

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

ЧЫЛБАК-ООЛ ЕВГЕНИЙ ДЖАМИЛЬЕВИЧ

ИНТЕНСИФИКАЦИЯ ПРОЦЕССА ФИЛЬТРОВАНИЯ ЖЕЛЕЗОРУДНЫХ  
КОНЦЕНТРАТОВ ОБРАТНОЙ КАТИОННОЙ ФЛОТАЦИИ

2.8.9 Обогащение полезных ископаемых

Автореферат диссертации  
на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:  
доктор технических наук,  
Конюхов Юрий Владимирович

Москва – 2026

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность работы

В настоящее время в мире остро стоит проблема глобального потепления, которое, главным образом, связывают с выбросами углекислого газа. В 2021 году была принята мировая стратегия снижения выбросов CO<sub>2</sub> на 80 % к 2050 году. Согласно Распоряжению Правительства РФ от 29.10.2021 N 3052-р “Об утверждении стратегии социально-экономического развития Российской Федерации с низким уровнем выбросов парниковых газов до 2050 года” в Российской Федерации была принята стратегия, которая подразумевает в базовом сценарии снижение выбросов парниковых газов к 2050 году на 36 % (от уровня 1990 года), до 2 млрд т эквивалента CO<sub>2</sub>.

Порядка трети всех выбросов CO<sub>2</sub> в РФ приходится на металлургические предприятия. При этом, доля выбросов сектора черной металлургии составляет не менее 60 %. Под влиянием общественности и в рамках новых законодательных требований металлургические заводы и комбинаты принимают меры по сокращению выбросов CO<sub>2</sub>. К таким мерам можно отнести: переход от агломератов к использованию окатышей, повышение энергоэффективности процессов за счет снижения содержания минералов породы в металлургическом сырье, увеличение использования доли водорода в газовой фазе в доменных и шахтных печах за счет использования природного газа и т.д. Все вышеперечисленное привело к повышению требований заказчиков к качеству железорудных концентратов, и, соответственно, к необходимости разработки новых или модернизации имеющихся технологических схем обогащения.

Одним из эффективных способов повышения качества железорудных концентратов является их дообогащение обратной катионной флотацией для более полного удаления из концентратов силикатов и кварца. Это достигается за счет более полного раскрытия минералов путем доизмельчения до класса -40 мкм и применения специальных реагентов и флотационных режимов для эффективного разделения минералов пустой породы и оксидов железа за счет различий в гидрофобности поверхности. За разработку технологии обратной катионной флотации, внедренной на предприятии «Михайловский ГОК имени А. В. Варичева» компании «Металлоинвест», Премии Правительства РФ удостоен коллектив российских исследователей, в состав которого вошла профессор кафедры обогащения и переработки полезных ископаемых и техногенного сырья НИТУ МИСИС, доктор технических наук Елена Леонидовна Чантурия (Распоряжение Правительства РФ от 24.11.2025 № 3411-р).

Однако, повышение интенсивности доизмельчения железорудных концентратов перед дообогащением закономерно приводит к повышению содержания частиц

ультратонких классов крупности (менее 10 мкм, а в ряде случаев – менее 5 мкм) в готовом продукте. Такие тонкие фракции характеризуются высокой удельной поверхностью, сильными межчастичным взаимодействием и склонностью к образованию стабильных водных суспензий, что существенно ухудшает фильтрационные характеристики пульпы: возрастает удельное сопротивление осадка, остаточная влажность продукта и способность к механическому засорению фильтровальной перегородки. В соответствии с вышеизложенным проблема повышения эффективности фильтрования высококачественных магнетитовых концентратов является весьма актуальной.

Традиционными подходами к решению этой проблемы являются реагентный и технологический. Однако применение технологического подхода имеет существенные ограничения. В частности, увеличение производительности за счет изменения режимов работы фильтровального оборудования неизбежно сопряжено с ростом влажности осадка. Поскольку влажность железорудных концентратов жестко регламентирована технологическими условиями, это вынуждает эксплуатировать оборудование с заниженной производительностью фильтровального участка. Кроме того, установка дополнительных аппаратов часто затруднена вследствие высокой плотности компоновки оборудования, заложенной на стадии проектирования обогатительных фабрик. Поэтому более предпочтительным является реагентный подход, базирующийся на использовании флокулянтов и поверхностно-активных веществ, интенсифицирующих процесс фильтрования и обеспечивающих минимальную остаточную влажность. Наличие остаточных флотационных реагентов в жидкой фазе пульпы концентрата и их возможная адсорбция на поверхности частиц магнетита обуславливают необходимость изучения механизмов взаимодействия полиэлектролитов, вводимых для интенсификации процесса фильтрования, как с минеральной поверхностью, так и с компонентами флотационной среды для определения оптимальных режимов дозирования.

