


**ФГБУН ИНСТИТУТ ПРОБЛЕМ КОМПЛЕКСНОГО ОСВОЕНИЯ НЕДР ИМ.
АКАДЕМИКА Н.В. МЕЛЬНИКОВА РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК
УДАЧНИНСКИЙ ГОРНО-ОБОГАТИТЕЛЬНЫЙ КОМБИНАТ АК «АЛРОСА»**

На правах рукописи



Махрачев Александр Федорович

**РАЗРАБОТКА РЕАГЕНТОВ-СОБИРАТЕЛЕЙ НА ОСНОВЕ
МОДИФИЦИРОВАННЫХ ВОДОНЕФТЯНЫХ ЭМУЛЬСИЙ ДЛЯ
ПОВЫШЕНИЯ ЭФФЕКТИВНОСТИ ПЕННОЙ СЕПАРАЦИИ
АЛМАЗОСОДЕРЖАЩЕГО СЫРЬЯ**

Специальность 25.00.13 – «Обогащение полезных ископаемых»

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
доцент, кандидат технических наук
Двойченкова Галина Петровна

Москва – 2019

Содержание

	Стр.
ВВЕДЕНИЕ	4
ГЛАВА 1. СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ПОВЫШЕНИЯ ЭФФЕКТИВНОСТИ РЕАГЕНТНОГО РЕЖИМА ПЕННОЙ СЕПАРАЦИИ АЛМАЗОСОДЕРЖАЩЕГО СЫРЬЯ	10
1.1. Реагентные режимы процесса пенной сепарации алмазосодержащего сырья	10
1.2. Общая характеристика нефтепродуктов, используемых в качестве реагентов - собирателей	18
1.3. Химические методы активации реагентов собирателей на основе нефтепродуктов	26
1.4. Физические методы активации реагентов собирателей на основе нефтепродуктов	28
1.5. Объекты, предметы и основные задачи исследований	32
Выводы к главе 1	33
ГЛАВА 2. МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЙ ПРОЦЕССА ПЕННОЙ СЕПАРАЦИИ И СВОЙСТВ ФЛОТОРЕАГЕНТОВ	35
2.1. Методы исследований минералов в процессах обогащения	35
2.2. Методы исследований состава и свойств органических флотационных реагентов	39
2.3. Методы исследования гидрофобности и флотируемости алмазов	44
2.4. Методы технологических испытаний	46
Выводы к главе 2	51
ГЛАВА 3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОБОСНОВАНИЕ ПРИМЕНЕНИЯ РЕАГЕНТОВ-СОБИРАТЕЛЕЙ НА ОСНОВЕ АКТИВИРОВАННЫХ НЕФТЕШЛАМОВ ДЛЯ ПЕННОЙ СЕПАРАЦИИ АЛМАЗОСОДЕРЖАЩЕГО СЫРЬЯ	53
3.1. Исследования физико-химических свойств природных нефтешламов	53
3.2. Исследование влияния виброструйной магнитной активации на коллоидно-дисперсное состояние водонефтяных эмульсий	63
3.3. Лабораторные исследования процесса пенной сепарации алмазов с применением мазута флотского и водонефтяной эмульсии	68
3.4. Стендовые исследования процесса пенной сепарации алмазов с применением активированной водонефтяной эмульсии	75

Выводы к главе 3.	79
ГЛАВА 4. ВЫБОР И ОБОСНОВАНИЕ СОСТАВА КОМПАУНДНЫХ СОБИРАТЕЛЕЙ ДЛЯ ПЕННОЙ СЕПАРАЦИИ АЛМАЗОСОДЕРЖАЩЕГО СЫРЬЯ	81
4.1. Исследования пенной сепарации алмазов с применением собирателя на основе активированной водонефтяной эмульсии рудника «Удачный» и мазута флотского Ф-5	81
4.2. Исследования пенной сепарации алмазов с применением собирателя на основе активированной водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный» и мазута флотского Ф-5	87
4.3. Разработка критерия оценки качества компаундных собирателей для пенной сепарации алмазосодержащего сырья	90
Выводы к главе 4.	97
ГЛАВА 5. ПРОМЫШЛЕННЫЕ ИСПЫТАНИЯ ТЕХНОЛОГИИ ПЕННОЙ СЕПАРАЦИИ АЛМАЗОСОДЕРЖАЩЕГО СЫРЬЯ С ПРИМЕНЕНИЕМ КОМПАУНДНОГО СОБИРАТЕЛЯ	99
5.1. Разработка технологии переработки нефтешламов с получением активированной водонефтяной эмульсии	99
5.2. Характеристики исходного сырья и схема обогащения кимберлитов на обогатительной фабрике Удачинского ГОКа в период испытаний	106
5.3. Промышленные испытания компаундных собирателей на основе модифицированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 на обогатительной фабрике №12 Удачинского ГОКа	108
5.4. Полупромышленные испытания компаундных собирателей из мазута флотского и модифицированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-У на обогатительной фабрике №12 Удачинского ГОКа	117
Выводы к главе 5.	120
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	122
Список литературы	124
Приложение А	137

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность работы. Спрос на алмазное сырье в различных областях техники и технологии непрерывно возрастает. Это обусловлено их применением в современных высокотехнологичных отраслях промышленности и при производстве специального оборудования. В условиях увеличения спроса на технические алмазы растет актуальность увеличения производства природных технических алмазов. Преимущества природных кристаллов алмазов обусловлено их более высокими оптико-механическими свойствами в сравнении с синтетическими алмазами.

В настоящее время глубина обогащения алмазосодержащего сырья методами флотации увеличивается, что во многом связано с совершенствованием техники и технологии пенной сепарации. В питании пенной сепарации концентрируется до 40-45% общего количества алмазов в руде, что составляет около 15% от стоимости товарной продукции. Потери алмазов в этом классе крупности достигают 20%. Поэтому интенсификация извлечения класса алмазов крупностью $-2 +0,5$ мм методом пенной сепарации является перспективным путем решения задачи увеличения производства технических алмазов на предприятиях АК «АЛРОСА».

Снижение потерь технических алмазов может быть достигнуто совершенствованием реагентных режимов пенной сепарации, в первую очередь подбором реагентов - собирателей с высокой активностью к алмазам, характеризующимся пониженной флотиремостью. Широкое применение процесса пенной сепарации на предприятиях АК «АЛРОСА», позволяющего извлекать из исходного сырья и продуктов обогащения алмазы крупностью менее 2 мм, актуализировало вопрос изыскания дешевых, малотоксичных, селективно действующих реагентов. Актуальность этого вопроса также обусловлена снижением технологических показателей процесса пенной сепарации из-за нестабильности состава применяемого в качестве собирателя мазута флотского Ф-5. Непостоянство состава и свойств используемых собирателей ставит задачу выбора критериев для регулирования их компонентного состава.

Перспективным путем решения задачи повышения извлечения технических алмазов методом пенной сепарации является применение компаундных собирателей, представляющих собой смесь нефтепродуктов различной молекулярной массы,

плотности и вязкости, обеспечивающих требуемую склонность к адсорбции на поверхности алмазов, а также способность обеспечивать закрепление кристаллов алмазов на развитой межфазной границе жидкое – газ. Основой для выбора компонентного состава таких собирателей является не только обеспечение максимальной собирательной активности, но и поддержание необходимых технологических свойств реагентов, обеспечивающих их устойчивое и экологически безопасное применение в районах Крайнего Севера.

При создании новых собирателей необходимо так же учитывать следующие факторы: возможность обеспечения производства недефицитным сырьем, технологичность их производства, нетоксичность, транспортабельность, устойчивость при хранении, удобство в использовании, малые расходы и стоимость, возможность применения оборотного водоснабжения и другие. В этом отношении наиболее перспективным сырьем являются нефтяные шламы, попутно извлекаемые при разработке месторождений алмазосодержащих кимберлитов.

Важным аспектом технического развития процессов обогащения алмазосодержащих кимберлитов большое является сокращение затрат на привозные реагенты. Это связано с тем, что в условиях Крайнего Севера возникают проблемы с транспортировкой реагентов в зимний период времени и растут энергозатраты, связанные с подогревом реагентов при хранении и перед использованием в технологическом процессе.

Переработка нефтяных шламов кимберлитовых месторождений в водонефтяные эмульсии и их последующее использование в качестве реагента-собирателя в схемах пенной сепарации алмазосодержащего сырья позволяет в существенной мере решить вышеуказанные задачи.

Для повышения показателей флотационного обогащения алмазосодержащего сырья целесообразно провести исследования применяемых в смежных отраслях методов акустической активации водонефтяных эмульсий, извлеченных из нефтешламов, сопутствующих добыче алмазосодержащих кимберлитов на рудниках АК «АЛРОСА», и экспериментально обосновать условия их применения как в качестве самостоятельных реагентов-собирателей, так и в качестве компонентов компаундных собирателей для процессов пенной сепарации алмазосодержащего сырья.

Формирование научного направления совершенствования флотации минерального сырья с применением комбинированных флотационных реагентов связана с работами Российских ученых: Арсентьева В.А., Байченко А.А., Бергера Г.С., Богданова О.С., Бочарова В.А., Глембоцкого В.А., Заскевича М.В., Злобина М.Н., Игнаткиной В.А., Максимова И.И., Матвеевой Т.Н., Мелик-Гайказян В.И., Рубинштейна Ю.Б., Соложенкина П.М., Сорокина М.М. и других.

Значительное развитие данное направление получило в последние годы благодаря работам ученых научной школы ИПКОН РАН под руководством академика В.А. Чантурия.

Использование традиционного подхода к совершенствованию реагентного режима на основе применения комбинированных собирателей с учетом особенностей процессов пенной сепарации алмазосодержащего сырья позволяет решить поставленную задачу.

Целью работы является разработка эффективных многокомпонентных собирателей на основе модифицированных водонефтяных эмульсий, обеспечивающих снижение потерь алмазов в процессах пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов.

Идея работы. Достижение высокой собирательной способности и стабильных эксплуатационных свойств компаундных собирателей для пенной сепарации алмазосодержащего сырья на основе применения модифицированных виброструйной магнитной активацией водонефтяных эмульсий при оптимальных соотношениях низко- и высокомолекулярных фракций.

Задачи исследований:

- изучение фракционного состава и структуры водонефтяных эмульсий;
- исследование механизма, установление закономерностей и обоснование параметров процесса виброструйной магнитной активации водонефтяных эмульсий, обеспечивающих гомогенизацию состава и повышение их кинетической устойчивости;
- разработка технологического режима виброструйной магнитной активации водонефтяной эмульсии, обеспечивающего эффективную гидрофобизацию поверхности и флотацию алмазных кристаллов;

- выбор параметров компаундных собирателей на основе активированной водонефтяной эмульсии, обеспечивающих эффективную гидрофобизацию и повышение извлечения алмазов в процессе пенной сепарации;

- промышленная апробация разработанных компаундных собирателей на основе активированной водонефтяной эмульсии.

Методы исследований:

ИК и рентгеноспектральные методы анализа состава минералов и реагентов, исследования гидрофобизации алмазов, лабораторные и укрупненные технологические испытания процессов беспенной флотации алмазов и пенной сепарации алмазосодержащего сырья, полупромышленные и промышленные испытания разработанных технологических режимов, математическое планирование и обработка результатов экспериментов.

Объекты исследований:

- процессы извлечения алмазов из руд методом пенной сепарации;
- процессы виброструйной магнитной активации водонефтяных эмульсий.

Предметы исследований:

- состав комбинированных собирателей для пенной сепарации алмазосодержащего сырья;
- параметры процессов подготовки и применения комбинированных собирателей для пенной сепарации алмазосодержащего сырья.

Положения, выносимые на защиту:

1. Закономерности изменения коллоидно-дисперсного состояния выделенных из флюидов нефтешламов рудников «Интернациональный» и «Удачный» водонефтяных эмульсий после их виброструйной магнитной активации, заключающиеся в гомогенизации фазового состава за счет взаиморастворения низко- и высокомолекулярных фракций, снижении дисперсности водных и минеральных включений.

2. Выбор параметров режима повышения собирательной способности водонефтяных эмульсий рудника «Интернациональный» по отношению к алмазным кристаллам в процессе пенной сепарации алмазосодержащего сырья, включающего их виброструйную магнитную активацию в течение 3-5 минут при температуре 30 - 45⁰С и обеспечивающих прирост извлечения алмазов в концентрат на 5 – 6,2%.

3. Обоснование рациональных составов собирателей для пенной сепарации алмазосодержащего сырья на основе активированных водонефтяных эмульсий рудников «Интернациональный» (ВНЭ-10) и «Удачный» (ВНЭ-У) в смеси с мазутом флотским Ф-5 в заданном соотношении (от 7,5 до 12,5% ВНЭ-У, от 30 до 70% ВНЭ-10), обеспечивающем поддержание максимальных технологических показателей, достигаемых в установленном диапазоне значений показателя конденсированности компаундного собирателя.

4. Режимы подготовки и применения компаундных собирателей при пенной сепарации алмазосодержащих продуктов в схемах обогащения кимберлитов, включающие отстаивание нефтяных шламов, виброструйную магнитную активацию получаемых водонефтяных эмульсий, приготовление компаундных собирателей путем смешивания активированных водонефтяных эмульсий и мазута флотского Ф-5 в заданных соотношениях при температуре 30-45⁰С и обеспечивающие повышение извлечения алмазов на 1,5% при сокращении расхода реагентов на 7-24%.

Научная новизна работа:

1. Установлены новые кинетические зависимости и закономерности изменения коллоидного-дисперсного состояния и собирательных по отношению к алмазам свойств водонефтяных эмульсий при использовании процесса их виброструйной магнитной активации.

2. Предложен новый методический подход к выбору оптимального состава компаундного собирателя на основе водонефтяных эмульсий, заключающийся в выборе соотношений компонентов собирателя с использованием показателя конденсированности, равного произведению плотности и динамической вязкости смеси.

Обоснованность и достоверность научных положений и выводов подтверждаются удовлетворительной сходимостью результатов измерений, воспроизводимостью зависимостей выходных параметров при варьировании условий экспериментов, достижением максимальной эффективности процесса пенной сепарации в обоснованных интервалах варьирования параметров виброструйной магнитной активации и компонентного состава собирателя, а также положительными результатами технологических испытаний.

Научное значение заключается в теоретическом и экспериментальном обосновании метода виброструйной магнитной активации и выбора фракционного состава собирателей на основе активированных водонефтяных эмульсий для пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов.

Практическое значение работы заключается в разработке эффективного технологического режима пенной сепарации алмазосодержащего сырья с применением компаундного собирателя на основе активированных водонефтяных эмульсий и мазута флотского Ф-5, обеспечивающего повышение извлечения технических алмазов на 1,5 % и сокращение расхода реагентов на 5-7%.

Реализация результатов работы. Разработанный технологический режим пенной сепарации мелких классов алмазосодержащих кимберлитов с применением компаундных собирателей прошел промышленную апробацию и рекомендован к использованию на обогатительной фабрике №12 Удачинского ГОКа с условным экономическим эффектом 16,4 млн. руб.

Личный вклад автора состоит в проведении анализа и выборе путей решения поставленной задачи, участии в научных экспериментах, участии в проведении технологических исследований, организации и проведении опытно-промышленных и промышленных испытаний, анализе и обобщении полученных результатов с обоснованием выводов, подготовке публикаций.

Апробация работы. Основные положения диссертационной работы докладывались и обсуждались на Международных совещаниях «Плаксинские чтения» (2000-2018); V международном конгрессе обогатителей стран СНГ (2005); Всерос. науч.-практ. конф. «Геомеханические и геотехнологические проблемы эффективного освоения месторождений твердых полезных ископаемых северных и северо-восточных регионов России» (Мирный, 2011); Международной конференции «Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья» (Екатеринбург, 2018); Научно-техническом совете АК АЛРОСА (2018); научных семинарах ИПКОН РАН (2014– 2018).

Публикации. Основные положения диссертации опубликованы в 8 работах, из них 4 статьи – в журналах из перечня ВАК Минобрнауки РФ.

Объем работы. Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, списка литературы из 132 наименований, содержит 34 рисунка и 28 таблиц.

ГЛАВА 1. СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ПОВЫШЕНИЯ ЭФФЕКТИВНОСТИ РЕАГЕНТНОГО РЕЖИМА ПЕННОЙ СЕПАРАЦИИ АЛМАЗОСОДЕРЖАЩЕГО СЫРЬЯ

Пенная сепарация алмазов является весьма сложным физико-химическим процессом, результаты которого зависят от свойств обогащаемого сырья и качества применяемых реагентов [37,45,117]. Перспективным путем повышения эффективности пенной сепарации является использования новых, более эффективных реагентов и разработки на их основе более совершенных технологических режимов [5,6,42]. Использование реагентов, обладающих высокими собирательными свойствами, позволяет не только повысить показатели процесса, но и снизить их удельный расход [41,104,121]. Другим путем решения задачи повышения эффективности флотационного обогащения алмазосодержащего сырья является применение физико-химических воздействий с целью улучшения технологических свойств применяемых реагентов-собирателей [46,127].

1.1. Реагентные режимы процесса пенной сепарации мелких классов алмазосодержащего сырья

На действующих обогатительных фабриках АК «АЛРОСА» для эффективной глубокой переработки кимберлитовых руд различных месторождений с высоким содержанием мелких классов применяются комбинированные схемы, включающие рентгенолюминесцентную, липкостную и пенную сепарацию. Разделение частиц минералов при пенной сепарации основано на различии в величине гистерезиса смачивания и возможности локального роста значений подъемной силы на участках поверхности пузырьков, прилегающих к периметру трехфазного контакта. При этом реагенты, обеспечивающие резкое различие между динамическим и статическим поверхностным натяжением, как и в случае пенной флотации, способствуют росту флотационной силы и крупности удерживаемых в пене частиц [39,123,129,130].

Процесс пенной сепарации является базовым при обогащении мелких классов алмазосодержащего сырья. Он нашел достаточно широкое распространение на обогатительных фабриках АК «АЛРОСА» [64,97]. Используемые схемы обогащения алмазосодержащих кимберлитов принципиально схожи и отличаются лишь

количеством и продолжительностью операций [57,108]. Также близки и применяемые реагентные режимы [42]. Ниже приводится описание технологической схемы, используемой на обогатительной фабрике №12 Удачинского ГОКа, проектная мощность которой составляет 12 млн. тонн в год (рисунок 1.1) [80].

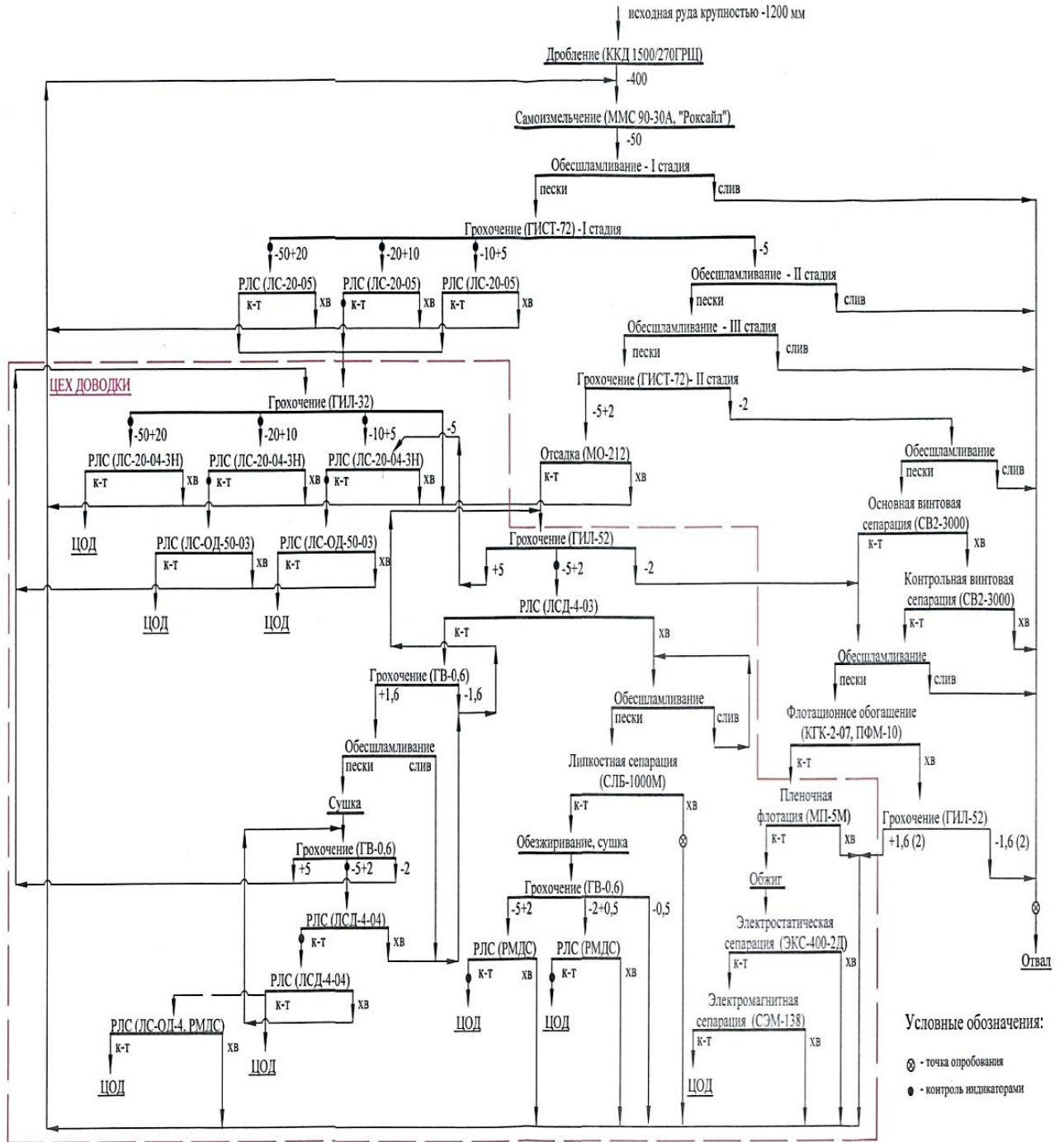


Рисунок 1.1. – Принципиальная технологическая схема переработки алмазосодержащего сырья на ОФ №12 Удачинского ГОКа

Поступающая на фабрику руда проходит дробление в конусной дробилке, а затем измельчается в восьми мельницах самоизмельчения до класса -50 мм. При этом максимальный размер надрешетного продукта, поступающего на переработку, составляет 400 мм. Прошедшие грохочение продукты самоизмельчения фракций -50+20 мм, -20+10 мм и -10+5 мм поступают на рентгенолюминесцентные сепараторы, концентраты которых отправляются в цех доводки. Хвосты сепарации возвращаются в мельницы для доизмельчения. Фракция -5+2 мм, поступающая с грохотов, идет на отсадочные машины для производства концентрата для доводки. Хвосты отсадки после обесшламливания и классификации возвращаются в мельницы для доизмельчения.

Фракция -2 мм, получаемая в процессе грохочения, проходит обесшламливание и обработку в винтовых классификаторах. Хвосты классификаторов откачиваются в хвостохранилище в качестве отвальных. Концентрат классификаторов проходит обезвоживание и разделяется на фракции -2+1 мм и -1+0 мм, а затем идет на установку пневматической флотации, концентрат которой направляется в цех доводки. Хвосты флотации подвергаются обезвоживанию и грохочению с размером ячейки 1,6 мм. Фракция -1,6 мм после обезвоживания в классификаторе откачивается в хвостохранилище в качестве отвальной. Фракция +1,6 мм возвращается в контур измельчения.

В цехе доводки используется стандартное оборудование, включая установки перечистой рентгенолюминесцентной сепарации, барабаны липкостной сепарации, сушилки и магнитные сепараторы. Концентраты цеха доводки направляются в цех сортировки для конечного извлечения и обработки алмазов. Технология флотационного извлечения алмазов осуществляется по стандартной схеме, используемой практически на всех фабриках, извлекающих алмазы класса -2мм. Алмазосодержащий материал после обезвоживания на спиральном классификаторе разделяется на продукты крупностью (-2+1) мм, (-1+0,5) мм и -0,5 мм. Класс (-2+1) мм подается в кондиционер с реагентами и далее в верхний питатель пневматической флотационной машины, которым равномерно распределяется по пенному слою.

Материал крупностью (-1+0,5) мм направляется в объем камеры флотационной машины. [80]. Концентрат пенной сепарации и флотации (пенный

продукт) подается в пересчетную операцию, концентрат которой направляется в цех доводки. Хвосты пенной сепарации и флотации, а также сливы процессов обезвоживания и обесшламливания, являются отвальными продуктами [131].

На обогатительной фабрике №12 высокую эффективность показали монокамерные пневматические флотационные машины типа ПФМ с большой единичной производительностью, разработанные институтом «Якутнипроамаз» АК «АЛРОСА» [38,39]. Промышленное внедрение машин ПФМ обеспечило повышение извлечения алмазов крупностью -2 мм в среднем на 30 %. Пенная сепарация алмазосодержащего материала по действующей схеме осуществляется в машинах пенной сепарации ПС-1.4, ПФМ-8, ПФМ-10. В машинах ПФМ-8 и ПФМ-10 реализуется принцип пенной сепарации для разделения материала крупностью $-2,0+1,0$ мм (в пенном слое) и принцип флотации из объема пульпы материала крупностью $-1,0 + 0,2$ мм.

При извлечении алмазов методом пенной сепарации применяются следующие реагенты: полифосфат натрия (50–80 г/т), аэрофлот (10–15 г/т), ОПСБ (10–30 мг/л), мазут (500–800 г/т).

Флотационный концентрат направляется в операцию пересетки с использованием машин пленочной флотации МП-5М, МП-5Р и пенных сепараторов ПС-04. Концентрат пересеточной операции после доводочных операций передается в ЦОД. Хвосты флотационных и доводочных операций направляются на доизмельчение.

Извлечение алмазов пенной сепарацией составляет от 75 до 99%. Весьма значительные потери (25%) характерны для измененных кимберлитов и связаны с различными факторами, из которых следует выделить негативное влияние шламов и пленок, закрепившихся на поверхности алмазов [2,18].

При подготовке к пенной сепарации материал проходит операцию предварительной обработки пептизаторами и собирателями [37,80,132]. Задача кондиционирования состоит в том, чтобы обеспечить частицам руды такие свойства, при которых отделение алмазов от породных минералов проходило бы наиболее эффективно [2,22]. Это обеспечивается правильным выбором реагентов и условий кондиционирования. Главная задача состоит в регулировании в нужном направлении гидрофобности минеральной поверхности, которая изменяется в

результате адсорбции на ней реагентов.

Кондиционирование алмазосодержащего сырья крупностью -2 мм с аполярными реагентами (мазутом) осуществляется при высокой плотности исходного питания, так как в данном случае передача реагента преимущественно происходит по твердой фазе (с частицы на частицу) [39]. К одним из визуальных методов контроля качества обработки исходного материала аполярным собирателем относится появление выраженных радужных пленок (мазутная побежалость) в твердой фазе материала, выходящего из кондиционера. При ведении процесса пенной сепарации существенное влияние на технологические показатели оказывают:

- наличие в руде, поступающей на кондиционирование с реагентами, частиц менее $0,2$ мм и тонких шламов ($-0,040$ мм);
- закрупление исходного питания частицами более 2 мм;
- температура руды при агитации с реагентами;
- порядок и место подачи реагентов;
- время агитации руды с реагентами;
- отношение Ж:Т при кондиционировании.

Отрицательное действие частиц крупностью менее $0,2$ мм связано с тем, что флотационные реагенты сорбируются (закрепляются) на частицах пропорционально их поверхности, а так как суммарная поверхность шламовых частиц во много раз больше поверхности крупных, то основная часть реагентов поглощается мелкими частицами [7,23]. При наличии большого количества мелких частиц плотность покрытия реагентом поверхности крупных частиц становится недостаточной для их флотации. В данном случае даже увеличение расхода реагентов не дает эффективных результатов, так как развитая поверхность шламов адсорбирует на себя основную часть реагентов [13,26].

Тщательное обесшламивание (отмывка шламов) руды и применение в присутствии шламов полифосфата натрия или его заменителей как пептизаторов, является важным требованием процесса. Отрицательное влияние оказывает существенно пониженная температура руды при контакте ее с реагентами. При таких температурах ухудшаются условия закрепления аполярных реагентов на частицах алмаза [33,35,57]. Отрицательное влияние на показатели пенной сепарации также оказывает закрупление исходного питания, т.е. присутствие в питании частиц

крупнее 2 мм. Это ведет к дополнительным потерям алмазов в отвальных хвостах из-за недостаточной подъемной силы воздушных пузырьков или отрыва кристаллов алмаза от границы раздела фаз воздух – жидкое.

Практика использования пенных сепараторов показала, что избежать присутствия шламов в исходном питании машин практически невозможно, что обуславливает необходимость применения наряду с собирателями пептизаторов. В качестве реагентов часто применяются флокулянты, обеспечивающие осветление оборотной воды [16,91]. Их влияние на пенную сепарацию до конца не изучено.

Основное место в ряду реагентов – собирателей при флотации алмазов занимают аполярные реагенты. Это обусловлено тем, что данные реагенты весьма эффективны при обогащении минералов с высокой естественной гидрофобностью [14,47,116]. Аполярные собиратели, как правило, представляют собой углеводородные органические соединения и относятся к неионогенным собирателям. Аполярные собиратели практически не растворяются в воде, не диссоциируют на ионы и используются в виде капель или водных эмульсий [39,42]. Они применяются для флотации минералов, обладающих повышенной естественной флотуруемостью: угля, элементарной серы, графита, талька, молибденита, а также в смеси с неионогенными собирателями при флотации различных, особенно труднофлотуемых руд. В качестве аполярных собирателей используются различные технические продукты - керосин, трансформаторное, соляровое и другие масла, мазут, природная нефть и т.д. [21,44].

Мазут прямогонный имеет ряд недостатков: высокую температуру застывания (+10°C) и вязкость (50 сП при 50°C) и поэтому может быть использован только в сочетании с другими легкоподвижными растворителями, в частности в виде компаундного нефтепродукта, называемого флотский мазут [21,56].

Флотский мазут является продуктом переработки нефти и состоит из ряда фракций, отличающихся по молекулярному весу и свойствам [2,79,84]. Флотский мазут состоит из смеси нормальных парафиновых, парафинонафтеновых, нафтено- и алкилнафтеноароматических соединений различной степени конденсированности, содержащих в боковых цепях алкильные заместители преимущественно неразветвленного строения [79,85].

В ранее выполненных работах по выявлению флотоактивной части флотского мазута было установлено, что наибольшей активностью при флотации алмазов обладают высококипящие поликонденсированные ароматические соединения различной степени замещенности, содержащие различные гетероатомы, которые входят в состав смолисто-асфальтеновых веществ, содержащихся в тяжелых нефтепродуктах [1,81,93]. Другие фракции, хотя их флотоактивность значительно ниже, в совокупности с первыми (исходный флотский мазут) - увеличивают выход минерала [17]. Эффект межмолекулярной ассоциации различных по своей природе органических соединений (ароматические, парафиновые, нафтеновые), а также присутствие естественных ПАВ, создает наиболее благоприятные условия для эффективной флотации алмазов. Отмечается большая флотационная активность кубового остатка флотского мазута по сравнению с самим флотским мазутом [17,36].

Флотационными испытаниями с использованием в качестве реагентов температурных фракций флотского мазута было выявлено, что низкотемпературные фракции обладают слабыми собирательными свойствами [36]. По мере возрастания температуры кипения фракций выход минералов в концентрат увеличивается и достигает максимального значения. Отметим, что кубовой остаток флотского мазута превосходит по своей флотационной активности исходный флотский мазут за счет большего извлечения минерала при значительно меньшем расходе реагента [17]. При разгонке на фракции флотоактивные вещества концентрируются в кубовом остатке флотского мазута, что и определяет его высокие флотационные свойства [55,77]. Однако кубовый остаток обладает высокой вязкостью и его использование невозможно.

Анализ флотского мазута методом адсорбционной колоночной хроматографии показал, что наиболее активными являются смолисто-асфальтеновые вещества, в состав которых входят высокомолекулярные поликонденсированные ароматические соединения, содержащие в боковых цепях алкильные и нафтеновые заместители, и естественные ПАВ [81,84].

Свойства мазутов определяются составом нефти, из которой они получены, характером технологического процесса и глубиной отбора масляных и более легких фракций. Как правило вязкость и плотность растут с увеличением содержания смол

и уменьшением выхода мазута из нефти [36,72]. При использовании флотского мазута в качестве собирателя максимальное извлечение алмазов методом пенной сепарации не достигается как вследствие недостаточной собирательной силы реагента, так и вследствие значительных колебаний его состава и свойств.

Негативным фактором является процесс расслаивания мазута. В верхних слоях содержание воды может составлять 10%, а в нижних слоях - 30-50%. Таким образом среднее значение обводнения мазута составит 20-30%. Для правильного определения воды и механические примеси в мазуте необходимо брать пробы с трех уровней: с верхнего, среднего и нижнего [42,76]. Часть проблем снимаются после подогрева и усреднения собирателя перед дозированием в процесс [84,86].

Совершенствование реагентных режимов процессов флотации алмазосодержащего сырья идет по нескольким основным направлениям.

Для интенсификации флотации алмазов, как и другого минерального сырья, применяют сочетания аполярных и гетерополярных реагентов-собирателей [43,90,102].

Часто при флотации одновременно применяют несколько реагентов - собирателей близкого характера, действие которых взаимосвязано и зависит от концентрации каждого из них [2,71,92].

Для флотации алмазов был разработан реагентный режим, используемый при пенной сепарации алмазосодержащих руд крупностью -2,0+0,5 мм, основанный на применении в качестве собирателей мазута флотского Ф-5 в сочетании с аэрофлотом ИМ-1012 и пенообразователя ОПСБ. Флотский мазут Ф-5 при этом является основным углеводородным собирателем [89].

Другим направлением изысканий в области совершенствования режимов флотации является поиск дешевых заменителей стандартных реагентов на базе отходов или попутных продуктов различных производств. Одним из перспективных направлений поиска более недорогих реагентов - собирателей является использование нефтешламов (флюидов), самопроизвольно изливающихся в руднике «Интернациональный», «Удачный» и других [36,91,105]. Флюид - стойкая водонефтяная эмульсия, органическая составляющая которой является тяжелая, высоковязкая, сернистая, высокосмолистая, малопарафинистая, низкозастывающая нефть, небогатая легкими фракциями [79].

Нефтешламы в естественных условиях представляют собой пластичные фракции черного или бурого цвета с высоким содержанием нефтяных парафинов, смол, асфальтенов, воды, песка, глины и минеральных солей. Как правило, они образуют стойкую не расслаивающуюся эмульсию, в результате чего затруднен процесс их разделения на твердую, водную и масляную фазы [65-67].

На сегодняшний день рациональная переработка нефтешламов является важным экологическим аспектом. Многие рудники, побочным результатом деятельности которых являются нефтешламы, вынуждены искать способы их утилизации. Нефтешламы консервируют в специальные контейнеры и закапывают в землю или выбрасывают на дно озёр, морей и океанов. Со временем эти контейнеры разгерметизируются и токсичные вещества попадают в окружающую среду – атмосферу, гидросферу и литосферу, нанося ущерб природе [67].

Третьим направлением повышения эффективности флотации алмазосодержащего сырья является повышение эффективности действия собирателей на основе нефтепродуктов путем воздействия звуковых и ультразвуковых воздействий, задачей которых является упорядочивание состава и стабилизация собирательных свойств [48,60,61].

1.2. Общая характеристика нефтепродуктов, используемых в качестве реагентов - собирателей

Нефть представляет собой сложную жидкую смесь низкокипящих углеводородов и высокомолекулярных углеводородных соединений (рисунок 1.2).

В ней растворены газообразные (до 4%) и твердые углеводороды. Химический состав нефти представлен, главным образом, метановыми C_nH_{2n+2} , нафтеновыми C_nH_{2n} и ароматическими C_nH_{2n} углеводородами [84]. По элементному составу в нефти содержится (в % масс.): углерода 82,6-87,1, водорода 11,1-15,0, кислорода до 0,9, серы до 3,5 и азота до 0,4. В небольших количествах в нефти присутствуют примеси многих металлов (железо, никель, ванадий и др.) [79].

Метановые углеводороды нормального и слаборазветвленного строения (C_{21} – C_{29}) представляют собой твердые тела. Твердые парафины присутствуют во всех видах нефти, но чаще в небольших количествах (от десятых долей до 5%). В

парафинистой нефти их содержание повышается до 7-12%. Твердые парафины в нефти находятся в растворенном или взвешенном кристаллическом состоянии.

