

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

ЛЕЗОВА
Светлана Павловна

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

Специальность 2.8.9 «Обогащение полезных ископаемых»

Автореферат
на соискание ученой степени
кандидата технических наук

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

Москва - 2026

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

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. 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.

Задачи исследований

Для достижения цели диссертационного исследования были поставлены следующие задачи:

- 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 флотуемость 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 флотуемости.

2. Разработан новый методический подход к рассмотрению многокомпонентного собирателя на основе нефтепродукта, заключающийся в установлении и поддержании оптимальных соотношений между базовыми фракциями: легкие дистилляты /

нефтяные масла / смолы и асфальтены = 36÷40 / 38÷42 / 20÷24 (% масс.), обеспечивающих нахождение асфальтено-смолистых веществ в коллоидно-дисперсном состоянии, характеризующемуся высокой адгезионной способностью по отношению к алмазам.

3. Установлен эффект диспергирования реагентов-собирателей (мазатов 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 флотуемости алмазов.

Практическое значение работы и реализация результатов

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» от 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.; 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, 2017-2023 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, результатов 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.

Личное участие 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.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении к работе дана ее общая характеристика, доказана актуальность работы, сформулированы цель и задачи работы, научная и практическая значимость исследования, научные положения, выносимые на защиту. Охарактеризована обоснованность и достоверность научных положений и выводов и личный вклад автора в выполнение работы.

В первой главе рассмотрено современное состояние технологии обогащения алмазосодержащих кимберлитов с применением процесса пенной сепарации. Особое внимание уделено физико-химическим свойствам и составу нефтепродуктов: мазуты, водонефтяные эмульсии. Определены причины снижения технико-экономических показателей и обоснованы пути повышения эффективности обогащения.

Показано, что использование в качестве реагента-собираателя мазута Ф-5, водонефтяных эмульсий и их смесей с флотским мазутом, добавок дизельного топлива к мазуту Ф-5 до необходимого показателя вязкости смеси, ультразвуковая обработка получаемых комбинированных собирателей и т.д. не обеспечивает требуемых показателей пенной сепарации алмазов.

Ранее проведенными исследованиями показано, что на эффективность процессов флотации существенное влияние оказывают состав и свойства используемых многокомпонентных собирателей.

Обосновано, что разработка новых многокомпонентных собирателей для повышения извлечения алмазов, на основе подбора нефтепродуктов регулярного состава, установлении оптимального фракционного состава собирателя, обеспечивающего адгезионную активность по отношению к флотируемым алмазам, является актуальной научно-практической задачей.

Во второй главе рассмотрены объекты исследований, методы и методики изучения характеристик алмазосодержащего сырья, его взаимодействия с флотационными реагентами.

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

Применены следующие методы и методики: метод УФ спектроскопии для контроля концентрации многокомпонентных собирателей; методы ИК спектроскопии

для установления состава соединений, адсорбированных на поверхности алмазов; методика определения вязкости многокомпонентных собирателей; методики беспенной (трубка Халимонда) и пенной флотации для изучения флотуемости и флотоактивности алмазов и кимберлитов при разных реагентных режимах; метод экстракции собирателей из продуктов флотационного процесса; методики проведения технологических лабораторных флотационных исследований.

Третья глава посвящена изучению механизма закрепления собирателей на основе мазута и дизельного топлива на поверхности алмазов и закономерностей флотуемости алмазов.

Известно, что мазут в своем составе содержит различные фракции: смесь углеводородов с высокой молекулярной массой, нефтяных смол и асфальтенов, а дизельное топливо представляет собой смесь алканов (10–40 %), нафтенов (20–60 %) и ароматических бициклических углеводородов (15–30 %).

Процесс флотации проводился согласно схеме, представленной на рис.1. с собирателями - мазутом флотским Ф-5, дизельным топливом и их смесью. Результаты флотационных опытов (таблица1) показали, что обработка толуолом гидрофобизированных флотским мазутом алмазов приводит к резкому снижению их флотуемости – с 78,6% до 26% (таблица1, опыт 3). Последующая обработка алмазов дизельным топливом, восстанавливает их флотуемость до 72,2% (таблица 1, опыт 4).

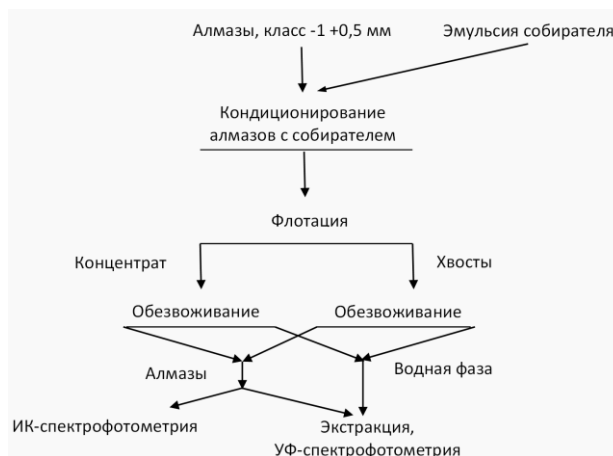


Рисунок 1. Схема опыта по флотации алмазов и исследования распределения собирателя по фазам флотационного процесса

Извлечение алмазов при флотации с использованием в качестве собирателя отдельно дизельного топлива составило 46,5%. Полученные результаты позволили сделать предположение, что наличие в составе мазута фракции нефтяных смол и асфальтенов обеспечивает более эффективную флотацию алмазов (таблица 1, опыты 1,2). Различие в флотуемости алмазов в опытах 3 и 4 (таблица1) показывает

важную роль углеводов предельного и ароматического ряда, относящихся к низко- и среднемолекулярным фракциям в собирателе, способствующих эффективному прилипанию алмазов к пузырькам воздуха.

