

*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»

**Автореферат  
диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук**

Москва – 2019

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки  
Институт проблем комплексного освоения недр им. академика Н.В. Мельникова  
Российской академии наук (ИПКОН РАН) и Удачинском горно-обогатительном  
комбинате Акционерной Компании «АЛРОСА» (УГОК АК «АЛРОСА»)

**Научный руководитель**

**Двойченкова Галина Петровна**, кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник лаборатории «Теория разделения минеральных компонентов» отдела «Проблем комплексного извлечения минеральных компонентов из природного и техногенного сырья» Института проблем комплексного освоения недр им. академика Н.В. Мельникова Российской академии наук (ИПКОН РАН).

**Официальные оппоненты:**

**Горячев Борис Евгеньевич**, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Обогащение и переработка полезных ископаемых и техногенного сырья» Национального исследовательского технологического университета «Московский институт стали и сплавов» (НИТУ «МИСиС»).

**Морозов Юрий Петрович**, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Обогащение полезных ископаемых» Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Уральский государственный горный университет» (ФГБОУ ВО «УГГУ»).

**Ведущая организация** – Федеральное государственное бюджетное учреждение «Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М. Федоровского» (ФГБУ «ВИМС»).

Защита состоится 24 апреля 2019 г. в 14 часов на заседании диссертационного совета Д 002.074.01 при Институте проблем комплексного освоения недр им. академика Н.В. Мельникова Российской академии наук (ИПКОН РАН) по адресу: 111020, г. Москва, Крюковский тупик, д. 4; тел./факс 8 (495) 360-89-60.

Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью, просим направлять в адрес совета.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИПКОН РАН и на сайте [www.ипконран.рф](http://www.ипконран.рф).

Автореферат разослан «\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2019 г.

Ученый секретарь  
Диссертационного совета,  
доктор технических наук



Матвеева Т.Н.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность работы.** В условиях увеличения спроса на технические алмазы, обусловленного их расширяющимся применением в высокотехнологичных отраслях промышленности, существенно возрастает актуальность задачи повышения эффективности процесса пенной сепарации, обеспечивающего извлечение алмазных кристаллов технической крупности (-2мм) в схемах переработки кимберлитовых руд. Важность поставленной задачи обусловлена тем, что в операции пенной сепарации, где концентрируется до 40-45% общего количества алмазов в руде, потери кристаллов крупностью -2 +0,5 мм составляют 20%. Поэтому интенсификация процесса пенной сепарации является важной задачей, обеспечивающей увеличение производства технических алмазов на предприятиях АК «АЛРОСА».

Перспективным путем решения поставленной задачи повышения эффективности пенной сепарации алмазосодержащего сырья является разработка реагентов-собирателей на основе модифицированных водонефтяных эмульсий, получаемых из нефтяных шламов, попутно добываемых с алмазосодержащими кимберлитами.

Для достижения поставленной цели необходимо определить оптимальный компонентный состав собирателей, разработать методики контроля и регулирования их свойств и определить условия применения в процессах пенной сепарации алмазосодержащего сырья. Методической основой решения поставленной задачи являются достижения Российских ученых в области разработки комбинированных флотационных реагентов, представленные в работах 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 ученых. Значительное развитие данное направление получило в последние годы благодаря работам ученых научной школы ИПКОН РАН под руководством академика Чантурия В.А.

**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 для повышения ее собирательной способности при флотации алмазов;
- выбор параметров компаундных собирателей на основе модифицированной водонефтяной эмульсии, обеспечивающих эффективную гидрофобизацию и повышение извлечения алмазов в процессе пенной сепарации;
- промышленная апробация разработанных компаундных собирателей на основе модифицированной водонефтяной эмульсии.

#### **Методы исследований:**

ИК и рентгеноспектральные методы анализа состава минералов и реагентов, измерения гидрофобности поверхности алмазов, лабораторные и укрупненные исследования процессов беспенной флотации алмазов и пенной сепарации алмазосодержащего сырья, полупромышленные и промышленные технологические 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 - 45<sup>0</sup>С и обеспечивающего 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 модифицированных водонефтяных эмульсий и мазута флотского Ф-5 в заданных соотношениях при температуре 30-45<sup>0</sup>С и обеспечивающие повышение извлечения алмазов на 1,5% при сокращении расхода реагентов на 20-24,4%.

#### **Научная новизна работа:**

1. Установлены новые кинетические зависимости и закономерности изменения коллоидно -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 модифицированных водонефтяных эмульсий и мазута флотского Ф-5, обеспечивающего повышение извлечения технических алмазов на 1,5 % и сокращение расхода реагентов на 20 - 24,4%.

**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.

Автор выражает искреннюю благодарность сотрудникам лабораторий института «Якутнипроалмаз» и НИГП АК «АЛРОСА» за помощь в организации аналитических и экспериментальных исследований, а также персоналу

обогащительной фабрики №12 Удачинского ГОКа за оказанную помощь в проведении промышленных испытаний.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

### 1. Модифицирование водонефтяных эмульсий способом виброструйной магнитной активации

В качестве составных компонентов компаундных собирателей – реагентов для пенной сепарации алмазосодержащего сырья были выбраны нефтяные шламы, попутно добываемые с кимберлитами трубок «Интернациональная» и «Удачная».

Выделенные путем отстаивания нефтешламов рудников «Интернациональный» и «Удачный» водонефтяные эмульсии представляет собой сравнительно тяжелые

( $\rho_{20} > 0,90$ ), высоковязкие ( $\nu_{20} > 220$  сСт), сернистые (содержание серы более 1 %), высокосмолистые (более 15% смолисто-асфальтеновых веществ), малопарафинистые (не более 1,5 % твердых при комнатной температуре н-алканов) нефтяные фракции.

