

Lähteülesanne

Sissejuhatus: Eesti Geoloogiateenistuse (EGT) üks tegevussuund on maapõues leiduvate kriitiliste toormete uurimine. Fosforiiti peetakse kriitilise tähtsusega ressursiks, mille suurimad teadaolevad varud Euroopa Liidus paiknevad just Eestis. Fosforiit on seni huvi pakkunud oma suhteliselt kõrge fosforisisalduse tõttu. Fosforiidis leidub aga ka märkimisväärses koguses haruldasi muldmetalle, mistõttu võib fosforiit olla haruldaste muldmetallide potentsiaalseks toormeks. Võttes arvesse edusamme fosfaattoorme väärindamise tehnoloogiate arendamises kogu maailmas, analüüsib Eesti Geoloogiateenistus oma teadus- ja arendusprojekti raames olemasolevaid meetodeid, et määrata kindlaks parim võimalik lahendus Eesti fosforiidi väärindamiseks. Lõpliku otsuse tegemiseks on vajalik olemasolevate tehnoloogiate optimeerimine ja arendamine, kohandamaks neid Eesti materjali spetsiifikaga, hõlmates sealhulgas ka teostatavuse eeluringuid ja protsesside läbiviimise võimalikkuse demonstreerimist tehnoloogilisel skaalal.

Tööde ulatus: Eesti fosforiidi väärindamise katsetamine väävel- ja soolhappelise töötuse teel suurima lisandväärtusega toodete saamiseks, uurides samal ajal haruldaste muldmetallide eraldamise võimalusi. Taitja teeb oma teadmiste ja Tellija esitatud andmete põhjal ettepaneku laboriskaalal katsete (*bench scale testing*) kava kohta. Pärast katseplaanis kokkuleppimist viib Taitja läbi vajalikud katsed laboriskaalal ja esitab esialgsed tulemused, mille osaks on ka teostatavuse eelhinnangud väävel- ja soolhappelise töötuse kohta (nii haruldaste muldmetallide eraldamisega kui ka ilma selleta). Fosforiidi rikastamise katsetamist ja optimeerimist loetakse katse osaks. Pärast laboriskaalal katsete tegemist valitakse optimaalne stsenaarium ja viiakse teadus- ja arendustegevuse osana läbi suuremamahulised katsetused (*pilot scale testing*; edaspidi nimetatud tehnoloogiline skaala), et tõendada Eesti fosforiidi väärindamise pideva protsessi teostatavust ning täpsustada teostatavuse hinnanguid uuringu eesmärgipäraseks täitmiseks. Taitja lisab rikastamise või muud eeltöötlemise katsed oma töökavasse ja tagab, et tulemuste koondaruanne sisaldaks tehtud katsete üksikasjalikke kirjeldusi. Kogu teave, mis on protsessi kirjeldamisel olulise tähtsusega, tuleb esitada üheselt mõistetavalt ja ei tohi olla eksitav. Kui saagise väärtused ja toodete kvaliteet erinevad katseplaani raames läbi viidud katsete vahel, s.h. ka projekti arendamise varases etapis, tuleb seda tunnistada. Kohandatud saagiseid ja toodete kvaliteeti tuleb põhjendada ning samuti tuleb tuvastada ja kirjeldada tehnoloogia rakendamisel esineda võivad riskid. Katsetamisel tuleb määratleda protsessi kavandamise parameetrid vooskeemi kõikide segmentide jaoks, sh peenestamise, rikastamise, hüdro metallurgilise töötlemise, vedeliku ja tahke aine eraldamise jms jaoks. Samaväärselt oluline on määratleda seos tooraine kvaliteedi ning saagise ja selliseid tegevuskulusid määravate tegurite vahel nagu jahvatamiseks kuluva energia ja kõikide reaktiivide kulu. Protsessi kavandamise tulemusena tuleb Taitjal esitada protsessi vooskeemid, materjalibilanss, seadmete loetelu, elektri koormuse loetelu, torustiku ja seadmetiku skeemid ning töö- ja kontrollipõhimõtted.

