

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»
(НИТУ МИСИС)

На правах рукописи

ЛЕЗОВА СВЕТЛАНА ПАВЛОВНА

ПОВЫШЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ПЕННОЙ СЕПАРАЦИИ
АЛМАЗОСОДЕРЖАЩИХ КИМБЕРЛИТОВ НА ОСНОВЕ ОПТИМИЗАЦИИ
СТРУКТУРЫ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ СОБИРАТЕЛЕЙ

Специальность 2.8.9 «Обогащение полезных ископаемых»

Диссертация на соискание
ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель – доцент,
докт. техн. наук, Пестряк И.В.

Москва - 2026

ОГЛАВЛЕНИЕ

ГЛАВА 1. Современное состояние технологии обогащения мелких классов алмазосодержащих кимберлитов методом флотации и пенной сепарации....	12
1.1 Характеристики алмазосодержащих кимберлитов месторождений западной Якутии и схем обогащения	12
1.2 Реагентные режимы процессов флотации и пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов	24
1.3. Характеристики нефтепродуктов и многокомпонентных собирателей для флотации и пенной сепарации алмазов	35
1.4. Выбор направления оптимизации свойств многокомпонентных собирателей для флотации и пенной сепарации алмазов	46
1.5. Объекты, предметы и основные задачи исследований	48
ГЛАВА 2. Методики исследования процесса пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов.....	51
2.1. Исследование физико-химических свойств многокомпонентных реагентов-собирателей	51
2.2. Исследование процессов закрепления реагентов - собирателей на минералах	56
2.3. Исследование флотируемости алмазов и минералов кимберлита	61
2.4. Методы технологических исследований	62
ГЛАВА 3. Изучение механизма закрепления собирателей на поверхности алмазов	66
3.1. Разработка методики исследования влияния фракционного состава собирателя на эффективность его закрепления на алмазах	66

3.1.1. Применение УФ-спектрофотометрии для анализа концентраций собирателя	67
3.2. Исследования распределения основных фракций собирателя между твердой и жидкой фазами использовалась ИК-спектрометрия	71
ГЛАВА 4. Обоснование и закономерности регулирования структуры реагента–собирателя на основе мазута М-40 посредством добавок средне- и низкомолекулярных органических веществ.....	78
4.1. Исследование влияния фракционного состава многокомпонентных собирателей на основе нефтепродуктов на их физико-химические свойства	78
4.2. Исследование влияния фракционного состава собирателей на флотированность алмазов.....	90
ГЛАВА 5. Выбор и обоснование оптимального фракционного состава собирателя, характеризующегося высокой адсорбционной активностью к алмазам и обеспечивающего их эффективную флотацию.....	95
5.1. Моделирование и анализ фракционного состава многокомпонентных собирателей	95
5.2. Исследование влияния фазового состава собирателей на их технологические свойства.....	96
5.3. Обоснование оптимального фракционного состава многокомпонентных собирателей.....	100
ГЛАВА 6. Выбор и обоснование состава собирателя с добавками низкомолекулярных компонентов – алифатических кетонов для процесса пенной сепарации алмазосодержащего сырья	104
6.1. Влияние добавок алифатических кетонов на свойства собирателя	104

6.2. Выбор оптимального состава собирателя в условиях одновременного добавления дизельного топлива и алифатических кетонов, с учетом их взаимного влияния.....	108
6.3. Испытания собирателей с добавками алифатических кетонов на опытной автоматизированной установке пенной сепарации.....	111
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	118
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	120
ПРИЛОЖЕНИЕ	137

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность работы. Повышение уровня производства природных алмазов крупностью менее 1,5 мм обусловлено их широким применением не только в современных высокотехнологичных отраслях промышленности, но и в производстве специального оборудования, и в ювелирном производстве. Это связано с тем, что природные алмазы обладают высокими оптико-механическими свойствами и привлекательной стоимостью по сравнению с синтетическими.

Одним из перспективных путей решения задачи увеличения производства технических алмазов на предприятиях АК «АЛРОСА» является интенсификация извлечения алмазов методом пенной сепарации. Из класса крупности $-1,5 + 0,5$ мм извлекается до 40-45 % общего количества алмазов в руде [83]. Снижение потерь алмазов, которые в настоящее время в процессах пенной сепарации достигают 20%, является и сегодня актуальной задачей.

Обеспечение высокого извлечения мелких алмазов, составляющих основной класс полезного компонента в руде, может быть достигнуто разработкой новых реагентных режимов пенной сепарации, в частности, подбором реагентов-собирателей с высокой адсорбционной активностью к труднофлотируемым алмазам.

В настоящее время в качестве собирателей в процессах пенной сепарации алмазосодержащего сырья используются различные нефтепродукты, включая мазут флотский Ф5, водонефтяные эмульсии, нефть и смеси на их основе. Однако применяемые реагенты имеют нерегулярный состав, который оказывает влияние на их физическо-химические свойства (плотность, вязкость, адсорбционную активность), что негативно сказывается на технологических показателях процесса пенной сепарации и не позволяет повысить уровень извлечения алмазов.

Непостоянство состава и свойств, используемых мазута Ф-5 и смесей на его основе в процессах пенной сепарации ставит задачу выбора критериев к установлению и регулированию фракционного состава собирателя, получаемого смешиванием различных нефтепродуктов. Немаловажным требованием к разрабатываемым собирателям является также снижение их расхода, что обусловлено как экономическими, так и экологическими требованиями.

Разработка нового многокомпонентного собирателя на основе нефтепродуктов, имеющих стабильный состав, обеспечивающих флотационное извлечение алмазов при меньших расходах собирателя является актуальной научно-практической задачей.

Методической основой решения поставленной задачи являются разработки Российских ученых в области совершенствования флотации минерального сырья с использованием комбинированных собирателей, представленные в работах Чантурия В.А., Арсентьева В.А., Байченко А.А., Г.С., Богданова О.С., Бочарова В.А, Глембоцкого В.А., Двойченковой Г.П., Злобина М.Н., Игнаткиной В.А., Максимова И.И., Матвеевой Т.Н., Мелик-Гайказяна В.И., Рубинштейна Ю.Б., Соложенкина П.М., Сорокина М.М. и других.

Цель исследований – разработать многокомпонентные собиратели на основе нефтепродуктов стабильного состава с добавками органических компонентов, обеспечивающих устойчивое закрепление собирателя на поверхности алмазов и повышение их извлечения в процессах пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов.

Идея работы заключается в поддержании соотношения фракций легких дистиллятов, нефтяных масел, смол и асфальтенов, для формирования оптимальной коллоидно-дисперсной структуры реагента – собирателя,

проявляющего высокую адсорбционно-адгезионную активность к алмазам путем.

Задачи исследований:

- анализ состояния проблем флотационного обогащения алмазосодержащего сырья;
- установление закономерностей распределения фракций многокомпонентного собирателя: легких дистиллятов, нефтяных масел, смол и асфальтенов по фазам флотационного процесса;
- установление механизма взаимодействия многокомпонентного собирателя, состоящего из мазута М-40, дизельного топлива с поверхностью алмазов;
- определение влияния добавок легкокипящих нефтяных фракций, алифатических кетонов в мазут М-40 на флотируемость алмазов в процессах пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов;
- экспериментальное обоснование оптимального фракционного состава многокомпонентного собирателя, обеспечивающего его устойчивое закрепление на поверхности и повышение извлечения алмазов;
- разработка реагентного режима процесса пенной сепарации алмазов с применением полученных многокомпонентных собирателей оптимального фракционного состава и его апробация на технологической установке пенной сепарации института «Якутнипроалмаз» АК «Алроса».

Научная новизна работы

1. Установлена определяющая роль асфальтено-смолистой фракции в составе многокомпонентного собирателя на основе нефтепродуктов, заключающаяся в устойчивом закреплении асфальтенов и смол в виде адсорбционной пленки на поверхности алмазов в процессе пенной сепарации, что способствует гидрофобизации алмазных кристаллов и их высокой флотируемости.

2. Разработан новый методический подход рассмотрению многокомпонентного собирателя на основе нефтепродукта, заключающийся в установлении и поддержании оптимальных соотношений между базовыми фракциями: легкие дистилляты / нефтяные масла / смолы и асфальтены = $36\div 40$ / $38\div 42$ / $20\div 24$ (% масс.), обеспечивающих нахождение асфальтено-смолистых веществ в коллоидно-дисперсном состоянии, характеризующемся высокой адгезионной способностью по отношению к алмазам.

3. Установлен эффект диспергирования реагентов-собирателей (мазутов Ф-5, М-40) до 0,1мкм в водной фазе пульпы при использовании добавок водо- и маслорастворимых соединений класса алифатических кетонов, обеспечивающих повышение гидрофобизации и флотиремости алмазов.

Практическое значение работы

1. Разработан реагент-собиратель для флотации алмазов КСМ-А на основе нефтепродукта стабильного состава – мазута М-40 с добавками дизельного топлива и алифатических кетонов для флотации и пенной сепарации алмазов. На состав реагента в Депозитарии ноу-хау НИТУ МИСИС зарегистрирован секрет производства (ноу-хау), свидетельство №1-015-2021 ОИС от 09 марта 2021г.

2. Разработанные многокомпонентные собиратели прошли апробацию в «Якутнипроалмаз» АК «АЛРОСА», показали положительный результат – повышение извлечения алмазов на 2,5-7,5% и рекомендованы к опытно-промышленному освоению на предприятиях АК «АЛРОСА» (АКТ о проведении сравнительных лабораторных испытаний от 18.11.2023г.; Справка «О испытаниях реагентов-собирателей КСМ-1 и КСМ-2 на установке пенной сепарации в институте «Якутнипроалмаз» АК «АЛРОСА» 18.11.2023г.).

На защиту выносятся.

1. Закономерности распределения фракций собирателя на основе нефтепродуктов - мазута Ф-5, мазута М-40: легких дистиллятов, нефтяных масел, смол и асфальтенов по фазам флотационного процесса. Механизм взаимодействия многокомпонентного собирателя, состоящего из мазута М-40, дизельного топлива с поверхностью алмазов.

2. Закономерности изменения структуры реагента-собирателя на основе мазута М-40 при добавлении низко- и среднемолекулярных органических соединений.

3. Обоснование оптимального фракционного состава собирателя, характеризующегося высокой адсорбционной активностью к алмазам и обеспечивающего их эффективную флотацию.

4. Обоснование состава собирателя на основе мазута М-40 с добавками низкомолекулярных органических соединений – алифатических кетонов для процесса пенной сепарации алмазосодержащего сырья.

5. Опытнo-промышленная апробация процесса пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов с использованием разработанных реагентов - многокомпонентных собирателей.

Апробация работы. Основное содержание работы и отдельные ее положения докладывались и обсуждались на 9 научных конференциях и форумах, в т.ч.: на Международном симпозиуме "Плаксинские чтения", Москва, 2018 г.; Конгрессе обогатителей стран СНГ, МИСиС, Москва, 2019 гг.; II Международной научно-практической конференции «Наука и инновационные разработки-Северу», 2019 г., 15-й Международной научной школе молодых ученых и специалистов «Проблемы освоения недр в XXI веке глазами молодых», ИПКОН РАН, 2021 г.; Международной конференции «Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья,

Екатеринбург, 2016-2023 гг.; научных семинарах в рамках "Недели горняка", МГГУ, Москва, 2017-2024 гг.

Методы исследований. В работе использованы математические методы статистического и регрессионного анализа результатов исследований, инфракрасная спектроскопия (спектрофотометр инфракрасный Nicolet 380); ультрафиолетовая спектроскопия (УФ-спектрофотометр ПЭ 5400 УФ); оптическая микроскопия (микроскоп люминесцентный Микромед 3 ЛЮМ, оснащенный цифровой микрофотографической системой); беспенная флотация и пенная сепарация алмазов; методы химического анализа; метод вибрационной вискозиметрии (вискозиметр SV-10).

Публикации. Основные положения диссертации опубликованы в 16 работах, из них 5 статей – в рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК, 10 тезисов в материалах российских и международных научных конференций. В депозитарии НИТУ МИСИС зарегистрировано свидетельство ноу-хау №1-015-2021 ОИС.

Обоснованность и достоверность научных положений и выводов подтверждаются использованием современного оборудования и аттестованных методик исследований, значительным количеством полученных экспериментальных данных и применением статистических методов обработки результатов, а также сопоставлением полученных результатов с результатами других авторов.

Личный вклад автора заключается в методическом обосновании проводимых экспериментов, в получении и обработке экспериментальных данных, анализе и обобщении результатов работы. Обсуждение полученных результатов проводилось совместно с научным руководителем и соавторами публикаций. Автор участвовал в выполнении технологических исследований

на кимберлитовой руде, в том числе в укрупненно-лабораторных. Основные положения и выводы диссертационной работы сформулированы автором.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, шести разделов, заключения и выводов, списка литературы из 142 наименований и содержит 137 страниц машинописного текста, 46 рисунков, 12 таблиц, одно приложение.

ГЛАВА 1. Современное состояние технологии обогащения мелких классов алмазосодержащих кимберлитов методом флотации и пенной сепарации

1.1 Характеристики алмазосодержащих кимберлитов месторождений западной Якутии и схем обогащения

В мире насчитывается около 35 алмазодобывающих стран, одной из лидирующих является Россия. Алмазы добывают из коренных месторождений (кимберлитовые и лампроитовые трубки) и вторичных – россыпи. Кимберлитовые трубки имеются не только в России, но и за рубежом. На Россию по распространенности кимберлитовых трубок приходится 28,8% (около 30-ти кимберлитовых трубок), 15 из которых находятся в Якутии, остальные в Пермском крае и Архангельской области.

99 % из всех добываемых алмазов является продукцией, добытой в Якутии. Почти все якутские запасы алмазов (93,1%) сосредоточены в коренных источниках – кимберлитовых трубках, а алмазы из россыпей составляют 6,9% от утвержденных запасов. Содержание алмазов в рудах месторождениях республики (кимберлитовых трубок) обычно выше, чем в зарубежных объектах, хотя по качеству алмазы сопоставимы с добываемыми на большинстве аналогичных объектов мира [35].

Основные запасы сконцентрированы в Западной Якутии - это трубки: Мир, Интернациональная, Удачная, Юбилейная, Зарница, Айхал, Ботуобинская, Нюрбинская (рисунок 1.1). Например, "Мир" и "Интернациональная" разрабатываются не открытым карьерным, а шахтным способом.

Алмазосодержащие кимберлиты месторождений Западной Якутии содержат глинистые минералы: серпентин, слюда, хлорит, тальк, хлорит, смектит. Карбонатная составляющая представлена кальцитом и доломитом.



Рисунок 1.1 – Месторождения алмазов Якутии

Кимберлитовая трубка «Мир» была открыта в 1955 году. Она представляет собой овальную воронкообразную диатрему. Трубка образована кимберлитовыми брекчиями, которые имеют существенные различия по содержанию алмазов, физико-механическим свойствам и элементному составу [4,19, 41, 111].

Геологический анализ показал и впоследствии это подтвердилось в результате разработки трубки «Мир», что в содержащихся в ней кимберлитовых брекчиях обнаружены три группы компонентов: ксенолиты ультраосновных пород (ильменит, апатит, оливин, флогопит); магматические минералы (хромит, диопсид, корунд, шпинель, пироп, рутил); вторичные минералы (карбонаты, серпентин) [19, 66, 111].

Выделены брекчии двух фаз. Первая (10–15% объёма) содержит максимум ксенолитов вмещающих пород. Вторая, преобладающая, состоит на 80–90% из порфировых структур кимберлитового цемента и находится на более глубоких слоях трубки [41].

Кимберлиты представляют собой сложные минералы, включающие в себя следующие химические соединения: SiO_2 , Al_2O_3 , FeO , MgO , Fe_2O_3 , CaO , K_2O , Na_2O , CO_2 и H_2O .

Кимберлитовая трубка «Интернациональная» была открыта 4 июня 1969 года Владимиром Степановичем Мокеевым в Мало-Ботубинском алмазоносном районе в верховьях правых притоков реки Ирелях — ручьёв Маччоба-Салаа и Улахан-Юрях, которые протекают на территории Мирнинского рудного поля.



Рисунок 1.2 - Карьер трубки «Интернациональная»

Трубка «Интернациональная» вытянута в северо-западном направлении и представляется в плане в овальной форме. Рудное тело трубки выглядит в форме воронки до 120 м. Далее она переходит в форму цилиндра с вертикальным падением рудного тела (рисунок 1.2). По верхней части состав трубки включает в себя изменённые кимберлиты с первичными текстурно-структурными особенностями.

Трубка «Интернациональная» включает горные породы практически без трёхвалентного железа, благодаря чему обладает невысокой ожелезненностью. Ближе к верхним горизонтам рудного тела трубки геологические изыскания и горные разработки показали наличие повышенного содержания оксидов кремния (SiO_2), алюминия (Al_2O_3), кальция (CaO) и углекислого газа (CO_2), тогда как в нижних горизонтах

увеличиваются концентрации натрия (Na_2O) и калия (K_2O) [64,107]. Кимберлиты интенсивно серпентинизированы и карбонатизированы.

В большинстве своем кимберлитовые породы трубки «Интернациональная» представляют собой мелко- и среднезернистую структуру, включающую в себя карбонатные и карбонатно-серпентиновые минералы. Среди карбонатных минералов обнаружены монокристаллические и поликристаллические кальциты. Среди них имеются незначительные включения доломита, сидерита, а также мелкие вкрапленности слюды [97,111]. На верхних горизонтах кимберлиты включают большой объем глинистой фракции, а также таких минералов, как кварц, полевой шпат, турмалин, плагиоклаз, сфен и ставролит [41,111].

Кимберлитовая трубка «Удачная» расположена в Далдыно-Алакитском алмазоносном районе Республики Саха (Якутия), примерно в 20 км к югу от Северного полярного круга. Открыта в июне 1955 года геологом В.Н. Щукиным в рамках поисковых работ Амакинской геолого-разведочной экспедиции.

Месторождение состоит из двух рудных тел — Западного и Восточного, имеющих эллиптическую форму с размерами в плане 220–350 м и 200–300 м соответственно. Вмещающие породы представлены осадочными карбонатными и терригенно-карбонатными толщами нижнего, среднего и верхнего кембрия, мощностью около 2500 м, состоящими из песчанистых известняков и доломитов с прочностью на одноосное сжатие от 4–10 до 20–35 МПа.

С 1973 года месторождение эксплуатируется открытым способом, а с 2014 года — подземным методом с этажным обрушением и донным выпуском [5]. Западное рудное тело трубки включает в себя достаточно большой объем карстовых полостей, которые заполнены кимберлитовыми брекчиями, рассолами и газами [4]. Надо отметить, что кимберлитовые

породы трубки «Удачная» сформированы при различных фазах внедрения расплава, в них наблюдаются различные соотношения пикроильменита и пироба, также имеется сильно различающаяся морфология алмазов и их химический состав, также кимберлитовая порода отличается интенсивной серпентинизацией.

Применительно к трубке «Удачная» важным аспектом является то, что в ее породах и ксенолитах имеется содержание нефти и битумов, которое приходится в большинстве своем на глубины от 250 до 700 м [111].

Кимберлитовая трубка «Юбилейная» расположена в Мирнинском районе Якутии и является одной из крупнейших в мире. Её открытие произошло в 1975 году, а промышленная разработка началась спустя десять лет.

Структурно трубка разделена на три блока: центральный цилиндрический и два дайкообразных блока — западный и восточный. Центральный блок состоит из автолитовых брекчий, тогда как западный и восточный блоки сложены порфиоровыми кимберлитами [55].

В центральной части трубки преобладает сложный состав горных пород ввиду их неоднородности. В состав трубки входят три морфологически самостоятельных рудных столба: Центральный, Западный и Восточный.

Каждый рудный столб трубки «Удачная» характеризуется собственными уникальными текстурно-структурными признаками с различным химическим составом горных пород [111]. Среди наиболее распространённых вторичных минералов, наблюдаемых в кимберлитовой породе, можно отметить серпентин, кальцит и пироаурит. С увеличением глубины наблюдаются значительные изменения в содержании оксидов кальция (CaO) и магния (MgO), что выражается преобладанием в верхней части разреза CaO в соотношении 3:1 по отношению к MgO . Надо отметить,

что начиная с глубины в 150 м указанная пропорция меняется на противоположное [43]. Если рассматривать верхнюю часть разреза на глубине 79 м, то здесь можно отметить существенное содержание Al_2O_3 .

Кимберлитовая трубка «Зарница» была открыта в 1954 году в Далдыно-Алакитском алмазоносном районе Якутии, на территории водораздела ручьёв Дяха и Загадочный, впадающих в реку Далдын [27]. Это первая обнаруженная учёными кимберлитовая трубка в СССР.

Размеры трубки на поверхности составляют 535×480 м, что соответствует площади около 32 гектаров. Форма трубки близка к изометричной, и в рельефе она практически не проявляется. В кимберлитовых брекчиях трубки обнаружены многочисленные включения кимберлитов, а также ксенолиты осадочных пород, включая известняки, доломиты и аргиллиты [54]. С 1998 года ведётся добыча руды на «Зарнице».

Кимберлитовая трубка «Айхал» расположена в Алакит-Мархинском поле. В этом поле отмечено наличие нижнепалеозойских карбонатных и терригенно-карбонатных отложений. Трубка «Айхал» сформирована в виде наклонно-залегающей дайки. Дайка представляет собой три рудных столба с собственными подводящими каналами [105,111]. В пределах трубки выявлены следующие типы кимберлитовых пород, которые представлены порфировыми кимберлитами и кимберлитовыми брекчиями, имеющими сфертакситовую текстуру. Порфировые кимберлиты трубки «Айхал» существенно серпентинизированы [41].

Среди эксплуатируемых объектов трубки «Нюрбинская» и «Ботуобинская» отличаются наиболее проявленными процессами вторичных изменений. Для данных месторождений характерно широкое развитие серпентинизации, хлоритизации и карбонатизации кимберлитов, протекающих при участии кальцита и доломита. Породы обеих трубок обладают сходным химическим составом, а также рядом общих

технологических особенностей: повышенной трещиноватостью, высоким качеством кристаллов алмаза и низким содержанием минералов тяжёлой фракции.

Кимберлиты трубки «Нюрбинская» характеризуются проявлением сапонитизации, оказывающей влияние на минеральный состав руд. Количественная оценка показывает, что руды отличаются невысокой концентрацией полезных компонентов: содержание тяжёлой фракции достигает в среднем лишь 2.14 кг/т. Минералы-индикаторы кимберлитовой минерализации, такие как пироп и хромшпинелиды, встречаются в малых количествах. Распространённость магнетита и сульфидов в рудах также ограничена [43,82,111].

Кимберлиты трубки «Ботубинская» отличаются более сложным строением и разнообразием минерального состава. Вмещающие в трубку породы представляют собой карбонатные и теригенно-карбонатные осадочные образования [82].

Осложняющим параметром ведение горных работ на больших глубинах трубки «Ботубинская», выступает обводнённость, источником которой служат подмерзлотные воды карбонатного резервуара. Указанные воды представлены в основном хлоридно-натриевыми и хлоридно-магниевыми кальциевыми рассолами. Их отличительными особенностями являются: высокое содержание азотно-углекислых газов, значения pH близкие к нейтральным и прогрессирующая минерализация [82].

Сводный анализ глубинного строения кимберлитовых тел Западной-Якутии указывает на закономерную эволюцию их минералогическо-петрохимических характеристик по разрезу. Это является прямым следствием влияния вмещающих пород, представленных разнообразными осадочными и магматическими образованиями. Взаимодействие на контакте рудных тел с минерализованными подземными водами инициирует

вторичные изменения первичных минералов кимберлитов, результатом которых является формирование таких минералов, как серпентин и кальцит. Соотношение этих вторичных фаз в рудной массе непостоянно и может варьироваться от явного преобладания серпентина до доминирования карбонатных минералов [87,94].

Протекающие в гипергенных условиях процессы изменения химического состава кимберлитов приводят к генерации тонкодисперсных глинистых минералов. Образование последних создаёт существенные технологические осложнения на стадиях обогащения. Использование стандартных схем извлечения алмазов в таких условиях сопряжено со значительными потерями ценного компонента [10,34,65].

Выявленные минералогические особенности кимберлитовых руд исследуемых месторождений обуславливают актуальность задачи по оптимизации режимов обогатительных процессов. Для повышения извлечения на заключительных стадиях переработки в условиях алмазоизвлекающих фабрик представляется целесообразным совершенствование и применение таких методов, как пенная и липкостная сепарация.

Тяжелосредная сепарация представляет собой ключевой процесс первичного обогащения, применяемый для извлечения алмазов всех гранулометрических фракций. Данный метод демонстрирует высокую эффективность при гравитационном разделении минералов, способствуя значительному повышению качества концентрата за счёт его очистки от пустой породы. Преимущества этого метода включают простоту технологической схемы и надёжность работы, а также возможность обработки материалов широкого диапазона крупности. Экономичное потребление утяжелителя достигается за счёт проведения специальной

подготовки исходного материала и применения рациональной схемы сепарации [29,117].

Для высокоэффективного извлечения алмазов мелкой и средней гранулометрии используются тяжелосредные гидроциклоны. Разделение минеральных компонентов в представленной схеме реализуется в тяжелосредной суспензии, исходная плотность которой находится в интервале 2,7–2,8 г/см³. Ключевым технологическим фактором является динамическое уплотнение суспензии внутри гидроциклона: под воздействием центробежного поля плотность доходит до 3,2 г/см³. Данный эффект создаёт необходимые условия для высокоточной гравитационной селекции, обеспечивая эффективное извлечение алмазов [93,122]. Регенерация утяжелителя для его возврата в цикл осуществляется на стадии магнитной сепарации, где применяются аппараты барабанного типа [2].

Анализ технологического цикла, однако, выявил ограниченную применимость метода тяжелосредной сепарации для класса –5 мм. Падение эффективности в данном гранулометрическом диапазоне обусловлено прогрессирующим шламлением рабочей среды [2, 18].

В этой связи для фракции –5+2 мм задействуется отсадка. Однако её селективность в отношении алмазов критически снижена присутствием широкого класса зерен промежуточной крупности. В результате, при высокой степени сокращения исходной массы, наблюдается нелинейный рост потерь алмазов, что делает процесс экономически и технологически неустойчивым [28,75].

Для обработки материала класса –5 мм на ряде производств внедрена операция винтовой сепарации. Эффективность данного метода, тем не менее, обладает выраженной зависимостью от содержания тонкодисперсных фракций. Вследствие этого область применения винтовых сепараторов в технологических цепочках чаще ограничена ролью предварительной

концентрации, создающей обогащенный продукт для последующих высокоизбирательных процессов — пенной или липкостной сепарации.

Принципиально иной подход реализуется в схемах переработки крупных классов алмазосодержащих руд, где преобладают комбинированные технологии. Метод рентгенолюминесцентной сепарации задействован на двух ключевых стадиях: в качестве высокопроизводительного аппарата основного обогащения для первичного отделения алмазов от пустой породы и как инструмент контрольной доводки для очистки концентратов и снижения потерь с промпродуктами. Использование данного метода позволяет достигать уровня извлечения алмазов 90–95% [29,40,59].

Совершенствование технологических схем переработки алмазосодержащего сырья, в рамках которого осуществляется оптимизация реагентных режимов и комбинирование различных методов обогащения, нацелено на достижение двух ключевых показателей: максимального повышения извлечения алмазов и улучшения качественных характеристик конечной продукции. Липкостная сепарация используется для извлечения алмазов размером 5–2 мм из хвостов основных обогатительных операций. Физической основой метода является способность алмазов адсорбироваться на мазутной плёнке, формирующейся на границе раздела фаз «вода–масло» [35,73,74,90,109,111]. Как правило, в процессе липкостной сепарации перерабатываются обезвоженные и обесшламленные хвосты рентгенолюминесцентного обогащения. В отечественной практике извлечение алмазов из тяжелосредних концентратов осуществляется с помощью сепараторов барабанного типа, обеспечивающих высокую производительность на основном потоке регенерации и ленточных аппаратов для окончательной очистки суспензии от тонкодисперсных магнитных.

Для селективного извлечения алмазов размеров менее 2 мм технологически оптимальным решением является пенная флотация [44].

Преимущество метода заключается в его высокой эффективности для ультратонких классов, сепарация которых традиционными гравитационными способами становится неэффективной. Нижний граничный размер алмазов, доступных для извлечения пенной сепарацией, составляет 0,5 мм [28,40,122].

В соответствии с технологическими регламентами обогатительных фабрик Западной Якутии, финальной операцией технологической цепи является либо липкостная, либо пенная сепарация.

В современной практике обогащения получает всё большее распространение технология, разработанная норвежской компанией TOMRA, в основе которой лежит рентгено-абсорбционный метод детектирования алмазов. Данная технология обеспечивает идентификацию алмазов всех типов, в том числе покрытых оболочкой, слаболюминесцирующих и относящихся к типу II. Кроме того, она позволяет расширить границы извлекаемой granulometрии алмазов — с 25–30 мм до 60 мм и крупнее. Результатом её применения является получение высококачественного концентрата, который может направляться на ручную доводку без промежуточных стадий обработки, что ведёт к существенному снижению эксплуатационных расходов.

