



MASTERARBEIT

FLOTATIVE ANREICHERUNG VON SCHEELIT UNTER BESONDERER BERÜCKSICHTIGUNG DER ABREICHERUNG VON FLUSSPAT, APATIT UND CALCIT

ZUM ERWERB DES AKADEMISCHEN GRADES
EINES MASTER OF SCIENCE DER
STUDIENRICHTUNG ROHSTOFFVERARBEITUNG

erstellt für:
Wolfram Bergbau und Hütten AG



Ausgeführt am
Lehrstuhl für Aufbereitung und Veredlung
im Department Mineral Resources and Petroleum Engineering
an der Montanuniversität Leoben

Eingereicht von:
Sandra Haslinger

Betreuung:
Dr. Andreas Böhm
Dipl. Ing. Alexander Mosser

Leoben, im Februar 2010



Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

I declare in lieu of oath, that I wrote this thesis and performed the associated research myself, using only literature cited in this volume.

Leoben, im Jänner 2010

Sandra Haslinger

DANKSAGUNG

Ich absolvierte bereits mehrere Praktika bei der Wolfram Bergbau AG und verfasste auch eine Bachelorarbeit im Rahmen eines Praktikums. Bereits bei den Arbeiten für die Bachelorarbeit fand ich tatkräftige Unterstützung und ein gutes Arbeitsklima vor. Dementsprechend nahm ich die Gelegenheit, eine Masterarbeit für die Wolfram Bergbau AG zu verfassen, gerne wahr.

Als erstes möchte ich mich bei DI Alexander Mosser für die große Unterstützung bei der Ausführung meiner Arbeiten bedanken. Er ermöglichte mir zudem interessante Einblicke in das Arbeitsleben eines Prozessingenieurs.

Weiters gebührt mein Dank Schichtführer Herber Hofer, der mich an seiner langjährigen Erfahrung in der Scheelitaufbereitung teilhaben lies, sowie der weiteren Belegschaft der Aufbereitungsanlage und besonders der Belegschaft des Labors.

Mein Dank gilt auch Dr. Andreas Böhm vom Lehrstuhl für Aufbereitung und Veredlung, für die Betreuung und fachliche Unterstützung.

Abschließend möchte ich mich noch bei meiner Familie für die langjährige Unterstützung und Ermöglichung meines Studiums bedanken.

KURZFASSUNG

In der Aufbereitungsanlage Mittersill/Salzburg der Wolfram Bergbau AG wird mittels Dichtesortierung und Flotation ein Scheelit-Konzentrat hergestellt.

In der Flotation reichern sich aufgrund der unselektiv sammelnden Fettsäuren, neben dem Wertmineral, auch die Minerale Calcit, Apatit und Flussspat, im Konzentrat an. Zur Abreicherung dieser Minerale wurde die Wirkung ausgewählter Drücker - Stärke, Quebracho, Wasserglas, Zitronensäure, Aluminiumsulfat und Aluminiumchlorid – systematisch, bei abgestufter Konzentration, untersucht. Als prozesskritische Randbedingung war das Scheelitausbringen auf dem derzeitigen Niveau zu halten. Zudem wurde die Abhängigkeit der Ausbringenswerte von Scheelit, Flussspat, Apatit und Calcit, vom pH-Wert ermittelt.

Da die Korngrößenverteilung und das Verwachsungsspektrum des Erzes entscheidend für einen möglichen Flotationserfolg sind, wurden im Vorfeld mineralogische Untersuchungen und eine mineralogische Charakterisierung am Roherz durchgeführt.

ABSTRACT

In the scheelit processing plant situated in Mittersill/Salzburg, scheelit is concentrated by gravity separation and several steps of flotation. In the flotation oleic acids are used as collectors, but due to their nonselective mode of action other sparingly soluble minerals, besides scheelit, are concentrated in the flotation circle. These minerals are predominantly calcite, apatite and fluorite.

By systematic test work in a three liter lab scale flotation cell several reagents - starch, quebracho, potassium silicate, citric acid, aluminium sulphate and aluminum chloride – were evaluated for their potential of depressing apatite, fluorite and calcite. Apart from the depressing effect the scheelite recovery served as the constraint for the selection. The reactions of the depressants in series of varying dosages have been assayed and analysed.

Bevorhand, the dependency of the recovery on the pH-value of scheelit, calcit apatite and fluorite, was determined and the optimal pH-value for the scheelit recovery was ascertained.

As the grain size and degree of liberation are crucial for the flotation outcome, mineralogical analysis and characterisations of the ore complete the matter of the thesis.

INHALTSVERZEICHNIS

Danksagung	I
Kurzfassung.....	II
Abstract	III
1. Aufgabenstellung	1
2. Zusammenfassung	2
3. Probenbeschreibung.....	4
3.1. Probenherstellung.....	5
3.1.1. Kalzinierte Proben.....	5
3.1.2. Ausgewaschene Proben.....	5
3.1.3. Mechanisch vorangereicherte Proben	6
3.1.4. Dotierte Proben	6
3.2. Probenahme.....	7
4. Mineralogische Charakterisierung.....	8
4.1. Minerale.....	8
4.1.1. Scheelit.....	8
4.1.2. Flussspat	9
4.1.3. Apatit	9
4.1.4. Calcit	10
4.2. Verwachsungscharakteristik.....	11
4.2.1. Herdversuch.....	11
4.2.2. Scheelit-Super Konzentrat	13
4.2.3. Mikroskopie.....	16
4.2.4. Ergebnisse Mikroskopie	17
5. Reagenzien in der Flotation.....	22
5.1. Betriebliches Reagenzienregime	22
5.2. Sammler	22
5.3. Schaumer.....	24
5.4. Drucker.....	25
5.4.1. Starke.....	25
5.4.2. Quebracho	27
5.4.3. Wasserglas	28

5.4.4. Zitronensäure.....	29
5.4.5. Aluminiumsulfat.....	30
5.4.6. Aluminiumchlorid.....	30
5.5. pH-Regler.....	30
6. Versuchsdurchführung.....	32
6.1. Versuchsaufbau.....	32
6.1.1. Mahlung.....	32
6.1.2. Flotation.....	34
6.1.3. Versuchsablauf.....	36
6.2. Versuchsreihen.....	37
7. Analytik.....	40
7.1. RFA.....	40
7.2. RDA.....	42
7.3. Flussspatbestimmung mittels Fluorelektrode.....	42
7.3.1. Bestimmung der CaF ₂ -Aufgabegehalte.....	43
7.4. Calcit-Bestimmung.....	44
8. Ergebnisse.....	45
8.1. pH-Reihe.....	45
8.2. Stärke-Versuchsreihe.....	48
8.3. Quebracho-Versuchsreihe.....	51
8.4. Wasserglas-Versuchsreihe.....	57
8.5. Zitronensäure-Versuchsreihe.....	59
8.6. Aluminiumsulfat-Versuchsreihe.....	63
8.7. Aluminiumchlorid-Versuchsreihe.....	67
9. Diskussion.....	69
Quellen.....	71
Tabellen- und Abbildungsverzeichnis.....	73
Anhang.....	75

1. AUFGABENSTELLUNG

In Mittersill wird von der Wolfram Bergbau und Hütten AG Scheelit-Erz abgebaut, welches in der nahe gelegenen Aufbereitungsanlage mittels Dichtesortierung und Flotation angereichert wird. Das angereicherte Scheelit-Konzentrat wird anschließend in St. Martin im Sulmtal zusammen mit zugekauften Wolframerz-Konzentraten und mit Sekundärrohstoffen zu Ammonium-Pulver-Wolframat (APW) gefällt.

Im Falle des Scheelites als Ausgangsrohstoff wird nach der Kalzinierung ein basischer Druckaufschluss mit Soda durchgeführt. Das Wertmineral wird in die flüssige Phase überführt, welche im nachfolgenden Prozess vom Feststoff abgetrennt wird. Bei dem Gangartmineral Flussspat wurde ein „Nachbluten“ beobachtet. Dies bedeutet, dass immer wieder Flussspat in die flüssige Phase übergeht, jedoch auch Flussspat im Feststoff verbleibt. Die Berge (der verbleibende Feststoff) werden auf Deponie gelegt.

Die Einteilung in Deponietypen erfolgt nach den Schadstoffgehalten im Eluat und ist in der DepVO geregelt. Die Fluorid Grenzwerte für die Rohstoffdeponie bzw. die Massenabfalldeponie betragen 150 bzw. 500 mg/kg Fluorid. Bei einer Überschreitung des Grenzwertes für die Rohstoffdeponie müssen die Berge mit deutlich erhöhten Kosten auf die Massenabfalldeponie gelegt werden.

Durch die Annahme, das Auftreten des „Flussspat-Nachblutens“ ist vom Flussspat-Gehalt des Konzentrates abhängig, ist das Senken des Flussspat-Gehaltes im Scheelit-Konzentrat ein wesentlicher wirtschaftlicher Faktor.

In der Scheelitflotation reichern sich im Konzentrat neben Scheelit auch Flussspat, Apatit und Calcit an.

Die flotative Abreicherung durch den Einsatz von zusätzlichen Drückern, im bereits bestehenden Reagenzienregime, wurde in Laborflotationsversuchen untersucht. Geringe Scheelitausbringensverluste stellten hierbei eine entscheidende prozesskritische Bedingung dar.

2. ZUSAMMENFASSUNG

Die Wirkung ausgewählter Drücker, zur flotativen Abreicherung von Calcit, Apatit und Flussspat in der Scheelit-Flotation, wurde untersucht. Die Drücker - Stärke, Quebracho, Kali-Wasserglas, Zitronensäure, Aluminiumsulfat und Aluminiumchlorid - wurden systematisch, in variierenden Konzentrationen, in mehreren Versuchsreihen in Laborflotationsversuchen getestet.

Analytische Probleme bei der Fluor-Bestimmung erforderten die Verwendung einer mit Flussspat dotierten Roherzprobe als Aufgabe für die Flotationsversuche.

Im Vorfeld wurde das Scheelit-Ausbringen in Abhängigkeit vom pH-Wert ermittelt. Das maximale Scheelit-Ausbringen wurde bei einem pH-Wert zwischen 9 und 11 erreicht. Die weiteren Versuchsreihen wurden dementsprechend bei einem pH-Wert von 9,8 durchgeführt.

Während der weiteren Drücker-Versuchsreihen wurden die Parameter pH-Wert, Feststoffvolumenkonzentration, Drehzahl, Sammler- und Schäumerkonzentration, Temperatur, Aufgabe und Flotationsdauer konstant gehalten.

Die Zugabe von Stärke führte zu einer starken Drückung von Scheelit, Apatit und Calcit, wobei das Scheelit-Ausbringen am stärksten fiel.

Der Einsatz von Kali-Wasserglas bewirkte keine signifikante Verminderung der Ausbringenswerte von Apatit, Calcit oder Flussspat.

Zitronensäure übte eine drückende Wirkung auf Calcit und Scheelit aus. Die Betrachtung im Kappa Netz verdeutlichte, dass durch die Drücker-Zugabe kein selektiveres Trennergebnis erreicht wurde.

Die Zugabe von Aluminiumsulfat bedingte keine bedeutende Änderung der Ausbringenswerte der betrachteten Erdalkalimineralien.

Aluminiumchlorid führte zu einem leichten Fallen der Scheelit- und Flussspat-Ausbringenswerte, wobei die Betrachtung im Kappa Netz eindeutig veranschaulichte, dass keine Selektivitätssteigerung erreicht wurde.

Die Versuchreihen mit Stärke, Wasserglas, Zitronensäure, Aluminiumsulfat und Aluminiumchlorid erzielten dementsprechend kein zufrieden stellendes Ergebnis.

Quebracho erwies sich als geeigneter Apatit- und Calcit-Drücker. Abbildung 1 zeigt die Ergebnisse der Quebracho-Versuchsreihe.

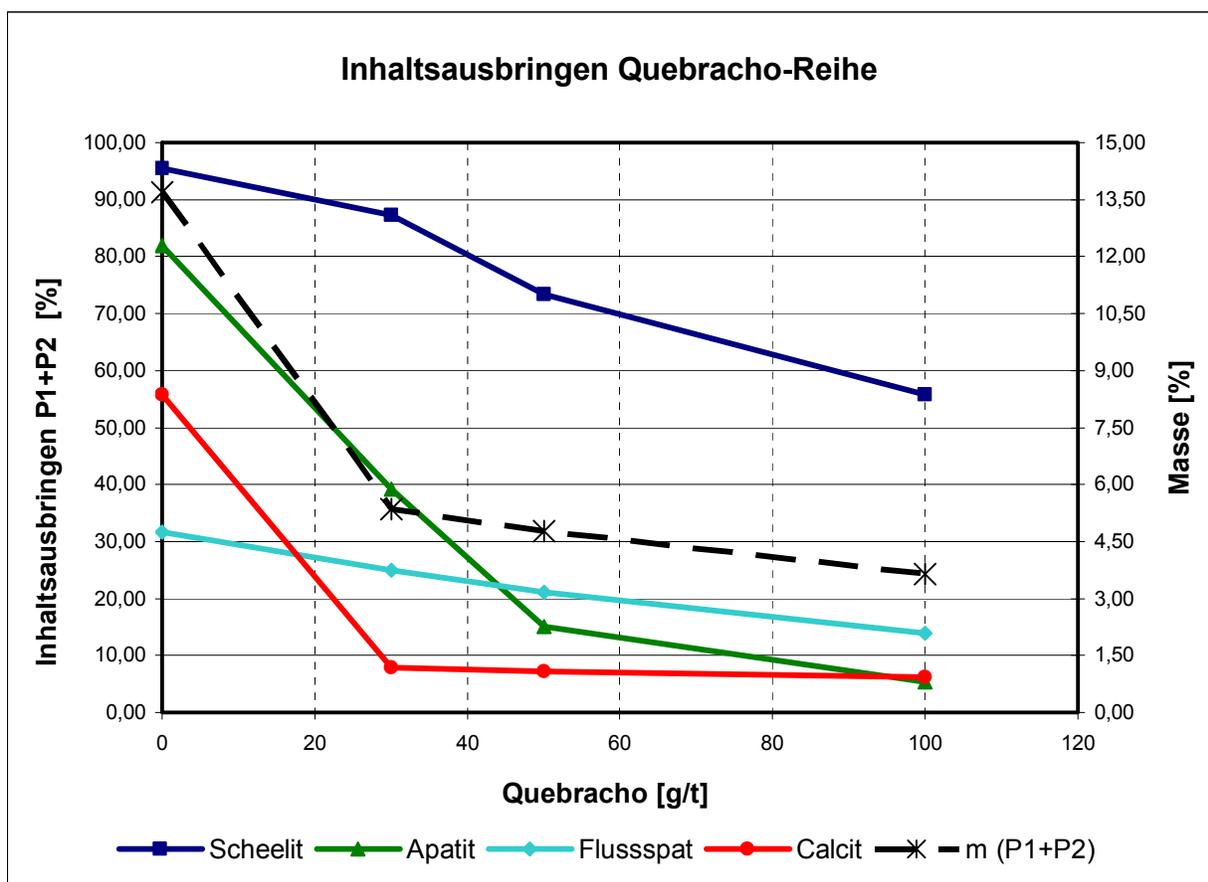


Abbildung 1: Inhaltsausbringen Quebracho-Reihe

Die optimale Dosierung, um die Scheelit-Ausbringensverluste gering zu halten, liegt bei 30 g/t. Quebracho wird bereits in dieser Dosierung im Betrieb eingesetzt.

Für Flussspat konnte kein selektiver Drücker gefunden werden.

3. PROBENBESCHREIBUNG

Im Felbertal (Bundesland Salzburg) wird untertagig von der Wolfram Bergbau und Hutten AG das wirtschaftlich bedeutende Wolframmineral Scheelit, CaWO_4 , abgebaut.

Der WO_3 -Gehalt des abgebauten Erzes liegt im Mittel bei 0,42 % WO_3 , wobei der Aufgabengehalt zwischen 0,25 % und 0,5 % schwankt. Durch die enge Verwachsung des Scheelites mit der Gangart ist zur Aufbereitung eine Kombination aus Dichtesortierung und Flotation notwendig.

Das Roherz besteht aus folgender qualitativer Zusammensetzung, wobei die Mineralanteile je nach Erzkorper schwanken. Bei der Bestimmung mit RFA wurden die Element-Gehalte in Normminerale (Kapitel 4.1) umgerechnet, sowie die mineralogische Zusammensetzung auf 100 % normiert.

Normmineral	Roherz Gehalt [%]	Bestimmung	Konzentrat Gehalt [%]	Bestimmung
Scheelit	0,558	RFA	39,11	RFA
Apatit	2,54	RDA	15,14	RDA
Calcit	2,19	RDA	26,27	RDA
Actinolit	27,56	RDA	1,15	RDA
Quarz	19,35	RDA	0,14	RDA
Fluorit	0,86 (1,20)*	Fluoridelektrode	5,78	RDA
Talk	0,61	RDA	2,68	RDA
Biotit	7,24	RDA	1,97	RDA
Pyrrhothin	1,47	RDA	0,97	RDA
Pyrit	0,74	RDA	1,11	RDA
Orthoklas	7,15	RDA	0,54	RDA
Chlorite	0,84	RDA	0,33	RDA
Albit	28,90	RDA	4,81	RDA

Tabelle 1: Roherz- und Konzentratgehalte

***dotierte Probe**

Fur die durchzufuhrenden Flotationsversuche war vor allem der Fluorit-Gehalt entscheidend. Der Vergleich des Roherz- und Konzentrat-Gehaltes zeigt eine deutliche Anreicherung im Konzentrat, welche auch bei Apatit und Calcit eindeutig erkennbar ist.

Aufgrund der geringen Molekularmasse von Fluorit liegt die Nachweisgrenze mittels Fluoreszenzspektroskopie im Prozentbereich. Deshalb könnte bei Flotationsversuchen mit dem vorliegenden Roherz als Aufgabematerial, das Flotationsergebnis nicht vollständig ermittelt werden. Die nass-chemische Bestimmung von Fluorit ist durch den hohen Zeitaufwand nicht als generelle Analysenmethode geeignet.

Folglich konnte das Roherz in der vorliegenden Form nicht als Flotationsaufgabe verwendet werden.

3.1. PROBENHERSTELLUNG

Kalzinierte, ausgewaschene, vorangereicherte und dotierte Proben wurden untersucht.

3.1.1. KALZINIERTE PROBEN

Durch die Verwendung von kalzinierten Flotationskonzentraten als Aufgabematerial für die Flotationsversuche ergeben sich höhere Flussspat-Gehalte. Die organischen Flotationsreagenzien werden bei der in der Hütte stattfindenden Kalzinierung verbrannt. Die kalzinierten Proben wurden in der Laborstabmühle aufgemahlen und anschließend bei 25 µm entschlämmt. Flotationsversuche mit dem betrieblichen Reagenzienregime resultierten in sehr geringer Schaumbildung. Auch die Variation der Mahldauer führte zu keinem zufrieden stellenden Ergebnis.

3.1.2. AUSGEWASCHENE PROBEN

Auswaschung ist eine weitere Möglichkeit zur Entfernung der an den Konzentraten anhaftenden Flotationsreagenzien.

Nach zweimaliger Waschung mit Spiritus wurden die Konzentrate, zur Schaffung neuer Oberflächen, in der Laborstabmühle aufgemahlen. Die anschließende Flotation mit dem betrieblichen Reagenzienregime zeigte jedoch, dass das Material für weiterführende Flotationsversuche ungeeignet war.

3.1.3. MECHANISCH VORANGEREICHTE PROBEN

Die Dichte von Flussspat liegt bei $3,2 \text{ g/cm}^3$ und somit deutlich über der Dichte der meisten Gangartminerale der Roherzes (Calcit, Quarz, Talk, etc). Durch eine Voranreicherung mit dem Herd sollten Apatit und Flussspat im Mittelgut konzentriert werden, damit dieses anschließend als Aufgabe mit erhöhtem Flussspat- bzw. Apatit-Gehalt für die Flotationsversuche verwendet werden kann.

Der Flussspat-Gehalt in allen drei erzeugten Herd-Produkten erwies sich jedoch als zu gering, um das Material als Ausgangsmaterial für die Flotationsversuche verwenden zu können. (Im Kapitel 4.2.1. wird genauer auf die Ergebnisse des Herdversuches eingegangen.)

3.1.4. DOTIERTE PROBEN

Das Zugeben von Roherz aus einer anderen Lagerstätte ist problematisch, da sich Erztypen aus verschiedenen Lagerstätten unterschiedlich verhalten können. Nach dem Fehlschlagen der bisherigen Versuche, stellten dotierte Proben aber die einzige Möglichkeit, ein Ausgangsmaterial mit bestimmtem Fluorit-Gehalten herzustellen, dar. Da Apatit mit der RFA auch in geringen Konzentrationen ausreichend genau bestimmt werden kann, musste kein Apatit zugesetzt werden.

Als Flussspat-Erz wurden Einkristalle von der Sachtleben Bergbau GmbH aus Wolfach verwendet, welche mit dem Backenbrecher mehrmals vorzerkleinert wurden, um eine Korngrößenverteilung ähnlich dem Roherz zu erhalten. Der mit der Fluorelektrode bestimmte CaF_2 -Gehalt des zugesetzten Flussspat-Erzes betrug 0,96 %. Das Flussspat-Erz wurde zusammen mit dem Roherz in der Mühle aufgemahlen. Mit dem zugesetzten CaF_2 -Erz wurde der CaF_2 -Aufgabegehalt auf 1,21 % CaF_2 erhöht.

Die genaue Vorgehensweise wird in Kapitel 6.1, Versuchsdurchführung, näher beschrieben.

3.2. PROBENAHE

Am 13. Juli 2009 wurde von Schichtführer Herbert Hofer eine Durchschnittsprobe über mehrere Stunden entnommen. Das Rohmaterial wurde vom Förderband vor der Sodazugabe und dem Mühleneintrag entnommen. Über einen Zeitraum von 8 Stunden wurde jede Stunde eine Probe genommen. Die Sammelprobe wurde mit der Viertelteilermethode und anschließend mit Riffelteilern verjüngt. Die entstandenen Teilproben wurden in Kunststoffbehältern aufbewahrt. Um praxisnahe Verhältnisse für die Flotationsversuche zu schaffen, wurden die Proben im bergfeuchten Zustand verwendet.

4. MINERALOGISCHE CHARAKTERISIERUNG

4.1. MINERALE

In folgendem Kapitel wird auf die Minerale Scheelit, Apatit, Fluorit und Calcit näher eingegangen. Für die Verwachsungscharakteristik, die nachfolgende Betrachtung unter dem Mikroskop, sowie für die Flotationsversuche, ist die Kenntnis der Mineraleigenschaften und Kristallstrukturen unerlässlich.

4.1.1. SCHEELIT

Scheelit ist ein isomorphes Mineral der Wolframate aus der Mineralklasse der Sulfate, Selenate, Tellurate, Chromate, Molybdate und Wolframate (nach Strunz). Scheelit besteht aus wolframsaurem Kalk und kristallisiert im tetragonalen Kristallsystem. Scheelit entwickelt meist dipyramidale, seltener tafelige Kristalle, aber auch körnige bis massige Aggregate, die entweder farblos oder durch Fremdbeimengungen grauweiß oder gelblich gefärbt sind. Der Anionenkomplex besteht aus dem Zentralion W^{6+} und vier umgebenden O^{2-} Liganden. Die Ca-Ionen sind auf den Seitenflächen der Einheitszelle angeordnet und werden jeweils von acht in gleicher Entfernung befindlichen Sauerstoffionen koordiniert. Scheelit zeigt bei kurzweiligem UV-Licht eine starke blauweiße Fluoreszenz.

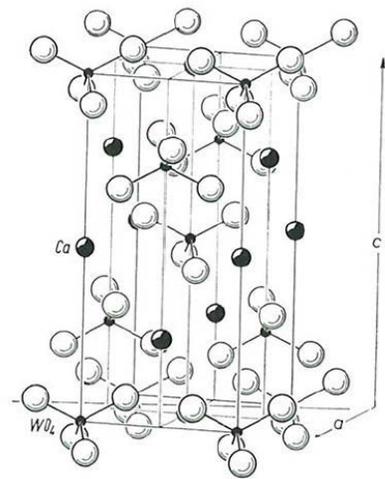


Abbildung 2: Kristallstruktur von Scheelit [21]

Chemische Zusammensetzung: $CaWO_4$

Dichte: $6,1 \text{ g/cm}^3$

Mohshärte: 4,5 bis 5

Löslichkeit: In konzentrierter Salzsäure löslich

Brechungsindex: $n_{\omega} = 1,918 \text{ bis } 1,921$; $n_{\epsilon} = 1,935 \text{ bis } 1,938$

4.1.2. FLUSSSPAT

Flussspat ist das Calciumsalz der Flusssäure und wird auch Fluorit oder Calciumfluorid genannt. Es zählt zur Mineralklasse der Halogenide und kristallisiert im kubischen Kristallsystem in der höchstsymmetrischen Kristallklasse kubisch-hexakisoktaedrisch. Die Struktur bildet ein flächenzentriertes Würfelgitter, in dem das Calcium hexaedrisch von acht Fluorionen umgeben wird und Fluor tetraedrisch von vier Calciumionen. Flussspat kristallisiert in grob-kristallinen bis völlig dichten, chalcetonartigen Aggregaten.

Das optisch isotrope Mineral Flussspat stellt das Leitmineral auf der Mohs'schen Härteskala für die Härte vier dar.

Chemische Zusammensetzung: CaF_2

Dichte: $3,2 \text{ g/cm}^3$

Mohshärte: 4

Löslichkeit: In hochkonzentrierter Salzsäure und Schwefelsäure löslich

Brechungsindex: 1,434 bis 1,448

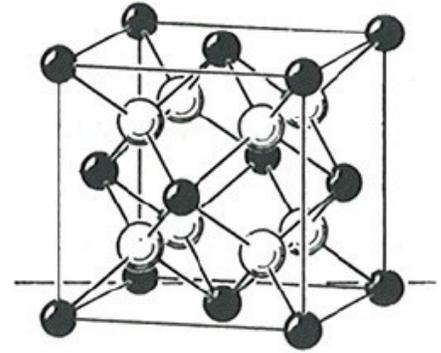


Abbildung 3: Kristallstruktur von Flussspat [21]

4.1.3. APATIT

Der im Roherz auftretende Apatit wird als Fluorapatit angenommen.¹ Apatite gehören zur Klasse der Phosphate, Arsenate und Vandate, zu den wasserfreien Phosphaten mit fremden Anionen. Fluorapatit kristallisiert im hexagonalen Kristallsystem. Die PO_4 -Tetraeder sind leicht deformiert, Ca ist auf zwei ungleichwertigen Punktlagen vorhanden: Zum einen befindet sich Ca_I auf den dreizähligen Achsen und ist von 9 O umgeben und zum anderen ist Ca_{II} im Fluorapatit von 6 O +1 F umgeben. Die Apatit Struktur ist eine sehr stabile Struktur und bleibt auch erhalten wenn die Halogenplätze unbesetzt sind.

¹ Vgl. Mühlbauer (Diplomarbeit): Untersuchungen zum Aufschluss von Wolframerzkonzentraten

Chemische Zusammensetzung: $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$

Dichte: $3,2 \text{ g/cm}^3$

Mohshärte: 5

Löslichkeit: In verdünnter Salzsäure und Schwefelsäure löslich

Brechungsindex: $n_o=1,633$ bis $1,667$, $n_e=1,630$ bis $1,664$

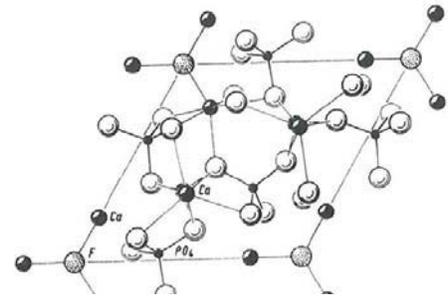


Abbildung 4: Kristallstruktur von Apatit [21]

4.1.4. CALCIT

Calcit gehört zur Mineralklasse der wasserfreien Carbonate ohne fremde Anionen. Es kristallisiert im trigonalen Kristallsystem und entwickelt verschiedene Kristall- und Aggregatformen. Calcit ist das formenreichste Mineral und tritt in mehreren hundert verschiedenen Formen in mehr als tausend Kombinationen an verschiedenen Fundpunkten auf. Calcitkristalle besitzen eine sehr starke negative Doppelbrechung, woraus der Name Doppelspat resultiert. Viele Calcite zeigen bei Beleuchtung mit ultraviolettem Licht starke Fluoreszenz, die durch Spuren von Seltenen Erden bedingt ist.

Chemische Zusammensetzung: CaCO_3

Dichte: $2,72 \text{ g/cm}^3$

Mohshärte: 3

Löslichkeit: löslich in allen verdünnten Säuren, in verdünnter Salzsäure unter Aufbrausen und CO_2 -Entwicklung

Brechungsindex: $n_\omega=1,640$ bis $1,660$, rein $1,658$, $n_e=1,486$

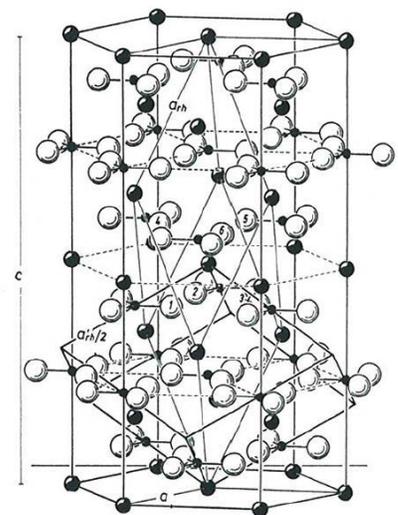


Abbildung 5: Kristallstruktur von Calcit [20]

4.2. VERWACHSUNGSSCHARAKTERISTIK

Für die flotative Aufbereitung von dominierender Bedeutung sind die Korngrößenverteilung und das Verwachsungsspektrum. Der Aktivitätsbeitrag eines verwachsenen Korns hängt vom volumetrischen Wertmineralgehalt, von der Aktivität des korngrößenäquivalenten freien Wertmineralorns und vom Verhältnis der tatsächlichen Aktivität des freien Wertmineralorns zu der Maximalaktivität bei hoher Sammlerkonzentration ab. Das Ausmaß des letzten Beitrages hängt vom Wertmineralgehalt ab.²

Ist der Flussspat in der Flotation noch nicht aufgeschlossen und mit dem Scheelit verwachsen, ist ein selektives Drücken nicht möglich. In diesem Fall wird der Flussspat mit dem Scheelit ins Konzentrat gezogen. Folgende Untersuchungen wurden durchgeführt:

4.2.1. HERDVERSUCH

Vorrangiges Ziel des Herdversuches stellte das Herstellen eines angereicherten Ausgangsmaterial für die Flotationsversuche dar (siehe 3.1.3.). Zudem war der Versuch Teil einer mineralogischen Charakterisierung, welche der Aufklärung des Verwachsungsgrades diene.

Als Ausgangsmaterial für den Herdversuch wurde der Mühlenaustrag aus der Anlage verwendet. Das bei 500 µm vorabgesiebte Material (Masseausbringen 94 %) wurde auf einen Herd der Marke Multiflex im Lehrstuhl für Aufbereitung und Veredlung aufgegeben. Es wurde ein Schwergut, Mittelgut und Leichtgut abgezogen. Die Parameter des Herdversuches können Tabelle 2 entnommen werden.