Olemasolevate varude ülevaade: Eestis on märkimisväärsed fosforiidivarud. Uuringus keskendutakse Kunda lähedal asuvale uuringualale. Uuringuala üldised andmed on järgmised:

- Lähtekivim on nõrgalt tsementeerunud (ränidioksiid) liivakivi, mis sisaldab F-apatiidist koosnevaid käsijalgsete karpe;
- P_2O_5 keskmine sisaldus on 11,4%;
- kogutonnaaž on 42 Mt;
- P_2O_5 kogusisaldus on 4,8 Mt (arvutatud 100% P_2O_5 alusel);
- põhioksiidide keskmised väärtused on SiO_2 65%; Al_2O_3 0,4%; Fe_2O_3 1,6% ja MgO 0,5%;

- Haruldased muldmetallid asendavad apatiidi struktuuris peamiselt kaltsiumit ja nende summaarsed kontsentratsioonid on karpides umbes 1500 ppm ja fosforiidis 400–500 ppm;
- jälgelementide keskmised väärtused on U 20 ppm, Th 2,5 ppm, Cd < 0,5 ppm.

1. Fosforiidi proov

- 1.1. Proovivõtmise kava, meetodika ning vajalikud analüüsid (nt millal mõõdetakse niiskusesisaldust) lepatakse kokku läbirääkimiste ajal, et tagada proovi piisav kvaliteet ja esinduslikkus. Tellija korraldab proovide võtmise ja homogeniseerimise enne nende Täitjale saatmist. Tellija vastutab selle eest, et katseteks saadetud materjal iseloomustab uuringuala keskmisi sisaldusi.
- 1.2. Pooled lepivad enne lepingu allkirjastamist (läbirääkimiste ajal) ühiselt kokku keemiliseks iseloomustuseks, rikastamiseks, laboriskaala katsete ja tehnoloogilise skaala katse tegemiseks vajaminevas proovi koguses.

2. Laboriskaalal katsed

- 2.1. Täitja esitab esialgse katseplaani nii laboriskaalal katsete kui ka tehnoloogilisel skaalal katse kohta, mida vajaduse korral kohandatakse ja mis esitatakse lepingu Lisana. Tehnoloogilisel skaalal katse kava vaadatakse üle pärast laboriskaalal katsete teostamist.
- 2.2. Katsete eesmärk on kindlaks teha maavarade või metallide saagise järjepidevus ja varieeruvus, sh hinnata teostatavust ning iseloomustada nõuetekohaselt tooteid, rikastusjäätmekoguseid, gaasilisi väljundvooge ja ladustatavaid või kõrvaldatavaid heitveelahuseid jne.
- 2.3. Laboriskaalal katsed peaksid andma üksikasjalikku teavet allolevate aspektide kohta:
 - 2.3.1. Katsed peaksid tõendama Eesti fosforiidi rikastamiseks valitud meetodi tõhusust. Arvesse tuleb võtta lähtekivimi iseloomu, et määrata kindlaks mõju protsessile ja toote saagisele:
 - 2.3.1.1. Uuringu tulemused peaksid sisaldama vähemalt meetodi kirjeldust (otsene või pööratud flotatsioon), kasutatud reaktiivide (kollektorid, depressandid, vahustajad jne) kirjeldust ja kogust, osakeste viibeaga, pH-d, üldist töötlemisaega ja protsessi efektiivsust (tõhusust);
 - 2.3.1.2. Tellija eeldab, et Täitja esitab teavet P₂O₅ ja haruldaste muldmetallide jaotumise kohta kontsentraadi, rikastusjäätmekoguse ja šlammi vahel;
 - 2.3.1.3. rikastamise teel toodetud fosforiidi kontsentraadi kogus peab olema piisav ja selle materjaliomadused peavad vastama hilisema happelise töötlemise sisendi kriteeriumidele.
 - 2.3.2. Esitada tuleb happelise töötlemise kontseptsiooni katseline tõestus (*proof of concept*), mis näitab happelise töötlemise meetodi rakendatavust Eesti fosforiidile. See hõlmab nii üldise kui ka üksikute etappide tõhususe hindamist, kui ka saadud toodete keemilist iseloomustust.
 - 2.3.3. Sisend tehnoloogilise skaala katse ettevalmistamiseks, sh soovitusel katse teostamiseks ja üksikasjalikud kirjeldused parameetrite kohta, mille puhul võib vajalik olla täiendav optimeerimine. See teave peab olema piisavalt põhjalik tehnoloogilisel skaalal katse läbiviimiseks ilma täiendavate katsete või uuringute tegemise vajaduseta, mis tähendab seda, et peamised parameetrid peavad olema juba kindlaks määratud ja laboriskaalal võimalikult suures ulatuses optimeeritud.
 - 2.3.4. Tuleb anda hinnang, kas fosforiit vajab eeltöötlust (nt rikastamist flotatsiooni teel), ning pakkuda andmed ja anda soovitusi eeltöötlemiseks tehnoloogilise skaala katse etapis

tagamaks, et skaleerimisel oleksid tehnilised riskid minimeeritud (nt perioodiline vs. pidev protsess).

