

Response surface modeling and optimization of process parameters for leaching of zinc oxide ore with ammonia and ammonium bicarbonate solutions followed by flotation

Modelowanie powierzchni odpowiedzi i optymalizacja parametrów procesu ługowania rudy tlenku cynku roztworami amoniaku i wodorowęglanu amonu z następczą flotacją

DOI: 10.15199/62.2015.7.3

Tlenkową rudę cynku (zawartość cynku 12,22%), zawierającą głównie smitsonit i hemimorfit oraz sfaleryt i skałę płonną, poddano ługowaniu wodnymi roztworami amoniaku i wodorowęglanu amonu i przeprowadzono badania optymalizacyjne, stosując metodę powierzchni odpowiedzi na 3 zmienne niezależne (stężenia amoniaku i wodorowęglanu amonu oraz czas ługowania). Wyznaczono wielomianowy model procesu (współczynnik wielokrotnej korelacji $R^2 = 0,9926$) i obliczono optymalne wartości zmiennych niezależnych (stężenie amoniaku 2,23 mol/L, stężenie wodorowęglanu amonu 2,90 mol/L, czas ługowania 1,65 h). W tych warunkach wydajność procesu ługowania cynku wyniosła 59,04% i była w przybliżeniu równa wydajności prognozowanej 59,75%. Do odzyskania siarcz-

A highly alk. refractory ZnO ore (Zn content 12.22%) was leached with aq. NH_3 and NH_4HCO_3 solns. (concns. up to 3 and up to 4.50 mol/L, resp.) for 2 h using the response surface method. The optimum leaching conditions were detd. (NH_3 concn. 2.23 mol/L, NH_4HCO_3 concn. 2.90 mol/L, leaching time 1.65 h). Under the optimum conditions, the Zn recovery degree was 59.04% (model-predicted value 59.75%). The leaching residues were processed by a closed-circuit flotation to recover ZnS contained. Total Zn recovery degree was 94.29%.

Zinc is widely used in many industrial fields¹⁾. Its consumption ranks fourth among global metals. It is principally employed in zinc alloy manufacturing and in galvanizing processes. It is also used as a chemical additive during the production of rubbers and coatings²⁻³⁾. Zinc is mainly produced from zinc sulfide ores, which are continuously being exhausted⁴⁻⁵⁾. As a consequence, and faced with rapid economic development, it is increasingly important to efficiently recover zinc from refractory zinc oxide ores. Flotation is the most commonly used method for the recovery of zinc oxide



Yingbo MAO is doctoral candidate at the State Key Laboratory of Complex Nonferrous Metal Resources Clean Utilization, Kunming University of Science and Technology, Kunming, China. He is engaged in the research works of mineral processing and reaction kinetics.

Yingbo MAO jest doktorantem w State Key Laboratory of Complex Nonferrous Metal Resources Clean Utilization, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, Chiny. Specjalność – pozyskiwanie metali nieżelaznych, modelowanie reakcji ługowania tych metali.



Prof. Shuming WEN is scientific worker at the State Key Laboratory of Complex Nonferrous Metal Resources Clean Utilization, Kunming University of Science and Technology, Kunming, China. He is engaged in the research works of mineral processing and reaction kinetics.

Prof. Shuming WEN jest pracownikiem naukowym w State Key Laboratory of Complex Nonferrous Metal Resources Clean Utilization, Kunming University of Science and Technology, Kunming, Chiny. Specjalność – pozyskiwanie metali nieżelaznych, modelowanie reakcji ługowania tych metali.

ku cynku z pozostałości po ługowaniu zastosowano proces flotacji. Hybrydowy „metalurgiczno-flotacyjny” proces obejmujący amoniakalne ługowanie rudy i flotację pozostałości po ługowaniu tlenkowej rudy cynku umożliwił wydobyć 94,29% cynku zawartego w rudzie.

Cynk jest ważnym metalem szeroko stosowanym w wielu dziedzinach przemysłu¹⁾. Pod względem zużycia zajmuje 4. miejsce wśród wszystkich metali. Jest on przede wszystkim stosowany jako składnik stopów metali oraz do wytwarzania powłok galwanizacyjnych, ale także służy jako dodatek w produkcji gumy i powłok^{2,3)}. Głównym źródłem cynku są siarczkowe rudy cynku, które jednak szybko się wyczerpują^{4,5)}. W konsekwencji tego, a także wobec szybkiego rozwoju światowej gospodarki jest rzeczą bardzo ważną, aby skutecznie wydobywać cynk także z trudnych do przerobu tlenkowych rud cynku. Najbardziej skuteczną metodą wydzielenia cynku z tych rud jest flotacja, która jest obecnie przedmiotem intensywnych badań⁶⁾. Do tego celu można stosować też kilka innych metod, takich jak ługowanie kwasami, amoniakiem lub zasadami⁷⁾. Do kwaśnego ługowania stosuje się zazwyczaj kwas siarkowy. Roztworza on jednak również metale szlachetne, związki wapnia, magnezu, żelaza, krzemu oraz inne zanieczyszczenia. Z tego powodu zużycie czynnika ługującego jest duże, a uzyskany roztwór jest silnie zanieczyszczony. W środowisku kwaśnym łatwo tworzy się silikazel, który utrudnia proces rozdzielenia układu ciecz-ciało stałe. Kwas siarkowy jest zatem mało selektywnym czynnikiem ługującym⁸⁻¹⁰⁾. W wyniku ługowania amoniakiem lub zasadami tworzą się liczne kompleksy cynku, podczas gdy skała płonna nie ulega roztworzeniu. Dzięki temu ługowanie amoniakiem i ługowanie alkaliczne są często stosowane^{11,12)}.

Metoda powierzchni odpowiedzi RSM (*response surface method*)¹³⁻¹⁵⁾ stanowi kombinację metod matematycznych i statystycznych. RSM polega na takim dopasowaniu zakrzywionej powierzchni wyznaczonej w badaniach doświadczalnych, aby symulowała ona rzeczywistą zakrzywioną powierzchnię w stanie granicznym i umożliwiała rzetelną analizę wyników. Metoda wielowariantowej kwadratowej regresji jest stosowana jako narzędzie wyznaczania zależności. Wzajemne oddziaływanie wszystkich czynników oraz wyniki badań zostają dopasowane wielomianem, który dokładnie wyraża zależności między wszystkimi czynnikami a wartościami odpowiedzi. Optymalne wartości parametrów są odczytywane z kształtu powierzchni odpowiedzi. W ten sposób można skutecznie ograniczyć koszty badań.

Stosowana w badaniach ruda to tlenkowa ruda cynku z dużą zawartością mułu i wysoce zasadową skałą płonną, której nie można się łatwo pozbyć wyłącznie przez flotację. Do optymalizacji procesu ługowania amoniakalnego zastosowano metodę RSM. Mineral siarczek cynku zawarty w pozostałości po amoniakalnym ługowaniu może być odzyskany przez flotację. Do charakterystyki i analizy pozostałości po ługowaniu stosowano analizę elementarną i fazową oraz dyfrakcję rentgenowską (XRD), a także inne metody, takie jak skaningowa mikroskopia elektronowa (SEM) i spektroskopia z dyspersją energii (EDS). W pracy przedstawiono nowy hybrydowy proces „metalurgiczno-flotacyjny” służący do wyczerpującego przerobu tlenkowych rud cynku, a także podstawy skutecznego wykorzystania tego typu rud.

ores, and extensive studies have been conducted⁶⁾. Several other processes such as acid leaching ammonia leaching, and alkaline leaching can also be used for zinc extraction⁷⁾. For acid leaching, sulfuric acid is mainly used as the leach reagent. The precious metals, Ca, Mg, Fe, Si, and other impurities are also dissolved. Therefore, a large amount of leach reagent is normally consumed and the leach solution is thus contaminated. Silica gel is easily generated from Si in acidic media and this affects the solid-liquid separation process. Sulfuric acid is not very selective⁸⁻¹⁰⁾. During ammonia or alkaline leaching, a variety of zinc complexes form easily while gangue minerals do not dissolve. Consequently, ammonia leaching and alkaline leaching are widely used^{11,12)}.