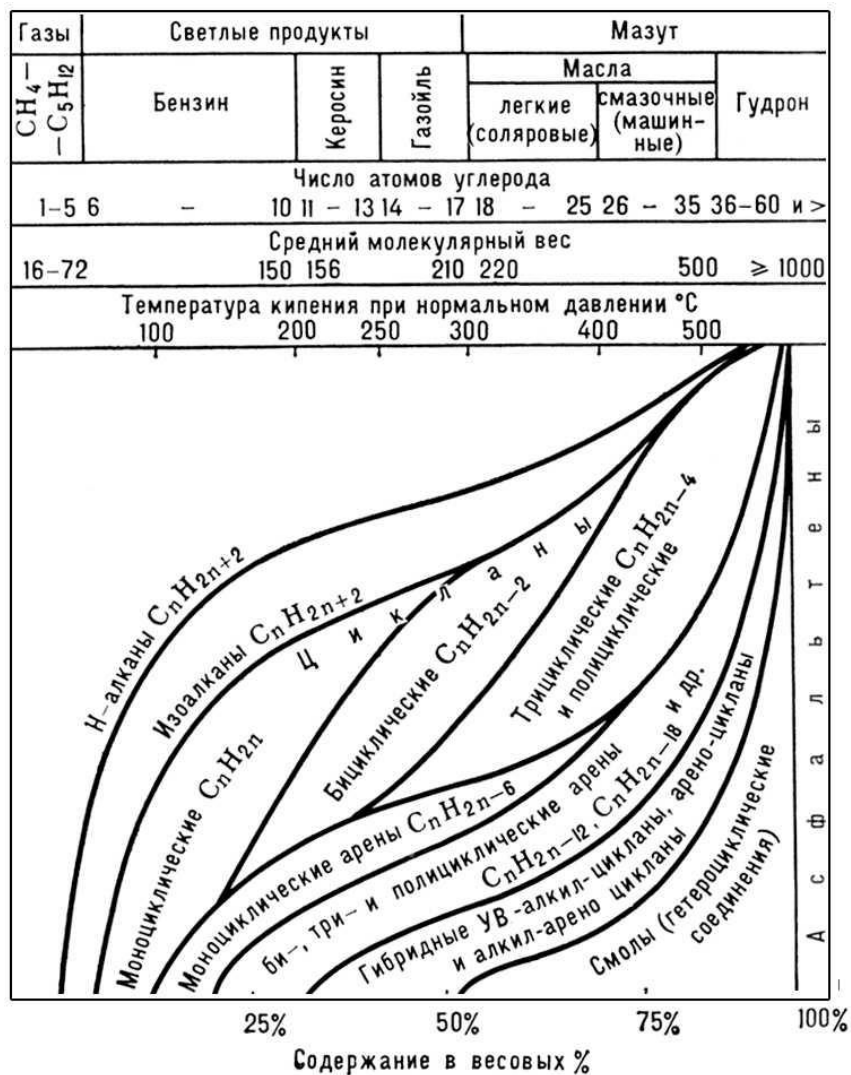


Рисунок 1.2. - Состав и параметры фракций нефти в зависимости от температуры процесса нефтеперегонки [79]

Фракционный состав продуктов перегонки рядовой нефти представлен в таблице 1.1. и отличается от месторождения к месторождению выходами нефтяных фракций [75].

В средних фракциях нефти (200-350°C) наряду с производными бензола присутствует также нафталин и его ближайшие гомологи, т. е. бициклические конденсированные ароматические углеводороды ряда $\text{C}_n\text{H}_{2n-2}$. Содержание ароматических углеводородов в средних фракциях всегда несколько выше, чем в бензиновых фракциях из той же нефти, и колеблется в пределах 15-35% [79].

Таблица 1.1. - Характеристики и состав основных фракций процесса перегонки нефти

Фракция	Состав	Плотность, г/см ³
Петролейная	Пентан, гексан	0,650 - 0,695
Бензиновая	Смесь углеводородов различного строения до C ₁₁ . В наибольшем количестве содержатся метилциклопентан, циклогексан, метилциклогексан, а также толуол и метаксилол.	около 0,71
Лигроиновая	Углеводороды C ₈ - C ₁₄ , значительно больше ароматических углеводородов, чем в бензиновой фракции. Содержание нафтенов в три раза превышает содержание парафинов.	0,78 - 0,79
Керосиновая	Углеводороды C ₆ - C ₁₂ Высокое содержание изопарафинов, низкое содержание бициклических ароматических углеводородов	0,78 – 0,85
Дизельная	Преимущественно циклопентан и циклогексан, мало ароматических углеводородов (до 25 %), нафтены преобладают над парафинами. Присутствуют органические кислород- и азотсодержащие соединения	0,82 – 0,86
Мазут	Смесь углеводородов с молекулярной массой от 400 до 1000, нефтяных смол с мол. массой 500 – 3000, асфальтенов, карбенов, карбоидов	0,89 – 1 г/см ³ ;
Вакуумный газойль	Содержание парафино-нафтеновых углеводородов 20 - 70%, остальное - ароматические углеводороды и гетероатомные соединения	0,860 - 0,950
Гудрон	Содержит парафины, нафтены и ароматические углеводороды, преимущественно с большим числом атомов углерода, а также асфальтены и нефтяные смолы	0,95 – 1,03

Масляные фракции почти целиком состоят из углеводородов смешанного строения. Их можно разделить на три типа: 1) парафино-циклопарафиновые; 2) парафино-ароматические; 3) парафино-циклопарафино-ароматические. При перегонке мазута в масляные фракции попадают парафины, имеющие состав $C_{18}-C_{35}$. В гудронах концентрируются более высокоплавкие углеводороды $C_{36}-C_{53}$. [84], отличающиеся от парафинов мелкокристаллической структурой, более высокой молекулярной массой (500-700) и температурой плавления ($65-88^{\circ}C$ вместо $45-54^{\circ}C$ у парафинов).

Одной из наиболее представительных групп гетероатомных высокомолекулярных соединений нефти являются смолисто-асфальтеновые вещества (САВ). Характерные особенности САВ - значительные молекулярные массы, наличие в их составе различных гетероэлементов, полярность, парамагнетизм, высокая склонность к межмолекулярным взаимодействиям и ассоциации, полидисперсность и проявление выраженных коллоидно-дисперсных свойств. В их состав входят кислород, сера, а часто азот и металлы. Летучесть их невелика, поэтому при разгонке нефти они концентрируются в основном в остаточных нефтепродуктах [84].

Смолистые вещества термически и химически неустойчивы и сравнительно легко окисляются, конденсируются, а при нагревании расщепляются. Как правило, смолистые вещества нейтральны. По химическим признакам из всей массы смол можно выделить только незначительное количество веществ кислого характера - так называемые асфальтеновые кислоты. В природных асфальтах их содержание доходит до 6-7%. Они растворимы в спирте, бензоле и хлороформе. Плотность их выше единицы. Они реагируют со щелочами, но по многим свойствам отличаются от нафтеновых кислот.

Ценными компонентами, пригодными для использования в качестве собирателей, являются нафтеновые углеводороды - алканы и циклоалканы. В качестве аполярного собирателя используют керосин двух марок - осветительный и тракторный. Осветительный керосин более очищенный, светлый, не имеет специфического запаха, дешев. Он содержит 30-80 % нафтеновых углеводородов и 20-50 % алканов ($C_{11}-C_{12}$). Тракторный керосин - сырой, неочищенный, желтоватого

цвета. В его состав входят 10–30 % непредельных и ароматических углеводородов, и 1–2 % нафтеновых кислот [79].

Алканы с числом атомов углерода более 15 представляют собой кристаллические вещества. Содержание таких углеводородов в собирателях нежелательно. Нежелательными примесями также являются азот- и серосодержащие соединения. От этих примесей очищают практически все масла и керосин, применяемые при флотации руд. Для этого нефтяные фракции подвергают кислотнo-щелочной обработке.

При флотации углей в качестве аполярных реагентов используют нефтепродукты ОАО «Омский НПЗ»: промышленный флотореагент РСО, каталитический газойль 43-107 (О-1), фракция C₁₀₊ высших ароматических углеводородов, концентрат ароматических и сернистых соединений АР САК [72].

Наиболее эффективными реагентами при извлечении алмазов являются тяжелые продукты переработки нефти. Однако, большинство из них обладают при нормальных условиях значительной вязкостью и поэтому могут быть использованы только в сочетании с растворителем, в качестве которого может выступать как органические соединения, так и легкие фракции нефтепродуктов.

В основу классификации нейтральных смолистых веществ положено их отношение к различным растворителям [74]. По этому признаку принято различать следующие группы:

- 1) нейтральные смолы, растворимые в легком бензине (петролейном эфире), пентане, гексане;
- 2) асфальтены, нерастворимые в петролейном эфире, но растворимые в горячем бензоле;
- 3) карбены, частично растворимые только в пиридине и сероуглероде;
- 4) карбоиды - вещества, практически ни в чем не растворимые.

Нейтральные смолы хорошо растворяются в легком бензине, в нефтяных маслах, а также в бензоле, эфире и хлороформе. Смолы, выделенные из дистиллятов нефти, имеют жидкую и полужидкую консистенцию; выделенные же из гудронов представляют собой почти твердые, но обладающие значительной пластичностью вещества (с мол. вес. от 500 до 1200). Относительная плотность от 0,99 до 1,08.

Характерная особенность нейтральных смол - их способность уплотняться в асфальтены под воздействием нагревания [79].

Асфальтены - это наиболее высокомолекулярные гетеро-органические соединения нефти. По внешнему виду асфальтены - порошкообразные вещества бурого или черного цвета. Относительная плотность их выше единицы; мол. вес ~ 2000. По элементарному составу асфальтены отличаются от нейтральных смол меньшим содержанием водорода (на 1-2%) и соответственно большим содержанием углерода и гетероатомов. Асфальтены растворяются в бензоле, сероуглероде, хлороформе, четыреххлористом углероде, в высокомолекулярных ароматических углеводородах и в смолах, но не растворяются в легком бензине, спирте и этиловом эфире. Асфальтены являются лиофильными коллоидами по отношению к бензолу, смолам и им подобным углеводородам и лиофобными по отношению к легкому бензину и спирту. Поэтому они хорошо растворяются с набуханием в веществах первой группы и осаждаются из растворов веществами второй группы. Из этого следует, что асфальтены в нефти находятся в виде коллоидных систем [55].

Основная часть кислорода, находящегося в нефти, входит в состав смолистых веществ, и только около 10% его приходится на долю кислых органических соединений - карбоновых кислот и фенолов. В свою очередь среди кислых соединений преобладают нефтяные кислоты, характеризующиеся наличием карбоксильной группы [79]. По физическим свойствам нефтяные кислоты представляют собой либо жидкости, либо кристаллические вещества. Плотность их близка к единице. По химическим свойствам они вполне сходны с жирными карбоновыми кислотами [84].

Нефтяные золи - это малоконцентрированные (концентрация дисперсной фазы не более нескольких %) нефтяные дисперсные системы коллоидного интервала дисперсности. Верхним пределом коллоидной степени дисперсности является такой размер частиц, при котором сохраняется понятие о фазе и система остается гетерогенной. Наименьшая дисперсная частица из низкомолекулярных соединений должна включать не менее 20-30 молекул с размером 1-6 нм. По общепринятой классификации высокодисперсные частицы с размерами от 1-6 нм до 1000-5000 нм, способные участвовать в броуновском движении, относятся к коллоидным. Верхний

предел размера грубодисперсных частиц определяется их склонностью к седиментации в разбавленных НДС и составляет 50–100 мкм.

По степени дисперсности разбавленные свободно-дисперсные нефтяные системы подразделяют на три основные группы: ультрамикрорегетерогенные (размер частиц от 1 до 100 нм); микрогетерогенные (размер частиц от 100 до 10000 нм) и грубодисперсные (размер частиц больше 10000 нм).

Дисперсность приводит к резкому увеличению поверхности раздела фаз между дисперсной фазой и дисперсионной средой. Свойства грубо- и высокодисперсных систем существенно различаются. С увеличением степени дисперсности усиливаются молекулярно-кинетические факторы, интенсифицируются диффузионные процессы, возрастает седиментационная устойчивость, ускоряются физико-химические процессы на границе раздела фаз [19,101,124]. Степень дисперсности является одним из важнейших количественных показателей неионогенных собирателей, определяющих их физико-химические и технологические свойства [93,111].

По концентрации дисперсной фазы эмульсии разделяют на разбавленные (до неск. %), концентрированные (до 70 %) и высококонцентрированные (свыше 70 %).

Различают лиофильные и лиофобные эмульсии. Способ получения лиофобных эмульсий заключается в энергетически затратном принудительном эмульгировании одной фазы в другой. Уменьшение работы диспергирования обеспечивается применением поверхностно-активных веществ (ПАВ) за счет снижения межфазного натяжения σ на границе раздела фаз.

При эмульгировании одной фазы в другой действует правило Банкрофта: дисперсионной средой становится та, в которой лучше растворимо поверхностно-активное вещество, следовательно, водорастворимые ПАВ – это стабилизаторы прямых эмульсий, а маслорастворимые ПАВ – это стабилизаторы обратных эмульсий.

К природным ПАВ относят нефтяные кислоты, фенолы, смолы, асфальтены. Природные ПАВ являются стабилизаторами водно-нефтяных эмульсий. Они способствуют образованию структурно-механического барьера на поверхности глобул воды и препятствуют их коалесценции (слиянию), предшествующей разделению эмульсии на макрофазы. Механизм действия деэмульгаторов

(специально синтезированных веществ, применяющихся для деэмульгации водно-нефтяных эмульсий) заключается в вытеснении за счет более высокой поверхностной активности с поверхности глобул воды молекул природных ПАВ и разрушении структурно-механического барьера [74,98].

Потеря агрегативной устойчивости ведет к кинетической (седиментационной) неустойчивости системы. Происходит расслоение, разрушение системы в результате выделения коагулятов, представляющих собой в зависимости от плотностей дисперсной фазы и дисперсионной среды осадки или всплывающие образования. Высокодисперсные нефтяные системы являются седиментационно-устойчивыми, грубодисперсные - относятся к седиментационно-неустойчивым [79,95].

Классическим примером нефтяных дисперсных систем являются водно-нефтяные эмульсии, образующиеся в результате самопроизвольного изливания в рудниках «Интернациональный» и «Удачный». Флюид представляет собой стойкую водонефтяную эмульсию обратного типа, содержащую 10 - 12 масс. % воды. Водная фаза эмульсии характеризуется слабой щелочной реакцией и значительной жесткостью. В ней содержится до 40 г/л минеральных солей, среди которых преобладают хлориды калия и кальция. Органическая составляющая эмульсии – это тяжелая, высоковязкая, сернистая, высокосмолистая, малопарафинистая, легко застывающая нефть, небогатая легкими фракциями [4].

Устойчивость нефтяных эмульсий «вода в нефти» со временем возрастает. В процессе старения эмульсии на глобулах воды увеличивается слой эмульгатора и, соответственно, повышается его механическая прочность. При столкновении таких глобул не происходит их коалесценции из-за наличия прочной гидрофобной пленки. Для слияния глобул воды необходимо эту пленку разрушить и заменить ее гидрофильным слоем ПАВ [95].

При прогнозировании свойств нефтяных смесей традиционно используют упрощенные модели аддитивности, построенные для описания идеальных растворов. Проведенные экспериментальные исследования показали ошибочность использования традиционных моделей для расчета плотности и вязкости смесей природной нефти. Причинами наблюдаемого отсутствия аддитивности свойств смеси природной нефти могут быть нарушения коллоидных структур высокомолекулярных компонент нефти [32,54]. Математическое описание

прогнозирования вязкостных свойств нефтяных смесей, получаемых компаундированием высоковязких нефтяных остатков с менее вязкими дистиллятными фракциями с достаточно высокой точностью описывает экспериментальные данные [51]. Ее применение позволяет сократить использование ценных дистиллятных топлив, необходимых для доведения нефтяных мазутов до требуемого качества.

1.3. Химические методы активации реагентов собирателей на основе нефтепродуктов

Применение реагентов – регуляторов состояния собирателей и других флотационных реагентов используется практически при всех типах рудного сырья, включая алмазосодержащие [70,103,112]. Одним из способов активации нефтепродуктов является применение депрессорных присадок. Присадки представляют собой растворяющиеся в нефти синтетические полимерные продукты. При смешивании их в небольших количествах с нефтью с повышенным содержанием парафина они способны изменять ее реологические свойства, особенно вязкость и напряжение сдвига [25,54,79].

Многофункциональные присадки типа МПК представляет собой хорошо растворимые, маслянистые жидкости от желтого до светло-коричневого цвета, плотностью 880-1000 кг/м³ при 20°С.

Используя практику улучшения реологических свойств нефтепродуктов в лаборатории флотационных методов обогащения института «Якутнипроалмаз» была разработана технология получения собирателя для флотационного обогащения алмазосодержащих руд на основе мазутных фракций, обладающих повышенной вязкостью. Мазутные фракции были получены в процессе прямой перегонки нефти Иреляхского месторождения на установке УПТ-10, после удаления легких фракций при нагревании нефти до температур +180°С, +200°С, +280°С и +300°С. Для улучшения технологических свойств полученные мазутные фракции были обработаны депрессорной многофункциональной присадкой МПК-3 в соотношении компонентов МФ: МПК-3 – 99,6:0,4. Анализ данных таблицы 1.2., в которой приведены основные физико-химические показатели мазута флотского Ф-5 и

предложенного реагента-собираателя, показывает существенное снижение вязкости и температуры застывания.

Таблица 1.2. Основные физико-химические параметры мазута флотского Ф-5 и предложенного реагента-собираателя [84]

Наименование показателя	Мазут флотский Ф-5 (ГОСТ 10585-75)	Мазутная фракция, обработанная присадкой МПК-3
Кинематическая вязкость при 50°C, сСт	Не более 36,2	22,25
Температура застывания, °С	Не выше - 5	-20
Плотность при 20°C, г/см ³	Не более 0,955	0,882

Результаты испытаний показали, что свойства мазутной фракции, обработанной присадкой МПК-3, выше, чем собирательные свойства мазута флотского Ф-5.

Хорошими собирательными свойствами относительно применительно к флотации алмазов обладает мазутная фракция МФ-280. На обогатительных фабриках №3, 8, 12 АК «АЛРОСА» для флотационного обогащения алмазосодержащего сырья был предложен реагентный режим, включающий применение мазутной фракции МФ-280, аэрофлота ИМА-1012 и пенообразователя ОПСБ.

Использование мазутной фракции МФ-280 в течение двух лет обеспечивало высокое извлечение алмазов в концентраты флотационных процессов [94]. Однако в дальнейшем режим флотации был изменен из-за снижения технологических показателей.

При флотации углей проведены испытания высокомолекулярных сополимеров [58]. Применение данных регуляторов вполне вероятно будет эффективным и при пенной сепарации алмазосодержащего сырья.

В ИПКОН РАН в последние годы удалось разработать различные электрохимические способы повышения эффективности алмазов [27,118].

Повышение флотуемости кристаллов обусловлено очисткой их поверхности от пассивирующих пленок [49,106] и улучшения условий флотации за счет генерирования тонких газовых пузырьков [29,40,82].

1.4. Физические методы активации реагентов собирателей на основе нефтепродуктов

Физические методы активации собирателей достаточно часто применяются при флотации углей, графита, талька, апатита и других минералов [9,49,114]. С использованием физических воздействий можно без существенных энергетических затрат перестраивать структуру нефтяных дисперсных систем [60,61]. Изменение реологических и физико-химических свойств нефтяных дисперсных систем сопровождается сообщением в систему энергии посредством теплового, механического, электронного, электромагнитного, акустического, кавитационного, радиационного, химического воздействия [49,87,107]. Эволюция структурного и химического состояний, устойчивости нефтяных дисперсных систем зависит от вида воздействия, устройства, посредством которого передается энергия, от времени передачи энергии и от количества энергии, сообщенной среде [62].

Ультразвуковое и вибрационное воздействие является наиболее эффективными и экономичными методами регулирования структурно реологических свойств собирателей [61,91].

При флотации ультразвук применяют для эмульгирования труднорастворимых флотационных реагентов, что позволяет получать наиболее однородные и тонкодисперсные эмульсии [52]. Перспективным является использование ультразвуковых воздействий на межфазовые поверхности раздела вода-воздух, вода-минерал и вода - углеводородная жидкость, проявляющихся на атомно-молекулярном уровне [60].

Ультразвук влияет на структурную вязкость за счет временного разрыв Ван-дер-ваальсовых связей. Необратимое уменьшение вязкости имеет место после облучения нефти ультразвуком интенсивностью 10 Вт/см^2 и более на протяжении нескольких часов. Анализ исследований показывает, что под воздействием ультразвука большой интенсивности, на протяжении длительного времени

озвучивания нарушаются С-С связи в молекулах парафина, вследствие чего происходят изменения физико-химического состава (уменьшение молекулярного веса, температуры кристаллизации и др.) [60,115].

Ультразвуковое воздействие может вызвать заметное разрушение мицелл многих флотационных реагентов, и тем самым повысить флотационную активность [88]. Высокочастотное ультразвуковое воздействие на воду и гидратные слои на поверхности минералов капелек эмульсии жидких углеводородов в воде и воздушных пузырьков представляет наибольший интерес, как с общих физико-химических позиций, так и с точки зрения возможности практического использования в целях интенсификации флотационного процесса [47]. Проведенный анализ многочисленных экспериментов показал, что образуются сложные структуры жидкости, существенно меняющие их свойства (вязкость, сжимаемость, капиллярную способность, состав и концентрацию ионов и радикалов, теплоемкость, электростатические и электромагнитные свойства, удельный вес, у жидкости образуется собственное электромагнитное поле и т.д.), причем такая система может существовать длительное время [61]. Воздействие ультразвука небольшой интенсивности при частоте в несколько мегагерц и продолжительности уже в несколько секунд – приводит к увеличению скорости прилипания воздушных пузырьков к минеральным частицам.

Однако при воздействии ультразвука на тяжелые нефтепродукты иногда происходит частичное выделение легких фракций, причем это явление становится необратимым после облучения ультразвуком с плотностью излучения 10 Вт/см^2 и больше. Процесс разложения тяжелой нефти на легкие фракции негативно сказывается на показателях флотации [61].

Весьма перспективным является использование для активирования флотореагентов кавитационного эффекта [7,128]. Кавитационная обработка жидкости может быть проведена с помощью гидромеханических или мощных ультразвуковых кавитаторов. Активацию нефти, мазута, других углеводородных топлив, а также смеси их с водой можно получить с помощью устройств, обеспечивающих интенсивную кавитацию жидкости. Интегральный конечный эффект селективного воздействия на нефть и нефтепродукты заключается в уменьшении вязкости, поверхностного натяжения и увеличении капиллярной

способности жидкости; разложении тяжелых парафинов на более легкие фракции (включая газообразные) и воду.

Устойчивость эмульсий обуславливается присутствием в нефти тяжелых высокомолекулярных полярных компонентов (смолы, асфальтены и др.), которые, адсорбируясь на поверхности капель воды, образуют бронирующие оболочки и препятствуют их слиянию, укрупнению и оседанию. В связи с тем, что асфальтены и смолы являются полярными веществами, представляется возможным использование эффектов резонансного взаимодействия электромагнитных полей с полярными компонентами нефти для эффективного разрушения высокоустойчивых водонефтяных эмульсий [84,128].

В последнее время из многочисленных способов изменения реологических свойств нефтяных дисперсных систем находит широкое применение такой вид комплексного физического воздействия, как метод виброструйной магнитной активации (ВСМА) [60]. Процесс ВСМА обеспечивает комплексное воздействие на среду: высокие сдвиговые скорости; акустическое поле; мощное магнитное поле; знакопеременное компрессионное воздействие. ВСМА способствует разрушению структуры молекулярных кристаллов парафиновых углеводородов и поддержанию этого уровня в течение длительного времени. Вибрационное воздействие с определенной энергией вследствие разрушения кристаллических структур приводит к сильному изменению структурно-вязкостных свойств нефти и может даже изменить групповой и фракционный состав [67]. При виброструйной магнитной активации возможно превращение высокомолекулярных соединений различного строения в нормальные низкокипящие и низкоплавкие парафины [85].

В процессе виброструйной обработки механическое воздействие разрушает надмолекулярную структуру нефти, а мощное импульсное электромагнитное поле сообщает частицам нефти кинетическую и потенциальную энергию и переводит их в возбужденное метастабильное состояние [61].

Используемый для виброактивации нефти прибор ВЭМА-0,3 фирмы ОАО «СКБ Сибэлектромотор» представляет собой резонансный электромагнитный вибратор, предназначенный для работы в жидких средах (рисунок 1.3).

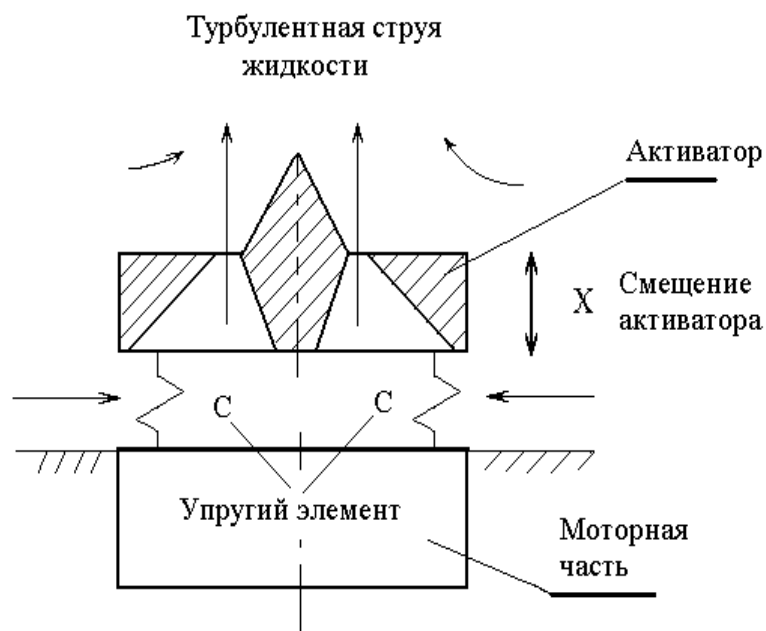


Рисунок 1.3. – Принцип действия вибратора электромагнитного активационного

Электрическая часть ВЭМА-0,3 полностью изолирована от жидкой среды, а якорь выполнен подпружиненным с коническими соплами. При подаче на моторную часть ВЭМА, определенного по форме и частоте электрического сигнала в устройстве образуется магнитное поле, которое притягивает якорь (рисунок 1.3) к моторной части. Находящаяся между якорем и моторной частью жидкая среда вытесняется в сопла якоря, создавая на выходе сопла затопленную турбулентную струю. На резонансе колебательной системы “жидкость - якорь” якорь приобретает высокие скорости и амплитуды колебаний и высокие сдвиговые скорости течения среды. При этом рвутся упругие связи неньютоновских жидкостей, и в процессе движения разрушаются кристаллы парафинов, резко снижается динамическое напряжение сдвига и пластическая вязкость [85].

Исследования технологии ВСМА для активации реагентов показали их перспективность. В результате ультразвукового воздействия на водные эмульсии жидких углеводородов достигается заметное повышение их способности закрепляться на минеральных частицах [28,30]. Однако устойчивых положительных результатов в области пенной сепарации алмазного сырья достигнуто не было, что обусловлено отсутствием достаточной информации о закономерностях данного процесса.

1.5. Объекты, предметы и основные задачи исследований

В качестве объектов исследований в настоящей работе приняты:

- процессы извлечения алмазов из руд методами пенной сепарации;
- процессы изменения свойств компаундных собирателей на основе нефтепродуктов при варьировании их фракционного состава;
- процессы вибромагнитной активации водонефтяных эмульсий собирателя при пенной сепарации алмазосодержащего материала;
- процесс пенной сепарации алмазосодержащего сырья с исследуемыми реагентами –собирателями.

Предметы исследований в настоящей работе:

- физико-химические свойства нефтепродуктов, используемых при получении собирателей для флотации алмазов, включая водонефтяные эмульсии;
- собирательные свойства по отношению к алмазам водонефтяных эмульсий, полученных из нефтешламов рудников «Мир» и «Интернациональный»;
- собирательные свойства по отношению к алмазам компаундных собирателей на основе нефтепродуктов, включая водонефтяные эмульсии;

Для решения задачи по разработке эффективных собирателей для пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов с применением активированной водонефтяной эмульсии в настоящей работе было необходимо:

- исследовать влияние параметров метода виброструйной активации нефтяных шламов на степень их диспергирования, фазовый состав, вязкость и реологические свойства;
- установить влияние состава на свойства модифицированных на основе виброструйной магнитной активации нефтяных шламов на их собирательную активность по отношению к алмазам в процессе пенной сепарации алмазосодержащего сырья;
- разработать оптимальные режимы применения водонефтяных эмульсий в качестве реагентов–собирателей для процесса пенной сепарации в условиях переработки алмазосодержащего сырья различного вещественного состава;
- разработать принципиальную схему переработки нефтяных шламов, сопутствующих добыче кимберлитовых руд различного вещественного состава;

- провести экспериментальную апробацию технологии виброструйной активации водонефтяных эмульсий из нефтяных шламов трубки «Удачная» и «Интернациональная» с последующим их использованием в качестве реагента-собираателя для условий пенной сепарации ОФ№12 Удачинского ГОКа.

Выводы к главе 1.

1. Для эффективной глубокой переработки кимберлитовых руд различных месторождений с высоким содержанием мелких классов во все возрастающем объеме применяются комбинированные схемы, включающие в качестве контрольных обогатительных операций рентгенолюминесцентную, липкостную и пенную сепарации.

2. Основное место в ряду реагентов – собирателей при флотации алмазов занимают аполярные реагенты – фракции нефтепродуктов. Для интенсификации флотации сульфидных и несulfидных минералов, в т.ч. алмазов, весьма эффективно применение сочетания аполярных и гетерополярных реагентов-собираателей. Для обеспечения необходимых свойств собирателей перспективно смешивание низкотемпературных и высокотемпературных фракций разгонки нефти.

3. На обогатительных фабриках АК «АЛРОСА» в узле пенной сепарации в качестве основного собирателя применяется флотский мазут марки Ф-5 Ангарского НПЗ. Реагентный режим, используемый при пенной сепарации алмазосодержащих руд крупностью -2,0+0,5 мм, предусматривает наряду с мазутом Ф-5 использование аэрофлота ИМ-1012 и пенообразователя ОПСБ.

4. Высокая собирательной активности по отношению к алмазам флотского мазута, мазута прямогонного, кубового остатка флотского мазута, гудрона, масляных реагентов в остатках переработки нефти обусловлена концентрацией в них высокомолекулярных малополярных органических соединений, содержащихся в исходной нефти.

5. Одними из перспективных нефтепродуктов, при переработке которых получают собиратели, пригодные для использования в процессе флотации алмазов, являются нефтяные шламы, попутно добываемых при разработке кимберлитовых месторождений. Использование продуктов переработки нефтяных шламов в

качестве реагента-собирателя в схемах пенной сепарации алмазосодержащего сырья позволяет частично решить экологическую проблему утилизации нефтяных шламов.

6. Для повышения свойств реагентов собирателей на основе нефтепродуктов целесообразно использовать метод виброструйной магнитной активации, обеспечивающий преобразование структуры и фракционного состава собирателей, их реологических свойств и способности закрепляться на поверхности алмазов.

7. Решение задачи по разработке эффективных собирателей для пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов с применением активированной водонефтяной эмульсии в работе требует:

- исследовать влияние параметров метода виброструйной магнитной активации нефтяных шламов на степени диспергирования, фазовый состав, их вязкость и реологические свойства;

- установить влияние состава на свойства модифицированных на основе виброструйной магнитной активации нефтяных шламов на их собирательную активность по отношению к алмазам в процессе пенной сепарации алмазосодержащего сырья;

- разработать оптимальные режимы применения водонефтяных эмульсий в качестве реагентов-собирателей для процесса пенной сепарации в условиях переработки алмазосодержащего сырья различного вещественного состава;

- разработать принципиальную схему переработки нефтяных шламов, сопутствующих добыче кимберлитовых руд различного вещественного состава;

- провести экспериментальную апробацию технологии виброструйной активации водонефтяных эмульсий из нефтяных шламов трубки «Удачная» и «Интернациональная» с последующим их использованием в качестве реагента-собирателя для условий пенной сепарации ОФ №12 Удачинского ГОКа.

ГЛАВА 2. МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЙ ПРОЦЕССА ПЕННОЙ СЕПАРАЦИИ И СВОЙСТВ ФЛОТОРЕАГЕНТОВ

В данном разделе представлены основные методики изучения продуктов обогащения кимберлитовых руд методом пенной сепарации и свойств собирателей, включая описания приборов для изучения коллоидно-дисперсного состояния нефтепродуктов, используемых в качестве собирателей при флотации. Представлены методики и описание установок для флотации алмазов в лабораторных условиях. Представлены методики анализа результатов выполняемых измерений и оценки адекватности лабораторных и промышленных технологических исследований и испытаний.

2.1. Методы исследований минералов в процессах обогащения

Идентификация состава и количественный минеральный анализ образцов кимберлита в практике исследования алмазосодержащих руд и продуктов обогащения выполняются с применением методов рентгенографических исследований и рентгеновской дифракции.

Одним из основных методов определения минерального состава исследуемых проб кимберлитов и структуры исследуемых минералов принят *рентгенографический фазовый анализ (РФА)* [99]. Основная часть измерений в настоящей работе в проводимых экспериментах выполнена с использованием порошкового рентгеновского дифрактометра Thermotechno ARL XTRA (рисунок 2.1).

Для расшифровки спектрограмм использовалась база данных “JCPDS”, которая позволяет провести не только диагностику минерального вида, но и определение минеральной разновидности. В данное время эталонная база данных, включает около 4000 минеральных видов и их разновидностей, более 40 тыс. неорганических около 20 тыс. органических соединений.

При проведении исследований определялся минеральный состав пробы путем диагностики в порошке всех кристаллизованных фаз (качественный анализ) с оценкой содержания основных или всех фазовых компонентов анализируемого

объекта (полуколичественный анализ). Порог обнаружения минералов находится в интервале массовых долей, от 0,5 до 3% [125].

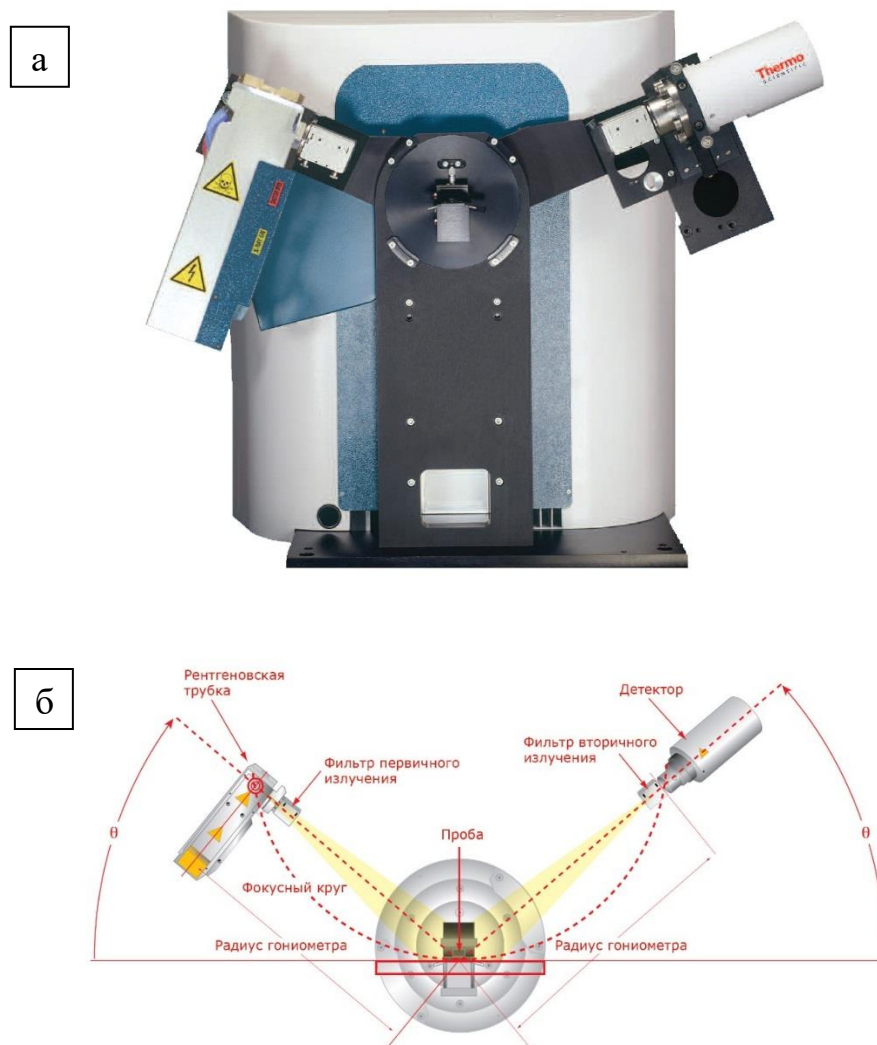


Рисунок 2.1. – Общий вид (а) и схема зоны измерений (б) рентгеновского дифрактометра Thermotechno ARL XTRA

С помощью данных методов определяются также структурные особенности слоистых минералов. Количественное определение содержания карбонатов выполняют с использованием стандартной методики [95]. Глинистые минералы связующей массы и прожилков образцов кимберлита диагностировались с использованием специальных методик, применяемых в НИГП АК «АЛРОСА» [99].

