

## Reflotace uhelných kalů z OKD,a.s., Důl Lazy

P. Fečko<sup>1</sup>, J. Závada<sup>1</sup>, V. Čablík<sup>1</sup>, L. Černotová<sup>1</sup> a M. Hlavatá<sup>1</sup>

### *Reflotation of Coal Slurries from OKD company, Mine Lazy*

*The goal of the work is a verification of selective flotation on the black coal slurries sampled from slurry ponds of Mine Lazy, OKD company. Reflotation was realized with 6 collectors: Flotakol NX, Flotalex Ekofol 440, Montanol, MP 125 and AF 2. The technology of main flotation was applied. The variance analysis was used for the selectivity evaluation of particular collectors, whereby both the yield and flotation concentrate quality were tested. The goal of the flotation experiments was to achieve the flotation concentrate quality under 10% of ash. From the results follows that by using basic flotation it is possible (with the slurry samples) to reach the marketable coal concentrates with the ash content under 10% by Flotalex collector application.*

**Key words:** Reflotation, coal slurries, dispersion analysis

### Úvod

V současné době dochází k útlumu v uhelném hornictví. Míra útlumu je závislá na vývoji mezinárodních a vnitrostátních podmínek. Dalším faktorem, který toto ovlivňuje je plnění mezinárodní dohody o postupném snižování oxidů síry vypouštěných do ovzduší.

Vlastní útlum těžby uhlí je z hlediska uhelného průmyslu velmi náročný. Je třeba vytvářet potřebné finanční zdroje na technickou likvidaci šachet, sociální programy a vytváření nových pracovních příležitostí pro uvolněné pracovníky. V důsledku tohoto útlumu je velmi důležité plně využít těžební kapacitu fungujících šachet.

Všeobecná tendence využívání nejjemnějších uhelných frakcí, vznikajících v procesech úpravy černého uhlí, přetrvávající již mnoho let, je vyvolána snahou o zvýšení kvality koncentráту, požadované odběrateli, případně potřebou zpracování jemně vtroušených nerostů.

K největším ztrátám dochází v kalovém systému. Právě tady je důležitým prvkem flotace, která je doplňkem jiných způsobů rozdělování a zároveň patří mezi nejdůležitější uzly vlastní úpravy černého koksovateľného uhlí (flotace jemných podílů).

Se zdokonalováním selektivnosti flotace je možno v současné době využívat i staré odvaly jako zdroj surovin. Tyto odvaly se dříve nedaly využít. Flotace se využívá k rozdělení velmi jemných podílů, které by jinak přecházely do odpadu. Dále je možnost využití flotace k získávání uhlí ze starých odkališť pro energetické účely.

Cílem této práce je ověření reflotace na vzorcích černouhelných kalů z lokality OKD,a.s., Důl Lazy. Cílem práce je dosažení kondičních uhelných koncentrátů s obsahem popela pod 10%.

### Chemicko-technologické analýzy

Chemicko-technologické analýzy byly realizovány v laboratořích Institutu environmentálního inženýrství a Institutu geologického inženýrství HGF VŠB-TU Ostrava.

### Obsah vody

Stanovení provedeno dle ČSN 441377. Analytický vzorek sušen při 105°C po dobu 30 minut. Obsah analytické vody ve vzorku z Dolu Lazy byl 1%.

### Obsah popela

Stanovení provedeno dle ČSN ISO 441378. Analytický vzorek žíhán v předem vyžíhaném kelímku při 815°C po dobu 90 minut. Obsah popela byl 21,20%, po přepočtu na bezvodý stav paliva vychází obsah popela 21,41%.

### Obsah prchavé hořlaviny

Stanovení provedeno dle ČSN 441351. Analytický vzorek zahříván v předem vyžíhaném kelímku umístěném v plně zaplněné síťce při 850°C po dobu 7 minut. Obsah prchavé hořlaviny byl 24,3% a po přepočtu na  $V^{daf}$  je obsah prchavé hořlaviny 31,29%.

<sup>1</sup> P. Fečko, J. Závada, V. Čablík, L. Černotová., M. Hlavatá: VŠB TU Ostrava, 17. listopadu 15, Ostrava-Poruba, 708 00 (Recenzované a revidovaná verzia dodaná 14.7.2003)

**Stanovení indexu puchnutí**

Stanovení provedeno dle ČSN 441373. Analytický vzorek zahříván při 820°C 150 s. Index puchnutí měl hodnotu 1.