² Vgl. Steiner: Das Flotationsverhalten verwachsener Körner aus kinetischer Sicht, BHM 118, S.246

Parameter Herdversuch	
Herdfläche	20 x 46,5 cm
Aufgabemenge	1479,2 g
Frequenz	350 min ⁻¹
Bebrausung Herdfläche	110 l/h
Bebrausung Aufgabe	50 l/h

Tabelle 2: Parameter Herdversuch

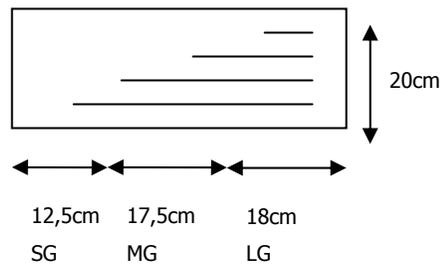


Abbildung 6: Abmessungen Herdversuch

Die Herdprodukte wurden gefiltert, getrocknet und eine repräsentative Probe in einer Scheibenschwingmühle auf Analysenfeinheit zerkleinert.

Die Ergebnisse der RFA-Analyse und der Dichtebestimmung mit dem Helium-Pyknometer sind in folgender Bilanz dokumentiert. Die Element-Gehalte wurden in die in Kapitel 4.1. angegebenen normativen Mineralgehalte umgerechnet. Die Fluor-Gehalte in allen drei Herdprodukten lagen unter der Nachweisgrenze und sind folglich in Tabelle 3. nicht angeführt.

	Masse	WO ₃	P ₂ O ₅	WO ₃ Ausbringen	P ₂ O ₅ Ausbringen	Scheelit Gehalt	Apatit Gehalt	Dichte
	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[g/cm ³]
SG	3,37	11,12	0,20	74,46	8,49	13,81	0,72	3,53
MG	33,22	0,16	0,10	10,75	42,18	0,20	0,36	3,05
LG	63,41	0,12	0,06	14,79	49,33	0,15	0,22	2,95
A	100,00	0,50	0,08	100,00	100,00	0,63	0,28	3,00

Tabelle 3: Bilanz Herd Versuch

Der Scheelit reicherte sich gemäß seiner Dichte von $6,1 \text{ g/cm}^3$ deutlich im Schwergut an. Der Scheelit im Leichtgut ist Feinkorn, welches durch die Bebrausung abgetrieben wurde. Grund für das Scheelit-Ausbringen im Mittelgut von 10,8 %, dessen durchschnittliche Dichte weit unter der Dichte von Scheelit liegt, könnte eine Verwachsung mit Mineralen niedrigerer Dichte sein. Dies wurde durch eine mikroskopische Betrachtung des Roherzes, in den Dichteklassen $<2,80 \text{ g/cm}^3$, $2,80/3,31 \text{ g/cm}^3$ und $>3,31 \text{ g/cm}^3$, bestätigt (siehe 4.2.4.).

Apatit reicherte sich vor allem im Mittel- und Leichtgut an. Allerdings beträgt das Apatit-Ausbringen im Schwergut, das mit einer durchschnittlichen Dichte von $3,5 \text{ g/cm}^3$ deutlich über der Dichte von Apatit mit $3,2 \text{ g/cm}^3$ liegt, rund 8,5 %. Hierfür kann den Grund eine Verwachsung des Apatits mit Scheelit darstellen.

Über Flussspat kann keine Aussage getroffen werden, da die Gehalte unter der Nachweisgrenze der RFA liegen. Somit können mit dem Herd keine Proben mit bestimmbareren Fluor-Gehalten hergestellt werden, welche für die nachfolgenden Flotationsversuche herangezogen werden könnten.

4.2.2. SCHEELIT-SUPER KONZENTRAT

Im Jahr 2004 wurde am Institut für Aufbereitung und Veredlung in Leoben ein Scheelit-Super-Konzentrat hergestellt. Ein Teil dieses Super-Konzentrates wurde in dieser Arbeit verwendet um mineralogische Untersuchungen bezüglich der Verwachsungscharakteristik durchzuführen. Seit 2004 haben sich die abgebauten Erzkörper in geologischer Hinsicht nicht wesentlich verändert, das abgebaute Roherz ist konstant bezüglich der Mineralogie. Deshalb kann dieses Super-Konzentrat zur qualitativen Erstbeurteilung herangezogen werden, um Rückschlüsse auf die heutigen Verhältnisse zu treffen. Zur Herstellung des Super-Konzentrates wurde ein Konzentrat aus der Aufbereitungsanlage Mittersill weiteren aufbereitungstechnischen Schritten unterzogen. Die genaue Vorgehensweise ist in Abbildung 7 dargestellt.

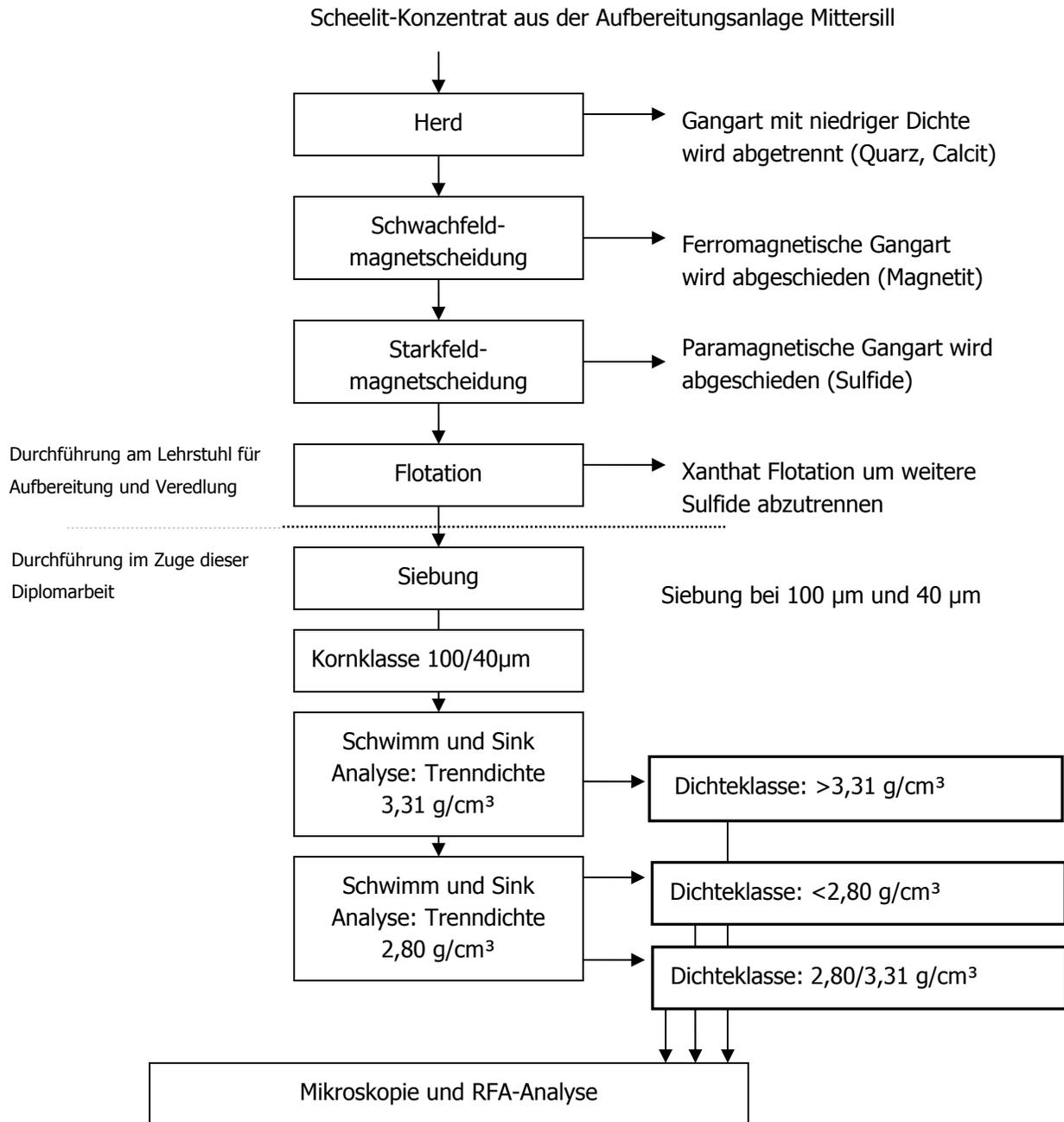


Abbildung 7: Herstellung Super-Konzentrat

Das Scheelit Konzentrat aus der Aufbereitungsanlage Mittersill wurde auf einen Herd aufgegeben um Gangart mit geringerer Dichte in einer zwei Produkten-Trennung abzuscheiden. Die Dichte von Scheelit beträgt $6,1 \text{ g/cm}^3$ und die Dichten von Flussspat und Apatit jeweils $3,2 \text{ g/cm}^3$. Die Dichte von Quarz und Calcit liegt unter $2,8 \text{ g/cm}^3$.

Die nächste Trennstufe bildeten nach der Trocknung ein Schwachfeld und ein Starkfeldmagnetscheider. Flussspat und Apatit sind diamagnetisch und verblieben daher, gleich wie Scheelit, im Super-Konzentrat.

In der anschließenden Flotation wurden als Sammler Xanthate verwendet, welche Sulfide in das Schaumprodukt führen. Xanthate üben keine sammelnde Wirkung auf Erdalkaliminerale aus. Der Flotationsrückstand, das Super-Konzentrat, wurde nach der Trocknung in folgende Korngrößenklassen geteilt: 0/40 μm , 40/100 μm , >100 μm . Die Siebung erfolgte analysenscharf mit der Hand. Die Korngrößenfraktion 40/100 μm wurde in zwei Schritten mittels Schwimm und Sink Analyse in die Dichteklassen <2,80 g/cm^3 , 2,80/3,31 g/cm^3 und >3,31 g/cm^3 geteilt. Die Dichte des Trennmediums Diiodmethan wurde mit dem Aräometer bestimmt. Die erzeugten Dichteklassen wurden unter dem Mikroskop betrachtet.

Weiters wurden aus den Dichteklassen und der Aufgabe der Schwimm und Sink Analyse am Lehrstuhl für Allgemeine Chemie Schmelzperlen und Pulver-Presslinge hergestellt, an welchen die Gehalte an WO_3 , P_2O_5 und F mittels RFA bestimmt wurden. In den Dichteklassen <2,80 g/cm^3 und 2,80/3,31 g/cm^3 waren die F-Gehalte eindeutig bestimmbar. In der Aufgabe und der Dichteklasse <3,31 g/cm^3 konnte zwar ein Fluor-Peak identifiziert werden, jedoch war der Fehler zu groß um einen eindeutigen Gehalt angeben zu können. Die Analysenwerte (und die Umrechnung in Normminerale nach 4.1.) bzw. die identifizierten Peaks und Fehlerabweichungen sind in den Tabellen 3 und 4 ersichtlich.

Dichteklasse	Masse	WO ₃ Gehalt	P ₂ O ₅ Gehalt	F Gehalt	WO ₃ Ausb.	P ₂ O ₅ Ausb.	F Ausb.	Scheelit Gehalt	Apatit Gehalt	CaF ₂ Gehalt
[g/cm ³]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
<2,8	1,55	1,94	11,32	0,38	0,04	9,90	-	2,41	40,43	0,78
2,80/3,30	5,83	2,82	25,66	3,39	0,22	84,45	-	3,50	91,64	6,95
>3,3	92,62	79,90	0,11	-	99,74	5,65	-	99,25	0,39	-
Aufgabe	100,00	74,20	1,77	-	100,00	100,00	100,00	92,17	6,33	-

Tabelle 4: Bilanz Scheelit-Superkonzentrat

Produkt	Identifizierter F-Peak [%]	Fehler absolut [%]
Aufgabe	0,109	+/- 0,051
Dichtklasse >3,31 g/cm ³	0,047	+/- 0,04

Tabelle 5: F-Gehalte Aufgabe und Dichteklasse >3,31 g/cm³

Die Unsicherheiten erlauben keine zweifelsfreie Darstellung im Henry Reinhardt Diagramm, eine qualitative mikroskopische Betrachtung im Durchlicht, am Körnerpräparat, zur Beurteilung der verwachsenen Spezies ist jedoch möglich.

4.2.3. MIKROSKOPIE

Proben aus den erzeugten Dichteklassen wurden als Körnerpräparat in einer Einbettungsflüssigkeit mit definiertem Brechungsindex unter dem Polarisationsmikroskop mit folgenden Hilfsmitteln bestimmt:

- 1) Einbettung (Relief)
- 2) Optische Isotropie bzw. Anisotropie
- 3) Becke Linie (Brechungsindex)
- 4) Farbeindruck (Unterscheidung in Farben erster und höherer Ordnung)

Als Einbettungsflüssigkeit wurde Glycerin gewählt, da der Brechungsindex mit 1,468 zwischen den Brechungsindices von Fluorit und Scheelit liegt.

Scheelit Körner heben sich in Glycerin sehr stark ab, da der Brechungsindex von Scheelit mit 1,918 sehr weit über dem Brechungsindex der Einbettungsflüssigkeit liegt. Der Brechungsindex wurde vergleichend mit Hilfe der Becke'schen Linie festgestellt.

Weiters wurde zur Fluoritbestimmung die optische Isotropie des Flussspates herangezogen. Durch die Isotropie bleibt Flussspat bei gekreuzten Polarisationsfiltern beim Drehen des Präparates unter dem Mikroskop um 360° dunkel, während bei anisotropen Stoffen ein vierfacher Wechsel von Helligkeit und Farbe mit Auslöschungen auftritt.

Anhand des Farbeindrucks der Körner wurde eine Unterscheidung von Farben erster, von jenen höherer Ordnung, durchgeführt. Scheelit- und Calcit-Körner weisen Interferenzfarben höherer Ordnung auf, während Apatit-Körner Interferenzfarben erster Ordnung zeigen. Da die Farbe von der Korndicke abhängig ist, erfolgte die Bestimmung der Ordnung anhand der Isochromaten von außen nach innen. Weiters sind Körner von annähernd gleicher Dicke Voraussetzung für die Bestimmung des Farbeindrucks.

4.2.4. ERGEBNISSE MIKROSKOPIE

Ausgewählte Beispiele der verschiedenen Dichteklassen wurden im Folgenden dargestellt. Die Mineraldiagnose basiert auf den in Kapitel 4.2.3 genannten Merkmalen: Relief, Becke'sche Linie (Brechungsindex), Isotropie und Farbeindruck.

Dichteklasse $<2,80 \text{ g/cm}^3$

Im Einklang mit der RFA-Analyse konnten in dieser Dichteklasse folgende Minerale diagnostiziert werden: Quarz, Calcit, Apatit und Fluorit. Weiters zeigte die RFA-Analyse rund 2 % Scheelit in dieser Dichteklasse. Unter dem Mikroskop konnte dieser Mineralbestand bestätigt werden. Abbildung 8 zeigt beispielhaft den Mineralsbestand dieser Dichteklasse. Isotrope Körner mit einem Brechungsindex $<1,468$ werden als Flussspat-Körner identifiziert.



Abbildung 8: Fluorit Korn

Aufgrund der bei $3,2 \text{ g/cm}^3$ liegenden Dichte von Apatit und Flussspat ist der Flussspat- bzw. Apatit-Gehalt in dieser Dichteklasse auf zwei mögliche Gründe zurückzuführen: Verwachsung mit Mineralen geringerer Dichte und Fehlaustrag.

Die Anwesenheit einzelner Flussspat- bzw. Apatit-Körner (siehe Abbildung 8), kann entweder in Fehlaustrag, in nicht erkennbaren Verwachsungen, oder in Porosität begründet sein.

Dichteklasse $2,80/3,31 \text{ g/cm}^3$

Die Hauptbestandteile dieser Dichteklasse sind laut RFA-Analyse Calcit und Apatit.

Der hohe Apatit- und Flussspat-Gehalt erklärt sich durch die Rohdichte der Minerale, welche zwischen den Trenndichten der durchgeführten Schwimm und Sink Analysen liegt. Gründe für die Anwesenheit von Calcit sind Verwachsungen und Fehlaustrag, was durch den geringen Dichteunterschied von Calcit zur Trenndichte von $2,80 \text{ g/cm}^3$ realistisch scheint.

In Abbildung 9 sind ein Flussspat-Korn, welches bei gekreuzten Polarisatoren beim Drehen des Objektisches komplett dunkel bleibt, und Apatit-Körner dargestellt. Die Apatit -Körner werden durch das starke Relief und die Interferenzfarben angenommen.

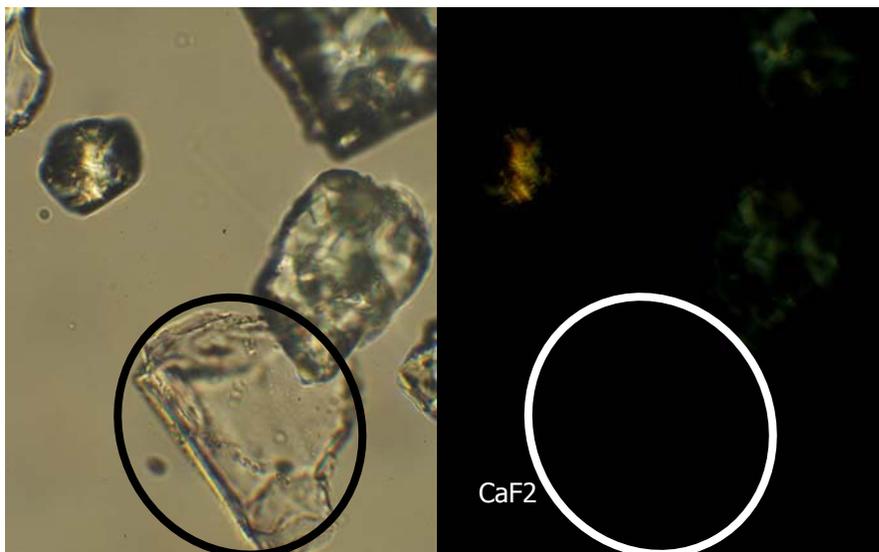


Abbildung 9: Flussspat Korn in der Dichteklasse $2,80/3,31 \text{ g/cm}^3$

Das markierte Korn in Abbildung 10 wird durch die Isotropie und den Brechungsindex eindeutig als ein Flussspat-Korn identifiziert. Der markierte Bereich des Korns links unten, zeigt bei Drehen des Objektisches optische Anisotropie und stellt folglich eine Verwachsung dar. Der Mineralbestand der Verwachsung kann nicht eindeutig diagnostiziert werden.

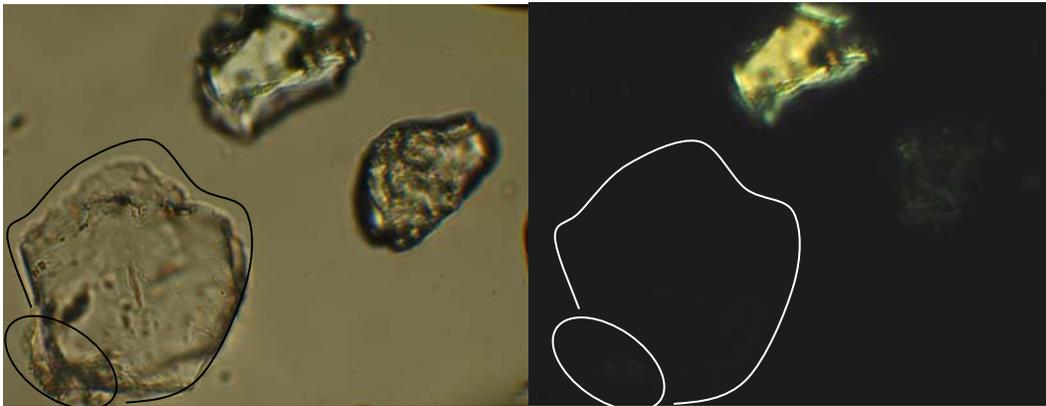


Abbildung 10: Verwachsenes Korn in der Dichteklasse 2,80/3,31 g/cm³

In Abbildung 11 ist nochmals ein Flussspat-Korn dargestellt. In der linken Abbildung ist ein anisotroper Einschluss des betroffenen Korns zu erkennen. Der Mineralbestand des Einschlusses kann aufgrund der geringen Größe nicht identifiziert werden.

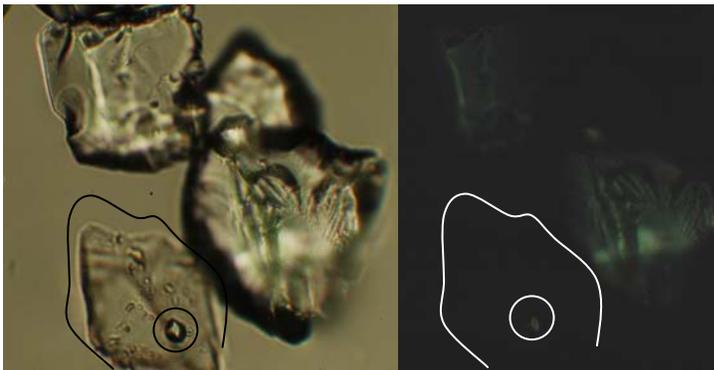


Abbildung 11: Verwachsenes Korn in der Dichteklasse 2,80/3,31 g/cm³

In der Dichteklasse 2,80/3,31 g/cm³ liegen eindeutig verwachsene Körner vor, allerdings kann keine Aussage zum Mineralbestand der Verwachsungen erhoben werden.

Dichteklasse $>3,31 \text{ g/cm}^3$

Die RFA-Analyse zeigte in dieser Dichteklasse einen Scheelit-Gehalt von 95 %. Die Scheelit-Körner sind unter dem Mikroskop sehr gut zu erkennen, da sie durch den hohen Brechungsindex sehr massig wirken und sich sehr stark von der Einbettungsflüssigkeit abheben.

Der mittels RFA bestimmte Apatit-Gehalt betrug 0,4 %. Es konnte kein Fluor-Gehalt in dieser Dichteklasse ermittelt werden.

Um die Anwesenheit einzelner Fluorit-Körner und eventueller Verwachsungen trotzdem zu bestätigen, lag der Schwerpunkt beim Betrachten dieser Dichteklasse unter dem Mikroskop auf Verwachsungen von Fluorit und Scheelit.

Es konnten einige Körner mit einer Verwachsung von Flussspat und Scheelit gefunden werden. Fluorit-Körner können mit Hilfe der Becke'schen Linie und durch die Isotropie eindeutig identifiziert werden. Scheelit über das starke Relief und Interferenzfarben höherer Ordnung. Die Abbildungen 12 bis 14 zeigen Beispiele von Scheelit-Flussspat verwachsenen Körnern.

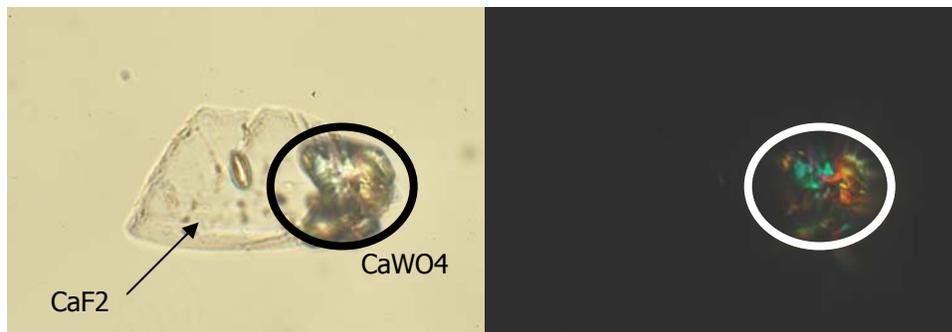


Abbildung 12: Verwachsenes Korn 1, Dichteklasse $>3,31 \text{ g/cm}^3$

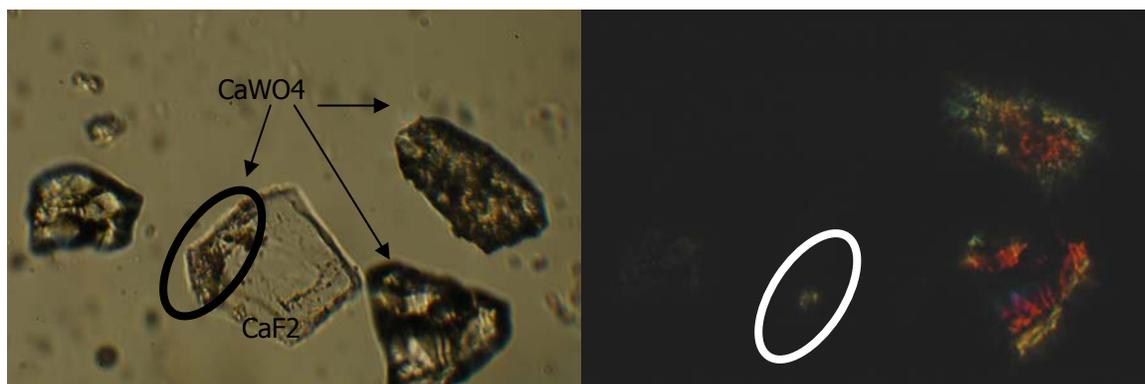


Abbildung 13: Verwachsenes Korn 2, Dichteklasse $>3,31 \text{ g/cm}^3$

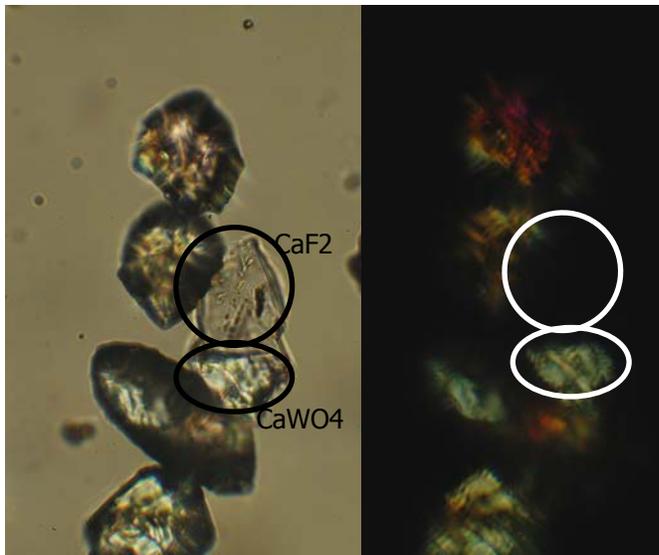


Abbildung 14: Verwachsenes Korn 3, Dichteklasse $>3,31 \text{ g/cm}^3$

Der Fluor-Gehalt der Dichteklasse $>3,30 \text{ g/cm}^3$ liegt unter der Nachweisgrenze mit RFA. Die mikroskopische Betrachtung bringt jedoch einen eindeutigen qualitativen Nachweis für die Existenz von Flussspat in dieser Dichteklasse. Es liegen einige Flussspat-Scheelit verwachsene Körner vor, aber die Mikroskopie dient keiner quantitativen Aussage.

Da der Fluor-Gehalt unterhalb der Nachweisgrenze liegt, kann nur ein geringer Anteil an Flussspat-Körnern in der Probe vorliegen. Folglich kann auch nur ein geringer Anteil an Fluorit mit Scheelit verwachsen vorliegen. Dies zeigt indirekt auch der Stärke Flotationsversuch, bei dem sich das Scheelit-Ausbringen gänzlich unabhängig vom Fluorit-Ausbringen verhält (siehe Kapitel 9.2.).

5. REAGENZIEN IN DER FLOTATION

Flotation ist ein Trennverfahren der Gruppe der Heterokoagulationstrennungen, dessen Trennmerkmal die unterschiedliche Benetzbarkeit von Stoffen darstellt. Die Benetzbarkeit ist von der Mineraloberfläche abhängig und kann durch ein geeignetes Reagenzienregime gestaltet werden. In der industriellen Scheelit-Flotation ist den einsetzbaren Sammler eine hohe Affinität zu den Erdalkali-Mineralen gemein und eine Trennung kann daher nur durch geeignete Aktivatoren, Drücker bzw. Drückersysteme erfolgen. In den folgenden Unterkapiteln wird auf die in der Scheelit-Flotation angewandten Reagenzien und auf die getesteten Drücker, näher eingegangen.

5.1. BETRIEBLICHES REAGENZIENREGIME

Das genaue Reagenzienregime bleibt Betriebsgeheimnis und wurde nicht weitergegeben. Als Sammler dient eine technische Fettsäure, als Schäumer wird eine Alkohohlformulierung und als Drücker Quebracho eingesetzt. Die Flotation besteht aus einer Grundstufe und fünf Nachreinigungsstufen. Vor der Mühle erfolgt eine konstante Sodazugabe. Aufgrund des schwankenden pH-Wertes des Roherzes, welcher durch unterschiedliche Anteile an Beton aus dem Abbau bedingt wird, ergibt sich ein schwankender pH-Wert der Trübe. Mit einer entsprechenden CO₂-Zugabe in der Konditionierstufe der Flotation, wird der pH-Wert konstant bei 9,5 bis 10,5 gehalten. Zusätzliche modifizierende Reagenzien werden hier nicht angeführt.

5.2. SAMMLER

In der Scheelitaufbereitung werden industriell vorwiegend technische Ölsäuren eingesetzt. Technische Ölsäuren gehören zur Gruppe der Carboxylate, Vertreter der oxhydrilen Sammler. Die chemischen und physikalischen Eigenschaften der Carboxylate werden von der Carboxylgruppe (-COOH) bestimmt. Carboxylate sind primäre Sammler für Nichtsulfide. Der systematische Name der Fettsäure lautet cis-9-Octadecensäure und hat folgende Strukturformel: $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$.

Technische Fettsäuren werden weit verbreitet als Sammler für Erdalkali-Mineralen (sparingly soluble minerals) wie Scheelite, Calcite, Fluorite oder Apatit eingesetzt.³ Technische Fettsäuren finden industriell aufgrund ihrer leichten Verfügbarkeit und dem günstigen Preis große Anwendung.

Das Hauptproblem in der flotativen Anreicherung des Scheelites besteht in der geringen Selektivität der Sammler gegenüber den verschiedenen Erdalkali-Mineralen, welche als Gangart in den spezifischen Lagerstätten auftreten.

Die ähnlichen Flotationseigenschaften der Erdalkali-Mineralen bedingen die unselektiv sammelnde Wirkung der Fettsäuren. Die polare Gruppe des Carboxylations lagert sich an die im Gitter der Minerale eingebauten Ionen der Erdalkaligruppe an und bildet mit diesen schwerlösliche Erdalkalifeifen.

Aufgrund dieser unselektiven Wirkungsweise der Fettsäuren werden bestimmte Reagenzien-Kombinationen (Sammler-Drücker Systeme) notwendig, welche zu einer Selektivitätssteigerung führen. Jedoch sind die genauen Gründe bzw. die Oberflächenvorgänge oft unbekannt. Eine verlässliche Vorhersage der Wirkung von Drückern ist oft schwierig, da die Adsorptions- und Grenzflächenvorgänge nicht vollständig erklärt werden können.⁴ Weiters ist die Flotierbarkeit auch von der Lagerstätte der Minerale anhängig, z.B. zeigen Calcium Minerale verschiedener Lagerstätten unterschiedliches Flotationsverhalten.⁵

Zudem nimmt die Reagenzienvielfalt stetig ab, da die Herstellung neuer Reagenzien für die Reagenzienhersteller aufgrund der Chemikaliengesetze mit großem zeitlichen und finanziellen Aufwand verbunden ist. Die Entwicklung eines spezifischen Reagenz für die Scheelitaufbereitung ist nicht wirtschaftlich, da die Absatzmengen global gesehen sehr gering sind.

Die im Betrieb und in den Flotationsversuchen verwendete Ölsäure ist eine Fettsäure der Firma Clariant mit dem Handelsnamen Spezial Olein. Die Kenngrößen können Tabelle 6 entnommen werden.