Пробы исследуемых кимберлитов изучались рентгенографическим полуколичественным анализом с использованием дифрактометра Thermotechno ARL XTRA при условиях измерения: $U = 40$ кВ, $I = 40$ мА. Для идентификации

минералов использована база рентгено-дифракционных данных PDF-4.

Экспериментальные исследования, использующие флуоресценцию образцов, были выполнены с использованием рентгено-флуоресцентного анализатора МАРФ-002. Рентгенофлуоресцентный анализ применялся для массового количественного анализа образцов горных пород на 24 химических элемента: Si, Ti, Fe (общее), Ca, Mn, P, Sc, V, Cr, Ni, Co, Cu, Zn, Sr, Nb, Mo, Ba, La, Ce, Pb, Zr, U, Th, Nd [109]. На других приборах возможный диапазон измеряемых элементов шире: от бора (№4 периодической таблицы) до урана (№92). Применение рентгенофлуоресцентного анализатора МАРФ-002с позволяет определять химический состав горных пород. Источником первичного, вызывающего флуоресценцию пробы, излучения служит портативный рентгеновский излучатель с набором фильтров.

Минеральные примеси на поверхности исследуемых кристаллов были изучены методами оптической микроскопии в отраженных электронах с использованием рентгеноспектрального микроанализатора - электронного микроскопа Superprobe JXA-8800R японской фирмы «Jeol», который является уникальным аналитическим прибором (рисунок 2.2).



Рисунок 2.2. - Рентгеноспектральный электронно-зондовый микроанализатор JXA-8800R Superprobe с рентгеноспектральной приставкой LINK ISIS 300

Система микроанализа Link ISIS Series 300 фирмы "Oxford" представляют из себя многоцелевые, автоматизированные системы, обеспечивающие измерение, обработку выходной информации и ее регистрацию. Принцип действия прибора основан на энергодисперсионном методе анализа характеристического рентгеновского излучения [110]. Конструктивно система выполнена в виде приставки, содержащей фильтры и детектор и устанавливаемой на микроскопе или анализаторе, и полного электронного блока с компьютером.

После выбора объекта исследования на образце, осуществляемого визуально, область сканирования электронного пучка на образце может сужаться до размера 1×1 мкм и менее чем и достигается высокая локальность микроанализа. Это позволяет анализировать состав участков поверхности или элементов микроструктуры. Данные приспособления и установки прибора позволяют не только проводить исследования пород методом микрозонда в режиме фазового контраста с определением состава минералов, но и исследовать зональное строение минералов и структурные особенности пород [113]. При этом возможно оценить состав породы.

Рентгеноспектральный анализ позволяет выполнять широкий спектр видов анализа:

- количественное определение в минералах основных породообразующих окислов;
- определение соотношений минеральных фаз в зернах минералов в различных режимах;
- исследование распределения химических элементов по площади зерен минералов (режим «MAP») и определенным линейным направлениям (режим «LINE»);
- качественное и полуколичественное определение химических элементов от В до U;
- топография поверхности зерен минералов (режим «ТОРО»);
- исследование микрорельефа поверхности зерен (режим «SEI»);
- цифровое фотографирование изучаемых объектов;
- статистическая обработка полученных результатов.

2.2. Методы исследований состава и свойств органических флотационных реагентов

Для измерения плотности нефтепродуктов и компаундных собирателей использованы ареометры, денситометры и пикнометры. Ареометры меряют как плотность нефти и нефтепродуктов, так и их температуру, а денситометры – только плотность нефтепродуктов. Этот метод регламентируется ГОСТ 3900–85 и заключается в том, что в исследуемый продукт погружают отградуированный ареометр, а затем производят отсчет показаний по шкале прибора при текущих условиях исследований [1].

Суть метода пикнометрии состоит том, что в пикнометр, представляющий собой отградуированный сосуд, наливают пробу испытываемого продукта, затем нагревают (или охлаждают) его до 20°C и проводят взвешивание на специальных весах, погрешность которых не больше, чем 0,0002 грамма. Полученный результат является относительным показателем [95].

Важным параметром качества применяемых реагентов является их вязкость. Для определения вязкости используют капиллярные вискозиметры. Принцип их действия основан на продавливание среды через капилляр, при этом на преодоление препятствия затрачивается энергия, то есть теряется часть входного давления. Вязкость прямо пропорциональна перепаду давления на капилляре. Для создания постоянного объемного расхода используются шестеренчатый насос или система автоматического регулирования расхода.

Диаметр капиллярной трубки и ее длина выбираются в зависимости от желаемых пределов измерения вязкости. Строго постоянное количество жидкости подается шестеренчатым насосом. Вискозиметр установлен в термостате, в котором имеется система регулирования температуры. Погрешность измерения составляет $\pm 2\%$ от верхнего предела шкалы и зависит в основном от точности поддержания температуры и расхода измеряемой среды [1,95,101].

Новым эффективным методом измерения вязкости является *метод вибрационной вискозиметрии*, который базируется на определении изменений параметров вынужденных колебаний тела правильной геометрической формы,

называемого зондом вибрационного вискозиметра, при погружении его в исследуемую среду [120].

Для измерений использовался вибрационный вискозиметр SV-10 (компания AND), которые обеспечивают широкий диапазон, высокую точность и оперативность измерений (рисунок 2.3). Область их применения - измерение динамической вязкости различных жидких сред в реальном масштабе времени. Прибор используется при проведении научных исследований, а также для технологического контроля на предприятиях химической, нефтеперерабатывающей, пищевой, фармацевтической и других отраслей промышленности [126].



Рисунок 2.3. – Вибрационный Вискозиметр SV-10

Измерения вязкости проводятся с помощью метода камертонной вибрации. За основу измерений берётся величина электрического тока, необходимая для того, чтобы поддерживать постоянную амплитуду вибрации сенсорных пластин вискозиметра в жидкой среде. Подобный метод позволяет проводить измерения в режиме реального времени с отслеживанием изменений вязкости и температуры образца, что и обеспечивает широкие функциональные возможности данных приборов.

При вибрационном методе измерения плотность образца существенно влияет на значение вязкости. На дисплее отражается значение, равное произведению динамической вязкости и плотности образца. Размерность (единица измерения) отражаемого на дисплее значения - $\text{мПа}\cdot\text{с}\cdot\text{г}/\text{см}^3$. В результате работы вибровискозиметра серии SV определяется произведение динамической вязкости и плотности образца [24,53].

Эффективным методом исследования и идентификации реагентов является *метод инфракрасной спектроскопии*. В инфракрасной области расположено большинство областей поглощения, обусловленных колебательными и вращательными движениями молекул [1,31]. Метод инфракрасной спектроскопии позволяет также определить наличие воды в минералах, характер изоморфных примесей, степень структурной упорядоченности. Оптико-спектроскопические исследования реагентов методом инфракрасной спектроскопии выполнены с применением используемых в НИГП АК «АЛРОСА» методик и программных средств.

Лабораторный Фурье–спектрометр инфракрасный Vertex 70 (рисунок 2.4) предназначен для регистрации и исследования оптических спектров пропускания, поглощения и отражения в инфракрасной области. При стандартном использовании кюветного отделения можно измерять спектры пропускания твердых образцов, имеющих форму плоскопараллельных пластин.



Рисунок 2.4. - Лабораторный ИК Фурье–спектрофотометр Vertex 70 и микроскоп инфракрасный Nuperion 2000

Рабочий спектральный диапазон Фурье–спектрометра от 400 до 5000 см^{-1} , спектральное разрешение 1,0 см^{-1} .

Микроскоп инфракрасный Nuregion 2000 предназначен для регистрации и исследования оптических спектров пропускания и поглощения в инфракрасной области. Он позволяет диагностировать мелкие алмазы и кристаллы, которые трудно поддаются изучению на обычном спектрометре.

Спектры кристаллов регистрировались на подложке из KBr или с применением держателей и диафрагм диаметром 1-3 мм, выбираемых в зависимости от размера кристаллов. Согласно классификации методик определения по точности результатов ОСТ 41-08-212-82 анализы, выполняемые на Vertex 70 можно отнести к 1-2 категориям точности в зависимости от величины коэффициентов поглощения регистрируемых центров.

Термический анализ применим для исследований таких веществ, для которых не применим рентгеноструктурный анализ, например, нефти и нефтепродуктов. Термический анализ (термография) предназначен для изучения свойств вещества и процессов, происходящих в нем при нагревании или охлаждении при заданной программе [100]. Термографическими и термогравиметрическими методами обычно выполняется идентификация минералов в горных породах. В настоящей работе метод применен для изучения фазового состава нефти. Метод используется в нефтехимии для определения содержания воды и тяжелых фракций в нефти [119].

Дифференциальный термический анализ выполнялся на дериватографе Shimadzu DTG60AH в лаборатории НИГП АК «АЛРОСА» (рисунок 2.5). Достоинством прибора является возможность определения состава природной нефти без трудоемкого разделения на отдельные фракции [28,78].

Прибор измеряет температуру (Т), изменения веса (ТГ), скорость изменения веса (ДТГ) и изменение содержания тепла (ДТА) различных образцов во временном режиме. Эти измерения позволяют обнаружить природу, температурный характер и интервал физического превращения или химической реакции, и определить изменение массы пробы в ходе реакции.



Рисунок 2.5. - Внешний вид термоанализатора DTG-60AH (слева)

Графическим результатом термоаналитических исследований являются термограммы, форма которых зависит, главным образом, от фазового состава и структуры исследуемого образца [100]. Качественная диагностика методом сравнения полученной термограммы с эталонными данными. Количественный анализ термоактивных фаз проводится с использованием гравиметрических измерений, и известных для образцов данных о потере массы при определенных температурах. Количественный анализ обладает высокой точностью при известном качественном составе пробы [100].

Данный прибор предназначен для получения кривых дифференциального термического анализа и термогравиметрического анализа в интервале температур от 15-20°C до 1500°C в различных условиях нахождения образца (вакуум, инертная или агрессивная среды, воздух). Данный прибор можно использовать в комплекте с ИК-спектрометром для анализа летучих продуктов разложения образца. Прибор выполнен в настольном исполнении в комплекте с управляющей приставкой ТА-60WS,

Широкое применение для определения поверхностного натяжения на границе жидкость – газ и особенно для определения межфазного натяжения жидкость-жидкость нашел сталагмометрический метод [50,95]. Простейший сталагмометр представляет собой воронку истечения с фиксируемым отверстием в торцевом срезе.

Метод основан на определении веса капли, отрывающейся под действием силы тяжести от плоской поверхности торцевого среза капилляра. Для этого обычно с помощью микрошприца (в более старых конструкциях – под действием собственного веса жидкости) выдавливают определенное число капель исследуемой жидкости и, зная их суммарный вес, вычисляют средний вес одной капли. Теория сталагмометрического метода, связывающая вес отрывающейся капли с поверхностным натяжением, достаточно сложная, и для определения искомым значений используют метод сравнительных измерений (для известных систем). В самом грубом приближении можно считать, что к моменту отрыва капли ее вес уравнивается силами поверхностного натяжения, равными произведению поверхностного натяжения на длину окружности капилляра.

2.3. Методы исследования гидрофобности и флотиремости алмазов

Измерения краевого угла смачивания и беспенная флотация являются классическими методами, позволяющими дать оценку состояния поверхностных и флотационных свойств минералов [12,23,69]. Для измерений использовали прибор ОСА 15ЕС (рисунок 2.6).

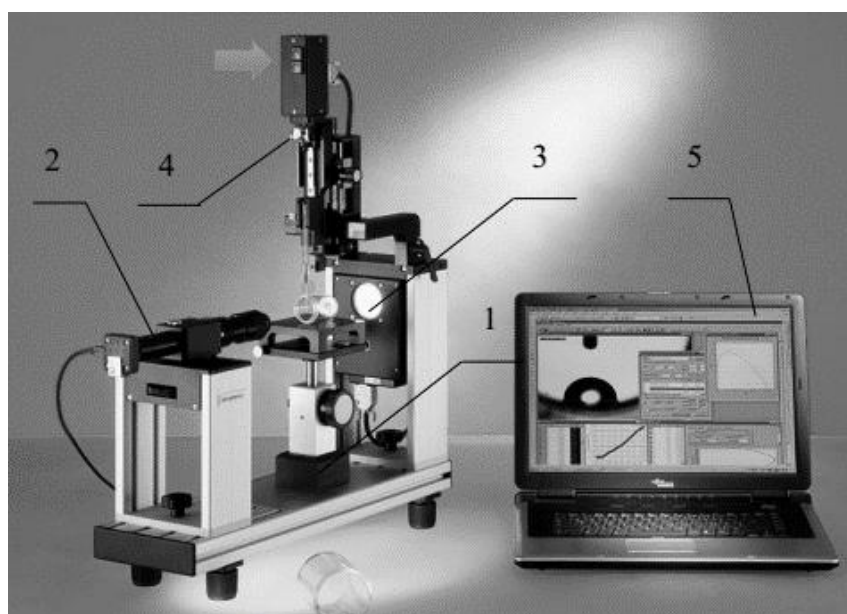


Рисунок 2.6. - Общий вид прибора ОСА 15ЕС

Угол смачивания измеряют методом сидящей капли [73], наносимой микрошприцем на определенный участок поверхности алмаза (рисунок 2.7). Принцип действия анализаторов основан на фиксации изображения капли определенной жидкости, нанесенной на твердую поверхность исследуемого образца, и графическом методе измерения контактного угла.

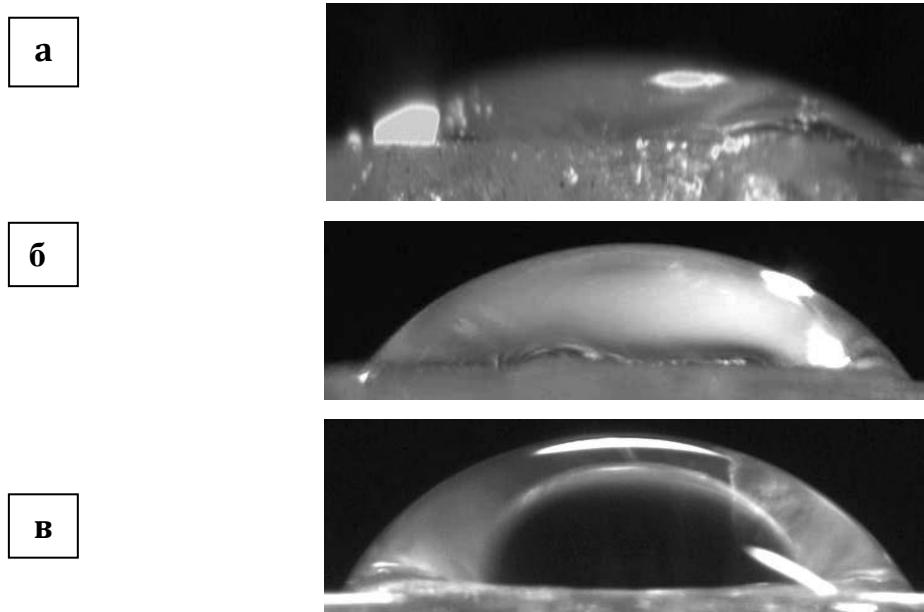


Рисунок 2.7. - Изображения микрокапель воды на поверхности алмаза: а) - $\Theta = 35-50^\circ$ (полное смачивание); б) - $\Theta = 50-60^\circ$ (гидрофильная поверхность); в) - $\Theta > 60^\circ$ (гидрофобная поверхность)

Конструктивно анализаторы представляют собой модульную систему, состоящую из предметного столика с программным управлением передвижения по всем трём осям для автоматизированного приведения образца в заданное положение, светосильного измерительного объектива с 6-и кратным увеличением, бесступенчатым внутренним фокусом и регулируемым углом наблюдения, видеоизмерительной системы с USB-камерой, безгистерезисного освещения с постоянно регулируемой интенсивностью и системы прямой дозировки жидкости SD-DM для использования одно- и многоразовых шприцов и капилляров в комбинации с электронным дозирующим модулем ES.

В качестве смачивающей жидкости используют дистиллированную воду или специальный модельный раствор. Величину краевого угла смачивания рассчитывают, как среднюю, из не менее 3 значений, отличающихся не более чем на 5%.

При проведении исследований осуществлялась обработка кристалла алмаза в течение заданного времени исследуемой водной системой с заданной концентрацией флотореагентов и измерение краевого угла смачивания (до и после обработки). Полученные данные, после статистического анализа, позволяют установить наличие и достоверность корреляционной связи между гидрофобностью алмаза и отдельными параметрами состава реагентов или применяемого реагентного режима.

Прибор с видео поддержкой OCA 15EC проводит измерение краевого угла смачивания и анализ контура капли. Система прямой дозировки SD-DM в комбинации с электронным дозирующим модулем ES, делают работу на приборе и дозировку жидкостей удобной для использования.

2.4. Методы технологических исследований

Для изучения флотации алмазов применяется метод беспенной флотации в трубке Халлимонта с диспергатором воздуха в виде фильтра Шотта [73]. Использование такого диспергатора позволяет получить пузырьки размером до 3 мм и флотировать относительно крупные кристаллы алмаза (до 1 мм) [27].

Используемая при экспериментах установка (рисунок 2.8) включала трубку Халлимонта, приспособление для подачи воздуха с расходомером.

Для проведения опытов подготавливалась навеска технических алмазов крупностью +0,1 -0,6 мм. Навеска загружалась в приспособление для обработки собирателем, выполненное в виде вертикальной мешалки. При обработке минералов поддерживалась плотность 5% твердого, что позволяло избежать механического воздействия мешалки на алмаз и поддерживать постоянную концентрацию реагентов. Исходные реагенты (собиратели) приготавливались путем эмульгирования в ультразвуковой ванне.



Рисунок 2.8. – Установка для беспенной флотации алмазов

После проведения флотационного эксперимента взвешивалась масса алмазов в приемнике концентрата и в цилиндре трубки Халлимонда. Для максимального приближения к реальным условиям обработка навески и процесс флотации проводили в термостатированных условиях при температуре 14°C .

Для испытаний и доводки технологических режимов в условиях, максимально приближенных к промышленным, использовались специально разработанные установки и методики. Стендовая установка для проведения полупромышленных исследований была разработана для передела пенной сепарации, который включал узлы подготовки проб, оттирки и обесшламливания, агитации, активации и флотации. Установка состоит из основного и вспомогательного оборудования, представленного в таблице 2.1.

Таблица 2.1. – Состав стендовой установки для технологических исследований

№	Наименование	L* B* H, мм
1	Бункер подачи руды	100×100×70
2	Лоток	150×70×30
3	Кондиционер руды	550×120×145
4	Пенный сепаратор	350×150×250
5	Дозатор реагентов	150×70×70
6	Дозатор воды	150×70×70

Методики лабораторных исследований для передела пенной сепарации включали операции подготовки проб, оттирки и обесшламливания, агитации с реагентами и флотации.

Согласно использованной методике исходный материал отбирали ручным способом из промышленного процесса (питание пенной сепарации) до обработки реагентами. Отобранные пробы высушивали естественным образом без подогрева и рассеивали на ситах с размером отверстий 1 и 0,5 мм. Из полученного материала на рентгенолюминесцентном аппарате «Кристалл» извлекали алмазы. Подготовленные безалмазные пробы использовались для проведения лабораторных исследований [62].

Непосредственно перед проведением эксперимента подготавливается навеска из 30 шт. кристаллов алмазов и 30 г руды. В подготовленную навеску добавляли 100 мл воды и оттирали в течение 10 мин в кондиционере. В навеску добавляют еще 100 мл воды, перемешивали, проводили процесс обесшламливания. После обесшламливания в навеску подавали собиратель (каплями из шприца) и агитировали навеску с мазутом 2 минуты.

Подготовленную навеску равномерно подавали на лоток флотомашины пенной сепарации, откуда она транспортировалась и подавалась на пенный слой. Полученный в процессе флотации пенный продукт (концентрат) поступал через переливной карман в приемник концентрата, камерный продукт попадали в

приемник хвостов. Из пенного и камерного продуктов извлекались алмазы, определялась их масса и рассчитывалось извлечение алмазов.

При проведении укрупненных исследований подготовка включала высушивание пробы при комнатной температуре и сепарацию черновых алмазов на рентгенолюминесцентном аппарате «Кристалл». В технологических исследованиях использовали алмазы крупностью $-1,6+1,2$ мм.

Согласно разработанной методике исследований испытания проводили в два этапа с использованием реагентов, отобранных в реагентном отделении обогатительной фабрики № 12. Опыты проводили на лабораторном пенном сепараторе ПС-0,1 с использованием фабричной оборотной воды.

Перед проведением экспериментов в навеску руды добавляют кристаллы алмазов, соответствующие типу сырья, и добавляют воду в соотношении Ж:Т – 0,5:1. Для моделирования условий контакта алмазов с материалом и водой в мельницах самоизмельчения приготовленную навеску сначала выдерживали в смеси 5 минут, а затем в течение 5-ти минут перемешивали импеллером флотационной машины.

Образовавшиеся при этом тонкие шламы удаляли из навески с жидкой фазой после разбавления материала водой в соотношении Ж:Т – 3:1. После обезвоживания в навеску материала добавляют необходимые реагенты. Перемешивание (кондиционирование) материала с реагентами осуществляют посредством импеллера флотомашин при низких скоростях вращения [53].

Подготовленный материал сепарировали на полупромышленном пенном сепараторе в одну стадию. Алмазы из концентратов и хвостов извлекали после сушки материала, отмывали в четыреххлористом углеводе, спирте, дистиллированной воде и использовали в следующих опытах [11]. Для полного обновления поверхности за счет удаления минеральных солей алмазы очищали в соляной и плавиковой кислоте [36].

Для получения достоверных результатов каждый опыт проводится три раза. Оценка адекватности разработанной методики производилась путем качественного анализа и сравнения результатов нескольких параллельных экспериментов. Математическая обработка параллельных опытов позволяет определить доверительный интервал и среднеквадратичное отклонение.

Оценка сходимости результатов экспериментов проводилась на основании обработки результатов трех параллельных опытов. Серия считалась адекватной если отклонения частных опытов от среднего укладывались в доверительный интервал. В этом случае эксперимент считался завершенным. В случае, если одно, или два значения лежали вне пределов доверительного интервала, ставился четвертый опыт и значения наиболее удаленного извлечения от среднего из частного опыта отбрасывались.

Окончательную достоверность снимаемой зависимости оценивали по коэффициенту детерминированности, рассчитываемому по уравнению [8],

$$R^2 \equiv 1 - \frac{\sum_i (y_i - f_i)^2}{\sum_i (y_i - \bar{y})^2}, \quad (2.1)$$

где y_i — наблюдаемое значение зависимой переменной; f_i - значение зависимой переменной предсказанное по уравнению регрессии; \bar{y} - среднее арифметическое зависимой переменной.

В зависимости от уровня коэффициента детерминации, принято разделять модели на три группы: 0,8 – 1 — модель хорошего качества; 0,5 – 0,8 — модель приемлемого качества; 0 – 0,5 — модель плохого качества.

При построении корреляционных моделей использовался стандартный алгоритм расчета коэффициентов парной корреляции и коэффициентов регрессионных моделей [8].

При проведении промышленных испытаний полностью соблюдался фабричный режим флотации. Переход с одного реагентного режима на другой заключался в чередовании сравниваемых собирателей и корректировке расходов других реагентов. Каждый режим соблюдался неизменным в течение одной смены. Посменное чередование режимов позволяло сравнить показатели обогащения практически на одной и той же руде. Учитывая, что перенастройки процесса флотации не требовалось и время переходного процесса не превышало 20 минут, получаемые результаты адекватно отражали эффективность используемых технологических режимов [10].

Выводы к главе 2

1. Для определения структуры и состава породообразующих минералов, а также состава органических фаз, применен микроскоп HORIBA XGT-7200V с комбинированным оптическим наблюдением, просвечивающей рентгеноскопией и измерением рентгеновской флуоресценции, что обеспечивает одновременный анализ формы образца и его элементного состава; поверхностной и внутренней структуры. Участок поверхности для проведения анализа задается как на оптико-микроскопическом изображении, так и на рентгеновском изображении объекта.

2. Эффективным методом исследования и качественной идентификации органических флотореагентов на большинстве кристаллов является классический метод просвечивающей инфракрасной спектроскопии, реализуемый при помощи лабораторного ИК Фурье–спектрофотометра Vertex 70 и микроскопа инфракрасного Hyperion 2000. Наряду с минеральным составом метод инфракрасной спектроскопии позволяет также определить наличие воды в минералах, характер изоморфных примесей, степень структурной упорядоченности.

3. Для определения фракционного состава водонефтяных эмульсий, применен метод термического анализа (термография). Прибор измеряет температуру (Т), изменения веса (ТГ), скорость изменения веса (ДТГ) и изменение содержания тепла (ДТА) различных образцов во временном режиме. Количественный анализ термоактивных фаз проводится с использованием гравиметрических измерений, и известных для образцов данных о потере массы при определенных температурах. Количественный анализ обладает высокой точностью при известном качественном составе пробы. разделения их на отдельные фракции.

4. Основными параметрами аполярных собирателей на основе нефтепродуктов является плотность и вязкость, температура застывания. Для измерения плотности нефтепродуктов и компаундных собирателей использовали ареометры, которые измеряют как плотность нефти и нефтепродуктов, так и их температуру с погрешностью измерений 1%. Для измерения вязкости используют вискозиметры истечения, в которых вязкость определяется по перепаду давления на концах капиллярной трубки. Погрешность измерений составляет 2%.

5. Новым эффективным методом измерения вязкости флотореагентов является метод вибрационной вискозиметрии, который базируется на определении изменений параметров вынужденных колебаний зондом вибрационного вискозиметра, при погружении его в исследуемую среду. Метод обладает повышенной точностью анализа (погрешность до 0,5%) и расширенной номенклатурой измеряемых параметров.

6. Для оценки гидрофобности минералов применим метод измерения краевого угла смачивания, проводимый на установке ОСА 15 ЕС, заключающийся в фотографировании микрокапли, нанесенной микрошприцем на поверхность алмаза, и графоаналитическом измерении трехфазного угла на периметре смачивания.

7. Для оценки влияния состава, расхода и условий приготовления собирателей на флотируемость алмазов на начальной стадии исследований целесообразно использовать метод беспенной флотации, проводимой на трубке Халлимонта с фильтром Шотта, обеспечивающей получение воздушных пузырьков диаметром до 3 мм, успешно флотирующих кристаллы алмазов размером от 0,1 до 0,7 мм.

8. Для проверки технологических режимов в условиях, максимально приближенных к промышленным, использовались укрупненная установка для передела пенной сепарации, которая включала узлы подготовки проб, оттирки и обесшламливания, агитации, активации и флотации. Методика испытаний включала подготовку навески, обработку пробы с реагентами и пенную сепарацию, извлечение алмазов из продуктов сепарации, расчет баланса и извлечения.

9. Разработанные методики исследования свойств реагентов и алмазов, включая их гидрофобность и флотируемость, подготовки исходного питания, проведения и оценки результатов процессов пенной сепарации позволяют определить оптимальные параметры состава и условия применения флотореагентов в процессах обогащения алмазов.

ГЛАВА 3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОБОСНОВАНИЕ ПРИМЕНЕНИЯ РЕАГЕНТОВ-СОБИРАТЕЛЕЙ НА ОСНОВЕ АКТИВИРОВАННЫХ НЕФТЕШЛАМОВ ДЛЯ ПЕННОЙ СЕПАРАЦИИ АЛМАЗОСОДЕРЖАЩЕГО СЫРЬЯ

Нефтяные шламы, сопутствующие добыче кимберлитов, являются перспективным сырьем для получения эффективных собирателей, используемых в процессе флотации алмазов. Для определения путей повышения качества собирателей проведены исследования их состава и физико-химических свойств. С целью стабилизации состава и коллоидно-дисперсного состояния собирателей и повышения их эффективности в процессе пенной сепарации алмазосодержащего сырья был выбран метод виброструйной магнитной активации (ВСМА). Для выбора условий процесса активации исследовано влияние параметров ВСМА на степень диспергированности и флотационную активность водонефтяных эмульсий, являющихся продуктом первичной переработки нефтешламов.

3.1. Исследования физико-химических свойств природных нефтешламов

В качестве предметов исследований на данном этапе экспериментальных работ изучены нефтяные шламы рудников «Интернациональный» и «Удачный». Для органической части нефтешламов были определены физико-химические характеристики и получены данные элементного анализа, представленные в таблицах 3.1, 3.2.

Результаты общего физико-химического анализа выделенной из флюида нефтешламов и глубоко обезвоженной фракции нефти показали, что органическая часть нефтешламов рудника «Интернациональный» представляет собой сравнительно тяжелую ($\rho_{20} > 0,90$), вязкую ($\nu_{20} > 180$ сСт), сернистую (содержание серы более 1 %), высокосмолистую (более 15 % смолисто-асфальтовых веществ), малопарафинистую (1,5 % n-алканов) нефть с низкой температурой замерзания. В связи с низкой парафинистостью нефти температура ее застывания очень низка. Значительное содержание в ней смолисто-асфальтовых веществ (САВ) определяет ее высокую коксуемость.

Таблица 3.1. - Характеристики органической части нефтешламов рудника «Интернациональный»

Показатель	Значение	Показатель	Значение
Содержание: воды, %	10,5	Плотность при 20°C, кг/м ³	911,1
Вязкость кинематическая, сСт		Сред. молекулярная масса, а.е.м.	385
при 20 °С	184,9	Температура застывания, °С:	-31
при 30 °С	115,3	Содержание, %:	
при 40 °С	82,3	парафина	1,55
Элементный состав, %:		Смол и асфальтенов	18,9
С	85,1	Зольность, %	48
Н	12,1	НК, °С	115
S	1,26	Отгоняется при 200°C	4,5
О	1,47	Отгоняется при 200°C	4,5

Таблица 3.2. - Характеристики органической фракции нефтешламов рудника «Удачный»

Показатель	Значение	Показатель	Значение
Содержание: воды, %	9,5	Плотность при 20°C, кг/м ³	991,0
Вязкость кинематическая, сСт		Сред. молекулярная масса, а.е.м.	395
при 20 °С	228,8	Температура застывания, °С:	-8,7
при 30 °С	155,2	Содержание, %:	
при 40 °С	92,3	парафина	2,5
Элементный состав, %:		Смол и асфальтенов	29,7
С	85,0	Зольность, %	49,3
Н	11,5	НК, °С	135
S	1,4	Отгоняется при 200°C	1,5
О	1,4	Отгоняется при 300°C	2,1

Результаты общего физико-химического анализа выделенной из флюида нефтешламов рудника «Удачный» и глубоко обезвоженной фракции нефти показали, что органическая часть нефтешламов представляет собой тяжелую ($\rho_{20} > 0,95$), вязкую ($\nu_{20} > 220$ сСт), сернистую (содержание серы более 1 %), высокосмолистую (более 19 % смолисто-асфальтеновых веществ), среднепарафинистую (1,5 % н-алканов) нефть с относительно низкой температурой замерзания.

Вследствие большого содержания парафинов и смол в органической части нефтешламов рудника «Удачный» температура их застывания заметно выше, чем для органической часть нефтешламов рудника «Интернациональный». Значительное содержание в органической части нефтешламов рудника «Удачный» смолисто-асфальтеновых веществ (САВ) определяет ее высокую коксуемость. Отмечается существенное меньшая доля отгоняемых фракций.

Органическая часть исходного флюида нефтешламов представлена сложной смесью нефтяных компонентов. Анализ инфракрасного ИК-спектра органической фазы нефтешламов (водонефтяной эмульсии) рудника «Интернациональный» (рисунок 3.1) показал следующее. В ИК-спектре присутствуют полосы поглощения, характерные для метильных и метиленовых групп $3000 - 2800$, 1460 , 1380 , 725 см^{-1} , а также полоса валентных колебаний $\text{C}=\text{C}$ связей аренового кольца при $1609-1603 \text{ см}^{-1}$. Из анализа ИК – спектра можно сделать вывод, что органическая часть представлена сложной смесью нефтепродуктов, в состав которых входят углеводороды, азотистые и ароматические соединения. В спектре также присутствуют сильные полосы поглощения в области $3600 - 3400$ и $1640 - 1615 \text{ см}^{-1}$, характерные для колебательных и деформационных колебаний гидроксильной группы.

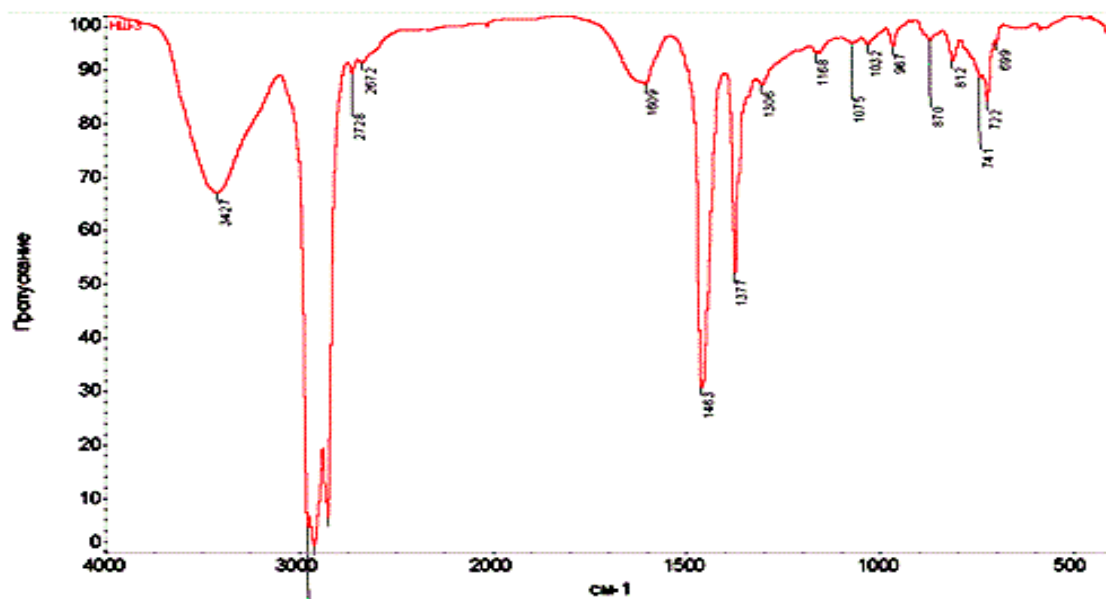


Рисунок 3.1. - ИК-спектр образца водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный»

Форму присутствия гидроксильных групп в водонефтяной эмульсии уточняли с использованием метода протонного магнитного резонанса (ПМР). Спектр протонного магнитного резонанса нефтесодержащей фазы в дейтерированном хлороформе, приведенный на рисунке 3.2, отчетливо показывает пик эмульгированной воды при 4,864 миллионной доли (м.д.) по шкале химических сдвигов.