Для повышения извлечения слаболюминесцирующих алмазов российским институтом «Иргиредмет» был предложен метод трибоэлектрической сепарации, принцип действия которого основан на возникновении электрических зарядов при трении минеральных частиц. Проведённые лабораторные и опытно-промышленные испытания соответствующего сепарационного оборудования подтвердили его перспективность для использования в технологических схемах сухой доводки алмазосодержащих концентратов.

В 2015 году на Ломоносовском горно-обогатительном комбинате (Архангельская область) ПАО «Севералмаз» (входит в группу АЛРОСА)

проводило опытно-промышленные испытания установки, использующей метод быстрых нейтронов. Оборудование было разработано ООО «Диамант» по заказу ПАО «АК АЛРОСА». Ключевым преимуществом данной технологии является возможность неразрушающего контроля и обнаружения алмазов непосредственно в массиве кимберлитовой породы. По итогам испытаний была установлена оптимальная производительность установки на уровне 102 кг/час при степени извлечения алмазов 97%.

Британская компания Gem Diamonds разработала и испытала методику немеханического дробления на основе использования электроэнергии, стремясь минимизировать разрушение алмазов при их извлечении из руд.

К числу инновационных решений в области первичного обогащения алмазосодержащих руд относится установка сухого (пневматического) обогащения «Сепайр», созданная новосибирским предприятием «Гормашэкспорт». Апробация данной установки была выполнена ПАО «АК АЛРОСА» в 2011 году на материале бедных забалансовых руд трубки «Сытыканская», расположенной в Республике Саха (Якутия). Важнейшим эксплуатационным преимуществом технологии является её работоспособность в условиях экстремально низких температур (до -50 °C), что имеет принципиальное значение для регионов с суровым климатом, подобным якутскому.

Для переработки руд маломощных коренных месторождений алмазов, а также аллювиальных россыпей (включая работы по детальной разведке) находят применение модульные обогатительные комплексы. Техническое оснащение таких комплексов, как правило, включает щековые дробилки, грохоты (скрубберы), установки тяжелосредной сепарации и рентгеновское оборудование. Указанные установки обладают функциональной гибкостью и могут эксплуатироваться как в автономном режиме, так и в составе более крупных технологических линий. К основным преимуществам модульных

комплексов относятся: транспортабельность с использованием стандартного грузового транспорта, возможность монтажа на неподготовленных площадках в непосредственной близости от горных выработок, а также относительно низкое энергопотребление.

1.2 Реагентные режимы процессов флотации и пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов

Технологические схемы обогащения алмазосодержащих руд и песков чаще всего разбиваются на несколько последовательные этапов (рис. 1.3), соблюдение технологии которых обеспечивает высокий уровень извлечения алмазов на каждом из них. Для разрушения добытых горных пород для последующей их обработки на первом этапе реализуются дробильно-измельчительные операции. На этапе первичного обогащения получается грубый концентрат, максимально содержащий все ценные компоненты, в том числе алмазы. Переработка первичных грубых концентратов, проводимая на следующем этапе, позволяет получить основную долю природных кристаллов алмазов. Извлеченные алмазы затем очищаются и классифицируются по ряду признаков: например, крупность, цветовые характеристики и другие параметры.

На обогатительных фабриках АК «АЛРОСА» для решения задачи комплексного извлечения алмазов, включая мелкие классы, применяются комбинированные схемы. Их отличительная черта — интеграция методов, основанных на различных принципах извлечения: рентгенолюминесцентной, липкостной и пенной сепарации. Это позволяет адаптировать процесс к изменчивому вещественному составу руд и повысить общий коэффициент извлечения.

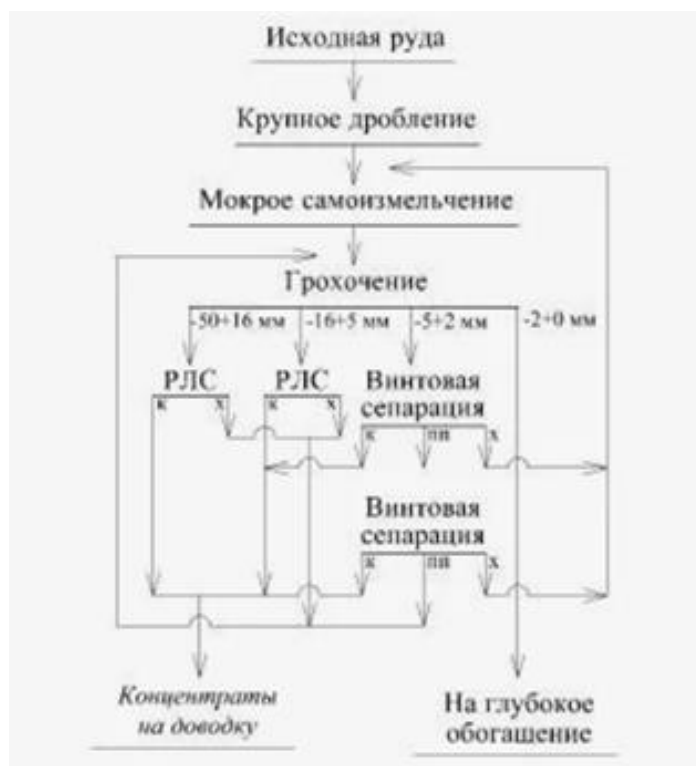


Рисунок 1.3 – Пример технологической схемы обогащения алмазосодержащего сырья

Пенная сепарация, выступающая ключевым звеном в технологической цепи извлечения алмазов, реализуется за счет управления адгезионными взаимодействиями на границе раздела фаз. Фундаментом процесса служит не просто различие в смачиваемости, а значительный гистерезис краевого угла смачивания, характерный для алмазов в полярной водной среде. Максимальный технологический эффект — значительное увеличение флотационной силы и возможность удержания более крупных частиц — достигается за счёт резкого повышения упругости поверхности пузырька. Для этого в пульпу вводятся специфические поверхностно-активные вещества (ПАВ), создающие резкий контраст между динамическим и статическим состоянием межфазной границы. Именно целенаправленный подбор таких реагентов-модификаторов, оптимизирующих кинетику

закрепления частицы, является основой эффективной пенной сепарации алмазов [43,120,132].

В технологических цепочках обогащения мелкодисперсного алмазосодержащего сырья на предприятиях компании «АЛРОСА» пенная сепарация играет ключевую роль, во многом определяя, как общую производительность фабрик, так и технико-экономические показатели обогатительного передела [67,103]. В реализуемых на производстве схемах переработки кимберлитов различия в организации процесса пенной сепарации проявляются в числе и длительности технологических операций, а также в специфике применяемого реагентного набора, целенаправленно воздействующего на параметры петли гистерезиса смачивания [60,115]. Данные факторы формируют основу технологического режима обогащения, адаптированного к условиям конкретных обогатительных фабрик АК «АЛРОСА».

Характерные особенности комбинированных схем наглядно демонстрирует технологический регламент обогатительной фабрики №12 Удачинского ГОКа (проектная мощность — 12 млн тонн руды в год) [82]. Здесь реализована классическая двухстадийная схема подготовки руды. Исходная кимберлитовая руда крупностью до 400 мм последовательно проходит стадию дезинтеграции: первичное дробление в конусной дробилке для радикального уменьшения крупности и стадию мокрого самоизмельчения в восьми мельницах, обеспечивающую измельчение до -50 мм. Далее осуществляется гранулометрическое разделение на грохотах. Этот этап важен для последующей селективной сепарации, так как позволяет сформировать три технологических потока, оптимальных для разных методов обогащения: фракция -50+20 мм, фракция -20+10 мм, фракция -10+5 мм.

Сформированные гранулометрические потоки направляются на стадию основной концентрации методом рентгенолюминесцентной сепарации. Полученные первичные концентраты, как наиболее ценный технологический продукт, транспортируются в цех доводки для последующего высокоточного выделения алмазов. Сепарационные хвосты возвращаются в цикл доизмельчения с последующей рециркуляцией. Для фракции $-5+2$ мм применяется гравитационный метод отсадки. Полученный отсадкой концентрат в дальнейшем может быть направлен на доводку. Хвосты отсадочной операции после процедур обесшламливания и классификации также поступают в мельничный передел [82].

Материал класса -2 мм после удаления шламовых частиц подаётся на винтовые классификаторы. Хвосты классификации в качестве отвальных продуктов транспортируются в хвостохранилище. Дальнейшая подготовка концентрата к извлечению тонких классов включает обязательную стадию обезвоживания с последующей точной классификацией на фракции $-2+1$ мм и $-1+0$ мм, каждая из которых обрабатывается в режиме пневматической флотации, оптимальном для данных гранулометрических классов. Целевой продукт данного этапа — флотационный концентрат — направляется в цех доводки. [82].

Финальный и наиболее ответственный этап — доводка — реализуется на специализированном комплексе оборудования, где применяются последовательные и взаимодополняющие методы: перечистная рентгенолюминесцентная сепарация, липкостная сепарация и сушка и магнитная сепарация.

Флотационное извлечение алмазов является типовой технологией для всех фабрик АК «АЛРОСА», перерабатывающих класс -2 мм. Исходный алмазосодержащий продукт после обезвоживания подвергается классификации на целевые фракции: $-2+1$ мм, $-1+0,5$ мм и $-0,5$ мм. Далее для

каждой фракции применяется специализированный режим: фракция -2+1 мм направляется на стадию кондиционирования с точно дозированными реагентами-собирателями и последующую сепарацию в пневматической флотационной машине, где извлечение осуществляется преимущественно через селективную адгезию частиц к пузырькам и их транспортировку в устойчивый пенный слой; фракция -1+0,5 мм обрабатывается в объёме пульпы флотационной камеры [82].

Выходящий с флотационного передела концентрат направляется на дальнейшую перемелку в цех доводки. Хвосты пенной сепарации, флотации, обезвоживания и обесшламливания, как не содержащие промышленных концентраций алмазов, транспортируются в систему хвостохранили [134].

На обогатительной фабрике №12 Удачинского ГОКа наибольшую технологическую эффективность показали монокамерные пневматические флотационные машины (ПФМ), разработанные «Якутнипроалмаз» (в структуре АК «АЛРОСА»). Они при высокой производительности флотационных процессов обеспечили повышение извлекаемости алмазов крупностью –2 мм на 30%.

Пенная сепарация на фабрике осуществляется с использованием установок ПС-1.4, ПФМ-8 и ПФМ-10. Для материала крупностью 1,0–2,0 мм — сепарация в устойчивом пенном слое, а для фракции 0,2–1,0 мм — флотация непосредственно из объёма пульпы. Реагентный режим, включающий: полифосфат натрия (50–80 г/т), ОПСБ (10–30 мг/л), аэрофлот (10–15 г/т) и мазут (500–800 г/т).

Для повышения качества концентрата используются машины плёночной флотации МП-5М, МП-5Р и пенные сепараторы ПС-04, после которых продукт направляется в цех доводки. Технологический цикл замыкается возвратом хвостов флотации и доводки в контур доизмельчения. Эффективность извлечения алмазов методом пенной сепарации варьируется

в диапазоне 75–99%. Следует отметить, что при переработке изменённых кимберлитов потери могут достигать 25%. Это обусловлено негативным влиянием окисленных шламов, формирующих на поверхности алмазов адсорбционные плёнки [2,18]. Повышение эффективности пенной сепарации может быть достигнуто за счет предварительной обработки материала различными пептизаторами и собирателями. Такая обработка позволяет достигать наиболее рациональных режимов, способствующих более эффективному отделению алмазов от вмещающих пород минералов [42,82,135]. Особое значение имеет правильный подбор реагентов и обеспечение необходимых условий кондиционирования. Это позволяет обеспечить подходящую гидрофобность поверхности минералов, что приведет к более продуктивной сепарации [2,29].

Если рассматривать процессы обогащения алмазосодержащего сырья месторождений трубок «Мир» и «Интернациональная» (из карьера), то в рассматриваемом случае добытая кимберлитовая руда проходит по двум технологическим линиям, где щековая дробилка обеспечивает первичное дробление. Измельчённый продукт класса -50 мм проходит грохочение, где разделяется на три класса: -50+5 мм, -5+2 мм и -2 мм. Фракция -50+5 мм подвергается дополнительному грохочению с разделением на классы -50+16 мм, -16+5 мм и -5 мм [82].

Фракции -50+16 мм и -16+5 мм проходят обработку на рентгено-люминесцентных сепараторах, концентраты с которых передаются в цех окончательной доводки, а фракция -5 мм возвращается на первичное грохочение. Хвосты классификаторов подвергаются повторному дроблению и возвращаются в контур измельчения (рисунок 1.4) [82].

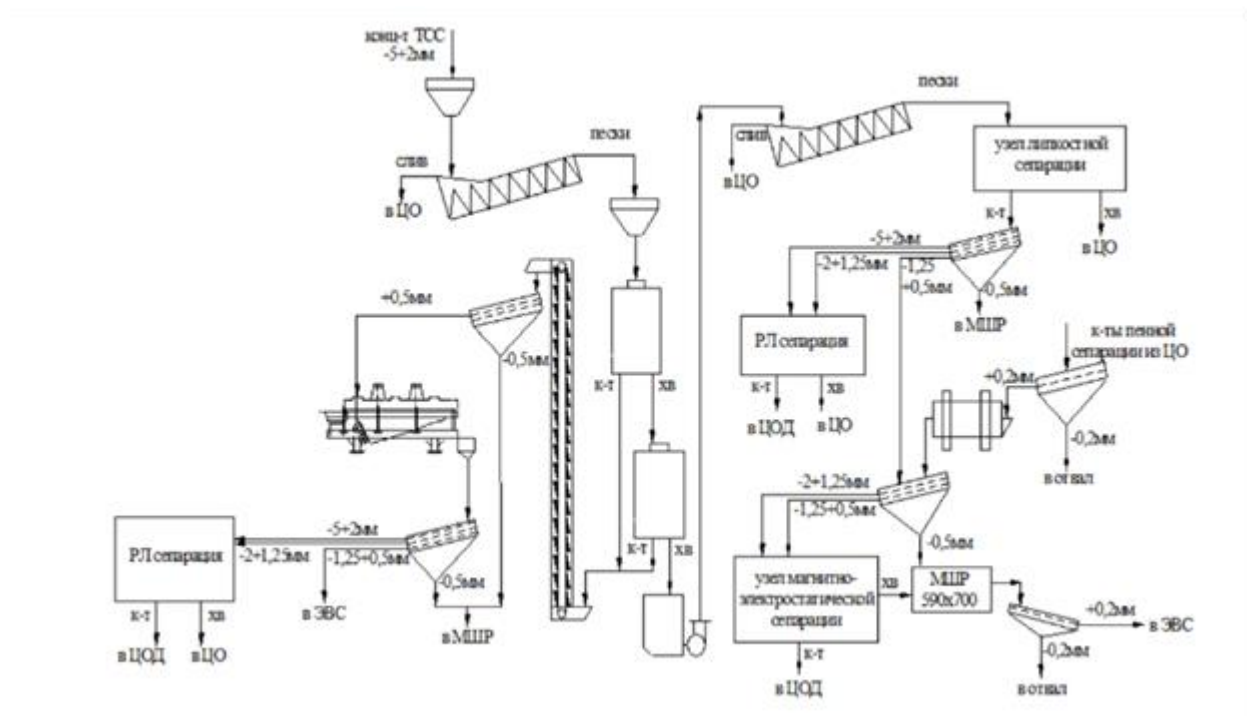


Рисунок 1.4 - Схема цепи аппаратов отделения доводки гравитационного концентрата ОФ №3 Мирнинского ГОКа [80].

Применение таких реагентов, как полифосфат натрия, аполярные собиратели, в том числе мазут, оказывают влияние на гидрофобность различных минералов, что предопределяет успешное извлечение алмазов в процессах сепарации. При этом необходимо учитывать отрицательное влияние на процессы обогащения различных технологических факторов, к которым можно отнести мелкие частицы и шламы, температуру поступающей руды, время агитации с реагентами, что может снижать эффективность процессов и за которыми требуются отдельное наблюдение.

В процессах флотации алмазов используются различные типы реагентов-собирателей, среди которых значительную группу составляют аполярные вещества. Высокая эффективность аполярных реагентов-собирателей доказана при обогащении минералов с ярко выраженной природной гидрофобностью. Такие реагенты по своей химической природе являются органическими соединениями (преимущественно углеводороды) и

относятся к неионогенным собирателям. Их ключевые физико-химические свойства — это крайне низкая растворимость в воде и отсутствие в водных растворах склонности к диссоциации на ионы. Для обеспечения эффективного контакта с поверхностью минералов данные реагенты подают в пульпу в виде предварительно приготовленных эмульсий или диспергированных капель.

Область применения аполярных собирателей связана с эффективным извлечением минералов, обладающих выраженной природной гидрофобностью. К числу таких объектов относятся: уголь, графит, тальк, сера, молибденит. Смеси аполярных собирателей с другими коллекторами могут использоваться для флотации сульфидных руд.

К неионогенным собирателям относятся мазут, керосин, соляровое масло и смеси на их основе. К основным ограничениям применения прямогонного мазута в процессах пенной сепарации относятся его повышенная температура застывания и высокая динамическая вязкость. В связи с этим его используют совместно с реагентами, имеющими более подвижный растворитель, такими как флотский мазут [2,88

Флотский мазут получают в процессе вторичной дистилляции нефтяного сырья, что обуславливает его сложный гетерогенный состав. Он представляет собой смесь углеводородных фракций, существенно различающихся по молекулярной массе и, как следствие, по ключевым физико-химическим параметрам [83,86]. Его химический состав формируется смесью нормальных парафиновых, парафино-нафтяных, нафтяных и алкилнафтяноароматических соединений. Для этих соединений типична переменная степень конденсированности, а их боковые цепи в основном содержат неразветвленные алкильные заместители [83,86,89].

В результате изучения состава флотского мазута с целью выявления соединений, ответственных за флотирующий эффект, было

экспериментально установлено, что максимальная собирательная активность концентрируется в высококипящей фракции, обогащенной полициклическими ароматическими структурами. Для данных соединений характерна различная степень замещения, а также наличие в их структуре гетероатомов. Указанные компоненты формируют смолисто-асфальтовую составляющую тяжёлых нефтепродуктов.

При том, что другие фракции флотского мазута не обладают такой же флотационной активностью, они в сочетании с активными фракциями могут обеспечить повышение выхода флотируемых минералов. Естественные ПАВ при возникновении межмолекулярной ассоциации различных органических соединений позволяют реализовать оптимальные условия эффективной флотации алмазов. Сравнительный анализ флотационной эффективности исходного флотского мазута и его кубового остатка демонстрирует превосходство последнего. Это было зафиксировано при высокой доле извлечения минералов на фоне невысоких расходов реагента [17].

Эксперименты с различными фракциями флотского мазута показали, что фракции с более низкой температурой кипения обладают слабой собирательной способностью [58]. С повышением температуры кипения фракций флотского мазута наблюдается рост как эффективности флотационного процесса, так и выхода минеральной части в концентрат, причём данные показатели достигают максимальных значений для высококипящих фракций. В частности, кубовый остаток флотского мазута демонстрирует высокую флотационную активность, однако его практическому применению препятствует повышенная вязкость.

Хроматографический анализ флотского мазута, выполненный методом адсорбционной колоночной хроматографии, позволил установить, что максимальной флотационной активностью обладают смолисто-асфальтовые компоненты. Данные компоненты представляют собой

высокомолекулярные поликонденсированные ароматические соединениями, которые содержат алкильные и нафтеновые заместители, а также поверхностно-активные вещества [86,88].

Физико-химические свойства мазута определяются составом исходной нефти, технологией её переработки и степенью отбора лёгких фракций. Чем выше концентрация смолистых компонентов и ниже выход мазута из исходной нефти, тем значительнее возрастают его показатели вязкости и плотности [42,107]. Применение флотского мазута в качестве собирателя не гарантирует достижения максимального извлечения алмазов в процессе пенной сепарации, что обусловлено возможной недостаточностью его собирательной способности, а также значительной вариабельностью состава и технологических свойств.

Существенным отрицательным фактором при использовании мазута является его склонность к расслоению. При этом влагосодержание в верхних слоях достигает 10%, а в нижних — 30–50%. В результате среднее содержание воды в объёме реагента составляет 20–30%. Для получения достоверных данных о содержании воды и механических примесей требуется проведение послойного анализа проб, отобранных с верхнего, среднего и нижнего уровней ёмкости [45,80]. Для уменьшения негативного влияния применяют методику, включающую нагрев реагента и интенсивное перемешивание перед введением в пульпу [88].

Оптимизация реагентного режима при флотации алмазосодержащих руд развивается по ряду направлений. Ключевой из них базируется на комбинации аполярных и гетерополярных собирателей. Данная методика позволяет повысить извлечения не только алмазов, но и ряда других труднообогатимых минералов [46,91,109].

Известен также технологический приём, основанный на совместном введении нескольких собирателей одного класса. Эффективность такой

композиции, определяемая оптимальным соотношением компонентов, может значительно превышать результат действия каждого реагента в отдельности [2,72,98].

Конкретным решением для флотации алмазных классов крупностью от 0,5 до 2,0 мм стал специализированный реагентный комплекс, внедрённый в операцию пенной сепарации. Его состав сформирован на основе флотского мазута марки Ф-5 как основного углеводородного собирателя, модифицированного добавками собирателя «Аэрофлот ИМ-1012» и пенообразователя ОПСБ [92].

Задача замещения дорогостоящих реагентов доступными аналогами стимулирует использование промышленных отходов в качестве сырья для создания эффективных собирателей. В данном контексте перспективным сырьём рассматриваются нефтешламы (природные флюиды), самопроизвольно выделяющиеся в горных выработках таких месторождений, как «Интернациональное» и «Удачное» [42,96,113]. Данные флюиды представляют собой устойчивую водонефтяную эмульсию, органическая фаза которой состоит из тяжёлой, высоковязкой сернистой нефти с повышенным содержанием смол и асфальтенов при незначительном количестве лёгких фракций [83]. С точки зрения морфологии нефтешламы представляют собой высоковязкие пластичные агломераты, цветовая гамма которых варьируется от насыщенного тёмно-коричневого до интенсивно-чёрного оттенка [142]. Их состав характеризуется повышенным содержанием нефтяных парафинов, смолистых и асфальтеновых веществ, а также включает воду, песчаные и глинистые частицы, и солевые включения. Данные образования формируют устойчивые эмульсионные системы, не склонные к расслоению, что создаёт значительные трудности для их разделения на твёрдую, водную и масляную фазы [68-70]. В современных условиях проблема переработки нефтешламов приобретает существенное

экологическое значение. Горнодобывающие предприятия, на которых происходит их образование, вынуждены разрабатывать и внедрять эффективные методы утилизации данных отходов [69].

Еще одним направлением оптимизации взаимодействия собирателей с поверхностью минерала достигается с помощью звуковых и ультразвуковых волн. Эти методы помогают стабилизировать и улучшить собирательные свойства реагентов, упорядочивая их состав и повышая эффективность флотации [52,63,64].

1.3. Характеристики нефтепродуктов и многокомпонентных собирателей для флотации и пенной сепарации алмазов

Нефть представляет собой с химической точки зрения сложную смесь углеводородов и неуглеродных соединений. Основными химическими элементами, входящими в состав нефти, являются углерод (82-87 мас.%), водород (11-15 мас.%), сера (0,1-7,0 мас.%), азот (до 2,2 мас.%) и кислород (до 1,5 мас.%) (рисунок 1.5). Содержание их для нефтей различных месторождений довольно постоянно и изменяется лишь в узких пределах. Кислород, сера и азот содержатся в виде кислородных, сернистых и азотистых соединений.

Кроме пяти основных химических элементов в очень малых количествах присутствуют и другие: из металлов - ванадий, хром, никель, железо, кобальт, магний, титан, натрий, кальций, германий, а также неметаллы фосфор и кремний.

Углеводороды, входящие в состав нефти можно разделить на четыре группы: парафиновые, олефиновые, нафтеновые и ароматические. Фракционный состав нефтей характеризуется выраженной вариабельностью в распределении групповых компонентов углеводородов. Именно

доминирование определенных групп (метановых, нафтеновых, ароматических) формирует ключевые физико-химические и эксплуатационные свойства сырья, что, в свою очередь, определяет выбор технологических схем переработки.

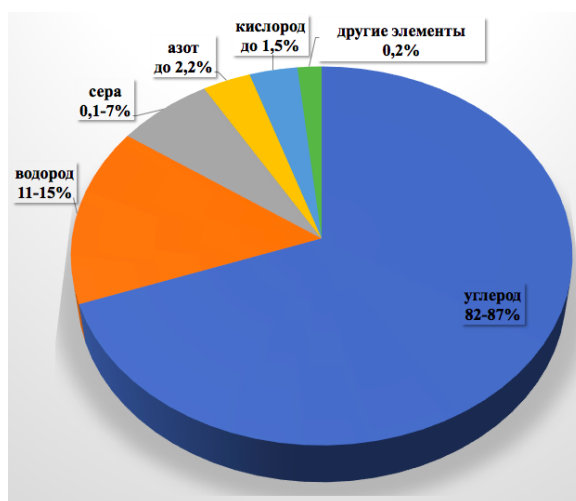


Рисунок 1.5 - Основные химические элементы, входящие в состав нефти

С помощью первичной перегонки нефть можно разделить на фракции – дистилляты, имеющие менее сложную смесь. Разделение фракций происходит путем перегонки нефти (дистилляции), основанной на том, что у разных углеводородов температура кипения различается: у более легких она ниже, у более тяжелых выше. При первичной переработке происходят физические процессы, с помощью которых достигается разделение нефти на составляющие компоненты без химических превращений, или удаление из фракций остатков нефти нежелательных химических компонентов. В одной фракции нефти могут содержаться молекулы разных углеводородов, но свойства большей части из них близки, а молекулярная масса варьируется в определенных пределах.

Существует достаточно много разнообразных классификаций углеводородов по различным признакам. чаще всего практикуется деление

всех нефтепродуктов на светлые и тёмные. К тёмным нефтепродуктам относятся: мазут, вакуумный газойль, битум, гудрон и дистиллятные масла. Светлые нефтепродукты отличаются отсутствием в их составе тяжёлых фракций, что делает их прозрачными. К этой категории относятся такие вещества как керосин, бензин, дизельное топливо [129].

Основные нефтепродукты можно определять по интервалам температур (рисунок 1.6), при которой кипят входящие в них углеводороды:

- светлые нефтепродукты: бензиновая фракция — 100—140°C, содержит смесь легких парафиновых $C_5 - C_9$, ароматических и нафтеновых углеводородов; лигроиновая фракция - 140—180°C; керосиновая фракция — 180—220°C, содержит углеводороды $C_{10} - C_{15}$; дизельная фракция— 220—350°C, содержит углеводороды $C_{16} - C_{20}$;

- темные нефтепродукты: мазут — выше 350°C, нефтяной остаток содержит парафины и церезины, асфальто-смолистые вещества.

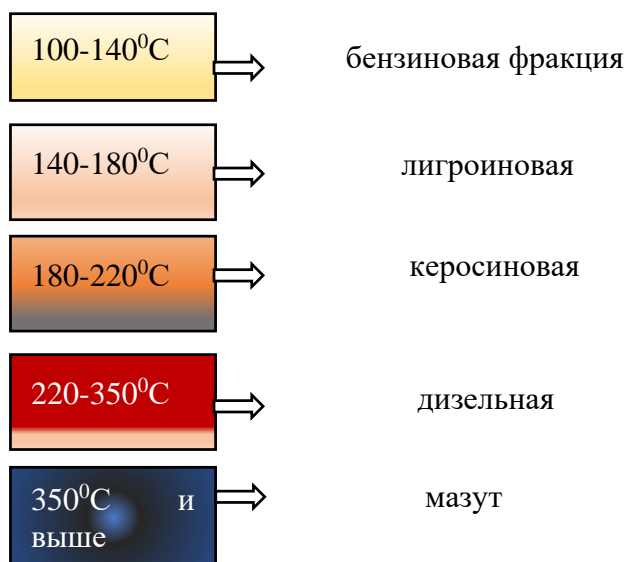


Рисунок 1.6 - Основные фракции нефтепродуктов

Высокомолекулярные соединения (молекулярная масса более 400 у.е.), извлекаемые как остаток после отгонки дистиллята в интервале температур

350–400°C, состоят из углеводородных и гетероатомных частей, соотношение которых зависит от природы перерабатываемой нефти.

Неуглеводородные компоненты нефти, представленные смолами и асфальтенами, характеризуются концентрацией практически всей массы металлов, содержащихся в сырье (V, Ni, Co, Fe, Al, Mn, Mo и др.). С точки зрения химического строения, асфальтены и смолы являются гетероатомными полиароматическими соединениями, основой которых служит углеводородный каркас. Их состав включает: углерод (78-88%), водород (8-10%), а также кислород, азот, серу и перечисленные металлы (4-14%). На рисунке 1.7 представлен элементный состав асфальтенов. Размеры молекул смол сравнимы с углеводородами, а их молекулярная масса составляет 500-1200 условных единиц.

