




ОБОГАЩЕНИЕ, ПЕРЕРАБОТКА МИНЕРАЛЬНОГО И ТЕХНОГЕННОГО СЫРЬЯ

Научная статья

<https://doi.org/10.17073/2500-0632-2022-10-23>

УДК 622.7

Выбор температурных режимов кондиционирования и флотации алмазосодержащих кимберлитов компаундными собирателямиВ. В. Морозов¹   , Е. Г. Коваленко^{2,3} , Г. П. Двойченкова^{3,4}  , В. А. Чуть-Ды²¹ Университет науки и технологий МИСИС, г. Москва, Российская Федерация² Институт «Якутнпроалмаз», АК «АЛРОСА» (ПАО), г. Мирный, Российская Федерация³ Институт проблем комплексного освоения недр РАН (ИПКОН РАН), г. Москва, Российская Федерация⁴ Мирнинский Политехнический институт – филиал Северо-Восточного федерального университета им. М. К. Аммосова (МПТИ (Ф) СВФУ), г. Мирный, Российская Федерация dchmggu@mail.ru**Аннотация**

Условием устойчивого закрепления собирателя на поверхности алмазов и их флотации являются применение собирателей оптимального фракционного состава и выбор необходимого температурного режима технологических операций. С целью определения параметров режима флотации алмазов установлены закономерности фазовых переходов асфальтено-смолистых фракций при повышении температуры и разбавлении мазута Ф-5 дизельной технической фракцией. Показано, что увеличение температуры собирателя приводит к переводу асфальтено-смолистых фракций в растворенное и тонкодисперсное состояние. В еще большей мере решению задачи растворения асфальтено-смолистых фракций способствует добавление средне- и низкомолекулярных фракций нефти, например, дизельной технической фракции.

Показано, что реагенты КМ-10, КМ-14 и КМ-18, представляющие собой компаунды мазута Ф-5 с дизельной технической фракцией (10–18 % ДФ), характеризуются оптимальной вязкостью и способностью вытеснять водную фазу с поверхности алмаза, что обеспечивает возможность устойчивой гидрофобизации и высокую флотуемость алмаза. Выбран оптимальный температурный режим, который предполагает поддержание температуры в операции кондиционирования с собирателем +30–40 °С, при котором достигается максимальная склонность компаундных собирателей к селективному закреплению на поверхности алмазов, характеризуемая величиной краевого угла смачивания.

Флотационными опытами подтверждено, что наилучшие результаты достигаются при температуре среды +30–40 °С в операции кондиционирования и +14–24 °С при флотации. При +24 °С наилучшие результаты получены для относительно менее разбавленных мазутов КМ-10 и КМ-14, полученных разбавлением мазута Ф-5 дизельной технической фракцией с объемной долей разбавителя 10 и 14 %. Достигнутое извлечение алмазов при флотации на 3,8–4,5 % выше, чем при использовании базового собирателя – мазута Ф-5. При +14 °С лучше проявляет собирательные свойства мазут с большим разбавлением – КМ-18 с объемной долей дизельной технической фракции 18 %.

Оптимальные составы собирателя и режим подготовки питания и флотации апробированы на установке пенной сепарации, где показали возможность повышения извлечения алмазов в концентрат на 2,3–4,5 %. Даны рекомендации по применению теплового кондиционирования в цикле пенной сепарации и поддержанию температуры среды в операции кондиционирования +30–40 °С и в операции пенной сепарации +14–24 °С.

Ключевые слова

алмазы, кимберлиты, собиратель, фракционный состав, кондиционирование, смачивание, пенная сепарация, тепловая обработка

Для цитирования

Morozov V.V., Kovalenko E.G., Dvoichenkova G.P., Chut-Dy V.A. Selection of Temperature regimes for conditioning and flotation of diamond-bearing kimberlite with compound collectors. *Mining Science and Technology (Russia)*. 2022;7(4):287–297. <https://doi.org/10.17073/2500-0632-2022-10-23>



BENEFICIATION AND PROCESSING OF NATURAL AND TECHNOGENIC RAW MATERIALS

Research article

Selection of Temperature regimes for conditioning and flotation of diamond-bearing kimberlite with compound collectorsV.V. Morozov¹   , E.G. Kovalenko^{2,3} , G.P. Dvoichenkova^{3,4}  , V. A. Chut-Dy²¹ University of Science and Technology MISIS, Moscow, Russian Federation² Yakutniproalmaz Institute, ALROSA, 6 Lenina st., Mirny, Russian Federation³ Institute for Integrated Subsoil Development of the Russian Academy of Sciences (IPCON RAS), Moscow, Russian Federation⁴ Mirny Polytechnical Institute under the North-Eastern Federal University named after M. K. Ammosov, (MPTI (f) NEFU), Mirny, Russian Federation dchmggu@mail.ru**Abstract**

The condition for stable fixation of a collector on the surface of diamonds and their flotation is the use of collectors of the optimal fractional composition and the choice of the optimum temperature regime of the process. To determine the parameters of the diamond flotation regime, the regularities of the phase transitions of asphaltene-tar fractions at increasing temperature and diluting F-5 with technical diesel fraction were established. It was demonstrated that increasing the collector temperature leads to the transfer of asphaltene-tar fractions to a dissolved and finely dispersed state. To an even greater extent, dissolving asphaltene-tar fractions is facilitated by the addition of medium- and low-molecular weight fractions of oil, for instance, a technical diesel fraction.

It was revealed that the KM-10, KM-14, and KM-18 reagents, being compounds of F-5 fuel oil with technical diesel fraction (10–18 % DF), were characterized by optimal viscosity and ability to displace aqueous phase from a diamond surface, thus ensuring stable hydrophobization and high floatability of diamonds. The optimal temperature regime has been selected, which involved maintaining the temperature at the stage of conditioning with the collector at +30–40 °C, at which the maximum selective fixation of compound collectors on the diamond surface, characterized by the value of the limiting wetting angle, was achieved.

The flotation tests have confirmed that the best results are achieved at a temperature of +30–40 °C at the conditioning stage and +14–24 °C at the flotation stage. At +24 °C, the best results were obtained for the relatively less diluted KM-10 and KM-14 fuel oils obtained by diluting F-5 fuel oil with a technical diesel fraction at the diluent volume fractions of 10 and 14 %. The diamond recovery achieved in the flotation tests was 3.8–4.5 % higher than when using the traditional collector, F-5 fuel oil. At +14 °C, the highly diluted fuel oil, KM-18 with a volume fraction of 18 % of the technical diesel fraction, demonstrated better collecting abilities.

The optimal compositions of the collector and the regimes of feed preparation and flotation were tested at a foam separation unit. The tests showed that it is possible to increase diamond recovery into concentrate by 2.3–4.5 %. The recommendations are provided on the use of thermal conditioning in the foam separation cycle and maintaining the conditioning medium temperature at +30–40 °C and the foam separation temperature at +14–24 °C.

