

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию О.Е. Ковальчука

«Повышение эффективности рентгенолюминесцентной сепарации алмазосодержащих кимберлитов на основе модифицирования спектрально-кинетических характеристик алмазов люминофорсодержащими компонентами», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальностям: 25.00.13 «Обогащение полезных ископаемых»

Алмазодобывающая отрасль в Российской Федерации является важнейшим источником пополнения золото-валютных резервов государства и обеспечивает устойчивое развитие станкоинструментальной и нефтегазовой отраслей промышленности, в которых используется режущий и буровой инструмент с применением природных технических алмазов.

Технологические схемы обогащения кимберлитов и россыпных алмазосодержащих месторождений, в отличие от схем, по которым обогащаются большинство руд цветных и черных металлов и угля, являются наиболее сложными как по своей структуре, так и по используемым методам обогащения. В мировой практике обогащения подобного сырья успешно используется рентгено-люминесцентная сепарация (РЛС), тяжелосредная сепарация (ТСС), пенная сепарация, жировой процесс, магнитная и электрическая сепарации. В первичных циклах обогащения алмазосодержащего сырья наибольшее применение нашло сочетание РЛС и ТСС.

Особенностью технологических схем отечественных обогатительных фабрик, перерабатывающих алмазосодержащие кимберлиты, является широкое применение РЛС в голове процесса для извлечения широкого класса крупности алмазов в черновые концентраты. Подобные операции входят и цикл доводки черновых алмазных концентратов.

Основной проблемой устойчивой и эффективной работы рентгенолюминесцентной сепарации (РЛС) алмазов является проблема извлечения так называемых «несветимых» кристаллов алмаза, имеющих слабо выраженную люминесценцию и отличные от основной массы извлекаемых алмазов кинетические кривые затухания ее интенсивности.

Для решения данной проблемы исследовались и применялись аппаратные средства обработки кривых затухания послесвечения кристаллов, которые частично решают проблему. Другим направлением решения данной проблемы может явиться модифицирование спектрально-кинетических характеристик таких алмазов с использованием обработки их поверхности люминофорсодержащими веществами.

Научному обоснованию способа усиления светимости кристаллов алмаза с пониженными спектрально-кинетическими характеристиками послесвечения в процессе РЛС с использованием люминофоров посвящена настоящая диссертация.

Объектом исследований явились черновые алмазосодержащие концентраты крупностью $-5 + 0.5$ мм, поступающие в цех доводки обогатительной фабрики №3 АК «АЛРОСА».

Применительно к данному объекту разработан новый способ улучшения спектрально-кинетических характеристик слабо люминесцирующих алмазов в процессе РЛС с использованием смеси люминофоров, обеспечивающих соответствие таких характеристик характеристикам природных кристаллов алмаза, извлекаемых без изменения аппаратных настроек применяемых рентгенолюминесцентных сепараторов.

Реализация предложенного способа позволит снизить потери «несветимых» алмазов в технологическом процессе обогатительных фабрик АК «АЛРОСА».

Автором по теме диссертации опубликовано 14 научных трудов; в изданиях рекомендованных ВАК РФ – 5.

По своей структуре диссертационная работа объемом 160 страниц машинописного текста состоит из введения, пяти глав, выводов, заключения и приложений. Список использованных источников содержит 130 наименований, из которых 15 – иностранных.

В главе 1 дан анализ современного состояния рентгенолюминесцентной сепарации алмазосодержащих кимберлитов и методов повышения ее эффективности.

В главе, рассмотрен опыт применения РЛС при обогащении алмазосодержащего сырья. В начале главы автором проанализированы схемные решения извлечения кристаллов алмазов разной крупности на примере обогатительной фабрики №3 АК «АЛРОСА». Основным обогатительным процессом на обогатительных фабриках АК «АЛРОСА» является процесс рентгенолюминесцентной сепарации осуществляемый на отечественных РЛС производства НПП «Буревестник» использующие рентгеновские излучатели и узкополосные ФЭУ со спектральным диапазоном чувствительности 350-600 нм, оснащенные светофильтрами с максимумом в диапазоне 400-550 нм, которые эффективно подавляют область спектра, характерную для большинства сопутствующих минералов.