Анализ ИК-спектра органической фракции водонефтяной эмульсии (рисунок ), полученный с использованием лабораторного ИК Фурье–спектрофотометра Vertex 7, показал, что она представлена традиционной для нефти смесью предельных и непредельных углеводородов, ароматическими соединениями, о чем свидетельствует совокупность полос поглощения, характерных для метильных и метиленовых групп ( $1380, 725 \text{ см}^{-1}$ ), валентных колебаний C=C связей аренового кольца ( $1609-1603 \text{ см}^{-1}$ ).

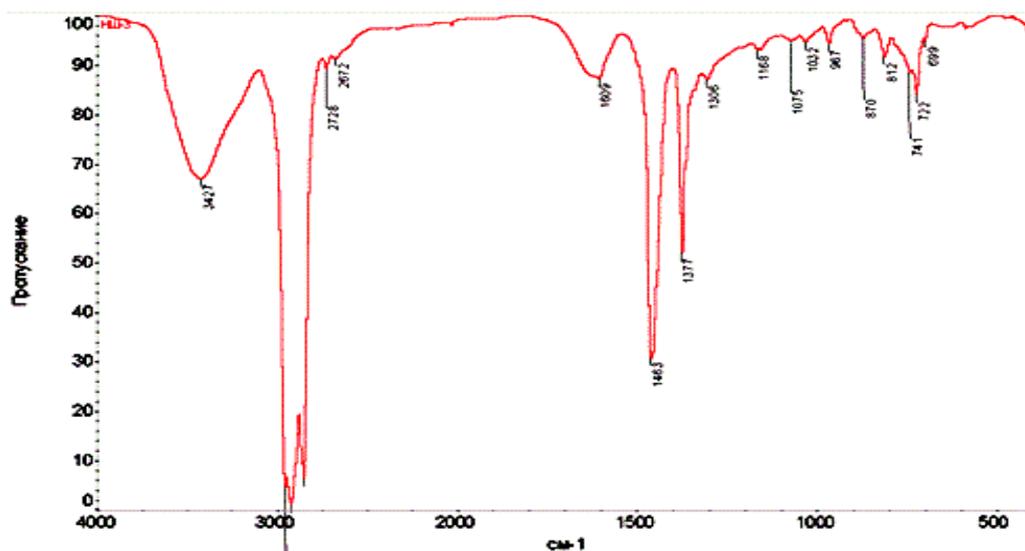


Рисунок 1 - ИК-спектр органической фракции водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный»

Методом протонного магнитного резонанса нефтесодержащего флюида в дейтерированном хлороформе установлено наличие воды (пик при 4,864 м.д. по шкале химических сдвигов).

Зависимость вязкости исследуемых водонефтяных эмульсий от температуры (рисунок 2) носит характерный для нефтепродуктов вид и позволяет диагностировать температуру застывания от -10 до -30<sup>0</sup>С. Для водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный» проявляется большая устойчивость к застыванию при отрицательных температурах и существенно меньшая вязкость (рисунок 2, кривая 2).

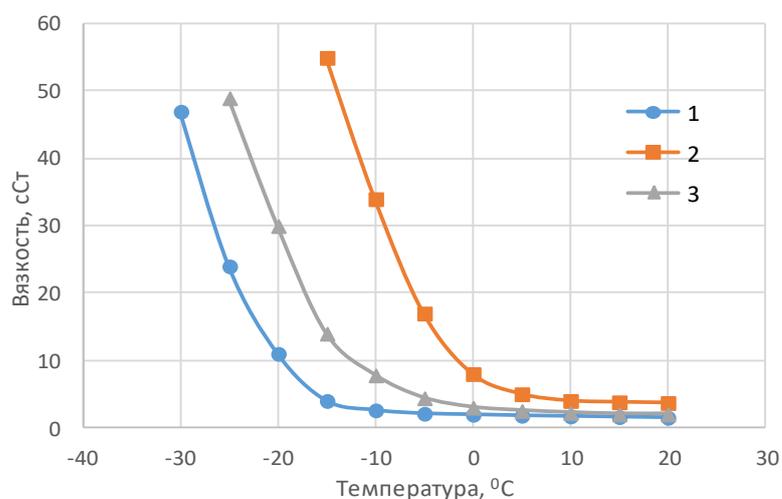


Рисунок 2 - Зависимости кинематической вязкости водонефтяной эмульсии рудников «Интернациональный» (1), «Удачный» (2) и мазута флотского Ф-5 (3) от температуры

Количественные характеристики состава водонефтяной эмульсии были определены термогравиметрическим методом с использованием термоанализатора DNG–60 АН. Анализ термограмм в интервале температур от 100 до 540<sup>0</sup>С позволил определить массовую долю диспергированной в нефтепродукте воды (3-10%) и углеводородных фракций.

Согласно полученным результатам водонефтяные эмульсии характеризуются изменяющимся от образца к образцу содержанием легкокипящих (20-30%), средних (40-50%) и тяжелых (8-14%) фракций углеводородов. Установлено, что при температурах свыше 350<sup>0</sup>С происходит деструкция смолисто-асфальтеновых веществ, сопровождающаяся образованием низкомолекулярных летучих продуктов, диагностируемых ИК-спектрофотометрией, и высокомолекулярных предшественников кокса.