2.3.5. Taitja peab esitama haruldaste muldmetallide kontsentradi eraldamise kontseptsiooni katselise tõestuse. Selle etapi eesmärk on anda Tellijale teavet haruldaste muldmetallide käitumise kohta eraldusprotsessi ajal, sh nende eraldamise efektiivsuse ja selle kohta, mil määral neid on võimalik eraldada. Lisaks peab Taitja esitama saadud haruldaste muldmetallide kontsentradi põhjaliku keemilise iseloomustuse.

2.4. Tellija esindajad võivad Taitja laboreid katsete tegemise ajal külastada, et jälgida katseprotsessi ja arutada katsete edenemist.

2.5. Pärast katsetööde lõpetamist peab Taitja peamise tulemusena esitama põhjaliku aruande. Aruande eesmärk on anda Tellijale teavet katsetatava tehnoloogilise protsessi toimimise, sh teostatavuse ja keskkonnamõjude kohta. Lisaks tuleks aruandes esitada soovitud võimalike järgnevate tehnoloogilise skaala katsete tegemiseks. Aruanne peab muu hulgas, kuid mitte ainult, hõlmama järgmist:

2.5.1. kõigi tehtud katsete üksikasjalik kirjeldus, k.a nende, mis ei andnud positiivseid tulemusi. Esitada tuleb tulemusi toetava eksperimentaalse töö kirjeldus ja maht projekti arendamise eri etappides koos saavutatud tulemuste usaldusväärsuse tasemega. Esitada tuleb kõikide katsetatud parameetrite ülevaade, samuti kõikide toodetud voogude iseloomustused koos keemiliste koostistega;

2.5.2. esitada tuleb üldine massibilanss, protsessi efektiivsuse hinnang (nii üldine kui ka iga etapi kohta eraldi), kindlaks teha kaod ja nende võimalikud ennetusmeetmed, kõigi heitkoguste, protsessis kasutatud vee ja jäätmete iseloomustused. See peaks sisaldama ka keemilist koostist, mahuvoolu ja massivoolu kiirust. Kindlaks tuleb määrata kõik teadaolevad keskkonnapiiirangud või mis tahes hiljuti avastatud piiirangud, mis võivad mõjutada projekti edasist arendamist, või loanõuded. Võimaluse korral tuleb esitada teave protsessis kasutatud vee või mis tahes kasutatud reaktiivide ringlussevõtu või regenereerimise kohta;

2.5.3. esitada tuleb peamiste komponentide, lisandite ja saadud haruldaste muldmetallide segu, toodetud fosforhappe (või kõrgema lisandväärtusega toote), jäätmete ja heitkoguste, sh kõigi toodetud voogude keemiline iseloomustus (koostis) koos selle varieeruvuse hinnangutega;

2.5.4. tehnoloogilised riskid ja määramatused tuleb välja selgitada ning esitada nende kirjeldus, nt fosforiidi kvaliteedi (sh lisandid) kõikumiste mõju. Lisada tuleks ka kõrvaltoimete ohtude võimalikud leevendusmeetmed;

2.5.5. kahe katsetatud happelise töötlusmeetodi võrdlus, võttes arvesse eelkõige teostatavust ja keskkonnamõjusid. Taitja teeb saadud andmete põhjal ettepaneku selle kohta, millist happelist töötlusmeetodit oleks saadud tulemuste põhjal mõistlik katsetada tehnoloogilisel skaalal ;

2.5.6. esitada tuleb soovitud tehnoloogilisel skaalal katse teostamiseks, mille eesmärk on saavutada hilisema töötlemisprotsessi võimalikult väike keskkonnamõju ja võimalikult suur teostatavus, hoides samal ajal katse kestuse minimaalsena (võimaluste piires).