Таблица 1. Распределение собирателя и извлечение алмазов в концентрат при различных режимах гидрофобизации

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

Для определения доли закрепившегося на алмазах собирателя и расшифровки компонентов собирателя, распределившихся по фазам флотационного процесса, нами была разработана комбинированная экстракционно-спектральная методика. Методика включала экстракцию собирателя из водной и твердой фаз флотационного эксперимента четыреххлористым углеродом (рисунок 1); определение суммарного количества экстрагированных веществ по калибровочной зависимости, получаемой для каждого состава многокомпонентного собирателя на УФ-спектрофотометре ПЭ-5400 УФ при облучении световым потоком с длиной волны 364 нм (рисунок 2а,б). Для установления компонентов собирателя, закрепившегося на алмазах и перешедшего в водную фазу, использовался метод ИК-спектрофотометрии как непосредственно кристаллов алмазов, так и полученных экстрактов.

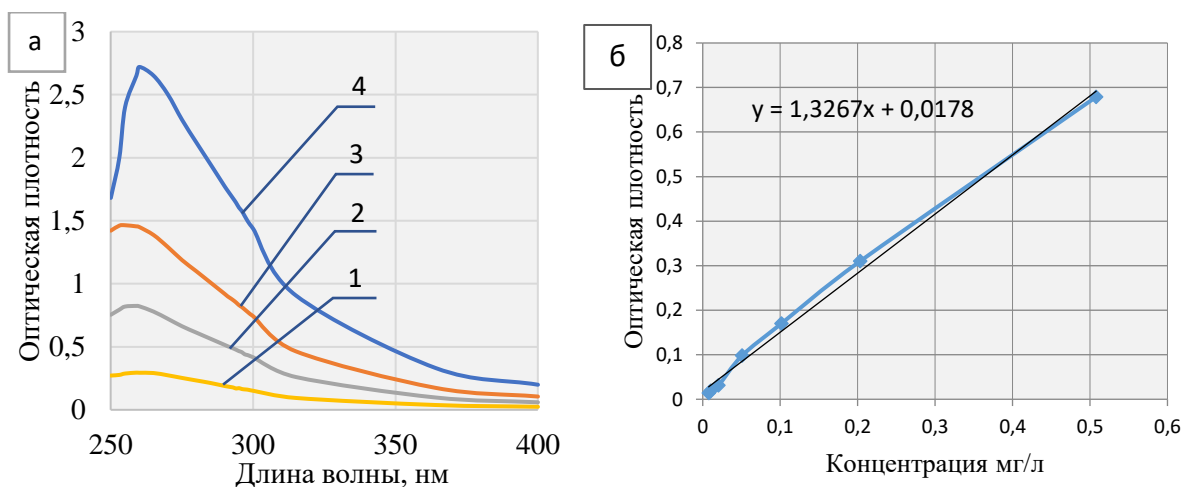


Рисунок 2. УФ- спектры мазута Ф-5 в CCl₄ с содержанием мазута Ф-5: 1 – 0,05 мг/л;

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)

Результаты спектральных исследований показали, при флотации мазутом Ф-5 в экстрактах из жидкой фазы и с поверхности сфлотированных алмазов концентрируются низкомолекулярные фракции, а на поверхности алмазов остаются высокомолекулярные смолистые вещества и асфальтены, обнаруживаемые по характеристическим пикам валентных колебаний С-С кольца полициклических и ароматических углеводородов при волновых числах 1617, 1462 и 1377 см^{-1} (рисунок 3 б,д). Они не удаляются с поверхности алмазов даже при использовании сильных органических растворителей, например, четыреххлористого углерода. Доля закрепившегося на поверхности алмаза собирателя составила 61% (таблица 1). Тогда как при использовании дизельного топлива эта величина достигает 34% (таблица 1). В экстракте с поверхности алмазов содержатся алифатические и ароматические углеводороды, что подтверждается поглощением в области 2700–3200 см^{-1} , обусловленным валентными колебаниями CH_3 - и CH_2 -групп боковых цепей ароматических углеводородов, а также связей С-Н ароматических соединений (рисунок 3 в,г).

Полученные результаты позволяют сделать вывод, что высокомолекулярные фракции многокомпонентного собирателя – асфальтены и нефтяные смолы - закрепляются на поверхности алмазов необратимо, образуя активные адсорбционные центры, являющиеся основой для закрепления остальных фракций используемого собирателя.