Результаты микроскопического анализа показали, что водонефтяные эмульсии содержат несмешивающиеся оптически прозрачные, окрашенные фазы

жидких веществ, сгустки непрозрачных компонентов, водную фазу различной степени диспергированности, минеральные зерна (рисунок 3).

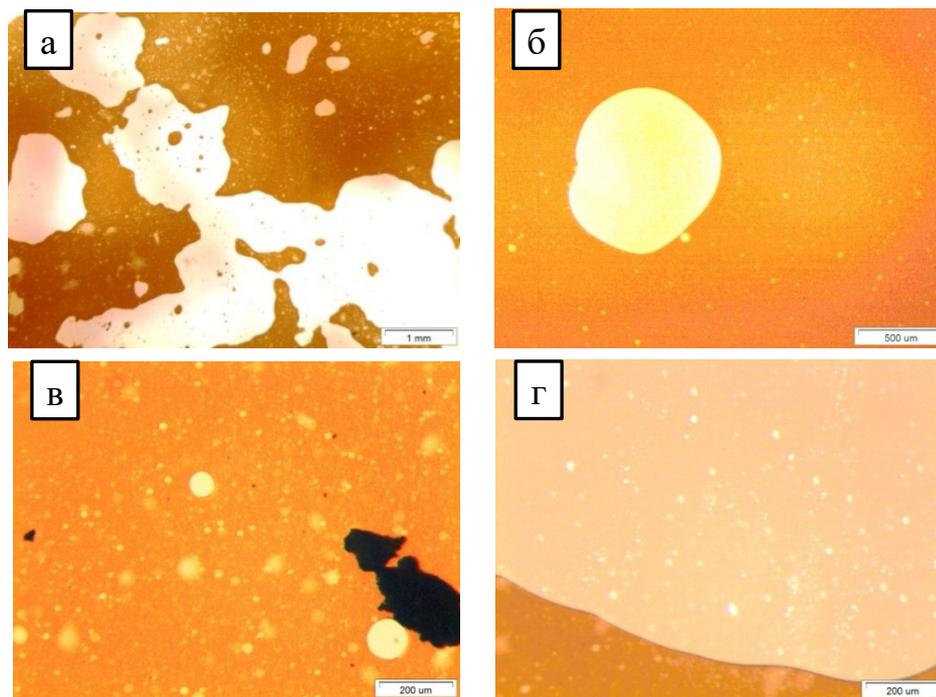


Рисунок 3 – Изображения тонкого слоя исходной водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный»: а – водные линзы в тяжелой нефтяной фракции; б – крупная капля водной фазы в средней нефтяной фракции; в – капли водной фазы, зерна минеральных солей и сгусток асфальтена (черного цвета) в масляной фазе; г – капли воды и минеральные соли в двух не смешивающихся органических фазах

ИК-спектроскопия, проведенная на Фурье-спектрофотометре Vertex 70, диагностирует выделенные на основе визуального анализа фазы как типичные для нефти фракции несмешивающихся углеводородов, асфальтенов, воды и минеральных солей.

Для стабилизации состава и свойств водонефтяных эмульсий предложена технология виброструйной магнитной активации, успешно применяемая для снижения вязкости и придания устойчивости нефти и нефтепродуктам. Обработка проб водонефтяных эмульсий проводилась с использованием устройства ВЭМА-0,3 в течении 1-3 мин., что соответствовало объемной производительности аппарата 12,6 и 4 м<sup>3</sup>/час. Исследование влияния виброструйной магнитной активации на коллоидно-дисперсное состояние водонефтяных эмульсий выполнено методом визиометрического анализа изображений тонкого слоя эмульсии под микроскопом.

Результаты анализа, показали, что при виброструйной магнитной активации в исследуемых пробах водонефтяных эмульсий уменьшается размер капель водной

фазы и минеральных зерен. При этом водонефтяная эмульсия после непродолжительной обработки (1-2 мин) остается 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 в неполной степени смешивания. При длительности воздействия виброструйной магнитной активации, равной 3 минутам, весь объем отобранной пробы характеризуется однородностью состава, обусловленной практически полным взаиморастворением легких и тяжелых углеводородных фракций (рисунок 4). Средний размер капель водной фазы и твердых частиц трехфазной системы уменьшается соответственно до 50,1 и 45,1 мкм.

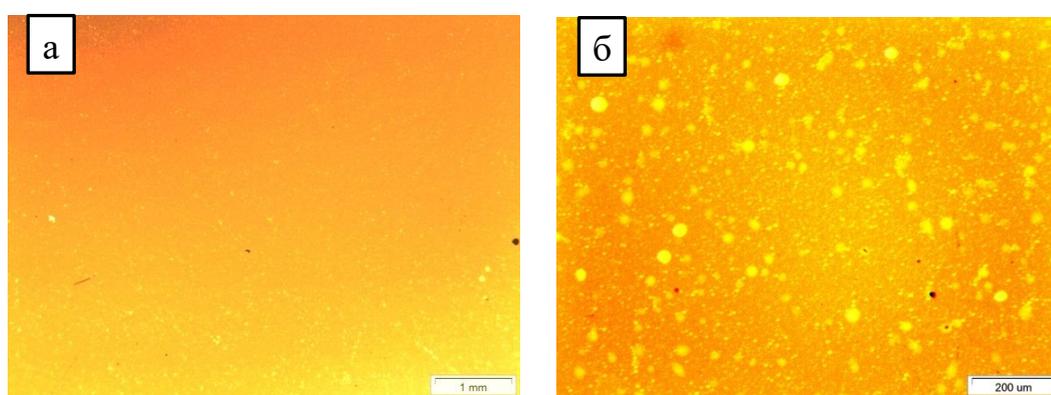


Рисунок 4 - Нефтешламы рудника «Интернациональный» после обработки аппаратом ВЭМА-0,3 в течение 3 минут: а - тонкодиспергированные микрокапли водной фазы; б – тонкодиспергированные шламовые зерна и микрокапли водной фазы

После виброструйной магнитной активации кинематическая вязкость водонефтяной эмульсии уменьшается на 10-12% (таблица ). Одновременно снижается ее плотность (на 0,7%). Уменьшение плотности и вязкости свидетельствует о проявлении эффекта межмолекулярного взаимодействия при взаимном растворении углеводородных фракций.