Keywords

diamonds, kimberlite, collector, fractional composition, conditioning, wetting, foam separation, heat treatment

For citation

Morozov V.V., Kovalenko E.G., Dvoichenkova G.P., Chut-Dy V.A. Selection of Temperature regimes for conditioning and flotation of diamond-bearing kimberlite with compound collectors. *Mining Science and Technology (Russia)*. 2022;7(4):287–297. <https://doi.org/10.17073/2500-0632-2022-10-23>

Введение

В процессе пенной сепарации, являющейся основным способом извлечения мелких алмазов из кимберлитов, в качестве собирателей используются различные нефтепродукты, включая нефть, мазут флотский Ф5, водонефтяные эмульсии [1, 2]. Изменение фракционного состава применяемых в качестве собирателя нефтепродуктов, колебания температуры флотационной пульпы часто приводят к ухудшению показателей пенной сепарации [3]. Основной причиной снижения извлечения является недостаточно

устойчивое закрепление аполярного собирателя на поверхности алмазов, обусловленное гидрофилизацией поверхности алмазов или неэффективной работой собирателей [3, 4]. Повышение устойчивости закрепления собирателя на поверхности алмазов и в итоге повышение их флотируемости может быть обеспечено применением методов восстановления природной флотируемости алмазов, выбором собирателей оптимального фракционного состава и поддержанием необходимого температурного режима операций кондиционирования и пенной сепарации [5–7].



Для решения задачи повышения эффективности пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов в настоящей работе исследовались физико-химические свойства и определялся оптимальный компонентный состав собирателей, а также выбирался температурный режим основных операций технологического процесса.

1. Методики исследований

Исследование структуры применяемых в качестве собирателя нефтепродуктов осуществляли методом комбинированной оптической микроскопии в ультрафиолетовом и видимом диапазоне света [8]. Снимки тонкого слоя нефтепродуктов получали на микроскопе Микромед-3-ЛЮМ. Визиометрический анализ и построение гранулометрических характеристик зерен асфальтено-смолистых фракций проводились с использованием программного пакета ВидеоТест 4.0 [9].

Для измерения вязкости реагентов применялся вибрационный вискозиметр SV-10 [10]. Важным преимуществом применяемых метода и прибора является возможность получения непрерывных зависимостей вязкости от температуры как в режиме остывания, так и в режиме нагревания пробы.

Для измерений краевого угла смачивания алмазов и кимберлита каплей собирателя в водной среде использовали прибор ОСА 15ЕС с USB-камерой и системой прямой дозировки жидкости SD-DM в комбинации с электронным дозирующим модулем ES [11]. При проведении исследований использовалась усовершенствованная методика измерений, описанная в соответствующем разделе статьи.

Для проверки собирательных свойств исследуемых нефтепродуктов и их смесей использовалась установка беспенной флотации – трубка Халлимонда с аэратором в виде пористого стекла (фильтра Шотта) [12]. Подготовка алмазов для экспериментальных исследований предполагала химическую очистку их поверхности, которая включала отмывку в четыреххлористом углероде, спирте, дистиллированной воде и обработку в концентрированном растворе соляной кислоты. Применялись индивидуальные минеральные пробы и смеси зерен алмазов и кимберлита отличающейся крупности. Полупромышленные тесты на наилучших собирателях в выбранных температурных режимах проводились на установке пенной сепарации ЛФМ-001С в институте «Якутнипроалмаз» с использованием промышленной оборотной воды. Конкретные условия экспериментов приведены в соответствующих разделах статьи.

2. Исследование влияния температуры и фракционного состава на структуру и вязкость нефтепродуктов

Температура среды в операциях кондиционирования исходного питания с флотационными реагентами и непосредственно в технологическом процессе является важным параметром режима пенной сепарации [7, 13]. Также важным фактором, определяющим показатели флотации алмазов, является структура применяемого собирателя, в частности, форма нахож-

дения адгезионно-активных высокомолекулярных фракций [14, 15]. Структура нефтепродуктов в наибольшей мере определяется соотношением низко- и высокомолекулярных фракций и температурой среды. Для обоснования оптимального температурного режима процессов кондиционирования и флотации алмазосодержащих продуктов были выполнены исследования по определению влияния температуры на структуру применяемого нефтепродукта на примере основного применяемого собирателя – мазута флотского Ф-5. При проведении исследований был изучен диапазон температур от -10°C до $+50^{\circ}\text{C}$, что обусловлено особенностями режима хранения и применения собирателя.

Для проведения физико-химических и технологических исследований были отобраны пробы мазута флотского Ф-5 и дизельной технической фракции. Предприятием ООО «Бологоенепетродукт» по методике, разработанной ИПКОН РАН, из промышленных продуктов были приготовлены компаундные собиратели, состоящие из мазута Ф-5 и дизельной технической фракции. Определение массовой доли асфальтено-смолистых фракций в исходном мазуте Ф-5 проводили с использованием стандартной методики по ГОСТ 2177-99 (ИСО 3405-88).

Анализ результатов исследований структуры собирателя показал, что при охлаждении мазута Ф-5 до температуры -10°C в нем выкристаллизовываются зерна асфальтено-смолистой фракции, кристаллы парафинов и конденсируются капли низкомолекулярных фракций нефти (рис. 1, а). При нагревании мазута флотского до температуры $+10^{\circ}\text{C}$ за счет взаимного растворения фаз исчезают капли низкомолекулярных фракций, а кристаллы асфальтенов и парафинов сохраняются в меньшем количестве (рис. 1, б). При нагреве до $+24^{\circ}\text{C}$ (рис. 1, в) оптически различаемые образования парафинов практически исчезают. При дальнейшем нагреве до $+50^{\circ}\text{C}$ парафиновые образования не обнаруживаются и уменьшается количество смол и асфальтенов (рис. 1, г).

Результаты оптико-визиометрического анализа гранулометрического состава зерен асфальтено-смолистой фракции, представленные в виде зависимостей массовой доли вещества в твердом и растворенном фазовом состоянии от температуры, показали закономерность их диспергирования и растворения при повышении температуры. Как видно из рис. 2, массовая доля зерен асфальтено-смолистой фракции оптически различимой крупности ($+0,1\text{ мкм}$) снижается с 28,1 % при температуре -10°C до 20,2 % при температуре $+50^{\circ}\text{C}$.

Анализ гранулометрических характеристик зерен асфальтено-смолистой фракции в интервале 0,1–10 мкм показывает, что нагрев реагента ведет к пропорциональному растворению как крупных, так и мелких зерен, вследствие чего гранулометрическая характеристика фракции меняется незначительно.

Таким образом, полученные результаты показывают, что повышение температуры способствует растворению фракции смол и асфальтенов. Для максимального растворения асфальтенов в низкомолекулярных фракциях необходим подогрев до $+40\text{--}50^{\circ}\text{C}$.

Изменение структуры нефтепродуктов при добавлении низкомолекулярных углеводородных фракций нефти, например, дизельной технической фракции, является хорошо известным способом регулирования их физико-химических свойств [2, 16]. При использовании мазутов в качестве собирателей применение добавок дизельной технической фракции или ее аналогов (дизельного топлива, судового топлива, бытового светлого топлива) обеспечивает не только необходимые свойства, например, уменьшение температуры застывания, но и повы-

шает его собирательные свойства по отношению к алмазам [17].