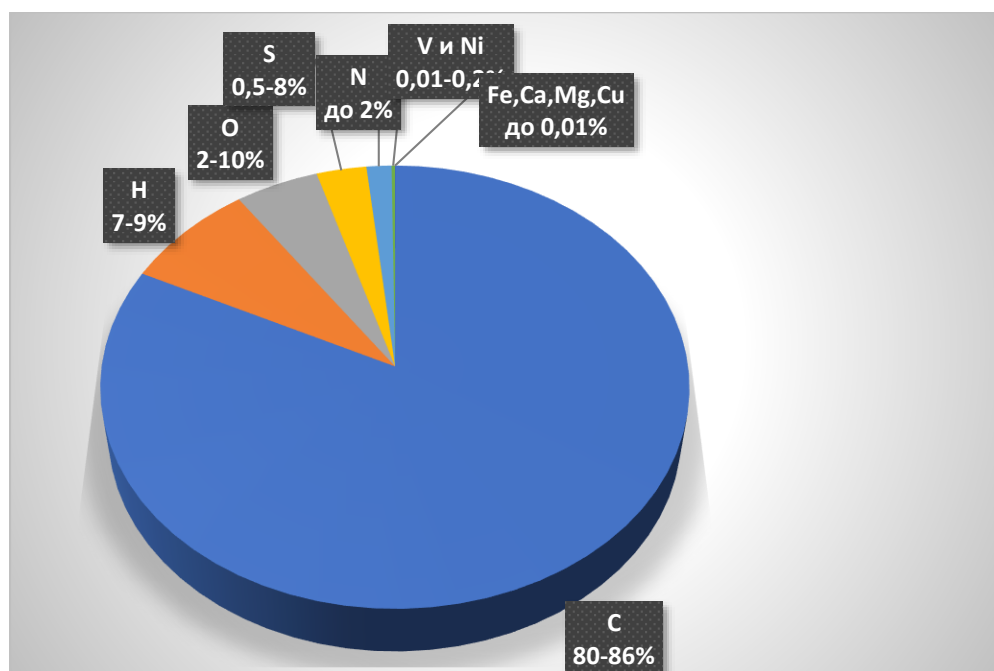


Рисунок 1.7 - Основные химические элементы, входящие в состав асфальтенов

С точки зрения количественного состава, асфальтены не являются доминирующей фракцией в нефтях. Однако, как компоненты

высокомолекулярной части углеводородной составляющей они присутствуют в широком диапазоне концентраций, от следовых в легких нефтях до значительных (16-20%) в тяжеловязких. Предполагается, что асфальтены существуют в следующих состояниях:

- в молекулярно-диспергированном состоянии, в котором они представлены отдельными нафтенно-ароматическими слоями;
- в пачках из структурных единиц;
- в агрегатах из пачек;
- в мицеллах из агрегатов [95].

В сырой нефти асфальтены присутствуют во всех фазовых состояниях. Молекулярная масса асфальтеновых компонентов варьируется в широком диапазоне – от 1000–30 000 у.е. до 240 000 – 300 000 у.е.

Минимальные значения (в пределах от 1000 до 30 000 у.е.) соответствуют истинным молекулам асфальтенов. Более высокие значения (от 10 000 до 240 000–300 000 у.е.) относятся к ассоциатам, образованным несколькими молекулами асфальтенов. Степень полимеризации определяется концентрацией асфальтенов и свойствами используемого растворителя. Молекулярная масса этих ассоциатов зависит от растворяющей способности и избирательности применяемых растворителей, а также от концентрации асфальтенов в растворах.

С повышением молекулярной массы повышается содержание циклических и ароматических соединений, понижается содержание водорода в гибридных молекулах, и растёт масса конденсированных полициклических структур, которые по своему строению схожи со строением молекул первичных нефтяных смол [95].

Отличие смол от асфальтенов заключается в более высоком содержании водорода и показателе Н/С. Четкое отличие смол от асфальтенов

по их способности к самоассоциации – молекулярные агрегаты образуют лишь молекулы асфальтенов.

Гетероатомы, входящие в состав асфальтенов, могут придавать молекуле полярность. В связи с этим центры соседних молекул асфальтенов притягиваются друг к другу, а внешние цепи отталкиваются цепями других молекул.

В 1961 году Йен предложил модель строения асфальтена, получившую название "пачечной". Эта модель разрабатывалась на основе данных рентгеновской дифракции и описывала асфальтены как состоящие из слоистых структур – так называемых "пачек". Согласно Йену, диаметр таких пачек составляет от 0,9 до 1,7 нм, количество слоев - 4-5, находящихся на расстоянии 0,36 нм друг от друга. Формирование именно такой пачечной кристаллоподобной структуры объясняется теорией Йена как результатом суммарного действия межмолекулярных сил: притяжения между ароматическими фрагментами, карбоксильными и аминок группами, расположенными на поверхности асфальтенных молекул. Однако, анализ, проведенный с использованием метода малоуглового рентгеновского рассеяния, показывает, что в составе асфальтена кристаллические частицы (кристаллиты) составляют лишь незначительную долю – не более 3-4% от общей массы асфальтенных компонентов. В последнее время накапливаются данные, указывающие на возможность существования в нефтяных системах асфальтенов и других коллоидных частиц еще одной упорядоченной фазы – жидкокристаллической, лиотропного типа. В формировании подобных структур задействованы как ароматическая область поликонденсированной молекулы асфальтена, так и свойства ее боковых алкильных цепей.

Организация структур концентрации асфальтеновых молекул представлена в следующем порядке: молекулы – наноагрегаты – кластеры наноагрегатов (рисунок 1.8).

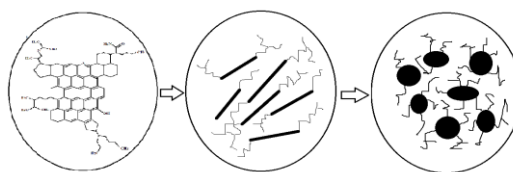


Рисунок 1.8 - Модель Йена-Муллинса:

а) молекула асфальтена; б) наноагрегаты асфальтенов; в) кластеры наноагрегатов

Модель асфальтенов по С.Р. Сергиенко состоит из конденсированных ароматических циклов. Согласно этой модели, асфальтены состоят из плотно сцепленных ароматических структур, которые могут быть разрушены при термическом воздействии. Однако данные ЯМР-спектроскопии не совпадают с моделью Сергиенко.

Кроме моделей Йена и Сергиенко, существуют другие теоретические подходы к описанию структуры асфальтенов. Одной из последних является модель, предложенная Спейтом. Согласно этой модели, молекулы асфальтенов обладают компактной, поликонденсированной структурой. Данные масс-спектрометрии согласуются с этой моделью, позволяя предположить, что конденсированные ароматические фрагменты расположены преимущественно на периферии. Эта модель позволяет разьяснять процесс адсорбции асфальтенных частиц на ароматизированных смолах, которая способствует формированию надмолекулярных ассоциатов. Как альтернативный подход, следует отметить модель Альтгейта. С.Альтгейт предложил рассматривать асфальтены как состоящие из отдельных, но связанных между собой фрагментов. Его модель включает в себя конденсированные циклоалкано-арено-гетероциклические фрагменты, которые соединены друг с другом через метиленовые цепочки (рисунок 1.9).

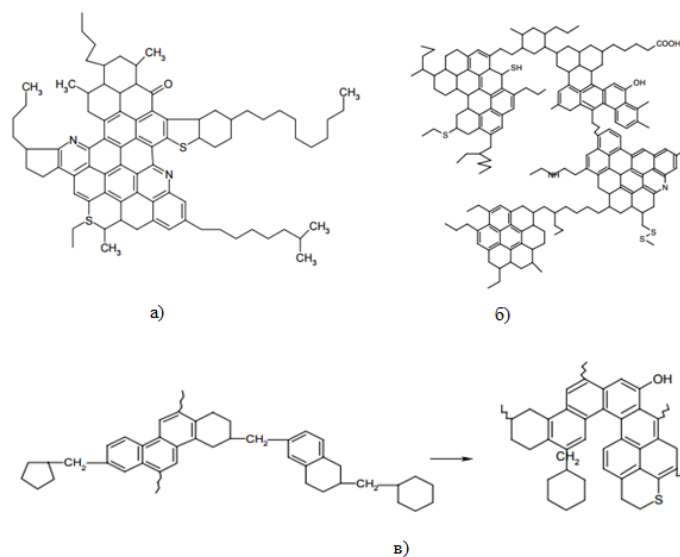


Рисунок 1.9 - Виды гипотетических моделей асфальтеновых молекул:

а) модель С. Р. Сергиенко; б) модель Спейта; в) модель Альтгелта

Важнейшим результатом современных исследований химического строения высокомолекулярных компонентов нефти является выявление их значительного структурного сходства. Эти соединения характеризуются гибридным или смешанным типом строения. Центр любой молекулы высокомолекулярного компонента представляет собой сложную полициклическую систему преимущественно ароматического типа, в основе которой лежат 6-членные карбоциклические и гетероциклические кольца. В периферийных областях молекулярной структуры происходит замещение атомов водорода метильными группами, а также короткими алифатическими радикалами с длиной цепи от C_2 до C_4 , которые могут обладать как линейным, так и разветвлённым строением.

Высокомолекулярные компоненты характеризуются наличием исключительно связей углерод–углерод (алифатических, ароматических, нафтеновых или смешанного типа). В отличие от них, молекулы смолистых и асфальтеновых веществ, наряду с углеродным скелетом, содержат в

различной пропорции гетероатомные связи, такие как $\equiv\text{C}-\text{O}-$, $\equiv\text{C}-\text{S}-$, $\equiv\text{C}-\text{N}=\text{}$ и другие (рисунок 1.10).

Углеводороды, смолы и асфальтены генетически связаны между собой. Об этом свидетельствует близость состава и схожесть строения их углеродного скелета. Высокую склонность асфальтенов к ассоциации отмечали ещё Пфайфер и Нейман [106].

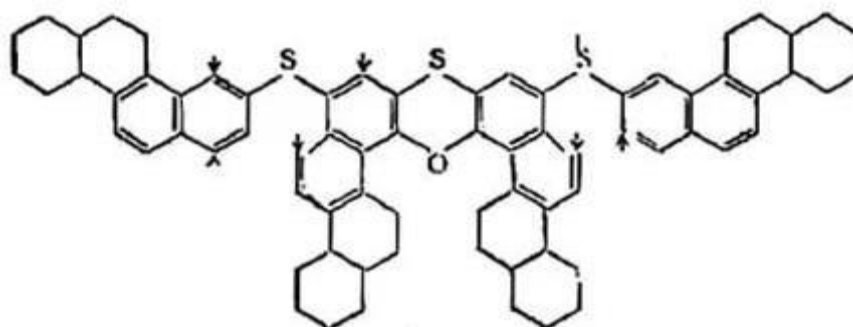


Рисунок 1.10 - Строение молекулы асфальтенов

Асфальтены растворимы в бензоле, CS_2 , CHCl_3 , CCl_4 , не растворимы в парафиновых углеводородах, спирте, эфире, ацетоне [15].

Нефтепродукты широко используются в качестве флотореагентов – собирателей в процессах пенной флотации. Химический состав мазута является сложным и разнообразным, включающий широкий спектр углеводородов и некоторых не углеводородных соединений, что придает ему высокую эффективность в качестве собирателя при флотации минералов с низкой или средней гидрофобностью. Состав мазута включает в себя как насыщенные углеводороды, так и ароматические, нафтеновые и парафинонафтеновые соединения, которые обеспечивают необходимую флотационную активность при работе с разнообразными типами руд.

Кроме того, мазут содержит различные смолистые вещества, которые влияют на свойства его взаимодействия с минералами, улучшая адсорбцию на поверхности частиц, что способствует их разделению в процессе

флотации. Применение мазута в флотации позволяет повысить извлечение ценных компонентов, таких как алмазы, из руд, а также улучшить эффективность других флотационных процессов, в том числе при переработке угля, молибденита, графита и других минералов.

Однако, несмотря на свою эффективность, использование мазута как флотореагента имеет и ряд недостатков. Во-первых, мазут имеет высокую вязкость и высокую температуру застывания, что затрудняет его транспортировку и дозирование в процессе флотации. Для решения этой проблемы часто применяют специальные добавки или используют модифицированные формы мазута, такие как флотский мазут, который представляет собой смесь с более низкой вязкостью и улучшенными флотационными свойствами.

Совершенствование методов их применения и поиск более дешевых и экологически безопасных заменителей нефтепродуктов открывают новые перспективы для повышения эффективности и устойчивости флотационных процессов, а также для снижения воздействия на окружающую среду.

В технологиях пенной флотации широко используются нефтепродукты в качестве собирателей. Так, для флотации калийсодержащих минералов применяют топочный мазут и соляровое масло с добавлением фракции нефти с температурой кипения выше 350°C. Эта фракция включает около 15% компонентов, кипящих в интервале 150-350°C, и добавляется в количестве 15-20 г/т сырья. Такой состав заявлен в российском патенте №2110331. [138]. Существует более ранний (1981 год) американский патент №4253944, который также использует нефтепродукты в качестве собирателей, но для флотации угля в водной среде. Здесь нефтепродукты выступают в роли коллекторной фазы [139]. Выбор конкретного сырья и параметров его применения зависит от свойств обрабатываемого материала и целей технологического процесса.

Американский патент №US 4278533 (1981 г.) описывает способ обогащения угля, включающий флотацию в пенной водной среде. Как основной реагент-собиратель здесь выступает мазут, дополняемый кондиционирующей присадкой, улучшающей процесс флотации и взаимодействие с поверхностью угольных частиц [140].

Также известен способ обогащения алмазосодержащих руд, где процесс включает предварительную обработку сырья аполярными и гетерополярными собирателями, а затем подачу пенообразователя ОПСБ. Основным реагентом-собирателем здесь выступает мазут марки флотский Ф-5, что подтверждает его универсальность в различных методах флотации. [71].

В процессе флотации алмазосодержащих руд используется комбинация реагентов, включая аполярный собиратель на основе мазутной фракции. Эта фракция получается в процессе прямой перегонки нефти при температуре 280°C. Перед использованием мазутную фракцию предварительно обрабатывают депрессорной присадкой МПК-3 в соотношении 0,4% от массы фракции. После этого к обработанной фракции добавляют гетерополярный собиратель, а затем пенообразователь. Такой подход позволяет повысить эффективность выделения алмазов за счет комбинированного действия реагентов. [141]. Недостатками описанных выше способов пенной флотации является низкая селективность и недостаточное извлечение.

Известно, что флотационная активность аполярных реагентов зависит от группового состава, а распределение классов углеводородов по их флотационной активности имеет вид: ароматические углеводороды>нафthenовые> изопарафиновые> парафиновые [16,17].

1.4. Выбор направления оптимизации свойств многокомпонентных собирателей для флотации и пенной сепарации алмазов

Оптимизация свойств многокомпонентных собирателей в процессах флотации и пенной сепарации алмазов представляет собой важную задачу для повышения эффективности обогащения алмазосодержащих руд. Комплексные реагенты, объединяющие различные химические компоненты, позволяют более точно настраивать процесс флотации, что способствует повышению извлечения минералов при снижении затрат на реагенты и улучшении экологических показателей.

Одним из ключевых направлений оптимизации является использование многокомпонентных собирателей, состоящих из комбинации углеводородных компонентов, таких как флотский мазут, с добавками других активных веществ, таких как эфиры, спирты, поверхностно-активные вещества (ПАВ) и эмульгаторы. Эти добавки могут быть направлены на изменение поверхностных свойств минералов, улучшение стабильности эмульсий и увеличение флотируемости минералов с различной гидрофобностью.

Одним из способов повышения эффективности многокомпонентных собирателей является использование неуглеводородных добавок, таких как органические кислоты, амиды или ПАВ, которые способны стабилизировать нефтяные эмульсии и улучшить их взаимодействие с минералами. Использование таких добавок позволяет улучшить стабильность системы и расширить спектр минералов, которые могут быть эффективно флотированы. Эти добавки могут оптимизировать гидрофобность собирателя, улучшить его взаимодействие с поверхностью алмазов и других труднофлотируемых минералов, что способствует повышению извлечения алмазов и снижению потерь материала.

Контроль вязкости многокомпонентных собирателей является важным фактором в процессе флотации и пенной сепарации. Высокая вязкость может замедлить процесс флотирования, снижая эффективность разделения минералов. Для решения этой проблемы часто используются растворители, которые снижают вязкость собирателей и улучшают их текучесть. Важным аспектом является оптимизация состава, чтобы сохранить необходимую эффективность собирателя при минимальных затратах растворителей.

Для эффективного использования тяжелых нефтепродуктов, таких как флотский мазут, необходимо создание стабильных эмульсий с водой. Для этого применяются специальные эмульгаторы, которые могут стабилизировать водно-нефтяные эмульсии и предотвратить их расслоение в процессе флотации. Оптимизация состава эмульсий и выбор наиболее эффективных эмульгаторов позволяют повысить стабильность флотационного процесса и улучшить извлечение алмазов, особенно при сложных условиях обогащения.

Оптимизация многокомпонентных собирателей также требует детального изучения их механизма действия на молекулярном уровне. Эффективность собирателей во многом зависит от их взаимодействия с поверхностью минералов, что регулируется не только химическим составом, но и молекулярной структурой реагента. Исследования, направленные на изучение взаимодействий между активными компонентами многокомпонентных собирателей и поверхностями минералов, позволят точнее настроить состав реагентов для достижения максимальной эффективности флотации.

Помимо повышения эффективности флотации, важно учитывать экологические и экономические аспекты использования многокомпонентных собирателей. Применение экологически безопасных и экономически выгодных реагентов становится приоритетом в современных технологиях

обогащения. Оптимизация состава многокомпонентных собирателей с учетом их минимального воздействия на окружающую среду и снижение затрат на их производство может существенно улучшить общий баланс процессов флотации и повысить устойчивость промышленности к изменениям в рыночной ситуации.

Таким образом, оптимизация свойств многокомпонентных собирателей для флотации и пенной сепарации алмазов требует комплексного подхода, включающего использование различных химических добавок для улучшения стабильности эмульсий, регулирования вязкости и текучести реагентов, а также внедрения новых технологий переработки отходов. Эти мероприятия не только повысят эффективность процессов обогащения, но и помогут снизить экологическое воздействие и экономические затраты на производство. В дальнейшем совершенствование многокомпонентных собирателей и технологий их использования будет играть ключевую роль в достижении оптимальных результатов в процессе пенной сепарации алмазов.

1.5. Объекты, предметы и основные задачи исследований

- природные алмазы и кимберлиты крупностью $-1,5+0,5$ мм;
- известные собиратели: мазут флотский Ф-5; мазут М-40; водонефтяные эмульсии;
- новые комбинации мазута М-40 с дизельным топливом, мазута М-40 с дизельным топливом и алифатическими кетонами.

Предметы исследований в настоящей работе:

- адсорбционные свойства компонентов собирателя на твердой и жидкой фазах флотационного процесса алмазов;

- физико-химические свойства собирателей на основе мазута М-40 с добавками углеводородных и органических веществ, используемых при флотации алмазов;

- собирательные свойства многокомпонентных собирателей на основе мазута М-40 по отношению к алмазосодержащему сырью;

Для решения задачи по выбору и обоснованию состава эффективных многокомпонентных собирателей на основе регулярных нефтепродуктов (мазута М-40) для флотации алмазосодержащего сырья, в настоящей работе необходимо:

- исследовать распределение компонентов собирателя на основе регулярных нефтепродуктов по фазам флотационного процесса и его закрепление на поверхности алмазов;

- исследовать влияние активации углеводородными и органическими веществами регулярных нефтепродуктов на степень их диспергирования, фракционный состав, вязкость;

- установить влияние фракционного состава многокомпонентных собирателей на их собирательную активность по отношению к алмазам в процессе флотации;

- разработать реагентный режим процесса пенной сепарации алмазов с применением многокомпонентных собирателей;

- провести экспериментальную апробацию многокомпонентных собирателей установленного состава с их использованием в качестве реагента–собирателя для условий пенной сепарации ОФ№12 Удачинского ГОКа.

Выводы к главе 1.

1. Снижение потерь алмазов класса: +0,5 -1,5 мм, достигающих в настоящее время 20%, является актуальной задачей.
2. В процессах флотационного обогащения алмазов на предприятиях АК «АЛРОСА» широко используются нефтепродукты и смеси на их основе в качестве различных реагентов-собирателей, относящихся к аполярным собирателям.
3. Химический состав мазутов является разнообразным и сложным. На адсорбционные свойства мазутов на поверхности твердых частиц основное влияние оказывает наличие высокомолекулярных соединений, состоящих из углеводородной и смолисто-асфальтеновой частей. Соотношение этих частей зависит от природы перерабатываемой нефти и не является стабильным.
4. Асфальтены определяются следовыми концентрациями в легкой нефти и 16-20% в тяжелой и присутствуют в виде молекул, наноагрегатов, кластеров наноагрегатов.
5. Для повышения свойств реагентов-собирателей на основе нефтепродуктов целесообразно определить оптимальный фракционный и фазовый состав.

ГЛАВА 2. Методики исследования процесса пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов

Во второй главе рассматриваются объекты исследований, методы и методики изучения характеристик алмазосодержащего сырья, его взаимодействия с флотационными реагентами. Представлены основные методики изучения фракционного состава многокомпонентных собирателей методом расчета диаграммы равновесия многокомпонентной смеси, методом экстракции органических компонентов и их спектроскопических исследований. Приведены методики и описание установок для флотации алмазов в лабораторных условиях. Представлены методики математической обработки результатов выполняемых измерений и оценки адекватности лабораторных и промышленных технологических испытаний.

2.1. Исследование физико-химических свойств многокомпонентных реагентов-собирателей

В настоящей работе объектами исследований являются процессы флотации и пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов с анализом минерального состава руды, спектральный и визиометрический анализ состава и структуры реагентов-собирателей, расхода и концентрации флотореагентов. Эксперименты проводились на кимберлитовых рудах Западной Якутии (трубка «Интернациональная»).

Исследования алмазосодержащих продуктов выполнены в лабораториях АО «АЛРОСА». Применяемые методики являются стандартными или адаптированными к изучаемому сырью, а также методики, созданные и сертифицированные соответствующими лабораториями АК «АЛРОСА» [65,74,81].

Нефть представляет собой жидкость, состоящую из смеси сложных углеводородов. В состав нефти входит порядка тысячи индивидуальных веществ. Кроме жидких углеводородов присутствуют полутвёрдые сгустки высокомолекулярных смол и асфальтенов, нерастворимых в жидких углеводородах при температурах до 30°C. Наиболее общим показателем свойств нефтепродуктов является плотность. Она имеет значение и как физическая характеристика, и как показатель качества нефтепродуктов. Согласно ГОСТ 8.589-2007 погрешность измерения плотности нефти не должна превышать $\pm 0,36 \text{ кг/м}^3$, что соответствует относительной погрешности не более $\pm 0,055 \%$. Стандартная температура для определения плотности 20°C. Наиболее распространенным является метод измерения плотности нефтепродуктов и многокомпонентных смесей на их основе при помощи ареометров [31]. Принцип работы ареометра основан на законе Архимеда – плотность исследуемого реагента равна отношению массы ареометра к объему, на который он погружается. В работе использовали ареометры постоянной массы с встроенным термометром. Контроль температуры очень важен, так как при изменении температуры на 0,1 C результат измерения плотности может изменяться на $0,0001 \text{ г/см}^3$. Измерения проводили в соответствии с ГОСТ 3900–85 [1,30].

Плотность можно также определять с помощью пикнометров. Использование пикнометров обусловлено тем, что некоторые частицы в составе нефтепродуктов могут оседать на поверхности поплавка ареометра и искажать тем самым его показания. Принцип работы пикнометра основан на взвешивании на аналитических весах (погрешностью не более 0,0002 г) его до и после заполнения исследуемым реагентом. Одним из достоинств измерительного прибора является то, что операции по взвешиванию и термостатированию можно проводить отдельно. Точность замеров очень

высока, при этом достаточно совсем небольшого количества измеряемого вещества [100].

Одним из основных физико-химических свойств многокомпонентных реагентов является их вязкость или внутреннее трение жидкости. Вязкость дисперсных систем, а именно жидкой фазы, проявляется при перемещении в потоке разных ее слоев друг относительно друга с различной скоростью. При помощи стеклянного вискозиметра измеряют кинематическую вязкость (ГОСТ 33-2000). В ходе определения фиксируют время, за которое истечет определенный объем жидкости под действием гравитационных сил через капилляр. Одинаковый объем жидкости подается насосом. Вискозиметр помещается в термостат, и выдерживается в нем не менее 15 минут для установления равновесия. Погрешность измерения составляет порядка 2%. Для вязких нефтепродуктов измерения проводят этим же методом истечения, но через калиброванное отверстие насадки по ГОСТ 6258-82 [1,100,108].

Метод вибрационной вискозиметрии стал одним из новых методов измерения вязкости. Он основан на теории вязкого течения. [119]. Измерения величины вязкости методом вибрационной вискозиметрии проводятся на приборе SV-10 (рисунок 2.1). Измеряют при этом механическое сопротивление, которое оказывает исследуемая жидкость колеблющемуся в ней зонду, присоединенному к электрическому вибратору. [127].

Малый размер сенсорных пластин – зондов и минимальная теплоотдача позволяют производить измерения без температурных потерь.

Для измерения вязкости используется вибровискозиметр серий SV-10. Особенностью метода измерения вязкости жидкого образца вискозиметром SV-10 заключается в непрерывном измерении величины вязкости от изменения температуры.



Рисунок 2.1 – Вибрационный Вискозиметр SV-10

На дисплее прибора отображается значение, равное математическому произведению динамической вязкости жидкости и ее плотности. Размерность отображаемого значения – $\text{мПа} \cdot \text{с} \cdot \text{г}/\text{см}^3$. [33,56].

Для исследования нефтепродуктов используются современные приборы люминесцентного анализа. Микроскоп люминесцентный Микромед 3 ЛЮМ (рисунок 2.2) с тринокулярной визуальной насадкой предназначен для исследований окрашенных и неокрашенных веществ в твердом и жидком состоянии. Визуальное наблюдение исследуемых объектов ведется в свете их люминесценции, возбуждаемой сине-фиолетовой областью спектра (длина волны 400-440 нм) и ультрафиолетовыми лучами длиной волны до 360 нм, что позволяет обеспечить анализ многих органических соединений, в том числе содержащихся в нефтепродуктах и реагентах-собираателях на их основе в тонком слое и непосредственно на поверхности образцов. Под микроскопом

хорошо контролируется распределение окрашенных компонентов, богатых смолами и асфальтенами [11,22,61,124].



Рисунок 2.2 - Общий вид Микроскопа люминесцентного «Микромед 3 ЛЮМ

В работе использовали режим синхронного сканирования со смещением 30 нм при диапазоне длин волн возбуждения от 240 до 480 нм. Для бензинов основная область флуоресценции нефтепродуктов находится в диапазоне от 260 до 400 нм, для дизельного топлива она также смещена в область до 350 нм [39].

Обработка получаемых спектров путем дифференцирования позволяет выявить еще большее количество характерных отличий, которые могут при выборе соответствующей меры установления сходства применяться для решения диагностических и идентификационных задач исследования данных нефтепродуктов.

При проведении исследований образцы алмазов и минералов кимберлита обрабатывали собирателем в рабочем режиме, отделяли от эмульсии на сите и переносили в влажном или сухом состоянии на рабочий столик микроскопа. Получение изображения проводили в комбинированном режиме, который позволяет определять положение люминесцирующего

объекта (собирателя с люминесцентной меткой) на частично люминесцирующем объекте (алмазе) или не люминесцирующем объекте (минералах кимберлита). Выбранные режимы увеличения и съемки позволяли диагностировать применяемый собиратель – мазут флотский Ф-5 с растворенным в нем люминофором на поверхности алмаза (рисунок 2.3) [51].

2.2. Исследование процессов закрепления реагентов - собирателей на минералах

Для изучения распределения многокомпонентного собирателя между продуктами флотации и закрепления компонентов собирателя на минералах использовался экстракционно-спектрофотометрический метод [7,8]. Метод включал ряд последовательных операций: во-первых, экстракцию собирателя с поверхности твердой фазы органическим растворителем; во-вторых, экстракция собирателя из водной фазы флотационной пульпы органическим растворителем; затем, определение количества экстрагированных веществ с твердой и из жидкой фаз на УФ-спектрофотометре ПЭ 5400 УФ (рисунок 2.3), с использованием УФ-спектрофотометрии [90].

Сущность экстракции состоит в переходе извлекаемого компонента из одной фазы в другую – фазу экстрагента – при взаимном соприкосновении исходной смеси и экстрагента, вследствие стремления системы к состоянию равновесия. В состоянии равновесия при определённой температуре концентрации растворённого вещества в экстракте и рафинате находятся между собой в функциональной зависимости

$$y = k_p x,$$

где k_p – постоянная величина при данной температуре, называется коэффициентом распределения.



Рисунок 2.3 - УФ-спектрофотометр ПЭ 5400 УФ

Справедливость данного уравнения сохраняется при выполнении следующих условий: полная взаимная нерастворимость исходного растворителя и экстрагента, отсутствие ассоциации или диссоциации молекул экстрагируемого компонента, а также протекания химических реакций между фазами [37,48].