³ Vgl. Bernhardt: Aufbereitung von Scheeliterzen. Stand der Technik, S.188

⁴ Vgl. Atademir et al: The Surface Chemistry and Flotation of Scheelite, S.9

⁵ Vgl. Pugh, Stenius: Solution chemistry studies and flotation behavior of apatite, calcite and fluorite minerals with sodium oleate collector, S.194

Handelsname:	Spezial Olein
Zusammensetzung:	Fettsäuregemisch
Form:	Flüssig
Farbe:	Gelblich
Geruch:	charakteristisch
Dichte:	bei 20°C ca. 0,92 g/cm ³
Dynamische Viskosität:	bei 20°C ca. 14 mPas
Löslichkeit:	unlöslich in Wasser

Tabelle 6: Eigenschaften von Olein

Die Dosierung im Betrieb beträgt 30 g pro Tonne. In den Flotationsversuchen wurde an dieser Dosierung festgehalten.

5.3. SCHÄUMER

Schäumer werden zugegeben um die Größe der Luftblasen und die Stabilität der Schaumdecke zu regulieren. Die Zugabe soll die Bildung kleiner Gasblasen mit großer Oberfläche bewirken. Schäumer sind Stoffe mit heteropolarem Charakter, die aus einer polaren hydrophilen Gruppe und apolaren aerophilen Gruppe bestehen. Dadurch reichern sie sich an der Grenzfläche Wasser–Luft an und stellen sich so ein, dass die hydrophile Gruppe im Wasser schwimmt, während der hydrophobe Teil in die Luft ragt. Dies führt zu einer Erniedrigung der Oberflächenspannung der Flüssigkeit.

Die wichtigsten Schäumer sind Terpenalkohole, höhere aliphatische Alkohole, Kationen-Seifen, Sulfonate des Phenols und Kresols und Holzteeröle.

Der betriebliche Schäumer ist eine Alkoholformulierung der Firma Clariant.

Handelsname	Montanol
Zusammensetzung	Alkoholformulierung
Form	Flüssig

Farbe	Hellgelb
Geruch	charakteristisch
Dichte	bei 20°C ca. 0,83 g/cm ³
Dynamische Viskosität	bei 20°C ca. 10 mPas
Löslichkeit	unlöslich in Wasser

Tabelle 7: Eigenschaften von Montanol

Die Dosierung im Betrieb beträgt 30 g pro Tonne. In den Flotationsversuchen wurde an dieser Dosierung festgehalten.

5.4. DRÜCKER

Drücker sind besonders für die Verbesserung von schwierigen Trennprozessen aufgrund fehlender Selektivität wesentlich. Drücker verhindern die Bildung von Sammlerfilmen auf Mineraloberflächen.

In den folgenden Kapiteln wird näher auf die verwendeten Drücker eingegangen.

5.4.1. STÄRKE

Stärke ist aus D-Glucose Einheiten aufgebaut. Durch die Verkettung der Glucose Einheiten entstehen Makromoleküle. Die allgemeine Struktur von Stärke ist in Abbildung 15 dargestellt. Das Polysaccharid besteht aus der löslichen Hüllsubstanz Amylopectin (80-90%) und im Inneren aus der unlöslichen Amylose (20-10%).

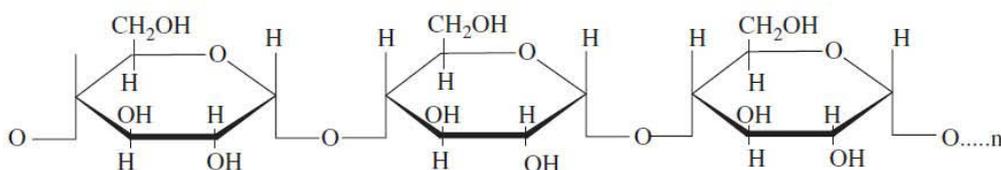


Abbildung 15: Allgemeine Struktur von Stärke [13]

Amylose besteht aus unverzweigten Ketten mit helikaler Struktur, wobei eine Spiralbindung jeweils aus sechs Glucosemolekülen besteht.

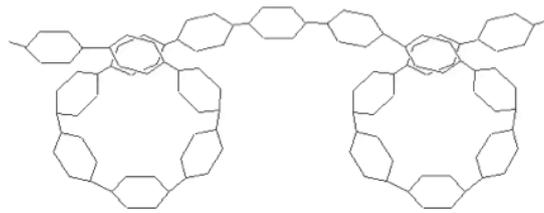


Abbildung 16: Anordnung der Makromoleküle [27]

Im Gegensatz dazu, besteht die Amylopectin-Struktur aus verzweigten Ketten und ist von der Herkunft der Stärke abhängig. Das Verhältnis von Amylose und Amylopectin ist nicht konstant. Die Moleküle vieler Stärken werden als nichtionogen betrachtet. Es wird folglich angenommen, dass die Moleküle vorwiegend über Wasserstoffbrückenbindungen adsorbiert werden.⁶ Für die Bildung von starken Wasserstoffbrückenbindungen sind die primären alkoholischen Gruppen C Nr. 6 am wesentlichsten, während die sekundären OH Gruppen nur gering beteiligt sind. Teilweise kann als Ergebnis von Oxidation und Hydrolyse auch ein anionischer Charakter der Stärke gegeben sein. Die aldehydischen und alkoholischen Endungen sind der Grund für die vielfältigen Modifikationen der Stärke.

Eine Eignung der Stärke für die Flotation ist von vielen Faktoren abhängig: vom zu drückenden Mineral und dessen Eigenschaften, dem Stärketyp, dem Grad der Verzweigung, der Zubereitung, dem pH-Wert der Trübe, den mechanischen Verhältnissen in der Trübe und den Konzentrationen von bestimmten Ionen in der Trübe.⁷ In der Flotation finden hauptsächlich Mais- und Kartoffelstärken Anwendung. Von Araujo und Poling wurde beobachtet, dass normale Stärke an Apatit chemisorbiert werden kann.⁸ Hanna stellte fest, dass bei Calcit wesentlich geringere Stärkekonzentrationen zu einer abnehmenden Flotationsneigung führten, während

⁶ Vgl. Schubert: Aufbereitung fester Stoffe III, S.333

⁷ Vgl. Hanna zitiert in: Die Aufbereitung von Wolframerzen unter besonderer Berücksichtigung der flotativen Anreicherung von Scheelit, Bernhardt

⁸ Vgl. Schubert III [918] de Araujo A.C. u G.W: Poling: The Adsorption of starches on apatit. Proc. II. Int. Mineral Process. Symp. Izmir 1988 S. 428-439

bei Fluorit erst eine sehr hohe Dosierung eine abnehmende Flotationsneigung bedingte.⁹

Rohe Stärke ist in Kornstruktur enthalten. Durch die Zugabe von Wasser quellen die Körner auf, wodurch die Kornstruktur verloren geht und die Stärkekompnenten zerfasert werden, siehe Abbildung 17. Durch diese Auffaserung der Ketten wird eine Anhaftung an Mineraloberflächen möglich. Ist Stärke aufgeschlossen, bekommt sie eine leimige Konsistenz und ist niedrig viskos.

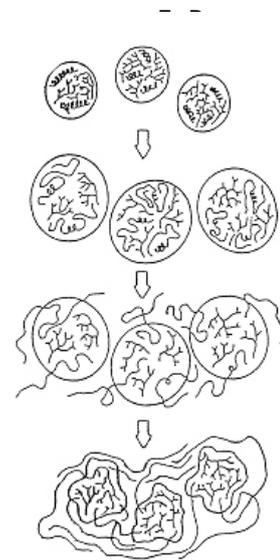


Abbildung 17:
Stärkeaufschluss [28]

5.4.2. QUEBRACHO

Quebracho ist der wichtigste Vertreter der Tannin-Derivate, natürlich vorkommende Polyphenole. Die chemische Zusammensetzung und Struktur enthält verschiedene Polyphenole und Tannine.

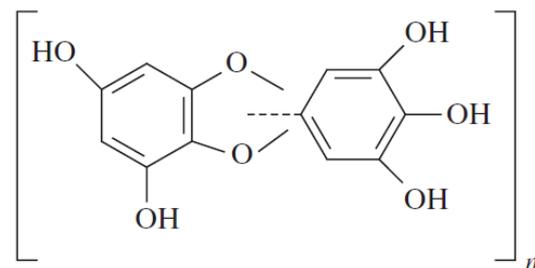


Abbildung 18: Struktur von Quebracho [13]

Das in der Flotation verwendete Quebracho ist ein Bisulfid und besteht aus substituierten Sulfonsäure-Gruppen, welche das Tannin durch Brechen der langen Ketten aufschließen.^{10, 11} Untersuchungen zeigten, dass Quebracho aus Komponenten mit hohen Molekularmassen besteht, welche von entscheidender Bedeutung für die drückende Wirkung sind. Der genaue Zusammenhang zwischen Molekularmasse und drückender Wirkung wurde noch nicht erforscht. Es wird jedoch angenommen, dass Tannine mit Molekularmassen zwischen 10 000 und 20 000 die drückende Wirkung auf spezifische Gangartminerale ermöglichen.

⁹ Vgl. Hanna zitiert in: Die Aufbereitung von Wolframerzen unter besonderer Berücksichtigung der flotativen Anreicherung von Scheelit, Bernhardt

¹⁰ Vgl. King: Principles of Flotation, S.213

¹¹ Vgl. Bulatovic: Handbook of Flotation Reagents; S.193

Bezüglich der drückenden Wirkung von Quebracho werden verschiedene Mechanismen angenommen. Steiner führte die Adsorption auf die elektrostatischen Wechselwirkung zwischen positiv geladenen Mineraloberflächen und dem Quebracho zurück.¹² Radev und Chadziev andererseits schrieben die drückende Wirkung den Wasserstoffbrückenbindungen zu.¹³ Eine Studie von Schulze et al. bewies wiederum die Existenz von Calcium-Quebracho Komplexen an Calcit Oberflächen.¹⁴ Hanna begründete die drückende Wirkung durch die Reduktion der Oleatadsorption auf der Mineraloberfläche.¹⁵

Handelsname	Quebrachoextrakt
Zusammensetzung:	Kondensierte Tannin Extrakte aus dem Quebracho Holz
Form:	Pulver
Farbe:	Rotbraun
Geruch:	aromatisch
Dichte:	0,5-0,6 g/cm ³
Feuchtigkeit:	8,0 +/- 2,0 %
Löslichkeit:	Komplett löslich in Wasser

Tabelle 8: Eigenschaften von Quebrachoextrakt

Quebracho wird derzeit im Betrieb eingesetzt, die Dosierung im Betrieb beträgt 30 g pro Tonne.

5.4.3. WASSERGLAS

Wasserglas, welches zur Gruppe der Alkalisilikate zählt, ist eine Verbindung aus den Alkalimetallionen Na⁺ bzw. K⁺ und Silikationen SiO⁴⁻. Die allgemeine Formel von Kali-Wasserglas lautet $mK_2O/nSiO_2$. Hergestellt wird Wasserglas aus einem Gemenge

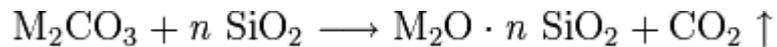
¹² Vgl. King: Principles of Flotation, S.213

¹³ Vgl. King: Principles of Flotation, S.213

¹⁴ Vgl. Bulatovic: Handbook of Flotation Reagents; S.194

¹⁵ Vgl. Hanna zitiert in: Die Aufbereitung von Wolframerzen unter besonderer Berücksichtigung der flotativen Anreicherung von Scheelit, Bernhardt

aus Quarzsand und Kaliumcarbonat, das unter CO₂-Entwicklung bei 1100°C bis 1200°C verschmolzen wird.



Die allgemeine Formel ist von der genauen Zusammensetzung abhängig und liegt bei technisch wichtigen Wassergläsern im Bereich zwischen n gleich 1 bis 4.¹⁶ Das abgekühlte Glas wird anschließend zu einem Pulver gemahlen. Durch Lösen in Wasser bei hohen Temperaturen entsteht flüssiges Wasserglas als klare, kolloide Lösung. Wasserglas findet in der Flotation weitgehend als Calcit-Drücker Anwendung.

Natrium-Wasserglas wurde bereits in der Mittersiller Scheelit-Flotation dauerhaft eingesetzt. Jedoch führte der Einsatz des Natrium-Wasserglases im langzeitigen Vergleich zu keiner Selektivitätssteigerung des Prozesses.¹⁷ Daher wurde das Reagenz wieder abgesetzt.

Nachdem der Einsatz von Natrium-Wasserglas bereits ausführlich erprobt war, wurde in den Flotationsversuchen flüssiges Kali-Wasserglas, in variierender Dosierung, eingesetzt.

5.4.4. ZITRONENSÄURE

Zitronensäure ist eine wasserlösliche Carbonsäure, die zu den Fruchtsäuren zählt. Der systematische Name der Zitronensäure lautet nach IUPAC 2-Hydroxyproan-1,2,3-

¹⁶ Vgl. [http://de.wikipedia.org/wiki/Wasserglas_\(Chemie\)](http://de.wikipedia.org/wiki/Wasserglas_(Chemie))

¹⁷ Gespräch mit Schichtführer Herbert Hofer, August 2009

tricarbonsäure. Zitronensäure wird von Reagenzienhersteller Clariant als möglicher Flussspat-Drücker angegeben.¹⁸

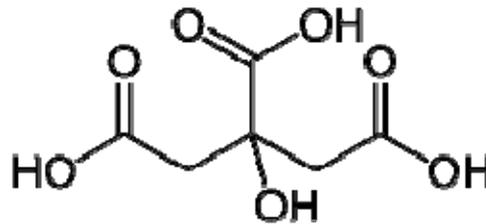


Abbildung 19: Struktur von Zitronensäure [29]

In den Flotationsversuchen wurde in Wasser gelöste Zitronensäure in verschiedenen Dosierungen zugegeben.

5.4.5. ALUMINIUMSULFAT

Aluminiumsulfat bildet ein farbloses Pulver mit einer Dichte von 2,71 g/cm³. Die Summenformel lautet Al₂(SO₄)₃. Verwendet wurde ein granuliertes Aluminiumsulfat der Firma Kemira KTM (Slowenien). Aluminiumsulfat ist gut in Wasser löslich und wird oftmals als Flockungsmittel eingesetzt.

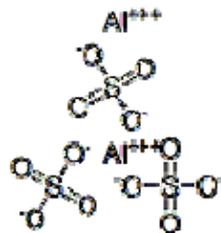


Abbildung 20: Struktur von Aluminiumsulfat [30]

5.4.6. ALUMINIUMCHLORID

Aluminiumchlorid bildet farblose hexagonale Kristalle und besitzt eine Dichte von 2,44 g/cm³. Die Summenformel lautet AlCl₃. Für die Versuche wurde ein Aluminiumchlorid Hexahydrat der Firma Merck verwendet.

5.5. pH-REGLER

¹⁸ Vgl. Clariant Schautafel: Table of the most frequently minerals for Benefication

Der pH-Wert stellt in der Flotation einen essentiellen Faktor für die Reaktion der Sammler dar. Scheelit zeigt im pH-Wert Bereich von 9,0-10,5 mit Fettsäuren die beste Flotierbarkeit.^{19,20} Um den pH-Wert der Trübe zu heben wird Soda zugegeben. Die Zugabe von Branntkalk (CaO) oder Kalkmilch (Ca(OH)₂) würde die Ca⁺-Konzentration erhöhen und zu einer Verschlechterung des Flotationsergebnisses führen. Die Zugabe von Soda dient nicht nur der Einstellung des pH-Wertes, sondern auch als Weichmacher für das Prozesswasser. In der Scheelitflotation mit Fettsäuren ist die Zugabe von Soda für ein gutes Flotationsergebnis unbedingt erforderlich.²¹ Dies ist auch in Abbildung 21 ersichtlich.

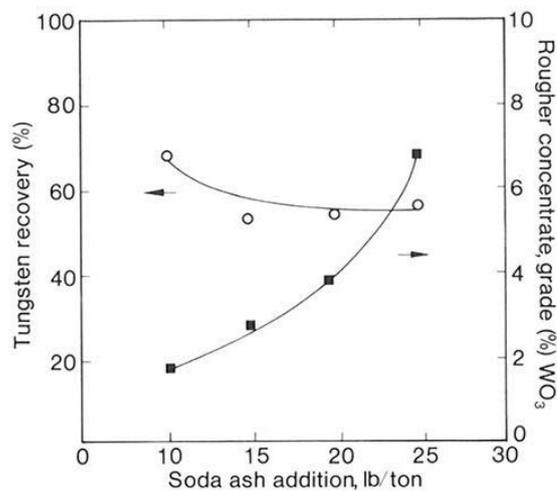


Abbildung 21: Scheelit-Ausbringen als Funktion der Soda Zugabe, mit 0,45 kg/t Fettsäuren und 0,45 kg/t Quebracho [1]

Im Betrieb werden 40 kg Soda auf 74000 kg Roherz, vor der Mühle, aufgegeben. Dies entspricht 540 Gramm Na₂CO₃ pro Tonne Roherz. In den Versuchen wird das Soda in die Stabmühle zugegeben und die Dosierung beträgt in Anlehnung an die betriebliche Dosierung 0,6 g/kg.

¹⁹ Vgl. Dow Chemicals: Flotation Fundamentals and Mining Chemicals, S.72.

²⁰ Vgl. Schubert: Aufbereitung fester Stoffe, S.333

²¹ Vgl. King: Principles of Flotation, S.208

6. VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

6.1. VERSUCHSAUFBAU

6.1.1. MAHLUNG

Das Roherz wurde in einer Labormühle der Firma KHD Industrieanlagen Humboldt Wedag, welche auf einem Rollenbock angetrieben wurde, gemahlen. Es wurden pro Mahlgang 994 g Roherz (990 g Roherz + 4 g Flussspat-Erz aus Wolfach), 0,6 g Soda und 1 l Wasser aufgegeben und 11 min aufgemahlen. Die Mahldauer von 11 min wurde experimentell bestimmt, indem die Verweildauer variiert und die resultierenden Korngrößenverteilungen mit der Korngrößenverteilung der betrieblichen Flotationsaufgabe verglichen wurden. Die Korngrößenverteilung wurde mit einer einstündigen Nasssiebanalyse ermittelt. Die Ergebnisse der Korngrößenverteilung in Abhängigkeit der Mahldauer sind in Abbildung 22 im RRSB-Netz dargestellt. Die Kennwerte der Stabmühle können Tabelle 9 entnommen werden.

Mühle	
Aussendurchmesser	22 cm
Innendurchmesser	15 cm
Länge	30 cm
Kritische Drehzahl	1,82 s ⁻¹
Drehzahl	1,23 s ⁻¹ (68% von n_{krit})
Mahlkörper: Stäbe	
Mahlkörpermasse	340 g/ Stab
Durchmesser	1,8 cm
Anzahl	12

Tabelle 9: Charakterisierung Stabmühle

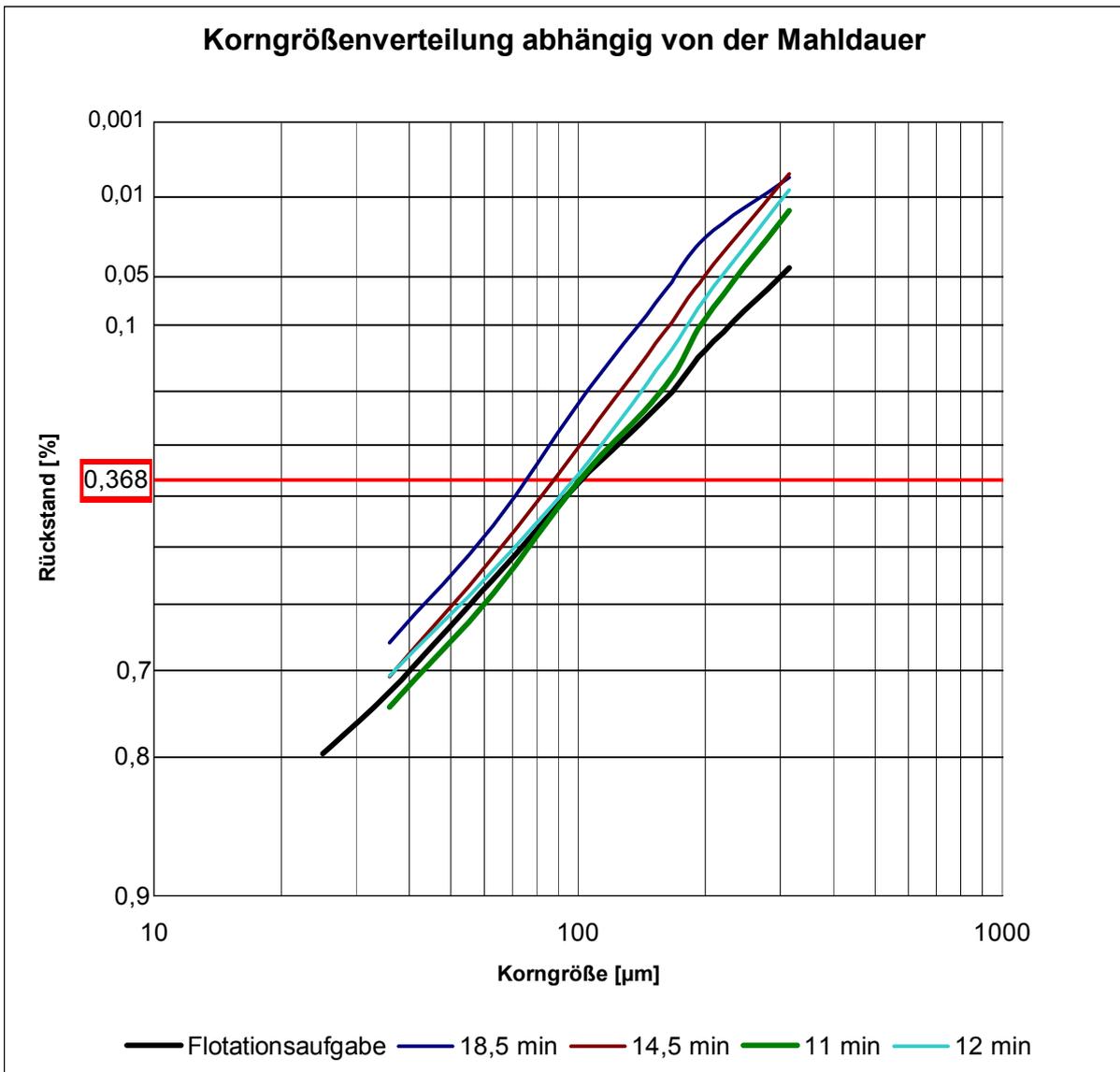


Abbildung 22: Korngrößenverteilung abhängig von der Mahldauer im RRSB-Netz

6.1.2. FLOTATION

Es wurde ein Flotationsapparat vom Typ Denver D12 Flotation Machine verwendet. Die Kenndaten können folgender Tabelle entnommen werden:

Flotationsapparat Denver D12	
Maße der Zelle	13x19,8x20,7 cm
Masse Zelle	1081 g
Volumen (gefüllt wie in Flotversuchen)	2680 cm ³
Rotordurchmesser	9 cm
Statorvolumen	350 cm ³
Statorfläche	63,6 cm ²
Querschnittsfläche Zelle	174,2 cm ²

Tabelle 10: Charakterisierung des Flotationsapparates

Der Flotationsablauf und die Parameter Drehzahl, Luftmenge und Feststoffvolumenkonzentration blieben bei allen Versuchen konstant. Nachdem das Produkt der Stabmühle in die Kunststoffzelle geleert worden war, wurde der Rotor in die Trübe eingefahren. Anschließend wurde die Zelle mit Leitungswasser bis zur Marke aufgefüllt.

Der Trübespiegel in der Flotationszelle wurde konstant 3 cm unter der Schaumlippe gehalten. Die Drehzahl wurde stufenlos über einen Frequenzumformer geregelt. Die über das Rührwerk der Flotationsmaschine angesaugte Luftmenge wurde mit einer Gasuhr von Uni-Elster erfasst.

Die spezifische Belüftungszahl ist das Verhältnis des angesaugten Luftstromes und dem Volumen der Zelle. Die Spezifische Belüftungszahl betrug $0,37 \text{ min}^{-1}$.

Der pH-Wert wurde mit einem Radiometer der Firma Copenhagen bestimmt. Das pH-Meter wird wöchentlich intern nach ISO 9001 überprüft und gegebenenfalls kalibriert. Die verwendete Waage Sartorius wird monatlich intern mit einem Prüfgewicht und jährlich extern geprüft und gegebenenfalls kalibriert. Die elektrische Leitfähigkeit wurde mit dem Messgerät "Jumo dTrans Lf 01" bestimmt.



**Abbildung 23:
Flotationsmaschine**

Nach Zugabe der Reagenzien wurde 60 sec konditioniert. Das erste Schaumprodukt wurde nach 120 sec mit einer Kunststoffkarte abgekämmt. Pro Versuch wurden zwei Schaumprodukte, jeweils nach 120 sec, abgezogen. Die Flotationsparameter sind in Tabelle 11 zusammengefasst.

Flotationsparameter	
Drehzahl	850 U/min
Luftmenge	0,86 l/min
Luftgeschwindigkeit	0,13 cm/sec
Feststoffvolumenkonzentration	13 %
Temperatur: Anfang	22-23 °C
Temperatur: Ende	25-26 °C
Konditionierzeit	60 sec
Schaumprodukt 1	120 sec
Schaumprodukt 2	120 sec

Tabelle 11: Flotationsparameter 1

Die Reagenzienzugabe erfolgte in Anlehnung an die betrieblichen Dosierungen. Die Zugabe der Reagenzien erfolgte mit einem Glasstab bzw. bei den verwendeten Drückern teilweise mit einer Kolbenhubpipette. Es wurde das Tropfengewicht der jeweiligen Reagenzien bestimmt und daraus die notwendige Tropfenanzahl errechnet. Der Drücker wurde bei allen Versuchsreihen, bis auf Quebracho, bereits in die Mühle zugegeben.

	Betrieb	Flotationsversuch	Tropfenanzahl
Sammler	30 g/t	0,030 g/kg	~1
Schäumer	27 g/t	0,027 g/kg	~1
Drücker	Je nach Versuchsreihe		

Tabelle 12: Flotationsparameter 2

6.1.3. VERSUCHSABLAUF

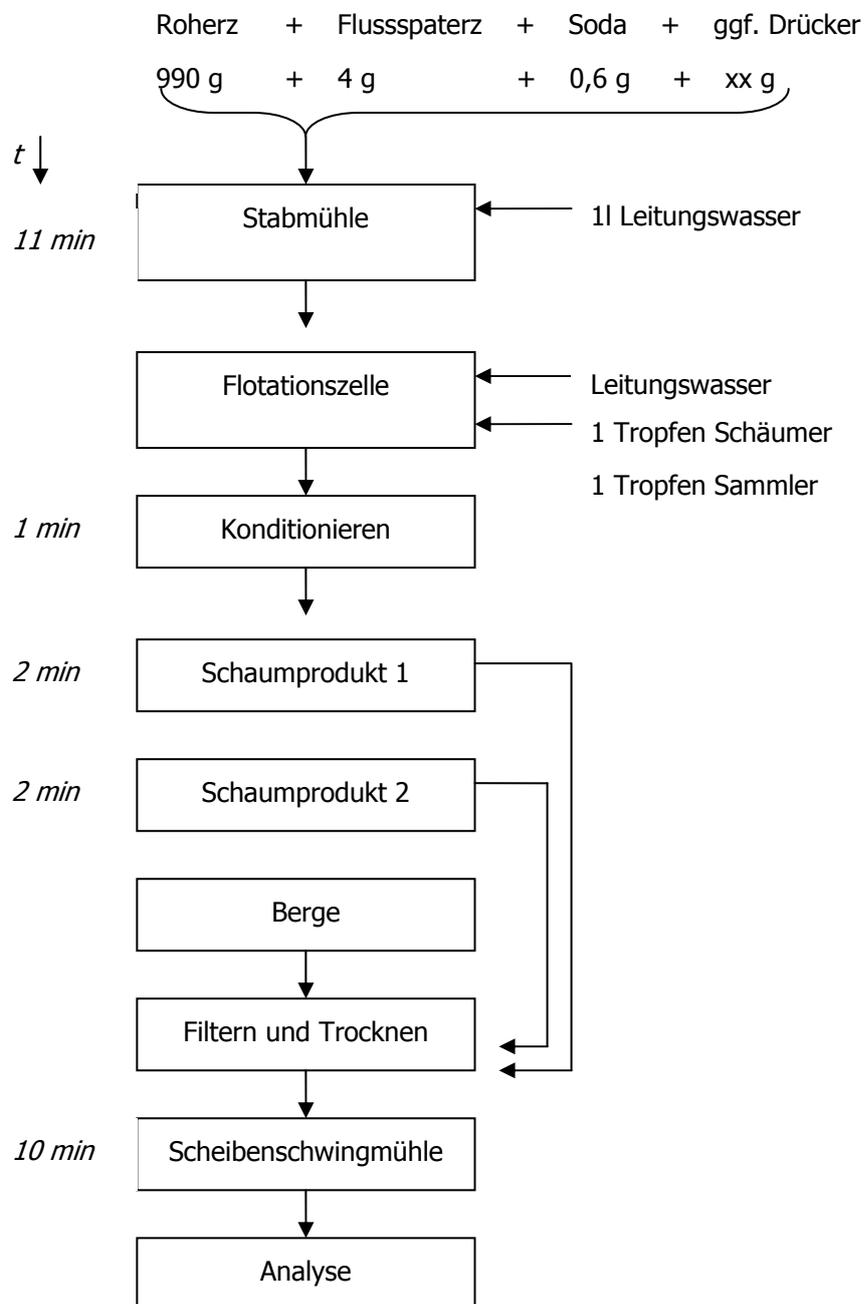


Abbildung 24: Ablauf Flotationsversuche

6.2. VERSUCHSREIHEN

Zu den Versuchsreihen wurde ein Nullversuch durchgeführt, um die Ergebnisse vergleichen zu können. Der Nullversuch wurde mit 0,6 g Soda, 1 Tropfen Schäumer und 1 Tropfen Sammler durchgeführt.

pH-Wert Versuchsreihe

Die pH-Wert Versuchsreihe diente der Ermittlung des optimalen pH-Wertes der Trübe zur selektiven Anreicherung von Scheelit. In dieser Versuchsreihe wurde Sammler und Schäumer in konstanten Dosierungen zugegeben und der pH-Wert variiert. Der natürliche pH-Wert des Erzes, ohne Zugabe von pH-Wert regelnden Modifikatoren, lag bei 8,7. Es zeigte sich, dass Scheelit ohne Zugabe von Soda eine schlechte Flotationsneigung aufweist. Daher wurde bei allen Versuchen 0,6 g Soda in die Mühle zugegeben. Mit dieser Soda-Zugabe lag der pH-Wert der Trübe nach der Mahlung bei 9,8. Um trotzdem geringere pH-Werte erreichen zu können, wurde in den jeweiligen Versuchen CO₂ eingeblasen. Das CO₂ wurde über die Ansaugleitung des Flotationsapparates zugegeben, während mit dem pH-Meter kontinuierlich der pH-Wert kontrolliert wurde um den gewünschten pH-Wert zu erreichen.

Mit Soda kann ein pH-Wert von maximal 10,5 erreicht werden. Für höhere pH-Werte wurde daher Natronlauge zugesetzt.

Die Flotationsversuche wurden mit pH-Werten von 7,6 bis 12 durchgeführt. Die Dosierung von Sammler bzw. Schäumer betrug 0,03 g/kg bzw. 0,027 g/kg.

Nachdem der optimale pH-Wert Bereich ermittelt war, wurden die weiteren Versuchsreihen in diesem pH-Wert Bereich durchgeführt.

Stärke-Versuchsreihe

Zu Beginn wurden Versuche mit unterschiedlichen Aufschlüssen der Stärke durchgeführt, denn der Stärke-Aufschluss ist von essentieller Bedeutung für die drückende Wirkung. Es wurden einerseits Versuche mit 200 und 300 g/t Stärke durchgeführt, in denen die Stärke in lauwarmen Wasser gelöst, nicht jedoch erhitzt wurde. Andererseits wurden Versuche durchgeführt, in denen die Stärke in ein Becherglas mit Wasser eingewogen und auf der Heizplatte auf 100 °C erhitzt wurde.