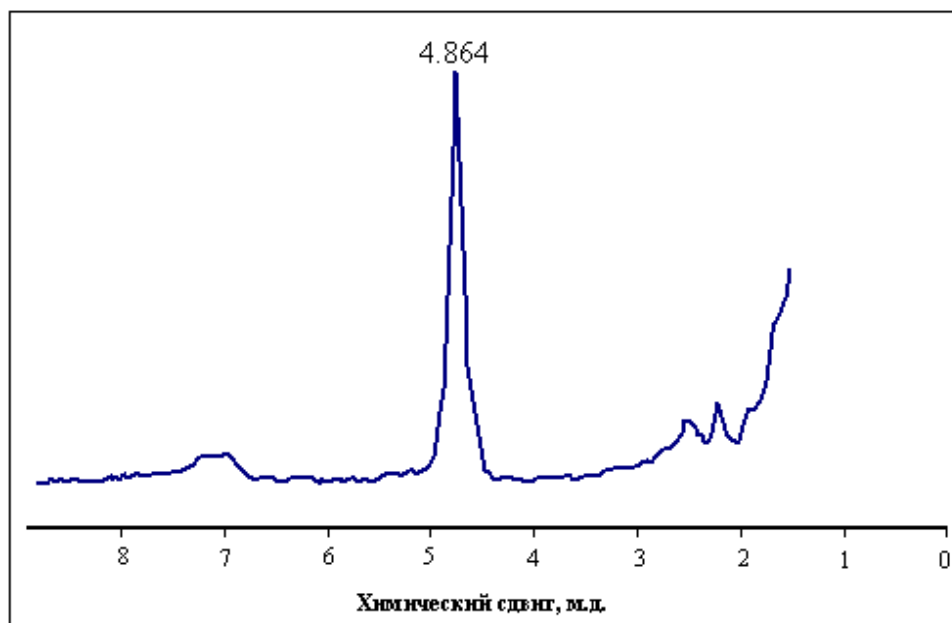


Рисунок 3.2. - ПМР-спектр органической фракции исходного образца нефтешламов рудника «Интернациональный»

Таким образом, фазовый состав водно-органической фазы нефтешламов характеризует его как нефтяную эмульсию обратного типа, содержащую в качестве дисперсной фазы минерализованную воду, органические и минеральные включения в количестве 10,5-12%. Реологические и другие свойства и физико-химические характеристики исходного нефтесодержащего флюида были исследованы в широком интервале температур от минус 10 до плюс 90°C.

Плотность водонефтяной эмульсии исходного нефтесодержащего флюида в температурном интервале от 0 до 90°C была определена с помощью ареометра. Результаты измерений показали вполне закономерное для всех типов нефтепродуктов снижение плотности водонефтяной эмульсии с ростом температуры (таблица 3.3).

Таблица 3.3. – Характеристика плотности (кг/м^3) водонефтяной эмульсии (ВНЭ) из нефтешламов рудников «Интернациональный» и «Удачный» при различных температурах

Продукт	Температура, $^{\circ}\text{C}$							
	-10	0	10	20	30	40	50	60
ВНЭ из нефтешламов рудника «Интернациональный»	929	926	919	911	905	899	893	887
ВНЭ из нефтешламов рудника «Удачный»	1007	985	973	966	958	952	945	939

Для оценки склонности водонефтяных эмульсий нефтешламов рудников «Интернациональный» и «Удачный» к застыванию при отрицательных температурах было измерено значение динамической вязкости. Анализ динамической вязкости от температуры в процессе охлаждения водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный» (рисунок 3.3, кривая 1) в процессе охлаждения со скоростью $1,7^{\circ}\text{C}$ в минуту показал, что при температуре -20°C начинается и к -30°C полностью формируется механически устойчивая консистенция.

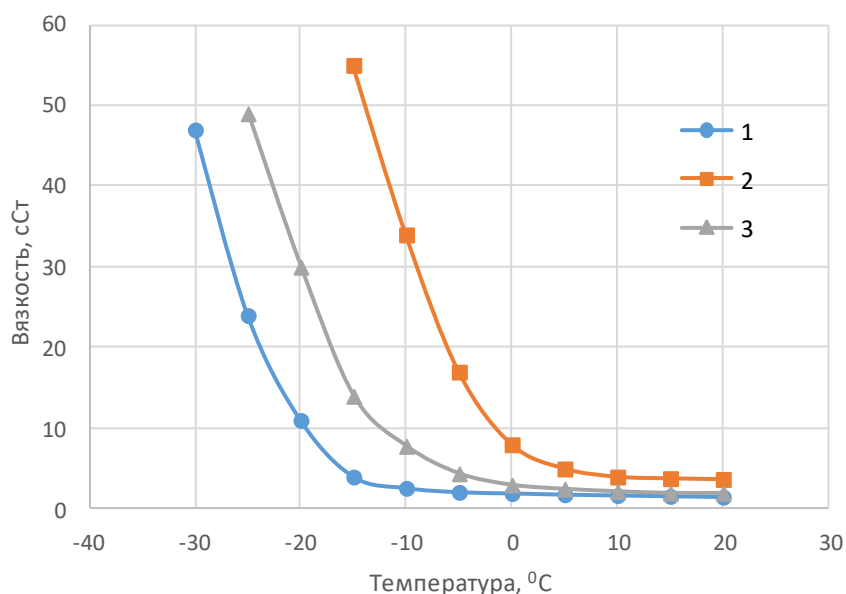


Рисунок 3.3. - Зависимости вязкости водонефтяной эмульсии из нефтешламов рудников «Интернациональный» (1), «Удачный» (2) и мазута флотского Ф-5 (3) от температуры

Для водонефтяных эмульсий рудника «Удачный», напротив, проявляется меньшая устойчивость к застыванию при отрицательных температурах и существенно большая вязкость (рисунок 3.3, кривая 2). Для сравнения на данном графике приведена зависимость изменения вязкости мазута флотского Ф-5. Сравнение результатов измерений показывают, что для мазута флотского Ф-5 и ВНЭ рудника «Удачный», проявляется большая устойчивость к застыванию при отрицательных температурах и меньшая вязкость (рисунок 3.3, кривая 3).

Дополнительная информация о строении и свойствах водонефтяных эмульсий рудников «Интернациональный» и «Удачный» была получена сталагмометрическим методом из результатов измерения межфазного поверхностного натяжения в рассматриваемой дисперсной системе при различной щелочности среды. Результаты измерений показали, что абсолютное значение межфазного натяжения границы раздела водонефтяной эмульсии и водной фазы лежит существенно выше, чем для границы раздела водной фазы и мазута флотского Ф-5 (рисунок 3.4).

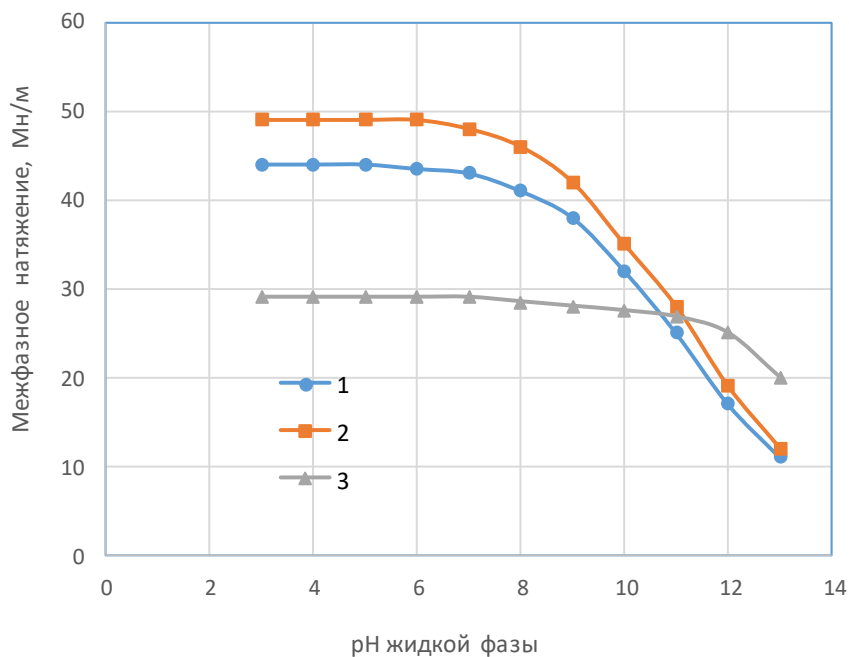


Рисунок 3.4. - Изотерма межфазного натяжения границы раздела органическая фаза -водная фаза для нефтешламов рудника «Интернациональный» (1), «Удачный» (2) и мазута флотского Ф-5 (3) при различных значениях pH при ионной силе водной фазы 0,1 моль/л

Это говорит о большей склонности водонефтяных эмульсий к переходу на границу раздела твердое – жидкое и о вероятно больших значениях трехфазного краевого угла смачивания поверхности с закрепившейся на ней эмульсии [70].

Анализ полученной сталагмометрическим методом изотерма межфазного натяжения границы раздела водонефтяной эмульсии и водной фазы с различными значениями рН (рисунок 3.4) показал, что в щелочной области ($\text{pH} > 8$) межфазное натяжение заметно уменьшается, что свидетельствует о присутствии в нефтесодержащем флюиде рудников «Интернациональный» и «Удачный» природных поверхностно-активных веществ анионного типа, например, карбоновых нефтяных кислот [1]. На практике это означает усиление вероятности диспергирования масляной фазы в водной среде при повышении рН среды.

Существенно меньшая стабильность изотермы межфазного поверхностного натяжения для границы органической фаза - водная фаза для нефтешламов рудника «Интернациональный» (1) и «Удачный» (2) в сравнении с мазутом флотским Ф-5 (3) говорит о их значительно большей окисленности и, соответственно, большей концентрации нафтеновых кислот. Полученные результаты позволяют прогнозировать высокую собирательную способность органических фаз рассматриваемых нефтешламов [81].

Обобщение полученных результатов позволяет заключить, что изучаемые образцы органических фаз рудников «Интернациональный» и «Удачный» являются водонефтяными эмульсиями обратного типа, в которых в качестве дисперсной фазы выступают глобулы воды и включения органических и неорганических веществ. Поскольку содержание смолисто-асфальтеновых веществ в нефтесодержащем флюиде достаточно велико, они играют существенную роль в образовании и упрочнении эмульсии. Заметное проявление анионоактивных окисленных фракций в нефтешламах позволяет прогнозировать их высокую собирательную способность по отношению к алмазам.

Для получения количественных характеристик фазового состава водонефтяных эмульсий были проведены термогравиметрические измерения исследуемых образцов, основанные на использовании данных о потере массы веществом при определенных температурах его обработки. Кривые потери массы позволяют охарактеризовать происходящий процесс, либо как термическое

разложение исследуемого вещества с выделением определенных элементов, либо как увеличение массы образца за счет образования дополнительных фаз на его поверхности.

Одновременно были выполнены эксперименты по методу термогравиметрии (ТГ) и дифференциального термического анализа (ДТА), основанного на регистрации разности температур исследуемого образца и термоинертного эталона. Для исследований использовался прибор DNG-60 АН. Для получения кривых дифференциального термического анализа и термогравиметрического анализа в экспериментах использовался интервал температур от 15-20°C до 800°C в инертной среде. Прибор использовался в комплекте с ИК-спектрометром для анализа летучих продуктов разложения образца.

Исследуемые компоненты помещались в платиновые тигли, которые с помощью автоматического устройства устанавливались в автоматизированную камеру для термических исследований, где автоматически взвешивались и подвергались термообработке в заданном режиме. По истечении заданного времени анализатор автоматически выключался и охлаждался. Процесс термического разложения образцов фиксировался в виде термограммы на экране монитора. Полученные в таких условиях термогравиметрические кривые и кривые дифференциального термического анализа органической фазы водонефтяных эмульсий представлены на рисунке 3.5.

Из кривых ТГ следует, что потеря массы образцом становится заметной при температурах выше 100°C, однако, величина потери массы и скорость процесса невелики. Температура и теряемая масса (около 3-6%), согласно кривым ТГ, говорит о том, что идет процесс перехода в газовую фазу диспергированной в нефтепродукте воды, что подтверждается данными ИК-спектрофотометрии.

Согласно данным кривых ТГ и ДТА стабильный рост скорости термодеструкции остатков первичного происхождения начинается только после 130 - 140°C. Относительный выход летучих продуктов на этой стадии составляет около 24%. В этом интервале происходит дистилляция легкокипящих фракций, отчетливо диагностируемых ИК-спектроскопией.

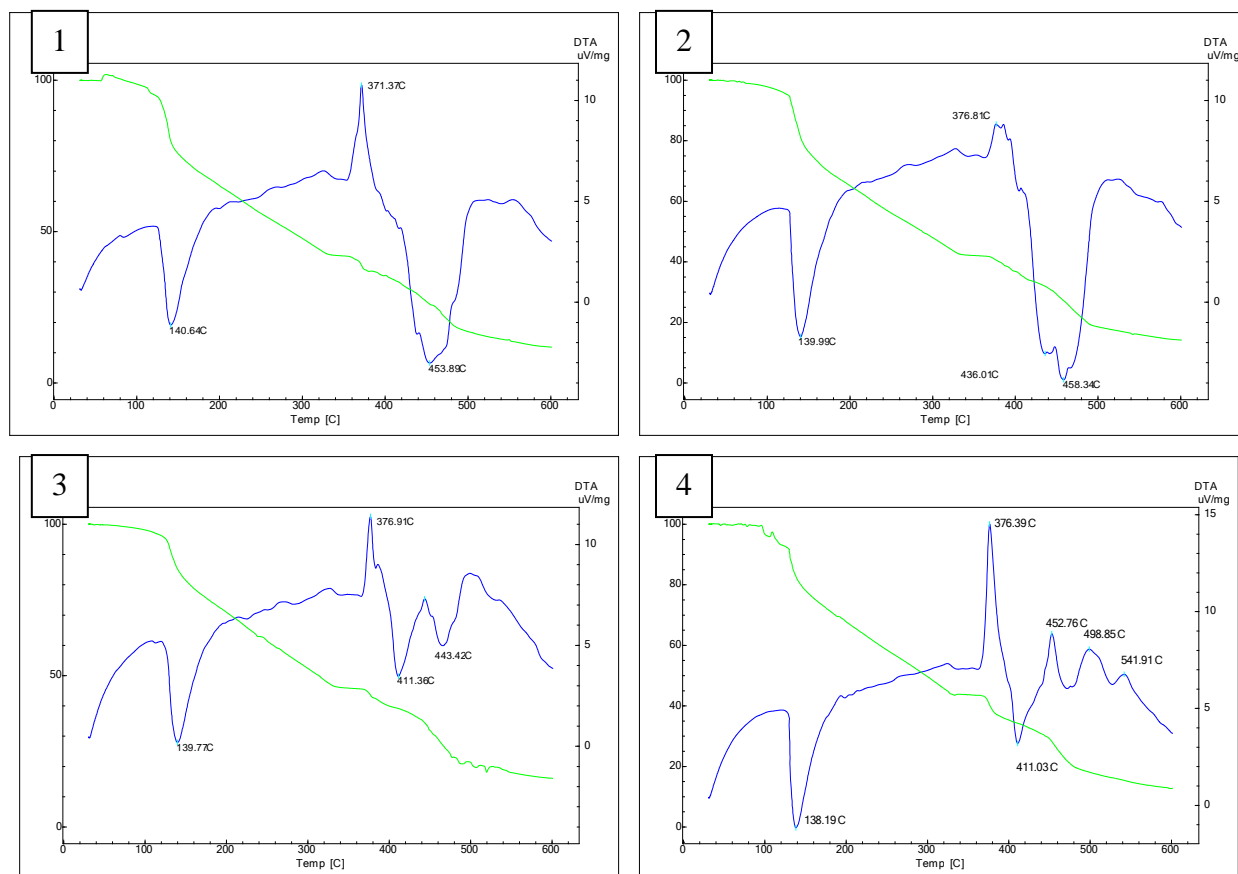


Рисунок 3.5. – Экспериментальные кривые термогравиметрии и дифференциального термического анализа водонефтяных эмульсий рудников «Интернациональный» (1,2) и «Удачный» (3,4).

При дальнейшем нагреве скорость потери массы существенно снижается. При температурах свыше 350°C скорость потери массы резко возрастает и достигает максимального значения в области $440\text{--}450^{\circ}\text{C}$. На этой стадии происходит деструкция основных структурных фрагментов смолисто-асфальтовых веществ, сопровождающаяся образованием преимущественно низкомолекулярных летучих продуктов и высокомолекулярных предшественников кокса. После 450°C образование летучих продуктов деструкции резко замедляется и к 520°C практически прекращается.

По основным характеристикам кривых исследованные пробы нефтешламов характеризуются изменяющимся от образца к образцу содержанием воды (3-7%), легкокипящих (20-30%), среднекипящих (40-50%) и неиспаряемых тяжелых углеводородных фракций (8-14%).

Дальнейшие исследования были направлены на установление коллоидно-дисперсных характеристик водонефтяных эмульсий. В экспериментах данного этапа использован лабораторный ИК Фурье–спектрофотометр Vertex 70 (Брукер, Германия). Фотографии образцов полученных эмульсий представлены ниже (рисунок 3.6).

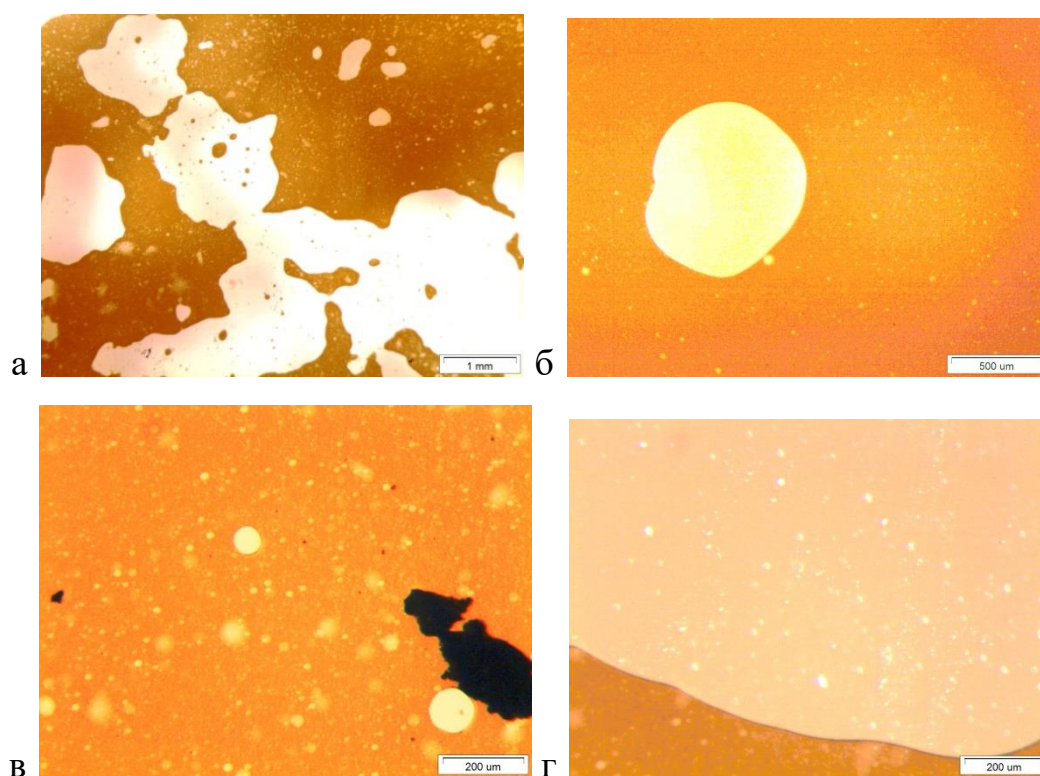


Рисунок 3.6. – Изображения проб образцов водонефтяных эмульсий рудника «Интернациональный»: а – водные линзы в тяжелой нефтяной фракции; б – крупная капля водной фазы в средней фракции; в – капли водной фазы, минеральных солей и сгустка асфальтенов; в – капли водной фазы и минеральные соли в двух не смешивающихся органических фазах

Полученные результаты показывают, что исследованные водонефтяные эмульсии содержат несмешивающиеся оптически прозрачные окрашенные фазы жидких веществ, сгустки оптически непрозрачных веществ, водную фазу различной степени диспергированности, характерные минеральные зерна. ИК-спектроскопия формализует результаты визуального анализа и диагностирует выделенные на основе визуального анализа фазы как типичные для нефти фракции несмешивающихся углеводородов, асфальтенов, воды и минеральных солей.

Размеры капель воды в образцах колеблются в интервале от 10 до 120 мкм. Размеры зерен минеральных включений – в интервале от 10 до 90 мкм. в образцах колеблются в интервале от 10 до 120 мкм.

3.2. Исследование влияния виброструйной магнитной активации на коллоидно-дисперсное состояние водонефтяных эмульсий

Применительно к нефтепродуктам нерегулярного состава и строения разработаны технологии активации, необходимые для придания им лучшей транспортируемости или улучшения способности к горению в теплогенерирующих установках [61]. Эти методы были в общем рассмотрены в главе 1 диссертации, где был сделан вывод о предпочтительности использования физических методов активации.

Для проведения настоящих исследований предварительно отбирались пробы исходных водонефтяных эмульсий, а также после виброструйной магнитной активации (ВСМА) при различной продолжительности воздействия.

Обработка водонефтяных эмульсий методом ВСМА проводилась в реактентном отделении ОФ №12 УГОКа. Виброэлектромагнитный активатор ВЭМА-0,3 устанавливался в емкости с отстоявшимися и отделенными нефтешламами рудника «Интернациональный» ($V=200$ л). Учитывая существующий опыт применения технологии ВСМА, для определения оптимального времени воздействия аппаратом ВЭМА-0,3 на нефтешламы [60] обработка проводилась в течение 1, 2 и 3 минут, что соответствовало объемной производительности аппарата 12, 6 и 4 м³/час.

Пробы полученных водонефтяных эмульсий отбирались для исследований в соответствии с ГОСТ 2517 в количестве 2,0 дм³.

Исследование влияния длительности виброструйной магнитной активации водонефтяных эмульсий на дисперсность частиц содержащихся фаз в отобранных пробах производилось методом фотографирования под микроскопом. Фотографии образцов полученных в результате виброструйной магнитной активации водонефтяных эмульсий представлены ниже (рисунок 3.9 - 3.11).

Как видно из фотографий на рисунок 3.7 – 3.8 эмульсия после непродолжительной обработки (1 – 2 мин) является неоднородной трехфазной системой, в которой присутствуют мелкие водяные линзы, светлые частички кристаллической соли, темно-коричневые частицы тяжелых фракций нефти и, равномерно распределенные по всему объему органические фазы нефтепродуктов при неполной степени смешивания.

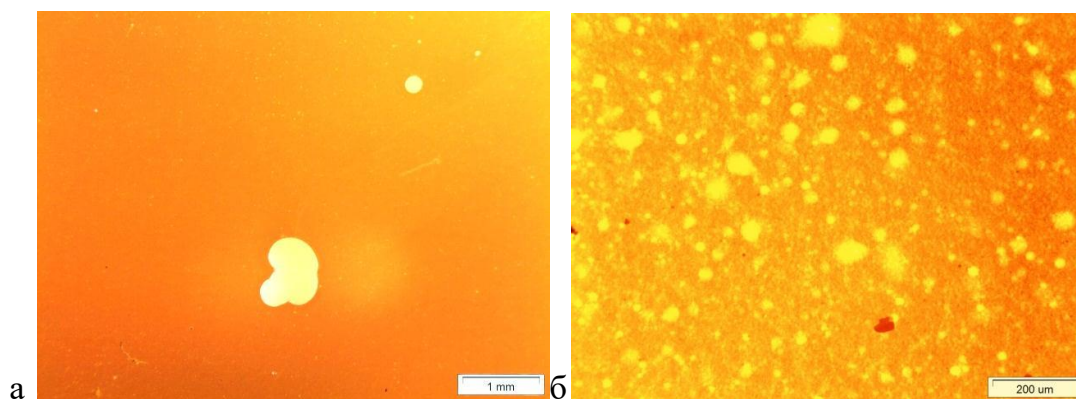


Рисунок 3.7. - Образец водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный» после виброструйной магнитной активации аппаратом ВЭМА-0,3 в течение 1 минуты: а – микрокапли водной фазы различной степени диспергирования; б – тонкодиспергированные минеральные зерна и микрокапли водной фазы.

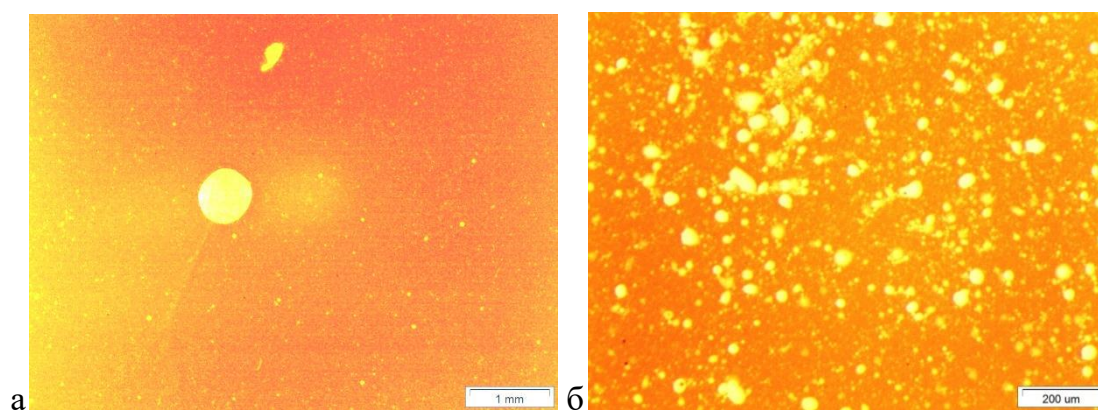


Рисунок 3.8. - Образец нефтешламов рудника «Интернациональный» после виброструйной магнитной активации аппаратом ВЭМА-0,3 в течение 2 минут: а - микрокапли водной фазы различной степени диспергирования; б – тонкодиспергированные шламовые зерна и микрокапли водной фазы.

После виброструйной магнитной активации водонефтяной эмульсии в течение 1 и 2 минут в размер средний капле водной фазы уменьшился в несколько раз. Размер самых крупных частиц, которые изредка встречаются, составляет 0,5-1 мм. Границы раздела взаимно нерастворимых углеводородов (тяжелые и средние фракции) встречаются редко.

Анализ изображений водонефтяной эмульсии, прошедшей обработку в течение 3 минут, показал, что размер частиц водной фазы, асфальтенов и солей составил менее 50,1 микрометра (рисунок 3.9). Практически не обнаруживаются границы раздела фаз взаимно нерастворимых углеводородов.

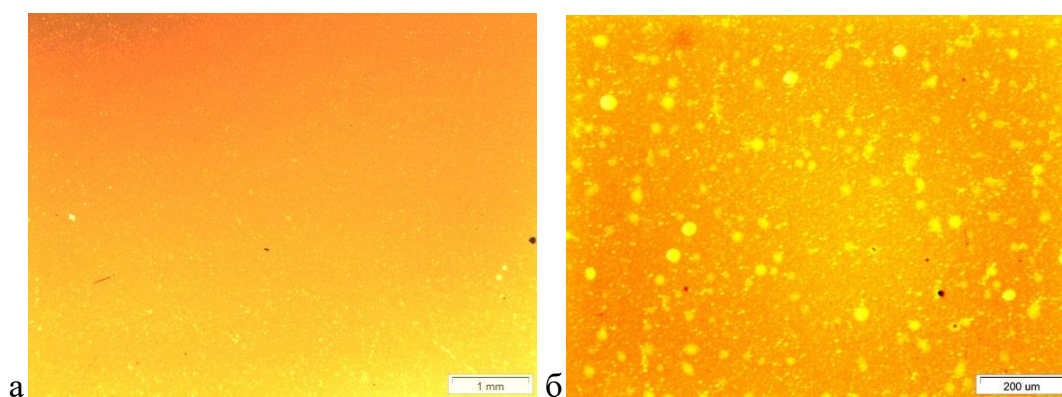


Рисунок 3.9 - Образец нефтешламов рудника «Интернациональный» после виброструйной магнитной активации аппаратом ВЭМА-0,3 в течение 3 минут: а – тонко диспергированные микрокапли водной фазы; б – тонко диспергированные шламовые зерна и микрокапли водной фазы

Измерение размеров диспергированных фаз показало, что при виброструйной магнитной активации уменьшается размер как водной фазы, так и минеральных зерен (таблица 3.4). Последнее говорит о том, что минеральные фракции представлены глинистыми минералами, агрегаты которых способны разрушаться при акустической обработке.

Таким образом, при увеличении времени воздействия виброструйной магнитной активации на водонефтяную эмульсию дисперсность всех фаз возрастает. При длительности воздействия равной 3 минутам, средний размер капель водной фазы и твердых частиц трехфазной системы уменьшается соответственно до 50,1 и

45,1 мкм. При этом практически весь объем отобранной пробы характеризуется однородностью состава в отношении фаз низко- и высокомолекулярных углеводородных фракций.

Таблица 3.4. – Распределение капель водной фазы по крупности после виброструйной магнитной активации

Крупность капель, мкм	Распределение, % при <i>времени обработки, мин</i>			
	<i>0</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>
1500	7,1	0,3	0	0
650	13,8	1,8	0	0
250	18,2	4,1	0,8	0
175	15,7	8,8	2,3	0,3
125	12,0	13,0	8,0	2,4
90	7,9	19,1	14,7	9,5
70	6,1	14,4	21,4	16,0
50	7,2	12,1	14,6	23,5
35	5,8	9,9	11,6	14,2
25	3,9	7,7	9,8	11,1
15	2,0	5,6	7,6	9,0
7,5	0,3	3,1	6,1	7,4
2,5	0,0	0,1	3,1	6,6
Итого	100	100	100	103
Средневзвешенный размер капель, мкм	171,5	74,5	61,4	50,1
Через 5 суток	172,0	74,5	61,5	53,2
Через 10 суток	171,5	77,4	67,5	54,3

Дальнейшие исследования физико-химических характеристик (вязкости, температуры вспышки, содержания воды и минеральных примесей) отобранных проб нефтешламов обеспечивалось лабораторией ГСМ автобазы Удачинского ГОКа.

Результаты физико-химических показателей отобранных проб водонефтяных эмульсий показывают, что после виброструйной электромагнитной обработки нефтешламов кинематическая вязкость водонефтяной эмульсии уменьшается. Уменьшение вязкости при увеличении времени обработки до 3 мин составляет 10-12% (таблица 3.5).

Таблица 3.5. - Физико-химические показатели водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный» после виброструйной магнитной активации аппаратом ВЭМА-0,3

Показатели	Время обработки, мин				Время отстаивания, сутки	
	0	1	2	3	5	10
Плотность при 20°С, кг/м ³	974,7	972,7	969,7	968,2	968,5	970,2
Кинематическая вязкость при 20°С, сСт	101,7	88,1	87,0	86,3	86,8	86,8
Вода и механические примеси	Стойкая эмульсия					

Такой результат принципиально соответствует результатам исследований, проведенных на других объектах – природной нефти, где после применения виброструйной магнитной активации достигалось снижение вязкости на 6-9% [60]. Одновременно снижается и плотность водонефтяной эмульсии (на 0,7%). Уменьшение вязкости и плотности свидетельствует о проявлении межмолекулярного взаимодействия при взаимном растворении углеводородных фракций.

Реологические свойства обработанных нефтешламов определялись путем измерения размеров капель воды и минеральных зерен в водонефтяной эмульсии через 5 и 10 суток хранения. Полученные результаты показали, что образованная водонефтяная эмульсия устойчива. Увеличение среднего размера диспергированной водной фазы за время измерений не превысило 10% (таблица 3.4). Не происходит и существенного изменения вязкости эмульсии (таблица 3.5).

Таким образом в результате применения виброструйной магнитной активации реологические свойства водонефтяной эмульсии улучшаются. Это можно объяснить, как микродиспергированием водной и минеральной фаз, так и гомогенизацией состава вследствие взаимного растворения углеводородных фракций органической фазы полученных эмульсий.

Стабильность свойств водонефтяных эмульсий после их виброструйной магнитной активации позволила установить основные параметры регламента их получения. Активированной водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный» был присвоен шифр ВНЭ-10, а активированной водонефтяной эмульсии рудника «Удачный» - ВНЭ-У.

3.3. Лабораторные исследования процесса пенной сепарации алмазов с применением мазута флотского и водонефтяной эмульсии

Первоначальная оценка собирающей способности исходной и активированной водонефтяной эмульсии проводилась измерением трехфазных краевых углов смачивания, полученных при нанесении капли воды на плоскополированную поверхность алмаза. При проведении данного этапа исследований проводилась обработка поверхности кристалла алмаза водонефтяной эмульсией рудника «Интернациональный» ВНЭ -10.

В результате проведенных исследований (таблица 3.6) было показано, что обработка алмазов эмульсией ВНЭ-10 заметно повышает краевой угол смачивания как для природно – гидрофобных алмазов, так и для алмазов со пониженной гидрофобностью.

Полученные результаты показали, что водонефтяная эмульсия рудника «Интернациональный» ВНЭ -10 закрепляется на поверхности алмаза и повышает ее гидрофобность.

Сравнительная оценка собирающей способности исходной и активированной водонефтяной эмульсии проводилась методом флотации в трубке Халлимонта по методике, описанной в разделе 2.4. При флотации использовались навески технических алмазов массой 0,5 г и крупностью $-0,7 +0,1$ мм.

Таблица 3.6. - Значения краевых углов смачивания поверхности алмаза после обработки водонефтяной эмульсией рудника «Интернациональный» ВНЭ-10

Время взаимодействия с ВНЭ-10, мин	Тип алмаза	Угол смачивания, град
0	природно гидрофобный	88
0	умеренно гидрофобный	72
0	гидрофильный	60
1	природно гидрофобный	90
1	умеренно гидрофобный	87
1	гидрофильный	76
2	природно гидрофобный	92
2	умеренно гидрофобный	90
2	гидрофильный	82

Предварительная агитация пробы с собирателем проводилась в течение 3 мин, после чего смесь переносилась в трубку Халлимонда, в которой проводилась флотация в течение 5 мин.

При флотации поддерживалась заданная температура водной фазы (13 - 15⁰С) и расход воздуха (5-20 см³/мин).

Результаты флотационных опытов с использованием в качестве собирателя флотского мазута Ф5, представленные в таблице 3.7, показали, что используемые алмазы характеризуются заметной естественной флотиремостью (34,6%).

При увеличении расхода собирателя (флотского мазута) с 200 до 1000 г/т (до 0,5 мг/500 мг) извлечение алмазов возрастает с 66,4 до 84,9%. Существенно влияние температуры среды. Снижение температуры с 20 до 0⁰С уменьшает извлечение алмазов с 83,3 до 77,3%. Увеличение расхода воздуха с 5 до 20 см³/мин увеличивает извлечение алмазов с 62,8 до 85,1%. Максимальное извлечение алмазов было достигнуто при 10⁰С, расходе собирателя 800 г/т, расходе воздуха 15 и 20 см³/мин.

Таблица 3.7. - Результаты опытов по флотации технических алмазов в трубке Халлимонда с применением флотского мазута

Расход собирателя, г/т	Температура среды при активации, °С	Расход воздуха, см ³ /мин	Извлечение алмазов в концентрат, %
0	60	10	34,6
200	60	10	61,4
400	60	10	74
600	60	10	80,2
800	60	10	83,2
1000	60	10	34,6
800	0	10	77,3
800	15	10	79,1
800	30	10	82,6
800	45	10	85,3
800	30	5	64,8
800	30	7	74,7
800	30	15	85,1
800	30	20	85,1

Результаты флотационных опытов с использованием в качестве собирателя не активированной водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный» (ВНЭ-10), представленные в таблице 3.8, показали, что используемый нефтепродукт характеризуется заметными собирательными свойствами.

При увеличении расхода собирателя (ВНЭ-10) с 200 до 1000 г/т (до 0,5 мг/500 мг) извлечение алмазов возрастает с 49,4 до 79,5%. В еще большей мере заметно влияние температуры среды. Снижение температуры с 20 до 0°С уменьшает извлечение алмазов с 79,5 до 65,4%. Увеличение расхода воздуха с 5 до 20 см³/мин увеличивает извлечение алмазов с 56,8 до 81,7%. Максимальное извлечение алмазов было достигнуто при активации собирателя при 30°С, расходе собирателя 800 г/т, расходе воздуха 20 см³/мин.

Таблица 3.8. - Результаты опытов по флотации технических алмазов в трубке Халлимонда с применением не активированной водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный» ВНЭ-10

Расход собирателя, г/т	Температура среды при активации, 0С	Расход воздуха, см ³ /мин	Извлечение алмазов в концентрат, %
0	60	10	34,6
200	60	10	49,4
400	60	10	62,3
600	60	10	71,2
800	60	10	77,3
1000	60	10	34,6
800	0	10	65,4
800	15	10	76,4
800	30	10	80,8
800	45	10	80,7
800	30	5	56,8
800	30	7	65
800	30	15	80,5
800	30	20	81,7

Результаты флотационных опытов (таблица 3.9) показали, что активированная водонефтяной эмульсии «Интернациональный» ВНЭ-10 также характеризуется хорошими собирательными свойствами.

