιάζει πάρα πολλά τεμαχίδια και έρχεται σε επαφή με μερικά εξ αυτών. Θεωρητικές μελέτες κατέληξαν στο συμπέρασμα ότι η πιθανότητα σύγκρουσης της φουσαλίδας με το τεμαχίδιο, εξαρτάται από το μέγεθος του τεμαχιδίου. Ωστόσο, ασφαλή πειραματικά δεδομένα προς επίρρωση των θεωρητικών μελετών είναι δύσκολο να εξαχθούν, καθώς η σύγκρουση τεμαχιδίου και φουσαλίδας δεν συνεπάγεται αναγκαστικά και ένωσή τους. Επιπλέον, μέσα σε ένα ρευστό είναι δύσκολο να διακριθεί η σύγκρουση που δεν κατέληξε σε ένωση, λόγω αστοχίας [19]. Προκειμένου να ξεπεραστούν οι δυσκολίες αυτές, οι ερευνητές στράφηκαν στη μελέτη μεγαλύτερων τεμαχιδίων.

Ωστόσο, πειραματικές μελέτες έρχονταν σε σύγκρουση με τα θεωρητικά δεδομένα, καθώς τα αποτελέσματα για κάποια ορυκτά έδειχναν πως από ένα συγκεκριμένο μέγεθος και κάτω, οι ανακτήσεις παρέμεναν ίδιες. Σημειώνεται πως το μέγεθος αυτό διαφέρει και εξαρτάται από κάθε ορυκτό. Τα αντίθετα αποτελέσματα δεν είναι απόρροια λάθους, αλλά οφείλονται στο γεγονός ότι δεν έχουν συνεκτιμηθεί οι ίδιοι παράγοντες μεταξύ θεωρητικών και πειραματικών δεδομένων. Οι πειραματικές μελέτες περιλάμβαναν όχι μόνο την πιθανότητα σύγκρουσης τεμαχιδίου και φουσαλίδας, αλλά και την πιθανότητα να πραγματοποιηθεί η ένωση των δύο [19].

3. Συσσωμάτωση

Είναι κοινώς αποδεκτό, πως οι ανάγκες των κοινωνιών για ορυκτές πρώτες ύλες είναι ολοένα αυξανόμενες. Κατά συνέπεια, η διαρκώς αυξανόμενη εκμετάλλευση των κοιτασμάτων έχει ως αποτέλεσμα την εξάντληση των πλουσίων και την εκμετάλλευση ολοένα και φτωχότερων, από πλευράς περιεκτικότητας, σε χρήσιμο συστατικό. Η εκμετάλλευση διαρκώς φτωχότερων κοιτασμάτων έχει ως επακόλουθο τη λειοτριβήση σε πολύ μικρά μεγέθη, ακόμα και της τάξης των μερικών μικρών, προκειμένου να επιτευχθεί αποδέσμευση των χρήσιμων ορυκτών [20].

Ωστόσο, η δημιουργία τεμαχίων με πολύ μικρό μέγεθος δημιουργεί τα εξής προβλήματα: δυσκολία διαχωρισμού των χρήσιμων συστατικών από τα στείρα, μικρές ανακτήσεις χρήσιμου συστατικού και περιβαλλοντική επιβάρυνση [21]. Επιπρόσθετα, όσο αυξάνεται ο βαθμός λειοτριβήσης των τεμαχιδίων, τόσο αυξάνεται η ειδική τους επιφάνεια, αλλά και οι επιφανειακές τάσεις που αναπτύσσονται είναι ισχυρές. Επομένως, η εκλεκτική προσρόφιση των αντιδραστηρίων επηρεάζεται αρνητικά, ενώ παρατηρούνται και φαινόμενα παγιδύσεων στείρου υλικού στο συμπύκνωμα ή και χρήσιμου συστατικού στο απόρριμμα, με τις αντίστοιχες συνέπειες στην καθαρότητα και την ανάκτηση [22].

Όπως ειπώθηκε σε προηγούμενο κεφάλαιο, η μέθοδος της επίπλευσης αναπτύχθηκε προκειμένου να αντιμετωπιστούν, κατά κύριο λόγο, τα προβλήματα ανάκτησης τεμαχιδίων μικρού μεγέθους. Επίσης, η επίπλευση εφαρμόστηκε και ως μέθοδος διαχωρισμού πολύ λεπτομερών τεμαχιδίων (-75 μm). Ωστόσο, η επίπλευση των τεμαχιδίων, ως ανεξάρτητες μονάδες, δεν ικανοποίησε τις απαιτήσεις για ευκολία στην επεξεργασία, ή για ιδιαίτερα υψηλές ανακτήσεις, σε αντίθεση με την επίπλευση των χονδρομερέστερων. Για τον λόγο αυτό, η έρευνα στράφηκε στην επίπλευση των πολύ λεπτομερών τεμαχιδίων ως υδρόφοβα συσσωματώματα [23].

Η μέθοδος αυτή εκμεταλλεύεται τις αλληλεπιδράσεις μεταξύ των τεμαχιδίων εξαιτίας της υδροφοβίας τους, επίκτητης ή φυσικής, προς σχηματισμό συσσωματωμάτων εντός υδατικών διαλυμάτων [24]. Η επιφάνεια των τεμαχιδίων καθώς και τα αντιδραστήρια που χρησιμοποιούνται, πρέπει να εμφανίζουν την ίδια πολικότητα, ενώ η υγρή φάση μέσα στην οποία είναι διασπαρμένα τα τεμαχίδια, πρέπει να εμφανίζει αντίθετη πολικότητα [21]. Η υγρή φάση συμβάλλει στη μεταβολή των φυσικοχημικών ιδιοτήτων

της επιφάνειας των τεμαχιδίων, έτσι ώστε να εμφανιστεί ή να ενισχυθεί η υδροφοβία και να επιτευχθεί η συσσωμάτωση.

Τα συσσωματώματα αποτελούνται από μια συμπαγή δομή, έχουν επιφάνειες με υδρόφοβες ιδιότητες και εμφανίζουν όμοια συμπεριφορά στην επίπλευση, με αυτήν των τεμαχιδίων με ίδιο μέγεθος. Όσο πιο έντονη υδροφοβία παρουσιάζουν τα λεπτομερή τεμαχίδια, τόσο πιο σταθερά συσσωματώματα σχηματίζονται, καθώς τα μεμονωμένα τεμαχίδια έλκονται και συγκρατούνται ισχυρά [25]. Βέβαια, εκτός από την έντονη υδροφοβία, καθοριστικό ρόλο διαδραματίζουν το ηλεκτρικό φορτίο της επιφάνειας των τεμαχιδίων, το μέγεθος τους αλλά και η κοκκομετρική τους κατανομή [26].

Προκειμένου να επιτευχθεί η συσσωμάτωση, είναι απαραίτητη η χρήση αντιδραστηρίων. Τα αντιδραστήρια προσροφούνται αποκλειστικά στην επιφάνεια των τεμαχιδίων, τα οποία πρόκειται να συσσωματωθούν, ενώ τα υπόλοιπα παραμένουν διασπαρμένα στον πολφό, κάνοντας σαφή την έννοια της εκλεκτικής συσσωμάτωσης [27].

Τα συνηθέστερα χρησιμοποιούμενα αντιδραστήρια είναι συνθετικά πολυμερή, όπως η πολυακρυλαμίδη, τα πολυακρυλικά οξέα και τα παράγωγά τους. Ωστόσο, το μεγάλο μειονέκτημα των ουσιών αυτών είναι πως δεν είναι βιοαποικοδομήσιμες [28] και αποτελούν κίνδυνο για τη δημόσια υγεία [29]. Εξαιτίας των σοβαρών αυτών μειονεκτημάτων, η επιστημονική κοινότητα, έστρεψε την προσοχή της στη χρήση φυσικών πολυσακχαριτών και των παραγώγων τους, όπως το άμυλο [30] και η κυτταρίνη [31].

Σε αυτό το σημείο, αξίζει να γίνει μια περαιτέρω αναφορά στην κυτταρίνη, καθώς η αμφίφυλη μορφή της τροποποιημένης νανοκυτταρίνης έχει χρησιμοποιηθεί ως συλλέκτης στο σύστημα αιματίτης – χαλαζίας, ενώ η υδρόφιλη ως καταβυθιστικό και των δύο ορυκτών, με μεγαλύτερη καταβυθιστική δράση στον αιματίτη με pH = 6 [32]. Η αλληλεπίδραση μεταξύ τεμαχιδίων αιματίτη και χαλαζία με τεμαχίδια κυτταρίνης έχει παρατηρηθεί για μέγεθος μερικών νανόμετρων. Επομένως, η χρήση της κυτταρίνης ως εκλεκτικό κροκιδωτικό αντιδραστήριο στο σύστημα αιματίτης – χαλαζίας είναι πολύ πιθανή, αλλά ακόμα η δράση της δεν έχει μελετηθεί πλήρως.

Κατά την επίπλευση, οι απαιτήσεις ως προς τη συσσωμάτωση είναι ιδιαίτερα σαφείς και αυστηρές. Η εκλεκτική κροκίδωση πραγματοποιείται, προκειμένου η υδροφοβία και η έλξη μεταξύ των τεμαχιδίων, που συγκροτούν το συσσωμάτωμα, να είναι ελεγχόμενες. Οι αλληλεπιδράσεις μεταξύ τεμαχιδίων και κροκιδωτικού αντιδραστηρίου δεν πρέπει να είναι πολύ ισχυρές, διότι παγιδεύονται ανεπιθύμητα ορυκτά στα συσσωματώματα και παύει να υφίσταται η εκλεκτικότητα στον διαχωρισμό. Επιπρόσθετα, πολύ σημαντικό ρόλο παίζουν το σχήμα, και η δομή των συσσωματωμάτων στη ρεολογία του πολφού [33], αλλά και στην αλληλεπίδρασή τους με τις φυσαλίδες του αέρα [34].

Οι επικαλύψεις τεμαχιδίων από άλλα μικρότερου μεγέθους συνιστούν τυπικό πρόβλημα κατά την επίπλευση πολύ λεπτομερών τεμαχιδίων. Τα πολύ λεπτομερή τεμαχίδια έχουν την τάση να επικάθονται σε τεμαχίδια άλλου ορυκτού με ελαφρώς μεγαλύτερο μέγεθος, αποτρέποντας τα δεύτερα να επιπλεύσουν σωστά [14].

Εκτός των φαινομένων επικάλυψης μεταξύ ορυκτών διαφορετικού είδους, έχουν παρατηρηθεί και φαινόμενα επικάλυψης μεταξύ ομοειδών τεμαχιδίων, διαφορετικού μεγέθους. Χαρακτηριστικό παράδειγμα αποτελούν τα μεταλλεύματα σιδήρου, όπου λεπτομερή και χονδρομερή τεμαχίδια αιματίτη συνυπάρχουν στον πολφό της επίπλευσης και οδηγούνται στο συμπύκνωμα [35].

Όπως είναι αναμενόμενο, η διαφοροποίηση στα μεγέθη των τεμαχιδίων έχει ποικίλες επιπτώσεις στην ανάκτηση όλων των ορυκτών, συμπεριλαμβανομένου και του αιματίτη. Εν γένει, τα αποτελέσματα μελετών καταδεικνύουν πως τα ποσοστά ανάκτησης λεπτομερών τεμαχιδίων είναι μειωμένα σε σχέση με εκείνα των χονδρομερέστερων. Όταν λοιπόν αναμειγνύονται λεπτομερή και χονδρομερή τεμαχίδια αιματίτη με λόγο μαζών μεταξύ 0 και 0,1 (λόγος μαζών = λεπτομερή/χονδρομερή), τότε παρατηρείται μειωμένη ανάκτηση. Δε θα πρέπει να αγνοηθεί το γεγονός ότι τα μεγαλύτερου μεγέθους τεμαχίδια λειτουργούν ως φορείς των μικρότερων και οδηγούν σε υψηλές ανακτήσεις, με την προϋπόθεση ότι ο λόγος μαζών κυμαίνεται μεταξύ 0,5 και 0,75 [35].

Εξάγεται, λοιπόν, το γενικότερο συμπέρασμα πως, όταν χρησιμοποιούνται για επίπλευση κλάσματα ομοειδών τεμαχιδίων με ευρύ κοκκομετρικό εύρος, τα ποσοστά ανάκτησης διαφοροποιούνται ανάλογα με το λόγο μαζών. Όταν ο λόγος παίρνει τις

ακραίες τιμές, τότε σημειώνονται χαμηλές ανακτήσεις, ενώ, όταν ο λόγος μαζών είναι περί το 0,5, τότε επιτυγχάνονται θετικά αποτελέσματα.

Εκτός των παραπάνω, υπάρχει μια κατηγορία πολυμερών, τα οποία εμφανίζουν διαφορετική συμπεριφορά, ανάλογα με τη θερμοκρασία στην οποία δρουν [36]. Τα πολυμερή αυτά, ευρισκόμενα εντός υδατικών διαλυμάτων, δρουν είτε ως συλλέκτες, είτε ως διασπορικά αντιδραστήρια, ανάλογα με το αν βρίσκονται πάνω ή κάτω από μια χαρακτηριστική θερμοκρασία, γνωστή ως θερμοκρασία μετάβασης [37].

Στην επίπλευση, όπως ειπώθηκε και προηγουμένως, αποτελεί τροχοπέδη η επικάλυψη τεμαχιδίων στείρου μεταλλεύματος επάνω σε λεπτομερή τεμαχίδια του χρήσιμου συστατικού. Η παραπάνω κατηγορία πολυμερών δύναται να εξαλείψει το πρόβλημα αυτό, συσσωματώνοντας εκλεκτικά τα χρήσιμα τεμαχίδια, εκμεταλλευόμενη τον διττό τους χαρακτήρα.

Χρησιμοποιώντας τα πολυμερή ως συλλέκτες και δημιουργώντας συσσωματώματα από πολύ λεπτομερή τεμαχίδια, δίνεται λύση στο μείζον ζήτημα της επίπλευσης, το οποίο δεν είναι άλλο, από τις μεγάλες απώλειες των πολύ λεπτομερών τεμαχιδίων χρήσιμου συστατικού, ή της μόλυνσης του συμπυκνώματος, εάν το στείρο υλικό είναι και αυτό λεπτομερές. Επιπρόσθετα προβλήματα, που δημιουργούνται από τα πολύ λεπτομερή τεμαχίδια, είναι οι επικαλύψεις, η οξείδωση των επιφανειών τους, γεγονός που τα καθιστά χημικά ανενεργά, αλλά και οι μεγάλες απαιτήσεις σε αντιδραστήρια εξαιτίας της μεγάλης ειδικής τους επιφάνειας.

Τα κύριο μειονέκτημα αυτής της κατηγορίας υλικών είναι το αυξημένο κόστος τόσο για το υλικό αυτό καθ' αυτό, σε σύγκριση με τους κλασσικούς συλλέκτες, όσο και για την αναγκαιότητα θέρμανσης, προκειμένου να δράσουν τα πολυμερή.

Πάντως, στην παρούσα εργασία για τη συσσωμάτωση των λεπτομερών τεμαχιδίων χρησιμοποιήθηκε κλασσικό συλλεκτικό αντιδραστήριο.

4. Πειραματική Διαδικασία

Η πειραματική διαδικασία της παρούσας εργασίας διακρίνεται σε δύο στάδια. Σε πρώτη φάση, πραγματοποιήθηκαν δοκιμές σε κάθε ένα από τα δύο ορυκτά ξεχωριστά (Fe_2O_3 , SiO_2), προκειμένου να προσδιοριστούν οι βέλτιστες παράμετροι που θα εφαρμοστούν κατά την επίπλευση. Οι παράμετροι, οι οποίες μελετήθηκαν, είναι το pH, η ποσότητα του συλλέκτη, ο χρόνος προοδοποίησης και ο χρόνος καθίζησης.

Στη συνέχεια, σύμφωνα με τα αποτελέσματα που προέκυψαν από την πρώτη φάση, πραγματοποιήθηκαν δοκιμές επίπλευσης, τόσο με καθένα ορυκτό ξεχωριστά όσο και με τεχνητό μίγμα αυτών.

4.1 Υλικά – Προετοιμασία

Τα υλικά που χρησιμοποιήθηκαν ήταν χαλαζίας (SiO_2) και αιματίτης (Fe_2O_3). Ο χαλαζίας προερχόταν από δείγμα που υπήρχε στο Εργαστήριο Εμπλουτισμού. Σε αυτό το δείγμα έγινε επιλογή σχετικά μεγάλων τεμαχίων με χειροδιαλογή, με κριτήριο την καθαρότητά τους. Ο αιματίτης είχε αγοραστεί από την εταιρία Alfa Aesar GmbH & Co KG, είχε καθαρότητα 99,5% και ήταν λεπτομερής, όπως διαπιστώθηκε μακροσκοπικά.

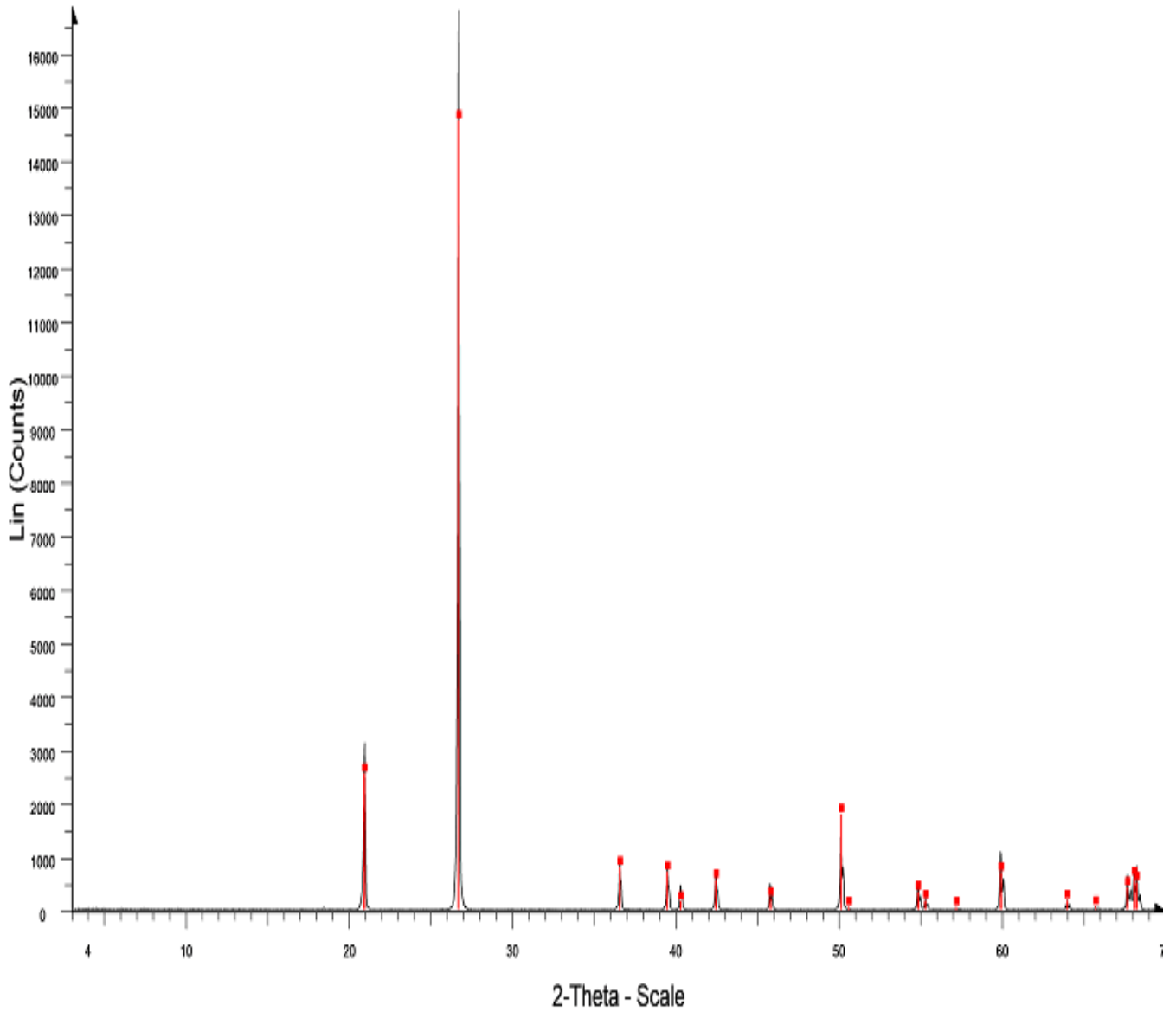
Πριν την έναρξη των πειραμάτων, ήταν αναγκαία η προετοιμασία των υλικών ώστε να αποκτήσουν μικρό μέγεθος. Αρχικά, δείγμα χαλαζία, λειοτριβήθηκε στο Εργαστήριο Εμπλουτισμού Μεταλλευμάτων στον λειοτριβέα LABTECHNICKS. Αυτό το μηχάνημα φέρει υποδοχέα δείγματος και δακτύλιο, ενώ η λειοτριβήση επιτυγχάνεται με τριβή και συμπίεση μεταξύ του περιστρεφόμενου εσωτερικού δακτυλίου και του σταθερού εξωτερικού τοιχώματος του υποδοχέα δείγματος (Εικόνα 3).

Για τις μικροσκοπικές παρατηρήσεις χρησιμοποιήθηκαν το στερεοσκοπικό μικροσκόπιο Wild Heerbrugg και το μικροσκόπιο διερχομένου φωτός Zeiss Axioskop Model 40.



Εικόνα 3: Λειοτριβέας LABTECHNICKS

Στη συνέχεια, το λειοτριβημένο δείγμα υποβλήθηκε σε ορυκτολογική και κοκκομετρική ανάλυση, τα αποτελέσματα των οποίων δίνονται, αντίστοιχα, στο Διάγραμμα 1 και στον Πίνακα 1.