Die Konsistenz dieser Stärke unterschied sich in der Viskosität von der erhitzten Stärke, die Konsistenz des erhitzten Stärke-Wasser Gemischs wurde leimig. Die Veränderung der Stärke-Konsistenz wies auf einen besseren Aufschluss, im Vergleich zur nicht erhitzten Stärke, hin. Die Versuche mit dem unterschiedlichem Stärke Aufschluss wurden miteinander und mit dem Nullversuch verglichen um eine Aussage über den Aufschluss zu erhalten.

Die Stärke wurde zusammen mit 0,6 g Soda in die Mühle zugegeben. Laut dem Reagenzienhersteller Clariant muss Stärke in hohen Konzentrationen zugesetzt werden. Die drückende Wirkung auf Apatit besteht nur in einem kleinen Konzentrationsbereich. Daher wurde eine große Anzahl an Versuchen mit unterschiedlichen Konzentrationen an Stärke durchgeführt. Der pH-Wert wurde während der Versuche konstant bei 9,8 gehalten. In den Versuchen wurde Maisstärke in einer Konzentration von 30 bis 500 g/t eingesetzt.

Quebracho-Versuchsreihe

Quebracho, welches als Pulver vorlag, wurde mit Wasser angesetzt. 25 g Quebracho wurden in 1l Wasser gelöst, dies entspricht der betrieblichen Vorgehensweise. Da Quebracho sehr gut in Wasser löslich ist, wurde es direkt in die Flotationszelle mit einer Kolbenhubpipette zugegeben. 0,6 g Soda wurden bereits dem Roherz, vor der Mahlung, beigemischt. Alle Versuche wurden bei einem pH-Wert von 9,8 durchgeführt. Es wurden Versuche mit Dosierungen von 30, 50, 75 und 100 g/t durchgeführt.

Zitronensäure-Versuchsreihe

Zitronensäure-Pulver wurde in ein Becherglas eingewogen und in Wasser gelöst. Der Lösungsvorgang wurde durch die Verwendung eines Ultraschallbades beschleunigt. Die Zitronensäure wurde gemeinsam mit 0,6 g Soda in die Stabmühle zugegeben. Die Dosierungen in den Versuchen betragen 50, 100 und 200 g/t.

Wasserglas-Versuchsreihe

Flüssiges Kali-Wasserglas wurde mit einer Kolbenhubpipette eingewogen und in der jeweiligen Dosierung in die Stabmühle zugegeben. Weiters wurde 0,6 g Soda in die Stabmühle gegeben. Die Zugabemengen betragen 50,100 und 200 g/t. Der pH-Wert wurde bei allen Versuchen konstant bei 9,8 gehalten.

Aluminiumchlorid-Versuchsreihe

Das Aluminiumchlorid-Hexahydrat wurde in ein Becherglas eingewogen und in Wasser gelöst. Das Aluminiumchlorid wurde zusammen mit 0,6 g Soda in die Stabmühle zugegeben. Aluminiumchlorid wurde in einer Dosierung von 50,100 und 200 g/t bei einem pH-Wert von 9,8 verwendet.

Aluminiumsulfat-Versuchsreihe

Das eingewogene, granuliert, Aluminiumsulfat wurde in Wasser gelöst und in die Stabmühle zugegeben. Zudem wurden 0,6 g Soda in die Stabmühle gegeben. Es wurden Flotationsversuche mit den Dosierungen 50,100 und 200 g/t durchgeführt. Der pH-Wert wurde konstant bei 9,8 gehalten.

7. ANALYTIK

Die Produkte wurden in Scheibenschwingmühlen der Firma Siebtechnik auf Analysenfeinheit zerkleinert. Die Mahldauer betrug 10 min. Die Bestimmung der chemischen Gehalte an WO_3 , P_2O_5 und F erfolgte mit Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) an Ringpresslingen. Der Mineralbestand der Proben wurde an den gleichen Presslingen mit Röntgendiffraktometrie (RDA) bestimmt. Der Calcit-Gehalt wurde mittels Laugung ermittelt.

7.1. RFA

Das verwendete RFA-Gerät war ein Bruker AXS 4 Pioneer, ein wellenlängendispersives Röntgenfluoreszenzspektrometer. Die Messungen wurden an Pulverpresslingen durchgeführt. Das aufgemahlene Pulver wurde in Ringe verpresst und anschließend mit dem Messprogramm "Multi RES VAC" gemessen, welches neben WO_3 auch weitere Oxide wie P_2O_5 bestimmt. Wesentlich waren die Gehalte an WO_3 , P_2O_5 und F, aus welchen die normativen Mineralgehalte von Scheelit, Apatit und Flussspat errechnet wurden (normative Mineralgehalte nach Kapitel 4.1). WO_3 ist eindeutig Scheelit zuordbar, da in der Lagerstätte keine anderen WO_3 -Träger auftreten. Mühlbauer, welcher in einer Diplomarbeit das Erz in seiner Zusammensetzung und den chemischen Eigenschaften untersuchte, bestimmte Fluorapatit als P_2O_5 -Träger. Der verbleibende F-Gehalt wird Flussspat zugerechnet.²² Für die gemessenen Fluor-Gehalte war, aufgrund der geringen Fluor-Molekularmasse, eine Kalibration notwendig. Mit der RFA wurden nur die Fluor-Gehalte in den Schaumprodukten der Flotationsversuche bestimmt, die Fluor-Gehalte in der Aufgabe und den Bergen waren zu gering um mit der RFA bestimmt zu werden. Dafür wurde die Bestimmung mittels Fluorelektrode herangezogen.

Es wurde eine Mischreihe aus dem Mittersiller-Roherz und Flussspat-Erz aus Wolfach erstellt. Das Roherz bzw. der Flussspat wurden mit der Scheibenschwingmühle auf Analysenfeinheit aufgemahlen, anschließend nach einem definierten Verhältnis gemischt und nochmals 1 min in der Scheibenschwingmühle homogenisiert. Ein Teil

²² Vgl. Mühlbauer (Diplomarbeit): Untersuchungen zum Aufschluss von Wolframerzkonzentraten

der erstellten Standards wurde in Ringe verpresst und der Fluor-Gehalt mit der RFA bestimmt. Der zweite Teil der Standards wurde oxidiert und zur Fluorid-Bestimmung mittels Fluoridelektrode verwendet. Aus den Ergebnissen wurde eine Kalibration für die RFA Messwerte erstellt. Die Kalibrationskurve gehorcht der polynomischen Funktion $y = 0,0431x^2 + 0,4887x + 1,1676$ und ist mit $R^2=0,9991$ bestimmt. Die in den Schaumprodukten gemessenen F-Gehalte wurden mit dieser Kalibration umgerechnet. Vor allem die Fluor-Gehalte $<1\%$ zeigten große Abweichungen zu den mit Fluorelektrode bestimmten Gehalten.

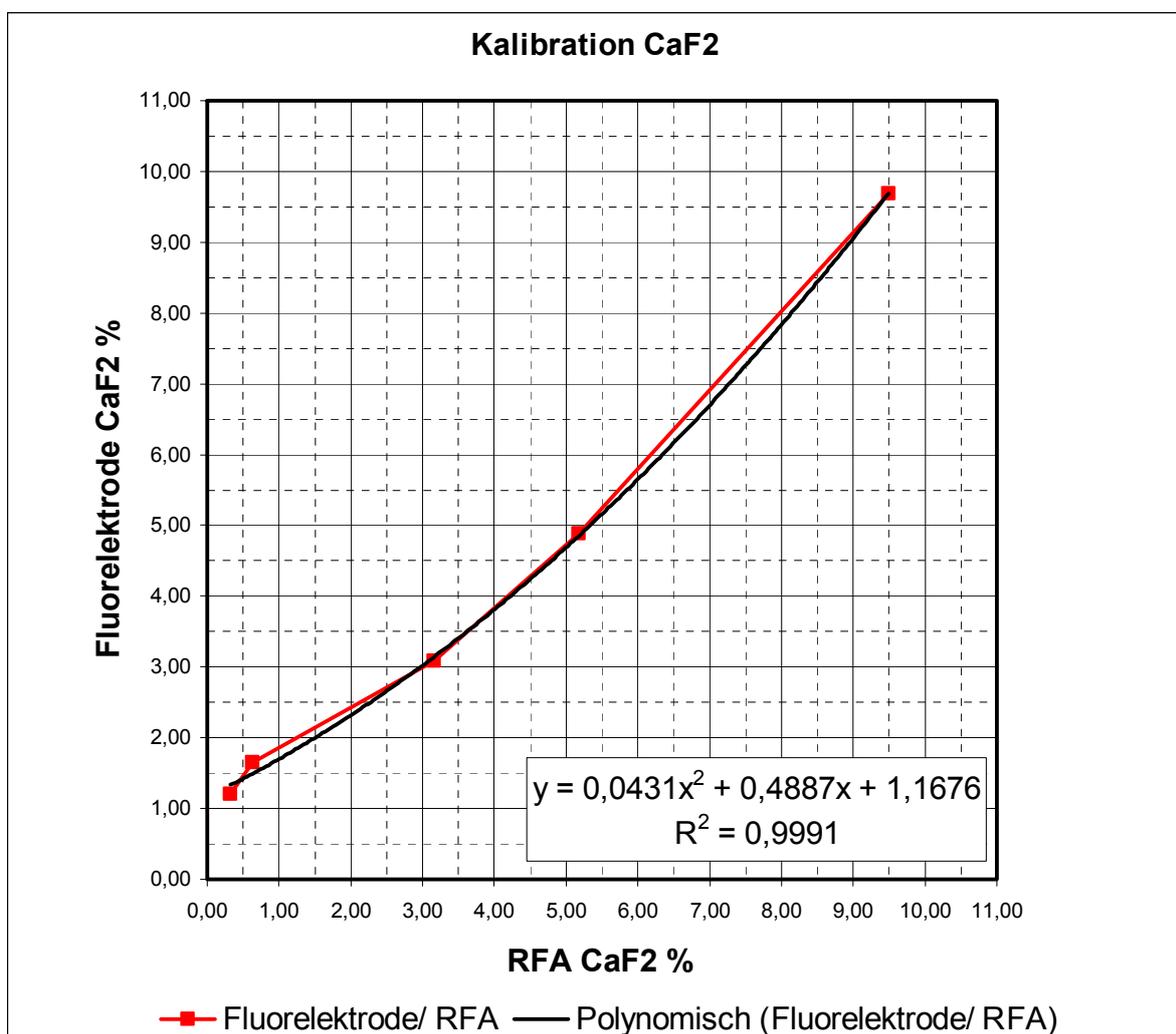


Abbildung 25: RFA Kalibration

7.2. RDA

Die Phasenbestimmung erfolgte auf einem Pulverdiffraktometer von BRUKER AXS. Da der Mineralsbestand des Erzes, bis auf wenige Nebenbestandteile und Spurenelemente, bekannt ist, kann mit dem Softwareprogramm TOPAS eine quantitative Phasenbestimmung auf Basis einer Vorlage der vorhandenen Mineralphasen durchgeführt werden. Hierbei werden die analysierten Minerale auf 100 % normiert. Traten bei der automatisierten Auswertung mit TOPAS größere Abweichungen auf, wurde das Röntgenspektrum näher im Programm EVAL betrachtet. EVAL ist ein Evaluation Programm, in welchem einerseits nach Mineralen gesucht werden kann und andererseits Peaks ausgewählt und einzelnen Mineralen zugeordnet werden können.

7.3. FLUSSSPATBESTIMMUNG MITTELS FLUORELEKTRODE

Zur Bestimmung von geringen Fluor-Gehalten und zur Kalibration der RFA wurde die potentiometrische Bestimmung mittels ionenselektiver Elektrode herangezogen. Um den Fluor-Gehalt mit der Fluorelektrode zu bestimmen war ein vorangehender Aufschluss der Pulverprobe notwendig. Die Pulverprobe wurde zunächst bei 750 °C 2 h im Muffelofen geglüht. Der Trockenverlust und Glühverlust wurde festgehalten, um die Gehalte in den Ausgangszustand der Probe rückrechnen zu können. Der Aufschluss wurde anschließend mit Na_2CO_3 und K_2CO_3 in einem Silbertiegel durchgeführt.

Die Bestimmung mittels Fluorelektrode erfolgte bei der Hütte der WBH in St. Martin im Sulmtal. Verwendet wurde eine Elektrode MS2-10942, die seit 14.04.2009 in Verwendung ist. Die Kalibration der Elektrode erfolgt nach DIN 38405.

Bei Kontakt einer Fluorid-Ionenselektiven Elektrode mit einer wässrigen Lösung die Fluorid enthält, stellt sich zwischen Mess- und Bezugselektrode eine Kettenspannung ein, deren Höhe dem Logarithmus des Zahlenwertes der Fluorid-Ionenaktivität proportional ist. Temperatur und Ionenstärke beeinflussen darüber hinaus die Kettenspannung und müssen daher bei der Kalibration und Messung übereinstimmen und konstant gehalten werden. Weiters ist die Fluorid-Ionenaktivität vom pH-Wert abhängig. Die Temperatur der Messlösung muss zwischen 20 und 25 °C liegen und

der pH-Wert sollte zwischen 5 und 7 liegen. Zur Fixierung des pH-Wertes und des Aktivitätskoeffizienten dienen spezielle Pufferlösungen (TISAB). Die Pufferlösung puffert die Messlösung auf einen konstanten pH-Wert von 5,2 ab und stellt gleichzeitig eine konstante Ionenstärke ein. Zusätzlich werden durch den Puffer gegebenenfalls vorhandene Fluoridkomplexe unter Freisetzung von Fluorid-Ionen zerstört. Die TISAB Lösung (Total ionic strength adjustment buffer) wird in der WBH intern hergestellt und ist unter dem Handelsnamen TISAB II erhältlich.

Zum Erreichen eines stabilen Elektrodenpotentials muss mit einer Einstellzeit von ca. 5 Minuten gerechnet werden.

Die Fluorid-Gehalte wurden dann in CaF_2 umgerechnet und über den Glühverlust in den Ausgangszustand der Proben rückgerechnet. Für die Erstellung der Kalibration der RFA wurde der Fluorid-Gehalt in fünf Standards bestimmt (siehe Anhang).

7.3.1. BESTIMMUNG DER CaF_2 -AUFGABEGEHALTE

Die Bestimmung aller CaF_2 -Aufgabe und Berge-Gehalte wäre aufgrund der hohen Zeitintensivität des nass-chemischen Aufschlusses nicht durchführbar gewesen. Deshalb wurde der mittlere CaF_2 -Aufgabegehalt bestimmt und dann mit den über RFA bestimmten CaF_2 -Gehalten der Schaumprodukte auf den in der Bilanz fehlenden Berge-Gehalt zurückgerechnet. Die Flotationsaufgabe der Versuche stammte aus einer homogenisierten Durchschnittsprobe, daher wurde der CaF_2 -Gehalt der Aufgaben als weitgehend konstant angenommen. Zur Überprüfung wurden die CaF_2 -Gehalte von sieben Aufgaben der Versuchsreihen bestimmt und daraus die relativen Abweichungen sowie die Standardabweichung des Mittelwertes bestimmt.

Varianz des Mittelwertes:

$$\bar{S}^2_{xm} = \frac{\sum_{i=1}^N (x_i - xm)^2}{N(N-1)}$$

Standardabweichung des Mittelwertes:

$$\bar{S}_{xm} = \sqrt{\frac{\bar{S}^2_{xm}}{N}}$$

	CaF ₂ Messwert [%]	delta x abs	delta x rel	delta x rel [%]	(x-xm) ²		
Aufgabe 1	1,19	-0,01	-0,01	0,79	0,0001		
Aufgabe 2	1,17	0,02	0,01	1,42	0,0003		
Aufgabe 3	1,15	0,04	0,03	3,07	0,0013		
Aufgabe 4	1,13	0,05	0,04	4,22	0,0033		
Aufgabe 5	1,23	-0,05	-0,04	3,89	0,0021		
Aufgabe 6	1,21	-0,03	-0,03	2,50	0,0009		Mittelwert
Aufgabe 7	1,21	-0,03	-0,02	2,12	0,0006	Varianz [%%]	Standardabw. [%]
xm	1,18			2,57	0,0086	0,0002	0,0143

Tabelle 13: CaF₂-Aufgabegehalte

Wie in obiger Tabelle ersichtlich, liegt der Mittelwert des CaF₂ Gehaltes bei 1,18 %. Die größte Abweichung in Relativprozent betrug 4,2 % und die Standardabweichung des Mittelwertes 0,0143 %. Mit diesen Ergebnissen wurde die Annahme eines konstanten CaF₂-Gehaltes in der Aufgabe bestätigt. Für die Auswertung der Versuche wurde folglich ein CaF₂-Aufgabegehalt von 1,18 % angenommen.

7.4. CALCIT-BESTIMMUNG

Die Calcit-Bestimmung erfolgte mittels Laugung mit verdünnter Salzsäure. Bei der Reaktion von Calcit mit Salzsäure wird CO₂ ausgetrieben.



Durch das ausgetriebene CO₂ entsteht eine Gewichts Differenz relativ zur Ausgangsprobe. Dadurch kann die Menge an ausgetriebenem CO₂ erfasst werden und in weiterer Folge in CaCO₃ umgerechnet werden. Rund 10 g der Probe wurden neben einem Becherglas mit 10 %iger HCl eingewogen. Dann wurde die Salzsäure zur Probe zugegeben und daraufhin kurz ins Ultraschallbad gegeben um möglichst viel des gelösten CO₂ auszutreiben. Folglich wurde die durch das ausgetriebene CO₂ entstandene Gewichts Differenz notiert. Die Differenz wurde dann prozentuell auf die Probemasse umgerechnet und daraus der Calcit-Gehalt bestimmt. Unter den im Erz vorliegenden Mineralen, findet nur die Laugung von Calcit unter CO₂-Entwicklung statt, weshalb aus der Bestimmung des gelösten CO₂ eindeutig der Calcit-Gehalt ermittelt werden konnte.

8. ERGEBNISSE

Das erste bzw. das zweite Schaumprodukt zeigten jeweils das gleiche Flotationsergebnis. Deshalb ist das zeitliche Flotationsverhalten hier nicht dargestellt, sondern die Schaumprodukte wurden zu einem Konzentrat aufsummiert. Es wurde das Inhaltsausbringen, der Gehalt der Schaumprodukte, die mineralogische Zusammensetzung und das Kappa Netz nach Steiner²³ zur Darstellung und Beurteilung der Versuche herangezogen. Die detaillierten Bilanzen der Versuchsreihen finden sich im Anhang.

8.1. pH-REIHE

Zur Darstellung der Ergebnisse dieser Versuchsreihe wurde das Inhaltsausbringen an Scheelit, Fluorit, Apatit und Calcit berechnet und gegen den pH-Wert der jeweiligen Versuche aufgetragen. Damit konnte die Flotationsneigung der Minerale bei unterschiedlichen pH-Werten miteinander verglichen werden. Es wurde bei allen Versuchen 0,6 g/kg Soda zugegeben, bei den Versuchen 6 und 7 wurde zusätzlich NaOH zum Erreichen des hohen pH-Wertes verwendet. Bei den Versuchen 1,2,3 und 4 wurde CO₂ eingeblasen, um den pH-Wert nach der Soda-Zugabe auf den gewünschten Wert zu senken.

²³ Steiner; Grenzkurven der Selektivität – ein Beitrag zur Frage der Auswertung von Flotationsversuchen, Aufbereitungstechnik Nr.6/1965, S.317-321

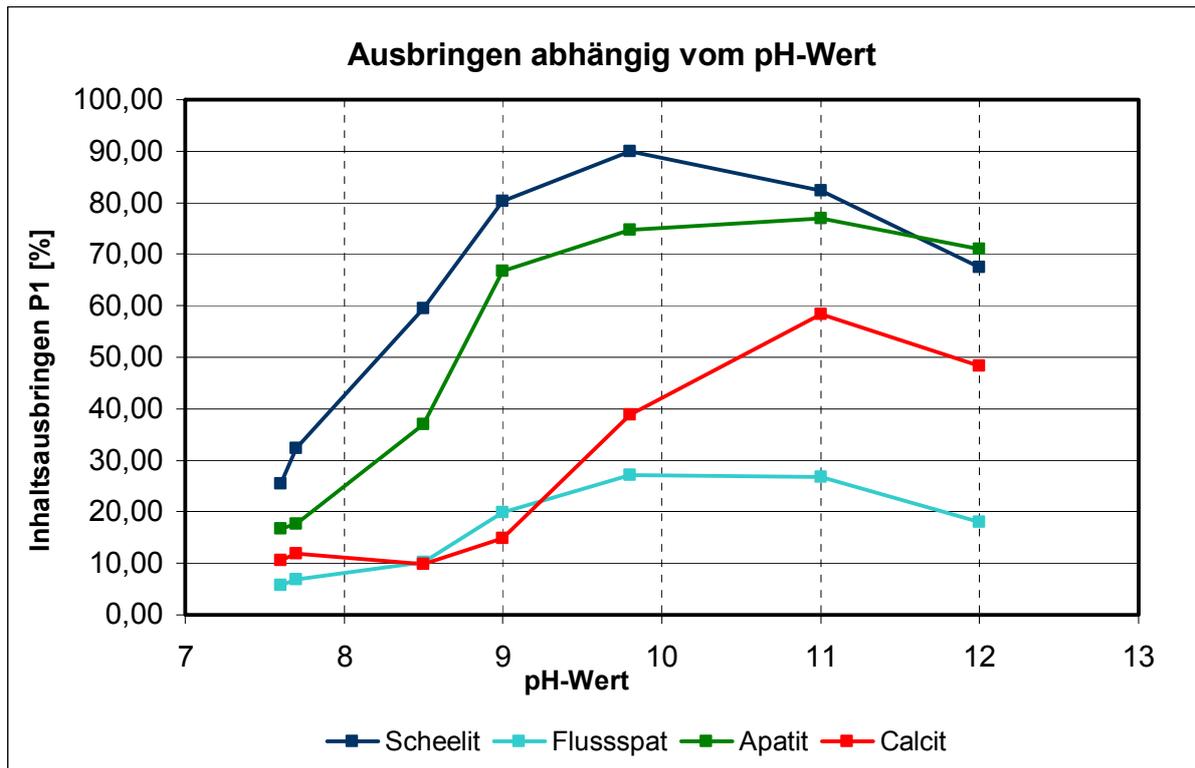


Abbildung 26: Inhaltsausbringen der pH-Wert Reihe

Das Maximum des Inhaltsausbringens von Scheelit liegt im pH-Wert Bereich zwischen 9 und 10 und stimmt somit mit den in der Literatur genannten Werten überein. Allerdings ist deutlich ersichtlich, dass in diesem pH-Wert Bereich auch die Flotationsneigung von Apatit, Fluorit und Calcit am größten ist. Die Inhaltsausbringenswerte von Apatit sind im Vergleich am höchsten, Apatit wird beinahe im gleichen Maß angereichert wie Scheelit. Die Ausbringenskurve von Calcit ist im Vergleich zu den anderen leicht nach links verschoben, das heißt Calcit zeigt bei pH-Werten von über 10 die beste Flotationsneigung. Auch dies entspricht den Angaben in der Literatur.²⁴

²⁴ Vgl. King: Principles of Flotation, S. 209

Im folgenden Diagramm ist ein Vergleich der Flotationsversuche mit und ohne Zugabe von Na_2CO_3 dargestellt. Ohne jegliche Zugabe von Soda liegt der pH-Wert der Trübe bei 8,5. Bei diesem Versuch wurde ein sehr geringes Scheelit-Ausbringen von rund 20 % erreicht. Im Versuch beim gleichen pH-Wert, aber mit Zugabe von 0,6 g/kg Soda, wurde ein dreifach höheres Ausbringen von rund 60 % erzielt. Beim zweiten Versuch (in Schwarz) wurden 0,3 g/kg Soda zugegeben. Auch hier ist zu sehen, dass die Ausbringenswerte schlechter sind als mit einer Sodazugabe von 0,6 g/kg.

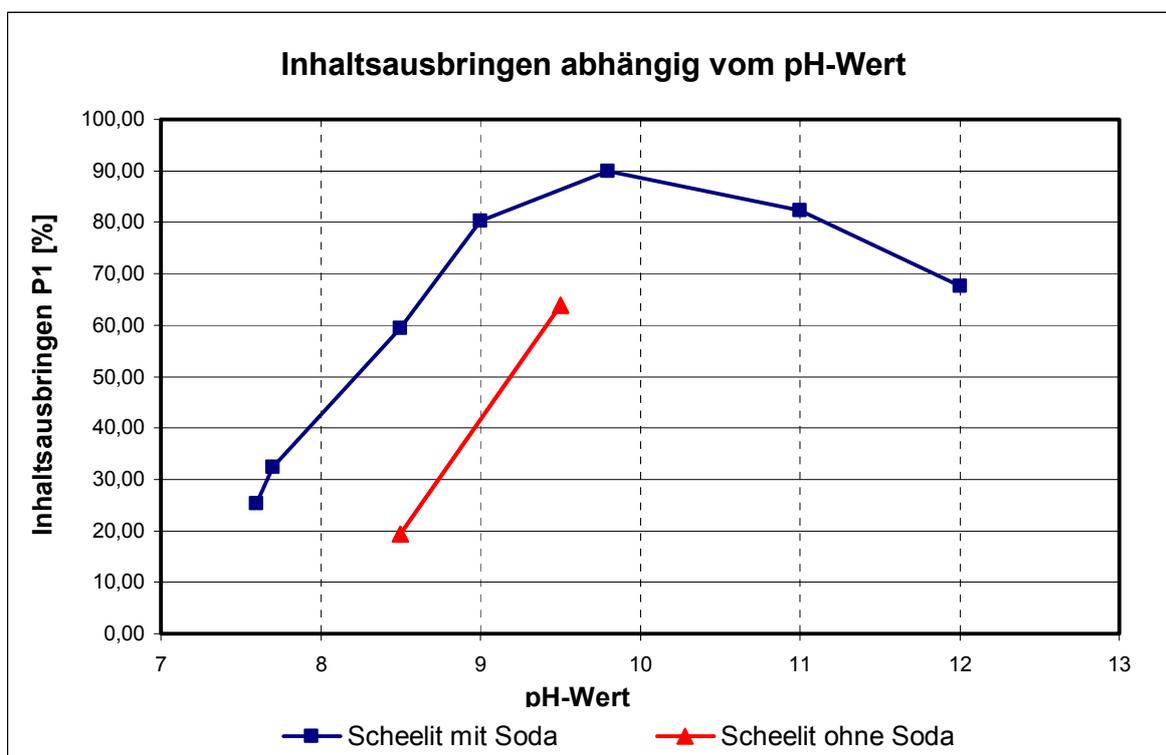


Abbildung 27: Inhaltsausbringen mit/ ohne Sodazugabe

Eine ausreichende Sodazugabe ist folglich für die Scheelitflotation von essentieller Bedeutung.

Die weiteren Flotationsversuche wurden bei einem pH-Wert von 10 durchgeführt, um maximale Ausbringenswerte zu erreichen.

8.2. STÄRKE-VERSUCHSREIHE

Es wurde ein Vergleich von Versuchen mit unterschiedlichen Stärke-Aufschlüssen durchgeführt. Mit den gleichen Dosierungen wurden jeweils zwei Versuche durchgeführt, in denen das Stärke-Wasser Gemisch einmal nicht erhitzt bzw. bei den weiteren Versuchen auf 100 °C erhitzt wurde. Die Wirkung auf Apatit und Scheelit wurde herangezogen, um den Stärke-Aufschluss zu beurteilen. Die Inhaltsausbringenswerte von Apatit und Scheelit der zwei Versuchsreihen und des Nullversuches sind in Abbildung 27 über der Stärke-Dosierung aufgetragen.

Der Nullversuch, mit 0 g/t Stärke, findet sich auf der Abszisse bei 200 g/t.

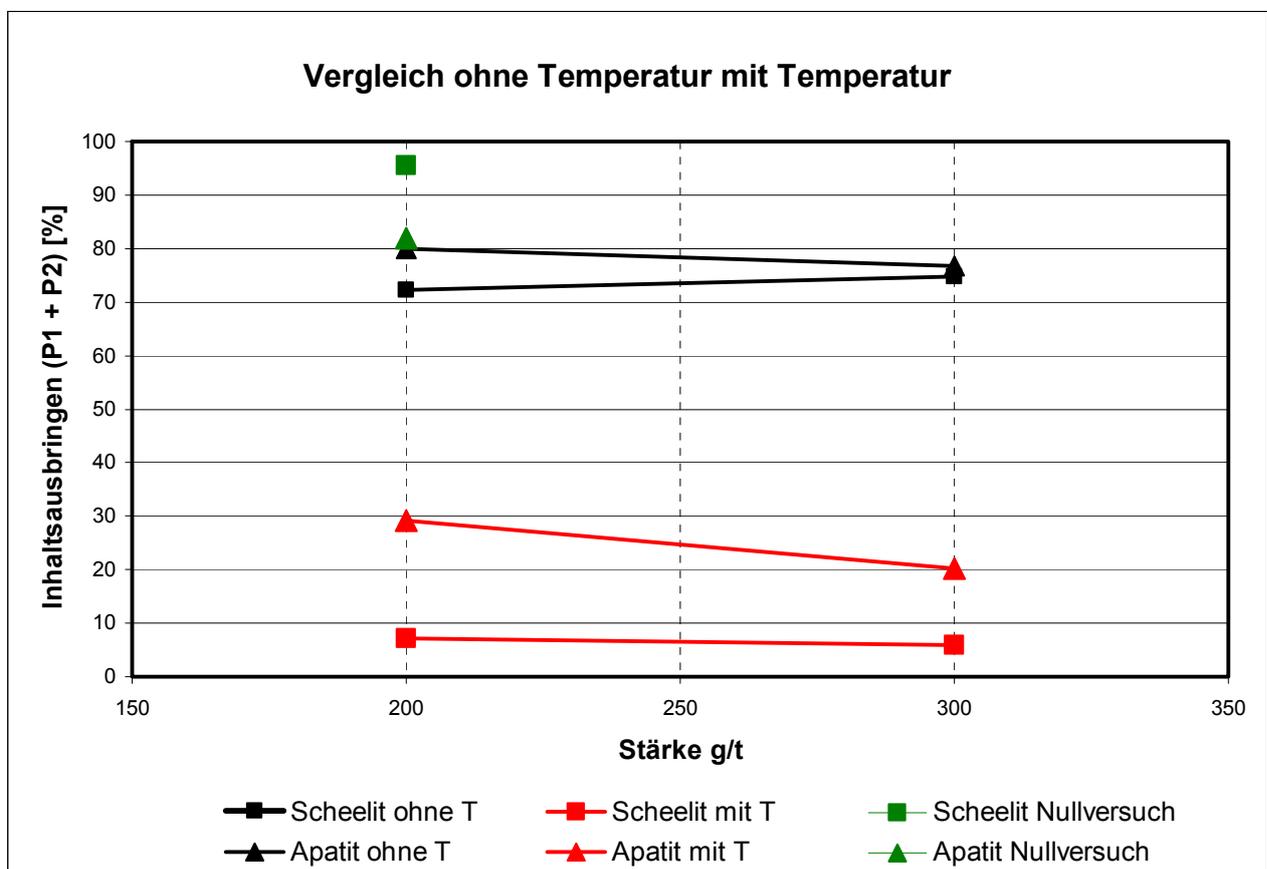


Abbildung 28: Inhaltsausbringen nach Stärkeaufschluss

Es ist deutlich ersichtlich, dass die Temperatur in der Stärkezubereitung die drückende Wirkung erhöht. Es tritt bereits durch die im lauwarmen Wasser aufgelöste Stärke eine drückende Wirkung im Vergleich zum Nullversuch auf, wobei die drückende Wirkung auf Scheelit größer ist als auf Apatit.