При увеличении расхода ВНЭ-10 с 200 до 1000 г/т (до 0,5 мг/500 мг) извлечение алмазов возрастает с 58,4 до 84,5%. Заметно влияние температуры среды. Снижение температуры обработки с 60 до 0⁰С уменьшает извлечение алмазов с 84,5 до 68,4%. Увеличение расхода воздуха с 5 до 20 см³/мин увеличивает извлечение алмазов с 66,5 до 86,1%. Увеличение времени активации ВНЭ-10 с 0 до 5 мин увеличивает извлечение алмазов на 2,9 % с 80,8 до 86,1%. Максимальное извлечение алмазов было достигнуто при 30⁰С, расходе собирателя 800 г/т, расходе воздуха 20 см³/мин, времени активации 3 мин.

Таблица 3.9. - Результаты опытов по флотации технических алмазов в трубке Халлимонда с применением активированной водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный» ВНЭ-10

Расход собирателя, г/т	Температура среды при активации, 0С	Расход воздуха, см ³ /мин	Время активации, мин	Извлечение алмазов в концентрат
0	60	10	5	34,6
200	60	10	5	55,4
400	60	10	5	70,1
600	60	10	5	77,2
800	60	10	5	81,5
1000	60	10	5	34,6
800	0	10	5	68,4
800	15	10	5	79,4
800	30	10	5	85,7
800	45	10	5	85,6
800	30	5	5	63,5
800	30	7	5	73,1
800	30	15	5	84,6
800	30	20	5	86,1
800	30	10	3	86,2
800	30	10	2	83,9
800	30	10	1	83,2

Сравнение исследованных нефтепродуктов по их собирательной способности иллюстрируется рисунками 3.10 – 3.12. Так анализ зависимостей извлечений алмазов от расходов реагентов (рисунок 3.10) показал, что собирательная способность ВНЭ меньше, чем у флотского мазута. Активация ВНЭ-10 существенно повышает ее собирательные свойства, однако извлечение алмазов в рассматриваемых условиях практически во всем диапазоне расходов не достигает соответствующих значения при использовании флотского мазута.

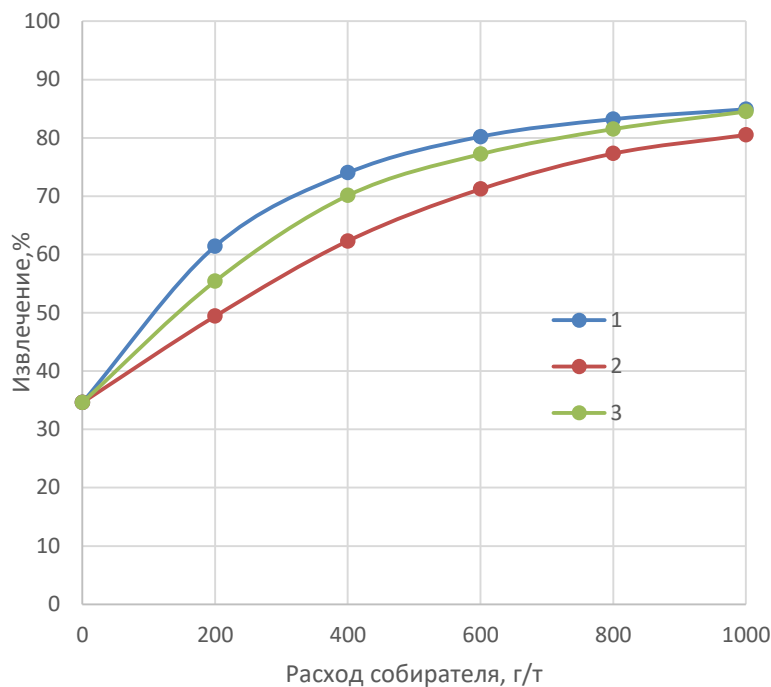


Рисунок 3.10. - Зависимости извлечения алмазов от расхода собирателей: 1 – флотский мазут; 2 – воднонефтяная эмульсия рудника «Интернациональный» ВНЭ-10; 3 – активированная воднонефтяная эмульсия ВНЭ-10 (температура при активации 60⁰С, расход воздуха при флотации 10 см³/мин)

Анализ зависимостей извлечений алмазов от температуры (рисунок 3.11) показал, что в области температур 30-60⁰С собирательная активность активированной ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 близки между собой. Однако в области низких температур (0 – 15⁰С) собирательная способность активированной ВНЭ-10 заметно меньше, чем у мазута флотского Ф-5. Как и на предыдущих зависимостях и полученных результатов видно, что использование активации ВНЭ-10 существенно повышает ее собирательные свойства. Наибольшее извлечение алмазов достигается при ведении активации в области температур 30-45⁰С.

Анализ зависимостей извлечений алмазов от расхода воздуха (рисунок 3.12) показал, что в области расходов 5 – 10 см³/мин извлечение алмазов пропорционально пропущенному количеству воздуха (времени флотации). Собирательная активность активированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 близки между собой, а при расходе воздуха 20 см³/мин извлечение алмазов при использовании активированного ВНЭ-10 превышает извлечение алмазов при использовании мазута флотского Ф-5.

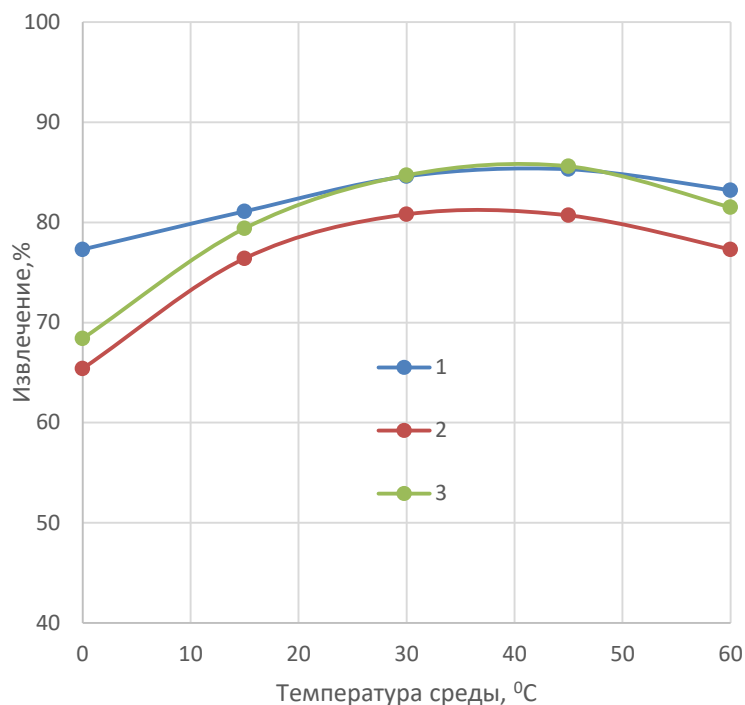


Рисунок 3.11. Зависимости извлечения алмазов от температуры собирателя при активации и дозирования: 1 –мазут флотский; 2 – водонефтяная эмульсия рудника «Интернациональный» ВНЭ-10; 3 – активированная водонефтяная эмульсия ВНЭ-10.

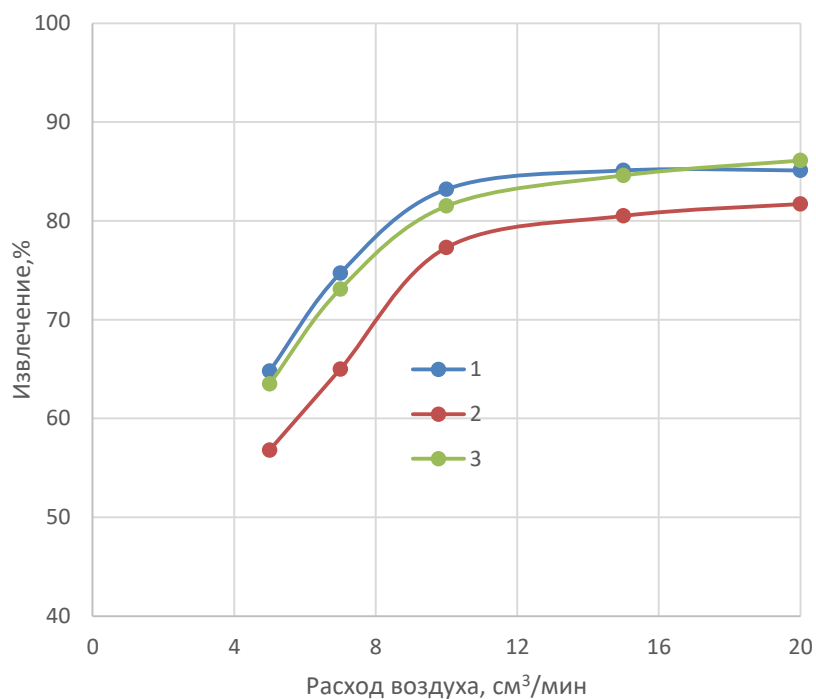


Рисунок 3.12. Зависимости извлечения алмазов от расхода воздуха: 1 – мазут флотский; 2 – водонефтяная эмульсия рудника «Интернациональный» ВНЭ-10; 3 – активированная водонефтяная эмульсия ВНЭ-10; (температура 30°C, расход собирателя 800 г/т)

Анализ показателей флотации технических алмазов при варьировании времени активации показал, что заметный эффект от активации ВНЭ-10 (прирост извлечения в 2,4%) достигается при времени обработки в 1 мин. При продолжительности обработки 3 и 5 мин прирост извлечения алмазов при всех расходах практически одинаковый и составляет 5,2 – 6,1%. Полученный результат согласуется с данными анализа коллоидно-дисперсного состояния ВНЭ-10, согласно которым при продолжительности обработки 3 мин достигается максимальная гомогенизация эмульсии и наиболее тонкое диспергирование в ней капель воды и минеральных солей.

3.4. Стендовые исследования процесса пенной сепарации алмазов с применением активированной водонефтяной эмульсии

Дальнейшие исследования технологической эффективности применения в качестве собирателя при обогащении алмазосодержащих руд образцов водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный ВНЭ-10, проводились в лаборатории института «Якутнипроалмаз». Собирательную способность водонефтяных эмульсий оценивали в сравнении с собирательными свойствами мазута флотского Ф-5, который применяется в настоящее время на обогатительных фабриках АК «АЛРОСА». Опыты проводились по стандартной методике, которая позволяет получать извлечение алмазов в концентрат пенной сепарации с воспроизводимостью не менее 96%. Для получения достоверных результатов в условиях предельно высоких извлечений (95-100%) проводилось не менее трех параллельных опытов и рассчитывалось среднее значение. В таких условиях относительная погрешность по извлечению алмазов в концентрат не превышала 1,7%.

Условия подготовки материала и режимы пенной сепарации во всех опытах были одинаковые, изменялись только испытываемые реагенты-собиратели и их дозировки. Для оценки собирательных свойств исследуемых образцов водонефтяных эмульсий проводились сравнительные опыты на одном типе алмазосодержащего сырья.

Исследования проводились на лабораторном пенном сепараторе с рудой (-1,0+0,2 мм) и алмазами (-2+1,2 мм) трубки "Интернациональная". В качестве оборотной воды использовалась рудная вытяжка, приготовленная из руды трубки «Интернациональная». В навеску руды вводились кристаллы алмазов и добавлялась вода в соотношении Ж:Т – 0,5:1. Для моделирования условий контакта алмазов с материалом и водой в мельницах самоизмельчения приготовленную рудную пробу сначала выдерживались в смеси 5 минут, а затем также в течение 5-ти минут перемешивались импеллером флотационной машины. При обработке проб и в процессе флотации поддерживалась температура 9-10⁰С.

Образовавшиеся при этом тонкие шламы удалялись из навески с жидкой фазой после разбавления материала водой. После обезвоживания в рудную пробу вводились реагенты. Перемешивание (кондиционирование) рудной пробы с реагентами осуществлялось посредством импеллера флотомашин при низких скоростях его вращения. Подготовленный материал сепарировался на лабораторном пенном сепараторе в одну стадию. Алмазы из концентратов и хвостов извлекались после сушки материала, взвешивались, отмывались в четыреххлористом углероде, спирте, дистиллированной воде и использовались в следующих опытах.

Результаты сравнительных опытов, приведенные в таблице 3.10, показывают, что применение виброструйной магнитной активации водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 обеспечивает повышение извлечения алмазов.

По результатам проведенных опытов с использованием алмазов из руды трубки «Интернациональная» видно, что исследуемая водонефтяная эмульсия ВНЭ-10 обладает хорошими собирательными свойствами и ее можно применять в процессе пенной сепарации в качестве реагента-собирателя, так как при высоких расходах по активности они соответствуют собирательной способности используемого мазута флотского Ф-5.

По результатам опытов, представленных в таблице 3.3, однако видно, что пробы водонефтяных эмульсий ВНЭ-10 с небольшим временем обработки (до 2 мин) обладают неустойчивыми собирательными свойствами. В параллельных опытах величина извлечения алмазов существенно колеблется, что можно объяснить неоднородностью состава.

Таблица 3.10 - Извлечение алмазов в концентрат при варьировании продолжительности виброструйной магнитной активации (ВСМА) водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный» ВНЭ-10 и расхода собирателя

Наименование реагента	Извлечение алмазов при <i>расходе собирателя</i> :			
	190 г/м	570 г/м	760 г/м	950 г/м
Мазут флотский Ф-5, опыт 1	54,5	76,7	87,9	95,8
Опыт 2	53,0	76,9	86,0	95,1
Опыт 3	54,5	76,5	87,3	95,3
Среднее	54,0	76,7	87,2	95,4
ВНЭ-10, без активации, опыт 1	34,0	57,6	81,0	85,5
Опыт 2	34,7	54,0	85,1	90,5
Опыт 3	33,4	53,9	82,8	88,7
Среднее	34,1	55,5	83,9	88,9
ВНЭ-10, время ВСМА 1 мин, опыт 1	33,2	52,2	87,0	90,5
Опыт 2	35,0	53,8	85,1	92,6
Опыт 3	31,7	56,2	86,8	91,7
Среднее	33,3	54,4	86,3	91,6
ВНЭ-10, время ВСМА 2 мин, опыт 1	34,1	54,6	85,0	90,5
Опыт 2	33,0	54,9	87,3	91,9
Опыт 3	32,8	52,8	86,6	92,5
Среднее	33,3	54,4	86,3	91,6
Опыт 2	47,9	66,2	89,5	95,0
Опыт 3	48,5	66,2	89,1	94,8
Среднее	47,8	66,7	88,9	95,1

После обработки водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 в течение 3 мин извлечение алмазов повышается на 6,2% (таблица 3.10). Дисперсия извлечений в отдельных опытах при использовании пробы ВНЭ-10 с временем активации 3 мин, в отличие от остальных, невелика и имеет пропорциональную зависимость извлечения алмазов в концентрат от расхода нефтепродукта, как и для принятого за базовый реагент мазута флотского Ф-5.

Зависимости извлечения алмазов от расхода собирателей (рисунок 3.13) отличаются по форме. В области малых расходов собирателя извлечение алмазов с использованием водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 на 5-20% ниже, чем при использовании флотского мазута. В опытах с расходом испытываемых реагентов 860 - 950 г/т, извлечение алмазов в концентрат составляет 88 - 95%, что соответствует извлечению при использовании мазута флотского Ф-5.

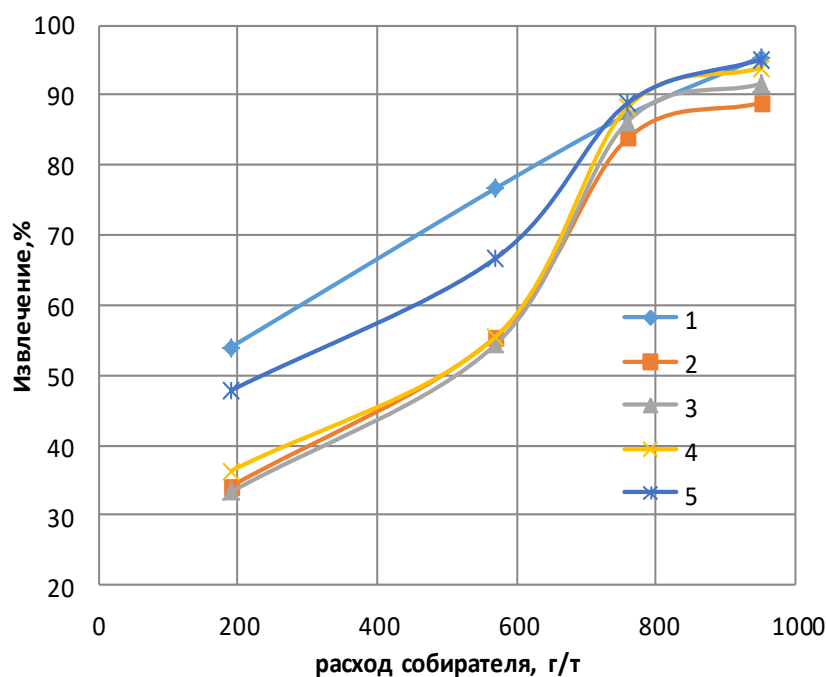


Рисунок 3.13. - Зависимости извлечение алмазов в концентрат при варьировании состава и расхода собирателя: 1 – флотский мазут; 2 – водонефтяная эмульсия рудника «Интернациональный» ВНЭ-10 без обработки; 3 – ВНЭ-10 при продолжительности ВСМА 1 мин; 4 – ВНЭ-10 при продолжительности ВСМА 2 мин; 5 – ВНЭ-10 при продолжительности ВСМА 3 мин

Таким образом, по результатам сравнительных флотационных опытов с использованием в качестве реагента-собирателя мазута флотского Ф-5 и водонефтяных эмульсий рудника «Интернациональный», активированных при различном времени воздействия ВСМА, установлено, что при увеличении времени активации и, соответственно, степени дисперсности частиц водонефтяной эмульсии,

ее собирательная способность повышается. При использовании водонефтяной эмульсии ВНЭ-10, прошедшей активацию в течение 3 мин, извлечение алмазов в концентрат повышается на 5,0 - 6,2% и практически соответствует достигаемому при использовании мазута флотского Ф-5.

Выводы к главе 3.

1. Выделенная из флюидов нефтешламов рудников «Интернациональный» и «Удачный» углеводородная фракция нефти представляет собой сравнительно тяжелую, средне и высоковязкую, сернистую, высокосмолистую (более 15 масс. % смолисто-асфальтеновых веществ), малопарафинистую, сильнообводненную (10-12% H₂O) нефть с низкой температурой замерзания (от -9 до -31⁰С).

2. Полученная отстаиванием нефтешламов рудников «Интернациональный» и «Удачный» водонефтяная фракция представляет собой нефтяную эмульсию обратного типа, содержащую 3-7% воды и минеральных солей. Органическая фаза содержит 20-30% легкокипящих углеводородов и 8 – 14% тяжелых высокомолекулярных фракций.

3. Водонефтяная эмульсия рудника «Интернациональный» ВНЭ-10 обладает собирательными свойствами по отношению к алмазам в процессе пенной сепарации по фабричному режиму. Извлечение алмазов при расходе водонефтяной эмульсии при расходе 960 г/т достигает 88,9%, однако характеризуется значительным разбросом значений извлечения алмазов, что обусловлено непостоянством состава водонефтяной эмульсии.

4. При обработке водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный» ВНЭ-10 виброструйной магнитной активацией (ВСМА) дисперсность фаз возрастает. При длительности воздействия равной 3 минутам, средний размер капель водной фазы и твердых частиц трехфазной системы уменьшается соответственно до 50,1 и 45,1 мкм. Объем отобранной пробы характеризуется однородностью состава в отношении мало- и высокомолекулярных углеводородных фракций. Снижение вязкости на 6-9% и плотности 0,7% при ВСМА обусловлено эффектом межмолекулярной конденсации при взаиморастворении углеводородных фракций.

5. В лабораторных условиях установлено, что применение виброструйной магнитной активации в течение 3-5 минут при температуре 30-45⁰С водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный» ВНЭ-10 обеспечивает повышение ее собирательной способности по отношению алмазам в процессе пенной сепарации алмазосодержащего сырья при повышении извлечения алмазов на 5 – 6,2%.

6. По результатам сравнительных флотационных опытов на стендовой установке с использованием в качестве реагента-собирателя мазута флотского Ф-5 и водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный» ВНЭ-10, активированной при различном времени воздействия, установлено, что при виброструйной магнитной активации водонефтяной эмульсии в течение 3 мин при температуре 35⁰С извлечение алмазов в концентрат повышается на 6,1% и соответствует достигаемому при использовании мазута флотского Ф-5.

ГЛАВА 4. ВЫБОР И ОБОСНОВАНИЕ СОСТАВА КОМПАУНДНЫХ СОБИРАТЕЛЕЙ ДЛЯ ПЕННОЙ СЕПАРАЦИИ АЛМАЗОСОДЕРЖАЩЕГО СЫРЬЯ

Присутствие в нефти гетероатомных соединений и естественных ПАВ предполагает использование продуктов ее переработки, а также отходов нефтяной промышленности, в качестве реагентов для флотации алмазов. Однако при использовании нефтепродуктов в качестве флотореагентов не всегда достигаются высокие и стабильные результаты флотации. Причиной снижения технологических показателей часто является затруднение в закреплении капель собирателя в водной фазе пульпы на поверхности алмазов вследствие их высокой вязкости и отсутствия растекания по поверхности минерала. Эффект избыточной вязкости успешно нивелируется путем смешивания высоковязких фракций нефти с маловязкими дистиллятными фракциями. Изучение причин снижения собирательной активности нефтепродуктов, а также обоснование наилучшего композиционного состава, позволяет улучшить качество таких реагентов-собирателей и повысить эффективность их использования при пенной сепарации алмазосодержащего сырья.

4.1. Исследования пенной сепарации алмазов с применением собирателя на основе активированной водонефтяной эмульсии рудника «Удачный» и мазута флотского Ф-5

Как было показано в лабораторных исследованиях отделенные от воды и твердой неорганической фазы фракции нефтешламов (водонефтяные эмульсии) являются эффективными собирателями при флотации алмазов. Из-за значительной вязкости они могут быть использованы в сочетании с нефтепродуктами с низкой вязкостью, в качестве которых целесообразно использовать легкие и средние фракции нефтепродуктов. В настоящих исследованиях в качестве «растворителя» был использован нефтепродукт мазут флотский Ф-5, который получают разбавлением топочного мазута М-40 дизельным топливом. Этот продукт характеризуется сниженной вязкостью и температурой застывания из-за низкого содержания высокомолекулярных смолисто-асфальтеновых фракций.

При изучении флотационных свойств композиций тяжелых нефтяных шламов с мазутом флотским, ставилась задача определить влияние соотношения исходных компонентов на вязкость реагентов и собирательную способность получаемых композиций.

В пределах каждой из составленных композиций собирателя варьируемым параметром являлось соотношение высокомолекулярных и низкомолекулярных фракций. Постепенное увеличение количества высокомолекулярных углеводородов коррелирует с ростом содержания смолисто-асфальтовых фракций нефтепродуктов, и, как следствие, сопровождается увеличением кинематической вязкости, величины поверхностного натяжения и других физических характеристик.

Сопоставление компонентного состава органической фазы водонефтяных эмульсий и мазута флотского Ф5 показало, что исследованные продукты существенно отличаются (таблица 4.1). Так водонефтяная эмульсия рудника «Удачный» ВНЭ-У содержит наибольшую долю смол и асфальтенов (45,8%), что характеризует ее как «тяжелую», вязкую нефть. Водонефтяная эмульсия рудника «Интернациональный» ВНЭ-10 содержит существенно меньше смол и асфальтенов (27%) что характеризует ее как среднюю нефть. Мазут флотский Ф-5, поставляемый на обогатительные фабрики АК «АЛРОСА», представляет собой разбавленную дизельным топливом мазутную фракцию, массовая доля смол и асфальтенов в которой невелика и составляет 17-21%.

Таблица 4.1 - Групповой компонентный состав органической фазы водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный» и «Удачный», мазута флотского Ф-5

Наименование нефтепродукта	Содержание, %				
	масла и дистилляты	бензолые смолы	другие смолы	сумма смол	сумма асфальтенов
Водонефтяная эмульсия рудника «Интернациональный» ВНЭ-10	70,8	7,1	12,5	19,6	7,4
Водонефтяная эмульсия рудника «Удачный» ВНЭ-У	54,10	11,62	16,68	28,30	17,6
Мазут флотский Ф5	68,1	5,4	6,8	12,2	8,4

Для изучения собирательных свойств комбинированных нефтепродуктов были подготовлены композиции путем смешивания активированной водонефтяной эмульсии рудника «Удачный» ВНЭ-У и мазута флотского в различных соотношениях при 20°С и были выполнены флотационные опыты с использованием их в качестве реагента-собирателя. Одновременно измерялись плотность и вязкости ВНЭ и ее температура застывания (таблица 4.2).

Таблица 4.2- Состав и характеристика композиций, приготовленных на основе флотского мазута Ф-5 и активированной водонефтяной эмульсии рудника «Удачный» ВНЭ-У

Состав композиций		Плотность, г/см ³	Вязкость при 20°С, мПа·с	Т _{заст.} , °С
ВНЭ-У	Мазут Ф-5			
0	100	0,907	15,6	-15,3
5	95	0,910	18,5	-14,7
10	90	0,915	21,4	-14,5
15	85	0,920	24,8	-14,2
20	80	0,924	27,4	-13,7
40	70	0,932	30,7	-13,1

Активация полученной отстаиванием нефтешламов водонефтяной эмульсии проводилась активатором ВСМА-0,3 в течение 3 минут. Через 24 часа после осаждения шламов была отобрана проба водонефтяной эмульсии и проведен ее анализ.

Исследования отобранной пробы водонефтяной эмульсии ВНЭ-У проводились в лаборатории института «Якутнипроалмаз». Далее были приготовлены смеси водонефтяной эмульсии ВНЭ-У, полученной после активации на аппарате ВСМА, и мазута флотского Ф-5 в соотношениях компонентов Ф-5 к ВНЭ-У: – 95:5 (5% ВНЭ-У); - 90:10 (10% ВНЭ-У); - 85:15 (15% ВНЭ-У); 80:20 (20% ВНЭ-У). Далее каждая композиция из нефтепродуктов применялась в опытах в качестве основного реагента-собирателя для флотационного обогащения алмазосодержащих материалов. Собирательные свойства исследуемых реагентов оценивались в сравнении с собирательными свойствами мазута флотского Ф-5.

Для исследований использовалась измельченная руда крупностью $-1,0 +0,2$ мм и алмазы крупностью $-2,0+1,2$ мм, водопроводная вода с пенообразователем ОПСБ (6 мг/л). Опыты проводились по описанной в разделе 2.4 методике. Подготовленная для опыта навеска руды с алмазами обрабатывалась реагентами и обогащалась на лабораторном пенном сепараторе в одну стадию. Условия подготовки материала и режимы пенной сепарации во всех опытах были одинаковыми. Изменялись только испытываемые реагенты-собиратели и их дозировки.

Ниже приведены усреднённые показатели извлечения алмазов в концентрат (таблица 4.3), которые подтверждают перспективность применение компаундных собирателей из активированной водонефтяной эмульсии «Удачный» ВНЭ-У и флотского мазута Ф-5.

Таблица 4.3 - Результаты сравнительных флотационных опытов при испытании компаундного собирателя на основе активированной водонефтяной эмульсии рудника «Удачный» ВНЭ-У и мазута флотского Ф-5, взятых в различных соотношениях

Доля ВНЭ (У) в смеси, %	Извлечение алмазов в концентрат, % при расходе реагентов, г/т				
	190	380	570	760	950
0 (100% Ф-5)	54	66,7	76,7	89,2	93,4
5	57,6	78,3	81,6	94,4	98,1
10	71,6	85,1	89,1	98,1	97,3
15	71	80	85,1	90,2	88,4
20	61,4	68,5	78,2	87,5	86,3
100 (ВНЭ-У)	58,3	65,5	74,0	78,4	81,5

Анализ полученных результатов показал, что наибольшее извлечение алмазов в концентрат пенной сепарации наблюдается при доле активированной ВНЭ-У в компаундном собирателе в диапазоне от 5 до 15%.

Полученные результаты, представленные далее в виде зависимостей извлечения алмазов от доли активированной ВНЭ-У в собирателе при различных

расходах собирателя, показывают, что с увеличением расхода максимум извлечения смещается из области с большей массовой долей ВНЭ-У в область с меньшей долей ВНЭ-У (рисунок 4.1). Так при расходе собирателя 190 г/т максимум извлечения достигается при доле ВНЭ-У около 12,5%. При расходе собирателя 380 - 760 г/т максимум извлечения достигается при доле ВНЭ 10,5%. При расходе собирателя 950 г/т максимум извлечения достигается при доле ВНЭ 7,5%.

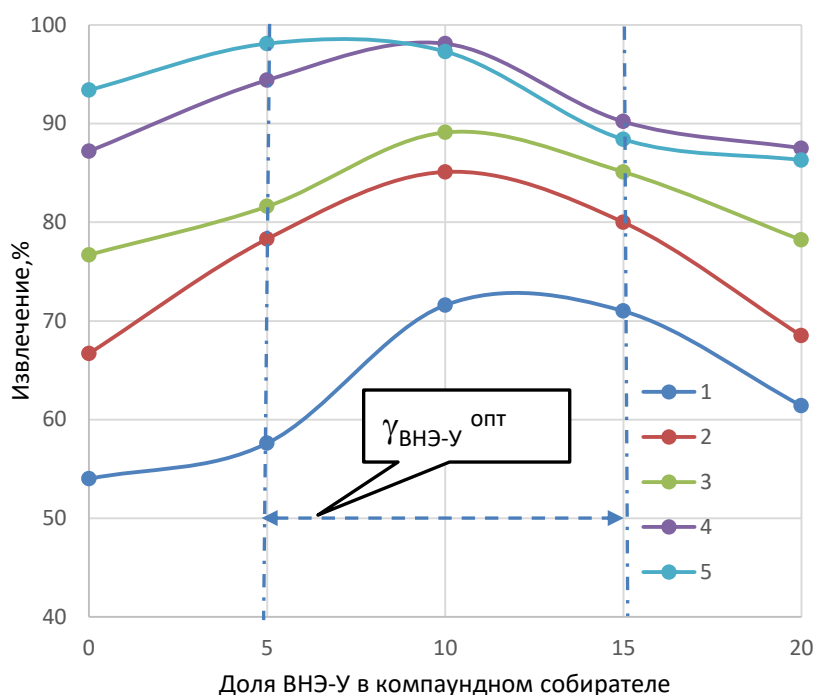


Рисунок 4.1. - Зависимость извлечения алмазов в концентрат (%) от доли активированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-У в композиционном собирателе при расходах реагентов: 1 – 190 г/т; 2 – 380 г/т; 3 – 570 г/т; 4 – 760 г/т; 5 – 950 г/т

Анализ полученных результатов показал, что наибольшее извлечение алмазов в концентрат пенной сепарации наблюдается при доле водонефтяной эмульсии ВНЭ-У в компаундном собирателе на базе мазута флотского 7,5 – 12,5%. Интервал значений доли водонефтяной эмульсии ВНЭ-У в компаундном собирателе, в котором проявляется положительный эффект увеличения собирательной способности лежит в области от 5 до 15 %. При используемом в промышленных условиях расходе собирателя, равном 760-950 г/т применение компаундного собирателя позволяет повысить извлечение алмазов на 4,7 – 7,9% (по сравнению с извлечением алмазов при использовании флотского мазута Ф-5).

Как показывают проведенные флотационные испытания, извлечение алмазов, до определенной степени увеличивается симбатно с изменением вязкости (рисунок 4.2). Уменьшение извлечения для условий применения собирателя с массовой долей водонефтяной эмульсии ВНЭ-У более 15% можно объяснить возрастающей вязкостью этой композиции и ухудшением условий взаимодействия собирателя с поверхностью алмаза.

Ввиду повышенной вязкости нефтепроявлений рудника «Удачный» использование для активации мазута флотского Ф-5 возможно при доле ВНЭ-У в компаундном собирателе не более 15%. Применение водонефтяных эмульсий в чистом виде в качестве реагента-собирателя для флотационного обогащения алмазосодержащего сырья недостаточно эффективно.

Сопоставление результатов измерения вязкости, плотности и температуры замерзания исследуемых компаундов с результатами флотации алмазов показывает, что между ними имеется сложная связь. При создании собирателей из композиций нефтепродуктов необходимо также учитывать, что увеличение вязкости и плотности относительно расчетного сопровождается уменьшением эффекта межмолекулярной ассоциации молекул и снижением кинетической устойчивости, приводящей к выделению из компаундного собирателя высокомолекулярных фракций вследствие протекания процесса молекулярной конденсации [19.32]. Наблюдаемое вследствие этого чрезмерное увеличение вязкости и плотности ведет к ухудшению собирательной способности реагента и является причиной снижения флотационных показателей.

Таким образом, установлено, что в композициях из мазута флотского и ВНЭ с увеличением содержания тяжелых фракций, а именно, смол и асфальтенов, собирательные свойства нефтепродукта повышаются в определенных диапазонах доли водонефтяной эмульсии ВНЭ-У в компаундном собирателе на базе мазута флотского (7,5 – 12,5%).

4.2. Исследования пенной сепарации алмазов с применением собирателя на основе активированной водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный» и мазута флотского Ф-5

Для определения собирательных свойств водонефтяной активированной эмульсии ВНЭ-10, полученной из нефтяного флюида, попутно извлеченного на руднике «Интернациональный», в смеси с мазутом флотским Ф-5 были выполнены флотационные опыты с использованием в качестве реагента-собирателя смесей указанных нефтепродуктов в различных соотношениях. Для исследований предварительно были приготовлены чистые реагенты - собиратели и смеси вышеназванных нефтепродуктов при массовой доле ВНЭ-10 20, 40, 60 и 80%. Одновременно с проведениями исследований измерялись характеристики компаундного собирателя, представленные в таблице 4.4.

Таблица 4.4- Состав и характеристика композиций, приготовленных на основе флотского мазута Ф-5 и активированной водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный» ВНЭ-10

Состав композиций		Плотность, г/см ³	Вязкость при 20°С, мПас	Т _{заст.} , °С
ВНЭ (10)	Мазут Ф-5			
0	100	0,907	7,4	-15,0
20	60	0,910	9,1	-14,8
40	90	0,915	14,1	-13,3
60	40	0,920	18,5	-12,2
80	20	0,924	24,6	-11,4

Анализ данных в таблице 4.4 показал, что как водонефтяная эмульсия рудника «Интернациональный», так и смеси с мазутом флотским Ф5 характеризуются заметно меньшей плотностью, вязкостью и температурой застывания по сравнению с активированной водонефтяной эмульсией ВНЭ–У и ее смесями с мазутом флотским Ф5 аналогичного состава.

В дальнейших исследованиях каждая смесь нефтепродуктов применялась в опытах в качестве реагента-собирателя для пенной сепарации пробы алмазосодержащих материалов. Собирательные свойства исследуемых реагентов-оценивались в сравнении с собирательными свойствами исходных нефтепродуктов: мазута флотского Ф-5 и активированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10. В таблице 4.5 приведены показатели извлечения алмазов в концентрат при варьировании фракционного состава собирателя и его расхода.

Таблица 4.5 – Результаты сравнительных опытов при испытании компаундного собирателя, состоящего из мазута Ф-5 и активированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10, взятых в различных соотношениях

Доля ВНЭ 10 в смеси , %	Извлечение алмазов в концентрат (%), при расходе реагентов (г/т)				
	125	325	650	875	1050
0 (Ф5)	61,1	79,7	85	92,6	94,3
20	63	81,1	88,3	93,3	95,3
40	67,9	86,8	94	96,3	98,1
60	69	86,1	91,3	95,3	97,1
80	64,1	79,8	86,7	93,3	95,3
100 (ВНЭ-10)	63,3	73,3	81,3	91,6	94,3

Из приведенных в таблице 4.5 данных видно, что собирательные свойства смесей нефтепродуктов мазута флотского Ф-5 и ВНЭ-10 превышают собирательные свойства каждого из них отдельно взятого. Графики зависимостей извлечения алмазов в концентрат от доли ВНЭ-10 в компаундном собирателе, представленные на рисунке 4.2, показывают, что проявляется синергетический эффект собирательной способности смесей мазута Ф-5 и активированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10, наиболее сильно проявляющийся в области объемных соотношений от 4:6 до 6:4 (от 40 до 60% ВНЭ-10). Максимальное извлечение алмазов в концентрат (98,1%) достигается при максимальном расходе полученных собирателей. Близкие извлечения алмазов с использованием компаундного собирателя и мазута достигаются при вдвое меньшем расходе компаундного собирателя.