File: 1XORIS PASS SEP 18 RECV SL_3_E0732 1_white_TRIANTAFILIDIS.raw - Type: 2Th/Th locked - Start: 3.010 ° - End: 69.990 ° - Step: 0.020 ° - Step time: 2. s - Temp.: 25 °C (Room) - Time St
 Operations: Background 1,000,1,000 | Import
 03-065-0466 (C) - Quartz low, syn - SiO2 - Y: 87.60 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Hexagonal - a 4.91410 - b 4.91410 - c 5.40600 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - P3221 (154) -

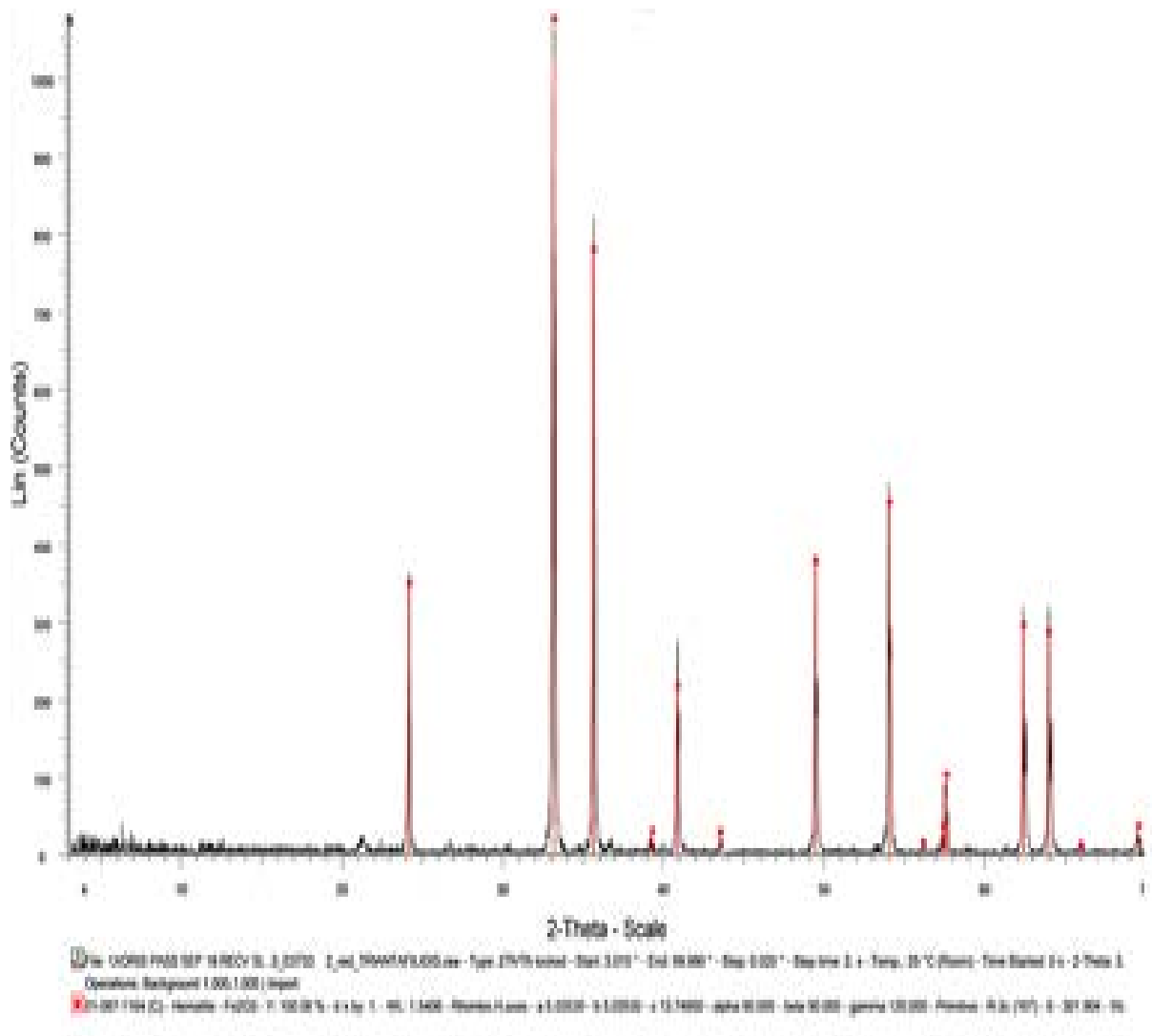
Διάγραμμα 1: Ορυκτολογική ανάλυση χαλαζία

Πίνακας 1: Κοκκομετρική ανάλυση χαλαζία

Result: Analysis Table

ID:	Run No: 1	Measured: 6/3/2019 12:17ii					
File: S_QUARTZ	Rec. No: 1	Analy sed: 6/3/2019 12:17ii					
Path: C:\SIZERMU\DATA\		Source: Analysed					
Sampler: Internal		Measured Beam Obscuration: 14.6 %					
Presentation: 4OHD	Analysis: Poly disperse	Residual: 0.427 %					
Modifications: None							
Conc. = 0.0224 %Vol	Density = 1.000 g/cm ³	S.S.A.= 0.8216 m ² /g					
Distribution: Volume	D[4, 3] = 69.20 um	D[3, 2] = 7.30 um					
D(v, 0.1) = 3.03 um	D(v, 0.5) = 51.45 um	D(v, 0.9) = 165.19 um					
Span = 3.152E+00	Uniformity = 9.992E-01						
Size (um)	Volume Under%	Size (um)	Volume Under%	Size (um)	Volume Under%	Size (um)	Volume Under%
0.31	0.00	1.95	7.10	12.21	23.11	76.32	62.21
0.36	0.16	2.28	8.04	14.22	25.32	88.91	67.82
0.42	0.47	2.65	9.06	16.57	27.72	103.58	73.68
0.49	0.92	3.09	10.15	19.31	30.28	120.67	79.49
0.58	1.46	3.60	11.29	22.49	32.93	140.58	84.93
0.67	2.07	4.19	12.47	26.20	35.68	163.77	89.75
0.78	2.72	4.88	13.69	30.53	38.52	190.80	93.76
0.91	3.39	5.69	14.95	35.56	41.51	222.28	96.84
1.06	4.06	6.63	16.29	41.43	44.76	258.95	98.93
1.24	4.75	7.72	17.73	48.27	48.36	301.68	100.00
1.44	5.47	9.00	19.33	56.23	52.43		
1.68	6.25	10.48	21.11	65.51	57.05		

Ο αιματίτης, όπως αναφέρθηκε προηγουμένως, είχε μικρό μέγεθος και γι' αυτό δεν υποβλήθηκε σε διαδικασίες ελάττωσης του μεγέθους αλλά σε ορυκτολογική και κοκκομετρική ανάλυση. Τα αποτελέσματα παρουσιάζονται, αντίστοιχα, στο Διάγραμμα 2 και στον Πίνακα 2.



Διάγραμμα 2: Ορυκτολογική ανάλυση αιματίτη

Πίνακας 2: Κοκκομετρική ανάλυση αιματίτη

Result: Analysis Table

ID:	Run No: 2	Measured: 6/3/2019 12:36ii					
File: S_HEMAT	Rec. No: 1	Analy sed: 6/3/2019 12:36ii					
Path: C:\SIZERMU\DATA\		Source: Analysed					
Sampler: Internal		Measured Beam Obscuration: 29.0 %					
Presentation: 4OHD	Analysis: Poly disperse	Residual: 0.567 %					
Modifications: None							
Conc. = 0.0175 %Vol	Density = 1.000 g/cm ³	S.S.A.= 2.5578 m ² /g					
Distribution: Volume	D[4, 3] = 29.53 um	D[3, 2] = 2.35 um					
D(v, 0.1) = 0.70 um	D(v, 0.5) = 8.54 um	D(v, 0.9) = 89.33 um					
Span = 1.038E+01	Uniformity = 3.166E+00						
Size (um)	Volume Under%	Size (um)	Volume Under%	Size (um)	Volume Under%	Size (um)	Volume Under%
0.31	0.00	1.95	25.37	12.21	54.11	76.32	86.14
0.36	0.78	2.28	28.33	14.22	56.08	88.91	89.89
0.42	2.27	2.65	31.47	16.57	58.15	103.58	93.27
0.49	4.31	3.09	34.66	19.31	60.26	120.67	96.04
0.58	6.70	3.60	37.73	22.49	62.36	140.58	98.05
0.67	9.25	4.19	40.56	26.20	64.46	163.77	99.28
0.78	11.76	4.88	43.08	30.53	66.67	190.80	99.85
0.91	14.12	5.69	45.26	35.56	69.11	222.28	100.00
1.06	16.29	6.63	47.17	41.43	71.88	258.95	100.00
1.24	18.34	7.72	48.90	48.27	75.02	301.68	100.00
1.44	20.43	9.00	50.56	56.23	78.52		
1.68	22.74	10.48	52.28	65.51	82.28		

Προβαίνοντας σε μια σύγκριση της κοκκομετρίας των δύο ορυκτών, παρατηρείται πως το 50% των τεμαχιδίων αιματίτη έχει μέγεθος μικρότερο των 8,54μm, ενώ το αντίστοιχο ποσοστό στον χαλαζία αντιστοιχεί σε μέγεθος μικρότερο των 51,45μm. Επιπρόσθετα, το 90% των τεμαχιδίων αιματίτη έχει μέγεθος κάτω από 89,33 μm. Αντίθετα, το 90% των τεμαχιδίων χαλαζία έχει μέγεθος μικρότερο των 165,19μm, μέγεθος διπλάσιο συγκριτικά με εκείνο του αιματίτη. Τέλος, λαμβάνοντας υπ' όψη ότι τα τεμαχίδια από πλευράς εμπλουτισμού χαρακτηρίζονται ως λεπτομερή όταν έχουν μέγεθος μικρότερο από 75 μm, παρατηρούμε ότι το ποσοστό των ορυκτών με μέγεθος $76,32 \mu\text{m}$ (κοντά στο συμβατικό όριο των 75 μm) είναι αντίστοιχα 86,14% για τον αιματίτη και 62,21% για τον χαλαζία. Συμπερασματικά, είναι και τα δυο υλικά είναι πολύ λεπτομερή, με τον αιματίτη να είναι λεπτομερέστερος του χαλαζία.

Επίσης, από τα Διαγράμματα 1 και 2, παρατηρούμε ότι και τα δυο ορυκτά είναι καθαρά.

4.2 Κυψέλη Επίπλευσης

Η κυψέλη που χρησιμοποιήθηκε, είναι η κυψέλη Denver χωρητικότητας 1 λίτρου (Εικόνα 4), η οποία ανήκει στην κατηγορία των κυψελών μηχανικής ανάδευσης, καθώς η αιώρηση του πολφού και το ρεύμα από τις φυσαλίδες επιτυγχάνεται από την περιστροφή της περωτής [13]. Η κυψέλη αυτή αποτελείται από ένα ορθογώνιο δοχείο, το οποίο στο κέντρο φέρει άξονα με περωτή. Ο άξονας καλύπτεται από ομόκεντρο σωλήνα, με τον οποίο ρυθμίζεται η παροχή του αέρα. Η περιστροφή της περωτής δημιουργεί υποπίεση, από την οποία αναρροφείται ο αέρας. Ο αέρας κατέρχεται στην περωτή, εμπλέκεται από την περωτή σε στροβιλισμό και διαμερίζεται σε πολυάριθμες μικρές φυσαλίδες. Οι ανερχόμενες φυσαλίδες συγκρούονται με τα τεμαχίδια, παραλαμβάνουν μόνο τα υδρόφοβα και τα μεταφέρουν στην επιφάνεια του πολφού. Το σύστημα φυσαλίδα-τεμαχίδια απομακρύνεται από τον πολφό με μηχανικά μέσα.



Εικόνα 4: Κυψέλη επίπλευσης DENVER

4.3 Αντιδραστήρια

Ως συλλέκτης χρησιμοποιήθηκε το σουλφονικό αντιδραστήριο Aerofloat 825. Για τη ρύθμιση του pH χρησιμοποιήθηκαν θειικό οξύ (H_2SO_4) και υδροξείδιο του καλίου (KOH). Ως αφριστικό αντιδραστήριο στην επίπλευση χρησιμοποιήθηκε μείγμα αλειφατικών, υδροξυλιωμένων υδρογονανθράκων.

4.4 Διαδικασία

Η μεθοδολογία που ακολουθήθηκε ήταν κοινή και για τα δύο ορυκτά και συνοψίζεται στα εξής βήματα:

- 1) 1g υλικού προστίθεται σε ποτήρι ζέσεως.
- 2) Στο ίδιο ποτήρι προστίθεται συγκεκριμένη ποσότητα διαλύματος συλλέκτη κάθε φορά.
- 3) Το διάλυμα που προκύπτει, αραιώνεται μέχρι τα 200ml.
- 4) Ακολουθεί προοδοποίηση του διαλύματος και καθίζηση των αιωρούμενων σωματιδίων.
- 5) Τόσο το υπερκείμενο όσο και το καθιζήσαν τμήμα του διαλύματος οδηγούνται για διήθηση.
- 6) Οι πλακούντες (πάστες) της διήθησης τοποθετούνται στο ξηραντήριο.
- 7) Με την ολοκλήρωση της ξήρανσης, το στερεό υπόλειμμα ζυγίζεται.

Επίσης, θα πρέπει να τονιστεί ότι πραγματοποιήθηκαν και λευκά πειράματα, δηλαδή πειράματα χωρίς την προσθήκη συλλέκτη, προκειμένου να προσδιοριστεί και στη συνέχεια να αφαιρεθεί η επίδραση της βαρύτητας στην καθίζηση των σωματιδίων. Με αυτόν τον τρόπο εξασφαλίζεται πως τα αποτελέσματα καταγράφουν αποκλειστικά και μόνο την επίδραση του συλλέκτη. Τα πειράματα αυτά ακολουθούν τη διαδικασία που παρατέθηκε παραπάνω, με παράλειψη, όμως, του βήματος 2.

Το διάλυμα συλλέκτη που χρησιμοποιήθηκε είχε περιεκτικότητα 0,01% κ.β.

4.5 Επίδραση του pH

Στις δοκιμές αυτές εξετάστηκε η επίδραση του pH στο βάρος του υλικού που καθιζάνει λόγω συσσωμάτωσης. Οι υπόλοιπες παράμετροι διατηρήθηκαν σταθερές στις εξής τιμές:

- διάλυμα συλλέκτη 20 ml
- χρόνος προοδοποίησης 3 min
- ταχύτητα αναδευτήρα 600 rpm
- χρόνος καθίζησης 1 min

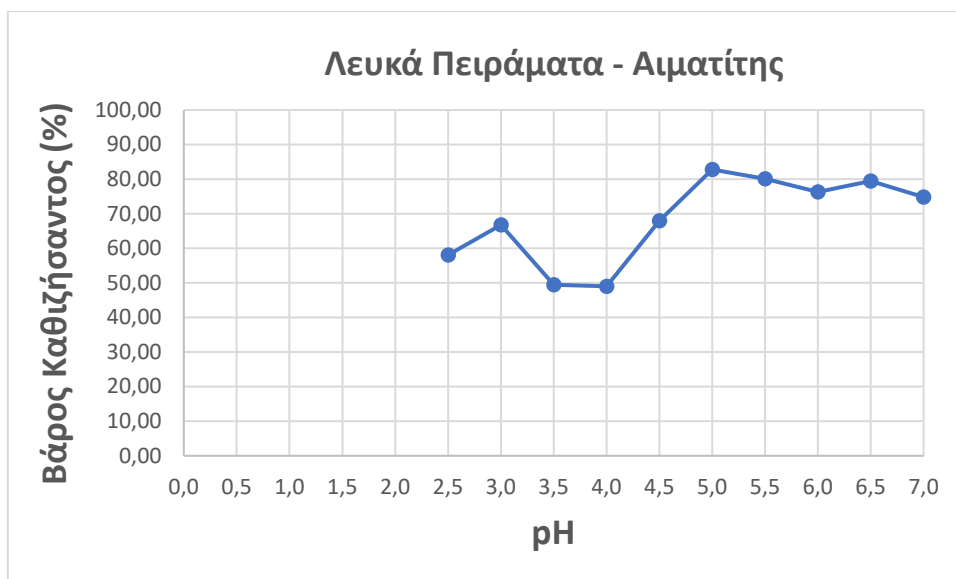
4.5.1 Αιματίτης

Στους Πίνακες 3-5 και στα Διαγράμματα 3-5, παρατίθενται τα αποτελέσματα των δοκιμών επίπλευσης του αιματίτη, τόσο για τα λευκά πειράματα (χωρίς συλλέκτη), όσο και για τα πειράματα με συλλέκτη.

Λευκά Πειράματα

Πίνακας 3: Αποτελέσματα καθίζησης αιματίτη σε συνάρτηση με το pH χωρίς προσθήκη συλλέκτη (λευκά πειράματα)

pH	Βάρος Υπερκειμένου (%)	Βάρος Καθιζήσαντος (%)
2,5	41,90	58,10
3,0	33,25	66,75
3,5	50,56	49,44
4,0	50,97	49,03
4,5	32,00	68,00
5,0	17,21	82,79
5,5	19,93	80,07
6,0	23,74	76,26
6,5	20,52	79,48
7,0	25,15	74,85

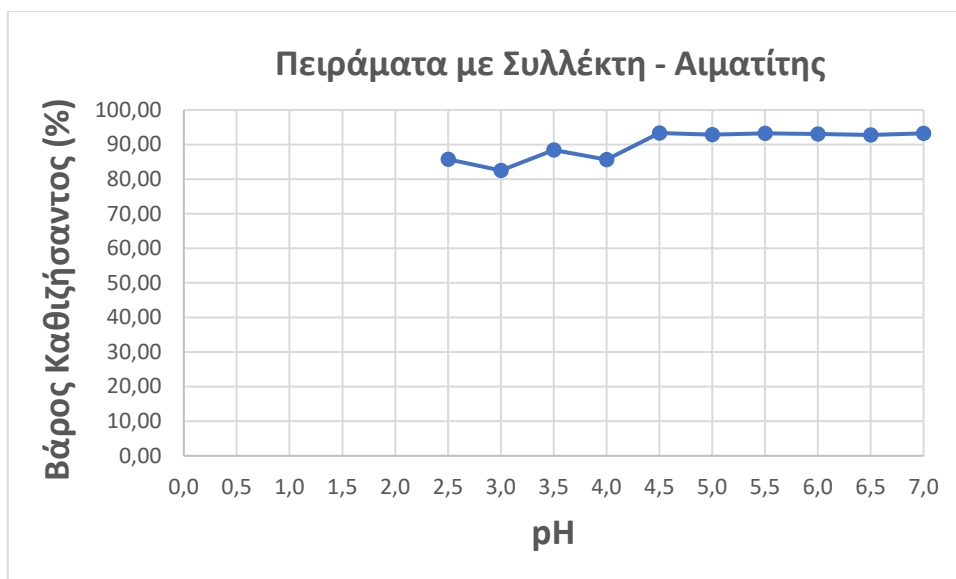


Διάγραμμα 3: Βάρος αιματίη που καθιζάνει σε συνάρτηση με το pH χωρίς συλλέκτη (λευκά πειράματα)

Πειράματα με Συλλέκτη

Πίνακας 4: Αποτελέσματα καθίζησης αιματίη σε συνάρτηση με το pH για πειράματα με συλλέκτη

pH	Βάρος Υπερκειμένου (%)	Βάρος Καθιζήσαντος (%)
2,5	14,26	85,74
3,0	17,49	82,51
3,5	11,53	88,47
4,0	14,37	85,63
4,5	6,66	93,34
5,0	7,15	92,85
5,5	6,77	93,23
6,0	6,90	93,10
6,5	7,23	92,77
7,0	6,75	93,25

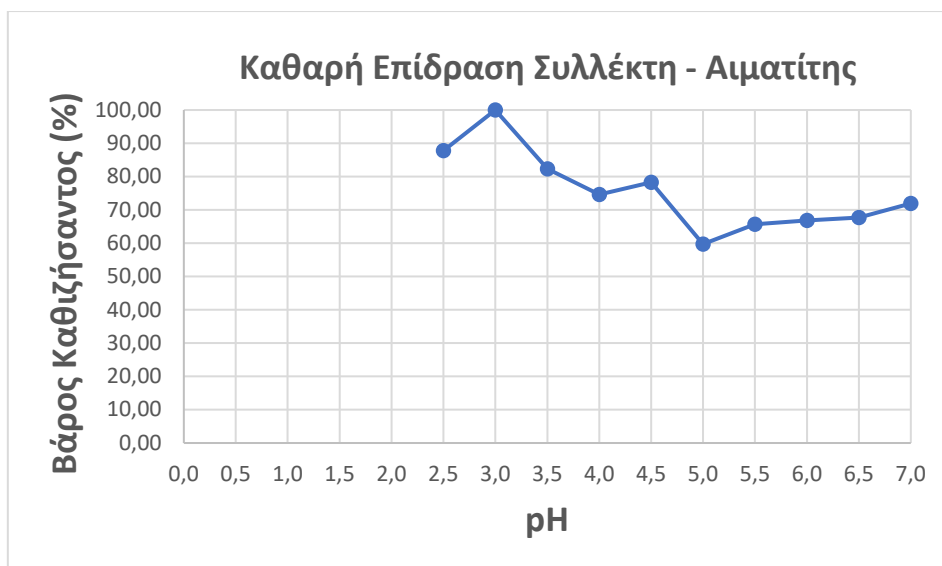


Διάγραμμα 4: Αποτελέσματα καθίζησης αιματίτη σε συνάρτηση με το pH για πειράματα με συλλέκτη

Αφαιρώντας λοιπόν το βάρος του υλικού που καθιζάνει με την επίδραση της βαρύτητας από το αντίστοιχο βάρος παρουσία συλλέκτη, προσδιορίζεται η καθαρή ανάκτηση αιματίτη ως ακολούθως (Πίνακας 5, Διάγραμμα 5).

Πίνακας 5: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με το pH

pH	Βάρος Καθιζήσαντος (%)
2,5	87,87
3,0	100,00
3,5	82,30
4,0	74,62
4,5	78,24
5,0	59,73
5,5	65,64
6,0	66,80
6,5	61,70
7,0	71,89



Διάγραμμα 5: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με το pH

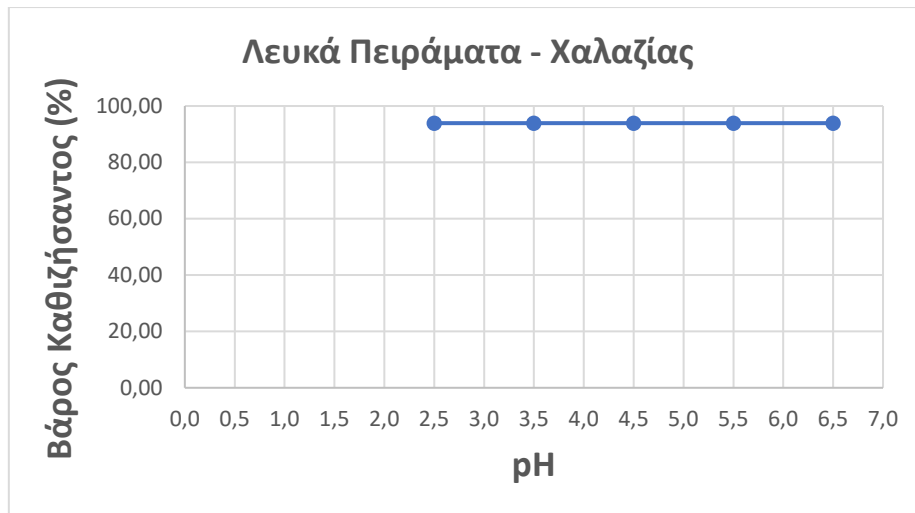
4.5.2 Χαλαζίας

Στους Πίνακες 6-8 και στα Διαγράμματα 6-8, παρατίθενται τα αποτελέσματα των δοκιμών επίπλευσης του χαλαζία, τόσο για τα λευκά πειράματα (χωρίς συλλέκτη) όσο και για τα πειράματα με συλλέκτη.