Результаты выполненных исследований позволяют предложить механизм взаимодействия собирателя на основе мазута с поверхностью алмаза. В случае использования в качестве собирателя ДТ на алмазной поверхности закрепляется его капля посредством сил межмолекулярного взаимодействия. Пузырек воздуха, подходя к твердой частице, взаимодействует с каплей. В турбулентных условиях капля отрывается с поверхности алмаза и закрепляется на пузырьке воздуха (рисунок 4 а).

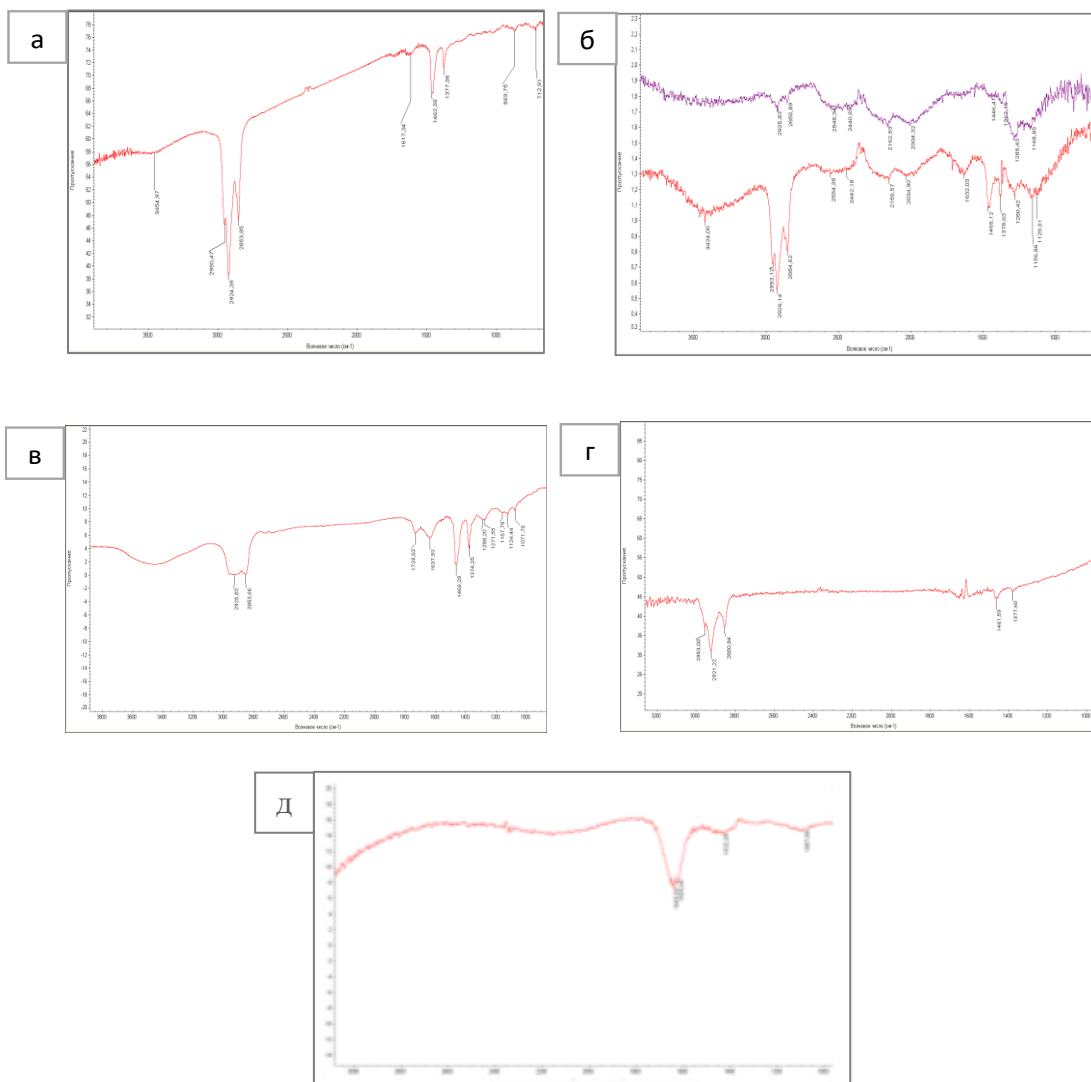
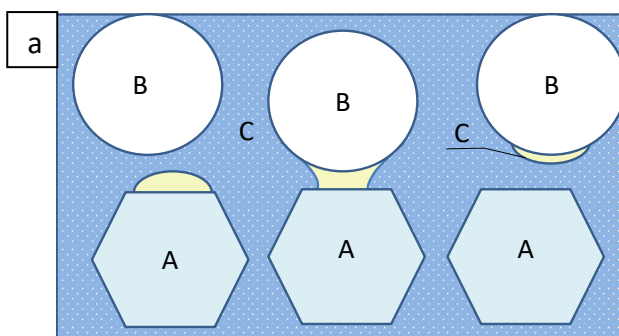


Рисунок 3. ИК-спектр собирателя - мазута Ф-5 (а), обработанных алмазов (б), экстракта из жидкой фазы (в) и экстракта с алмазов (г)

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 4 б).