**Mineralogicko-petrografický rozbor vzorků****Metodika**

Petrografická analýza byla realizována na všech vzorcích v laboratořích Institutu geologického inženýrství VŠB-TU v Ostravě. Zhomogenizovaný vzorek byl pomlet na zrnitost menší než 1 mm a z takto upraveného uhlí byly připravené zrnové nábrusy dle ČSN 441343 a ČSN 441344.

Světelná odraznost  $R_0$  a macerátové složení byly měřeny na mikroskopu UMPS 30 Petro fy Opton – Zeiss Jena při monochromatickém světle s vlnovou délkou  $\lambda = 546$  nm při použití imerzního objektivu se zvětšením 25-krát a imerze s indexem lomu  $n = 1,518$ .

**Petrografická analýza vzorku**

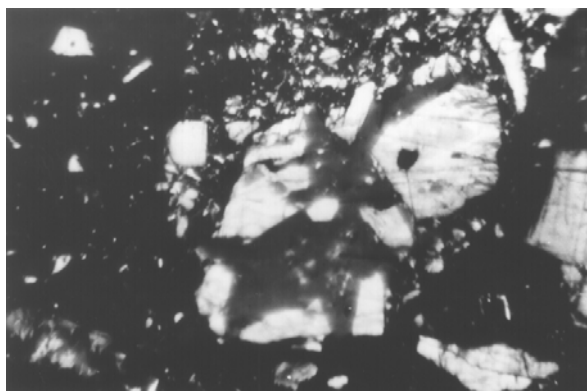
Macerátová skupina vitrinitu byla zastoupena telinitem a kolinitem. Buněčné prostory telinitu byly vyplněny jemnozrnným mikrinitem. Vitrinit tvořil samostatná zrna (obr.1) nebo byl součástí jednotlivých mikrolitotypů. Procentuální zastoupení vitrinitové skupiny bylo 61,2%.

Macerátová skupina liptinitu byla převážně tvořena mikrosporinitem, místy velmi nahloučeným, podstatně méně makrosporinitem. Zastoupen byl rovněž rezinit. Maceráty této skupiny byly zřetelné, dobře rozlišitelné. Procentuální zastoupení macerátů této skupiny bylo 11%. Ojediněle byl zastoupen kutinit.

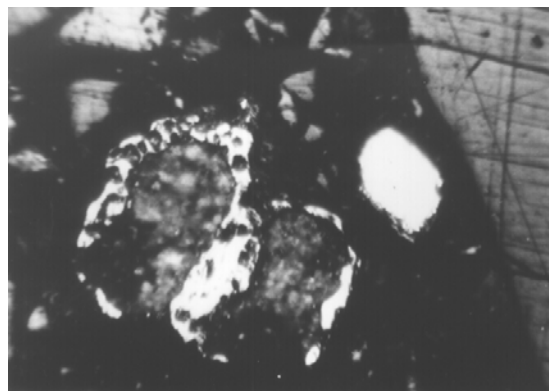
Macerátová skupina inertinitu byla zastoupena především jemnozrnným mikrinitem, méně makrinitem a fusinitem. Maceráty této skupiny se vyskytovaly buď izolovaně nebo byly součástí jednotlivých mikrolitotypů. Procentuální zastoupení této skupiny bylo 27,8%.

Z mikrolitotypů byl zastoupen především durit, klarit, vitrinertit, trimacerit. Velmi vzácně to byl liptit.

Anorganická příměs byla tvořena karbonáty, ojediněle jílovými minerály – karbargilitem a pyritem. Pyrit se vyskytoval buď masivní (obr.2) nebo framboidální, vzácně vyplňoval buněčné prostory fusinitu.



Obr.1. Vitrinit.  
Fig.1. Vitrinite.



Obr.2. Masivní pyrit.  
Fig.2. Massive pyrite.