**Идея работы** заключается в использовании специальных реагентов для кондиционирования пульпы магнетитового концентрата перед фильтрованием для снижения влажности осадка, а также химической регенерации для восстановления водопроницаемости керамических фильтрующих элементов.

**Целью работы** являлось повышение эффективности процесса фильтрования магнетитового концентрата обратной катионной флотации на керамических дисковых вакуум-фильтрах за счет теоретического и экспериментального обоснования реагентных режимов кондиционирования пульпы и разработки способа глубокой регенерации фильтрующих элементов.

Для достижения поставленной цели в работе решались **следующие задачи**:

- установить закономерности влияния реагентов обратной катионной флотации: гидролизованного щелочью кукурузного крахмала (декстрина) и 3-(изодецилокси)пропиламина (амин) на физико-химические свойства поверхности частиц магнетита и их связь с фильтрационными характеристиками концентрата;
- обосновать выбор и определить оптимальные дозировки полиэлектролитов для интенсификации процесса фильтрования, обеспечивающие нейтрализацию негативного влияния флотационных реагентов;
- провести промышленные испытания для подтверждения эффективности полимерной добавки на действующем предприятии и оценить ее влияние на производительность керамических вакуум-фильтров и влажность получаемого концентрата;
- выявить химический и минеральный состав отложений в порах керамических фильтрующих элементов, приводящих к снижению их водопроницаемости в условиях замкнутого водооборота с целью выбора реагентов для глубокой регенерации керамических фильтрующих элементов;
- провести промышленные испытания разработанного способа глубокой химической регенерации керамических фильтрующих элементов, обеспечивающий восстановление их фильтрационной способности до уровня новых изделий.

#### **Научная новизна результатов исследования**

1. Определены количественные закономерности снижения производительности керамических вакуум-фильтров при фильтровании магнетитового концентрата в зависимости от вида реагентов и изменения в широком диапазоне их расхода в предшествующей обратной катионной флотации: от нуля до 1200 г/т гидролизованного щелочью кукурузного крахмала (декстрина) и от нуля до 180 г/т 3-изодецилоксипропиламина (амин);
2. Установлено, что определяющим фактором снижения скорости фильтрования пульпы является увеличение электрокинетического отталкивания ультратонких частиц, обусловленное адсорбцией гидролизованного щелочью кукурузного крахмала (декстрина), что препятствует их агрегации и в 1,8-2,8 раза сильнее снижает производительность по сравнению с действием 3-изодецилоксипропиламина (амин).;
3. Показан эффект нейтрализации отрицательного влияния реагентов обратной катионной флотации магнетита при введении полимерного коагулянта с катионным зарядом на основе полидиаллилдиметиламмония хлорида (реагент К). Регулирование расхода реагента позволяет изменять электрокинетический потенциал частиц магнетита в

интервале  $-8,5 \dots -15,6$  мВ, что способствует агрегированию ультратонких частиц и снижению остаточной влажности на 0,6% без снижения производительности фильтрования.

### **Практическая значимость работы**

1. Экспериментально подтверждена возможность интенсификации процесса фильтрования посредством применения полимерных катионных коагулянтов для снижения остаточной влажности магнетитового концентрата обратной катионной флотации и анионных флокулянтов для повышения производительности фильтровального оборудования;

2. Показано, что при расходе высокомолекулярного полиэлектролита со средним анионным зарядом на основе акриламида и акрилата натрия 5 г/т (Реагент А) обеспечивается снижение удельного сопротивления осадка на 36 %, а применение полимерного коагулянта с высокой флокулирующей способностью имеющий катионный характер с высокой плотностью заряда на основе полидиаллилдиметиламмония хлорида с расходом 20 г/т (Реагент К) обеспечивает снижение влажности получаемого осадка на 0,6 %;