3. Tehnoloogilisel skaalal katse

3.1 Pärast laboriskaalal katsete tulemuste ülevaatamist peab Tellija kirjalikult kinnitama, kas tehnoloogilisel skaalal katset soovitakse läbi viia. Tellija jätab endale õiguse tehnoloogilisel skaalal katset edasi lükata või tühistada, ilma et see tooks kaasa täiendavaid kohustusi.

3.2 Kui fosforiidi rikastamine osutub vajalikuks, tuleks see protsessietapp lisada tehnoloogilisel skaalal katse hulka. Rikastamine peab toimuma pideva protsessina, mille väljund peab olema happelise töötlusprotsessi jaoks sobiv.

- 3.3 Taitja saadab Tellijale kõigi toodete, jäätmete ja protsessi käigus saadud vahesaaduste esinduslikud proovid. Proovivõtu läbiviimises ja proovivõtukohtades lepatakse kokku enne tehnoloogilisel skaalal katse alustamist.
- 3.4 Pärast katsete lõpetamist esitab Taitja Tellijale katseprotsessi kokkuvõtva põhjaliku aruande. Aruande eesmärk on anda teavet protsessi teostatavuse ning keskkonnamõju kohta ja esitada soovitusi edaspidiseks. Aruanne peab muu hulgas sisaldama allolevat:
- 3.4.1 Töötlemisprotsessi valikukriteeriumide määratlus ja põhjendused, vooskeemide valik ja kirjeldus, projekteerimise alus – tehtud katsete kirjeldused, sh peamised parameetrid, nende maksimaalsed vahemikud, võimalikud muudatused, katseseadistuste üksikasjalik kirjeldus, katsete kestus, osakeste viibeajad jms.
- 3.4.2 Projekti asukoha tingimustega arvestamine olemasoleva fosforiidi kogus ja geograafiline asukoht, transpordikaalutlused, kasutatud reaktiivide kirjeldused, süsteemi seadistus, protsessiparameetrid, tooraine piirnormid.
- 3.4.2.1 kasutatud reaktiivide kirjeldused (CAS numbrid, kogused või suhtarvud, kontsentratsioonid, vajadusel lahjendused jms);
- 3.4.2.2 süsteemi seadistus (kirjeldused, mõõtmed ja seadmete materjalid); plokkskeem; reaajas analüüsiseadmete kirjeldus (proovivõtukohtad, vajalik proovivõtused jne). Lisaks peab see sisaldama suurte seadmete dimensioneerimise metoodikat, märkides asjakohased lähteandmed ja nende allikad (katsetöö, tellija, seadme müüja, muu spetsialist, üldtunnustatud tööstusharu tavad jne);
- 3.4.2.3 protsessiparameetrid – osakeste minimaalne viibeaeg, vedeliku ja tahke aine suhteary, reaktsiooni temperatuur, pH jne, sh kõigi parameetrite suurimad lubatud kõrvalekalded, mis on vormistatud protsessi vooskeemina;
- 3.4.2.4 samuti peab kirjeldus sisaldama tooraine piirnormide iseloomustust (osakeste suurst, etteandmiskiirust jms). Esitada tuleb võimalikud leevendusmeetmed, mis võimaldavad protsessi tõhusa toimimise taastada juhul kui fosforiidi kvaliteet kõigub märkimisväärselt (liiga väike kogus, liiga vähe P₂O₅, liiga palju lisandeid jne).
- 3.4.3 Massibilanss, protsessi tõhusus, võimalikud kaod, heitkogused ja rikastusjäätmete isoleerimiskoha ja -viisi kindlaksmääramine. Kõigi toodete, jäätmete, vahesaaduste ja heidete keemiline ja mineraloogiline iseloomustus. Heitvee käitlemise nõuete kindlaksmääramine: reovee kirjeldus ja puhastamise vajadus enne keskkonda viimist. Protsessis kasutatud vee ja reaktiivide ringlussevõtu või regenereerimise analüüs, milles kirjeldatakse ka võimalikke piiranguid.
- 3.4.4 Tehnoloogiliste riskide ja määramatuste kirjeldus koos võimalike leevendusmeetmetega ohu- ja toimivusuuringu (HAZOP) vormis.
- 3.4.5 Soovitused ja edasiarendused protsessi edasiseks disainiks.
- 3.4.6 Tooraine puhtusastme ja lisandite eeldatavad ja lubatud hälbed.
- 3.4.7 Toodetud fosfokipsi keemiline ja mineraloogiline iseloomustus.