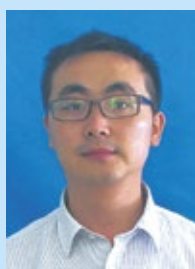
Response surface method (RSM)¹³⁻¹⁵⁾ is a combination of mathematical and statistical methods. It is based on fitting a curved surface through a deterministic test to simulate a real curved surface at its limiting state to carry out a reliability analysis. The multivariate quadratic regression method is used as a tool for function estimation. The inter-relationships between all the factors and the results of the test normally fit a polynomial, which accurately expresses the relationships between the various factors and the response value. The optimum parameters were determined from the shape of the response surface. The cost of the tests can be effectively reduced.

The ore studied was a refractory zinc oxide ore with a high mud content and highly alkaline gangue, which is not recovered easily by flotation alone. Therefore, RSM was used to optimize the ammonia leaching process. The zinc sulfide mineral obtained after ammonia leaching was processed by flotation. A chemical element analysis, a phase analysis, X-ray diffraction (XRD) analysis and other detection means such as scanning electron microscopy (SEM) and energy disperse spectroscopy (EDS) were used for the characterization and analysis of the leach residue. This work thus provides a new ‘metallurgy-flotation’ combined process for the comprehensive recovery of zinc oxide ores and thus lays the foundation for the efficient use of these types of ores.

Experimental

Materials

The ore sample was obtained from Lanping County in Yunnan, China. After the ore was crushed, ground, and uniformly mixed, a chemical multi-element analysis, a zinc phase analysis, and an XRD analysis were conducted and the results are shown in Table 1 and Table 2. The multi-element analysis results are listed in Table 1. The main element recovered was zinc with a content of 12.22%. The principal gangue minerals were CaO and SiO₂, with contents as high as 21.52% and 18.42%, respectively. From the analysis listed in Table 2, the distribution ratio of the zinc oxide minerals was 62.52% and that of the main mineral smithsonite was 54.17% followed by hemimorphite. The distribution rate of the zinc sulfide minerals was 36.50% and this was mainly in the



Ph. Dr. Jiushuai DENG is principal investigator at the State Key Laboratory of Complex Nonferrous Metal Resources Clean Utilization, Kunming University of Science and Technology, Kunming, China. He is engaged in the research works of mineral processing and reaction kinetics.

Dr Jiushuai DENG pracuje jako główny badacz w State Key Laboratory of Complex Nonferrous Metal Resources Clean Utilization, Kunming University of Science and Technology, Kunming, Chiny. Specjalność – pozyskiwanie metali nieżelaznych, modelowanie reakcji ługowania tych metali.

* Corresponding author (autor do korespondencji):

State Key Laboratory of Complex Nonferrous Metal Resources Clean Utilization, Faculty of Land Resource Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China, e-mail: dengshuai689@163.com



Ass. prof. Jianjun FANG is scientific worker at the State Key Laboratory of Complex Nonferrous Metal Resources Clean Utilization, Kunming University of Science and Technology, Kunming, China. He is engaged in the research works of mineral processing and reaction kinetics.

Prof. nadzw. Jianjun FANG jest pracownikiem naukowym w State Key Laboratory of Complex Nonferrous Metal Resources Clean Utilization, Kunming University of Science and Technology, Kunming, Chiny. Specjalność – pozyskiwanie metali nieżelaznych, modelowanie reakcji ługowania tych metali

Część doświadczalna

Materiały

Próbkę rudy uzyskano z Lanping County w Yunnan, Chiny. Po rozdrobieniu, zmieleniu i ujednoczeniu próbki rudy przez mieszanie przeprowadzono jej analizę elementarną, analizę fazową cynku oraz analizę XRD. Wyniki tych analiz zestawiono w tabelach 1 i 2. Wskazują one, że głównym pierwiastkiem zawartym w rudzie był cynk (12,22%). Głównymi składnikami skały płonnej były CaO i SiO₂ (odpowiednio 21,52% i 18,42%). Z danych zawartych w tabeli 2 wynika, że tlenowe związki cynku stanowiły 62,52% masy fazy cynku, a głównymi minerałami były smitsonit (węglan cynku), w ilości 54,17%, oraz hemimorfyt (krzemian cynku). Siarczek cynku stanowił 36,50% masy tej fazy i występował głównie jako sfaleryt. Analiza sitowa wykazała, że cząstki o wielkości poniżej 20 μm stanowiły ok. 25% masy próbki, co wskazywało na gliniasty charakter złoża rudy. Była to zatem tlenkowa ruda cynku o dużej zawartości wapnia i mułu.

Jako czynniki ługujące stosowano amoniak i wodorowęglan amonu cz.d.a. (prod. Xilong Chemical Co., Ltd., Guangdong, Chiny).

Aparatura

Stosowano młyn prętowy o średnicy prętów 200 mm i długości 250 mm (prod. Ore Exploration Machinery Factory, Wuhan, Chiny), precyzyjne mieszadło elektryczne typu JJ-1 (prod. Aohua Instrument Co., Ltd., Changzhou, Chiny), pompę próżniową z obrotowymi łopatkami typu 2XZ-1 (prod. Hongxing Vacuum Equipment Factory Co., Ltd., Jiaojiang, Chiny) oraz flotownik z jedną rynną typu XFD III (prod. Ore Exploration Machinery Factory Co., Ltd., Changchun, Chiny).

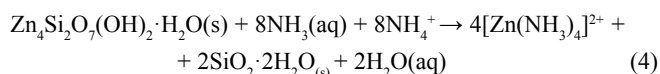
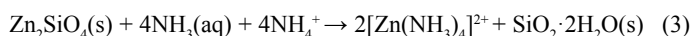
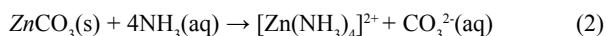
Metodyka badania ługowania

Rudę zmielono w młynie prętowym, tak aby zawartość cząstek o rozmiarach poniżej 74 μm wynosiła 85%. W badaniu ługowania próbkę rudy o masie 50 g wprowadzono do trój szyjnej kolby zawierającej czynnik ługujący w stosunku ciecz-ciało stałe 4:1 (g/mL). Zawartość kolby mieszano w temperaturze pokojowej i pod normalnym ciśnieniem mieszadłem elektrycznym, a po zakończeniu ługowania fazę ciekłą oddzielono od fazy stałej przez filtrację z wykorzystaniem pompy próżniowej. Fazę stałą trzykrotnie przemyto wodą destylowaną i wysuszono oraz zważono. Następnie fazę tę zbadano na zawartość cynku i wyznaczono stopień wydobycia cynku, Y , %, z równania (1):

$$Y = \frac{Q\alpha - m\beta}{Q\alpha} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym Q oznacza masę próbki przed ługowaniem, g , m masę próbki po ługowaniu, α zawartość cynku w próbce przed ługowaniem, %, a β zawartość cynku w pozostałości po ługowaniu, %.