Λευκά Πειράματα

Πίνακας 6: Αποτελέσματα καθίζησης χαλαζία χωρίς συλλέκτη (λευκά πειράματα) σε συνάρτηση με το pH

pH	Βάρος Υπερκειμένου (%)	Βάρος Καθιζήσαντος (%)
2,5	3,47	96,53
3,5	5,09	94,91
4,5	3,73	96,27
5,5	10,26	89,73
6,5	7,84	92,16

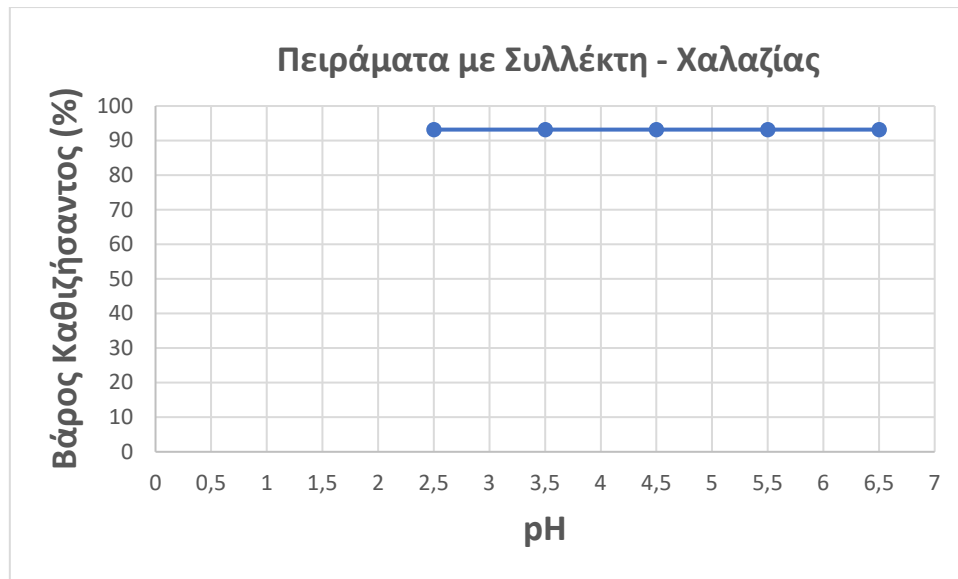


Διάγραμμα 6: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει χωρίς συλλέκτη (λευκά πειράματα) σε συνάρτηση με το pH

Πειράματα με συλλέκτη

Πίνακας 7: Αποτελέσματα καθίζησης χαλαζία για πειράματα με συλλέκτη σε συνάρτηση με το pH

pH	Βάρος Υπερκειμένου (%)	Βάρος Καθιζήσαντος (%)
2,5	4,06	95,94
3,5	5,25	94,75
4,5	10,27	89,73
5,5	9,23	90,77
6,5	5,32	94,68

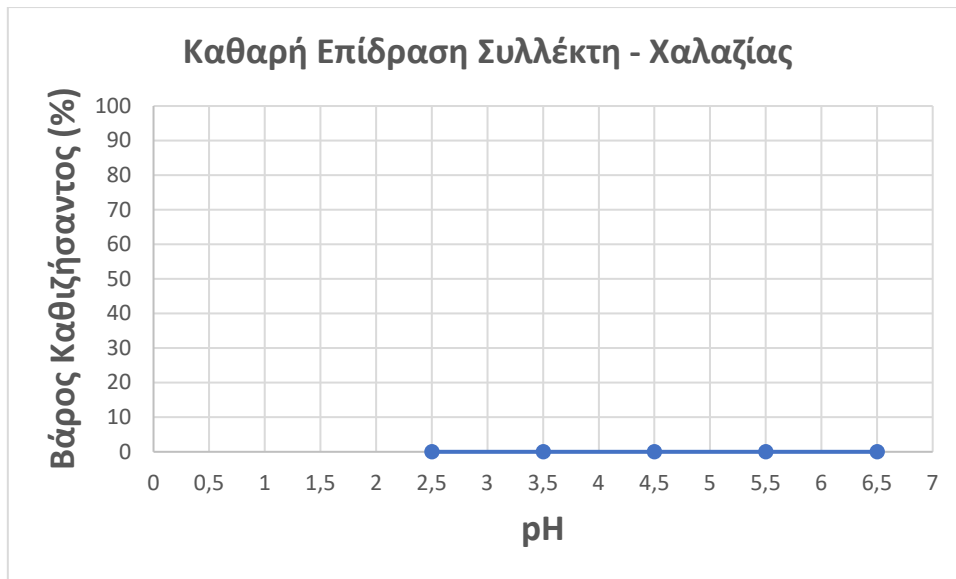


Διάγραμμα 7: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει σε πειράματα με συλλέκτη σε συνάρτηση με το pH

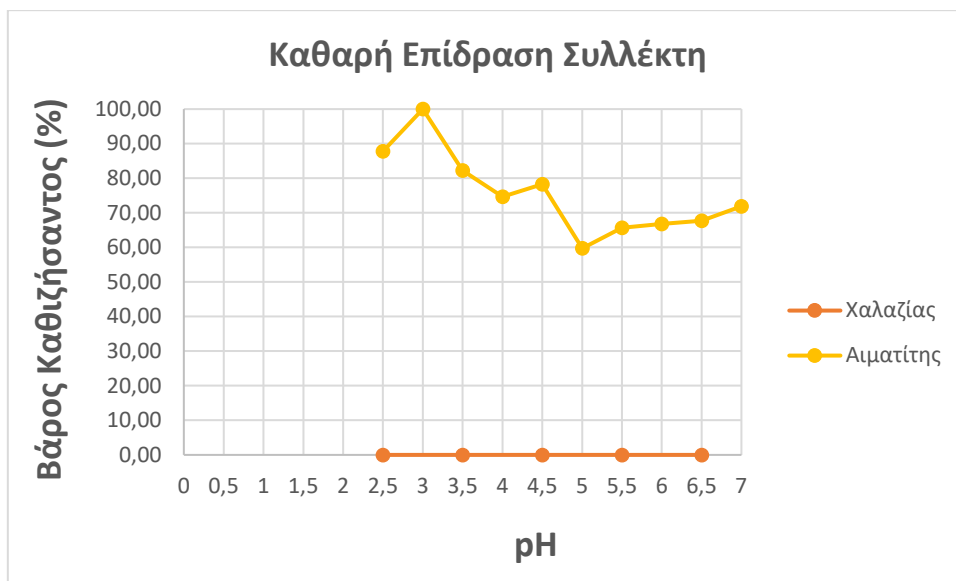
Αφαιρώντας το βάρος του υλικού που καθιζάνει χωρίς συλλέκτη (λευκά πειράματα) από το βάρος του υλικού που καθιζάνει με προσθήκη συλλέκτη, προκύπτει το βάρος του υλικού που καθιζάνει αποκλειστικά από την επίδραση του συλλέκτη.

Πίνακας 8: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με το pH

pH	Βάρος Καθιζήσαντος (%)
2,5	0,00
3,5	0,00
4,5	0,00
5,5	0,00
6,5	0,00



Διάγραμμα 8: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με το pH



Διάγραμμα 9: Βάρος αιματίτη και βάρος χαλαζία που καθιζάνουν υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με το pH

Στο Διάγραμμα 9 παρουσιάζονται τα συγκεντρωτικά αποτελέσματα για τα δυο ορυκτά που καθιζάνουν αποκλειστικά λόγω της επίδρασης του συλλέκτη σε συνάρτηση με το pH. Σύμφωνα με αυτό, το μεγαλύτερο βάρος αιματίτη που καθιζάνει παρατηρείται στην όξινη περιοχή του pH, με μέγιστο σε pH = 3, που φθάνει το 100%. Ωστόσο, προς

αποφυγή φαινομένων διαλυτοποίησης σιδήρου από τον αιματίτη και πιθανής ενεργοποίησης των τεμαχιδίων του χαλαζία από τα ιόντα σιδήρου, θεωρήθηκε προτιμότερο να επιλεγεί η τιμή $\text{pH} = 4$ για να γίνουν τα επόμενα πειράματα, παρά το γεγονός ότι το βάρος του αιματίτη είναι μικρότερο. Επίσης, από το Διάγραμμα 9 προκύπτει πως ο σουλφονικός συλλέκτης δεν έχει επίδραση στα τεμαχίδια χαλαζία, ανεξαρτήτως τιμής pH , γεγονός που αποδεικνύει την εκλεκτική του δράση.

4.6 Επίδραση της Ποσότητας Συλλέκτη

Οι συνθήκες με τις οποίες πραγματοποιήθηκαν οι δοκιμές μεταβολής της ποσότητας διαλύματος συλλέκτη, ήταν οι εξής:

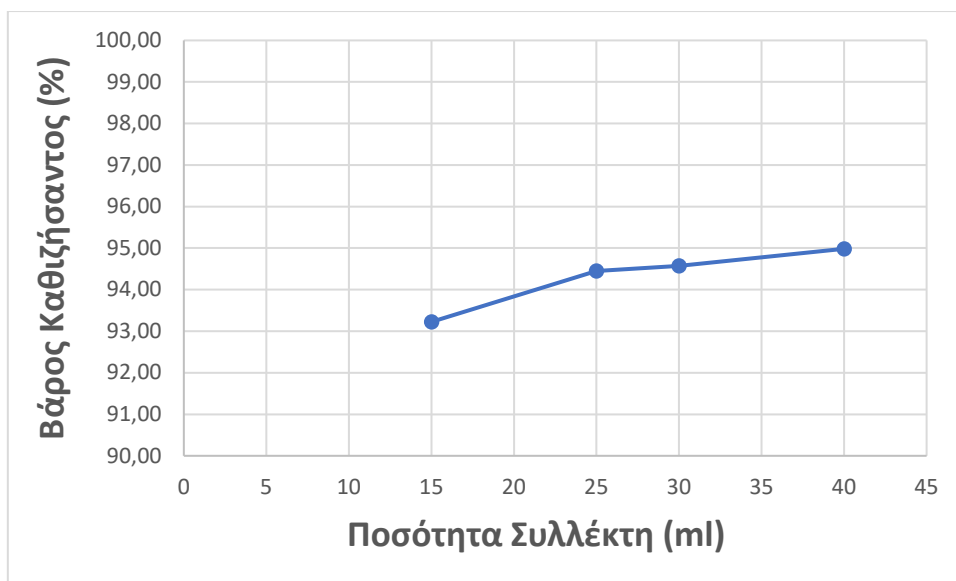
- $\text{pH} = 4$
- χρόνος προοδοποίησης 3 min
- ταχύτητα ανάδευσης 600 rpm
- χρόνος καθίζησης 1 min

4.6.1 Αιματίτης

Στους Πίνακες 9 και 10 και στα Διαγράμματα 10 και 11, παρουσιάζονται τα αποτελέσματα της επίδρασης της ποσότητας του συλλέκτη στον αιματίτη.

Πίνακας 9: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει σε συνάρτηση με την ποσότητα του συλλέκτη

Ποσότητα Συλλέκτη (ml)	Βάρος Υπερκειμένου (%)	Βάρος Καθιζήσαντος (%)
15	6,78	93,22
25	5,55	94,45
30	5,43	94,57
40	5,02	94,98

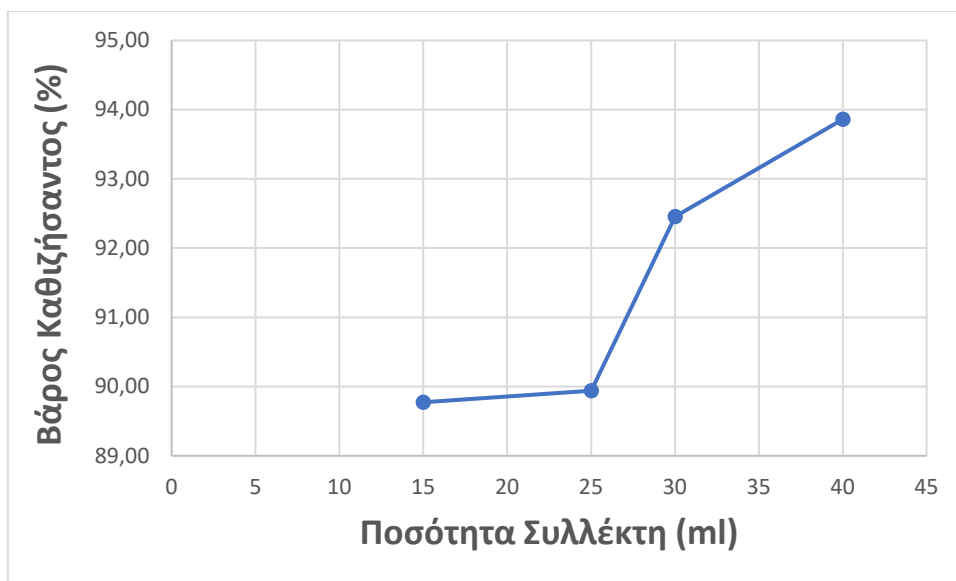


Διάγραμμα 10: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει σε συνάρτηση με την ποσότητα του συλλέκτη

Τα αποτελέσματα που προκύπτουν αποκλειστικά από την επίδραση του συλλέκτη παρατίθενται στον Πίνακα 10.

Πίνακας 10: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά της ποσότητας του συλλέκτη

Ποσότητα Συλλέκτη (ml)	Βάρος Καθιζήσαντος (%)
15	89,77
25	89,94
30	92,46
40	93,86



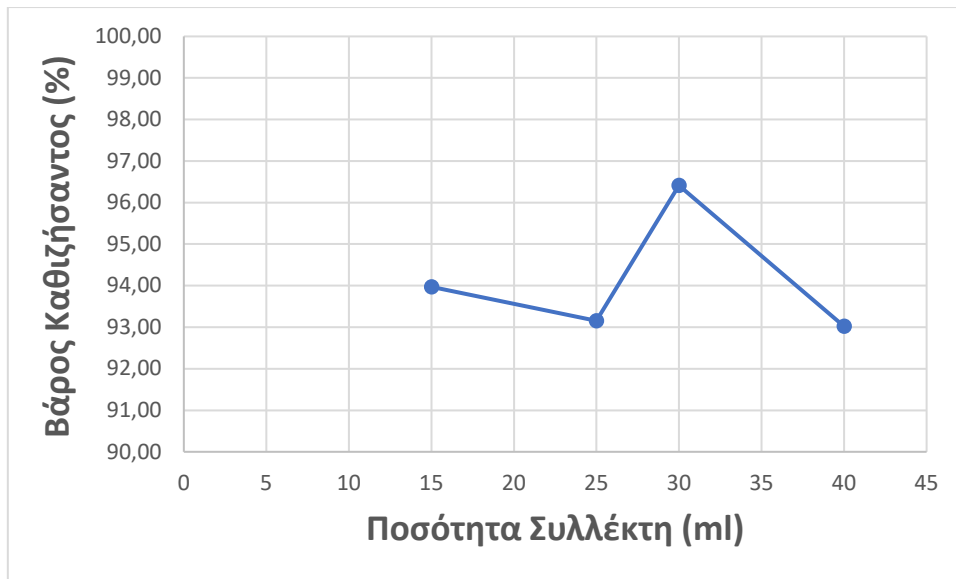
Διάγραμμα 11: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη

4.6.2 Χαλαζίας

Στους Πίνακες 11 και 12 και στα Διαγράμματα 12 και 13, παρουσιάζονται τα αποτελέσματα της επίδρασης της ποσότητας του συλλέκτη στον χαλαζία.

Πίνακας 11: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει σε συνάρτηση με την ποσότητα του συλλέκτη

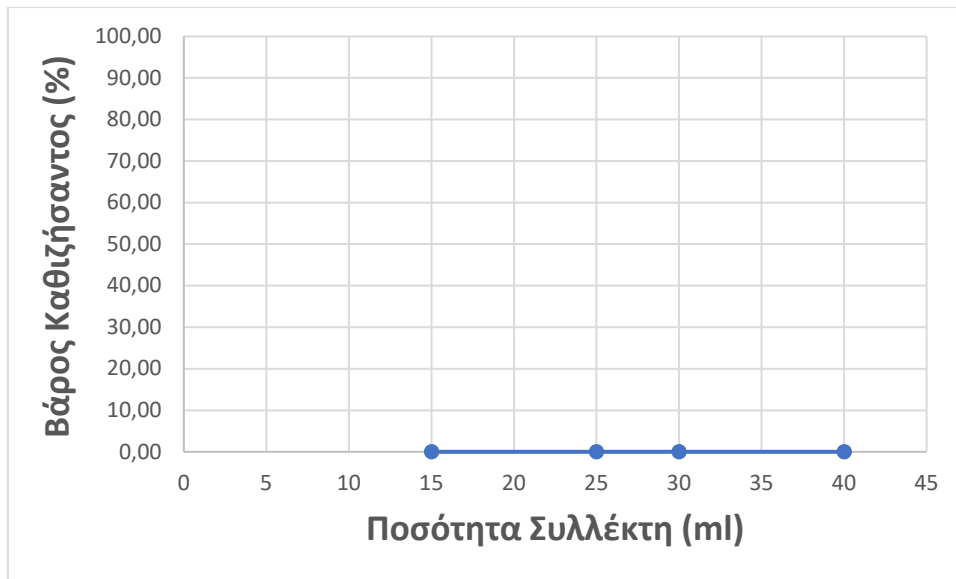
Ποσότητα Συλλέκτη (ml)	Βάρος Καθιζήσαντος (%)
15	93,97
25	93,16
30	96,41
40	93,02



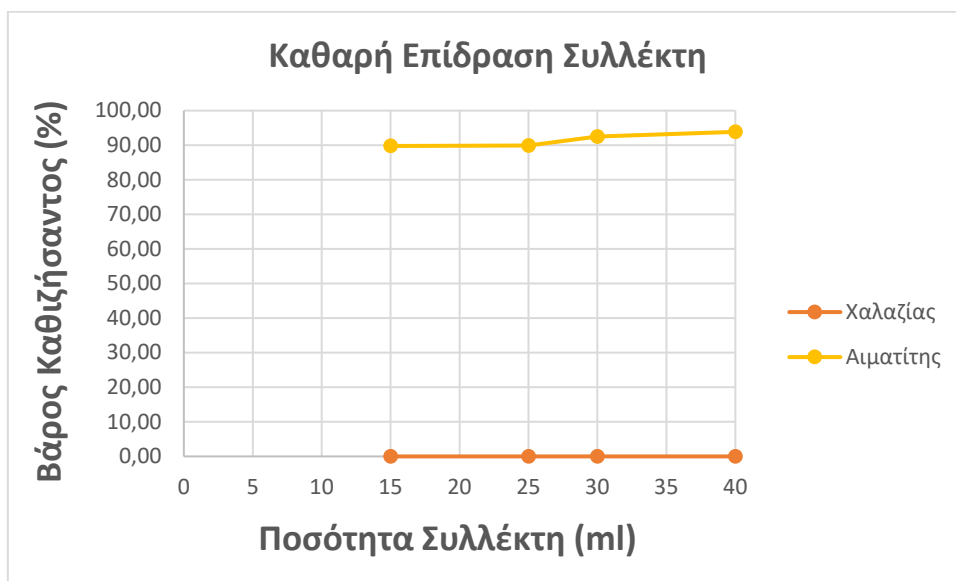
Διάγραμμα 12: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει σε συνάρτηση με την ποσότητα του συλλέκτη

Πίνακας 12: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη

Ποσότητα Συλλέκτη (ml)	Βάρος Καθιζήσαντος (%)
15	0,00
25	0,00
30	0,00
40	0,00



Διάγραμμα 13: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη



Διάγραμμα 14: Βάρος αιματίτη και βάρος χαλαζία που καθιζάνουν υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη

Στο Διάγραμμα 14 παρουσιάζονται τα συγκεντρωτικά αποτελέσματα για τα δυο ορυκτά που καθιζάνουν αποκλειστικά λόγω της επίδρασης του συλλέκτη σε συνάρτηση με την ποσότητά του. Από αυτό προκύπτει ότι οι μεταβολές στην ποσότητα του συλλέκτη έχουν μηδενική επίδραση στο βάρος του χαλαζία που καθιζάνει. Αντίθετα, αναφορικά με τον αιματίτη, σύμφωνα με το Διάγραμμα 11 και το Διάγραμμα

14, παρατηρείται μια μικρή αλλά συνεχής ανοδική τάση στο βάρος του αιματίτη που καθιζάνει για προσθήκη διαλύματος συλλέκτη μεγαλύτερη από 25ml και μέχρι τα 40 ml, όπου παρατηρείται το μεγαλύτερο βάρος. Για τον λόγο αυτό, ως βέλτιστη ποσότητα διαλύματος συλλέκτη επιλέγονται τα 40ml.

4.7 Επίδραση του Χρόνου Προοδοποίησης

Οι συνθήκες, στις οποίες πραγματοποιήθηκαν οι δοκιμές μεταβολής της ποσότητας διαλύματος συλλέκτη, ήταν οι εξής:

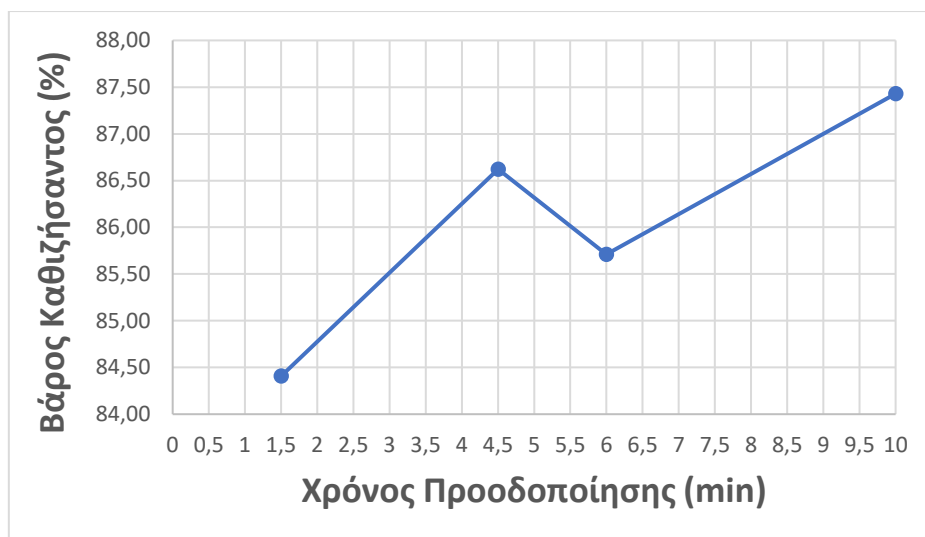
- pH = 4
- ποσότητα συλλέκτη 40 ml
- ταχύτητα ανάδευσης 600 rpm
- χρόνος καθίζησης 1min

4.7.1 Αιματίτης

Στους Πίνακες 13 και 14 και στα Διαγράμματα 15 και 16, παρουσιάζονται τα αποτελέσματα της επίδρασης του χρόνου προοδοποίησης στον αιματίτη.

Πίνακας 13: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει σε συνάρτηση με τον χρόνο προοδοποίησης

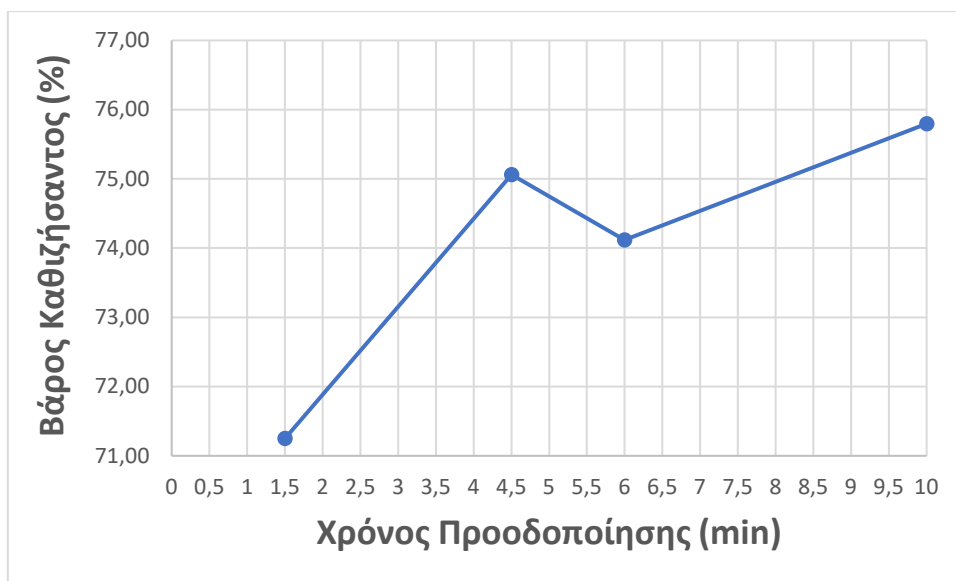
Χρόνος Προοδοποίησης (min)	Βάρος Υπερκειμένου (%)	Βάρος Καθιζήσαντος (%)
1,5	15,59	86,41
4,5	13,38	86,62
6,0	14,29	85,71
10,0	12,57	87,43



Διάγραμμα 15: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει σε συνάρτηση με τον χρόνο προοδοποίησης

Πίνακας 14: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο προοδοποίησης

Χρόνος Προοδοποίησης (min)	Βάρος Καθιζήσαντος (%)
1,5	71,25
4,5	75,06
6,0	74,12
10,0	75,80



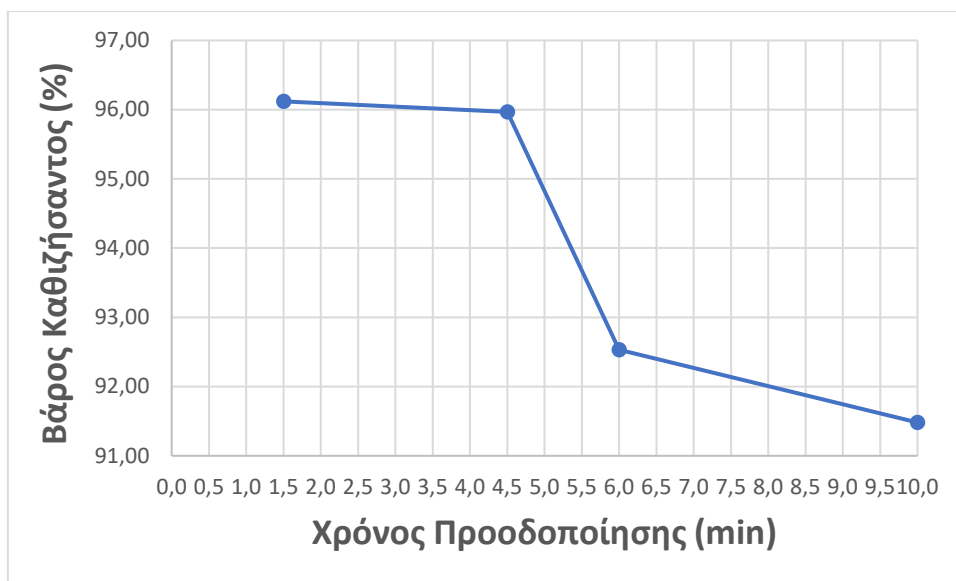
Διάγραμμα 16: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο προοδοποίησης

4.7.2 Χαλαζίας

Στους Πίνακες 15 και 16 και στα Διαγράμματα 17 και 18, παρουσιάζονται τα αποτελέσματα της επίδρασης του χρόνου προοδοποίησης στον χαλαζία.