Die Versuche mit Temperatur, in denen das Stärke-Wasser Gemisch auf 100 °C erhitzt wurde, weisen um ein Vielfaches geringere Ausbringenswerte auf. Dies belegt die Bedeutung des Stärke-Aufschlusses. Die weiteren Versuche der Stärke-Versuchsreihe wurden daher mit erhitzter Stärke durchgeführt.

Weiters wurden verschiedene Stärke-Dosierungen untersucht. Im folgenden Diagramm ist das Inhaltsausbringen von Scheelit, Apatit, Flussspat und Calcit bei variierender Zugabemenge dargestellt.

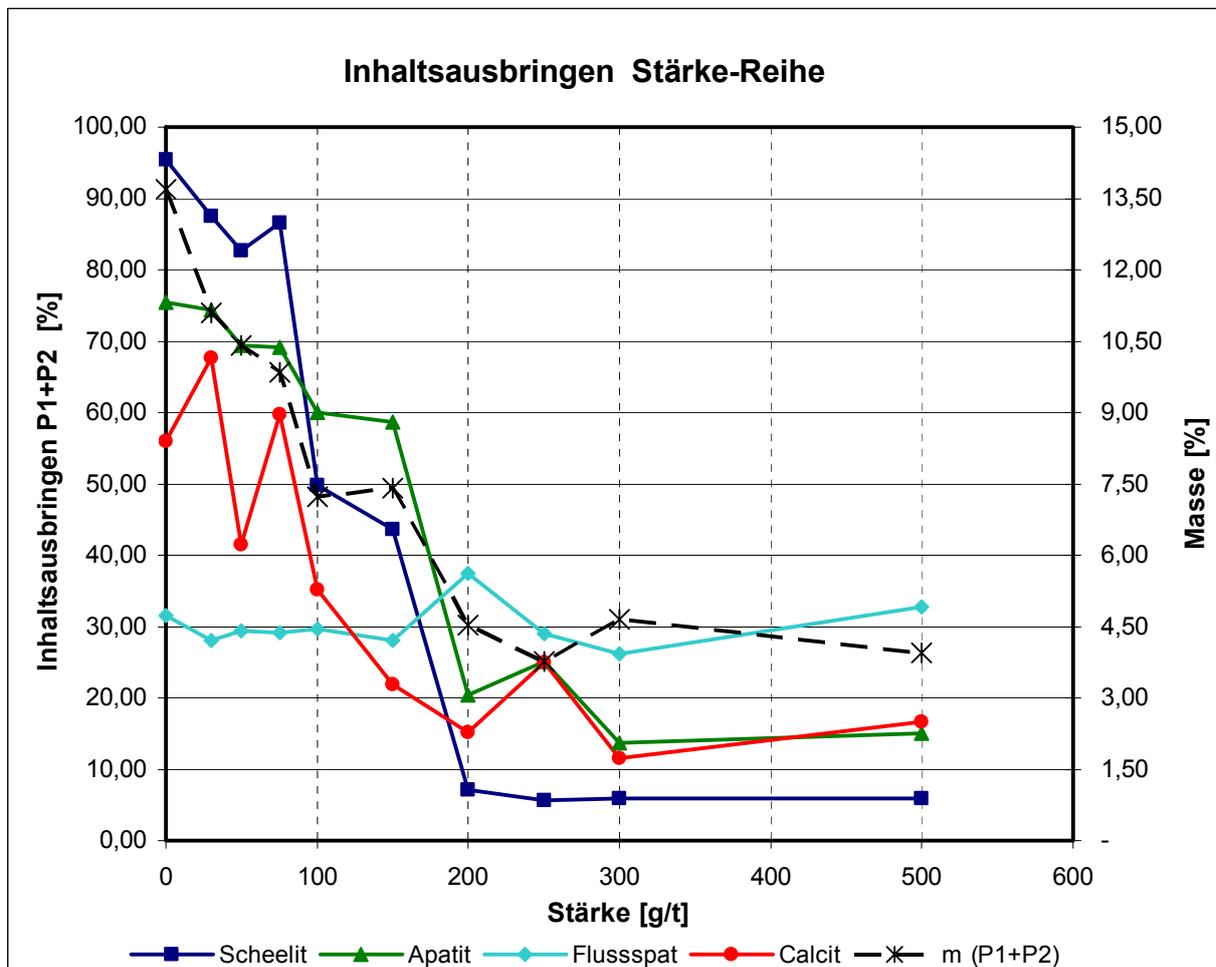


Abbildung 29: Inhaltsausbringen Stärke-Reihe

Im Vergleich mit dem Nullversuch besitzt Stärke bereits bei einer Dosierung von 30 g/t eine stark drückende Wirkung auf Scheelit. Die drückende Wirkung erhöht sich mit der Steigerung der Dosierung, das Scheelit-Ausbringen fällt stark ab.

Ab einer Zugabemenge von 200 g/t verbleibt der Scheelit bis auf wenige Prozent in der Trübe, bei weiterer Erhöhung der Stärkezugabe bleibt das Scheelit-

Inhaltsausbringen konstant. Der Scheelit-Gehalt des ersten Schaumproduktes liegt ab 200 g/t Zugabemenge unter 1 %.

Auch Apatit wird durch die Stärke maßgeblich gedrückt, allerdings fällt die Inhaltsausbringenskurve von Apatit erst ab einer Zugabemenge von 100 g/t stark ab. Ein großer Sprung im Inhaltsausbringen von Apatit ist ab 150 g/t zu erkennen. Auch Calcit wird tendenziell von Stärke gedrückt. Das Flussspatausbringen bleibt während allen Versuchen zwischen 20 und 30 %, die Stärke scheint keine drückende Wirkung auf Flussspat auszuüben.

Das Masseausbringen fällt bei zunehmender Stärkezugabe stark ab, ab einer Zugabe von 200 g/t Stärke liegt das Masseausbringen des ersten Schaumproduktes bei rund einem Drittel des Wertes des Nullversuches. Scheelit, Apatit und Calcit werden sowohl über den Gehalt, als auch über das Masseausbringen gedrückt. Nur der Flussspat-Gehalt im Schaumprodukt steigt bei zunehmender Dosierung, was trotz des abnehmenden Masseausbringens ein relativ gleich bleibendes Inhaltsausbringen während der Versuchsreihe bedingt.

Die unterschiedliche Tendenz der Flussspat- und Scheelit-Gehaltskurve der Schaumprodukte zeigt, dass der Großteil des Flussspats nicht mit Scheelit verwachsen vorliegt. Bei einer hohen Stärke-Dosierung verbleibt der Scheelit beinahe vollständig in der Trübe, während der Flussspat-Gehalt im Schaumprodukt steigt und das Ausbringen konstant bleibt. Diese Aussage bezieht sich nicht auf das zugesetzte Flussspat-Erz, welches natürlich frei vorliegt, sondern auf den Flussspat-Gehalt des Roherzes, welcher 0,86 % CaF_2 beträgt.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass Stärke eine drückende Wirkung auf Apatit und Calcit ausübt, jedoch auch Scheelit sehr stark drückt. Bereits bei einer geringen Zugabemenge treten große Scheelitverluste auf. Damit ist Stärke in dieser Anwendung nicht als Drücker geeignet.

8.3. QUEBRACHO-VERSUCHSREIHE

In folgendem Diagramm ist das summierte Inhaltsausbringen der Schaumprodukte bei variierender Quebracho-Zugabe dargestellt.

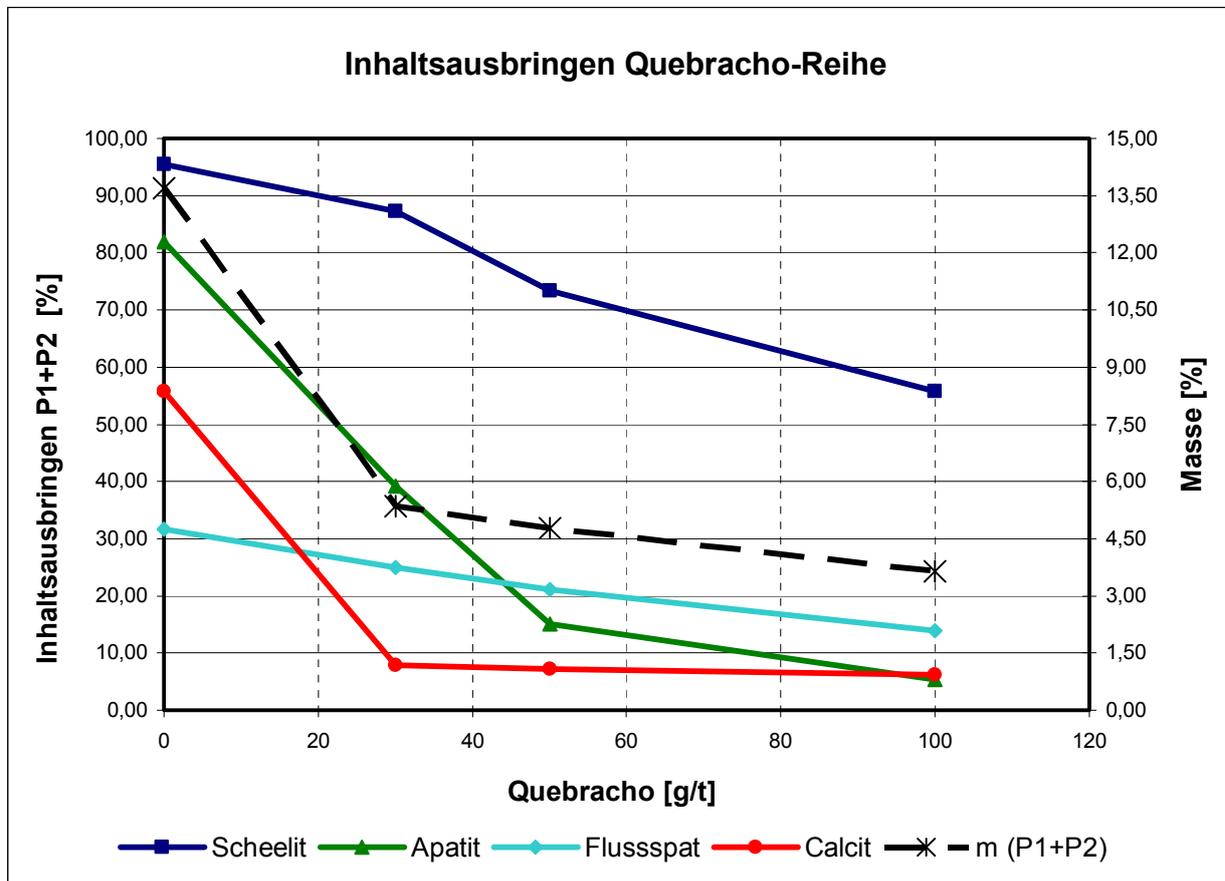


Abbildung 30: Inhaltsausbringen Quebracho-Reihe

Das Inhaltsausbringen aller dargestellten Minerale nimmt bei Quebracho Zugabe ab, am geringsten ist die Abnahme des Flussspat-Ausbringens. Betrachtet man die Veränderung der Gehalte in Abbildung 31 sieht man, dass der Scheelit-Gehalt im Schaumprodukt mit steigender Quebracho Zugabe wächst. Das Maximum wird bei einer Zugabe von 30 g/t erreicht. Die Quebracho-Zugabe bedingt ein fallendes Masseausbringen. Durch das fallende Masseausbringen fällt auch das Inhaltsausbringen, obwohl der Scheelit-Gehalt steigt. Die gleiche Entwicklung ist bei Flussspat sichtbar, auch der Flussspat-Gehalt steigt während der Versuchsreihe. Durch das fallende Masseausbringen ergibt sich jedoch auch hier eine leicht fallende Inhaltsausbringenskurve. Im Gegenteil dazu, ist der Apatit-Gehalt des

Schaumproduktes in der Versuchsreihe niedriger als im Nullversuch und der Apatit-Gehalt fällt mit steigender Quebracho-Zugabe. Zusammen mit dem fallenden Masseausbringen ergibt sich ein stark abfallendes Inhaltsausbringen. Das Calcit-Ausbringen fällt mit Quebracho von 40 % auf 5 % und bleibt dann auch bei einer Erhöhung der Quebracho-Zugabe auf diesem Wert.

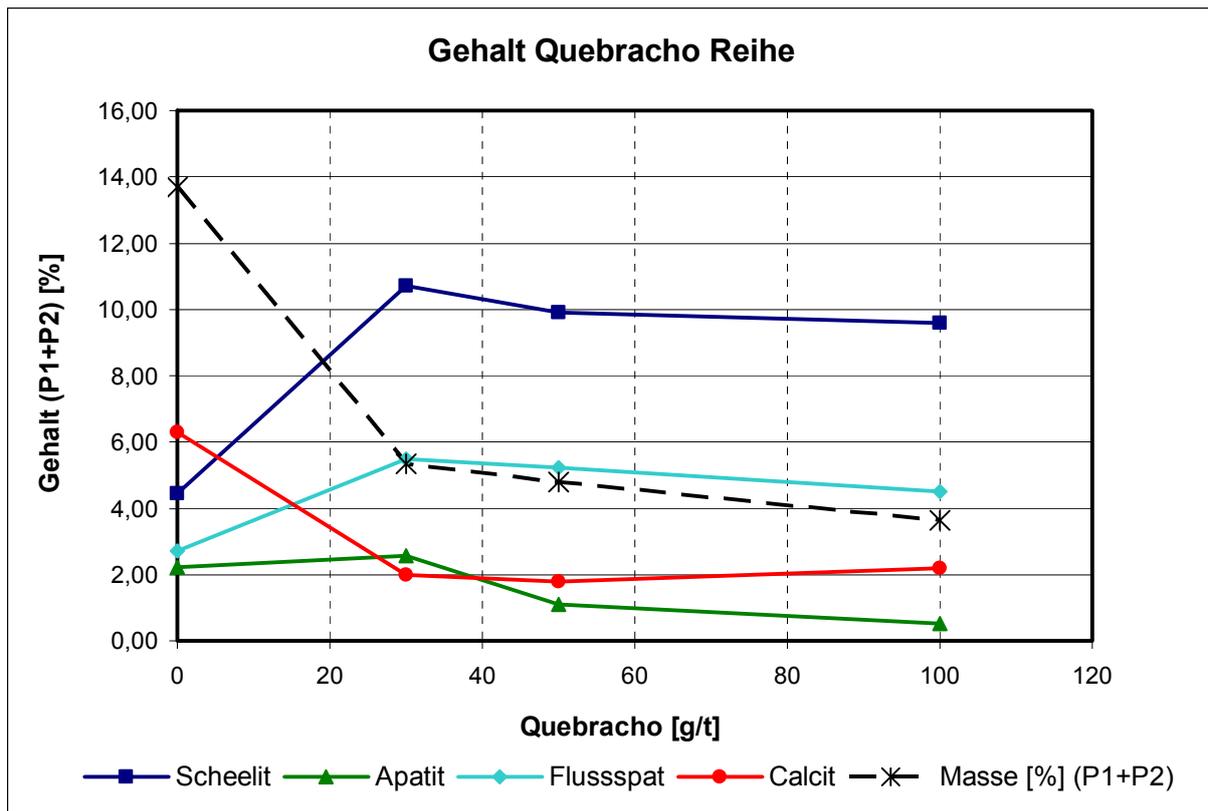


Abbildung 31: Gehalt Schaumprodukt (1+2) Quebracho-Reihe

Durch das Drücken von Apatit und Calcit ändert sich die Zusammensetzung des Schaumproduktes. Nachfolgend wird die mineralogische Zusammensetzung, welche mit einer RDA-Analyse ermittelt wurde, näher betrachtet.

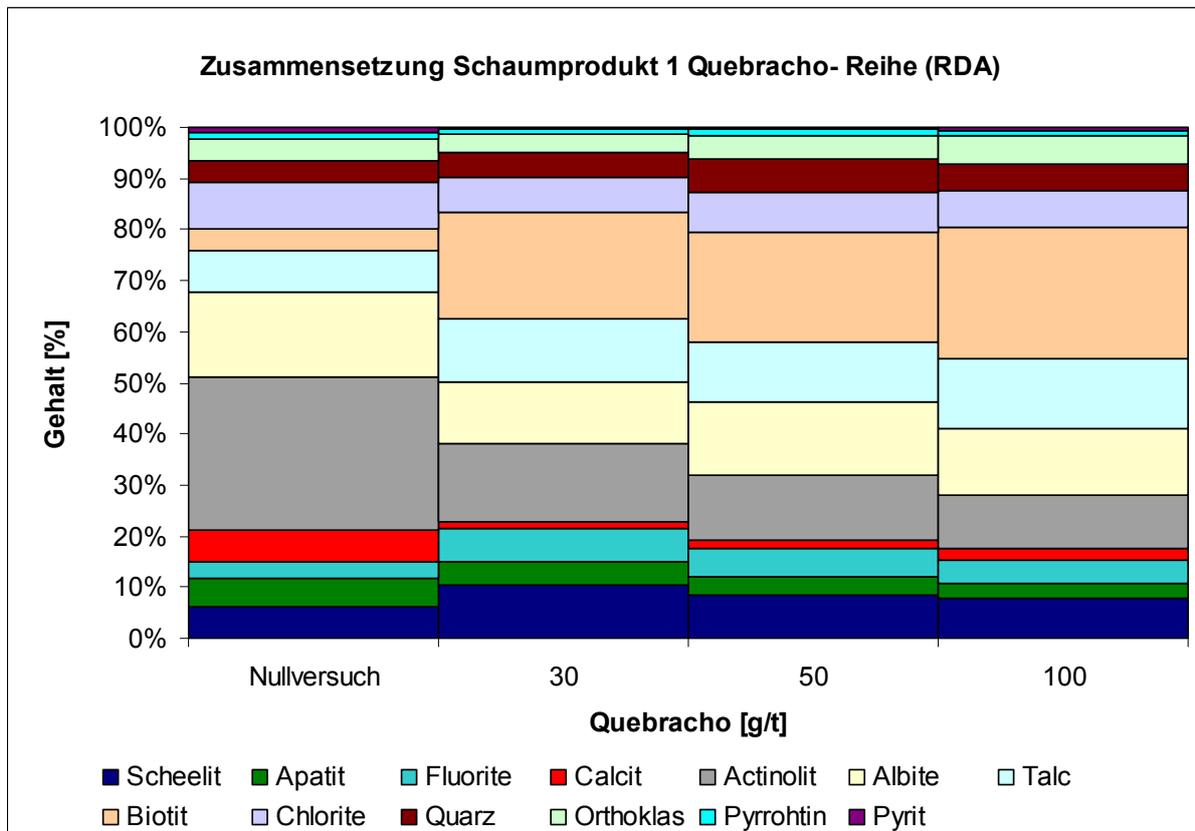


Abbildung 32: RDA- Analyse Quebracho-Reihe

Abbildung 32 zeigt, dass der Scheelit-Gehalt mit Quebracho-Zugabe steigt und den größten Wert bei 30 g/t Stärke erreicht. Der Calcit- und Apatit-Gehalt nehmen im Vergleich zum Nullversuch ab, während der Fluorapatit-Gehalt steigt.

Weiters ist deutlich zu erkennen, dass der Aktinolit-Gehalt im Vergleich zum Nullversuch fällt und der Biotit-Gehalt wesentlich steigt. Die Gehalte an Aktinolit und Biotit sind für diesen Versuch aber unwesentlich, da im Betrieb die Flotation aus mehreren Stufen besteht und Silikate in diesem Prozess problemlos abgereichert werden. Der Gehalt an Aktinolit und Biotit liegt im Konzentrat unter 2 %.

Für die Beurteilung der Selektivität und der optimalen Dosierung, folgt eine Betrachtung von Apatit, Calcit und Fluorapatit jeweils mit Scheelit im Kappa Netz nach Steiner.

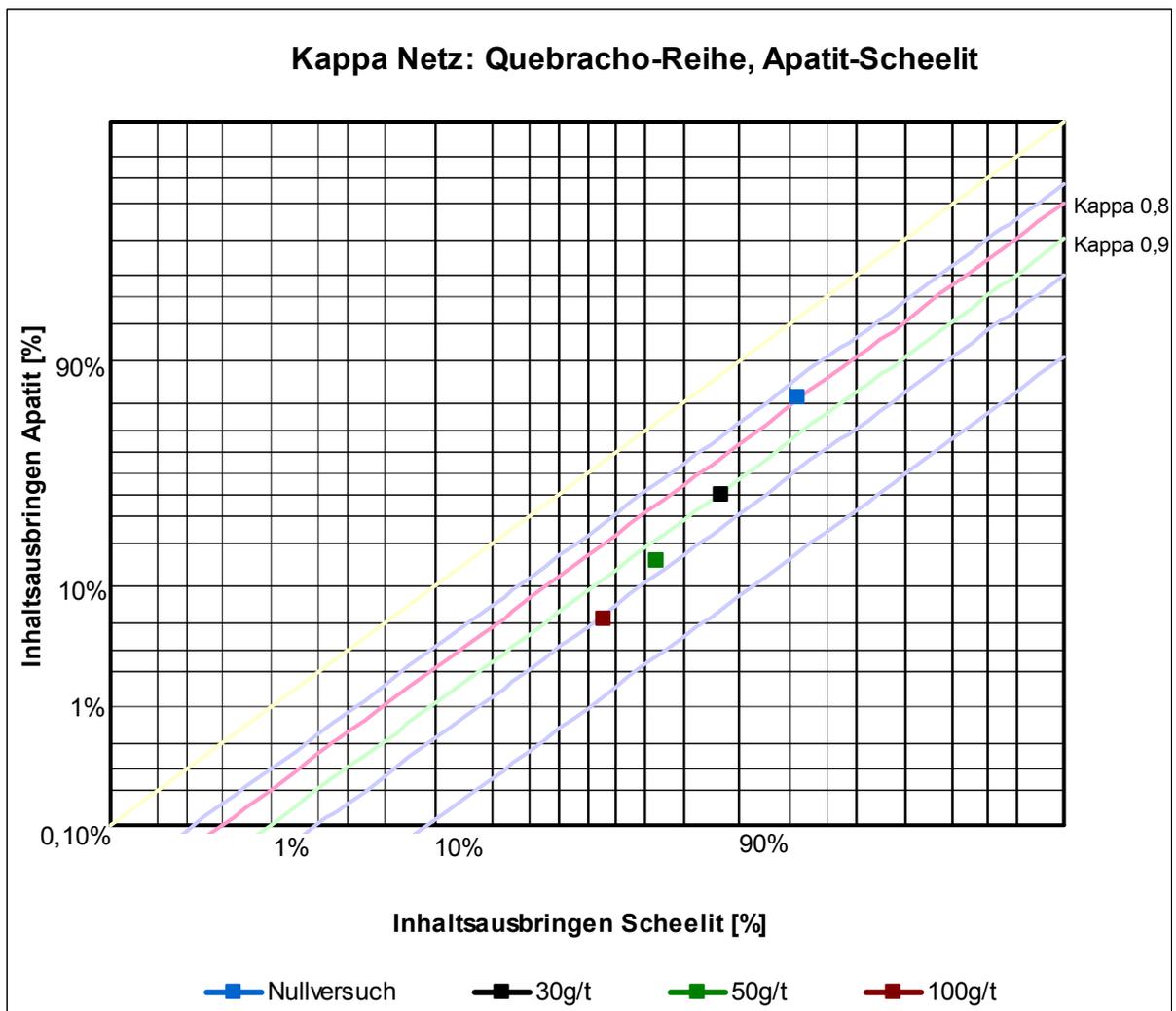


Abbildung 33: Kappa Netz: Quebracho-Reihe, Apatit-Scheelit

Der Nullversuch liegt zwischen den Kappa-Linien 0,7 und 0,8. Die Versuche mit Quebracho-Zugabe liegen auf einer Geraden, welche gering steiler abfällt als die linearisierten Kappa-Linien. Die Versuche mit Quebracho-Zugabe weisen einen höheren Kappa-Wert auf als der Nullversuch. Mit der Quebracho-Zugabe findet eine Verschiebung nach links unten statt, der Versuch mit 100 g/t Quebracho entspricht einem Kappa-Wert von 0,95. Mit dieser Verschiebung fällt auch das Scheelit-Ausbringen, das Scheelit-Ausbringen des Nullversuches ist am größten.

Es sollte eine Zugabemenge gewählt werden, welche eine Apatit Drückung mit nur minimalen Scheelit-Ausbringensverlusten bedingt.

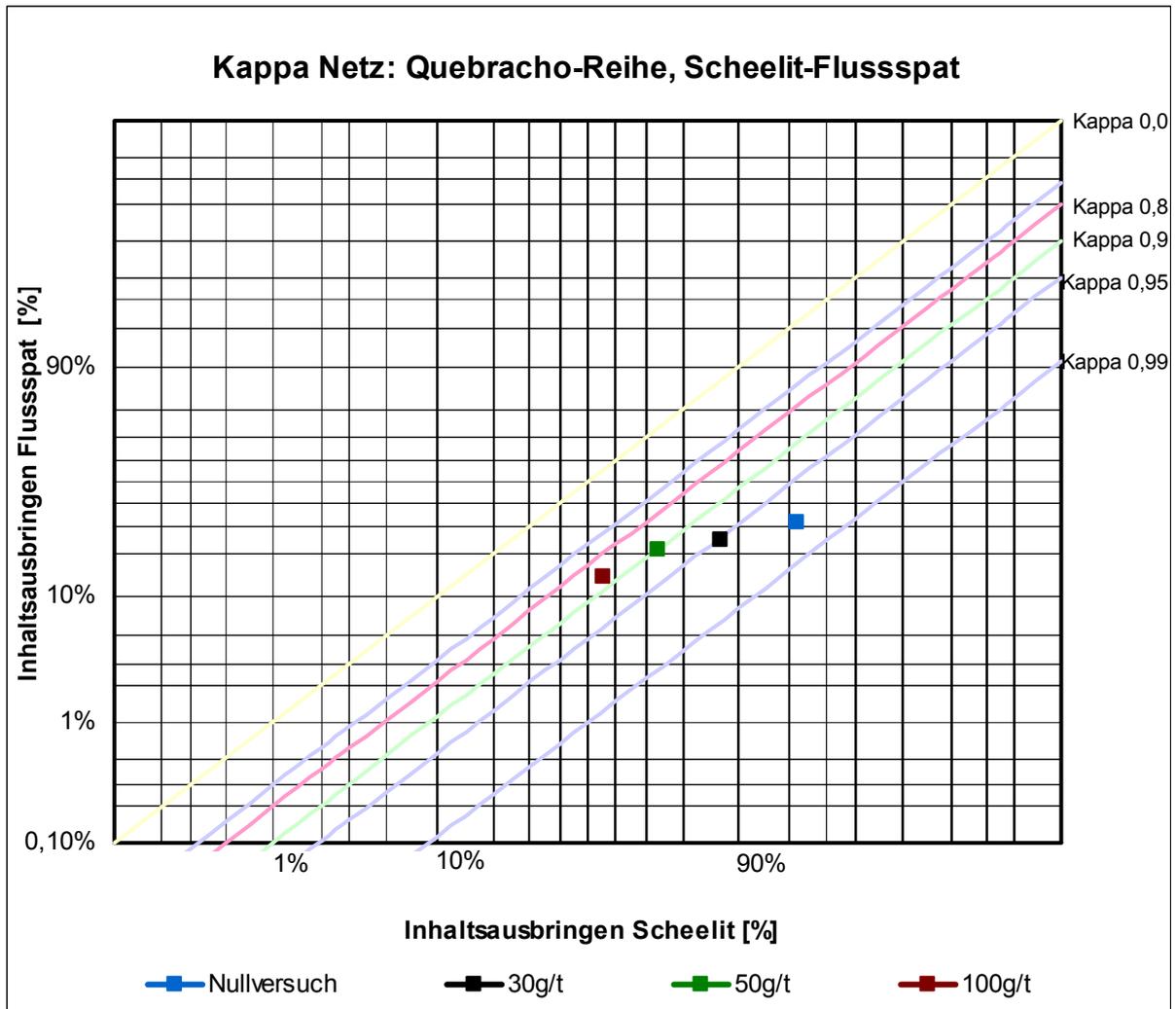


Abbildung 34: Kappa Netz: Quebracho-Reihe, Flussspat-Scheelit

Im Gegensatz zur Kappa Darstellung von Scheelit und Apatit ist hier eine Verschlechterung der Selektivität durch die Quebracho-Zugabe ersichtlich. Der Nullversuch weist deutlich den besten Kappa-Wert und das größte Scheelit-Ausbringen auf. Wird die Quebracho-Zugabe erhöht, verschlechtert sich die Selektivität zwischen Scheelit und Flussspat. Die Zugabe von Quebracho bewirkt somit keine selektive Drückung des Flussspates.

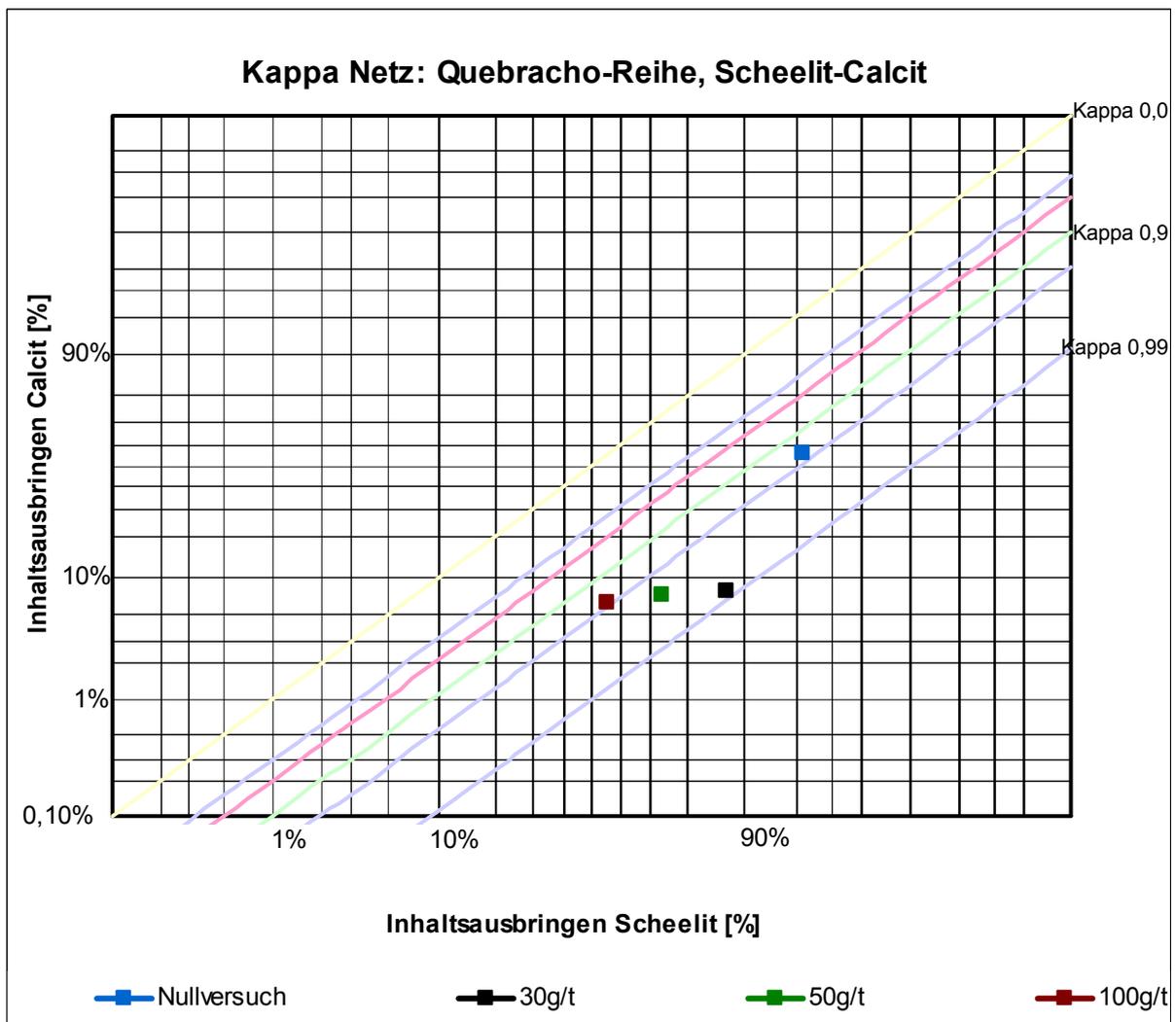


Abbildung 35: Kappa Netz: Quebracho-Reihe, Calcit-Scheelit

Die Kappa-Werte der Versuche mit Quebracho liegen deutlich höher als der Wert des Nullversuches. Der Kappa-Wert des Nullversuches liegt bei 0,93, während der Versuch mit 30 g/t Quebracho beinahe auf der Kappa=0,99 Linie liegt.