В случае частичной взаимной растворимости фаз А и С каждая из них в процессе экстракции представляет собой трёхкомпонентный раствор. Состав таких систем не может быть отображён на диаграмме с координатами x – y . Для их графического представления удобно использовать треугольную систему координат (треугольную диаграмму), изображённую на рисунке 2.4.

Графическое представление состава трёхкомпонентной системы осуществляется с использованием равностороннего треугольника, вершины которого А, В и С соответствуют чистым компонентам: исходному растворителю (А), распределяемому веществу (В) и экстрагенту (С). Составы бинарных (двухкомпонентных) смесей, образуемых любыми парами этих компонентов, изображаются точками, лежащими на соответствующих сторонах треугольника (АВ, ВС, СА). Точка, расположенная в любой внутренней области треугольника, однозначно определяет состав трёхкомпонентной смеси.

Для количественного описания состава каждая сторона треугольника проградуирована, причём её полная длина принимается за 100% выбранной единицы концентрации (массовой, объёмной, мольной). Концентрация каждого компонента в смеси, которой соответствует точка g внутри треугольника, определяется по шкале на стороне, противоположной вершине данного компонента. Для этого через точку g проводят линию, параллельную этой стороне, до пересечения с двумя другими сторонами. Отрезки, отсекаемые на шкалах, соответствуют содержанию компонентов, чьи вершины являются концами этих сторон. Таким образом, положение любой точки внутри диаграммы даёт полную информацию о процентном соотношении всех трёх компонентов в системе.

Линии (лучи) Aa , Bb и Cc , проведённые из вершин треугольника (рисунок 2.4), являются геометрическим местом фигуративных точек смесей с постоянным соотношением концентраций двух других компонентов: x_B/x_C , x_A/x_C и x_A/x_B соответственно. Линии dd , ee и ff , проведённые параллельно сторонам треугольника AC , BC и AB , являются геометрическим местом фигуративных точек смесей с постоянным содержанием компонентов B , A и C соответственно.

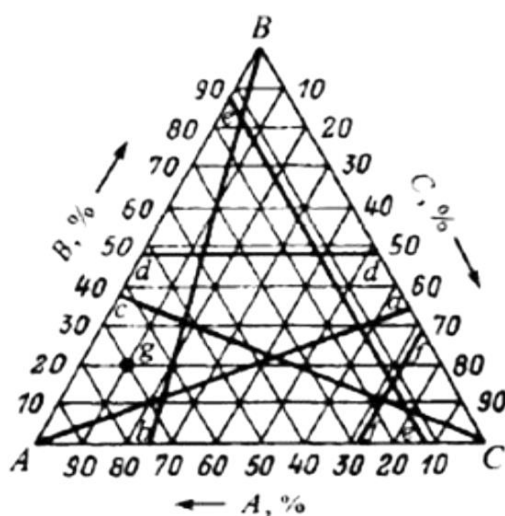


Рис. 2.4 - Треугольная диаграмма равновесия трехкомпонентной смеси

Простейшим способом экстракции из раствора являлась однократная промывка экстрагентом, обладающим способностью избирательно растворять только извлекаемые компоненты, в делительной воронке (рисунок 2.5). В качестве экстрагента был выбран четыреххлористый углерод.



Рисунок 2.5 - Делительная воронка

Определение органической составляющей многокомпонентного собирателя, закрепившейся на алмазах и перешедшей в водную фазу, проводили методом ИК - спектроскопии, как непосредственно твердой фазы - алмазов, так и полученных экстрактов. Метод инфракрасной спектроскопии является эффективным методом исследования и идентификации реагентов и предназначен для регистрации и исследования оптических спектров пропускания, поглощения и отражения в инфракрасной области. В инфракрасной области расположено большинство областей поглощения, обусловленных колебательными и вращательными движениями молекул [2,36,48]. Оптико-спектроскопические исследования органической составляющей многокомпонентного собирателя методом инфракрасной спектроскопии выполнены с применением лабораторного Фурье-спектрометра инфракрасный Nicolet 380 (рисунок 2.6). При анализе твердой

и жидкой фаз использовали метод ИК-Фурье спектроскопии с применением матрицы на основе бромида калия [9] и с вычитанием из получаемых спектров фонового спектра алмаза.

Рабочий спектральный диапазон Фурье–спектрометра от 400 до 5000 см^{-1} , спектральное разрешение 1,0 см^{-1} . При исследовании жидкостей концентрация образца в растворе варьирует в пределах 0,01 - 1 М. В качестве растворителей применяют свободные от влаги жидкости, прозрачные в тех областях спектра, где ожидается появление спектральных полос. Наиболее часто используются бензол, тетрахлорид углерода, диоксан. Колебательные спектры обладают высокой специфичностью и широко используются для идентификации веществ. Каждому веществу присущ свойственный только ему набор полос и не существует двух веществ, которые имели бы одинаковые колебательные спектры. Идентификация неизвестного вещества по его ИК спектру заключается в сопоставлении его спектра с эталонным спектром. Совпадение спектральной кривой исследуемого вещества со спектральной кривой эталона свидетельствует об идентичности двух веществ. Этот метод принят в качестве стандартного метода определения нефтепродуктов, по которому проверяют корректность определения нефтепродуктов другими методами [48,49].

Для проверки собирательных свойств исследуемых нефтепродуктов и смесей на их основе использовалась установка беспенной флотации – трубка Халлимонда, включающая диспергатор воздуха – фильтр Шотта с расходомером. (рисунок 2.7) [2].



Рисунок 2.6 - Фурье–спектрометр Nicolett – 380

2.3. Исследование флотуемости алмазов и минералов кимберлита

С целью создания технологических условий обработка навески, беспенная флотации проводились в термостатированных условиях при температуре 14 и 24⁰С. Первоначально готовили навеску технических алмазов (при необходимости – после стадии комбинированной очистки) крупностью -0,5 +0,1 мм. Навеску загружали в приспособление для агитации с собирателем, выполненное в виде емкости объемом 40 мл, установленной на магнитной мешалке. При обработке минералов поддерживалась плотность не более 5% твердого, что давало возможность поддерживать постоянную концентрацию реагентов. После флотации проводили взвешивание продукта в приемнике концентрата и оставшегося в трубке Халлимонта. Затем рассчитывали выход концентрата.



Рисунок 2.7 – Установка для беспенной флотации алмазов

2.4. Методы технологических исследований

Для подтверждения флотационной эффективности разработанного многокомпонентного реагента-собирателя и отработки технологических режимов в условиях процесса пенной сепарации, использовались лабораторные и стендовая полупромышленная установки. Стендовая установка, разработанная для передела пенной сепарации, включала модули специального технологического и вспомогательного оборудования, представленного на рисунке 2.8.

Для проведения испытаний на стендовой полупромышленной установке были применены методики лабораторных исследований для передела пенной сепарации по операциям подготовки проб, оттирки, обесшламливанию, агитации с реагентами и флотации.

В соответствии с методикой из питания пенной сепарации отбирали исходную пробу. Материал, отобранный вручную, высушивали и рассеивали для получения класса



Рис. 2.8 - Изображение стендовой установки для исследований процесса пенной сепарация алмазосодержащего сырья

-1+0,5 мм. При помощи рентгенолюминесцентного аппарата «Кристалл» из полученного класса кимберлитовой руды извлекали алмазы. Оставшийся кимберлит использовали в лабораторных испытаниях. [64].

В технологических исследованиях использовали алмазы крупностью – 1,6+1,2 мм. Согласно разработанной методике исследований испытания проводили в два этапа с использованием реагентов, отобранных в реагентном отделении обогатительной фабрики № 12. Опыты проводили на лабораторном пенном сепараторе ПС-0,1 с использованием фабричной оборотной воды.

Разработанные методики технологических исследований, принципиальные схемы и приведены в соответствующих разделах диссертации.

Выводы к главе 2

1. Объекты исследования – природные алмазы и кимберлиты крупностью $-1,5+0,5$ мм. Использованы известные собиратели: мазут флотский Ф-5; мазут М-40; водонефтяные эмульсии.

2. Для характеристики исследуемых систем были выбраны: состав многокомпонентного собирателя, закрепление собирателя. Измерение параметров выполнялось с применением спектральных методов анализа с использованием аналитического оборудования.

3. Рассмотрены методы и методики изучения характеристик алмазосодержащего сырья, его взаимодействия с флотационными реагентами; физико-химических характеристик многокомпонентных собирателей. Определение вязкости нефтепродуктов и многокомпонентных собирателей на их основе проводили методом вибрационной вискозиметрии. Погрешность метода составляет до 0,5%.

4. Для диагностирования качественного и количественного распределения компонентов многокомпонентного собирателя между продуктами и фазами флотационного опыта использовали УФ-спектрофотометрию в сочетании с методом экстракции в органические растворители. Количества экстрагированных веществ и определяли на УФ-спектрофотометре ПЭ 5400 УФ.

5. Для качественной идентификации составляющих многокомпонентного собирателя на кристаллах использовали ИК спектроскопию с помощью лабораторного Фурье–спектрофотометра Nicolet 380.

6. В лабораторных условиях для отработки технологического процесса пенной сепарации алмазов и кимберлита применен метод беспенной флотации в трубке Халлимонта.

7. Для оценки технологических режимов применяли стендовую установку для исследований процесса пенной сепарация алмазосодержащего сырья. Испытания проводили в соответствии с методикой, разработанной на АК «АЛРОСА.

ГЛАВА 3. Изучение механизма закрепления собирателей на поверхности алмазов

Нефть, нефтепродукты (НП) и многокомпонентные собиратели на их основе, используемые в процессах пенной сепарации, представляют собой сложные смеси различных по природе компонентов, концентрации которых различаются. С целью улучшения показателей технологического процесса необходимо осуществлять подбор состава сложного собирателя, рассматривая многокомпонентный собиратель переменного состава, как смесь легких дистиллятов, нефтяных масел, смол и асфальтенов с постоянными свойствами, обладающих максимальной собирательной способностью в процессах пенной сепарации. Для оценки распределения его основных фракций между твердой и жидкой фазами необходимо разработать методику анализа [84].

3.1. Разработка методики исследования влияния фракционного состава собирателя на эффективность его закрепления на алмазах

Существуют дифференциальные и интегральные методы определения нефти и нефтепродуктов. К дифференциальным относят газовую, газожидкостную и жидкостную хроматографию, хромато-масс-спектрометрию. К интегральным - гравиметрию, УФ- и ИК-спектрофотометрию, люминесценцию [62]. Но гравиметрический метод для определения низких концентраций НП требует больших объемов анализируемых проб. Люминесцентно-хроматографическим и флуориметрическим методами не определяются легкие дистилляты, так как способностью люминесцировать обладает лишь часть УВ [24].

Метод ИК-спектрометрии позволяет определять сумму алифатических и полиароматических углеводородов и применим для анализа нефтяных

углеводородов с концентрацией от 0,05 мг/литр. Преимущество метода ИК-спектроскопии – меньшие потери легких фракций, чем при определении НП другими способами [26].

Все вышесказанное подтверждает необходимость разработки комбинированной методики определения, как количественного содержания НП в продуктах пенной сепарации, так и их распределения по фракциям между твердой и жидкой фазами в процессе обогащения.

3.1.1. Применение УФ-спектрофотометрии для анализа концентраций собирателя

Разработанная комбинированная экстракционно-спектральная методика определения состава собирателя включает экстракцию его составных частей четыреххлористым углеродом из водной и твердой фаз после проведения процесса пенной сепарации с последующим измерением оптической плотности экстрактов на спектрофотометре при облучении световым потоком с длиной волны 364 нм с целью количественного определения НП в каждой фазе [84].

Согласно выбранной схеме эксперимента исследования распределения собирателя между твердой и жидкой фазами флотационной системы проводилось непосредственно после процесса флотации (рисунок 3.1).

Для исследования распределения основных фракций сложного собирателя между твердой и жидкой фазами используется ИК-спектрометрия полученных экстрактов в области $2700\text{--}3200\text{ см}^{-1}$ (интегральные интенсивности поглощения в этой области обусловлены валентными колебаниями CH_3 - и CH_2 -групп алифатических и алициклических соединений и боковых цепей ароматических углеводородов, а также связей CH ароматических соединений).

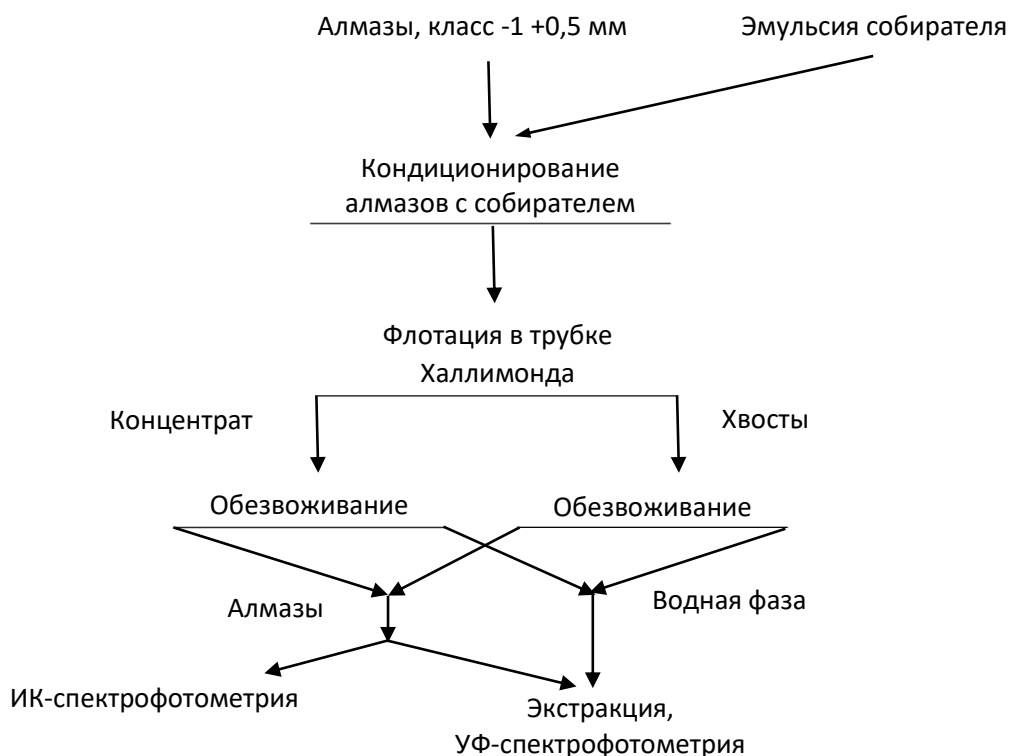


Рисунок 3.1 - Схема опыта по флотации алмазов и исследования распределения собирателя

Экстрагентом является четыреххлористый углерод, так как обеспечивает практически полное извлечение НП, обладает достаточной прозрачностью в аналитической области спектра и летучестью. Оптимальное время полного извлечения НП– 4 мин, соотношение объемов органической фазы к водной– 1:5.

Все операции по взвешиванию проводят с точностью 0.0002 г. Готовят рабочий раствор. Для чего на аналитических весах взвешивают пустую, чистую и сухую мерную колбу объемом 50 мл. Затем в нее вносят $10 \pm 0,1$ мг нефтепродукта и снова взвешивают. По разнице определяют массу нефтепродукта (m). Растворяют навеску нефтепродукта в небольшом объеме CCl_4 и доводят растворителем до метки. Мерной пипеткой отбирают 25 мл рабочего раствора нефтепродукта и переносят в другую мерную колбу на 50

мл и доводят растворителем до метки (разбавляют в 2 раза - $m/2$ мг нефтепродукта). Из второй колбы также отбирают 25 мл раствора в третью, и доводят до метки ($m/4$ мг нефтепродукта) и т.д. (еще 7 раз). Затем для каждого раствора определяют его оптическую плотность при длине волны 364 нм. При измерении оптической плотности предпочтительно использовать кюветы с толщиной слоя 20 мм. Раствором сравнения служит растворитель. Измерения оптической плотности ведут от самого разбавленного раствора по мере возрастания содержания нефтепродукта. По полученным данным строят калибровочный график зависимости $D = f(m)$, где D — показания фотоколориметра по равномерной шкале.

Приготовление исследуемых проб включает следующие операции. После проведения пенной сепарации полученный концентрат алмазов подсушивают, взвешивают, переносят в мерную колбу и обрабатывают 50 мл CCl_4 в течение 3-4 минут в закрытой колбе. Далее определяют величину оптической плотности полученного экстракта. Также обрабатывают и исследуют хвосты флотации [84].

Измеряют объем водной фазы, переносят ее в делительную воронку с крышкой. Добавляют 50 мл CCl_4 . Тщательно перемешивают. Жидкости разделяют. Экстракт фотоколориметрируют. После чего по калибровочному графику находят количество нефтепродуктов в исследуемых пробах. Для всех экстрактов делают ИК-спектры.

С целью оценки эффективности разработанной методики она была применена для количественного определения нефтепродукта на концентрате, в хвостах и в водной фазе пенной сепарации алмазов. Эксперимент проводился на лабораторной установке пенной сепарации с собирателем флотским мазутом Ф-5. Были приготовлены эталонные растворы флотского мазута Ф-5 в четыреххлористом углероде и определена их оптическая

плотность при $\lambda = 364$ нм. По результатам построена калибровочная кривая, представленная на рисунке 3.2.

Далее, в соответствии с методикой, готовят пробы для измерения оптической плотности и определения количества НП в них. Определенные по калибровочной кривой содержания нефтепродукта в них, представлены в таблице 3.1. Как видно из данных таблицы 3.1 на концентрат приходится 61% от исходного содержания нефтепродукта, 34% переходит в водную фазу [84].

Таблица 3.1. Анализ распределения собирателя - флотского мазута Ф-5 при проведении процесса флотации

Показатель	Продукты		
	концентрат	хвосты	водная фаза
Концентрация в экстрагенте, г/л	0,0727	0,0063	0,041
Распределение, %	60,60	5,2	34,18

Измерение оптической плотности экстрактов проводилось на УФ-спектрофотометре ПЭ-5400 УФ при облучении световым потоком с длиной волны 364 нм (рисунок 3.2.а). Методика включала определение количества реагента, извлеченного из объекта исследований по калибровочной зависимости, получаемой для каждого состава многокомпонентного собирателя (рисунок 3.2.б) [84].

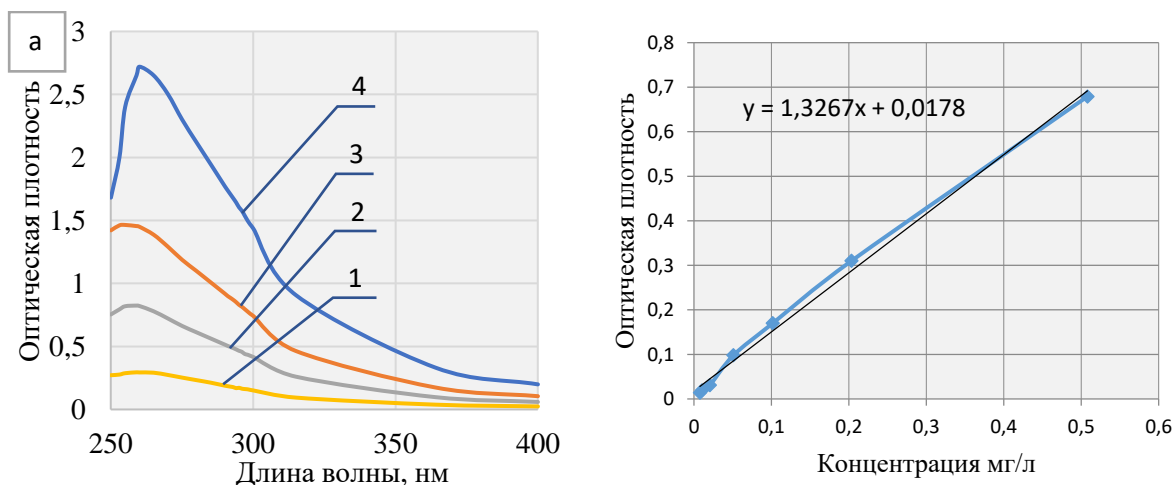


Рисунок 3.2 - УФ- спектры мазута Φ-5 в CCl₄ с содержанием мазута Φ-5:

1 – 0,05 мг/л; 2 – 0,1 мг/л; 3 – 0,2 мг/л; 4 – 0,5 мг/л (а) и зависимость оптической плотности от содержания мазута при 364 нм (б)

3.2. Исследования распределения основных фракций собирателя между твердой и жидкой фазами использовалась ИК-спектметрия

Для исследования распределения основных фракций собирателя между твердой и жидкой фазами использовалась ИК-спектметрия полученных экстрактов на ИК-Фурье спектрофотометре «Nicolett» в области 2700–3200 см⁻¹ (поглощение в этой области обусловлено валентными колебаниями СН₃- и СН₂-групп алифатических и алициклических соединений и боковых цепей ароматических углеводородов, а также связей СН ароматических соединений) [84]. Для установления фракционного состава закрепившегося многокомпонентного собирателя снимали ИК-спектры экстракционных вытяжек с поверхности алмазов и из жидкой фазы флотационного опыта.

Результаты спектральных исследований показали, что при использовании в качестве собирателя низкокипящих нефтепродуктов (керосина, дизельного топлива и др.), алифатические и алициклические

углеводороды в малой степени закрепляются на поверхности алмаза и флотируемость (таблица 3.2, опыт 1) [76].

собиранья и извлечение алмазов в концентрат при различных режимах гидрофобизации

№	Режим гидрофобизации алмазов	Доля закрепившегося на алмазах собирателя, %	Извлечение алмазов в концентрат, %
1	Обработка дизельной фракцией	34	46,5
2	Обработка мазутом флотским Ф-5	61	78,6
3	Обработка мазутом флотским Ф-5 и экстракция собирателя толуолом	5	26,2
4	Опыт 3 с последующей обработкой дизельным топливом	60	72,2

После экстракции собирателя на поверхности алмазов не сохраняется заметных количеств каких-либо органических веществ.

При использовании собирателей, содержащих значительные доли средне- и высокомолекулярных и ароматических соединений, например, мазута флотского Ф-5, увеличивается доля закрепившегося на алмазах собирателя и достигается существенно лучшая флотируемость алмазов (таблица 3.2, опыт 2). При этом наблюдается устойчивое закрепление всех фракций на поверхности (рисунок 3 б,в,г) [76].

Экстракция собирателя толуолом приводит к резкому снижению доли закрепившегося на алмазах собирателя и флотируемости (таблица 3.2, опыт 3). Алмазы, обработанные мазутом флотским Ф-5, подвергнутые экстракции толуолом и дополнительно обработанные дизельным топливом восстановили флотируемость и извлеклись на 72,2% (таблица 3.2, опыт 4) [86,129].

Полученные результаты позволили сделать вывод, что присутствие на поверхности алмазов высокомолекулярных фракций (нефтяных смол и асфальтенов) обеспечивает их более эффективную флотацию при использовании дизельной фракции (таблица 3.2, опыты 1,4). Различие в флотируемости алмазов после экстракции без добавок и с использованием дизельного топлива (таблица 3.2, опыт 3,4) показывает важную роль низко- и среднемолекулярных фракций, вероятно, как фазы, способствующей эффективному прилипанию алмазов к пузырькам воздуха [129].

Результаты ИК-спектрофотометрии объяснили, при использовании низкомолекулярного собирателя на поверхности алмазов не сохраняется заметных количеств собирателя (рисунок 3.3).

При использовании мазута Ф-5 на поверхности алмазов фиксируются характерные совокупность областей поглощения, характерные базовым компонентам мазута (рисунок 3.3а).

После экстракционной обработки алмазов, сфлотированных мазутами (рисунок 3.3б), в экстракте концентрируются низкомолекулярные фракции (рисунок 3.3в,г), а на поверхности алмазов остаются высокомолекулярные смолистые вещества и асфальтены (рисунок 3.3д), обнаруживаемые по характеристическим пикам валентных колебаний С-С колец полициклических (ароматических) углеводородов при волновых числах 1617, 1462 и 1377 см^{-1} [76].

Полученный результат позволяет сделать вывод, что высокомолекулярные фракции многокомпонентного собирателя закрепляются на поверхности алмазов необратимо и служат гидрофобным основанием, пригодным для закрепления остальных фракций используемого в качестве собирателя нефтепродукта. Таким образом, обоснована необходимость закрепления высокомолекулярных фракций собирателя –

нефтяных смол и асфальтенов на алмазах для повышения их флотуируемости [84].

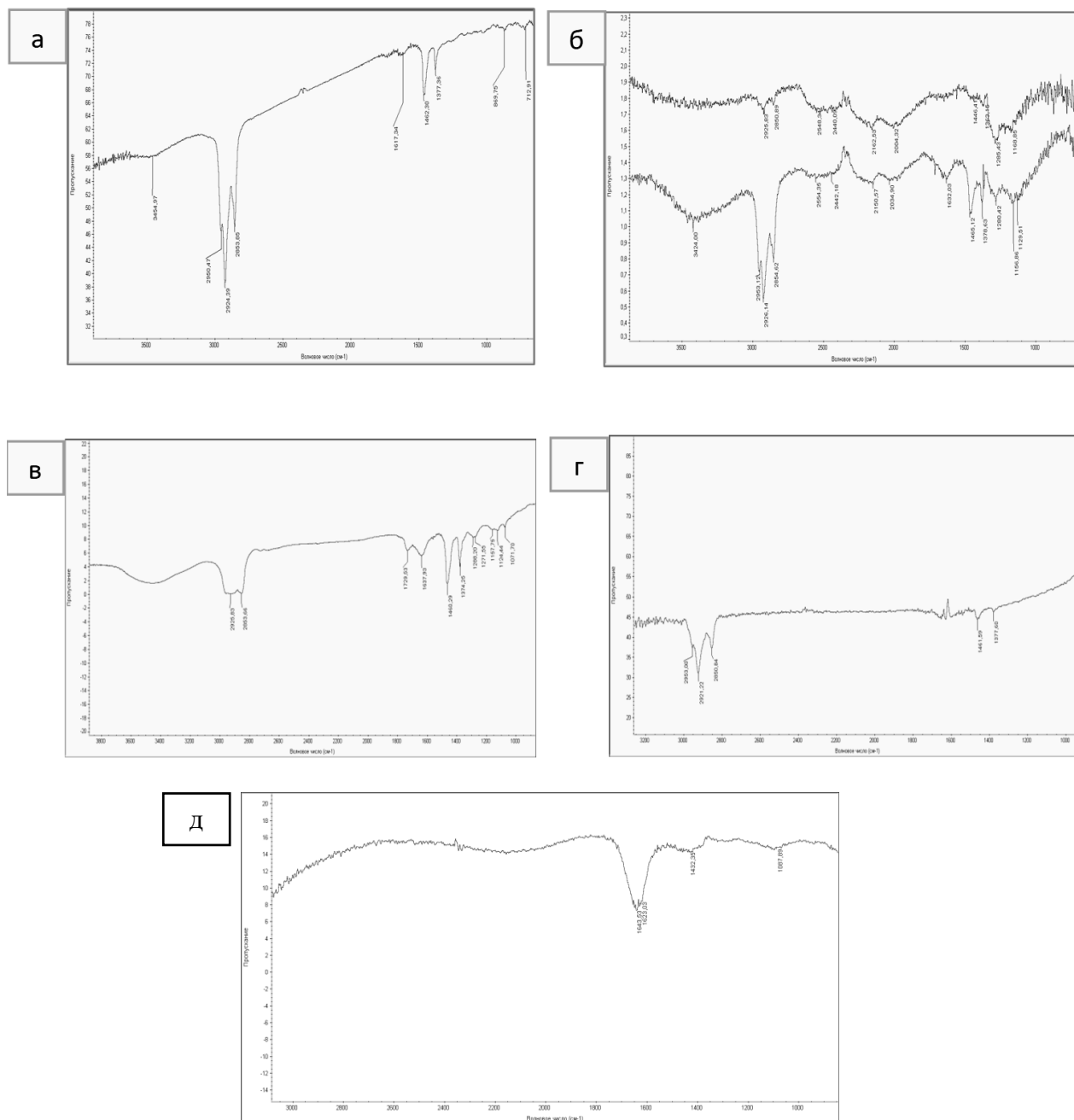


Рисунок 3.3 - ИК-спектр собирателя - мазута Ф-5 (а), обработанных алмазов (б), экстракта из жидкой фазы (в), экстракта с алмазов (г) и алмазов после экстракции собирателя (д)

3.3. Изучение механизма закрепления собирателя на поверхности алмазов

При применении мазута происходит необратимое закрепление асфальтенов и нефтяных смол (АСФ) на поверхности алмаза за счет сил электростатического взаимодействия. При этом пузырек воздуха закрепляется на поверхности алмаза за счет повышения устойчивости трехфазного периметра смачивания (рисунок 3.4 б).