W trakcie ługowania tlenkowej rudy cynku roztworem amoniaku lub wodorowęglanu amonu w próbce zaszły reakcje (2)–(4):



Jony cynku Zn^{2+} tworzyły kompleksy z amoniakiem i występowały głównie jako $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$.

Plan eksperymentu sporządzono zgodnie z zasadami Boksa i Behnkena BBD (Box-Behnken design)^{16,17}. Przyjęto w nim stężenie amoniaku, mol/L, stężenie wodorowęglanu amonu, mol/L, i czas ługowania, h , jako zmienne niezależne i oznaczono odpowiednio X_1 , X_2 , i X_3 . Stopień wydobycia cynku, Y , %, przyjęto jako odpowiedź. Stosując program Design-Expert 7.1.3, przygotowano trójczynnikiowy test RSM na trzech poziomach (tabela 3). W tabeli 4 wykazano łącznie 15 doświadczeń. Doświadczenia 1–12 dotyczyły

Table 1. Multi-element analysis of the ore sample

Tabela 1. Analiza elementarna próbki rudy

Component Składnik	Zn	Pb	TFe	Al ₂ O ₃	SiO ₂	CaO	S
Content Zawartość, %	12.22	0.15	2.56	3.55	18.42	21.52	3.53

Table 2. Zinc phase analysis of the ore sample

Tabela 2. Analiza fazowa cynku w próbce rudy

Phase Faza	Smithsonite Smitsonit	Hemimorphite Hemimorfyt	Sphalerite Sfaleryt	Other Inne	Total Razem
Content Zawartość, %	6.62	1.02	4.46	0.12	12.22
Occupancy Udział, %	54.17	8.35	36.50	0.98	100.00

form of sphalerite. By a sieve analysis of the crude ore we found the component of less than 20 μm, which accounted for around 25% of the total and thus serious argillization of the ore was evident. Consequently, this was a refractory zinc oxide ore with a high calcium and mud content.

The leaching reagents used were analytically pure ammonia and ammonium bicarbonate (Xilong Chemical Co., Ltd., Guangdong, China).

Equipment

The equipment used were a Φ 200 mm × 250 mm rod mill (Ore Exploration Machinery Factory in Wuhan), a JJ-1 precise energizing electric stirrer (Aohua Instrument Co., Ltd., Changzhou, China), a 2XZ-1 rotary vane vacuum pump (Hongxing Vacuum Equipment Factory Co., Ltd., Jiaojiang, China), and an XFD III single-trough flotation machine (Ore Exploration Machinery Factory Co., Ltd., Changchun, China).

Leaching procedure

The ore was ground using the rod mill to the extent that 85% of the particles were below 74 μm in size. A 50-g sample was added to a three-necked flask containing the leach reagent at a liquid to solid ratio of 4:1, g/mL. As per the design of the response surface optimization test and at normal temperature and pressure, an electric stirrer was used to agitate the leach slurry. After the leach ended, suction filtration was carried out using a vacuum pump for solid-liquid separation. The solids were washed three times with distilled water. The leach residue was then dried and weighed for sample preparation. After that, the zinc grade of the sample was examined and analyzed, and the zinc leach rate, Y , %, was calculated using Eq. (1). Here, Q is the sample mass before the leach, g ; m is the leach residue mass after the leach, g ; α is the zinc grade before sample leaching, %; and β is the zinc grade of the leach residue sample leaching, %.

For the zinc oxide ore leach in the ammonia/ammonium bicarbonate solution the main reactions (2)–(4) occur. From the chemical equations given, zinc ammonia complexes were formed by Zn^{2+} and NH_3 and they mainly exist as $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$.

According to the design principles of the Box-Behnken (BBD) central composite test^{16,17}, the ammonia and ammonium bicarbonate concentrations, mol/L, and the leaching time, h , were used as variables and expressed as X_1 , X_2 , and X_3 , respectively. The zinc leach rate, Y , %, was the response value. Using Design-Expert 7.1.3 software, a RSM test design using three factors and three levels was compiled, as shown in Table 3. The results were shown in Table 4 with 15 experimental points in total. The 1st to the 12th tests constituted

zmian wartości zmiennych niezależnych w wierzchołkach obszaru, a doświadczenia 13–15 odnosiły się do środka trójwymiarowego obszaru. Były one trzykrotnie powtarzane głównie w celu wyznaczenia błędu doświadczalnego¹⁸⁾.

Stosując program Design-Expert, wyznaczono wielowariantową kwadratową regresję (tabela 4) i określono wielomianowy kwadratowy model regresji wpływu niezależnych zmiennych X_1 , X_2 , i X_3 na wydajność ługowania tlenkowej rudy cynku, określony równaniem (5):

$$Y = -32.65 + 29.61X_1 + 7.75X_2 + 58.50X_3 + 1.65X_1X_2 + 5.44X_1X_3 + 3.04X_2X_3 - 9.73X_1^2 - 2.83X_2^2 - 24.12X_3^2 \quad (5)$$

w którym X_1 i X_2 oznaczają stężenia, mol/L, odpowiednio amoniaku i wodorowęglanu amonu, a X_3 oznacza czas ługowania, h. Analiza wariancyjna i określenie istotności współczynnika regresji zostały przeprowadzone na modelu zakrzywionej kwadratowej płaszczyzny określonej równaniem (5).

Uzyskane wyniki zestawiono w tabeli 5. Wartość F dopasowania modelu wyniosła 74,52, a wartość P była mniejsza niż 0,01% z prawdopodobieństwem popelnienia błędu wynoszącym zaledwie 0,01%¹⁸⁾. Istotność prawdopodobieństwa P dla efektu liniowego (X_1 , X_2 , X_3),

Table 3. Test factors and levels

Tabela 3. Czynniki i poziomy doświadczenia

Independent variables Zmienne niezależne	Codes Oznaczenia	Levels and ranges Poziomy i zakresy		
		-1	0	1
Ammonia concentration Stężenie amoniaku, mol/L	X_1	1	2	3
Ammonium bicarbonate concentration Stężenie wodorowęglanu amonu, mol/L	X_2	0.5	2.5	4.5
Leaching time Czas ługowania, h	X_3	1	1.5	2

Table 4. Box-Behnken design scheme and response values

Tabela 4. Plan Boksa i Behnkena oraz wartości odpowiedzi

Run Doświadczenie	Ammonia concentration Stężenie amoniaku, X_1 , mol/L	Ammonium bicarbonate concentration Stężenie wodorowęglanu amonu, X_2 , mol/L	Leaching time Czas ługowania, X_3 , h	Y , %
1	1.00	0.50	1.50	33.73
2	3.00	0.50	1.50	34.18
3	1.00	4.50	1.50	34.64
4	3.00	4.50	1.50	48.32
5	1.00	2.50	1.00	40.82
6	3.00	2.50	1.00	40.22
7	1.00	2.50	2.00	40.36
8	3.00	2.50	2.00	50.64
9	2.00	0.50	1.00	40.26
10	2.00	4.50	1.00	38.34
11	2.00	0.50	2.00	38.42
12	2.00	4.50	2.00	48.66
13	2.00	2.50	1.50	58.92
14	2.00	2.50	1.50	58.64
15	2.00	2.50	1.50	58.76

3-dimensional vertices according to variations of the independent variables, while the 13th, 14th, and 15th tests constituted the center of the 3-dimensional region. These were repeated three times mainly to estimate the experimental error¹⁸⁾.