Разбавление мазутов низкомолекулярными фракциями нефтепереработки вызывает существенное снижение вязкости, температуры застывания и вспышки. Причиной изменения физико-химических свойств нефтепродуктов при изменении их фазового состава являются процессы изменения дисперсной структуры нефти, включая фазовое состояние высокомолекулярных компонентов, в первую очередь асфальтено-смолистой фракции [18].

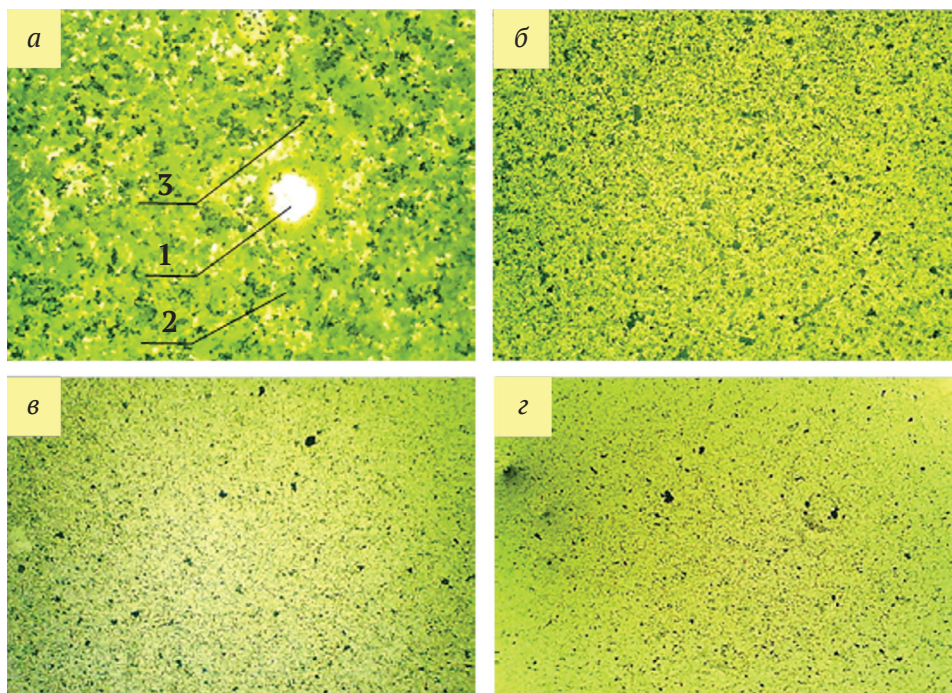


Рис. 1. Снимки тонкого слоя мазута Ф-5 в режиме комбинированного освещения на микроскопе Микромед-3-ЛЮМ после охлаждения до температуры $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ (а), подогрева до температуры $+10\text{ }^{\circ}\text{C}$ (б), $+24\text{ }^{\circ}\text{C}$ (в) и $+50\text{ }^{\circ}\text{C}$ (г):
1 – капли низкомолекулярных фракций; 2 – кристаллы насыщенных углеводородов (парафинов);
3 – зерна асфальтено-смолистых фракций

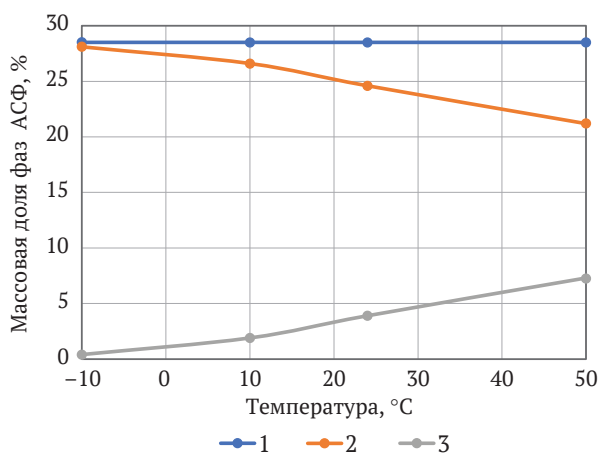


Рис. 2. Изменение доли фаз асфальтено-смолистых фракций (АСФ) при изменении температуры среды:
1 – общая; 2 – в твердой форме по результатам визиометрического анализа;
3 – в растворенной и эмульсионной форме (как разность первых двух значений)

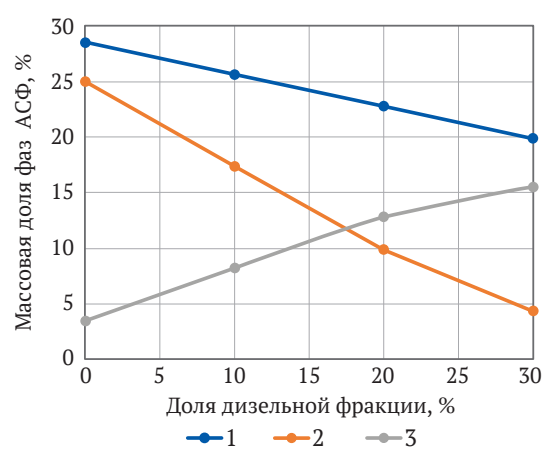


Рис. 3. Изменение доли фаз асфальтено-смолистых фракций (АСФ) при разбавлении мазута Ф-5 дизельной фракцией:
1 – общая; 2 – в твердой форме по результатам визиометрического анализа; 3 – в растворенной и эмульсионной форме

Результаты визиометрического анализа фазового состава фракции асфальтенов и смол, представленные в виде зависимостей доли типов асфальтено-смолистых фракций при разбавлении мазута Ф-5 дизельной фракцией, показали существенное влияние добавок низкомолекулярных углеводородов на структуру нефтепродукта. Результаты оптико-визиометрического анализа показывают, что доля асфальтено-смолистых фракций с размером более 0,1 мкм (фиксируемого при используемой методике) при разбавлении до 30 % дизельной фракцией уменьшается с 25 до 4,5 %. С учетом естественного уменьшения массовой доли фракции смол и асфальтенов при разбавлении их доля в тонкодисперсной, коллоидной и растворенной форме увеличивается с 3,7 до 15,7 абсолютных или с 13,0 до 55,1 относительных процентов (рис. 3).

Анализ полученных результатов показывает, что разбавление мазутов низкомолекулярными фракциями является наиболее действенным фактором в отношении растворения фракции смол и асфальтенов.

Другой характеристикой нефтепродуктов, от которой существенно зависит эффективность взаимодействия собирателя с алмазом, является вязкость. Как показано в работе [2], наилучшие результаты пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов достигаются при использовании компаундов мазута с дизельным топливом или водонефтяными эмульсиями в интервале вязкости 12–19 мПа·с (для стандартной температуры измерения +50 °С).