Der Wert dieses Versuches ist eindeutig am höchsten und besitzt somit die größte Selektivität zwischen Scheelit und Calcit. Eine größere Quebracho-Zugabe bewirkt eine Verschiebung auf eine niedrigere Kappa-Linie.

Quebracho drückt Apatit, aber mit der drückenden Wirkung gehen Scheelit-Ausbringungsverluste einher. Um die Scheelit-Ausbringungsverluste gering zu halten, ist 30 g/t die optimale Zugabemenge. Weiters drückt Quebracho selektiv Calcit und auch hier scheint eine Quebracho Dosierung von 30 g/t optimal. Als Flusspat Drücker ist Quebracho ungeeignet.

8.4. WASSERGLAS-VERSUCHSREIHE

Das Ergebnis der Wasserglas Versuchsreihe ist in 36 dargestellt.

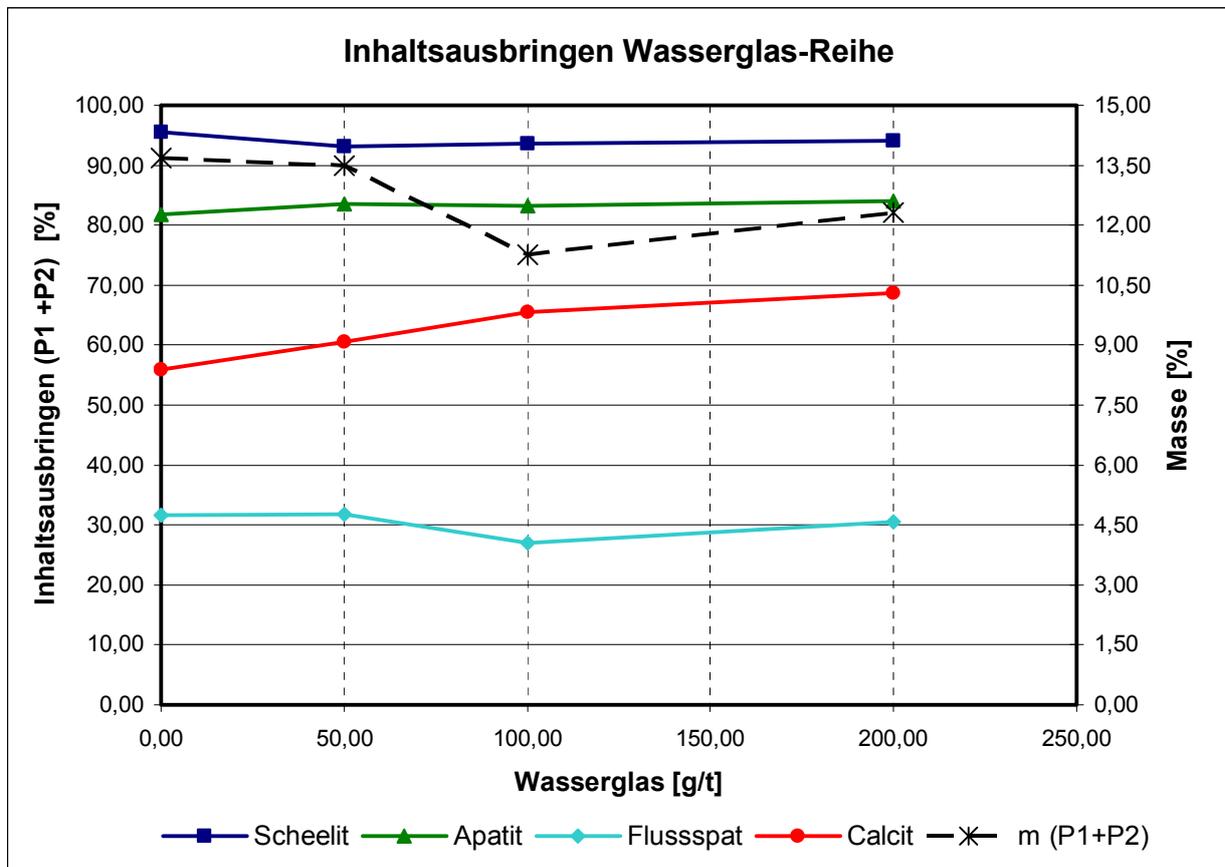


Abbildung 36: Inhaltsausbringen Wasserglas-Reihe

Abbildung 36 zeigt, dass die Zugabe von Kali-Wasserglas keine signifikante Veränderung der Ausbringenswerte von Scheelit und Apatit bedingt. Die Apatit- und Scheelit-Ausbringen bleiben bei der Versuchsreihe weitgehend konstant, auch bei einer Zugabemenge von 200 g/t Wasserglas ist keine drückende Wirkung feststellbar. Das nur leicht sinkende Masseausbringen (2 %) zeigt, dass Wasserglas keine stark drückende Wirkung ausübt. Das Calcit-Ausbringen steigt mit Wasserglas-Zugabe leicht an.

Das Flussspat-Ausbringen bleibt bei einer Wasserglas Zugabe von 50 g/t konstant und fällt mit einer Zugabe von 100 g/t leicht ab. In Abbildung 37 ist das Ausbringen von Flussspat und Scheelit im Kappa Netz dargestellt.

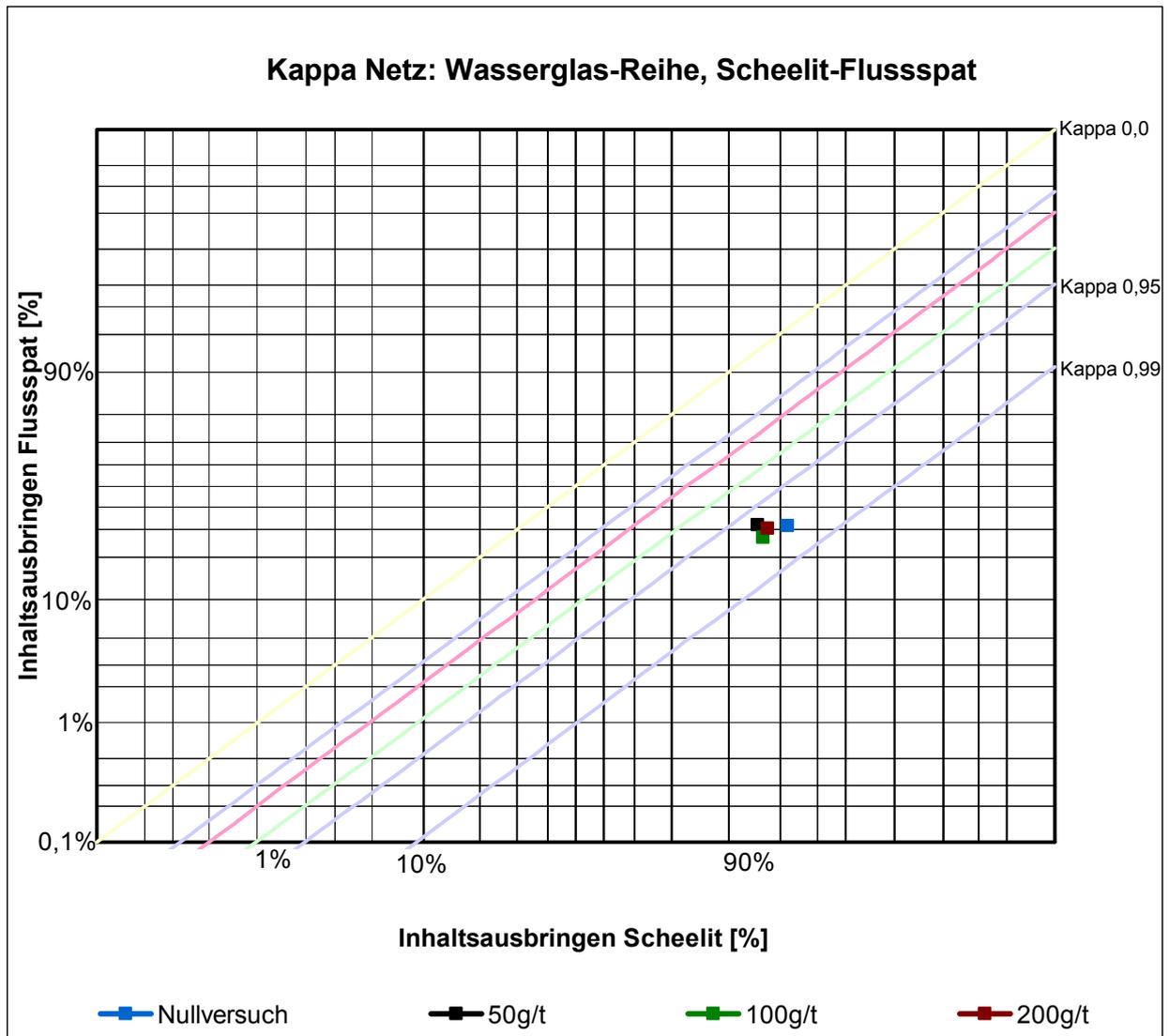


Abbildung 37: Kappa Netz: Wasserglas-Reihe, Scheelit-Flussspat

Es ist ersichtlich, dass die Zugabe von Wasserglas keine signifikante Änderung der Ausbringenswerte bedingt. Die Versuche liegen alle in etwa im selben Bereich, wobei der Nullversuch mit einem geringen Unterschied das größte Scheelit-Ausbringen aufweist. Die Versuche mit 100 bzw. 200 g/t liegen in etwa auf der gleichen Kappa-Linie wie der Nullversuch und weisen somit keine verbesserte Selektivität auf.

Wasserglas ist demnach in dieser Anwendung weder als Flussspat- noch als Apatit- oder Calcit-Drücker geeignet.

8.5. ZITRONENSÄURE-VERSUCHSREIHE

Die summierten Ausbringenswerte der Zitronensäure-Versuchsreihe sind in Abbildung 38 dargestellt.

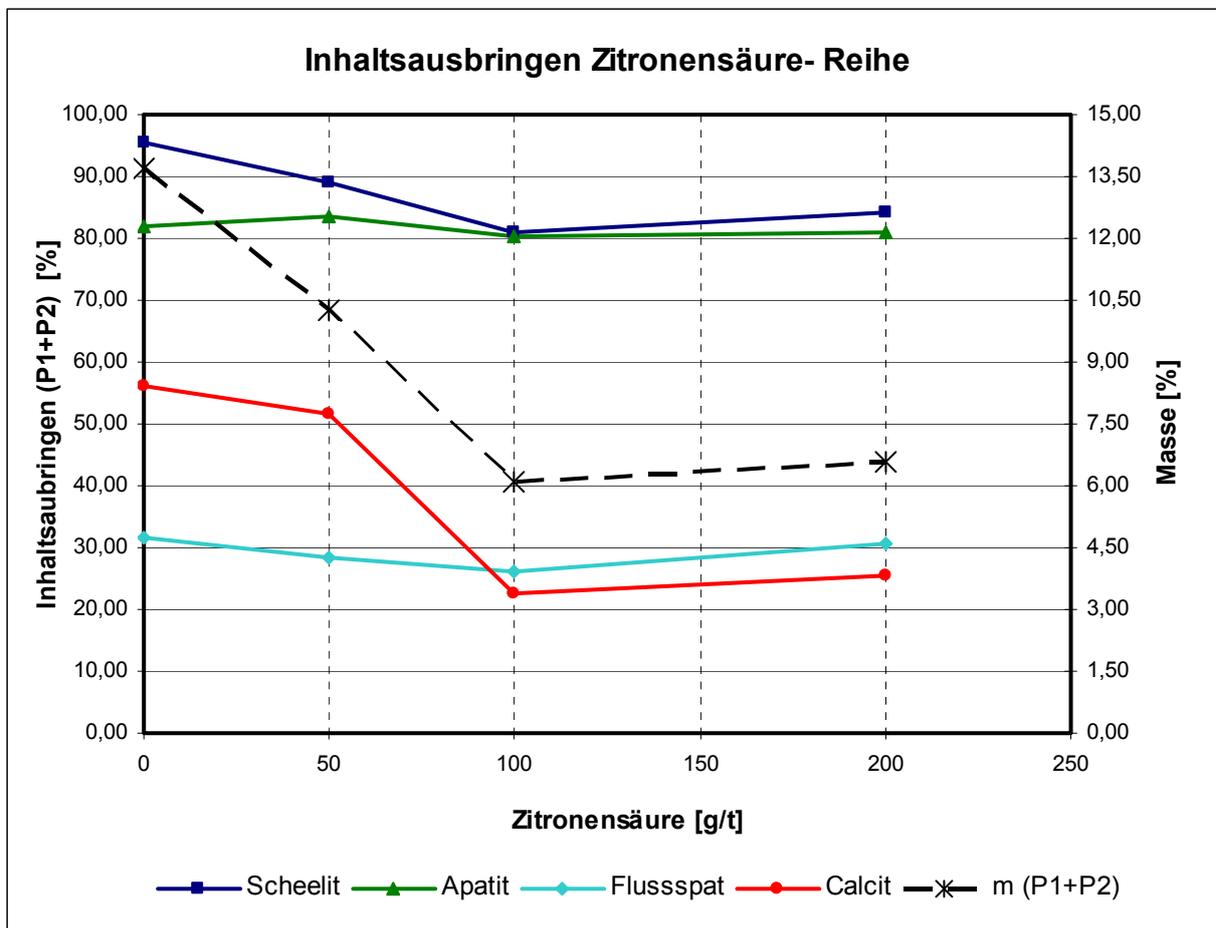


Abbildung 38: Inhaltsausbringen Zitronensäure-Reihe

Die Zugabe von Zitronensäure führt im Vergleich mit dem Nullversuch zu einem niedrigeren Scheelit-Ausbringen, wobei die Steigung bei einer Zugabe von 50 g/t bzw. 100 g/t am größten ist und die Kurve dann abflacht. Das Apatit-Ausbringen sinkt während der Versuchsreihe nur geringfügig, von 82 % auf 81 %. Die größte Wirkung hat die Zitronensäure-Zugabe auf Calcit, bei einer Erhöhung der Zitronensäure-Zugabe fällt das Calcit-Ausbringen. Das Ausbringen sinkt von 56 % beim Nullversuch auf 26 % mit 200 g/t Zitronensäure.

Die Flussspatkurve verhält sich ähnlich der Apatitkurve. Das Flussspat-Ausbringen sinkt zunächst leicht und steigt dann wieder auf den Wert des Nullversuches an.

Das Masseausbringen des Schaumproduktes sinkt von 14 % auf 7 %. Nachfolgend wird die RDA-Analyse der Schaumprodukte betrachtet.

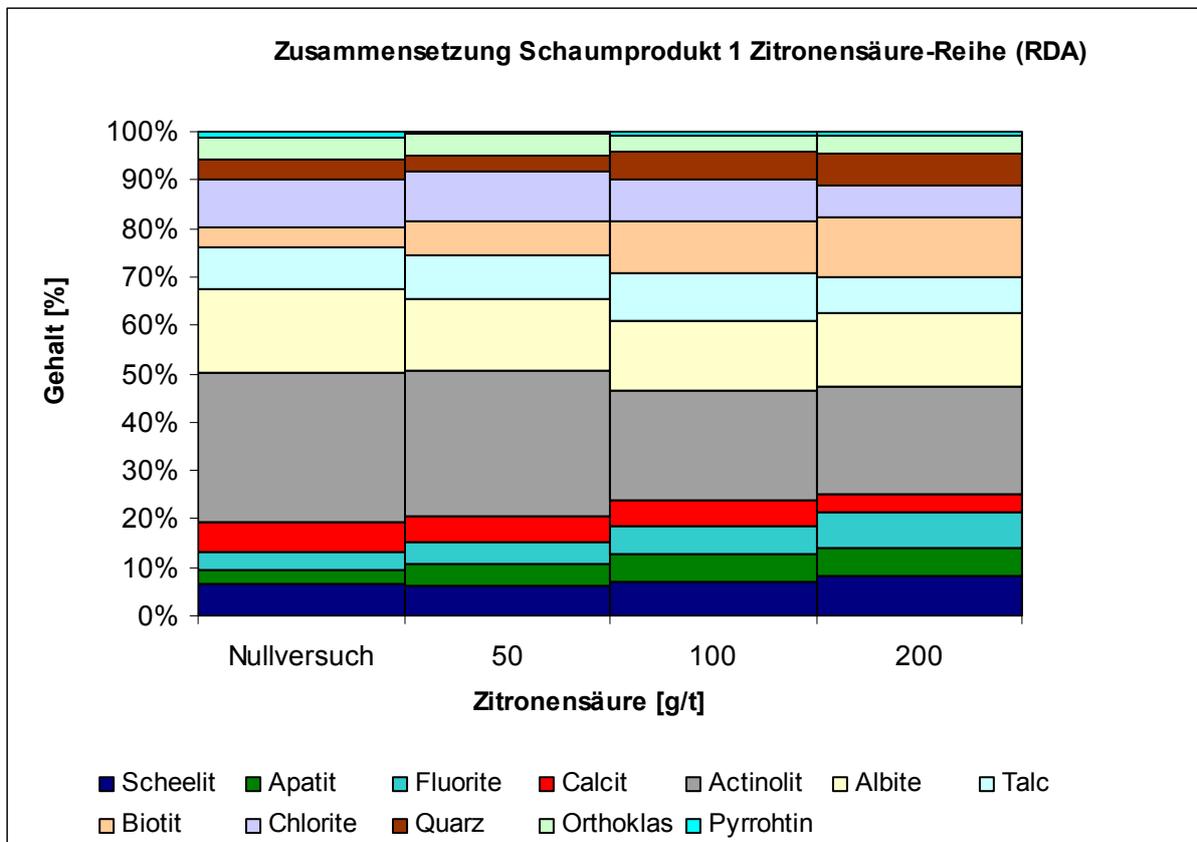


Abbildung 39:RDA- Analyse Zitronensäure-Reihe

Abbildung 39 zeigt, dass der Scheelit-Gehalt, wie auch der Apatit- und Fluorapatit-Gehalt, mit der Zitronensäurezugabe steigen. Der Calcit-Gehalt sinkt im Vergleich zum Nullversuch, leicht. Weiters sind Unterschiede im Actinolit-, Biotit- und Chlorit-Gehalt sichtbar. Wesentlich sind aber die Gehalte der Erdalkali-Minerale. Der Scheelit-Gehalt steigt, das Scheelit-Ausbringen sinkt aber mit steigender Zitronensäure-Zugabe. Um besser beurteilen zu können ob Zitronensäure Calcit selektiv drückt, oder ob die Zugabe eine negativ auf das Scheelit-Ausbringen wirkt, wird die Betrachtung im Kappa-Netz herangezogen.

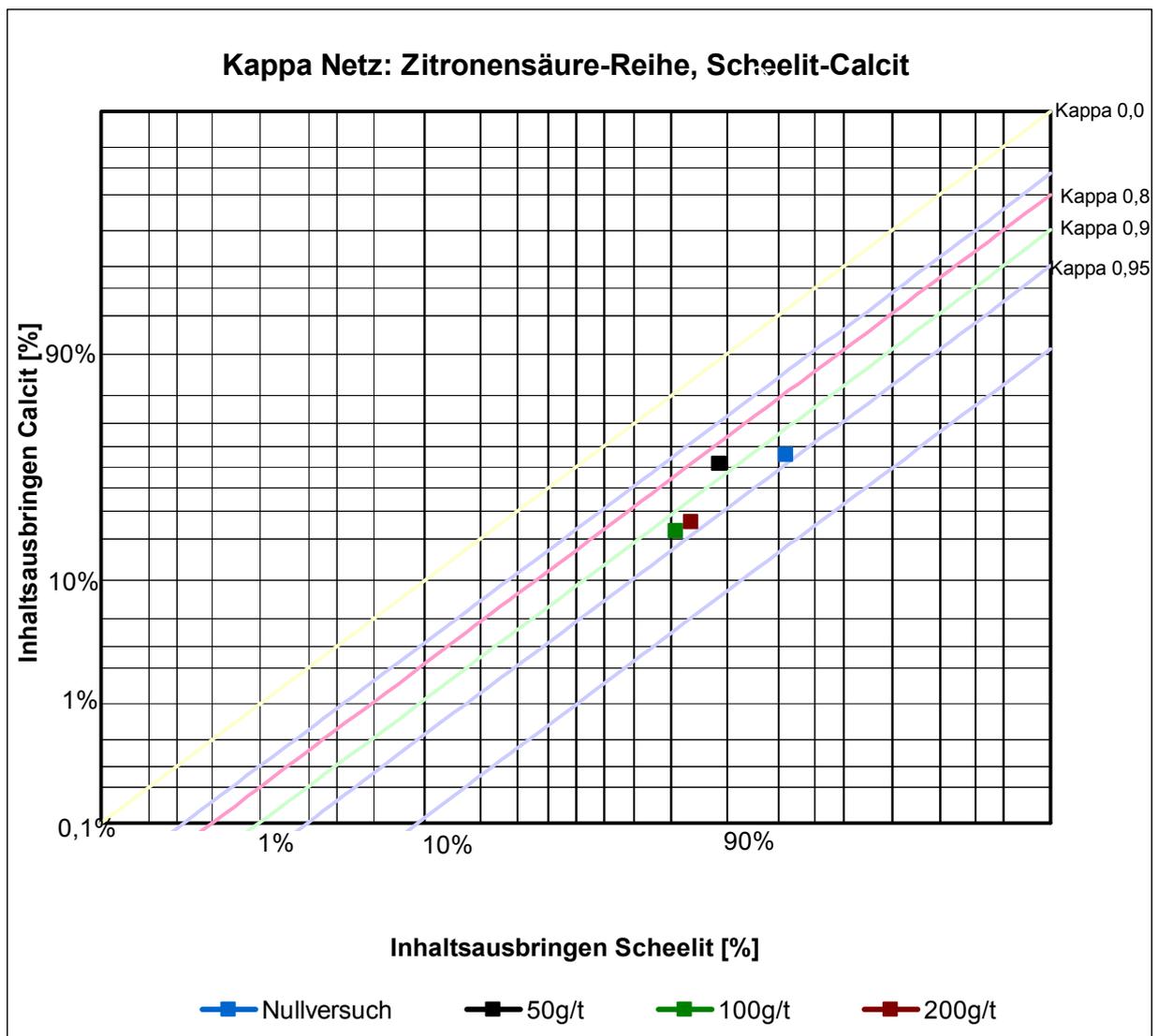


Abbildung 40: Kappa Netz: Zitronensäure-Reihe, Calcit-Scheelit

In Abbildung 40 kann das Verhältnis des Scheelit- und des Calcit-Ausbringens bei den jeweiligen Versuchen beurteilt werden.

Der Kappa-Wert des Versuches mit 50 g/t Zitronensäure ist am niedrigsten und somit am schlechtesten. Der Nullversuch und die Versuche mit 100 g/t bzw. 200 g/t Zitronensäure weisen den gleichen Kappa-Wert auf und liegen somit auf der gleichen Kappa-Linie. Jedoch ist das Scheelit-Ausbringen beim Nullversuch deutlich höher, die Zitronensäure verringert somit auch das Scheelit-Ausbringen.

Die Zitronensäure-Zugabe bedingt keine zufrieden stellende Drückung von Calcit, da keine Verbesserung der Selektivität erzielt wird.

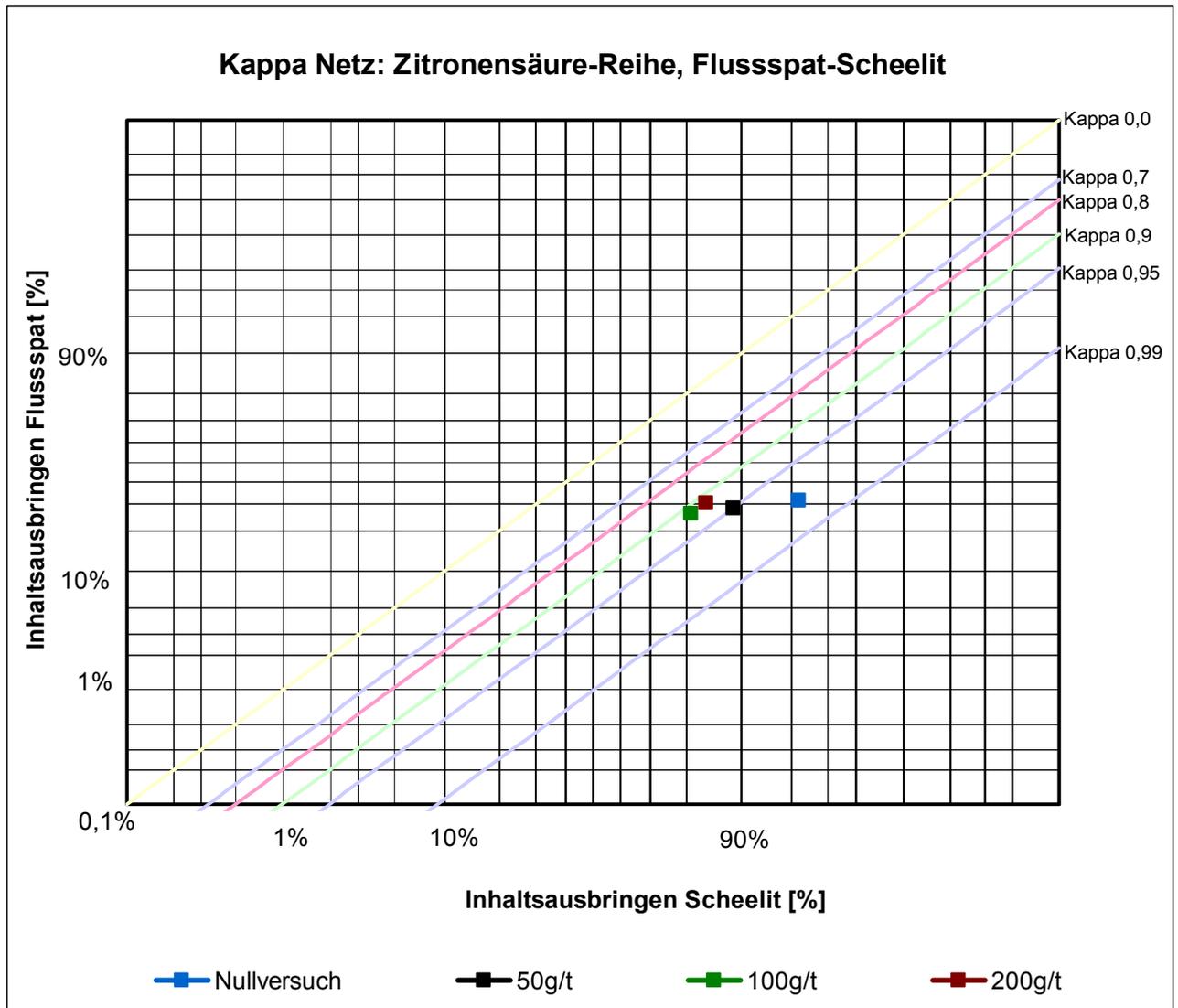


Abbildung 41: Kappa Netz: Zitronensäure-Reihe, Flussspat-Scheelit

Im obigen Kappa Netz werden die Ausbringenswerte von Flussspat und Scheelit zueinander betrachtet. Würde man eine Ausgleichsgerade in die Versuche legen, wäre diese Gerade annähernd waagrecht. Dies zeigt, dass mit der Zitronensäure-Zugabe eindeutig eine Verschlechterung der Selektivität, zu einem niedrigerem Kappa-Wert hin, stattfindet. Der Nullversuch weist den höchsten Kappa-Wert und zudem das größte Scheelit-Ausbringen auf.

Die Zugabe von Zitronensäure führt zu keiner Verbesserung des Flotationsergebnisses für Apatit, Calcit oder Flussspat.

8.6. ALUMINIUMSULFAT-VERSUCHSREIHE

Die Ergebnisse der Aluminiumsulfat-Versuchsreihe sind in folgender Abbildung dargestellt.

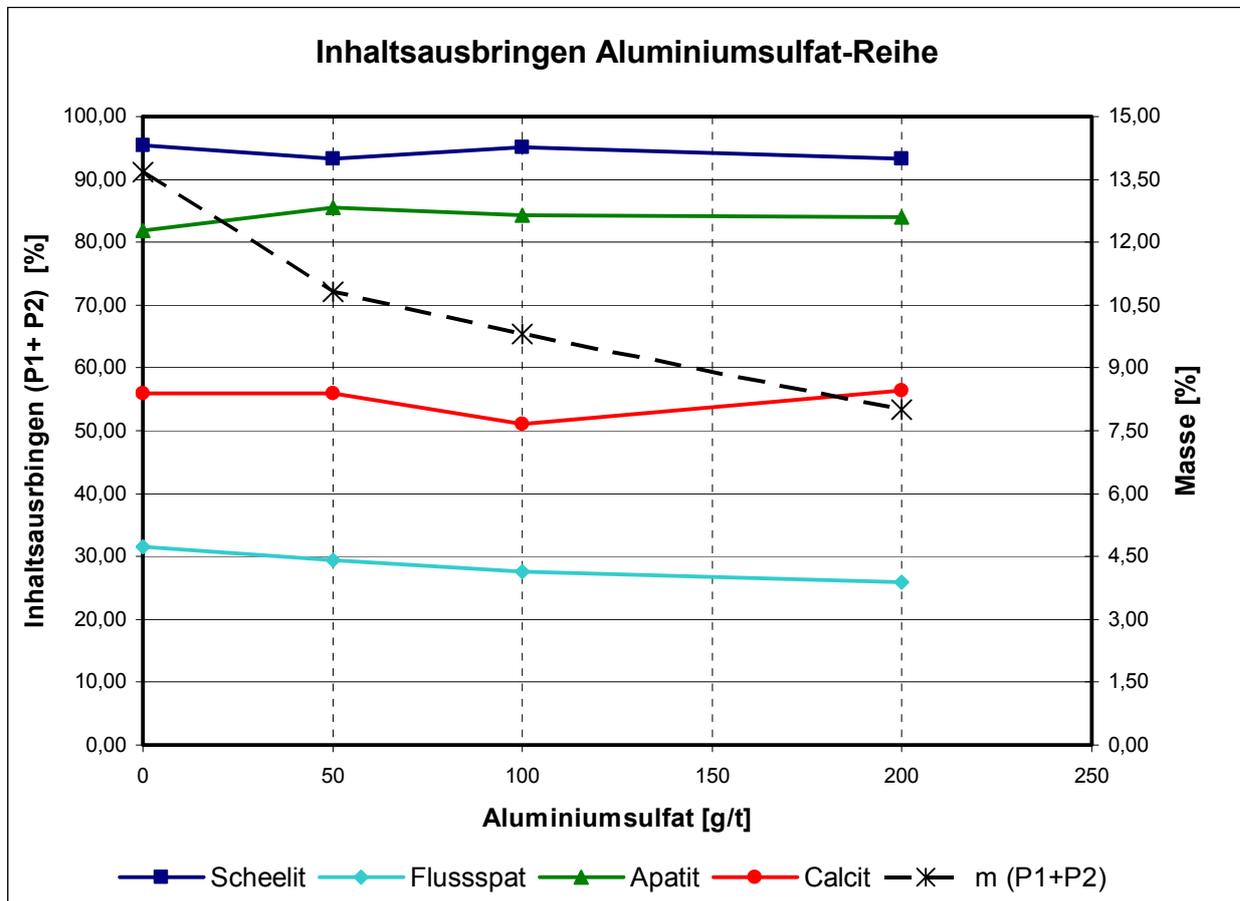


Abbildung 42: Inhaltsausbringen Aluminiumsulfat-Reihe

Das summierte Scheelit-Ausbringen der Schaumprodukte bewegt sich im Bereich zwischen 95 % und 93 %. Da die Veränderung der Ausbringenswerte sehr gering ist und keine eindeutige Tendenz erkennbar ist, kann angenommen werden, dass Aluminiumsulfat keinen wesentlichen Einfluss auf das Flotationsverhalten von Scheelit besitzt.