Сепараторы нового поколения эксплуатируются в селективном режиме работы, использующем в дополнение к амплитудно-временному признаку спектрально-кинетические критерии разделения: отношение амплитуд быстрой и медленной компонент сигнала рентгенолюминесценции (формула 1.1 диссертации), постоянная времени затухания формула (1.2) и так называемая «свёртка» сигнала рентгенолюминесценции (формула 1.3). Указанные аппаратоно-программные средства обработки сигналов рентгенолюминесценции алмазов и люминесцирующих минералов кимберлита позволили частично решить проблему селективного извлечения слабо люминесцирующих алмазов.

В результате анализа литературных источников и практики работы обогатительных фабрик АК «АЛРОСА» диссертантом установлено, что

потери алмазов с хвостами РЛС обусловлены потерями из-за неточной настройки и несовершенства конструкции сепараторов (15 % от всех потерь); методическими потерями низкосортных разновидностей алмазов II-VI типов по Орлову (70 % от всех потерь) и потерями беспримесных алмазов типа Па ювелирного качества, не обладающих длительной компонентой сигнала рентгенолюминесценции (15 % потерь).

На основе изучения литературных данных по промышленному применению люминофоров, автор определил условия их применения для направленного модифицирования спектрально-кинетических характеристик алмазов, а именно, их схожесть. Наиболее близкой областью техники к решению поставленной задачи модифицирования рентгеноспектральных характеристик алмазов является метод капиллярной люминесцентной дефектоскопии. Он основан на проникновении в поверхностные макродефекты объектов специальных индикаторных веществ (пенетрантов), в состав которых входят высоко адгезионные жидкости и люминофоры.

Именно эта идея легла в основу исследований, результаты которых изложены в настоящей диссертации.

Были изучены:

- причины потерь алмазов в операции РЛС в схеме обогащения алмазосодержащих кимберлитов;
- механизм модифицирования спектрально-кинетических характеристик алмазов люминофорами и закономерности процесса и обоснование состава люминофорсодержащих композиций;
- выбор параметров процесса обработки алмазосодержащих продуктов люминофорсодержащими эмульсиями, обеспечивающего селективное изменение спектрально-кинетических характеристик и извлечение слабо или аномально люминесцирующих алмазов.

В результате такого изучения автором разработан технологический режим подготовки алмазосодержащего сырья к процессу рентгенолюминесцентной сепарации с использованием способа

модифицирования параметров рентгенолюминесценции алмазов на основе применения люминофорсодержащих эмульсий.

Глава 2 носит традиционно методический характер. В ней подробно описаны предмет исследований – синтетические и природные кристаллы алмазов крупностью $-6 + 0.5$ мм и способ изучения их люминесценции с применением УФ лазера с длиной волны 380 – 850 нм.

Необходимо отметить, что в главе не обоснован выбранный лабораторный способ возбуждения люминесценции кристаллов алмаза – облучение ультрафиолетовым лазером, а не рентгеновским облучением, например, в аппарате типа УОК.

Оценку эффективности обработки синтетических алмазов в эмульсиях люминофоров различного состава проводили визиометрическим способом. Для визуального наблюдения параметров фотолюминесценции алмазов и люминофоров использовали люминоскоп «Луч-1Ф». В режиме визиометрического анализа определяли долю поверхности, занятой люминофорами, и долю минералов с заданным уровнем покрытия поверхности люминофорами (более 5%).

Для исследования механизма закрепления компонентов люминофорсодержащей эмульсии на поверхности минералов использовали метод люминесцентного анализа на микроскопе «Микромед-3ЛЮМ», предназначенном для анализа твердых и дисперсных проб в УФ области. Устройство микроскопа позволяет использовать источники излучения от 260 нм до 600 нм, что обеспечивает возможность анализа широкого спектра рентгенолюминофоров. Выбранные режимы увеличения и съемки позволили диагностировать люминофоры на поверхности синтетических не люминесцирующих алмазов.