Активированная водонефтяная эмульсия в условиях хранения при температуре 30-35<sup>0</sup>С весьма устойчива. В течение 10 суток не происходит существенного изменения плотности и вязкости эмульсии (таблица 1).

Таблица 1 - Физико-химические показатели водонефтяных эмульсий, полученных после обработки аппаратом ВЭМА-0,3

Показатели	Время обработки, мин				Время отстаивания, сут.	
	0	1	2	3	5	10
Средний размер капель, мкм	171,5	74,5	61,4	50,1	53,2	54,3
Плотность при 20°С, кг/м <sup>3</sup>	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

Таким образом, полученные результаты показывают существенное изменение коллоидно -дисперсного состояния эмульсии вследствие виброструйной магнитной активации в аппарате ВЭМА-0,3. Стабильность свойств водонефтяных эмульсий после их виброструйной магнитной активации позволила установить требуемые параметры для технических условий (ТУ) их получения. Модифицированной водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный» был присвоен шифр ВНЭ-10, а модифицированной водонефтяной эмульсии рудника «Удачный» - ВНЭ-У.

## **2. Экспериментальная оценка собирательной способности исходных и модифицированных водонефтяных эмульсий на примере ВНЭ-10 (рудник «Интернациональный»)**

Первоначальная оценка собирательной способности исходной и модифицированной водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный» ВНЭ-10 проводилась измерением трехфазных краевых углов смачивания, образующихся при нанесении капли воды на плоско полированную поверхность алмаза (до и после обработки эмульсией). В результате проведенных исследований было показано, что обработка алмазов водонефтяной эмульсией ВНЭ-10 повышает краевой угол смачивания как для природно – гидрофобных алмазов (с 88 до 92<sup>0</sup>), так и для гидрофилизированных алмазов со пониженной гидрофобностью (с 60 до 82<sup>0</sup>).

На втором этапе исследований проводилось сравнение собирательной способности исходной и модифицированной путем виброструйной магнитной активацией водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 методом флотации в трубке Халлимонда.

Результаты опытов показали, что при увеличении расхода водонефтяной эмульсии с 200 до 1000 г/т извлечение алмазов возрастает с 49,4 до 79,5% (рисунок

5а). Флотационные опыты проводились при температуре 13<sup>0</sup>С, что соответствовало фабричным условиям. Максимальное извлечение алмазов было достигнуто при расходе воздуха 20 см<sup>3</sup>/мин, расходе собирателя 1000 г/т. Оптимальная температура водонефтяной эмульсии при ее активации составляет от 30 до 45<sup>0</sup>С (рисунок 5б). Анализ результатов лабораторных экспериментов показал, что виброструйная магнитная активация существенно повышает собирательные свойства водонефтяной эмульсии ВНЭ-10, что подтверждается повышением извлечения алмазов до значений, соответствующих использованию мазута флотского Ф-5 (рисунок 5а, б).

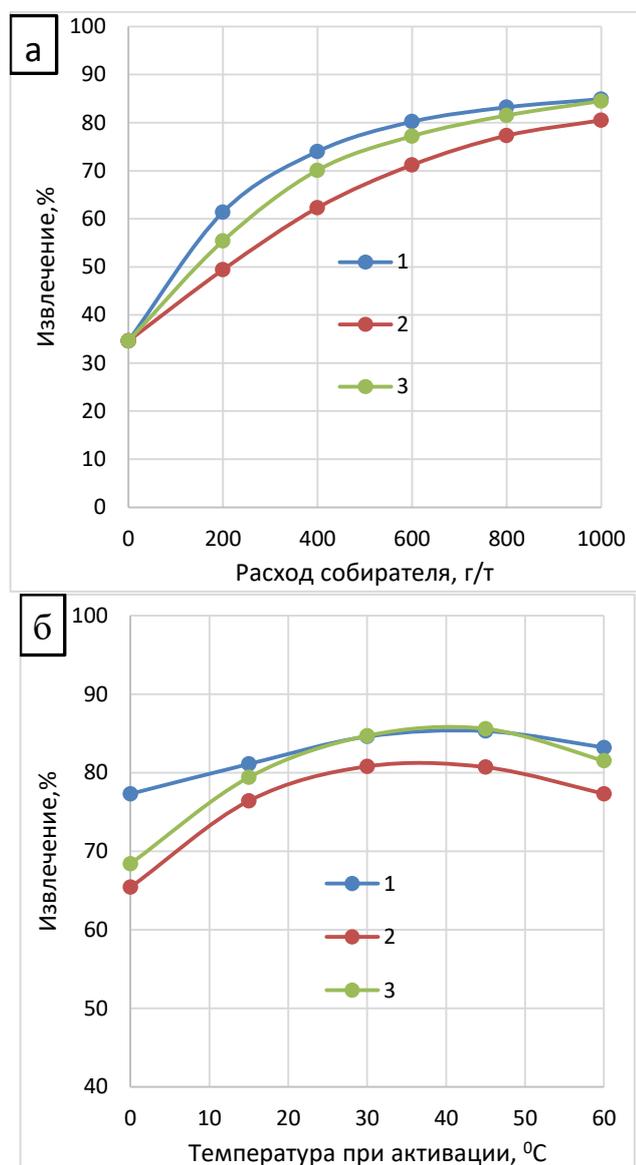


Рисунок 5. Зависимости извлечения алмазов от расхода собирателей (а) и от температуры собирателя при активации (б): 1 – флотский мазут; 2 – водонефтяная эмульсия рудника «Интернациональный» (ВНЭ-10); 3 – активированная ВНЭ-10.