3. Установлено, что распределение катионного полиэлектролита на поверхности частиц за счет электростатического притяжения способствует формированию модифицирующего слоя без значительного увеличения объема осадка, что критически важно для обеспечения высоких показателей работы фильтровального оборудования;

4. Промышленными испытаниями на участке фильтрования ФОК АО «Михайловский ГОК им. А.В. Варичева» подтверждена эффективность применения катионного полимерного коагулянта с высокой флокулирующей способностью с высокой плотностью заряда на основе полидиаллилдиметиламмония хлорида (Реагент К): производительность керамических дисковых вакуум-фильтров КДФ-90 увеличилась на 5-10% (в отдельных случаях до 33%) за счет стабилизации влажности получаемого осадка не более 10,2%, что отвечает требованиям производства окатышей;

5. Установлено, что добавление хелатирующего агента (ОЭДФ-кислоты) к щавелевой кислоте, широко используемой для регенерации керамических фильтрующих элементов, позволяет восстановить их водопроницаемость до 99,6% от уровня новых изделий. Зарегистрирован патент RU 2830008C1 от 11.11.2024.

### **Методы исследований**

В диссертационной работе использован комплекс современных физико-химических и технологических методов исследования вещественного состава, поверхностных свойств и фильтрационных характеристик железорудных концентратов. Гранулометрический

состав определялся методом лазерной дифракции на анализаторе Fritsch Analysette 22 и ситовым анализом в соответствии с ГОСТ 27562-87. Удельная площадь поверхности измерялась на приборе ПСХ-12М методом газопроницаемости Козени-Кармана. Электрокинетический потенциал (дзета-потенциал) изучался методом электрофоретического рассеяния света на приборе Malvern Zetasizer Nano ZS. Смачиваемость поверхности твердой фазы оценивалась методом лежащей капли на оптическом тензиометре Kruss Easy Drop. Морфология и элементный состав поверхности исследовались методами растровой электронной микроскопии (SEM Tescan Vega 3) и ИК-спектроскопии (Фурье-спектрометр Vertex 70 v). Лабораторные испытания фильтруемости проводились на установках с воронкой Бюхнера и лабораторном стенде «Бакор-тест», моделирующем работу керамических дисковых фильтров. Промышленные испытания осуществлялись на участке фильтрования АО «Михайловский ГОК» на фильтрах КДФ-90. Достоверность результатов подтверждается воспроизводимостью опытов, использованием аттестованных методик (ГОСТ 12764-73 и др.) и обработкой данных методами математической статистики

**Достоверность полученных результатов** диссертационной работы подтверждается использованием современного сертифицированного научно-исследовательского оборудования с применением специализированного программного обеспечения и аттестованных методик исследований согласно межгосударственным стандартам, сопоставлением значительного количества теоретических и экспериментальных данных между собой, а также с опубликованными результатами других авторов в научных журналах.

#### **Положения, выносимые на защиту:**

1. Установлено негативное влияние реагентов обратной катионной флотации магнетита на производительность керамических вакуум-фильтров в зависимости от типа и их расхода;
2. Фильтруемость магнетитовых концентратов, полученных методом обратной катионной флотации, зависит в большей степени от агрегативной устойчивости пульпы, характеризуемой значением электрокинетического потенциала, чем от смачиваемости поверхности частиц;
3. Интенсификация процесса фильтрования магнетитовых концентратов обратной катионной флотации на керамических вакуум-фильтрах достигается применением катионного полиэлектролита для снижения остаточной влажности магнетитовых концентратов и анионного для повышения производительности фильтровального оборудования;

4. Применение полимерного коагулянта с высокой флокулирующей способностью имеющий катионный характер с высокой плотностью заряда на основе полидиаллилдиметиламмония хлорида (Реагент К) позволяет повысить производительность керамических вакуум-фильтров с обеспечением остаточной влажности не более 10,2%;

5. Механизм глубокой регенерации керамических фильтрующих элементов, заключающийся в переводе соединений, которые не растворимы при классической регенерации (таких как оксиды и гидроксиды железа, а также сульфаты щелочноземельных металлов), в водорастворимые комплексы.