Auch die Apatit-Ausbringenskurve weist keinen deutlichen Einfluss der Aluminiumsulfat-Zugabe auf, die Veränderung der Ausbringenswerte bewegt sich in einem sehr geringen Bereich. Das Apatit-Ausbringen ist beim Nullversuch am geringsten, folglich besitzt Aluminiumsulfat keine drückende Wirkung auf Apatit.

Für eine bessere Interpretation des Verlaufs der Calcit-Ausbringenskurve, wird die Veränderung des Calcit-Gehaltes im Konzentrat und das Ausbringen der Minerale Calcit und Scheelit im Kappa Netz betrachtet.

Abbildung 43 zeigt, dass der Calcit-Gehalt während der Versuchsreihe kontinuierlich steigt. Bei einer Dosierung von 100 g/t fällt das Masseausbringen (in schwarz) jedoch stärker ab als der Calcit-Gehalt im Konzentrat ansteigt, was zum Fallen der Ausbringenskurve in Abbildung 42 führt.

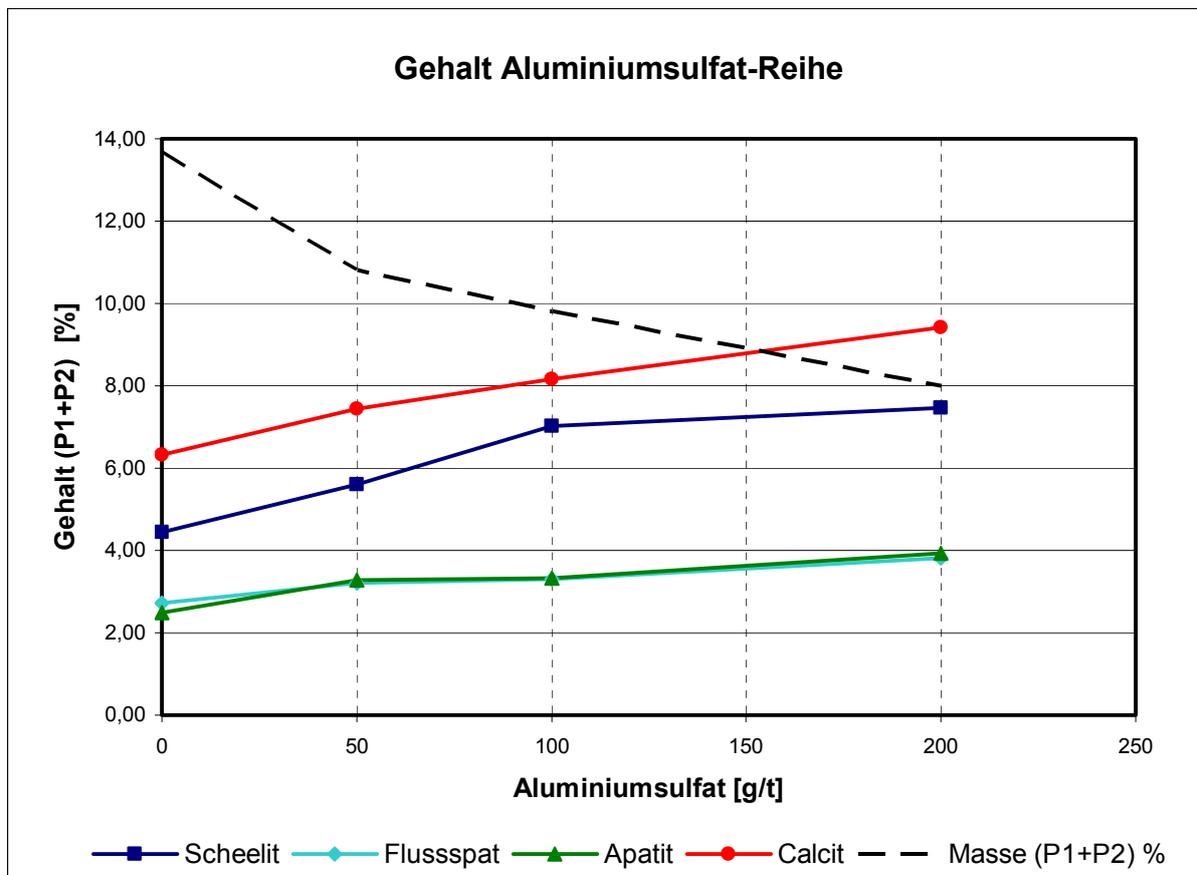


Abbildung 43: Gehalt des ersten Schaumproduktes, Aluminiumsulfat-Reihe

Flussspat weist in Abbildung 42 einen fallenden Kurvenverlauf auf. In Abbildung 43 ist jedoch ersichtlich, dass der Flussspat-Gehalt in den Schaumprodukten im Vergleich zum Nullversuch leicht steigt. Das Masseausbringen sinkt beträchtlich und daher wird das Fallen der Ausbringenskurve durch die steigende Abnahme der Masse der Schaumprodukte bedingt.

Das Flussspat-Ausbringen ist in Abbildung 44 im Kappa Netz im Verhältnis zum Scheelit-Ausbringen nochmals dargestellt.

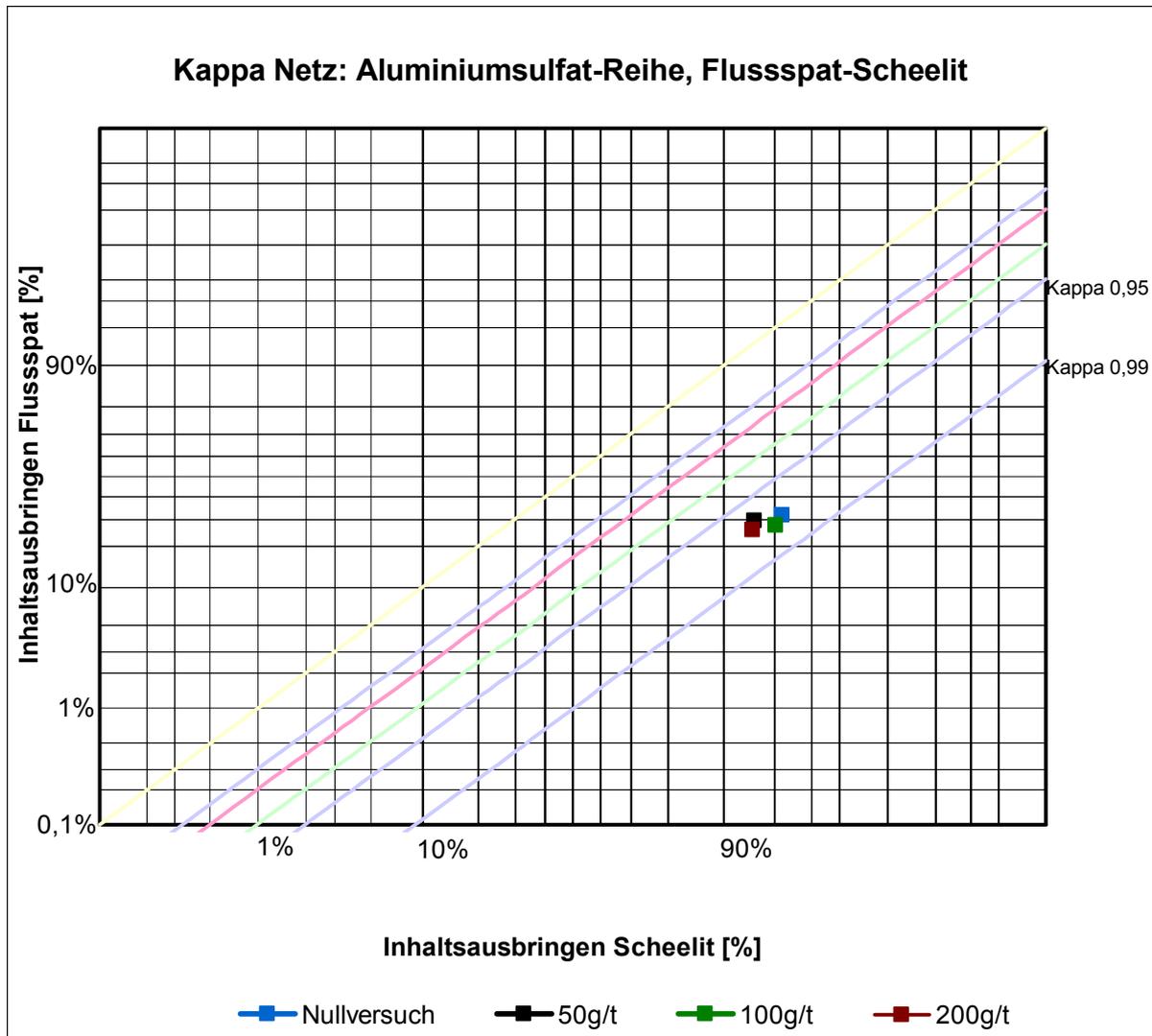


Abbildung 44: Kappa Netz: Aluminiumsulfat-Reihe, Scheelit-Flussspat

Die Versuche liegen annähernd auf der gleichen Kappa-Linie, wobei genau genommen der Versuch mit 100 g/t leicht oberhalb liegt. Der Nullversuch zeigt das größte Scheelit-Ausbringen, wobei der Unterschied zum Versuch mit 100 g/t nur sehr gering ist.

Es ist hier deutlich ersichtlich, dass die Zugabe von Aluminiumsulfat zu keiner Verbesserung des Trennergebnisses zwischen Flussspat und Scheelit führt. Das Fallen der Ausbringenskurve (Abbildung 42) wird alleinig durch die Abnahme des Masseausbringens der Schaumprodukte bedingt und Aluminiumsulfat ist folglich nicht als Flussspat-Drücker geeignet.

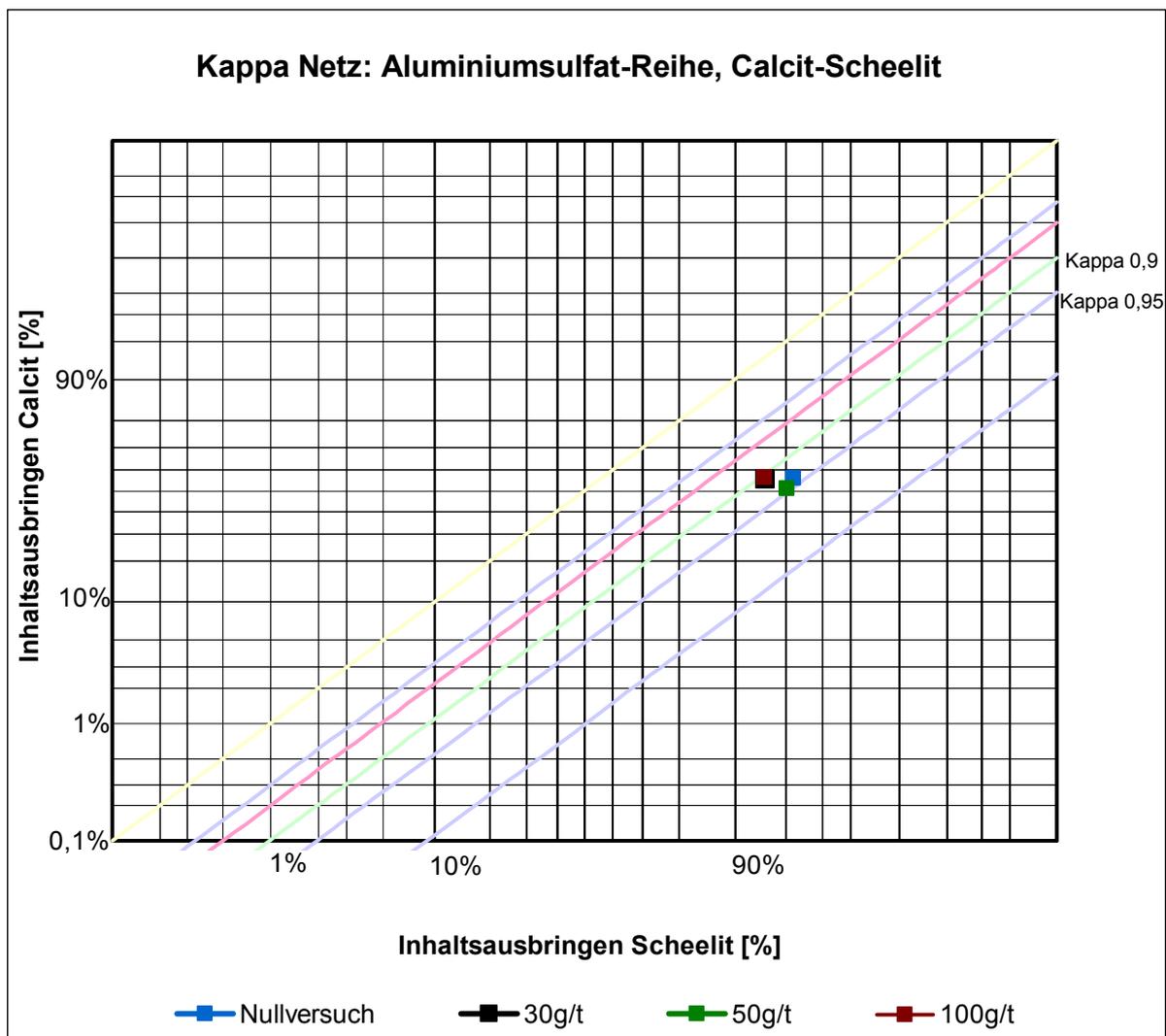


Abbildung 45: Kappa Netz: Aluminiumsulfat-Reihe, Calcit- Scheelit

Die Versuche liegen allesamt sehr nahe beieinander. Die Zugabe von Aluminiumsulfat bewirkt folglich keinen signifikanten Einfluss auf Calcit bzw. Scheelit. Weiters liegen die Versuche annähernd auf der gleichen Kappa-Linie (der Nullversuch liegt auf der Ausgleichsgerade der Versuche mit Aluminiumsulfat). Dies zeigt, dass Aluminiumsulfat zu keinem selektiveren Flotationsergebnis führt.

Aluminiumsulfat ist in der Scheelitflotation nicht als selektiver Drücker für die Erdalkali Minerale Apatit, Calcit und Flussspat geeignet.

8.7. ALUMINIUMCHLORID-VERSUCHSREIHE

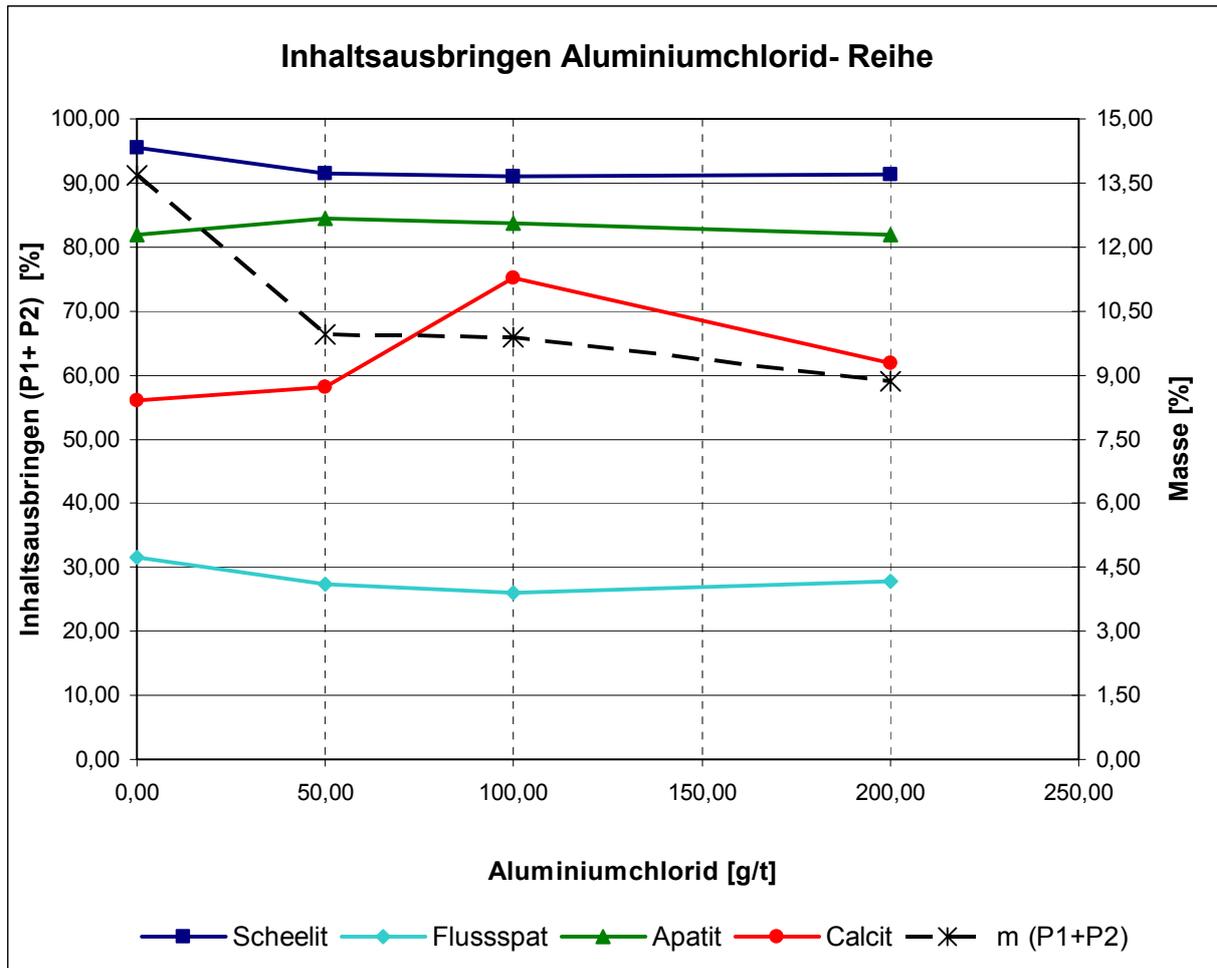


Abbildung 46: Inhaltsausbringen Aluminiumchlorid-Reihe

Durch die Zugabe von Aluminiumchlorid sinkt das Ausbringen von Scheelit um einige Prozentpunkte, von 95 % auf 91 %. Das Apatit-Ausbringen bewegt sich im Bereich zwischen 82 % und 84 %. Es steigt zunächst bei einer Zugabemenge von 50 g/t bzw. 100 g/t leicht an, bevor es beim letzten Versuch den gleichen Ausbringenswert wie der Nullversuch erreicht. Aluminiumchlorid besitzt hier eindeutig keine drückende Wirkung auf Apatit. Das Calcit-Ausbringen steigt stark an, der Calcit-Gehalt im Schaumprodukt ist mit der Zugabe vom Aluminiumchlorid größer als im Nullversuch. Somit weist Aluminiumchlorid keine drückende Wirkung auf Calcit auf.

Das Flussspat-Ausbringen sinkt während der Versuchsreihe, der Gehalt im Schaumprodukt steigt jedoch. Das fallende Inhaltsausbringen wird durch die Abnahme des Masseausbringens bedingt. Zur besseren Beurteilung werden Scheelit und Flussspat im Kappa Netz betrachtet.

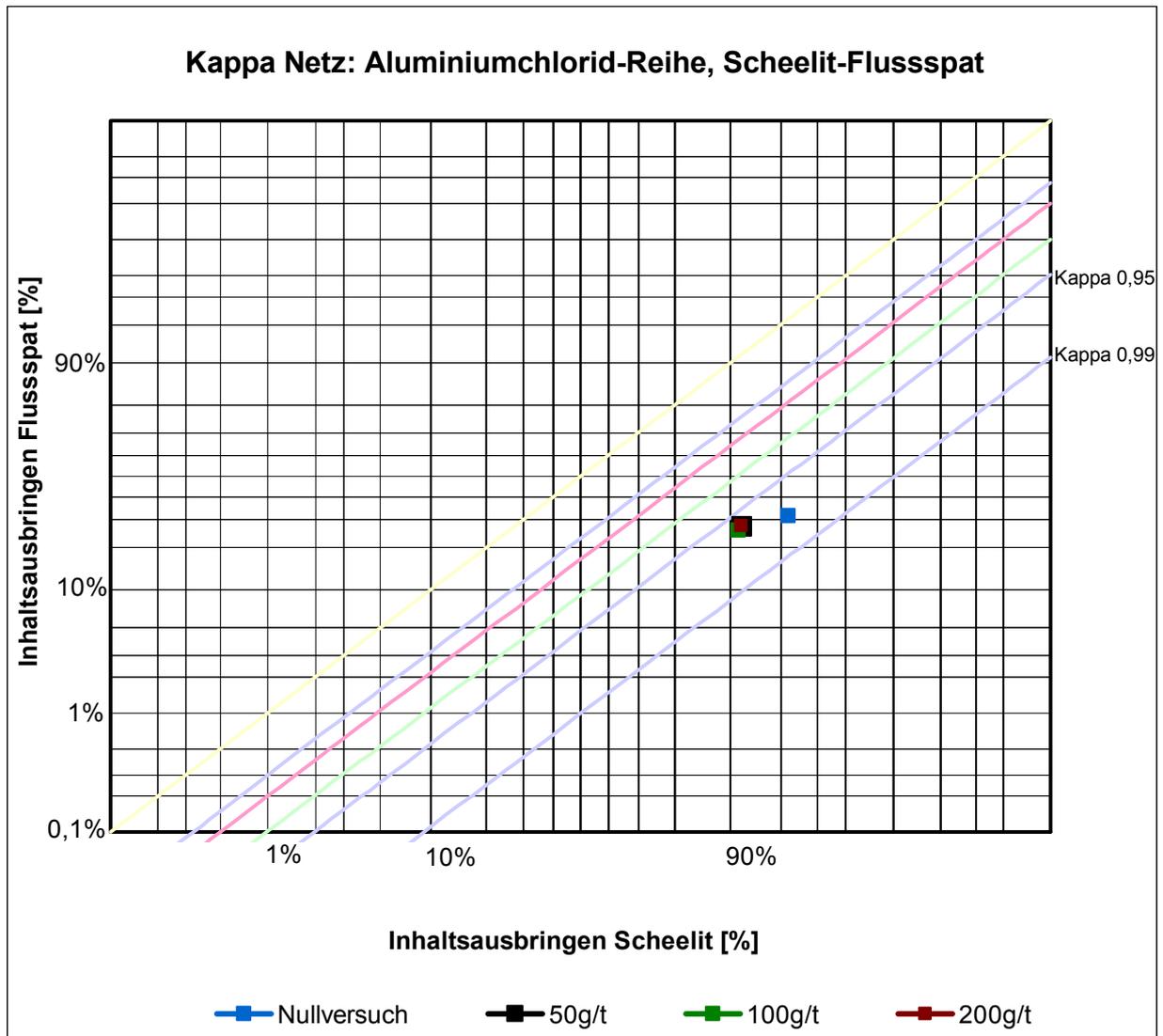


Abbildung 47: Kappa Netz: Aluminiumchlorid-Reihe, Flussspat-Scheelit

Die Versuche mit Zugabe von Aluminiumchlorid liegen sehr nahe beieinander. Nur die Ausbringenswerte des Nullversuches sind unterschiedlich, die Werte der weiteren Versuche sind annähernd gleich. Die Zugabemenge bedingt folglich keine wesentliche Änderung der Ausbringenswerte von Scheelit bzw. Flussspat. Der Nullversuch liegt in etwa auf der gleichen Kappa-Linie wie die weiteren Versuche, allerdings sind die Scheelit-Ausbringenswerte besser.

Aluminiumchlorid ist folglich nicht als Drücker geeignet.

9. DISKUSSION

Die Flotation von Scheelit erfordert aufgrund der geringen Selektivität der eingesetzten technischen Ölsäuren gegenüber weiteren in der Gangart auftretenden Erdalkalimineralen (Calcit, Apatit, Fluorapatit) den Einsatz eines speziell auf die Lagerstätte abgestimmten Reagenzienregimes.

Bislang konnte kein geeignetes Reagenz als Fluorapatit-Drücker, welches keine oder annehmbare Scheelitverluste mit sich bringt, gefunden werden.

Das Durchführen von Laborflotationsversuchen mit praxisnahen Bedingungen ist für das Testen von Flotationsreagenzien von essentieller Bedeutung. Einerseits können sich Minerale aus unterschiedlichen Lagerstätten verschieden verhalten und andererseits spielen in der Flotation betriebsgebundene Randbedingungen, wie das Prozesswasser, eine wichtige Rolle und entscheiden mitunter über den Erfolg der eingesetzten Reagenzien. Weiters ist der Flotationserfolg und somit die Eignung der eingesetzten Reagenzien von vielen Parametern, wie Drehzahl, Aufgabe, pH-Wert, Temperatur, etc., abhängig. Um die Ergebnisse der Versuche vergleichen zu können, wurde in den durchgeführten Versuchreihen nur die Drückerkonzentration variiert und alle anderen Parameter konstant gehalten. Weiterführend könnte systematisch die Veränderung weiterer Parameter in Betracht gezogen werden.

Für die Drückung von Apatit und Calcit stellte sich das bereits betrieblich angewandte Reagenz, Quebracho, als die beste Option heraus. Auch die in den Versuchen ermittelte optimale Dosierung wird bereits verwendet. Somit wird bezüglich Calcit und Apatit bereits das Optimum umgesetzt. Ein stärkeres Drücken der beiden Minerale würde zu erheblichen Scheelitverlusten führen.

Keines der getesteten Reagenzien erwies sich als geeigneter Fluorapatit-Drücker, wodurch die Möglichkeit einer physikalischen Trennung angedacht werden sollte.

Ein weiterer wichtiger Punkt ist die Verwachsungscharakteristik, die für Fluorapatit im Rahmen dieser Arbeit nicht gänzlich geklärt werden konnte. Der Verwachsungsgrad ist für den Flotationserfolg von dominierender Bedeutung und sollte somit

hinreichend geklärt werden. Dazu sind weiterführende mineralogische Untersuchungen, wie zum Beispiel ein REM (Rasterelektronenmikroskopie) oder eine MLA (Mineral Liberation Analysis) notwendig. Würde Flussspat eine Verwachsung mit Scheelit zeigen, ist ein Drücken des Flussspates ohne Scheelitverluste nicht möglich.

Der Aufschlussgrad ist auch Voraussetzung für die bereits genannte physikalische Trennung von Flussspat und Scheelit. Aufgrund des großen Dichteunterschiedes von Flussspat ($3,2 \text{ g/cm}^3$) und Scheelit ($6,1 \text{ g/cm}^3$) könnte bei gegebenem Aufschluss eine Dichtesortierstufe ein zufrieden stellendes Ergebnis erzielen. Jedoch ist eine neue Dichtesortierstufe mit großen Investitionskosten verbunden und auch hier ergibt sich die Problematik von Scheelitverlusten.

QUELLEN

- [1] King R.P; Principles of Flotation, South African Institute of Mining and Metallurgy, Johannesburg 1982
- [2] Schubert H; Aufbereitung fester Stoffe, Band II: Sortierprozesse, Freiberg 1995
- [3] Schubert H; Aufbereitung fester Stoffe, Band I: Kennzeichnung von Körnerkollektiven, Kennzeichnung von Aufbereitungs- und Trennerfolg, Zerkleinerung, Klassierung, Freiberg 1989
- [4] Crozier Ronald D; Flotation- Theory, Reagents and Ore Testing, Oxford 1992
- [5] Dow Chemicals; Flotation Fundamentals and Mining Chemicals, Michigan 1970
- [6] Steiner H. J; Grenzkurven der Selektivität – ein Beitrag zur Frage der Auswertung von Flotationsversuchen, Aufbereitungstechnik Nr.6, 1965
- [7] Steiner H.J; Das Flotationsverhalten verwachsener Körner aus kinetischer Sicht, Berg- und Hüttenmännische Monatshefte, JG 118, Heft 8, 1973
- [8] Sager M; Potentiometrische Bestimmung von Fluorid in Festkörpern, Institut für Anorganische Chemie der Universität Wien, Springer Verlag, 1979
- [9] Ballczo H., Sager M; Direkte potentiometrische störungsfreie Fluoridbestimmung in Mineral-, Trink- und Brauchwässern, Springer Verlag, 1979
- [10] Sutherland K.L., Wark I.W; Principles of Flotation, Australasian Institute of Mining and Metallurgy, Melbourne 1955
- [11] Atademir M.R. et al; The Surface Chemistry and Flotation of Scheelite, II. Flotation Collectors, International Journal of Mineral Processing 8, Amsterdam 1981
- [12] Ney P; Zeta Potentiale und Flotierbarkeit von Mineralen, Wien 1973
- [13] Bulatovic S. M; Handbook of Flotation Reagents; Elsevier 2007
- [14] Pugh R., Stenius P; Solution chemistry studies and flotation behavior of apatite, calcite and fluorite minerals with sodium oleate collector, International Journal of Mineral Processin 15, Amsterdam 1985
- [15] Bernardt W; Aufbereitung von Scheelitzerzen. Stand der Technik, BHM 147, Heft 6, 2002
- [16] Weiss V; Über den Stand der Wolframerzaufbereitung und die Scheelitaufbereitung in Tux der ÖAMG; Radex-Rundschau Heft 6, 1966
- [17] Yongxin L., Changgen L; Selective Flotation of scheelite from calcium minerals with sodium aleate as a collector and phosphates as modifiers.