Вязкость мазутов существенно зависит от температуры и их фракционного состава. Как видно из данных табл. 1, снижение температуры мазута от +50 до +14 °С приводит к увеличению вязкости в несколько раз. Проведенными исследованиями на приборе SV-10 было показано, что при стандартной температуре +50 °С вязкость применяемых в качестве собирателей нефтепродуктов изменяется от 12,3 до 119 мПа·с. При обычной для процесса пенной сепарации температуре +14 °С вязкость возрастает в несколько раз и изменяется в интервале 32,2–1100 мПа·с. При снижении температуры до +10 °С прямогонный мазут и мазут М-40 застывают. Мазут Ф-5 достигает вязкости более 1000 мПа·с.

Анализ данных табл. 1 показывает, что фабричные мазуты обладают более высокой вязкостью (32,5–119 мПа·с), чем было рекомендовано в работе [14]. Приемлемыми характеристиками обладает компаунд мазута Ф-5 с 10% дизельной фракции (вязкость 12,3 мПа·с, табл. 1). Варьирование степени разбавления мазутов низкомолекулярными нефтепродуктами позволяет достичь различных значений вязкости, лежащих в пределах рекомендованного диапазона от 12,3 до 119 мПа·с.

Таким образом, результаты исследований показали, что изменение температуры и разбавление низкомолекулярными фракциями являются действенными факторами регулирования структуры асфальтено-смолистых фракций мазута и его физико-химических свойств.

Таблица 1

Вязкость нефтепродуктов при различных температурах

Продукт	Температура, °С			
	+50	+25	+14	+10
Мазут прямогонный	119,0	155,0	1100	Застыв.
Мазут М-40	72,0	119,0	158,5	Застыв.
Мазут Ф-5	32,5	64,5	119,6	1090
Мазут Ф-5 + 10% ДФ	12,3	17,5	32,2	45,2
Дизельная фракция	0,98	1,64	3,6	5,8

3. Исследование влияния температуры на взаимодействие алмазов и минералов с реагентом-собирателем

Наиболее информативным, оценивающим способность реагентов закрепляться на поверхности минералов, является метод измерения трехфазных краевых углов смачивания. Для системы минерал – капля собирателя – водная фаза (рис. 4) измеряемый краевой (трехфазный) угол смачивания определяется соотношением олеофильности (увеличение угла смачивания) и гидрофильности (снижение краевого угла) поверхности минерала [18].

Для адекватного воспроизведения реальных условий технологического процесса был применен усовершенствованный метод эксперимента, который включал предварительное смачивание минерального образца тонким слоем воды, нанесение на смоченную поверхность капли собирателя и увеличение уровня жидкости выше поверхности образца. В таких условиях имитируется как процесс закрепления собирателя на минерале в процессе кондиционирования (рис. 5, а), так и его отрыв при действии внешних факторов (влияния разности плотности собирателя и водной фазы или гидродинамического отрыва). Распределение собирателя между поверхностью образца и поверхностью водной фазы (части собирателя, всплывшие в силу разности удельных весов воды и собирателя, рис. 5, б), приводит к сохранению на гидрофобном образце капель собирателя с формированием равновесного краевого угла смачивания или полному отрыву капли собирателя с гидрофильного минерала.

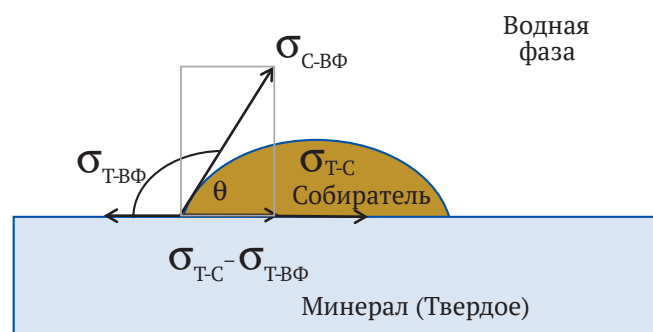


Рис. 4. Схематическое изображение капли собирателя на минерале в кювете, заполненной водной фазой

При обработке кимберлита, являющегося полиминеральным образованием, наблюдается фрагментарное закрепление собирателя на природно-гидрофобных минералах – составляющих кимберлита.

Перед проведением измерений исходный образец (алмаз или кимберлит) замачивался в оборотной воде в контакте с воздухом на один час, после чего проводились охлаждение или нагрев кюветы с минеральным образцом в условиях термостатирования до +10–70 °С, чем обеспечивалось поддержание образца и проведение экспериментов по измерению краевых углов смачивания в диапазоне температур +14–60 °С.

Состав оборотной воды соответствовал оборотной воде ОФ №3 Мирнинского ГОКа. В качестве собирателя применяли мазут Ф-5. Результаты исследований показали слабовыраженную зависимость краевого угла смачивания от температуры водной среды. Краевой угол смачивания, характеризующий гидрофобность алмаза и его склонность к взаимодействию с собирателем, плавно возрастает в интервале температур +14–40 °С. Разность краевых углов при температуре +14 и +40 °С составила 3–5 град (табл. 2). Дальнейшее увеличение температуры не приводит к росту краевого угла смачивания.

Гидрофобные минералы кимберлита (флогопит, тальк и др.), как и алмаз, слабо увеличивают гидрофобность с повышением температуры. На гидрофильные минералы кимберлита (оливин, кальцит) повышение температуры действует положительно, уменьшая их гидрофобность вплоть до прекращения удерживания капли на поверхности минерала при температуре +30 °С и более (табл. 2). На поверхности шлифа кимберлита в большинстве случаев происходит отрыв капли, и мазут закрепляется лишь на отдельных участках поверхности, которые представлены включениями природно-гидрофобных минералов преимущественно слоистых алюмосиликатов. Имеет место полный отрыв капли от поверхности минерала при меньших (+14–30 °С) и максимальных (+60 °С) температурах.

Анализ полученных результатов дает основания предположить, что оптимальный температурный режим операции кондиционирования с собирателем предполагает поддержание температуры в операции кондиционирования +30–40 °С, когда достигается максимальная склонность собирателя к закреплению на поверхности алмаза (отождествляемая с максимальной краевым углом смачивания) и не происходит существенного роста склонности собирателя к закреплению на минералах кимберлита.

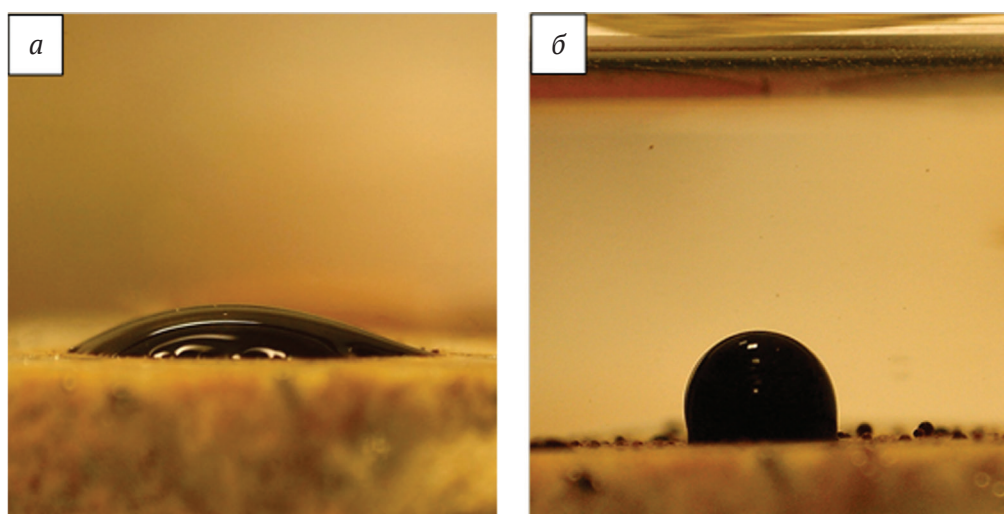


Рис. 5. Изображения капли мазута Ф-5 на поверхности флогопита:
 а – на смоченном шлифе; б – после подъема уровня воды