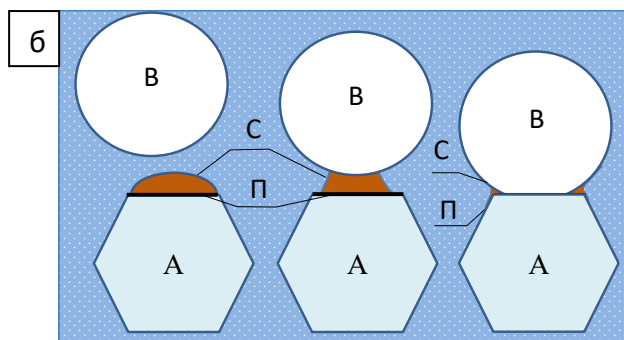


Рисунок 4. Механизм взаимодействия алмаза (А) с закрепившимся аполлярным собирателем (С) с пузырьком воздуха (В): а – с дизельным топливом без наличия пленки смол и асфальтенов на поверхности алмаза; б – с мазутом при наличии пленки смол и асфальтенов (П) на поверхности алмаза

Учитывая, что применяемые в настоящее время в качестве собирателей при флотации алмазов водонефтяные эмульсии и мазут Ф-5 характеризуются нестабильным составом, в качестве основы многокомпонентного собирателя предложено использовать мазут М-40, являющийся регулярным продуктом нефтепереработки и имеющим стабильный состав.

В четвертой главе представлены закономерности изменения реологических свойств и структуры реагента-собирателя на основе мазута М-40 при добавлении дизельного топлива (низко- и среднемолекулярных органических соединений).

Результаты анализа физико-химических свойств композиций мазута М-40 с дизельным топливом (ДТ) в различных массовых соотношениях показали, что по мере увеличения массовой доли дизельного топлива в композициях существенно снижаются значения динамической вязкости и плотности последних (таблица 2).

Таблица 2. 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	Доля собирателя, закрепившегося на алмазах, %
	М-40	ДТ				
1	100	0	1,053	135,6	+12	48,8
2	90	10	0,981	128,3	+5,3	52,4
3	80	20	0,956	71,7	-1,0	59,2
4	70	30	0,945	36,7	-5,2	63,4
5	60	40	0,935	23,6	-10,1	64,5
6	50	50	0,931	19,2	-17,2	56,2
7	40	60	0,914	14,2	-24,4	49,7
8	Мазут Ф-5		0,948	36,2	-6,0	61,5

Для установления влияния добавок средне- и низкомолекулярных органических веществ к мазуту М-40 на структуру получаемых композиций был применен метод комбинированной оптической УФ-ВИ-спектроскопии, позволяющий диагностировать наличие и определять условия растворения ассоциатов асфальтенов, находящихся в составе мазута М-40.

Анализ изображений тонкого слоя мазута М-40 и композиций на его основе в режиме комбинированного освещения показывает, что добавление фракции средне- и низкомолекулярных органических веществ приводит к уменьшению количества крупных образований и отдельных зерен размером менее 1 мкм за счет их перехода в коллоидную форму и последующего растворения.

При добавлении 10% дизельного топлива существенного разрушения ассоциатов нефтяных смол и асфальтенов не происходит (рисунок 5а, б). При разбавлении мазута М-40 на 20 и 30% наблюдается диспергирование ассоциатов с образованием коллоидных систем (рисунок 5в, г).

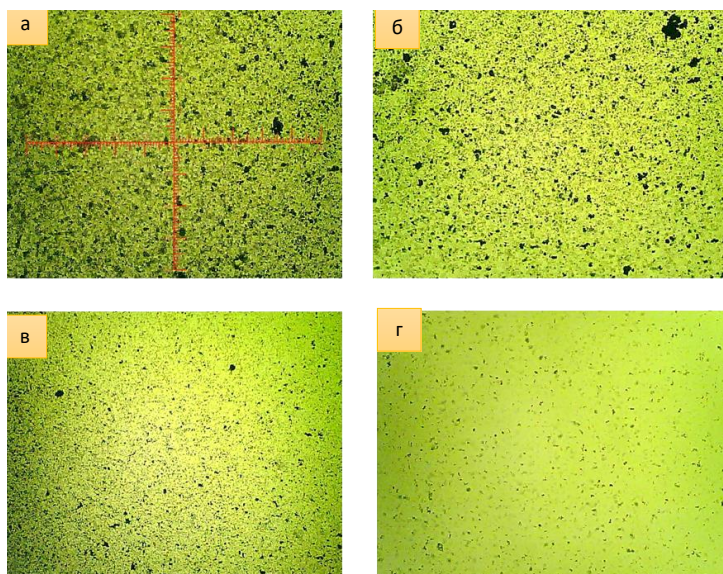


Рисунок 5. Снимки тонкого слоя мазута М-40 в режиме комбинированного освещения на микроскопе «Микромед-ЛЮМ» до (а) и после (б) разбавления дизельной фракцией. Массовая доля дизельной фракции: 10% (б); 20% (в), 30% (г)

При 50%-ном и более разбавлении смолы и асфальтены полностью переходят в молекулярное состояние (рисунок б).