Πίνακας 15: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει σε συνάρτηση με τον χρόνο προοδοποίησης

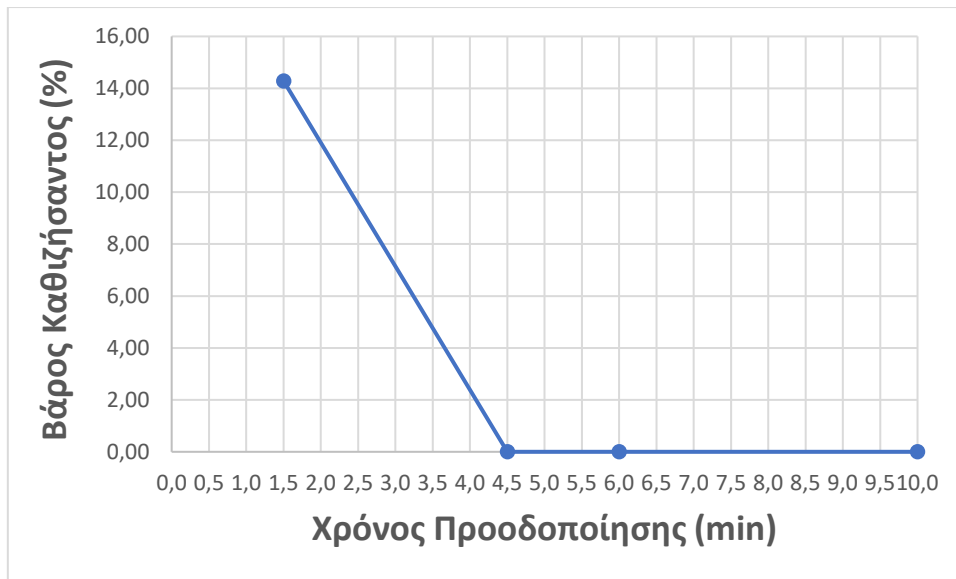
Χρόνος Προοδοποίησης (min)	Βάρος Υπερκειμένου (%)	Βάρος Καθιζήσαντος (%)
1,5	3,88	96,12
4,5	4,03	95,97
6,0	7,47	92,53
10,0	8,52	91,48



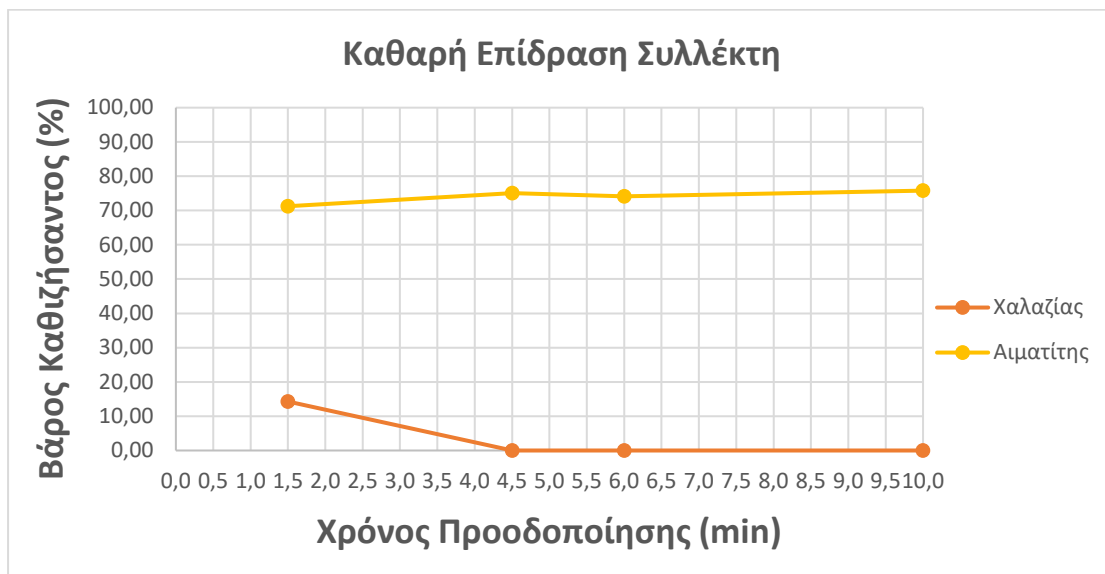
Διάγραμμα 17: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει σε συνάρτηση με τον χρόνο προοδοποίησης

Πίνακας 16: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο προοδοποίησης

Χρόνος Προοδοποίησης (min)	Βάρος Καθιζήσαντος (%)
1,5	14,29
4,5	0,00
6,0	0,00
10,0	0,00



Διάγραμμα 18: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο προοδοποίησης



Διάγραμμα 19: Βάρος αιματίτη και βάρος χαλαζία που καθιζάνουν υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο προοδοποίησης

Στο Διάγραμμα 19 παρουσιάζονται τα συγκεντρωτικά αποτελέσματα για τα δυο ορυκτά που καθιζάνουν αποκλειστικά λόγω της επίδρασης του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο προοδοποίησης. Από αυτό παρατηρείται ότι, η μεταβολή του χρόνου προοδοποίησης δεν επηρεάζει πρακτικά το βάρος του χαλαζία που καθιζάνει. Με δεδομένο ότι ο συλλέκτης δεν προσροφείται στην επιφάνεια των τεμαχιδίων του

χαλαζία, όπως προκύπτει από την επίδραση του συλλέκτη, το βάρος του καταβυθισθέντος χαλαζία που καταγράφεται για χρόνο προοδοποίησης 1,5 min, πρέπει να οφείλεται μάλλον σε πειραματικό σφάλμα. Αντίθετα, σύμφωνα με το ίδιο Διάγραμμα, το βάρος του αιματίτη που καθιζάνει παρουσιάζει μια αύξηση στα 4,5 min (από 71% σε 75% περίπου) ενώ από εκεί και πέρα πρακτικά παραμένει σταθερό. Συνεπώς, ο χρόνος προοδοποίησης των 4,5 min μπορεί να θεωρηθεί ως βέλτιστος, δεδομένου ότι δεν υπάρχει ουσιαστική βελτίωση των αποτελεσμάτων για μεγαλύτερους χρόνους.

4.8 Επίδραση του Χρόνου Καθίζησης

Οι συνθήκες στις οποίες πραγματοποιήθηκαν οι δοκιμές, ήταν οι εξής:

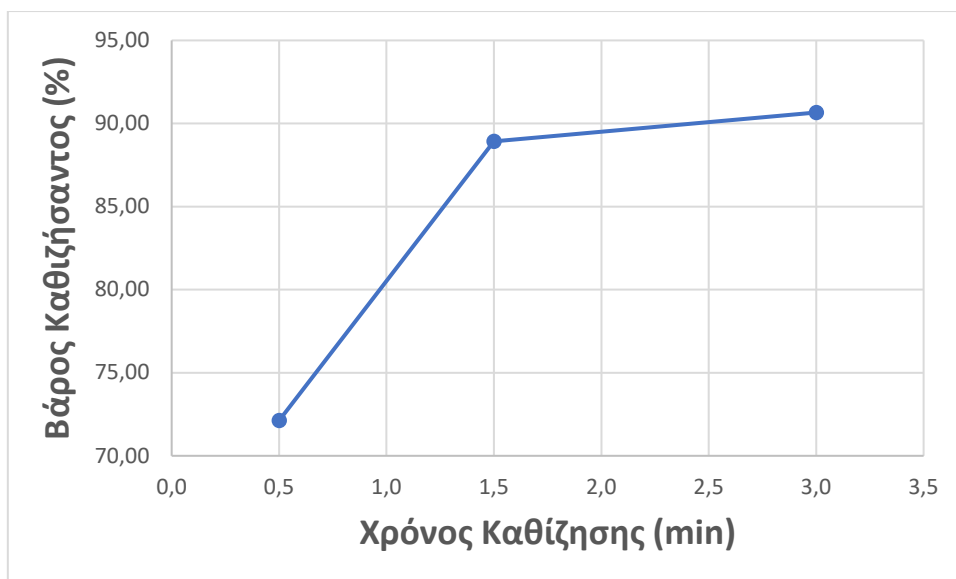
- pH = 4
- διάλυμα συλλέκτη 40 ml
- ταχύτητα ανάδευσης 600 rpm
- χρόνος προοδοποίησης 4,5 min

4.8.1 Αιματίτης

Στους Πίνακες 17 και 18 και στα Διαγράμματα 20 και 21, παρουσιάζονται τα αποτελέσματα της επίδρασης του χρόνου καθίζησης στον αιματίτη.

Πίνακας 17: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει σε συνάρτηση με τον χρόνο καθίζησης

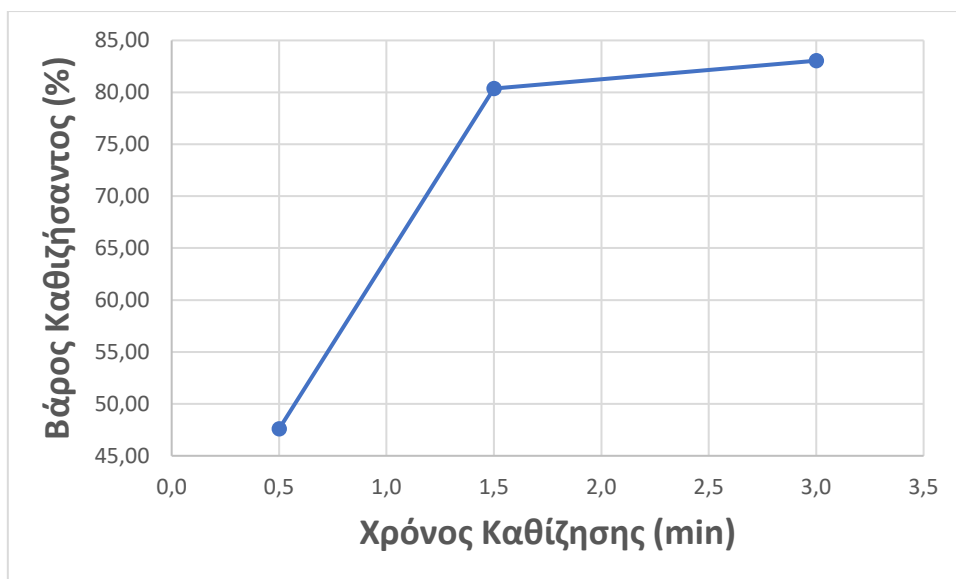
Χρόνος Καθίζησης (min)	Βάρος Υπερκειμένου (%)	Βάρος Καθιζήσαντος (%)
0,5	27,88	72,12
1,5	12,45	88,93
3,0	10,30	90,66



Διάγραμμα 20: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει σε συνάρτηση με τον χρόνο καθίζησης

Πίνακας 18: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο καθίζησης

Χρόνος Καθίζησης (min)	Βάρος Καθιζήσαντος (%)
0,5	47,59
1,5	80,36
3,0	83,05



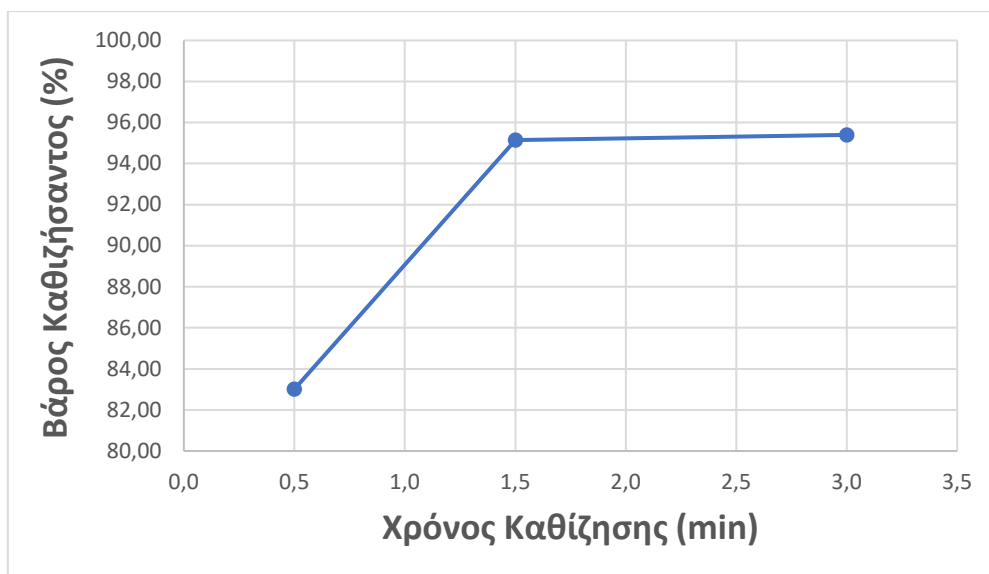
Διάγραμμα 21: Βάρος αιματίτη που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο καθίξεσης

4.8.2 Χαλαζίας

Στους Πίνακες 19 και 20 και στα Διαγράμματα 22 και 23, παρουσιάζονται τα αποτελέσματα της επίδρασης του χρόνου καθίξεσης στον χαλαζία.

Πίνακας 19: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει σε συνάρτηση με τον χρόνο καθίξεσης

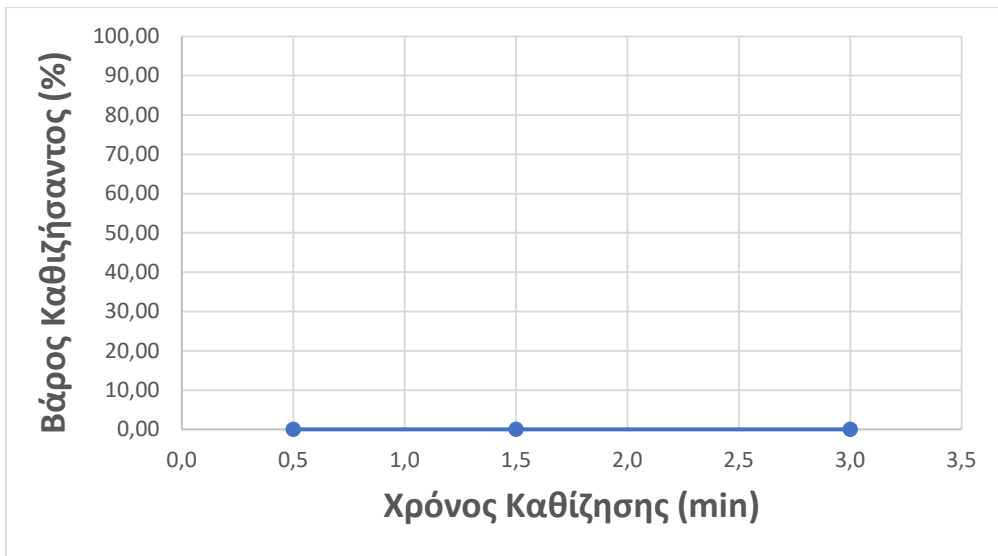
Χρόνος Καθίξεσης (min)	Βάρος Υπερκειμένου (%)	Βάρος Καθιζήσαντος (%)
0,5	16,99	83,01
1,5	4,85	95,15
3,0	4,60	95,40



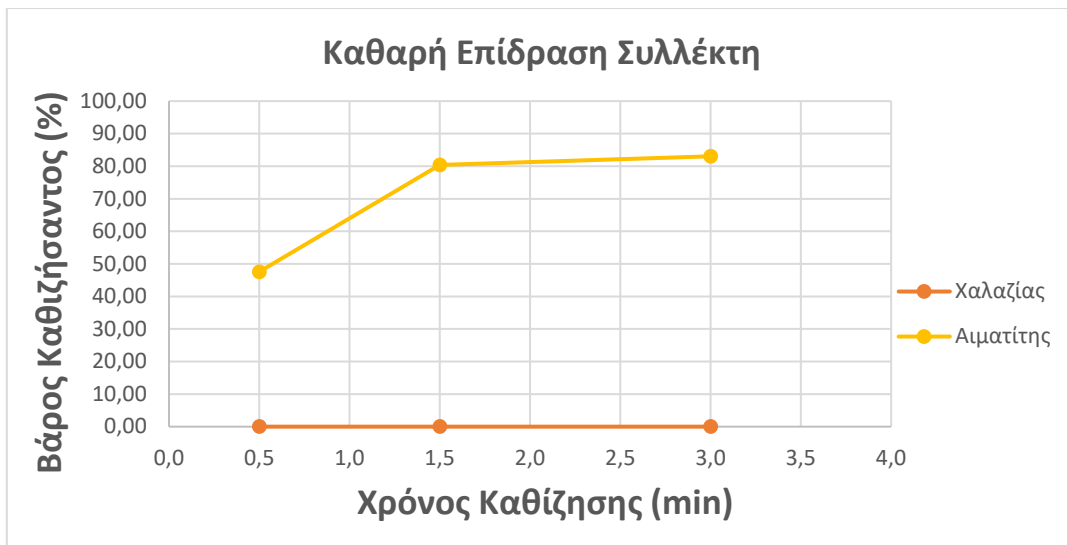
Διάγραμμα 22: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει σε συνάρτηση με τον χρόνο καθίξεσης

Πίνακας 20: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο καθίξεσης

Χρόνος Καθίξεσης (min)	Βάρος Καθιζήσαντος (%)
0,5	0,00
1,5	0,00
3,0	0,00



Διάγραμμα 23: Βάρος χαλαζία που καθιζάνει υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο καθίζησης



Διάγραμμα 24: Βάρος αιματίτη και βάρος χαλαζία που καθιζάνουν υπό την επίδραση αποκλειστικά του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο καθίζησης

Στο Διάγραμμα 24 παρουσιάζονται τα συγκεντρωτικά αποτελέσματα για τα δυο ορυκτά που καθιζάνουν αποκλειστικά λόγω της επίδρασης του συλλέκτη σε συνάρτηση με τον χρόνο καθίζησης. Από αυτό παρατηρείται ότι οι μεταβολές στον χρόνο καθίζησης δεν μεταβάλλουν το βάρος του χαλαζία που καθιζάνει. Ωστόσο, παρατηρείται συνεχής αύξηση του βάρους του αιματίτη που καθιζάνει με την πάροδο

του χρόνου. Η αύξηση αυτή είναι πολύ σημαντική για αύξηση του χρόνου από 0,5 σε 1,5min (από 47,5% σε 80%) ενώ για μεγαλύτερους χρόνους η αύξηση είναι μικρότερη, από 80% για χρόνο 1,5min σε 83%. Με βάση τα παραπάνω αποτελέσματα, κρίνεται ότι τα 3 min αποτελούν ικανοποιητικό χρόνο καθίζησης.

Συνοψίζοντας, οι βέλτιστες τιμές των παραμέτρων, όπως προσδιορίστηκαν από τα παραπάνω πειράματα, είναι οι εξής:

- pH = 4
- χρόνος προοδοποίησης 4,5 min
- χρόνος καθίζησης 3,0 min
- όγκος διαλύματος συλλέκτη (συγκέντρωση 0,01% κ.β.) 40 ml

4.9 Δοκιμές Επίπλευσης

Έχοντας πλέον προσδιορίσει τις βέλτιστες συνθήκες διαφορικής καθίζησης των ορυκτών, οι οποίες οφείλονται στον διαφορετικό βαθμό υδροφοβίας και συσσωμάτωσης των ορυκτών και εκφράζονται με το βάρος των βυθισθέντων, πραγματοποιήθηκαν αρχικά δοκιμές επίπλευσης για κάθε ορυκτό ξεχωριστά, αλλά και σύνθετων μειγμάτων στη συνέχεια. Η μεθοδολογία των δοκιμών είναι κοινή, ανεξαρτήτως ποιοτικής και ποσοτικής σύστασης της τροφοδοσίας, και είναι η ακόλουθη:

- Προσθήκη τροφοδοσίας, διαλύματος συλλέκτη και απεσταγμένου νερού μέχρι το μέσο της κυψέλης επίπλευσης.
- Ρύθμιση τιμής pH.
- Προοδοποίηση πολφού για 4,5 min.
- Συμπλήρωση της κυψέλης με απεσταγμένο νερό.
- Εκ νέου έλεγχος της τιμής pH.
- Προσθήκη αφριστικού αντιδραστηρίου στάγδην.
- Επίπλευση του πολφού για 2, 4, 6, 8 ή/και 10 min.
- Διήθηση και ξήρανση.
- Ζύγιση του συμπυκνώματος.

Αναφορικά με την ποσότητα του συλλέκτη, παρατηρήθηκε πως η ποσότητα, όπως προσδιορίστηκε από τις παραπάνω δοκιμές, είναι αρκετά μεγάλη (4kg/t αιματίτη). Από τις διερευνητικές δοκιμές που έγιναν, διαπιστώθηκε πως τα αποτελέσματα είχαν μικρή διαφορά σε σχέση με αυτά που λαμβάνονται με μικρότερες ποσότητες συλλέκτη και, συνεπώς, θεωρήθηκε προτιμότερο να χρησιμοποιηθούν μικρότερες ποσότητες.

Σε πρώτη φάση, πραγματοποιήθηκαν διερευνητικές δοκιμές επίπλευσης, προκειμένου να αποσαφηνιστεί η συμπεριφορά κάθε υλικού. Η προστιθέμενη ποσότητα συλλέκτη είναι 800g/t αιματίτη και pH = 4. Τα αποτελέσματα που πάρθηκαν, παρατίθενται στη συνέχεια.

4.9.1 Μειμονωμένα Ορυκτά

Οι δοκιμές αυτές πραγματοποιήθηκαν με ποσότητες ορυκτών 10 και 25g αντίστοιχα, με ταυτόχρονη προσαρμογή της ποσότητας του συλλέκτη, ώστε η κατανάλωση να είναι σταθερή και ίση με 800g/t αιματίτη.

4.9.1.1 Χαλαζίας

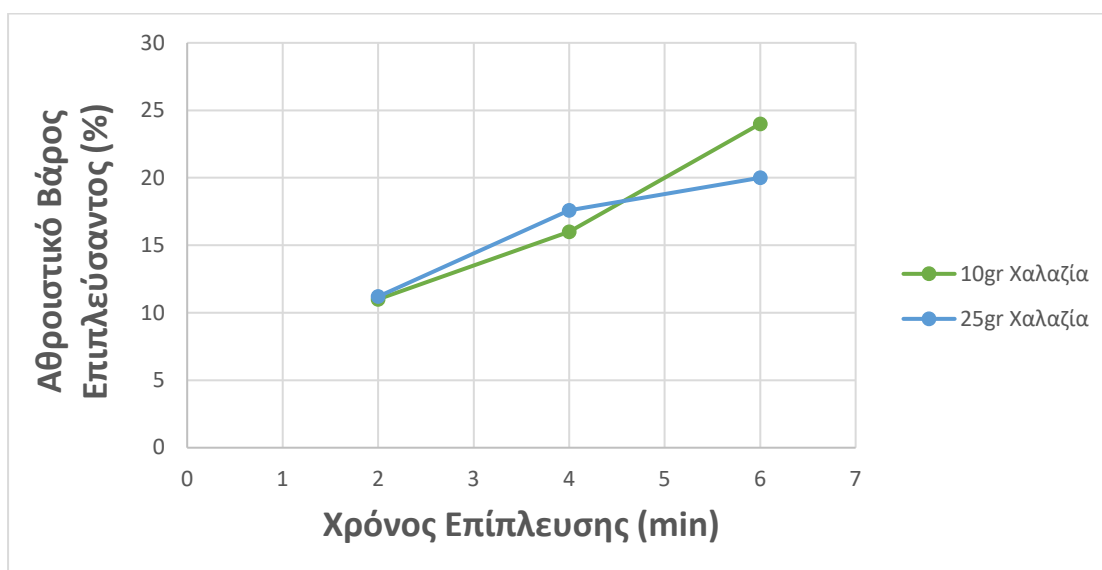
Για τον χαλαζία χρησιμοποιήθηκαν ποσότητες 10g και 25g αντίστοιχα. Τα αποτελέσματα του ρυθμού επίπλευσης δίνονται στους Πίνακες 21 και 22 αντίστοιχα και στο Διάγραμμα 25.