Таблица 2

Изменение краевых углов смачивания алмаза и минералов кимберлита каплями мазута Ф-5 при увеличении температуры

Температура среды, °С	Краевой угол смачивания на минералах, град				
	Алмаз	Флогопит	Кимберлит	Кальцит	Оливин
+14	91–95	52–67	Отрыв	42–53	45–55
+24	92–97	54–68	Отрыв	40–50	40–55
+30	94–101	55–65	Отрыв	Отрыв	Отрыв
+40	94–100	57–66	Фрагментарно, 45–75	Отрыв	Отрыв
+50	91–96	58–68	Фрагментарно, 40–75	Отрыв	Отрыв
+60	90–93	60–70	Отрыв	Отрыв	Отрыв



4. Исследование влияния температуры в технологических операциях на флотацию алмазов из кимберлитов

Изменение флотируемости алмазов при варьировании температуры кондиционирования с реагентом-собирателем изучалось по результатам флотационных опытов на трубке Халлимонда при температуре кондиционирования и флотации +10, +14 и +24 °С. Выбранный интервал температур соответствует условиям пенной сепарации на промышленных предприятиях в различное время года. При проведении исследований использовали мазут флотский Ф-5 производства ООО «Бологоеннефтепродукт» и его компаунды с дизельной технической фракцией.

С учетом результатов проведенных исследований для операции кондиционирования исходного питания с собирателем была выбрана температура +30 °С. Требуемая температура в процессе флотации (+10–24 °С) достигалась путем добавления водной фазы с температурой +6–24 °С. Анализ результатов опытов показал, что максимальное извлечение алмазов в концентрат достигается при температурах +14 и +24 °С. При +14 °С наилучшие результаты получены для разбавленных мазутов КМ-10 и КМ-14, полученных разбавлением мазута Ф-5 дизельной фракцией с объемной долей дизельной фракции 10 и 14 % (извлечение 78,4 и 77,9 % соответственно), что на 3,8–4,5 % выше, чем у наилучшего базового собирателя – мазута Ф-5 (табл. 3).

Таблица 3

Извлечение алмазов при флотации с использованием в качестве собирателей мазута флотского Ф-5 и его компаундов с дизельной фракцией (ДФ) при различной температуре

№	Собиратель	Извлечение алмазов в концентрат, %, при флотации при температуре, °С		
		+10	+14	+24
1	Мазут флотский Ф-5	70,6	74,6	80,5
2	Разбавленный мазут КМ-10 (10 % ДФ)	75,4	78,4	84,2
3	Разбавленный мазут КМ-14 (14 % ДФ)	74,3	77,9	83,2
4	Разбавленный мазут КМ-18 (18 % ДФ)	72,0	75,3	81,5

Дальнейшие исследования проводились на установке беспенной флотации на смесях минералов. Использовали навеску кимберлита (200 мг), в которую подгружали алмазы (50 мг). Применяемые классы крупности кимберлита (0,5–0,75 мм) и алмазов (от 0,25 до 0,5 мм) обеспечивали возможность разбора продуктов флотации методом рассева и расчет баланса алмазов и кимберлита.

Методика эксперимента включала операции кондиционирования навески кимберлита и алмазов при фиксированных температурах (+24–40 °С). После кондиционирования добавлялась водная фаза с температурой +12–28 °С. После смешивания устанавливалась

температура среды +14–28 °С, при которой проводился процесс флотации. Результаты флотационных опытов на смесях алмазов и кимберлита при использовании подогрева в операции кондиционирования показали следующее. При использовании мазута Ф-5 максимальное увеличение извлечения алмазов в концентрат достигается при подогреве питания флотации в операции кондиционирования с собирателем до +40 °С и проведении флотации при +28 °С (опыт 3, табл. 4). Заметного изменения извлечения кимберлита в концентрат при варьировании собирателя и температурного режима флотации не наблюдалось.

Для компаундированных мазутов КМ-10, КМ-14 зависимость извлечения алмазов от температуры носит схожий характер и характеризуется максимальным извлечением алмазов при температурном режиме +30/24 и +40/28 °С (температура в операции кондиционирования/флотации). Характерно, что при использовании данных компаундных собирателей извлечение алмазов на(в) 2,5–3,35 выше, чем при применении мазута Ф-5. Такие результаты совпадают с данными исследований, показавших, что в данном диапазоне температур достигаются рациональная вязкость реагентов и максимальный краевой угол смачивания капель собирателя поверхности алмаза. При меньших температурах (режим +24/14 °С) из рассмотренных собирателей наиболее эффективно применение наиболее разбавленного собирателя КМ-18 (опыты 4, 7, 10, табл. 4).

Применяемые схемы водооборота на обогатительных фабриках АК «Алроса» не предполагают применения теплового кондиционирования оборотной воды. Поэтому выбранные реагенты-собиратели были проверены в близком к стандартному режиме подготовки питания: при температуре кондиционирования питания +24 °С и при проведении процесса пенной сепарации +16–18 °С.

Таблица 4

Основные технологические показатели пенной сепарации с применением оптимальных режимов подогрева в операции кондиционирования

№	Применяемый собиратель	Температура при кондиционировании/флотации, °С	Извлечение алмазов в концентрат, %	Выход кимберлита в концентрат, %
1	Мазут Ф-5	24/14	74,5	1,5
2	Мазут Ф-5	30/24	77,8	1,5
3	Мазут Ф-5	40/28	80,3	1,7
4	КМ-10	24/14	77,0	1,9
5	КМ-10	30/24	81,2	1,6
6	КМ-10	40/28	83,2	1,5
7	КМ-14	24/14	77,8	1,7
8	КМ-14	30/24	82,2	1,5
9	КМ-14	40/28	83,6	1,8
10	КМ-18	24/14	80,5	1,3
11	КМ-18	30/24	81,2	1,4
12	КМ-18	40/28	81,2	1,5

Испытания проводились на автоматизированной установке пенной сепарации института «Якутнипроалмаз», оснащенной системой циркуляции оборотной воды и автоматическим дозатором воздуха (рис. 6).

Установка пенной сепарации ЛФМ-001С (см. рис. 6) работала в близком к промышленному режиме (расход собирателя – 1000 г/т, расход бутилового аэрофлота – 50 г/т, расход вспенивателя – 150 г/т). Сепаратор работал на оборотной минерализованной воде хвостохранилища обогатительной фабрики №3 Мирнинского ГОКа при скорости ее подачи в подпенный слой 50 мл/мин и расходе воздуха 100 мл/мин. Добавление вспенивателя осуществлялось перед опытом непосредственно в оборотную воду установки пенной сепарации.

