

ФГБУН ИНСТИТУТ ПРОБЛЕМ КОМПЛЕКСНОГО ОСВОЕНИЯ НЕДР ИМ.
АКАДЕМИКА Н.В. МЕЛЬНИКОВА РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЕ ГЕОЛОГИЧЕСКОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
АК «АЛРОСА»

На правах рукописи



Подкаменный Юрий Александрович

**ПОВЫШЕНИЕ ИЗВЛЕЧЕНИЯ АЛМАЗОВ В УСЛОВИЯХ ЛИПКОСТНОЙ
СЕПАРАЦИИ НА ОСНОВЕ КОМБИНИРОВАННОГО
ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО И УЛЬТРАЗВУКОВОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ**

Специальность 25.00.13 – «Обогащение полезных ископаемых»

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
доцент, доктор технических наук
Двойченкова Галина Петровна

Москва - 2019

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	5
ГЛАВА 1. СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ ТЕХНОЛОГИИ И МЕТОДЫ ИНТЕНСИФИКАЦИИ ПРОЦЕССА ЛИПКОСТНОЙ СЕПАРАЦИИ АЛМАЗОСОДЕРЖАЩЕГО СЫРЬЯ	11
1.1. Особенности минерального состава кимберлитовых руд Западной Якутии.....	11
1.2. Гидрогеологическая характеристика кимберлитовых трубок «Нюрбинская» и «Ботуобинская».....	13
1.3. Особенности современных схем переработки алмазосодержащих кимберлитов ...	17
1.4. Особенности технологии обогащения кимберлитовых руд трубок «Ботуобинская», «Нюрбинская»	21
1.5. Анализ причин потерь алмазов и современные методы повышения эффективности процесса липкостной сепарации алмазосодержащих продуктов.	25
1.6. Теория и практика применения ультразвуковых воздействий в процессах обогащения рудного и нерудного сырья	29
Выводы к главе 1.....	37
ГЛАВА 2. МЕТОДИЧЕСКОЕ И ПРИБОРНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИЗУЧЕНИЯ ПРЕДМЕТОВ И ОБЪЕКТОВ ИССЛЕДОВАНИЙ	39
2.1. Общая характеристика объектов и предметов исследований	39
2.2. Методы и приборы для исследований водно-дисперсных систем	41
2.3. Методы и приборы для исследований минеральных объектов	44
2.3.1. Количественный минералогический анализ исследуемых алмазов	44
2.3.2. Рентгеноспектральные методы изучения состава и структуры исследуемых минеральных объектов	45
2.3.3. Оптико-спектроскопические методы исследований	48
2.4. Методы измерения гидрофобности поверхности и флотуемости алмазов.....	51
2.5. Методы технологических исследований	53
Выводы к главе 2.....	53
ГЛАВА 3. ИССЛЕДОВАНИЕ МИНЕРАЛЬНЫХ ОБРАЗОВАНИЙ НА ПОВЕРХНОСТИ АЛМАЗОВ ИЗ ПРОДУКТОВ ОБОГАЩЕНИЯ КИМБЕРЛИТОВЫХ РУД ТРУБОК «НЮРБИНСКАЯ» И «БОТУОБИНСКАЯ».....	56

3.1. Изучение взаимосвязи минерального состава исследуемых кимберлитовых руд и продуктов их обогащения	56
3.2. Исследование состава, строения и свойств минеральных образований на поверхности алмазов из продуктов липкостной сепарации	63
Выводы к главе 3.....	76
ГЛАВА 4. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОБОСНОВАНИЕ ПРИМЕНЕНИЯ КОМБИНИРОВАННОЙ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЙ И УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ТЕХНОЛОГИИ ДЛЯ ВОССТАНОВЛЕНИЯ ГИДРОФОБНОСТИ АЛМАЗОВ	78
4.1. Теоретическое обоснование и выбор параметров ультразвуковых воздействий.....	78
4.2. Выбор рабочих режимов и оборудования для электрохимического и ультразвукового модифицирования свойств поверхности алмазов в процессе липкостной сепарации алмазосодержащего материала.....	90
4.3. Экспериментальные исследования изменения состава поверхности алмазных кристаллов при электрохимической и ультразвуковой обработке.....	97
4.4. Лабораторные исследования процесса гидрофобизации поверхности алмазных кристаллов в условиях электрохимических и ультразвуковых воздействий с использованием метода измерения краевого угла смачивания	104
4.5. Лабораторные исследования процесса гидрофобизации поверхности алмазных кристаллов в условиях электрохимических и ультразвуковых воздействий с использованием метода беспенной флотации	111
Выводы к главе 4.....	114
ГЛАВА 5. РАЗРАБОТКА И АПРОБАЦИЯ ТЕХНОЛОГИИ ПОВЫШЕНИЯ ЭФФЕКТИВНОСТИ ЛИПКОСТНОЙ СЕПАРАЦИИ С ПРИМЕНЕНИЕМ КОМБИНИРОВАННЫХ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИХ И УЛЬТРАЗВУКОВЫХ ВОЗДЕЙСТВИЙ	117
5.1. Минералогическая характеристика алмазов, используемых в экспериментальных исследованиях	117
5.2. Выбор параметров электрохимической обработки оборотной воды в экспериментальных исследованиях	121
5.3. Разработка комбинированной технологии ультразвуковой и электрохимической обработки воды и рудной пульпы для модифицирования свойств алмазов в цикле липкостной сепарации.....	126

5.4. Стендовые испытания комбинированной электрохимической и ультразвуковой обработки оборотной воды и рудной пульпы в цикле липкостной сепарации алмазосодержащего материала.....	130
Выводы к главе 5.....	132
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	134
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	136
ПРИЛОЖЕНИЯ	147

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность работы. В условиях снижения общемировых разведанных запасов алмазов и стабильного, долгосрочного роста цен на алмазную продукцию перед предприятиями алмазодобывающей отрасли встает проблема повышения полноты использования сырья и уровня добычи алмазных кристаллов.

В настоящее время на мировом рынке значительно возросли цена и спрос на природные алмазы крупностью менее 5 мм, все более востребованных высокотехнологичными отраслями промышленности при производстве специального оборудования, для которого необходимы и важны высокие механические свойства природных алмазов и достаточно низкая цена стоимости кристаллов класса -5мм. Одним из перспективных путей решения поставленной задачи на предприятиях АК «АЛРОСА» является интенсификация извлечения природных алмазов методом липкостной сепарации, с использованием которой на обогатительных фабриках АК «АЛРОСА» извлекаются алмазы класса -5 мм, а в отдельных схемах –6 мм и -8 мм.

В данном классе крупности концентрируется до 30-35 % общего количества алмазов в руде, что составляет около 25% от стоимости товарной продукции. Потери алмазов в этом классе крупности достигают 20% или 20 млн. долл. в год. С учетом данного факта, а также ростом спроса и цены на алмазы данного класса, проблема повышения их извлечения в технологических схемах обогатительных фабрик является актуальной.

Развитие основных процессов обогащения кимберлитовых руд, как правило, направлено на более полное извлечение алмазов из рудного материала. При этом для обеспечения высокого извлечения средних и мелких кристаллов указанной крупности, составляющих значительную часть полезного компонента в руде, в технологии обогащения и доводки алмазосодержащих продуктов применяется липкостная сепарация, использующая контрастность физико-химических свойств поверхности разделяемых минералов, и, в частности, природную гидрофобность поверхности алмазов. В последние годы наблюдается тенденция вовлечения в промышленную переработку месторождений, кимберлиты которых подверглись активному вторичному изменению, что привело к формированию на поверхности алмазных кристаллов

комплекса физических и химических гидрофильных минеральных образований и, как следствие, резкому снижению их извлечения в концентрат липкостной сепарации.

Именно к таким месторождениям относятся кимберлитовые трубки «Нюрбинская» и «Ботуобинская», рудный материал которых по данным НИГП АК «АЛРОСА» является наиболее измененным, а процесс липкостной сепарации в технологии их переработки на обогатительной фабрике №16 является заключительным, что делает потери алмазов рассматриваемого класса в данных условиях безвозвратными.

Перспективным путем решения задачи повышения извлечения алмазов из кимберлитов с использованием процесса липкостной сепарации является применение сочетания физических и физико-химических методов воздействия на твердую и жидкую фазу пульпы, обеспечивающих удаление гидрофилизующих поверхностных пленок с поверхности алмазов и снижение интенсивности их повторного образования.

Для решения поставленной задачи необходимо установить состав минеральных образований и механизм воздействия внешних энергетических факторов на гетерогенную систему алмаз – минеральная пленка - водная среда, среди которых необходимо учитывать, как механические процессы, происходящие при волновых воздействиях, так и химические процессы растворения– кристаллизации, основным способом регулирования которых является электрохимическая обработка пульпы и оборотной воды.

Целью работы является научное обоснование и выбор технологического режима кондиционирования пульпы и воды в цикле липкостной сепарации алмазосодержащих кимберлитов с применением ультразвуковой и электрохимической обработки, обеспечивающих удаление физически и химически закрепившихся гидрофилизующих образований с поверхности алмазов, восстановление гидрофобности алмазных кристаллов и повышение их извлечения в концентрат.

Идея работы. Комбинирование способов ультразвуковой обработки пульпы и электрохимического кондиционирования оборотной воды для эффективного удаления и предотвращения повторного образования на поверхности алмазов гидрофилизующих минеральных пленок.

Задачи исследований:

- изучение минерального состава и структуры гидрофилизирующих образований на поверхности алмазов трубок «Нюрбинская» и «Ботубинская»;

- исследование механизма, установление закономерностей процесса и обоснование параметров ультразвукового воздействия, обеспечивающего удаление минеральных образований с поверхности алмаза;

- выбор параметров процесса электрохимической обработки оборотной воды, обеспечивающего удаление и предотвращение повторного образования минеральных пленок на поверхности алмаза;

- разработка технологического режима процесса липкостной сепарации, предусматривающего совместную электрохимическую и ультразвуковую обработку воды и пульпы, обеспечивающих восстановление гидрофобности и повышение извлечения поверхностно измененных алмазов.

Методы исследований. ИК-спектрофотометрия и рентгенометрические методы анализа состава поверхности алмазов, электронно-микроскопические исследования состава и рельефа кристаллов алмазов, химический анализ жидкой фазы и продуктов обогащения, лабораторные и укрупненные технологические испытания процессов ультразвуковой обработки и электрохимического кондиционирования пульпы, и воды, математическое планирование и обработка результатов экспериментов.

Объектами исследований в настоящей работе являются процессы:

- деструкции и удаления гидрофилизирующих минеральных образований с поверхности алмазных кристаллов в условиях применения ультразвуковых и электрохимических воздействий.

- извлечения алмазов методом липкостной сепарации.

Предметами исследований в настоящей работе приняты:

- кимберлитовые руды трубок «Ботубинская» и «Нюрбинская» и продукты их переработки;

- гидрофилизирующие поверхностные образования на алмазах трубок «Ботубинская» и «Нюрбинская»;

- параметры комбинированных ультразвуковых и электрохимических воздействий на водные системы и рудную пульпу процесса липкостной сепарации.

Научные положения:

1. Состав гидрофилизирующих поверхностных образований на алмазах трубок «Нюрбинская» и «Ботубинская», которые преимущественно представлены адгезионно закрепившимися шламовыми примазками силикатно-карбонатного состава, содержащими значительный объем пор, заполненных водной фазой, и характеризующихся существенно меньшими (3-5 раз) в сравнении с алмазным кристаллом значениями акустического сопротивления среды.

2. Механизм и условия неразрушающего восстановления гидрофобности алмазов при ультразвуковых воздействиях, заключающиеся в избирательном кавитационном диспергировании шламовых покрытий, достигаемом путем поддержания вблизи поверхности кристаллов и внутри шламовых образований кавитационного ультразвукового поля мощностью 3-7,5 Вт/см², ослабляемого внутри алмазов до значений менее 1,5 Вт/см², при которых не возникают кавитационные явления и не происходит разрушения кристаллов.

3. Обоснование эффективности комбинированного применения ультразвуковой обработки пульпы и бездиафрагменной электрохимической обработки оборотной воды для снижения потерь поверхностно измененных алмазов в процессе липкостной сепарации, заключающееся в проявлении синергетического эффекта, обеспечивающего: удаление с поверхности кристаллов до 94% силикат-карбонатных шламовых и карбонатных пленочных гидрофилизирующих образований, предотвращение их повторного закрепления и, как следствие, восстановление природной гидрофобности алмазов (увеличение краевого угла смачивания до 85⁰) и повышение флотуемости до 90%.

4. Способ подготовки алмазосодержащих продуктов к липкостной сепарации, включающий ультразвуковую обработку исходного питания в течение 1-2 мин при частоте поля 22-44 кГц и его мощности 5 – 7,5 Вт/см² в среде оборотной воды, прошедшей бездиафрагменное электрохимическое кондиционирование при плотности тока 100 А/м² и расходе электроэнергии 0,75 – 1,5 кВт*ч/м³, обеспечивающих восстановление гидрофобности и повышение извлечения алмазов на 4,13%.

Новизна разработанных научных положений:

1. Установлены новые зависимости и закономерности влияния ультразвукового воздействия на гетерофазную систему алмаз – минеральные образования – водная фаза, определяющие совокупность параметров ультразвукового поля, обеспечивающих

наилучшие условия избирательного разрушения шламовых и пленочных гидрофилизирующих покрытий на поверхности алмазов с восстановлением их гидрофобности до значений, соответствующих природным кристаллам.

2. Установлен синергетический эффект повышения эффективности удаления с поверхности алмазов гидрофилизирующих покрытий при комбинированном применении процессов ультразвуковой обработки пульпы и электрохимического кондиционирования оборотной воды, обеспечивающих удаление с поверхности кристаллов шламовых поверхностных образований силикатно-карбонатного состава, карбонатных пленок, предотвращение повторной техногенной гидрофилизации и адгезионного закрепления шламов на алмазах в процессе липкостной сепарации.

Обоснованность и достоверность научных положений и выводов подтверждаются удовлетворительной сходимостью результатов измерений, воспроизводимостью зависимостей выходных параметров при варьировании условий экспериментов, достижением максимальной эффективности процесса липкостной сепарации в экспериментально обоснованных интервалах варьирования температуры пульпы, а также положительными результатами технологических испытаний.

Научное значение заключается в установлении закономерностей процессов восстановления гидрофобности поверхностно измененных алмазов и их извлечения в процессе липкостной сепарации при использовании ультразвуковой обработки пульпы, совмещенной с электрохимическим кондиционированием оборотной воды.

Практическое значение работы заключается в разработке эффективного технологического режима подготовки алмазосодержащих продуктов к процессу липкостной сепарации, обеспечивающего повышение извлечения алмазов на 4.13%.

Реализация результатов работы. Разработанный технологический режим липкостной сепарации алмазосодержащего материала с применением комбинированных ультразвуковых и электрохимических воздействий прошел экспериментальные испытания на стендовой установке и рекомендован к дальнейшей промышленной апробации в условиях обогатительных фабрик АК «АЛРОСА».

Личный вклад автора состоит в обобщении и анализе научных информационных источников по теме диссертации; проведении лабораторных исследований влияния параметров ультразвуковой обработки пульпы и электрохимического кондиционирования оборотной воды на состав поверхности и

гидрофобность алмазов, разработке методик, выполнении экспериментальных исследований и апробации технологических режимов подготовки алмазосодержащего материала к липкостной сепарации, обработке и анализе результатов исследований, формулировании выводов и заключения работы.

Апробация работы. Основные положения диссертационной работы докладывались и обсуждались на Международных совещаниях «Плаксинские чтения» (2016 - 2018); Международных конгрессах обогатителей стран СНГ (2017 - 2019); научных симпозиумах «Неделя горняка» (2017 - 2018); Международных конференциях «Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья» (2016-2019); Научно-техническом совете АК «АЛРОСА» (2019); научных семинарах ИПКОН РАН (2014 - 2019), Международном конгрессе по обогащению полезных ископаемых (2018).

Публикации. Основные положения диссертации опубликованы в 13 работах, из них 5 статей – в журналах из перечня ВАК Минобрнауки РФ.

Объем работы. Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, списка использованной литературы из 120 наименований, содержит 54 рисунка и 22 таблицы.

ГЛАВА 1. СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ ТЕХНОЛОГИИ И МЕТОДЫ ИНТЕНСИФИКАЦИИ ПРОЦЕССА ЛИПКОСТНОЙ СЕПАРАЦИИ АЛМАЗОСОДЕРЖАЩЕГО СЫРЬЯ

Алмазные месторождения Западной Якутии представлены кимберлитовыми трубками с высоким (около 45 % от общего количества) содержанием алмазов класса крупности -5 мм. Стоимость данных кристаллов составляет около 15% от стоимости товарной продукции [20, 94]. Кристаллы данного класса крупности извлекаются, как правило, в процессе липкостной сепарации, эффективность которой обусловлена гидрофобно-гидрофильным состоянием поверхности извлекаемых алмазов. Снижение гидрофобности алмазных кристаллов при образовании на поверхности гидрофильных минеральных пленок как в условиях залегания кимберлитовых руд, так при воздействии компонентов минерализованной оборотной воды в технологических процессах, приводит к увеличению потерь алмазов до 20% [20, 29, 95]. Анализ причин формирования гидрофильных образований на поверхности природных алмазных кристаллов, подробное изучение их состава и строения создаст основу для выбора способов восстановления гидрофобности алмазов в процессах их извлечения методом липкостной сепарации.

1.1. Особенности минерального состава кимберлитовых руд Западной Якутии

Основная масса алмазов кимберлитовых трубок Западной Якутии характеризуется повышенным содержанием серпентина, кальцита, кварца и слюды, а также присутствием глинистых минералов и талька (рисунок 1.1).

В работах [20, 31, 35, 42, 59] представлены основные результаты исследований минерального состава образцов кимберлитовых трубок Западной Якутии, включая проведенный анализ влияния гипергенных изменений. Специалистами НИГП АК «АЛРОСА» и ИПКОН РАН [12, 24, 29, 34, 63] были выполнены исследования, в результате которых была произведена систематизация и классификация рассматриваемых месторождений по встречаемости и распределению вторичных минералов в кимберлитах

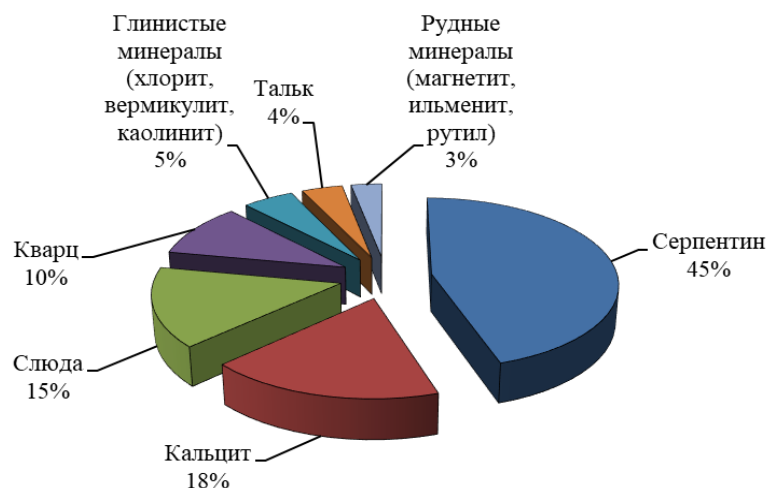


Рисунок 1.1. – Средний минеральный состав кимберлитов Западной Якутии [1]

Кимберлиты месторождений Западной Якутии в основной массе содержат такие вторичные минералы, как серпентин, кальцит, слюда, хлорит, тальк.

При довольно постоянном содержании основных минералов кимберлитовые породы месторождений Западной Якутии характеризуются различными соотношениями смектитов и смешаннослойных образований (ССО), соотношения которых наряду с тальком и хлоритом определяют в первую очередь степень изменения кимберлитовых руд. Исследованиями, выполненными в НИГП АК «АЛРОСА» при участии автора установлено, что содержание и частота встречаемости вторично измененных минералов кимберлитовых руд определяют степень их измененности и, соответственно, трудность обогащения в действующих технологических схемах.

На основе анализа литературных источников и специальных отчетов, а также с учетом результатов обширных исследований, выполненных специалистами НИГП АК «АЛРОСА» и ИПКОН РАН, рассматриваемые месторождения характеризуются как серпентинизированные, хлоритизированные и карбонатизированные [31, 32, 81]. Согласно приведенной классификации кимберлитовые трубки различаются по степени измененности кимберлитов и, соответственно, по трудности обогащения (рисунок 1.2).

При этом к наиболее измененным кимберлитовым месторождениям, эксплуатируемым в настоящее время, относятся трубки «Нюрбинская» и «Ботубинская», которые отличаются развитием серпентинизации, хлоритизации и карбонатизации кимберлитов в присутствии кальцита и доломита.

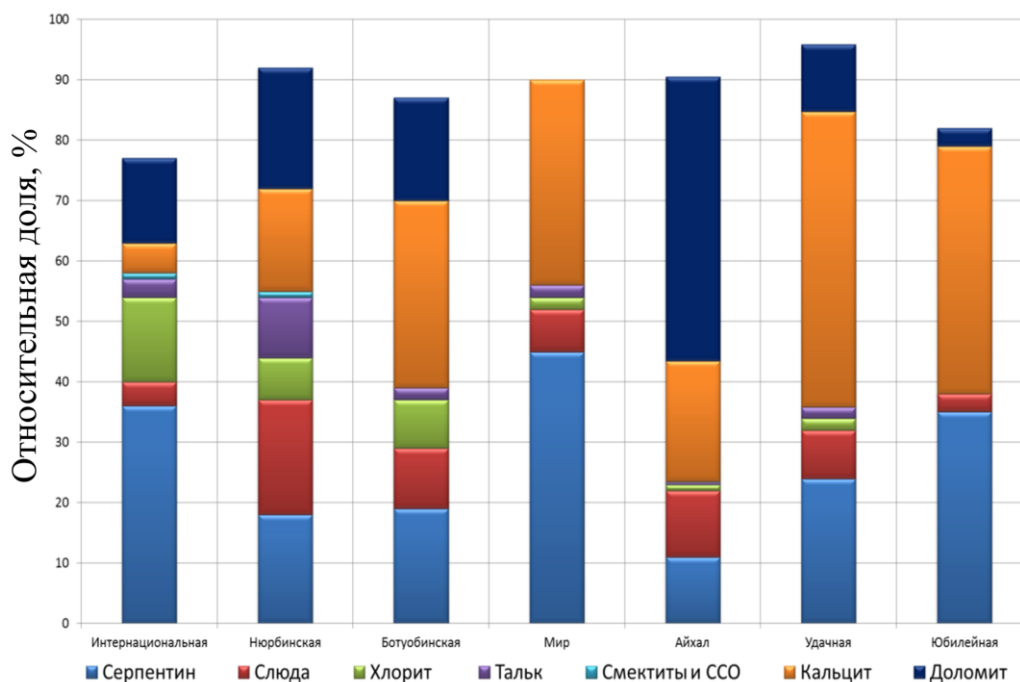


Рисунок 1.2 – Характеристика состава слагающих пород кимберлитовых трубок

Кимберлитовые руды данных трубок приняты в качестве предметов исследований в последующих экспериментальных работах.

1.2. Гидрогеологическая характеристика кимберлитовых трубок «Нюрбинская» и «Ботубинская»

Месторождения алмазов - трубки «Ботубинская» и «Нюрбинская» - открыты геологами Ботубинской геологоразведочной экспедиции АК «АЛРОСА» в 1994-1996 годах. Расположены они в Якутской алмазонасной провинции в Нюрбинском улусе Республики Саха (Якутия), на левобережье среднего течения р. Марха.

Гидрогеологические условия залегания кимберлитовых трубок оказывают основное влияние на процессы образования вторичных минералов, степень измененности которых обуславливает состояние и эффективность процессов извлечения алмазов из руд [33, 102]. Этим определяется актуальность теоретического исследования влияния минерального состава кимберлитовых трубок как основного фактора формирования технологических свойств алмазов.

Кимберлитовые трубки в разрезе обычно имеют форму перевернутого конуса размером до 600 м в диаметре. Основные порообразующие минералы кимберлитов

представлены оливином и флогопитом в присутствии пикроильменита, пирропа и хромшпинелидов. Алмаз, хромдиопсид, циркон присутствуют в виде отдельных зёрен [8, 59, 81, 92].

Карбонаты в виде кальцита определяются в трещинах кимберлита, часто в ассоциации с пиритом, а в некоторых трубках - с битумом. Флогопит присутствует в виде различных форм хлоритизации. Гидроксиды железа встречаются в виде красного и бурого цвета. Разрушенные породы и глинистые минералы, образующие при измельчении кимберлитов шламовые продукты, встречаются в различных количествах и соотношениях, обуславливающих вторичные изменения (серпентинизацию, хлоритизацию, карбонатизацию). [32, 64, 88, 103].

Кимберлитовые породы, слагающие трубки «Ботуобинская» и «Нюрбинская», имеют близкий вещественный состав, характеризующийся повышенной трещиноватостью, высоким качеством алмазов и невысоким содержанием минералов тяжелой фракции с удельным весом более 2,9 г/см³.

Трубка «Нюрбинская» расположена в Средне-Мархинском районе в пределах Накынского кимберлитового поля.

Кимберлиты трубки «Нюрбинская» в значительной степени подвержены карбонатизации, хлоритизации и сапонитизации [32, 59,81]. Для пород трубки «Нюрбинская» весьма характерно невысокое содержание минералов тяжелой фракции - до 2,14 кг/т и минералов-спутников алмаза: пирропа - 0,13 кг/т, хромшпинелидов - 0,04 кг/т [183]. Среднее содержание магнетита и сульфидов колеблется на уровне 0,43 кг/т и 0,21 кг/т, соответственно.

Гидрогеологические условия трубки «Нюрбинская» не являются сложными. Нижняя граница распространения многолетнемерзлых пород прослеживается до глубины 400 - 420 м (рисунок 1.3). В окружающих породах проявляются надмерзлотные, межмерзлотные и подмерзлотные подземные воды преимущественно хлоридно-кальциевого состава с минерализацией до 224 г/л [12, 26, 59].

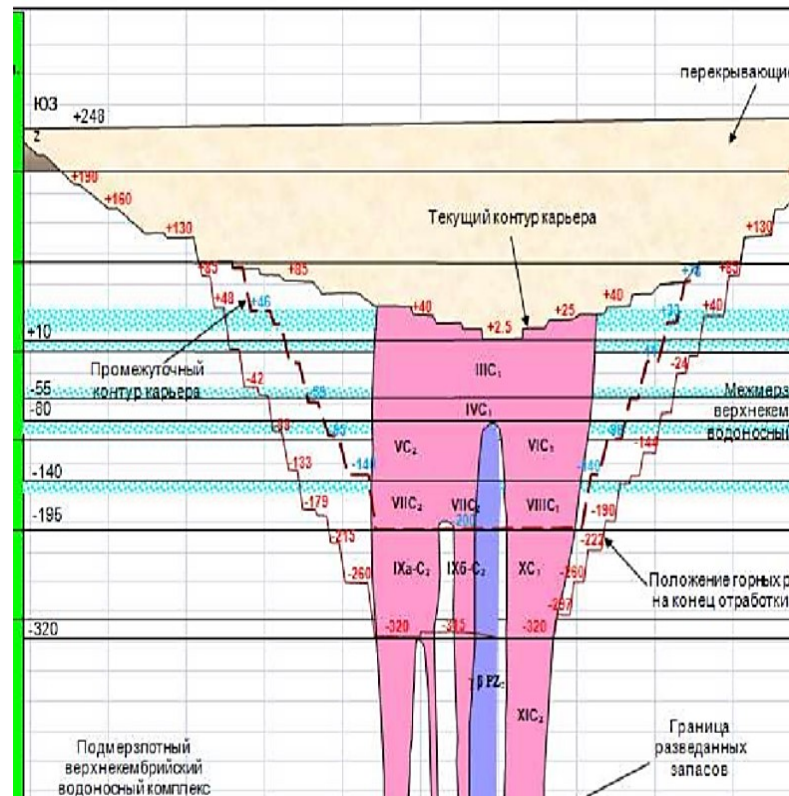


Рисунок 1.3 – Строение водоносного комплекса трубки «Нюрбинская» [141]

Трубка «Ботубинская» (рисунок 1.4) находится в Далдыно-Алакитском алмазоносном районе и сложена кимберлитовыми брекчиями двух этапов внедрения [97]. Она характеризуется более сложным строением и разнообразием минерального состава. Для кимберлитовых брекчий характерно присутствие частых псевдоморфоз по оливину. Встречаются относительно редкие зерна пироба и пикроильменита, сцементированных карбонат - серпентиновыми минералами.

Гидрогеологические условия залегания трубки «Ботубинская» (рисунок 1.4) характеризуются наличием всех типов мерзлотных вод, которые приурочены к сезонно-талому слою пород и к развитым под озерами таликовым зонам на глубине 454 – 504 м [10, 141].

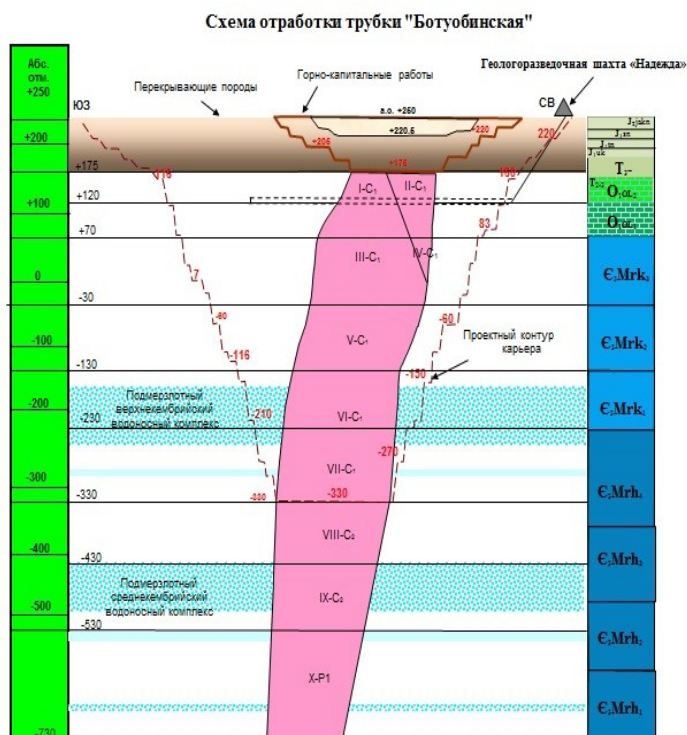


Рисунок 1.4 – Строение водоносного комплекса трубки «Ботубинская» [141]

Подмерзлотные подземные воды приурочены к карбонатным отложениям и являются важным источником, который обуславливает обводнение глубоких горизонтов трубки «Ботубинская». Воды относятся преимущественно к хлоридным натриевым и хлоридным магниевым-кальциевым рассолам. Они характеризуются значительным содержанием азотно-углекислых газов (до $1 \text{ м}^3/\text{м}^3$), нейтральными значениями pH (от 6,5 до 7,1) и повышающейся с глубиной залегания минерализацией (от 140 до 350 г/л) [141].

Обобщая результаты исследований гидрогеологических условий залегания рассматриваемых кимберлитовых трубок можно сделать выводы, что они характеризуются минералогическими особенностями, которые изменяются с глубиной под влиянием вмещающей среды, состоящей из различных осадочных и изверженных пород. Контакт вмещающих пород и сильноминерализованных подземных вод приводит к вторичным преобразованиям основных минералов кимберлитов с образованием основных вторичных минералов, в основном серпентина и кальцита, с вариацией их содержания от резкого преобладания серпентина до преобладания карбонатизированных минералов в основной массе кимберлита [65, 68, 183].

Гипогенные изменения вещественного состава кимберлитов сопровождаются образованием тонкодисперсных глинистых минералов, что усложняет их обогащение. В условиях действующей технологии применение стандартных процессов извлечения алмазов сопровождается значительными потерями [21, 44, 114].

Выявленные минералогические характеристики кимберлитовых руд рассмотренных месторождений обосновывают необходимость совершенствования технологических режимов обогатительных операций, в т.ч. применяемых в схемах переработки на финальных этапах на обогатительных алмазоизвлекающих фабриках, таких пенная и липкостная сепарация.

1.3. Особенности современных схем переработки алмазосодержащих кимберлитов

Применяемые технологии переработки алмазосодержащего сырья определяются свойствами извлекаемого компонента, минеральным составом кимберлитов и внешних вмещающих пород. Процессы переработки алмазосодержащих руд и оборудования для их реализации используют различия в плотности алмазов и минералов основной массы вмещающих пород, их гидрофобности, а также в их природных люминесцентных свойствах [29, 33, 47, 94, 103].

В действующих схемах обогащения алмазосодержащих руд применяются, стадийные схемы, включающие первичную подготовку кимберлитов, классификацию которых осуществляется различными процессами (рисунок 1.5).

Современные схемы алмазоизвлекающих фабрик в последние годы стали во многом близкими, аналогичным образом унифицируется компоновка оборудования. Схемы и оборудования учитывают особенности сырья и постоянно совершенствуются. Эта тенденция прослеживается также и на различных этапах модернизации технологических схем обогатительных фабрик, перерабатывающих алмазосодержащие кимберлиты рассмотренных выше основных месторождений. На этих фабриках в настоящее время применяются комбинированные схемы обогащения, предусматривающие физические методы (рентгенолюминесцентная, тяжелосредняя сепарации) и физико-химические методы (пенная и липкостная сепарации) обогащения [1, 20, 29].

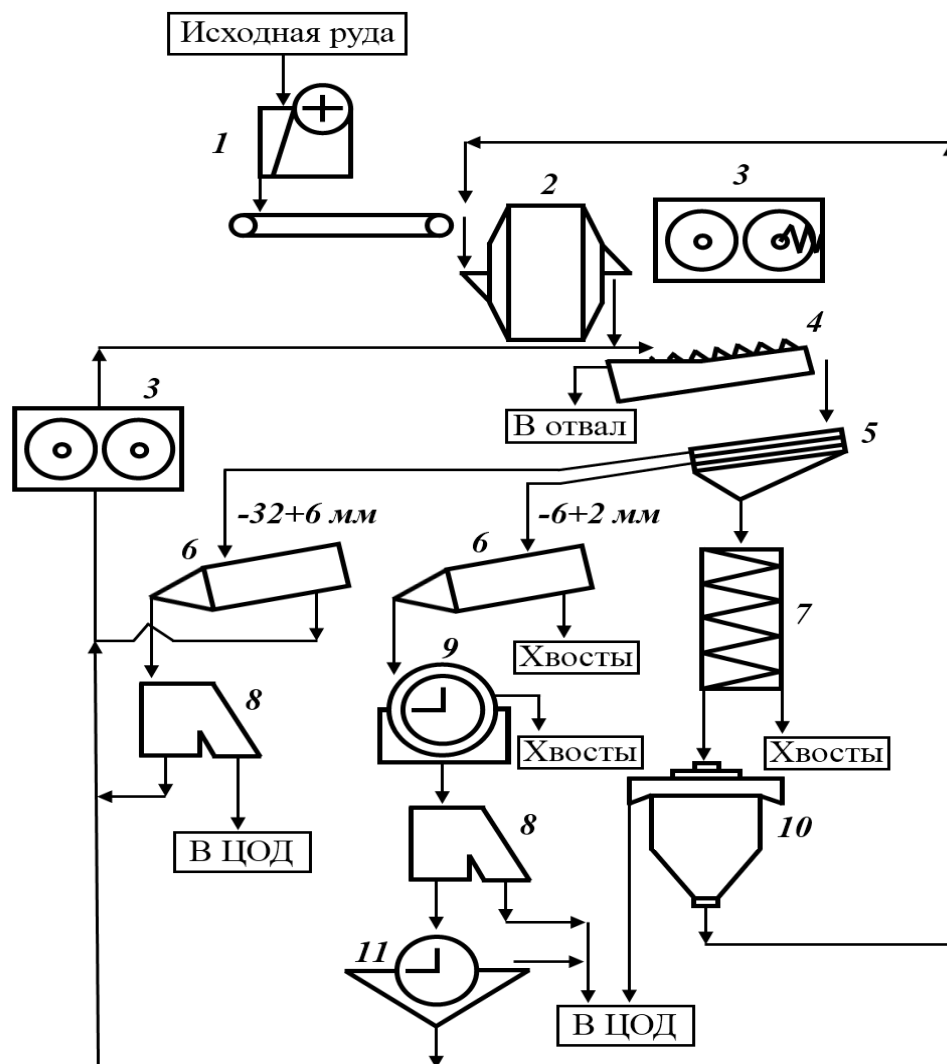


Рисунок 1.5 – Обобщенная схема переработки алмазосодержащих кимберлитов [210], где 1 - щековая дробилка; 2 - мельница самоизмельчения; 3 - роллер-пресс; 4 - спиральный классификатор; 5 – вибрационный грохот; 6 - тяжелосредний сепаратор (гидроциклон); 7 - винтовой сепаратор; 8 - рентгенолюминесцентный сепаратор; 9 - магнитный сепаратор; 10 - пенный сепаратор; 11 - липкостной сепаратор

Принятая компоновка процессов обогащения позволяют достаточно эффективно извлекать алмазы из всех классов крупности рудного материала по нижнему пределу $+0,5$ мм, а в отдельных случаях и мельче $0,5$ мм.

Базовым процессом обогащения алмазосодержащего сырья в схемах обогатительных фабрик является тяжелосредняя сепарация, позволяющая произвести первичную концентрацию алмазов всех гранулометрических классов крупности. Гравитационное обогащение также позволяет осуществить перечистку концентрата других процессов с целью повышения его кондиций. Тяжелосредней сепарации

присущи простота технологических схем и надежность их работы [1,59]. Положительной стороной тяжелосреднего обогащения является возможность обработки материала широкого диапазона крупности. Специальная подготовка материала перед обогащением и развитая схема сепарации позволяют вести процесс при экономичном расходе утяжелителя [20, 86].

Мелкие и средние классы алмазов эффективно извлекают в тяжелосредних гидроциклонах. Процесс сепарации проводят в суспензии с плотностью разделения от 2,7 до 2,8 г/см³. В центробежном поле гидроциклона плотность суспензии повышается до 3,2 г/см³, что позволяет с высокой точностью отделить алмазы от породы [69, 103]. Регенерация утяжелителя осуществляется на барабанных магнитных сепараторах [1].

Однако, тяжелосредняя сепарация является недостаточно эффективным процессом для извлечения алмазов класса -5 мм [21], что обусловлено накапливанием шламов и тяжелых минералов в мелких классах [1, 15].

Для обогащения класса -5+2 мм применяют процесс отсадки. Недостатком данного процесса является недостаточная селективность разделения из-за большого количества зёрен промежуточной крупности, присутствие которых уменьшает эффективность расслоения минералов по плотности. При достижении степени сокращения 15 - 20 раз существенно возрастают потери алмазов с хвостовыми продуктами [21, 55].

На ряде фабрик при обогащении материала крупностью -5 мм применяют винтовые сепараторы. Однако при высоком содержании шламов наблюдается низкая селективность разделения, что обусловило применение винтовой сепарации в качестве операции предварительной концентрации перед завершающими процессами липкостной и пенной сепараций.

В процессах обогащения крупных классов алмазосодержащих руд применяют комбинированные схемы с использованием рентгенолюминесцентной сепарации. Этот процесс используется как в основных, так и в доводочных операциях извлечения алмазов. При использовании рентгенолюминесцентной сепарации извлечение составляет 90 - 95% [20, 29, 44].

Для извлечения алмазов крупностью -5+2 мм из хвостовых продуктов основных операций обогащения применяется липкостная сепарация, которая использует

свойство алмазов прилипать к поверхности мази на границе раздела ее с водой [23, 51, 54, 73, 96, 97]. В операцию липкостной сепарации, как правило, направляют хвосты рентгенолюминесцентной сепарации (после обезвоживания и обесшламливания). Липкостная сепарация на отечественных фабриках осуществляется на аппаратах двух типов: барабанных СЛБ-5 и ленточных - СЛ-10, АЖ-2Б.

Алмазы крупностью менее 2 мм наиболее эффективно извлекаются пенной сепарацией [34, 80, 102]. Преимуществом пенной сепарации является возможность извлечения очень мелких зерен алмазов, что невозможно при использовании гравитационного обогащения. Минимальный размер алмазов, извлекаемых пенной сепарацией, составляет 0,5 мм [21, 29, 103].

При флотационном обогащении 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 пневматическую флотационную машину, в которой он распределяется по пенному слою. Материал крупностью -1+0,5 мм, как правило, направляется в объем камеры флотационной машины [59].

Извлечение алмазов в липкостной сепарации составляет 75 - 85%, а в пенной сепарации - от 75% до 99%.. В целом по данной технологии, в зависимости от типа сырья алмазы извлекаются на 95 - 98%

В соответствии с разработанными технологическими регламентами алмазодобывающих обогатительных фабрик Западной Якутии компоновка схемы завершается либо процессом липкостной сепарации, либо процессом пенной сепарации. Принятые к исследованию кимберлитовые руды трубок «Ботуобинская» и «Нюрбинская», эксплуатация которых началась сравнительно недавно, перерабатываются на обогатительной фабрике №16 Нюрбинского ГОКа, технологическая схема которой представлена в последующей главе.

1.4. Особенности технологии обогащения кимберлитовых руд трубок «Ботуобинская», «Нюрбинская»

Исходная руда доставляется на фабрику автосамосвалами и загружается в приемные бункера, оборудованные решетками с размером отверстий 1000x1200 мм (рисунок 1.6).