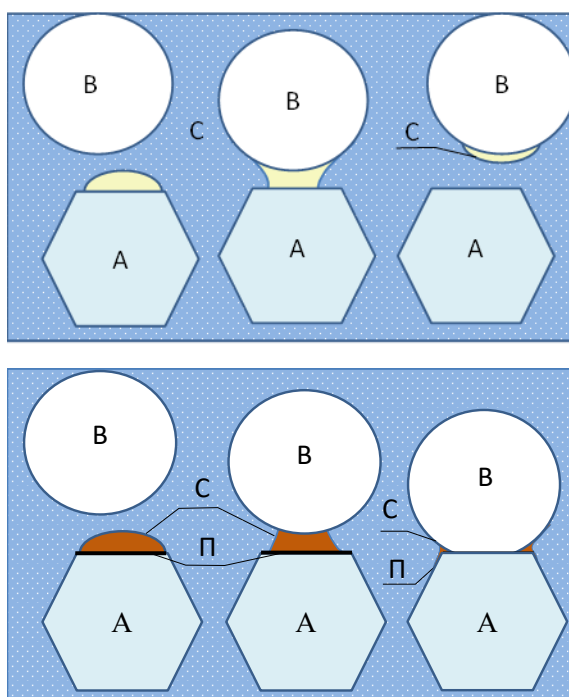


Рисунок 3.4 - Механизм взаимодействия алмаза (А) с закрепившимся аполярным собирателем (С) с пузырьком воздуха (В): а – с дизельным топливом без наличия пленки смол и асфальтенов на поверхности алмаза; б – с мазутом при наличии пленки смол и асфальтенов (П) на поверхности алмаза

Учитывая, что применяемые в настоящее время в качестве собирателей при флотации алмазов водонефтяные эмульсии и мазут Ф-5 характеризуются нестабильными составом, в качестве основы многокомпонентного

собиранья предложено использовать мазут М-40, являющийся регулярным продуктом нефтепереработки и имеющим стабильный состав.

Выводы к главе 3.

1. Разработана экстракционно-спектральная методика определения концентрации и распределения собирателя в продуктах пенной сепарации алмазов включающая последовательную экстракцию из водной фазы и с поверхности алмазов органических компонентов в экстрагент и качественно-количественное определения соотношений низко-, средне- и высокомолекулярных фракций методами УФ и ИК спектроскопии.

2. Разработанная методика определения нефтепродукта включает экстракцию нефтепродуктов четыреххлористым углеродом из водной и твердой фаз после проведения процесса пенной сепарации с последующим измерением оптической плотности экстрактов на спектрофотометре при облучении световым потоком с длиной волны 364 нм с целью количественного определения НП в каждой фазе.

3. Для исследования распределения основных фракций собирателя между твердой и жидкой фазами использовалась ИК-спектрометрия полученных экстрактов на ИК-Фурье спектрофотометре «Nicolett» в области $2700\text{--}3200\text{ см}^{-1}$, где поглощение обусловлено валентными колебаниями CH_3 - и CH_2 -групп алифатических и алициклических соединений и боковых цепей ароматических углеводородов, а также связей CH ароматических соединений.

4. С применением разработанной методики показано, что высокомолекулярные фракции многокомпонентного собирателя закрепляются на поверхности алмазов необратимо и служат гидрофобным основанием, пригодным для закрепления остальных фракций используемого

в качестве собирателя нефтепродукта. Полученный результат обосновывает необходимость приоритетного закрепления высокомолекулярных фракций собирателя – нефтяных

ГЛАВА 4. Обоснование и закономерности регулирования структуры реагента–собираателя на основе мазута М-40 посредством добавок средне- и низкомолекулярных органических веществ

4.1. Исследование влияния фракционного состава многокомпонентных собирателей на основе нефтепродуктов на их физико-химические свойства

Выбранный подход, постулирующий необходимость эффективного закрепления на алмазах смолисто-асфальтеновых фракций, ставит задачу снижения (ослабления) их агрегации и усиления коллоидной стабильности системы в целом, в которой адгезионная активность асфальтенов к поверхности алмазов была бы максимальной. В соответствии с физико-химией нефтей, максимальная адгезионная активность высокомолекулярных компонентов наблюдается в граничных условиях растворения при добавлении средне- и низкомолекулярных органических веществ.

Для исследования зависимости влияния средне- и низкомолекулярных органических веществ на структуру собирателей были изучены физико-химические свойства системы: мазут М-40 - дизельная фракция с применением стандартных методов и метода комбинированной оптической УФ-ВИ-спектроскопии, позволяющего диагностировать наличие и определять условия растворения ассоциатов асфальтенов.

При разбавлении многокомпонентных собирателей на основе мазутов фракциями средне и низкомолекулярных компонентов происходят процессы, существенно изменяющие их физико-химические характеристики – динамическую вязкость и плотность. Высокомолекулярные соединения мазутов образуют устойчивые формы, о чем свидетельствует наблюдаемое увеличение плотности смеси и аномальное уменьшение ее вязкости.

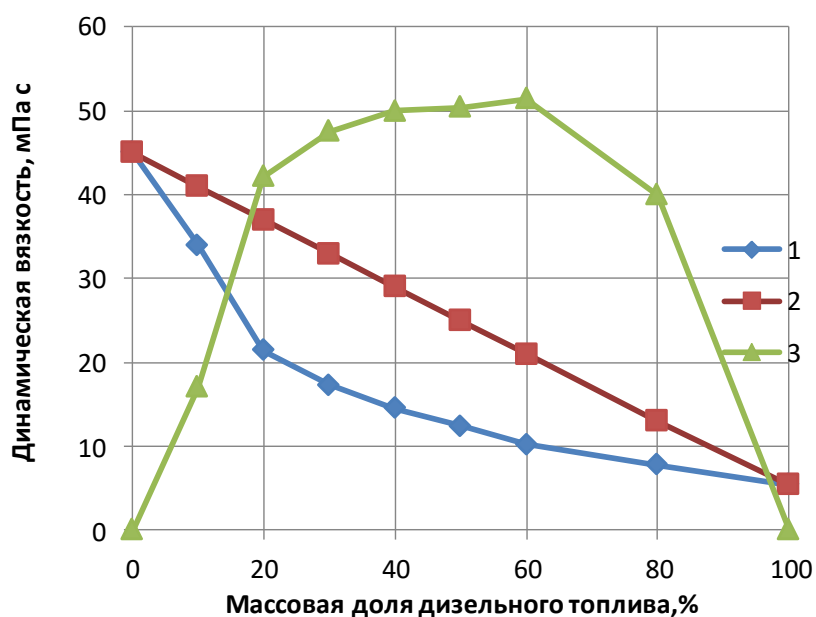


Рисунок 4.1 - Изменение вязкости мазута М-40 при разбавлении дизельным топливом: 1 – измеренные значения; 2 – расчетные значения, 3 – снижение вязкости относительно расчетного значения, %

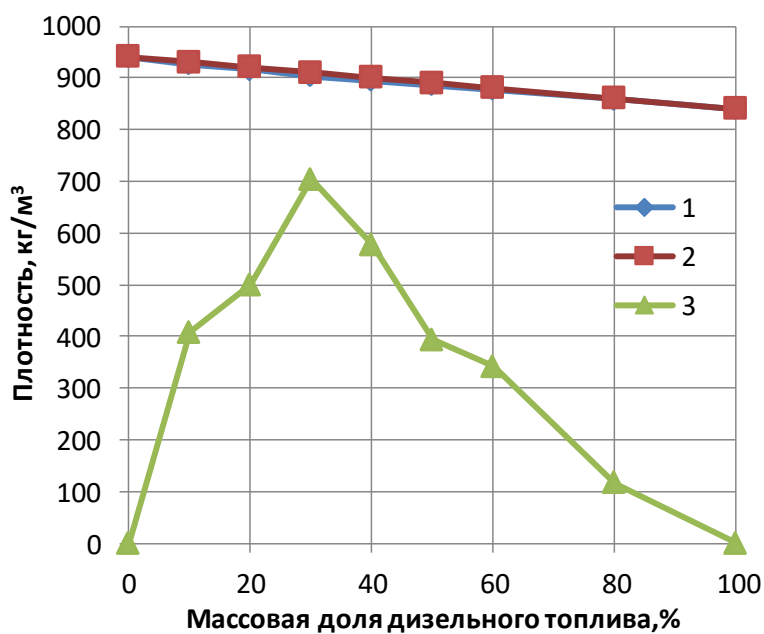


Рисунок 4.2 - Изменение вязкости мазута М-40 при разбавлении дизельным топливом: 1 – измеренные значения; 2 – расчетные значения, 3 – увеличение удельного веса от расчетного значения, % * 10³

Результаты анализа показали, что по мере увеличения массовой доли ДТ в композициях существенно снижаются значения динамической вязкости и плотности последних (таблица 4.1). Под действием средне- и низкомолекулярных веществ происходит переход от дисперсного состояния асфальтено-смолистых веществ к их молекулярному.

Таблица 4.1. Состав и физические свойства собирателей, приготовленных на основе мазута М-40 и дизельного топлива (ДТ)

	Состав композиции, % масс.		Плотность, г/см ³	Динамическая вязкость при 50°С, мПа·с	Т _{заст.} , °С
	М-40	ДТ			
	100	0	1,053	135,6	+12
	90	10	0,981	128,3	+5,3
	80	20	0,956	71,7	-1,0
	70	30	0,945	36,7	-5,2
	60	40	0,935	23,6	-10,1
	50	50	0,931	19,2	-17,2
	40	60	0,914	14,2	-24,4
	Мазут Ф-5		0,948	36,2	-6,0

Добавление 30-40% масс. ДТ к мазуту М-40 позволяет получить композиции с физическими свойствами, близкими к свойствам применяемого на обогатительных фабриках мазута Ф-5.

В лабораторных и промысловых исследованиях асфальтены и смолы определяются по принципу растворимости. Смолы относятся к тем компонентам, которые растворяются в н-алканах и ароматических углеводородах (например, бензол); тогда как асфальтены не растворяются в н-алканах, но хорошо растворяются в легких ароматических углеводородах. Указанный метод, основанный на принципе растворимости, усложняет

классификацию и может приводить к неоднозначности при определении их количества и четкой интерпретации терминологии. (рисунок 4.3).

Характер агрегации асфальтенов обусловлен их концентрацией в растворе и природой растворителя. В легких нефтепродуктах концентрация асфальтенов ниже 100 мг/л и они находятся в виде отдельных молекул, размер которых не превышает 1,5 нм. Поликонденсированное ароматическое ядро в силу своей поляризуемости преобладает в межмолекулярном притяжении; в то время как, алкильные заместители создают отталкивающие взаимодействия, препятствуя этим агрегации асфальтенов. При достижении определенного порога концентрации (100 мг/л) ароматические структуры начинают взаимодействовать, что приводит к формированию наносферических ассоциатов. Эти околосферические агрегаты состоят из 2-6 или 8-10 молекул асфальтена, уложенных в стопку, достигая размера около 2 нм. Низкое число агрегации асфальтена объясняется тем, что при сочетании молекул в ассоциаты возрастают отталкивающие силы между алкильными заместителями. Дальнейшее увеличение концентрации асфальтенов (примерно до 5000 мг/л) способствует переходу от наноагрегатов к формированию кластеров, размером 5 нм. Кластеры асфальтенов формируются под действием слабого межмолекулярного взаимодействия между поляризованными алкильными цепями.

В зависимости от типа растворителя, повышение концентрации асфальтенов до 10000 мг/л вызывает разные изменения: в сырой нефти происходит формирование вязкоупругой структурной сетки, тогда как в толуоле наблюдается флокуляция и осаждение асфальтеновых частиц.

Особенности агрегации асфальтенов в сырой нефти обусловлены наличием других растворенных компонентов в нефти (смолы, ароматические масла), которые способствуют формированию устойчивых дисперсных структур.

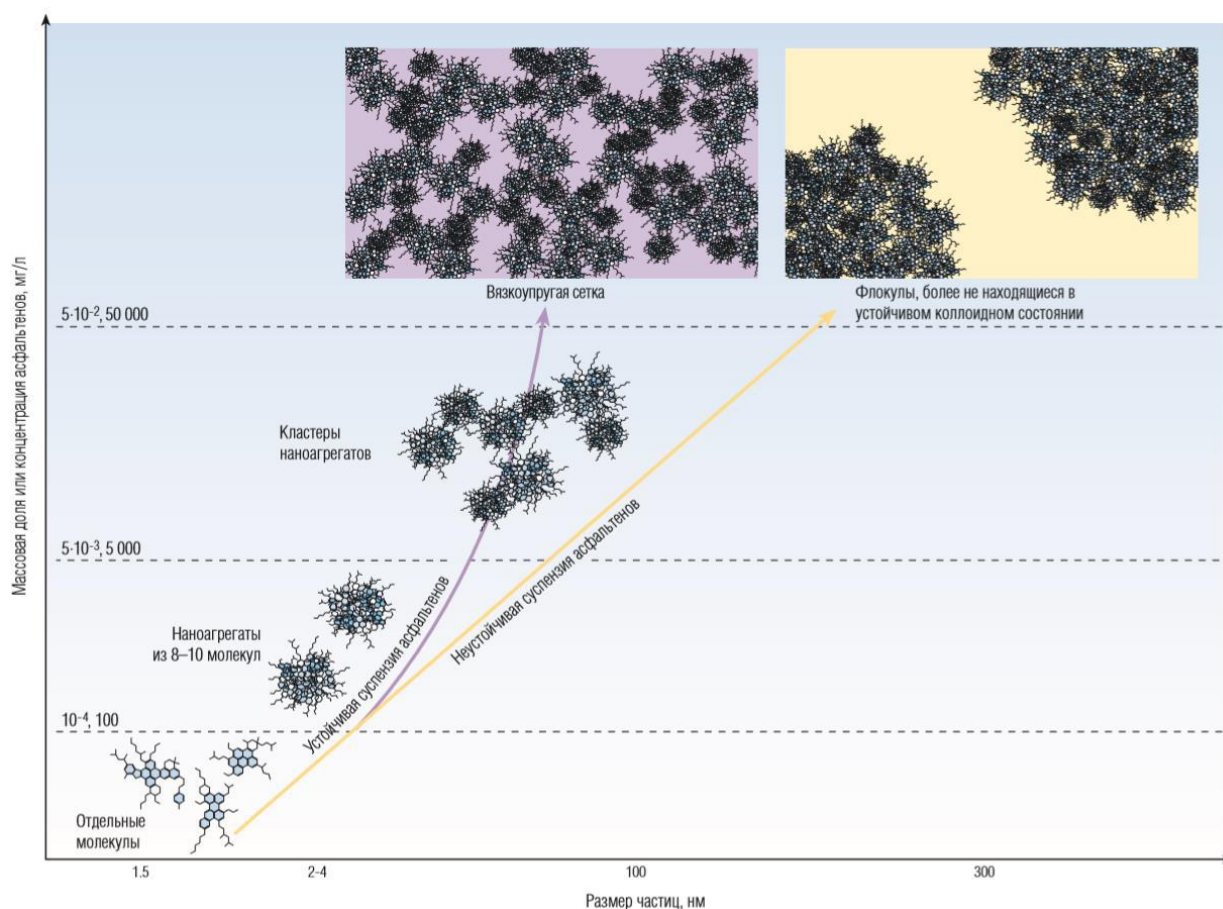


Рисунок 4.3 - Агрегационное поведение асфальтенов в разных типах растворителей

В отличие от чистых ароматических растворителей, где агрегация может быстро переходить к флокуляции и осаждению, в нефтяной среде эти кластеры могут сохранять свою стабильность при значительно более высоких концентрациях — часто выше 10 г/л. Однако стабильность подобных структур подвержена разрушению при добавлении углеводородо-разбавителей типа н-алканов, что приводит к снижению дисперсионной стабильности и выпадению асфальтенов в виде твердой фазы.

Исследования по рентгеновской дифракции [131] подтверждают образование наноагрегатов асфальтенов в сырой нефти преимущественно в форме шести молекул. Структура молекул асфальтенов, характеризующаяся плоским пространственным строением, позволяет при образовании

наноагрегатов создавать условия для их слоистой организации с чередованием π -орбиталей и полярных групп. В результате молекулы располагаются параллельными слоями, без упорядочивания относительно оси, перпендикулярной этим слоям, что обеспечивает сферическую форму.

Асфальтеновые компоненты нефти представляют собой сложную смесь, характеризующуюся широким диапазоном молекулярных масс и различным химическим строением, что оказывает влияние на растворимость. Решающее значение для растворимости асфальтенов имеет природа растворителя. Асфальтены не растворимы в спиртах и простых эфирах, практически не растворимы в низкомолекулярных алканах. Асфальтены растворимы в неполярных ароматических растворителях, таких как бензол, толуол, пиридин; а также в четыреххлористом углероде, сероуглероде, циклогексане, высокомолекулярных ароматических углеводородах и смолах [21].

Используя системы, состоящие из двух растворителей с различным соотношением, асфальтены можно разделить на фракции. Системы толуол/н-гептан применяют в работе [23, 12], толуол/н-пентан – в работах [23,126], ацетон/н-гептан – в работах [23,119]. При минимальном процентном содержании н-алкана в системе из асфальтенового раствора выпадает фракция, которую обозначают А1. Данная фракция характеризуется высокой тяжестью, нерастворимостью и полярностью [23,119,128,130]. При максимальном содержании н-алкана образуется фракция, которую обозначают А2. Эта фракция описывается как легкая, растворимая и неполярная.

Растворимость асфальтенов в органических растворителях, таких как эфиры (простые и сложные), кетоны и карбоновые кислоты, зависит от потенциала ионизации растворителя (таблице 4.2) [15].

Таблица 4.2. Степень растворения асфальтенов в зависимости от потенциала ионизации растворителей

Растворитель	Среднее значение растворимости, %	Потенциал ионизации растворителя, эВ
Изопропиловый спирт	1	10,1
Этилацетат	25	10,1
Метилэтилкетон	30	9,5
Диизопропиловый эфир	40	9,2
Ацетон	20	9,7
Этиловый эфир	27	9,2
Октен-1	50	8,85
н-гексан	15	10,15

Этот процесс приводит к растворению твердых фаз высокомолекулярных соединений (нефтяных смол и асфальтенов) с образованием коллоидно-дисперсных систем. При малой концентрации АСФ (асфальтено-смолистых фракций) образуются подвижные конденсированные структуры – сложные структурные единицы. При высокой концентрации АСФ подвижность снижается в результате образования более структурированных систем. Что подтверждается проведенными с применением метода комбинированной оптической УФ-ВИ-спектроскопии исследованиями.

Выбранный подход, постулирующий необходимость эффективного закрепление на алмазах смолисто-асфальтеновых фракций, ставит задачу выбора фазового состава собирателя, в котором адгезионная активность асфальтенов к поверхности алмазов была бы максимальной.

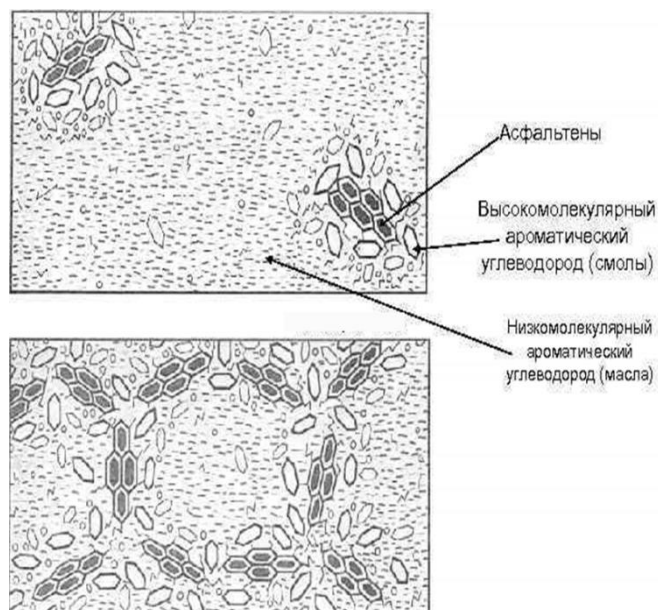


Рисунок 4.4 - Асфальтено-смолистые образования по Пфайферу

Рисунок 4.5 - Асфальтено-смолистые образования в микроскопе:

а) увеличение 250; б) увеличение 1000

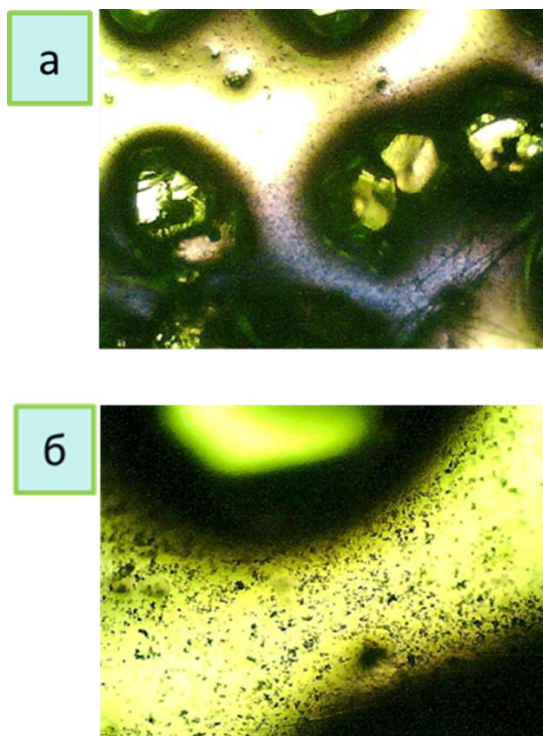


Рисунок 4.6 - Взаимодействие алмазов с асфальтено-смолистыми образованиями: а) увеличение 25; б) увеличение 100

В соответствии с физико-химией нефти, максимальная адгезионная активность высокомолекулярных компонентов наблюдается в граничных условиях растворения, в которых дисперсная фракция присутствует одновременно в трех состояниях: твердой фазы, истинного и коллоидного раствора.

Для исследования зависимости влияния состава на структуру собирателей была изучена структура многокомпонентного собирателя, состоящего из мазута М-40 и дизельной фракции с применением метода комбинированной оптической УФ-ВИ-спектроскопии, позволяющей диагностировать наличие и определять условия кристаллизации-растворения нефтяных смол и асфальтенов. Результаты анализа показали, что добавление фракций нефтяных масел и легких дистиллятов приводит к уменьшению количества крупных образований и отдельных зерен размером более 1 мкм за счет их перехода в коллоидную форму и последующего растворения [76].

Анализ изображений показывает, что при добавлении 10% дизельной фракции существенного разрушения смоло-асфальтеновой фракции не происходит (рисунок 4.7 а,б). При разбавлении мазута М-40 на 20 и 30% происходит диспергирование агрегатов нефтяных смол и асфальтеновых кристаллов с образованием коллоидных систем (рисунок 4.7в, г) [76,129].

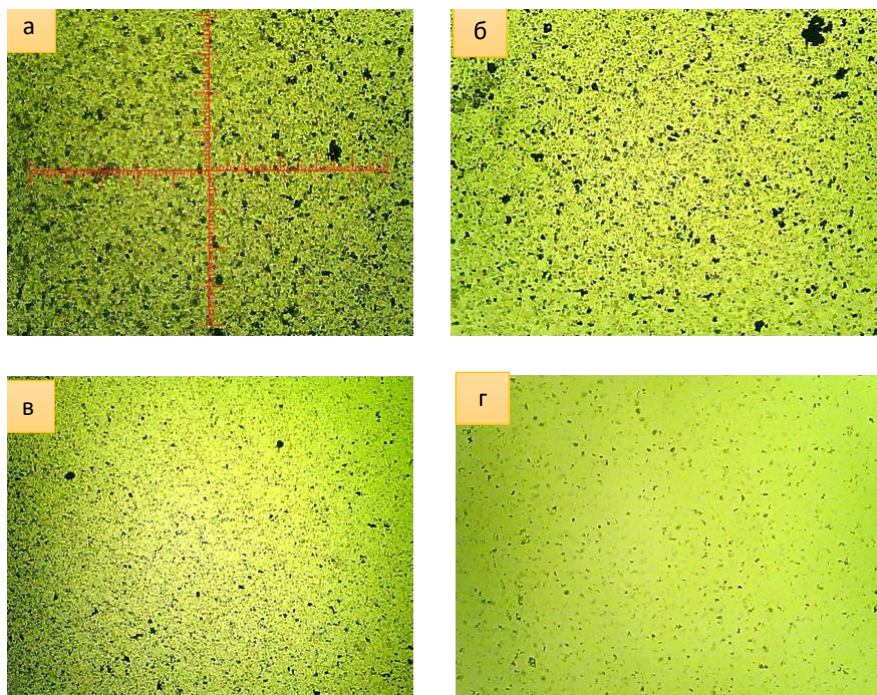


Рисунок 4.7 - Снимки тонкого слоя мазута М-40 в режиме комбинированного освещения на микроскопе «Микромед-ЛЮМ» до (а) и после (б) разбавления дизельной фракцией. Массовая доля дизельной фракции: 10% (б); 20% (в), 30% (г)

При 50%-ном разбавлении смоло-асфальтеновые фракции полностью растворяются в низкомолекулярных углеводородах с переходом в мицеллы (рисунок 4.8).

Растворенные высокомолекулярные компоненты, находящиеся в равновесии с коллоидной формой, обладают высокой адсорбционной и адгезионной способностью по отношению к минеральной поверхности.

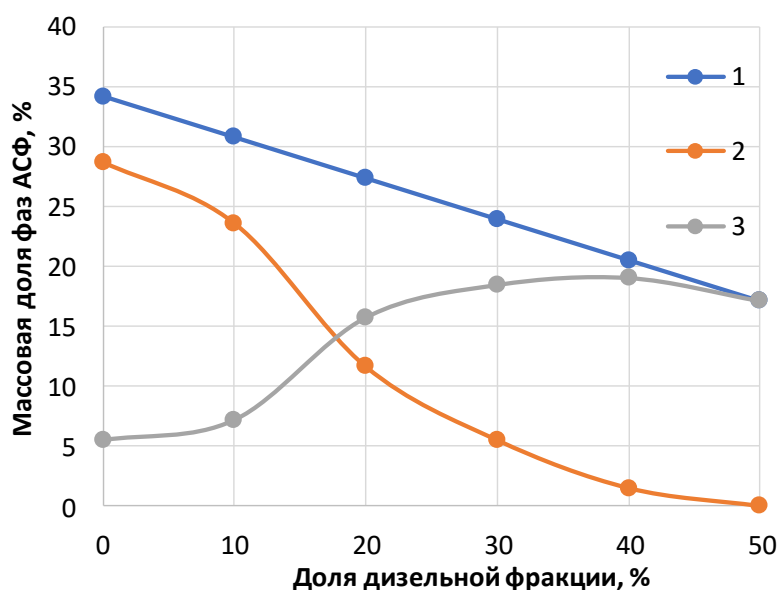


Рисунок 4.8 - Изменение доли асфальтено-смолистых фракций при разбавлении мазута М-40 дизельной фракцией: 1 – расчетная; 2 – в твердой форме по результатам визиометрического анализа; 3 – в растворенной и эмульсионной форме

Учитывая это, для повышения эффективности собирателя на основе мазута М-40 было предложено перевести его из грубодисперсного состояния в форму коллоидного раствора добавками легких фракций нефтепереработки. Требуемый результат достигается при определенном соотношении низко-, средне- и высокомолекулярных (тяжелых) фракций, когда создаются условия для диспергирования и растворения агрегатов асфальтенов и смол [74]. Полное разрушение асфальтеновых и смолистых ассоциатов до мицелл не представляется целесообразным, так как условия, благоприятствующие их распределению в объеме жидкой фазы, являются более термодинамически предпочтительными по сравнению с образованием устойчивых мицеллярных структур.

Использование реагентов алифатических кетонов обеспечивает аналогичный результат. Разбавлении мазута на 10 и 20% приводит к

диспергированию агрегатов нефтяных смол и асфальтеновых кристаллов с образованием коллоидных систем (рисунок 4.9). Практически полный переход АСФ в коллоидно-растворенное состояние наблюдается при разбавлении на 30% (рисунок 4.10). Полученные результаты показывают возможность регулирования фазового состава высокомолекулярных фракций собирателя – смол и асфальтенов добавками средне- и низкомолекулярных компонентов.