Дальнейшие исследования проводились с использованием стендовой установки, включающей лабораторный пенный сепаратор, на пробах кимберлита с алмазами трубки «Интернациональная» крупностью -2 +1,2 мм.

Результатами укрупненных флотационных опытов с использованием в качестве реагента-собирателя модифицированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 установлено, что применение виброструйной магнитной активации повышает ее собирательную способность и обеспечивает прирост извлечения алмазов на 5 – 6,2% (таблица 2). При этом показано, с увеличением времени активации до 3-х минут собирательная способность эмульсии повышается.

Таблица 2. - Извлечение алмазов в концентрат при варьировании расходов собирателей и продолжительности их активации

Наименование собирателя, время активации эмульсии	Извлечение алмазов при <i>расходе собирателя</i> :			
	<i>190 г/т</i>	<i>570 г/т</i>	<i>760 г/т</i>	<i>950 г/т</i>
Мазут флотский Ф-5	54,0	76,7	87,2	95,4
ВНЭ-10 – без активации	34,1	55,5	83,9	88,9
ВНЭ-10, 1 мин.	33,3	54,4	86,3	91,6
ВНЭ-10, 2 мин.	33,3	54,4	86,3	91,6
ВНЭ-10, 3 мин.	47,8	66,7	88,9	95,1

Анализ приведенных на рисунке 6 графических зависимостей извлечения алмазов от состава и расхода исследуемых собирателей показывает, что в области малых расходов реагентов (200 – 600 г/т) извлечение алмазов с использованием водонефтяных эмульсий ВНЭ-10 на 5-20% ниже, чем при использовании мазута флотского Ф-5. При увеличении расхода собирателя до 860 - 950 г/т, извлечение алмазов в концентрат с использованием водонефтяных активированных эмульсий составляет 88 - 95%, что соответствует показателям извлечения при использовании мазута флотского Ф-5.

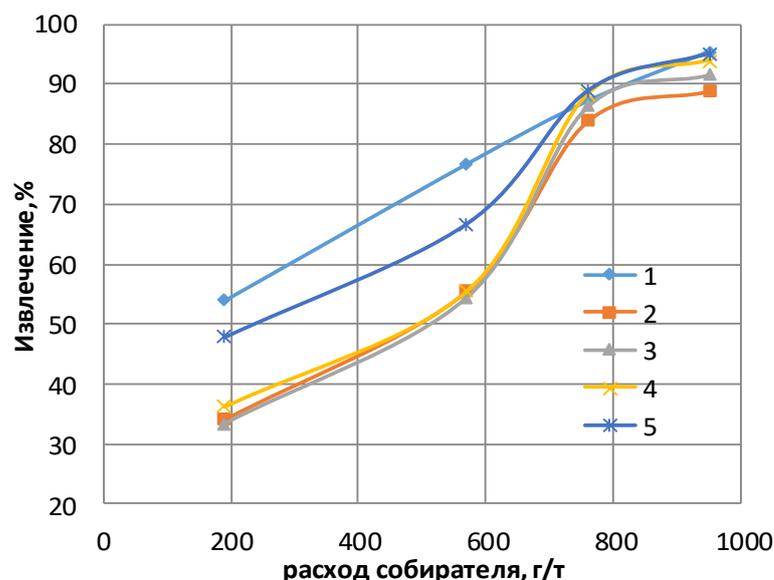


Рисунок 6. - Зависимости извлечения алмазов в концентрат от расхода собирателя при использовании: 1 –мазута флотского Ф-5; 2 – водонефтяной эмульсии рудника «Интернациональный» (ВНЭ-10) без активации; 3 – ВНЭ-10 после 1 мин. активации; 4 – ВНЭ-10 после 2 мин. активации; 5 – ВНЭ-10 после 3 мин. активации

Таким образом, результатами выполненных экспериментов подтверждено, что модифицирование водонефтяных эмульсий методом виброструйной магнитной активации существенно повышает их собирательные свойства по отношению к алмазам и позволяет достичь при пенной сепарации извлечения алмазов, соответствующего уровню, достигаемому при использовании мазута флотского Ф-5.

### 3. Разработка композиций компаундных собирателей для пенной сепарации алмазосодержащего сырья на основе модифицированных водонефтяных эмульсий

Водонефтяные эмульсии рудника «Интернациональный» ВНЭ-10 и рудника «Удачный» ВНЭ-У проявляют сравнимые с мазутом флотским Ф-5 собирательные свойства. Однако, вследствие высокого содержания смол и асфальтенов (до 45,9%) водонефтяные эмульсии характеризуются значительной вязкостью, что затрудняет их использование. Данный факт обуславливает необходимость смешивания (растворения) исходных водонефтяных эмульсий с нефтепродуктами, характеризующимися низкой вязкостью, в качестве которых целесообразно использовать легкие и средние фракции перегонки нефти. Для последующих экспериментальных исследований в качестве «растворителя» был использован мазут флотский Ф-5, который характеризуется достаточно низкими показателями вязкости и температуры загустевания.