Таким образом, результатами сравнительных флотационных опытов было показано, что при использовании в качестве реагента-собирателя смеси мазута флотского Ф-5 и активированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 достигается существенное повышение извлечения алмазов в концентрат. Наилучшие результаты были получены при массовой доле ВНЭ от 30 до 70%.

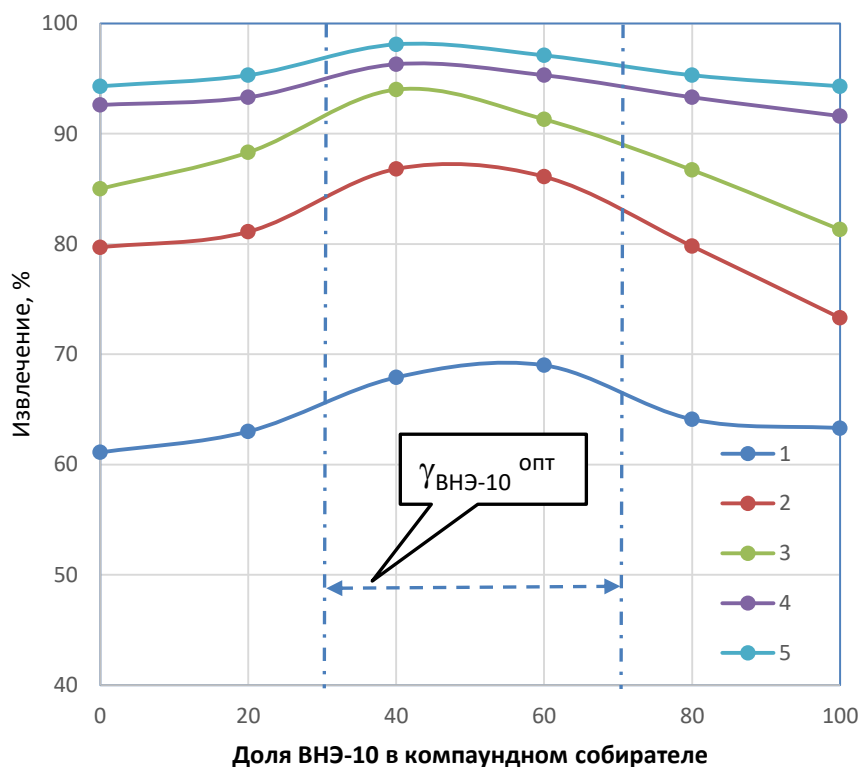


Рисунок 4.2. - Зависимость извлечения алмазов в концентрат (%) от массовой доли активированной ВНЭ-10 в композиционном собирателе при расходах реагентов: 1 – 125 г/т; 2 – 325 г/т; 3 – 650 г/т; 4 – 875 г/т; 5 – 1050 г/т

При этом наибольший прирост извлечения алмазов (8-9%) достигается при меньших расходах собирателя. С другой стороны, полученные зависимости подтверждают возможность сокращения расхода реагентов при поддержании одинакового извлечения.

Таким образом, полученные результаты показали, что компаундные собиратели на основе ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 обладают более высокими технологическими свойствами, чем каждый из компонентов в отдельности. Наибольшая эффективность наблюдается при смешивании ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 в соотношениях от 3:7 до 7:3 (30-70% ВНЭ-10), при этом уровень

извлечения алмазов в концентрат достигает максимальных значений (98%) увеличиваясь на 3,7 – 4,8% относительно значений извлечений алмазов, достигаемых при использовании в качестве собирателей флотского мазута или ВНЭ-10 отдельно.

4.3. Разработка критерия оценки качества компаундных собирателей для пенной сепарации алмазосодержащего сырья

Как указывалось выше, причиной нестабильности показателей пенной сепарации является колебания свойств применяемого собирателя мазута флотского Ф-5. Это обусловлено непостоянным фракционным составом поставляемых нефтепродуктов, а именно – соотношением низкомолекулярных и высокомолекулярных компонентов, от которого зависит фракционный состав собирателя и эффективность пенной сепарации.

При избытке в собирателе низкомолекулярных фракций имеет место недостаточная гидрофобизация алмазов и снижение их флотуемости. При избытке высокомолекулярных фракций имеет место избыточная гидрофобизация породных минералов и снижение качества концентрата. При дальнейшем росте доли высокомолекулярных фракций имеет место ухудшение флотации алмазов из-за застывания и снижения подвижности капель собирателя на их поверхности.

Основной задачей следующего этапа исследований являлось:

- разработка методики анализа свойств мазута флотского Ф-5 и водонефтяной эмульсии для приготовления компаундного собирателя;
- определение оптимального состава компаундного собирателя исходя из свойств используемых нефтепродуктов и режима пенной сепарации.

Исходными данными для выбора оптимальных параметров компаундного собирателя являлись результаты регрессионного анализа связей по флотуемости алмазов и физико-химических характеристик компонентов собирателя. При проведении исследований использовались данные результатов флотации алмазов (извлечение), плотности и вязкости используемого собирателя. Исследуемым компонентом был и расход собирателя в ограниченном интервале варьирования (875 – 1050 г/т).

Математическая обработка проводилась с использованием программы Microsoft Excel. С учетом объема выборки (40 измерений) для аппроксимации зависимостей были выбраны степенные функции 4-й степени $Y = a_1X^4 + a_2X^3 + a_3X^2 + a_4X + a_5$. Критерием адекватности полученной аппроксимирующей функции служил показатель детерминированности R^2 .

Анализ полученной зависимости извлечения алмазов от плотности собирателя показывает, что максимум извлечения достигается при плотности $0,916 \text{ г/см}^3$ (рисунок 4.3). Интервал плотности собирателя, в котором достигается максимальный положительный эффект (более 96% извлечения) – от $0,913$ до $0,92 \text{ г/см}^3$.

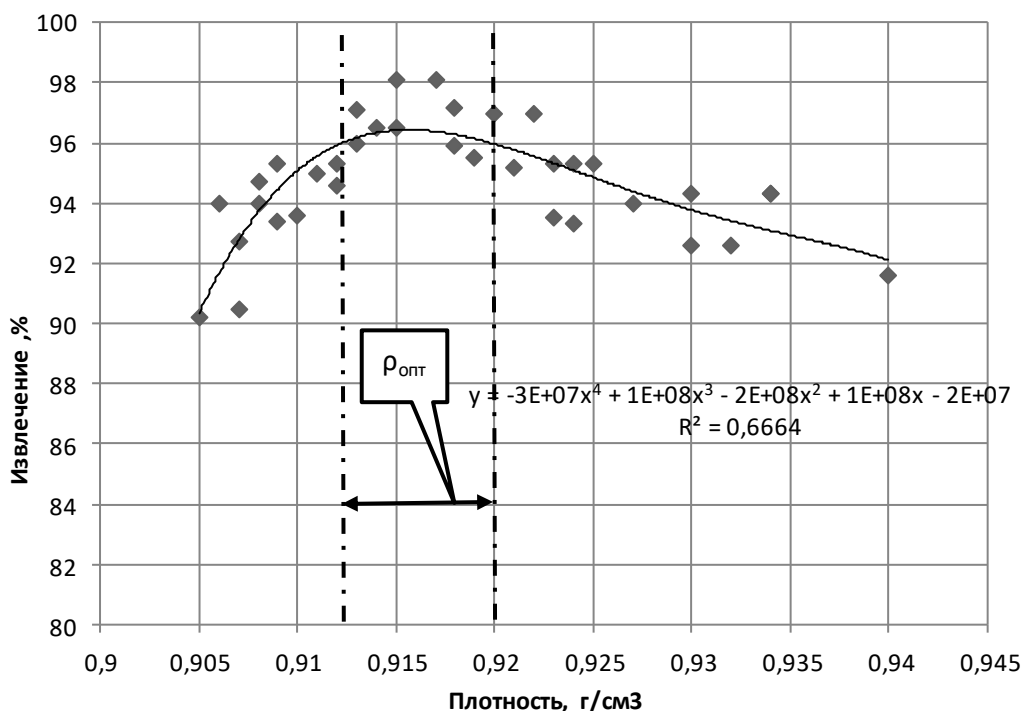


Рисунок 4.3. - Зависимость извлечения алмазов от плотности используемого компаундного собирателя - смеси мазута флотского Ф-5 и активированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10

Анализ зависимости извлечения алмазов от вязкости собирателя показывает, что максимум извлечения достигается при вязкости $13,5 \text{ мПа}\cdot\text{с}$ (рисунок 4.4). Интервал плотности собирателя, в которой достигается максимальный положительный эффект (более 96% извлечения) – от $10,5$ до $18,5 \text{ мПа}\cdot\text{с}$.

Анализ коэффициентов детерминированности зависимостей показывает, что аппроксимационная кривая четвертого порядка с средней точностью описывают полученные результаты ($R^2 = 0,71$).

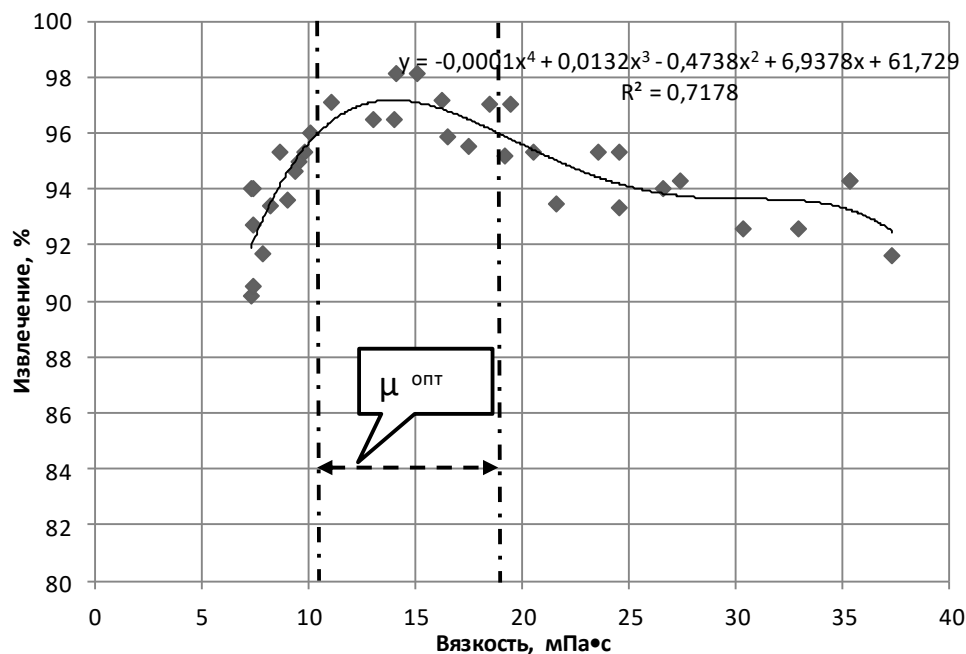


Рисунок 4.4. - Зависимость извлечения алмазов от вязкости используемого компаундного собирателя - смеси активированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5

Таким образом, степенные аппроксимирующие уравнения зависимостей извлечения алмазов от плотности и вязкости компаундного собирателя характеризуются средними значениями показателя детерминированности R^2 .

При увеличении массовой доли высокомолекулярных компонентов увеличивается склонность нефтепродуктов к образованию дисперсных систем в результате межмолекулярного взаимодействия высокомолекулярных фракций собирателя. Такой процесс сопровождается увеличением плотности и вязкости смеси. Произведение плотности и вязкости может быть использовано в качестве критерия, оценивающего склонность смеси к переходу в гетерогенную систему, например коллоид. С учетом предложенного метода оценки свойств собирателя (с применением показателя конденсированности), были проведены измерения

произведения плотности на вязкость, обеспечиваемые использованием вибрационного вискозиметра SV-10.

Анализ зависимости извлечения алмазов от показателя конденсированности собирателя показывает, что максимум извлечения достигается при значении ПК = 12,5 мПа·с (рисунок 4.5). Интервал ПК собирателя, в котором достигается максимальный положительный эффект (более 96% извлечения), – от 9 до 17,5 мПа·с г/см³.

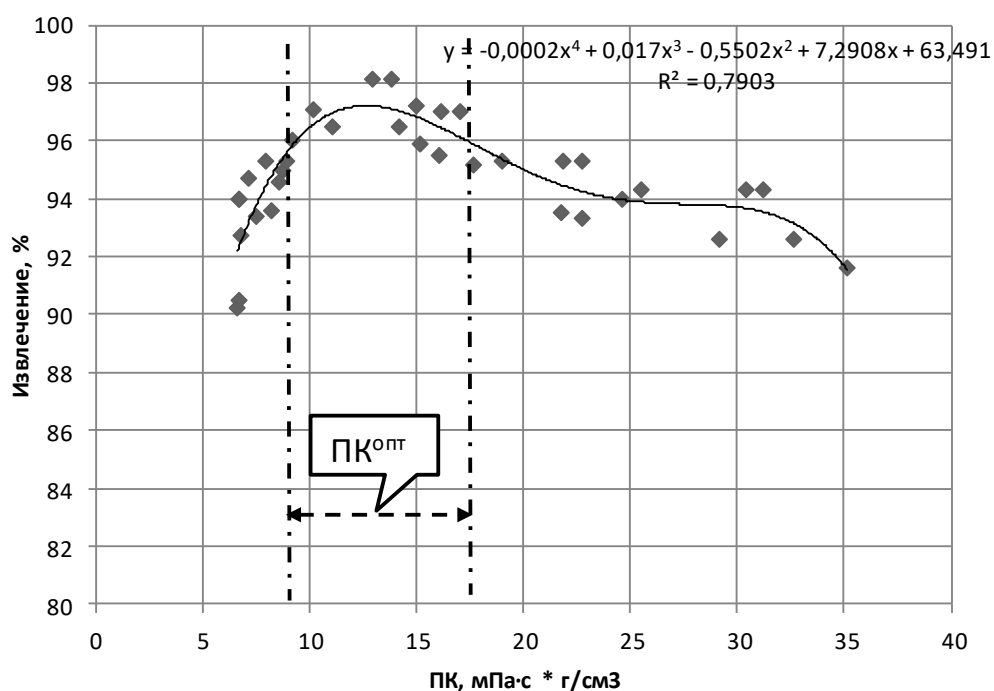


Рисунок 4.5. - Зависимость извлечения алмазов от показателя конденсированности (ПК) компаундного собирателя - смеси активированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5

Значение показателя детерминированности зависимости извлечения алмазов от показателя конденсированности ($R^2 = 0,79$) существенно выше, чем при использовании в качестве критериев плотности и вязкости собирателя (0,66 – 0,71). Полученные результаты позволяют рекомендовать показатель конденсированности (ПК) для оценки и оптимизации компонентного состава применяемого компаундного собирателя.

Варьирование состава компаундного собирателя может осуществляться также путем его разбавления низкомолекулярным растворителем – дизтопливом. Такое регулирование необходимо при поступлении мазутов с высокой плотностью (более

0,96) и вязкостью (более 20 мПа·с). Такой мазут по своим свойствам не позволяет достичь желаемого результата путем его смешивания с ВНЭ-10. При любом соотношении фракций значения показателя конденсированности всегда будут лежать правее границы оптимальной области (измеренный ПК $\geq 17,5$ мПа·с г/см³).

Для определения возможности поддержания оптимальных параметров собирателя разбавлением низкомолекулярным нефтепродуктом были поставлены эксперименты на смеси топливного мазута М-40 и дизельного топлива. Для исследований предварительно были приготовлены чистые реагенты и смеси вышеназванных нефтепродуктов при массовой доле М-40, 20, 40, 60 и 80%. Одновременно с проведениями исследований измерялись характеристики компаундного собирателя, представленные в таблице 4.6.

Таблица 4.6- Состав и характеристика композиций, приготовленных на основе мазута М-40 и дизельного топлива (летнего)

Состав композиций		Плотность, г/см ³	Вязкость при 20°С, мПаС	T _{заст.} , °С
Мазут М-40	Дизельное топливо			
100	0	0,987	53,6	-5,5
90	10	0,975	28,3	-7,0
80	20	0,961	21,7	-8,0
70*	30	0,952	16,1	-9,1
60*	40	0,945	13,1	-10,3
50	50	0,931	9,5	-11,2
40	60	0,914	6,6	-12,4

* Композиция приблизительно соответствует мазуту флотскому Ф-5.

Анализ данных в таблице 4.6 показал, что смешивание мазута М-40 с дизтопливом приводит к постепенному снижению плотности и температуры замерзания, резкому и существенному снижению вязкости получаемой смеси.

Далее каждая смесь М-40 и дизельного топлива применялась в опытах в качестве реагента-собирателя для пенной сепарации пробы алмазосодержащих материалов. Собирательные свойства исследуемых реагентов оценивались в

сравнении с собирательными свойствами мазута топочного М-40. В таблице 4.7 приведены показатели извлечения алмазов в концентрат.

Таблица 4.7 – Результаты сравнительных опытов при испытании компаундного собирателя, состоящего из мазута М-40 и дизельного топлива летнего, взятых в различных соотношениях

Доля мазута М-40 в смеси	Извлечение алмазов в концентрат (%), при расходе реагентов (г/т)				
	125	325	650	875	1050
100	55,1	69,7	80,6	88,0	90,3
90	57,4	71,6	82,3	89,5	91,3
80	60,9	76,8	84,2	91,6	92,4
70*	63,1	79,7	85	92,6	94,9
60*	62,6	79,8	84,5	92,2	94,1
50	60,3	76,3	81,3	89,2	90,3
40	51,3	66,5	73,3	81,0	84,6

Графики зависимостей извлечения алмазов в концентрат от доли М-40 в компаундном собирателе, представленные на рисунке 4.6, показывают, что проявляется синергетический эффект возрастания собирательной способности смесей мазута М-40 и дизельного топлива летнего, наиболее сильно проявляющийся в области объемных соотношений от 7:3 до 6:4 (от 60 до 70% мазута М-40).

С учетом предложенного метода оценки свойств собирателя (показателя конденсированности), были проведены измерения произведения плотности на вязкость, обеспечиваемые использованием вибрационного вискозиметра SV-10 при температуре 25⁰С.

Анализ зависимости извлечения алмазов от плотности собирателя - флотского мазута, полученного смешиванием мазута М-40 и дизельного топлива летнего показывает, что максимум извлечения алмазов достигается при значении ПК = 16,0 мПа·с г/см³ (рисунок 4.7). Интервал значений ПК собирателя, в котором достигается максимальный положительный эффект (более 93% извлечения) – от 12 до 22,5 мПа·с г/см³.

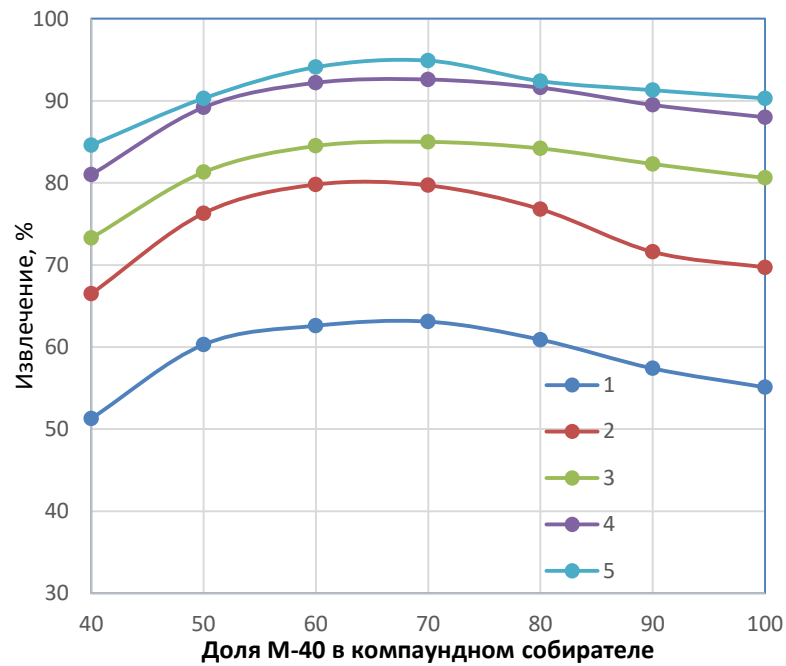


Рисунок 4.6. - Зависимость извлечения алмазов в концентрат (%) от доли мазута М-40 в смеси с дизельным топливом при расходах реагентов: 1 – 125 г/т; 2 – 325 г/т; 3 – 650 г/т; 4 – 875 г/т; 5 – 1050 г/т

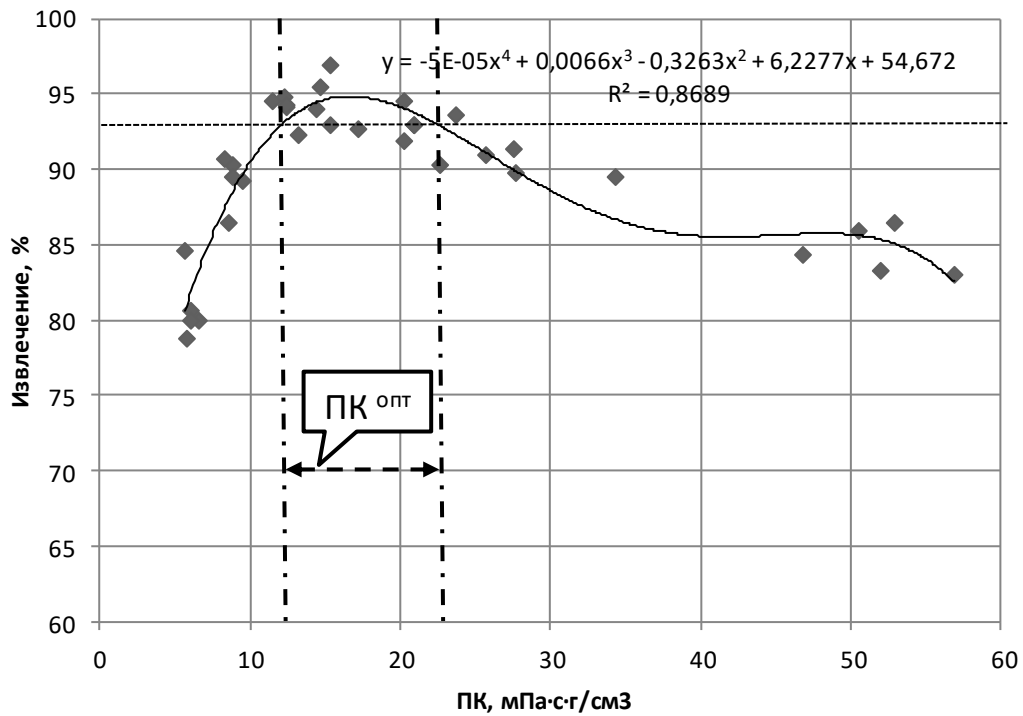


Рисунок 4.7. Зависимость извлечения алмазов от показателя конденсированности (ПК) компаундного собирателя - смеси мазута топочного М-40 и дизельного топлива летнего

Необходимо обратить внимание, что при росте значений показателя конденсированности снижение показателей происходит постепенно, в то время как при уменьшении показателя конденсированности менее $12 \text{ мПа} \cdot \text{с} \cdot \text{г} / \text{см}^3$ происходит скачкообразное снижение извлечения алмазов.

Это говорит о том, что чрезмерное разжижение собирателя недопустимо. Для уменьшения степени разжижения собирателя (повышения вязкости) целесообразно увеличивать добавки водонефтяных эмульсий или, при их недостатке, проводить операцию дегазации флотского мазута в специальном сепараторе. При проведении операции дегазации может быть достигнуто удаление из него низкокипящих летучих фракций и повышение вязкости.

Полученные результаты подтверждают возможность применения в качестве критерия качества компаундных собирателей показателя конденсированности (ПК), рассчитываемого как произведение его вязкости на плотность при температуре приготовления (45°C) или непосредственно измеряемого методом вибрационной вискозиметрии.

Выводы к главе 4.

1. Водонефтяная эмульсия рудника «Удачный» ВНЭ-У содержит наибольшую долю смол и асфальтенов (45,9%), что характеризует ее как «тяжелую», вязкую нефть. Водонефтяная эмульсия рудника «Интернациональный» ВНЭ-10 содержит существенно меньше смол и асфальтенов (27%) что характеризует ее как среднюю нефть. Мазут флотский Ф5, поставляемый на обогатительные фабрики АК «АЛРОСА» характеризуется массовой долей смол и асфальтенов от 16 до 21%.

2. Лабораторными исследованиями подтверждена высокая эффективность применения в качестве компаундного собирателя композиций модифицированных водонефтяных эмульсий, полученных из нефтяных шламов рудника «Удачный», и активированных виброструйной магнитной обработкой, а также мазута флотского Ф-5. Показано, что наибольшее извлечение алмазов в концентрат пенной сепарации наблюдается при доле ВНЭ (У) в компаундном собирателе на базе мазута флотского 7,5 – 12,5%. При используемом в промышленных условиях расходе собирателя, равном 760-950 г/т применение компаундного собирателя позволит повысить

извлечение алмазов на 4,7 – 7,9% (по сравнению с извлечением алмазов при использовании флотского мазута Ф-5).

3. Лабораторными исследованиями показано, что проявляется синергетический эффект повышения собирательной способности смесей модифицированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5, проявляющийся в области объемных соотношений от 3:7 до 7:3 (от 30 до 70% ВНЭ-10). При этом уровень извлечения алмазов в концентрат достигает максимальных значений (98%) увеличиваясь на 3,7 – 4,8% относительно значений извлечений алмазов, достигаемых при использовании в качестве собирателей флотского мазута или активированного ВНЭ-10 отдельно.

4. Обосновано применение для выбора фракционного состава компаундного собирателя показателя конденсированности (ПК), учитывающего склонность к образованию дисперсных систем в результате межмолекулярного взаимодействия высокомолекулярных фракций собирателя, и рассчитываемого как произведение динамической вязкости и плотности при температуре 25⁰С.

5. Показано, что максимум извлечения алмазов при использовании компаундного собирателя из смеси водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 достигается при значении ПК = 12,5 мПа·с г/см³, а интервал значений ПК собирателя, в котором достигается максимальный положительный эффект (более 96% извлечения) ограничен значениями 9 и 17,5 мПа·с г/см³.

6. Показано, что максимум извлечения алмазов при использовании мазута М-40 и дизтоплива летнего достигается при значении ПК = 16,0 мПа·с г/см³, а интервал значений показателя конденсированности собирателя, в котором достигается максимальный положительный эффект (более 93% извлечения) лежит от 12 до 22,5 мПа·с г/см³.

ГЛАВА 5. ПРОМЫШЛЕННЫЕ ИСПЫТАНИЯ ТЕХНОЛОГИИ ПЕННОЙ СЕПАРАЦИИ АЛМАЗОСОДЕРЖАЩЕГО СЫРЬЯ С ПРИМЕНЕНИЕМ КОМПАУНДНОГО СОБИРАТЕЛЯ

Задачей промышленных исследований была апробация разработанных технических решений, реагентных режимов и составов компаундных собирателей для использования в процессе пенной сепарации алмазосодержащего сырья, уточнение оптимальных параметров приготовления собирателей и условий их применения. Для достижения желаемого результата также была поставлена задача разработки технологической схемы и режима подготовки водонефтяной эмульсии и регламента дозирования собирателя в процесс пенной сепарации. Важной задачей, обеспечивающей достижение максимального положительного результата, была выработка требований к физико-химическим характеристикам используемых в цикле пенной сепарации алмазного сырья нефтепродуктов.

5.1. Разработка технологии переработки нефтешламов с получением активированной водонефтяной эмульсии

При разработке технологии производства водонефтяной эмульсии ставились задача получения нефтепродукта с минимальной массовой долей воды и неорганической минеральной массы. Наиболее простой схемой переработки нефтешламов с минимальными возможными капитальными затратами является схема с отстаиванием нефтяного флюида. В этом случае, эксплуатационные расходы определяются, в основном, затратами энергии на поддержание определенной температуры нефтепродукта в емкости. Следующей операцией разрабатываемой технологии являлась водоструйная магнитная активация водонефтяной эмульсии. При реализации такой схемы на практике нефтепродукты обрабатываются вибратором электромагнитным ВЭМА-0,3, а полученная активированная водонефтяная эмульсия направляется в емкости для хранения нефтепродуктов на нефтебазу или прямо используется в процессе флотационного обогащения на обогатительной фабрике.

Вибратор электромагнитный ВЭМА-0,3 (рисунок 5.1) реализует технологию виброструйной магнитной активации текучих сред. Потребляемая мощность – 0,3 кВт. Масса – 40 кг. Производительность – около 5 м³/час.

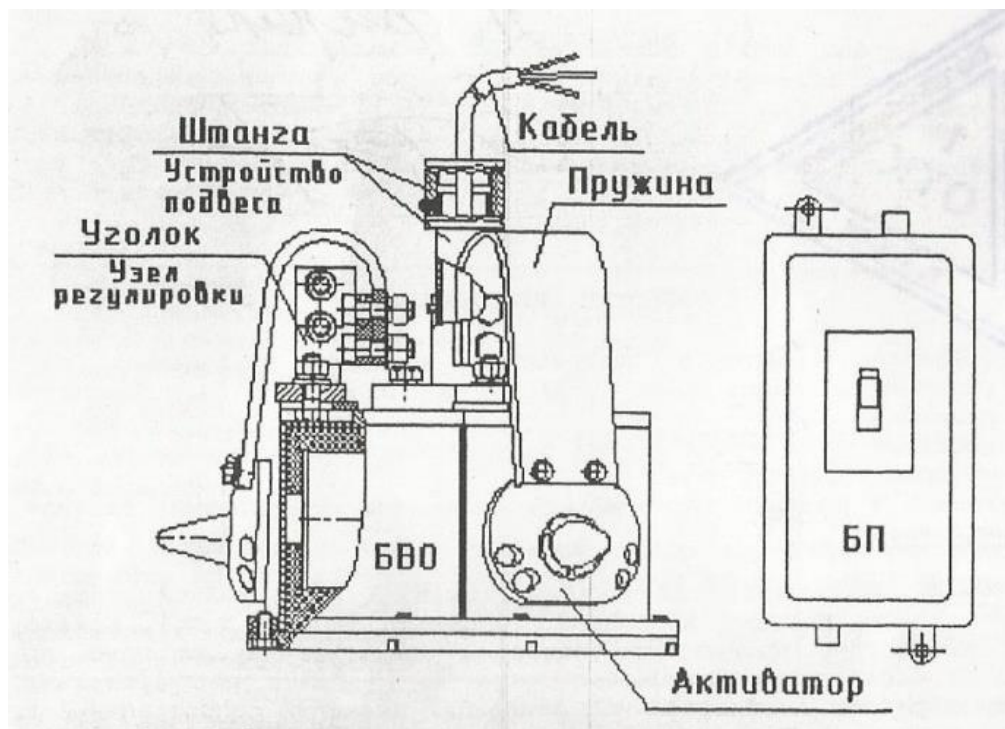


Рисунок 5.1. - Вибратор электромагнитный активационный ВЭМА-0,3

Вибратор ВЭМА-0,3 сертифицирован в системе сертификации ГОСТ Р Госстандарта России и имеет разрешение Госгортехнадзора России на применение № РРС 04-10915. Вибратор ВЭМА-0,3 обеспечивает высокоэффективную обработку (диспергирование и снижение вязкости) различных многокомпонентных вязких жидких составов и растворов (нефть, нефтешламы, эмульсии, краски, суспензии и т.д.). ВЭМА-0,3 является регулируемым электромеханическим прибором вибрационного типа погружного исполнения. ВЭМА-0,3 состоит из блоков виброобработки и питания.

При разработке технологии ставилась задача определения оптимальных параметров операций отстаивания нефтешламов и активации водонефтяных эмульсий. К таким параметрам относится продолжительность операций, температура среды и конечные свойства. Так же было необходимым определить

необходимость дополнительного отстаивания активированной водонефтяной эмульсии.

Из рабочей емкости через заданный промежуток времени отбирали пробы водонефтяной эмульсии и ставили опыты по пенной сепарации в оптимальном режиме, определенном в ходе укрупненных лабораторных исследований (расход водонефтяной эмульсии = 960 г/т). Выбор производительности активатора ВЭМА-0,3 производился по показателям флотационных опытов на лабораторном стенде.

Полученными результатами было показано, что при обработке водонефтяных эмульсий в большеобъемном аппарате повышение собирательной способности водонефтяных эмульсий (ВНЭ-10, ВНЭ-У) по отношению к алмазам достигается при паспортных значениях производительности (5 м³/ч). Характерно, что данная производительность несколько выше, чем производительность, рекомендуемая по данным укрупненных лабораторных исследований (4 м³/ч). Этот факт может объясняться влиянием масштабного фактора, сказывающегося в большей дисперсии продолжительности обработки отдельных объемов исходной эмульсии.

На рисунке 5.2 приведена технологическая схема переработки нефтешламов, которая предназначена для переработки нефтешламов рудников «Удачный» и «Интернациональный» АК «АЛРОСА». Технологический процесс включает следующие операции:

- 1 - сбор нефтешламов рудника;
 - 2 - транспортировка нефтешламов при помощи вагонетки ВГ-2,2;
 - 3 - накопление и подогрев нефтешламов;
 - 4 - отстаивание и слив нижней тяжелой обводненной фракции со шламами¹;
 - 5 - виброструйная магнитная обработка нефтешламов аппаратом ВЭМА-0,3;
 - 6 - дополнительное отстаивание нефтешламов и слив рассолов;
 - 7 - отгрузка готовой водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 на обогатительную фабрику для использования ее в качестве реагента в процессе флотационного обогащения алмазосодержащего сырья;
 - 8 - накопление рассолов и их дополнительная очистка;
 - 9 - закачка очищенных от нефти и примесей рассолов в технологические скважины.
-

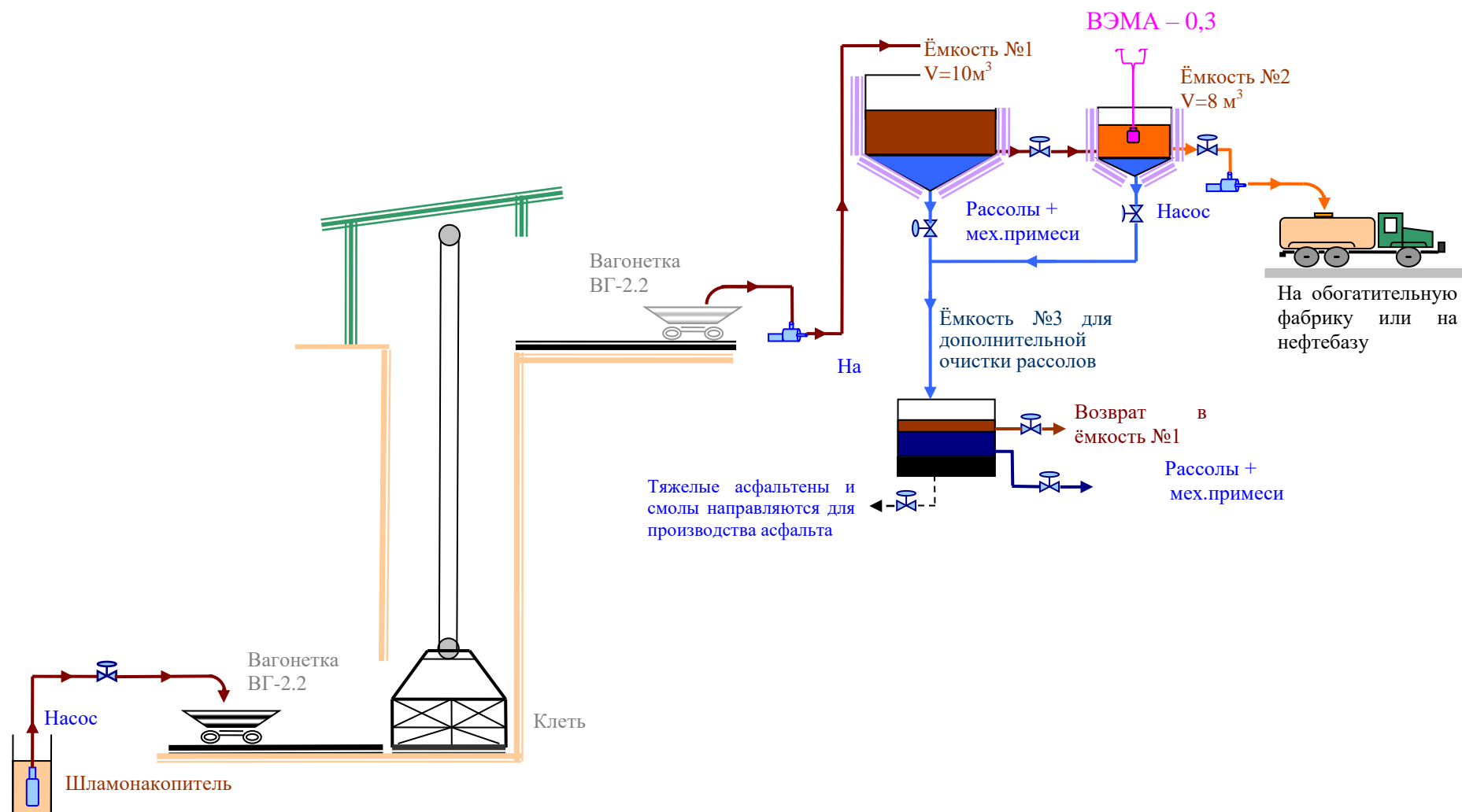


Рисунок 5.2 - Принципиальная схема переработки нефтяных шламов различных месторождений с виброструйной магнитной активацией водонефтяных эмульсий

Нефтешламы из шахты доставляются на поверхность площадки рудника периодически 1 раз за двое суток с максимальной загрузкой транспортирующей вагонетки ВГ-2,2 объемом 2 м³ и перекачиваются в емкость №1, предназначенную для накопления нефтепродукта и отстаивания рассолов и механических примесей.