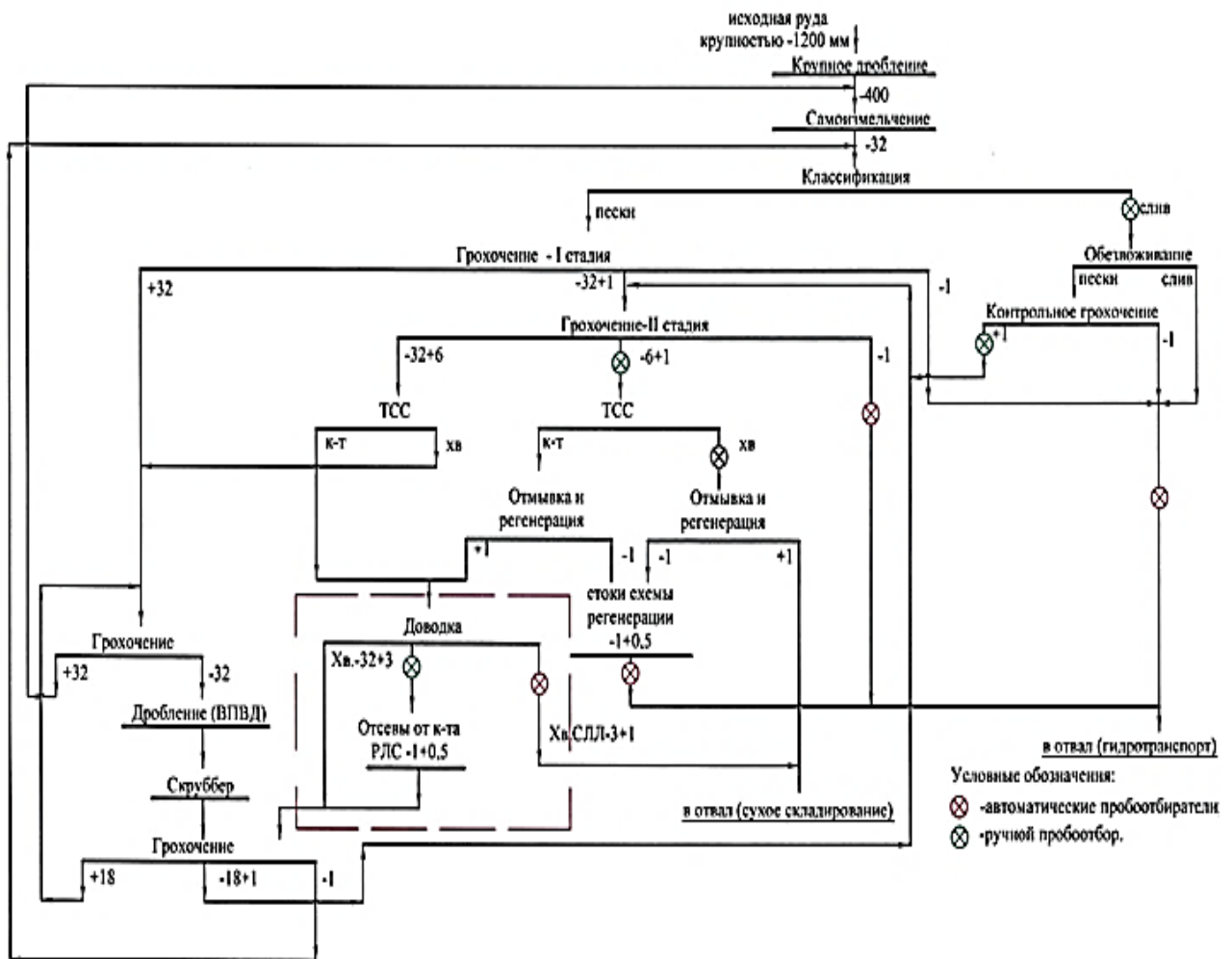


Рисунок 1.6 – Принципиальная технологическая схема обогащения кимберлитов на обогатительной фабрике №16 Нюрбинского ГОКа [59]

Далее руда направляется на дробление в щековые дробилки СМД- 117Б. Дробленый продукт подается в бункера мельниц самоизмельчения «Svedala» DхL=5000х2300 и далее в объём мельницы. Слив мельниц направляется на гидравлическую классификацию в спиральные классификаторы 1КСН-24х92.

Пески классификаторов самотеком поступают на I стадию грохочения и классифицируются по зерну 32мм и 1мм. Слив классификаторов направляется в гидроциклоны. Пески гидроциклонов самотеком поступают на контрольное грохочение и классифицируются по зерну 1 мм. Надрешетный продукт контрольного грохочения крупностью +1 мм совместно с продуктом I стадии грохочения крупностью -32+1 мм направляется на II стадию грохочения. Подрешетный продукт I стадии грохочения крупностью -1 мм и подрешетный продукт контрольного грохочения направляются на сгущение и выводятся в отвал.

На II стадии грохочения материал классифицируется на грохотах по классам крупности -32+6мм; -6+1мм и -1 мм. Продукты грохочения крупностью -32+6мм и -6+1 мм отдельно по классам крупности вертикальными конвейерами подаются в накопительные бункера и далее направляются на передел тяжелосредной сепарации.

Обогащение крупной фракции (+6 мм) осуществляется в гидроциклонах диаметром 610 мм, мелкой (-6+1 мм) - в гидроциклонах диаметром 420 мм. Полученный концентрат тяжелосредной сепарации крупностью -32+6 мм на участке доводки рассеивается на грохоте крупностью -25+6 мм на классы -32+12мм и -12+6 мм.

Концентрат тяжелосредной сепарации крупностью -6+1 мм также направляется на участок доводки. Рассев осуществляется на грохоте крупностью -6+1 мм по классам крупности -6+3мм и -3+1 мм.

Хвосты тяжелосредной сепарации крупностью -32+6 мм направляются на доизмельчение в валковый пресс высокого давления. Хвосты тяжелосредной сепарации С крупностью -6+1 мм после отмывки направляются на сухое складирование. Минусовой продукт грохочения транспортируется на участок сгущения. При обработке песков хвосты тяжелосредной сепарации крупностью -32+6мм поступают в мельницы самоизмельчения.

Надрешетный продукт I стадии грохочения крупностью +32 мм совместно с хвостами тяжелосредной сепарации крупностью -32+6 мм и хвостами участка доводки крупностью -32+3 (+1) мм подается на грохот, где надрешетный продукт поступает на доизмельчение в мельницу. Продукт -32 мм направляется на додробление в валковый пресс высокого давления. Разгрузка рассеивается на грохоте с получением продуктов трех классов крупности: +32 мм; -32+1 мм и -1 мм. Материал крупностью +32 мм возвращается на грохот питания валкового пресса высокого давления, материал

крупностью -1 мм направляется в отделение сгущения или совместно со сливом мельниц на классификацию.

Концентраты тяжелосредной сепарации после классификации на грохоте по классам крупности -32+12 мм и -12+6 мм доводятся в одну стадию отдельно по классам на рентгенолюминесцентных сепараторах ЛС-ОД-50-04-01 (ЛС-ОД-50-03Н) с контролем хвостов основной операции на сепараторе той же марки. Концентраты рентгенолюминесцентных сепараторов объединяются, обезвоживаются, сушатся и собираются для отправки в центр доводки Мирнинского ГОКа, где и осуществляется окончательная доводка алмазосодержащих концентратов фабрики №16 Нюрбинского ГОКа. Хвосты рентгенолюминесцентных сепараторов направляются на додрабливание в валковый пресс высокого давления.

Доводка концентратов тяжелосредной сепарации крупностью -6+1 мм осуществляется по комбинированной схеме. Рассев осуществляется на грохоте крупностью -6+1 мм по классам крупности -6+3 мм и -3+1 мм.

Хвосты тяжелосредной сепарации крупностью -32+6 мм после классификации по зерну 1 мм и отмывки от утяжелителя направляются на доизмельчение в ВПВД, нижний продукт контрольного грохота направляется в отвал. Хвосты ТСС крупностью -6+1 мм после контрольного грохочения направляются на сухое складирование.

Классифицированный сухой материал по классу крупности -3+1 мм доводится в две стадии на рентгенолюминесцентных сепараторах ЛС-Д-4-04Н с перечисткой концентратов основной и контрольной операций на аппаратах ЛС-ОД-4Н, хвосты которого контролируются на аппарате той же марки.

Концентрат тяжелосредной установки класса крупности -6+3 мм доводится в две стадии на рентгенолюминесцентных сепараторах ЛС-Д-4-04Н с перечисткой концентратов основной и контрольной операций на аппаратах ЛС-ОД-4-04Н. Хвосты сепараторов ЛС- ОД-4-04Н контролируются на рентгенографическом сепараторе РГС-2. Концентрат РГС-2 перечищается на рентгенографическом сепараторе РГС-1М. Концентрат РГС-1М подается на участок сортировки, хвосты направляются на додрабливание в дробилку [59].

Хвосты контрольных рентгенолюминесцентных сепараторов транспортируются на грохочение, после чего вновь рассеиваются по узким классам крупности -6+3 мм и -3+1 мм и поступают на липкостную сепарацию на ленточные сепараторы СЛЛ-10.

Полученные концентраты рентгенолюминесцентных сепараторов направляются на участок сортировки и доводятся до требуемых кондиций на сепараторах ЛС-ОД-4, ЛС-ОД-6, после чего направляются в цех доводки Мирнинского ГОКа.

Липкостные сепараторы работают на трехкомпонентном липком составе (мазь), приготовленном на основе петролатума, октола и индустриального масла. В зависимости от температуры окружающего воздуха и технологической воды липкий состав готовится для зимних (температура технологической воды $+4 \div +8$ °С) и летних (температура технологической воды $+8 \div +15$ °С) условий с разным содержанием компонентов.

Хвосты липкостных сепараторов крупностью $-6+3$ мм направляются на доизмельчение в лабораторный пресс высокого давления участка доводки и далее вместе с хвостами РЛС крупностью $+6$ мм подаются на узел додрабливания в пресс высокого давления участка рудоподготовки и обогащения. Хвосты липкостной сепарации крупностью $-3+1$ мм после обезвоживания в классификаторе направляются на сухое складирование. Концентрат липкостных сепараторов СЛЛ-10 крупностью $-6+1$ мм после обезжиривания, сушки и обжига рассеивается на классы крупности $-6+3$ и $-3+1$ мм. Надрешетный продукт направляется на сортировку и далее в ЦОД Мирнинского ГОКа, материал крупностью $-3+1$ мм обрабатывается на магнитном сепараторе высокой магнитной интенсивности КЕ 250/3. Немагнитная фракция до требуемой кондиции доводится на магнитном сепараторе СМС-20-М и далее направляется на разборку в цех доводки Мирнинского ГОКа. Магнитная фракция возвращается в комбинированную схему доводки на операцию грохочения хвостов РЛС перед процессом липкостной сепарации.

Таким образом, на обогатительной фабрике №16 Нюрбинского ГОКа глубокую переработку кимберлитовых руд трубок «Нюрбинская» и «Ботубинская» обеспечивает контрольная операция – липкостная сепарация, эффективность которой обусловлена гидрофобно-гидрофильным состоянием поверхности извлекаемых алмазов [23, 52, 58, 59]. Анализ причин и условий формирования гидрофильных образований на поверхности кристаллов, а также применяемых методов предварительной подготовки материала для их удаления, представляет первоочередную задачу интенсификации процесса липкостной сепарации.

1.5. Анализ причин потерь алмазов и современные методы повышения эффективности процесса липкостной сепарации алмазосодержащих продуктов.

Наиболее существенной причиной потерь алмазов в операциях липкостной сепарации является снижение контрастности свойств алмазов и сопутствующих минералов [7, 23, 107]. Такие разделительные признаки, как смачиваемость, существенно зависят от состояния поверхности алмазов, свойства которой определяются как степенью природной гидрофобности алмазных кристаллов [11, 23, 94], так и интенсивностью техногенной гидрофилизации, обусловленной зарастанием поверхности гидроксидокарбонатными пленками [24, 72, 115].

Одним из факторов, определяющих эффективность обогащения кимберлитовых руд, является вещественный состав кимберлитов, обуславливающий минеральный состав, структуру и прочность закрепления минеральных образований на поверхности алмазных кристаллов. Другим важным фактором является ионный состав рудной пульпы в технологических процессах [12, 24, 90].

Для кимберлитовых руд с высоким содержанием измененной фазы с ярко выраженными элементами карбонатизации, хлоритизации и серпентинизации характерно снижение извлечения алмазов физико-химическими методами [115, 119]. Причина кроется в том, что поверхность алмазов в труднообогатимых кимберлитах часто закрыта гидрофильными минеральными образованиями.

Зональность интенсивности гипергенных изменений сопровождается аналогичным изменением свойств и эффективности обогащения алмазов. При обогащении кимберлитов трубки «Удачная» установлен факт неодинакового извлечения алмазов различных горизонтов [59]. Низкое извлечение алмазов (до 30%) характерно для руды из верхней части трубки до глубины 100 - 120 м. На поверхности алмазов обнаруживаются минеральные плёнки, образованные в блоках развития кимберлитовых туфов и туфогенно-осадочных образований [90, 91].

В работах [12, 53, 62, 90] показано, что свойства природных алмазов ухудшаются в связи с окислением, разложением и карбонатизацией кимберлита. Показано, что при контакте алмазов с концентрированными водно-коллоидными системами на кристаллах образуются карбонаты и силикаты кальция, магния и железа [24, 91], гидрофилизирующие поверхность алмазов [53, 90].

Гидрофилизация алмазных кристаллов также обусловлена техногенными воздействиями на их поверхность. Интенсивность техногенной гидрофилизации поверхности алмазов связана с вещественным составом породы, компоненты которой в процессах рудоподготовки и обогащения интенсивно переходят в жидкую фазу в виде ионов и шламов [25, 28, 88].

В результате протекания процессов адгезии и кристаллизации на поверхности алмазов формируется гидрофильная пленка, что подтверждается соответствием состава водной фазы рудной пульпы и состава пленок на поверхности алмазов [51, 93, 103].

Таким образом, можно заключить, что причиной снижения эффективности извлечения алмазов в процессе липкостной сепарации являются поверхностные гидрофилизирующие образования в виде пленок и шламовых образований, блокирующих активность липких поверхностей и воздушных пузырьков по отношению к алмазу [52, 58].

Изучение состава и свойств поверхностных образований представляет собой важную задачу в комплексе исследований по выбору методов повышения эффективности обогащения алмазосодержащих кимберлитов.

Важным условием достижения оптимальных условий для эффективного протекания процессов липкостной сепарации является соблюдение обоснованного регламента водооборота [25, 28, 53, 105, 107]. Для поддержания требуемых свойств оборотной воды на фабриках, как правило, организуют специальный контур оборотного водоснабжения [25, 76, 89, 105].

Обычные методы оптимизации процесса липкостной сепарации предполагают применение реагентов [1, 15, 29]. Помимо реагентного модифицирования поверхностных свойств минералов в практике обогащения известно применение физических методов их направленного регулирования [6, 18, 19, 61, 87]. Для повышения эффективности процессов обогащения применяют магнитную и ультразвуковую обработку реагентов и других систем [66], а также механическую активацию минералов [99].

Среди методов регулирования поверхностных свойств минералов важное место занимают высокотехнологичные, энергосберегающие, экологически безопасные энергетические и электрохимические воздействия [14, 25, 34, 51, 93].

В 80-90-х годах прошлого века был предложен процесс и установлено разработана электрохимическая технология водоподготовки [29, 34, 76, 95].

Электрохимическая обработка способствует протеканию процессов электроокисления, электровосстановления, электроразложения, электрокоагуляции, электрофлотации и электрического разряда, что позволяет целенаправленно регулировать физико-химические свойства поверхности минералов, химическое состояние реагентов, а также ионный состав жидких сред. Удаётся достичь повышения их насыщения тонкодисперсными электролитическими газами (кислородом, водородом) и регулировать их кислотно-основные свойства без реагентов [25, 34, 52, 58].

Повышение эффективности липкостной сепарации достигается увеличением силы адгезии между поверхностью алмаза и жирового слоя [52, 53]. Одним из путей решения задачи является регулирование гидрофобности алмазов действием электрохимически модифицированных водных систем. Было установлено, применение кислых и щелочных продуктов электролиза минерализованных вод - анолита и католита - обеспечивает изменение вязкости поверхностного слоя жирового покрытия, способствует регулированию поверхностного потенциала алмаза и обеспечивает снижение налипания на него тонкодисперсных шламов [52, 58].

На основании совокупности вышеизложенных фактов в качестве основных направлений повышения эффективности липкостной сепарации обоснован и апробирован ряд методов целенаправленного модифицирования свойств поверхности алмазов, позволяющих, в соответствии с требованиями технологии их извлечения, производить: восстановление гидрофобных свойств алмазных кристаллов [38, 45, 57].

Для повышения эффективности обогатительных процессов наиболее целесообразно использовать технологию электрохимического кондиционирования пульпы, воды и флотационных реагентов. Приоритет в области исследований и разработки технологии электрохимического модифицирования состояния поверхности минералов и их флотируемости принадлежит научной школе Института проблем комплексного освоения недр имени академика РАН Н.В. Мельникова, возглавляемой академиком В.А. Чантурия [25, 52, 76, 89].

Однако применение данного метода при обогащении измененных алмазосодержащих кимберлитов не всегда обеспечивает получение максимальных

результатов, что во многом связано с разнообразием состава и способов закрепления минеральных образований на поверхности алмазов, извлекаемых из труднообогатимых кимберлитовых руд.

Учитывая диагностированный состав минеральных образований и способы их закрепления на поверхности алмазных кристаллов в последние годы в качестве наиболее эффективного выбран и обоснован метод их удаления и предупреждения повторного образования с использованием электрохимического кондиционирования оборотных водных систем. Данный метод позволяет модифицировать свойства жидкой фазы до параметров, обеспечивающих частичное растворение гидрофильных минеральных образований на поверхности алмазных кристаллов, повышение их гидрофобности и, соответственно, извлечения в алмазосодержащие концентраты липкостной сепарации.

В работе [24] показано, что удаление поверхностных минеральных образований продуктами электрохимического кондиционирования оборотной воды приводит к существенному росту гидрофобности алмазов. Как видно из рисунка 1.7, прирост краевого угла смачивания природно-гидрофильных алмазов составляет около 23%, техногенно-гидрофилизированных – около 27%, природно-гидрофобных алмазов, содержащих минеральные примеси в меньшем количестве - на 8-10%.

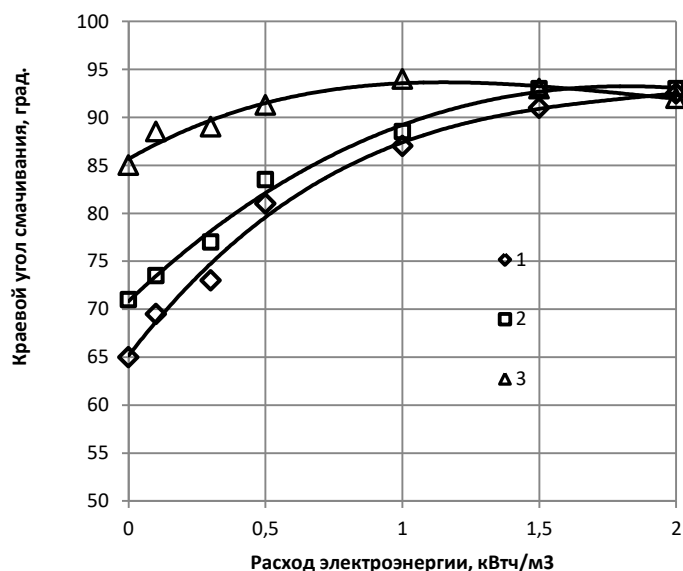


Рисунок 1.7 - Изменение гидрофобности алмазов при их обработке оборотной водой, прошедшей бездиафрагменную обработку, где: 1 – техногенно-гидрофилизированные алмазы ; 2 – природно-гидрофильные алмазы; 3 – природно-гидрофобные алмазы [24]

Однако, рассматриваемый метод наиболее эффективен для деструкции минеральных тонкослойных пленок, образованных на поверхности алмазных кристаллов в процессе техногенной гидрофилизации.

Результатами проведенных исследований было установлено, что совместное применение процессов электрохимического кондиционирования оборотной воды и теплового кондиционирования рудной пульпы повышает степень интенсификации процессов гидрофобизации алмазов за счет более эффективного удаления кальций-магниевого карбонатных образований, прочно связанных с поверхностью кристаллов алмаза [39].

Данные поверхностные образования характеризуются абсолютно высоким значениями коэффициента термического расширения и существенным влиянием на их растворимость температуры и концентрации ионно-молекулярных форм угольной кислоты, что обосновывает применение тепловой обработки пульпы и электрохимической обработки оборотной воды для регулирования состояния поверхности и гидрофобности алмазов. Аналогичным образом перспективным можно принять сочетание ультразвуковых и электрохимических воздействий, которое позволит:

- за счет ультразвуковых воздействий удалить с поверхности кристаллов массивные гидрофилизирующие поверхностные образования, не удаляемые при электрохимических воздействиях;
- за счет модифицирования свойств водной фазы электрохимическими воздействиями предупредить повторное закрепление гидрофилизирующих образований на поверхности алмаза.

1.6. Теория и практика применения ультразвуковых воздействий в процессах обогащения рудного и нерудного сырья

Как известно, применение процесса ультразвукового диспергирования обеспечивает получение суспензий твердых веществ в жидкой фазе. При этом происходит переход твердого вещества (поликристаллического или агрегативного) в дисперсное состояние [37].

Наиболее эффективно процесс диспергирования осуществляется при воздействии ультразвукового поля на агрегаты и скопления частиц, связанных между собой силами слипания и представленных в первую очередь зернами кимберлита. Главное достоинство ультразвуковых технологий заключается в более быстром уменьшении дисперсности (на несколько порядков), чем при традиционном механическом измельчении [19, 37]. Применение ультразвуковых технологий при переработке алмазосодержащего сырья является весьма перспективным подходом в силу важности задачи очистки поверхности кристаллов алмазов на различных стадиях подготовки и обогащения [18].

Главные механизмы процесса ультразвукового диспергирования - ударные волны и кумулятивные струи, возникающие на поверхности частичек и распространяющиеся по трещинам и границам соединения агломератов [83, 117].

Основными факторами, влияющими на процесс диспергирования, являются механические свойства и структура обрабатываемого материала, физико-механические и химические свойства жидкой среды, соотношение между статическим и звуковым давлением в обрабатываемом объеме, температура среды, частота и мощность ультразвукового поля, продолжительность обработки [109].

Механические свойства и структура обрабатываемого материала включают твердость, состояние поверхности, геометрическую форму. Чем выше твердость, тем труднее разрушается материал [4, 83].

К важным физико-механическим свойствам жидкости относят акустическое сопротивление, вязкость, кавитационную прочность и т.д. Важна скорость потоков рабочей жидкости в объеме, которая должна обеспечивать равномерное распределение материала в рабочей зоне [3].

Важным параметром является температура обрабатываемой среды, от которой зависит возможность обеспечения достижения максимального количества кавитационных пузырьков [4].

Количество энергии, запасаемое в кавитационном пузырьке, пропорционально частоте ультразвукового воздействия. Для обеспечения того же эффекта (или той же интенсивности воздействия) при увеличении частоты в два раза можно увеличить мощность в четыре раза [9].

Интенсивность ультразвукового давления в процессах ультразвукового диспергирования как правило превышает 5-7 Вт/см². Увеличение интенсивности свыше 25-30 Вт/см² препятствует выходу акустической энергии и снижает эффективность диспергирования.

В работах [3, 78, 111] показано, что возникающие при прохождении ультразвуковой волны через жидкость микропотоки жидкости воздействуют на граничный слой вблизи зерен. При этом уменьшается сопротивление диффузионному и конвективному переносу реагирующих веществ и увеличивается скорость химических процессов. Создаваемый при прохождении ультразвуковых волн в среде т.н. «ультразвуковой ветер» создает мощные микропотоки от захлопывающихся кавитационных пузырьков и интенсифицирует перемешивание, что приводит к интенсивному трению твердых частиц, движущихся в жидкости, и, при большой мощности, к их сверхтонкому измельчению [4, 83].

В ультразвуковой волне одновременно могут возникать электрические разряды в кавитационных пузырьках, ударные волны, достигаются высокие температуры в очень маленьких объемах обрабатываемых веществ.

Ультразвуковые технологии могут быть реализованы при помощи многофункциональных ультразвуковых аппаратов, которые способны обеспечить ультразвуковое поле с интенсивностью 3 - 20 Вт/см² и амплитудой колебаний от 30 до 70 мкм [4, 84, 85].

Ультразвуковой генератор представляет собой систему следующих узлов и элементов (рисунок 1.8): - емкость 1 с обрабатываемым материалом 2; - ультразвуковая излучающая система 3, состоящая из преобразователя электрических колебаний 4 и волноводной системы 5, концентрирующей ультразвуковые колебания; - рабочий инструмент 6 для ввода ультразвуковых колебаний в обрабатываемые среды; - электрический генератор 7; - система контроля и автоматизации 8.

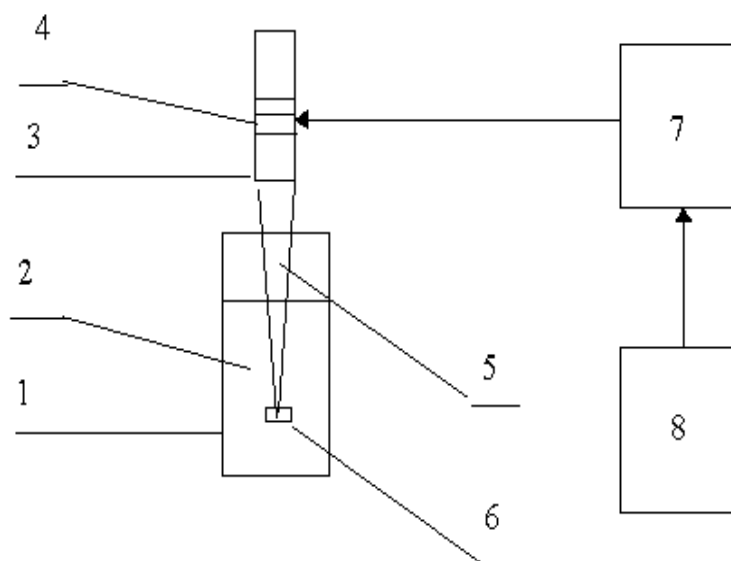


Рисунок 1.8. - Структурная схема ультразвукового генератора

Ультразвуковые колебания с высокой интенсивностью в технологических аппаратах создаются, как правило, при помощи магнестрикционных и пьезоэлектрических преобразователей. Магнестрикционные преобразователи способны обеспечить наибольшие мощности ультразвукового излучения. При этом требуются применение их принудительного водяного охлаждения. При разработке силовых ультразвуковых генераторов необходимо увеличение амплитуды колебаний рабочего инструмента не менее, чем в 10 раз, что обеспечивается с помощью специального концентратора. Для этого используют колебательные системы с четвертьволновыми преобразователем и концентратором [6, 78].

Основные преимущества ультразвуковых воздействий состоят в скорости и высоком качестве, механизации трудоёмких операций, исключении дорогостоящих токсичных и взрывоопасных растворителей, возможности удаления загрязнений, не поддающихся удалению другими методами. В общем случае влияние различных факторов ультразвукового поля на процесс очистки можно представить в виде схемы [83], изображенной на рисунке 1.9.



Рисунок 1.9 – Механизмы ускорения процессов в гетерогенных средах при ультразвуковых воздействиях [83]

Наибольшее разрушение поверхностных структур под действием ультразвука происходит благодаря кавитации и акустическим течениям. Их интенсивность зависит от частоты и интенсивности колебаний, физических свойств жидкости и от ее температуры. Деструктуризация и последующее разрушение, отделение и растворение пленки загрязнений при ультразвуковой очистке происходит благодаря общему действию факторов, обусловленных наложением акустического поля [9,78].

Известны три основных механизма воздействия на поверхностные пленки кавитационными пузырьками: отслаивание, гидродинамическая очистка и эмульгирование. В первом случае пульсирующий пузырек возникает на поверхности зерна и на внутренней поверхности отслоившейся пленки (рисунок 1.10). При интенсивных колебаниях размера пузырька на пленку действуют силы, отрывающие ее от поверхности [9, 83].

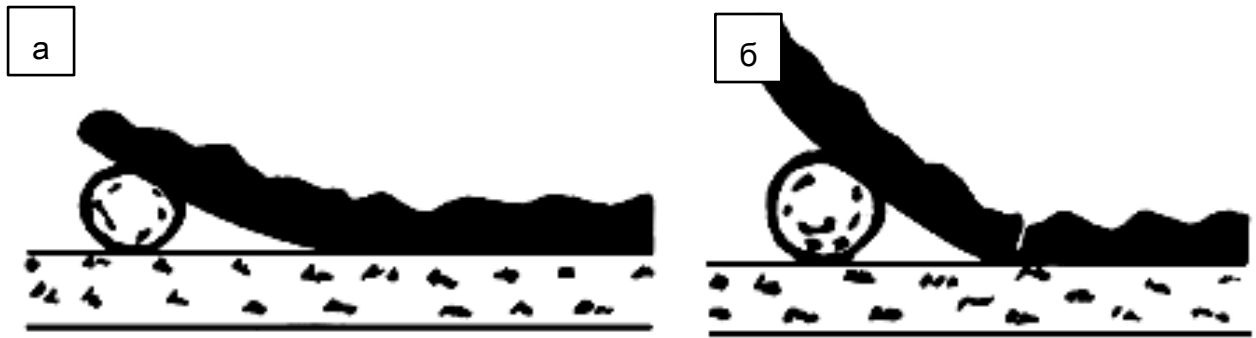


Рисунок 1.10 – Схема отслоения пленки с твердой поверхности, где а) – образование пузырька у поверхности; б) – отрыв части пленки от поверхности при пульсации пузырька

Во втором случае пульсирующий кавитационный пузырек, перемещаясь по твердой поверхности, оставляет в пленке расчищенные участки, располагающиеся на траектории движения пузырька. Разрушающее действие кавитации можно объяснить гидродинамическими воздействиями жидкости на поверхность материала.

В третьем случае газовые пузырьки, возникающие в толще пленки пульсируют под действием звукового поля и акустических течений, что также приводит к разрушению пленки [9].

Важным параметром, определяющим эффективность очистки, является интенсивность ультразвука. Выбор интенсивности поля определяется свойствами очищаемой поверхности и характера загрязнения. В зависимости от вида загрязнений используют следующие значения интенсивности [36,83]: до $1-3 \text{ Вт/см}^2$ – для легкоудаляемых загрязнений (масляных и жировых.); от 3 до 10 Вт/см^2 – для загрязнений тонкодисперсных паст и смазок, свыше 10 Вт/см^2 – для трудноудаляемых лаковых пленок, травильных шламов и т.п. Интенсивность ультразвуковых колебаний, используемых при очистке твердых поверхностей в водных растворах, обычно составляет $3-7 \text{ Вт/см}^2$ [83].

Важным при ультразвуковой обработке является ультразвуковой капиллярный эффект, заключающийся в увеличении глубины и скорости проникновения жидкости в капиллярные каналы под действием ультразвука. Ультразвуковой капиллярный эффект обусловлен ударами кумулятивных струй и давлением, возникающим при захлопывании кавитационных пузырьков вблизи устья капилляра.

При распространении ультразвуковой волны в веществе интенсивность ее снижается по мере удаления от излучателя. Интенсивность ультразвука уменьшается вследствие геометрического расхождения ультразвуковой волны, которое приводит к увеличению площади поля, а также вследствие затухания ультразвука из-за поглощения ультразвуковой энергии веществом. При этом механическая энергия колебаний частиц переходит в тепловую. В дисперсных системах происходит рассеяние ультразвука, когда энергия в результате отражений от неоднородностей дисперсной среды уходит из направленно распространяющейся волны [36].

Ультразвуковые волны в дисперсной системе претерпевают ослабление за счет поглощения и рассеяния при прохождении через межфазные границы в гетерогенных средах. При падении плоской звуковой волны на границу раздела двух сред, заметно различающихся плотностями и скоростями распространения звука, происходит ее отражение и преломление. Поэтому появление в контролируемой среде частиц дисперсной фазы вызывает рассеяние ультразвука [9].

Удельное акустическое сопротивление (импеданс) акустической среды для звуковых волн является важной характеристикой обрабатываемой среды, определяющей условия прохождения звука через ее границу. При падении плоской звуковой волны на границу раздела двух сред величина коэффициента отражения определяется отношением акустических сопротивлений этих сред. При этом сопротивление прохождения излучения через границу пропорционально ее акустическому импедансу [36].

В промышленных и лабораторных условиях с помощью ультразвука диспергируют минералы, металлы, карбонатные соли, гипс, композиты. Использование ультразвука также весьма эффективно и в процессах избирательного измельчения и обогащения синтетических алмазов [68].

Помимо очистки минералов от поверхностных образований, ультразвук способен их разрушать, причем разные минералы разрушаются в различной степени. Наиболее легко диспергируются глауконит, мергеля, глины и другие минералы осадочного происхождения [108]. Такая способность ультразвука используется для раскрытия сростков и агрегатов, содержащих золото. Известен способ электромагнитно-ультразвуковой дезинтеграции сростков микрокомпонентов золоторудных концентратов, который включает раскрытие минерального зерна

волновым воздействием. Разрушение сростков глины и золота выполняют электромагнитным полем с частотой $2 \cdot 10^{11}$ Гц и при интенсивности излучения не менее $2,83 \cdot 10^2$ Вт/см² при последовательном влиянии ультразвука в продольном и поперечном направлениях [82].

В работе [6] показана возможность ультразвуковой очистки различных минералов от оксидов железа. Описана технология очистки от загрязнений кварцевых стекольных песков. Механическая оттирка песков не обеспечивала достаточно полного удаления оксидов, хотя проводилась в течение 30—40 мин. Применяя ультразвук частотой 20 кГц с интенсивностью 3 Вт/см², удалось сократить длительность обработки до 2-5 мин и значительно полнее удалить оксиды.

Для разделения коллективных продуктов, получаемых при обогащении комплексных руд, достаточно часто применяют подогрев пульпы или пропарку. Технологические операции, происходящие при термообработке, требуют существенных энергетических затрат и специального, экологически безопасного, аппаратного оформления. Вместо подогрева пульпы коллективного медно-свинцового концентрата по данным работы [18] может использоваться ультразвук.

Необходимым условием достижения оптимальных режимов и условий воздействия при разработке новых технологий является контроль параметров ультразвукового воздействия. Это достигается применением специализированных приборов, обеспечивающих визуальное наблюдение, а также измерением амплитуды колебаний излучающих поверхностей колебательных систем [2]. Такие системы сравнивают эффект воздействий от систем различной мощности и конструктивного исполнения [82, 85].

Известен способ измерения амплитуд ультразвуковых колебаний, заключающийся в использовании вертикально погруженного капилляра с рупором. Величину амплитуды колебаний определяют по квазистационарной высоте подъема жидкости в капилляре [2]. Контакт торца капилляра с источником ультразвука обеспечивает передачу стенкам капилляра ультразвуковых колебаний и в десятки раз увеличивает высоту подъема жидкости в капилляре по сравнению с высотой подъема под действием радиационного давления [2].

Рекомендации по выбору режимов ультразвукового воздействия и специализированного оборудования заключаются в выборе оптимальной частоты,

продолжительности и энергии воздействия [19]. При этом также определяются наиболее оптимальные условия (объем, время, температура, давление) воздействия, учитывающие особенности конкретных технологических процессов. Для определения оптимальных условий необходимо учитывать особенности дисперсных систем [3, 37, 112].

Выводы к главе 1

В результате анализа современного состояния технологии обогащения алмазосодержащих кимберлитов и тенденций развития методов их интенсификации можно сделать следующие выводы.

1. Анализ характеристик перерабатываемого сырья, технологических схем, показателей обогащения алмазосодержащих кимберлитов Западной Якутии, а также причин потерь алмазов с хвостовыми продуктами процессов обогащения, позволил сформулировать задачу повышения извлечения поверхностно гидрофилизированных алмазных кристаллов в условиях липкостной сепарации, решение которой обеспечит прирост технико-экономических показателей и рентабельности алмазоизвлекающих фабрик.

2. Для регулирования поверхностных свойств алмазов перспективным является применение бездиафрагменного метода водоподготовки, что обусловлено его эффективностью для удаления пленочных гидрофилизирующих образований и надежной работой электрохимических кондиционеров в промышленных условиях, а также применение ультразвуковой технологии очистки, нашедшей применение во многих отраслях промышленности, включая процессы обогащения полезных ископаемых.

3. Применение ультразвуковых воздействий не всегда обеспечивает получение наилучших результатов, что во многом связано с преобладанием эмпирического подхода к выбору условий и параметров процесса ультразвукового кондиционирования.

4. Затруднения в реализации выбранного направления интенсификации процесса липкостной сепарации связаны с тем, что:

- в недостаточной мере изучены закономерности ультразвукового кондиционирования алмазосодержащих продуктов обогащения кимберлитовых руд;

- не выбраны параметры ультразвукового кондиционирования для очистки алмазов от гидрофилизирующих поверхностных образований при соблюдении условий их сохранности.

5. В соответствии с вышеизложенным, основные задачи исследований состоят в следующем:

- изучение минерального состава и структуры гидрофилизирующих образований на поверхности алмазов измененных кимберлитов трубок «Нюрбинская» и «Ботубинская»;

- установление закономерностей процесса и обоснование параметров ультразвукового воздействия, обеспечивающего удаление минеральных образований с поверхности алмаза;

- выбор параметров процесса электрохимической обработки оборотной воды, обеспечивающего разрушение и предотвращение повторного образования минеральных пленок на поверхности алмаза;

- выбор и обоснование параметров совместного ультразвукового и электрохимического кондиционирования в процессах сепарации алмазосодержащих кимберлитов, обеспечивающих восстановление поверхности алмазных кристаллов;

- разработка технологического режима процесса липкостной сепарации, предусматривающего электрохимическую и ультразвуковую обработку воды и пульпы и обеспечивающего восстановление гидрофобности и повышения извлечения поверхностно измененных алмазов.

- разработка аппаратного комплекса, выполнение лабораторных и испытаний комбинированного ультразвукового и бездиафрагменного электрохимического метода кондиционирования пульпы и водных систем в процессе липкостной сепарации.

ГЛАВА 2. МЕТОДИЧЕСКОЕ И ПРИБОРНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИЗУЧЕНИЯ ПРЕДМЕТОВ И ОБЪЕКТОВ ИССЛЕДОВАНИЙ

В данном разделе рассмотрены основные методы и приборы для исследования кимберлитовых руд и продуктов их обогащения, включая изучение состава и структуры поверхности алмазных кристаллов, ионного состава и физико-химических параметров оборотной воды и жидкой фазы рудных алмазосодержащих пульп. Представлены описания методик анализа с применением современных приборов для исследования элементного и минерального состава объектов, а также приборов и методик по определению гидрофобности алмазов.

2.1. Общая характеристика объектов и предметов исследований

Объектами исследований в настоящей работе являются процессы:

- деструкции и удаления гидрофилизующих минеральных образований с поверхности алмазных кристаллов в условиях применения ультразвуковых и электрохимических воздействий;
- извлечения алмазов методом липкостной сепарации.

Предметами исследований в настоящей работе приняты:

- кимберлитовые руды трубок «Ботуобинская» и «Нюрбинская» и продукты их переработки;
- гидрофилизующие поверхностные образования на поверхности алмазов трубок «Ботуобинская» и «Нюрбинская» в исследуемых условиях;
- параметры комбинированных ультразвуковых и электрохимических воздействий на водные системы и рудную пульпу процесса липкостной сепарации.

Исследования алмазосодержащих продуктов выполнены в лабораториях Научно-исследовательского геологического предприятия АК «АЛРОСА». Применяемые методики представляют собой стандартные или адаптированные к изучаемому сырью отраслевые методики исследования на обогатимость, а также методики, созданные и сертифицированные соответствующими лабораториями АК «АЛРОСА» [49, 54, 57].

В процессе исследований было проведено опробование материала исходного питания, концентрата и хвостов липкостной сепарации, жидкой фазы оборотной воды в исследуемых условиях.

Для лабораторных исследований были отобраны 83 пробы передела липкостной сепарации обогатительной фабрики №16 Нюрбинского ГОКа в естественном для технологического процесса влажном состоянии в закрытых полиэтиленовых пакетах. До исследований материал в соответствии с методикой был просушен естественным путем и в муфельной печи при температуре 85°C. Далее пробы исходного питания и хвостового материала были сокращены на делителе. При этом $\frac{3}{4}$ объема каждой пробы использовались как рабочий материал в основных исследованиях, а $\frac{1}{4}$ объёма была оставлены в качестве запасного и контрольного материала. Пробы концентрата не сокращались ввиду их небольшого объема [49].

Для детальных исследований вещественного состава отобраны пробы, состав которых, определенный ОТК фабрики, характеризовался максимальным, средним и низким близким к нулевому уровню содержанием алмазов в хвостах липкостного сепаратора. В лаборатории комплексных исследований алмазов научно-исследовательского геологического предприятия АК «АЛРОСА» специалистами лаборатории и минералогами предприятия с участием автора из исследуемых проб для последующего изучения проведено извлечение алмазов, отобраны зерна минералов и обломков пород.

При работе с зернистым материалом кимберлитов дополнительно проводилась необходимая специальная обработка проб. [49]. Для количественного минералогического анализа проводилось деление в трибромметане (плотность 2,88 г/см³), рассев полученных легкой и тяжелой фракций на классы +1 мм, -1+0,5 мм, -0,5 мм. Для дифрактометрических исследований и термографического метода анализа проводилось истирание проб до указанной в методике анализа размерности. В условиях рентгеноэлектронной микроскопии (РЭМ) проводилось прикрепление материала на специальные подложки и напыление тонкой токопроводящей пленки углерода [97].

Для анализа минерального состава шламов проводилось извлечение зернистого материала из насыщенной мази путем растворения субстанции в бензине АИ-92 [58]. В бензине жир растворялся с образованием суспензии. Суспензия позднее разделялась на

две не смешивающиеся части в виде жидкого жира и относительно чистого бензина в верхней части. Суспензия отстаивалась в течение 10 минут и каждый раз из лабораторного стакана сливалась половина объема. Процедура повторялась до образования чистого бензина с материалом. На последнем этапе над материалом оставляли несколько миллиметров бензина. После испарения бензина зернистый материал подвергался лабораторным исследованиям. Отбор зерен и исследование состава пленок на алмазах и минералах проводился до минералогического анализа [58].

Для проведения измерений смачиваемости алмазов использовалась обратная вода узла липкостной сепарации, дистиллированная лабораторная вода и специально приготовленные растворы.

Задачи и применяемые для получения результата методы лабораторных исследований в обобщенном виде приведены в таблице 2.1.

Таблица 2.1 - Задачи и методы лабораторных исследований

Задачи	Методы исследований
Гранулометрический анализ, вещественный состав материала. Свойства алмазов.	Исследования под биноклем; Количественный минералогический анализ; Рентгеновская дифрактометрия, Термографический анализ; КР-спектроскопия; Растровая электронная микроскопия (РЭМ); Минералогическое изучение алмазов; ИК-спектроскопия;
Выявление и изучение состава пленок на поверхности зерен	Исследование под биноклем; ИК-спектроскопия КР-спектроскопия РЭМ
Изучение свойств обратной минерализованной воды	Потенциометрия. Ионметрия
Изучение гидрофобности алмазов.	Определение угла смачиваемости Беспенная флотация
Изучение извлечения алмазов липкостной сепарацией в исследуемых условиях	Липкостная сепарация

2.2. Методы и приборы для исследований водно-дисперсных систем

В качестве водных систем в проводимых исследованиях изучены минерализованные технологические воды процесса липкостной сепарации в условиях переработки кимберлитов трубок «Ботубинская» и «Нюрбинская».