При проведении испытаний осуществляли регулирование температуры смеси кимберлита с алмазами и оборотной воды. Температура в режиме обработки реагентами собирателями составляла +24–30 °С, непосредственно в процессе пенной сепарации – +16–24 °С.

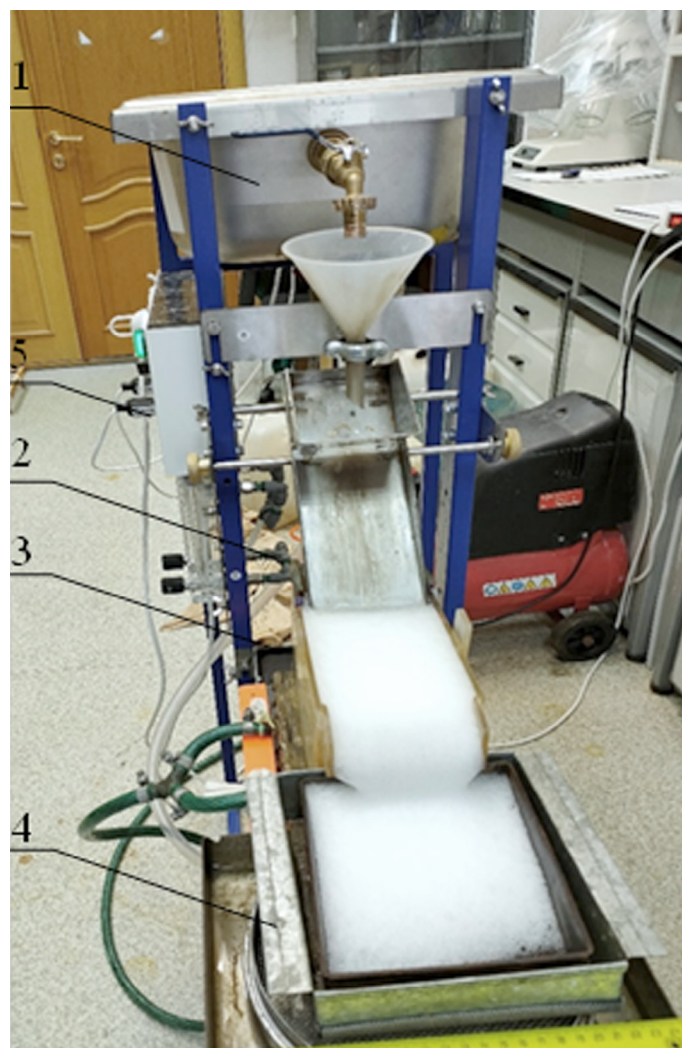


Рис. 6. Автоматизированная установка пенной сепарации:

- 1 – емкость с оборотной водой;
- 2 – питающий лоток;
- 3 – рабочая камера;
- 4 – приемник концентрата;
- 5 – блок управления расходом воздуха

После процесса пенной сепарации проводили разборку продуктов и взвешивание извлеченных алмазов. В качестве критерия эффективности использовался показатель селективности S , рассчитываемый как функция извлечения алмазов ε и выхода кимберлита в концентрат γ :

$$S = \varepsilon - 1,3\gamma. \quad (1)$$

Значение коэффициента 1,3 в уравнении (1) обусловлено соотношением стоимости дополнительно извлекаемых алмазов и затрат на доводку при увеличении выхода кимберлита.

Результаты испытаний на стендовой установке (табл. 5) показали возможность повышения извлечения алмазов в концентрат максимально на 2,3–4,5 % при применении собирателей КМ-10 и КМ-14 при температурном режиме (+30/18 °С).

Таблица 5

Основные показатели процесса пенной сепарации на стендовой установке

№	Реагент	Извлечение алмазов в концентрат, %	Выход кимберлита в концентрат, %	Селективность, %
1	Мазут Ф-5	79,4	1,7	77,19
2	КМ-10	81,7	1,9	79,23
3	КМ-14	83,9	2,9	80,13
4	КМ-18	80,0	2,4	76,80

При увеличении температуры в операции пенной сепарации более +24 °С наблюдается увеличение извлечения алмазов на 1,0–1,3 %. Однако при этом наблюдаются рост выхода кимберлита в концентрат на 1,5–1,8 % и снижение селективности процесса. Поэтому повышение интенсивности теплового кондиционирования требует корректировки реагентного режима пенной сепарации с целью предотвращения повышенного выхода кимберлита в алмазный концентрат.

На основании полученных результатов исследований влияния температуры на показатели пенной сепарации даны рекомендации по применению теплового кондиционирования в цикле пенной сепарации и поддержанию температуры среды кондиционирования +30–40 °С и в операции пенной сепарации +14–24 °С.

Выводы

Установлена закономерность диспергирования и растворения асфальтено-смолистых фракций при повышении температуры среды и разбавлении мазута Ф-5 дизельной фракцией, приводящих к изменениям фазового состава собирателя.

Показано, что компаунды мазута Ф-5 с дизельной фракцией (10–18 % ДФ) обладают необходимыми физико-химическими характеристиками (вязкостью и склонностью к смачиванию поверхности алмаза), обеспечивающими устойчивое закрепление собирателя на поверхности алмаза. Измерения краевого угла смачивания показали, что при поддержании темпе-



ратуры в операции кондиционирования +30–40 °С достигается максимальная склонность собирателя к адгезии к поверхности алмаза и не происходит существенного закрепления изученных собирателей на минералах кимберлита.

Флотационные опыты показали, что наилучшие результаты достигаются при температуре +14 и +24 °С. При +14 °С лучше проявляет собирательные свойства мазут с наибольшим разбавлением КМ-18 с объемной долей дизельной фракции 18 %. При +24 °С наилучшие результаты получены для разбавленных мазутов

КМ-10 и КМ-14, получаемых разбавлением мазута Ф-5 дизельной фракцией с объемной долей дизельной фракции 10 и 14 %. Достигнутое извлечение алмазов (78,4 и 77,9 % соответственно) на 3,8–4,5 % выше, чем при использовании базового собирателя – мазута Ф-5.

Оптимальные составы собирателя и температурный режим подготовки питания и флотации апробированы на установке пенной сепарации, где показали возможность повышения извлечения алмазов в концентрат на 2,3–4,5 %, и рекомендованы к применению в цикле пенной сепарации.