**Granulometrická analýza**

Sítová analýza vzorků uhelných kalů byla realizovaná mokrou cestou na sítích o velikostech: 0,02; 0,063; 0,1; 0,5; 1,0 mm v laboratořích Institutu environmentálního inženýrství HGF, VŠB-TU Ostrava. Po provedení rozboru byly všechny zrnitostní třídy zfiltrovány, vysušeny, zváženy a byl stanoven obsah popela.

Z výsledků granulometrických analýz (tabulka č.1) vyplynulo, že testovaný vzorek černouhelných kalů je značně jemnozrnný. Hmotnostní výnos v zrnitostní třídě pod 0,02 mm tvoří až cca 46% při vysoké popelnatosti cca 43%.

**Reflotační testy**

V této části práce, zabývající se flotací uhelných kalů, byla pozornost věnována charakteristice a testování jednotlivých druhů sběračů používaných ve flotaci uhlí, a to aplikací statistické metody analýzy rozptylu.

Tab.1. Zrnitostní analýza a obsah popela vzorku uhelných kalů Důl Lazy.  
 Tab.1. Particle-size analysis and ash content of coal slurry from Mine Lazy.

Velikost zrna (mm)	Výnos (%)	Obsah popela (%)
-0,02	46,13	42,75
0,02-0,063	14,48	14,74
0,063-0,1	7,00	9,28
0,1-0,5	24,28	8,20
0,5-1,0	5,20	16,80
+1,0	2,92	53,35
Součet	100,00	26,93

### Charakteristika použitých flotačních činidel

K testování selektivnosti flotačních činidel (jedná se o flotační sběrače, obsahující i pěnicí složku) byly použity tyto činidla Flotakol NX, Montanol, Ekofol 440, MP 125, Flotalex a AF<sub>2</sub>.

Vzhledem k tomu, že výrobci neuvádějí jejich chemické složení, byly tyto činidla podrobeny IČ spektroskopii, která byla realizována v centrálních analytických laboratořích VŠB-TU v Ostravě. Z výsledků těchto analýz vyplývá, že testovaná činidla mají stejné funkční skupiny a jsou si značně podobné.

**Flotakol NX** - Je to běžně používané flotační činidlo. Jedná se o český výrobek. Z analýzy IČ spekter vyplývá následující složení: karboxylové sloučeniny, aromatické, alifatické, chlorované a fluorované uhlovodíky, alkoholy, fenoly, glykoly, arylester kyseliny fosforečné, parafíny a aromáty.

**Flotalex** - Také běžně používané flotační činidlo české výroby. Z analýzy IČ spekter vyplývá následující složení: karboxylové sloučeniny, aromatické, alifatické, chlorované a fluorované uhlovodíky, alkoholy, fenoly, glykoly, arylester kyseliny fosforečné, parafíny a aromáty.

**Ekofol 440** - Z analýzy IČ spekter vyplývá následující složení: karboxylové sloučeniny, aromatické a alifatické uhlovodíky, alkeny, alkoholy, fenoly, glykoly, estery, ethery a alkaný.

**Montanol** - Z analýzy IČ spekter vyplývá obdobné složení jako u Ekofolu 440.

**MP 125** - Z analýzy IČ spekter vyplývá následující složení: karboxylové sloučeniny, aromatické, alifatické a fluorované uhlovodíky, alkeny, alkoholy, fenoly, glykoly, estery, ethery, naftenáty a aromáty.

**AF<sub>2</sub>** - Z analýzy IČ spekter vyplývá následující složení: karboxylové sloučeniny, aromatické, alifatické a fluorované uhlovodíky, alkoholy, fenoly, glykoly, alkaný, alkeny a parafíny.

### Testování selektivnosti flotačních činidel

Úspěch flotace do značné míry závisí na typu a selektivním působení zvoleného flotačního činidla, proto následující část práce byla zaměřena na sledování vlivu selektivnosti testovaného činidla na výsledky flotace a na hledání jeho vhodné dávky. Flotační experimenty byly realizovány a vyhodnocovány aplikací statistické metody analýzy rozptylu.