В качестве основных контролируемых физико-химических параметров характеристики исследуемых водных систем приняты:

- температура;
- величина рН жидкой фазы;
- ионный состав водных систем.

Измерение параметров выполнено с использованием методик анализа состава и свойств жидких сред и современного аналитического оборудования в лабораториях Института проблем комплексного освоения недр им академика Н.В. Мельникова Российской академии наук и научно-исследовательского геологического предприятия АК «АЛРОСА».

Для обработки и замера параметров водных систем применяли анализатор МАРК-901 (рисунок 2.1). Замер параметров осуществлялся в стационарном и проточном режиме.

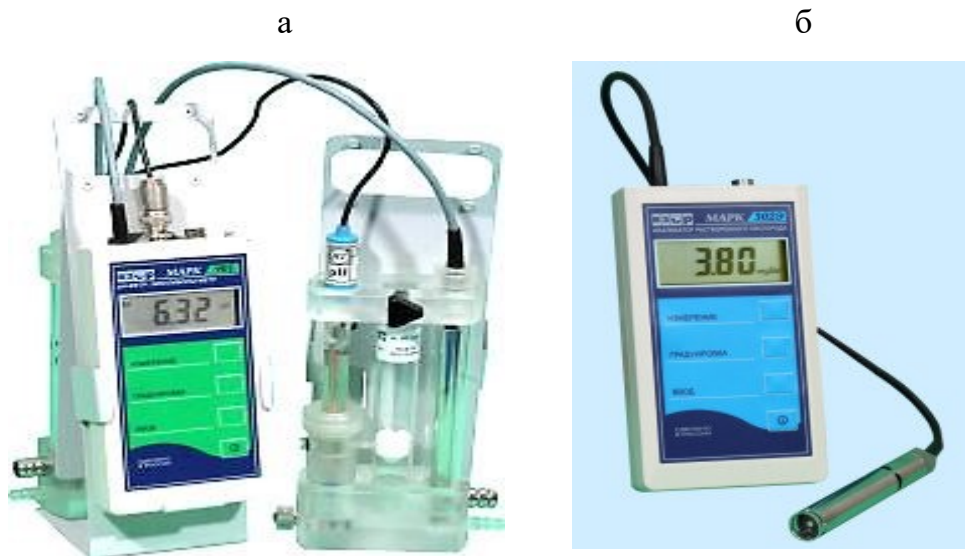


Рисунок 2.1 – рН-метр – иономер МАРК-901 с блоком электродов (а) и кислородомер (оксиметр) портативный МАРК-302Э (б)

В качестве измерительных приборов у анализатора МАРК-901 рН-метр используется для замера активности ионов водорода (рН), ЭДС (ОВП) и температуры водных сред, а у анализатора МАРК-302Э блок электродов предназначен для

измерения концентрации растворенного кислорода, БПК и температуры водных сред. Приборы применяются в стационарном и проточном режимах измерения.

Для оценки параметров исследуемых водных систем в погружном режиме измерения, а также для получения значений ионного состава жидкой фазы с расширенным набором элементов применены аналитические исследования с использованием оптического спектрометра с индуктивно-связанной плазмой "IRIS INTREPID II DUO" фирмы "Thermo Electron" (США) (рисунок 2.2).

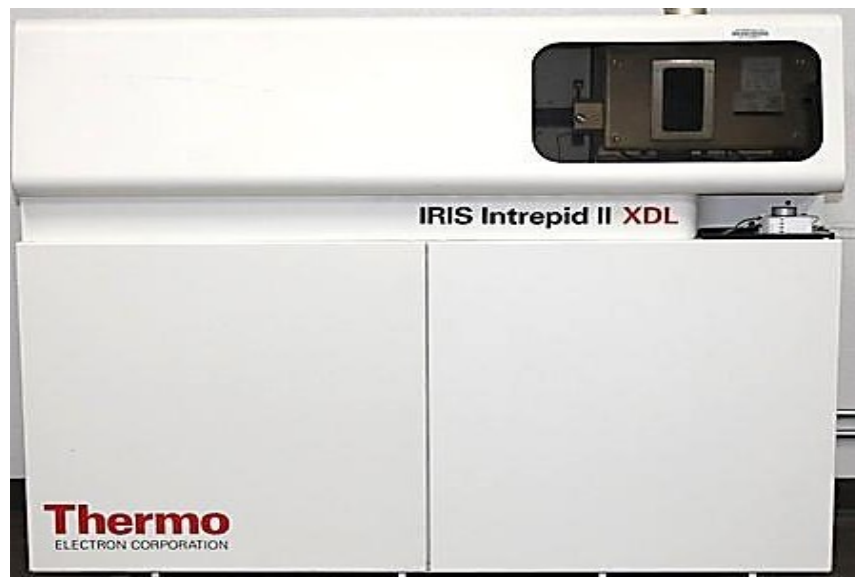


Рисунок 2.2 – Спектрометр оптический с индуктивно-связанной плазмой "IRIS INTREPID II DUO" фирмы "Thermo Electron" (США)

Оборотная минерализованная вода представляет собой жидкость, в которой находится: растворенные газы, растворимые соли и нерастворимое минеральное вещество в виде коллоидной взвеси крупностью менее 0,001 мм, находящееся в постоянном броуновском движении, а также минеральное вещество в осаждаемом виде крупностью более 0,001 мм [28, 53]. Анализы состава исследуемых проб воды выполнялись по отдельным фазам: взвеси, сухому остатку и жидкой фазе на вышеуказанных приборах.

Анализ пробы, которая стояла в течении 48 часов, далее для получения растворимых солей и нерастворимого минерального вещества, находящееся в виде взвеси выпаривали при температуре 40°C.

Осадок заливался дистиллированной водой, тщательно перемешивался, отстаивался в течение 2-х суток. Полученный раствор сливался. Процедура повторяется несколько раз. Таким образом, готовился для анализа нерастворимый минеральный осадок без растворимых солей и коллоидных взвесей [51].

2.3. Методы и приборы для исследований минеральных объектов

Большинство кимберлитовых тел представляют собой измененные породы. Реальный облик кимберлитовых тел определяется развитием комплекса вторичных минералов, которые составляют около 90 процентов их объема и сосредоточены в основной массе кимберлитов. Изучение минерального состава основной массы кимберлитов необходимо при анализе генезиса поверхностных образований в части определения их принадлежности к алмазоносным породам [26,93].

2.3.1. Количественный минералогический анализ исследуемых алмазов

Количественный минералогический анализ, покристалльное минералогическое исследование и фотографирование внешнего облика выполнены в соответствии с требованиями методики «Минералогические методы. Инструкции №19-м НСОММИ "Количественный минералогический анализ дробленых руд" в отделе лабораторного обеспечения научно-исследовательского геологического предприятия АК «АЛРОСА» [49].

При минералогическом исследовании морфологии и оптико-спектроскопических свойств кристаллов алмазов изучено 1100 образцов из 3 категорий проб с повышенным, средним и нормальным уровнем алмазов в хвостах липкостной сепарации.

Определялись разновидности (по классификации Ю.Л. Орлова), габитус, морфологические типы, агрегатное состояние, скульптуры травления, прозрачность и окраска алмазов, цвет фотолюминесценции и твердые включения в алмазах, сохранность, трещиноватость и характер сколов [21, 45]. Алмазы коллекции в процессе оценки были рассортированы по размерным классам текущей добычи.

Морфологические типы кристаллов определены по разработанной В.И. Коптилем системе описания на базе классификации алмазов Орлова Ю.Л. [11].

Определение минералогических признаков (прозрачность, агрегатность, трещиноватость, цвет фотолюминесценции и т.д.) выполнено в соответствии с системой, применяемой в лаборатории алмазов научно-исследовательского геологического предприятия АК «АЛРОСА».

Визиометрический анализ и фотографирование алмазов выполнялось с помощью бинокляров Leica Wild M10 и Nikon SMZ-U. Фотографирование внешнего вида зерен материала и алмазов проб выполнялось на аппаратно-программном комплексе фирмы Leica. В его состав входят бинокляр М-205А, цифровая камера DFC – 495 и программа управления съемкой и первичной обработки полученных изображений LAS (Leica Application Suite) V. 4.1.0 (Build 1264). Для фотографирования образцов пород использовались цифровые фотоаппараты.

2.3.2. Рентгеноспектральные методы изучения состава и структуры исследуемых минеральных объектов

В процессе исследований выполнялся анализ, позволяющий оценить соотношение фаз в исследуемых образцах, включая рентгеноаморфные и аморфные фазы. Ввиду заметного содержания глинистых и иных тонкодисперсных минералов в анализируемых образцах рентгеновская дифрактометрия дополнялась ИК-спектроскопией [24]. Каждый анализ выполнен с использованием метода внутреннего стандарта. Общая погрешность количественного рентгенографического анализа составляла 1-10% (относительных). В качестве стандарта использован корунд, добавляемый в анализируемую пробу в количестве 25%. Количество каждого минерала рассчитывается по соответствующей формуле с корректировкой, при необходимости, по данным термографического анализа [45].

Рентгенографический фазовый анализ при массовых исследованиях пород и других материалов позволяет определять минеральный состав пробы путем диагностики в порошке всех раскристаллизованных фаз с оценкой содержания основных или всех фазовых компонентов анализируемого объекта [97]. Порог обнаружения минералов находится в интервале массовых долей, от 0,5 до 3%.

Для обнаружения фазы низкого содержания, например, при рассеянной в породе рудной минерализации, требуется предварительное фракционирование породы (руды) [49]. Оптимальные результаты получаются при рассеянии проб, разделении их на фракции по плотности. Точность определений зависит от поставленной задачи, методики подготовки проб и анализируемого вещества и колеблется от 1-2 % до 40 %, но возможны и более точные определения после калибровки эталонными смесями [97]. Для надежного определения состава (как качественного, так и количественного) необходимая масса пробы составляет не менее 100 мг вещества (минимально возможное количество вещества при анализе составляет 1 - 10 мг). Метод рентгенографического фазового анализа применим для всех раскристаллизованных фаз, т.е. фаз, величина кристаллитов которых превышает 0,01 мкм [77, 97].

Рентгенодифракционный метод имеет ограниченные возможности при изучении тонкодисперсных фаз, поскольку эти вещества с размером частиц менее 10 нм не дают дифракционную картину [97]. Присутствие рентгеноаморфных и аморфных фаз выявляется косвенно по разнице, полученной при вычитании из 100 % содержания определенных минералов. Кроме того, рентгеновским методом не всегда представляется разделить химические разновидности одного и того же минерала, как, например, смесь кальцитов с разными изоморфными замещениями [97]. В смеси с хлоритом и тальком также не всегда представляется диагностировать тип смектита. Поэтому для изучения вещества использован комплекс рентгенодифракционного и термографического анализов, что позволяет значительно повысить качество диагностики пород и минералов.

Применение термографического анализа позволило повысить достоверность диагностики тонкодисперсных фаз, выявило присутствие сульфидов и карбонатов в образцах.

Термографический анализ выполнялся в комплексе с рентгенодифрактометрическим анализом с применением устройства DTG-60АН (рисунок 2.3 а).

Исследования минерального состава выполнялись с использованием метода растровой электронной микроскопии (РЭМ) и рентгеноспектрального микроанализа с использованием растрового электронного микроскопа Tescan Mira 3 LMU (рисунок 2.3 б). Для проведения рентгеноспектрального микроанализа в микроскопе Tescan Mira 3

LMU применяется энергодисперсионный спектрометр (ЭДС) на базе детектора X-MAX^N компании Oxford Instruments, Ltd.



Рисунок 2.3 – Внешний вид рентгеновского дифрактометра DTG-60AH (а) и растрового электронного микроскопа TESCAN MIRA 3 LMU (б)

Растровая электронная микроскопия (РЭМ) широко применяется для изучения морфологии минералов, в том числе алмазов [113]. К её неоспоримым достоинствам относятся: широкий диапазон увеличений (от 20^x до 100000^x), позволяющий производить съёмку, как общего вида минеральных частиц, так и тончайших деталей их поверхности; большая глубина резкости, позволяющая получать объёмное изображение объекта; относительная простота подготовки образцов к съёмке; возможность качественного химического состава поверхностного слоя минерала на площади диаметром в несколько микрон [77].

Растровая электронная микроскопия применялась для обнаружения и исследования минеральных плёнок на зернах алмазов и определения их химического состава. Метод позволяет получить карты фазового состава по данным точечных аналитических определений тонкодисперсной, трудноразличимой в оптические микроскопы, составляющей [77]. Для калибровки уровня аналитического сигнала был использован стандарт кобальта (Co). Карты фазового состава были получены в режиме BSE (отраженные электроны).

Использование данного режима позволяет получить данные о строении поверхности объекта (топографический контраст) [98].

Использование детектора вторичных электронов (SE) позволяет изучить морфологию строения поверхности, оценить трещиноватость, наличия каверн и их линейные размеры.

Использование детектора отраженных электронов BSE позволяет изучить распределение минеральных фаз по образцу, в контрасте шкалы от белого цвета к черному, в зависимости от элементного химического состава исследуемых фаз.

Микрорентгеноспектральный анализ в электронной микроскопии – химический анализ образца в увеличенном и сфокусированном режиме на объекте исследования. Для проведения анализа необходимо подготовить образец, нанести на поверхность тонкий слой углерода или металлов для отвода отрицательных зарядов электронов. Сфокусировавшись на объекте анализа электроны возбуждают рентгеновское излучение [113]. Специализированное программное обеспечение переводит рентгеновское излучение в спектр с линиями возбуждения химических элементов и по их интенсивности в количественный элементный состав [98].

Относительная погрешность метода до +/- 1,5%, а предел обнаружения около десятков ppm.

Применяется режим картирования исследуемой поверхности по распределению на ней химических элементов, представленные в виде цветовой шкалы.

2.3.3. Оптико-спектроскопические методы исследований

Изучение пленок на минералах и алмазах проводилось с применением метода инфракрасной спектроскопии. Данный метод применяется для получения данных о структуре и расположениях молекул по отношению друг к другу, а так же о наличие и составе адсорбируемых веществ [7, 41].

В результате переходов между колебательными уровнями основного электронного состояния изучаемого объекта образуются полосы поглощения. Характеристики каждой молекулы обладают большой индивидуальностью, зависят от геометрии строения, масс и других свойств атомов.

Метод инфракрасной спектроскопии применяется при изучении структурных

особенностей органических и неорганических веществ [71, 97].

Данный метод применяется для идентификации чистых веществ в смесях, для чего используется ЭВМ или системы искусственного интеллекта (для идентификации новых веществ). Идентификация проводится на основе сравнения теоретических спектров молекулярных структур с экспериментальными данными, то есть, на решении обратных спектральных задач [30, 48].

Одним из главных преимуществ ИК-спектроскопии перед спектроскопией в видимой и ультрафиолетовой областях является возможность проследить изменения всех основных типов связей в молекулах исследуемого вещества. При применении ИК-спектроскопии каждой химической группировке молекулы соответствует определенный набор полос поглощения, которые хорошо изучены и приведены в соответствующих справочниках [22].

ИК-спектры поглощения вещества также применяются для изучения полиморфизма, изоморфизма, координации и степени деформации структурных полиэдров, степени упорядоченности расположения ионов или слоев, определения формы и типа кислородно-водородных комплексов (ОН, Н₂О, Н₃О), степени совершенства структуры, изучения аморфных и рентгеноаморфных фаз алмазов [63, 113]. В поверхностном слое определяют состав примесной пленки, структурное и химическое состояние поверхностного слоя изучаемого кристалла алмаза.

Используемый при проведении исследований Фурье–спектрометр инфракрасный Vertex 70 (рисунок 2.4а) предназначен для регистрации и исследования оптических спектров пропускания, поглощения и отражения в инфракрасной области, а также для количественного анализа и контроля качества продукции в химической, нефтехимической, фармацевтической, пищевой и др. промышленности, осуществления экологического контроля.

При стандартном использовании кюветного отделения можно измерять спектры пропускания твердых образцов, имеющих форму плоскопараллельных пластин или имеющих хотя бы одну плоскую грань, так как образцы округлой формы и с шероховатой поверхностью имеют высокий коэффициент отражения. При использовании специальных кювет можно также получать спектры пропускания жидкостей и газов. Рабочий спектральный диапазон Фурье–спектрометра от 400 до 5000 см⁻¹, спектральное разрешение 1,0 см⁻¹.



Рисунок 2.4 – Внешний вид ИК-спектрометра Vertex 70 (а) микроскопа инфракрасного Hyperion 2000 (б)

Микроскоп инфракрасный Hyperion 2000 (рисунок 2.4б) предназначен для регистрации и исследования оптических спектров пропускания и поглощения в инфракрасной области, а также для количественного анализа и контроля качества продукции в различных отраслях промышленности, осуществления экологического контроля и различных экспертиз. Позволяет снимать мелкие алмазы и кристаллы, которые из-за аппаратных ограничений трудно поддаются изучению на обычном спектрометре [104].

Спектроскопия комбинационного рассеяния (КР-спектроскопия) зерен алмазов, а также микрокристаллических минералов в составе пленок проводилась на конфокальном Рамановском микроскопе InVia фирмы RENISHAW. Прибор оснащён программным пакетом Wire-3. Возбуждение колебаний решётки кристаллов осуществлялось с помощью лазерного излучения $\lambda = 532$ нм, при дифракционной решетке 1800 1/мм и CCD-детекторе. Разрешение 1–2 см^{-1} , точность волнового числа составляла не менее 0.5 см^{-1} и калибровалась с помощью монокристаллического кремниевого стандарта. Спектры регистрировали с использованием объективов x20 или x50 (Leica, Германия). Идентификация минералов осуществлялась с использованием библиотек рамановских спектров программного обеспечения микроскопа (RENISHAW), и программного обеспечения CrystalSleuth.

2.4. Методы измерения гидрофобности поверхности и флотуруемости алмазов

Исследования изменения гидрофобности алмазов проводились путем измерения краевых углов смачивания и методом беспенной флотации. Измерения краевых углов смачивания проводились на приборе ОСА 15ЕС. Система «Прибор + видео поддержка» (рисунок 2.5), который применяется для измерения краевого угла смачивания и анализа контура капли. В составе имеется система прямой дозировки SD-DM в комбинации с электронным дозирующим модулем ES.

Угол смачивания определяли методом сидящей капли, наносимой микрошприцем на определенный участок поверхность алмаза или минерала. Величину краевого угла смачивания рассчитывали, как среднюю из не менее чем 3 значений, отличающихся не более чем на 5 %. В качестве смачивающей жидкости использовали дистиллированную, технологическую и оборотную воду.

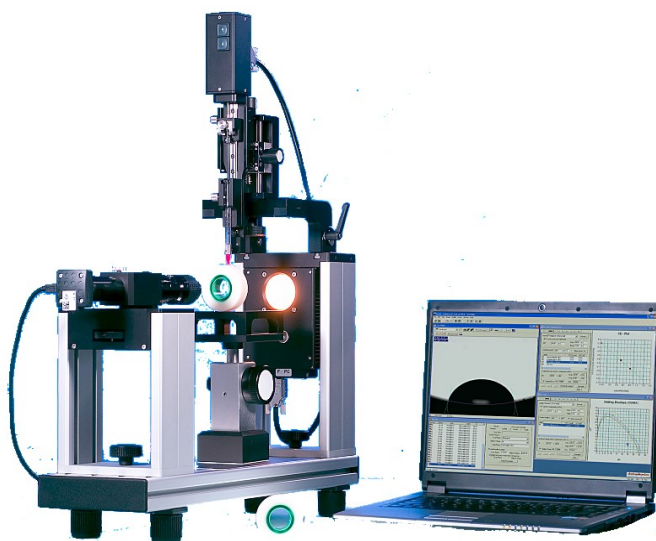


Рисунок 2.5 – Прибор ОСА 15ЕС с видео поддержкой для измерения краевого угла смачивания и анализа контура капли

При проведении исследований осуществлялась обработка кристалла алмаза определённое время в заданном режиме, измерение параметров поверхности до и после обработки, измерение краевого угла смачивания до и после обработки. Полученные данные статистического анализа позволяют установить наличие и интенсивность

корреляционной связи между гидрофобностью алмаза и отдельными параметрами состава поверхности или ионного состава [40, 51].

Для изучения флотации алмазов применяется метод беспенной флотации в трубке Халлимонта с диспергатором воздуха в виде фильтра Шотта [57]. 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 2.6) включала трубку Халлимонта, приспособление для подачи воздуха с расходомером.

Для проведения опытов подготавливалась навеска алмазов крупностью $-0,5 +0,1$ 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.



Рисунок 2.6 – 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.

2.5. Методы технологических исследований

Для экспериментального подтверждения технологической эффективности разработанных методов восстановления поверхности алмазных кристаллов и их технологических свойств в процессах липкостной сепарации применены лабораторные и стендовые полупромышленные установки, использующие электрохимически модифицированные оборотные воды алмазоизвлекающих фабрик [25].

Для реализации испытаний в процессах липкостной сепарации были применены схемы, методики, а также лабораторные и стендовые полупромышленные модули, укомплектованные комплексом специального технологического и вспомогательного оборудования для кондиционирования водных систем и рудных пульп [25, 39, 88].

С целью обеспечения максимального соответствия экспериментальных и промышленных условий разработаны и применены специальные установки и методики, включающие операции оттирки рудных пульп, обесшламливания и кондиционирования водных систем, ультразвуковой активации поверхности алмазных кристаллов и их последующей липкостной сепарации [66, 88].

Разработанные методики технологических исследований, принципиальные схемы и технические характеристики экспериментального технологического оборудования приведены в соответствующих разделах диссертации.

Выводы к главе 2

1. Объектами исследований являются: - процессы деструкции и удаления минеральных примесей с поверхности алмазных кристаллов под действием электрохимической и ультразвуковой обработки воды и пульпы; - процессы извлечения алмазов методами липкостной сепарации. Предметами исследований являются: кимберлиты трубок «Ботубинская», «Нюрбинская» и продукты их переработки; алмазные кристаллы, извлеченные из кимберлитов и продуктов процесса

липкостной сепарации; минерализованные водные системы, параметры комбинированных ультразвуковых и электрохимических воздействий на водные системы и рудную пульпу процесса липкостной сепарации

2. Исследования алмазосодержащих продуктов выполнены в лабораториях научно-исследовательского геологического предприятия АК «АЛРОСА с использованием специализированных методик отбора проб, извлечения из них и исследования алмазов с применением специализированного лабораторного технологического оборудования.

3. В качестве основных контролируемых физико-химических параметров характеристики исследуемых водных систем приняты температура, величина рН, концентрация ионных и молекулярных компонентов водных систем. Измерение параметров выполнялось с использованием потенциометрических и спектральных методов анализа состава и свойств жидких сред с применением современного аналитического оборудования.

4. Для диагностирования элементного и минерального состава исследуемых образцов кимберлита и продуктов их обогащения процессом липкостной сепарации применены методы рентгенографического фазового анализа и рентгеновской дифракции, а также микроскопические методы спектрально-химического анализа.

5. Для диагностирования состава и структуры минеральных примесей и образований на поверхности исследуемых кристаллов алмазов применены методы рентгеноспектрального анализа и оптической микроскопии в отраженных электронах с использованием рентгеноспектрального микроанализатора – ЭДС спектрометра Oxford Xman20 электронного микроскопа фирмы Tescan Mira3. Приспособления и установки прибора позволяют проводить исследования пород методом микрозонда в режиме фазового контраста с определением состава минералов и исследовать зональное строение минералов и структурные особенности пород.

6. Для качественной и полуколичественной идентификации минеральных примесей на алмазах применен метод просвечивающей инфракрасной спектроскопии, который позволяет также определить наличие воды в минералах, характер изоморфных примесей, степень структурной упорядоченности. В качестве эффективного средства получения дополнительной информации о генетической минералогии алмаза и

вмещающих пород использован метод спектроскопии комбинационного рассеяния, реализуемый при помощи спектрофотометра InVia Reflex фирмы Renishaw.

7. Для оценки поверхностных и флотационных свойств минералов приняты: - метод измерения краевого угла смачивания исследуемой поверхности, метод измерения времени прилипания воздушного пузырька к алмазной поверхности и метод извлечения алмазов беспенной флотацией. Угол смачивания определялся с использованием прибора ОСА 15ЕС. Исследование гидрофобности и флотируемости алмазов дополнительно выполнены методом беспенной флотации.

8. Для оценки технологической эффективности разработанных технических решений по восстановлению гидрофобных свойств алмазных кристаллов с целью повышения их извлечения в процессах липкостной сепарации использованы специальные методики лабораторных и укрупненных стендовых технологических испытаний.

ГЛАВА 3. ИССЛЕДОВАНИЕ МИНЕРАЛЬНЫХ ОБРАЗОВАНИЙ НА ПОВЕРХНОСТИ АЛМАЗОВ ИЗ ПРОДУКТОВ ОБОГАЩЕНИЯ КИМБЕРЛИТОВЫХ РУД ТРУБОК «НЮРБИНСКАЯ» и «БОТУОБИНСКАЯ»

Кимберлитовые трубки «Нюрбинская» и «Ботуобинская» Якутской алмазоносной провинции являются одними из наиболее измененных гипергенными процессами. Изменения минералов кимберлитовых трубок связано с различными процессами гипергенного воздействия, в результате которых первичные кимберлитовые минералы преобразуются во вторичные минералы [31, 32].

В данном разделе проведен анализ и обобщены данные выполненных исследований минерального состава кимберлитов трубок «Нюрбинская» и «Ботуобинская», а также шламовых классов различной крупности в продуктах схемы обогащения кимберлитов этих трубок. Путем сопоставления данных о минеральном составе различных классов крупности и поверхностных образований на алмазах выявлены основные закономерности генезиса и распределения минеральных гидрофилизующих образований на поверхности алмазов рассматриваемых кимберлитов.

3.1. Изучение взаимосвязи минерального состава исследуемых кимберлитовых руд и продуктов их обогащения

При выполнении исследований был выполнен анализ среднего содержания в основной массе кимберлитов следующих вторичных минералов: серпентина, хлорита, талька, смектитов и смешаннослойных образований, кальцита, доломита, пироаурита, кварца, гипса, галита, ангидрита, а также слюды. В исследованных пробах было определено соотношение ассоциаций серпентин-карбонаты, серпентин-хлорит, тальк-серпентин, смектит-серпентин, тальк-карбонаты, смектит-карбонаты. Из которых первые две являются парагенетическими, остальные – характерны для измененных кимберлитов [32].

Трубка Ботуобинская (рисунок 3.1) представлена кальцитом (31%), серпентином (19%), доломитом (17%) и слюдой (10%), хлоритом (8%), тальком (2%), кварцем,

гипсом (1%). Преобладает ассоциация серпентин-кальцит. Кимберлиты этой трубки являются наиболее карбонатизированными.

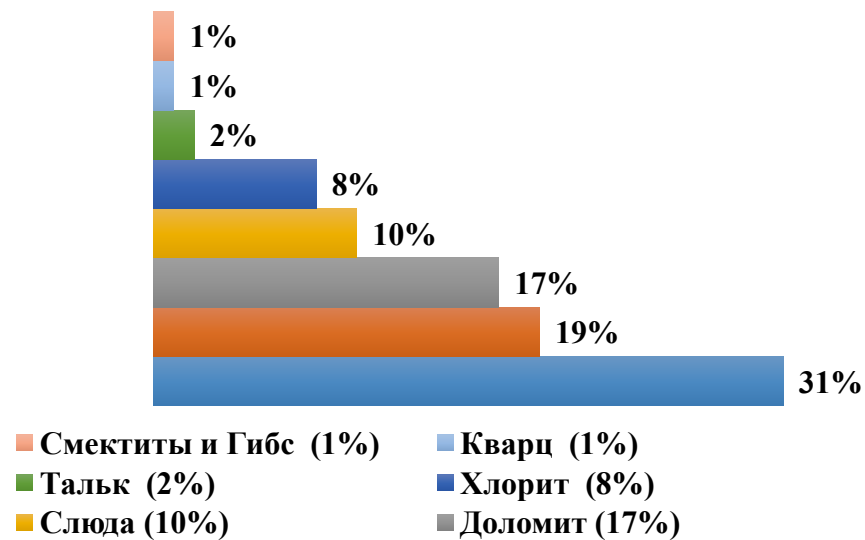


Рисунок 3.1 – Средние содержания вторичных минералов в пробах кимберлитов трубки «Ботубинская»

Сметиты встречаются крайне редко и в небольших количествах. Имеют распространение кварц и гипс.

Трубка «Нюрбинская» (рисунок 3.2) содержит в качестве породообразующих минералов доломит (20%), слюда (19%), серпентин (18%), тальк (10%), хлорит (7%), кварц (2%), смектиты, гипс (1%). Преобладает ассоциация доломит-серпентин.

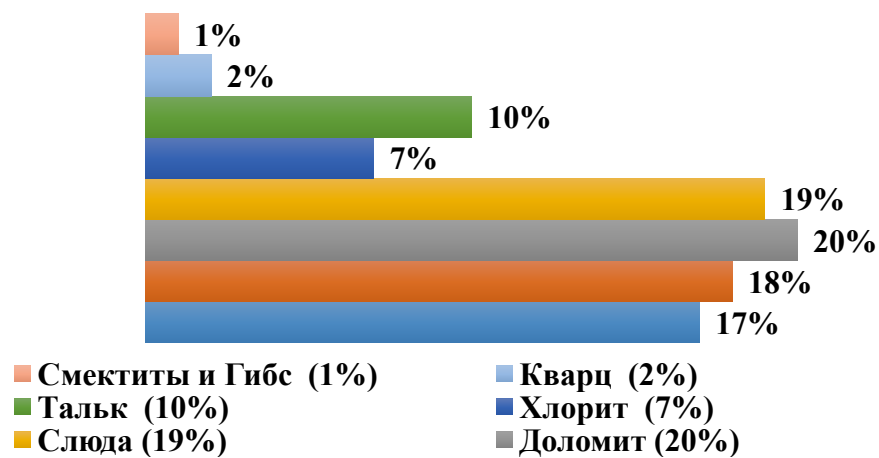


Рисунок 3.2 – Средние содержания вторичных минералов в пробах кимберлитов трубки «Нюрбинская»

Тальк в этой трубке распространен наиболее широко, смектиты и смешанослойные образования встречаются реже. Тальк может образовываться как вместе с серпентином на начальных стадиях постмагматических преобразований, так и позднее, развиваясь по серпентину при гидротермальных процессах. По присутствию смектитов и смешанослойных образований, а также широкому распространению талька можно предполагать высокую степень измененности кимберлитов [31].

На следующем этапе исследований был определен минеральный состав вторичных минералов в пробах различной крупности шламовых продуктов обогащения рассматриваемых кимберлитов в условиях обогатительной фабрики №16.

Согласно полученным результатам, представленным на рисунке 3.3, средние содержания в исследуемых пробах в наибольшей мере представлены кальцитом (14%), серпентином (7%), доломитом (31%), слюдой (5%), хлоритом (5%), кварцем (19%) и рентгеноаморфными фазами (46%). Преобладает ассоциация серпентин-карбонатов.

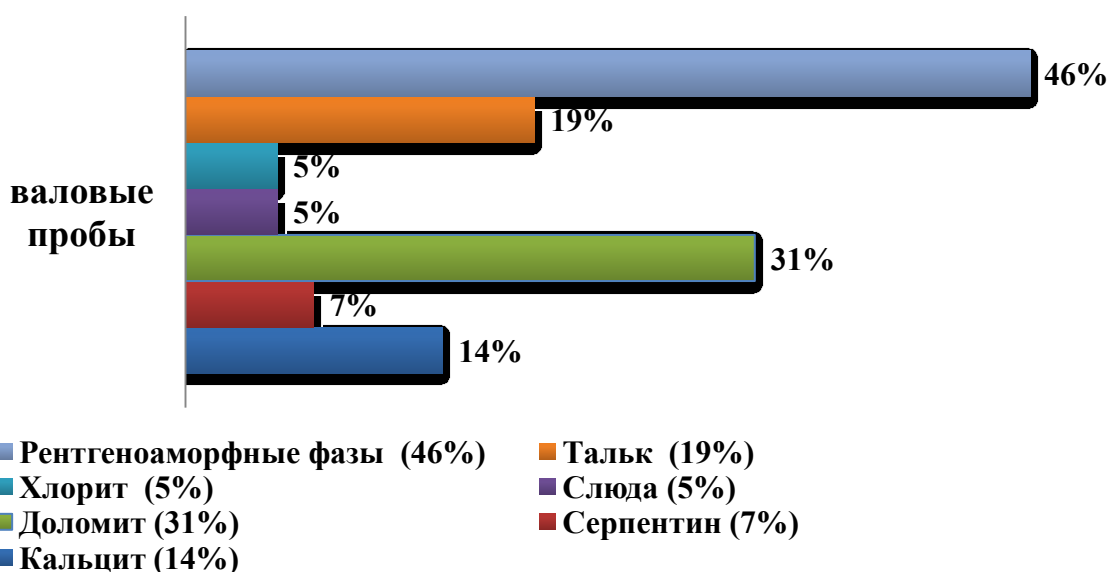


Рисунок 3.3 – Средние содержания вторичных минералов в пробах шламового материала обогащения исследуемых кимберлитов

Минеральный состав класса $-0,05+0,01$ мм шламовых продуктов характеризуется преобладанием или присутствием следующих минералов: кальцита (7,3%), серпентина (13,3%), доломита (18,8%), слюды (1,6%), хлорита (8,6%), кварца (9,2%), смектитов со

смешанослойными образованиями (1,9 %) и рентгеноаморфных фаз (42%) (рисунок 3.4). Преобладает ассоциация серпентин-карбонатов.

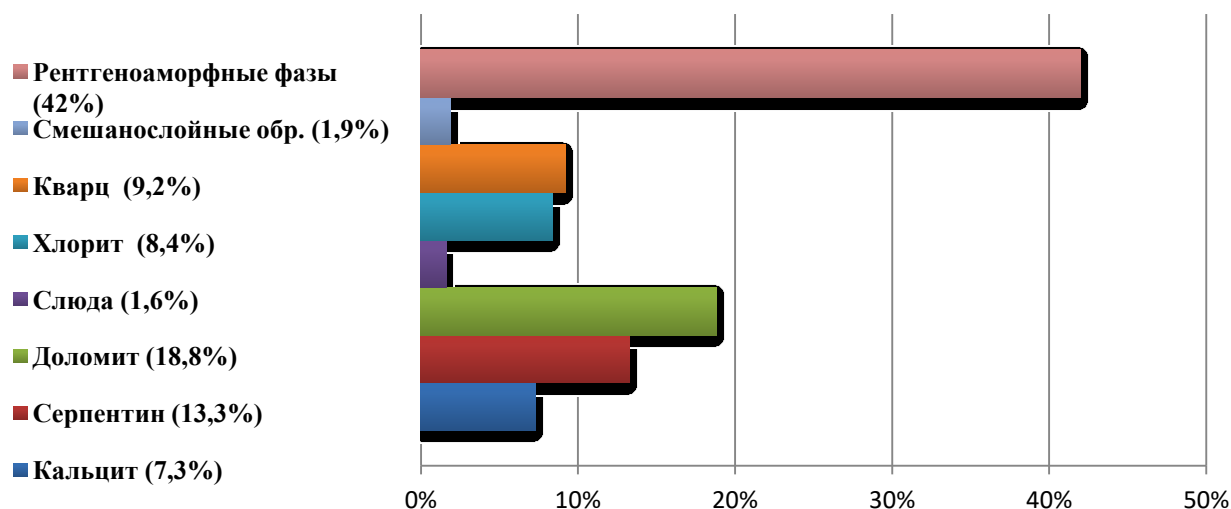


Рисунок 3.4 – Средние содержания вторичных минералов в шламовых продуктах (фракция -0,05+0,01 мм)

Минеральный состав класса шламов -0,01+0,001 мм: кальцит (4,5%), серпентин (12%), доломит (9%), слюда (0,37%), хлорит (7,9%), кварц (7%), тальк (0,3%) смектиты смешанослойные образования (1,9 %) и рентгеноаморфные фазы (55%). Преобладает ассоциация серпентин-карбонатов (рисунок 3.5).

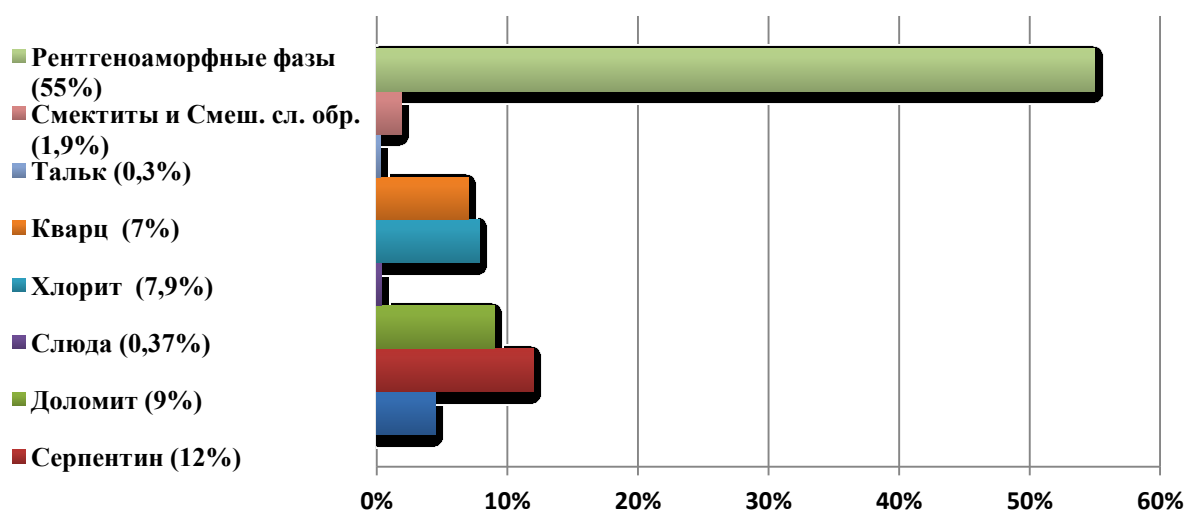


Рисунок 3.5 – Средние содержания вторичных минералов в шламовых продуктах (фракция -0,01+0,001мм)

Минеральный состав шламового класса (менее 0,001 мм) отличается уменьшением доли кальцита (1,8%), серпентина (15,6%), доломита (2,5%), слюды (0,1%), хлорита (2,2%), кварца (3,1%), смектитов со смешанослойными образованиями (2,6%). Доля рентгеноаморфной фазы достигает 72% (рисунок 3.6).

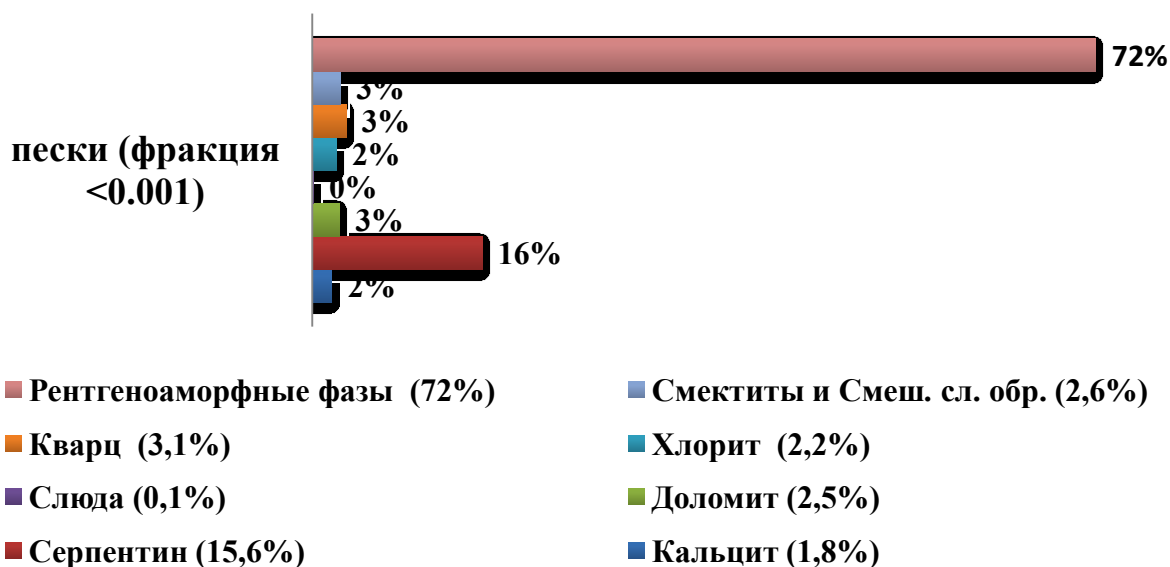


Рисунок 3.6 – Средние содержания вторичных минералов в шламовых продуктах (фракция <0.001)

Сравнительный анализ ассоциаций вторичных минералов трубок «Нюрбинская», «Ботуобинская» и песков (шламов) хвостов их обогащения в схеме фабрики № 16, представленный на рисунке 3.7, показал хорошую повторяемость составов, что обусловлено формированием шламовых классов преимущественно за счет кимберлитов.

Анализ полученных данных показывает, что в кимберлитах трубок «Нюрбинская», «Ботуобинская» преобладают как частично измененные, так и полностью измененные кимберлиты. Между собою состав этих трубок различается незначительно. По сравнению с другими месторождениями Западной Якутии они являются более измененными, поскольку в них реже отмечаются парагенетические ассоциации кимберлитов и более часто фиксируются ассоциации тальк-карбонаты, смектит-карбонаты.