Πίνακας 21: Αθροιστική ανάκτηση χαλαζία σε συνάρτηση με τον χρόνο επίπλευσης (ποσότητα χαλαζία 10g)

Χρόνος (min)	% Αθροιστικό Επιπλεύσαν	Παρατηρήσεις
2	11,0	Λεπτομερής και ασταθής αφρός
4	16,0	Λεπτομερής και ασταθής αφρός
6	24,0	Λεπτομερής και ασταθής αφρός

Πίνακας 22: Αθροιστική ανάκτηση χαλαζία σε συνάρτηση με τον χρόνο επίπλευσης (ποσότητα χαλαζία 25g)

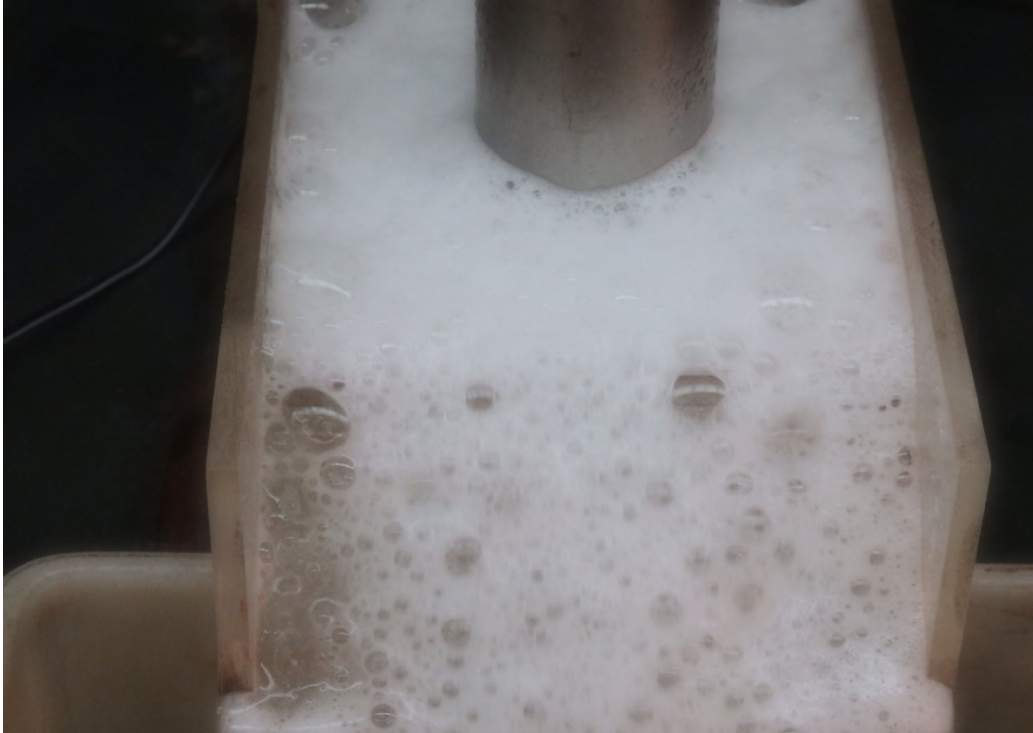
Χρόνος (min)	Αθροιστικό επιπλεύσαν (%)	Παρατηρήσεις
2	11,2	Λεπτομερής και ασταθής αφρός
4	17,6	Λεπτομερής και ασταθής αφρός
6	24,0	Λεπτομερής και ασταθής αφρός



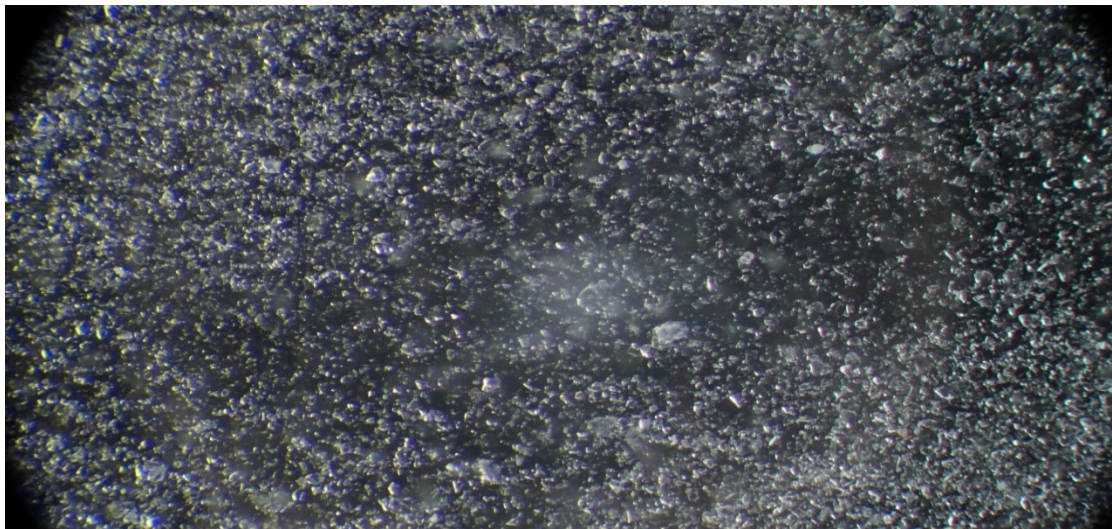
Διάγραμμα 25: Αθροιστική ανάκτηση χαλαζία σε συνάρτηση με τον χρόνο

Από το Διάγραμμα 25, προκύπτει ότι η διαφορά στο αθροιστικό βάρος του χαλαζία που επιπλέει είναι πολύ μικρή για αρχική ποσότητα 10g και 25g αντίστοιχα, με αποτέλεσμα να θεωρείται ότι οι δύο καμπύλες είναι, σχεδόν, ταυτόσημες. Επίσης, παρατηρείται ότι μια ποσότητα χαλαζία επιπλέει, κατά προσέγγιση γραμμικά σε σχέση με τον χρόνο, πλην όμως το αθροιστικό βάρος του χαλαζία που επιπλέει σε χρόνο 6min είναι 20% και 24% αντίστοιχα, που είναι σχετικά μικρό. Αυτό ενισχύει την άποψη, πως τα ποσοστά ανάκτησης πολύ μικρά. Δεδομένου ότι τα τεμαχίδια του χαλαζία δεν προσροφούν τον συλλέκτη και, συνεπώς, δεν αποκτούν υδροφοβία, η συγκέντρωσή τους στον αφρό οφείλεται μάλλον στην μηχανική παράσυρσή τους. Αυτό άλλωστε ενισχύεται τόσο από την ψαθυρότητα και αστάθεια του αφρού (Εικόνα 5) όσο και από

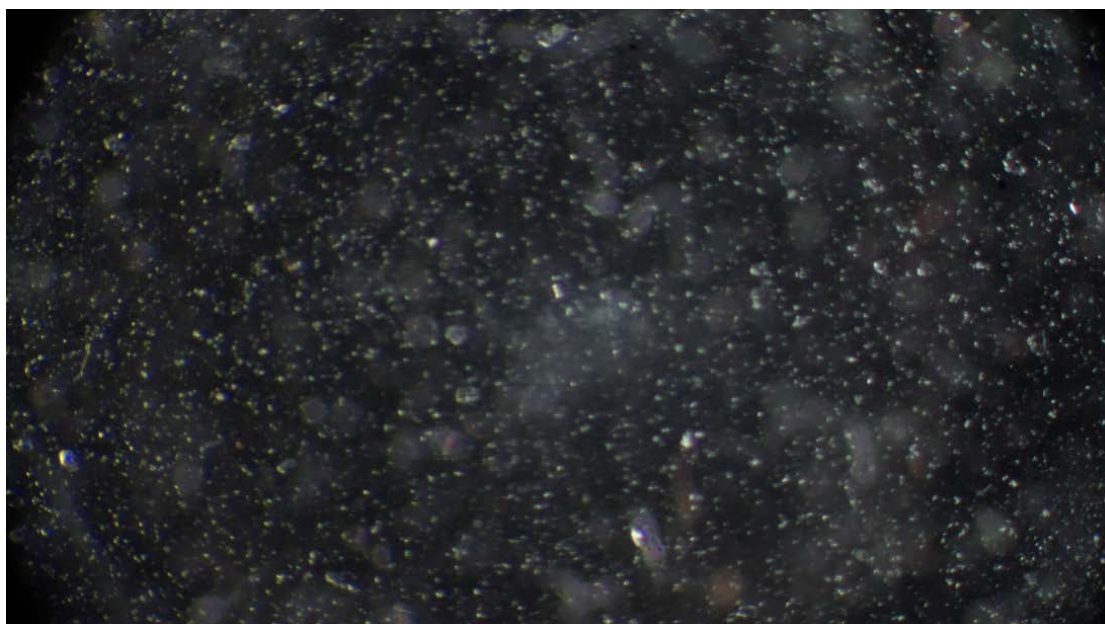
τις μικροσκοπικές παρατηρήσεις, στις οποίες φαίνεται καθαρά ότι τα τεμαχίδια του χαλαζία δεν είναι συσσωματωμένα, όπως θα έπρεπε, αν ήταν υδρόφοβα (Εικόνες 6, 7).



Εικόνα 5: Λεπτομερής, ασταθής αφρός κατά την επίπλευση χαλαζία



Εικόνα 6: Μικροσκοπική παρατήρηση μη συσσωματωμένων τεμαχιδίων χαλαζία μετά από επίπλευση



Εικόνα 7: Μικροσκοπική παρατήρηση μη συσσωματωμένων τεμαχιδίων χαλαζία μετά από επίπλευση (λεπτομέρεια της προηγούμενης)

4.9.1.2 Αιματίτης

Για τον αιματίτη χρησιμοποιήθηκαν ποσότητες 10g και 25g αντίστοιχα. Τα αποτελέσματα του ρυθμού επίπλευσης δίνονται στους Πίνακες 23 και 24 αντίστοιχα, μαζί με τις παρατηρήσεις σχετικά με την ποιότητα του αφρού και στο Διάγραμμα 26.

Αναφορικά με τον ρυθμό επίπλευσης, τα αποτελέσματα φανερώνουν ότι στην περίπτωση της ποσότητας των 10g, σε χρόνο δυο λεπτά επιπλέει το 77% του υλικού. Για μεγαλύτερους χρόνους, ο ρυθμός επίπλευσης του υλικού ελαττώνεται σημαντικά μέχρι τα 4min ενώ από τα 4min μέχρι τα 10 min σταθεροποιείται στο 87%. Στην περίπτωση των 25g, ο ρυθμός επίπλευσης είναι βραδύτερος εξαιτίας της μεγαλύτερης ποσότητας υλικού, όπως φαίνεται στον Πίνακα 24 και στο Διάγραμμα 26.

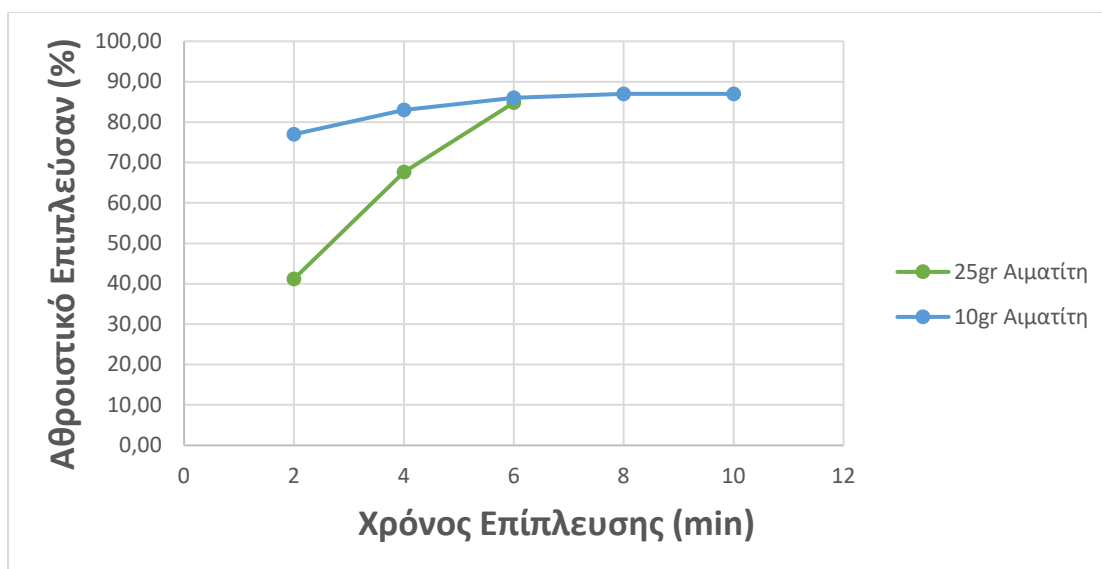
Παρατηρείται πως και στις δύο περιπτώσεις, μετά το πέρας των έξι λεπτών, έχει επιπλεύσει σχεδόν το ίδιο ποσοστό αιματίτη. Η διαφοροποίηση παρατηρείται στο ποσοστό που έχει επιπλεύσει στα δύο και τέσσερα λεπτά, αντίστοιχα.

Πίνακας 23: Αθροιστική ανάκτηση αιματίτη σε συνάρτηση με τον χρόνο επίπλευσης (ποσότητα αιματίτη 10g)

Χρόνος (min)	Αθροιστικό Επιπλεύσαν (%)	Παρατηρήσεις
2	77,0	Σταθερός αφρός με μεγάλες φυσαλίδες και έντονο κόκκινο χρώμα
4	83,0	Ασταθής, ανοιχτόχρωμος αφρός Προσθήκη αφριστικού
6	86,0	Ασταθής, ανοιχτόχρωμος αφρός
8	87,0	Πολύ ασταθής αφρός
10	87,0	Πολύ ασταθής, πολύ ανοιχτόχρωμος αφρός

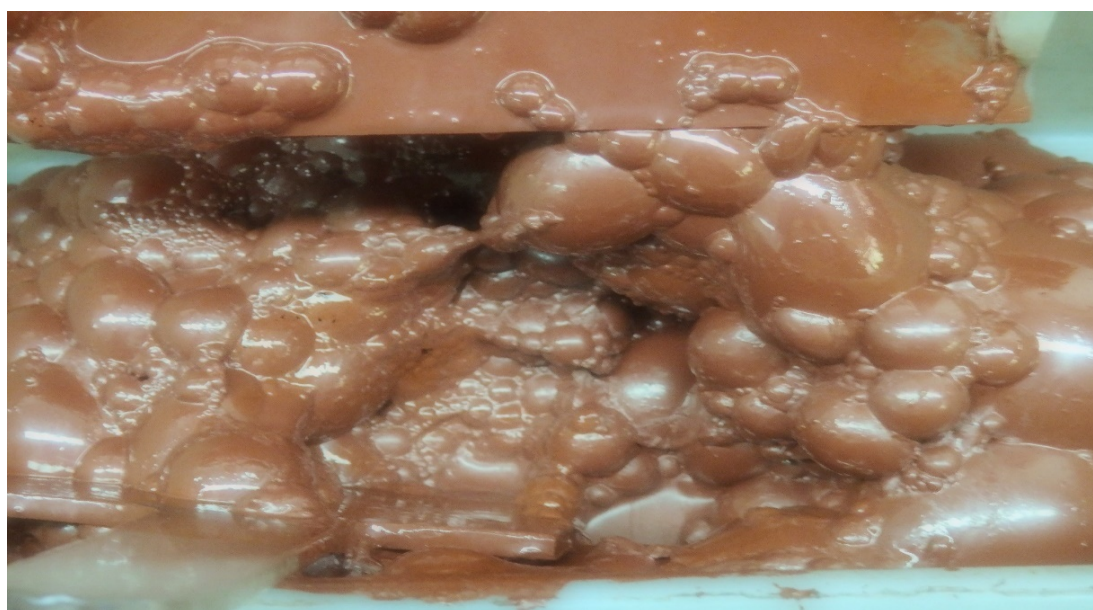
Πίνακας 24: Αθροιστική ανάκτηση αιματίτη σε συνάρτηση με τον χρόνο επίπλευσης (ποσότητα αιματίτη 25g)

Χρόνος (min)	Αθροιστικό Επιπλεύσαν (%)	Παρατηρήσεις
2	41,2	Σταθερός αφρός με μεγάλες φυσαλίδες και έντονο κόκκινο χρώμα
4	67,6	Σταθερός αφρός με μεγάλες φυσαλίδες και κόκκινο χρώμα
6	84,8	Ασταθής αφρός, ανοικτού κόκκινου χρώματος



Διάγραμμα 26: Αθροιστική ανάκτηση αιματίτη σε συνάρτηση με τον χρόνο

Τα παραπάνω αποτελέσματα υποστηρίζονται από τις μακροσκοπικές παρατηρήσεις που αναφέρονται στους Πίνακες 23 και 24 καθώς επίσης και από τις Εικόνες 8 και 9 που αντιστοιχούν στην αρχή και στο τέλος της επίπλευσης.



Εικόνα 8: Σταθερός αφρός με φυσαλίδες μεγάλου μεγέθους κατά την επίπλευση αιματίτη

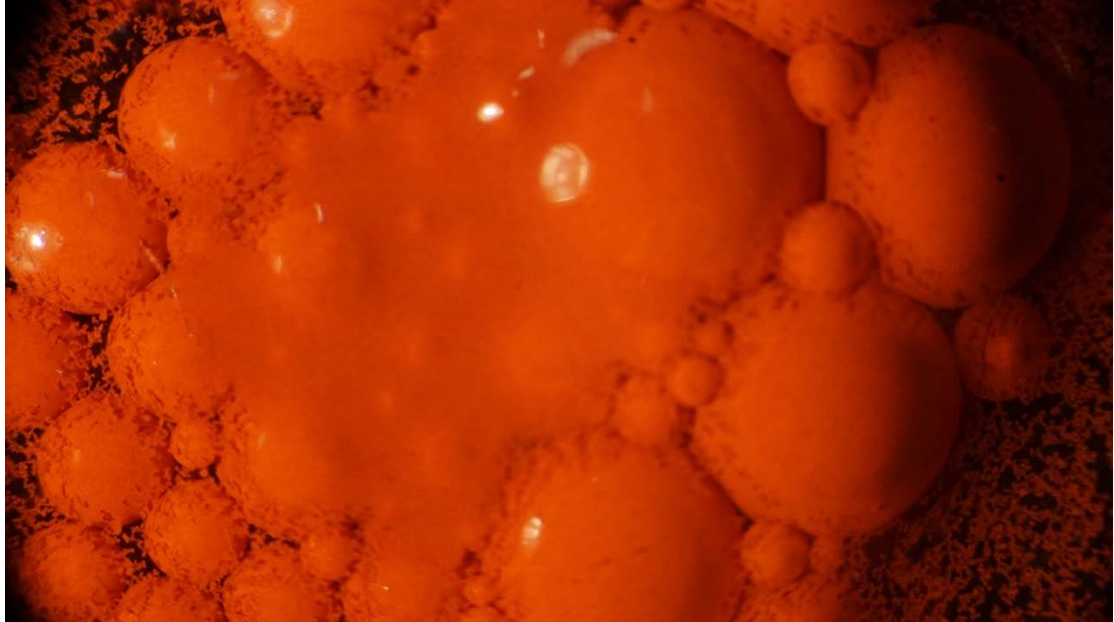


Εικόνα 9: Ψιλομερής αφρός, ανοικτού κόκκινου χρώματος κατά την επίπλευση αιματίτη

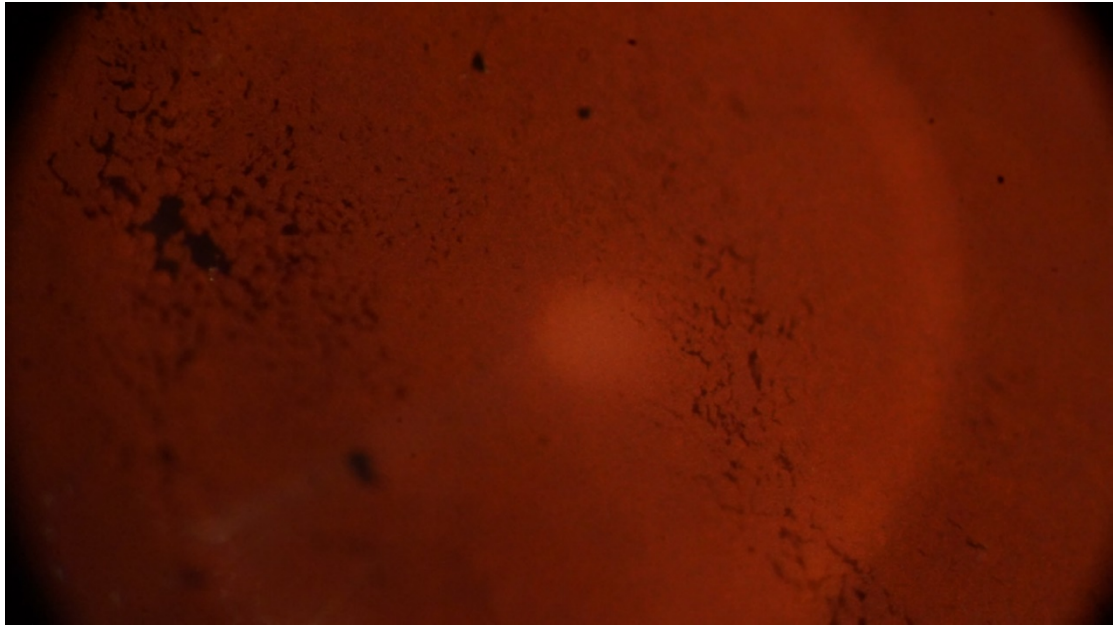
Μικροσκοπικές παρατηρήσεις του αφρού της επίπλευσης έδειξαν ότι τα τεμαχίδια του αιματίτη επιπλέουν ως συσσωματώματα, όπως φαίνεται χαρακτηριστικά στις Εικόνες 10 και 11. Σε αυτές τις Εικόνες παρατηρούνται φυσαλίδες αέρα που είναι καλυμμένες με συσσωματώματα αιματίτη καθώς, επίσης, συσσωματώματα διαφόρων μεγεθών έτοιμα να προσκολληθούν στην επιφάνεια των φυσαλίδων. Η Εικόνα 12 απεικονίζει μια φυσαλίδα αέρα καλυμμένη από αιματίτη, στην οποία, συγκρίνοντας το καλυμμένο με το ακάλυπτο τμήμα της φυσαλίδας, φαίνεται καθαρά η κάλυψη της φυσαλίδας με συσσωματώματα τεμαχιδίων αιματίτη. Επίσης, στην Εικόνα 13 φαίνεται ο τρόπος σύνδεσης των συσσωματωμάτων, όπου τα μικρά συσσωματώματα του αιματίτη έλκονται από την ενιαία αιματιτική μάζα λόγω υδροφοβίας.



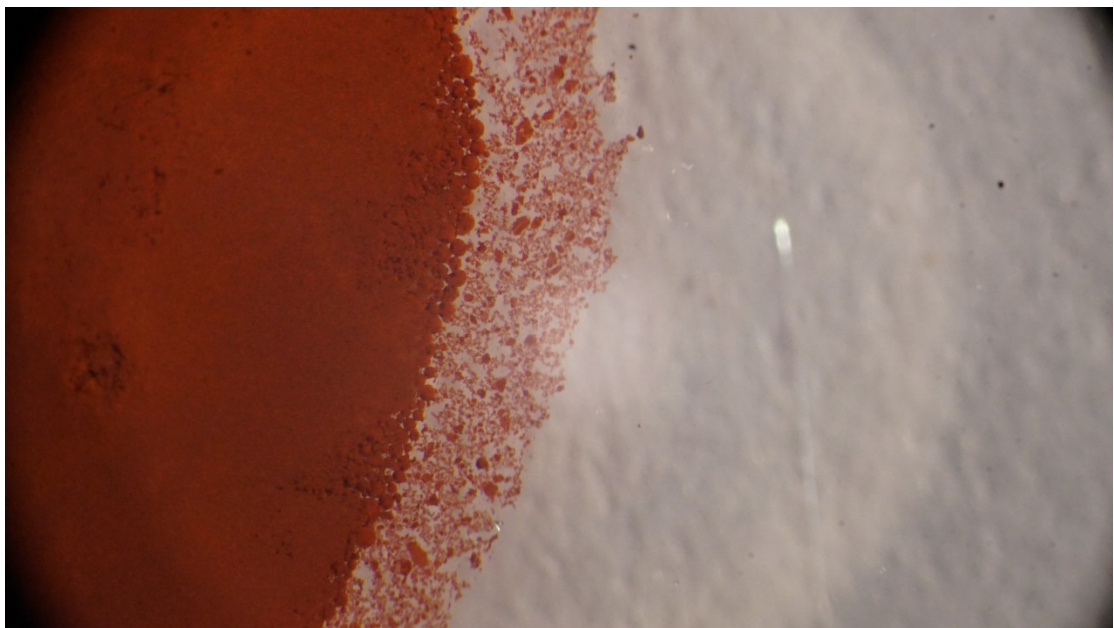
Εικόνα 10: Μικροσκοπική παρατήρηση συσσωματωμένων τεμαχιδίων αιματίτη μετά την επίπλευση – Φυσαλίδες αέρα καλυμμένες από τεμαχίδια αιματίτη



Εικόνα 11: Μικροσκοπική παρατήρηση συσσωματωμένων τεμαχιδίων αιματίτη μετά την επίπλευση – Φυσαλίδες αέρα καλυμμένες από τεμαχίδια αιματίτη (λεπτομέρεια της προηγούμενης)



Εικόνα 12: Φυσαλίδα αέρα καλυμμένη από συσσωματώματα αιματίτη



Εικόνα 13: Μικροσκοπική παρατήρηση συσσωματωμένων τεμαχιδίων αιματίτη μετά από επίπλευση – Έλξη των συσσωματωμάτων αιματίτη από την ενιαία αιματιτική μάζα λόγω υδροφοβία

4.9.2 Μεικτή Τροφοδοσία

Στη συνέχεια, έγιναν δοκιμές επίπλευσης με τεχνητά μείγματα ορυκτών, συνολικού βάρους 20g και σε αναλογία 85% SiO₂ και 15% Fe₂O₃ σε τιμές pH 4, 6 και 8. Αρχικά, έγινε διερευνητική δοκιμή επίπλευσης του μείγματος σε pH = 4, λαμβάνοντας συμπυκνώματα σε χρονικά διαστήματα 2, 4, 6 και 8min. Ακολούθησε ξήρανση των προϊόντων, ζύγιση και χημική ανάλυση.