Для экспериментального обоснования композиционного состава компаундных собирателей на основе модифицированных водонефтяных эмульсий рудника «Интернациональный» ВНЭ-10 и рудника «Удачный» ВНЭ-У были приготовлены их смеси с мазутом флотским Ф-5 в различных соотношениях, которые использованы в качестве собирателя в серии флотационных опытов.

Экспериментальными исследованиями установлено, что собирательные свойства общей композиции, содержащей активированную водонефтяную эмульсию ВНЭ-10 и мазут флотский Ф-5, превышают собирательные свойства каждого из компонентов отдельно взятого. Приведенные на рисунке 7 графические зависимости иллюстрируют результаты синергетического эффекта увеличения собирательной способности смесей мазута флотского Ф-5 и модифицированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10, наиболее сильно проявляющегося в области объемных соотношений от 3:7 до 7:3 (30 - 70% ВНЭ-10 соответственно), что подтверждается увеличением прироста извлечения алмазов на 3,7 – 4,8% относительно значений извлечений алмазов, достигаемых при использовании в качестве собирателей флотского мазута или водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 отдельно.

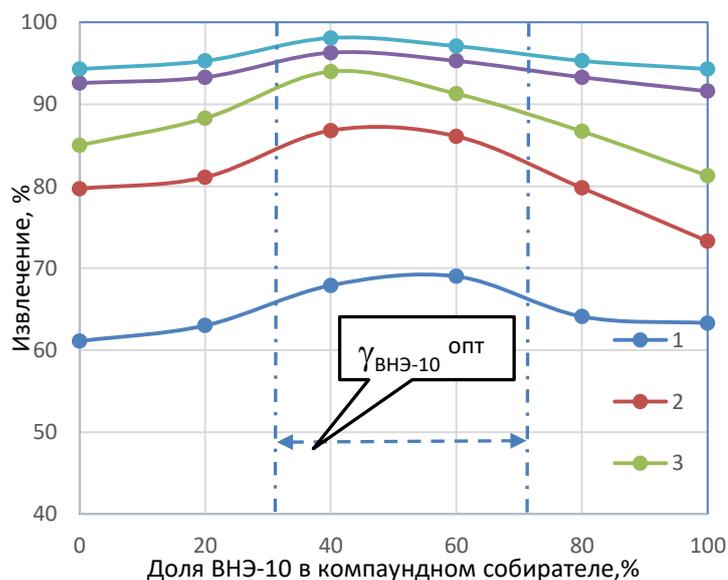


Рисунок 7. - Зависимость извлечения алмазов в концентрат от доли модифицированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 в компаундном собирателе ( $\gamma_{\text{ВНЭ-10}}$ ) при его расходах, г/т: 1 – 125; 2 – 325; 3 – 650; 4 – 875; 5 – 1050.

Аналогичный цикл экспериментов выполнен с использованием модифицированной водонефтяной эмульсии Удачинского ГОКа ВНЭ-У. 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% (рисунок 8), что подтверждается приростом извлечения алмазов на 4,7 – 7,9% по сравнению с извлечением алмазов при использовании флотского мазута Ф-5.

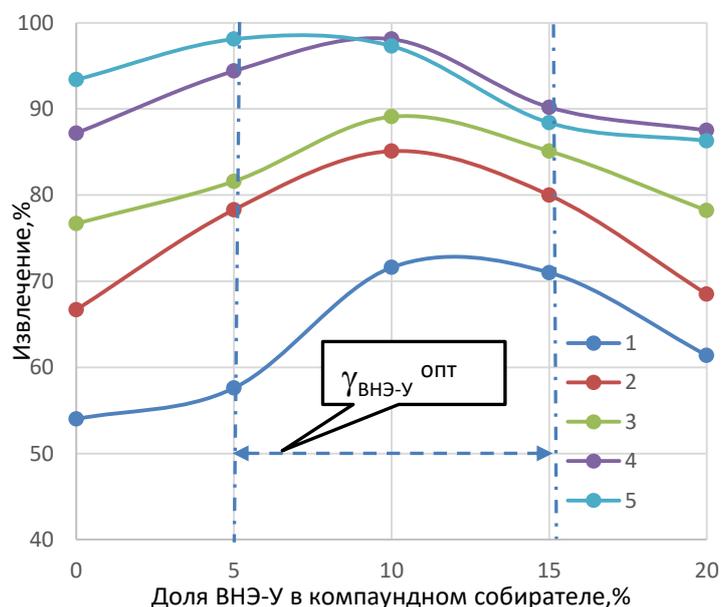


Рисунок 8. - Зависимость извлечения алмазов в концентрат от доли модифицированной водонефтяной эмульсии ВНЭ У в компаундном собирателе ( $\gamma_{ВНЭ-У}$ ) при его расходах, г/т: 1 – 190; 2 – 380; 3 – 570; 4 – 760; 5 – 950

Исходными данными в последующих экспериментальных исследованиях для обоснования оптимальной композиции компаундного собирателя являлись результаты регрессионного анализа связей между показателями флотации алмазов (извлечение), физико-химическими характеристиками компонентов собирателя (плотность, вязкость) и расходами используемого собирателя.