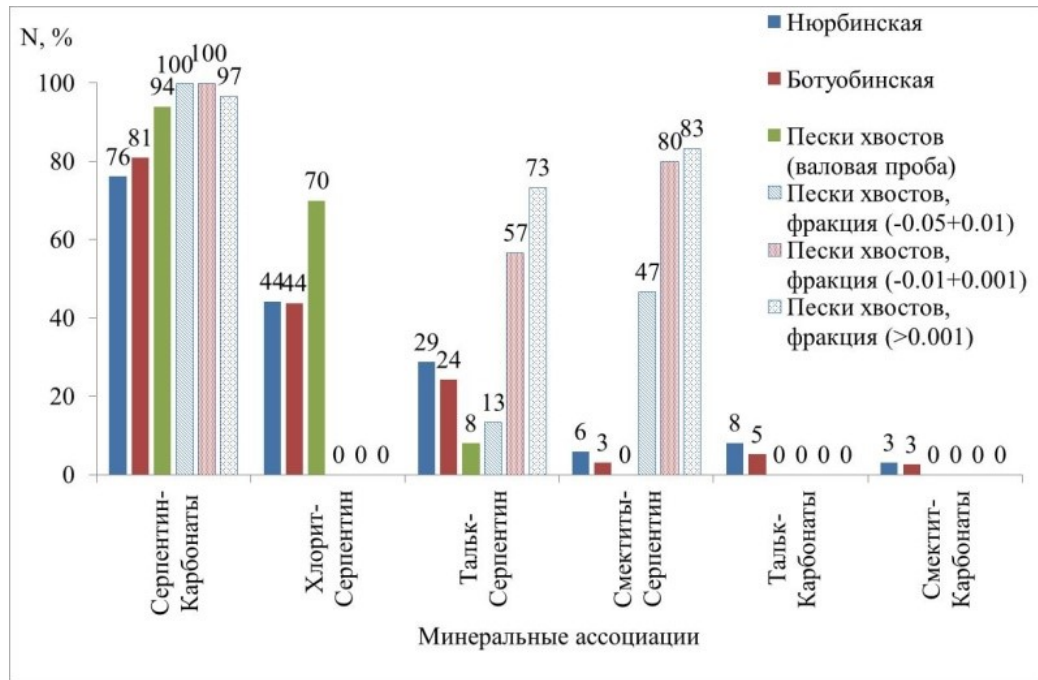


Рисунок 3.7 – Сравнительный анализ ассоциаций вторичных минералов в кимберлитах трубок «Нюрбинская», «Ботубинская» и песков (шламов) хвостов их обогащения в схеме фабрики № 16 Нюрбинского ГОКа

На следующем этапе проводимых исследований изучены пробы алмазосодержащего материала, поступающего в процесс липкостной сепарации (ЛС), и продукты его сепарации при обогащении кимберлитов трубок «Нюрбинская» и «Ботубинская» в схеме ОФ№16 Нюрбинского ГОКа

Зернистый материал исходного питания, продукта и хвостов ЛС крупности $-6 +3$ мм представлен обломками кимберлита, карбонатных и осадочных пород, нередко присутствуют гранаты.

Обломки разной степени измененности из крепких, метаморфических пород обычно серого, зеленовато-серого цвета. В составе метаморфических пород диагностированы гранаты, хлорит, полевые шпаты, амфиболы, сульфиды, серпентин.

Среди отдельных зерен в составе материала проб наиболее часто встречаются гранаты, пирит, пироксен, сидерит, полевые шпаты, хромит, лимонит. В пробах также обнаружены силикаты (кварц, амфиболы, флогопит, эпидот, дистен, серпентин, хромдиопсид, циркон).

Материал питания липкостной сепарации класса $-6+3$ мм характеризуется низким содержанием зерен крупностью -1 мм. В 4 из 9 проанализированных проб

такой фракции не обнаружено, а в остальных содержание этого класса не превышает 5% по массе, что говорит о достаточной эффективности обесшламливания материала на предшествующих операциях.

Содержание легкой фракции в классе $-6+1$ мм зернистого материала липкостной сепарации крупностью $-6+3$ мм на уровне 6-11% по массе. Состав обломков пород в материале исходного питания, продукта и хвостов липкостной сепарации крупности $-3+1$ мм аналогичен составу класса крупности $-6+3$ мм. Состав зерен минералов более широкий. В классе питания липкостной сепарации $-3+1$ мм дополнительно диагностированы тальк, сульфиды (сфалерит, миллерит), карбонаты (кальцит), сульфаты (целестин, барит). Заметно повышение доли гранатов в пробах хвостов липкостной сепарации крупности $-3+1$ мм.

Исследования материала из насыщенной мази (концентрата) липкостной сепарации (класс $-3+1$ мм), полученного после растворения мази в бензине, позволили установить наличие мелкокристаллического гипса в классе $-0,5$ мм во всех пробах. Кроме того, в материале из мази определяется тальк.

Содержание зерен класса -1 мм в пробах исходного питания и хвостов липкостной сепарации класса $-3+1$ мм составляет 16-28% по массе. В всех пробах материала содержание зерен размера -1 мм в 2 раза выше.

В пробах исходного питания и хвостов липкостной сепарации крупности $-3+1$ мм и $-6+3$ мм по классу -1 мм наблюдаются близкие значения содержания легкой фракции. Однако содержание легкой фракции в пробах концентрата липкостной сепарации крупности $-3+1$ мм существенно более высокое, чем для класса $-6+3$ мм. Во всех пробах питания липкостной сепарации крупности $-3+1$ мм также существенно более высокое, чем в материале крупностью $-6+3$ мм, содержание шламового класса.

В результате исследования вещественного состава материала исходного питания, концентрата и хвостов обогащения, отобранных в различные периоды переработки рассматриваемых кимберлитов, были установлены следующие важные для технологического процесса факторы:

- высокое, относительно исходного питания и хвостов, содержание шлама (материал -1 мм) и легкой фракции в пробах концентрата липкостной сепарации $-3+1$ мм, что может быть одним из факторов излишнего насыщения мази легким мелкозернистым материалом;

- отмечается повышенное содержание талька в пробах концентрата, отобранных в период максимальных потерь алмазных кристаллов с хвостами липкостной сепарации по крупности $-3+1$ мм;

- на зернах минералов и в мази присутствуют микрокристаллы сульфатов и карбонатов, неоднократно кристаллизующиеся и растворяющиеся из высокоминерализованной оборотной воды на различных этапах переработки руды перед поступлением на липкостную сепарацию.

3.2. Исследование состава, строения и свойств минеральных образований на поверхности алмазов из продуктов липкостной сепарации

На поверхности алмазов и минералов из различных источников (эндогенные, экзогенные условия, среда в процессе переработки руды) по различным механизмам формируются скопления минеральных фаз, называемых минеральными образованиями, пленками [91]. Степень загрязнения алмаза зависит от множества факторов, таких как поверхностные свойства контактирующих фаз, ионный состав водной фазы, температура, давление и др. Наличие минеральных образований различного состава и структуры на поверхности минералов изменяют гидрофобно-гидрофильные свойства кристаллов алмазов и влияют на эффективность их извлечения при липкостной сепарации [102].

На алмазах и минералах исследуемых проб посторонний материал представлен минеральными образованиями различной площади, толщины и степени связи с подложкой. Поверхностные гидрофилизующие образования могут быть представлены покрытиями значительной размеров или сконцентрированы в локальных трещинах, впадинах и также в входящих углах смежных поверхностей. В целом материал проб исходного питания и хвостов характеризуется значительными распространением площадных покрытий (пленок) по поверхности алмазов. В естественных природных трещинах, впадинах на поверхности алмазных кристаллов диагностированы максимальные скопления хорошо закрепленного постороннего материала. Количество минеральных образований на алмазах в исходном питании и хвостовом продукте существенно выше, чем на извлеченных в концентрат. Внешний вид поверхностных образований разнообразен и может быть условно разделен на

шламовые покрытия большой площади (рисунок 3.8 а, б), массивные рельефные образования (рисунок 3.8 в), комбинированные минеральные образования (3.8 г).

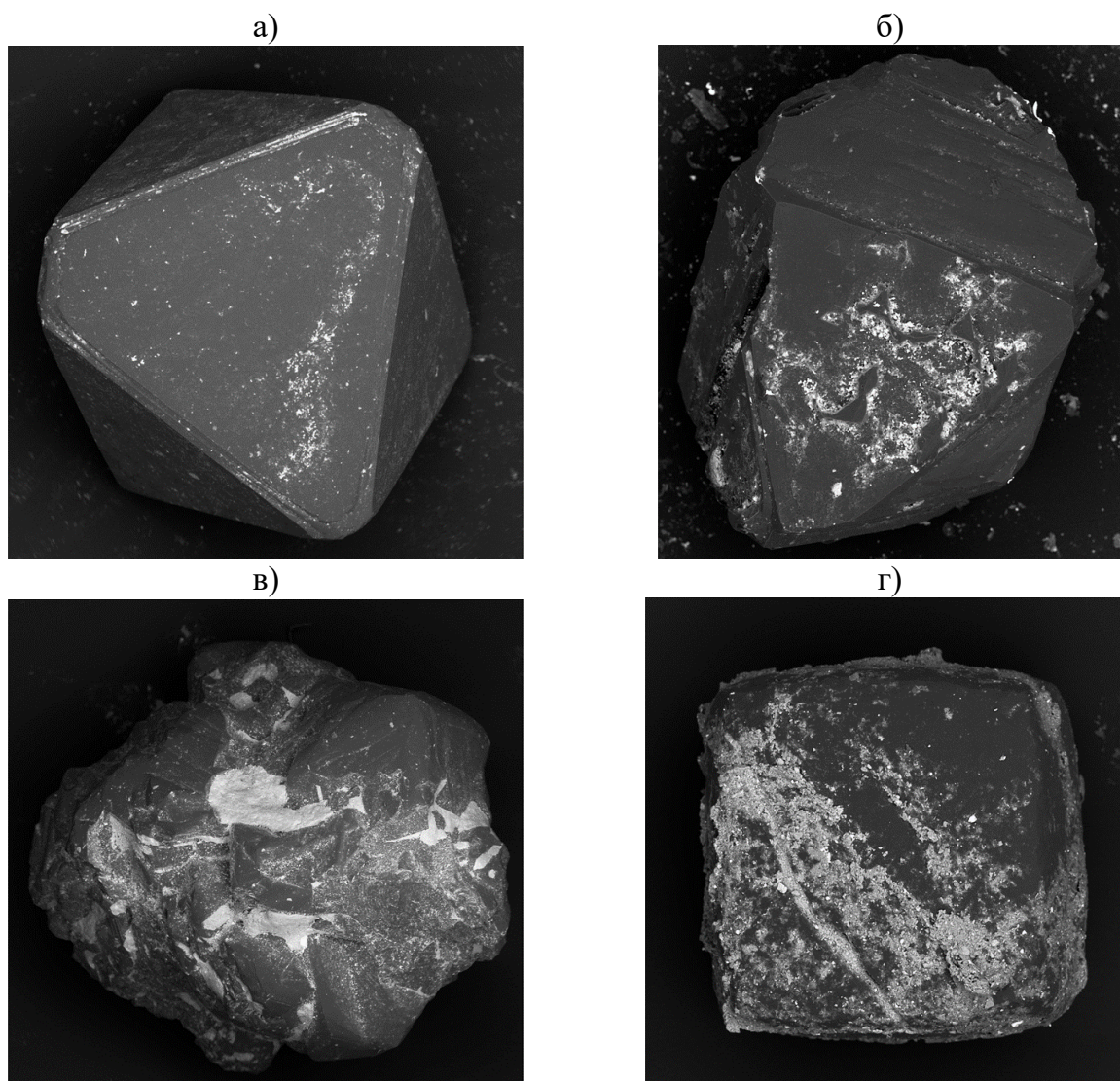


Рисунок 3.8 - Минеральное вещество на поверхности алмазов, где: а, б – локализация шламового материала на алмазах; в – локализация сросшегося материала; г – смешанные образования

Анализ изображений показывает, что минеральные покрытия на алмазах сложены скрыто- и микрокристаллическим материалом, где диагностированы микрочерна (до 20 мкм) кимберлитовых минералов (пиропы, пикроильмениты, оливин), а также хлорит, флогопит, пирит, апатит, доломит, гидроокислы железа (гетит и др.), сульфаты (нередко гипс), карбонаты (в основном кальцит, редкие точки с карбонатами железа).

Исследования поверхностных минеральных образований на кристаллах алмаза в режимах электронного микроскопа показали наличие гидрофильных шламовых примазок, распределенных относительно равномерным слоем.

Наиболее часто встречающимися поверхностными минеральными образованиями на кристаллах алмаза являются шламовые смешанные силикатно-карбонатные примазки (рисунок 3.9).

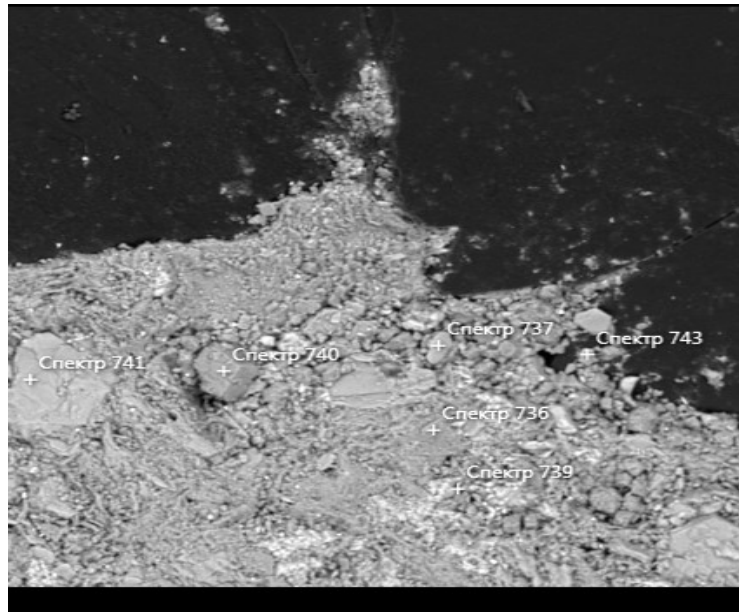


Рисунок 3.9 – Гидрофильные силикатно-карбонатные примазки, распределенные на поверхности алмаза

Микрорентгеноспектральным методом были определены химический состав силикатно-карбонатных образований (рисунок 3.10 а, б).

Химический состав силикатного участка исследованного шламового образования (рисунок 3.10а) следующий: SiO_2 (26,3%); MgO (11,7%); FeO (6,2%); K_2O (5,7%); Al_2O_3 (8%); TiO_2 (2,4%). Предварительными исследованиями отмечается значительная концентрация воды (до 30%).

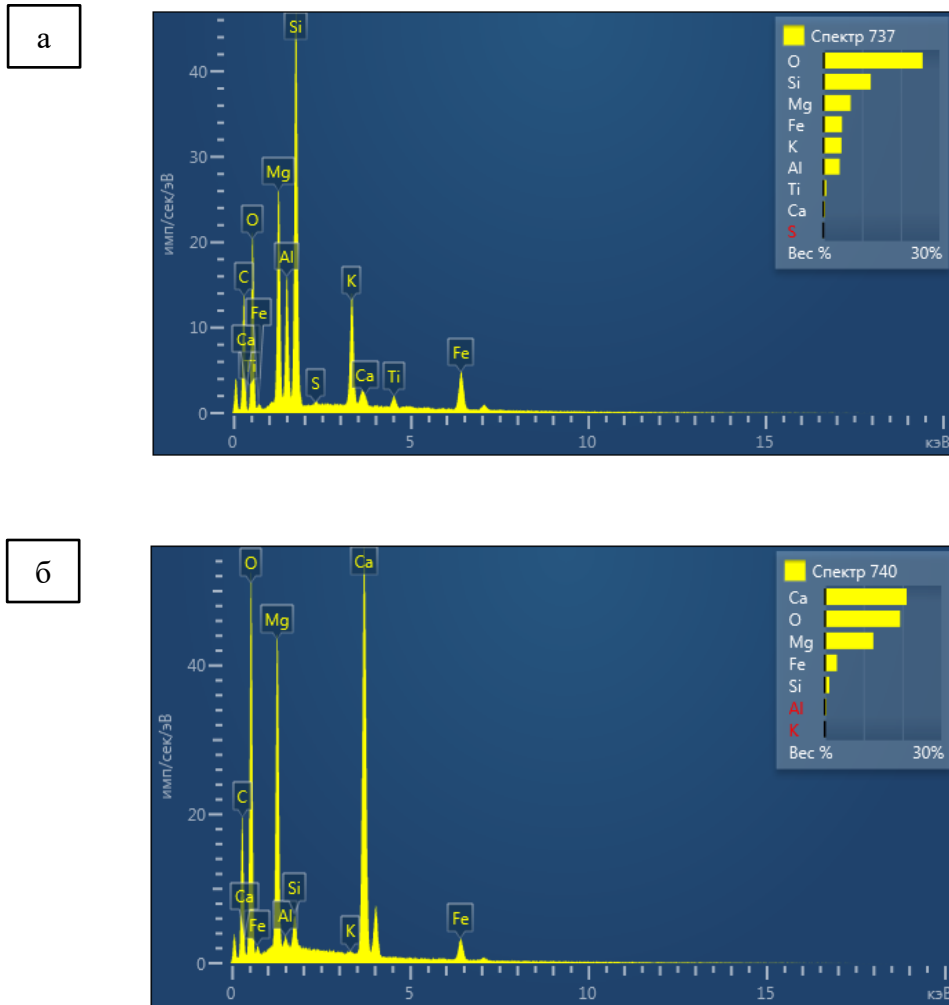


Рисунок 3.10 – Рентгеновские спектры пиков регистрации химических элементов минеральных силикатно-карбонатных образований (спектры 737, 740)

Химический состав карбонатного участка шламового образования (рисунок 3.10б) следующий: MgO (20,8%); CaO (29,5%); SiO₂ (2,6%); FeO (4%); Al₂O₃ (0,9%). Проведенными исследованиями отмечается значительная концентрация воды (до 35%).

Анализ рентгеновских карт распределения химических элементов (рисунок 3.11, а-е) по соотношениям интенсивности (поверхностной концентрации) позволяет определить минеральный состав поверхностных образований. Аллюмосиликатные участки шламовой примазки диагностируются как хлоритизированная слюда. Карбонатные участки диагностируются как железосодержащие карбонаты кальция и магния.

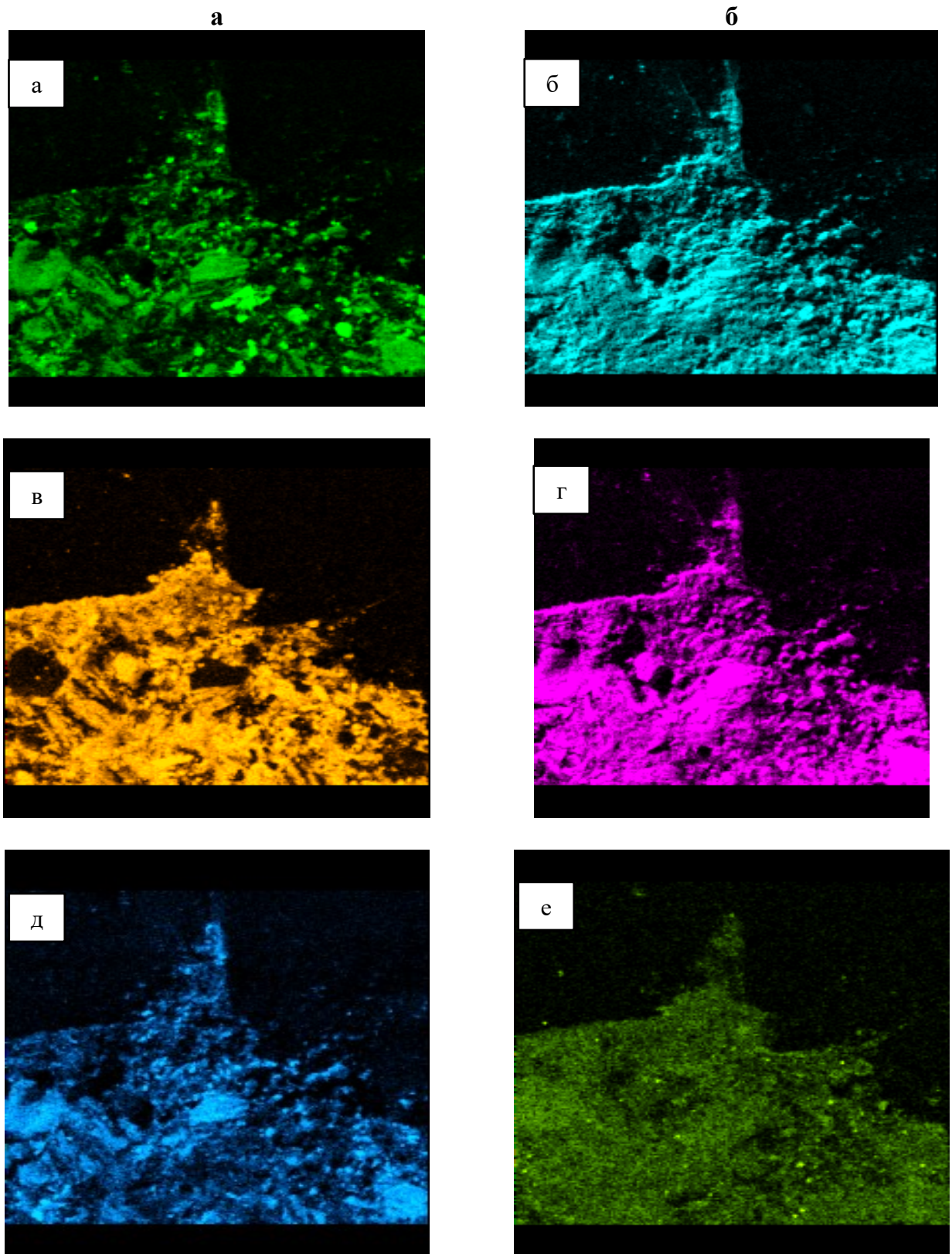


Рисунок 3.11. – Рентгеновские карты распределения химических элементов, содержащих: а - кремний (Si), б – кислород (O), в – кальций (Ca), г – магний (Mg), д – алюминий (Al), е – железо (Fe)

Анализ состава более глубоких слоев, вскрывшихся после удаления шламовой примазки, показал, что подложкой шламовой примазки на поверхности кристалла алмаза служит железосодержащий минерал с пиком интенсивности (Fe K α), образованный, вероятно, в процессе метасоматических изменений. Шламовые силикатно-карбонатные примеси, с пиком интенсивности (Ca, Mg, Si, Al) закрепились на железосодержащей подложке позже, по-видимому путем адгезии [26].

Химический состав характерного для алмазов трубки Нюрбинская шламового образования, не содержащего карбонаты (рисунок 3.12, а, б), следующий: SiO₂ (39,1%); MgO (25,4%); Al₂O₃(12,2%); FeO (12,1%); K₂O (3,1%); TiO₂ (1,8%); CaO (1%); SO₂ (2,4%); вода – около 7%. По химическому составу шламовое минеральное образование в значительном количестве представлено хлоритизированной слюдой.

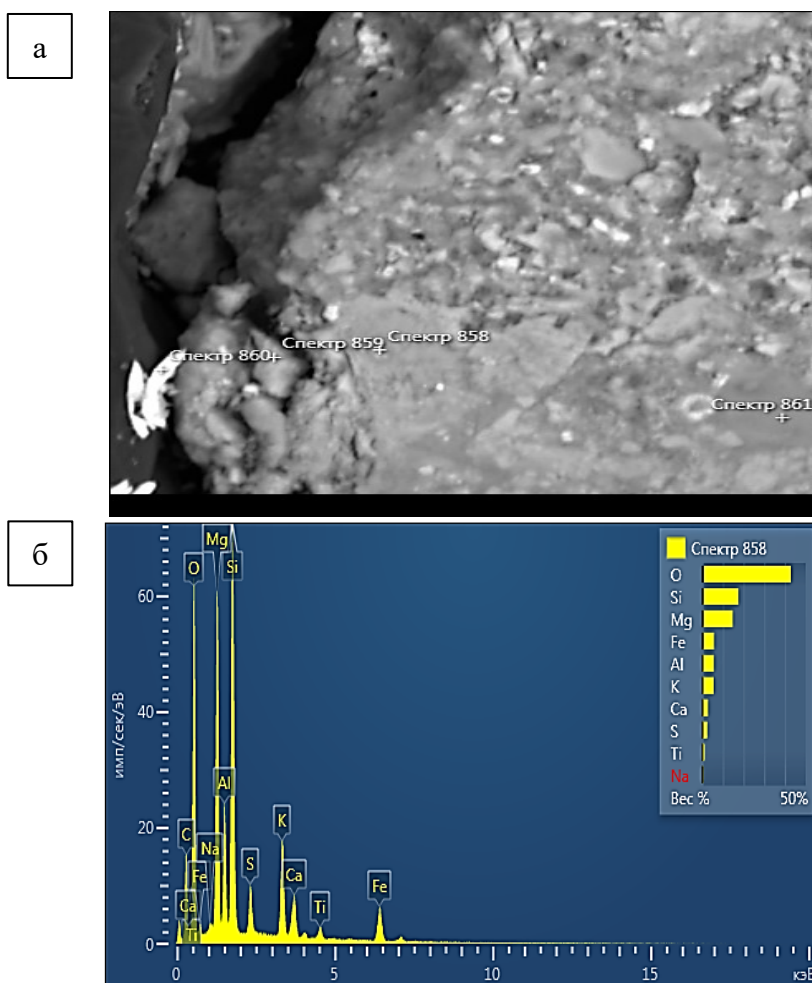


Рисунок 3.12 – Изображение (а) и спектрограмма (б) алюмосиликатной шламовой примазки на поверхности алмаза

Другим характерным типом шламового образования является примазка преимущественно кальциевого состава. Анализ рентгеновских спектров такой примазки (рисунок 3.13 а, б) показывает преобладание кальциевых минералов. Химический состав изученного шламового образования: CaO (50,8%); P₂O₅ (40,4%); SiO₂ (3,2%); MgO (2,8%); FeO (0,7%); SO₂ (1,4%). По химическому составу данное минеральное образование – апатит. Массовая доля воды составила около 7%.

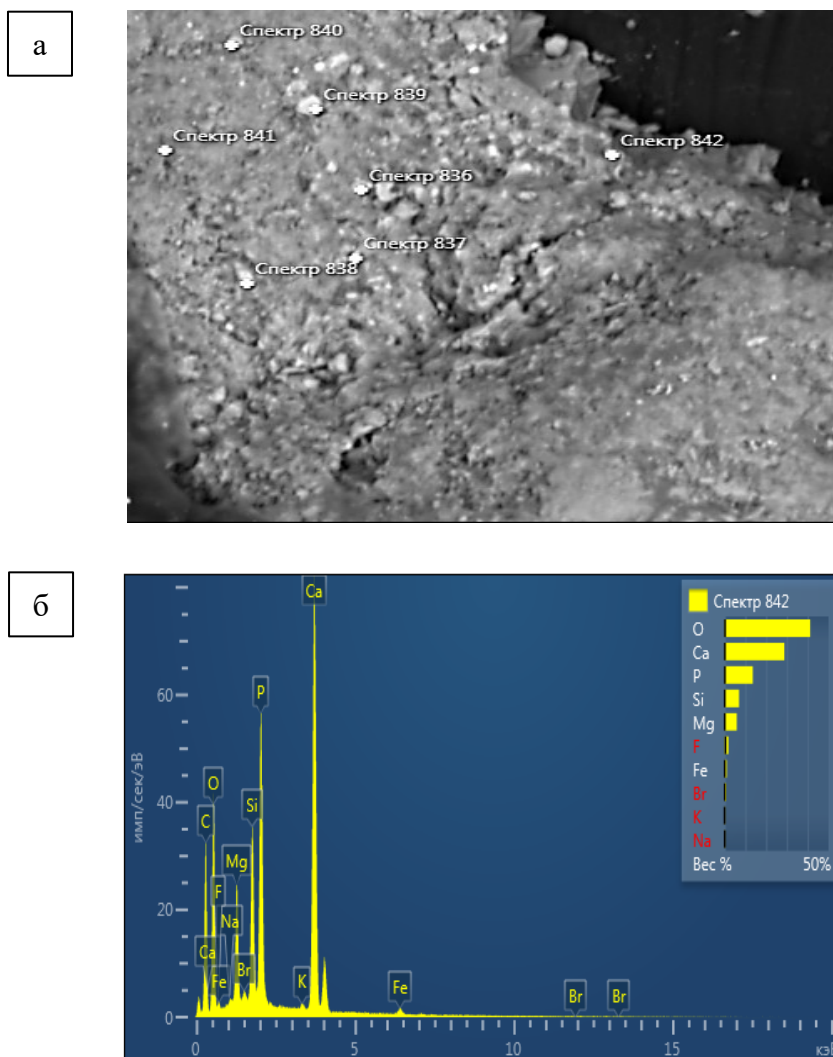


Рисунок 3.13 – Изображение (а) и спектрограмма (б) апатитовой шламовой примазки на поверхности алмаза

Анализ минерального состава поверхностных образований включал компьютерную обработку 950 разовых спектров и определений. При проведении анализа использовалась база данных по элементному составу основных минералов, представленный в таблице 3.1.

Таблица 3.1 – Элементный состав минералов, диагностируемых на поверхности алмазов

Окислы	Пироп	Пикроильменит	Оливин	Флогопит	Хлоритизированная слюда	Хлорит	Пирит	Гидроокислы Fe	Доломит	Апатит	Гипс
Na ₂ O	0.00	0.00	0.72	0.00	0.78	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
MgO	19.65	7.52	28.5	25.86	27.2	30.74	0.73	7.87	35.8	2.86	1.12
Al ₂ O ₃	17.20	0.00	0.00	13.85	12.1	3.96	0.00	0.00	1.06	0.00	0.00
SiO ₂	41.79	7.11	56.8	43.33	39.3	55.23	0.73	9.35	4.16	3.20	1.66
K ₂ O	0.00	0.00	0.28	5.23	3.08	0.49	0.00	0.00	0.30	0.00	0.00
CaO	3.90	0.63	1.47	0.29	1.00	1.29	0.00	0.25	51.0	50.8	40.47
TiO ₂	0.34	43.36	0.00	2.13	1.85	0.00	0.00	0.96	0.00	0.00	0.00
Cr ₂ O ₃	4.77	0.56	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
MnO	0.47	1.56	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
FeO	11.87	38.36	4.83	9.31	11.4	7.11	29.90	80.7	7.29	0.73	0.00
W	0.00	0.00	0.00	0.00	0.24	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
P ₂ O ₅	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	40.5	0.00
SO ₂	0.00	0.91	6.31	0.00	2.28	1.18	68.64	0.00	0.00	1.48	56.76
Сумма	100.0	100.0	98.9	100.0	99.4	100.0	100.0	99.18	99.63	99.5	100.00

На зернах отдельных минералов отмечены новообразования вторичных минералов. Так, на пирите некоторых проб продуктов липкостной сепарации отмечены гидроокислы Fe, которые возможно образовались в процессе переработки руды [63].

Ввиду значительного содержания рентгеноаморфных фаз были проведены ИК-спектроскопические исследования как локального характера с использованием ИК-микроскопа, так и через широкое оптическое окно (в KBr).

В спектрах ИК-поглощения чистых гидрофобных алмазов зафиксированы весьма слабые полосы, которые могут быть определены как наложение полос гипса и силикатов. В отличие от них, на гидрофильных алмазах наблюдаются отчетливые полосы гипса, силикатов (среди них возможно тальк), карбонатов (рисунок 3.14) [71, 104, 106].

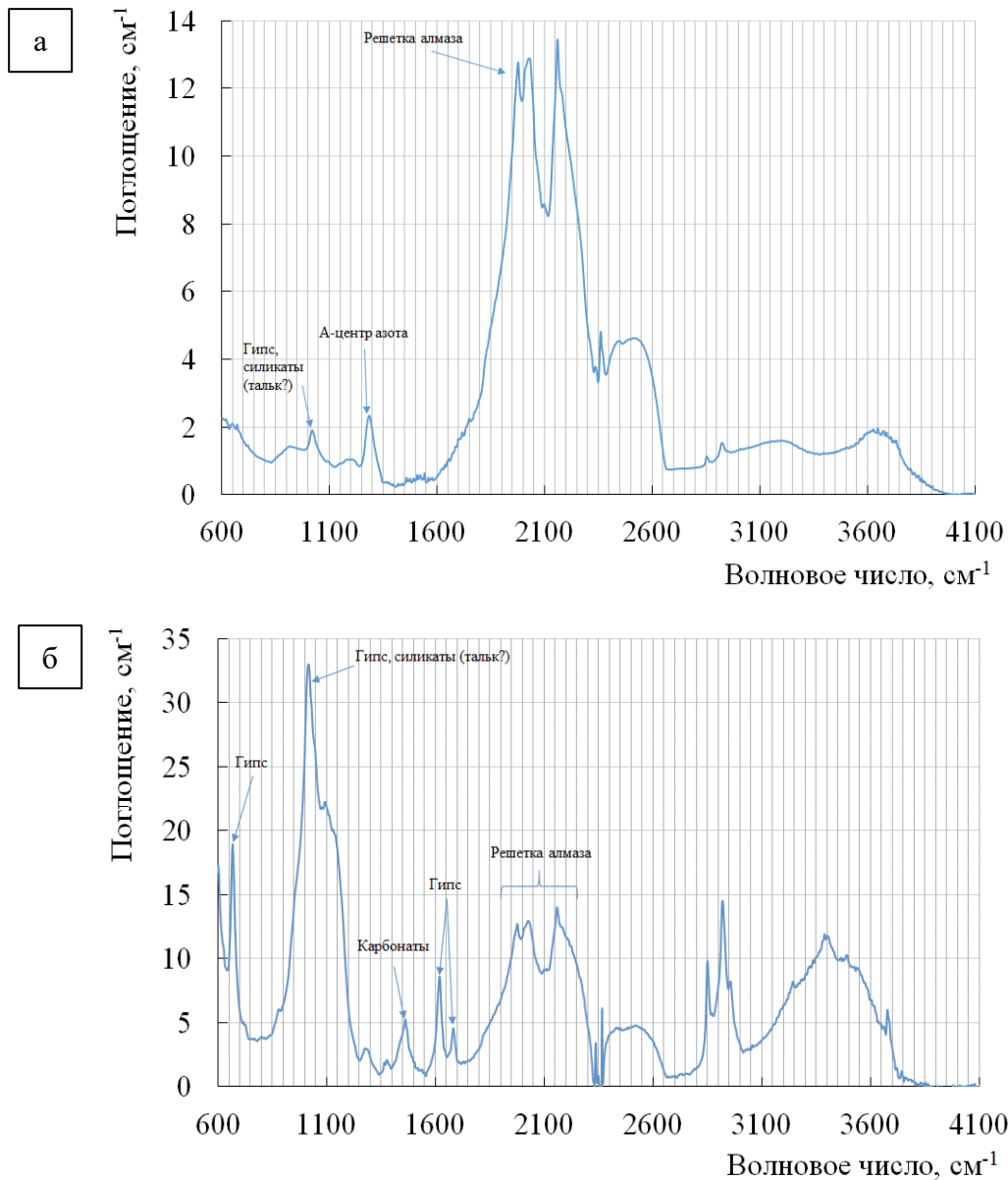


Рисунок 3.14 - Спектр ИК-поглощения алмазов: чистого гидрофобного (а) и гидрофильного алмаза с минеральной пленкой на поверхности (б)

Значительное поглощение ИК-излучения в области волновых чисел 3400 см^{-1} свидетельствует о значительной концентрации воды, которая не является элементом алмаза или минералов, идентифицируемых на поверхности, а содержится в порах.

Анализ обобщенных данных по составу и строению поверхностных образований позволил сделать вывод, что для алмазов трубок «Нюрбинская» и «Ботубинская» характерно наибольшее распространение шламовых конгломератов силикат-карбонатно-фосфатного и тальк-сметитового состава (более 60%, таблица 3.2).

Таблица 3.2 – Состав и свойства минеральных образований различного генезиса на алмазах трубок «Нюрбинская» и «Ботубинская» черного концентрата липкостной сепарации

Тип поверхностного минерального образования	Частота встречаемости	Относительная доля, %	Минеральный состав, %				
			Карбонаты	Фосфаты	Гидроксид железа	Слоистые алюмосиликаты (АС)	Глины
Трубка «Нюрбинская»							
1. Шламовый конгломерат силикат-карбонат-фосфатного состава	176	49,5	<u>4-26</u> 15	<u>13-24</u> 18,5	<u>0,5-1,9</u> 1,7	<u>17-32</u> 24,5	<u>16-45</u> 30,5
2. Шламовый конгломерат тальк-сметитового типа	34	9,6	<u>3-7</u> 5	<u>3-7</u> 5	<u>0,1-1,5</u> 0,8	<u>33-73</u> 53	<u>16-28</u> 22
3. Рельефный сросток породообразующих минералов и алмаза	67	18,9	<u>23-44</u> 33,5	<u>13-33</u> 23	<u>1,5-6,5</u> 4	<u>12-24,5</u> 18,25	<u>6-18</u> 12
4. Техногенное пленочное образование	78	22,0	<u>53-80</u> 61,5	<u>2-16</u> 9	<u>1,5-4,5</u> 3	<u>3-12</u> 7,5	<u>3-12</u> 7,5
Трубка «Ботубинская»							
1. Шламовый конгломерат силикатного карбонат-фосфатного состава	134	46,3	<u>2-20</u> 11	<u>12-28</u> 20	<u>0,7-1,2</u> 0,95	<u>10-27</u> 29	<u>12-36</u> 22
2. Шламовый конгломерат тальк-сметитового типа	41	14,1	<u>3-9</u> 6	<u>3-9</u> 6	<u>0,1-1,7</u> 0,9	<u>33-63</u> 35	<u>16-22</u> 19
3. Рельефный сросток породообразующих минералов и алмаза	54	18,6	<u>23-44</u> 46	<u>13-33</u> 23	<u>1,9-7,5</u> 9,4	<u>12-24,5</u> 18,25	<u>9-19</u> 14
4. Техногенное пленочное образование	61	21,0	<u>46-66</u> 56	<u>2-12</u> 7	<u>1,9-3,5</u> 2,7	<u>4-14</u> 9	<u>4-14</u> 9

При сохранении общих характеристик для кимберлитов трубки «Нюрбинская» наблюдается несколько отличающаяся представительность отдельных типов минеральных образований, в частности, большее проявление карбонатных минералов.

Результаты визиометрического анализа показали, что кристаллы алмазов из проб исходного питания и продуктов липкостной сепарации полностью или частично закрыты пленками минералов. Наибольшее количество минеральных образований

находится в природных трещинах, углублениях, двугранных углах между смежными поверхностями, а также в природных скульптурах растворения. Монозернистые покрытия большой площади наиболее часто диагностируются в вогнутых участках поверхности. Выпуклые участки поверхности алмазов часто полностью лишены пленок.

Измеренные значения краевого угла смачивания различными типами воды кристалла октаэдрического габитуса подтверждают гидрофобность природной поверхность алмаза (рисунок 3.15).

С увеличением в воде минерализации и содержания флокулянта поверхность теряет свои гидрофобные свойства вследствие техногенной гидрофилизации (

Таблица 3.3).

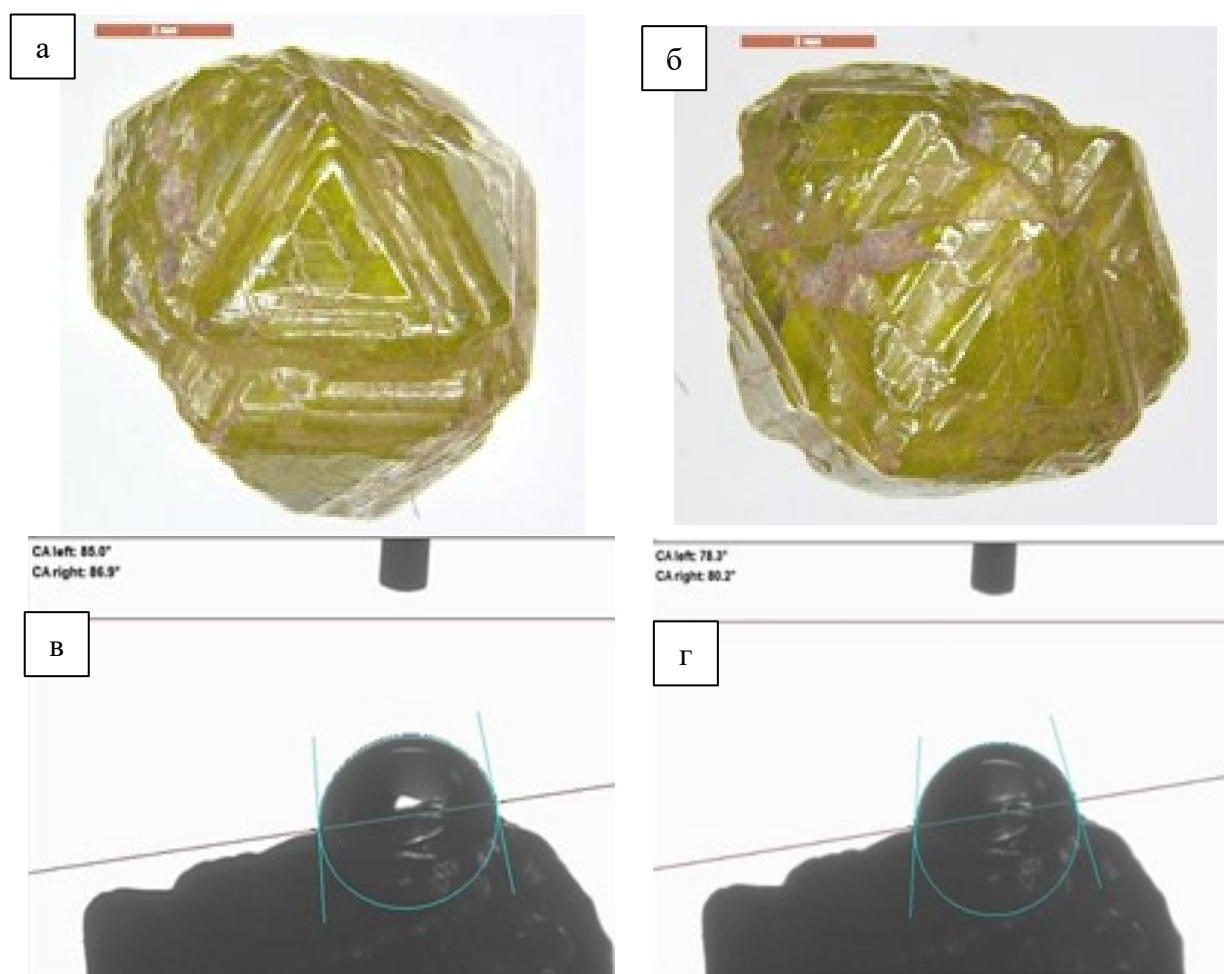


Рисунок 3.15 - Изображение гидрофобного алмаза (а, б) и результаты измерения краевого угла смачивания (в, г)

Таблица 3.3 - Оценка гидрофобности поверхности октаэдрического алмаза

Вода	Угол смачивания, °			
	1 грань		2 грань	
	левый	правый	левый	правый
дистиллированная	85,0	86,9	78,3	80,2
технологическая	77,7	79,8	72,6	74,8
оборотная	68,8	71,0	67,0	69,1

Наличие на кристалле алмаза минеральной пленки существенно изменяет его поверхностные свойства. Уменьшение величины краевого угла смачивания кристалла октаэдрического габитуса с образовавшейся после выдерживания в оборотной воде минеральной пленкой до $67,0 - 69,1^\circ$ (таблица 3.3) показывает, что поверхность алмаза становится существенно более гидрофильной (Рисунок 3.16).