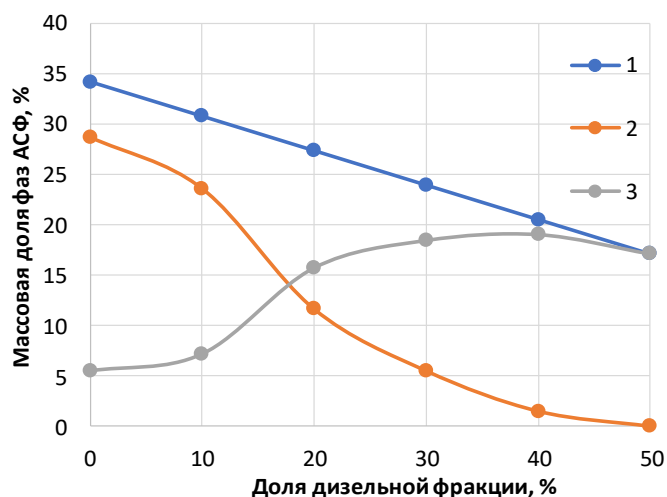


Рисунок 6. Изменение доли асфальтено-смолистых фракций при разбавлении мазута М-40 дизельной фракцией: 1 – расчетная; 2 – в твердой форме по результатам визиометрического анализа; 3 – в растворенной и эмульсионной форме

Асфальтено-смолистые вещества, находящиеся в коллоидной форме, обладают высокой адсорбционной и адгезионной способностью по отношению к минеральной поверхности. Так доля собирателя, закрепившегося на поверхности кристаллов алмазов, возрастает с 48,8 для чистого мазута до 63,4 и 64,5 при разбавлении мазута ДТ на 30% и 40% соответственно (таблица 2).

Однако, полное растворение асфальтенов и смол с образованием молекулярного раствора нецелесообразно, поскольку в избытке растворителя более термодинамически выгодным становится их нахождение в объеме растворяющей фракции. Что подтверждается снижением доли адсорбированного на поверхности алмаза собирателя до 49,7%.

В пятой главе представлены результаты установления и обоснования оптимального фракционного состава собирателя, характеризующегося высокой адсорбционной активностью к алмазам и обеспечивающего их эффективную флотацию.

Применяемые при пенной сепарации алмазов собиратели можно представить в виде дисперсной системы, включающей фракции легких дистиллятов (ЛД), нефтяных масел (НМ), смол и асфальтенов (СА). Состав такой системы может быть отражен на треугольной диаграмме, вершины треугольника которой ЛД, НМ и СА обозначают чистые фракции (рис.7). Каждая точка на стороне треугольника и на площади внутри диаграммы соответствует составу двухфракционной и трехфракционной смесей, соответственно.

В зависимости от соотношений фракций можно выделить области образуемых «мицеллярных растворов» (М), «коллоидно-дисперсных систем» (К-Д) и «смолисто-асфальтеновой дисперсии» (Д) (рисунок 7).

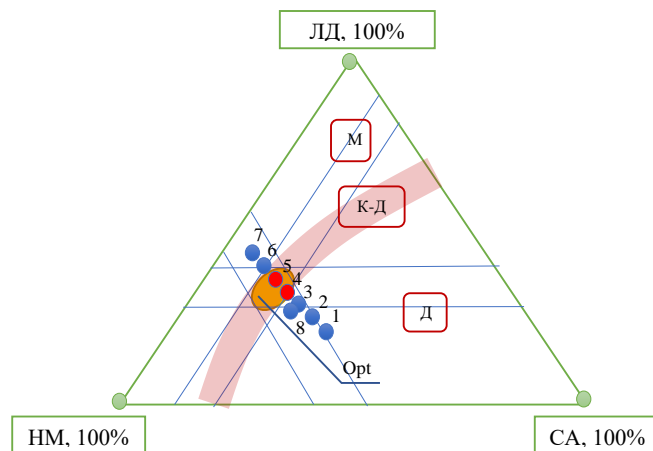


Рисунок 7. Треугольная диаграмма равновесия трехфракционной смеси ЛД, НМ и СА, где Д- дисперсная система СА в ЛД и НМ; К-Д - коллоидно-дисперсная система СА в ЛД и НМ; М - мицеллярный раствор СА в ЛД и НМ; Opt – область оптимального фракционного состава собирателя; 1-8 фракционный состав собирателя в опытах таблицы 3

Исследование влияния соотношения основных фракций в составе реагентов на их собирательную способность проводилось методом беспенной флотации на трубке Халлимонда. При флотации использовалась навеска алмазов крупностью от 0,5 до 1 мм, массой 200 мг. Расход собирателя при кондиционировании составлял 5,5мг (концентрация – 137 мг/л). Время флотации – 4 мин, общий расход воздуха - 50 мл. При предварительном кондиционировании алмазов собиратель использовался в виде эмульсии в водной фазе (объем водной фазы – 40 мл). В объем водной фазы добавляли полифосфат натрия.

Как видно из данных таблицы 3 наибольшее флотационное извлечение алмазов 92,5 и 93,5 % достигается при применении в качестве собирателя смеси мазута М-40 (60–70% масс.) с дизельным топливом (опыты 4,5 в таблице 3), что соответствует соотношению основных фракций в составе собирателя: ЛД /НМ / СА = (36-40) / (38-42) / (20-24) масс. %. При установленном соотношении собиратель находится в области перехода грубодисперсной системы в коллоидный раствор смол и асфальтенов в смеси легких дистиллятов и нефтяных масел (рисунок 7).

