



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2 Patentgesetz

(19) DD (11) 221 333 A3

4(51) B 03 D 1/02

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21)	WP B 03 D / 234 613 0	(22)	04.11.81	(45)	17.04.85
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71)	VEB Bergbau- und Hüttenkombinat „Albert Funk“ Freiberg, 9200 Freiberg, Straße des Friedens 8, DD
(72)	Becker, Martin, Dipl.-Ing.; Neuber, Christian; Rosenbaum, Alexander, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Lehmann, Karl; Püchner, Klaus, Dipl.-Ing.; Seidel, Heinz, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Voigt, Beate, Dr. sc. Dipl.-Chem.; Mosch, Ekkehart, Dipl.-Ing., DD

(54)	Verfahren zur Flotation oxidischer Zinnerze
------	---

(57) Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur selektiven Flotation, insbesondere schwer aufbereiteter Zinnerze, mit einer Vielzahl oxidischer und sulfidischer Begleitminerale. Die Erfindung bezweckt, die Wertstoffverluste bei der Zinnflotation zu minimieren und den Aufwand an teuren Sammlerreagenzien zu senken. Ihr liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zu entwickeln, mit dem es möglich ist, den mit 2-Phenyläthylphosphonsäure noch gut flotierbaren Korngrößenbereich anzuheben. Gelöst wird diese Aufgabe dadurch, daß der Mineralsuspension als Sammlerreagenz eine Reagenzienmischung aus Biolipidextrakt und 2-Phenyläthylphosphonsäure zugesetzt wird. Das Mischungsverhältnis beträgt 1:0,2 bis 1:1,5.

Verfahren zur Flotation oxidischer Zinnerze

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur selektiven Flotation oxidischer Zinnerze, insbesondere armer, schwer
5 aufbereiteter Zinnerze mit einer Vielzahl oxidischer und sulfidischer Begleitminerale.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es sind bereits Verfahren zur Flotation armer, schwer auf-
bereiteter oxidischer Zinnerze, die aus einer Vielzahl
10 von Mineralen, wie Quarz, Topas, Glimmer, Feldspat, Hämatit, Kupferkies, Arsenkies, Wismutglanz, Kaolin u.a., zusammengesetzt sind, bekannt. Die Aufbereitung solcher Zinnerze ist schwierig und stellt hohe Anforderungen an die Selektivität der Flotationsverfahren.

15 Ein solches bekanntes Verfahren besteht darin, daß das feingemahlene Zinnerz unter Zugabe von 2-Phenyläthylenphosphonsäure flotiert wird, wobei die 2-Phenyläthylenphosphonsäure als Sammler und Octandiol als Schäumer verwendet werden (DD-PS 31537).

20 Dem Verfahren haftet der Mangel an, daß das Erz sehr fein aufgemahlen werden muß, um ausreichend gute Flotationsergebnisse zu erreichen. Diese große Mahlfeinheit ist erforderlich, weil die obere, mit 2-Phenyläthylenphosphonsäure, noch gut flotierbare Korngrenze im Feinkornbereich bei

25 $\leq 0,063$ mm liegt.

- Bekanntlich wird die Mahlung aber nicht derart beherrscht, daß das Kornspektrum des aufgemahlten Erzes bis auf den Bereich der noch flotierbaren Korngrenze eingeengt werden kann. Da die im Mahlgut enthaltenen gröberen Kornfraktionen
- 5 nur unzureichend oder gar nicht mit 2-Phenyläthylenphosphonsäure flotieren, treten noch reaktiv hohe Wertstoffverluste auf. Darüber hinaus erfordert die notwendige Feinmahlung einen hohen Aufwand an Anlagen- und Energiekosten. Andererseits ist das Sammlerreagenz teuer, so daß hohe
- 10 Flotationskosten insbesondere bei armen Zinnerzen entstehen, da zur Herstellung einer bestimmten Konzentratmenge große Erzdurchsätze und damit auch große Mengen des Sammlerreagenzes erforderlich sind.

Ziel der Erfindung

- 15 Ziel der Erfindung ist es, die Wertstoffverluste bei der Flotation von schwer aufbereitbaren Zinnerzen zu minimieren und den Aufwand an teuren Sammlerreagenzien sowie die Anlagen- und Betriebskosten niedrig zu halten.