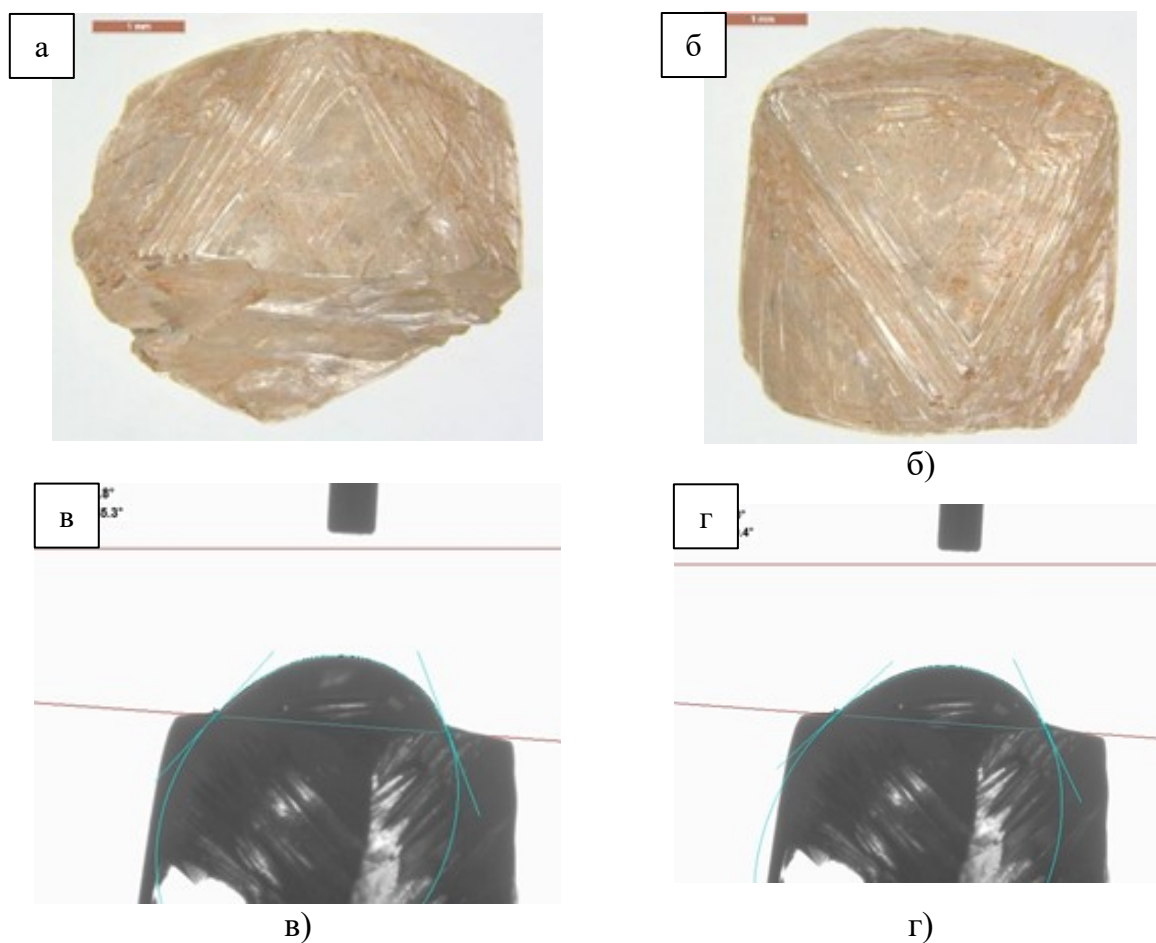


Рисунок 3.16 - Изображение октаэдрического гидрофильного алмаза (а, б) и результаты измерения краевого угла смачивания (в, г)

Значения краевого угла смачивания кристалла кубического габитуса демонстрируют, что природная поверхность данного типа алмаза является менее гидрофобной по сравнению с кристаллами октаэдрического габитуса. Уменьшение величины краевого угла смачивания кристалла октаэдрического габитуса с образовавшейся после выдерживания в оборотной воде минеральной пленкой до $50,8 - 52,6^\circ$ показывает, что поверхность алмаза становится гидрофильной, (рисунок 3.17, Таблица 3.).

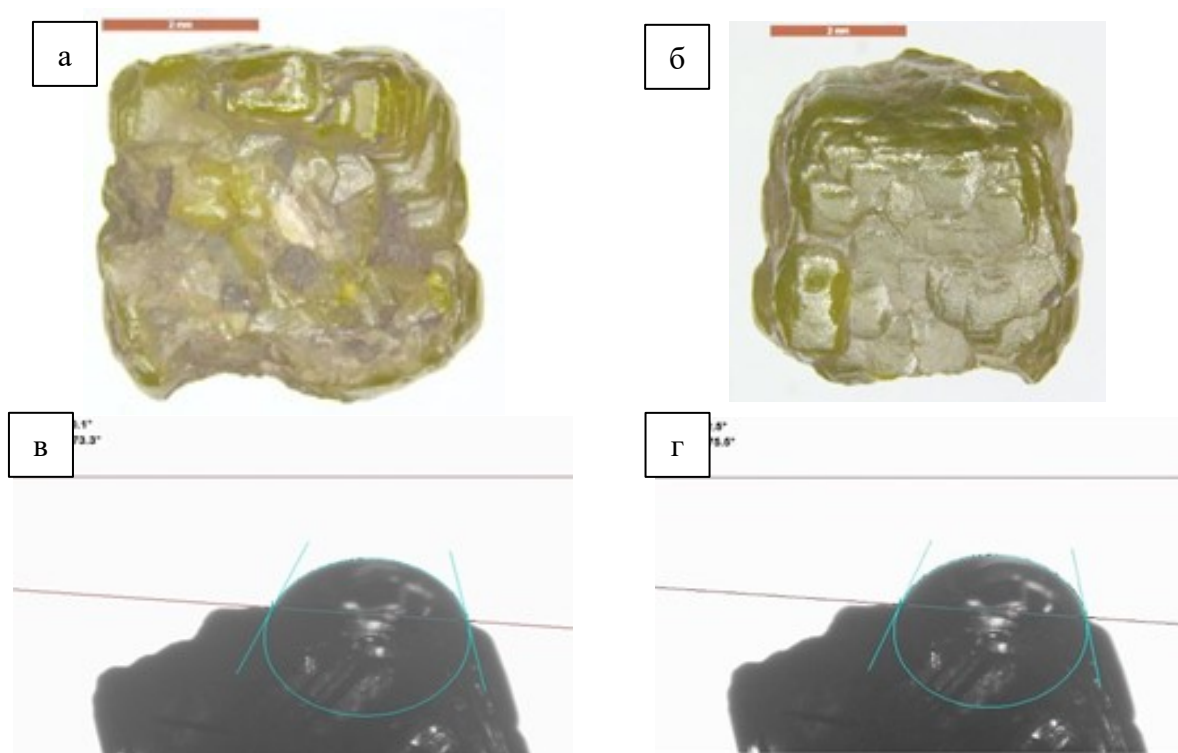


Рисунок 3.17 - Изображение гидрофильного кубического алмаза (а, б) и результаты измерения краевого угла смачивания (в, г)

Таблица 3.4 - Оценка гидрофобности поверхности кубического кристалла алмаза

Вода	Угол смачивания			
	1 грань		2 грань	
	левый	правый	левый	правый
дистиллированная	70,1	73,3	72,5	75,5
технологическая	61,9	64,7	64,3	67,1
оборотная	50,8	52,4	59,4	52,6

Полученные экспериментальные данные свидетельствуют, что алмазы октаэдрического габитуса имеют относительно более гидрофобную поверхность, чем

алмазы кубического габитуса. Вследствие техногенной гидрофилизации на кристаллах алмазов всех типов образуются минеральные пленки и кристаллы становятся более гидрофильными. При этом степень гидрофилизации кристаллов кубического габитуса (краевой угол смачивания $50,8 - 52,6^\circ$) вполне может привести к потерям этих кристаллов в операции липкостной сепарации.

Выводы к главе 3

1. Анализ данных минералогических исследований показывает, что в кимберлитах трубок «Нюрбинская» и «Ботубинская» преобладают частично измененные и полностью измененные минералы. Кимберлиты трубки «Ботубинская» представлены первичным и гипергенным кальцитом (31%), серпентином (19%), доломитом (17%) и слюдой (10%), хлоритом (8%), тальком (2%), кварцем, гипсом (1%). Преобладает ассоциация серпентин-кальцит. Кимберлиты этой трубки являются наиболее карбонатизированными. Трубка «Нюрбинская» содержит в качестве гипергенных породообразующих минералов доломит (20%), слюду (19%), серпентин (18%), тальк (10%), хлорит (7%), кварц (2%), смектиты, гипс (1%). Преобладает ассоциация доломит-серпентин.

2. В пробах шламовых продуктов переработки кимберлитовых руд в наибольшей мере представлены кальцит (14%), серпентин (7%), доломит (31%), слюда (5%), хлорит (5%), кварц (19%) и рентгеноаморфные фазы (46%). Преобладает ассоциация серпентин-карбонатов. Минеральный состав шламового класса (менее 0,001 см) отличается увеличением доли серпентина (15,6%), уменьшением доли доломита (2,5%), слюды (0,1%), хлорита (2,2%), кварца (3,1%), смектитов со смешанослойными образованиями (2,6%). Доля рентгеноаморфной фазы достигает 72%.

3. Рентгеноспектральными исследованиями установлено, что минеральные образования на алмазах сложены скрыто- и микрокристаллическим материалом, где диагностированы микрозерна хлорита, флогопита, пирита, апатита, доломита, гидроокислов железа (гетита и др.), сульфатов (гипса), карбонатов (в основном кальцита и карбоната железа) и в меньшей мере первичных кимберлитовых минералов (пироба, пикроильменита, оливина). Поверхностные образования преимущественно представлены шламовыми покрытиями большой площади и в виде единичных зерен, в

меньшей мере массивными рельефными образованиями, а также комбинированными минеральными образованиями с техногенными пленками.

4. Рентгеновскими и ИК-спектральными исследованиями установлено, что гидрофилизующие шламовые поверхностные образования на алмазах, извлеченных из продуктов липкостной сепарации кимберлитов трубок «Нюрбинская» и «Ботубинская», преимущественно представлены адгезионно закрепившимися шламовыми конгломератами силикат-карбонат-фосфатного и тальк-сметитового состава, относительная доля которых достигает 59,1 и 60,4%. Спектральными исследованиями установлены значительные количества водной фазы (от 7 до 37%), заполняющей поры шламовых конгломератов.

5. Измерение краевого угла смачивания на коллекции алмазов различных типов показало, что природные кристаллы алмазов кубического габитуса являются менее гидрофобными по сравнению с кристаллами октаэдрического габитуса. Вследствие техногенной гидрофизации в оборотной воде цикла липкостной сепарации на кристаллах алмазов всех типов образуются минеральные пленки, и они становятся более гидрофильным. Высокая степень гидрофизации кристаллов кубического габитуса (краевой угол смачивания $50,8 - 52,6^\circ$) может быть причиной потерь этих кристаллов в операции липкостной сепарации.

ГЛАВА 4. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОБОСНОВАНИЕ ПРИМЕНЕНИЯ КОМБИНИРОВАННОЙ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЙ И УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ТЕХНОЛОГИИ ДЛЯ ВОССТАНОВЛЕНИЯ ГИДРОФОБНОСТИ АЛМАЗОВ

При разработке ультразвуковой технологии повышения гидрофобности поверхности алмазов ставилась задача по удалению с нее гидрофилизирующих образований большой площади, имеющих структуру конгломератов тонких классов зерен породообразующих минералов с относительно прочным адгезионным сцеплением с поверхностью алмаза, не удаляющихся при обработке алмазосодержащей пульпы в механических аппаратах. Одновременно была поставлена не менее важная задача выбора параметров процесса, обеспечивающих сохранения алмазов в ультразвуковом поле.

4.1. Теоретическое обоснование и выбор параметров ультразвуковых воздействий

Задачей ультразвукового воздействия является разрушение и удаление минеральных образований в виде агрегатов породообразующих минералов с поверхности алмаза. Принципиальным моментом при выборе режимов обработки является сосредоточение ультразвукового воздействия на поверхностных образованиях без интенсивных воздействий непосредственно на кристаллы алмаза, что обусловлено в первую очередь необходимостью обеспечения их сохранности [11].

Согласно современным представлениям действие ультразвука на дисперсные системы происходит по нескольким механизмам, основными из которых являются ударные волны и кумулятивные струи, возникающие на поверхности частичек и распространяющиеся по трещинам и границам соединения агломератов, а также разрушение поверхностных пленок кавитационными пузырьками [19].

Первым параметром, требующим выбора значений, является частота или длина волны ультразвукового излучения. Повышение частоты излучения сопровождается увеличением мощности, передаваемой в объем. С другой стороны, ультразвук высокой частоты быстрее затухает и рассеивается в водно-дисперсной среде. Верхней границей частоты ультразвукового излучения целесообразно выбрать значения, при которых достигаются максимальные турбулентность водной фазы и частота соударений частиц

твердой фазы. Согласно современным представлениям турбулизация водной среды достигается течением колеблющейся жидкости вокруг относительно инерционного зерна алмаза, или вихрями, образующимися при схлопывании образующихся в результате процесса кавитации воздушных пузырьков.

В первом случае целесообразно использовать частоты, при которых инерционное зерно не успевает ускориться до скорости внешней среды при знакопеременных изменениях вектора скорости среды. Для зерна алмаза крупностью 2,5 мм (средний размер) расчетное время перехода в режим свободного падения составляет 0,5 с. Исходя из рекомендации не достигать сравнения скоростей движения жидкости и зерна, можно принять граничное значение длины волны равным половине времени перехода в режим свободного падения, составляющего 0,25 с. Это значение соответствует частоте ультразвука 4 Гц. Ультразвуковые частоты обычного диапазона (16 – 300 кГц) вполне удовлетворяют данному требованию [36].

Во втором случае необходимо выбирать амплитуду колебаний, при которой масштаб гидродинамического воздействия сравним с размером рельефных покрытий, что позволяет передать этим образованиям механический момент, достаточный для отрыва их от поверхности алмаза. Здесь надо ориентироваться на максимальный размер минеральных образований, которые согласно данным проведенных исследований составляют до 100 мкм ($1 \cdot 10^{-4}$ м) (таблица 4.1).

Таблица 4.1 - Гранулометрические характеристики твердых компонентов комплекса алмаз-поверхностное минеральное образование и размер кавитационных вихрей

Параметр	Крупность зерен твердой фазы в операциях, мм		Длина волны при частоте, мм		Размер вихря при схлопывании пузырька, мкм	
	Алмазный кристалл	Минеральное образование	20 кГц	1 МГц	начальный	конечный
Линейный размер	<u>0,5-5,0</u> 2,0	<u>0,01 -0,2</u> 0,1 мм	75,8	0,15	0,01	0.11

С учетом общих представлений можно выбрать граничную амплитуду ультразвуковых колебаний в 2 раза большую, чем размер минеральных образований ($2 \cdot 10^{-4}$ м). Такая амплитуда соответствует частоте ультразвукового поля около 10000 кГц. Такое поле может вызвать резонансные колебания минеральных образований

относительно зерен алмаза. Однако на момент проведения экспериментов такое оборудование отсутствует и, кроме того, столь высокая частота приведет к быстрому поглощению излучения [36]. Поэтому данный механизм в настоящий момент не был принят к реализации

Другим эффективным механизмом действия ультразвукового поля на дисперсную систему является воздействие вихрей, образующихся при схлопывании газовых пузырьков, образующихся в результате кавитационных процессов. Здесь важным является выдерживание определенного соотношения между размером вихря и размером включений, на разрушение которых направлена звуковая волна. Согласно литературным данным размер торовидного вихря первоначально равен 3-5 диаметрам схлопывающегося кавитационного пузырька и в дальнейшем растет, но теряет мощность [4]. При образовании кавитационных пузырьков вблизи поверхности алмаза с учетом вероятного пути вихря в межзерновом пространстве жидкой фазы пульпы можно предположить, что размер вихря увеличится до 5 - 10 диаметров кавитационного пузырька. Можно также предположить, что сдвиговые напряжения в жидкости под воздействием вихря будут наблюдаться в том же диапазоне линейных размеров.

В соответствии с данными работы [78] можно оценить предполагаемый размер кавитационных пузырьков и вихрей вблизи поверхности алмаза. В момент максимального сжатия размер пузырька составляет $10^{-5} - 10^{-4}$ см (0,1 - 1 мкм). С учетом принятой модели образования торовидного вихря его средний размер в период жизни составит $10^{-4} - 10^{-3}$ см (1-10 мкм). При дальнейшем старении вихря его размер увеличится в несколько раз, но в квадратичной пропорции уменьшится энергия [78].

Предварительный анализ литературных данных позволяет заключить, что повышение энергии (частоты) ультразвукового поля будет способствовать снижению размера пузырька и, соответственно, вихря и будет способствовать сдвиговому удалению с поверхности алмаза минеральных образований мельче 0,1 мкм. При этом концентрация пузырьков и, соответственно, вихрей, будет возрастать. Однако такая обработка нецелесообразна, поскольку столь мелкие минеральные образования не являются причиной снижения флотуемости алмазов.

Необходимо отметить, что количество и размер пузырьков в водной фазе дисперсной среды зависит от самой дисперсной среды. При большом количестве

центров активации (мелких частиц) количество пузырьков также увеличивается, но их размер уменьшается.

Следующим вероятным механизмом действия ультразвукового поля на дисперсную систему является образование газовых пузырьков внутри наполненных жидкостью пористых минеральных образований или на смоченной водой границе раздела фаз [83]. В этом случае принципиально важна частота ультразвукового воздействия и ее энергия. Энергия должна быть достаточна для возникновения эффекта кавитации внутри или на границе минерального образования. Данный режим предположительно самый эффективный, поскольку приводит к механическому разрушению минеральных образований, но опасен в силу возможного разрушения алмазных кристаллов в результате протекания кавитации в трещинах и закрытых полостях в алмазе.

Наиболее важным параметром является энергия поля, при котором происходит переход в кавитационный режим воздействия. По данным работ [3, 18, 83] такой порог лежит в интервале от 1 до 3 Вт/см². Проведенными нами измерениями было установлено, что в водно-кимберлитовой суспензии при температуре 10-14⁰С, переход в кавитационный режим лежит в области 1,5 Вт/см². Это значение и было использовано далее при определении допустимых значений энергии ультразвукового поля.

Для выбора характеристик ультразвукового поля целесообразно рассмотреть систему алмаз – вода и алмаз - минеральное образование – вода в условиях ультразвуковой обработки, изображенную в общем виде на рисунке 4.1. Согласно полученным результатам наиболее частыми являются пленочные поверхностные образования (1); рельефные шламовые поверхностные образования (2), единичные шламовые зерна (3). В условиях ультразвуковой обработки происходит ускорение химического растворения гидрофилизующих образований продуктами электрохимической обработки оборотной воды, механическое (сдвиговое) удаление рельефных шламовых покрытий; механическое (вихревое) удаление единичных зерен; механическое (диспергационное) удаление всех видов образований паровоздушными пузырьками [3, 18, 83]. Из нежелательных процессов следует изучить возникновение паровоздушных пузырьков в заполненных водой трещинах и закрытых полостях внутри алмазных кристаллов.

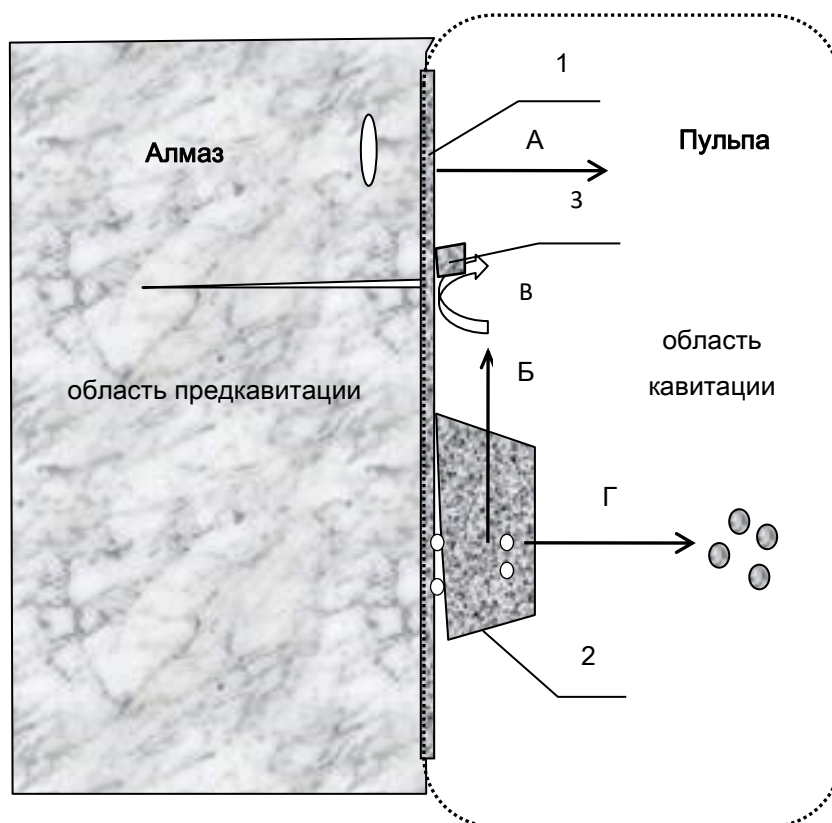


Рисунок 4.1. - Принципиальная схема очистки поверхности алмазов с использованием ультразвуковых воздействий в среде оборотной воды, прошедшей бездиафрагменное электрохимическое кондиционирование, где: 1 – пленочное поверхностное образование; 2 - рельефное поверхностного образование; 3 – единичные шламовые зерна.

Способы очистки: А – растворение продуктами электрохимического кондиционирования; Б - механическое (сдвиговое) удаление; В – механическое (вихревое) воздействие; Г – механическое (дисперсионное) удаление;

Область кавитации (мощность более $1,5 \text{ Вт/см}^2$);

Область предкавитации (мощность менее $1,5 \text{ Вт/см}^2$)

При выборе общего режима обработки ставилась задача поддержания:

- режима кавитации (более $1,5 \text{ Вт/см}^2$) вблизи поверхности алмазов и внутри поверхностных минеральных образований;

- режима предкавитации (менее $1,5 \text{ Вт/см}^2$) внутри алмазов.

Анализ акустических характеристик компонентов системы показал следующее. акустическое сопротивление глин, определяющее степень ослабления ультразвукового поля, в 2-2,2 раза выше чем у воды (таблица 4.2). Еще вдвое выше этот показатель плотных силикатных минералов (на примере кварца). Алмаз обладает аномально

высоким акустическим сопротивлением, превышающим соответствующее значение для воды в 7-10 раз (таблица 4.2) [74].

Таблица 4.2 - Акустические характеристики компонентов алмазосодержащей пульпы [74]

Наименование	Физические свойства		Акустическое сопротивление, кг/(м ² *с) *10 ⁶	Коэффициент пропускания энергии (из воды)
	Скорость продольной волны, м/с	Плотность, (кг/м ³)		
Аргиллит, глина	3600	2200	7,92	0.54
Кварц	4950	2700	13,36	0.37
Вода	1516	1000	1,516	1
Воздух	331	1,225	4,05*10 ⁻⁴	0.0011
Алмаз	15000	3500	52,5	0.11

Коэффициент пропускания энергии $\tau_{\text{проп}}$ из одного вещества в другое определяется отношением интенсивности проходящей (результатирующей) и падающей (исходной) волны [83].

Для расчета степени ослабления (коэффициента пропускания) ультразвукового сигнала в различных веществах использовали уравнение 4.1.

$$\tau_{\text{проп}} = \frac{4Z_1Z_2}{(Z_1 + Z_2)^2} \quad (4.1)$$

где Z_1, Z_2 - акустические импедансы контактирующих сред.

Анализ данных расчетов показал, что внутри глинистых образований происходит заметное ослабление ультразвукового поля (коэффициент пропускания равен 0,54). В компактных минералах (кварце и других) ослабление еще более заметно (коэффициент пропускания равен 0,34). В алмазе, благодаря аномальной величине его акустического сопротивления, ослабление сигнала происходит почти в 9 раз (коэффициент пропускания равен 0,11).

При этих параметрах создаются условия для избирательного разрушения поверхностных образований на алмазе. Как видно на рисунке 4.2 при взаимодействии с алмазом отраженная волна концентрирует 85-90% исходной энергии, а в объем алмаза проходит 10-15%.

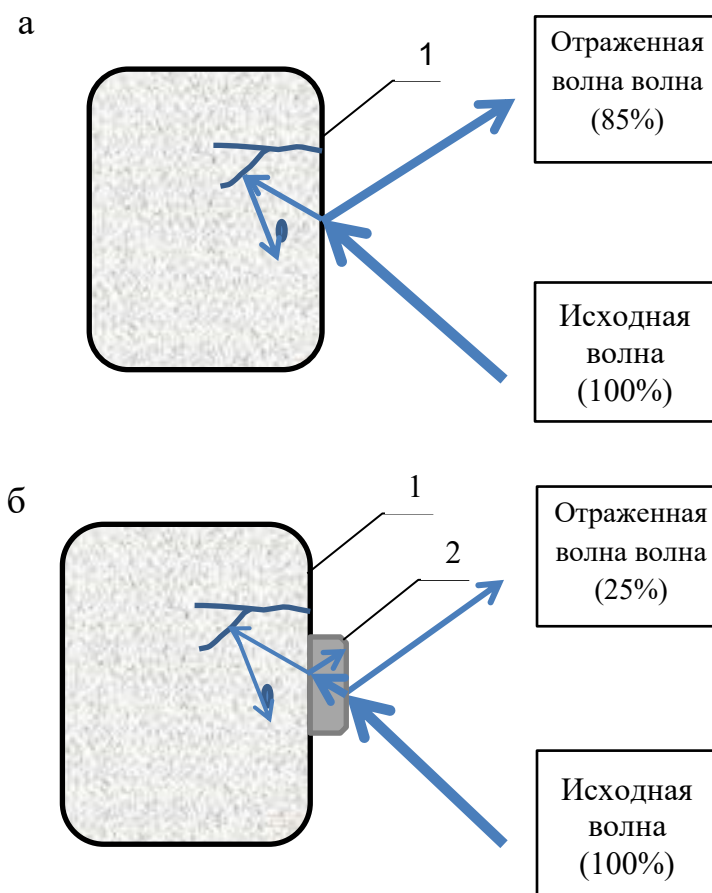


Рисунок 4.2 - Схема взаимодействия с ультразвуковым полем алмаза (а) и агрегата алмаза с минеральным образованием (б), где 1 – алмаз; 2 – минеральное образование

Напротив, от поверхности гидрофилизирующего минерального образования отражается только 25 % энергии звуковой волны, а 75% проникает внутрь.

Полученные результаты позволяют оценить энергию поля, необходимую для поддержания кавитационного эффекта внутри минеральных образований на поверхности алмаза (более $1,5 \text{ Вт/см}^2$), при которой интенсивность ослабленного ультразвукового сигнала внутри алмаза будет ниже необходимой для создания кавитационного эффектов внутри алмаза (до $1,5 \text{ Вт/см}^2$).

Различие между значениями акустических сопротивлений поверхностных образований и алмаза составляет 3-3,5 раза, что позволяет рассматривать данную границу раздела как способную к отражению ультразвука. (таблица 4.2). Данный факт является также весьма положительным моментом, поскольку значительное различие между значениями акустических сопротивлений поверхностных образований и алмаза препятствует переходу ультразвукового излучения из минерального образования внутрь алмаза.

Исходя из верхней границы кавитационного эффекта в алмазе ($1,5 \text{ Вт/см}^2$) и анализа данных таблицы 4.2 с использованием уравнения 4.1 для допустимой предкавитационной мощности ($1,4 \text{ Вт/см}^2$) были рассчитаны коэффициент пропускания (0,115) и допустимая мощность поля ($12,5 \text{ Вт/см}^2$). Проведенные расчеты дают основание предположить, что ультразвуковая обработка выбранной интенсивности не вызовет разрушения алмаза за счет кавитации воды в трещинах и порах минерала.

Однако, учитывая важность условия неразрушающей обработки и недостаточность исследования объекта в дальнейшем был выбран верхний предел мощности ультразвукового поля в 60% от расчетной - $7,5 \text{ Вт/см}^2$.

Нижний диапазон мощности определяется необходимостью поддержания кавитационного режима внутри минеральных образований. Расчет по уравнению 4.1 коэффициента пропускания дает величину 0,54. Поэтому для превышения мощности $1,5 \text{ Вт/см}^2$ внутри шламовых минеральных образований требуется приложить внешнее поле мощностью $1,6/0,54 = 3 \text{ Вт/см}^2$.

Следующими параметрами ультразвукового кондиционирования является конфигурация рабочей зоны, в частности ее глубина от рабочего органа генератора ультразвукового поля. Скорость уменьшения энергии поля определяется в первую очередь частотой (амплитудой) поля и поглощающими свойствами среды.

Для плоской звуковой (и ультразвуковой) бегущей волны интенсивность ультразвука I определяется по формуле 4.2 [85]:

$$I = \frac{pv}{2} = \frac{p^2}{2\rho c} = \frac{v^2 \rho c}{2}, \quad (4.2)$$

где: p — амплитуда звукового давления, Па; v — амплитуда колебательной скорости частиц, м/с; ρ — плотность среды, кг/м³; c — скорость звука, м/с.

Затухание звука, обусловленное рассеянием и поглощением в данном веществе, описывается экспоненциальным законом, связывающим убывание амплитуды с расстоянием. Амплитуда волнового сигнала пропорциональна $e^{-\delta \cdot r}$, а интенсивность — $e^{-2\delta \cdot r}$ [83].

Для плоской волны ультразвукового диапазона коэффициент затухания по амплитуде с изменением расстоянием определяется по формуле 4.3 [4]:

$$\alpha = \frac{1}{L} \ln \left(\frac{p(0)}{p(L)} \right), \quad (4.3)$$

где α — коэффициент затухания на расстоянии, 1/м; L — расстояние, м; $p(0)$, $p(L)$ — амплитуда звукового давления (энергии поля) в исходной точке и на расстояние L , Па.

При заданной частоте интенсивность ультразвука убывает по экспоненциальному закону [111]:

$$I = I_0 e^{-kh} \quad (4.4)$$

где: I — интенсивность волны на глубине проникновения h ; I_0 — интенсивность ультразвукового поля на границе рабочей зоны; k — эмпирический коэффициент поглощения, который зависит от плотности и вязкости среды, а также от частоты ультразвукового поля.

Используя величину коэффициента затухания — акустического сопротивления (импеданса) была рассчитана зависимость степени поглощения ультразвука (амплитуды сигнала) в воде и суспензии кимберлита на расстоянии 300 мм от излучателя. В случае суспензии кимберлита сопротивление среды принималось равным среднему относительно значений воды и глины. График изменения коэффициента затухания ультразвука для водной среды в зависимости от частоты

излучения, представленный на рисунке 4.3, показывает, что для низкочастотной области ультразвука (20-100 кГц) поглощение сигнала в несколько раз больше чем в высокочастотной области (200 – 500 кГц), что делает использование низкочастотного излучения более предпочтительным с позиции поддержания в рабочем пространстве равномерной интенсивности ультразвукового поля.

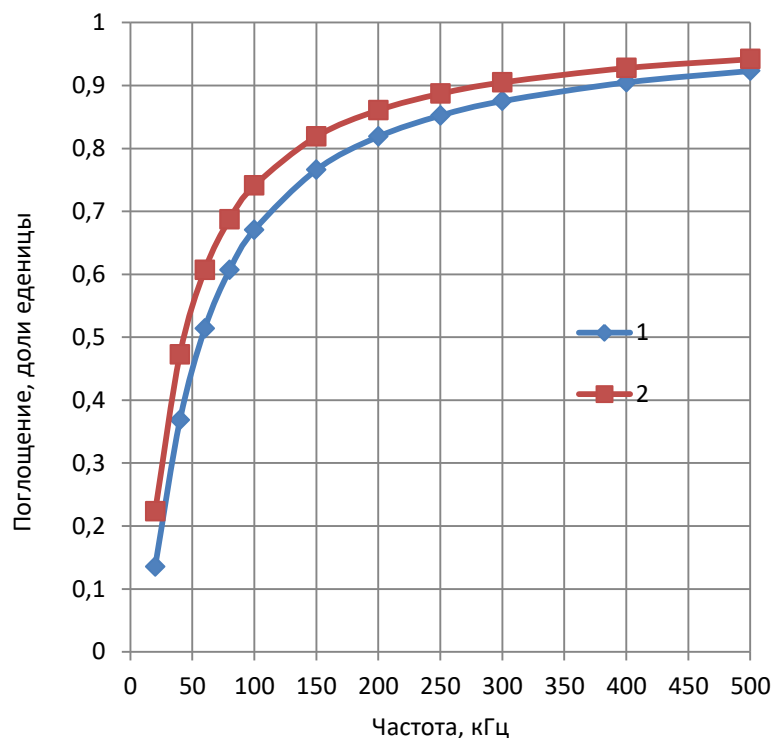


Рисунок 4.3 - Зависимость коэффициента затухания ультразвука (амплитуды сигнала) в воде и суспензии кимберлита на расстоянии 300 мм от излучателя

Используя уравнение 4.4, была рассчитана зависимость звукового давления (энергии поля) в воде и суспензии кимберлита от расстояния до излучателя. График изменения энергии поля (давления ультразвука) для водной среды в зависимости от частоты излучения, представленный на рисунке 4.4, показывает, что низкочастотный сигнал распространяется существенно дальше, чем высокочастотный, что подтверждает перспективность применения низкочастотного ультразвукового излучения (рисунок 4.4).

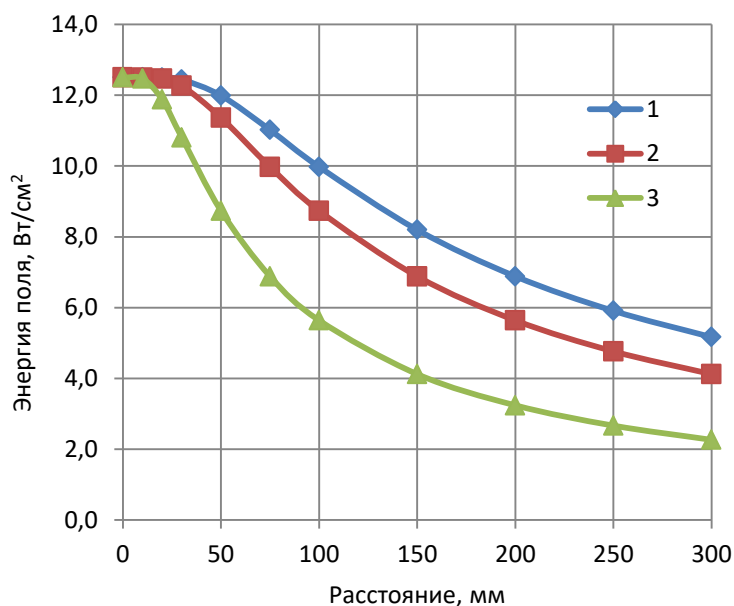


Рисунок 4.4 - Зависимость энергии ультразвукового поля (звукового давления) в суспензии кимберлита при частотах: 1- 22 кГц; 2 – 45 кГц; 3 – 130 кГц

Продолжительность области устойчивой обработки, где падение интенсивности не превышает 50%, составила при: частоте 22 кГц – 230 мм, частоте 45 кГц – 175 мм, частоте 130 кГц – 86 мм.

С учетом проведенного рассмотрения механизмов ультразвукового воздействия для дальнейших исследований выбран режим интенсивного низкочастотного ультразвукового воздействия (20-130 кГц) мощностью 3-7,5 Вт/см² (кавитационный режим 1).

Для повышения энергии поля при невысокой частоте (20-250 кГц) необходимо выбирать генераторы с максимальным ходом рабочего элемента и, соответственно, с высокой мощностью ультразвукового излучения. Как видно из рисунка 4.5, необходимый по мощности и частоте ультразвукового поля режим достигается в аппаратах с амплитудой движения рабочего органа (мембраны) 20-60 мкм.

Как видно из рисунка 4.6, необходимый по мощности и частоте ультразвукового поля режим достигается в аппаратах с амплитудой движения рабочего органа (мембраны) 20-60 мкм при частоте 20-130 кГц.

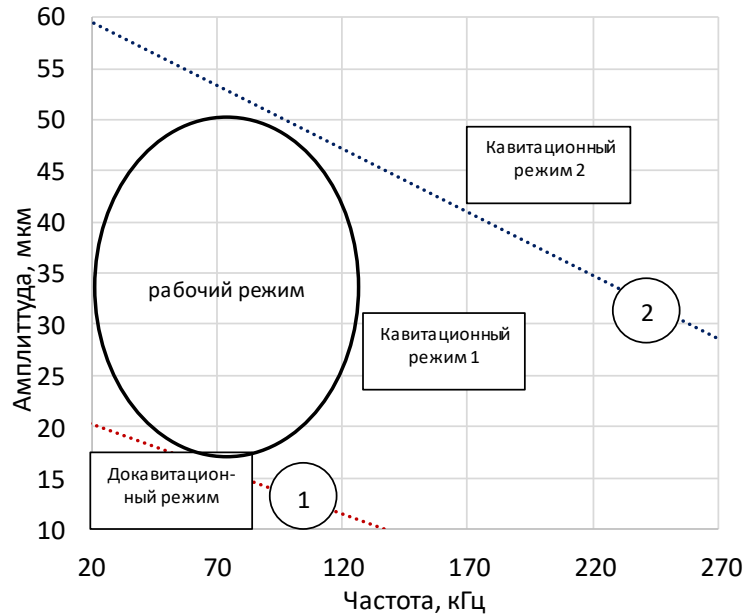


Рисунок 4.5 - Выбор режима ультразвуковой обработки пульпы в координатах частота – амплитуда сигнала, где: 1 – верхняя граница области докавитационного режима ($1,5 \text{ Вт/см}^2$); 2 – верхняя граница кавитационного режима 1 ($7,5 \text{ Вт/см}^2$)

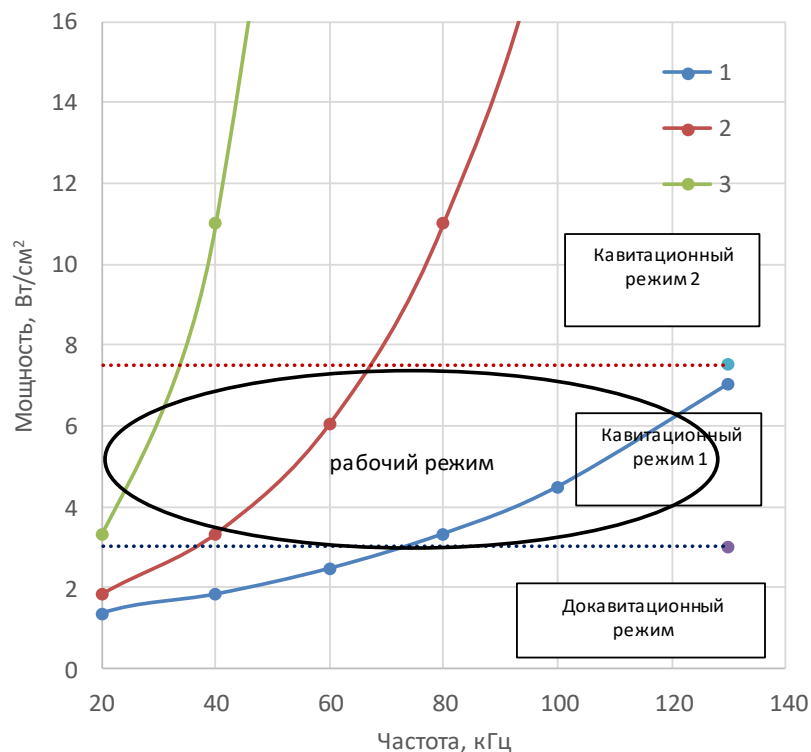


Рисунок 4.6 - Выбор режима ультразвуковой обработки пульпы в координатах частота – мощность поля. Ход мембраны: 1 – 20 мкм; 2 - 40 мкм; 3 – 60 мкм

4.2. Выбор рабочих режимов и оборудования для электрохимического и ультразвукового модифицирования свойств поверхности алмазов в процессе липкостной сепарации алмазосодержащего материала

Выбор оборудования для электрохимического кондиционирования оборотной воды проводился исходя из результатов исследований, проведенных ранее для процессов электрохимического модифицирования свойств поверхности алмазов в процессах липкостной и пенной сепарации обогатительной фабрики №3 Мирнинского ГОКа [52].

В дальнейшем при проведении исследований была применена стендовая установка для электрохимического кондиционирования минерализованных водных систем на алмазоизвлекающих фабриках.

Комплекс оборудования стендовой установки (рисунок 4.7) базируется на бездиафрагменном электролизере с производительностью 40 л/ч.



Рисунок 4.7 – Стендовая установка для проведения исследований процесса электрохимического кондиционирования водных систем, модифицирования и активации свойств минеральных компонентов

Рабочая площадь электродов составляла 0,02 м². В комплект входят кондиционеры с перемешивающим устройством импеллерного типа; а также регулируемые источники постоянного тока и контрольно-измерительная аппаратура.

Анализ данных таблицы 4.3, в которой представлены основные результаты эксперимента, показывает, что бездиафрагменная электрохимическая обработка оборотной воды узла липкостной сепарации в паспортных режимах электролиза понижает концентрацию ионов, обеспечивающих образование нерастворимых солей кальция и магния на 30-50%, чем обеспечивается уменьшение склонности оборотной воды к осадкообразованию и, при достаточной продолжительности обработки, ее переход в разряд склонных к растворению карбоната кальция (кальцита).

В качестве критерия склонности оборотной воды к растворению или образованию гидрофилизирующих пленок карбонатов (в первую очередь кальцита) был применен показатель склонности оборотной воды к осаждению или растворению пленок карбоната кальция - индекс стабильности (индекс Ризнера) JS_t [116]:

$$JS_t = 2 \cdot pH_s - pH \quad (4.5)$$

Таблица 4.3 - Физико-химические характеристики оборотной воды и продуктов ее бездиафрагменного электролиза

Плотность тока, А/м ²	Расход энергии, кВт*ч/м ³	рН	Ионный состав жидкой фазы, мг/л						Критерий Ризнера JS _t
			Ca ²⁺	Mg ²⁺	Cl ⁻	HCO ₃ ⁻	ClO ⁻ и ClO ₂ ⁻	O ₂	
Без обработки		8,0	312	462	1980	375	-	4,2	6,30
25	0,2	7,9	320	370	1870	349	11	4,8	6,45
50	0,45	7,8	298	327	1820	257	45	10,3	6,64
100	1,0	7,6	277	280	1750	232	80	12,5	6,93
150	1,6	7,5	250	236	1720	175	87	12,8	7,13
200	2,0	7,5	235	210	1655	175	90	16,0	7,25

Критерий Ризнера сравнивает рН среды с равновесным значением рН образования карбоната кальция CaCO₃ (рН_s), рассчитываемым по уравнению:

$$pH_s = pK_2 - pPP_{CaCO_3} - \lg[Ca^{2+}] - \lg\zeta_0 + 2,5\sqrt{I}, \quad (4.6)$$

где: pK_2 – отрицательный логарифм константы 2-й ступени диссоциации угольной кислоты; pPP_{CaCO_3} – отрицательный логарифм произведения растворимости кальцита; $[Ca^{2+}]$ – концентрация ионов кальция, мг/л; Щ – щелочность, мг-экв/л; I – ионная сила.