Автор говорит, что «измерение спектрально-кинетических характеристик кристаллов алмаза и зерен минералов кимберлита проводили на сепараторе «Полюс-М», который позволяет определять исследуемые характеристики в статическом и динамическом режимах». Из текста

параграфа 2.3 непонятно, как на аппарате, предназначенном для обработки геологических проб, фиксировались спектрально-кинетические характеристики люминесценции кристаллов алмаза.

Полупромышленные испытания, проводились в цехе доводки обогатительной фабрики №3 Мирнинского ГОКа АК «АЛРОСА» на промышленных сепараторах ЛС-Д-4-03Н и ЛС-Д-4-04Н на представительных пробах алмазов и минералов кимберлита в рабочих режимах сепарации с оценкой результатов сепарации.

С учетом указанных замечаний, можно сказать, что автором диссертации в целом обоснован и выбран комплекс методов и методик, позволяющих подтвердить правильность решения поставленной в работе задачи.

Глава 3 посвящена анализу причин потерь алмазов и выбору метода повышения эффективности процесса рентгенолюминесцентной сепарации.

В главе показано, что применение отдельных спектрально-кинетических характеристик послесвечения кристаллов алмаза в качестве разделительного признака РЛС не решает проблемы потерь слабо или аномально люминесцирующих алмазов, прежде всего безазотных и малоазотных кристаллов, которые слабо люминесцируют или не обладают медленной компонентой сигнала. Повышение извлечения слабо люминесцирующих алмазов путем снижения порога разделения по интенсивности люминесценции приводит к засорению концентратов РЛС минералами кимберлита, сходными по светимости с алмазами. Рентгеновская люминесценция таких минералов, как и в случае алмаза, связана, прежде всего, с наличием структурных дефектов, производных от основных азотных центров. Окрашенные и высоко обогащенные примесью азота, а также окрашенные алмазы также плохо извлекаются РЛС, так как с ростом концентрации дефектов сигнал рентгенолюминесценции затухает.

В силу этого, диссертант рассмотрел возможность использования не отдельных спектрально-кинетических характеристик послесвечения

кристаллов алмаза импульсным рентгеновским излучением, а именно, интенсивности (амплитуды) медленной компоненты сигнала рентгенолюминесценции (АМК), постоянной времени затухания сигнала рентгенолюминесценции (τ_z), свертки сигнала рентгенолюминесценции (S_v); и отношения компонент амплитуд сигнала рентгенолюминесценции (КА), а их сочетания при принятии решения на перевод того или иного кристалла алмаза и минералов – спутников в концентрат.

С этой целью выполнен большой объем исследований проб хвостов РЛС, полученных в цехе доводки ОФ №3 АК «АЛРОСА» в которых сосредоточены «несветимые» алмазы. В результате исследований были получены функции распределения выделенных из хвостов кристаллов алмазов характеризующихся определенными значениями каждой из указанных характеристик люминесценции.

Результаты данных исследований позволили проанализировать причины потерь кристаллов алмаза разной светимости с хвостами основной и контрольной РЛС и поставить задачу модифицирования спектрально-кинетических характеристик слабо и аномально люминесцирующих алмазов с целью увеличения их отклонений от соответствующих значений, характерных минералам кимберлита. Предложенное диссертантом модифицирование заключается в построении модели, связывающей возможность перехода конкретного кристалла алмаза в концентрат РЛС и совокупности указанных характеристик его послесвечения. Предложенная модель является уравнением множественной линейной регрессии.

Что касается модели, то необходимо отметить, из текста диссертации (стр. 76) не ясен физический смысл функции отклика модели γ^+ и как ее заложить в уставки управления сепаратором. Что это по своему смыслу – выход концентрата РЛС, общее извлечение алмазов в концентрат РЛС, или извлечение алмазов с заданными значениями его спектрально-кинетических характеристик.

Непонятен выбор числа «2» как состояние нахождения кристалла алмаза в концентрате, почему не «1». Обычно, при построении регрессионных моделей предполагается непрерывность значений как ее функции отклика, так и факторов модели. В данном случае при непрерывности значений факторов, автор использует дискретную функцию отклика, имеющую два значения либо «0», либо «2» (табл. 3.9, стр. 70). При данных условиях дискретности ее функции отклика, как можно модель стандартизовать. Это можно делать путем деления i -того значения функции отклика и соответствующих данному значению каждого из факторов на среднее арифметическое значение функции и каждого из факторов. В этом случае модель становится безразмерной.