Flotační testy byly realizovány v laboratořích Institutu environmentálního inženýrství na laboratorním flotačním přístroji VRF-1, výrobku RD Příbram za těchto podmínek:

Zahuštění: 150 g.l<sup>-1</sup>

Doba agitace rmutu se sběračem: 1 minuta

Dávka sběrače: 300, 500 a 700 g.t<sup>-1</sup>

Flotační čas: 5 minut

Byla aplikována technologie základní flotace, po jejím ukončení byl flotační koncentrát i odpad zfiltrován na tlakovém filtru a vysušen v sušárně při teplotě 105°C. Vysušený vzorek se poté zvažil, zkvartoval a provedla se analýza obsahu popela.

### Testování použitých činidel pomocí analýzy rozptylu

Metoda analýzy rozptylu vychází ze dvou možností zpracování údajů a proto umožňuje také dva způsoby vyhodnocování:

1. data prvního typu získáváme z pokusu s jedním opakováním,
2. data druhého typu získávám při dvojnásobném nebo vícenásobném opakování pokusu.

Analýza rozptylu umožňuje sledování vlivu dvou faktorů na optimalizaci flotace.

Jednotlivé úrovně prvního faktoru představovaly testovaná činidla. Tři úrovně druhého faktoru tvořily dávky činidel (300, 500 a 700 g.t<sup>-1</sup>).

### Výsledky flotačních testů

Cílem flotačních experimentů bylo posouzení selektivnosti jednotlivých testovaných činidel a posouzení

vlivu dávky činidla na výsledky flotace. Metodou analýzy rozptylu byly testovány pouze výnos a kvalita (obsah popela) flotačních koncentrátů.

Výsledky analýzy rozptylu pro obsah popela ve flotačních koncentrátech jsou uvedeny v tabulce č. 2, pro výnos koncentráту v tabulce č. 4.

Dávka činidla ve všech případech nemá statistický významný vliv na obsah popela ve flotačních koncentrátech, naproti tomu vliv jednotlivých činidel je statistický významný. Nejselktivnějšími činidly se jeví Ekofol, Flotakol NX, AF2 a Flotalex, u kterých byla ve všech případech dosažena požadovaná kvalita koncentráту s obsahem popela pod 10%.

Z hlediska výnosu je statisticky významný vliv dávky, kde jsou velké rozdíly ve výnosech flotačních koncentrátů a také je statistický významný vliv jednotlivých činidel.

Z hlediska praxe doporučujeme, aby pro provozní experimenty bylo použito činidlo Flotalex, který je české výroby a tudíž i jeho cena je mnohem příznivější než cena dovážených činidel a jeho vhodnou dávkou se jeví dávka 700 g.t<sup>-1</sup>.

Z uvedených výsledků vyplynulo, že kaly z odkaliště Lazy jsou velmi vhodné pro reflowaci, protože již technologií jedné základní flotace je možné získat požadovanou kvalitu koncentrátů s obsahem popela pod 10%.

Tab.2. Výsledky analýzy rozptylu pro obsah popela.  
Tab.2. Results of dispersion analysis for ash content.

Lazy-popel	činidlo	dávka			Y <sub>i</sub>	Y <sub>i</sub> <sup>2</sup>	Y
		300 g.t <sup>-1</sup>	500 g.t <sup>-1</sup>	700 g.t <sup>-1</sup>			
t1	MP 125	11,60	12,09	12,91	36,60	1339,56	12,20
t2	Flotakol	9,15	9,77	9,57	28,49	811,6801	9,50
t3	Montanol	8,46	19,14	12,06	30,66	940,0356	10,22
t4	Flotalex	8,54	9,73	9,22	27,49	755,7001	6,50
t5	Ekofol	8,12	8,39	9,36	25,87	669,2569	8,62
t6	AF <sub>2</sub>	8,44	9,70	8,99	27,13	736,0369	9,04
	Y <sub>i</sub>	54,31	59,82	62,11			
	Y <sub>i</sub> <sup>2</sup>	2949,576	3578,432	3857,652			
	Y	9,05	9,97	10,35			

Pro oba sledované parametry bylo určeno:

$\bar{Y}$  - střední hodnota výběru,

S<sub>A</sub> -  $\Sigma$  čtverců odchylek mezi řádkovými průměry,

S<sub>B</sub> -  $\Sigma$  čtverců odchylek mezi sloupcovými průměry,

S<sub>O</sub> - celková  $\Sigma$  čtverců odchylek,

S<sub>Z</sub> - reziduální součet čtverců odchylek,

$$S_A = \frac{\sum Y_i^2}{3} - \frac{(Y \dots)^2}{N} = \frac{5252,2696}{3} - \frac{31060,538}{18} = 25,17$$

$$S_B = \frac{\sum Y_j^2}{6} - \frac{(Y \dots)^2}{N} = \frac{10385,661}{6} - \frac{31060,538}{18} = 5,36$$

$$S_O = \sum Y^2_{ijk} - \frac{(Y \dots)^2}{N} = 1760,684 - 1725,5854 = 35,099 = 35,1$$

$$S_Z = S_O - S_A - S_B = 4,57$$

Tab.3. Výsledky analýzy rozptylu.  
Tab.3. Results of dispersion analysis.

Zdroj změn (vliv)	S	Stupně volnosti f	Rozptyl		
				Vypočtené	Tabulkové $\alpha=0,05$
Faktor A	S <sub>A</sub>	f <sub>A</sub> = a - 1 = 2	$S^2_A = \frac{S_A}{b-1} = \frac{25,17}{2} = 12,858$	27,54	4,1
Faktor B	S <sub>B</sub>	f <sub>B</sub> = b - 1 = 5	$S^2_B = \frac{S_B}{b-1} = \frac{5,36}{5} = 1,072$	2,346	3,33
	S <sub>Z</sub>	f <sub>Z</sub> = (a-1)(b-1) = 10	$S^2_Z = \frac{S_Z}{(a-1)(b-1)} = \frac{4,57}{10} = 0,457$		
Celkový	S <sub>O</sub>	f <sub>O</sub> = N - 1			

S -  $\Sigma$  čtverců odchylek

**Prověrka významnosti Studentovým t – testem, při  $t_{tab} = 2,2281$ , LAZY popel**

Řádky:

$t_2 - t_1 = 1,54$	$t_3 - t_1 = 1,13$	$t_3 - t_2 = 0,411$	$t_4 - t_1 = 3,26$	$t_4 - t_2 = 1,71$
$t_4 - t_3 = 2,12$	$t_5 - t_4 = 1,21$	$t_5 - t_3 = 0,91$	$t_5 - t_2 = 0,51$	$t_5 - t_1 = 2,04$
$t_6 - t_5 = 0,24$	$t_6 - t_4 = 1,45$	$t_6 - t_3 = 0,67$	$t_6 - t_2 = 0,26$	$t_6 - t_1 = 1,803$

Sloupce:

$t_2 - t_1 = 0,75$	$t_3 - t_1 = 1,06$	$t_3 - t_2 = 0,31$
--------------------	--------------------	--------------------

Tab.4. Výsledky analýzy rozptylu pro výnos koncentráту.  
Tab.4. Results of dispersion analysis for mass yield.

Lazý- výnosy	čínidlo	dávka			$Y_i$	$Y_i^2$	Y
		300 g.t <sup>-1</sup>	500 g.t <sup>-1</sup>	700 g.t <sup>-1</sup>			
t1	MP 125	53,05	81,77	87,91	222,73	49608,65	74,24
t2	Flotakol	21,70	41,97	56,94	120,61	14546,77	40,20
t3	Montanol	68,91	79,49	85,33	233,73	54629,71	79,91
t4	Flotalex	10,22	37,88	79,21	127,31	16207,84	42,44
t5	Ekofol	56,71	78,57	79,56	214,84	46156,23	71,61
t6	AF <sub>2</sub>	76,09	80,58	77,68	234,35	54919,92	78,12
$Y_i$		47,78	66,71	77,77			
$Y_i^2$		286,68	400,26	466,63			
Y		82185,42	160208,1	217743,6			

$$S_A = \frac{\sum Y_i^2}{3} - \frac{(Y_{...})^2}{N} = \frac{236069,12}{3} - \frac{1330723,7}{18} = 4760,61$$

$$S_B = \frac{\sum Y_j^2}{6} - \frac{(Y_{...})^2}{N} = 76689,509 - 73929,097 = 2760,41$$

$$S_O = \sum Y^2_{ijk} - \frac{(Y_{...})^2}{N} = 82901,432 - 73929,097 = 8972,33$$

$$S_{AB} = 1451,31$$

Tab.5. Výsledky analýzy rozptylu.  
Tab.5. Results of dispersion analysis.