Darlegung des Wesens der Erfindung

- 20 Bei der Verwendung von 2-Phenyläthylenphosphonsäure als Sammler bei der Flotation oxidischer Zinnerze liegt die obere noch gut flotierbare Korngrenze bei $\leq 0,063$ mm. Dadurch treten noch relativ hohe Wertstoffverluste auf, da das in der Flotationsaufgabe enthaltene gröbere Korn
- 25 nicht oder nur unzureichend flotiert. Der Erfindung liegt deshalb die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Flotation oxidischer Zinnerze zu entwickeln, mit dem es möglich ist, den mit 2-Phenyläthylenphosphonsäure noch gut flotierbaren Korngrößenbereich anzuheben.
- 30 Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, daß zur Flotation einer zinnhaltigen Mineralsuspension der Mineralsuspension als Sammlerreagenz eine Reagenzienmischung, bestehend aus Biolipidextrakt und 2-Phenyläthylenphosphon-

säure oder aus Biolipidextrakt, der Na-Seife des Biolipidextraktes und 2-Phenyläthylenphosphonsäure, oder angereicherte Fraktionen des Biolipidextraktes mit hohem Phosphatid- bzw. Fettsäureanteil und 2-Phenyläthylenphosphonsäure zugesetzt wird.

Für die Reagenzienmischung wird ein Biolipidextrakt verwendet, der bei der mikrobiologischen Fermentation von Kohlenwasserstoffen mit Hefen oder Bakterien nach Extraktion der Biomasse mit niedrig siedenden Lösungsmitteln als Nebenprodukt anfällt. Der Biolipidextrakt enthält als wesentlichen Bestandteil fettsäurehaltige Lipide mikrobiologischen Ursprungs, wie Phosphatide, Glyceride und freie Fettsäuren sowie weitere biogene Inhaltsstoffe, die in einer Kohlenwasserstofffraktion, beispielsweise der Siedelage 510 - 650 K, gelöst sein können.

Weiter ist kennzeichnend, daß der Biolipidextrakt und 2-Phenyläthylenphosphonsäure in einem Verhältnis von 1 : 0,2 bis 1 : 1,5, vorzugsweise jedoch 1 : 1, gemischt werden. Die beiden Bestandteile Biolipidextrakt und Na-Seife des Biolipidextraktes werden im Verhältnis 1 : 0,2 bis 1 : 1,5, vorzugsweise jedoch 1 : 1, mit 2-Phenyläthylenphosphonsäure gemischt, wobei der Biolipidextrakt bis zu 80 %, vorzugsweise 70 %, Na-Seife enthält.

Weitere Merkmale der Erfindung bestehen darin, daß die Reagenzienmischung als wäßrige Emulsion verwendet wird, worin die Na-Seife des Biolipidextraktes als Emulgator dient oder als Emulgator zusätzlich ein übliches Reagenz verwendet wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich für die Flotation oxidischer, schwer aufbereitbarer Zinnerze. Es besitzt den Vorteil, daß aus dem sehr fein gemahlenem Zinnerz auch gröbere Kornanteile ausgebracht werden können, wodurch sich das Wertstoffausbringen erhöht. Darüber hinaus können durch den Einsatz der Reagenzienmischung die spezifischen Kosten für Reagenzien/t Durchsatz niedrig gehalten werden.

Außerdem werden durch die Senkung des Phosphonsäureanteiles die Belastungen für die Umwelt gesenkt. Der Mahlprozeß kann ebenfalls günstiger und damit ökonomischer gestaltet werden, da durch die Möglichkeit der Flotation größerer Körner die untere Grenze der erforderlichen Mahlfineinheit ebenfalls etwas angehoben werden kann.

Nachstehend wird die Erfindung anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert.

Ausführungsbeispiel:

- 10 Der für die Sammlermischung benötigte Biolipidextrakt wird als Nebenprodukt bei der extraktiven Reinigung einer Hefe (Stamm: *Lodderomyces elongisporus*), die auf Erdöldestillat der Siedelage 510 - 650 K gezüchtet wurde, erhalten.
- Zinnerz mit einem Gehalt von 0,3 % Sn neben Quarz, Topas,
- 15 Feldspäten, Hämatit und Glimmermineralien als Hauptbestandteile wird $< 0,100$ mm gemahlen und in wäßriger Suspension mit 250 g/t Na_2SiF_6 bei einer Trübedichte von 1,7 kg/l vorbehandelt. Nach teilweisem Wasserwechsel werden die Sn-Bestandteile mit 200 g/t einer Sammlermischung, bestehend
- 20 aus 50 % 2-Phenyläthylphosphonsäure und 50 % Biolipidextrakt, in Gegenwart von 100 g/t Octandiol als Schäumerreagens flotiert.