В целом применение такого рода моделей в промышленных условиях эксплуатации конкретного рентгенолюминесцентного сепаратора на конкретном материале требует постоянной корректировки своих коэффициентов, а часто и структуры самой модели.

В главе 4 изложены результаты исследований и разработан способ извлечения слабо и аномально люминесцирующих алмазов с использованием люминофоров. Автором предложено использовать нанесение на поверхность кристаллов алмаза люминофоров с заданными свойствами. Основным требованием к люминофорам, или к их композициям, является максимально полное соответствие спектрально-кинетических характеристик соответствующим характеристикам природных алмазов.

Следующей не менее важной задачей работы явилась разработка режима обработки алмазов, при котором люминофорсодержащая композиция в максимальной степени закреплялась бы на поверхности алмазных кристаллов и не закреплялась на поверхности зерен минералов кимберлита.

Для использования в экспериментах по закреплению люминофоров на поверхностях алмазов и минералов кимберлита в условиях параметров селективности сепаратора и параметров люминесценции люминофоров из всей группы исследованных люминофоров автор рекомендует применять

композицию органического люминофора - антрацена («Антрацен сцинтилляционный») и неорганического люминофора ФЛ-530 (активированный марганцем силикат цинка). Эти люминофоры эффективны в композиции как взаимодополняющие друг друга по параметрам быстрой компоненты (Антрацен сцинтилляционный) и медленной компоненты (ФЛ-530) и позволяющие получать спектры рентгенолюминесценции, приближенные к природным алмазам. Наиболее благоприятно проявила себя композиция, в которой соотношение расходов люминофоров ФЛ-530 и антрацена более 30-40. При этом для достижения условий не извлечения сопутствующих минералов (КА менее 1) целесообразно поддерживать концентрацию люминофора ФЛ-530 в органической фазе эмульсии более 25-50 г/л и концентрацию люминофора антрацен в органической фазе 0,5 – 0,75 г/л. В качестве органической фазы был использован гексадекан - $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{14}-\text{CH}_3$ — ациклический насыщенный углеводород нормального строения, который не растворим в воде и не люминесцирует в рентгеновских лучах. В производственных условиях при пониженных температурах диссертант предложил добавку дизельного топлива к гексадекану с долей ДТ не менее 66%.

К достоинствам работы следует отнести исследования закономерностей и установление механизма закрепления люминофорсодержащих композиций на алмазах (рис. 4.5, 4.6), который включает: стадию диспергирования люминофорсодержащей органической фазы в воде, стадию образования конгломератов капель органической фазы и частиц люминофоров, стадию селективного закрепления капель органической фазы с люминофорами на поверхности алмаза. Предложенный механизм подтверждается результатами рентгенолюминесцентной микроскопии.

К достоинствам работы так же можно отнести использование опыта промышленной эксплуатации пенной сепарации мелких классов алмазов, в реагентном режиме которой применяют фосфорсодержащие реагенты – тринатрий фосфат, гексаметафосфат и другие полифосфаты. Их применение

при обработке кристаллов алмаза люминофорсодержащей эмульсией повышает селективность ее закрепления по отношению минералов кимберлита.

Несмотря на экспериментальное подтверждение положительного действия изобутилового ксантогената калия и олеата натрия на повышение степени закрепления люминофора ФЛ-530, представляющего собой модифицированный марганцем силикат цинка на поверхности кристаллов, вызывает сомнение возможности протекания реакций (4.1) и (4.2), приведенных на странице 101 диссертации. Известно, что силикаты цветных тяжелых металлов не взаимодействуют с сульфгидрильными собирателями, а сорбция на поверхности люминофора олеата натрия, скорее всего, связана с его гидролизом и образованием олеиновой кислоты, которая и сорбируется физически на поверхности частиц люминофора. Кроме того, в работе отсутствует экспериментальное подтверждение повышение степени гидрофобности поверхности частиц данного люминофора после его обработки растворами указанных собирателей. Для такого утверждения требуется проведение дополнительных исследований.