Список литературы

1. Chanturiya V. A. Innovation-based processes of integrated and high-level processing of natural and technogenic minerals in Russia. In: *Proceedings of 29th International Mineral Processing Congress*. September 17–21, 2018, Moscow. Canadian Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum; 2019. Pp. 3–12.
2. Махрачев А. Ф., Двойченкова Г. П., Лезова С. П. Исследование и оптимизация состава компаундных собирателей для пенной сепарации алмазов. *Горный информационно-аналитический бюллетень*. 2018;(11):178–185. <https://doi.org/10.25018/0236-1493-2018-11-0-178-185>
3. Верхотурова В. А., Елшин И. В., Немаров А. А. и др. Научное обоснование и выбор оптимального варианта по восстановлению гидрофобных свойств поверхности алмазов из руды трубки «Интернациональная». *Вестник Иркутского государственного технического университета*. 2014;(8):51–56. URL: http://journals.istu.edu/vestnik_irtu/journals/2014/08
4. Злобин М. Н. Технология крупнозернистой флотации при обогащении алмазосодержащих руд. *Горный журнал*. 2011;(1):87–89.
5. Двойченкова Г. П., Морозов В. В., Чантурия Е. Л., Коваленко Е. Г. Выбор параметров электрохимического кондиционирования оборотной воды при подготовке алмазосодержащих кимберлитов к пенной сепарации. *Горные науки и технологии*. 2021;6(3):170–180. <https://doi.org/10.17073/2500-0632-2021-3-170-180>
6. Морозов В. В., Лезова С. П. Применение комбинированных собирателей на основе нефтепродуктов для пенной сепарации алмазосодержащих кимберлитов. *Горный информационно-аналитический бюллетень*. 2020;(12):137–146. <https://doi.org/10.25018/0236-1493-2020-12-0-137-146>
7. Коваленко Е. Г. Выбор и оптимизация температурного режима процесса пенной сепарации кимберлитов. В: *Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья. Материалы XXVI Национальной научно-технической конференции, проводимой в рамках XIX Уральской горнопромышленной декады*. 26–27 мая 2021 г., Екатеринбург. Екатеринбург: Уральский государственный горный университет; 2021. С. 63–68.
8. Алексеенко В. В., Воронов Д. В., Каташевцев М. Д., Пахомовский А. Н. Исследование гранулометрического состава эмульсий с помощью оптического микроскопа и методом автоматизированного распознавания объектов на цифровой фотографии. *Вестник Иркутского государственного технического университета*. 2015;(2):99–104.
9. Бахметьев В. В., Сычев М. М. *Исследование микроструктуры сплавов с использованием компьютерной программы «ВИДЕОТЕСТ»*. СПб.: СПбГТИ(ТУ); 2011. 17 с. URL: <http://tom.technolog.edu.ru/files/vidtest.pdf>
10. Опыт измерения вязкости нефтепродуктов с помощью синусоидального вибровискозиметра SV-10 A&D Company, Ltd (Япония). *Экспозиция Нефть Газ*. 2007;(22):16–17. URL: <http://en.runeft.ru/upload/iblock/6d1/6d14ccb867ca2e3639a0b3567a53eee4.pdf>
11. Киселев М. Г., Савич В. В., Павич П. Определение краевого угла смачивания на плоских поверхностях. *Вестник Белорусского национального технического университета*. 2006;(1):38–41. URL: <https://rep.bntu.by/handle/data/7007>
12. Каюмов А. А., Игнаткина В. А., Бочаров В. А. и др. Исследование флотационных свойств мономинеральных фракций сульфидов цветных металлов с использованием различных сульфидрильных собирателей с разной молекулярной структурой. *Горный информационно-аналитический бюллетень*. 2016;(11):226–237. URL: https://giab-online.ru/files/Data/2016/11/226_237_11_2016.pdf
13. Верхотуров М. В., Амелин С. А., Коннова Н. И. *Обогащение алмазов*. Красноярск: ИПК СФУ; 2009. 207 р.
14. Liu L., Cheng G., Yu W., Yang Ch. Flotation collector preparation and evaluation of oil shale. *Oil Shale*. 2018;35(3):242–253. <https://doi.org/10.3176/oil.2018.3.04>
15. Kasomo R. M., Ombiro S., Rop B., Mutua N. M. Investigation and comparison of emulsified diesel oil and flomin C 9202 as a collector in the beneficiation of ultra-fine coal by agglomeration. *International Journal of Oil, Gas and Coal Engineering*. 2018;6(4):74–80. <https://doi.org/10.11648/j.ogce.20180604.15>



16. Tukhvatullina A.Z., Kuryakov V. Supramolecular structures of oil systems as the key to regulation of oil behavior. *Petroleum & Environmental Biotechnology*. 2013;4(4):1–8. <https://doi.org/10.4172/2157-7463.1000152>

17. Лезова С.П., Пестряк И.В. Выбор фракционного состава компаундных собирателей для пенной сепарации алмазов. В: *Материалы XXVI Национальной научно-технической конференции «Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья»*. 26–27 мая 2021 г., Екатеринбург. Екатеринбург: Уральский государственный горный университет; 2021. С. 177–181.

18. Морозов В.В., Чантурия В.А., Двойченкова Г.П., Чантурия Е.Л. Анализ гидрофобных взаимодействий в системе алмаз-органическая фаза – неорганический люминофор при модифицировании спектрально-кинетических характеристик алмазов. *Физико-технические проблемы разработки полезных ископаемых*. 2022;(2):94–104. <https://doi.org/10.15372/FTPRP120220209>

References

1. Chanturiya V.A. Innovation-based processes of integrated and high-level processing of natural and technogenic minerals in Russia. In: *Proceedings of 29th International Mineral Processing Congress*. September 17–21, 2018, Moscow. Canadian Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum; 2019. Pp. 3–12.

2. Makhachev A.F., Dvoichenkova G.P., Lezova S.P. Analysis and optimization of compositions of compound collectors for frother separation of diamonds. *Mining Informational and Analytical Bulletin*. 2018;(11):178–185. (In Russ.) <https://doi.org/10.25018/0236-1493-2018-11-0-178-185>

3. Verkhoturova V., Elshin I., Nemarov A. et al. Scientific justification and optimum alternative selection to recover hydrophobic properties of diamond surface from “International” tube ore. *Vestnik Irkutskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta*. 2014;(8):51–56. (In Russ.) URL: http://journals.istu.edu/vestnik_irgtu/journals/2014/08

4. Zlobin M.N. Technology of hard grained flotation during beneficiation of diamond-bearing ores. *Gornyi Zhurnal*. 2011;(1):87–89. (In Russ.)

5. Dvoichenkova G.P., Morozov V.V., Chanturia E.L., Kovalenko E.G. Selection of recycled water electrochemical conditioning parameters for preparation of diamond-bearing kimberlite for froth separation. *Mining Science and Technology (Russia)*. 2021;6(3):170–180. (In Russ.) <https://doi.org/10.17073/2500-0632-2021-3-170-180>

6. Morozov V. V., Lezova S. P. Compound collectors based on oil products for frother separation of diamond-bearing kimberlites. *Mining Informational and Analytical Bulletin*. 2020;(12):137–146. (In Russ.) <https://doi.org/10.25018/0236-1493-2020-12-0-137-146>

7. Kovalenko E.G. Selection and optimization of the temperature conditions of the kimberlite foam separation process. In: *Proceedings of the XXVI National Scientific and Technical Conference held within the framework of the XIX Ural Mining Decade*. May 26–27, 2021, Yekaterinburg. Yekaterinburg: Ural State Mining University Publ; 2021. Pp. 63–68. (In Russ.)