Таблица 3. Состав и характеристика собирателей, приготовленных на основе мазута М-40 и дизельного топлива (ДТ)

№	Состав композиции, масс.%		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		37,5	42,9	19,6	91,2

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

Анализ результатов флотации показывает, что максимальное извлечение алмазов в концентрат достигается при массовой доле ДТ в собирателе на основе Мазута М-40 от 30 до 40% (таблица 3)

Для определения оптимального состава собирателя на основе экономичного местного сырья - водонефтяных эмульсий, являющихся попутным продуктом алмазодобычи, был изучен фракционный состав эмульсий и их смесей с дизельным топливом.

Полученные результаты исследования фракционного состава водонефтяных эмульсий показали, что данные продукты существенно отличаются по массовым долям легких дистиллятов, нефтяных масел, также смол и асфальтенов (таблица 4) от мазута М-40. Водонефтяная эмульсия рудника «Удачный» ВНЭ-У характеризуется максимальной долей нефтяных смол и асфальтенов (до 45,8%). Водонефтяная эмульсия рудника «Интернациональный» ВНЭ-10 содержит существенно меньше этой фракции (28,8%).

Таблица 4. 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	28,8	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	45,0
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

Флотационные опыты, выполненные с применением ВНЭ, мазутов и смесей их с ДТ в различных массовых соотношениях друг с другом, 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 8).

Собиратели с рекомендуемым соотношением фракций были апробированы на стендовой установке пенной сепарации в режимах, близких к промышленным. Из полученных результатов видно, что 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 находиться на уровне или выше показателей, достигаемых при использовании мазута Ф-5 (таблица 5). 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.

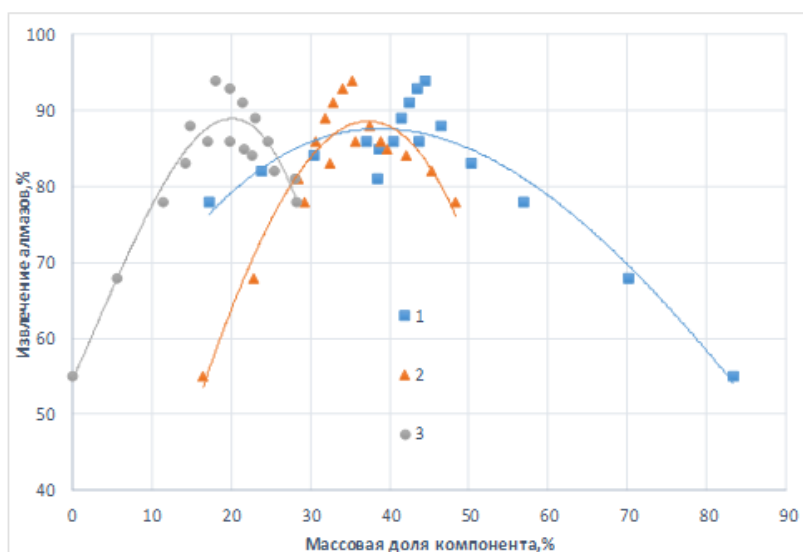


Рисунок 8. Зависимости извлечения алмазов от массовой доли основных фракций собирателя при использовании композиций: М-40 и ДТ; ВНЭ и ДТ; Ф5, где: 1 – легкие дистилляты; 2 – нефтяные масла; 3 – смолы и асфальтены

Таблица 5. 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	70,6	74,2	76,1	76,2

«Удачный» ВНЭ-У				
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

В главе 6 представлены результаты установления и обоснования состава собирателя на основе мазута М-40 с добавками низкомолекулярных органических соединений – алифатических кетонов для процесса пенной сепарации алмазосодержащего сырья.

В промышленной практике в процессах пенной сепарации алмазов поддерживается высокий расход собирателя, доходящий до 1000 и более г/т. Кроме увеличения затрат такой расход обуславливает повышенную негативную нагрузку на окружающую среду. Для образования устойчивой эмульсии нефтепродукта в водной фазе нами предложено тонко диспергировать мазут М-40 при помощи добавок органических масло- и водорастворимых веществ класса алифатических кетонов: диметилкетона (ДМК) и этилметилкетона (ЭМК), которые способны растворять высокомолекулярные компоненты нефтепродуктов – нефтяных смол и асфальтенов. Кетоны способствуют формированию тонко диспергированной адгезионно активной фазы с получением устойчивого коллоидного раствора. При переходе в водную фазу собиратель образует обратную эмульсию, диаметр капель в которой 10^{-7} м (рисунок 9б). Такие капли интенсивно закрепляются на поверхности кристаллов алмаза (рис.9в).