Using the Design-Expert software, multivariate quadratic regression fitting was performed on the data in Table 4, and a quadratic polynomial regression model of the zinc oxide ore leach rate with regard to the independent variables X_1 , X_2 , and X_3 was eventually obtained as Eq. (5). Here, X_1 and X_2 are the concentrations, mol/L, of ammonia and ammonium bicarbonate, respectively; and X_3 is the leaching time, h. Subsequently, variance analysis and regression coefficient significance detection were conducted on the quadratic curved surface model given in Eq. (5) and the results are listed in Table 5.

As shown in Table 5, the F value of the fitting model was 74.52, and the P value was less than 0.01% with a probability of only 0.01% being caused by error¹⁸⁾. In the model, the significance probability P of the linear term (X_1 , X_2 , X_3), the quadratic term (X_1^2 , X_2^2 , X_3^2), and the interaction term (X_1X_2 , X_1X_3 , X_2X_3) of the factors on the result were all less than 0.05. This indicated that the three factors and their interactions were significant. Therefore, the effect of these factors on the zinc leach rate decreased as follows: ammonia concentration – ammonium bicarbonate concentration > ammonium bicarbonate concentration – leaching time > ammonia concentration – leaching time. Moreover, we found through the variance analysis that the determination coefficient of the model R^2 and the adjusted determination coefficient R_{Adj}^2 were 0.9926 and 0.9793, respectively, which indicated that 99.26% of the response value changes could be explained by this model. Additionally, the signal-to-noise ratio was 23.005, which is much larger than 4.0 and thus the model was highly reliable^{19, 20)}.

Table 5. Variance analysis of the regression model

Tabela 5. Analiza wariancji i model regresji

Source Wejście	Sum of squares Suma kwadratów	Degree of freedom Liczba stopni swobody	Mean squares Średnie kwadraty	F-values Wartość F	P-values Wartość P
Model	1133.53	9	125.95	74.52	< 0.0001
X_1	70.86	1	70.86	41.93	< 0.0013
X_2	68.27	1	68.27	40.40	0.0014
X_3	42.50	1	42.50	25.15	0.0041
X_1X_2	43.76	1	43.76	25.89	0.0038
X_1X_3	29.59	1	29.59	17.51	0.0086
X_2X_3	36.97	1	36.97	21.87	0.0054
X_1^2	349.77	1	349.77	206.96	< 0.0001
X_2^2	473.39	1	473.39	280.10	< 0.0001
X_3^2	134.27	1	134.27	79.45	0.0003
Residual Reszta	8.45	5	1.69	--	--
Lack of fit Brak dopasowania	8.41	3	2.80	142.07	0.0500
Pure error Błąd czysty	0.039	2	0.020	--	--
Cor total Suma	1141.98	14	--	--	--

Note: $P < 0.0001$ is the most significant; $P < 0.01$ is more significant; $P < 0.05$ is significant; $R^2 = 0.9926$; $R_{adj}^2 = 0.9793$; $R_{pred}^2 = 0.8821$; Adeq Precision = 23.00

Uwagi: $P < 0.0001$ różnica bardzo wysoce istotna; $P < 0.01$ różnica bardzo istotna; $P < 0.05$ różnica istotna; $R^2 = 0.9926$; $R_{adj}^2 = 0.9793$; $R_{pred}^2 = 0.8821$; adekwatna precyzja = 23,005

kwadratowego (X_1^2, X_2^2, X_3^2) i zakładającego wzajemne oddziaływanie czynników (X_1X_2, X_1X_3, X_2X_3) na wyniki była w każdym przypadku mniejsza niż 0,05. Wskazuje to na istotność oddziaływania wszystkich trzech zmiennych niezależnych. Wpływ tych czynników na wydajność odzysku cynku maleje w szeregu: stężenie amoniaku – stężenie wodorowęglanu amonu > stężenie amoniaku – czas ługowania > stężenie amoniaku – czas ługowania. Analiza wariancyjna wykazała ponadto, że wyznaczony współczynnik modelu R^2 i skorygowany współczynnik modelu R_{Adj}^2 wynosiły odpowiednio 0,9926 i 0,9793, co wskazuje na to, że model ten wyjaśnia 99,26% zmian wartości odpowiedzi. Dodatkowo, stosunek sygnał-szum wynosił 23,005 i był o wiele większy niż 4,0, w związku z czym model można było uznać za wiarygodny^{19, 20}.

Oporając się na wynikach analizy modelu regresji uzyskanych za pomocą programu Design-Expert, sporządzono trójwymiarowe wykresy wpływu stężenia amoniaku, stężenia wodorowęglanu amonu i czasu ługowania na wydajność procesu ługowania cynku. Kształty sporządzonych powierzchni odpowiedzi stanowiły podstawę do analizy wpływu poszczególnych czynników na wydajność ługowania cynku (rys. 1–3).

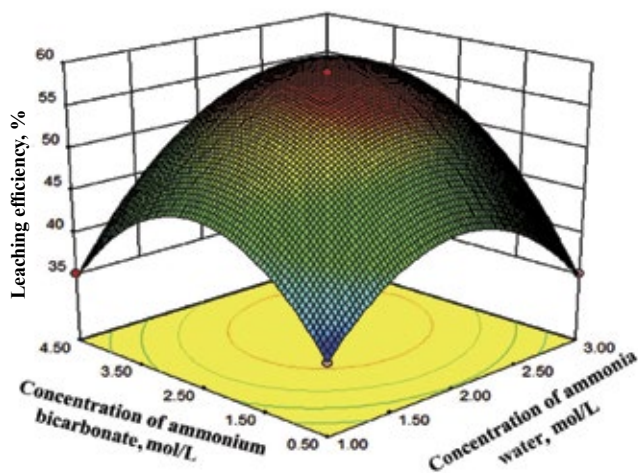


Fig. 1. Response surface plot of the influence of ammonia concentration and ammonium bicarbonate concentration on the zinc leach rate

Rys. 1. Powierzchnia odpowiedzi wpływu stężenia amoniaku i wodorowęglanu amonu na stopień wydobycia cynku

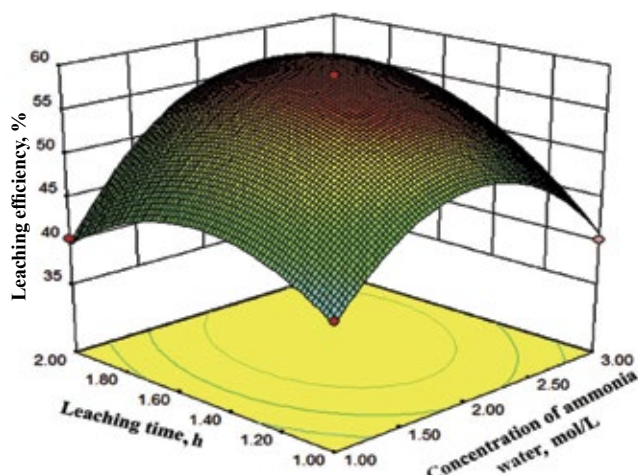


Fig. 2. Response surface plot of the influence of ammonia concentration and leaching time on the zinc leach rate

Rys. 2. Powierzchnia odpowiedzi wpływu stężenia wodorowęglanu amonu i czasu ługowania na stopień wydobycia cynku

Based on the analysis of the regression model, three-dimensional graphs of the ammonia concentration, the ammonium bicarbonate concentration, and the leaching time with respect to the zinc leach rate were plotted using the Design-Expert software. The shapes of the fitted response surfaces were then examined for an analysis of the influence of the factors on the zinc leach rate, as shown in Fig. 1–3.