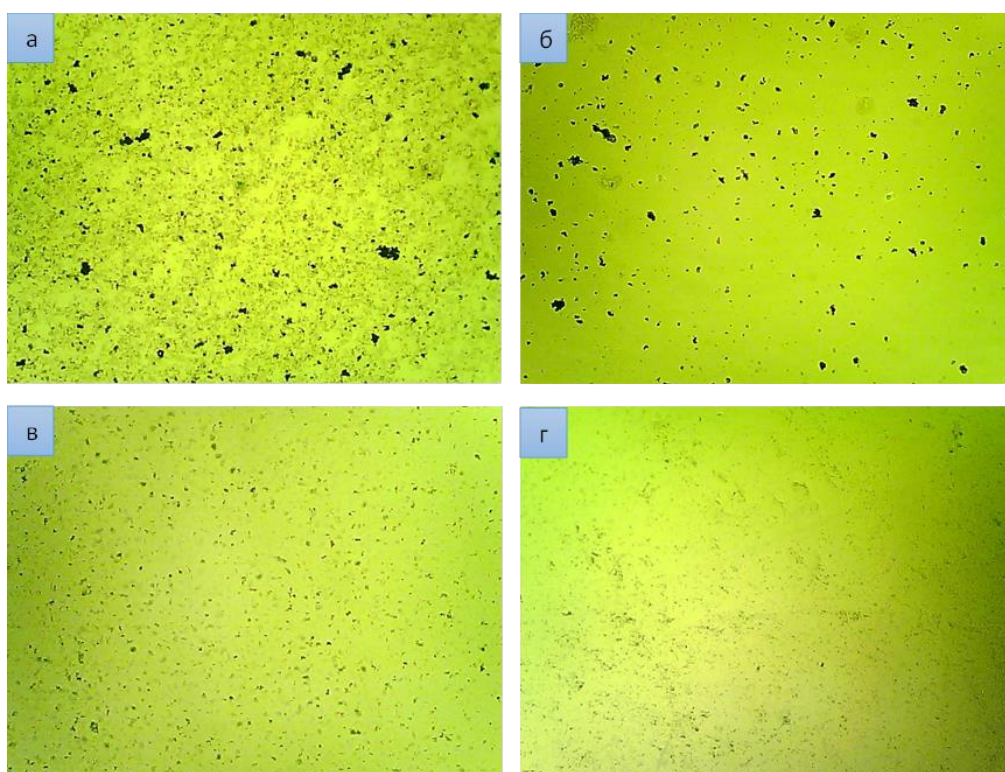


Рисунок 4.9 - Изменение структуры мазута Ф-5 при добавках этилметилкетона: Изменение структуры мазута Ф-5 при добавках этилметилкетона

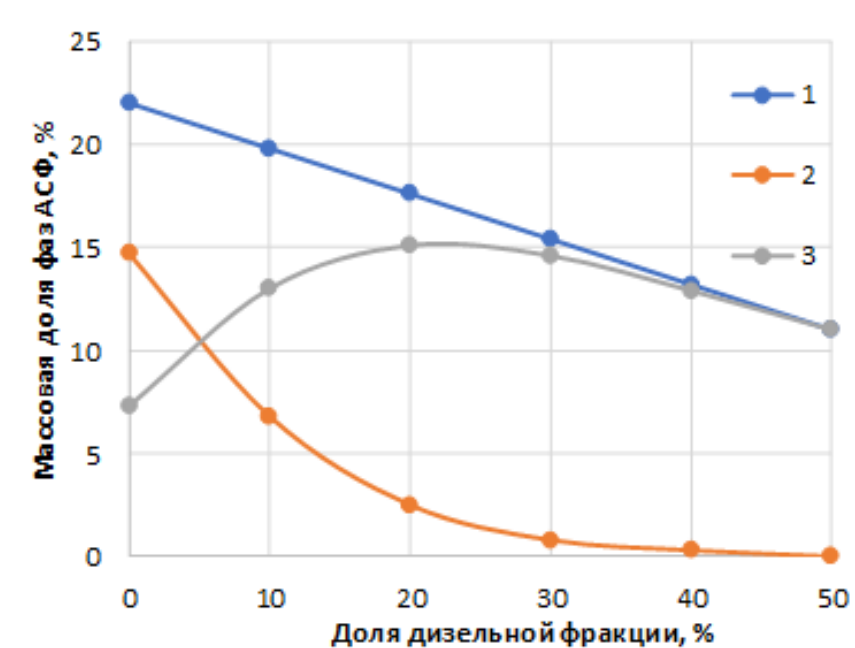


Рисунок 4.10 - Изменение фазового состояния асфальтено-смолистых фракций при разбавлении мазута Ф-5 этилметилкетонем

4.2. Исследование влияния фракционного состава собирателей на флотируемость алмазов

Для оценки влияния состава многокомпонентных собирателей на показатели пенной сепарации были подготовлены композиции мазута флотского и активированной водонефтяной эмульсии рудника «Удачный» ВНЭ-У и рудника «Интернациональный» ВНЭ-10 в различных соотношениях и были выполнены флотационные опыты с использованием их в качестве реагента-собирателя [77].

Полученные результаты показывают, что с увеличением расхода собирателя максимум извлечения алмазов при пенной сепарации достигается при меньшей доли водонефтяной эмульсии в его составе (рисунок 4.11). Так с изменением расхода от 190 г/т через 380 г/т; 570 г/т; 760 г/т до 950 г/т

максимум извлечения соответствует снижению доли эмульсии с 12.5% до 7,5% в составе собирателя.

Анализ полученных результатов показал, что повышение извлечения алмазов в концентрат пенной сепарации при расходе многокомпонентного собирателя 760-950 г/т с основным нефтепродуктом - флотским мазутом составляет 4,7-7.9% [76,77].

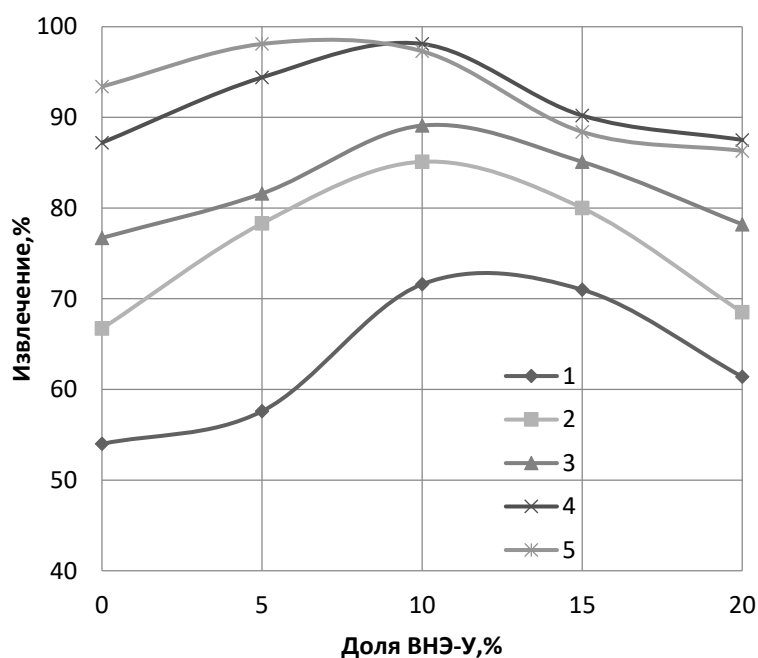


Рисунок 4.11 - Извлечение алмазов в процессах пенной сепарации (%) , как функция расхода собирателя и доли водонефтяной эмульсии в составе многокомпонентного собирателя: 1 – 190 г/т; 2 – 380 г/т; 3 – 570 г/т; 4 – 760 г/т; 5 – 950 г/т

Сочетание мазута флотского Ф-5 и активированной водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 приводит к получению среды с улучшенными собирательными свойствами по сравнению с использованием каждого компонента отдельно. Полученные зависимости содержания алмазов в концентрате технологического процесса пенной сепарации от массовой

концентрации ВНЭ-10 (рисунок 4.12) отражают положительное влияние компонентов в смеси на собирательную способность многокомпонентного собирателя. Наибольшее влияние соответствует соотношению объемных долей флотского мазута к ВНЭ-10 - от 40:60 до 60:40 % [68].

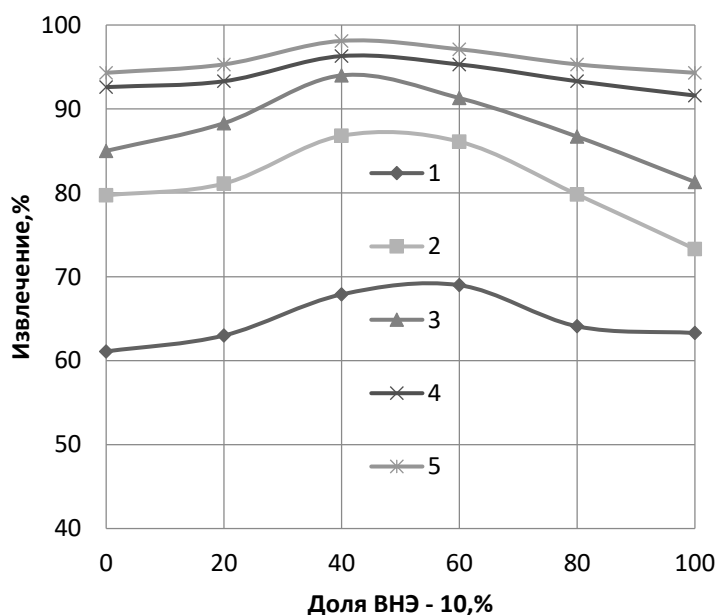


Рисунок 4.12 - Извлечение алмазов в процессах пенной сепарации (%) , как функция расхода собирателя и доли водонефтяной эмульсии ВНЭ-10 в многокомпонентном собирателе при расходах реагентов: 1 – 125 г/т; 2 – 325 г/т; 3 – 650 г/т; 4 – 875 г/т; 5 – 1050 г/т

Наибольшая эффективность наблюдается при смешивании ВНЭ-10 и мазута флотского Ф-5 в соотношениях от 4:6 до 6:4 (40-60% ВНЭ-10), при этом уровень извлечения алмазов в концентрат достигает максимальных значений (98%) увеличиваясь на 3,7 – 8,8% относительно значений извлечений алмазов, достигаемых при использовании в качестве собирателей флотского мазута или активированного ВНЭ-10 отдельно [68, 77].

Выводы к главе 4.

1. Показано, что добавление фракций нефтяных масел и легких дистиллятов приводит к уменьшению количества крупных образований и отдельных зерен размером более 1 мкм за счет их перехода в коллоидно-дисперсную форму и последующего растворения до мицеллярных систем.

2. Установлено, что при добавлении в мазуты фракции нефтяных масел происходит диспергирование и растворение высокомолекулярных фракций нефтяных смол и асфальтенов с образованием коллоидно-дисперсных систем и мицеллярных растворов с высокой адсорбционной способностью смол и асфальтенов, что обеспечивает их необратимое закрепление на поверхности алмазов, гидрофобизацию и высокую флотируемость.

3. При разбавлении мазута реагентами группы алифатических кетонов на 10 и 20% также происходит диспергирование агрегатов нефтяных смол и асфальтеновых кристаллов с образованием коллоидных систем. Практически полный переход АСФ в коллоидно-растворенное состояние наблюдается при разбавлении на 30%. Полученные результаты показывают возможность регулирования фазового состава высокомолекулярных фракций собирателя – смол и асфальтенов добавками средне- и низкомолекулярных компонентов.

4. Высокая адсорбционной способностью смол и асфальтенов достигается при определенном соотношении низко-, средне- и высокомолекулярных (тяжелых) фракций, когда создаются условия для диспергирования и растворения агрегатов асфальтенов и смол. Полное растворение асфальтенов и смол до мицелл нецелесообразно, поскольку в таких условиях более термодинамически выгодным становится их нахождение в объеме растворяющей фракции.

5. Многокомпонентные собиратели на основе водонефтяных эмульсий и ДТ позволяют достичь хороших результатов, сравнимых с результатами применения ранее апробированных собирателей на основе водонефтяных эмульсий и мазута флотского Ф5 (таблица 2). Так, извлечение алмазов в концентрат при использовании ВНЭ-10 (85%) и ДТ (15%) было на 2,8-3% выше, чем при использовании активированной ВНЭ-10 и находится на уровне смеси ВНЭ-10 и Ф-5.

6. Наибольшая эффективность многокомпонентного собирателя наблюдается при смешивании компонентов: ВНЭ-10 и мазута флотского в соотношении их объемных долей флотского мазута к ВНЭ-10 - 40:60 %. Извлечение алмазов в концентрат повышается для такого многокомпонентного собирателя на 3.7-8.8% по сравнению с данными при применении в качестве собирателя чистых компонентов составного собирателя.

ГЛАВА 5. Выбор и обоснование оптимального фракционного состава собирателя, характеризующегося высокой адсорбционной активностью к алмазам и обеспечивающего их эффективную флотацию

5.1. Моделирование и анализ фракционного состава многокомпонентных собирателей

Применяемые при пенной сепарации алмазов многокомпонентные собиратели, как и другие нефтепродукты, можно представить в виде композиции трех основных компонентов: - легких дистиллятов, - нефтяных масел, - смол и асфальтенов. Легкий дистиллят (ЛД) представляет собой фракцию, состоящую в основном из смеси предельных углеводородов C_3-C_8 с температурой кипения менее $300^{\circ}C$.

Нефтяные масла (НМ) - смеси высокомолекулярных углеводородов с температурой кипения $300-600^{\circ}C$, главным образом алкилнафтяных и алкилароматических.

Смолисто-асфальтеновые (СА) соединения содержат полициклоароматические углеводороды и имеют с температурой кипения более $600^{\circ}C$ [77].

Смолисто-асфальтеновые соединения образуют с низко- и среднемолекулярными компонентами первых двух групп гомогенные (растворы) и гетерогенные (дисперсные) системы.

Структура нефтепродуктов переменного состава описывается тройной диаграммой (рисунок 5.1), на которой обозначены области мицелярных растворов (М), коллоидно-дисперсных систем (К-Д) и смолисто-асфальтеновой дисперсии (Д).

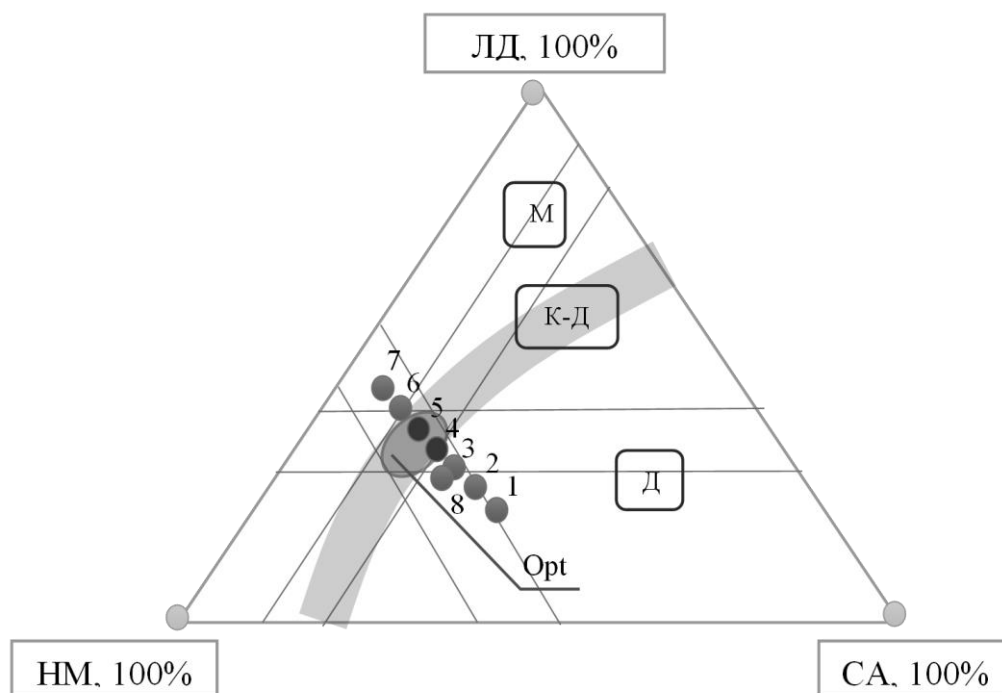


Рисунок 5.1 - Треугольная диаграмма равновесия трехфракционной смеси ЛД, НМ и СА, где Д- дисперсная система СА в ЛД и НМ; К-Д - коллоидно-дисперсная система СА в ЛД и НМ; М - мицеллярный раствор СА в ЛД и НМ; Opt – область оптимального фракционного состава собирателя; 1-8 фракционный состав собирателя в опытах таблицы 4.1

5.2. Исследование влияния фазового состава собирателей на их технологические свойства

Исследование влияния фазового состава собирателей на их технологические свойства (собирательную способность) проводилась методом беспенной флотации на трубке Халлимонта. При флотации использовалась навеска алмазов крупностью от 0,5 до 1 мм, массой 200 мг (рисунок 5.2).

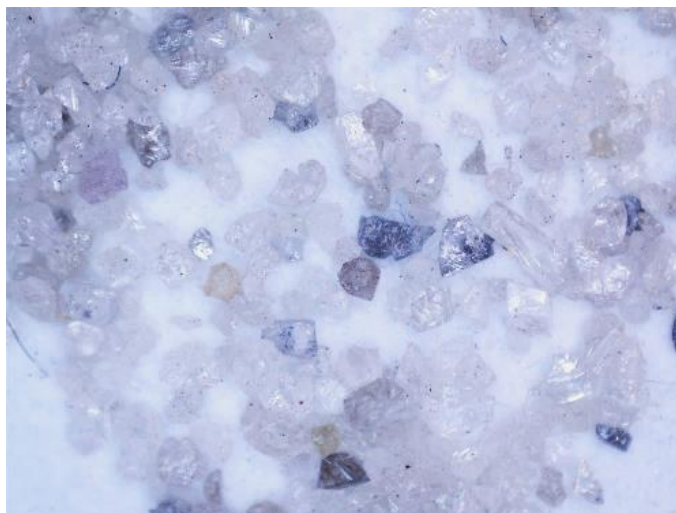


Рисунок 5.2 - Класс алмазов крупностью +0,5 – 1 мм

Расход собирателя при кондиционировании составлял 5,5мг. Время флотации – 4 мин, общий расход воздуха - 50 мл. При кондиционировании алмазов собиратель использовался в виде эмульсии в водной фазе (объем водной фазы – 40 мл). В объем водной фазы добавляли полифосфат натрия.

Учитывая, что применяемые при флотации алмазов водонефтяные эмульсии и мазут Ф-5 характеризуются переменным составом, в качестве основы многокомпонентного собирателя предложено использовать мазут М-40, являющийся регулярным продуктом нефтепереработки со стабильным составом. Для регулирования структуры мазута и перевода смоло-асфальтеновой фракции из грубодисперсного состояния в коллоидно-дисперсную предложено использовать продукт стабильного состава – дизельное топливо. При разбавлении мазута М-40 (30-40% ДТ), были получены многокомпонентные собиратели с различным соотношением базовых фракций, в том числе близким к составу применяемого на обогатительных фабриках мазута Ф-5.

Результаты флотационных опытов показали, что наибольшее извлечение алмазов достигается при массовой доле мазута М-40 60–70% в смеси с дизельным топливом (таблица 5.1) [76].

Таблица 5.1. Состав и характеристика собирателей, приготовленных на основе мазута М-40 и дизельного топлива (ДТ)

№	Состав композиции		Массовая доля фракций, %			Извлечение алмазов, %
	М-40	ДТ	ЛД	НМ	СА	
1	100	0	21,3	43,5	34,2	78,1
2	90	10	26,72	41,6	30,8	84,2
3	80	20	31,14	40,7	27,4	89,5
4	70	30	35,56	39,8	24,0	92,5
5	60	40	39,98	38,9	20,6	93,5
6	50	50	44,4	38,0	17,2	88,4
7	40	60	48,82	37,0	13,7	83,0
8	Мазут Ф-5		27,5	42,9	29,6	91,2

ЛД – легкие дистилляты; НМ – нефтяные масла; СА – смолы и асфальтены

Анализ полученных результатов показывает, что область оптимальных соотношений мазута М-40 и дизельного топлива в многокомпонентном собирателе располагается в области перехода грубодисперсной системы в коллоидный раствор смол и асфальтенов в смеси легких дистиллятов и нефтяных масел (рис.5.1). В этой области, достигаемой разбавлением мазута М-40 на 30-40% дизельным топливом, многокомпонентный собиратель проявляет наилучшие технологические свойства [76].

Для выбора оптимального состава многокомпонентных собирателей был изучен фракционный состав реагентов, часто применяемых для пенной сепарации алмазов, и специально получены многокомпонентные собиратели, представляющие смесь определенных нефтепродуктов [76]. Выбранные композиции предусматривают использование экономичного местного сырья - водонефтяных эмульсий, являющихся попутным продуктом алмазодобычи.

Полученные результаты исследования компонентного состава органической фазы водонефтяных эмульсий и мазутов показало, что исследованные продукты существенно отличаются по массовым долям легких дистиллятов, нефтяных масел, также смол и асфальтенов (таблица 5.2). Мазут прямогонный М-40, а также водонефтяная эмульсия рудника «Удачный» ВНЭ-У характеризуются максимальной долей нефтяных смол и асфальтенов (до 45,8%). Водонефтяная эмульсия рудника «Интернациональный» ВНЭ-10 содержит существенно меньше смол и асфальтенов (28,8%) [77].

Таблица 5.2. Фракционный состав собирателей на основе водонефтяных эмульсий рудника «Интернациональный» и «Удачный» с результатами лабораторных опытов по флотации алмазов

Наименование нефтепродукта	Средняя массовая доля, %			Извлечение алмазов, %
	ЛД	НМ	СА	
Водонефтяная эмульсия рудника «Интернациональный» ВНЭ-10	43,5	37,7	23,8	83,0
Водонефтяная эмульсия рудника «Удачный» ВНЭ-У	23,0	21,1	45,8	65,4
Дизельное топливо ДТ	83,4	16,5	0,1	100,0
Мазут флотский Ф5	40,7	37,7	19,6	84,5
Многокомпонентные собиратели на основе ВНЭ				
ВНЭ-10 (85%) и ДТ (15%)	42,7	34,5	22,8	84,3
ВНЭ-У (50%) и ДТ (50%)	46,9	30,1	23,0	85,8

5.3. Обоснование оптимального фракционного состава многокомпонентных собирателей

С применением многокомпонентных собирателей с различным соотношением мазутов, водо-нефтяных эмульсий и дизельного топлива и, соответственно, различным соотношением основных нефтяных фракций, были выполнены флотационные опыты. Полученные результаты показали, что наибольшее извлечение алмазов в концентрат пенной сепарации наблюдается при массовой доле легких дистиллятов (ЛД) 35-48%, нефтяных масел (НМ) - 32-40%, смол и асфальтенов (СА) - 17-24 % (рисунок 5.3) [76].

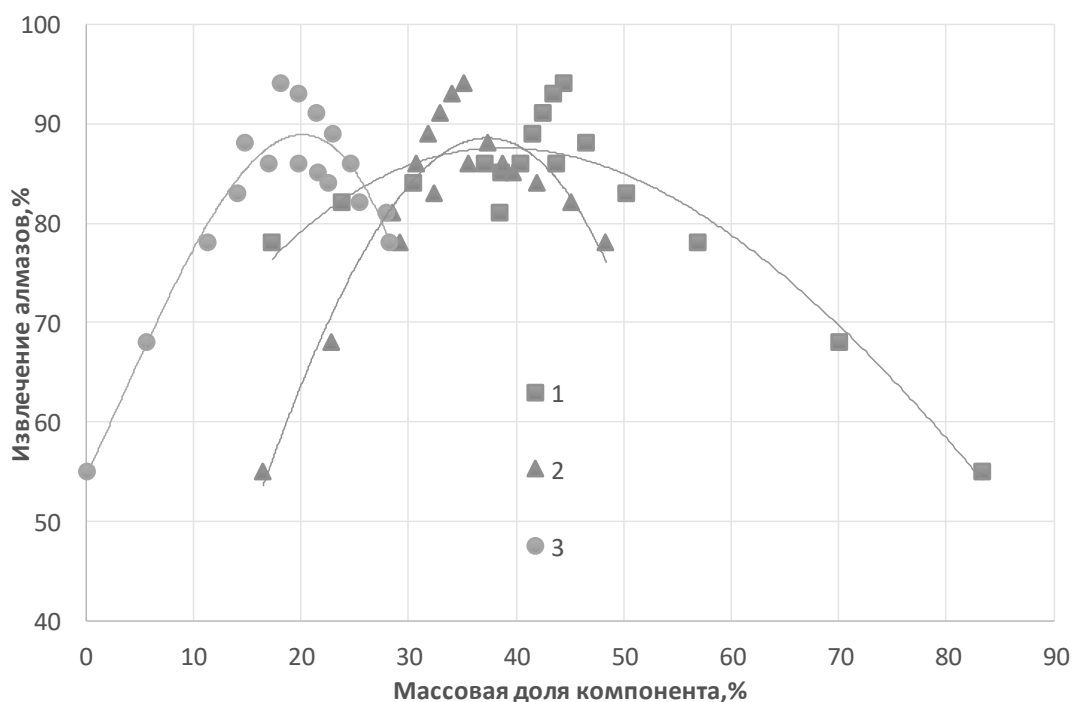


Рисунок 5.3. Зависимости извлечения алмазов от массовой доли основных фракций собирателя при использовании композиций: М-40 и ДТ; ВНЭ и ДТ; Ф5, где: 1 – легкие дистилляты; 2 – нефтяные масла; 3 – смолы и асфальтены

Собиратели с рекомендуемым или близким соотношением фракций были апробированы на стендовой установке пенной сепарации в режимах, близких к промышленным режимам. Результаты испытаний показали, что

многокомпонентные собиратели на основе водонефтяных эмульсий, мазутов и ДТ в области промышленных расходов позволяют достичь извлечения алмазов на 1,2-5% выше, чем при использовании ВНЭ-10 и находится на уровне или выше показателей, достигаемых при использовании мазута Ф-5 (таблица 5.3). Многокомпонентные собиратели на основе мазута М-40 и ДТ в области промышленных расходов позволяют достичь извлечения алмазов на 2,2-3% выше, чем при использовании мазута Ф-5, что позволяет рекомендовать их для промышленного применения [77].

Таблица 5.3. Результаты флотации алмазов при использовании водонефтяных эмульсий и многокомпонентных собирателей

Собиратель	Извлечение алмазов, % при расходе собирателя, г/т			
	600	700	800	900
Водонефтяная эмульсия рудника «Интернациональный» ВНЭ-10	77,3	79,5	81,5	83,0
Водонефтяная эмульсия рудника «Удачный» ВНЭ-У	70,6	74,2	76,1	76,2
Мазут флотский Ф5	80,7	82,5	83,6	84,5
Многокомпонентные собиратели на основе ВНЭ				
ВНЭ-10 (50%) и Ф5 (50%)	82,3	83,4	85,5	86,0
ВНЭ-У (10%) и Ф5 (90%)	78,5	81,5	83,3	84,3
ВНЭ-10 (85%) и ДТ (15%)	81,5	83,5	85,4	85,8
ВНЭ-У (50%) и ДТ (50%)	79,7	82,5	83,8	84,8
Многокомпонентные собиратели на основе М-40				
М-40 (70%) и ДТ (30%)	83,4	84,8	86,7	87,5
М-40 (60%) и ДТ (40%)	84,3	84,4	86,5	87,0

Таким образом, показано, при использовании многокомпонентных собирателей выбранного фракционного состава достигается увеличение извлечение алмазов, превышающее полученное с использованием собирателей не оптимального состава (водонефтяных эмульсий).

Выводы к главе 5.

1. Применяемые при пенной сепарации алмазов многокомпонентные собиратели, как и другие нефтепродукты, можно представить в виде композиции трех основных компонентов: - легких дистиллятов, - нефтяных масел, - смол и асфальтенов. Легкий дистиллят (ЛД) представляет собой фракцию, состоящую в основном из смеси предельных углеводородов C_3-C_8 с температурой кипения менее $300^{\circ}C$. Нефтяные масла (НМ) - смеси высокомолекулярных углеводородов с температурой кипения $300-600^{\circ}C$, главным образом алкилнафтяных и алкилароматических. Смолисто-асфальтеновые (СА) соединения содержат полициклоароматические углеводороды и имеют с температурой кипения более $600^{\circ}C$.

2. Предложен новый методический подход к выбору компонентного состава собирателя, получаемого смешиванием различных нефтепродуктов и водонефтяных эмульсий, заключающийся в выдерживании заданных соотношений между базовыми фракциями легких дистиллятов, нефтяных масел, смол и асфальтенов.

3. Показано, что исследованные продукты существенно отличаются по массовым долям легких дистиллятов, нефтяных масел, также смол и асфальтенов (табл. 5.2). Мазут прямогонный М-40, а также водонефтяная эмульсия рудника «Удачный» ВНЭ-У характеризуются максимальной долей нефтяных смол и асфальтенов (до 45,8%). Водонефтяная эмульсия рудника

«Интернациональный» ВНЭ-10 содержит существенно меньше смол и асфальтенов (28,8%).

4. Показано, что при использовании многокомпонентных собирателей оптимального фракционного состава на основе мазута М-40 (60-70%) и дизельного топлива (30-40%) достигается повышение извлечения алмазов на 1,7-2,5%, что позволило рекомендовать разработанные составы собирателя для эффективного извлечения мелких классов алмазов методом пенной сепарации.

5. Установлено, что наибольшее извлечение алмазов в концентрат пенной сепарации наблюдается при массовой доле легких дистиллятов 35-48%, нефтяных масел - 32-40% и смолы и асфальтенов - 17-24%.

ГЛАВА 6. Выбор и обоснование состава собирателя с добавками низкомолекулярных компонентов – алифатических кетонов для процесса пенной сепарации алмазосодержащего сырья

6.1. Влияние добавок алифатических кетонов на свойства собирателя

При пенной сепарации алмазов требуется поддерживать высокий расход собирателя, достигающий до 1000 и более г/т. Кроме увеличения затрат такой расход обуславливает повышенную негативную нагрузку на окружающую среду.