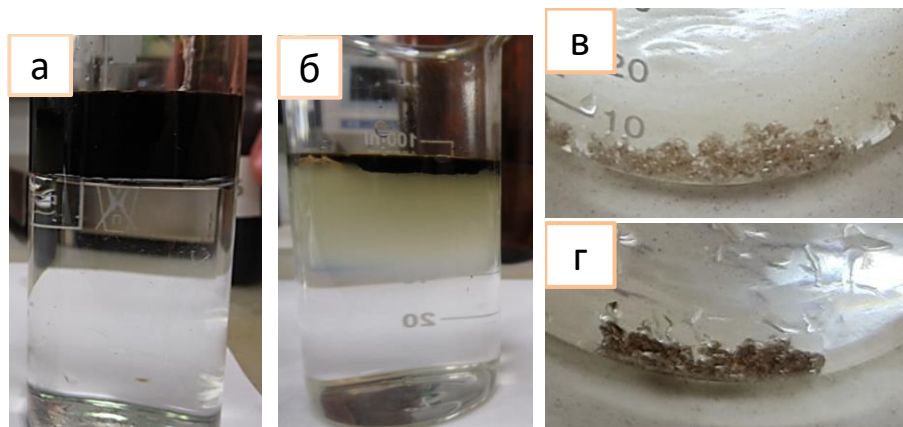


Рисунок 9. Эффект автодиспергирования собирателя с добавками алифатических кетонов в водном растворе (а, б) и визуальное подтверждение закрепление собирателя на алмазах (в, г): а, в – мазут М-40; б, г – реагент КСМ-1

Результаты измерений количества закрепившегося собирателя на поверхности алмазов подтверждают, что использование добавок кетонов в мазут М-40 с образованием собирателя КСМ-1 обеспечивает увеличение доли закрепившегося на алмазах собирателя до 87% (таблица 6). При этом доля собирателя, закрепившегося на минералах кимберлита, возрастает незначительно.

Таблица 6. Количество закрепившегося собирателя и извлечение алмазов в концентрат при беспенной флотации алмазов в трубке Халлимонта

№	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% ДТФ+15%ДМК	80	92,2
4	КСМ-2	Мазут М-40 + 20% ДТФ+15%ЭМК	87	92,5
5	КСМ-3	Мазут М-40 + 20% ДТФ+15%ДЭК	82	88,7

Анализ характера полученных зависимостей показывает, что максимальное извлечения алмазов при использовании многокомпонентного собирателя на основе мазута М-40 и алифатических кетонов достигается в области массовой доли фракции кетонов 8-20% (рисунок10).

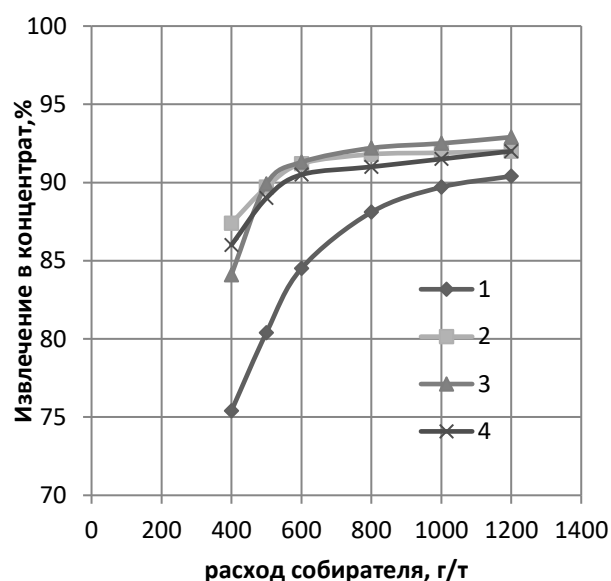
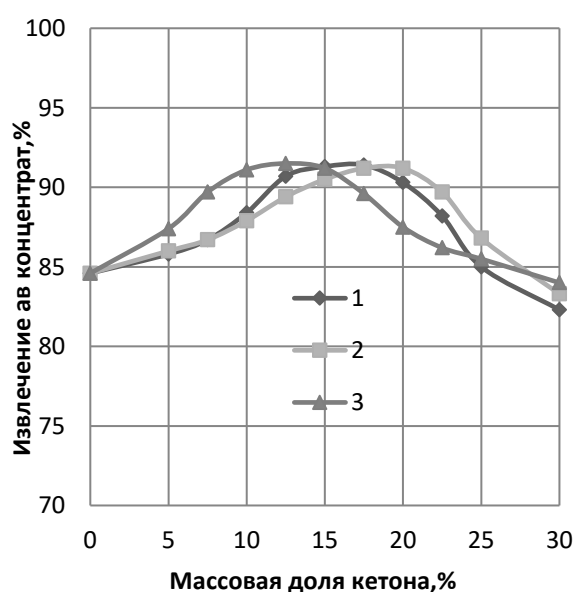


Рисунок 10. Извлечение алмазов при применении собирателей с различной массовой долей кетона: 1 – КСМ-1; 2 – КСМ-2; 3 – КСМ-3

Рисунок 11. Извлечение алмазов в пенной сепарации при применении собирателей: 1 – мазут М-40; 2 – КСМ-1; 3 - КСМ-2; 4 - КСМ-3

Результаты экспериментов подтвердили эффективность предложенного способа повышения адгезионной активности собирателя. Так при использовании собирателей КСМ-1 и КСМ-2 извлечение алмазов при стандартном расходе возрастает на 5-6% (рисунок 10). Базовое извлечение алмазов на уровне 90% достигается при существенно меньших расходах (500-600 г/т, рисунок 11), 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.