Flotation procedure

After the ammonia leaching of the zinc oxide ore, the zinc mineral in the leach residue was mainly a zinc sulfide mineral, and it was consequently recovered by flotation. Therefore, the effect of the flotation flow sheet, the pH of the pulp, the activating agent, the collecting agent, and the foaming agent on flotation were investigated. An optimal flotation process was eventually obtained, i.e., a closed-circuit flotation flow sheet consisting of one roughing, one scavenging, and three cleaning steps. During this process, lime was used to adjust the pH of the pulp and copper sulfate, butyl xanthate and terpenic oil were used as the activating agent, the collecting agent and the foaming agent, respectively. The doses of the chemicals used were 750 g/t, 110 g/t, and 90 g/t, respectively. Additionally, the flotation flow sheet is shown in Fig. 4.

For each test, 500 g leach residue was weighed using an analytical balance, and the residue was then added to the trough of a 1.5-L single-trough flotation machine to conduct roughing flotation as per the test design scheme. Subsequently, the roughed concentrate was transferred to a 0.5-L single-trough flotation machine for cleaning. Scavenging was then carried out on the roughed tailings. The concentrate, the tailings, and the middlings were then filtered, dried, and prepared as samples, respectively. The grade and recovery of the samples were then obtained.

Results

At a leaching time of 1.5 h, the influence of the ammonia and the ammonium bicarbonate concentrations on the zinc leach rate are shown in Fig. 1. With an increase in the ammonia concentration and the ammonium bicarbonate concentration, the zinc leach rate

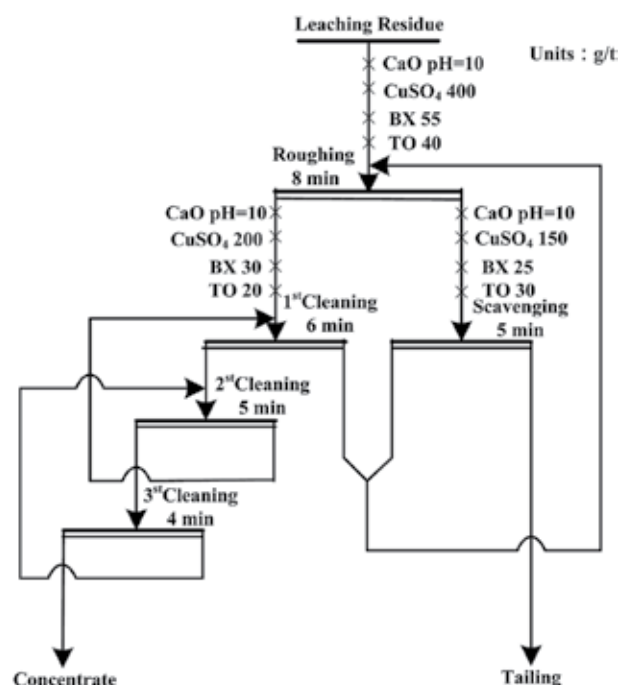


Fig. 4. Closed-circuit process

Rys. 4. Proces ługowania z zamkniętym obiegiem

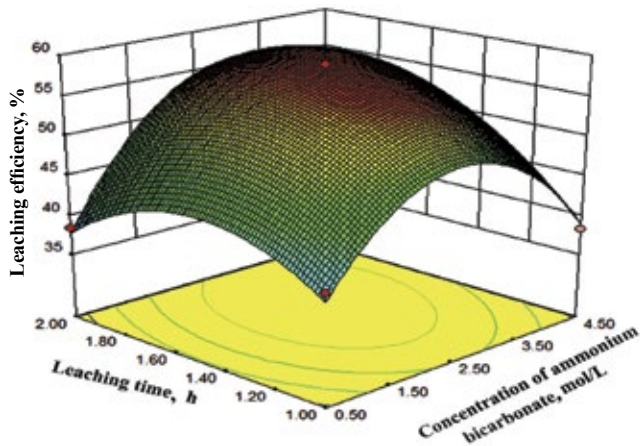


Fig. 3. Response surface plot of the influence of ammonium bicarbonate concentration and leaching time on the zinc leach rate

Rys. 3. Powierzchnia odpowiedzi wpływu stężenia wodorowęglanu amonu i czasu ługowania na stopień wydobywania cynku

Metodyka badania flotacji

Siarcezek cynku zawarty w pozostałości po amoniakalnym ługowaniu tlenkowej rudy cynku wydobyto przez flotację. Zbadano przy tym wpływ sposobu flotacji, pH pulpy, dawki czynnika aktywującego, rodzaju czynnika zbierającego i środka pieniącego na przebieg flotacji. Za optymalny uznano proces z zamkniętym obiegiem mediów, składający się ze stadium obróbki wstępnej, stadium przepłukiwania oraz trzech stadiów oczyszczania. Do nastawiania pH użyto wapna, a siarczek miedzi, ksantogenian butylu i olejek terpenowy zastosowano jako środki odpowiednio aktywujące, zbierające i pieniące. Ich dawki wynosiły odpowiednio 750 g/t, 110 g/t i 90 g/t. Schemat procesu flotacji przedstawiono na rys. 4. W badaniu flotacji pozostałość po ługowaniu, 500 g, zważono na wadze analitycznej i wprowadzono do rynnny maszyny flotacyjnej (1,5 L), aby przeprowadzić wstępną flotację zgodnie ze schematem doświadczenia. Następnie wstępny koncentrat przeniesiono do rynnny maszyny flotacyjnej (0,5 L) w celu oczyszczenia. Surowe odpady z procesu flotacji poddano dalszemu przerobowi. Koncentrat, odpady i półprodukty odpowiednio odsączono, wysuszono i przygotowano jako próbki do analizy (wyznaczenie składu i stopni wydobywania cynku).

Omówienie wyników

Wpływ stężenia amoniaku i wodorowęglanu amonu na wydajność wydobywania cynku po czasie ługowania 1,5 h pokazano na rys. 1. Wydajność ta mieściła się w zakresie 33,73–58,92% i osiągała maksimum przy stężeniach amoniaku i wodorowęglanu amonu wynoszących odpowiednio 2 mol/L i 2,5 mol/L. Po przekroczeniu tych wartości stężenia wydajność ługowania cynku malała. Ponadto, w przypadku gdy stężenia te znajdowały się na swoich najwyższych lub najniższych poziomach (odpowiednio 1 mol/L i 0,5 mol/L, 3 mol/L i 0,5 mol/L lub 1 mol/L i 4,5 mol/L), wydajność ługowania cynku była najmniejsza. Wskazuje to na bardzo znaczny wpływ stężenia obu czynników ługujących na wydajność wydobywania cynku.