Η χημική ανάλυση των δειγμάτων περιλάμβανε διαλυτοποίηση με μίγμα οξέων HCl/HNO₃ σε αναλογία 1:3 (βασιλικό νερό), σύμφωνα με τη μέθοδο ΕΛΟΤ EN 13657. Χρησιμοποιήθηκε συσκευή χώνευσης με μικροκύματα ETHOS του οίκου MILESTONE. Μετά τη διαλυτοποίηση, ακολούθησε διήθηση των δειγμάτων σε ηθμό με μέγεθος πόρων 2-4μm. Η ανάλυση Fe στα διαλύματα πραγματοποιήθηκε σε Φασματοφωτόμετρο Ατομικής Απορρόφησης του οίκου Perkin Elmer με χρήση φλόγας. Ο ηθμός μεταφέρθηκε σε πυρωμένο και προζυγισμένο χωνευτήριο πορσελάνης και πραγματοποιήθηκε πύρωση στους 900°C για 45min, για τον προσδιορισμό του αδιάλυτου υπολείμματος της διαλυτοποίησης, που αποδίδεται στον περιεχόμενο χαλαζία.

Οι μακροσκοπικές παρατηρήσεις της ποιότητας του αφρού και τα αποτελέσματα της επίπλευσης παρουσιάζονται στους Πίνακες 25 και 26.

Πίνακας 25: Παρατηρήσεις σχετικά με την εικόνα του αφρού κατά τη διάρκεια της επίπλευσης σε pH = 4 με σύνθεση τροφοδοσίας 85% SiO₂ και 15% Fe₂O₃ (ποσότητα συλλέκτη 800g/t)

Χρόνος (min)	Παρατηρήσεις
2	Σταθερός αφρός, κόκκινου χρώματος
4	Σταθερός αφρός, ανοικτού κόκκινου χρώματος
6	Ασταθής αφρός, ροζ χρώματος
8	Πολύ ασταθής αφρός, σχεδόν άσπρου χρώματος

Πίνακας 26: Χημική ανάλυση συμπυκνώματος με σύνθεση τροφοδοσίας 85% SiO₂ και 15% Fe₂O₃ σε pH = 4 (ποσότητα συλλέκτη 800g/t)

Χρόνος (min)	% Βάρος Τροφοδοσίας	% Fe ₂ O ₃	% Αδιάλυτο στερεό υπόλειμμα	% Κατανομή	
				Fe ₂ O ₃	Υπόλειμμα
2	11,7	12,12	85,87	21,0	10,9
4	12,9	14,81	82,55	28,3	11,6
6	5,8	14,33	83,15	12,3	5,2
8	2,3	9,84	88,11	3,4	2,2
Τέλμα	67,3	3,51	95,75	35,0	70,1
Τροφοδοσία*	100,0	6,75	91,98	100,0	100,0

*Σύνθεση από τα προϊόντα

Η γενική παρατήρηση που προκύπτει από τον Πίνακα 26 είναι ότι, η σύνθεση της τροφοδοσίας από τα επί μέρους προϊόντα δίνει σημαντικά τροποποιημένη σύσταση της τροφοδοσίας. Όπως αναφέρθηκε, η αρχική σύνθεση του μείγματος της τροφοδοσίας ήταν 15% αιματίτης και 85% χαλαζίας (3g αιματίτη, 17g χαλαζία). Όμως, με βάση τα αποτελέσματα της χημικής ανάλυσης προκύπτει σύσταση της τροφοδοσίας με 6,75% αιματίτη και 91,98% χαλαζία, χωρίς να μπορεί να εξηγηθεί αυτή η σημαντική απόκλιση κατά 7-8 μονάδες για το κάθε ορυκτό.

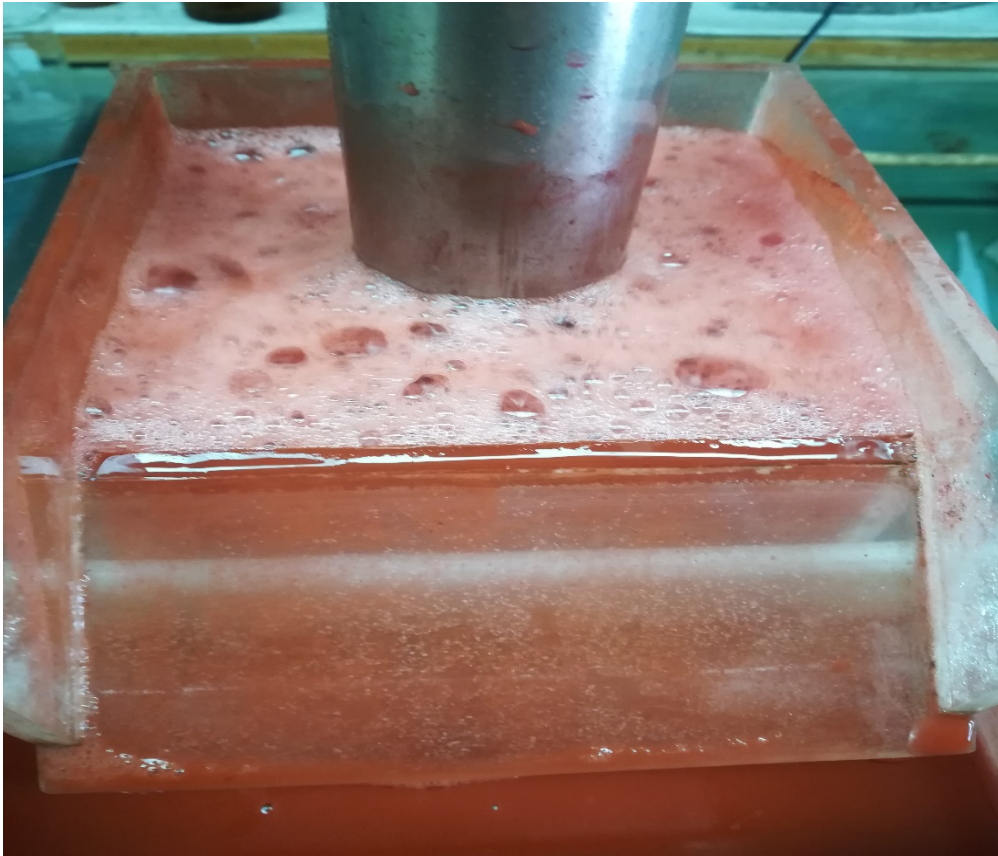
Παρά τις αποκλίσεις ως προς τη σύσταση, τα αποτελέσματα του Πίνακα 26 δείχνουν ότι τα προϊόντα που επιπλέον σε χρόνους 2, 4 και 6min αντίστοιχα έχουν περιεκτικότητα σε αιματίτη περίπου διπλάσια της τροφοδοσίας (6,75% αιματίτης). Το προϊόν της επίπλευσης σε χρόνο 6min έχει αθροιστική περιεκτικότητα 13,7% σε αιματίτη με ποσοστό ανάκτησης 61,6%.

Αντίστοιχα για το αδιάλυτο στερεό υπόλειμμα, που αποτελείται από χαλαζία με βάση την αρχική σύνθεση του μείγματος, το ποσοστό του στα επί μέρους προϊόντα για χρόνους 2, 4 και 6min είναι συγκριτικά μειωμένο σε σύγκριση με αυτό της τροφοδοσίας (91,98%) ενώ η κατανομή του στο προϊόν είναι 27,7%.

Λαμβάνοντας υπ' όψη τα αποτελέσματα της επίπλευσης του χαλαζία (Πίνακες 21 και 22), όπου ο χαλαζίας, χωρίς να έχει αποκτήσει υδροφοβία, επιπλέει σε ποσοστό 20-24% λόγω μηχανικής παράσυρσης στον αφρό, προκύπτει ότι η ύπαρξη χαλαζία στο συμπύκνωμα του αιματίτη είναι της ίδιας τάξης μεγέθους από πλευράς κατανομής με αυτή του μεμονωμένου ορυκτού χωρίς συλλέκτη. Συνεπώς, η ύπαρξη του χαλαζία στο συμπύκνωμα του αιματίτη οφείλεται μάλλον στην μηχανική παράσυρσή του στον αφρό.

Επίσης, στην Εικόνα 14, η οποία έχει ληφθεί για χρόνο επίπλευσης μεταξύ 4 και 6min, φαίνεται ότι ο αφρός αποτελείται από σχετικά μικρού μεγέθους φυσαλίδες, που σπάνε σε μικρό χρονικό διάστημα από το σχηματισμό τους (ασταθείς), και έχει ροζ χρώμα εξ αιτίας της απομάκρυνσης σημαντικού ποσοστού αιματίτη από την αρχική ποσότητα.

Διατηρώντας σταθερή την σύσταση της τροφοδοσία και την ποσότητα του συλλέκτη, το σύστημα μελετήθηκε σε $pH = 6$. Στους Πίνακες 27 και 28 παρουσιάζονται αντίστοιχα οι παρατηρήσεις για την ποιότητα του αφρού και η χημική ανάλυση των προϊόντων.



Εικόνα 14: Ασταθής αφρός, κόκκινου χρώματος κατά την επίπλευση μεικτής τροφοδοσίας

Πίνακας 27: Παρατηρήσεις σχετικά με την εικόνα του αφρού κατά τη διάρκεια της επίπλευσης σε $pH = 6$ με σύνθεση τροφοδοσίας 85% SiO_2 και 15% Fe_2O_3 (ποσότητα συλλέκτη 800g/t)

Χρόνος (min)	Παρατηρήσεις
2	Ασταθής και λεπτομερής αφρός, ανοικτού κόκκινου χρώματος
4	Πολύ ανοιχτόχρωμος αφρός, πολύ ασταθής μετά τα 2:20 min
6	Πάρα πολύ ασταθής αφρός, άσπρου χρώματος

Πίνακας 28: Χημική ανάλυση συμπυκνώματος με σύνθεση τροφοδοσίας 85% SiO₂ και 15% Fe₂O₃ σε pH=6 (ποσότητα συλλέκτη 800g/t)

Χρόνος (min)	% Βάρος Τροφοδοσίας	% Fe ₂ O ₃	% Αδιάλυτο στερεό υπόλειμμα	% Κατανομή	
				Fe ₂ O ₃	Υπόλειμμα
2	26,4	21,88	74,31	61,1	22,1
4	8,2	16,55	80,47	14,4	7,4
6	3,3	9,31	89,24	3,3	3,3
Τέλμα	62,1	3,23	95,95	21,2	67,2
Τροφοδοσία*	100,0	9,45	88,75	100,0	100,0

*Σύνθεση από τα προϊόντα

Παρόμοια με τη δοκιμή σε pH = 4, από τον Πίνακα 28 προκύπτει διαφορά στην περιεκτικότητα της συνθετικής τροφοδοσίας σε αιματίτη και χαλαζία και αυτής που προκύπτει από τη σύνθεση των προϊόντων, πλην όμως η διαφορά είναι μικρότερη σε σχέση με το προηγούμενο πείραμα (της τάξης των 4 με 5 μονάδες).

Παρά τις αποκλίσεις ως προς τη σύσταση, τα αποτελέσματα του Πίνακα 28 δείχνουν ότι τα πλουσιότερα προϊόντα σε αιματίτη, που αντιστοιχούν σε χρόνους επίπλευσης 2 και 4min, έχουν περιεκτικότητα σε αιματίτη περίπου διπλάσια της τροφοδοσίας (9,45% αιματίτης). Το προϊόν της επίπλευσης σε χρόνο 4min έχει αθροιστική περιεκτικότητα 20,6% σε αιματίτη με ποσοστό ανάκτησης 75,5%.

Αντίστοιχα για το αδιάλυτο στερεό υπόλειμμα, που αποτελείται από χαλαζία με βάση την αρχική σύνθεση του μείγματος, το ποσοστό του στα επί μέρους προϊόντα για χρόνους 2 και 4min, είναι συγκριτικά μειωμένο σε σύγκριση με αυτό της τροφοδοσίας (88,75%) ενώ η κατανομή του στο προϊόν είναι 29,5%, που είναι της ίδιας τάξης μεγέθους με τον χαλαζία που επιπλέει χωρίς συλλέκτη. Αρκετά μειωμένο είναι το ποσοστό σε αδιάλυτο στερεό υπόλειμμα (χαλαζίας) που αντιστοιχεί σε χρόνο 2min. Όπως αναφέρθηκε προηγουμένως, η ύπαρξη χαλαζία στο συμπύκνωμα του αιματίτη οφείλεται μάλλον σε μηχανική παράσυρση.

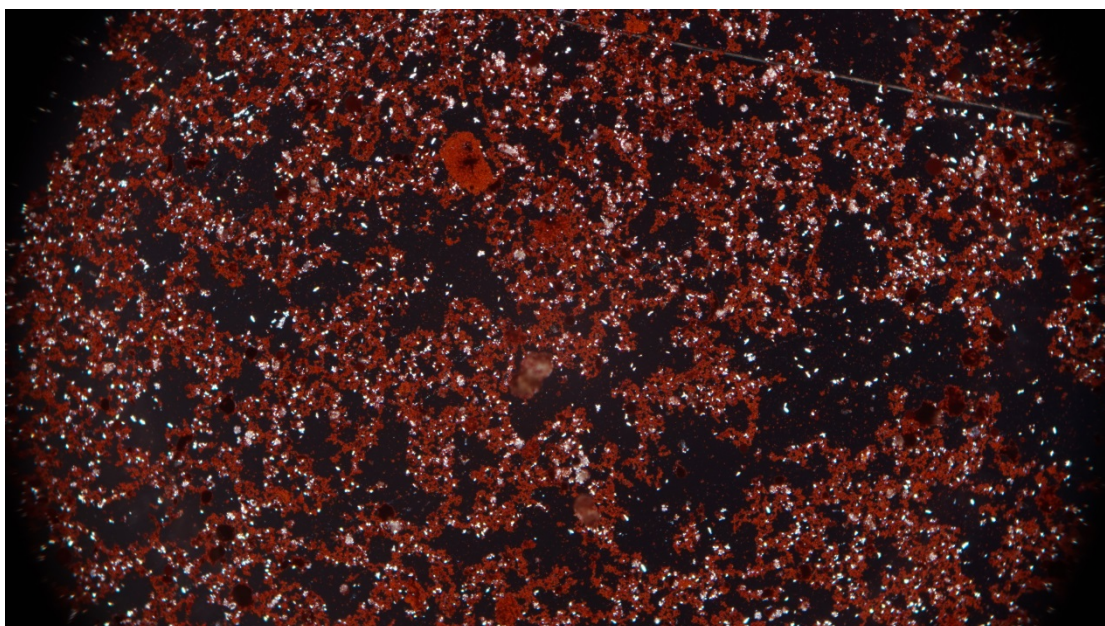
Στην Εικόνα 15, η οποία έχει ληφθεί σε στερεοσκοπικό μικροσκόπιο, φαίνεται καθαρά η συνύπαρξη χαλαζία και αιματίτη στο συμπύκνωμα του αιματίτη, με τον χαλαζία να βρίσκεται ως μεμονωμένα τεμαχίδια και τον αιματίτη ως συσσωματώματα. Στην Εικόνα 16, η οποία έχει ληφθεί σε μικροσκόπιο διερχομένου φωτός, φαίνονται με μεγαλύτερη σαφήνεια τα συσσωματώματα του αιματίτη και τα μονήρη τεμαχίδια του χαλαζία.



Εικόνα 15: Μικροσκοπική παρατήρηση μετά από επίπλευση μικτής τροφοδοσίας – Συσσωματώματα αιματίτη και μεμονωμένα τεμαχίδια χαλαζία

Στη συνέχεια, διατηρώντας σταθερή την σύσταση της τροφοδοσία και την ποσότητα του συλλέκτη, το σύστημα μελετήθηκε σε $\text{pH} = 8$. Από το πρώτο δευτερόλεπτο της επίπλευσης, ο αφρός ήταν ιδιαίτερα ασταθής, ανοιχτόχρωμος και παρουσίαζε άμεση διάρρηξη των φυσαλίδων. Επομένως, ήταν εμφανής η αποτυχία της επίπλευσης σε αλκαλικό pH . Βέβαια, με την προσθήκη μεγάλης ποσότητας αφριστικού αντιδραστηρίου (περίπου 10 σταγόνες) παρατηρήθηκε μικρή βελτίωση στην ποιότητα του αφρού.

Στον Πίνακα 29 παρουσιάζονται τα αποτελέσματα της χημικής ανάλυσης των προϊόντων.



Εικόνα 16: Παρατήρηση προϊόντος επίπλευσης σε μικροσκόπιο διερχομένου φωτός με αναλυτή και πολωτή (x100)

Πίνακας 29: Χημική ανάλυση συμπυκνώματος με σύνθεση τροφοδοσίας 85% SiO_2 και 15% Fe_2O_3 σε $\text{pH}=8$

Χρόνος (min)	% Βάρος Τροφοδοσίας	% Fe_2O_3	% Αδιάλυτο στερεό υπόλειμμα	% Κατανομή	
				Fe_2O_3	Υπόλειμμα
Συμπύκνωμα για $t = 6\text{min}$	22,8	14,41	79,05	44,8	21,2
Τέλεσμα	77,2	5,25	86,81	55,2	78,8
Τροφοδοσία*	100,0	7,34	85,04	100,0	100,0

*Σύνθεση από τα προϊόντα

Από τον Πίνακα 29, προκύπτει ότι η περιεκτικότητα της τροφοδοσίας από την σύνθεση των προϊόντων ταυτίζεται με αυτή του χαλαζία στο δείγμα που παρασκευάστηκε, αλλά είναι περίπου η μισή από αυτή του αιματίτη. Επίσης, φαίνεται ότι τα αποτελέσματα των χημικών αναλύσεων επιβεβαιώνουν σε γενικές γραμμές τις μακροσκοπικές παρατηρήσεις. Παρά το γεγονός ότι το προϊόν που επίπλευσε έχει διπλάσια περιεκτικότητα σε αιματίτη, τα αποτελέσματα δεν είναι ικανοποιητικά εξ αιτίας της χαμηλής ανάκτησης αιματίτη στο συμπύκνωμα (45% περίπου). Όπως και στις προηγούμενες περιπτώσεις, ο χαλαζίας που συγκεντρώθηκε στο συμπύκνωμα είναι το 21,2% της αρχικής ποσότητας, όσο ακριβώς και στα πειράματα επίπλευσης χαλαζία χωρίς συλλέκτη. Συνεπώς, η συγκέντρωσή του οφείλεται μάλλον σε μηχανική παράσυρση, όπως και στα προηγούμενα πειράματα.

Συμπερασματικά, και οι τρεις δοκιμές σε pH 4, 6 και 8 έδειξαν ότι μπορεί να επιτευχθεί διαχωρισμός του αιματίτη, έστω και με σχετικά μικρή ανάκτηση (της τάξης του 60-65%). Ελαφρά καλύτερα αποτελέσματα λαμβάνονται σε pH=6. Ταυτόχρονα, όμως, παρασύρεται και σημαντική ποσότητα χαλαζία λόγω μηχανικής παγίδευσης στον αφρό.

4.9.3 Επίδραση Ποσότητας Συλλέκτη

Για να διερευνηθεί περαιτέρω η δυνατότητα βελτίωσης των αποτελεσμάτων (αύξηση ανάκτησης αιματίτη, μείωση περιεκτικότητας χαλαζία), έγιναν δοκιμές επίπλευσης σε ποσότητα αιματίτη 10g σε pH=6 με διάφορες ποσότητες συλλέκτη και σε μείγμα 20g με την ίδια αναλογία συστατικών (15% αιματίτης, 85% χαλαζίας).

Τα αποτελέσματα της επίπλευσης του αιματίτη παρουσιάζονται στους Πίνακες 30-32 και στο Διάγραμμα 27. Επίσης, στους Πίνακες γίνονται και παρατηρήσεις αναφορικά με την ποιότητα του αφρού.

Πίνακας 30: Αθροιστική ανάκτηση αιματίτη (ποσότητα 10g) σε συνάρτηση με τον χρόνο επίπλευσης για ποσότητα συλλέκτη 200g/t αιματίτη

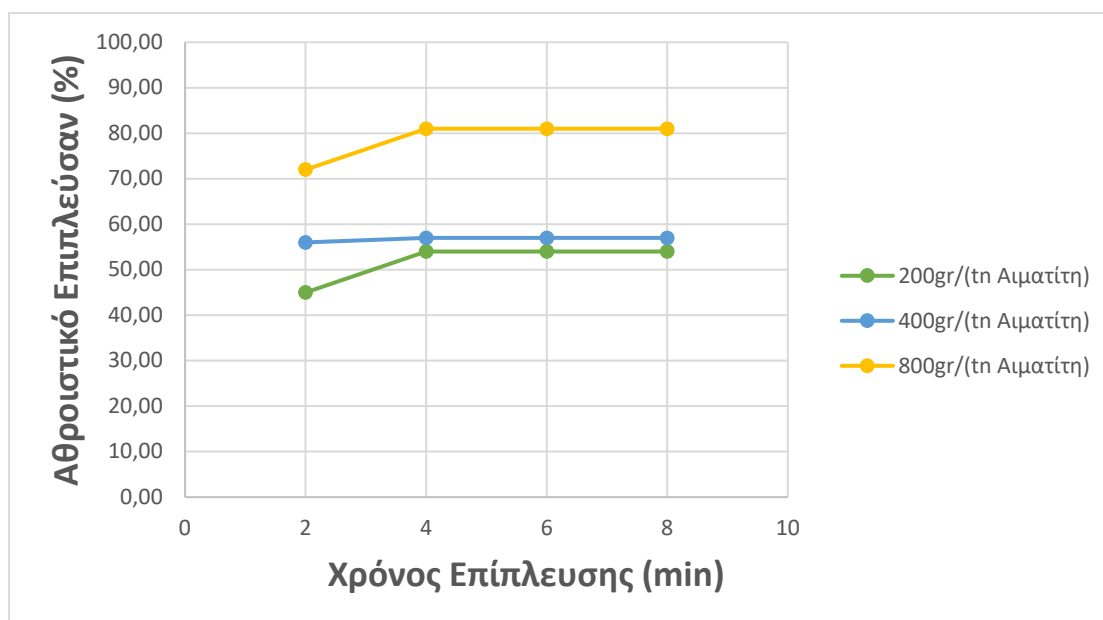
Χρόνος (min)	Αθροιστικό Επιπλεύσαν (%)	Παρατηρήσεις
2	45,0	Πολύ πυκνός αφρός, βαθύ κόκκινο χρώμα
4	54,0	Μικρότερου μεγέθους φυσαλίδες, κόκκινο χρώμα αφρού
6	54,0	Ψιλομερής, ασταθής, ανοιχτού κόκκινου χρώματος αφρός
8	54,0	Πολύ ψιλομερής, πολύ ασταθής, σχεδόν άσπρος αφρός

Πίνακας 31: Αθροιστική ανάκτηση αιματίτη (ποσότητα 10g) σε συνάρτηση με τον χρόνο επίπλευσης για ποσότητα συλλέκτη 400g/t αιματίτη

Χρόνος (min)	Αθροιστικό Επιπλεύσαν (%)	Παρατηρήσεις
2	56,0	Φυσαλίδες μικρού μεγέθους, σταθερός αφρός μεγάλης ποσότητας
4	57,0	Ψιλομερής αφρός, σχετικά σταθερός, με ανοικτό κόκκινο χρώμα
6	57,0	Ψιλομερής, ασταθής αφρός
8	57,0	Ψιλομερής, πολύ ασταθής αφρός, με σχεδόν άσπρο χρώμα

Πίνακας 32: Αθροιστική ανάκτηση αιματίτη (ποσότητα 10g) σε συνάρτηση με τον χρόνο επίπλευσης για ποσότητα συλλέκτη 800g/t αιματίτη

Χρόνος (min)	Αθροιστικό Επιπλεύσαν (%)	Παρατηρήσεις
2	72,0	Πάρα πολύ μεγάλη ποσότητα αφρού, πολύ σταθερός αφρός με βαθύ κόκκινο χρώμα
4	81,0	Αρκετά σταθερός αφρός, κόκκινου χρώματος
6	81,0	Ψιλομερής αφρός με ροζ-κόκκινο χρώμα
8	81,0	Ψιλομερής, ασταθής αφρός, ροζ χρώματος



Διάγραμμα 27: Αθροιστική ανάκτηση αιματίτη σε συνάρτηση με τον χρόνο

Από τα Διάγραμμα 27 προκύπτει ότι για ποσότητες συλλέκτη μικρότερες από 400g/t οι ανακτήσεις αιματίτη είναι σχετικά χαμηλές (μικρότερες από 60%), ενώ δεν παρατηρείται σημαντική διαφοροποίηση μεταξύ 200 και 400g/t. Αντίθετα, για ποσότητα συλλέκτη 800g/t, παρατηρείται σημαντική αύξηση τάξης μεγέθους 80%.