Емкость №1 вместимостью 10 м³ была установлена на наружной площадке. Во избежание замерзания нефтешламов в зимнее время, бак был теплоизолирован. Внутри бака устанавливается теплообменник для поддержания температуры нефтепродукта в пределах 40-45°С с целью компенсации потерь тепла в окружающую среду. Подогрев нефтешламов может осуществляться водяным паром. Внутренняя поверхность бака была защищена от коррозии посредством напыления полиэтилена.

Уровень нефтешламов в емкости №1 контролировался автоматически. Номинальный коэффициент заполнения бака составлял 80 – 85%.

Согласно технологического регламента после заполнения емкости №1 на 80 – 85%, производится отстаивание рассолов при температуре 35-45°С в течение 24 часов. Освобожденные от нефтепродуктов рассолы с осажденными шламами сливаются в специальную емкость №3 для дополнительной очистки. В коническом днище емкости №1 устанавливается автоматический плотномер типа ПЛОТ-3М для контроля плотности сливаемой жидкости. На трубопроводе установлен отсечной клапан, автоматически перекрывающий слив рассолов при фиксировании выхода плотности за границы разрешенного диапазона.

После прекращения слива рассолов и механических примесей из емкости №1 подготовленные нефтешламы поступают в емкость №2 для обработки виброструйным магнитным активатором ВЭМА-0,3. Емкость №2 вместимостью 8 м³ устанавливается на минимально возможном расстоянии от емкости №1.

В емкости №2 на уровне, соответствующем значению коэффициента заполнения 65%, устанавливается аппарат ВЭМА-0,3. Во избежание замерзания нефтешламов в зимнее время, бак теплоизолируется. Внутри бака устанавливается теплообменник для поддержания температуры нефтепродукта в пределах 30-35°С. Его обогрев осуществляется горячей водой с температурой 60 – 80°С. Внутренняя поверхность бака защищена от коррозии путем напыления полиэтилена.

На трубопроводе подачи нефтешламов из емкости №1 в емкость №2

установлены отсечной клапан, автоматически перекрывающий поступление нефтешламов в емкость №2 при возникновении аварийных ситуаций.

Уровень заполнения нефтешламов в емкость №2 контролируется автоматическим регулятором уровня. Номинальный коэффициент заполнения емкости №2 составляет 75 – 80 %. При заполнении емкости №2 менее 70% на щит КИП выдается световой, а при заполнении емкости №2 более 85 % световой и звуковой сигналы, предупреждающие оператора о достижении предельного уровня нефтешламов в емкости №2.

При достижении максимального значения уровня заполнения емкости №2 включают в работу аппарат ВЭМА-0,3 на 1 час 30 минут. После виброструйной магнитной активации нефтешламов в течение суток производится отстаивание. Освобожденные от нефтепродуктов рассолы с осажденными шламами сливаются в специальную емкость №3 для дополнительной очистки. В коническом днище емкости №2 устанавливается автоматический плотномер типа ПЛОТ-3М для контроля плотности сливаемой жидкости. На трубопроводе установлен отсечной клапан, автоматически перекрывающий слив рассолов при фиксировании выхода измеренных значений плотности из разрешенного диапазона.

Готовый продукт – активированная водонефтяная эмульсия насосом закачивалась в автоцистерну и отправлялась в реагентное отделение обогатительной фабрики. Избыток готового нефтепродукта отгружался в емкость для хранения реагента.

Непосредственно в реагентном отделении обогатительной фабрики проводилось смешивание водонефтяной эмульсии (ВНЭ-10, ВНЭ-У) и флотского мазута Ф-5 в заданных пропорциях. От водонефтяной эмульсии и мазута флотского Ф-5 отбирались пробы и измерялась кривая изменения показателя конденсированности в процессе их остывания. При подготовке проб и измерении температурной зависимости вязкости и плотности использовалась методика, установленная техническими условиями на компаундные собиратели и водонефтяную эмульсию. По значениям вязкости при 45⁰С рассчитывалось значение показателя конденсированности водонефтяной эмульсии (ПК₄₅) и мазута флотского (ПК_{Ф5}). Рассчитанные значения показателей конденсированности нефтепродуктов компаундного собирателя сравнивались с нормативными граничными значениями

(ПК_{45 ВНЭ}⁰ и ПК_{45Ф5}⁰) и проводилась корректировка состава приготавливаемого компаундного собирателя. Для определения требуемого соотношения между ВНЭ-10 и Ф5 использовалось следующее уравнение расчета массовой доли ВНЭ ($\gamma_{\text{ВНЭ}}$):

$$\gamma_{\text{ВНЭ}} = 0,7 - 0,7(\text{ПК}_{45\text{ВНЭ}} - \text{ПК}_{45\text{ВНЭ}}^0) / \text{ПК}_{45\text{ВНЭ}}^0 - 0,3(\text{ПК}_{25\text{Ф5}} - \text{ПК}_{45\text{Ф5}}^0) / \text{ПК}_{45\text{Ф5}}^0 \quad (5.1)$$

Если проводился контроль качества готового компаундного собирателя, то для определения массовой доли ВНЭ в нем проводилось с использованием уравнения:

$$\gamma_{\text{ВНЭ}} = 0,7 - 0,7 ((\text{ПК}_{\text{КС}} - \text{ПК}_{\text{КС}}^0) / \text{ПК}_{\text{КС}}^0)^{0,7} \quad (5.2)$$

где: ПК_{КС} -измеренный или рассчитанный показатель конденсированности; ПК_{КС}⁰ - нормативный показатель конденсированности.

Корректировка соотношения обеспечивала поддержание оптимального фракционного состава компаундного собирателя. Если плотность, вязкость и, следовательно, показатель конденсированности одного из компонентов или компаундного собирателя в целом превышают нормативное значение, то массовая доля водонефтяной эмульсии, как более конденсированного компонента, в смеси уменьшалась. Если измеренное значение показателя конденсированности компонентов и компаундного собирателя были ниже необходимого, то в соответствии с уравнением 5.1 происходило увеличение доли водонефтяной эмульсии.

При проведении испытаний использовалась упрощенная методика расчета состава собирателя, согласно которой, при недостаточном значении показателя конденсированности доля водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 увеличивалась на 10%, и в обратном случае, когда показатель конденсированности был меньше необходимого, расход водонефтяной эмульсии увеличивался на 10%.

Рассолы в емкости №3 проходили дополнительную очистку от нефтяных частиц. Осветленные рассолы отправляли на закачку в скважину. Отделенные нефтяные фракции возвращаются в емкость №1.

5.2. Исходное сырье и схема обогащения кимберлитов на обогатительной фабрике Удачинского ГОКа в период испытаний

Трубка «Удачная» состоит из двух тел – Западного и Восточного. Они отличаются друг от друга по интенсивности и характеру вторичного постмагматического преобразования кимберлитовых пород. Оба тела, как и другие трубки Якутской провинции, сложены породами двух фаз внедрения, каждой из которых соответствуют либо порфиновые кимберлиты (ПК), либо автолитовые кимберлитовые брекчии со сферотакситовой текстурой (АКБ). Порфиновые кимберлиты слагают краевые части рудных тел, либо присутствуют в виде крупных обломков в кимберлитовых брекчиях, что подтверждает принадлежность их ко второй фазе внедрения. В целом доля порфиновых кимберлитов в рудных телах незначительна, а основной их объем выполнен кимберлитовыми брекчиями.

Порфиновые кимберлиты (ПК) Западного тела представляют собой кимберлитовую породу серого, темно-серого цвета с характерным голубоватым оттенком. Визуально породы имеют порфиновый облик. В них фиксируется низкое содержание (2-5%) ксеногенного материала. Участки с повышенным содержанием ксенолитов приурочены к приконтактовым зонам кимберлитового тела.

Автолитовые кимберлитовые брекчии (АКБ) выполняют основной объем Западного тела. Они достаточно неоднородны по компонентному составу, особенно по содержанию ксеногенного материала, благодаря чему среди них выделяются разновидности от мелко- до грубообломочных. С глубиной содержание ксеногенного материала повышается.

Кимберлиты Западного тела значительно изменены вторичными процессами, сильно серпентинизированы на всю вскрытую глубину (1400 м), что определяет физико-механические параметры руды (плотность, прочность, магнитную восприимчивость и др.). С глубиной степень серпентинизации пород несколько снижается.

Состав основной массы рудно-флогопит-карбонатный. Карбонаты в Западном теле распространены значительно шире, чем в Восточном теле, и представлены кальцитом и доломитом.

Порфиновые кимберлиты в Восточном теле распространены значительно шире, чем в Западном. Породы темно-серого цвета имеют порфировую структуру. Достаточно часто встречаются гранат и пикроильменит. Кимберлитовые брекчии Восточного тела отличаются от брекчий Западного присутствием неизмененного оливина (20-60%) во вкрапленниках и основной массе. Исключение составляют отдельные приконтактные участки, выполненные кимберлитовыми автобрекчиями, где он полностью замещен.

Во время испытаний применялась обычная схема и технология обогащения. Поступающая на фабрику руда проходила дробление в конической дробилке, а затем измельчалась в восьми мельницах самоизмельчения до крупности -50 мм. Прошедшие грохочение продукты самоизмельчения – классы 50+20 мм, -20+10 мм и -10+5 мм поступали на рентгенолюминесцентные сепараторы, концентраты которых отправлялись в цех доводки. Хвосты сепарации возвращались в мельницы для доизмельчения. Класс -5+2 мм, поступающая с грохотов, поступала на отсадочные машины для производства концентрата для доводки. Хвосты отсадки возвращались в мельницы для доизмельчения.

Класс -2 мм, получаемый в процессе грохочения, проходил обесшламливание и обработку в винтовых классификаторах. Хвосты классификаторов откачивались в хвостохранилище в качестве отвальных. Концентрат классификаторов проходил обезвоживание и разделялся на классы -2+1 мм и -1+0 мм, а затем поступал на установку пенной сепарации, концентрат которой направлялся в цех доводки. Хвосты флотации подвергались обезвоживанию и грохочению с размером ячейки 1,6 мм. Класс -1,6 мм после обезвоживания в классификаторе откачивалась в хвостохранилище в качестве отвальной. Класс +1,6 мм возвращался в контур измельчения.

При проведении испытаний проводился непрерывный анализ минералогического состава кимберлитов с целью обеспечения возможности объективного сравнения полученных результатов в период испытаний. В случае обнаружения существенных отклонений в минеральном составе вмещающих пород, данные смен не учитывались. Методики минералогического анализа базировались на применении рентгенографического фазового анализа (РФА), описанного в главе 2.

5.3. Промышленные испытания компаундных собирателей на основе модифицированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 на обогатительной фабрике №12 Удачинского ГОКа

Промышленные испытания компаундных собирателей на основе активированной водонефтяной эмульсии ВНЭ -10 в качестве реагента-собирателя были проведены на перделе пенной сепарации обогатительной фабрики №12 Удачинского ГОКа. В период испытаний обогатительная фабрика №12 перерабатывала алмазосодержащее сырье, состоящее из руды трубки «Зарница» и руды трубки «Удачная» с рудного склада по схеме, представленной на рисунке 5.3.

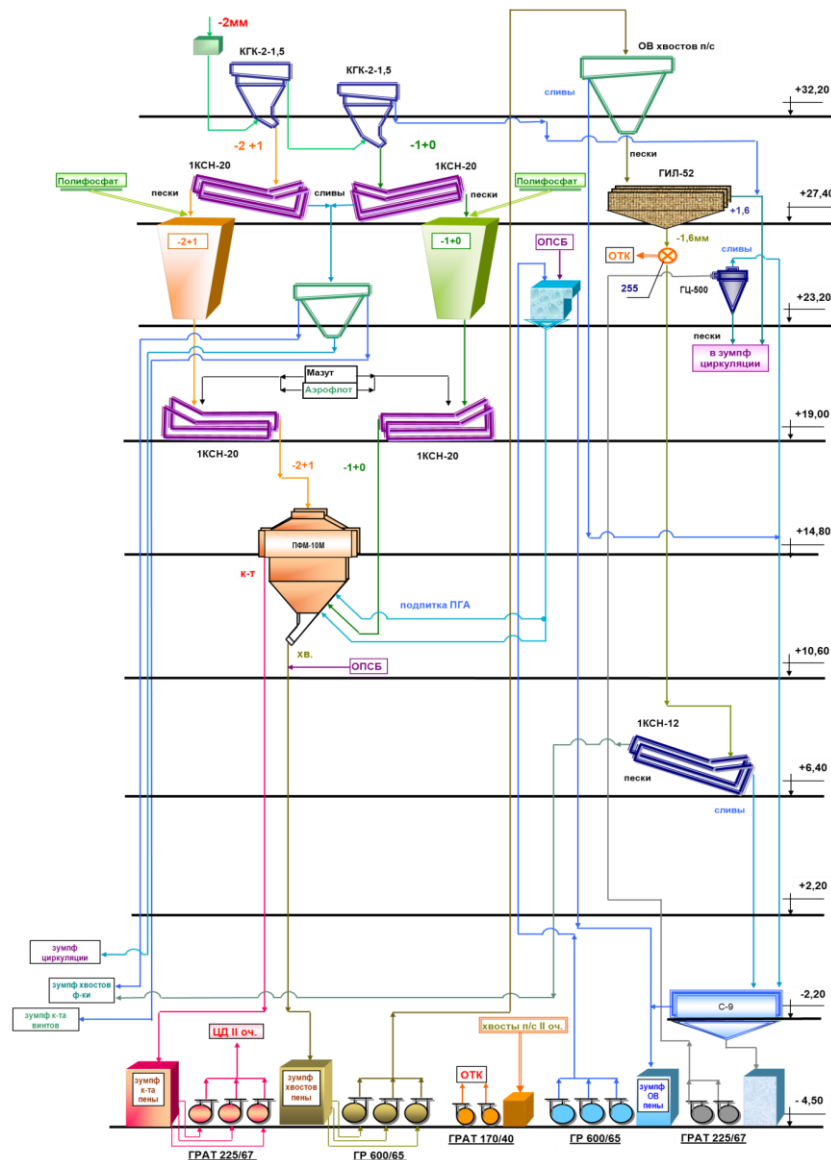


Рисунок 5.3 – Схема цепи аппаратов отделения флотационного обогащения 2-ой очереди ОФ №12

Содержание материала крупностью $-0,5$ мм в питании пенной сепарации составляло 45-50%, в том числе крупностью $-0,2$ мм $\sim 30\%$.

Во время испытаний определяли основные технологические показатели работы флотационного передела – производительность, расход реагентов, извлечение алмазов крупностью $-2,0+0,5$ мм в концентрат флотационного передела при использовании в качестве собирателя – отдельно мазута флотского Ф-5, смеси водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 в соотношении 1:1, отдельно водонефтяной эмульсии ВНЭ-10.

Испытания стандартного реагентного режима с мазутом флотским Ф-5 проводили при обогащении руды трубки «Удачная» непосредственно с карьера. Среднесменная производительность схемы пенной сепарации изменялась в пределах 130,0-170,0 т/час.

Приведенные в таблице 5.1. результаты показывают, что при поступлении на фабрику рудного сырья из карьера извлечение алмазов в концентрат по классу $-2 + 0,5$ мм составило в среднем 93,18%.

Таблица 5.1 - Показатели работы схемы флотационного обогащения с применением мазута флотского Ф-5

смена	Производительность, т/ч	Расход реагентов, г/т		Извлечение по классам крупности, %			Значения ПК
		Мазут Ф-5	ОПСБ	-2+1	-1+0,5	-2+0,5	
1	216	890	17,4	97,94	100,0	98,82	13,0
2	209	950	19,9	94,33	93,04	93,74	12,7
3	219	1000	18,8	81,17	80,09	80,66	9,9
Итого	214	955	18,7	93,27	93,08	93,18	9,2

Анализ результатов исследований (таблица 5.1) показал, что показатели конденсированности для применяемого собирателя характеризуются большим разбросом значений и лежат на границе диапазона оптимальных значений ($12 < ПК < 22,5$). По сути это означает, что используемый мазут флотский Ф-5 содержит избыточное количество нефтяных фракций с низкой молекулярной

массой. Такими фракциями могут быть как дизельное топливо, так и другие маловязкие легкокипящие дистилляты [74].

Дальнейшие исследования были направлены на выбор составов собирателей на основе водонефтяных эмульсий.

Определение состава и расхода компаундного собирателя, обеспечивающего наиболее полное извлечение алмазов в концентрат, выполнялось путем испытаний реагентных режимов в три этапа.

На первом этапе испытаний использовали в качестве реагента-собирателя активированную водонефтяную эмульсию.

В период испытаний на фабрику для переработки поступало алмазосодержащее сырье рудника «Удачный» из рудного склада. Среднесменная производительность схемы флотационного обогащения за указанный период изменялась в пределах 145-245 т/час. Применялся следующий реагентный режим (расходы реагентов): ВНЭ-10 – 307-700 г/т, аэрофлот натриево-бутиловый – 0,2 г/т, пенообразователь ОПСБ – 10,5 – 16,5 г/т.

Приведенные в таблице 5.2 результаты показывают, что при использовании в качестве реагента-собирателя модифицированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 (100%) для флотационного обогащения алмазосодержащего сырья, поступавшего из рудного склада, извлечение алмазов в концентрат по классу крупности $-2+0,5$ мм составило (в среднем за 5 смен) 98,3%. При этом расход смешанного собирателя составил (в среднем за 5 смен) 467 г/т, что в 1,9 раза меньше соответствующего расхода мазута флотского Ф-5 в аналогичных условиях (таблицы 5.1, 5.2). Средний расход пенообразователя ОПСБ составил 12,8 г/т, что на 34% меньше, чем расход ОПСБ при использовании в качестве собирателя мазута флотского Ф-5 (таблицы 5.1, 5.2).

Измеренные значения показателя конденсированности ПК (таблица 5.2) составили от 24,5 до 30,9, т.е. активированная водонефтяная эмульсия ВНЭ-10 оказалась существенно более вязкой и плотной, чем используемый флотский мазут Ф-5.

Таблица 5.2. – Показатели работы схемы флотационного обогащения с применением в качестве реагента-собирателя водонефтяной эмульсии ВНЭ -10

Смена	Производительность, т/ч	Расход реагентов		Извлечение алмазов по классам крупности, %			Значения ПК
		ВНЭ-10, г/т	ОПСБ, г/т	-2+1	-1+0,5	-2+0,5	
1	205	500	13,2	97,67	97,30	97,53	28,9
2	145	700	16,5	97,49	99,33	98,19	24,5
3	192	450	10,9	97,22	98,41	97,65	29,4
4	175	377	14,6	98,35	98,33	98,34	30,9
5	245	307	10,5	99,79	98,81	99,40	25,5
Итого	193	467	12,8	98,23	98,40	98,30	27,8

Таким образом, были подтверждены высокая собирательная активность водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 по отношению к алмазам и ее положительное влияние при использовании в качестве собирателя для флотационного обогащения руды трубки «Удачная». Одновременно подтвердился вывод, что чистая водонефтяная эмульсия ВНЭ-10 не соответствует требованиям по значению показателя конденсированности (среднее ПК = 27,8).

На втором этапе испытаний использовали в качестве реагента-собирателя смесь активированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 в соотношении 1:1 (среднее оптимальное соотношение Ф-5 и ВНЭ-10 согласно результатам лабораторных исследований).

Во время испытаний на фабрику для переработки поступала руда из карьера рудника «Удачный». Среднесменная производительность схемы флотационного обогащения за указанный период изменялась в пределах 134-223 т/час. Применяемый реагентный режим предполагал расходы реагентов: смесь ВНЭ-10 и Ф-5 – 430-760 г/т, аэрофлот натриево-бутиловый – 0,3 г/т, пенообразователь ОПСБ – 15,3 – 19,6 г/т.

Приведенные в таблице 5.3 результаты показывают, что при использовании в качестве реагента-собирателя смеси водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 в соотношении 1:1 при флотационном обогащении

алмазосодержащего сырья, поступавшего из карьера, извлечение алмазов в концентрат по классу крупности $-2+0,5$ мм составило (в среднем за 4 смены) 95,18%.

Таблица 5.3 – Показатели работы схемы флотационного обогащения с применением компаундного собирателя - смеси водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 в соотношении 1:1

Смена	Производительность, т/ч	Расход реагентов, г/т		Извлечение алмазов по классам крупности, %			Значения ПК
		Собирателя	ОПСБ	-2+1	-1+0,5	-2+0,5	
1	223	430	16,1	94,12	94,29	94,19	15,5
2	196	489	15,3	93,76	96,29	94,73	15,1
3	134	760	18,7	94,86	91,36	93,28	17,2
4	135	755	19,6	97,65	99,30	98,29	16,3
Итого	172	609	18,4	95,21	95,13	95,18	16,0

При этом расход смешанного собирателя составил (в среднем за 4 смены) 609 г/т, что в 1,5 раза меньше расхода мазута флотского Ф-5 в аналогичных условиях. Расход пенообразователя ОПСБ составил 18,4 г/т, что на 25% меньше, чем расход ОПСБ при использовании в качестве собирателя мазута флотского Ф-5 (таблицы 5.1, 5.3).

Анализ свойств собирателя показал, что все пробы при выбранном соотношении удовлетворяли требованиям по величине показателя й конденсированности ($9 < \text{ПК} < 17,5$), однако среднее значение (16,0) заметно отличалось от оптимального ($\text{ПК}_{\text{опт}} = 12,5$).

В процессе полупромышленных исследований было выявлено, что устойчивая собирательная способность компаундного собирателя на основе водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 при пенной сепарации алмазосодержащего сырья также обеспечивается пониженным значением рН водной фазы. Это связано с наличием в водонефтяной эмульсии минерализованной воды со слабо кислой средой. В этом случае создавались благоприятные условия для работы мазута флотского Ф-5 и пенообразователя ОПСБ.

На третьем этапе испытаний в качестве реагента-собирателя использовали смесь активированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 в соотношении 3:7. Данное соотношение было выбрано с целью приближения характеристик собирателя к оптимальным по величине показателя конденсированности ПК.

В период испытаний на фабрику для переработки поступало алмазосодержащее сырье рудника «Удачный» из рудного склада. Среднесменная производительность схемы флотационного обогащения за указанный период составляла от 152 до 202 т/час. Применялся реагентный режим (расходы реагентов): смесь водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 – 383-490 г/т, аэрофлот ИМА-1012 – 0,2 г/т, пенообразователь ОПСБ 12-15 г/т. Показатели работы схемы флотационного обогащения за данный период, приведенные в таблице 5.4, показали, что при использовании в качестве реагента-собирателя смеси активированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 в соотношении 3:7 для флотационного обогащения алмазосодержащего сырья, поступавшего из рудного склада, извлечение алмазов в концентрат по классу крупности -2+0,5 мм составило (в среднем за 7 смен) 99,10%.

Таблица 5.4. – Показатели работы схемы флотационного обогащения с применением в качестве реагента-собирателя смеси активированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и Ф-5 в соотношении 3:7

Смена	Производительность, т/ч	Расход реагентов, г/т		Извлечение алмазов по классам крупности, %			Значения ПК
		собирателя	ОПСБ	-2+1	-1+0,5	-2+0,5	
1	173	383	12,45	97,55	97,80	97,65	11,2
2	152	473	12,45	100,00	99,33	99,72	12,6
3	191	408	13,50	98,35	99,04	98,64	12,9
4	186	419	13,50	99,68	98,84	99,32	14,1
5	192	453	14,03	99,46	99,23	99,37	14,0
6	196	490	14,03	99,68	100,00	99,81	10,4
7	202	446	14,88	99,47	99,11	99,33	11,5
Итого	185	439	13,55	99,20	99,05	99,10	12,3

При этом расход смешанного собирателя составил (в среднем за 7 смен) 439 г/т, что в 1,7 раза меньше расхода мазута флотского Ф-5 в аналогичных условиях. Расход пенообразователя ОПСБ составил 13,55 г/т, что на 27% меньше, чем расход ОПСБ при использовании в качестве собирателя мазута флотского Ф-5.

Таким образом, проведенными полупромышленными испытаниями было подтверждено положительное влияние активированной водонефтяной эмульсии в составе смешанного собирателя водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 в исследованном соотношении компонентов для флотационного обогащения алмазосодержащего сырья. При этом оптимальными соотношениями активированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 к мазуту флотскому Ф-5, обеспечивающим максимальное извлечение алмазов в концентрат пенной сепарации, являются 1:1 (50 % ВНЭ-10) и 3:7 (30% ВНЭ-10).

Использование разработанных реагентных режимов на основе ВНЭ-10 обеспечивает повышение извлечения алмазов в концентрат до 1,5%, при снижении расхода реагента-собирателя в 1,5-2 раза и пенообразователя ОПСБ на 15-34% в зависимости от состава оборотной воды.

С учетом полученных результатов были разработаны технические условия на компаундный собиратель КС-4, включающие регламент его приготовления на основе водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф5 с применением технологии виброструйной магнитной активации, совокупность требований к их характеристикам (плотности, вязкости и показателя конденсированности) и описание порядка приготовления и параметров аналитического и оперативного контроля качества.

В соответствии с разработанными техническими условиями на компаундный собиратель по измеренным значениям показателя конденсированности проводилась корректировка состава приготавливаемого компаундного собирателя. Если плотность, вязкость и, следовательно, показатель конденсированности одного из компонентов или компаундного собирателя в целом превышали нормативное значение, то массовая доля ВНЭ-10, как более конденсированного компонента, в смеси уменьшалась. Если измеренное значение показателя конденсированности компонентов и компаундного собирателя были ниже необходимого, то увеличивали долю ВНЭ-10.

Полученные результаты полупромышленных испытаний послужили основанием для проведения промышленных испытаний с использованием выбранного состава собирателя и реагентного режима. При подготовке компаундного собирателя было выбрано базовое соотношение активированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 3:7, что обосновано лучшими технологическими показателями. При проведении испытаний проводилось чередование смен с использованием разработанного собирателя и смен с использованием флотского мазута. В процессе подготовки собирателя проводилась корректировка соотношения компонентов в зависимости от измеренных значений ПК компаундного собирателя. Результаты испытаний, приведенные в таблице 5.5. показали преимущество компаундного собирателя на основе водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 (таблица 5.5).

Таблица 5.5. – Результаты промышленных испытаний режима пенной сепарации с применением собирателя КС-4 на основе активированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 в базовом соотношении 3:7

Условия	Производительность, т/ч	Расход реагентов, г/т			Извлечение алмазов по классам крупности, %		
		Собиратель	ИМА 10-12	ОПСБ	-2+1	-1+0,5	-2+0,5
С использованием мазута флотского Ф-5	132	700	0,3	21,7	97,18	97,11	97,16
С использованием компаундного собирателя (ВНЭ-10 и Ф-5)	136	529	0,3	17,3	99,37	97,51	98,66

Так, приведенные в таблице 5.5 результаты показывают, что при использовании в качестве собирателя смеси водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 в базовом соотношении 3:7 для флотационного обогащения алмазосодержащего сырья, извлечение алмазов в концентрат пенной сепарации по классу крупности -2+0,5 мм было стабильно высоким и составило 98,66%. При этом расход применяемого компаундного собирателя уменьшился на 24,4% и составил

529 г/т. Расход пенообразователя ОПСБ в пенную сепарацию составил 17,3 г/т, что на 20% меньше, чем его расход при использовании в качестве собирателя мазута флотского Ф-5.

Таким образом, результатами промышленных испытаний подтверждена эффективность применения компаундного собирателя на основе водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 в соотношении 3:7 для флотационного извлечения алмазов из концентрата гравитационного обогащения руды трубки «Удачная».

Расчет экономического эффекта за счет дополнительного извлечения алмазов из обрабатываемого алмазосодержащего сырья на переделе пенной сепарации производился по фактическим показателям работы обогатительной фабрики №12.

Согласно выполненному предварительному расчету стоимость дополнительно извлеченных в товарную продукцию алмазов в классе -2+0,5 мм составила 12,4 млн. руб.

Укрупненный расчет эксплуатационных затрат на переделе пенной сепарации при использовании в качестве собирателя компаундного собирателя - смеси водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и Ф-5 в соотношении 3:7 учитывал экономию от сокращения расхода реагентов. Экономический эффект, расчет которого представлен в таблице 5.6, составил 3,999 млн. руб. в год.

Таким образом, результаты технико-экономических расчетов показали, что при использовании водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный» в качестве реагента-собирателя для обогащения алмазосодержащего сырья на переделе пенной сепарации ОФ №12 общий ожидаемый экономический эффект от дополнительного извлечения алмазов и сокращения затрат на реагенты составит 16,4 млн. руб. в год.

Таблица 5.6. - Расчет годовых эксплуатационных затрат на переделе пенной сепарации обогатительной фабрики №12

Наименование показателя	Ед. изм.	При использовании мазута флотского Ф5	При использовании компаундного собирателя
Расход собирателя	г/т	700	529
Расход водонефтяной эмульсии	г/т	-	150
Затраты на реагент-собиратель	тыс. руб.	15137,94	11453,57
Расход пенообразователя ОПСБ	г/т	21,6	17,28
Затраты на пенообразователь ОПСБ	тыс. руб.	1543,44	1234,76
Затраты на реагенты	тыс. руб.	16681,38	12688,33
Снижение затрат на реагенты	тыс. руб.		3993,05

5.4. Полупромышленные испытания компаундных собирателей из мазута флотского и модифицированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-У на обогатительной фабрике №12 Удачинского ГОКа

С учетом полученных результатов были проведены аналогичные испытания по использованию водонефтяной эмульсии рудника «Удачный» в качестве реагента-собирателя для обогащения алмазосодержащего сырья на переделе пенной сепарации ОФ №12 Удачинского ГОКа.

При проведении полупромышленных испытаний нефтешламы рудника «Удачный» были доставлены на обогатительную фабрику №12. В реагентном отделении участка обогащения фабрики нефтешламы, согласно регламенту подготовки, по схеме, приведенной на рисунке 5.2, проходили операции отстаивания и активации полученной водонефтяной эмульсии методом ВСМА при производительности 5 т/ч. Полученная модифицированная водонефтяная эмульсия ВНЭ-У использовалась для приготовления компаундного собирателя, дозируемого в операцию пенной сепарации.

Во время полупромышленных испытаний определяли основные технологические показатели работы флотационного передела – производительность, расход реагентов, извлечение алмазов крупностью $-2,0+0,5$ мм в концентрат флотационного передела при использовании в качестве собирателя - мазута флотского Ф-5, а также смеси активированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-У и мазута Ф-5 в соотношении 1:9. Данное соотношение было выбрано по результатам укрупненных лабораторных исследований.

В период испытаний на обогатительную фабрику поступало алмазосодержащее сырье, состоящее из руды трубки «Зарница» и руды трубки «Удачная» с рудного склада. Средняя производительность цикла флотационного обогащения в период испытаний составила 130,5 т/час. Применялся следующий реагентный режим: расход компаундного собирателя (ВНЭ-У + Ф-5) – 430-600 г/т, аэрофлот натриево-бутиловый – 0,3 г/т, пенообразователь ОПСБ – 15 – 25 г/т. Для оценки эффективности применения модифицированной водонефтяной эмульсии рудника «Удачный» (ВНЭ-У) в качестве реагента в смеси с мазутом флотским Ф-5 использовались данные ОТК за период работы обогатительной фабрики №12 при обработке аналогичного сырья с использованием в качестве собирателя мазута флотского Ф-5, активированного присадкой МПК-3 (контрольный режим).

По результатам, представленным в таблице 5.7, видно, что показатели извлечения алмазов крупностью $-2+0,5$ мм в период использования мазута флотского Ф-5, смеси ВНЭ-У и мазута Ф-5 (1:9) - 96,48% и 96,37% соответственно. Приведенные в таблице результаты показывают, что при использовании в качестве компаундного собирателя смеси модифицированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-У и мазута флотского Ф-5 в соотношении 1:9 для флотационного обогащения алмазосодержащего сырья, поступавшего из рудного склада, извлечение алмазов в концентрат по классу крупности $-2+0,5$ мм составило 96,37% и находятся на одном уровне с показателями извлечения в период использования мазута флотского.

Таблица 5.7. - Показатели работы схемы флотационного обогащения с применением в качестве собирателя флотского мазута и компаундного собирателя - смеси водонефтяной эмульсии ВНЭ-У и мазута флотского Ф-5 в соотношении 1:9

Условия	Производительность, т/час	Расход реагентов, г/т		Извлечение алмазов по классам крупности (мм), %		
		Собира тель	Вспенив атель	-2+1	-1+0,5	-2+0,5
С использованием флотского мазута Ф-5	147,5	700	19,2	96,88%	95,81%	96,48%
С использованием компаундного собирателя (ВНЭ-У и Ф-5)	159,7	630	19,2	98,49%	93,12%	96,37%

При этом расход смешанного собирателя уменьшился и составил в среднем 630 г/т. Расход пенообразователя ОПСБ составил в обеих сериях 19,2 г/т.

Поскольку отличия в уровне извлечения алмазов находятся на уровне статистической погрешности, было принято, что оба собирателя обладают равной собирательной способностью. Поэтому положительный результат от использования компаундного собирателя определяется сокращением расходов на флотационные реагенты.

При использовании водонефтяной эмульсии рудника «Удачный» в качестве реагента-собирателя для обогащения алмазосодержащего сырья на переделе пенной сепарации обогатительной фабрики №12 ожидаемый экономический эффект за счет сокращения затрат на приобретение и доставку мазута флотского Ф-5 составил 1521,8 тыс. руб./год на условную производительность (таблица 5.8).

Таким образом, в результате проведенных промышленных испытаний модифицированной водонефтяной эмульсии, полученной из нефтешламов рудника «Удачный», установлено, что при использовании в качестве собирателя смеси активированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-У и мазута флотского Ф-5 в соотношении 1:9 обеспечивает извлечение алмазов на одном уровне с показателями извлечения пенной сепарации при использовании флотского мазута Ф-5,

активированного присадкой МПК-3. При этом установлено сокращение расхода собирателя, что обеспечивает экономический эффект в размере 1,5 млн. руб. в год.

Таблица 5.8 - Расчет эксплуатационных затрат на переделе пенной сепарации ОФ №12 при применении в качестве реагента-собирателя водонефтяной эмульсии ВНЭ-У и мазута флотского Ф-5 в соотношении 1:9

Наименование показателя	Ед. изм.	При использовании Ф5	При использовании компаундного собирателя
Расход собирателя	г/т	700	630
Расход реагента-собирателя в год	т	756	680
Затраты на собиратель	тыс.руб	15137,94	13616,14
Снижение затрат на реагенты			1521,8

Выводы к главе 5

1. Разработана схема и режим приготовления компаундного собирателя на основе модифицированных водонефтяных эмульсий из нефтешламов рудников «Интернациональный» и «Удачный», включающий накопление и подогрев исходных нефтешламов; отстаивание и удаление обводненной фракции со шламами; виброструйную магнитную обработку отстоявшейся водонефтяной эмульсии аппаратом ВЭМА-0,3; отгрузку активированной эмульсии на обогатительную фабрику; накопление рассолов и их очистку; закачку очищенных от нефтяных примесей рассолов в технологические скважины.