Для решения проблемы повышения эффективности реагента-собирателя при флотации алмазов предложено использовать добавки в его состав компонентов, способствующих повышению его собирательной способности за счет формирования тонко диспергированной адгезионно активной фазы. В качестве таких добавок предлагаются органические масло- и водорастворимые вещества класса алифатических кетонов: диметилкетона и метилэтилкетона, которые наряду со способностью растворения высокомолекулярных компонентов нефтепродуктов – нефтяных смол и асфальтенов, обладают уникальной способностью тонкого диспергирования органической фазы – мазута в водной фазе.

При переходе в водную фазу собиратель образует эмульсию, диаметр капель в которой 10^{-7} м (рисунок 6.1б). Такие капли интенсивно закрепляются на поверхности кристаллов алмаза (рисунок 6.1в) [78].

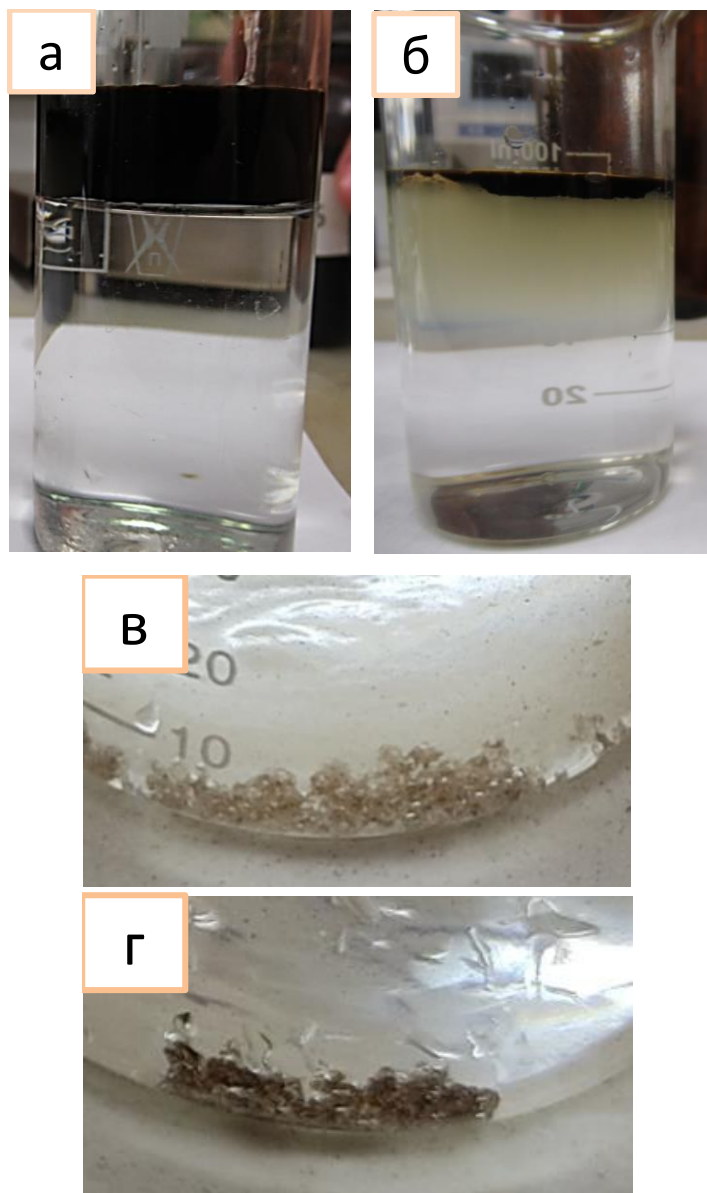


Рисунок 6.1 - Эффект автодиспергирования собирателя с добавками алифатических кетонов в водном растворе (а,б) и визуальное подтверждение закрепление собирателя на алмазах (в,г): а,в – мазут М-40; б,г – реагент КСМ-1

С применением разработанной методики спектрального анализа подтверждено, что использование добавок кетонов в состав мазута М-40 до кондиций собирателя КСМ-1 обеспечивает увеличение доли закрепившегося

на алмазах собирателя с 45 до 87% (таблица 6.1). Доля собирателя, закрепившегося на минералах кимберлита возрастает незначительно [78].

Таблица 6.1. Количество закрепившегося собирателя и извлечение алмазов в концентрат при беспенной флотации алмазов в трубке Халлимонда

№	Марка собирателя	Применяемый собиратель	Доля закрепившегося на алмазах собирателя, %	Извлечение алмазов в концентрат, %
1		Мазут М-40	45	68,4
2		Мазут М-40 + 20% ДТФ	61	78,6
3	КСМ-1	Мазут М-40 + 20% ТФ+ДЭК	82	92,2
4	КСМ-2	Мазут М-40 + 20% ДТФ +ЭМК	87	92,5
5	КСМ-3	Мазут М-40 + 20% ДТФ +ДМК	80	88,7

Анализ характера полученных зависимостей показывает, что максимальное извлечение алмазов при использовании многокомпонентного собирателя на основе мазута Ф-5 и алифатических кетонов достигается в области массовой доли фракции кетонов 8-20% (рисунок 6.2).

Результаты экспериментов подтвердили эффективность предложенного способа повышения активности собирателя. Так при использовании собирателей КСМ-1 и КСМ-2 извлечение алмазов при стандартном расходе возрастает на 5-6% (рисунок 6.3). Базовое извлечение алмазов на уровне 90% достигается при существенно меньших расходах (500-600 г/т, рисунок 6.3), чем при использовании базового собирателя – мазута Ф-5 (1000 г/т). Таким образом, решается задача снижения расхода собирателя и, соответственно, сброса нефтепродуктов в окружающую экосистему [78].

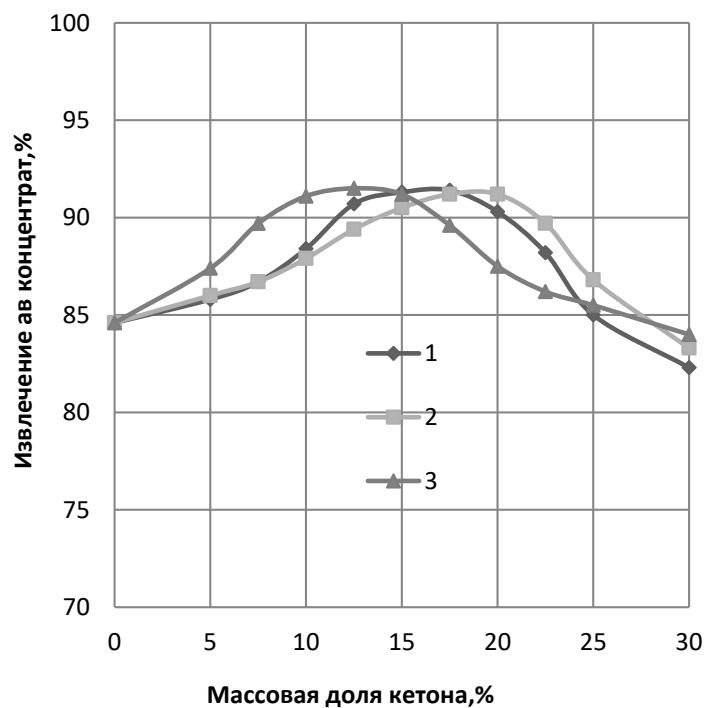


Рисунок 6.2 - Извлечение алмазов при применении собирателей с различной массовой долей кетона: 1 – КСМ-1; 2 – КСМ-2; 3 – КСМ-3

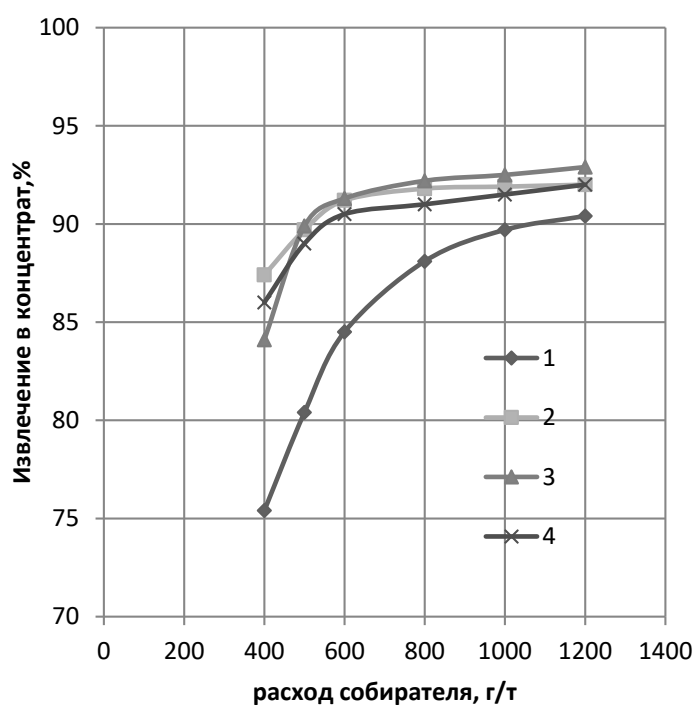


Рисунок 6.3 - Извлечение алмазов в пенной сепарации при применении собирателей: 1 – мазут М-40; 2 – КСМ-1; 3 - КСМ-2; 4 - КСМ-3

6.2. Выбор оптимального состава собирателя в условиях одновременного добавления дизельного топлива и алифатических кетонов, с учетом их взаимного влияния

Для уточнения оптимального состава собирателя в условиях одновременного добавления дизельного топлива и алифатических кетонов, с учетом их взаимного влияния, были поставлены флотационные опыты с применением методики факторного эксперимента. С учетом ранее проведенных исследований в качестве центра матрицы был выбран следующий состав собирателя: Мазут М-40 – 65%, дизельное топливо – 32%, МЭК – 8% при дозировке собирателя 8 мг (таблица 6.2) [78].

Таблица 6.2. Матрицы ПФЭ первого шага

№	Массовая доля, %		Расход собирателя, мг	Извлечение, %		Коэфф-т селективности, %
	ДТ	МЭК		алмазов	кимберлита	
1	34	8	10	96,7	6,3	87,25
2	34	8	6	94,1	4,2	87,8
3	34	4	10	95,6	5,4	87,5
4	34	4	6	92,1	3,2	87,3
5	30	8	10	95,3	5	87,8
6	30	8	6	93,5	3,3	88,55
7	30	4	10	94	4,5	87,25
8	30	4	6	92,6	2,5	88,85
Среднее				94,2375	4,3	87,7875

Регрессионные уравнений 1-го шага:

$$\varepsilon_A = 94,2375 + 0,0969X_1 + 0,166X_2 + 0,291X_3$$

$$\varepsilon_K = 4,3 + 0,11875X_1 + 0,1X_2 + 0,19375X_3$$

$$K_C = 87,79 - 0,08125X_1 + 0,015625 X_2 - 0,08438X_3$$

Таблица 6.3. Матрицы ПФЭ второго шага

№	Массовая доля, %		Расход собиранителя , мг	Извлечение, %		Коэфф-т селективности, %
	ДТ	МЭК		алмазо в	кимберлит а	
1	32	7,5	8	96,2	5,4	88,1
2	32	7,5	6	93,7	3,1	89,05
3	32	5,5	8	96,4	3,1	91,75
4	32	5,5	6	95,7	3,2	90,9
5	30	7,5	8	94,8	3	90,3
6	30	7,5	6	97,8	3,1	93,15
7	30	5,5	8	93,7	2,5	89,95
8	30	5,5	6	91,6	2,5	87,85
Среднее				94,9875	3,2375	90,13125

Регрессионные уравнений 2-го шага:

$$\varepsilon_A = 94,99 + 0,256X_1 + 0,318X_2 + 0,193X_3$$

$$\varepsilon_K = 4,3 + 0,231X_1 + 0,206X_2 + 0,085X_3$$

$$K_C = 90,13 - 0,0906X_1 + 0,0094 X_2 - 0,0531X_3$$

Таблица 6.4. Матрицы ПФЭ третьего шага

№	Массовая доля, %		Расход собиранителя , мг	Извлечение, %		Коэфф-т селективности, %
	ДТ	МЭК		алмазо в	кимберлит а	
1	31	6,5	7,5	95,8	3,2	91
2	31	6,5	6,5	95,2	2,9	90,85
3	31	5,5	7,5	96,2	2,9	91,85
4	31	5,5	6,5	96	3	91,5
5	29	6,5	7,5	96	2,9	91,65
6	29	6,5	6,5	96,1	2,8	91,9
7	29	5,5	7,5	94,7	2,5	90,95
8	29	5,5	6,5	94,9	2,5	91,15
Среднее				95,6125	2,8375	91,35625

Регрессионные уравнений 2-го шага:

$$\varepsilon_A = 95,61 + 0,94X_1 + 0,163X_2 + 0,625X_3$$

$$\varepsilon_K = 2,83 + 0,081X_1 + 0,113X_2 + 0,005X_3$$

$$K_C = 91,35 - 0,028X_1 + 0,0063 X_2 - 0,0063X_3$$

Применение метода ПФЭ позволило определить оптимальный состав собирателя на основе мазута М-40, в котором доля дизельного топлива и МЭК составила 30 и 6%, соответственно (рисунок 6.4). Оптимальная дозировка собирателя составила 7 мг/40 мл жидкой фазы, что составляет 175 мг/л [78].

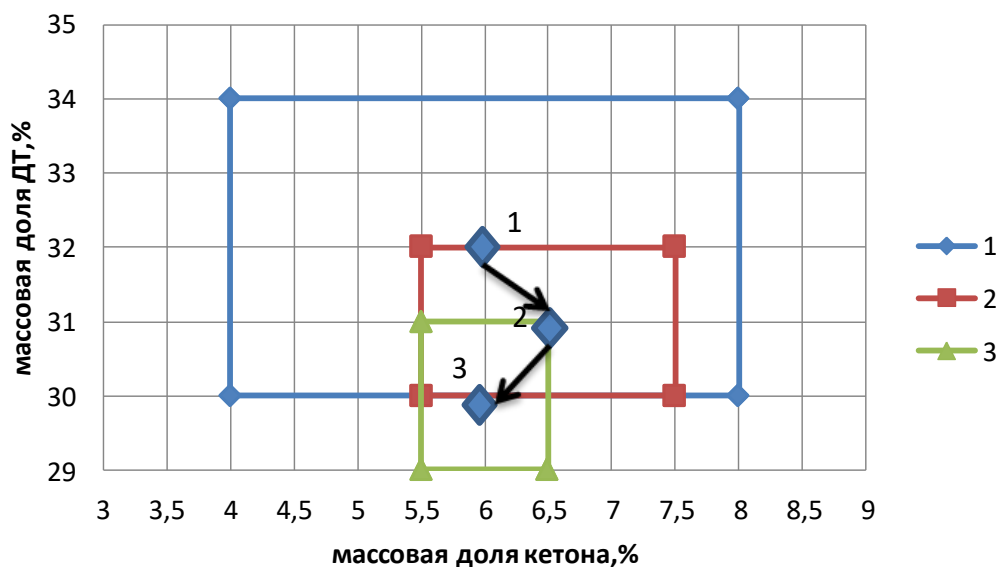


Рисунок 6.4 - Движение матрицы ПФЭ и область оптимальных параметров

6.3. Испытания собирателей с добавками алифатических кетонов на опытной автоматизированной установке пенной сепарации

Для уточнения оптимального состава собирателя в условиях одновременного добавления дизельного топлива и алифатических кетонов, с учетом их взаимного влияния были поставлены флотационные опыты с применением методики факторного эксперимента. С учетом ранее проведенных исследований в качестве центра матрицы был выбран следующий состав собирателя: Мазут М-40 – 65%, дизельное топливо – 32%, МЭК – 8% при концентрации собирателя 200 мг/л. Результаты экспериментов позволили определить оптимальный состав собирателя на основе мазута М-40, в котором доля дизельного топлива и МЭК составила 30 и 6%. Оптимальная дозировка собирателя составила 7 мг/40 мл = 175 мг/л.

Собиратели КСМ-1, КСМ-2, представляющие собой многокомпонентные собиратели на основе мазута М-40, дизельной фракции и кетонов, были испытаны на установке пенной сепарации института

«Якутнипроалмаз» АК «Алроса» (рисунок 6.5), работающей в близком к промышленному режиму (расход собирателя 1000 г/т, расход бутилового аэрофлота 50 г/т, расход вспенивателя – 150 г/т. Исходным питанием пенной сепарации являлась заранее приготовленная безалмазная проба кимберлита и алмазные кристаллы крупностью $-1,8 +1,5$ мм, извлеченные из исходного питания пенной сепарации ОФ №12 Удачинского ГОКа [85].



Рисунок 6.5 - Опытный пенный сепаратор

Порядок и условия проведения экспериментов заключались в следующем:

1. Объём воды в установке - 12л. В качестве водной системы использована минерализованная оборотная вода хвостохранилища ОФ № 3. В воду добавлялся реагент-вспениватель –ОПСБ (0,8 мл) и 2 капли мазута для стабилизации пенного слоя. Полученная таким образом оборотная водная система находилась в постоянном движении. Установившийся пенный слой поддерживался постоянным по объёму и высоте на протяжении

всех экспериментов Сепаратор работал в стабильном режиме с автоматическим регулирование подачи воды и воздуха (рисунок 6.6) [85].

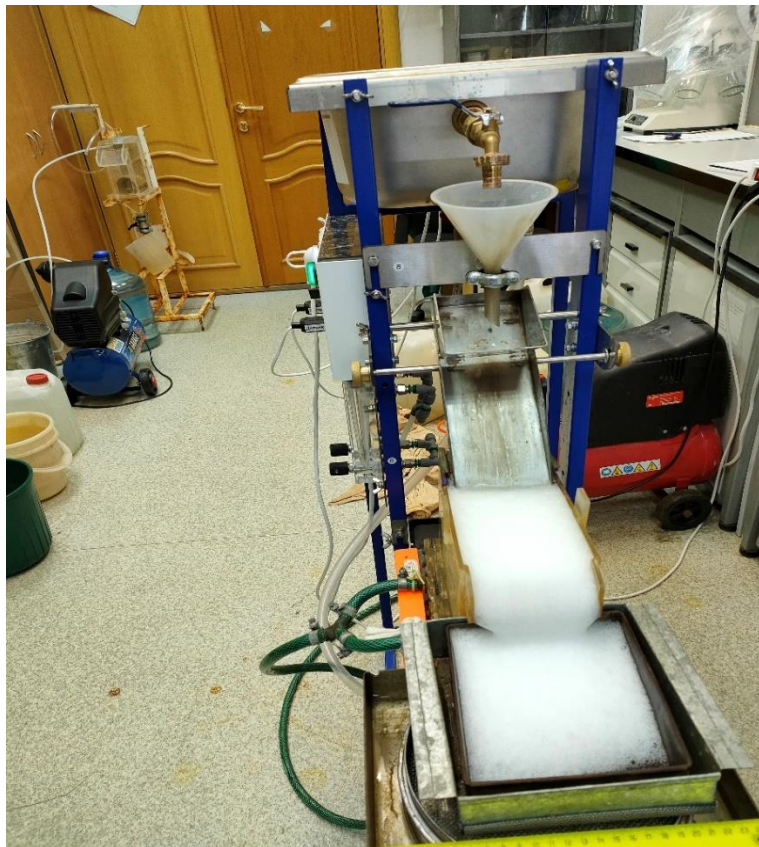


Рисунок 6.6 – Пенный сепаратор подготовлен к работе

2. В качестве предметов исследований использованы безалмазная проба кимберлита крупностью $-2\text{мм}+0,5\text{мм}$ (рисунок 6.7а) и алмазные кристаллы крупностью $-1,8\text{мм}+1,5\text{ мм}$ исходного питания пенной сепарации ОФ №12 Удачинского ГОКа (рисунок 6.7б).

Подготовленная навеска из 20 кристаллов алмазов и 30г кимберлитового материала заливалась небольшим количеством воды в соотношении Ж: Т – 0, 5:1, перемешивалась в течение 3 мин с целью обесшламливания и моделирования условий контакта алмазосодержащего концентрата с материалом и водой в мельницах самоизмельчения.

Образующиеся при этом тонкие шламы удалялись из навески путем декантации верхнего слоя воды.

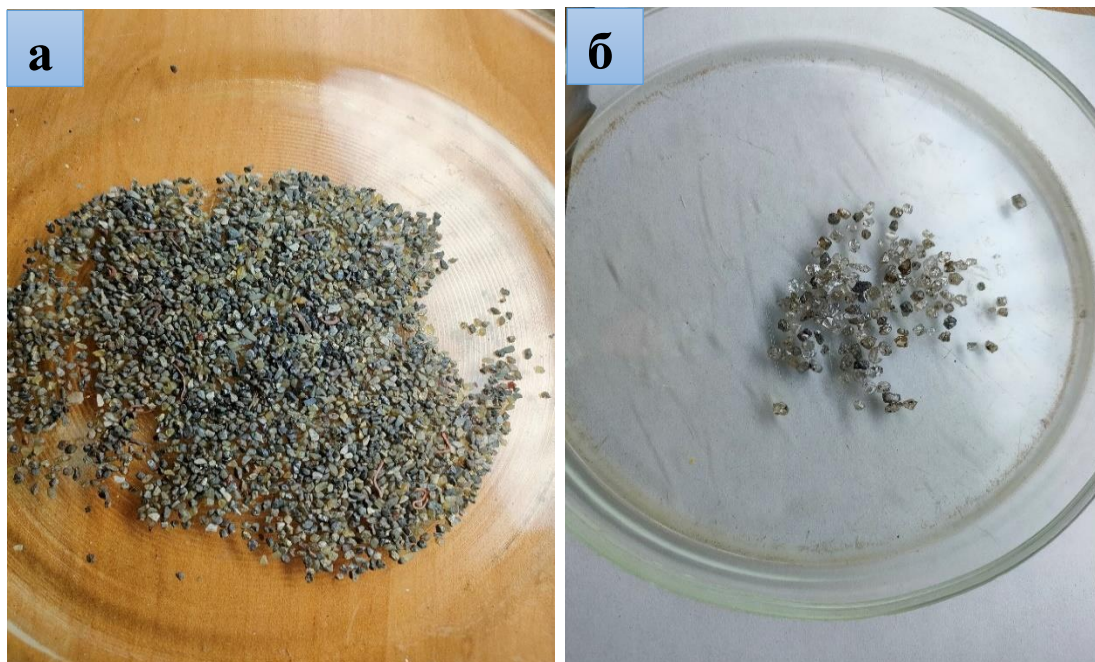


Рисунок 6.7 – Исходный кимберлитовый материал (а) и алмазные кристаллы (б)

3. В подготовленную после обесшламливания навеску подавался микрошприцем исследуемый реагент собиратель из расчета 900г/т и аэрофлот.

4. Обработанная в течение 1 минуты навеска медленно подавалась на приемный лоток сепаратора с помощью тонкой равномерной струи воды (рисунок 6.6). Время пенной сепарации (прохождения в пенном слое) всей навески составляло примерно 1 мин. По истечении времени пенной сепарации сотрудником лаборатории убирается на сушку приемник концентрата и приемник хвостов. После сушки производилась разборка концентрата и хвостов с извлечением алмазных кристаллов. Записывали в журнал число кристаллов в продуктах обогатления и вес безалмазного

кимберлитового концентрата. По данным производился расчет показателей выполненного эксперимента с занесением результатов в журнал [66,83].

Все работы, связанные с проведением экспериментов, разборкой алмазосодержащих продуктов выполнялись сотрудниками лаборатории СФМО и ООВ.

На рисунках 6.8-6.9 приведены примеры фотографий продуктов обогащения, полученных в процессе пенной сепарации алмазосодержащего материала с использованием в качестве собирателей исследуемых образцов реагентов. Обработка и разборка алмазосодержащего материала производилась сотрудником лаборатории.

После проведенной серии экспериментов на следующий день производилась полная замена водной системы с промывкой установки и запуск сепаратора в порядке, описанном выше.

Результаты стендовых испытаний показали, что в интервале температур 14-24⁰С достигается извлечение алмазов 90 – 95%. при селективности 82,2 – 89,25% [85].



Рисунок 6.8 – Хвосты пенной сепарации

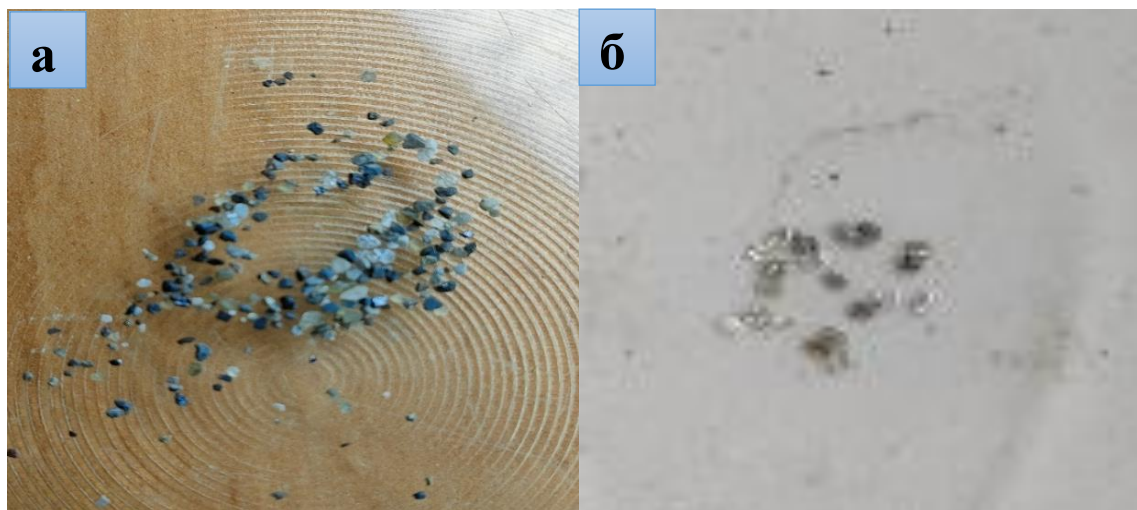


Рисунок 6.9 – Концентрат (а) пенной сепарации и алмазы (б),
извлеченные из концентрата пенной сепарации [66]

Таблица 6.5. Основные технологические показатели пенной сепарации

Реагент-собиратель	Извлечение алмазов в концентрат, %	Выход кимберлита в концентрат, %	Селективность, %
Мазут Ф-5	87,5	1,7	85,3
КСМ-1	90,0	6,0	82,2
КСМ-2	95,0	5,0	88,5

Требуемые показатели по извлечению алмазов в случае использования собирателей КСМ-1и КСМ-2 достигаются при существенно меньшем расходе (500 г/т) чем при использовании базового собирателя - флотского мазута Ф-5 (1000 г/т). Таким образом, решается задача снижения расхода собирателя и, соответственно, сброса нефтепродуктов в окружающую экосистему.

Оценка экономического эффекта от использования разработанного алгоритма и системы управления производилась на основе рассчитанного среднего снижения потерь алмазов при использовании реагентов КСМ-1 и

КСМ-2 на 5% [78]. Разработанные реагенты рекомендованы к проведению промышленных испытаний.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате проведенных исследований решена задача повышения эффективности пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов на основе применения многокомпонентных собирателей оптимального фракционного состава, обеспечившая повышение извлечения алмазов и сокращения расходов флотационных реагентов.

Основные выводы по работе.

1. Разработана экстракционно-спектральная методика определения концентрации и распределения собирателя в продуктах пенной сепарации алмазов включающая последовательную экстракцию из водной фазы и с поверхности алмазов органических компонентов в экстрагент и качественно-количественное определения соотношений низко-, средне- и высокомолекулярных фракций методами УФ и ИК спектроскопии.

2. Установлен механизм и условия эффективной гидрофобизации и флотации алмазов с применением собирателей на основе мазута и дизельного топлива, заключающиеся в устойчивом закреплении на поверхности алмазов высокомолекулярных фракций асфальтенов и нефтяных смол с высокой адсорбционной способностью, обеспечиваемой формированием коллоидно-дисперсных систем и мицеллярных растворов асфальтенов и нефтяных смол в среднемолекулярных фракциях.

3. Разработан новый методический подход к установлению фракционного состава собирателя, получаемого смешиванием различных нефтепродуктов, заключающийся в достижении заданных (оптимальных) соотношений между базовыми фракциями легких дистиллятов, нефтяных масел, смол и асфальтенов. Установлено, что наибольшее извлечение алмазов в концентрат пенной сепарации наблюдается при массовой доле

легких дистиллятов 36-40%, нефтяных масел - 38-42% и смол и асфальтенов - 20-24%.

4. Показано, что при использовании многокомпонентных собирателей оптимального фракционного состава на основе мазута М-40 (60-70%) и дизельного топлива (30-40%) достигается повышение извлечения алмазов на 1,7-2,5%, что позволило рекомендовать разработанные составы собирателя для эффективного извлечения мелких классов алмазов методом пенной сепарации.

5. Установлен эффект интенсивного диспергирования в водной фазе многокомпонентного собирателя на основе мазута М-40 с добавками реагентов класса алифатических кетонов, приводящий к образованию тонко диспергированной эмульсии с высокой адсорбционной способностью к поверхности алмазов, обеспечивающей эффективное закрепление собирателя и флотацию алмазов.