- I. Selective Flotation of Scheelite, International Journal of Mineral Processing 10, 1983
- [18] Yongxin L., Changgen L; Selective Flotation of scheelite from calcium minerals with sodium oleate as a collector and phosphates as modifiers. II The mechanism of the interaction between phosphate modifiers and minerals, International Journal of Mineral Processing 10, 1983
- [19] Bernhardt W; Die Aufbereitung von Wolframerzen unter besonderer Berücksichtigung der flotativen Anreicherung von Scheelit, Dissertation Lehrstuhl für Aufbereitung und Veredlung, MU Leoben, 2007
- [20] Hanna H.S., Somasundaran P; Flotation of Salt Type Minerals, AM Gaudin Memorial Vol 1, SME/AIME
- [21] Glockmann, P; Glockmann's Lehrbuch der Mineralogie, Stuttgart 1948
- [22] Mange M, Maurer H; Schwerminerale in Farbe, Stuttgart 1991
- [23] Bock, R; Handbuch der analytisch chemischen Aufschlussmethoden, Weinheim 2001
- [24] <http://techni.tachemie.uni-leipzig.de/pdf/tcpraktikum/Flotation.pdf> [November 2009]
- [25] <http://webmineral.com/> [November 2009]
- [26] Mühlbauer, G; Diplomarbeit: Untersuchungen zum Aufschluss von Wolframerzkonzentraten. TU Wien, 2009
- [27] <http://www.jagemann-net.de/chemie/chemie12lk/kohlenhydrate/kohlenhydrate.php> [Stand Oktober 2009]
- [28] <http://www.versele-laga.com/Nutri/Nutrition/Library/Versele-Laga/PDF/Products/DE/FishlixGWE2007.pdf> [Stand Oktober 2009]
- [29] <http://de.wikipedia.org/wiki/Zitronens%C3%A4ure> [Stand November 2009]
- [30] <http://www.chemicalbook.com/CAS%5CGIF%5C10043-01-3.gif> [Stand November 2009]

TABELLEN- UND ABBILDUNGSVERZEICHNIS

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Roherz- und Konzentratgehalte.....	4
Tabelle 2: Parameter Herdversuch.....	12
Tabelle 3: Bilanz Herd Versuch.....	12
Tabelle 4: Bilanz Scheelit-Superkonzentrat	15
Tabelle 5: F-Gehalte Aufgabe und Dichteklasse $>3,31 \text{ g/cm}^3$	16
Tabelle 6: Eigenschaften von Olein.....	24
Tabelle 7: Eigenschaften von Montanol	25
Tabelle 8: Eigenschaften von Quebrachoextrakt	28
Tabelle 9: Charakterisierung Stabmühle.....	32
Tabelle 10: Charakterisierung des Flotationsapparates	34
Tabelle 11: Flotationsparameter 1	35
Tabelle 12: Flotationsparameter 2	35
Tabelle 13: CaF ₂ -Aufgabegehalte	44

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Inhaltsausbringen Quebracho-Reihe.....	3
Abbildung 2: Kristallstruktur von Scheelit, aus [21] Seite 619	8
Abbildung 3: Kristallstruktur von Flussspat, aus [21] Seite 488.....	9
Abbildung 4: Kristallstruktur von Apatit, aus [20] Seite 148.....	10
Abbildung 5: Kristallstruktur von Calcit, aus [20] Seite 565.....	10
Abbildung 6: Abmessungen Herdversuch.....	12
Abbildung 7: Herstellung Super-Konzentrat	14
Abbildung 8: Fluorit Korn	14
Abbildung 9: Flussspat Korn in der Dichteklasse $2,80/3,31\text{g/cm}^3$	18
Abbildung 10: Verwachsenes Korn in der Dichteklasse $2,80/3,31\text{g/cm}^3$	19
Abbildung 11: Verwachsenes Korn in der Dichteklasse $2,80/3,31\text{g/cm}^3$	19
Abbildung 12: Verwachsenes Korn 1, Dichteklasse $3,31\text{g/cm}^3$	20
Abbildung 13: Verwachsenes Korn 2, Dichteklasse $3,31\text{g/cm}^3$	20
Abbildung 14: Verwachsenes Korn 3, Dichteklasse $3,31\text{g/cm}^3$	21
Abbildung 15: Allgemeine Struktur von Stärke, aus [13] Seite 69	25
Abbildung 16: Anordnung der Makromoleküle, aus [27]	26

Abbildung 17: Stärkeaufschluss, aus [28].....	27
Abbildung 18: Struktur von Quebracho, aus [13] Seite 69	27
Abbildung 19: Struktur von Zitronensäure [29]	30
Abbildung 20: Struktur von Aluminiumsulfat [30].....	30
Abbildung 21: Scheelit-Ausbringen als Funktion der Soda Zugabe, aus [1] Seite 208	31
Abbildung 22: Korngrößenverteilung abhängig von der Mahldauer im RRSB-Netz ...	33
Abbildung 23: Flotationsmaschine	34
Abbildung 24: Ablauf Flotationsversuche	36
Abbildung 25: Kalibration.....	41
Abbildung 26: Inhaltsausbringen der pH-Wert Reihe	46
Abbildung 27: Inhaltsausbringen mit/ ohne Sodazugabe.....	47
Abbildung 28: Inhaltsausbringen nach Stärkeaufschluss	48
Abbildung 29: Inhaltsausbringen Stärke-Reihe.....	49
Abbildung 30: Inhaltsausbringen Quebracho Reihe	51
Abbildung 31: Gehalt Schaumprodukt 1 Quebracho Reihe	52
Abbildung 32: RDA- Analyse Quebracho Reihe.....	53
Abbildung 33: Kappa Netz: Quebracho Reihe, Apatit-Scheelit.....	54
Abbildung 34: Kappa Netz: Quebracho Reihe, Flussspat-Scheelit.....	55
Abbildung 35: Kappa Netz: Quebracho Reihe, Calcit-Scheelit	56
Abbildung 36: Inhaltsausbringen Wasserglas Reihe.....	57
Abbildung 37: Kappa Netz: Wasserglas Reihe, Scheelit- Flusspat.....	58
Abbildung 38: Inhaltsausbringen Zitronensäure- Reihe.....	59
Abbildung 39: RDA- Analyse Zitronensäure Reihe	60
Abbildung 40: Kappa Netz: Zitronensäure Reihe, Calcit-Scheelit	61
Abbildung 41: Kappa Netz: Zitronensäure Reihe, Flussspat-Scheelit.....	62
Abbildung 42: Inhaltsausbringen Aluminiumsulfat- Reihe.....	63
Abbildung 43: Gehalt des ersten Schaumproduktes, Aluminiumsulfat-Reihe	64
Abbildung 44: Kappa Netz: Aluminiumsulfat Reihe, Flussspat-Scheelit	65
Abbildung 45: Kappa Netz: Aluminiumsulfat Reihe, Calcit- Scheelit.....	66
Abbildung 46: Inhaltsausbringen Aluminiumchlorid Reihe	67
Abbildung 47: Kappa Netz: Aluminiumchlorid Reihe, Flusspat-Scheelit	68

ANHANG**BILANZEN****pH-Wert BILANZ**

		m	WO3 Gehalt	F Gehalt*	P2O5 Gehalt	CaCO3 Gehalt	WO3 Ausbringen	CaF2 Ausbringen	P2O5 Ausbringen	CaCO3 Ausbringen	Scheelit Gehalt	Fluorit-Gehalt*	Apatit Gehalt
		[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
FpH10 pH 7,5	P1	2,64	5,30	1,26	0,60	4,92	25,42	5,79	16,81	10,62	6,58	2,59	2,14
	P2	0,89	3,72	1,36	0,97	9,44	6,04	2,12	9,28	6,91	4,62	2,79	3,48
	Berge	96,46	0,39	0,55	0,07	1,05	68,54	92,09	73,91	82,46	0,49	1,13	0,26
	A	100,00	0,55	0,58	0,09	1,22	100,00	100,00	100,00	100,00	0,68	1,18	0,34
FpH11 pH 7,7	P1	2,87	5,25	1,37	0,60	4,33	32,36	6,82	17,71	11,84	6,52	2,80	2,15
	P2	1,02	3,08	0,70	0,81	7,66	6,73	1,24	8,43	7,44	3,82	1,43	2,88
	Berge	96,11	0,30	0,55	0,07	0,88	60,91	91,95	73,85	80,72	0,37	1,13	0,27
	A	100,00	0,47	0,58	0,10	1,05	100,00	100,00	100,00	100,00	0,58	1,18	0,35
FpH13 pH 8,5	P1	3,86	7,53	1,52	0,90	3,07	59,49	10,16	36,94	9,88	9,35	3,11	3,23
	P2	1,20	4,16	1,03	0,84	5,27	10,19	2,16	10,72	5,26	5,16	2,12	3,01
	Berge	94,94	0,16	0,53	0,05	1,07	30,32	87,68	52,33	84,86	0,19	1,09	0,19
	A	100,00	0,49	0,58	0,09	1,20	100,00	100,00	100,00	100,00	0,61	1,18	0,34
FpH14 pH 9,0	P1	5,35	8,08	2,14	1,10	3,98	80,22	19,87	66,74	14,91	10,03	4,38	3,93
	P2	1,83	2,59	1,01	0,54	5,80	8,80	3,20	11,17	7,42	3,22	2,07	1,93
	Berge	92,82	0,06	0,48	0,02	1,20	10,99	76,93	22,09	77,67	0,08	0,98	0,08
	A	100,00	0,54	0,58	0,09	1,43	100,00	100,00	100,00	100,00	0,67	1,18	0,32
FS016 pH 9,8	P1	9,58	4,82	1,62	0,82	6,26	89,99	27,05	74,80	38,88	5,99	3,33	2,92
	P2	4,10	0,69	0,64	0,18	6,38	5,47	4,54	7,06	16,97	0,85	1,31	0,64
	Berge	86,32	0,03	0,46	0,02	0,79	4,54	68,41	18,15	44,15	0,03	0,94	0,08
	A	100,00	0,51	0,58	0,10	1,54	100,00	100,00	100,00	100,00	0,64	1,18	0,37

* F Gehalte berechnet nach Kalibration in Kapitel 7.1.

Anhang

FpH08 pH 11	P1	10,08	4,54	1,53	0,84	7,29	82,33	26,79	76,97	58,34	5,64	3,14	3,01
	P2	4,33	1,16	0,65	0,19	5,49	9,04	4,87	7,53	18,88	1,44	1,33	0,69
	Berge	85,59	0,06	0,46	0,02	0,34	8,63	68,34	15,50	22,79	0,07	0,94	0,07
	A	100,00	0,56	0,58	0,11	1,26	100,00	100,00	100,00	100,00	0,69	1,18	0,39
FpH09 pH 12	P1	11,93	2,89	0,87	0,64	5,17	67,51	18,09	70,91	48,24	3,58	1,79	2,30
	P2	8,26	1,04	0,69	0,18	4,18	16,85	9,98	13,59	26,99	1,29	1,43	0,64
	Berge	79,81	0,10	0,52	0,02	0,40	15,64	71,93	15,50	24,77	0,12	1,06	0,08
	A	100,00	0,51	0,58	0,11	1,28	100,00	100,00	100,00	100,00	0,63	1,18	0,39
FpH05 pH 8,50 ohne Soda	P1	2,32	4,12	1,09	1,19	4,85	19,44	4,28	28,91	11,21	5,11	2,24	4,25
	P2	0,65	5,20	1,41	1,63	11,45	6,90	1,56	11,12	7,44	6,46	2,89	5,82
	Berge	97,03	0,37	0,57	0,06	0,84	73,67	94,16	59,97	81,35	0,46	1,17	0,21
	A	100,00	0,49	0,59	0,10	1,00	100,00	100,00	100,00	100,00	0,61	1,21	0,34
FpH06 pH 9,5 ohne Soda	P1	5,49	5,45	1,75	1,09	2,50	63,94	16,33	62,36	14,54	6,78	3,60	3,89
	P2	2,05	3,33	1,07	0,64	5,00	14,56	3,73	13,57	10,85	4,14	2,20	2,27
	Berge	92,46	0,11	0,51	0,03	0,76	21,51	79,94	24,07	74,62	0,14	1,05	0,09
	A	100,00	0,47	0,59	0,10	0,94	100,00	100,00	100,00	100,00	0,58	1,21	0,34

* F Gehalte berechnet nach Kalibration in Kapitel 7.1.

STÄRKE-BILANZ

Vergleich mit/ohne Temperatur

		m	WO3 Gehalt	P2O5 Gehalt	WO3 Ausbringen	P2O5 Ausbringen	Scheelit Gehalt	Apatit Gehalt
		[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
FS019 200 g/t + T	P1	3,04	0,61	0,62	4,20	17,18	0,76	2,23
	P2	1,49	0,86	0,89	2,87	12,02	1,06	3,18
	Berge	95,47	0,43	0,08	92,92	70,79	0,54	0,29
	A	100,00	0,44	0,11	100,00	100,00	0,55	0,39
FS023 300 g/t + T	P1	3,00	0,61	0,37	3,47	12,18	0,76	1,31
	P2	1,66	0,79	0,43	2,49	7,95	0,98	1,55
	Berge	95,34	0,52	0,08	94,04	79,87	0,65	0,27
	A	100,00	0,53	0,09	100,00	100,00	0,65	0,32
FS003 200 g/t	P1	5,50	4,85	1,26	61,87	69,44	6,03	4,50
	P2	3,42	1,32	0,31	10,48	10,48	1,64	1,09
	Berge	91,08	0,13	0,02	27,65	20,08	0,16	0,08
	A	100,00	0,43	0,10	100,00	100,00	0,54	0,36
FS005 300 g/t	P1	4,59	5,27	1,43	57,19	59,84	6,55	5,11
	P2	4,16	1,79	0,45	17,60	16,88	2,22	1,59
	Berge	91,24	0,12	0,03	25,22	23,28	0,15	0,10
	A	100,00	0,42	0,11	100,00	100,00	0,53	0,39

Anhang

Stärke-Versuchsreihe:

		m	WO3 Gehalt	F Gehalt*	P2O5 Gehalt	CaCO3 Gehalt	WO3 Ausbringen	CaF2 Ausbringen	P2O5 Ausbringen	CaCO3 Ausbringen	Scheelit Gehalt	CaF2 Gehalt*	Apatit Gehalt
		[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
FS016 Nullv.	P1	9,58	4,83	1,62	0,82	6,31	89,99	27,05	74,80	39,07	6,00	3,33	2,92
	P2	4,10	0,69	0,64	0,18	6,38	5,47	4,54	7,06	16,91	0,85	1,31	0,64
	Berge	86,32	0,03	0,46	0,02	0,79	4,54	68,41	18,15	44,01	0,03	0,94	0,08
	A	100,00	0,51	0,58	0,10	1,55	100,00	100,00	100,00	100,00	0,64	1,18	0,37
FS014 30g/t	P1	8,15	5,06	1,74	0,93	7,04	79,00	24,57	73,48	51,16	6,28	3,56	3,32
	P2	2,94	1,51	0,69	0,26	6,28	8,52	3,50	7,53	16,46	1,88	1,41	0,94
	Berge	88,92	0,07	0,47	0,02	0,41	12,48	71,92	18,99	32,38	0,09	0,95	0,08
	A	100,00	0,52	0,58	0,10	1,12	100,00	100,00	100,00	100,00	0,65	1,18	0,37
FS012 50g/t	P1	7,00	4,78	2,02	1,05	6,36	68,20	24,56	68,18	27,65	5,94	4,14	3,75
	P2	3,41	2,09	0,82	0,35	6,51	14,53	4,86	11,03	13,81	2,59	1,68	1,24
	Berge	89,59	0,09	0,45	0,03	1,05	17,27	70,58	20,79	58,53	0,12	0,93	0,09
	A	100,00	0,49	0,58	0,11	1,61	100,00	100,00	100,00	100,00	0,61	1,18	0,38
FS013 75g/t	P1	6,01	5,61	2,24	1,15	7,11	71,74	23,43	67,95	34,48	6,97	4,60	4,11
	P2	3,84	1,82	0,85	0,33	8,14	14,85	5,69	12,56	25,18	2,26	1,75	1,19
	Berge	90,15	0,07	0,45	0,02	0,55	13,42	70,87	19,49	40,33	0,09	0,93	0,08
	A	100,00	0,47	0,58	0,10	1,24	100,00	100,00	100,00	100,00	0,58	1,18	0,36
FS017 100g/t	P1	5,16	3,72	2,90	1,17	5,44	35,23	26,03	57,62	22,08	4,62	5,95	4,18
	P2	2,07	3,81	1,01	0,67	7,99	14,53	3,66	13,17	13,03	4,74	2,08	2,38
	Berge	92,76	0,30	0,44	0,03	0,89	50,24	70,31	29,21	64,90	0,37	0,89	0,12
	A	100,00	0,54	0,58	0,10	1,27	100,00	100,00	100,00	100,00	0,68	1,18	0,37
FS021 150g/t	P1	5,03	3,37	2,73	1,18	2,97	31,14	23,85	56,58	12,92	4,19	5,60	4,21
	P2	2,37	2,88	1,00	0,59	4,37	12,53	4,14	13,39	8,96	3,57	2,06	2,11
	Berge	92,60	0,24	0,45	0,03	0,98	40,29	72,00	30,03	78,12	0,29	0,92	0,12
	A	100,00	0,46	0,58	0,10	1,16	83,96	100,00	100,00	100,00	0,57	1,18	0,37
FS019 200g/t	P1	3,04	0,61	5,93	0,62	4,41	4,20	31,37	17,18	12,31	0,76	12,16	2,23
	P2	1,49	0,86	2,32	0,89	2,05	2,87	6,02	12,02	2,80	1,06	4,77	3,18
	Berge	95,47	0,43	0,38	0,08	0,97	92,92	62,61	70,79	84,89	0,54	0,77	0,29
	A	100,00	0,44	0,58	0,11	1,09	100,00	100,00	100,00	100,00	0,55	1,18	0,39

Anhang

FS020 250g/t	P1	2,64	0,63	5,63	0,88	8,47	3,73	25,78	21,67	22,08	0,78	11,54	3,13
	P2	1,12	0,77	1,68	0,97	2,56	1,94	3,28	10,21	2,84	0,95	3,44	3,46
	Berge	96,24	0,45	0,42	0,08	0,79	97,80	70,94	68,12	75,08	0,56	0,87	0,27
	A	100,00	0,46	0,58	0,11	1,01	103,46	100,00	100,00	100,00	0,57	1,18	0,38
FS023 300g/t	P1	3,00	0,61	4,21	0,37	3,10	3,47	21,93	12,18	8,98	0,76	8,63	1,31
	P2	1,66	0,79	1,46	0,43	1,58	2,49	4,22	7,95	2,53	0,98	3,00	1,55
	Berge	95,34	0,52	0,45	0,08	0,96	94,04	73,85	79,87	88,50	0,65	0,91	0,27
	A	100,00	0,53	0,58	0,09	1,04	100,00	100,00	100,00	100,00	0,65	1,18	0,32
FS010 500g/t	P1	2,77	0,65	5,50	0,51	4,85	3,48	26,45	12,72	12,11	0,81	11,28	1,81
	P2	1,17	1,04	3,10	0,66	4,28	2,36	6,32	7,05	4,53	1,29	6,36	2,37
	Berge	96,06	0,51	0,40	0,09	0,96	94,16	67,23	80,23	83,36	0,63	0,83	0,33
	A	100,00	0,52	0,58	0,11	1,11	100,00	100,00	100,00	100,00	0,64	1,18	0,39

* F Gehalte berechnet nach Kalibration in Kapitel 7.1.

QUEBRACHO-BILANZ

		m	WO3 Gehalt	F Gehalt*	P2O5 Gehalt	CO2 Gehalt	WO3 Ausbringen	CaF2 Ausbringen	P2O5 Ausbringen	CaCO3 Ausbringen	Scheelit Gehalt	CaF2 Gehalt	Apatit Gehalt	CaCO3 Gehalt
		[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
FS016 Nullv.	P1	9,58	4,82	1,62	0,82	2,75	89,99	27,05	74,80	38,88	5,99	3,33	2,92	6,26
	P2	4,10	0,69	0,64	0,18	2,80	5,47	4,54	7,06	16,97	0,85	1,31	0,64	6,38
	Berge	86,32	0,03	0,46	0,02	0,35	4,54	68,41	18,15	44,15	0,03	0,94	0,08	0,79
	A	100,00	0,51	0,58	0,10	0,68	100,00	100,00	100,00	100,00	0,64	1,18	0,37	1,54
FQ004 30 g/t	P1	3,97	10,46	3,11	0,71	0,66	78,62	21,44	28,60	4,44	12,99	6,37	2,53	1,51
	P2	1,38	3,33	1,45	0,76	1,49	8,71	3,47	10,62	3,47	4,14	2,97	2,70	3,39
	Berge	94,65	0,07	0,46	0,06	0,58	12,67	75,09	60,78	92,09	0,09	0,94	0,23	1,31
	A	100,00	0,53	0,58	0,10	0,59	100,00	100,00	100,00	100,00	0,66	1,18	0,35	1,35
FQ003 50 g/t	P1	3,41	9,19	2,60	0,28	0,68	60,42	15,44	9,90	4,45	11,42	5,34	1,01	1,55
	P2	1,37	4,94	2,41	0,37	1,05	12,99	5,73	5,16	2,73	6,13	4,94	1,31	2,39
	Berge	95,22	0,15	0,48	0,09	0,51	26,59	78,83	84,94	92,82	0,18	0,98	0,31	1,16
	A	100,00	0,52	0,58	0,10	0,52	100,00	100,00	100,00	100,00	0,65	1,18	0,35	1,19
FQ002 100 g/t	P1	2,37	8,30	2,35	0,14	1,06	39,11	9,72	3,22	4,43	10,31	4,83	0,48	2,40
	P2	1,27	6,61	1,92	0,17	0,79	16,71	4,24	2,14	1,78	8,21	3,93	0,60	1,81
	Berge	96,35	0,23	0,51	0,10	0,55	44,18	86,04	94,64	93,79	0,29	1,05	0,35	1,26
	A	100,00	0,50	0,58	0,10	0,57	100,00	100,00	100,00	100,00	0,63	1,18	0,36	1,29

* F Gehalte berechnet nach Kalibration in Kapitel 7.1.

WASSERGLAS-BILANZ

		m	WO3 Gehalt	F Gehalt*	P2O5 Gehalt	CaCO3 Gehalt	WO3 Ausbringen	CaF2 Ausbringen	P2O5 Ausbringen	CaCO3 Ausbringen	Scheelit Gehalt	CaF2 Gehalt*	Apatit Gehalt
		[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
FS016 Nullversuch	P1	9,58	4,83	1,62	0,82	6,31	89,99	27,05	74,80	39,07	6,00	3,33	2,92
	P2	4,10	0,69	0,64	0,18	6,38	5,47	4,54	7,06	16,91	0,85	1,31	0,64
	Berge	86,32	0,03	0,46	0,02	0,79	4,54	68,41	18,15	44,01	0,03	0,94	0,08
	A	100,00	0,51	0,58	0,10	1,55	100,00	100,00	100,00	100,00	0,64	1,18	0,37
FWg001 50 g/t	P1	8,42	4,60	1,76	0,93	4,70	84,40	25,68	74,80	38,47	5,71	3,60	3,33
	P2	5,08	0,80	0,69	0,18	4,48	8,80	6,08	8,71	22,09	0,99	1,41	0,64
	Berge	86,51	0,04	0,45	0,02	0,47	6,80	68,24	16,49	39,44	0,04	0,93	0,07
	A	100,00	0,46	0,58	0,10	1,03	100,00	100,00	100,00	100,00	0,57	1,18	0,37
FWg002 100 g/t	P1	7,39	5,23	1,75	1,01	6,45	86,37	22,42	74,29	45,95	6,50	3,58	3,61
	P2	3,88	0,84	0,68	0,23	5,24	7,28	4,55	8,92	19,57	1,04	1,38	0,83
	Berge	88,74	0,03	0,47	0,02	0,40	6,34	73,03	16,79	34,48	0,04	0,97	0,07
	A	100,00	0,45	0,58	0,10	1,04	100,00	100,00	100,00	100,00	0,56	1,18	0,36
FWg003 P 200 g/t	1	7,73	4,83	1,87	0,97	6,14	87,33	25,20	75,56	45,46	6,00	3,84	3,46
	P2	4,57	0,63	0,67	0,19	5,30	6,73	5,35	8,53	23,17	0,78	1,38	0,66
	Berge	87,69	0,03	0,46	0,02	0,37	5,94	69,45	15,91	31,37	0,04	0,93	0,06
	A	100,00	0,43	0,575368	0,10	1,05	100,00	100,00	100,00	100,00	0,53	1,18	0,35

* F Gehalte berechnet nach Kalibration in Kapitel 7.1.

ZITRONENSÄURE-BILANZ

		m	WO3 Gehalt	F Gehalt*	P2O5 Gehalt	CaCO3 Gehalt	WO3 Ausbringen	CaF2 Ausbringen	P2O5 Ausbringen	CaCO3 Ausbringen	Scheelit Gehalt	CaF2 Gehalt*	Apatit Gehalt
		[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
FS016 Nullversuch	P1	9,58	4,83	1,62	0,82	6,31	89,99	27,05	74,80	39,07	6,00	3,33	2,92
	P2	4,10	0,69	0,64	0,18	6,38	5,47	4,54	7,06	16,91	0,85	1,31	0,64
	Berge	86,32	0,03	0,46	0,02	0,79	4,54	68,41	18,15	44,01	0,03	0,94	0,08
	A	100,00	0,51	0,58	0,10	1,55	100,00	100,00	100,00	100,00	0,64	1,18	0,37
FZs002 50 g/t	P1	6,61	5,07	2,09	1,15	5,25	77,24	24,06	73,65	32,14	6,29	4,30	4,11
	P2	3,65	1,38	0,67	0,28	5,76	11,64	4,26	9,82	19,46	1,72	1,38	0,99
	Berge	89,74	0,05	0,46	0,02	0,58	11,12	71,68	16,52	48,40	0,07	0,94	0,07
	A	100,00	0,43	0,58	0,10	1,08	100,00	100,00	100,00	100,00	0,54	1,18	0,37
FZs001 100 g/t	P1	5,04	6,19	2,75	1,47	5,36	71,89	24,12	73,60	17,86	7,69	5,64	5,25
	P2	1,06	3,72	1,13	0,65	6,86	9,05	2,07	6,83	4,79	4,62	2,31	2,33
	Berge	93,90	0,09	0,45	0,02	1,25	19,06	73,80	19,57	77,35	0,11	0,93	0,08
	A	100,00	0,43	0,58	0,10	1,51	100,00	100,00	100,00	100,00	0,54	1,18	0,36
FZs003 200 g/t	P1	4,52	8,26	3,46	1,57	3,60	69,26	27,18	71,95	15,93	10,26	7,10	5,61
	P2	2,04	3,94	0,95	0,44	4,84	14,92	3,38	9,09	9,67	4,89	1,95	1,57
	Berge	93,44	0,09	0,43	0,02	0,81	15,82	69,44	18,96	74,40	0,11	0,88	0,07
	A	100,00	0,54	0,58	0,10	1,02	100,00	100,00	100,00	100,00	0,67	1,18	0,35

* F Gehalte berechnet nach Kalibration in Kapitel 7.1.

ALUMINIUMSULFAT-BILANZ

		m	WO3 Gehalt	F Gehalt*	P2O5 Gehalt	CaCO3 Gehalt	WO3 Ausbringen	CaF2 Ausbringen	P2O5 Ausbringen	CaCO3 Ausbringen	Scheelit Gehalt	CaF2 Gehalt*	Apatit Gehalt
		[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
FS016 Nullv.	P1	9,58	4,83	1,62	0,82	6,31	89,99	27,05	74,80	39,07	6,00	3,33	2,92
	P2	4,10	0,69	0,64	0,18	6,38	5,47	4,54	7,06	16,91	0,85	1,31	0,64
	Berge	86,32	0,03	0,46	0,02	0,79	4,54	68,41	18,15	44,01	0,03	0,94	0,08
	A	100,00	0,51	0,58	0,10	1,55	100,00	100,00	100,00	100,00	0,64	1,18	0,37
Falsulfat 003 50 g/t	P1	7,57	6,00	1,96	1,08	7,63	86,77	25,72	78,34	40,07	7,45	4,01	3,86
	P2	3,25	1,06	0,66	0,23	7,02	6,58	3,76	7,13	15,83	1,32	1,36	0,82
	Berge	89,18	0,04	0,45	0,02	0,71	6,65	70,52	14,53	44,10	0,05	0,93	0,06
	A	100,00	0,52	0,58	0,10	1,44	100,00	100,00	100,00	100,00	0,65	1,18	0,37
Falsulfat 001 100 g/t	P1	6,52	7,85	2,03	1,13	8,44	87,80	22,98	75,32	35,07	9,75	4,16	4,04
	P2	3,29	1,29	0,80	0,27	7,61	7,25	4,56	9,01	15,96	1,60	1,64	0,96
	Berge	90,19	0,03	0,46	0,02	0,85	4,95	72,46	15,67	48,97	0,04	0,95	0,06
	A	100,00	0,58	0,58	0,10	1,57	100,00	100,00	100,00	100,00	0,72	1,18	0,35
Falsulfat 002 200 g/t	P1	5,80	7,71	2,27	1,22	9,64	86,66	22,94	76,82	41,91	9,57	4,67	4,36
	P2	2,21	1,54	0,76	0,30	8,80	6,57	2,92	7,20	14,53	1,91	1,56	1,08
	Berge	91,99	0,04	0,46	0,02	0,63	6,78	74,13	15,97	43,56	0,05	0,95	0,06
	A	100,00	0,52	0,58	0,09	1,34	100,00	100,00	100,00	100,00	0,64	1,18	0,33

* F Gehalte berechnet nach Kalibration in Kapitel 7.1.

ALUMINIUMCHLORID-BILANZ

		m	WO3 Gehalt	F Gehalt*	P2O5 Gehalt	CaCO3 Gehalt	WO3 Ausbringen	CaF2 Ausbringen	P2O5 Ausbringen	CaCO3 Ausbringen	Scheelit Gehalt	Fluorit-Gehalt*	Apatit Gehalt
		[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
FS016 Nullv.	P1	9,58	4,83	1,62	0,82	6,31	89,99	27,05	74,80	39,07	6,00	3,33	2,92
	P2	4,10	0,69	0,64	0,18	6,38	5,47	4,54	7,06	16,91	0,85	1,31	0,64
	Berge	86,32	0,03	0,46	0,02	0,79	4,54	68,41	18,15	44,01	0,03	0,94	0,08
	A	100,00	0,51	0,58	0,10	1,55	100,00	100,00	100,00	100,00	0,64	1,18	0,37
							0,00						
FAI 007 50g/t	P1	6,78	5,66	1,98	1,17	6,32	81,93	23,33	75,95	41,25	7,03	4,06	4,18
	P2	3,16	1,41	0,73	0,28	5,56	9,55	3,99	8,54	16,92	1,76	1,49	1,01
	Berge	90,05	0,04	0,46	0,02	0,48	8,52	72,68	15,51	41,83	0,06	0,95	0,06
	A	100,00	0,47	0,58	0,10	1,04	100,00	100,00	100,00	100,00	0,58	1,18	0,37
							0,00						
FAI 005 100 g/t	P1	6,77	6,05	1,86	1,16	8,07	82,42	21,91	74,77	53,31	7,51	3,82	4,14
	P2	3,12	1,37	0,75	0,30	7,17	8,62	4,07	8,94	21,81	1,71	1,54	1,08
	Berge	90,11	0,05	0,47	0,02	0,28	8,96	74,02	16,30	24,88	0,06	0,97	0,07
	A	100,00	0,50	0,58	0,11	1,03	100,00	100,00	100,00	100,00	0,62	1,18	0,38
							0,00						
Fai 006 200g/t	P1	6,89	5,40	2,12	1,12	8,11	84,21	25,32	76,30	50,28	6,71	4,34	4,00
	P2	1,98	1,59	0,72	0,29	6,51	7,10	2,47	5,67	11,59	1,97	1,47	1,04
	Berge	91,14	0,04	0,46	0,02	0,46	8,69	72,21	18,03	38,12	0,05	0,93	0,07
	A	100,00	0,44	0,58	0,10	1,11	100,00	100,00	100,00	100,00	0,55	1,18	0,36

* F Gehalte berechnet nach Kalibration in Kapitel 7.1.

KALIBRATION RFA

CaF2		Fluoridelektrode*		RFA Bestimmung*		Berchnung nach Kalibration
lfd. Nr. /	Standard Nr.	F	CaF2	F	CaF2	polynomisch RFA
DSH006	16	4,73	9,69	4,62	9,49	9,69
DSH004	14	2,38	4,88	2,52	5,18	4,85
DSH005	15	1,51	3,09	1,54	3,16	3,15
DSH003	11	0,80	1,65	0,31	0,64	1,50
DSH002	17	0,59	1,21	0,16	0,33	1,17

* RFA Bestimmung mit Multi Res Vac ohne Compton Ausgleich (Pulverprobe)

* Bestimmung nach alkalischen Sielbertiegel Aufschluss

$y=a*x^2+b*x+c$		
a	b	c
0,0431	0,4887	1,1676