Στη συνέχεια, έγιναν δοκιμές επίπλευσης σε pH=6 με μίγματα αιματίτη και χαλαζία, που είχαν την ίδια αναλογία (15% αιματίτης, 85% χαλαζίας) και ποσότητα μείγματος 20g, όπως στις προηγούμενες δοκιμές, ενώ η ποσότητα του συλλέκτη ήταν 200 και 400g/t, αντίστοιχα. Κατά τη διάρκεια των πειραμάτων γινόταν μακροσκοπική παρακολούθηση της ποιότητας και της σταθερότητας του αφρού ενώ, στη συνέχεια, έγινε χημική ανάλυση των προϊόντων, τα αποτελέσματα των οποίων παρουσιάζονται στους Πίνακες 33-36.

Πίνακας 33: Παρατηρήσεις σχετικά με την εικόνα του αφρού κατά τη διάρκεια της επίπλευσης με σύνθεση τροφοδοσίας 85% SiO₂ και 15% Fe₂O₃ και ποσότητα συλλέκτη 200g/t αιματίτη σε pH=6

Χρόνος (min)	Παρατηρήσεις
2	Προσθήκη 4 σταγόνων αφριστικού, ψιλομερής, σταθερός αφρός ανοικτού κόκκινου χρώματος
4	Ψιλομερής αφρός, σταθερός με ροζ χρώμα
6	Ψιλομερής, ασταθής αφρός, ροζ χρώματος
8	Ψιλομερής, πολύ ασταθής, σχεδόν άσπρου χρώματος αφρός

Πίνακας 34: Χημική ανάλυση προϊόντων με σύνθεση τροφοδοσίας 85% SiO₂ και 15% Fe₂O₃ και ποσότητα συλλέκτη 200g/t αιματίτη σε pH=6

Χρόνος (min)	% Βάρος Τροφοδοσίας	% Fe ₂ O ₃	% Αδιάλυτο στερεό υπόλειμμα	% Κατανομή	
				Fe ₂ O ₃	Υπόλειμμα
2	14,2	17,79	79,06	26,3	12,8
4	6,1	15,83	80,63	10,1	5,6
6	4,1	12,91	83,75	5,5	3,9
8	4,7	11,94	83,12	5,9	4,5
Τέλεσμα	70,9	7,07	90,33	52,2	73,2
Τροφοδοσία	100,0	9,59	87,53	100,0	100,0

Πίνακας 35: Παρατηρήσεις σχετικά με την εικόνα του αφρού κατά τη διάρκεια της επίπλευσης με σύνθεση τροφοδοσίας 85% SiO₂ και 15% Fe₂O₃ και ποσότητα συλλέκτη 400g/t αιματίτη σε pH=6

Χρόνος (min)	Παρατηρήσεις
2	Μέτριας ποιότητας αφρός κόκκινου χρώματος
4	Ψιλομερής αφρός, ανοικτού κόκκινου χρώματος
6	Ψιλομερής αφρός, ανοικτού κόκκινου χρώματος, μικρή ποσότητα
8	Ψιλομερής, ασταθής αφρός, πολύ ανοικτού χρώματος

Πίνακας 36: Χημική ανάλυση προϊόντων με σύνθεση τροφοδοσίας 85% SiO₂ και 15% Fe₂O₃ και ποσότητα συλλέκτη 400g/t αιματίτη σε pH=6

Χρόνος (min)	% Βάρος Τροφοδοσίας	% Fe ₂ O ₃	% Αδιάλυτο στερεό υπόλειμμα	% Κατανομή	
				Fe ₂ O ₃	Υπόλειμμα
2	18,8	19,16	76,54	33,3	16,6
4	4,9	16,52	80,10	7,5	4,5
6	1,8	14,14	82,81	2,4	1,7
8	0,6	-	-	-	-
Τέλμα	73,9	8,32	90,45	56,8	77,2
Τροφοδοσία*	100,0	10,88	87,17	100,0	100,0

Σημείωση: Για χρόνο 8min, η ποσότητα που επίπλευσε ήταν 0,1g (πολύ μικρή), με αποτέλεσμα να μην είναι δυνατή η διαλυτοποίησή της και, συνεπώς, η χημική της ανάλυση, *Σύνθεση από τα προϊόντα, χωρίς να έχει ληφθεί υπ' όψη το προϊόν στα 8 min.

Από τα αποτελέσματα των Πινάκων 34 και 36 προκύπτει ότι τα αποτελέσματα παρουσιάζουν τα ίδια χαρακτηριστικά με τα αποτελέσματα των προηγούμενων δοκιμών σε μείγματα αιματίτη και χαλαζία. Πιο συγκεκριμένα, για χρόνο επίπλευσης 4min, η περιεκτικότητα του συμπυκνώματος σε αιματίτη είναι περίπου διπλάσια της τροφοδοσίας, πλην όμως η ανάκτηση δεν είναι μεγάλη (μέγιστη ανάκτηση αιματίτη 36%) και, οπωσδήποτε μικρότερη σε σχέση την αντίστοιχη για ποσότητα συλλέκτη 800g/t σε pH=6, που είναι οποιαδήποτε περίπτωση είναι 75,5%.

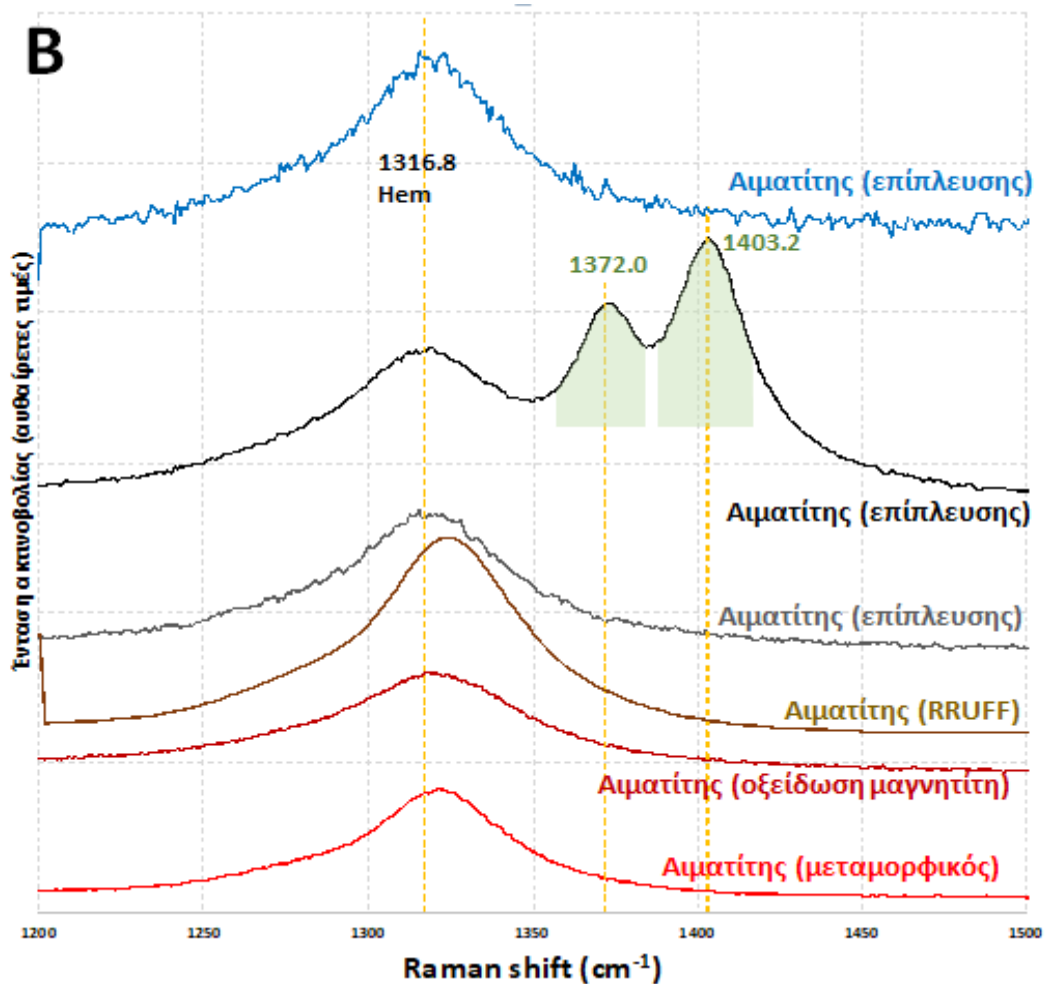
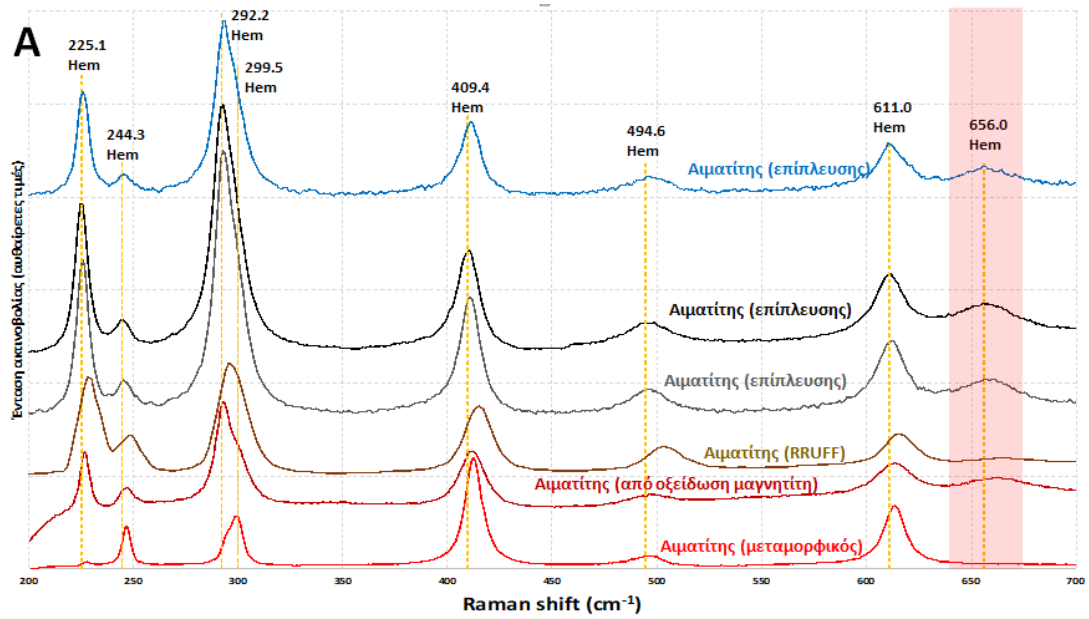
4.9.4 Ανάλυση Raman

Οι αναλύσεις Raman πραγματοποιήθηκαν με το όργανο Ramascope RM1000 της Σχολής Μηχανικών Μεταλλείων-Μεταλλουργών του ΕΜΠ. Το όργανο αποτελείται από ένα οπτικό μικροσκόπιο με αντικειμενικούς φακούς μεγέθυνσης $\times 5$, $\times 20$, $\times 50$, και $\times 100$. Το φασματόμετρο αποτελείται από μια πηγή λέιζερ Ηλίου-Νέου (He-Ne) που εκπέμπει στα 632,8 nm, η οποία οδηγείται στο δείγμα μέσω ενός συστήματος καθρεπτών και φακών και, μέσω του μικροσκοπίου, στο δείγμα. Ένα ζεύγος φακών ρυθμίζει την κοινή εστίαση της δέσμης με την οπτική εικόνα, η οποία λαμβάνεται με μια κάμερα CCD και προβάλλεται σε οθόνη υπολογιστή. Με τον αντικειμενικό φακό μεγέθυνσης $\times 100$, το σημείο εστίασης της δέσμης πάνω στο δείγμα είναι περίπου 1,5 μm και η ενέργεια είναι μικρότερη από 5 mJ. Κατά την ανάλυση, χρησιμοποιήθηκε κυρίως αυτός ο φακός, σε κάποιες περιπτώσεις και οι άλλοι μικρότερης μεγέθυνσης. Η ελαστικά (Rayleigh) και η ανελαστικά σκεδαζόμενη ακτινοβολία Raman που δημιουργείται στο δείγμα από την αλληλεπίδρασή του με την ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία του λέιζερ εισέρχονται ξανά, μέσω του αντικειμενικού φακού, στο μικροσκόπιο και οδηγούνται σε ένα οπτικό φίλτρο, τύπου edge, το οποίο αποκλείει την συχνότητα του λέιζερ, δηλαδή την ελαστικά σκεδαζόμενη ακτινοβολία Rayleigh. Η ακτινοβολία Raman ωστόσο, που αντιστοιχεί σε άλλες συχνότητες, διαφορετικές από το κατώφλι του φράγματος αυτού, διέρχεται μέσω του φίλτρου, εστιάζεται μέσω ενός φακού σε σχισμή μεγέθους 50 μm , την οποία διαπερνά και φτάνει σε ένα οπτικό φράγμα (grating) των 1800 γραμμών ανά mm και αναλύεται στο φάσμα του. Μέσω ενός καθρέφτη, το φάσμα αυτό προσπίπτει σε μια ψυχόμενη, με στοιχεία Peltier, κάμερα και μετατρέπεται σε διάγραμμα φάσματος μέσω ενός υπολογιστή. Ο χρόνος συλλογής των φασμάτων είναι πολλαπλές επαναλήψεις (συνήθως 3-10) φασμάτων που αθροίζονται, με διάρκεια μέτρησης για το καθένα στα 10 δευτερόλεπτα (integration time). Η βαθμολόγηση του οργάνου γίνεται με πλακίδιο καθαρού κρυσταλλικού πυριτίου που παρουσιάζει κορυφή στα 520,5 cm^{-1} , όταν η ακτινοβολία Rayleigh ορίζεται να είναι στα 0 cm^{-1} . Το φάσμα ανακτάται από το όργανο με το πρόγραμμα Grams αλλά ερμηνεύεται με το λογισμικό “spaceRaman” που έχει αναπτυχθεί εντός του Εργαστηρίου Ορυκτολογίας-Πετρογραφίας-Κοιτασματολογίας. Το λογισμικό αυτό περιέχει μια μεγάλη βάση δεδομένων από ορυκτά και άλλες φάσεις, και η ερμηνεία είναι ιδιαίτερα διαδραστική μιας και για κάθε κορυφή η αναζήτηση στην βάση δεδομένων για πιθανές φάσεις γίνεται σε πραγματικό χρόνο, ενώ η ταύτιση

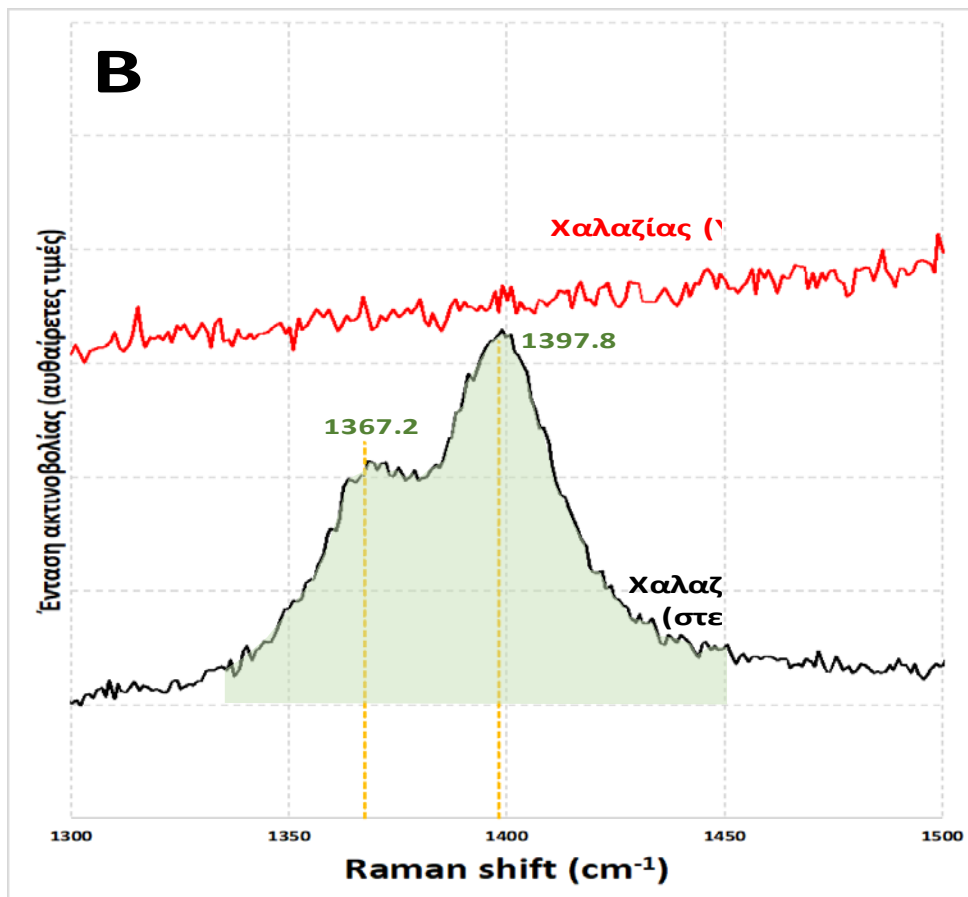
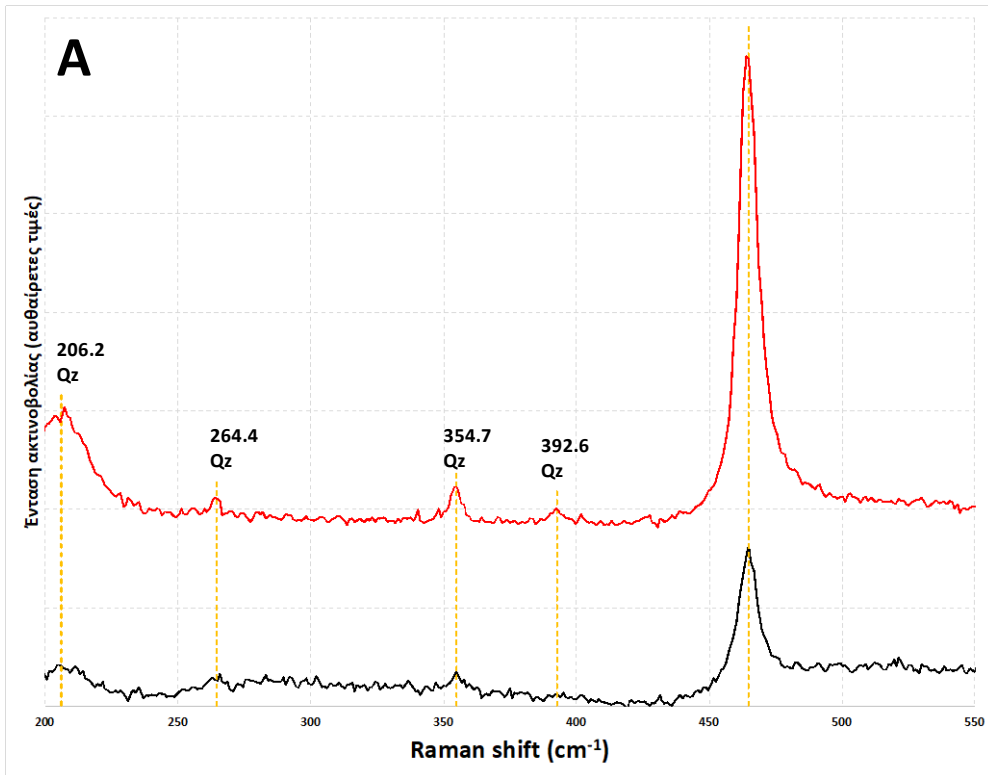
κορυφών με καμπύλες προσομοίωσης γίνεται, επίσης, σε πραγματικό χρόνο διευκολύνοντας την ερμηνεία.

Στο Διάγραμμα 28Α με μαύρο, γκρι, και μπλε ίχνος δίνονται τα τυπικά φάσματα Raman του δειγμάτων αιματίτη αυτής της μελέτης. Τα φάσματα με μπλε, μαύρο και γκρι ίχνος είναι αιματίτης που επίπλευσε χρησιμοποιώντας σουλφονικό αντιδραστήριο ως συλλέκτη. Για κάθε περίπτωση η μορφή του φάσματος του αιματίτη είναι η ίδια με κορυφές στα 225,7, 245,5, 292,7, 299,8, 410,4, 495,9, 611,8, 659,0, και 1318,5 cm^{-1} . Στο ίδιο σχήμα γίνεται σύγκριση με φάσματα αιματίτη αναφοράς, αναδεικνύοντας μικρές αποκλίσεις στις κορυφές. Η κορυφή στα 656 cm^{-1} (κόκκινη περιοχή) εμφανίζεται να υπάρχει σε αιματίτη που βιβλιογραφικά ερμηνεύεται να περιέχει ίχνη αργιλίου στο πλέγμα ή πλεγματικές διαταραχές. Ομοίως και στο Διάγραμμα 28Β, η κορυφή στα 1316,8 cm^{-1} ανήκει στον αιματίτη. Στο ένα μόνο ίχνος του αιματίτη (μαύρο) περιέχονται και άλλες δύο διακριτές κορυφές μεγάλου πλάτους (πράσινη σκιαγράφηση) στα 1372,0 και 1403,0 cm^{-1} . Αυτές οι κορυφές δεν ανήκουν στον αιματίτη.

Στο Διάγραμμα 29 φαίνονται οι κορυφές Raman του χαλαζία που έχει επιπλεύσει κατά τις δοκιμές επίπλευσης καθαρού ορυκτού με σουλφονικό συλλέκτη. Με μαύρο ίχνος είναι το φάσμα του χαλαζία σε δείγμα που παρατηρήθηκε έπειτα από ξήρανση στον αέρα (στεγνό δείγμα), ενώ με κόκκινο ο χαλαζίας που παρατηρήθηκε σε υγρή φάση. Στην περίπτωση του μαύρου ίχνους φαίνονται ξανά δύο κορυφές ίδιας μορφολογίας και ανάλογης θέσης με τις κορυφές που φαίνονται στον αιματίτη (Διάγραμμα 28, με πράσινη σκίαση). Οι κορυφές του χαλαζία είναι οι 206,2, 264,4, 354,7, 392,6, και η χαρακτηριστική κορυφή στα 464,7 cm^{-1} .