В пятой главе представлены результаты полупромышленных испытаний предложенного в диссертации способа повышения извлечения слабо люминесцирующих кристаллов алмаза с использованием люминофоров.

В результате испытаний установлена технологическая эффективность разработанного режима, обеспечивающего за счет приближения характеристик слабо и аномально люминесцирующих кристаллов алмаза к характеристикам природных алмазов. Достигнуто увеличение извлечения алмазов в операции РЛС на 5-5,5%. Разработанный технологический режим подготовки алмазосодержащих продуктов к процессу РЛС рекомендован к промышленному освоению на обогатительной фабрике № 14 Айхальского ГОКа АК «АЛРОСА» с ожидаемым годовым экономическим эффектом 45,7 млн. руб.

Научное значение работы заключается в том, что на основе комплекса теоретических и экспериментальных исследований обоснован и разработан новый научный подход к решению задачи повышения извлечения слабо и аномально люминесцирующих алмазов, заключающийся в нанесении на их поверхность смеси люминофоров, обеспечивающей соответствие получаемых спектрально-кинетических характеристик алмазов характеристикам природных кристаллов и последующее их извлечение при стандартных настройках применяемых сепараторов.

Практическое значение работы заключается в разработке технологического режима подготовки алмазосодержащих продуктов к процессу рентгенолюминесцентной сепарации с применением обработки люминофорсодержащими эмульсиями, обеспечивающего повышение извлечения алмазов в концентраты.

Достоверность научных положений и выводов подтверждаются удовлетворительной сходимостью результатов измерений, воспроизводимостью зависимостей выходных параметров при варьировании условий экспериментов, достижением максимальной эффективности процесса рентгенолюминесцентной сепарации в экспериментально обоснованных интервалах варьирования компонентного состава люминофорсодержащей эмульсии, а также положительными результатами технологических испытаний.

Теоретические и практические выводы обоснованы анализом результатов исследований спектрально-кинетических характеристик слабо люминесцирующих кристаллов алмаза и их изменения в результате сорбции органической фазы, содержащей частицы люминофоров; результатами лабораторных исследований РЛ сепарации и полупромышленных испытаний на материале хвостов контрольной РЛС в доводке черновых алмазных концентратов крупностью $-5 + 2$ мм.

Представленные автором публикации отражают основное содержание диссертации. Автореферат диссертации полностью соответствует тексту и основным выводам диссертации.

По диссертационной работе имеются следующие замечания:

1. В главе 2 утверждается, что измерение спектрально-кинетических характеристик кристаллов алмаза и зерен минералов кимберлита проводили на сепараторе «Полюс-М», который позволяет определять исследуемые характеристики в статическом и динамическом режимах. Непонятно, как на аппарате, предназначенном для обработки геологических проб, фиксировались спектрально-кинетические характеристики люминесценции кристаллов алмаза.
2. В работе для получения спектрально-кинетических характеристик люминесценции кристаллов алмаза использовано излучение УФ лазера, тогда как в РЛС используется жесткое рентгеновское излучение. Известно, что спектры люминесценции кристаллов при указанных видах ее возбуждения отличны друг от друга (Г.О.Гомон. Алмазы М - Л: Машиностроение. -1968). Поэтому применение данного метода возбуждения люминесценции требует разъяснений.
3. Не ясен физический смысл функции отклика модели γ^+ и как ее использовать при настройке работы РЛ сепаратора. Непонятен выбор числа «2» как состояние нахождения кристалла алмаза в концентрате, почему не «1». При построении регрессионных моделей предполагается непрерывность как ее функции отклика, так и факторов модели. В данном случае при непрерывности значений факторов, автор использует дискретную функцию отклика, имеющую два значения либо «0», либо «2» (табл. 3.9, стр. 70). При данных условиях дискретности ее функции отклика, как можно модель стандартизовать. Кроме того, применение такого рода моделей в промышленных условиях эксплуатации конкретного рентгенолюминесцентного сепаратора на конкретном материале требует постоянной

корректировки своих коэффициентов, а часто и структуры самой модели.