Общей щелочностью воды Щ называется выраженная в мг экв/л суммарная концентрация содержащихся в воде анионов CO_3^{2-} , HCO_3^- .

Выбор данного критерия обусловлен его термодинамической обоснованностью, учетом температуры и ионной силы раствора. Данный критерий имеет широкое применение в теплоэнергетике и нефтехимии [90]. Для оценки свойств технологических свойств оборотных вод на алмазоизвлекающих предприятиях этот критерий был впервые применен в совместных исследованиях, результаты которых представлены в совместных статьях [85-87].

Учитывая нежелательность чрезмерного образования газовой фазы и насыщения водной фазы кислородом (более 12 мг/л) был выбран интервал плотности тока от 100 до 150 А/м², в котором достигается переход водной фазы в разряд «склонной к растворению карбонатных соединений» [110].

Таблица 4.4 - Сводная таблица характерных интервалов значений индекса стабильности Ризнера [116]

Индекс Ризнера JS _t	Характеристика раствора
3	Чрезвычайно высокое осадкообразование
4	Очень высокое осадкообразование
5	Серьезное осадкообразование
5,5	Тенденция к осадкообразованию
5,8	Легкое осадкообразование
6	Стабильный раствор
6,5	Очень легкая степень коррозии (растворения) осадков
7	Легкая степень коррозии (растворения) осадков
8	Тенденция к коррозии (растворения) осадков
9	Очень высокая коррозионная (растворяющая) способность
10	Чрезвычайно высокая коррозионная (растворяющая) способность

Дальнейшими исследованиями было установлено, что целесообразно проводить обработку оборотной воды в течение 1-3 минут, поскольку в этих условиях достигается необходимые свойства оборотной воды, но не происходит избыточного насыщения оборотной воды газообразными продуктами электролиза (таблица 4.5).

Одновременно, за счет более полного взаимодействия с водой хлора, наблюдается несколько большее смещение рН в кислую область и увеличение растворяющей способности воды. Если для процесса пенной сепарации такой режим мало приемлем из-за недостаточного насыщения водной фазы газообразными продуктами электролиза, то для процесса липкостной сепарации такой режим является достаточно эффективным

Таблица 4.5. - Физико-химические характеристики оборотной воды и продуктов ее бездиафрагменного электролиза

Плотность тока, А/м ²	Время обработки, мин	рН	Ионный состав жидкой фазы, мг/л						Критерий Ризнера JS _t
			Ca ²⁺	Mg ²⁺	Cl ⁻	HCO ₃ ⁻	ClO ⁻ и ClO ₂ ⁻	O ₂	
Без обработки		8,0	312	462	1980	375	-	1,2	6,30
100	0,5	7,9	310	410	1890	351	5,3	2,8	6,40
100	1	7,8	295	357	1840	275	19,2	3,3	6,61
100	2	7,6	288	290	1770	230	20,3	7,5	6,82
100	3	7,5	255	270	1740	160	23,4	7,8	7,00
100	5	7,4	240	262	1695	125	26,6	8,0	7,19

Как было показано в разделе 4.1 рабочая частота и амплитуда движения рабочего органа ультразвуковых генераторов являются определяющими параметрами при ультразвуковой обработке. Анализ литературных данных показал, что для решения задач очистки поверхности при обработке эмульсий и дисперсий применяют диапазон частот от 22 до 250 кГц [36, 83, 111]. В соответствии с результатами проведенного предварительного выбора рабочих параметров диапазон рабочих частот аппаратов для исследования процессов очистки алмазов был выбран от 20 до 130 кГц.

Эффект ультразвукового воздействия на дисперсную систему определяется энергией акустических колебаний, вводимых в объем исследуемой технологической среды. Энергия воздействия определяется как свойствами излучателя, так и среды, на которую направлено поле. Эти факторы должны соответствовать требованиям по обеспечению заданной производительности процесса, которая обуславливает объем

требуемой энергии для достижения оптимальной интенсивности. Требуемая мощность достигается применением излучателей с различными по площади поверхностями излучения и варьированием параметров поля [84].

Для введения энергии ультразвукового поля в обрабатываемую среду применяют генератор с рабочими элементами различного размера и формы. Применяют резонансные или нерезонансные излучатели цилиндрической формы с торцевой излучающей поверхностью, а также излучатели «грибкового» типа. Аппараты с диаметром излучающей поверхности более 40 мм позволяет реализовать процессы обработки технологических сред объемом более 5 л.

Докавитационное ультразвуковое воздействие используется при исследовании процессов разделения и осаждения суспензий. Такой режим реализуется на различных частотах при амплитуде генераторам 10-30 мкм [78]. Кавитационный режим излучения достигается, как правило, как при больших частотах, так и при длине хода рабочего органа генератора более 30-40 мкм.

Требуемый кавитационный режим был реализован в ультразвуковых мойках различной конструкции, где используется рабочая частота ультразвукового поля 22 - 130 кГц при амплитуде хода рабочего органа генераторов 20-50 мкм, обеспечивающих мощность ультразвукового поля в рабочей зоне от 0,75 до 12 Вт/см³.

В лабораторных условиях для обработки проб руды использовались следующие установки: - ультразвуковые очистители HIMOSKWA, УЗУМИ-05 и Elmasonic TI-H-5 (таблица 4.6, рисунок 4.8). В стендовых полупромышленных условиях использовалась установка ИЛ100-6/3

Таблица 4.6 – Основные характеристики установок для ультразвуковой обработки

Наименование установки	Диапазон ультразвукового излучения			Мощность в рабочей зоне, Вт/см ²
	Частота, кГц	Амплитуда, мкм	Мощность генератора, Вт	
HIMOSKWA	42		30 - 50	0,3-1,5
УЗУМИ-05	35		80	1,2
Elmasonic TI-H-5	24,35,45,130	60	100	0,5-7,5
ИЛ100-6/1	22,45	34-60	630	0,5-7,5
ИЛ100- 6/3	35,	34-60	1700	0,75-12,5



Рисунок 4.8 - Общий вид ультразвуковых установок: HIMOSKWA" (а) и УЗУМИ-05" (б): 1 - ультразвуковая ванна; 2 - корпус установки; 3 - лицевая панель; 4 – сетевой переключатель; 5 - переключатель блокировки включения ультразвука; 6 - крышка ванны; 7 - поддон-кассета; 8 - сетевой кабель.

Ультразвуковые мойки конструктивно выполнены в виде прямоугольного корпуса с расположенной в нем цельнотянутой ультразвуковой ванной из нержавеющей стали объемом 0,5 -1 л. Сверху ванна закрывается крышкой. С тыльной стороны дна ванны установлен ультразвуковой излучатель, выполненный на высокоэффективной пьезокерамике. Внутри корпуса ниже днища ультразвуковой ванны на печатной плате расположена электронная схема генератора ультразвуковых колебаний [84].

Для увеличения эффективности ультразвуковой очистки в схемотехническом решении генератора аппарата "УЗУМИ-05" применена низкочастотная модуляция ультразвуковых колебаний. Установка комплектуется специальным поддоном-кассетой для размещения в нем отмываемых предметов. Поддон-кассета представляет собой невысокий стакан, выполненный из нержавеющей стали и установленный на ножках. Высота ножек подобрана в соответствии с объемом ультразвуковой ванны таким образом, чтобы дно стакана находилось в зоне наиболее активного ультразвукового воздействия. За счет этого обеспечивается наиболее эффективная и качественная очистка. Рабочая частота ультразвуковых колебаний генератора аппарата "УЗУМИ-05"- 35 ± 2 кГц Выходная мощность генератора - 80 ± 5 ВА (таблица 4.6).

Для исследования воздействия ультразвуковых колебаний на алмазосодержащий материал (рудное питание липкостной сепарации), были применены ультразвуковые

установки ИЛ100-6/1 и 6/3. Ультразвуковая установка ИЛ100-6/1 состоит из генератора, магнитострикционного ультразвукового преобразователя и штатива (рисунок 4.9).



Рисунок 4.9 - Лабораторная ультразвуковая установка ИЛ100-6/1

Мощность установки изменяется от 630 Вт и 1,5 кВт при рабочей частоте $22 \pm 10\%$ кГц. Изменение мощности достигается путем регулирования амплитуд ультразвуковых колебаний.

При проведении исследований емкость с обрабатываемой пробой размещалась на столике штатива. Ввод ультразвуковых колебаний в обрабатываемую среду осуществляется сверху. Емкость выполнена из толстостенной нержавеющей стали, отражающей ультразвук. Волноводы-излучатели были выполнены из износостойкого титана, позволяло подвергать ультразвуковому воздействию абразивный материал.

В ультразвуковой установке применен магнитострикционный преобразователь с амплитудой колебаний на частоте 22 кГц от 20 до 76 мкм. Магнитострикционный преобразователь был установлен на стойке с возможностью перемещения в зависимости от объема обрабатываемой жидкости.

С целью регулирования удельной мощности ультразвука, генератор был оснащен ступенчатой регулировкой выходной мощности. Набор из трех волноводов-

излучателей, входящих в комплект ультразвуковой установки, позволяет получить различную амплитуду ультразвуковых колебаний в рабочей среде. Для этого волноводы-излучатели изготавливались как трансформаторы амплитуды колебаний с различным коэффициентом трансформации: 1:0.5, 1:1 и 1:2 [83]. Высокая надежность ультразвуковой установки и возможность непрерывной работы в течение 24 часов, позволили использовать ее при проведении стендовых полупромышленных испытаний.

Полученные в ходе проводимых исследований на маломощных аппаратах результаты (режимы и условия воздействия) вполне могут быть реализованы на излучателях большой производительности. Увеличение размеров технологических аппаратов можно обеспечить обработкой тех же объемов рудной пульпы при помощи нескольких излучателей. В частности, требуемый эффект может достигаться с применением ультразвуковых генераторов с многополуволновыми излучателями в виде стержней переменного диаметра. В промышленных условиях необходимая производительность может быть обеспечена при применении аппарата серии Булава модели УЗТА-10/18-О с излучателем диаметром 70x50 мм и длиной более 1 м [84].

4.3. Экспериментальные исследования изменения состава поверхности алмазных кристаллов при электрохимической и ультразвуковой обработке

Исследования влияния электрохимической и ультразвуковой обработки на состояние поверхности алмазов проводилось с использованием методов ИК- и электронной спектроскопии. Целесообразность применения этих методов обусловлена тем, что обычные методы химического анализа не могут достоверно определить количество минеральных форм на поверхности алмаза ввиду их минимального количества (микрограммы).

Метод электронной спектроскопии позволяет получить визуализированные изображения объектов (рисунок 4.10) и определить их химический состав (рисунок 4.10).

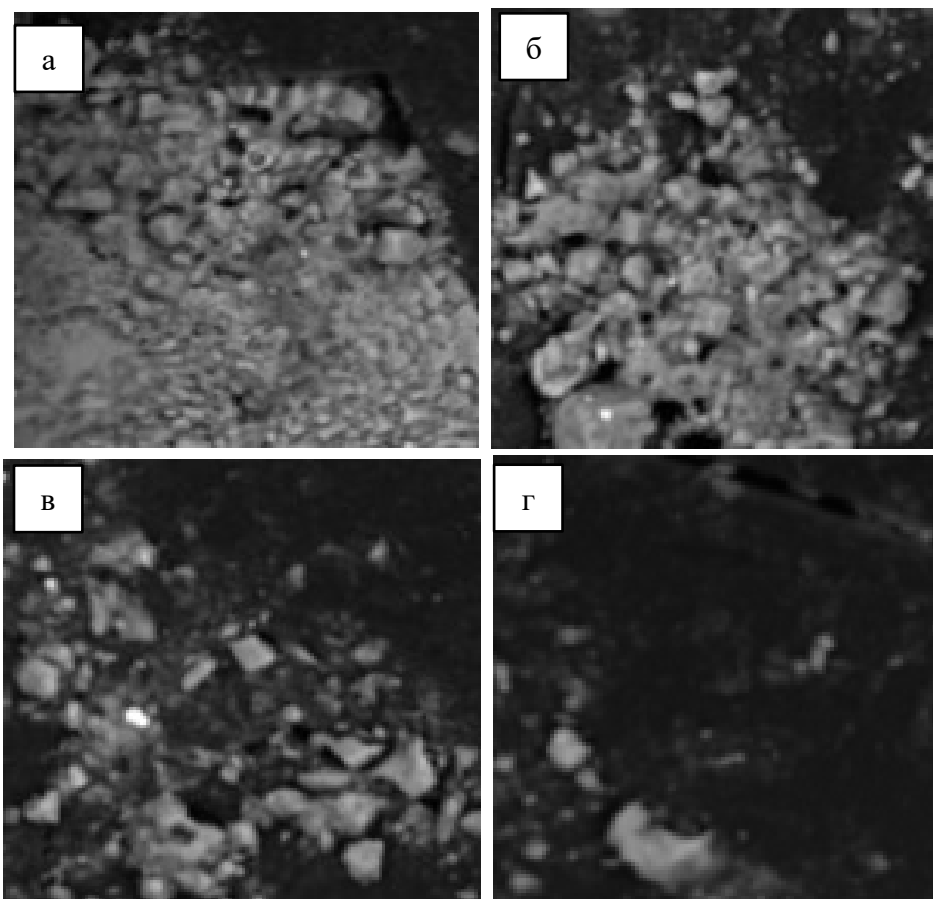


Рисунок 4.10 - Микроскопические изображения шламового покрытия при варьировании продолжительности ультразвуковой обработки, где: а – исходное; б – через 1 мин; в – через 2 мин; г – через 3 мин.

Анализ данных химического состава исследуемой поверхности, полученных методом РФЭС (рисунок 4.11), позволил диагностировать изученное шламовое покрытие как смесь минералов алюмосиликатного состава с небольшим количеством кальциевых минералов.

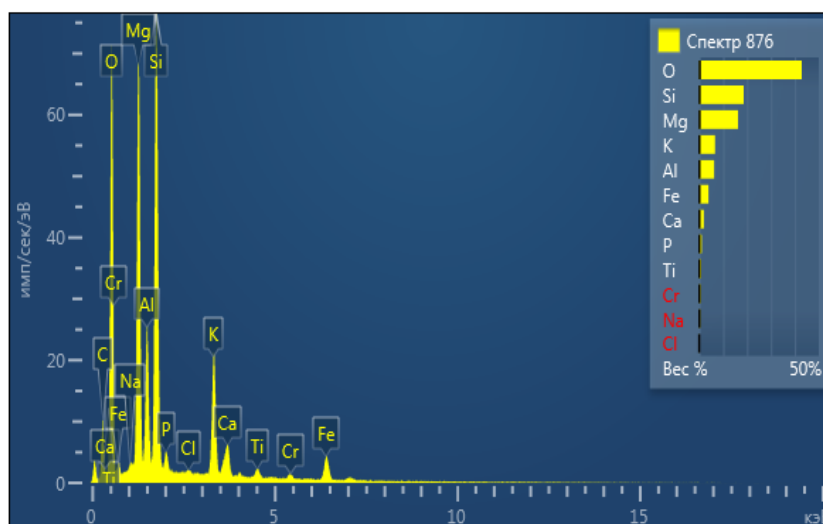


Рисунок 4.11 - Спектр и результаты определения элементного состава шламового поверхностного образования на алмазном кристалле

Минеральные образования на поверхности зерен алмазов диагностируются как пленки и массивные образования. Как было показано в разделе 3.1, в составе пленок диагностированы преимущественно карбонаты кальция, магния и железа, оксиды железа. Массивные минеральные образования состоят из микрочастиц кимберлитовых минералов, пирита, слюды, хлорита, гидроокислов железа, сульфатов и карбонатов. На практике оба вида поверхностных образований существуют одновременно и часто наличие пленок создает предпосылки для закрепления шламов.

Методика ИК-спектроскопии изложена в разделе 2.3 и предусматривает сравнение высоты пиков поглощения ИК излучения или произведения высоты на ширину пиков поглощения при характеристических для каждого минерала частотах

При этом определяющими факторами постоянство значений толщины алмазного кристалла, его спектральных характеристик, а также четкость параметра разрешимости поглощения при характеристических частотах.

С учетом возможностей метода ИК-спектроскопии (неразрушающий анализ) его применение возможно и для шламовых покрытий на поверхности алмаза. Наилучшие результаты анализа получают для достаточно крупных минеральных образований, занимающих относительно большую площадь, в состав которых согласно выбранного метода очистки были включены техногенные пленки и массивные шламовые образования. Важным условием является возможность повторного или многократного

снятия ИК-спектра с одного и того же участка поверхности алмаза после проведения операций по его очистке [104].

Наиболее простым вариантом, обеспечивающим стабильность исходных характеристик, стало исследование искусственно созданных загрязнений на образцах природных алмазов. Для исследований отбирались кристаллы алмазов, не обладающие заметным собственным поглощением ИК-излучения в области характеристических волновых чисел анализируемых кристаллов.

Спектры ИК-поглощения регистрировались в интервале $400...4000\text{ см}^{-1}$ с разрешением $0,01\text{ см}^{-1}$ на спектрофотометре Hyperion 2000.

При использовании ИК-спектроскопии использовали данные о характерных спектрах минералов и шламовых фракций, способных образовываться или адгезионно закрепляться на поверхности алмаза. Характеристические длины волн спектров поглощения, приведенные в таблице 4.6 показывают возможность селективного анализа отдельных минеральных форм алюмосиликатов ($\lambda = 1020-1060\text{ см}^{-1}$), карбонатов кальция, железа и магния ($\lambda = 1418 - 1433\text{ см}^{-1}$), сульфата кальция ($\lambda = 1600-1650\text{ см}^{-1}$) на фоне ИК-спектра поглощения непосредственно кристалла алмаза (таблица 4.7) [48].

Таблица 4.7 - Характеристические длины волн спектров поглощения минералов

Соединение	Характеристические колебания, волновое число, см^{-1}			
	v1	v2	v3	v4
Алмаз				
Вермикулит (ОН/Н ₂ О)			1620-1640	480-530
Вермикулит (SiO)	1020-1060			
Вермикулит (SiOAl)				530,860
Сидерит (CO ₃)	-		1433	735
Кальцит (CO ₃)	-	887 872	1418-1423	708 712
Доломит CO ₃	1100	850 880	1423-1460	725-729 697
Гипс SO ₄	1050-1220 1600-1650			
Монтмориллонит (сметиты) (SiOAl)	3400-3620 955-1200	938 1030 1102		
Каолинит (SiOAl)	3630 - 3695			

Анализ ИК-спектра исследованной шламовой примазки на поверхности алмаза показал, что в состав последней входят силикатные, сульфатные и карбонатные минералы, хорошо идентифицирующиеся по поглощению при характеристических волновых числах (рисунок 4.11). Изменение толщины пленки может быть оценено по соотношению площадей пиков поглощения шламовых минералов и пиков поглощения решетки алмаза.

С учетом изложенного для определения интенсивности пиков на ИК-спектрах в качестве внутреннего стандарта были использованы полосы поглощения: алмаза в области $1700 - 2300 \text{ см}^{-1}$; - силикатов - в области $1637 - 1639 \text{ см}^{-1}$; карбонатов - в области $1360 - 1480 \text{ см}^{-1}$.

На рисунке 4.12 схематично изображены параметры, характеризующие интенсивность пиков поглощения в области характеристических частот алмаза и силикатов: высота пика h_m , ширина пика b_m и условная площадь пика $S_m = h_m \cdot b_m$.

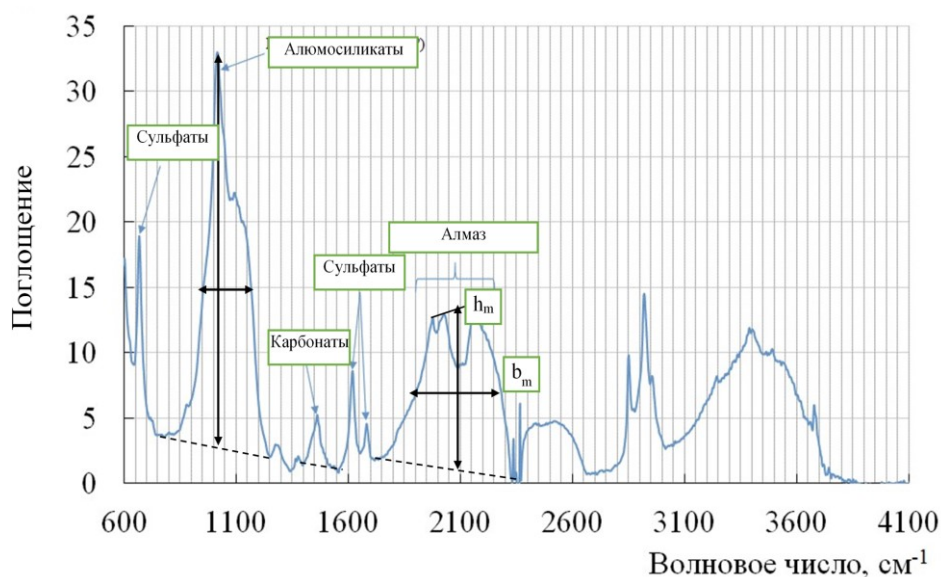


Рисунок 4.12 - ИК-спектр поглощения алмаза со шламовым покрытием на поверхности

После комбинированной ультразвуковой и электрохимической обработки на поверхности алмаза выявлены лишь небольшие количества шламовых породообразующих минералов (рисунок 4.13).

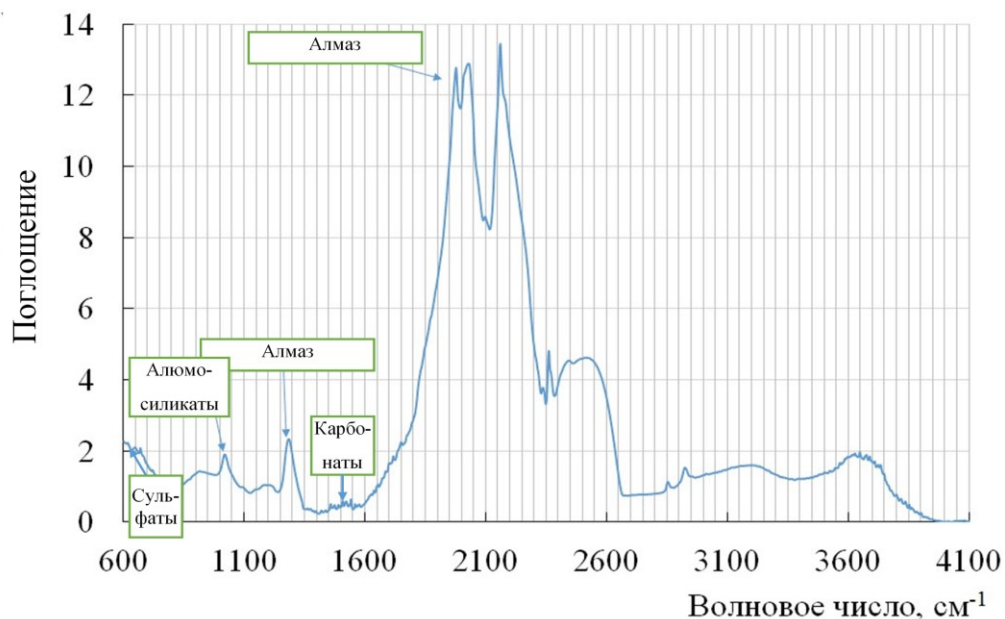


Рисунок 4.13 - Спектр ИК-поглощения алмаза после очистки с применением комбинированной электрохимической – ультразвуковой технологии

При проведении первичного эксперимента были поставлены опыты с изменением продолжительности обработки. При мощности ультразвукового излучения $7,5 \text{ Вт/см}^2$ и продолжительности обработки 1-2 мин расход энергии при ультразвуковой обработке составил $1,5\text{-}3 \text{ кВтч/м}^3$. При электрохимической обработке оборотной воды в течение 2 мин при плотности тока 100 А/м^2 расход энергии составлял $1,5 \text{ кВтч/м}^3$.

Результаты измерения параметров спектров и пример расчета площади характеристических пиков алмазов и алюмосиликатов, представленные в таблице 4.8, позволяют определить эффективность удаления шламового покрытия в результате ультразвуковой обработки.

Таблица 4.8 - Параметры характеристических областей ИК-спектров примеси на поверхности алмаза при варьировании продолжительности ультразвуковой обработки

Продолжительность обработки, мин	параметры пика $1800 - 2300 \text{ см}^{-1}$ (алмаз)			параметры пика $870 - 1250 \text{ см}^{-1}$ (алюмосиликаты)		
	высота пика, % (h_M)	ширина, см^{-1} (b_M)	площадь (S_M)	высота пика, % (h_M)	ширина, см^{-1} (b_M)	площадь (S_F)
0	12,5	465	5812,5	32,3	220	7106
1	13,1	480	6288	14,2	127	1803
2	13,5	512	6912	8,6	85	731

Анализ полученных результатов показал, что применение электрохимического кондиционирования оборотной воды в течение 1-2 мин способствует очистке поверхности алмаза на 19-25,5% в отношении силикатных минералов и на 31-40% в отношении карбонатных минералов (таблица 4.9, опыт 1). Эффективная очищающая способность электрохимически обработанной воды по отношению к карбонатам обусловлена в первую очередь ее возросшим растворяющим действием.

Таблица 4.9 – Степень удаления шламового покрытия с поверхности алмаза при обработке электрохимическими и ультразвуковыми воздействиями

Условия	Площадь пиков поглощения алмаза	Площадь пиков поглощения силикатов	Площадь пиков поглощения карбонатов	Степень удаления силикатов, %	Степень удаления карбонатов, %
Опыт 1					
Исходное шламовое покрытие	5808	7212	843	0	0
После обработки э/х модифицированной ОБ 1 мин	5860	5880	586	19,1	31,1
После обработки э/х модифицированной ОБ 2 мин	5934	5486	510	25,5	40,7
Опыт 2					
Исходное шламовое покрытие	5812,5	7106	836	0	0
После обработки ультразвуком 1 мин	6288	1305	235	76,1	51,9
После обработки ультразвуком 2 мин	6912	495	156	91,2	64,2
Опыт 3					
Исходное шламовое покрытие	16760	17760	840	0	0
После обработки ультразвуком 1 мин в э/х модифиц. ОБ	18420	3040	145	84,4	84,2
После обработки ультразвуком 2 мин в э/х модифиц. ОБ	20800	1244	86	94,3	91,7

Применение ультразвуковой обработки в течение 1-2 мин также способствует очистке поверхности алмаза. Степень очистки в отношении силикатных минералов

составила 76 – 91%, а в отношении карбонатных минералов – 52-64% (таблица 4.9, опыт 2).

Эффективная очищающая способность ультразвуковой обработки по отношению к силикатным минералам обусловлена преимущественным удалением шламовых покрытий с минерала. Кроме того, высокая очищающая способность ультразвуковой обработки по отношению к силикатным и карбонатным минералам объясняется одновременным удалением как шламовых, так и пленочных покрытий с алмаза.

Совместное применение электрохимически подготовленной оборотной воды и ультразвуковой обработки способствует практически полной очистке поверхности алмаза, которая составила в отношении силикатных минералов 84 – 94%, а в отношении карбонатных минералов – 84-92% (таблица 4.9, опыт 3).

4.4. Лабораторные исследования процесса гидрофобизации поверхности алмазных кристаллов в условиях электрохимических и ультразвуковых воздействий с использованием метода измерения краевого угла смачивания

Липкостная сепарация использует эффект адгезионного закрепления алмазов на поверхности гидрофобной мази. Этот процесс зависит от физико-химических характеристик поверхности алмаза, мази и параметров водной фазы. Гидрофилизация поверхности алмаза является одной из причин нестабильности извлечения и снижения технологических показателей процесса липкостной сепарации в целом.

Величина трехфазного краевого угла смачивания в исследуемых условиях характеризует зависимость гидрофобности поверхности алмазов от состояния поверхности. При проведении исследований угол смачивания определяли методом микрокапли, которая наносилась шприцем на поверхность алмаза (рисунок 4.14). Величина краевого угла смачивания рассчитывалась как среднее значение из двух измеренных значений, отличающихся не более чем на 5%. Измерения проводились на двух противоположных гранях кристалла алмаза.

Перед измерением краевого угла смачивания проводилась обработка поверхности алмаза, имитирующая воздействие водной фазы. Во всех сериях в качестве базового опыта брался исходный краевой угол смачивания. Затем алмаз

выдерживали в водной фазе в течение 24 часов и повторно измеряли величину краевого угла смачивания.

В первой серии алмазы выдерживали 24 часа в минерализованной оборотной воде. После этого проводили обработку алмаза продуктом электрохимической бездиафрагменной обработки оборотной воды и снова измеряли краевой угол смачивания.



Рисунок 4.14 - Изображение кристалла алмаза (а) и капли жидкости (б) на поверхности техногенно гидрофилизированного кристалла крупности 3 мм с графоаналитическим измерением краевого угла смачивания

Во второй серии вместо выдерживания в продукте электрохимической бездиафрагменной обработки оборотной воды проводили ультразвуковую обработку алмазного кристалла в течении 1 минуты при частоте 44 кгц и измеряли краевой угол смачивания.

В третьей серии опытов во время выдерживания в продукте электрохимической бездиафрагменной обработки оборотной воды проводили ультразвуковую обработку алмазного кристалла в течении 1 минуты при частоте 44 кгц и затем измеряли краевой угол смачивания.

Результаты измерений показали следующее:

- - выдерживание кристалла алмаза в необработанной оборотной воде снижает краевой угол смачивания до 68,0 – 74,0 градусов (таблица 4.10, серия 1), т.е. уменьшает гидрофобность кристаллов. Последующая обработка алмазов в

электрохимически обработанной оборотной воде заметно повышает гидрофобность алмазов. Краевой угол смачивания увеличивается и составляет 87,0 - 92,5 градуса;

- применение ультразвуковой обработки алмазов, выдержанных в оборотной воде также повышает величину краевого угла смачивания (таблица 4.10, серия 2), но гидрофобность алмазов не достигает уровня, соответствующего природной гидрофобности (85-90 градуса), т.е. отдельное применение ультразвуковой обработки не позволяет восстановить природную гидрофобность поверхности алмазных кристаллов;

- обработка алмазов ультразвуком непосредственно в продукте электрохимической бездиафрагменной обработки оборотной воды существенно увеличивает их гидрофобность (краевой угол 91,6 градуса) которая несколько превышает уровень, достигаемый при очистке в продукте электрохимической бездиафрагменной обработки (таблица 4.10, серия 3).

Таблица 4.10 - Изменение гидрофобности техногенно гидрофилизированного алмаза при различных режимах обработки

Условия подготовки поверхности	Угол смачивания				Средний
	1 кристалл		2 кристалл		
	левый	правый	левый	правый	
1 серия					
После выдерживания алмаза в не обработанной оборотной воде	72,5	74,0	70,5	68,0	71,25
После выдерживания алмаза в э/х модифицированной оборотной воде	92,5	88,5	91,0	87,0	89,75
2 серия					
После выдерживания алмаза в не обработанной оборотной воде	77,5	77,0	77,0	74,5	76,5
После ультразвуковой обработки	80,5	82,5	87,5	87,0	84,37
3 серия					
После выдерживания алмаза в не обработанной оборотной воде	75,5	76,0	74,5	74,5	75,125
После ультразвуковой обработки в э/х модифицированной оборотной воде	93,5	90,5	90,0	92,5	91,62

Полученные результаты исследований позволяют сделать вывод, что ультразвуковая обработка способствует электрохимическому модифицированию поверхности алмазов, но не может его полностью заменить.

Следующим объектом исследований были шламовые покрытия на алмазах. В отдельном проведенном цикле экспериментов перед измерением краевого угла смачивания проводилась обработка поверхности алмаза, имитирующая воздействие водно-минеральной взвеси. Алмазы предварительно выдерживали в пульпе кимберлитовых шламов с оборотной водой вплоть до высыхания пробы. Затем конгломерат алмаза с шламами снова смачивали и снова подвергали высушиванию. Цикл смачивание - высушивание повторяли 5 раз в течение 10 суток. Далее конгломерат алмаза и налипших шламов обрабатывали оборотной водой и отмывали в условиях механического перемешивания. После отмывки измеряли краевой угол смачивания. Во всех сериях в качестве базового опыта брался краевой угол смачивания на алмазе после отмывки в условиях механического перемешивания.

Из результатов измерений краевого угла смачивания кристалла с шламовой пленкой (рисунок 4.15) видно, что поверхность алмаза является гидрофильной (краевой угол не превышает 60 градусов).



Рисунок 4.15 – Изображение кристалла алмаза (а) крупностью 3 мм со шламовым покрытием и капли жидкости (б) на его поверхности с графоаналитическим измерением краевого угла смачивания

После этого проводили обработку алмаза различными видами сред и воздействий. В первой серии после механической очистки кристалл алмаза обрабатывали продуктом электрохимической бездиафрагменной обработки оборотной воды и снова измеряли краевой угол смачивания.

Во второй серии вместо выдерживания в продукте электрохимической бездиафрагменной обработки оборотной воды проводили ультразвуковую обработку гидрофилизованного алмазного кристалла в течение 1 минуты при частоте 44 кГц и вновь измеряли краевой угол смачивания.

В третьей серии опытов во время выдерживания гидрофилизованного алмазного кристалла в продукте электрохимической бездиафрагменной обработки оборотной воды одновременно проводили ультразвуковую обработку алмазного кристалла в течение 1 минуты при частоте 44 кГц и затем вновь измеряли краевой угол смачивания.

Результаты измерений показали следующее:

- выдерживание кристалла алмаза в пульпе на основе кимберлитовых шламов и необработанной оборотной воды снижает краевой угол смачивания до 54,0 – 58,5 градусов, т.е. существенно уменьшает гидрофобность кристаллов;

- последующая обработка алмазов в электрохимически обработанной оборотной воде заметно повышает гидрофобность алмазов (таблица 4.11, серия 1), краевой угол смачивания составляет 67,0 - 72,5 градуса, что превышает его первоначальные значения, но не достигает уровня, характерного для гидрофобных алмазов;

- применение ультразвуковой обработки алмазов, выдержанных в оборотной воде, несколько повышает величину краевого угла смачивания (таблица 4.10, серия 2), но гидрофобность алмазов также не достигает уровня природных алмазов (краевой угол 85-90 градусов), т.е. отдельное применение ультразвуковой обработки не позволяет восстановить природную гидрофобность алмазов;

- обработка алмазов ультразвуком непосредственно в продукте электрохимической бездиафрагменной обработки оборотной воды увеличивает значения краевого угла смачивания до 91,2 градуса (таблица 4.11, серия 3), который существенно превышает достигаемый при очистке алмаза, как отдельно в продукте электрохимической бездиафрагменной обработки оборотной воды, так и при самостоятельном применении ультразвуковой обработки.

Полученные результаты исследований позволяют сделать вывод, что при применении ультразвуковой обработки в совокупности с применением электрохимической технологии водоподготовки достигается синергетический эффект повышения эффективности очистки, который позволяет достичь необходимого уровня

гидрофобности алмазов за счет удаления шламовых и пленочных гидрофилизирующих образований и предотвращения их повторного закрепления.

Таблица 4.11 - Изменение гидрофобности гидрофилизованного шламами алмаза при различных режимах обработки

Условия подготовки поверхности	Угол смачивания				Средний
	1 кристалл		2 кристалл		
	левый	правый	левый	правый	
1 серия					
После выдерживания ошамованного алмаза в не обработанной оборотной воде	58,5	56,0	54,5	54,0	55,75
Выдерживание ошамованного алмаза в э/х модифицированной оборотной воде	72,5	68,5	71,0	67,0	69,75
2 серия					
После выдерживания ошамованного алмаза в не обработанной оборотной воде	57,5	57,0	55,0	54,5	56
После ультразвуковой обработки	84,0	82,5	77,5	77,0	80,25
3 серия					
После выдерживания ошамованного алмаза в не обработанной оборотной воде	55,0	56,0	54,5	57,5	55,75
После ультразвуковой обработки в э/х модифицированной оборотной воде	93,0	91,5	90,0	90,5	91,25

В дальнейших исследованиях ставилась задача выбора оптимального режима ультразвуковой обработки. В качестве переменных факторов брали продолжительность обработки и частоту ультразвукового поля.

При проведении исследований использовались кристаллы, прошедшие обработку в смеси кимберлитовых шламов и оборотной воды с многократным смачиванием и высушиванием.

В первой серии опытов семь пар кристаллов прошли параллельную обработку и подверглись очистке в продукте электрохимического кондиционирования воды с наложением ультразвукового поля различной продолжительности. Во второй серии опытов продолжительность ультразвуковой обработки оставалась неизменной (1 мин), но изменялась частота ультразвукового поля. Учитывая, что исходная гидрофобность

исследуемых алмазов отличается, в качестве критерия эффективности обработки использовали прирост краевого угла смачивания.

Результаты экспериментов, приведенные на рисунке 4.16 (а), показали, что увеличение частоты ультразвукового поля в интервале 20 – 130 кГц при постоянной амплитуде колебаний положительно влияет на рост гидрофобности алмазов при их ультразвуковой обработке.

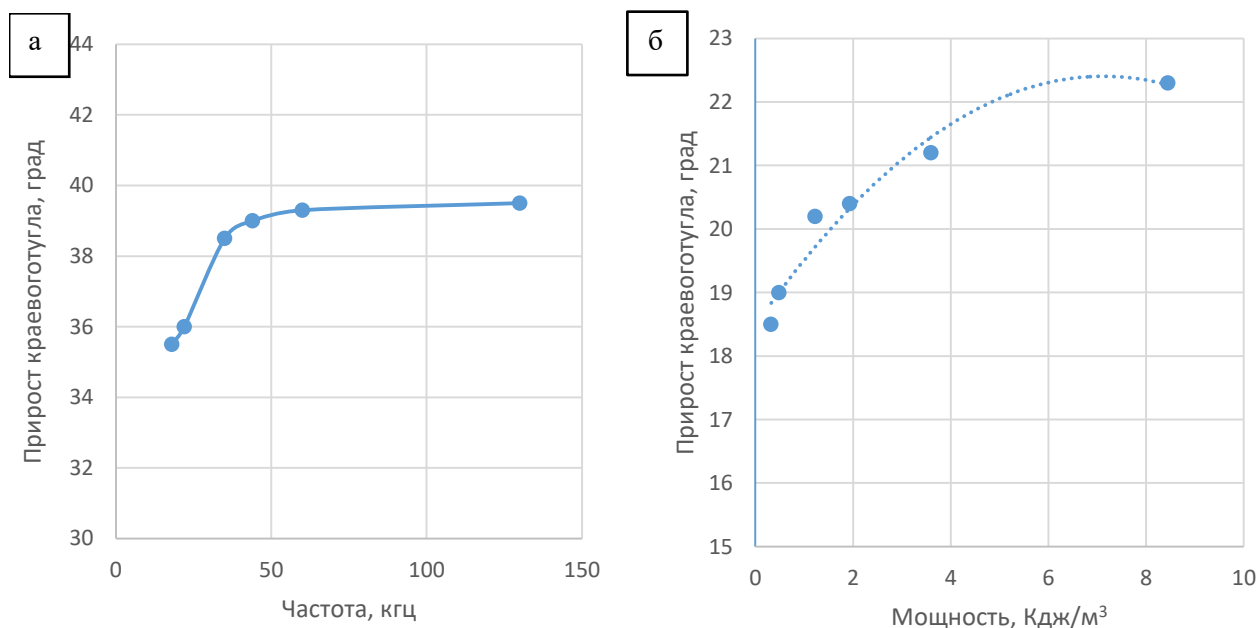


Рисунок 4.16 – Зависимость прироста краевого угла смачивания от частоты (а) и энергии (б) ультразвукового поля (при изменении частоты и амплитуды)

Анализ зависимости прироста краевого угла смачивания при увеличении продолжительности ультразвуковой обработки при постоянной частоте поля показывает ожидаемое увеличение эффективности обработки (величины прироста краевого угла смачивания) от продолжительности при всех апробированных частотах поля. Максимальная эффективность достигается при продолжительности обработки 1,5 мин и более. До этих значений продолжительности эффективность воздействия пропорционально растет с увеличением продолжительности обработки (рисунок 4.17).

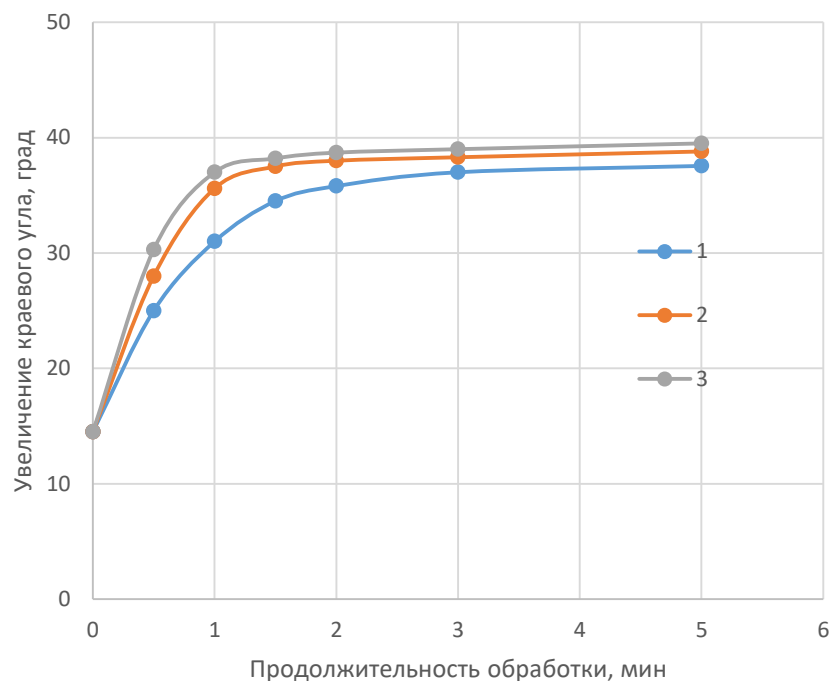


Рисунок 4.17 – Зависимость прироста краевого угла смачивания от продолжительности ультразвуковой обработки при частоте поля, где: 1 – 22 кГц; 2 – 44 кГц; 3 – 130 кГц

Визуальный контроль сохранности алмазов не показал ухудшения их свойств за счет растрескивания или изменения цветовых характеристик. Результаты взвешивания алмазов при проведении исследований показали, что все кристаллы алмазов сохранили свой исходный вес на 99,85%, что говорит об отсутствии растрескивания или другого разрушения алмазов в выбранном диапазоне частот и энергий звукового поля. Полученные результаты подтвердили теоретическое заключение о безопасности для сохранности алмазов применения полей с частотой до 130 кГц и удельной мощностью менее 7,5 Вт/см³.