В условиях нестабильности состава и свойств применяемых нефтепродуктов, в том числе водонефтяных эмульсий и мазута флотского Ф-5, весьма важным является контроль их качества и возможность оптимизации соотношении компонентов. Кроме традиционных параметров - плотности и вязкости - для оценки эффективности фракционного состава используемых собирателей был предложен новый критерий - показатель конденсированности (ПК) рассчитываемый как произведение плотности и динамической вязкости собирателя. Обоснованием применимости показателя является возможность определения граничных условий конденсации высокомолекулярных фракций (асфальтенов) в отдельные фазы и формирование коллоидной структуры собирателя, характеризующейся пониженной адсорбционной способностью и подвижностью.

Значения показателя конденсированности могут быть получены двумя путями. Первым вариантом является отдельное измерение плотности и динамической вязкости. Показатель конденсированности рассчитывается как их произведение. Во втором случае, примененным нами, показатель конденсированности измеряется при помощи вибрационного вискозиметра SV-10.

Экспериментальное обоснование эффективности применения предложенного критерия – показателя конденсированности выполнено на примере компаундного собирателя-смеси водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5.

Исходными данными для выбора оптимальных параметров компаундного собирателя являлись результаты регрессионного анализа связей флотиремости алмазов (извлечения) и физико-химических характеристик компонентов собирателя (плотность и вязкость). Регрессионный анализ проводился в ограниченном интервале варьирования расхода собирателя (875 – 1050 г/т).

Анализ зависимости извлечения алмазов от плотности ( $\rho$ ) собирателя показал, что максимум извлечения достигается при значении  $\rho = 0,916$  г/см<sup>3</sup>. Интервал плотности собирателя, в котором достигается максимальный положительный эффект (более 96% извлечения), составляет от 0,913 до 0,92 г/см<sup>3</sup>.

Анализ зависимости извлечения алмазов от динамической вязкости ( $\mu$ ) собирателя показывает, что максимум извлечения достигается при значении  $\mu = 13,5$  мПа·с. Интервал вязкости собирателя, в которой достигается максимальный положительный эффект (более 96% извлечения) составляет от 10,5 до 18,5 мПа·с.

Анализ зависимости извлечения алмазов от показателя конденсированности (ПК) собирателя на основе водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 показывает, что максимум извлечения алмазов достигается при значении ПК = 12,5 мПа·с г/см<sup>3</sup> (рисунок 9).

Значение показателя детерминированности зависимости извлечения алмазов от показателя конденсированности ( $R^2 = 0,79$ ) существенно выше, чем при использовании в качестве критериев отдельно плотности и динамической вязкости собирателя ( $R^2 = 0,66 - 0,71$  соответственно).

Полученные результаты позволяют рекомендовать показатель конденсированности (ПК) для оценки и оптимизации компонентного состава применяемого компаундного собирателя в условиях колебаний состава и свойств водонефтяных эмульсий и мазута флотского.

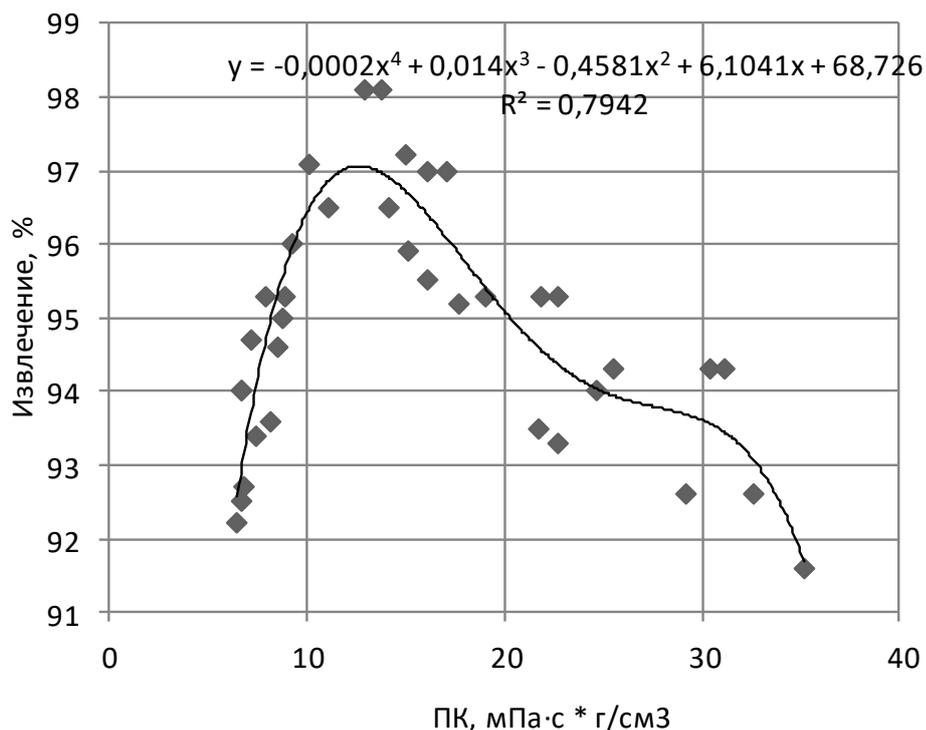


Рисунок 9. - Зависимость извлечения алмазов от показателя конденсированности (ПК) компаундного собирателя на основе смеси модифицированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5

Поддержание оптимального фракционного состава компаундного собирателя с использованием показателя конденсированности может осуществляться путем корректирования соотношения высокомолекулярного и низкомолекулярного нефтепродуктов в компаундном собирателе, или добавками низкомолекулярных фракций – например дизельного топлива.