6. Предложены собиратели на основе мазута М-40, дизельного топлива и алифатических кетонов, обеспечивающие эффективную флотацию алмазов из алмазосодержащих продуктов. Испытаниями разработанных собирателей КСМ-1 и КСМ-2 на автоматизированной установке пенной сепарации показана возможность увеличения извлечения алмазов в концентрат на 2,5-7,5%. Разработанные собиратели рекомендованы для применения в циклах обогащения мелких классов алмазов пенной сепарацией.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Абрютина Н.Н. Современные методы исследования нефтей: Справ. -метод. пособие / Абрютина Н.Н. В. В. Абушаева, О. А. Арфьев и др. – Л.: Недра, 1984. – 431с.
2. Авдохин В.М. Основы обогащения полезных ископаемых. Технологии обогащения полезных ископаемых. – Т. 2, М: МГГУ, 2006. - С.162-164.
3. Алмазы России-Саха. Пятьдесят алмазных лет. – М.: «Российская политическая энциклопедия» (РОССПЭН), 2005. – 704 с
4. Алтунина Л.К. Определить состав и свойства нефтесодержащих флюидов рудника «Интернациональный» и разработать технические решения и рекомендации по их сепарации и использованию: отчет о НИР / Ин-т химии нефти; Док. 23/06. Томск, 2006. - 77 с.
5. Балек А.Е., Ефремов Е.Ю. Обоснование геомеханических условий подземной разработки алмазного месторождения «Трубка «Удачная» Известия вузов. Горный журнал. - 2017. - № 5. - С. 39-44.
6. Байченко А.А., Батушкин А.Н. Изучение собирательных свойств аполярных реагентов при флотации угольных шламов // Вестник Кузбасского гос. тех. университета. –2006. – № 2. – С. 29–30.
7. Бектурганов Н.С. Влияние модифицированных флотореагентов на селекцию медно-молибденового концентрата / Бектурганов Н.С., Тусупбаев Н.К., Семушкина Л.В. и др. // «Инновационные процессы комплексной и глубокой переработки минерального сырья»
8. Бергер Г.С., Орел М.А., Попов Е.Л. Полупромышленные испытания руд на обогатимость. - М.: Недра, 1984. - 230 с.

9. Богатырёва Г.П. Исследование гидрофильности и гидрофобности поверхности синтетических алмазов // Сверхтвёрдые материалы. - 1980. - № 2, - С.23-27.
10. Богданов, О.С. Справочник по обогащению руд. Основные процессы. / О.С. Богданов М.: Недра, 1983. – 381 с.
11. Богданов О.С., Максимов И.И., Поднек А.К., Янис Н.А. Теория и технология флотации руд. - М.: Недра, 1990.- 364 с.
12. Бочаров В.А., Игнаткина В.А., Пунцукова Б.Т. исследование применения ионогенных и неионогенных собирателей для повышения селективности флотации сульфидных руд // ГИАБ, 2009, № . -С.457-470.
13. Брагина В.И., Брагин В.И. Технология обогащения полезных ископаемых, Красноярск: Изд. ИПК СФУ, 2009. – 289 с.
14. Бурлуцкая И.П., Погорельцева И.В. Гидрогеологические условия утилизации оборотных вод хвостохранилища алмазодобывающего месторождения «Мир» в республике Саха-Якутия // Научные ведомости. Серия естественные науки / Белгородский государственный университет. - 2011. - №3 (98). – вып.4. - С.193 – 198.
15. Варфоломеев, Д. Ф. К вопросу о донорно-акцепторных взаимодействиях при растворении асфальтенов / Д. Ф. Варфоломеев, М. Ю. Доломатов, И. Р. Хайрудинов, Ф.Г. Унгер // Достижения в исследовании высокомолекулярных соединений нефти. –Томск, 1985. – с. 11.
16. Вахонина Т. Е. Оценка собирательных свойств отработанных минеральных масел при флотации угольных шламов / Т. Е. Вахонина, М. С. Клейн // При- родные и интеллектуальные ресурсы Сибири. Сибресурс-2010: Материалы XIII Междунар. науч.-практ. конф. ГУ КузГТУ. – Кемерово, 2010.- С. 136-138.
17. Вахонина Т.Е. Клейн М.С. Перспективы использования отработанных минеральных масел для производства флотореагентов //

Современные тенденции и инновации в науке и производстве Материалы IV международной научно-практической конференции. 2015. –С. 112-113.

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

19. Владимиров, В.М. Классификация кимберлитов и внутреннее строение кимберлитовых трубок / В.М. Владимиров, С.М. Костровицкий, Л.В. Соловьёва и др. – М.: Наука, 1981. – 136 с.

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

21. Галимова Г.А., Юсупова Т.Н., Ибрагимова Д.А., Якупов И.Р. Состав, свойства, структура и фракции асфальтенов нефтяных дисперсных систем.

22. Галишев М.А. Комплексная методика исследования нефтепродуктов, рассеянных в окружающей среде при анализе чрезвычайных ситуаций: Монография / Под общей редакцией В.С. Артамонова. СПб.: Санкт – Петербургский институт Государственной противопожарной службы МЧС России, 2004. – 157с.

23. Ганеева Ю. М., Юсупова Т. Н., Романов Г. В. Асфальтеновые наноагрегаты: структура, фазовые превращения, влияние на свойства нефтяных систем // Успехи химии. —2011. — Т. 80. — № 10. — С. 1034–1050.

24. Гладилович Д.Б. Флуориметрический метод контроля содержания нефтепродуктов в водах//Партнеры и конкуренты. – 2001. –№12. –С. 11–15.

25. Глембоцкий В.А., Дмитриева Г.М., Сорокин М.М. Аполярные реагенты и их действие при флотации. – М.:Недра,1968.

26. Гомеля Н.Д., Калабина Л.В., Хохотва А.П. Экстракционно-спектрофотометрический метод определения суммарного содержания нефтепродуктов в воде // Химия и технология воды. – 1999. – 21, №6. – С. 611–616.
27. Горнопромышленные Ведомости. Дата обращения: 13 января 2015.
28. Горячев, Б.Е. Современные методы оценки технологических свойств труднообогатимого и нетрадиционного минерального сырья благородных металлов и алмазов / Б.Е. Горячев, Т.В. Чекушина // Цветные металлы. – 2005. – №1. – С. 20-23.
29. Горячев Б.Е. Технология алмазосодержащих руд. М: МИСИС, 2010. - 326 с.
30. ГОСТ 3900-85. Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности. М.: «Изд-во стандартов», 2000.
31. ГОСТ 18481-81. Общие технические условия. Ареометры и цилиндры стеклянные. М.: Изд-во стандартов, 1983. – 22 с.
32. Григорьев А.А. Производство флотореагентов. Катализ и нефтехимия. — 2001. — № 9-10. с. 53-59.
33. Григорьев И.С. Физические величины: Справочник. - М.: Энергоатомиздат, 1991. – 543 с.
34. Громов, С.Л. Выбор анионита для эффективного удаления органических примесей из природной воды / С.Л. Громов // Энергосбережение и водоподготовка. – 2003. – №1. – С. 41-43.
35. Данилов Ю.Г. Совершенствование физико-химических методов извлечения алмазов // Горный журнал. - 1994. -№ 5. – С. 76-79.
36. Долматов, М. Ю. Спектроскопический метод определения молекулярной массы / М. Ю. Долматов, Л. М. Хашпер // Химия и технология топлив и масел. – 1991. – № 7. – С. 35–36.

37. Дытнерский Ю.И. Процессы и аппараты химической технологии, том 1, Москва, Химия, 2002, стр. 32-38, 93-95
38. Евдокимов, И.Н. Отсутствие аддитивности свойств нефтяных смесей / И. Н. Евдокимов, А.П. Лосев, А. А. Фесан // Бурение и нефть. – 2012. – № 1. – С. 27-28.
39. Елфимов Н.М., Бельшина Ю.Н., Клейменов А.В. Способ исследования нефти и нефтепродуктов методом люминесцентного анализа при решении задач диагностики и идентификации загрязнений, Вестник Воронежского института ГПС МЧС России №2(23) 2017,с 99-103; ISSN 2226-700X
40. Заскевич М.В. Смольников В.Т., Технология переработки алмазосодержащего сырья в компании "Алмазы Россия-Саха" // Горный журнал. - 1994. No 9. - С. 45-47.
41. Зинчук, Н.Н. Вторичные минералы кимберлитов / Н.Н. Зинчук, А.Д. Харьков, Ю.М. Мельник, Н.П. Мовчан. – Киев: Наукова Думка, 1993. – 282 с.
42. Злобин М.Н. Отчет изучение физико-химических и технологических свойств фракций нефтепродуктов с целью оценки их технологических свойств: информационный отчет о НИОКР / Якутнипроалмаз; Мирный, 1975. 79 с.
43. Злобин, М.Н. Технология крупнозернистой флотации при обогащении алмазосодержащих руд // Горный журнал. - 2011. - N 1. - С. 87-89.
44. 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.

45. Зырянов И.В. Разработка и внедрение реагентных режимов на основе более эффективных собирателей для обогащения алмазов крупностью -2 мм флотационным способом: отчет о НИОКР / Якутнипроалмаз; Тема 23-09-058. Мирный, 2010. 89 с.
46. Игнаткина В. А. Выбор селективных собирателей при флотации минералов, обладающих близкими флотационными свойствами / В. А. Игнаткина // Известия вузов. Цветная металлургия. - 2011. - N 1. - С. 3-10.
47. Использование озонированных отработанных моторных масел для флотационного обогащения углей // Кокс и химия. -2017. -№ 4. -С. 22-26.
48. Касаткин А.Г. Основные процессы и аппараты химической технологии, Москва, Альянс,2005, стр.23-27
49. Классен В.И., Мокроусов, В.А. Введение в теорию флотации. - М.: Металлургиздат, 1955. - 464 с.
50. Ковалева Л.А., Миннигалимов Р.З., Зиннатуллин Р.Р. Определение времени расслоения водонефтяной эмульсии в электромагнитном поле // Технологии нефти и газа. - № 2. – 2010. – С.20-21.
51. Кокина, А.А. Изучение вязкостных характеристик продукта компаундирования гудрона с нефтяными разбавителями // А.А. Кокина, В.А. Будник, А.Н. Морозов, А.В. Ситдикова и др. Нефтепереработка и нефтехимия. – 2010. – № 5. – С. 21-23.
52. Колганов В.Ф., Акишев А.Н. Коренные месторождения алмазов западной Якутии. Справочное пособие. - Новосибирск: Изд-во «ГЕО», 2011. 214 с.
53. Костровицкий, С.И. Атлас коренных месторождений алмазов Якутской кимберлитовой провинции / С.И. Костровицкий, З.В. Специус, Д.А. Яковлев, Г.С. Фон-дер-Флаас, Л.Ф. Суворова, И.Н. Богуш. – НИГП АК «АЛРОСА», г. Мирный; типография ООО «МГТ», 2016. – 480 с.

54. Краткий справочник физико-химических величин. Изд. 8 / под ред. Равделя А.А. и Пономаревой А.М. - Л.: Химия, 1983. - 232 с.
55. Кувыкин, В.И. Вязкость смеси углеводородов / В.И. Кувыкин, Е.В. Кувыкина // Естественные и математические науки в современном мире: сб. ст. по матер. XXXVIII междунар. науч.-практ. конф. – 2016 – №1 (37), Новосибирск: СибАК. – С. 46-51.
56. Кузина З. П., Мин Р. С., Самойлов В. Г. Сернисто ароматические концентраты нефти - эффективные аполярные реагенты. / Тез. доклада 2-го конгресса обогатителей стран СНГ. - М.: Альтекс. - 1999. - С 62.
57. 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.
58. Лавриненко А.А., Сирченко А.С. Использование высокомолекулярных сополимеров в качестве модификаторов при флотации углей различной стадии метаморфизма // ГИАБ. – 2009. –Т.14. --№ 12. – С. 249–262.
59. Левшин Л.В., Салецкий А.М. Люминесценция и ее измерение: Молекулярная люминесценция. М.: Издательство МГУ, 1989. – 272 с.
60. Леоненко И.И., Антонович В.П., Андрианов А.М., Безлуцкая И.В., Цымбалюк К.К., Методы определения нефтепродуктов в водах и других объектах окружающей среды (обзор) Методы и объекты химического анализа, 2010, т.5, №2, с.58-72
61. Лоскутова Ю.В., Прозорова И.В., Юдина Н.В. и др. Изменение реологических свойств высокопарафинистых нефтей под воздействием виброструйной магнитной активации // Инженерно-физический журнал -77, - 2004. -№ 5. -С. 146-150.

62. Лоскутова Ю.В., Юдина Н.В. Влияние магнитного поля на структурно-реологические свойства нефтей. // Известия Томского политехнического университета. -2006. -309, № 4. -С. 104-109.
63. Маланьин, М.И. Методы отбора и обработки проб при поисках месторождений алмазов / М.И. Маланьин, А.П. Крупенина, Б.И. Прокопчук. – М.: Недра, 1984. – 359 с.
64. Маршинцев, В.К. Вертикальная неоднородность кимберлитовых тел Якутии / В.К. Маршинцев. – Новосибирск: Наука, 1986. – 240 с.
65. Махрачев А. Ф., Ларионов Н. П., Савицкий В. Б. Новые направления в технологии обогащения алмазосодержащего сырья на предприятиях АК «АЛРОСА» // Горный журнал. 2005. № 7. С. 65–68.
66. Махрачев А. Ф., Двойченкова Г.П., Лезова С.П. Исследование и оптимизация состава компаундных собирателей для пенной сепарации алмазов // Горн. инф.-анал. бюлл. , 2018. -№11. С.178 – 185.
67. Махрачев А.Ф. Промышленная апробация метода повышения эффективности реагентного режима пенной сепарации алмазосодержащего сырья // Труды X Уральской горнопромышленной декады, 16 -25 апреля, Екатеринбург, 2012. -2012. С.
68. Махрачев А.Ф. Повышение эффективности реагентов-собирателей для флотации алмазов на основе виброструйной магнитной активации // Труды межд. конф. «Науч. основы и практика переработки руд и техногенного сырья. - Екатеринбург, 2018. – С. 122-126.
69. Мелик-Гайказян В.И. и др. О реальности гистерезисного и капиллярного механизмов действия реагентов при пенной сепарации. - Пенная сепарация (вып.2.), М., 1976 г., с.25-35
70. Мелик-Гайказян В.И., Емельянова Н.П., Юшина Т.И. Методы решения задач теории и практики флотации. Учебное пособие, М.:Горная книга, 2013. – 363 с.

71. 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.

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

73. 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.

74. Морозов В.В., Пестряк И.В., Коваленко Е.Г., Лезова С.П., Поливанская В.В. Повышение эффективности пенной сепарации алмазов на основе оптимизации состава собирателя и температурного режима // Горный информационно-аналитический бюллетень (научно-технический журнал). - 2022. - 8. - С. 135-147.

75. Морозов В.В., Лезова С.П. Применение комбинированных собирателей на основе нефтепродуктов для пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов // Горный информационно-аналитический бюллетень (научно-технический журнал). 2020. № 12. С. 137-146.

76. Морозов В.В., Двойченкова Г.П., Чантурия Е.Л., Лезова С.П. [и др.] Выбор органических компонентов люминофорсодержащих модификаторов спектрально-кинетических характеристик алмазов // Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья : материалы XXVIII Международной научно-технической конференции, проводимой в рамках XXI Уральской горнопромышленной декады, Екатеринбург, 06–07 апреля 2023 года / Уральский государственный горный университет ; Горно-металлургическая секция РАЕН; ООО

«Таилс КО». – Екатеринбург: ООО «Типография ФортДиалог», 2023. – С. 24-30.

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

78. Нефтепродукты. Методы испытаний. СССР: Государственные стандарты / Редактор М.Л.Элконица. – М.:Стандартгиз, 1959. – 856 с.

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

80. Отчет независимых экспертов о запасах и ресурсах месторождений алмазов группы компаний «Алроса» / «Майкон Интернэшнл Ко Лимитед», 2013. – 495 с.

81. Патраков Ю.Ф., Семенова С.А., Клейн М.С., Вахонина Т.Е. Петров А.А. Углеводороды нефти / М.: Наука, 1984. 266 с.

82. Пестряк И.В., Лезова С.П., Морозов В.В. Разработка методики определения количественного содержания нефтепродуктов в процессах пенной сепарации // В сборнике: Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья. Материалы XXVII Международной научно-технической конференции. Екатеринбург, 2022. С. 45-50.

83. Пестряк И. В. Выбор и обоснование состава собирателя для процесса пенной сепарации алмазсодержащего сырья / И. В. Пестряк, С. П. Лезова // Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья: материалы XXVIII Международной научно-технической конференции, проводимой в рамках XXI Уральской горнопромышленной декады, Екатеринбург, 06–07 апреля 2023 года / Уральский государственный горный университет; Горно-металлургическая секция РАЕН; ООО «Таилс КО». – Екатеринбург: ООО «Типография ФортДиалог», 2023. – С. 46-50

84. Петухов В.Н. Флотационная активность химических соединений различного состава и строения при флотации угля // Кокс и химия. 1982. - X27. -С.18-21.

85. 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

86. Поконова Ю.В., Гайле А.А., Спиркин В.Г.,и др. Химия нефти Под редакцией Сюняева З.И. — Л.: Химия, 1984. — 343 с.

87. Посадов И. А., Поконова Ю. В. И.В. Прозорова и др. Изменение реологических свойств нефтей под воздействием виброструйной магнитной активации. Автоматизация и информационное обеспечение технологических процессов в нефтяной промышленности. Изд. Томского университета, т No2, 2002г.

88. Романков П.Г., Фролов В.Ф., Флисюк О.М. Методы расчёта процессов и аппаратов химической технологии (примеры и задачи). – Санкт-Петербург: ХИМИЗДАТ, 2009. –544 с.

89. Рябой В. И. Проблемы использования и разработки новых флотореагентов в России/ Цветные металлы. -2011. -№3. – С.

90. Рябой, В. И. Развитие представлений о механизме действия реагентов на основе исследования принципов координационной химии и химии поверхностных явлений / В. И. Рябой // Мат. IV Конгр. обогат. стран СНГ. 2003. Т. 1. С. 121–123.

91. Савицкий Л.В. Разработка многокритериального метода выбора рациональных схем рудоподготовки и обогащения алмазосодержащих

кимберлитов // Автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук. М.:МГТУ. – 2010. - 23 с.

92. Сандомирская О.А., Беженарь Н.П., Шишкин В.А. Очистка поверхности поликристаллов сверхтвердых материалов от графита // Сверхтвёрдые материалы. - 1982. -№6. - С.12-14.

93. Смольников В.А., Бычкова Г.М., и др. Перспективные способы повышения флотуемости алмазов // Горный журнал. - 1999. -№5. - С. 33-36.

94. Совершенствование процесса доводки гравитационных алмазосодержащих концентратов на липких покрытиях / Отчет о НИР Якутнипроалмаз / Мирный, 1973. – 85 с.

95. Соложенкин П.М. Молекулярный дизайн флотореагентов, эффективных при флотации несulfидных руд // Цветные металлы. -2008. - №12. с. 28–32.

96. Сорокин М.М. Химия флотационных реагентов. Учебное пособие, М.: МИСиС, 1978. -127 с.

97. Справочник химика, т. I. - М.-Л.: Химия, 1966. – 402 с.

98. Степанова М.Н. Органические реагенты во флотации: учеб. пособие. – Пермь: Изд-во Перм. гос. техн. ун-та, 2009. – 53 с.

99. Строение, вещественный состав и особенности алмазоносности кимберлитов трубок «Мир» и «Айхал»: отчет о НИР / Иркутск: Иргиредмет, 1969. – 291 с.

100. Технологический регламент на проектирование схемы рудоподготовки и обогащения фабрики №3 с учетом обработки руды подземной добычи рудника «Мир»: Регламент. Мирный, 2006.- 72 с.

101. Ткачев О.А., Тугунов П.И. Сокращение потерь нефти при транспорте и хранении / М.: Недра, 1988. 118 с.

102. Трофимова, Э.А. Интенсификация прямой флотации железных руд применением кислого продукта электролиза воды технологических вод / Э.А. Трофимова, Х.У. Ковальчук, Г.П. Двойченкова // Совершенствование методов переработки минерального сырья. – М.: ИПКОН АН СССР, 1983. – С. 30-35.

103. Флотационная активность нефтяных реагентов для обогащения угольных шламов // Химия в интересах устойчивого развития – 9. – 2001. С.575-580.

104. 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.

105. Фрумкин А.Н. Физико-химические основы теории флотации // Успехи химии. - 1973. - Т. 42. - No2. - С. 323-342.

106. Харьков, А.Д. История алмаза / А.Д. Харьков, Н.Н. Зинчук, В.М. Зуев. – М.: Недра, 1987. – 601 с.

107. Харьков, А.Д. Коренные месторождения алмазов мира / А.Д. Харьков, Н.Н. Зинчук, В.М. Зуев. – М: Недра, 1998. – 555 с

108. 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. - No2 – С. 55 – 58.

109. Чантурия В.А., Двойченкова Г.П., Островская Г.Х., Махрачев А.Ф., Ковальчук О.Е. Модифицирование свойств и экспериментальная апробация водонефтяных эмульсий в качестве реагентов-собирателей для процесса пенной сепарации алмазосодержащего сырья // Руда и металлы, 2013, №5. – С.58-64.

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

111. 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.
112. Черепин В.Т., Васильев М.А. Методы и приборы для анализа поверхности материалов: Справочник. - Киев.: Наукова думка, 1981. - 328 с.
113. Шубов Д.Я., Иванков С.И., Щеглова И.К. Флотационные реагенты в процессах обогащения минерального сырья. – М.:Недра, 1990.
114. Anon O. Diamonds // Min. Ann. Review. 1983. - Pp. 119-120.
115. Buenrostro-Gonzalez E., Andersen S.I., Garcia-Martinez J.A. , Lira-Galeana C. Energy Fuels, 16, 732, 2002
116. Dabir S. Viswanath, Tushar K. Ghosh, Dasika H.L. Prasad, Nidamarty V.K. Dutt, Kalipatnapu Y. Rani Viscosity of Liquids: Theory, Estimation, Experiment, and Data. Springer, 2007. – 660 с.
117. Drzymala J. Mineral Processing/ Foundations of theory and practice of minerallurgy Wroclaw University of Technology. – 2007. -508 p.
118. 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. -No 2. -С. 317-326.
119. 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.
120. Chen, J. Determining the content of crude oils by using differential scanning calorimetry / J. Chen, J. Zhang, H. Li // Thermochemica Acta. - 2004. - Vol.410. - PP.23-26.

121. Evans L. Thalody B. P. Morgan J. D. Nicol S. K. Napper D. H. Warr Ion G. G. Flotation using carboxylate soaps: role surfactant structure and adsorption behavior. *Colloids and Surfaces*. 1995. V. 102. № 13. p. 81-89.
122. Fossen M., Sjøblom J., Kallevik H., Jakobsson J., Dispers J.. *Sci.Technol.*, 28, 193 (2007).
123. Gupta S.V. *Viscometry for Liquids: Calibration of Viscometers*. Springer, 2014. – 428 c.
124. Kaminski T.J., Fogler H.S., Wolf N., Wattana P., Mairal.Energy A. *Fuels*, 14, 25 (2000).
125. Morozov V.V., Kovalenko E.G., Dvoichenkova G.P., Pestryak I.V., Lezova S.P. Selection of collector composition and temperature conditions for diamond foam separation. *Journal of Mining and Metallurgy*, 58 A (1) (2022). - Pp. 21 – 28.
126. Nalwaya V., Tantayakom V., Piumsomboon P., Fogler S. *Ind.Eng. Chem. Res.*, 38, 964 (1999)
127. Priyanto S. Measurement of property relationships of nano-structure micelles and coacervates of asphaltene in pure solvent / S. Priyato, G. A. Mansoori, A. Suwono // *Chemical Engineering Science*. 2001 V. 56 P. 6933-6939.
128. Solozhenkin P.M. Prediction of efficiency of flotation collectors based on quantum chemical computations // Solozhenkin P.M., Solozhenkin O.I., Krausz S. *Proceedings of 26th International Mineral Processing Congress, 2012: -Pp. 5101-5112*.
129. Srdjan M. Bulatovic *Handbook of Flotation Reagents: Chemistry, Theory and Practice: Flotation of Sulfide Ores*. Elsevier Science & Technology Books. 2007. - 446 p.

130. Tojima M., Suhara S., Imamura M., Furuta A. Catal. Today, 43, 347 (1998).

131. Vorobjov N., K., Sokolova, V., P.: Application of froth separation process in beneficiation of nonferrous metals' ores and non-metallic minerals, as well as in combined flowsheets for concentration of oxidized iron ores // Minerals Processing Journal. -1. -2002. -Pp.16-19.

132. Zhang J. Kouznetsov D. Yub M. Improving the separation of diamond from gangue minerals // Minerals Engineering, Volumes 36–38, October 2012. - Pp. 168–171.

133. Ювелирные известия «Новые технологии обогащения алмазосодержащих руд» -2019 (<https://www.jewellerynews.ru/2019/02/novye-tehnologii-obogashheniya-almazosoderzhashhih-rud/22930/>)

134. Патент № 2110331, Российская Федерация, Способ обогащения минерального сырья/ Поликша А.М., Энтеентеев А.З., Чернов В.С., Папулов Л.М. МПК⁶ B03D 1/02, опубл. БИ №13, 1998 г. Заявка № 96110301/03 от 23.05.1996.

135. Патент № 4253944, US, Conditioner for flotation of oxidized coal, Robert E. Hefner, Jr., МПК B03D 1/02, опубл. 1981 г.

136. Патент № 4278533, US, Conditioner for flotation of oxidized coal, Robert E. Hefner, Jr. , МПК B03D 1/02, опубл. 1981 г

137. Патент № 2333801, Российская Федерация Способ флотации алмазосодержащих руд /Семенов П.Н., Захарова Г.А., Островская Г.Х., Ишуткина Е.С. /С2, 20.09.2008. Заявка № 2006121786/03 от 19.06.2006.

138. Сергиенко С.Р. Высокомолекулярные неуглеводородные соединения нефти/ Сергиенко С.Р., Таиманов Е.И., Талатаев Е.И. – М.: Наука, 1979. – с.270.

139. Унгер, Ф. Г. Фундаментальные аспекты химии нефти. Природа смол и асфальтенов / Ф. Г. Унгер, Л. Н. Андреева // Институт химии нефти

Сибирского отделения РАН. – Новосибирск: Наука. Сиб. издат. фирма РАН, 1995

140. Варфоломеев Д.Ф. К вопросу о донорно-акцепторных взаимодействиях при растворении асфальтенов / Варфоломеев Д.Ф., Доломатов М.Ю., Хайрудинов И.Р., Унгер Ф.Г. // Достижения в исследовании высокомолекулярных соединений нефти. –Томск, 1985 – С. 11

141. Карякин А.В., Грибовская И.Ф. Методы оптической спектроскопии и люминесценции в анализе природных и сточных вод. М: Химия, 1987. 304 с.

142. Карякин А.В. Грибовская И.Ф. Эмиссионный спектральный анализ объектов биосферы. М.: Химия, 1979. 207 с.



"АЛРОСА" акционерная компания **Акционерная компания "АЛРОСА"** **ALROSA**
(аһаһас акционернай уопсастыба) (публичное акционерное общество) Public Joint Stock Company

**Якутский научно-исследовательский и проектный институт
алмазодобывающей промышленности "Якутнипроалмаз"**
ул. Ленина, 39, г. Мирный, Республика Саха (Якутия), Российская Федерация, 678175
Тел: +7 (41136) 3-14-06 Факс: +7 (41136) 3-19-92
Email: institut-yna@alrosa.ru Сайт: www.ynalrosa.ru

№ _____
На № _____ от 18.11.2023г.

О испытаниях реагентов-собираателей КСМ-1
и КСМ-2 на установке пенной сепарации в
институте «Якутнипроалмаз» АК «АЛРОСА»

СПРАВКА

Результаты испытаний на установке пенной сепарации экспериментальных образцов реагентов-собираателей типа КСМ (разработка НИТУ МИСиС, авторы Пестряк И.В., Лезова С.П., Морозов В.В.), с использованием и качестве базового собирателя мазута флотского Ф-5 показали, что новые реагенты обладают требуемыми собирательными свойствами. Опытные реагенты-собираатели КСМ-1 и КСМ-2 обеспечили извлечение алмазов в процессе пенной сепарации 90 и 95%. В тех же условиях среднее извлечение алмазов с использованием в качестве базового собирателя мазута флотского Ф-5 составило 87,5%. Сравнение полученных результатов показало, что применение экспериментальных образцов собирателей позволяет повысить извлечение алмазов на 2,5-7,5%. В соответствии с полученными результатами опытные реагенты КСМ -1 и КСМ-2 рекомендованы к опытно-промышленному освоению на предприятиях АК «АЛРОСА».

Главный инженер

Заместитель директора по научной работе



Коваленко Е.Г.

Бабушкина А.Л.