4.5. Лабораторные исследования процесса гидрофобизации поверхности алмазных кристаллов в условиях электрохимических и ультразвуковых воздействий с использованием метода беспенной флотации

Метод беспенной флотации для изучения влияния электрохимически обработанной оборотной воды на процесс гидрофобизации алмазов использован в ранее проводимых исследованиях [24].

Для установления возможности интенсификации физико-химических процессов обогащения алмазосодержащего материала в настоящих исследованиях были поставлены аналогичные серии опытов, в которых наряду с использованием оборотной воды, прошедшей стадию электрохимического кондиционирования, применяли ультразвуковую обработку алмазных кристаллов. Кроме флотационных опытов было проведено исследование состояния поверхности алмазов из концентрата и хвостов беспенной флотации.

Методика беспенной флотации изложена в разделе 2.4 диссертации. Методика подготовки алмазов к процессу флотации принципиально соответствовала изложенной в разделе 2.2 и отличалась только крупностью алмазов, направляемых на операцию искусственной гидрофилизации шламами ($-1 + 0,16$ мм).

Подготовленный к флотации класс алмазов переносился в тонкостенный стеклянный сосуд, в который наливалась жидкая фаза заданного состава. Сосуд с пробой погружался в ванну ультразвуковой мойки в рабочий элемент на заданной высоте. После обработки избыток жидкости с отделившимися шламами декантировался и проводилась агитация навески с собирателем. Кондиционирование проводилось при постоянном расходе собирателя, обеспечивающем начальную концентрацию 15 мг/л. Время предварительной агитации алмазов с собирателем, составляло 1 мин, время флотации – 3 мин при фиксированном удельном расходе газовой фазы.

Результаты флотационных опытов, представленные на рисунке 4.18 (а и б) показывают, что эффективность процесса с увеличением времени ультразвуковой обработки при отличающейся частоте ультразвуковых воздействий неодинакова:

- при низких частотах (22 кГц) с увеличением продолжительности обработки флотация алмазов улучшается;
- при обработке ультразвуковым полем с частотой 44 кГц эффективность флотации растет до времени обработки 1 мин, затем не изменяется;
- при обработке с частотой 130 кГц зависимость повышения флотиремости от продолжительности ультразвуковой обработки носит экстремальный характер.

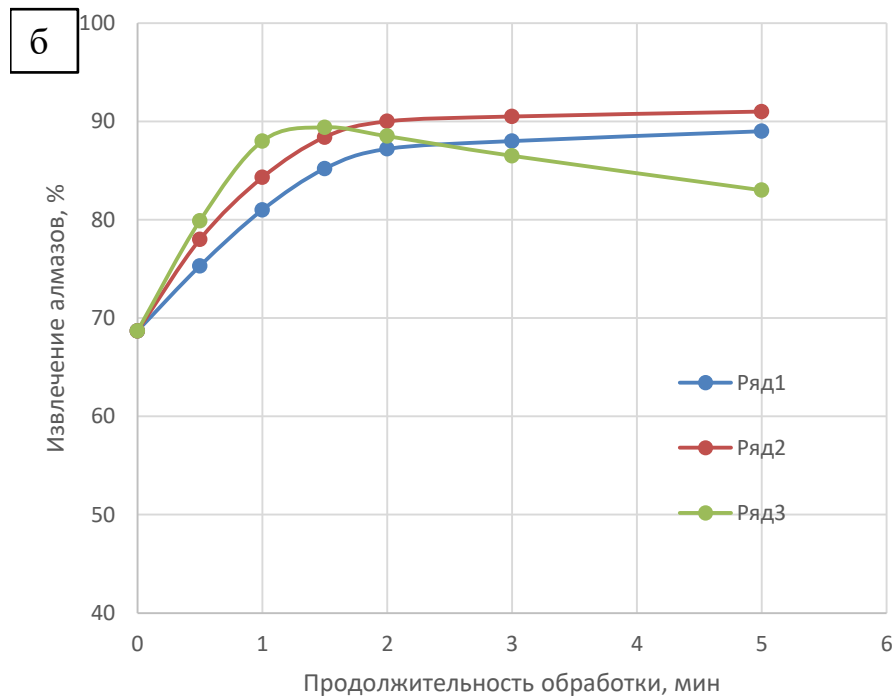
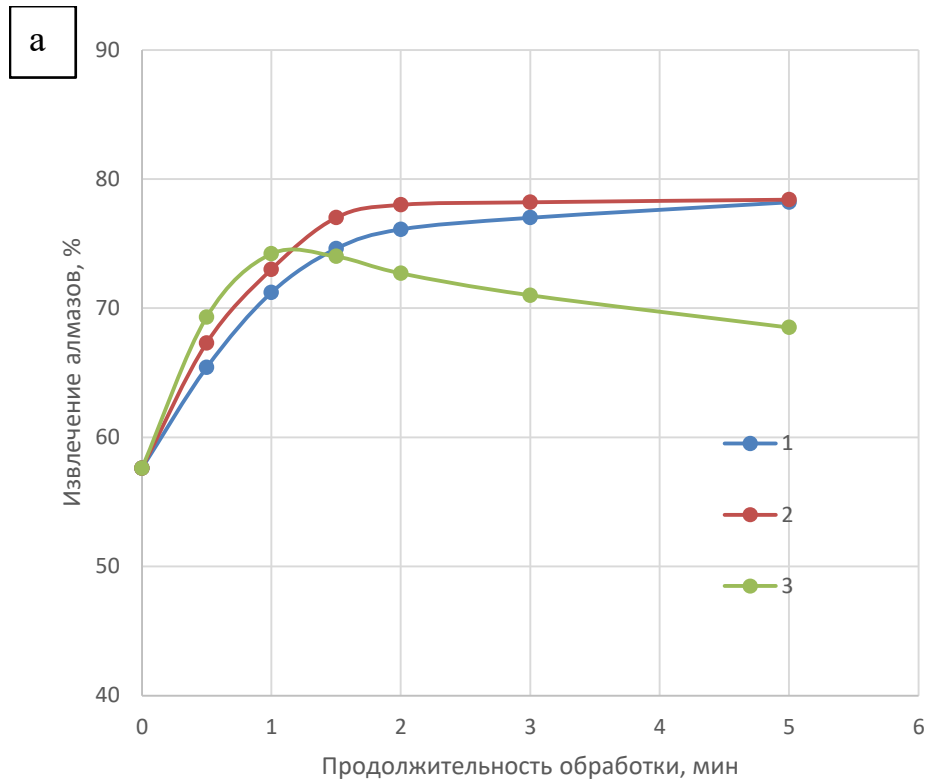


Рисунок 4.18 – Зависимости извлечения алмазов при беспенной флотации с использованием исходной (а) и электрохимически модифицированной (б) оборотной воды от продолжительности ультразвуковой обработки, где: 1 - при частоте УЗ поля 22 кГц; 2 - при частоте УЗ поля 45 кГц; 3 - при частоте УЗ поля 130 кГц

Причина такого эффекта проясняется результатами внешних наблюдений, показавших, что при высокой частоте поля кристаллики алмазов слипаются и образуют агрегаты, что ведет к затруднению их выноса в верхний продукт при беспенной флотации. Причиной такого поведения могут быть возникающие при ультразвуковой обработке электростатические явления, приводящие к зарядке поверхности (например, образованию диполей) и вызывающие ориентацию и слипание кристалликов алмаза.

Во второй серии опытов ультразвуковую обработку и кондиционирование алмазов с реагентом проводили в среде электрохимически обработанной оборотной воды. Результаты исследований показали, что при обработке ультразвуковым полем с частотой 22 и 44 кГц эффективность флотации растет до времени обработки 1 мин, затем не изменяется. При предварительной ультразвуковой обработке алмазов с частотой 130 кГц зависимость повышения флотиремости от продолжительности обработки носит экстремальный характер. Так же, как и в предыдущей серии опытов, при высокой частоте поля происходит агрегирование кристалликов алмазов, что ведет к затруднению их выноса в верхний продукт беспенной флотации. Аналогичным образом причиной такого поведения могут быть явления образования электростатического заряда на алмазах и зернах шламов [19].

Полученные результаты подтверждают эффективность ультразвуковой обработки гидрофилизированных алмазов как без применения, так и с применением технологии бездиафрагменной электрохимической обработки оборотной воды. Негативные явления, связанные с электростатическим заряданием поверхности алмазных кристалликов при использовании ультразвуковой обработки с частотой 130 кГц, проявляются только в процессе беспенной флотации, а в цикле липкостной сепарации — это явление не вызовет негативного эффекта. Поэтому, рекомендуемый диапазон частот для последующих исследований в цикле липкостной сепарации алмазосодержащего материала составил 22 - 130 кГц.

Выводы к главе 4

1. Показано, что алмаз обладает аномально высоким акустическим сопротивлением, превышающим акустическое сопротивление воды в 7-10 раз, что обуславливает ослабление ультразвукового сигнала в 9 раз (коэффициент пропускания

равен 0,11). При этом в шламовых образованиях ослабление ультразвукового сигнала происходит в 1,8 раза (коэффициент пропускания равен 0,54)

2. Определен интервал энергия поля ($3 - 12,5 \text{ Вт/см}^2$), обеспечивающей поддержание кавитационного эффекта внутри минеральных образований на поверхности алмаза ($более 1,5 \text{ Вт/см}^2$) и не вызывающая кавитационного режима ультразвукового поля внутри алмаза ($менее 1,5 \text{ Вт/см}^2$). С учетом важности задачи сохранности алмазов для дальнейших исследований выбран режим с мощностью поля $3-7,5 \text{ Вт/см}^2$, достигаемый применением генераторов ультразвука с амплитудой движения рабочего органа (мембраны) 20-60 мкм при частоте 20-130 кГц.

3. С применением стендовой установка для электрохимического кондиционирования минерализованных водных систем, показано, что бездиафрагменная электрохимическая обработка оборотной воды снижает на 10-30% концентрацию кальциевых, магниевых и карбонатных ионов, ответственных за образование нерастворимых солей, обеспечивая снижение склонности оборотной воды к осадкообразованию и ее переход в разряд склонных к растворению карбонатных минералов. Выбран интервал плотности тока от 75 до 150 А/м^2 и продолжительность обработки 1-2 мин, обеспечивающих необходимые свойства оборотной воды без избыточного насыщения газообразными продуктами электролиза.

4. В лабораторных условиях для обработки проб руды использованы ультразвуковые установки НИМОСКВА, УЗУМИ-05 и Elmasonic TI-H-5 с рабочей частотой поля 22, 35, 44, 60 и 130 кГц и мощностью воздействия от 0,5 до $7,5 \text{ Вт/см}^2$. Для последующих стендовых полупромышленных условий выбраны установки ИЛ100-6/1 и ИЛ100-6/3 с частотой 22 кГц, амплитудой от 20 до 76 мкм и мощностью поля от 1,5 до $12,5 \text{ Вт/см}^2$.

5. С применением метода ИК-спектроскопии, показано, что при электрохимическом кондиционирования оборотной воды достигается очистка поверхности алмаза на 19-25,5% в отношении силикатных минералов и на 31-40% в отношении карбонатных минералов. При использовании ультразвуковой обработки степень очистки в отношении силикатных и карбонатных минералов составила 76–91%, и 52-64% соответственно. Обработка алмазов ультразвуком непосредственно в продукте электрохимической бездиафрагменной обработки оборотной воды увеличивает краевой угол смачивания до значений 91,2 градуса, которые существенно

превышают уровень, достигаемый при самостоятельной очистке как в продукте электрохимической бездиафрагменной обработки оборотной воды, так и с отдельным применением ультразвуковой обработки.

6. Обоснована эффективность применения комбинированной электрохимической и ультразвуковой технологии для восстановления гидрофобности поверхностно измененных алмазов. Показано, что причиной эффективности совместного применения ультразвуковой и электрохимической технологий является синергетический эффект одновременного удаления с поверхности кристаллов как шламовых, так и пленочных образований, и предупреждение их повторного закрепления на поверхности алмазов за счет действия электрохимически модифицированной водной системы.

7. С использованием методов измерения краевого угла смачивания и беспенной флотации показано, что максимальная гидрофобность и извлекаемость алмазов достигаются при частоте ультразвукового поля в интервале 20 – 130 кГц, мощности $7,5 \text{ Вт/см}^2$, и продолжительности обработки от 1,5 до 2 мин.

8. Визуальным анализом показано отсутствие растрескивания или изменения свойств алмазов при их ультразвуковой обработке с частотой поля от 20 до 130 кГц и удельной мощностью до $7,5 \text{ Вт/см}^2$. В проведенных исследованиях все кристаллы алмазов сохранили свой исходный вес на 99,85%. Полученные результаты подтвердили теоретическое заключение о сохранности алмазов в условиях применения выбранных режимов ультразвуковых воздействий.

ГЛАВА 5. РАЗРАБОТКА И АПРОБАЦИЯ ТЕХНОЛОГИИ ПОВЫШЕНИЯ ЭФФЕКТИВНОСТИ ЛИПКОСТНОЙ СЕПАРАЦИИ С ПРИМЕНЕНИЕМ КОМБИНИРОВАННЫХ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИХ И УЛЬТРАЗВУКОВЫХ ВОЗДЕЙСТВИЙ

При разработке технологии липкостной сепарации с применением комбинированной электрохимической – ультразвуковой обработки воды и пульпы использовались данные предыдущих исследований, определивших основные энергетические и временные диапазоны применяемых воздействий. Задачей данного этапа исследований было определение схемы и режимов комбинированных электрохимических и ультразвуковых воздействий, обеспечивающих достижение максимальных технологических показателей липкостной сепарации в условиях обогащения алмазосодержащего материала труднообогатимых кимберлитовых руд.

5.1. Минералогическая характеристика алмазов, используемых в экспериментальных исследованиях

Для достижения представительности исследований была использована коллекция алмазов, отобранная для минералогических исследований из проб продуктов липкостной сепарации трубок «Ботубинская» и «Нюрбинская». Было проведено исследование 1180 алмазов крупностью $-8+0,2$ мм. Гранулометрический состав исследованной коллекции показал, что по количеству преобладают кристаллы класса $-1+0,5$ мм (78%, таблица 5.1) при существенно меньшем содержании камней всех остальных классов. Доля гранулометрических классов $-8+4$ мм, $-4+2$ мм и $0,5+0,2$ мм не превышает 5%, а кристаллов класса $-2+1$ мм – 17%.

Таблица 5.1 - Гранулометрический состав исследуемых алмазов

Класс крупности, мм	Количество		Вес		Средний вес, карат
	шт.	%	карат	%	
-8+4	4	0.2	5.54	16.4	1.385
-4+2	43	1.8	9.29	27.5	0.216
-2+1	412	17.3	11.06	32.7	0.027
-1+0,5	1863	78.1	7.84	23.2	0.004
-0,5+0,2	63	2.6	0.07	0.2	0.001
Итого	2385		33.8		0,014

По весу доминируют алмазы классов -2+1 мм (33%), -4+2мм и -1+0,5 мм (27 и 23% соответственно). Средний вес алмазов коллекции составил 0,014 карат.

Алмазы характеризуются невысокой степенью сохранности, около половины выборки представлено обломками и осколками кристаллов. Содержание целых камней составляет 20% от общего количества изученных алмазов. Среди повреждённых в различной степени индивидов в близких количествах встречаются камни с механическими, комбинационными и протоматматическими сколами. Для изученной выборки характерно высокое содержание трещиноватых кристаллов (65%), поверхность которых как установлено в наибольшей степени подвержена техногенной гидрофилизации. При этом преобладают индивиды с единичными поверхностными трещинами (таблица 5.2).

Таблица 5.2 - Характеристика трещиноватости исследуемых алмазов

Класс крупности, мм	Количество, шт	Характер трещин (доля в%)								
		Всего с трещинами	Единичные поверхностные	Единичные глубокие	Единичные поверхностные и глубокие	Многочисленные поверхностные	Многочисленные глубокие	Многочисленные поверхностные и глубокие	Единичные поверхностные и многочисленные глубокие	Единичные глубокие и многочисленные поверхностные
-8+4	4	75,0	-	-	75,0	-	-	-	-	-
-4+2	43	76,9	27,9	7,0	14,0	7,0	4,7	11,6	4,7	-
-2+1,2	162	74,9	37,7	4,3	19,8	2,5	1,2	5,6	1,9	1,9
-1,2+1	250	70,0	39,6	3,6	17,6	1,2	2,8	4,4	-	0,8
-1+0,5	712	59,9	35,7	4,2	13,6	0,6	1,7	2,7	0,7	0,7
-0,5+0,2	9	66,6	44,4	11,1	11,1	-	-	-	-	-
Итого	1180	64,5	36,4	4,2	15,5	1,2	1,9	3,7	0,8	0,8
-8+4	8	50,0	-	25,0	25,0	-	-	-	-	-
-4+2	174	54,5	3,4	25,3	17,8	0,6	1,7	5,7	-	-

Встречаются алмазы с ожелезнением как на поверхности, так и в трещинах кристаллов (10%).

Среди изученных алмазов отмечено высокое содержание камней с включениями, среди которых наиболее часто встречается графит как в самостоятельном виде, так и в ассоциации с сульфидами (до 43%).

С помощью спектроскопии комбинационного рассеивания в алмазах кроме графита идентифицированы следующие минеральные включения: оливин, хромит,

гранат и пирит. На рисунке 5.1 (а-г) приведены спектры комбинационного рассеяния включений отдельных минералов в исследуемых алмазах.

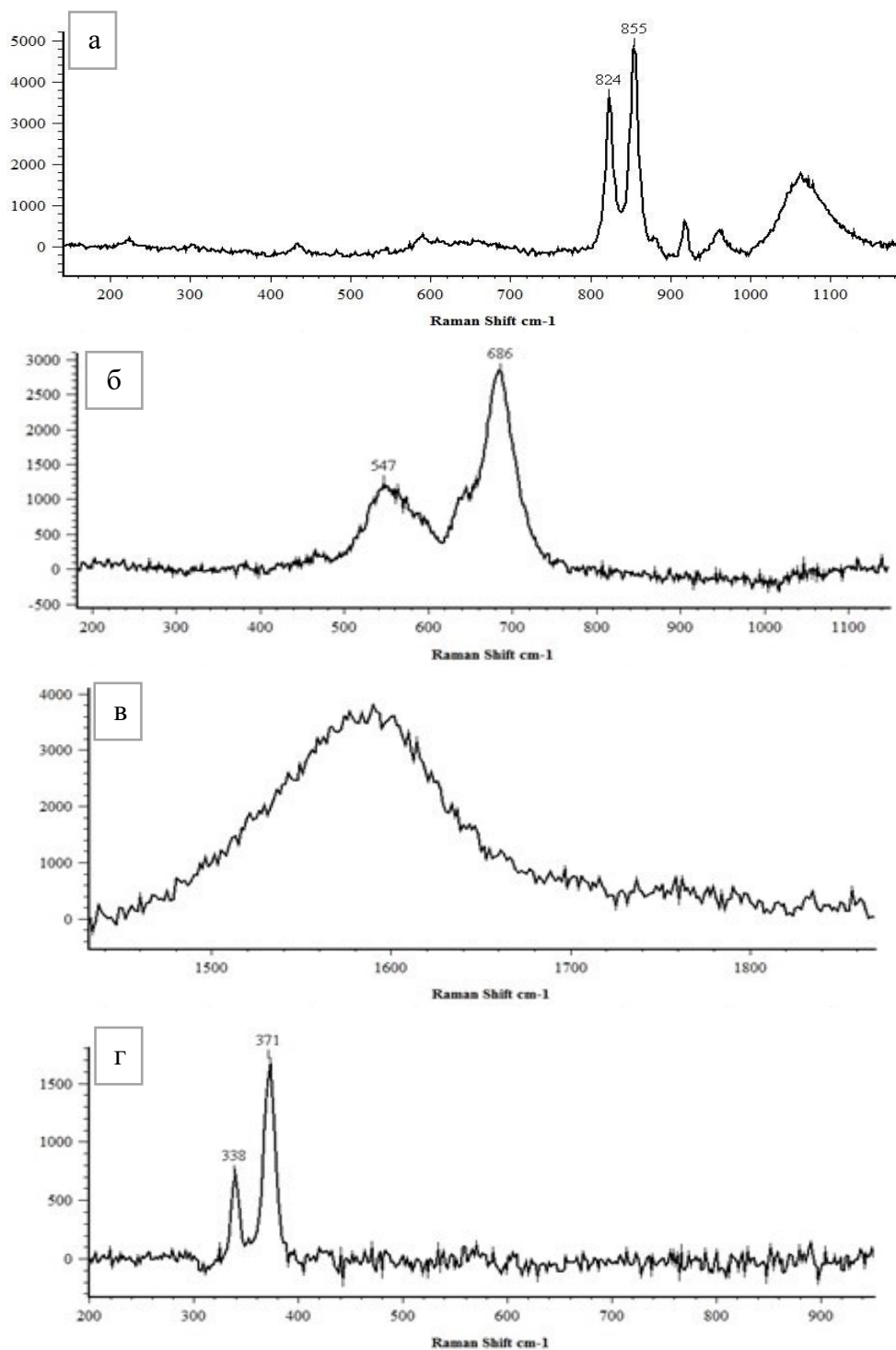


Рисунок 5.1 - Спектры комбинационного рассеяния включений в алмазах, где:

а – оливин ; б – хромит ; в – графит , г – пирит

В спектрах оливина присутствуют характерные полосы различной интенсивности при волновых числах около 824 и 856 см^{-1} . Вместе с тем для включений алмазов изученной коллекции отмечено присутствие линий 540 см^{-1} , 892 см^{-1} , 960 см^{-1} , широких полос с максимумами 660 см^{-1} и 1070 см^{-1} .

Для КР-спектра включений хромита характерны две основные полосы около 550 и 686 см^{-1} , однако отдельные включения демонстрируют также наличие широкой полосы с максимумом в области 830 см^{-1} (рисунок 5.1б). Включения графита в алмазах в КР-спектрах проявляются характерной широкой полосой с максимумом около 1500-1600 см^{-1} (рисунок 5.1в).

С помощью КР-спектроскопии в алмазе диагностирован пирит. Для КР-спектра пирита наиболее характерны две полосы около 340 и 370 см^{-1} (рисунок 5.1г).

Анализ состава включений на основе исследования КР-спектров алмаза показал преимущественное присутствие в алмазах оливина (15,3% образцов), остальные минералы встречаются относительно редко (3-5% образцов). Исследованные алмазы преимущественно относятся к природно-гидрофобным, достаточно хорошо извлекающимися процессами липкостной сепарации (на 87-92%). На 22,5% алмазов обнаруживаются поверхностные минеральные образования четырех типов: пленочные (на 14,5% образцов), рельефные полиминеральные (на 5,5% образцов), шламовые примазки различных типов (на 17,5% образцов).

Данная выборка хорошо отвечает свойствам обогащаемого сырья, но для оценки влияния разрабатываемого комбинированного режима на восстановление исходной гидрофобности алмазов малоприменима из-за высокого содержания гидрофобных кристаллов. Использование алмазов, отобранных из хвостов липкостной сепарации оказалось также невозможным, поскольку на их поверхности отмечаются заметные количества липкой мази.

Для изучения поведения гидрофилизированных алмазов на первой стадии экспериментов была использована методика (описанная в разделе 2.6.) искусственного снижения гидрофобности алмазов за счет обработки водно-дисперсными системами, пересыщенными ионами кальция и магния и содержащими шламовые классы. Используемая для снижения гидрофобности алмазов методика обеспечивает закрепление на поверхности минерала поверхностных образований пленочного типа (карбонатов) и шламовых примазок.

5.2. Выбор параметров электрохимической обработки оборотной воды в экспериментальных исследованиях

Комбинированная электрохимическая - ультразвуковая технология позволяет удалять с поверхности алмаза не только техногенные карбонатные пленки, но и агрегаты (примазки) шламовых классов породообразующих минералов. Эффективность применения ультразвуковой технологии определяется совокупностью кавитационного и гидродинамического воздействия на макро размерные объекты (10^{-2} – 10^{-3} см). Вышеприведенными результатами показано, что совместное применение ультразвуковой и электрохимической технологий позволяет как удалить с поверхности кристаллов массивные гидрофилизирующие поверхностные образования, не удаляемые при электрохимических воздействиях, так и предупредить их повторное закрепление на поверхности алмаза за счет электрохимического модифицирования свойств водной системы.

Выбор параметров электрохимической обработки оборотной воды в настоящих исследованиях производился исходя из задачи поддержания способности водной системы растворять карбонатные пленки и карбонатное связующее полиминеральных гидрофилизирующих образований.

В технологической схеме обогатительной фабрики № 16 Нюрбинского ГОКа используется вода внутреннего оборота (оборотная вода) и вода из природных (технологическая) водотоков. Свежая природная вода восполняет уменьшение объема оборотной воды с хвостами руды и поступает непосредственно для орошения ленты липкостной сепарации и поступающего на него материала. Постоянный контроль химического состава используемых водных систем выполняется аккредитованной промышленно-санитарной лабораторией Нюрбинского ГОКа по аттестованным методикам.

Оборотная вода технологической схемы Нюрбинского ГОКа характеризуется высокой общей минерализацией (40 – 42 г/л.), обусловленной катионами Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , хлорид- и сульфат-анионами при близких к нейтральным значениям pH (6.1 – 7.3).

Выполненная оценка степени минерализации и значений pH проб оборотной и технологической водных систем показала несопоставимо более высокую

минерализацию оборотной воды при близких значениях рН. Для обоих типов водных систем значения рН варьируются в диапазоне 5,6 – 7,2 (таблица 5.3).

Таблица 5.3 – Значения рН и общей минерализации исследуемых водных систем

№ пробы	Оборотная		Технологическая	
	рН	Общая минерализация, мг/л	рН	Общая минерализация, мг/л
1	6.5	7040	6.5	40
2	6.1	7020	6.6	71
3	5.7	10880	6.9	37
4	5.6	7050	6	48
5	7.0	5450	6.1	444
6	6.3	14340	7.2	109
7	6.7	5470	7.1	38
8	6.6	10820	7.2	290

В оборотной воде отмечаются существенно более высокие, чем в технологической воде, концентрации ионов Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , S, Sr, Li, Ni, Ba, Rb, Co, Cu, Mo. Технологическая вода выделяется меньшей концентрацией карбонатов (таблица 5.4).

Таблица 5.4 - Концентрация основных элементов в оборотной и технологической водах

тип воды	рН	Ca^{2+} г/л	Mg^{2+} г/л	Na^+ г/л	K^+ г/л	HCO^- мг/л	Критерий Ризнера JS_t
оборотная	<u>5,7 – 7,5</u>	<u>2,1-3,7</u>	<u>0,5 – 2,3</u>	<u>2,8 – 6,1</u>	<u>5,2- 6,3</u>	<u>236-350</u>	<u>5,35 – 6,33</u>
	6,7	2,6	1,1	4,3	5,8	278	5,68
технологическая	<u>6,0 – 7,2</u>	<u>0,65 – 1,4</u>	<u>0,2-1,12</u>	<u>0,3 – 1,7</u>	<u>0,27- 1,7</u>	<u>55 – 170</u>	6,79
	6,8	0,41	0,44	0,88	0,75	98	

Как было показано при исследовании процессов пенной и липкостной сепарации на обогатительных фабриках Мирнинского и Удачинского ГОКов причиной техногенной гидрофилизации алмазов является пересыщенность водной среды ионами кальция и карбонатов, что обуславливает кристаллизацию карбонатов на поверхности минералов, в частности алмаза.

Результаты оценки свойств воды показывают, что в используемая в цикле липкостной сепарации обогатительной фабрики №16 оборотная водная система склонна к осаждению карбонатов кальция. Так среднее значение критерия Ризнера для оборотной воды, рассчитанное по уравнениям 4.5 и 4.6 составляет:

$$pH_s = 10,5 - 8,4 - \lg[Ca^{2+}] - \lg\text{Щ} + 2,5\sqrt{I} = 6,19 \quad (5.1)$$

$$JS_t = 2 \cdot 6,19 - 6,7 = 5,68 \quad (5.2)$$

Анализ данного значения, в соответствии с данными таблицы 4.4 позволяет оценить оборотную воду как склонную к осадкообразованию в легкой степени. Оценка интервала варьирования величины JS_t (5,2 – 6,0) характеризует ее как изменяющуюся от нейтральной, до склонной к среднему карбонатообразованию.

Используемая технологическая вода практически не склонна осаждению карбонатов кальция. Так среднее значение критерия Ризнера для технологической воды, рассчитанное по уравнениям 5.2.и 5.1 составляет:

$$pH_s = 10,5 - 8,4 - \lg[Ca^{2+}] - \lg\text{Щ}_o + 2,5\sqrt{I} = 6,80 \quad (5.4)$$

$$JS_t = 2 \cdot 6,8 - 6,6 = 7,0 \quad (5.5)$$

Сравнение этого значения и данных таблицы 5.4 позволяет оценить технологическую воду как склонную к медленному растворению карбонатных отложений.

Важными параметрами оборотной воды являются ее минерализация и присутствие шламов. С этими компонентами связаны процессы адгезионного закрепления шламов на поверхности алмазов. В составе растворимого осадка оборотной воды, пробы которой были отобраны в периоды(смены) с более низким извлечением на переделе липкостной сепарации, установлены повышенные концентрации хлоридов (NaCl, CaCl₂ MgCl₂ и др.), сульфатов (Na, K), силикатов (таблица 5.5). В тонкодисперсном нерастворимом осадке диагностированы глинистые минералы (смектиты, серпентин, хлорит) карбонаты (кальцит, доломит), кварц, тальк а также гипс (таблица 5.5).

Таблица 5.5 - Состав осадка в пробах оборотной воды в различные периоды
опробования передела липкостной сепарации

Описание образца	Наименование фазы и условная концентрация, %												
	Растворимые хлориды, карбонаты калия, натрия, магния, кальция	Серпентин + Хлорит		Смектиты + Гипс		Fe ₂ O ₃	Кварц	Дроломит	Кальцит	Слюда	CaSiO ₃	Тальк	Гипс
		КР	РА	КР	РА								
Смены с высоким извлечением алмазов													
Растворимый осадок	61	-	-	-	-	1	-	-	-	-	1	-	2
Нерастворимый осадок	-	12-17	42-51	7-12	10-21	сл	4	5	7	2	-	4	возм
Смены со средним извлечением алмазов													
Растворимый осадок	86,0	-	-	-	-	1	-	-	-	-	1	-	2
Нерастворимый осадок	1,0	4	51-61	0	15-25	сл	3	4	7	1	-	4	возм
Смены с высокими потерями алмазов													
Растворимый осадок	97	-	-	-	-	1	-	-	-	-	2	-	сл
Нерастворимый осадок	1	3	44-59	0	15-30	сл	3	3	9	1	-	6	возм

Примечание: КР. – кристаллические; РА – рентгеноаморфные; сл. – следовые количества; возм – возможное присутствие.

Присутствие кальцита подтверждает факт насыщенности оборотной воды растворенными карбонатами и кальцием, что характеризует ее склонность к отложению карбоната кальция на поверхности алмазов. В сменах с более высокими концентрациями растворимых солей и нерастворимых шламовых классов (рентгеноаморфных фаз) наблюдается меньшее извлечение алмазов (таблица 5.5).

Результатами аналогичного анализа проб технологической воды установлено отсутствие в них нерастворимого осадка.

Таким образом, проведенными исследованиями установлено, что оборотная вода характеризуется несопоставимо более высокой, чем в технологической воде, величиной общей минерализация, представленной ионами Na⁺, K⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, S. По классификации Ризнера оборотные воды с таким составом относятся к склонным к отложению карбонатных осадков.

С учетом проведенного анализа для оборотной воды целесообразно проводить электрохимическое кондиционирование, которое позволит по возможности обеспечить растворение карбонатных пленок на поверхности алмазов, а также предупредить их последующее образование и осаждение на алмазных кристаллах. Для достижения поставленной задачи целесообразно применить бездиафрагменное электрохимическое кондиционирование оборотной воды по технологии, разработанной в ИПКОН РАН, и прошедшей промышленную апробацию в схемах липкостной и пенной сепараций обогатительной фабрики №3 Мирнинского ГОКа.

Для выбора режимов электрохимического кондиционирования оборотной воды в схеме липкостной сепарации обогатительной фабрики №16 Нюрбинского ГОКа были поставлены эксперименты с использованием лабораторного стенда по исследованию влияния электрохимического кондиционирования оборотной воды на процесс обогащения липкостной сепараций. Полученные результаты показывают, что необходимый уровень модифицирования свойств оборотной воды обогатительной фабрики №16 Нюрбинского ГОКа достигается при плотности тока 100 А/м^2 при расходе электроэнергии $0,75 - 1,5 \text{ кВтч/м}^3$ обрабатываемой воды (рисунок 5.2).

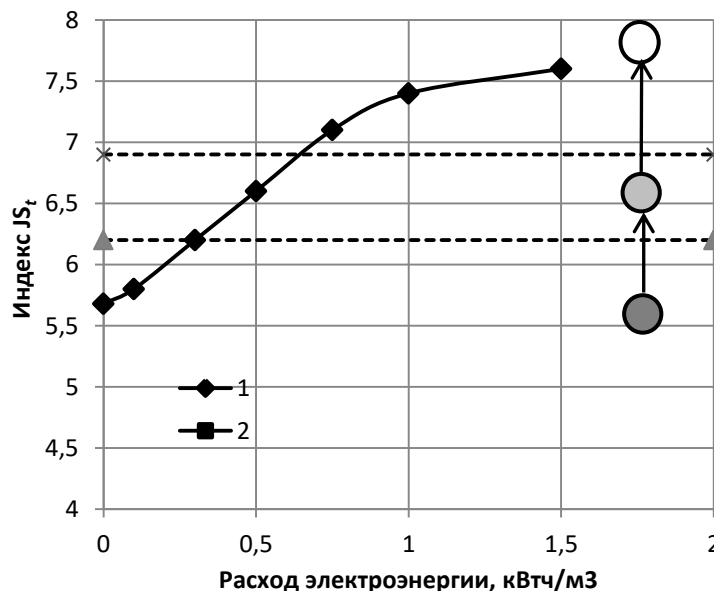


Рисунок 5.2 – Изменение индекса Ризнера JS_t при бездиафрагменной электрохимической обработке оборотной воды обогатительной фабрики № 16 Нюрбинского ГОКа; пунктирные линии – переход от воды, склонной к образованию осадка (●), к нейтральной воде (●) и воде, склонной к растворению осадка (коррозионно-активной) (○)

Установленный режим электрохимического кондиционирования оборотной воды липкостной сепарации позволит уменьшить рН и концентрации ионов кальция и бикарбонат-иона водной среды. За счет указанных изменений достигается перевод исследуемой оборотной воды из категории «способной отлагать осадки» в категорию способную растворять карбонатные осадки, то есть делает ее способной растворять часть минеральных образований на поверхности алмазов и предупреждать их повторное формирование.

5.3. Разработка комбинированной технологии ультразвуковой и электрохимической обработки воды и рудной пульпы для модифицирования свойств алмазов в цикле липкостной сепарации

Выбор режимов обработки рудной пульпы проводился с учетом обеспечения сохранности алмазов; наиболее важными контролируемыми параметрами являлись мощность энергетического воздействия и частота ультразвуковых колебаний. Условием эффективного применения ультразвуковой очистки алмазной поверхности является выбор режимов обработки, приводящих к диспергированию шламовых примазок, что достигается ведением процесса при определенной энергии ультразвукового поля. Другим важным условием является поддержание таких значений интенсивности и продолжительности ультразвукового воздействия, при которых не происходит разрушения или роста дефектности алмазов. Для недопущения эффекта кавитации в трещинах и закрытых полостях кристаллов алмазов был выбран режим, при котором область кавитации ограничивалась поверхностью кристалла алмаза.

Исследования процесса подготовки алмазов к процессу липкостной сепарации были проведены в виде укрупненных лабораторных испытаний на стендовой установке, включающей бездиафрагменный электролизер с необходимыми средствами контроля и автоматики, а также липкостной сепаратор барабанного типа и ультразвуковой генератор для обработки питания липкостной сепарации.

В промышленных условиях на установке липкостной сепарации обогащаются хвосты рентгенолюминесцентной сепарации крупностью $-6+3$ мм и $-3+1$ мм. Обе фракции обрабатываются одинаково, начиная с процесса очистки (оттирки) и завершая

липкостной сепарацией, после чего они объединяются для удаления с них остатков мази и поступления в последующие доводочные операции.

Оттирка материала в промышленной схеме происходит в скруббере. Продукт оттирки поступает на грохот, где происходит отмывка твердой фракции. Очищенный продукт грохота подается в бункер питания. Процесс липкостной сепарации на обогатительной фабрике производится в аппаратах СЛ-10 (по одному на каждый класс крупности).

При разработке комбинированной технологии электрохимических и ультразвуковых воздействий на алмазосодержащий материал в цикле липкостной сепарации использовался стенд для отработки режимов электрохимического кондиционирования водных систем, оснащенный излучателем ультразвука ИЛ100-6/1.

Были изучены три схемы подготовки исходного питания к процессу липкостной сепарации (рисунок 5.3), которые отличались по точкам применения ультразвуковых воздействий:

- согласно первой схемы проводилась предварительная перед оттиркой обработка алмазосодержащего материала электрохимически модифицированной оборотной водой, затем последовательно в трубопроводе проводилась ультразвуковая обработка алмазосодержащей пульпы, которая после этого поступала в процесс липкостной сепарации (рисунок 5.3а).

- по второй схеме непосредственно перед оттиркой проводилась совместная обработка алмазосодержащей пульпы электрохимически модифицированной оборотной водой и ультразвуковыми воздействиями. После комбинированной электрохимической и ультразвуковой обработки алмазосодержащий продукт проходил операцию оттирки, разделялся по классам крупности, орошался модифицированной оборотной водой и направлялся на липкостную сепарацию (рисунок 5.3б).

- по третьей схеме комбинированная электрохимическая и ультразвуковая обработка класса алмазосодержащего материала осуществлялась после операции оттирки и обесшламливания и проводилась в отдельном аппарате, причем ультразвуковая обработка проводилась непосредственно в электрохимически модифицированной оборотной воде (рисунок 5.3в).

Жировое покрытие, применяемое в экспериментах, соответствовало промышленному составу и состояло из петролатума (59%), октола – 12,3(%), индустриального масла И-40 (28,7%).

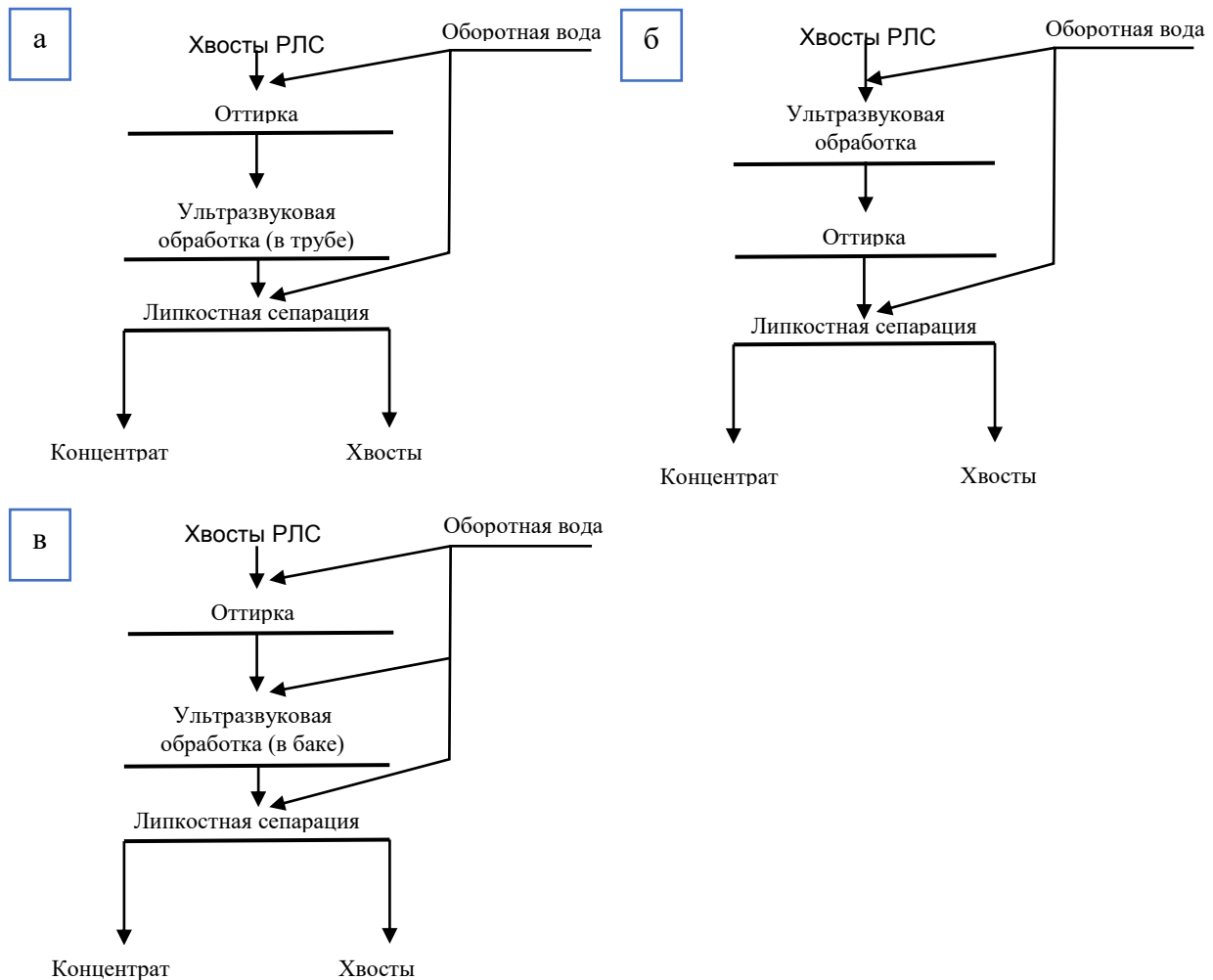


Рисунок 5.3 - Принципиальные схемы укрупненных лабораторных исследований процесса липкостной сепарации

В рассматриваемых режимах кондиционирования алмазосодержащего материала с использованием продуктов электролиза оборотной воды и ультразвуковой обработки проведена серия экспериментальных исследований. В каждом эксперименте была использована коллекция природных алмазов крупностью -4+1 мм в количестве 165 шт.