Wpływ stężenia amoniaku i czasu ługowania na wydajność wydobywania cynku przy stężeniu wodorowęglanu amonu

varied between 33.73 and 58.92%, and it reached a maximum at ammonia and ammonium bicarbonate concentrations of 2 mol/L and 2.5 mol/L, respectively. After this point, the zinc leach rate decreased. Additionally, when the concentrations of each leach reagent were at their highest or lowest levels (ammonia concentration and ammonium bicarbonate concentration 1 mol/L and 0.5 mol/L, 3 mol/L and 0.5 mol/L or 1 mol/L and 4.5 mol/L), the zinc leach rate was the lowest. This result indicates that the zinc leach rate was dramatically influenced by the concentration ratio of the leach reagents.

At an ammonium bicarbonate concentration of 2.5 mol/L, the influence of ammonia concentration and leaching time on the zinc leach rate are given in Fig. 2. At varying ammonia concentrations, the zinc leach rate first increased and then decreased with an increase in leaching time. Under different leaching time conditions the rate also increased initially and then decreased with an increase in ammonia concentration. The zinc leach rate was the lowest at an ammonia concentration of 1 mol/L and a leaching time of 1 h. A maximum was achieved at an ammonia concentration of 2 mol/L and a leaching time of 1.5 h.

At an ammonia concentration of 2 mol/L the influence of ammonium bicarbonate concentration and leaching time on the zinc leach rate was determined and shown in Fig. 3. Here, a similar variation law to that in Fig. 2 was found, i.e., with an increase in ammonium bicarbonate concentration and leaching time, the zinc leach rate first increased and then decreased and a maximum was achieved at an ammonium bicarbonate concentration of 2.5 mol/L and a leaching time of 1.5 h.

Response surface optimization

To obtain the optimum zinc leach rate under the most economical conditions, the regression model equation and the RSM results were used. The highest zinc leach rate was determined upon an analysis and this leach rate was also predicted using the point prediction function as implemented in the Design-Expert software. The leach conditions obtained upon optimization were: ammonia and ammonium bicarbonate concentrations of 2.23 mol/L and 2.90 mol/L, respectively, and a leaching time of 1.65 h. Under these conditions, verification tests were conducted three times and an average leach rate of 59.04% was obtained while the predicted rate was 59.75%. The experimental and the predicted values are approximately equal, which verifies the reliability of this model.

Leach residue analysis

Chemical multi-element analysis, zinc phase analysis, and XRD analysis were also conducted on the leach residue. These results were compared with those of the crude ore and the results are shown in Tables 6 and 7, and Fig. 5 b.

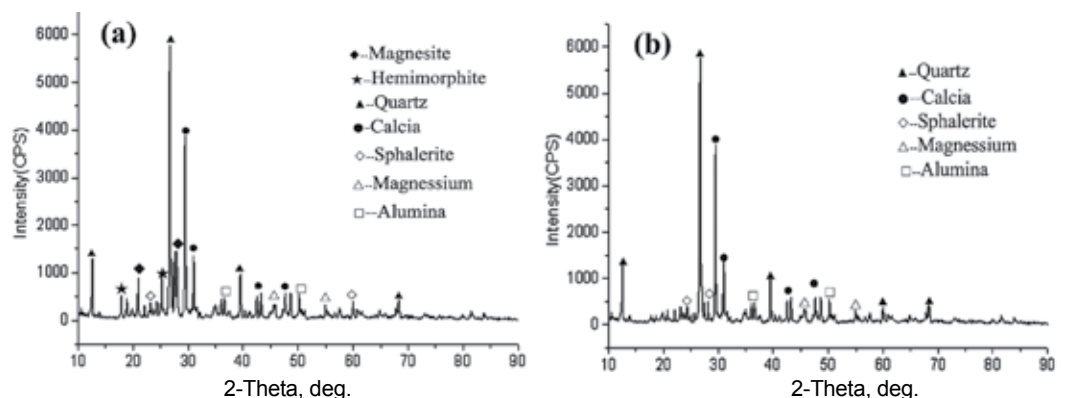


Fig. 5. XRD patterns of (a) the crude ore and (b) the leach residue

Rys. 5. Widma XRD surowej rudy (a) i pozostałości po ługowaniu (b)

2,5 mol/L przedstawiono na rys. 2. Przy zmianie stężenia amoniaku wydajność procesu ługowania cynku najpierw wzrastała, a wraz z przedłużaniem czasu ługowania malała. Podobnie w miarę przedłużania czasu ługowania wydajność tego procesu najpierw rosła, a potem malała wraz ze zwiększaniem stężenia amoniaku. Wydajność procesu ługowania cynku była najmniejsza przy stężeniu amoniaku 1 mol/L i czasie ługowania 1 h. Największą wydajność osiągnięto przy stężeniu amoniaku 2 mol/L po czasie ługowania 1,5 h.

Wpływ stężenia wodorowęglanu amonu i czasu ługowania na wydajność procesu ługowania cynku przy stężeniu amoniaku 2 mol/L przedstawiono na rys. 3. Stwierdzono tu podobne zależności jak na rys. 2. Przy zwiększaniu stężenia wodorowęglanu amonu i przedłużaniu czasu ługowania wydajność procesu wydobycia cynku najpierw wzrastała, a następnie malała, przy czym maksymalną jej wartość stwierdzono dla stężenia wodorowęglanu amonu 2,5 mol/L i czasu ługowania 1,5 h.

Optimalizacja powierzchni odpowiedzi

Wyznaczone równanie regresji oraz wyniki badania RSM umożliwiły znalezienie warunków optymalnych pod względem ekonomicznym po wykorzystaniu funkcji prognostycznych w programie Design-Expert. Optymalizacja wykazała, że najkorzystniejsze były stężenia amoniaku i wodorowęglanu amonu odpowiednio 2,23 mol/L i 2,90 mol/L oraz czas ługowania 1,65 h. Przeprowadzone trzykrotnie w tych warunkach doświadczenia weryfikujące wykazały, że średnia wydajność procesu ługowania cynku wyniosła 59,04%, podczas gdy wartość prognozowana wynosiła 59,75%. Obie te wartości były w przybliżeniu sobie równe, co świadczy o wiarygodności wyznaczonego modelu.

Skład pozostałości po ługowaniu

Wyniki analizy elementarnej, analizy fazowej cynku oraz analizy XRD pozostałości po ługowaniu zostały zestawione w tabelach 6 i 7 oraz na rys. 5b i porównane z wynikami analiz surowej rudy. Jak wynika z danych zawartych w tabeli 7 ok. 97,28% smitsonitu i 64,70% hemimorfitu zostało wylugowane i przeszło do roztworu w postaci amonowych kompleksów cynku. Pozostałe minerały zawierające cynk nie zostały wylugowane i nadal były obecne w pozostałości po ługowaniu. Wyniki analizy elementarnej podane w tabeli 6 oraz wyniki analizy XRD rudy przed i po ługowaniu (rys. 5) wskazują, że kwarc i tlenek wapnia były głównymi składnikami pozostałości po ługowaniu. Ze względu na małe zawartości smitsonitu i hemimorfitu w pozostałości po ługowaniu w widmie XRD nie zaobserwowano pików odpowiadających tym minerałom. W przeciwieństwie do nich sfaleryt nadal był tam obecny, co wskazuje na to, że nie został on wylugowany z układu.