#### 4. Разработка технологии приготовления компаундного собирателя и режимов пенной сепарации алмазосодержащих продуктов с его использованием

При разработке технологии производства водонефтяной эмульсии ставилась задача получения нефтепродукта с минимальной массовой долей воды и неорганической минеральной массы. Разработанная схема переработки нефтешламов включает операции: сбора и транспортировки нефтешламов; накопления и подогрева нефтешламов; отстаивания и отделения водонефтяной эмульсии от тяжелой обводненной фракции со шламами ; виброструйной магнитной активации водонефтяной эмульсии аппаратом ВЭМА-0,3; подогрева и смешивания модифицированной эмульсии с мазутом флотским Ф-5 в заданных соотношениях - дополнительного отстаивания обводненной фракции и слива

рассолов; отгрузки готовой эмульсии на обогатительную фабрику; накопления рассолов и их дополнительной очистки; закачки очищенных рассолов в технологические скважины.

Полупромышленные и промышленные испытания разработанных компаундных собирателей для обогащения руды трубки «Удачная» были проведены на переделе пенной сепарации обогатительной фабрики №12 Удачинского ГОКа. В период испытаний перерабатывалась смесь руды трубки «Зарница» и руды трубки «Удачная» с рудного склада.

Проведенными полупромышленными испытаниями было показано, что эффективность компаундного собирателя на основе модифицированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 для флотационного обогащения алмазосодержащего сырья наблюдается в широком диапазоне соотношений компонентов, при этом оптимальным соотношением водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 к мазуту флотскому Ф-5, обеспечивающим максимальное извлечение алмазов в концентрат пенной сепарации, является 3:7 (30% ВНЭ-10).

В соответствии с разработанными техническими условиями на компаундный собиратель КС-4 по измеренным значениям показателя конденсированности проводилась корректировка состава собирателя. Если показатель конденсированности компаундного собирателя превышал нормативное значение, то массовая доля водонефтяной эмульсии ВНЭ-10, как более конденсированного компонента в смеси уменьшалась. Если измеренное значение показателя конденсированности компаундного собирателя были ниже необходимого, то увеличивали долю водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 в собирателе. Благодаря коррекции соотношений реагентов удалось поддерживать значени показателя конденсированности в интервале 10,4 – 14,1, что удовлетворяло требованиям технических условий ( $10,5 < \text{ПК} < 18,5$ ). Выбранное соотношение компонентов обеспечило повышение извлечения алмазов в концентрат на 1,5%, при снижении расхода реагента-собирателя в 1,5-2 раза и пенообразователя ОПСБ на 7-34%.

Полученные результаты полупромышленных испытаний послужили основанием для проведения промышленных испытаний с использованием выбранного состава собирателя и реагентного режима.

Промышленные испытания проводились при использовании в качестве собирателя смеси водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 в соотношении 3:7, корректируемом в зависимости от измеренных значений ПК компаундного собирателя.

В период промышленных испытаний проводилось чередование смен с использованием разработанного компаундного собирателя и смен с использованием одного мазута флотского Ф-5.

Результаты промышленных испытаний, приведенные в таблице 3, подтвердили данные полупромышленных испытаний и показали, что извлечение алмазов в концентрат по классу крупности -2+0,5 мм повысилось на 1,5% и составило 98,66%. При этом расход компаундного собирателя по сравнению с расходом мазута флотского Ф-5 сократился на 24,4% (с 700 до 529 г/т). Расход пенообразователя ОПСБ составил 17,3 г/т, что на 20% меньше его расхода в условиях базового режима с использованием мазута флотского Ф-5.

Таблица 3. – Результаты промышленных испытаний режима пенной сепарации с применением собирателя КС- 4 на основе модифицированной 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 (базовый режим)	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

Аналогичные испытания, проведенные на переделе пенной сепарации обогатительной фабрики №12 с использованием реагента-собирателя на основе водонефтяной эмульсии рудника «Удачный» ВНЭ-У и мазута флотского Ф-5, показали возможность сокращения расхода собирателя на 7-10% при поддержании базового уровня извлечения алмазов.

Сравнение результатов промышленных испытаний позволило сделать выбор в пользу компаундного собирателя на основе модифицированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 для последующей промышленной апробации в схеме пенной сепарации алмазосодержащего сырья.

Ожидаемый годовой экономический эффект от применения компаундного собирателя на основе модифицированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 на переделе пенной сепарации работы обогатительной фабрики №12, составил 16,4 млн. руб, в том числе 12,4 млн. руб за счет дополнительно извлеченных в товарную продукцию алмазов по классу -2+0,5мм и 4 млн. руб за счет сокращения расхода реагентов.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В диссертационной работе дано новое решение актуальной научной задачи - разработки эффективных реагентов-собирателей 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. при температуре 30-45°С 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 отстаившейся 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 Ф-5, включающие совокупность требований к их характеристикам (плотности, вязкости), описание порядка приготовления, 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.

### **Основные положения диссертационной работы опубликованы в следующих трудах:**

#### **Научные статьи в изданиях, рекомендованных ВАК РФ:**

1. 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. 99–101.

2. 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.

3. 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.

4. Махрачев А.Ф., Двойченкова Г.П., Лезова С.П. Исследование и оптимизация состава компаундных собирателей для пенной сепарации алмазов // Горный информационно-аналитический бюллетень. -2018. -№10. –С. 178-185.

**Другие публикации:**

5. 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.

6. 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. 251-252.

7. 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.

8. Махрачев А.Ф., Двойченкова Г.П., Лезова С.П. Исследование и применение компаундных собирателей для пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов // Труды межд. конф. «Науч. основы и практика переработки руд и техногенного сырья. - Москва, 2018. – С.37-40.