При испытаниях по всем схемам были использованы одинаковые режимы воздействий на оборотную воду и алмазосодержащую пульпу. В таких условиях сравнение схем подготовки представляется вполне обоснованным. Анализ полученных

результатов показал, что вторая схема, предусматривающая проведение ультразвуковой обработки перед операцией оттирки и проводимая непосредственно в оборотной воде, прошедшей электрохимическую бездиафрагменную обработку, обеспечивает в условиях эксперимента наибольшее повышение извлечения - на 6,3% (таблица 5.6).

Таблица 5.6 – Показатели процесса липкостной сепарации при испытаниях комбинированной электрохимической и ультразвуковой технологии восстановления гидрофобности алмазов

Режим	Расход энергии на э/х кондиционирование, кВт/м ²	Мощность ультразвука, Вт/см ²	Продолжительность УЗ обработки, мин	Извлечение алмазов, %
Без кондиционирования	-	-	-	81,7
Первая схема				
Режим 1	0,75	5,0	1,0	83,0
Режим 2	0,75	7,5	1,0	83,5
Режим 3	1,5	5,0	1,0	84,3
Режим 4	1,5	7,5	1,0	85,3
Среднее				84,25
Вторая схема				
Режим 1	0,75	5,0	1,0	86,6
Режим 2	0,75	7,5	1,0	87,6
Режим 3	1,5	5,0	1,0	88,3
Режим 4	1,5	7,5	1,0	89,5
Среднее				88,0
Третья схема				
Режим 1	0,75	5,0	1,0	83,3
Режим 2	0,75	7,5	1,0	84,0
Режим 3	1,5	5,0	1,0	85,0
Режим 4	1,5	7,5	1,0	87,0
Среднее				84,75

- СЛ – сепаратор липкостной

Полученные результаты укрупненных лабораторных испытаний показали перспективность применения разработанной технологии подготовки питания липкостной сепарации с использованием комбинированных электрохимических и ультразвуковых воздействий для повышения эффективности процесса липкостной сепарации алмазосодержащего материала и определили целесообразность проведения стендовых испытаний по схеме №2.

5.4. Стендовые испытания комбинированной электрохимической и ультразвуковой обработки оборотной воды и рудной пульпы в цикле липкостной сепарации алмазосодержащего материала

Стендовые испытания комбинированного метода подготовки исходного питания к липкостной сепарации алмазосодержащего сырья трубок «Нюрбинская» и «Ботуобинская» проводили с использованием стендового липкостного сепаратора в условиях промышленного режима обогатительной фабрики №16 Нюрбинского ГОКа.

Алмазосодержащий материал для проведения испытаний был отобран в промышленном переделе липкостной сепарации обогатительной фабрики №16 Нюрбинского ГОКа: хвосты контрольных операций рентгенолюминесцентной сепарации рассеивались по узким классам крупности $-6+3$ мм и $-3+1$ мм и поступали на липкостную сепарацию на ленточные сепараторы. Липкостной сепаратор работал с использованием трехкомпонентного липкого состава, приготовленного на основе петролатума, октола и индустриального масла. Хвосты и концентрат липкостной сепарации поступали в лабораторию на извлечение алмазов и составление баланса процесса липкостной сепарации.

Далее отобранные согласно утвержденной методике пробы кимберлитового материала и коллекции извлеченных алмазов были отправлены в лабораторию НИГП АК «АЛРОСА» для выполнения экспериментальных исследований и стендовых испытаний комбинированного электрохимического и ультразвукового воздействия в схеме липкостной сепарации

В цикле липкостной сепарации стендовых испытаний, выполненных по вышеприведенной схеме 2 (рисунок 5.3, б) каждые два часа изменяли качество воды, поступающей в питающий бункер для транспортирования алмазосодержащего материала на сепарацию и периодичность ультразвуковых воздействий. Циклы испытаний повторялись согласно утвержденной методике.

В период испытаний была проведена апробация контрольного и разработанного вариантов применения. По первому режиму схеме во все точки технологического процесса подавали технологическую и оборотную воду в соответствии с технологическим регламентом.

По второму режиму обратную воду, после электрохимического кондиционирования подавали в приемный бункер, где происходило воздействие продуктов электролиза обратной воды с рудным сырьем. Затем материал вместе с электрохимически обработанной обратной подвергались ультразвуковой обработке перед операцией оттирки. При проведении испытаний выдерживали наилучший режим, обоснованный результатами лабораторных исследований: Расход энергии на бездиафрагменное электрохимическое кондиционирование минерализованной воды составил $1 \text{ кВт} \cdot \text{ч} / \text{м}^3$; мощность ультразвукового поля в рабочей зоне - $7,5 \text{ Вт} / \text{см}^2$ время обработки - 1 мин.

Результаты испытаний показали, что наибольшую эффективность показал режим, предусматривающий использование наряду с электрохимическим кондиционированием воды технологию ультразвуковой обработки пульпы

Таблица 5.7 – Показатели процесса липкостной сепарации (ЛС) при испытаниях комбинированной электрохимической – ультразвуковой технологии восстановления гидрофобности алмазов

Режим	Класс	Содержание алмазов в хвостах ЛС, у.е.	Расчетное извлечение алмазов, %
Без кондиционирования	-6+3 мм	54,7	91,3
	-3+1 мм	62,5	87,6
	Итого	56,0	89,00
С электрохимической и ультразвуковой обработкой	-6+3 мм	33,1	91,3
	-3+1 мм	36,5	95,7
	Итого	35,0	93,13

Анализ данных испытаний, представленных в таблице 5.7, показывает существенное сокращение потерь алмазов в хвостах люминесцентной сепарации при использовании разработанной технологии комбинированного электрохимического и ультразвукового кондиционирования. Результаты испытаний показали, что применение комбинированной электрохимической – ультразвуковой технологии подготовки сырья к обогащению методом липкостной сепарации позволяет повысить извлечение алмазов в концентрат на 4,13% (таблица 5.7).

В процессе стендовых испытаний с использованием весовых (в пределах точности 0,01 карат) и визуальных методик изучена сохранность кристаллов в процессе их обработки электрохимическими и ультразвуковыми воздействиями.

Результаты расчета ожидаемого экономического эффекта, проведенного по методике АК «АЛРОСА», показали, что экономия от внедрения комбинированной схемы электрохимической водоподготовки и ультразвуковой обработки питания липкостной сепарации для условий обогатительной фабрики №16 Нюрбинского ГОКа составит около 17,7 млн. рублей в год.

Таким образом, результаты экспериментальных исследований и стендовых испытаний показали (на примере алмазосодержащих продуктов переработки кимберлитовых руд трубок «Нюрбинская» и «Ботубинская») перспективность разработанной комбинированной электрохимической – ультразвуковой технологии подготовки исходного питания к процессу липкостной сепарации.

Результаты подтверждены соответствующим актом. (Приложение А)

Выводы к главе 5.

1. Проведенный с использованием критерия Ризнера анализ свойств оборотной воды обогатительной фабрики Нюрбинского ГОКа характеризует ее как склонную к осаждению карбонатных отложений, т.е. протеканию процессов техногенной гидрофилизации алмазов. В тонкодисперсном нерастворимом осадке оборотной воды диагностированы глинистые минералы (сметиты, серпентин, хлорит) карбонаты (кальцит, доломит), кварц, тальк, а также гипс.

2. Показано, что бездиафрагменная электрохимическая обработка оборотной воды позволяет достичь изменения ее технологических свойств за счет снижения концентраций ионов кальция, карбонатов, уменьшения значений рН. Электрохимически модифицированная оборотная вода характеризуется как склонная к растворению карбонатных гидрофилизирующих минеральных образований на алмазах ($JS_t = 7,0$)

3. Разработан режим подготовки исходного питания к процессу липкостной сепарации, включающий оттирку хвостов РЛС, ультразвуковое кондиционирование продукта в течение 1 мин при мощности ультразвукового воздействия 5 – 7,5 Вт/см³

при разбавлении продуктом бездиафрагменной обработки оборотной воды, проводимой при плотности тока 100 A/m^2 и расходе электроэнергии $0,75 - 1,5 \text{ кВт}\cdot\text{ч/м}^3$, обеспечивающий снижение потерь алмазов с хвостами липкостной сепарации.

4. В результате проведенных укрупненных испытаний показано, что применение комбинированной технологии подготовки сырья к обогащению на липкостном сепараторе позволит повысить извлечение алмазов в данной операции на $4,13\%$. Результаты расчета ожидаемого экономического эффекта в цикле липкостной сепарации, проведенное по методике АК «АЛРОСА», показали, что с учетом затрат экономия от внедрения схемы и технологии комбинированной электрохимической водоподготовки и ультразвуковой обработки питания липкостной сепарации составит $17,7 \text{ млн. рублей}$ в год.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В диссертационной работе дано новое решение актуальной научной задачи повышения извлечения алмазов в условиях липкостной сепарации на основе комбинированного электрохимического и ультразвукового воздействий, обеспечивающих повышение технико-экономических показателей обогащения алмазосодержащих кимберлитов.

Автором получены следующие основные результаты:

1. Установлено, что гидрофилизирующие поверхностные образования на алмазах, извлеченных из подверженных наиболее значительным гипергенным изменениям кимберлитов трубок «Нюрбинская» и «Ботуобинская», преимущественно представлены адгезионно закрепившимися на гидрофилизированной поверхности алмазов шламовыми примазками силикатно-карбонатного состава и характеризуются значительными объемами пор, заполненных водной фазой.

2. Гидрофилизирующие шламовые образования характеризуются существенно меньшими по сравнению с алмазом значениями акустического сопротивления (в 3-5 раз), что обеспечивает избирательное протекание в них кавитационных явлений при воздействии ультразвукового поля высокой энергии и обосновывает применение ультразвуковой обработки пульпы для восстановления гидрофобности алмазов путем избирательного разрушения и удаления с поверхности алмазов гидрофилизирующих покрытий.

3. Проведенными расчетами показано, что при воздействии на алмазосодержащий материал ультразвука в течение 1-2 мин при мощности поля 3 – 7,5 Вт/см², частоте поля от 22 до 130 кГц внутри шламовых образований поддерживается кавитационный режим (более 1,5 Вт/см²), происходит интенсивное диспергирование шламовых покрытий и их удаление с поверхности алмазов. При этих условиях внутри алмаза поддерживается докавитационный режим (до 1,5 Вт/см²), не вызывающий возрастания давления в трещинах и разрушения алмаза.

4. При комбинированном применении процессов ультразвуковой обработки пульпы и электрохимического кондиционирования оборотной воды наблюдается синергетический эффект повышения эффективности удаления с поверхности алмазов гидрофилизирующих покрытий силикатно-карбонатного состава и техногенных

пленок с предотвращением повторной гидрофилизации и адгезионного закрепления шламов на алмазах в процессе липкостной сепарации.

5. Комбинированное применение ультразвуковой обработки пульпы и бездиафрагменной электрохимической обработки оборотной воды обеспечивает удаление с поверхности алмазов 94% гидрофилизирующих поверхностных образований, восстановление их гидрофобности до параметров природных кристаллов (увеличение краевого угла смачивания на $22-40^\circ$) и повышение флотуруемости до 90%) за счет удаления гидрофилизирующих поверхностных образований и предотвращения их повторного закрепление на алмазах под действием прошедшей электрохимическое кондиционирование оборотной воды.

6. Обоснован и разработан технологический режим подготовки к липкостной сепарации алмазосодержащих продуктов, включающий ультразвуковую обработку исходного питания при частоте 22-44 кГц и мощности $5 - 7,5 \text{ Вт/см}^2$ в среде оборотной воды, прошедшей бездиафрагменное электрохимическое кондиционирования при плотности тока 100 А/м^2 при расходе электроэнергии $0,75 - 1,5 \text{ кВт*ч/м}^3$. Проведенными испытаниями показана эффективность разработанного режима подготовки сырья к липкостной сепарации, обеспечивающего повышение извлечения алмазов на 4,13%. Расчетный экономический эффект от увеличения извлечения алмазов с учетом всех затрат составил 17,7 млн. рублей в год.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Авдохин В.М. Основы обогащения полезных ископаемых. Технологии обогащения полезных ископаемых. – Т. 2, М: МГГУ, 2006. - С.162-164.
2. Авторское свидетельство СССР № 672499. Котляров В. С., Юрченко И. В. Способ измерения амплитуд ультразвуковых колебаний Опубликовано 05.07.79. Бюллетень № 25.
3. Агранат Б.А. Ультразвуковая технология. М.: Metallurgia. – 2002. – 503 с.
4. Агранат Б.А., Башкиров В.И., Китайгородский Ю.И., Хавский Н.Н. Ультразвуковая технология. -Москва.: Metallurgia, 1974. - 335 с.
5. Айлер Р.К. Коллоидная химия кремнезема и силикатов. Госстройиздат, - М., 1959. -356 с.
6. Аكوпова К.С. и др. Влияние предварительной ультразвуковой обработки минералов титано-циркониевых песков на процесс их флотации // Применение ультразвука в машиностроении: Сб. докл на 4-й ежегод. науч.-техн. конф. М., 1963. - С.37-39.
7. Алешин В.Т., Смехнов А.А., Богатырева Г.П. и др. Химия поверхности алмазов. Киев : Наукова думка, 1990. - 199 с.
8. Алмазы России-Саха. Пятьдесят алмазных лет. – М.: «Российская политическая энциклопедия» (РОССПЭН), 2005. – 704 с.
9. Балдев Радж, В.Раджендран, П.Паланичами. Применения ультразвука. - Москва.:Техносфера, 2006. -287 с.
10. Барский Л.А., Козин В.З., Системный анализ в обогащении полезных ископаемых. М.: Недра, 1978. - 486 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. Богачев В.И., Зуев А.В., Миненко В.Г. Механизм пассивации и активации природных алмазов в процессах их извлечения из кимберлитов // Тез. докл. II Конгресса обогатителей стран СНГ. М.: МИСиС, 1999. С. 112. 16-18 марта 1999. – С.209-211.

13. Брагина В.И., Брагин В.И. Технология обогащения полезных ископаемых, Красноярск: Изд. ИПК СФУ, 2009. – 289 с.

14. Бунин И.Ж. Теоретические основы воздействия наносекундных электромагнитных импульсов на процессы дезинтеграции и вскрытия тонкодисперсных минеральных комплексов и извлечения благородных металлов из руд. - Дисс. на соискание ученой степени д.т.н. М.: УРАН ИПКОН РАН, 2009. -С. 345.

15. Верхотуров М.В., Амелин С.А., Коннова Н.И. Обогащение алмазов // Международный журнал экспериментального образования. – 2012. –№2. – С. 61-61.

16. Волков, В.А.. Коллоидная химия. Поверхностные явления и дисперсные системы. / В.А. Волков. – Лань, 2015. –526 с.

17. Вурдова Н.Г., Фомичев В.Т. Электродиализ природных и сточных вод. М.: АСВ, 2001. -176 с.

18. Глембоцкий В.А., Колчманова А.Е. Интенсификация процессов обогащения руд с применением ультразвука. М.: ЦНИИТЭИ цветной металлургии, 1973. - 80 с.

19. Гончаров В. Д., Новик А.А. Технологические аспекты применения мощного ультразвука при диспергировании керамических материалов // Сборник трудов Научной конференции «Сессия Научного совета РАН по акустике и XXV сессия Российского акустического общества». – Таганрог, 2012. – С. 69 - 71.

20. Горячев Б.Е. Технология алмазосодержащих руд. М: МИСИС, 2010. - 326 с.

21. Горячев Б.Е., Чекушина Т.В. Современные методы оценки технологических свойств труднообогатимого и нетрадиционного минерального сырья благородных металлов и алмазов // Цветные металлы. – 2005.- №1.

22. Григорьев А.И. Введение в колебательную спектроскопию неорганических соединений, -Издательство МГУ, - 1997. – 439 с.

23. Данилов Ю.Г. Совершенствование физико-химических методов извлечения алмазов // Горный журнал. - 1994. -№ 5. – С. 76-79.

24. Двойченкова Г.П. Формирование минеральных образований на поверхности природных алмазов и метод их деструкции на основе электрохимически модифицированных минерализованных вод Физико-технические проблемы разработки полезных ископаемых. - 2014. -№ 4. - С.159-171.

25. Двойченкова Г.П., Миненко В.Г., Богачев В.И. и др. Разработка, апробация и перспективы практической реализации электрохимического метода водоподготовки в

схемах липкостной и тяжелосредной сепарации на обогатительных фабриках АК "АЛРОСА" // Совр. методы оценки технол. свойств труднообогатимого и нетрадиционного минерального сырья блaгор. металлов и алмазов и прогресс. технологии их переработки. - Материалы междунар. совещ. - Иркутск, 2004. - С. 125-127.

26. Двойченкова Г.П., Подкаменный Ю.А., Тимофеев А.С., Ковальчук О.Е. Экспериментальное исследование взаимосвязи состава кимберлитовых руд и механизма формирования минеральных образований на поверхности природных алмазов. Горный журнал. 2017. № 11. - С. 45-51.

27. Двойченкова Г.П., Стегницкий Ю.Б., Ковальчук О.Е., Тимофеев А.С., Подкаменный Ю.А. Результаты исследований слоистых силикатов интенсивно измененных кимберлитов и тонкодисперсных фракций их преобразований. Отечественная геология. - 2016. - № 3. - С. 57-66.

28. Дюкарев В.П., Калитин В.Т., Махрачев А.Ф. и др. Разработка и внедрение электрохимической технологии водоподготовки при обогащении алмазосодержащих кимберлитов // Горный журнал. - 2000. - №7. - С. – 44-48.

29. Заскевич М.В. Смольников В.Т., Технология переработки алмазосодержащего сырья в компании "Алмазы Россия-Саха" // Горный журнал. - 1994. № 9. - С. 45-47.

30. Зигбан К., Нордлинг К., Фельман А. Электронная спектроскопия. - М.: Мир, 1997. - 494 с.

31. Зинчук Н.Н. Постмагматические минералы кимберлитов. – М.: ООО «Недра-Бизнесцентр», 2000. – 538 с.: ил. – ISBN 5-8365-0033-9

32. Зинчук Н.Н., Харьков А.Д., Мельник Ю.М., Мовчан Н.П. Вторичные минералы кимберлитов. - Киев: Наукова Думка, 1993. - 282 с.

33. Злобин М.Н. Состояние и некоторые пути развития технологии обогащения алмазосодержащих руд на предприятиях АК "АЛРОСА". М.: Алмазы, 2002. С. 59-63.

34. Зуев А.В. Интенсификация пенной сепарации алмазосодержащих руд на основе электрохимического кондиционирования водных систем. - Автореф. дисс. на соискание ученой степени к.т.н. М.: ИПКОН РАН, 2001. -24 с.

35. Изойтко В.М. Технологическая минералогия и оценка руд. СПб: Наука, 1997. - 582 с.

36. Келлер О.К., Кротыш Г.С., Лубяницкий Г.Д.. Ультразвуковая очистка. - Л., Машиностроение, 1977. -78 с.

37. Кириллов О.Д. К вопросу о возможности применения ультразвука в процессах обогащения полезных ископаемых // Физика и физико-химический анализ: Сб. тр. МИЦМИЗ. 1957. №30. Вып. 1. – С.45-65.

38. Кобылкин О.И., Пономарева С.Г. Исследование процесса липкостной сепарации алмазов // Горный журнал. -1994. -№ 5. – С.13-15.

39. Коваленко Е.Г., Двойченкова Г.П., Поливанская В.В. Обоснование применения метода тепловой обработки для повышения эффективности процесса пенной сепарации алмазов // Горн. инф. - аналитич. бюлл. - 2014. - №6. -С.158–164.

40. Козин В.З. Экспериментальное моделирование и оптимизация процессов обогащения полезных ископаемых. М.: Недра, 1984. - 112 с.

41. Коровкин М.В., Ананьева Л.Г. Инфракрасная спектроскопия карбонатных минералов: учебное пособие / М.В. Коровкин; Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2016. – 96 с

42. Костровицкий С.И., Специус З.В., Яковлев Д.А., Фон-дер-Флаас Г.С., Суворова Л.Ф., Богущ И.Н. Атлас коренных месторождений алмазов Якутской кимберлитовой провинции. Отв. редактор ак. Н.П. Похиленко. НИГП АК «АЛРОСА» (ПАО). – г. Мирный; типография ООО «МГТ», 2016 – 480 с.

43. Краткий справочник физико-химических величин. Изд. 8, / под ред. А.А. Равделя и А.М. Пономаревой, Л.: Химия, 1983. - 232 с.

44. 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.

45. Куренков И.И. О свойствах поверхности алмаза в связи с извлечением из руд / Труды Института горного дела им. А.А. Скочинского / М.: Изд. АН СССР, 1957. Т. IV. - С. 241-251.

46. Лебедев Н. М., Воронин О. В., Ложников С.и др. Использование ультразвука для интенсификации процессов флотации // Материалы V Конгресса обогатителей стран СНГ, III том, с. 225, 23—25 марта 2005 г. – С. 112-116.

47. Макалин И. А. Повышение эффективности радиометрической сепарации на обогатительных фабриках АК "АЛРОСА" // Горный журнал. - 2012. - № 12. - С. 71-73.

48. Макаровский, И. В. Контроль качества очистки алмазов с помощью спектрофотометра Lambda 950 // Горный журнал. - 2012. - № 12. - С. 74-78.

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

50. Матусевич Л.Н. Кристаллизация из растворов в химической промышленности. М.: Химия, 1968. - 304 с.

51. Миненко В.Г. Интенсификация липкостной сепарации алмазосодержащих руд на основе электрохимического кондиционирования водных систем / Автореф. дисс. на соискание ученой степени к.т.н. /М. : ИПКОН РАН, 2004. – 24 с.

52. Миненко В.Г., Двойченкова Г.П., Пономарева С.Г. Изменение физико-химических свойств жирового покрытия после взаимодействия с различными водными системами и продуктами их электролиза в процессе липкостной сепарации алмазов. // Горный информационно-аналитический бюллетень, 2002 №., С. 167-174.

53. Миненко В.Г., Чантурия, В.А. Трофимова, Э.А., Богачев, В.И., Интенсификация липкостной сепарации алмазосодержащих руд на основе электрохимического кондиционирования водных систем / Современные методы оценки технологических свойств труднообогатимого и нетрадиционного минерального сырья благородных металлов и алмазов и прогрессивные технологии их переработки. – Матер. Межд. совещания «Плаксинские чтения» / Иркутск, 2004. - С. 132-133.

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

55. Монастырский В.Ф. Двойченкова Г.П., Зуев А.В., Луйк С.О. Выбор технологических схем переработки и обогащения алмазосодержащих руд // Вестник ЯГУ Северо-Восточного Федерального Университета Им. М.К. Аммосова, 2006 -№4. С.38-43.

56. Небера В.П. Флокуляция минеральных суспензий. М.: Недра, 1983. - 243 с.

57. Остапенко Под. ред. П.Е. Технологическая оценка минерального сырья. Методы исследования: Справочник, М.: Недра, 1990. – 264 с.

58. Островская Г.Х., Двойченкова Г.П., Тимофеев А.С. Повышение извлечения алмазов класса -5 мм в концентраты рентгенолюминесцентной сепарации доводочных операций // Горн. инф.-аналит. бюллетень. – 2015. - №9. - С. 114-122.

59. Отчет независимых экспертов о запасах и ресурсах месторождений алмазов группы компаний «Алроса» // «Майкон Интернэшнл Ко Лимитед» Великобритания, NR4 6TJ, Норидж, Кесуик Холл, офис 10. -17 сентября 2013 г. - http://alrosa.wearetesting.co.uk/wp-content/uploads/2013/11/Alrosa_Independent_Expert_Report-2013.pdf

60. Плаксин И.Н. Воздействие газов и реагентов на минералы во флотационных процессах // Известия АН СССР. М.: ОН, 1950 г. №2. С. 1827-1844.

61. Плаксин И.Н., Шафеев Р.Ш., Чантурия В.А., Якушин В.П. О влиянии ионизирующих излучений на флотационные свойства некоторых минералов // Избранные труды. Обогащение полезных ископаемых. М.: Наука, 1970. - С. 292-300.

62. Подкаменный Ю.А., Двойченкова Г.П., Ковальчук О.Е. Влияние вещественного состава кимберлитовых пород на гидрофобно-гидрофильное состояние поверхности алмазных кристаллов. В сборнике: Молодежь и научно-технический прогресс в современном мире сборник докладов IX Всероссийской научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых. 2018. - С. 97-100.

63. Подкаменный Ю.А., Двойченкова Г.П., Ковальчук О.Е. Закономерности формирования минеральных образований на поверхности природных алмазов измененных кимберлитовых пород. в сборнике: 50 лет российской научной школе комплексного освоения недр земли Материалы Международной научно-практической конференции. 2017. - С. 471-475.

64. Подкаменный Ю.А., Двойченкова Г.П., Ковальчук О.Е., Тимофеев А.С. Анализ распределения вторичных минералов и их ассоциаций в кимберлитовых трубках западной якутии. В сборнике: Проблемы освоения недр в XXI веке глазами молодых 12 Международная научная школа молодых ученых и специалистов, 2015. - С. 298-302.

65. Подкаменный Ю.А., Ковальчук О.Е., Двойченкова Г.П. Модификация технологических свойств алмазов в условиях контакта с породообразующими минералами кимберлитовых руд. В сборнике: Современные проблемы комплексной переработки труднообогатимых руд и техногенного сырья (Плаксинские чтения - 2017) Материалы Международной научной конференции. 2017. - С. 88-91.

66. Полькин С.И. Флотация руд редких металлов и олова. М.: Госгортехиздат, 1960. - 637 С.
67. Ребиндер П.А. Исследования прикладной физикохимии поверхностных явлений. М.: ОНТИ, НКТП, 1936. – 438 с.
68. Сандомирская О.А., Беженарь Н.П., Шишкин В.А. Очистка поверхности поликристаллов сверхтвердых материалов от графита // Сверхтвёрдые материалы. - 1982. -№6. - С.12-14.
69. Савицкий Л.В. Разработка многокритериального метода выбора рациональных схем рудоподготовки и обогащения алмазосодержащих кимберлитов // Автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук. М.:МГГУ. – 2010. - 23 с.
70. Скорчелетти В.В. Теоретическая электрохимия. 4-е изд. испр и доп. — Л.: Химия, 1974. — 568 с..
71. Смит А. Прикладная ИК-спектроскопия. – М.: Мир, 1982. – 328 с.
72. Смольников В.А., Бычкова Г.М., Специус З.В. и др. Перспективные способы повышения флотиремости алмазов // Горный журнал. - 1999. -№5. - С. 33-36.
73. Совершенствование процесса доводки гравитационных алмазосодержащих концентратов на липких покрытиях / Отчет о НИР Якутнипроалмаз / Мирный, 1973. – 85 с.
74. Справочник физических констант горных пород. Под ред. С. Кларка мл. / Науки о Земле, Т. 21, М., Мир, 1969. - 544 с.
75. Технологическая оценка минерального сырья. Опробование месторождений. Характеристика сырья: Справочник / ред. Под редакцией Остапенко П.Е. / М.: Недра, 1990. - 272 с.
76. Трофимова Э.А., Зуев А.В., Двойченкова Г.П., Богачев В.И. Эффективность применения бездиафрагменной электрохимической водоподготовки в процессах обогащения алмазосодержащих кимберлитов / Развитие идей И. Н. Плаксина в области обогащения полезных ископаемых и гидрометаллургии, М.: ННЦ ГП-ИГД им. А. А. Скочинского, 2000. - 327 с.
77. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. М.: Металлургия, 1982. - 632 с.

78. Фельдман А.В. Интенсификация процесса флотации ультразвуковыми колебаниями различных частот: дисс. ... канд. техн. наук. - Москва, 1982. - 197 с.

79. 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.

80. Фрумкин А.Н. Физико-химические основы теории флотации // Успехи химии. - 1973. - Т. 42. - №2. - С. 323-342.

81. Харьков А.Д., Зинчук Н.Н., Зуев В.М. Коренные месторождения алмазов мира, М: Недра, 1998. – с. 376

82. Хмелев В. Н. Ультразвуковые многофункциональные и специализированные аппараты для интенсификации технологических процессов в промышленности [Текст] / В. Н. Хмелев [и др.]. – Барнаул: АлтГТУ, 2007. – 416 с.

83. Хмелев В.Н., С.С. Хмелев, Р.Н. Голых, Р.В. Барсуков Повышение эффективности ультразвуковой кавитационной обработки вязких и дисперсных жидких сред // Ползуновский вестник, № 3, 2010. – С. 321-325.

84. Хмелев, В.Н. Источники ультразвукового воздействия. Особенности построения и конструкции / Хмелев В.Н., Хмелев С.С., Цыганок С.Н., Левин С.В. – Бийск: Изд-во Алт. гос. техн. унта, 2013. – 196 с.

85. Хмелев, В.Н. Ультразвуковые многофункциональные и специализированные аппараты для интенсификации технологических процессов [Текст] / В.Н. Хмелев, А.В. Шалунов, Р.Н. Барсуков, С.Н. Цыганок, А.Н. Сливин. – Бийск, Изд-во Алтайского гос. технич. ун-та, 2007. – 400 с.

86. 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.

87. Чантурия В.А., Бунин И.Ж., Ковалев А.Т. Селективная дезинтеграция тонковкрапленных минеральных комплексов при высокоимпульсном воздействии // Известия АН. Физическая серия, 2005, Т. 69. - С. 1085-1061.

88. Чантурия В.А., Двойченкова Г.П., Бунин И.Ж., Миненко В.Г., Коваленко Е.Г., Подкаменный Ю.А. Комбинированные процессы извлечения алмазов из метасоматически измененных кимберлитовых пород. Физико-технические проблемы разработки полезных ископаемых. -2017. - № 2. - С. 117-127.

89. 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.

90. Чантурия В.А., Двойченкова Г.П., Ковальчук О.Е. «Поверхностные свойства алмазов метасоматически измененных кимберлитов и их модификация в условиях переработки минерального сырья» // Физико-технические проблемы переработки полезных ископаемых, 2015. - №2. - С. 137 – 148.

91. Чантурия В.А., Двойченкова Г.П., Ковальчук О.Е. Классификация минеральных образований на поверхности природных алмазных кристаллов» // Физико-технические проблемы разработки полезных ископаемых. – 2016.- №3. - С. 116-122.

92. Чантурия В.А., Двойченкова Г.П., Ковальчук О.Е., Тимофеев А.С., Подкаменный Ю.А. Анализ распределения вторичных минералов и их ассоциаций в метасоматически измененных кимберлитовых рудах и продуктах их переработки» // Руды и металлы. – 2016. - №2. - С. 73-83.

93. Чантурия В.А., Двойченкова Г.П., Тимофеев А.С., Подкаменный Ю.А. Исследование минеральных образований на поверхности алмазных кристаллов и условий их деструкции в процессах переработки текущих и отвальных хвостов алмазоизвлекающих фабрик. - Горный журнал. - 2019. - № 2. - С. 61-65.

94. 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.

95. Чантурия В.А., Двойченкова Г.П., Трофимова Э.А. Способ липкостной сепарации / Патент РФ №:2123889 от 27.11.1998. - 4 с.

96. Чантурия В.А., Калитин В.Т., Трофимова Э.А., Зуев А.В. и др. Способ липкостной сепарации. – Патент РФ № 2123889 от 27.12.1998.

97. Черепин В.Т., Васильев М.А. Методы и приборы для анализа поверхности материалов: Справочник. - Киев.: Наукова думка, 1981. - 328 с.

98. Афанасьев В.П., Электронная и ионная спектроскопия твердых тел / М.: Мир, 1981, - 468 с.

99. Юсупов Т.С. Механическая активация минералов перед процессами химического обогащения // Физические и химические основы переработки минерального сырья, М.: Наука, 1982. - С. 173

100. Anon O. Diamonds // Min. Ann. Review. 1983. - 119p.

101. Chadwic J.R. Jwaneng and Botswana: at reining of diamond production // World Min. Jan. - 1983. - Pp. 64-68.

102. Chanturia V.A., Dvoichenkova G.P., Bunin I.Z., Minenko V.G., Podkamenny Y.A., Kovalenko E.G. Combination processes of diamond recovery from metasomatically altered kimberlite rocks // Journal of Mining Science. -2017. -Т. 53. -№ 2. -С. 317-326.

103. 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 - Pp. 4083 – 4092.

104. Chukanov N., Chervonnyi A. Infrared Spectroscopy of Minerals and Related Compounds. - Springer Cham Heidelberg New York Dordrecht London © Springer International Publishing Switzerland. 2016. – 438 p.

105. 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.

106. Gauglitz, G. and Vo-Dinh, T. Handbook of spectroscopy. Wiley-VCH. – 2003. - 165 p.

107. Handbook of Industrial Diamonds and Diamond Films / M.A. Prelas, G. Popovici, L.K. Bigelow (editors). New York: Marcel Dekker, 1997.-534 p.

108. Isopescu R., Mocioi M., Mihai M., Mateescu C., Dabija G., Modification of precipitated calcium carbonate particle size distribution using ultrasound field // Revista de Chimie. – 2007. – 58. - Pp. 246-250.

109. Khmelev V.N. Control system of the ultrasonic technological device // 10 th International Workshops and Tutorials on Electron Devices and Materials EDM'2009: Workshop Proceedings. - Novosibirsk: NSTU, 2009. - Pp.246-249.

110. Langelier, W. F., Chemical Equilibria in Water Treatment // Journal of American Water Works Association. – 1946. – 38. - Pp. 169-181.

111. Leong T., Ashokkumar M., Kentish S., The fundamentals of power ultrasound - A review, *Acoustics Australia*, 2011, 39(2). - Pp. 54-63.
112. Oner Yusuf Toraman. Experimental investigations of preparation of calcite particles by ultrasonic treatment // *Physicochem. Probl. Miner. Process.* 53(2), 2017, 859–868
113. Pepper S.V. Electron spectroscopy of the diamond surface// *Appl. Phys. Lett.* - 1981. --38, -№5. -P.344-346.
114. Podkamennyi Yu.A., Dvoichenkova G.P., Kovalchuk O.E. Experimental substantiation of the relationship between the structural and chemical properties of mineral formations on natural diamonds and the composition of kimberlite ore // *IMPC 2018 - 29th International Mineral Processing Congress congress proceedings.* 2019. C. 4083-4092.
115. Podkamennyi Yu.A., Dvoichenkova G.P., Kovalchuk O.E. Experimental substantiation of the relationship between the structural and chemical properties of mineral formations on natural diamonds and the composition of kimberlite ore // *Innovative technologies are key to successful mineral processing, Book of Abstracts*, 2018. - C. 243.
116. Ryznar J.W. A New index for Determining the Amount of Calcium Carbonate Formed by Water // *Journal of the American Water Works Association.* – 1944. - №36. – Pp. 25-29.
117. Santos R., Ceulemans P., François D., Van Gurven T., Ultrasound-enhanced mineral carbonation // *EPIC 2011 Symposium Series*, No. 157, Pp. 108-116.
118. Volmer M. *Kinetik der Phasenbildung.* Dresden.: Steinkopf, 1939. – 320 p.
119. Westhuyzen P., Bouwer W., Jakins A. Current trends in the development of new or optimization of existing diamond processing plants, with focus on beneficiation // *The Journal of The Southern African Institute of Mining and Metallurgy.* – V. 114. -2014. - Pp. 537-546.
120. 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



"АЛРОСА" акционерная компания Акционерная компания **"АЛРОСА"** **ALROSA**
 (аһаҕас акционернай уопсастыба) (публичное акционерное общество) Public Joint Stock Company
Научно-исследовательское геологическое предприятие АК АЛРОСА (ПАО)

УТВЕРЖДАЮ
 Главный инженер НИГПИ
 АК «АЛРОСА» (ПАО)
 О.Е. Ковальчук
 18 сентября 2017 г.

АКТ

о проведении экспериментальных исследований и стендовых испытаний комбинированного электрохимического и ультразвукового воздействия в схеме липкостной сепарации

г. Мирный

2017 г.

Мы, нижеподписавшиеся, заместитель заведующего лабораторией петрологии и минералогии алмазных месторождений – Подкаменный Ю.А., заведующий лабораторией комплексного изучения алмазов – Помазанский Б.С, заместитель заведующего лабораторией комплексного изучения алмазов – Бардухинов Л.Д. составили настоящий акт о том, что в период с 1.09.17 по 15 сентября 2017 г. в лаборатории НИГПИ АК «АЛРОСА» выполнен комплекс экспериментальных исследований и стендовые испытания по использованию продуктов электрохимической обработки минерализованных водных систем и ультразвуковых воздействий в схеме липкостной сепарации алмазосодержащих продуктов с целью повышения извлечения алмазных кристаллов в соответствующий концентрат.

Опытные работы выполнены в рамках НИР «Лабораторно-аналитическое сопровождение технологических процессов на обогатительных фабриках Нюрбинского ГОКа» и договора № 04-НИР/17 от 12.04.2017 г.

Цель работы: повышение эффективности извлечения алмазов на переделе липкостной сепарации

В качестве объектов исследований принят процесс извлечения алмазов методами липкостной сепарации.

В качестве предметов исследований изучены алмазные кристаллы, отобранные из продуктов липкостной сепарации алмазосодержащего материала трубок «Нюрбинская» и «Ботубинская».

Опытные работы выполнены в несколько этапов

1. Экспериментальные исследования поверхности алмазных кристаллов, извлеченных из исходного питания, концентрата и хвостов липкостной сепарации в схеме ОФ№16 НГОКа при обогащении кимберлитовых руд трубок «Нюрбинская» и «Ботубинская».

2. Экспериментальные исследования поверхности алмазных кристаллов, извлеченных из хвостов липкостной сепарации на ОФ№16 НГОКа до и после обработки их методами электрохимического и ультразвукового воздействия на поверхность алмазов в качестве, как самостоятельных операций, так и при совместном применении в различных точках процесса липкостной сепарации.

3. Стендовые испытания установленных режимов комбинированного электрохимического и ультразвукового воздействия в цикле липкостной сепарации с использованием опытного лабораторного сепаратора.

4. Оценка сохранности алмазных кристаллов, прошедших экспериментальные воздействия исследуемыми методами.

В результате выполненного комплекса НИР установлено:

1. Для алмазов трубок «Нюрбинская» и «Ботубинская» характерно преобладающее распространение шламовых конгломератов переменного силикат-карбонат-фосфатного состава; относительная доля которых составляет 59,1 и 60,4%. При этом массивные образования представлены преимущественно карбонат-фосфатными минералами с высокой относительной долей железных минералов (до 15%) и сосредоточены на трещинах и геометрических неоднородностях поверхности кристалла. Пленочные образования распространены на всех видах поверхностей и характеризуются преимущественно карбонатным составом с относительной долей оксидов и карбонатов железа от 2,3 до 4,0 %.

2. Влияние исследованных поверхностных образований на гидрофобность алмазов изучено с применением методики измерения краевого угла смачивания. Результаты показали, что образование минеральных примесей на поверхности алмазов снижает величину краевого угла смачивания (с 85-90 до 45 – 49) и, соответственно, гидрофобность алмазных кристаллов, что обуславливает увеличение их потерь с хвостами липкостной сепарации.

3. Оценка эффективности очистки алмазов исследуемыми методами обработки проводилась с использованием рентгеновской и ИК спектроскопии. Обработка ИК-спектров показала, что применение электрохимического кондиционирования оборотной воды в течение 1-2 мин способствует очистке поверхности алмаза на 19-25,5% от силикатных минералов и на 31-40% от карбонатных минералов.

Применение ультразвуковой обработки в течение 1-2 мин способствует очистке поверхности алмаза в отношении силикатных минералов на 76 – 91%, и на 52-64% от карбонатных минералов;

Совместное применение электрохимически подготовленной оборотной воды и ультразвуковой обработки способствует практически полной очистке поверхности алмаза от силикатных минералов - на 84 – 94%, от карбонатных минералов - на 84-92%.

4. Стендовые испытания комбинированного метода подготовки исходного питания к липкостной сепарации алмазосодержащего сырья трубок «Нюрбинская» и «Ботубинская» проводили с использованием лабораторного липкостного сепаратора в условиях промышленного режима ОФ№16 Нюрбинского ГОКа. В условиях испытаний расход энергии на бездиафрагменное электрохимическое кондиционирование минерализованной воды составил 1 кВтч/м³; мощность ультразвукового поля в рабочей зоне - 7,5 Вт/см² время обработки - 1 мин.

Результаты испытаний показали, что применение комбинированной технологии подготовки сырья к обогащению методом липкостной сепарации позволит повысить извлечение алмазов в концентрат на 4,13% (таблица 1).

Результаты расчета ожидаемого экономического эффекта проведенного по методике АК «АЛРОСА», показали, что экономия от внедрения комбинированной схемы электрохимической водоподготовки и ультразвуковой обработки питания липкостной сепарации составит около 17,7 млн. рублей в год.

Таблица 1 – Технологические показатели при испытаниях комбинированного электрохимического и ультразвукового воздействия в схеме липкостной сепарации (ЛС)

Режим подготовки	Класс	Расчетное извлечение алмазов, %
Без кондиционирования	-6+3 мм	91,3
	-3+1 мм	87,6
Итого:		89,00
При совместной электрохимической и ультразвуковой обработке	-6+3 мм	91,3
	-3+1 мм	95,7
Итого:		93,13

В процессе стендовых испытаний с использованием весовых (в пределах точности 0,01 карат) и визуальных методик выполнена оценка сохранности алмазов в исследуемых условиях, результатами которых не установлена разница кристаллов до и после их обработки электрохимическими и ультразвуковыми воздействиями.

Таким образом, результаты экспериментальных исследований и стендовых испытаний показали (на примере алмазосодержащих продуктов переработки кимберлитовых руд трубок «Нюрбинская» и «Ботуобинская») перспективность разработанной комбинированной электрохимической – ультразвуковой технологии подготовки исходного питания к процессу липкостной сепарации, что позволяет рекомендовать ее к дальнейшей апробации в промышленных условиях обогатительных фабрик АК «АЛРОСА».

Заведующий лабораторией
комплексного изучения алмазов
НИГП АК «АЛРОСА» (ПАО)

 Б.С. Помазанский

Заместитель заведующего лабораторией
комплексного изучения алмазов
НИГП АК «АЛРОСА» (ПАО)



Л.Д. Бардухинов

Заместитель заведующего лабораторией
петрологии и минералогии
алмазных месторождений
НИГП АК «АЛРОСА» (ПАО)



Ю.А. Подкаменный