Analizy SEM i EDS surowej rudy i pozostałości po ługowaniu (odpowiednio rys. 6a i 6b) wskazały, że znaczna część rudy miała postać

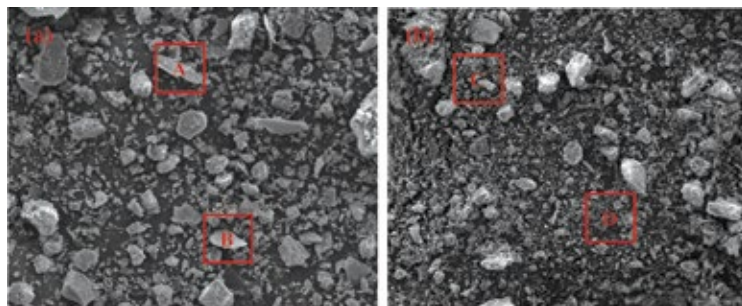


Fig. 6. SEM images of (a) the crude ore and (b) the leach residue

Rys. 6. Obrazy SEM surowej rudy (a) i pozostałości po ługowaniu (b)

As shown in Table 7, approximately 97.28% of the smithsonite and 64.70% of the hemimorphite were leached and entered the leach solution in the form of a zinc ammonia complex. The other zinc minerals were not leached and were still present in the leach residue. From the chemical multi-element analysis results given in Table 6 and the XRD results before and after leaching shown in Fig. 5, it can be concluded that quartz and calcium oxide were still the main minerals. Because the unleached smithsonite and hemimorphite contents were relatively low, their characteristic peaks were not present in the XRD patterns. However, sphalerite was present indicating that sphalerite was not leached in this system.

SEM and EDS analyses were conducted on the unleached ore sample and on the leach residue. SEM images of the ore sample before and after leaching are shown in Fig. 6 a and 6 b, respectively, from which we found that most of the crude ore particles appeared as big lumps with a smooth surface, a clear profile, and a dense structure. Because the ore was dissolved and corroded upon ammonia leaching, the leach residue particles decreased in size and a loose and porous surface resulted, leading to an increase in the specific surface area. EDS analysis results are plotted in Table 8. A relatively significant variation in zinc content was evident before and after leaching, indicating that a large amount of zinc was leached. Additionally, a slight increase in silicon content was also obtained, which shows that the silicon and quartz in hemimorphite were not leached. Little change in sulfur was observed indicating that the zinc sulfide mineral in the ore was not leached upon ammonia leaching.

Table 8. EDS analysis results for Points A and B in Fig. 6a and Points C and D in Fig. 6b

Tabela 8. Wyniki analizy EDS w punktach A i B na rys. 6a i w punktach C i D na rys. 6b

Element Pierwiastek	Content Zawartość, % mas.			
	A	B	C	D
Zn	12.62	12.18	4.26	5.21
C	5.61	5.98	3.35	2.92
O	18.92	20.16	17.87	19.20
S	3.12	3.66	3.44	3.51
Pb	0.24	0.19	-	-
Fe	2.88	3.16	3.01	2.67
Si	24.07	21.11	31.22	34.18
Ca	28.13	29.43	29.24	26.57
Al	4.41	4.13	6.61	5.74

Table 6. Multi-element analysis of the leach residue

Tabela 6. Analiza elementarna pozostałości po ługowaniu

Component Składnik	Zn	Pb	TFe	Al ₂ O ₃	SiO ₂	CaO	S
Content Zawartość, %	5.01	0.12	2.78	3.18	21.22	20.43	3.98

Table 7. Zinc phase analysis of the leach residue

Tabela 7. Analiza fazowa cynku w pozostałości po ługowaniu

Phase Faza	Smithsonite Smitsonit	Hemimorphite Hemimorfit	Sphalerite Sfaleryt	Other Inne	Total Razem
Content Zawartość, %	0.18	0.36	4.42	0.07	5.01
Occupancy Udział, %	3.59	7.19	88.22	1.0	100.00

dużych brył o gładkiej powierzchni, jasnym profilu i zwartej strukturze. Ponieważ w trakcie amoniakalnego ługowania ruda uległa częściowemu rozpuszczeniu i korozji, pozostałość po ługowaniu miała cząstkę o mniejszych rozmiarach oraz luźną i porowatą strukturę, co doprowadziło do zwiększenia się powierzchni właściwej. Wyniki analizy EDS zestawione w tabeli 8 wskazują na względnie duże zmiany zawartości cynku w rudzie przed i po ługowaniu, co oznacza, że znaczna część cynku została wylugowana. Zaobserwowano również niewielki wzrost zawartości krzemu, co oznaczało, że zawarty w hemimorficie krzem i kwarc nie zostały wylugowane. Również niewielkie zmiany zawartości siarki wskazują na to, że siarczek cynku nie uległ wylugowaniu pod działaniem amoniaku.

Flotacja pozostałości po ługowaniu

Uzyskane wyniki flotacji (tabela 9) wykazały, że stopień wydobywania cynku wyniósł 86,06%. W przeliczeniu na surową rudę stanowiło to 35,25%. Całkowita wydajność procesu „metalurgiczno-flotacyjnego” wyniosła 94,29%, co oznaczało wysoką jego efektywność. Wyniki analizy fazowej pozostałości po flotacji przedstawiono w tabeli 10. Zawarty w pozostałości po amoniakalnym ługowaniu rudy siarczek cynku został zatem efektywnie odzyskany przez flotację, dzięki czemu problem niskiego stopnia wydobywania cynku przez ługowanie został ostatecznie rozwiązany przez zastosowanie flotacji.

Podsumowanie i wnioski

Zbadano trudną do przerobu tlenkową rudę cynku, zawierającą alkaaliczną skałę płonną o dużej zawartości wapnia oraz mułu. Zawartość cynku w tej rudzie wynosiła 12,22%, a stopień jej utlenienia wynosił 62,52%. Głównymi składnikami mineralnymi rudy był smitsonit i hemimorfit. Skała płonna zawierała głównie CaO i SiO₂ (odpowiednio 21,52% i 18,42%).

Przeprowadzono badania optymalizacyjne, stosując metodę powierzchni odpowiedzi na 3 zmienne niezależne (stężenia amoniaku i wodorowęglanu amonu oraz czas ługowania), które wpływały na wydajność procesu ługowania. Współczynnik wielokrotnej korelacji $R^2 = 0,9926$ wskazywał na dobrą zgodność między doświadczalnymi i prognozowanymi wynikami skuteczności ługowania. Wyznaczono optymalne wartości zmiennych niezależnych: stężenie amoniaku 2,23 mol/L, stężenie wodorowęglanu amonu 2,90 mol/L oraz czas ługowania 1,65 h. W tych warunkach wydajność procesu ługowania cynku wyniosła 59,04% i była w przybliżeniu równa wydajności prognozowanej 59,75%. W ten sposób zweryfikowano wiarygodność modelu.

W trakcie amoniakalnego ługowania czynniki wpływające na wydajność procesu ługowania cynku miały w szeregu: stężenie amoniaku – stężenie wodorowęglanu amonu > stężenie wodorowęglanu amonu – czas ługowania > stężenie amoniaku – czas ługowania.