8. Alekseenko V., Voronov D., Katashevstev M., Pakhomovskiy A. Study of emulsion granulometric composition by means of an optical microscope and a method for automated recognition of objects in digital photos. *Vestnik Irkutskogo Gosudarstvennogo Tekhnicheskogo Universiteta*. 2015;(2):99–104. (In Russ.) URL: <http://tom.technolog.edu.ru/files/vidtest.pdf>

9. Bakhmetyev V.V., Sychev M.M. *Alloys microstructure research using VIDEOTEST computer program*. St. Petersburg: SPbGTI (TU); 2011. 17 p. (In Russ.) URL: <http://tom.technolog.edu.ru/files/vidtest.pdf>

10. Test measuring the viscosity of petroleum products using a sinusoidal SV-10 vibro-viscometer of A&D Company Ltd (Japan). *Exposition Oil Gas*. 2007;(22):16–17. URL: <http://en.runeft.ru/upload/iblock/6d1/6d14ccb867ca2e3639a0b3567a53eee4.pdf>

11. Kiselev M.G., Savich V.V., Pavich T.P. Determination of contact wetting angle on flat surfaces. *Vestnik Belorusskogo Natsional'nogo Tekhnicheskogo Universiteta*. 2006;(1):38–41. (In Russ.) URL: <https://rep.bntu.by/handle/data/7007>

12. Kayumov A.A., Ignatkina V.A., Bocharov V.A. et al. Results study of flotation properties mono-mineral fractions of sulfides non-ferrous metals with using a variety of sulfhydryl collectors with different molecular structure. *Mining Informational and Analytical Bulletin*. 2016;(11):226–237. (In Russ.) URL: https://giab-online.ru/files/Data/2016/11/226_237_11_2016.pdf

13. Verkhoturov M.V., Amelin S.A., Konnova N.I. *Diamond beneficiation*. Krasnoyarsk: IPK SFU Publ.; 2009. 207 p. (In Russ.)

14. Liu L., Cheng G., Yu W., Yang Ch. Flotation collector preparation and evaluation of oil shale. *Oil Shale*. 2018;35(3):242–253. <https://doi.org/10.3176/oil.2018.3.04>

15. Kasomo R.M., Ombiro S., Rop B., Mutua N.M. Investigation and comparison of emulsified diesel oil and flomin C 9202 as a collector in the beneficiation of ultra-fine coal by aggro-flotation. *International Journal of Oil, Gas and Coal Engineering*. 2018;6(4):74–80. <https://doi.org/10.11648/j.ogce.20180604.15>



16. Tukhvatullina A.Z., Kuryakov V. Supramolecular structures of oil systems as the key to regulation of oil behavior. *Petroleum & Environmental Biotechnology*. 2013;4(4):1–8. <https://doi.org/10.4172/2157-7463.1000152>

17. Lezova S.P., Pestryak I.V. Selection of the fractional composition of compound collectors for the foam separation of diamonds. In: *Proceedings of the XXVI National Scientific and Technical Conference "Scientific foundations and practice of processing ores and technogenic resources"*. May 26–27, 2021, Yekaterinburg. Yekaterinburg: Ural State Mining University Publ.; 2021. Pp. 177–181. (In Russ.)

18. Morozov V.V., Chanturia V.A., Dvoichenkova G.P., Chanturia E.L. Hydrophobic interactions in the diamond-organic liquid-inorganic luminophore system in modification of spectral and kinetic characteristics of diamonds. *Fiziko-Tekhnicheskiye Problemy Razrabotki Poleznykh Iskopaemykh*. 2022;(2):94–104. (In Russ.) <https://doi.org/10.15372/FTPRI20220209>

Информация об авторах

Валерий Валентинович Морозов – доктор технических наук, профессор кафедры общей и неорганической химии, Университет науки и технологий МИСИС, г. Москва, Российская Федерация; ORCID [0000-0003-4105-944X](https://orcid.org/0000-0003-4105-944X), Scopus ID [7402759618](https://scopus.com/authorid/7402759618); e-mail dchmggu@mail.ru

Евгений Геннадьевич Коваленко – кандидат технических наук, главный инженер, институт «Якутнипроалмаз» АК «АЛРОСА»; доцент, Мирнинский Политехнический институт – филиал Северо-Восточного федерального университета им. М.К. Аммосова (МПТИ (ф) СВФУ), г. Мирный, Республика Саха (Якутия), Российская Федерация; Scopus ID [57200340844](https://scopus.com/authorid/57200340844); email kovalenkoeg@alrosa.ru, kovalenkoeg@gmail.ru

Галина Петровна Двойченкова – доктор технических наук, ведущий научный сотрудник, Институт проблем комплексного освоения недр РАН, г. Москва, Российская Федерация; профессор, Мирнинский Политехнический институт – филиал Северо-Восточного федерального университета им. М.К. Аммосова (МПТИ (ф) СВФУ), г. Мирный, Республика Саха (Якутия), Российская Федерация; ORCID [0000-0003-3637-7929](https://orcid.org/0000-0003-3637-7929), Scopus ID [8837172700](https://scopus.com/authorid/8837172700); e-mail dvoigp@mail.ru

Валентина Анатольевна Чуть-Ды – ведущий инженер-технолог, институт «Якутнипроалмаз», АК «АЛРОСА», г. Мирный, Российская Федерация; e-mail Verhoturova-vale@mail.ru

Information about the authors

Valery V. Morozov – Dr. Sci. (Eng.), Professor of Department General and Inorganic Chemistry, National University of Science and Technology MISIS, Moscow, Russian Federation; ORCID [0000-0003-4105-944X](https://orcid.org/0000-0003-4105-944X), Scopus ID [7402759618](https://scopus.com/authorid/7402759618); e-mail dchmggu@mail.ru

Evgeny G. Kovalenko – Cand. Sci. (Eng.), Chief Engineer, Yakutnioproalmaz Institute, ALROSA; Associate Professor, Polytechnic Institute (branch) North-Eastern Federal University named after M.K. Ammosov, Mirny, Republic of Sakha (Yakutia), Russian Federation; Scopus ID [57200340844](https://scopus.com/authorid/57200340844); email kovalenkoeg@alrosa.ru, kovalenkoeg@gmail.ru

Galina P. Dvoichenkova – Dr. Sci. (Eng.), Leading Researcher, Institute of Problems of Integrated Development of Mineral Resources of the Russian Academy of Sciences, Moscow, Russian Federation; Professor, Polytechnic Institute (branch) North-Eastern Federal University named after M.K. Ammosov, Mirny, Republic of Sakha (Yakutia), Russian Federation; ORCID [0000-0003-3637-7929](https://orcid.org/0000-0003-3637-7929), Scopus ID [8837172700](https://scopus.com/authorid/8837172700); e-mail dvoigp@mail.ru

Valentina A. Chut-Dy – Leading Process Engineer, Yakutnioproalmaz Institute, ALROSA, Mirny, Russian Federation; e-mail Verhoturova-vale@mail.ru

Поступила в редакцию	18.10.2022	Received	18.10.2022
Поступила после рецензирования	01.11.2022	Revised	01.11.2022
Принята к публикации	15.11.2022	Accepted	15.11.2022