Die Sammlermischung wird vorteilhafterweise als wäßrige Emulsion verwendet. Das Emulgieren der Sammlermischung wird

- 25 durch die teilweise Verwendung des Biolipidextraktes als Na-Seife begünstigt. Der Anteil des verseiften Produktes beträgt 70 %. Versuchsergebnisse mit Sammlermischung wechselnder Anteile an Biolipidextrakt und 2-Phenyläthylphosphonsäure sind nachfolgend aufgelistet:

Sammlermischung (Gesamtzugabe 200 g/t)

5	2-Phenyl- äthyl- phosphon- säure %	Bioli- pidex- trakt	Aufgabe Konzentrat c				Sn-Anrei- cherungs- verhältn. a : c	Sn-Aus- bringen %
			a % Sn	% Sn	% F	% Fe		
	100	0	0,442	3,7	5,05	11,55	8,37	76,3
	75	25	0,513	3,05	5,45	9,85	5,95	78,1
	50	50	0,563	3,6	5,6	9,6	6,37	80,2

Ein beachtlicher Anstieg des Sn-Ausbringens wird von schlechterer Anreicherung in der Grundflotation begleitet. In Nach-
10 reinigungsstufen kann das ausgeglichen werden.

In weiteren Versuchen hat sich gezeigt, daß bei steigendem Anteil des Biolipidextraktes in der Sammlermischung ein
15 leichtes Absinken der Anreicherung und des Ausbringens zu verzeichnen ist. Am ungünstigsten sind die Ergebnisse jedoch, wenn dem Biolipidextrakt keine 2-Phenyläthylphosphonsäure zugemischt wird.

Bei Verwendung von z.B. 50 % Biolipidextrakt kann die flo-
tierbare Korngröße des Zinnsteins angehoben werden:

20 Sn-Ausbringen in den Kornklassen in % (d in μ m)

		0 - 40	40 - 63	63 - 100	100 - 160	+ 160	Durch- schnitt
	100 % SPS	95,1	83,3	50,5	10,5	5,3	76,9
	50 : 50						
25	SPS Bioli- pidextrakt	94,8	84,0	51,7	17,8	8,6	80,6

Anstelle des Biolipidextraktes als Partner in der Reagen-
zienmischung können auch Extraktfraktionen eingesetzt wer-
den, in dem einmal die Phosphatide oder zum anderen die
30 Fettsäuren angereichert werden.

Es ist auch möglich, der Mineralsuspension als Reagenzienmischung Biolipidextrakt mit anderen Zinnsteinsammeln, wie Arsonsäure, anderen Phosphonsäuren, Sulfosuccinamaten und Karbonsäuren oder Biolipidextrakt zusammen
5 mit schäumenden und regelnden Reagenzien zuzugeben.

Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur Flotation oxidischer Zinnerze, bei dem das feingemahlene Zinnerz in eine Mineralsuspension überführt und diese zinnhaltige Mineralsuspension in
5 Anwesenheit von Sammlerreagenzien, regelnden Reagenzien und Schäumern flotiert wird, wobei als Sammlerreagenz 2-Phenyläthylenphosphonsäure zugesetzt wird, gekennzeichnet dadurch, daß der zinnhaltigen Mineralsuspension als Sammlerreagenz eine Reagenzienmischung, bestehend aus Biolipidextrakt und 2-Phenyläthylenphosphonsäure oder aus Biolipidextrakt, Na-Seife des Biolipidextraktes und 2-Phenyläthylenphosphonsäure oder angereicherte Fraktionen des Biolipidextraktes mit hohem Phosphatid- bzw. Fettsäureanteil und 2-Phenyläthylenphosphonsäure zugesetzt wird.
15
2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß für die Reagenzienmischung ein Biolipidextrakt verwendet wird, der bei der mikrobiologischen Fermentation von Kohlenwasserstoffen mit Hefen oder Bakterien nach Extraktion der Biomasse mit niedrig siedenden Lösungsmitteln als Nebenprodukt anfällt.
20
3. Verfahren nach den Punkten 1 und 2, gekennzeichnet dadurch, daß der Biolipidextrakt und 2-Phenyläthylenphosphonsäure im Verhältnis 1 : 0,2 bis 1 : 1,5, vorzugsweise 1 : 1, gemischt werden.
25
4. Verfahren nach den Punkten 1 und 2, gekennzeichnet dadurch, daß die Bestandteile Biolipidextrakt und Na-Seife des Biolipidextraktes im Verhältnis 1 : 0,2 bis 1 : 1,5, vorzugsweise 1 : 1, mit 2-Phenyläthylenphosphonsäure gemischt werden.
30

5. Verfahren nach Punkt 4, gekennzeichnet dadurch, daß der Anteil der Na-Seife im Biolipidextrakt bis zu 80 %, vorzugsweise jedoch 70 %, beträgt.
6. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Sammlermischung als wäßrige Emulsion verwendet wird und die Na-Seife des Biolipidextraktes als Emulgator dient.
7. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Emulgator zusätzlich ein übliches Reagens verwendet wird.