Do odzyskania siarczku cynku z pozostałości po ługowaniu zastosowano proces flotacji, składający się ze stadium obróbki wstępnej, stadium przepłukiwania oraz trzech stadiów oczyszczania. Uzyskano korzystne wyniki (zawartość cynku 44,22%, stopień wydobywania cynku 86,06% w stosunku do pozostałości po ługowaniu oraz 35,25% w stosunku do surowej rudy). Hybrydowy „metalurgiczno-flotacyjny” proces obejmujący amoniakalne ługowanie rudy i flotację pozostałości po ługowaniu tlenkowej rudy cynku umożliwił wydobywanie 94,29% zawartego w rudzie cynku i pełne wykorzystanie surowca.

Praca była finansowana przez National Natural Science Foundation of China (51364017&51404119&51464029), Natural Science Foundation of Yunnan Province Education Department (2014Y084) i Excellent Doctoral Dissertation Foundation of Kunming University of Science and Technology (41118011).

Received/Otrzymano: 28-03-2015

REFERENCES

LITERATURA

1. N. Luptáková, F. Pešlová, J. Kliber, *Metallurgiya* 2015, **54**, 1, 43.
2. M. Ejtemaei, M. Gharabaghi, M. Irannajad, *Adv. Colloid Interface Sci.* 2014, **206**, 4, 68.
3. S.L. Yang, J. Zhang, J. Lian, Y.P. Lei, *Materials Design* 2013, **49**, 8, 602.

Table 9. Closed-circuit test results

Tabela 9. Wyniki doświadczenia w zamkniętym obiegu

Product Produkt	Yield Wydajność, %	Grade Zawartość, %	Recovery Stopień wydobywania, %
Concentrate Koncentrat	9.75	44.22	86.06
Tailing Odpady	90.25	0.72	13.94
Leaching residue Pozostałość po ługowaniu	100.00	5.01	100.00

Table 10. Phase analysis of zinc in the tailings

Tabela 10. Fazowa analiza cynku w pozostałościach

Phase Faza	Smithsonite Smitsonit	Hemimorphite Hemimorfit	Sphalerite Sfaleryt	Total Razem
Content Zawartość, %	0.14	0.33	0.35	0.72
Occupancy Udział, %	19.44	45.83	34.73	100.00

Flotation

As shown by the test results (Table 9), relative to the leach residue, the flotation recovery rate of zinc was 86.06%. Relative to the crude ore, the zinc recovery rate was 35.25%. The total zinc recovery rate of the whole 'metallurgy-flotation' process was ultimately 94.29%. Therefore, the efficient recovery of zinc was achieved. To further examine the flotation effect, a phase analysis was carried out on the flotation tailings and the obtained results are shown in Table 10. After the ammonia leaching of the zinc oxide ore, the zinc sulfide mineral in the leach residue was effectively recovered by flotation and thus the low recovery rate problem in the direct flotation of the crude ore was effectively resolved.

Conclusion

Refractory zinc oxide ore containing high-calcium alkaline gangue and a high mud content was analyzed. The zinc content was 12.22% and the oxidation rate was found to be 62.52%. The main minerals in this ore were smithsonite and hemimorphite. The main gangue minerals were CaO and SiO₂ with contents as high as 21.52% and 18.42%, respectively.

Based on RSM, optimization tests were conducted using three factors (ammonia concentration, ammonium bicarbonate concentration, and leaching time) because these factors influence the zinc leach rate. A multiple correlation coefficient of the regression model was ultimately obtained, i.e., $R^2 = 0.9926$ and this value indicated a good agreement between the experimental and the predicted leaching efficiency. The three optimal leach conditions obtained were: NH₃ concentration of: 2.23 mol/L, NH₄HCO₃ concentration of 2.90 mol/L, and a leaching time of 1.65 h. Under these conditions, the zinc leach rate obtained was 59.04%, which is approximately equal to the predicted value of 59.75%. The reliability of the model was thus verified.

During the ammonia leaching process the influence of the relevant zinc leach rate factors decreased as follows: ammonia con-

4. M. Irannajad, M. Ejtemaei, M. Gharabaghi, *Minerals Eng.* 2009, **22**, 9-10, 766.
5. A. Navidi Kashani, F. Rashchi, *Minerals Eng.* 2008, **21**, 12, 967.
6. M. Ejtemaei, M. Irannajad, M. Gharabaghi, *Minerals Eng.* 2011, **24**, 13, 1402.
7. W.K. Choi, A.E. Torma, R.W. Ohline, E. Ghali, *Hydrometallurgy* 1993, **33**, 1-2, 137.
8. A.D. Souza, P.S. Pina, F.M.F. Santos, C.A. da Silva, *Hydrometallurgy* 2009, **95**, 3-4, 207.
9. T.Z. Chen, J. Dutrizac, *JOM* 2001, **53**, 12, 32.
10. T.M. Cheng, G. Demopoulos, EPD Congress 1997.
11. T.H. Yuan, Q.Y. Cao, J. Li, *Hydrometallurgy* 2010, **104**, 2, 136.
12. M.A. Bezerra, R.E. Santelli, E.P. Oliveira, L.S. Villar, L.A. Escalreira, *Talanta* 2008, **76**, 5, 965.
13. M.S. Secula, G.D. Suditu, I. Poullos, C. Cojocar, *Chem. Eng. J.* 2008, **411**, 1, 18.
14. F. Gönen, Z. Aksu, *J. Hazardous Materials* 2008, **154**, 1-3, 731.
15. J.F. Fu, Y.Q. Zhao, Q.L. Wu, *J. Hazardous Materials* 2007, **144**, 1, 499.
16. X. Xu, M. He, *Experiment design and design-expert. SPSS software application*, Science Press, Beijing 2010.
17. Z. Liu, R. Huang, A. Tian, *Experimental design and data processing*, Chemistry Industry Press, Beijing 2005.
18. Q.H. Li, C.L. Fu, *Food Chem.* 2005, **92**, 4, 701.
19. M.A. Haider, K. Pakshirajan, *Appl. Biochem. Biotechnol.* 2007, **141**, 2-3, 377.
20. G.Q. Liu, X.L. Wang, *Appl. Microbiol. Biotechnol.* 2007, **74**, 1, 78.

centration – ammonium bicarbonate concentration > ammonium bicarbonate concentration – leaching time > ammonia concentration – leaching time.

For the zinc sulfide mineral in the leach residue, a flotation process consisting of one roughing, one scavenging, and three cleaning steps was used. Favorable results were obtained as the zinc grade was 44.22%, the recovery rate was 86.06% relative to the leach residue, and the recovery rate was 35.25% relative to crude ore. Therefore, upon using a 'metallurgy-flotation' combined process for 'ammonia leaching-leaching residue flotation' on the zinc oxide ore, the final zinc recovery rate was 94.29% and the efficient use of the resource was thus achieved.

This research project was supported by the National Natural Science Foundation of China (51364017&51404119&51464029), Natural Science Foundation of Yunnan Province Education Department (2014Y084) and Excellent Doctoral Dissertation Foundation of Kunming University of Science and Technology (41118011).



PETRO BIZNES

**OGÓLNOPOLSKI KONGRES
PALIWA - CHEMIA - GAZ**

**Polscy championi w branży
petrochemicznej i gazowej
po dekadzie zmian**

SZCZEGÓŁOWE INFORMACJE: WWW.PETROBIZNES.PL

Partner Strategiczny	Partner Główny	Partner	Współorganizator	Organizator
				
Patronat Honorowy				
				
				