2. Разработаны технические условия на компаундный собиратель КС-4, включающие регламент его приготовления на основе модифицированной путем виброструйной магнитной активации водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф5, совокупность требований к их характеристикам (плотности, вязкости и показателя конденсированности) и описание порядка приготовления и параметров аналитического и оперативного контроля качества.

3. Полупромышленными испытаниями показано, что при использовании компаундного собирателя КС-4, состоящего из смеси модифицированной

водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 в соотношении 3:7 для флотационного обогащения алмазосодержащего сырья трубки «Удачная» извлечение алмазов в концентрат по классу крупности $-2+0,5$ мм составило 99,10%, что на 3,1 % выше чем извлечение в контрольной серии, при которой в качестве собирателя использовался мазут флотский Ф-5. При этом расход смешанного собирателя в 2 раза, пенообразователя ОПСБ на 27% меньше расходов этих реагентов в контрольной серии.

4. Промышленными испытаниями на обогатительной фабрике Удачинского ГОКа показано, что при использовании компаундного собирателя из смеси модифицированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 в соотношении 3:7, извлечение алмазов в концентрат по классу крупности $-2+0,5$ мм составило 98,66%, что на 1,5% выше, чем при использовании мазута флотского Ф-5. При этом расход компаундного собирателя на основе водонефтяной эмульсии составил 529 г/т, что на 24,4% меньше чем при использовании в качестве собирателя мазута флотского Ф-5. Расход пенообразователя ОПСБ в пенную сепарацию составил 17,3 г/т что на 20% меньше, чем при использовании в качестве собирателя мазута флотского Ф-5.

Общий ожидаемый экономический эффект на переделе пенной сепарации обогатительной фабрики №12 при использовании компаундного собирателя на основе модифицированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 составит 16,4 млн.руб.в год (12,4 млн. руб. – за счет дополнительно извлеченных алмазов и 3,99 млн. руб - от сокращения затрат на реагенты).

5. Промышленными испытаниями на обогатительной фабрике Удачинского ГОКа показано, что при использовании в качестве компаундного собирателя смеси модифицированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-У и мазута флотского Ф-5 в соотношении 1 к 9 при флотационном обогащении алмазосодержащего сырья трубки «Удачная» извлечение алмазов в концентрат по классу крупности $-2+0,5$ мм составило 96,48%, что соответствует извлечению в контрольной серии, в которой в качестве собирателя использовался мазут флотский Ф-5. Расход компаундного собирателя уменьшился при использовании разработанного режима на 10%, что обеспечило экономический эффект 1,5 млн. руб. в год.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В диссертационной работе дано новое решение актуальной научной задачи - разработки эффективных реагентов-собираателей для пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов на основе модифицированных водонефтяных эмульсий, обеспечивающих повышение технико-экономических показателей обогащения алмазосодержащего сырья за счет снижения потерь алмазных кристаллов.

Автором получены следующие основные результаты:

1. Экспериментально установлено, что виброструйная магнитная активация водонефтяных эмульсий приводит к гомогенизации состава органической фазы вследствие взаиморастворения нефтяных фракций. При этом достигается диспергирование водной и минеральной фаз при увеличении кинетической и седиментационной устойчивости водонефтяной эмульсии, снижается ее динамическая вязкость и плотность.

2. Природные водонефтяные эмульсии рудника «Интернациональный» обладают собирательными свойствами и обеспечивают извлечение алмазов в концентрат пенной сепарации в интервале 34,1 – 88,9%. Модифицирование водонефтяных эмульсий виброструйной магнитной обработкой в течение 3 - 5 мин и при температуре 30-45°C увеличивает их собирательную способность и повышает извлечение алмазов в концентрат до уровня, соответствующему с использованием мазута флотского Ф-5 (95%)

3. Экспериментально установлена возможность повышения показателей пенной сепарации алмазосодержащего сырья путем применения компаундных собирателей на основе модифицированных водонефтяных эмульсий ВНЭ-10 и ВНЭ-У, полученных виброструйной магнитной активацией нефтяных шламов рудников «Интернациональный» и «Удачный». Максимальный эффект достигается для компаундного собирателя ВНЭ-10 в смеси с мазутом флотским Ф-5 в соотношениях от 3:7 до 7:3 (30-70% ВНЭ-10). Показано, что применение данного компаундного собирателя обеспечивает повышение извлечения алмазов на 3,7 –

4,8% и сокращение расхода реагентов по сравнению со стандартным режимом, предусматривающим применение в качестве собирателя мазута флотского Ф-5.

4. Разработана схема и режим переработки нефтешламов и приготовления компаундного собирателя, включающие накопление и подогрев исходных нефтешламов; отстаивание и удаление обводненной фракции со шламами; виброструйную магнитную обработку отстоявшейся водонефтяной эмульсии аппаратом ВЭМА-0.3, подогрев и смешивание модифицированной эмульсии с мазутом флотским Ф-5 в заданных соотношениях, очистку рассолов отстаивания нефтешламов, и их закачку после дополнительной очистки от нефтепродуктов в технологические скважины.

5. Разработаны технические условия и технологический регламент приготовления компаундного собирателя КС-4 на основе модифицированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф5, включающие совокупность требований к их характеристикам (плотности, вязкости) и описание порядка приготовления и параметров аналитического и оперативного контроля качества. Предложено использование для выбора фракционного состава компаундного собирателя показателя конденсированности (ПК), учитывающего эффект межмолекулярного взаимодействия при взаимном растворении низко- и высокомолекулярных фракций собирателя.

6. Промышленные испытания на обогатительной фабрике Удачинского ГОКа подтвердили эффективность использования компаундного собирателя КС-4, состоящего из смеси модифицированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 в соотношении 3:7. Извлечение алмазов в концентрат пенной сепарации по классу крупности $-2+0,5$ мм на 1,5% выше, чем при использовании мазута флотского Ф-5. При этом на 20-24,4% уменьшаются расходы собирателя и пенообразователя. Ожидаемый экономический эффект от дополнительного извлечения алмазов (12,4 млн. руб.) и сокращения затрат на реагенты (4 млн. руб.) на переделе пенной сепарации обогатительной фабрики №12 при использовании компаундного собирателя на основе водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 составляет 16,4 млн. руб.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Абрютин Н.Н. Современные методы исследования нефтей: Справ. - метод. пособие / Абрютин Н.Н. В. В. Абушаева, О. А. Арефьев и др. – Л.: Недра, 1984. – 431с.
2. Авдохин В.М. Основы обогащения полезных ископаемых. Технологии обогащения полезных ископаемых. – Т. 2, М: МГГУ, 2006. - С.162-164.
3. Александрова Т.Н. Переработка тяжелых нефтей и природных битумов с учетом их реологических свойств / Александрова Т.Н., Александров А.В., Николаева Н.В., Ромашев А.О. / Санкт-Петербург, 2017.
4. Алтунина Л.К. Определить состав и свойства нефтесодержащих флюидов рудника «Интернациональный» и разработать технические решения и рекомендации по их сепарации и использованию: отчет о НИР / Ин-т химии нефти; Дог. 23/06. Томск, 2006. - 77 с.
5. Арсентьев В.А. Горловский С.И., Устинов И.Д. Комплексное действие флотационных реагентов. -М.: Недра, 1992. -160 с.
6. Баденикова Г.А. Химия и применение флотационных реагентов. Конспект лекций. / Иркутск: Изд-во ИрГТУ, 2007. -46с.
7. Байченко А.А., Батушкин А.Н. Изучение собирательных свойств аполярных реагентов при флотации угольных шламов // Вестник Кузбасского гос. тех. университета. –2006. – № 2. – С. 29–30.
8. Барский Л.А., Козин В.З. Системный анализ в обогащении полезных ископаемых. - М.: Недра, 1978. - 486 с.
9. Бектурганов Н.С. Влияние модифицированных флотореагентов на селекцию медно-молибденового концентрата / Бектурганов Н.С., Тусупбаев Н.К., Семушкина Л.В. и др. // «Инновационные процессы комплексной и глубокой переработки минерального сырья»
10. Бергер Г.С., Орел М.А., Попов Е.Л. Полупромышленные испытания руд на обогатимость. - М.: Недра, 1984. - 230 с.
11. Берешский А.И., Барешнев Н.И., Баевская Г.М. и др. Методы анализа и технологии обогащения проб при поисках и разведки алмазных месторождений. - М.: ЦНИГРИ, 1991. - 127 с.

12. Богатырёва Г.П. Исследование гидрофильности и гидрофобности поверхности синтетических алмазов // Сверхтвёрдые материалы. - 1980. - № 2, - С.23-27.
13. Богданов О.С., Максимов И.И., Поднек А.К., Янис Н.А. Теория и технология флотации руд. - М.: Недра, 1990.- 364 с.
14. Бочаров В.А., Игнаткина В.А., Пунцукова Б.Т. Исследование применения ионогенных и неионогенных собирателей для повышения селективности флотации сульфидных руд // ГИАБ, 2009, № S14 . С.457-470.
15. Булах А.Г., Булах К.Г. Физико-химические свойства минералов и компонентов гидротермальных растворов. - Л.: Недра, 1978. - 167 с.
16. Бурлуцкая И.П., Погорельцева И.В. Гидрогеологические условия утилизации оборотных вод хвостохранилища алмазосодержащего месторождения «Мир» в республике Саха-Якутия // Научные ведомости. Серия естественные науки / Белгородский государственный университет. - 2011. - №3 (98). –вып.4. - С.193 – 198.
17. Вахонина Т.Е. Клейн М.С. Перспективы использования отработанных минеральных масел для производства флотореагентов // Современные тенденции и инновации в науке и производстве Материалы IV международной научно-практической конференции. 2015. –С. 112-113.
18. Верхотуров М.В., Амелин С.А., Коннова Н.И. Обогащение алмазов // Международный журнал экспериментального образования. – 2012. – № 2. – С. 61.
19. Волков, В.А.. Коллоидная химия. Поверхностные явления и дисперсные системы. / В.А. Волков. – Лань, 2015. – С. 526.
20. Гиззатов А.А., Ибрагимов А.А., Давлетгареев К.Ф., Рахимов М.Н. Разработка флотационных реагентов для процесса обогащения высокозольных углей // Башкирский химический журнал. – 2013. – т. 20, № 4. – С. 86–89.
21. Глембоцкий В.А., Дмитриева Г.М., Сорокин М.М. Аполярные реагенты и их действие при флотации. – М.:Недра,1968.
22. Горячев Б.Е. Технология алмазосодержащих руд. - М.:МИСИС, 2010. - 326 с.
23. Горячев Б.Е., Чекушина Т.В. Современные методы оценки технологических свойств труднообогатимого и нетрадиционного минерального сырья благородных металлов и алмазов // Цветные металлы. – 2005. №1. –С.56-61.

24. Григорьев И.С. Физические величины: Справочник. - М.: Энергоатомиздат, 1991. – 543 с.
25. Данилов А.М. Применение присадок в топливах / М.: Мир, 2005. 288 с.
26. Данилов Ю.Г. Совершенствование физико-химических методов извлечения алмазов // Горный журнал. - 1994. -№ 5. – С.27-28.
27. Двойченкова Г.П., Коваленко Е.Г., Комарова Н.И. Моделирование и исследование поверхностных свойств алмазов при использовании электрохимически модифицированных минерализованных вод // Горный информационно-аналитический бюллетень. - 2014. - №5. -С.42-47.
28. Двойченкова Г.П., Махрачев А.Ф., Островская Г.Х. Промышленная апробация модифицированных водонефтяных эмульсий в схемах пенной сепарации алмазосодержащего сырья с оценкой технологической эффективности полученных результатов в условиях ОФ№3 МГОКа и ОФ№12 УГОКа // «Инновационные процессы комплексной и глубокой переработки минерального сырья» Материалы Международного совещания «Плаксинские чтения», Томск, 2013. – С.
29. Двойченкова Г.П., Миненко В.Г., Ковальчук О.Е., и др. Интенсификация процесса пенной сепарации алмазосодержащего сырья на основе электрохимического метода газонасыщения водных систем // Горный журнал. – 2012. - № 12. - С.88 – 92.
30. Двойченкова Г.П., Махрачев А.Ф., Островская Г.Х. Результаты промышленной апробации нефтяной эмульсии ВНЭ-10 в качестве реагента – собирателя для процесса пенной сепарации алмазосодержащего сырья // Тезисы Всерос. Науч.-практ. конференции, посвящ. памяти чл.-корр. РАН Новопашина М.Д. «Геомеханические и геотехнологические проблемы эффективного освоения месторождений твердых полезных ископаемых северных и северо-восточных регионов России» г. Якутск. - 2011. С.
31. Долматов, М. Ю. Спектроскопический метод определения молекулярной массы / М. Ю. Долматов, Л. М. Хашпер // Химия и технология топлив и масел. – 1991. – № 7. – С. 35–36.
32. Евдокимов, И.Н. Отсутствие аддитивности свойств нефтяных смесей / И. Н. Евдокимов, А.П. Лосев, А. А. Фесан // Бурение и нефть. – 2012. – № 1. – С. 27-28.

33. Заскевич М.В. Смольников В.Т. Технология переработки алмазосодержащего сырья в компании "Алмазы Россия-Саха" // Горный журнал. - 1994. - № 9. - С. 45-47.
34. Зигбан К., Нордлинг К., Фельман А. Электронная спектроскопия. - М.: Мир, 1997. - 494 с.
35. Зинчук Н.Н., Харьков А.Д., Мельник Ю.М., Мовчан Н.П. Вторичные минералы кимберлитов. - Киев: Наукова Думка, 1993. - 282 с.
36. Злобин М.Н. Отчет изучение физико-химических и технологических свойств фракций нефтепродуктов с целью оценки их технологических свойств: информационный отчет о НИОКР / Якутнипроалмаз; Мирный, 1975. 79 с.
37. Злобин М.Н. Разработка и промышленное освоение флотационной технологии и оборудования для извлечения алмазов из руд // Автореф. дисс. ... канд. техн. наук. Мирный, 1995. – 24 с.
38. Злобин М.Н. Состояние и некоторые пути развития технологии обогащения алмазосодержащих руд на предприятиях АК "АЛРОСА". М.: Алмазы, 2002. - С. 59-63.
39. Злобин, М.Н. Технология крупнозернистой флотации при обогащении алмазосодержащих руд // Горный журнал. - 2011. - N 1. - С. 87-89.
40. Зуев А.В. Интенсификация пенной сепарации алмазосодержащих руд на основе электрохимического кондиционирования водных систем. - Автореф. дисс. ... канд.техн.наук М. : ИПКОН РАН, 2001. -24 с.
41. Зырянов И.В. Бондаренко И.Ф. Основные направления и задачи научной деятельности института "Якутнипроалмаз" // Горный журнал. - 2011. - N 1. - С. 15-16.
42. Зырянов И.В. Разработка и внедрение реагентных режимов на основе более эффективных собирателей для обогащения алмазов крупностью -2 мм флотационным способом: отчет о НИОКР / Якутнипроалмаз; Тема 23-09-058. Мирный, 2010. 89 с.
43. Игнаткина В. А. Выбор селективных собирателей при флотации минералов, обладающих близкими флотационными свойствами / В. А. Игнаткина // Известия вузов. Цветная металлургия. - 2011. - N 1. - С. 3-10.

44. Использование озонированных отработанных моторных масел для флотационного обогащения углей // Кокс и химия. -2017. -№ 4. -С. 22-26.
45. Калитин В.Т., Монастырский В.Ф. Процессы, происходящие при переработке и обогащении алмазосодержащего сырья // Обогащение руд. - 2001. №. – С. 45-48.
46. Кириллин А.Д., Кириллин О.А., Кириллин Г.А., Мировой алмазный рынок. - М.: АК Алроса, 1999. - 397 с.
47. Классен В.И., Мокроусов, В.А. Введение в теорию флотации. - М.: Metallurgizdat, 1955. - 464 с.
48. Ковалева Л.А., Миннигалимов Р.З., Зиннатуллин Р.Р. Определение времени расслоения водонефтяной эмульсии в электромагнитном поле // Технологии нефти и газа. - № 2. – 2010. – С.20-21.
49. Коваленко Е.Г., Двойченкова Г.П., Поливанская В.В. Научное обоснование совместного применения тепловой и электрохимической обработки для повышения эффективности процесса пенной сепарации алмазосодержащего сырья // Научный вестник МГГУ. - 2014. - №3. –
50. Когановский А.М. Адсорбция органических веществ из воды. - Л.: Химия, 1990. - 256 С.
51. Кокина, А.А. Изучение вязкостных характеристик продукта компаундирования гудрона с нефтяными разбавителями // А.А. Кокина, В.А. Будник, А.Н. Морозов, А.В. Ситдикова и др. Нефтепереработка и нефтехимия. – 2010. – № 5. – С. 21-23.
52. Котова О.Б. Поверхностные процессы в тонкодисперсных минеральных системах. - Екатеринбург: УрО РАН, 2004. - 194 с.
53. Краткий справочник физико-химических величин. Изд. 8 / под ред. Равделя А.А. и Пономаревой А.М. - Л.: Химия, 1983. - 232 с.
54. Кувыкин, В.И. Вязкость смеси углеводородов / В.И. Кувыкин, Е.В. Кувыкина // Естественные и математические науки в современном мире: сб. ст. по матер. XXXVIII междунар. науч.-практ. конф. – 2016 – №1 (37), Новосибирск: СибАК. – С. 46-51.

55. Кузина З. П., Мин Р. С., Самойлов В. Г. Сернисто ароматические концентраты нефти - эффективные аполярные реагенты. / Тез. доклада 2-го конгресса обогатителей стран СНГ. - М.: Альтекс. - 1999. - С 62.

56. Кулебякин Н.П., Махрачев А.Ф., Коморников С.В. и др. Современные технологии обогащения алмазосодержащих руд и песков // Горный журнал. - 2001. - № 5. -С.49-53.

57. Лавриненко А.А., Сирченко А.С. Использование высокомолекулярных сополимеров в качестве модификаторов при флотации углей различной стадии метаморфизма // ГИАБ. – 2009. –Т.14. --№ 12. – С. 249–262.

58. Леонов СБ., Белькова О.Н. Исследование полезных ископаемых на обогатимость: Уч. пособие. - М: Интермет Инжиниринг, 2001. - С. 631.

59. Лопатин А.Г. Обогащение алмазосодержащих руд и материалов : Раздел "Алмазосодержащее сырье и подготовка его к обогащению. Курс лекций / А. Г. Лопатин; Под ред. А. А. Абрамова. - М. : МИСИС, 1979. - 76 с.

60. Лоскутова Ю.В., Прозорова И.В., Юдина Н.В. и др. Изменение реологических свойств высокопарафинистых нефтей под воздействием виброструйной магнитной активации // Инженерно-физический журнал -77, -2004. - № 5. -С. 146-150.

61. Лоскутова Ю.В., Юдина Н.В. Влияние магнитного поля на структурно-реологические свойства нефтей. // Известия Томского политехнического университета. -2006. -309, № 4. -С. 104-109.

62. Маланьин М.И., Крупенина А.П., Прокопчук Б.И. Методы отбора и обработки проб при поисках месторождений алмазов. М.: Недра, 1984. - 359 с.

63. Матвеева Т. Н., Иванова Е. Н. Исследование действия селективных собирателей и растительного экстракта на флотацию медно-пиритных руд // Горный журнал. - 2015. -№12. С.42-46.

64. Махрачев А. Ф., Ларионов Н. П., Савицкий В. Б. Новые направления в технологии обогащения алмазосодержащего сырья на предприятиях АК «АЛРОСА» // Горный журнал. 2005. № 7. С. 65–68.

65. Махрачев А. Ф. Махрачев А.Ф., Двойченкова Г.П., Лезова С.П. Исследование и оптимизация состава компаундных собирателей для пенной сепарации алмазов // Горн. инф.-анал. бюлл. , 2018. -№11. С.178 – 185.

66. Махрачев А.Ф. Промышленная апробация метода повышения эффективности реагентного режима пенной сепарации алмазосодержащего сырья // Труды X Уральской горнопромышленной декады, 16 -25 апреля, Екатеринбург, 2012. -2012. С.

67. Махрачев А.Ф. Повышение эффективности реагентов-собирателей для флотации алмазов на основе виброструйной магнитной активации // Труды межд. конф. «Науч. основы и практика переработки руд и техногенного сырья. - Екатеринбург, 2018. – С. 122-126.

68. Махрачев А.Ф., Двойченкова Г.П., Лезова С.П. Исследование и применение компаундных собирателей для пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов / Материалы международного совещания «Плаксинские чтения-2018». –С.

69. Мелик-Гайказян В.И., Абрамов А.А., Рубинштейн Ю.Б. и др. Методы исследования флотационного процесса // -М.: Недра, 1990. -172 с.

70. Мелик-Гайказян В.И., Емельянова Н.П., Козлов П.С., Юшина Т.И., Липная Е.Н. К исследованию процесса пенной флотации и подбору реагентов на основе механизма их действия. Сообщение 1. Обоснование выбранных методов исследования процесса // Обогащение руд цветных металлов. – 2009. – № 2. – С. 7–18.

71. Мелик-Гайказян В.И., Емельянова Н.П., Юшина Т.И. Методы решения задач теории и практики флотации. Учебное пособие, М.:Горная книга, 2013. – 363 с.

72. Мин Р.С., Бессараб Н.А., Басарыгин В.И., Иванов Г.В. Флотационная активность нефтяных реагентов для обогащения угольных шламов // Химия в интересах устойчивого развития – 9. – 2001. С.575-580.

73. Митрофанов С.И., Барский Л.А., Самыгин В.Д. Исследование полезных ископаемых на обогатимость. М.: Недра, 1974. - С. 352.

74. Назимов Н.М. Растворители для удаления асфальтено-смолопарафиновых отложений. / Автореферат диссертации на соискание степени канд. техн. наук // Каз ГТУ, Казань, 2003. -23 с.

75. Нефтепродукты. Термины и определения. Межгосударственный стандарт. ГОСТ 26098-84. Москва. Стандартиформ. – 2010. -96 с.

76. Нефтепродукты. Методы испытаний. СССР: Государственные стандарты / Редактор М.Л.Элконина. – М.:Стандартгиз, 1959. – 856 с.
77. Органические реагенты во флотации: учеб. пособие / М.Н. Степанова. – Пермь: Изд-во Перм. гос. техн. ун-та, 2009. – 53 с.
78. Островская Г.Х. Экспериментальное обоснование композиционных составляющих и механизма действия эмульсии ЭДТ-100 в схеме отмывки алмазосодержащих концентратов от жировой мази // Горн. инф.-аналит. бюллетень. – 2015. - №9. - С. 106-113.
79. Патраков Ю.Ф., Семенова С.А., Клейн М.С., Вахонина Т.Е. Петров А.А. Углеводороды нефти / М.: Наука, 1984. 266 с.
80. Отчет независимых экспертов о запасах и ресурсах месторождений алмазов группы компаний «АЛРОСА». Подготовлен «Майкон Интернэшнл Ко Лимитед». 2013. -468 с.
81. Петухов В.Н. Флотационная активность химических соединений различного состава и строения при флотации угля // Кокс и химия. 1982. -Х27. -С.18-21.
82. Плаксин И.Н. Воздействие газов и реагентов на минералы во флотационных процессах // Известия АН СССР. - М.: ОТН, 1950 г. - №2. - С. 1827-1844.
83. Плаксин И.Н. Избранные труды. Обогащение природных ископаемых/ М.: Наука, 1970. - 613 стр.
84. Поконова Ю.В., Гайле А.А., Спиркин В.Г.,и др. Химия нефти Под редакцией Сюняева З.И. — Л.: Химия, 1984. — 343 с.
85. Посадов И. А., Поконова Ю. В. И.В. Прозорова и др. Изменение реологических свойств нефтей под воздействием виброструйной магнитной активации. Автоматизация и информационное обеспечение технологических процессов в нефтяной промышленности. Изд. Томск ого университета, т №2, 2002г.
86. Производство флотореагентов / А.А. Григорьев // Катализ и нефтехимия. — 2001. — № 9-10. — С. 53-59.
87. Ребиндер П.А. Избранные труды. Поверхностные явления в дисперсных системах. Физико-химическая механика. - М.: Наука, 1979. - 384 с.

88. Рубинштейн Ю.Б. Пенная сепарация и колонная флотация, - М.: Недра. -1989. -304 с.
89. Рябой, В. И. Развитие представлений о механизме действия реагентов на основе исследования принципов координационной химии и химии поверхностных явлений / В. И. Рябой // Мат. IV Конгр. обогат. стран СНГ. 2003. Т. 1. С. 121–123.
90. Рябой В. И. Проблемы использования и разработки новых флотореагентов в России/ Цветные металлы. -2011. -№3. – С.
91. Смольников В.А., Бычкова Г.М., и др. Перспективные способы повышения флотуемости алмазов // Горный журнал. - 1999. -№5. - С. 33-36.
92. Соложенкин П.М. Молекулярный дизайн флотореагентов, эффективных при флотации несulfидных руд // Цветные металлы. -2008. - №12. С. 28–32.
93. Сорокин М.М. Химия флотационных реагентов. Учебное пособие, М.: МИСиС, 1978. -127 с.
94. Способ флотации алмазосодержащих руд. Патент РФ № 2333801 / Семенов П.Н., Захарова Г.А., Островская Г.Х. опубл. 20.09.2008.
95. Справочник химика, т. I. - М.-Л.: Химия, 1966. – 402 с.
96. Сумм Б.Д., Горюнов Ю.В. Физико-химические основы смачивания и растекания. М.: Химия. -1976. -371 с.
97. Технологический регламент на проектирование схемы рудоподготовки и обогащения фабрики №3 с учетом обработки руды подземной добычи рудника «Мир»: Регламент. Мирный, 2006.- 72 с.
98. Ткачев О.А., Тугунов П.И. Сокращение потерь нефти при транспорте и хранении / М.: Недра, 1988. 118 с.
99. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. - М.: Металлургия, 1982. - 632 с.
100. Уэндландт У. Термические методы анализа / Пер. с англ. под ред. В. А. Степанова и В. А. Берштейна. — М.: Мир, 1978. — 526 с.
101. Фролов Ю.Г. Курс коллоидной химии. Поверхностные явления и дисперсные системы: Учебник для Вузов. 2-е издание, переработанное и дополненное. - М.: Химия, 1988. - 464 с.

102. Фрумкин А.Н. Физико-химические основы теории флотации // Успехи химии. - 1973. - Т. 42. - №2. - С. 323-342.
103. Хан Г.А., Габриелова Л.И., Власова Н.С. Флотационные реагенты и их применение. -М.: Недра, 1986. -271 с.
104. Чантурия В.А., Бондарь С.С., Годун К.В., Горячев Б.Е. «Современное состояние алмазодобывающей отрасли России и основных алмазодобывающих стран мира (Ч.1)» // Горный журнал. -2015. - №2 – С. 55 – 58.
105. Чантурия В.А., Двойченкова Г.П., Островская Г.Х., Махрачев А.Ф., Ковальчук О.Е. Модифицирование свойств и экспериментальная апробация водонефтяных эмульсий в качестве реагентов-собирателей для процесса пенной сепарации алмазосодержащего сырья // Руда и металлы, 2013, №5. – С.58-64.
106. Чантурия В.А., Двойченкова Г.П., Ковальчук О.Е., Тимофеев А.С. «Особенности состава поверхности гидрофильных алмазов и их роль в процессе пенной сепарации» // ФТПРПИ, 2015 №6, С 173-181.
107. Чантурия В.А., Двойченкова Г.П., Трофимова Э.А. и др. Современные методы интенсификации процессов обогащения и доводки алмазосодержащего сырья класса -5 мм // Горный журнал. – 2011. - №1. - С. 71- 74.
108. Чантурия В.А., Трубецкой К.Н., Каплунов Д.Р., Чаадаев А.С., Махрачев А.Ф. Комплексные исследования и внедрение инновационных геотехнологий добычи и глубокой переработки кимберлитов // Горный журнал. 2011. № 1. С. 10–13.
109. Черепин В.Т., Васильев М.А. Методы и приборы для анализа поверхности материалов: Справочник. - Киев: Наукова думка, 1981. - 328 с.
110. Шмидт, В. Оптическая спектроскопия для химиков и биологов. – М.: Техносфера - 2007.
111. Шубов Д.Я., Иванков С.И., Щеглова И.К. Флотационные реагенты в процессах обогащения минерального сырья. – М.:Недра, 1990.
112. Эйгелес М.А. Реагенты-регуляторы во флотационном процессе. - М.: Недра, 1977. - 216 с.
113. Электронная и ионная спектроскопия твердых тел. Под ред. Раховского В.И. - М.: Мир, 1981. - 468 с.

114. Юсупов Т.С. Механическая активация минералов перед процессами химического обогащения // Физические и химические основы переработки минерального сырья. - М.: Наука, 1982. – С.118-123.
115. Юшина Т.И. «Материаловедение. Флотационные реагенты». Учебное пособие. Часть 2 – М.МГГУ, 2002.
116. Anon O. Diamonds // Min. Ann. Review. 1983. - Pp. 119-120.
117. Chanturiya V., Zuev V., Trofimova E., Dikov Y. Surface properties of diamonds in kimberlites processing // Proceeding of the XXI International mineral processing congress. Rome, 2000. - Pp. 9-16.
118. Chanturiya V.A., Dvoychenkova G.P., Kovalchuk O.Ye Mechanism of fine dispersed mineral formation on the surface of diamonds and their removal by water system electrolysis products // IMPC 2016: XXVIII International Mineral Processing Congress Proceedings - ISBN: 978-1-926872-29-2.
119. Chen, J. Determining the content of crude oils by using differential scanning calorimetry / J. Chen, J. Zhang, H. Li // Thermochemica Acta. - 2004. - Vol.410. - PP.23-26.
120. Dabir S. Viswanath, Tushar K. Ghosh, Dasika H.L. Prasad, Nidamarty V.K. Dutt, Kalipatnapu Y. Rani Viscosity of Liquids: Theory, Estimation, Experiment, and Data. Springer, 2007. – 660 с.
121. Danoczi J. Water requirements for the recovery of diamonds using grease technology// The Journal of The Southern African Institute of Mining and Metallurgy.- 2008. #108. – Pp. 123-129.
122. Dean J.A. Lange's handbook of chemistry. - 1999. - 327 p.
123. Drzymala J. Mineral Processing/ Foundations of theory and practice of minerallurgy Wroclaw University of Technology. – 2007. -508 p.
124. Evans L. Thalody B. P. Morgan J. D. Nicol S. K. Napper D. H. Warr Ion G. G. Flotation using carboxylate soaps: role surfactant structure and adsorption behavior. Colloids and Surfaces. 1995. V. 102. № 13. p. 81-89. :
125. Gauglitz, G. and Vo-Dinh, T. (2003). Handbook of spectroscopy. Wiley-VCH.
126. Gupta S.V. Viscometry for Liquids: Calibration of Viscometers. Springer, 2014. – 428 с.

127. Handbook of Industrial Diamonds and Diamond Films / Mark A. Prelas, Galina Popovici, Louis K. Bigelow. New York.: M. Dekker Inc. -1180 p.
128. Kenneth S. Suslick. The Chemical Effects of Ultrasound // Scientific American, 1989, February.- P. 80 – 86.
129. Solozhenkin P.M. Prediction of efficiency of flotation collectors based on quantum chemical computations // Solozhenkin P.M., Solozhenkin O.I., Krausz S. Proceedings of 26th International Mineral Processing Congress, 2012: -Pp. 5101-5112.
130. Srdjan M. Bulatovic Handbook of Flotation Reagents: Chemistry, Theory and Practice: Flotation of Sulfide Ores. Elsevier Science & Technology Books. 2007. - 446 p.
131. Vorobjov N., K., Sokolova, V., P.: Application of froth separation process in beneficiation of nonferrous metals' ores and non-metallic minerals, as well as in combined flowsheets for concentration of oxidized iron ores // Minerals Processing Journal. -1. - 2002. -Pp.16-19.
132. Zhang J. Kouznetsov D. Yub M. Improving the separation of diamond from gangue minerals // Minerals Engineering, Volumes 36–38, October 2012. - Pp. 168–171.

ПРИЛОЖЕНИЯ

«Утверждаю»:

Главный обогатитель Удачинского ГОКа

АКТ

промышленных испытаний компаундного собирателя КС-4 из водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф5 при флотационном обогащении алмазосодержащего сырья на ОФ №12 Удачинского ГОКа

Работа выполнена согласно плану работ на обогатительной фабрике №12 Удачинского ГОКа по промышленному освоению новых технологий. В отделении пенной сепарации ОФ №12 Удачинского ГОКа были проведены промышленные испытания новой технологии пенной сепарации алмазов с применением компаундного собирателя КС-4 из водонефтяной эмульсии, полученной из нефтешламов рудника «Интернациональный» (ВНЭ-10) и мазута флотского Ф-5 для обогащения алмазосодержащего сырья, разработанной с применением данных исследований института Якутнипроалмаз» сотрудниками исследовательской лаборатории ОФ №12 с участием Махрачева А.Ф.

Цель испытаний заключалась в оценке эффективности применения реагентного режима с использованием компаундного собирателя из водонефтяной эмульсии, полученной из нефтешламов рудника «Интернациональный» и мазута флотского Ф5 в качестве реагента-собирателя для флотационного обогащения алмазосодержащего сырья на ОФ №12, а также методики по выбору оптимальных составов по соотношению компонентов в соответствии с ТУ на компаундный собиратель.

В соответствии с утвержденной методикой испытания реагентного режима с применением собирателя КС-4 состоящего из водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный» ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 при базовом соотношении 3:7, проводили при обогащении руды трубки «Удачная», поступавшей на фабрику с рудного склада. Во время промышленных испытаний определяли основные технологические показатели работы флотационного передела - производительность, извлечение алмазов крупностью -2,0+0,5 мм в концентрат флотационного передела, так же контролировались расходы всех реагентов, и корректировался их расход.

При проведении испытаний проводился контроль качества компонентов компаундного собирателя и собирателя в целом. В соответствии с разработанными в ГОКе

При проведении испытаний проводился контроль качества компонентов компаундного собирателя и собирателя в целом. В соответствии с разработанными на ГОКе техническими условиями на компаундный собиратель КС-4, для стабилизации технологических показателей применялось варьирование соотношения эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф5. Среднесменная производительность схемы пенной сепарации составила 124- 148 т/час. Показатели работы схемы пенной сепарации при использовании компаундного собирателя КС-4 приведены в таблице.

Результаты промышленных испытаний режима пенной сепарации с применением в компаундного собирателя КС-4

Условия	Q, т/ч	Расход реагентов, г/т			Извлечение в концентрат по классу крупности, %		
		Собира- тель	ИМА10-12	ОПСБ	-2+1	-1+0,5	-2+0,5
С использованием мазута флотского Ф5	132	700	0,3	21,7	97,18	97,11	97,16
С использованием компаундного собирателя КС-4	136	529	0,3	17,3	99,37	97,51	98,66

Приведенные в таблице результаты показывают, что при использовании собирателя КС-4, состоящего из смеси ВНЭ-10 и Ф-5 при базовом соотношении 3:7 для флотационного обогащения алмазосодержащего сырья, извлечение алмазов в концентрат по классу крупности -2+0,5 мм было стабильно высоким (95,5-99,4%) и составило в среднем 98,66%. При этом расход компаундного собирателя уменьшился и составил 529 г/т. Расход пенообразователя ОПСБ составил 17,3 г/т, что на 20% меньше, чем его расход при использовании в качестве собирателя мазута флотского Ф-5.

Полученными результатами промышленных испытаний подтверждена эффективность применения компаундного собирателя КС-4 для флотационного извлечения алмазов из концентрата гравитационного обогащения руды трубки «Удачная». Расчетный эффект от дополнительно извлекаемых алмазов и сокращения расходов реагентов составляет 16,4 млн. рублей.

В соответствии с результатами промышленных испытаний принято решение внедрить схему новый реагентный режим в переделе пенной сепарации фабрики №12.

Члены комиссии:

От ОФ№12 :
Начальник ОТК



В.А. Попова

От института «Якутнипроалмаз»
Зав.сектором



Г.Х. Островская