Διάγραμμα 28: Φάσματα Raman αιματίτη από επίπλευση. (A) Το φάσμα από 200 έως 700 cm^{-1} (B) Το φάσμα από τα 1200 έως τα 1500 cm^{-1} . Τα φάσματα από δείγματα αναφοράς φαίνονται με τα κόκκινα και καφέ ίχνη

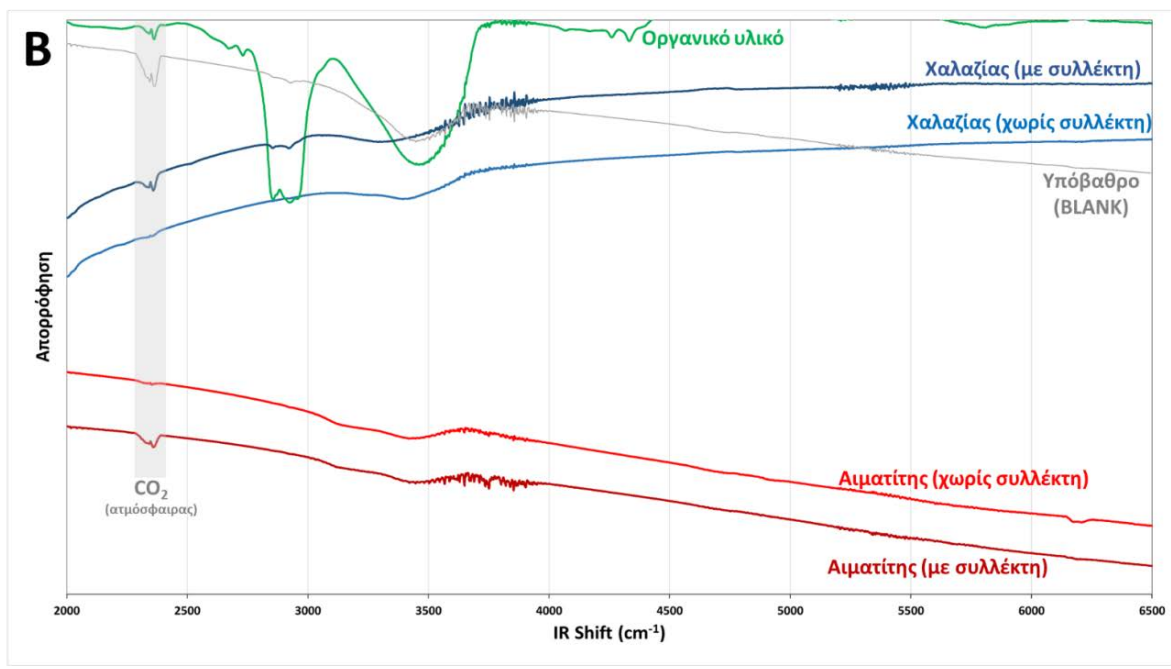
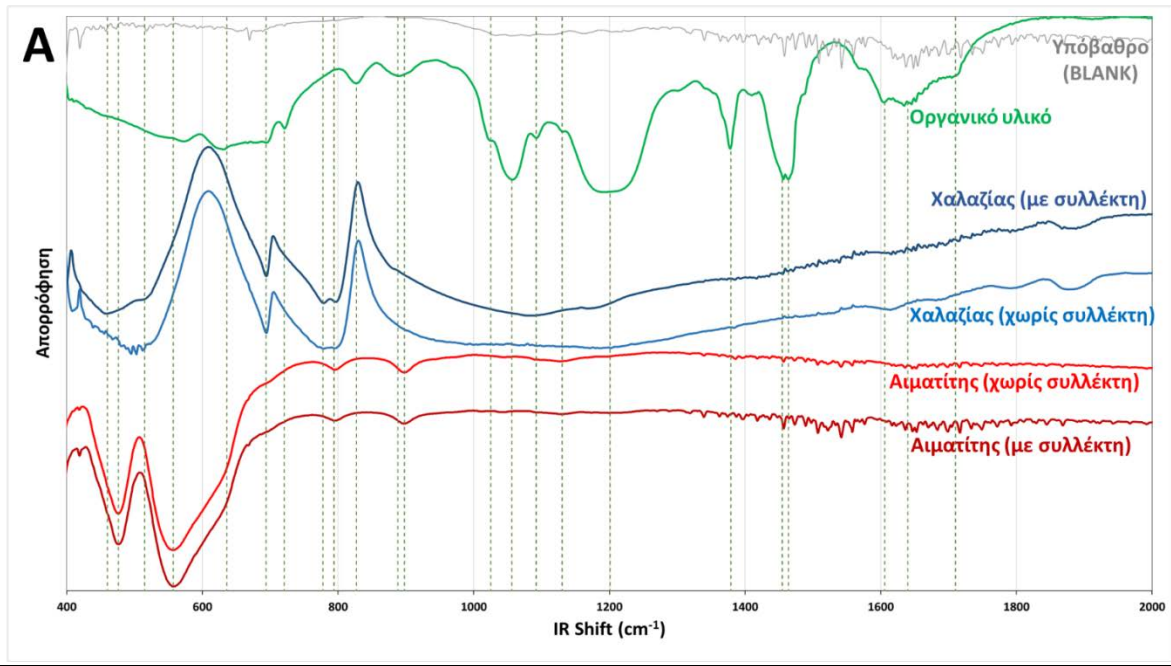


Διάγραμμα 29: Φάσματα Raman χαλαζία που ξηράθηκε στον αέρα (στεγνό δείγμα) και σε υγρή φάση. (A) Το φάσμα από 200 έως 550 cm^{-1} (B) Το φάσμα από τα 1300 έως τα 1500 cm^{-1}

4.9.5 Ανάλυση FTIR

Το φασματόμετρο FTIR με το οποίο αναλύθηκαν τα δείγματα είναι το Spectrum GX της Perkin Elmer. Το εύρος φάσματος μέτρησης του οργάνου είναι από τα 370 έως 10000 cm^{-1} . Η διακριτική ικανότητα του οργάνου είναι 4 cm^{-1} . Το δείγμα προετοιμάστηκε σε αχάτινο γουδί, όπου τοποθετήθηκε μέρος του κάθε δείγματος μαζί με KBr. Το συνολικό βάρος του προς μέτρηση δείγματος μαζί με την μήτρα KBr πρέπει να είναι στα 200 mg, με την ποσότητα του δείγματος να κυμαίνεται από τα 5 mg για τον αιματίτη, ώστε να μπορεί να διέρχεται η δέσμη IR από την παραγόμενη ταμπλέτα, έως και 20 mg για τον χαλαζία που είναι διαφανής. Το μείγμα λειοτριβήθηκε για ομοιόμορφη ανάμιξη των δύο μερών (δείγματος και μήτρας) και τοποθετήθηκε σε μεταλλική κάψουλα για τον σχηματισμό ταμπλέτας με την χρήση υδραυλικής πρέσας τύπου Specac, επίσης της Perkin Elmer. Στην περίπτωση του οργανικού υλικού (συλλέκτης), παρασκευάστηκε ταμπλέτα ελεύθερη δείγματος που αρχικά χρησιμοποιήθηκε για την βαθμονόμηση του οργάνου, έπειτα για την μέτρηση του υποβάθρου (Blank) ώστε να εντοπιστούν τυχόν υπάρχουσες ανομοιομορφίες, και, τέλος, τοποθετήθηκε και απλώθηκε στην επιφάνεια της ταμπλέτας μια σταγόνα οργανικού υλικού (συλλέκτη). Οι ταμπλέτες τοποθετήθηκαν με την σειρά τους στον δειγματοφορέα του οργάνου και μετρήθηκαν με το όργανο. Τα φάσματα υπέρυθρου της διερχόμενης ακτινοβολίας (transmission mode) φαίνονται στο Διάγραμμα 30.

Τα φάσματα με κόκκινο ίχνος είναι του αιματίτη, με και χωρίς συλλέκτη, ενώ με μπλε του χαλαζία, επίσης με ή χωρίς συλλέκτη. Το πράσινο είναι του οργανικού συλλέκτη, και το γκρι, όπως ήδη αναφέρθηκε, είναι το φάσμα αναφοράς χωρίς δείγμα (Blank KBr). Το Διάγραμμα 30A καλύπτει την περιοχή από τα 400 έως τα 2000 cm^{-1} , ενώ το Διάγραμμα 30B καλύπτει την περιοχή από τα 2000 έως τα 6500 cm^{-1} . Από την σύγκριση των φασμάτων, ουδεμία διαφορά παρατηρήθηκε μεταξύ των φασμάτων του κάθε υλικού ίδιου είδους, π.χ. αιματίτης χωρίς και με συλλέκτη και αντίστοιχα του χαλαζία. Η σύγκριση με το ίχνος του οργανικού συλλέκτη (πράσινο ίχνος) δεν δείχνει ότι οποιοδήποτε φάσμα αιματίτη ή χαλαζία δεν περιέχουν υπολειμματικό οργανικό συλλέκτη.



Διάγραμμα 30: Φάσματα FTIR χαλαζία και αιματίτη. (A) Φάσμα από 400 έως 2000 cm^{-1} (B) Το φάσμα από τα 2000 έως τα 6500 cm^{-1} . Το γκρι ίχνος φάσματος αντιστοιχεί στο υπόβαθρο, που είναι η ταμπλέτα KBr χωρίς δείγμα

Από τις αναλύσεις με Raman παρατηρούμε ότι οι φάσεις αιματίτη και χαλαζία είναι διακριτές και τυπικές των αντίστοιχων ορυκτών φάσεων. Η κορυφή στα $656,0\text{ cm}^{-1}$ είναι συχνή σε υλικά με ικανό αριθμό πλεγματικών διαταραχών. Όλες οι κορυφές έχουν προσομοιωθεί επακριβώς με ψηφιακές κορυφές μίξης Gaussian-Lorentzian. Ομοίως, και οι κορυφές που εμφανίζονται στον αιματίτη που βρίσκονται στα $1372,0$ και $1403,0\text{ cm}^{-1}$, ενώ αυτές που εμφανίζονται στον χαλαζία είναι οι $1367,2$ και $1397,8\text{ cm}^{-1}$. Οι δύο πρώτες έχουν διαφορά μεταξύ τους κατά 31 cm^{-1} , ενώ οι δεύτερες κατά $30,6\text{ cm}^{-1}$. Αντίστοιχα, προκύπτει ότι, για την κορυφή $1372,0\text{ cm}^{-1}$ του αιματίτη, η αντίστοιχη στον χαλαζία είναι στα $1367,2\text{ cm}^{-1}$, δηλαδή $4,8\text{ cm}^{-1}$ μικρότερη από τον αιματίτη. Από την βιβλιογραφική έρευνα δεν προέκυψε διάγνωση των δύο αυτών κορυφών. Μια άλλη ερμηνεία είναι οι κορυφές αυτές να προέρχονται από φθορισμό υλικού που δεν μπορεί να διαγνωστεί με τα παρόντα στοιχεία. Είναι αμφιλεγόμενη παρατήρηση φυσικά, ότι οι ίδιες κορυφές εμφανίζονται σε στεγνό, καθαρό δείγμα χαλαζία αλλά και ταυτοχρόνως στον αιματίτη επίπλευσης. Συνεπώς, συμπεραίνουμε ότι σε όποια φάση και να ανήκουν οι δύο αυτές κορυφές δεν έχουν σχέση με τον οργανικό συλλέκτη ή υπόλειμμα αυτού. Όσον αφορά στα αποτελέσματα από το FTIR, δεν διακρίνονται μεταξύ των κορυφών ίχνη του οργανικού συλλέκτη στα φάσματα αιματίτη και στις δύο φάσεις, αλλά και σε αυτά του χαλαζία.

5. Συμπεράσματα

Τα συμπεράσματα που προκύπτουν από την παρούσα ερευνητική προσπάθεια, που είχε στόχο των διαχωρισμό λεπτομερούς αιματίτη από λεπτομερή χαλαζία με επίπλευση, συνοψίζονται στα εξής.

Από τις δοκιμές επίπλευσης σε καθαρά ορυκτά προέκυψαν οι βέλτιστες συνθήκες εκλεκτικού διαχωρισμού των ορυκτών, που είναι οι ακόλουθες:

- pH = 4
- όγκος διαλύματος συλλέκτη (σουλφονικό αντιδραστήριο) 40 ml (συγκέντρωση 0,01% κ.β.)
- χρόνος προοδοποίησης 4:30 min
- χρόνος καθίζησης 3 min

Οι παραπάνω συνθήκες εφαρμόστηκαν στις αρχικές δοκιμές επίπλευσης σε καθαρά ορυκτά, με εξαίρεση την ποσότητα του συλλέκτη, η οποία θεωρήθηκε αρκετά μεγάλη. Αντ' αυτής χρησιμοποιήθηκε μικρότερη ποσότητα συλλέκτη, που ήταν 800g/t αιματίτη. Οι δοκιμές σε καθαρά ορυκτά έδειξαν δυνατότητα εκλεκτικού διαχωρισμού με επίπλευση, δεδομένου ότι η ανάκτηση αιματίτη άγγιξε το 92% ενώ η αντίστοιχη του χαλαζία περιορίστηκε στο 24%. Πρέπει να σημειωθεί ότι η ίδια ποσότητα συλλέκτη χρησιμοποιήθηκε και σε επακόλουθα πειράματα με τεχνητά μείγματα ορυκτών.

Τα αποτελέσματα των μικροσκοπικών παρατηρήσεων σε καθαρά ορυκτά έδειξαν ότι ο σουλφονικός συλλέκτης προσροφείται εκλεκτικά στον αιματίτη και προκαλεί συσσωμάτωση των λεπτομερών τεμαχιδίων, με αποτέλεσμα ο αιματίτης να επιπλέει υπό τη μορφή συσσωματωμάτων. Αντίθετα, ο συλλέκτης δεν έχει καμία επίδραση στον χαλαζία, ο οποίος δεν συσσωματώνεται αλλά συγκεντρώνεται στο συμπύκνωμα λόγω μηχανικής παράσυρσης, όπως υποδεικνύουν τα μονήρη τεμαχίδια χαλαζία που παρατηρήθηκαν.

Όσον αφορά τη μεικτή τροφοδοσία, τα αποτελέσματα δεν ήταν τόσο ικανοποιητικά. Σε μεικτή τροφοδοσία με αναλογία ορυκτών 15% αιματίτης και 85% χαλαζίας, σε τιμή pH=4 και χρόνο επίπλευσης 6 min, η περιεκτικότητα του αιματίτη κυμάνθηκε μεταξύ 16 και 20%, με ανάκτηση αιματίτη 61,6%. Θα πρέπει να σημειωθεί ότι, ενώ η σύσταση των τεχνητών μειγμάτων σε αιματίτη ήταν 15%, η σύνθεση της τροφοδοσίας από τα προϊόντα υπολειπόταν κατά πολύ αυτής του αρχικού μείγματος (κυμάνθηκε μεταξύ 6

και 11% σε αιματίτη), χωρίς να είναι δυνατόν να εξηγηθεί αυτή η συστηματική απόκλιση. Αυτή η παρατήρηση υποδηλώνει ότι είναι πολύ πιθανό η περιεκτικότητα των προϊόντων που επιπλέουν σε αιματίτη να είναι πολύ μεγαλύτερη από αυτή των χημικών αναλύσεων. Επαναλαμβάνοντας την ίδια δοκιμή με $pH = 6$, για χρόνο επίπλευσης 4 min, η ανάκτηση αιματίτη έφτασε το 75,5%. Σε βασικό περιβάλλον, με τιμή $pH = 8$, για χρόνο επίπλευσης 6 min, το ποσοστό ανάκτησης αιματίτη ήταν μειωμένο σε σχέση με τις άλλες δύο δοκιμές, μόλις 45%.

Προκειμένου να βελτιωθούν τα αποτελέσματα του διαχωρισμού σε μείγματα, ακολούθησε μελέτη της επίδρασης της ποσότητας του συλλέκτη σε τροφοδοσία αποτελούμενη μόνο από αιματίτη και, στη συνέχεια, σε μεικτή τροφοδοσία σε τιμή $pH = 6$. Αρχικά, έγινε δοκιμή επίπλευσης με προστιθέμενη ποσότητα συλλέκτη 200g/t αιματίτη, 400g/t αιματίτη και στη συνέχεια με 800g/t αιματίτη. Οι μέγιστες ανακτήσεις ήταν 54%, 57% και 81% αντίστοιχα.

Αναφορικά με την μεικτή τροφοδοσία, τα ποσοστά ανάκτησης αιματίτη για χρόνο επίπλευσης 4 min παρέμειναν αρκετά χαμηλά, 36,4% και 40,8%, για ποσότητα συλλέκτη 200g/t και 400g/t αιματίτη, αντίστοιχα, ενώ η περιεκτικότητα σε αιματίτη ήταν κυμάνθηκε στα ίδια επίπεδα με τις προηγούμενες δοκιμές, δηλαδή 16-20%.

Ως γενικό συμπέρασμα που προκύπτει από την παρούσα ερευνητική εργασία αναφορικά με τον εκλεκτικό διαχωρισμό με επίπλευση λεπτομερούς αιματίτη από λεπτομερή χαλαζία, η μέθοδος που εφαρμόστηκε έδωσε ενθαρρυντικά αποτελέσματα, τα οποία όμως πρέπει να βελτιωθούν.

Για τον σκοπό αυτό προτείνεται, ως συνέχεια της έρευνας, να διεξαχθούν επί πλέον δοκιμές χρησιμοποιώντας καταβυθιστικά αντιδραστήρια για τον χαλαζία, να διερευνηθεί η επίδραση των υδροδυναμικών συνθηκών και να εφαρμοστούν στάδια καθαρού και, αν κριθεί αναγκαίο, καθαριστικού διαχωρισμού με τα κατά περίπτωση αντιδραστήρια.

6. Βιβλιογραφία

1. Yang, S., Li S., Wang, L., 2017. Dissolution of starch and its role in the flotation separation of quartz from hematite, *Powder Technology*, 320, pp. 346-357.
2. Yavuz, C.T., Prakash, A., Mayo, J.T, Colvin, V.L., 2009. Magnetic separations: From steel plants to biotechnology, *Chemical Engineering Science*, 64, (10), pp 2510-252.
3. Turrer, H.D.G., Peres, A.E.C., 2010. Investigation on alternative depressants for iron ore flotation, *Minerals Engineering*, 23, (11–13), pp 1066-1069.
4. Θεοδωρίκας, Σ., 2002. Ορυκτολογία – Πετρολογία, 2^η Έκδοση, Εκδόσεις Σαούλη, σελ. 578-579.
5. Morin, F.J., 1950. *Phys. Rev.*, 78, pp. 819-830.
6. Bolanz, R.M., Kiefer, S., Göttlicher, J., Steininger, R., 2018. Hematite (α -Fe₂O₃) – A potential Ce⁴⁺ carrier in red mud, *Science of The Total Environment*, 622–623, pp. 849-860.
7. Krehula, S., Ristić, M., Reissner, M., Kubuki, S., Musić, S., 2017. Synthesis and properties of indium-doped hematite, *Journal of Alloys and Compounds*, 695, pp. F.J. 1900-1907.
8. Sajjadi, S.H., Goharshadi, E.K., 2017. Highly monodispersed hematite cubes for removal of ionic dyes, *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 5, (1), pp. 1096-1106.
9. Broekmans, M.A.T.M., 2004. Structural properties of quartz and their potential role for ASR, *Materials Characterization*, 53, (2–4), pp. 129-140.
10. Krishnamurti, D., 1958. The Raman Spectrum of Quartz and its Interpretation, *Proc. Indian Acad. Sci.*, 47, pp. 276-295 (webpage: <https://doi.org/10.1007/BF03052811>, πρόσβαση 21 Ιουνίου 2019).
11. Heaney, P.J., 1994. Structure and chemistry of the low-pressure silica polymorphs, in: Heaney P.J., Prewitt C.T., Gibbs G.V., (Eds), *Silica: physical behavior*,

geochemistry, and materials applications, *Reviews in Mineralogy*, vol.29, Washington DC: Mineralogical Society of America, pp. 1 – 40.

12. Knauth, L.P., 1994. Petrogenesis of chert, in: Heaney P.J., Prewitt C.T., Gibbs G.V., (Eds), *Silica: physical behavior, geochemistry, and materials applications*, *Reviews in Mineralogy*, vol.29, Washington DC: Mineralogical Society of America, pp. 233-258.

13. Φραγκίσκος A.Z., 1995. Εμπλουτισμός Μεταλλευμάτων και Βιομηχανικών Ορυκτών (Ορυκτουργία), ΕΜΠ, σελ. 325, 340-341, 371, 373, 383-385.

14. Li, D., Yin, W., Liu, Q., Cao, S., Sun, Q., Zhao, C., Yao, J., 2017. Interactions between fine and coarse hematite particles in aqueous suspension and their implications for flotation, *Minerals Engineering*, 114, pp. 74-81.

15. Zhenghe Xu, Jianjun Liu, J.W Choung, Zhiang Zhou, 2003, Electrokinetic study of clay interactions with coal in flotation, *International Journal of Mineral Processing*, 68, (1-4), pp. 183-196.

16. Somasundaran, P., 1980. Role of surface chemistry of fine sulphides in their flotation, in *Complex Sulphide Ores*, Ed. M. J. Jones, The Institute of Mining and Metallurgy, pp. 38-47.

17. Song, S., Lopez-Valdivieso, A., Reyes-Bahena, J.L., Lara-Valenzuela, C., 2001. Floc flotation of galena and sphalerite fines, *Minerals Engineering*, 14, (1), pp. 87-98.

18. Xinyang Yu, Liping Wang, Cheng Liu, Lingqi Hu, Xin'an Wei, Zhiqiang Huang, Guichun He, 2018, Utilization of benzyl aminopropyl dimethoxymethylsilane as collector for the reverse flotation of silicate minerals from magnetite, *Minerals Engineering*, 129, pp. 106-111.

19. SME-AIME, 1962. Froth Flotation, D.W. Fuerstenau (Ed.), 50th Anniversary Volume, American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, New York, p.667

20. Kempainen, K., Suopajarvi, T., Laitinen, O., Ämmälä, A., Liimatainen, H., Illikainen, M., 2016. Flocculation of fine hematite and quartz suspensions with anionic cellulose nanofibers, *Chemical Engineering Science*, 148, pp. 256-266.

21. Semakina, O.K., Babenko, S.A., Vakhrameeva, N.V., 2014, Using of the Agglomeration-in-liquid for the Technology of the Fine Materials, *Procedia Chemistry*, 10, pp. 305-309.
22. Liu, Q., Friedlaender, F.J., 1994. Fine particle processing by magnetic carrier methods, *Minerals Engineering*, 7, (4), pp. 449-463.
23. Song, S., Zhang, X., Yang, B., Lopez-Mendoza, A., 2012. Flotation of molybdenite fines as hydrophobic agglomerates, *Separation and Purification Technology*, 98, pp. 451-455.
24. Song, S., Lu, S., 1994. Hydrophobic flocculation of fine hematite, siderite, and rhodochrosite particles in aqueous solution, *J. Colloid Interfacial. Sci.* 166, pp. 35-42.
25. Warren, L.J., 1992. Shear flocculation, in: *Colloid Chemistry in Mineral Processing*, Laskowski J.S., Ralston J., (Eds.), Elsevier, Amsterdam, Pages 309-329
26. Rubio, J., Hoberg, H., 1993. The process of separation of fine mineral particles by flotation with hydrophobic polymeric carrier, *International Journal of Mineral Processing*, 37, (1-2), pp. 109-122.
27. Duzyol, S., Sensogut, C., 2015. The relation between hydrophobic flocculation and combustion characteristics of coal, *Fuel Processing Technology*, 137, pp. 333-338.
28. Brostow, W., Hagg Lobland, H.E., Pal S. and Singh R.P., 2009. Polymeric flocculants for waste water and industrial effluent treatment-*J. Mater. Educ.*, 31, pp.157-166.
29. Rudén, C., 2004. Acrylamide and cancer risk – expert risk assessment and the public debate, *Food Chem. Toxicol*, 42, pp. 335-349.
30. Lu, Y., Shang, Y., Huang, X., Chen, A., Yang, Z., Jiang, Y., Cai, J., Gu, W., Qian, X., Yang, H., and Cheng, R., 2011. Preparation of strong cationic chitosan-graft-polyacrylamide flocculants and their flocculating properties, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 50, pp. 7141-7149.
31. Das, R., Ghorai, S., Pal, S., 2013. Flocculation characteristics of polyacrylamide grafted hydroxypropyl methylcellulose: inefficient biodegradable flocculant, *Chem. Eng. J*, 229, pp. 144-152.

32. Laitinen, O., Kemppainen, K., Ämmälä, A., Sirviö, J.A., Liimatainen, H., Niinimäki, J., 2014. Use of chemically modified nanocelluloses in flotation of hematite and quartz, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 53, pp. 20092–20098.
33. Liu, D. and Peng, Y., 2014. Reducing the entrainment of clay minerals in flotation using tap and saline water. *Powder Technol.* 253, pp. 216-222.
34. Forbes, E., 2011. Shear, selective and temperature responsive flocculation: a comparison of fine particles flotation techniques. *Int. J. Miner. Process.*, 99, pp. 1-10.
35. Aguilar, M.R., San Román, J., 2014. 1 - Introduction to smart polymers and their applications, in: *Smart Polymers and their Applications*, Aguilar, M.R., San Román, J. (Eds.), Woodhead Publishing, pp. 1-11.
36. Schild, H.G., 1992. Poly(N-isopropylacrylamide): experiment, theory and application, *Progress in Polymer Science*, 17, (2), pp. 163-249.
37. Zheng, X., Johnson, N.W., Franzidis J.-P., 2006. Modelling of entrainment in industrial flotation cells: Water recovery and degree of entrainment, *Minerals Engineering*, 19, (11), pp. 1191-1203.