4. Исходя из физико-химических свойств силиката цинка, требуется обоснование выбора реагентов для повышения гидрофобности поверхности частиц люминофора ФЛ-530.

Указанные замечания не снижают ценности полученных автором результатов. Диссертационная работа О.Е.Ковальчука является законченным научным трудом, практическая реализация научных положений которой позволит существенно сократить потери алмазов на обогатительных фабриках АК «АЛРОСА».

Оппонируемая диссертация полностью соответствует требованиям ВАК РФ к кандидатским диссертациям по специальности 25.00.13 – «Обогащение полезных ископаемых», а сам автор Ковальчук Олег Евгеньевич – искомой ученой степени кандидата технических наук.

04.12.2020

Официальный оппонент,
профессор кафедры обогащения
и переработки полезных ископаемых
и техногенного сырья НИТУ «МИСиС»,
д.т.н.

Б.Е.Горячев

ПОДПИСЬ _____ ЗАВЕРЯЮ _____
Проректор по безопасности
и общим вопросам
НИТУ «МИСиС» _____ И.М. Исаев



Список научных работ Горячева Б.Е.

1. Горячев Б.Е., Николаев А.А., Чжо З.Я. Термодинамика формирования адсорбционного слоя тиольных собирателей на сфалерите при начальной стадии окисления сульфидной серы минерала // В сборнике: Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья. материалы XXIV Международной научно-технической конференции, проводимой в рамках XVII Уральской горнопромышленной декады. 2019. С. 452-453.
2. Николаев А.А., Батхуяг А., Горячев Б.Е. Исследование кинетики минерализации пузырька воздуха в суспензии шламовых фракций пирита в динамических условиях // Физико-технические проблемы разработки полезных ископаемых. 2018. № 5. С. 154-158.
3. Горячев Б.Е., Николаев А.А., Чжо З.Я. Потенциометрические исследования состояния сфалеритового электрода в растворах сульфата меди, цинка и железа // В сборнике: Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья Материалы XXIII Международной научно-технической конференции, проводимой в рамках XVI Уральской горнопромышленной декады. -2018. - С.448-450.
4. Горячев Б.Е., Николаев А.А., Чжо З.Я., Моргун А.А. Термодинамика формирования сорбционного слоя тиольных собирателей на поверхности сфалерита при условии окисления сульфидной серы минерала до элементной // Цветные металлы. 2018. №4. С. 19-26.
5. Горячев Б.Е., Чжо З.Я., Николаев А.А. Исследование влияния сульфатов меди, цинка и железа на флотацию сфалерита сульфгидрильными собирателями // Цветные металлы. -2017. №3. С. 7-12.
6. Горячев Б.Е., Лин У Н., Николаев А.А., Жебрикова А.А. Термодинамика взаимодействия тиольных собирателей с поверхностью пирита при контролируемой степени окисления сульфидной серы минерала // Цветные металлы. 2017. № 5. С. 20-26.
7. Николаев А.А., Петрова А.А., Горячев Б.Е. Кинетика закрепления зерен пирита на пузырьке воздуха в условиях перемешивания суспензии // Физико-технические проблемы разработки полезных ископаемых. 2016. № 2. С. 131-139.
8. Чантурия В.А., Бондарь С.С., Годун К.В., Горячев Б.Е. Современное состояние алмазодобывающей отрасли России и основных алмазодобывающих стран мира // Горный журнал. - 2015. № 2. - С. 55-58.
9. Чантурия В.А., Годун К.В., Желябовский Ю.Г., Горячев Б.Е. Современное состояние алмазодобывающей отрасли России и основных алмазодобывающих стран мира (часть 2) // Горный журнал. - 2015. № 3. - С. 67-75.
10. Горячев Б.Е., Чжо З.Я., Николаев А.А., Полякова Ю.Н. Особенности флотации сфалерита бутиловым ксантогенатом калия и дитиофосфатом натрия в известковой среде // Цветные металлы. - 2015. № 1 1 (875). - С. 14-19.