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 – 60%, 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 были испытаны на установке пенной сепарации института «Якутнипроалмаз» АК «Алроса», 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 +0,5 мм, извлеченные из исходного питания пенной сепарации ОФ №12 Удачинского ГОКа.

Результаты стендовых испытаний показали, что достигается извлечение алмазов 90 – 95%. при селективности 82,2 – 89,25%.

Таблица 7. Основные технологические показатели пенной сепарации

№	Реагент-собиратель	Извлечение алмазов в концентрат, %	Выход кимберлита в концентрат, %	Селективность, %
1	Мазут Ф-5	87,5	1,7	85,3

2	КСМ-1	90,0	6,0	85,2
3	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 2,5 – 7,5%. В пересчете на производительность секции и с учетом увеличения затрат на реагенты расчетный экономический эффект составит 17,5 млн. рублей. 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,

закрывающийся 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 работ по теме диссертации

Научные статьи в изданиях, рекомендованных перечнем ВАК РФ, WoS, Scopus

1. Махрачев А.Ф., Двойченкова Г.П., Лезова С.П. Исследование и оптимизация состава компаундных собирателей для пенной сепарации алмазов Горный информационно-аналитический бюллетень (научно-технический журнал). 2018. - 11. - С. 178-185.

2. 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.

3. 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.

4. Морозов В.В., Коваленко Е.Г., Двойченкова Г.П., Пестряк И.В., Лезова С.П. Современные направления повышения эффективности пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов // Горные науки и технологии. -2024. Т. 9. № 2. -С.134-145.

5. Морозов В.В., Коваленко Е.Г., Пестряк И.В., Лезова С.П. Повышение

эффективности закрепления аполярных собирателей на алмазах // Горный информационно-аналитический бюллетень (научно-технический журнал). - 2025. - 5. - С. 130-143.

Статьи и тезисы в рецензируемых журналах, научных сборниках и трудах конференций:

1. Махрачев А.Ф., Двойченкова Г.П., **Лезова С.П.** Исследование и применение компаундных собирателей для пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов // В сборнике: Новые классы флотационных реагентов и современные методы оценки их адсорбции на микро- и наночастицах минералов. Материалы Международного симпозиума "Плаксинские чтения - 2018". 2018. С. 37-40.

2. Лезова С.П., Морозов В.В. Оптимизация состава компаундных собирателей для пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов // В сборнике: Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья. Материалы XXV Международной научно-технической конференции. Екатеринбург, 2020. - С. 33-36.

3. Лезова С.П., Пестряк И.В. Выбор фракционного состава компаундных собирателей для пенной сепарации алмазов // В сборнике: Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья. Материалы XXVI Национальной научно-технической конференции. Екатеринбург, 2021. - С. 177-181.

4. Пестряк, И. В. Выбор и обоснование фракционного состава многокомпонентного собирателя для флотации алмазов / И. В. Пестряк, **С. П. Лезова** // Проблемы освоения недр в XXI веке глазами молодых : Материалы 15 Международной научной школы молодых ученых и специалистов, Москва, 25–28 октября 2021 года. – Москва: Институт проблем комплексного освоения недр РАН, 2021. – С. 291-294.

5. Morozov V.V., Kovalenko E.G., Dvoichenkova G.P., Pstryak 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.

6. 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.

7. Повышение эффективности люминофорсодержащей композиции на основе сульфида цинка с применением реагентов-гидрофобизаторов / В. В. Морозов, Е. Л. Чантурия, А. С. Тимофеев, **С. П. Лезова** // Современные проблемы комплексной и глубокой переработки минерального сырья природного и техногенного происхождения (ПЛАКСИНСКИЕ чтения – 2022) : материалы международной конференции, Владивосток, 04–07 октября 2022 года. – Владивосток: Дальневосточный федеральный университет, 2022. – С. 228-232.

8. Повышение эффективности закрепления люминофоров на алмазах с применением реагентов-гидрофобизаторов / В. В. Морозов, Г. П. Двойченкова, Е. Л. Чантурия, **С.П. Лезова** [и др.] // Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья : Материалы XXVII Международной научно-технической конференции, проводимой в рамках XX Уральской горнопромышленной декады, Екатеринбург, 07–08 апреля 2022 года. – Екатеринбург: ИП Русских А.В., 2022. – С. 266-270.

9. Выбор органических компонентов люминофорсодержащих модификаторов спектрально-кинетических характеристик алмазов / В. В. Морозов, Г. П. Двойченкова, Е. Л. Чантурия, **С.П. Лезова** [и др.] // 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.

10. Пестряк, И. В. Выбор и обоснование состава собирателя для процесса пенной сепарации алмазосодержащего 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

Результаты интеллектуальной деятельности

1. «Ноу – хау»: Пестряк И.В., Морозов В.В., **Лезова С.П.** Ноу-хау: Реагент-собиратель для флотации алмазов КСМ-А. Зарегистрировано в депозитарии НИТУ МИСИС №1-015-2021 ОИС от 09 марта 2021г.