Zdroj změn (vliv)	S	Stupně volnosti f	Rozptyl	Hodnoty F - kritéria	
				Vypočtené	Tabulkové $\alpha=0,05$
Faktor A	$S_A$	$f_A = a - 1 = 2$	$S^2_B = \frac{SB}{b-1} = \frac{2760,41}{5} = 552,082$	16,4	4,1
Faktor B	$S_B$	$f_B = b - 1 = 5$	$S^2_B = \frac{SB}{b-1} = \frac{2760,41}{5} = 552,082$	3,8	3,33
	$S_Z$	$f_Z = (a-1)(b-1) = 10$	$S^2_Z = \frac{S_Z}{(a-1)(b-1)} = \frac{1451,31}{10} = 145,131$		
Celkový	$S_O$	$f_O = N - 1$			

S -  $\Sigma$  čtverců odchylek

**Prověrka významnosti Studentovým t – testem, při  $t_{tab} = 2,2281$ , LAZY výnosy**

Řádky:

$t_2 - t_1 = 1,09$	$t_3 - t_1 = 0,18$	$t_3 - t_2 = 1,18$	$t_4 - t_1 = 1,02$	$t_4 - t_2 = 0,07$
$t_4 - t_3 = 1,20$	$t_5 - t_4 = 0,94$	$t_5 - t_3 = 0,27$	$t_5 - t_2 = 1,01$	$t_5 - t_1 = 0,08$
$t_6 - t_5 = 0,21$	$t_6 - t_4 = 1,15$	$t_6 - t_3 = 0,06$	$t_6 - t_2 = 1,22$	$t_6 - t_1 = 0,12$

Sloupce:

$$t_2 - t_1 = 0,75 \quad t_3 - t_1 = 1,06 \quad t_3 - t_2 = 0,31$$

Řádky:  $S_z \cdot 0,8165 = 38,1$   $0,8165 = 31,1$

Sloupce:  $S_z \cdot 0,577 = 21,98$

### Závěr

Cílem práce bylo ověření selektivní flotace na vzorcích černouhelných kalů odebraných z odkališť Dolu Lazy, OKD,a.s. Z výsledků práce vyplynulo, že základní flotaci je možné u vzorků kalů z Dolu Lazy dosáhnout aplikací sběrače Flotalex kondičních uhelných koncentrátů s obsahem popela pod 10%.

### Literatura

- FEČKO, P. a DROBÍK, M.: Reflotácia čiernouhoľných kalov z odkalísk Dolu František,OKD,a.s. *Acta Montanistica Slovaca*, ročník 3, 1998, s.421-424.
- FEČKO, P. a DROBÍK, M.: Reflotation of black coal slurries from settling pits of Dukla Mine,OKD,Inc. International Mining and Environment Congress „Clean Technology:Third millenium challenge“ Lima, Peru, 1999, s.77-84.
- FEČKO, P. a DROBÍK, M.: Flotation optimization of coal slurries. VI SHMMT/XVIII ENTMMME-2001 Rio de Janeiro, 2001.
- FEČKO, P., DROBÍK, M. a STAHOVCOVÁ, A.: Reflotation of black coal slurries from slurries ponds of Mine František, OKD, a.s., *Zeszyty naukowe Politechniki Slaskiej, Seria Gornictwo*, z. 238, pp. 10-116, Politechnika Slaska, Gliwice, 1998.
- KAFAROV, V.V.: Kybernetické metody v chemii a chemickéj technológii. SNTL Bratislava, 1983.
- KLASSEN, W.I.: Flotacija uglej, Gosgortechizdat, Moskva, 1963 .
- KMEŤ, S.: Flotácia. *Alfa*, Bratislava, 1983.
- LEŠKO, M.: Úpravnická technologická analýza. *ES VŠT-Košice*, Košice, 1986.
- SCHUBERT, H.: Aufbereitung fester mineralischer Rohstoffe. VEB Deutscher Verlag für Grundstoff Industrie, Leipzig, 1967.
- TSAI, S.C.: Fundamentals of coal beneficiation and utilization, *Elsevier*, Amsterdam, 1982.