**Публикации.** По теме диссертации, опубликовано 6 работ, из которых 3 статьи в изданиях, рекомендованных ВАК, и входящих в базы РИНЦ и Scopus, 2 тезиса докладов в сборниках материалов конференций, 1 патент.

**Апробация работы.** Основные результаты диссертационной работы доложены и обсуждены на международных научных конференциях: «Московский Международный Конгресс Обогачителей 2025 (11-14 марта, г. Москва), «Плаксинские чтения» 2025 (29 сентября-4 октября, г. Екатеринбург), «Неделя горняка – 2026» (03-07 февраля, г. Москва).

**Структура и объём работы.** Диссертация состоит из введения, 6 глав, общих выводов, списка цитируемой литературы из 196 наименований и 2 приложений. Работа изложена на 113 страницах машинописного текста и содержит 33 рисунка, 14 таблиц.

**Личный вклад автора.** На всех этапах выполнения диссертационной работы автор принимал непосредственное участие в постановке задач исследований, в планировании и методическом обеспечении экспериментов, в проведении большинства экспериментальных измерений и теоретических расчетов, в анализе полученных результатов и формулировании выводов.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** описана актуальность проблемы, сформулированы основные задачи, обоснована научная новизна работы и практическая значимость.

**В первой главе** рассмотрено современное состояние технологии фильтрования железорудных концентратов с учетом предъявляемых требований к качеству товарных концентратов, сравнения существующих методов обезвоживания, используемого оборудования для фильтрования и обезвоживания, теоретических основ фильтрования, а также применяемых схем и режимов флотации и интенсификации железорудных концентратов.

Анализ требований к качеству товарных концентратов показывает, что повышается спрос в сторону высококачественных железорудных концентратов с содержанием железа выше 70 %. Достижение таких показателей на большинстве предприятий невозможно без глубокого обогащения, включающего доизмельчение и флотацию, что закономерно увеличивают долю тонких классов и изменяют поверхностные свойства частиц, создавая предпосылки для серьёзных проблем на стадии последующего обезвоживания. Образование плотных, малопроницаемых осадков из тонких частиц приводит к высокой остаточной влажности и падению производительности. Ситуацию усугубляет износ фильтровальных перегородок и нестабильность состава суспензии, что указывает на необходимость комплексного подхода, включающего обязательную химическую подготовку пульпы перед фильтрацией и разработку методов регенерации фильтрующих перегородок. Сравнительный анализ эффективности подтверждает преимущество керамических фильтров перед тканевыми аналогами при обезвоживании магнетитовых концентратов за счет снижения остаточной влажности (на 2–4%) и удельного расхода электроэнергии.

Химические методы улучшения фильтрации основаны на добавлении коагулянтов, флокулянтов и их комбинации, однако подбор оптимальной схемы зависит от ионного состава пульпы и минералогии сырья. Это делает процесс подбора реагентов сложной задачей, требующей тщательного изучения и оптимизации под конкретные условия обогащения.

Отсутствие единой научно обоснованной стратегии, сочетающей подбор интенсифицирующих реагентов с учетом остаточной флотационных реагентов и методов регенерации фильтровальных перегородок, сдерживает повышение эффективности обезвоживания на действующих предприятиях. Это обуславливает необходимость проведения собственных экспериментальных исследований для разработки оптимальных технологических режимов.

**Во второй главе** приведены объекты, режимы обработки и методы исследований.

*Объекты исследований*

Химический состав железорудного магнетитового концентрата, полученный в результате обратной катионной флотации на АО «Михайловский ГОК им. А.В. Варичева», с содержанием общего железа ( $Fe_{общ}$ ) – 69,7 % и кремнезема ( $SiO_2$ ) – 2,4 %. Для исследования электродного потенциала поверхности был подготовлен штучной образец минерала магнетита. Из образца были вырезаны пластинки толщиной 4 мм, рабочая поверхность полировалась, на противоположную поверхность наносился токопроводящий серебросодержащий клей (Keller, Россия), после чего фиксировался медный контактный провод с герметизацией парафином. Для изучения процессов регенерации использовали керамические дисковые вакуум-фильтры КДФ-90 и керамические фильтрующие элементы (ФЭ).

*Модификация частиц магнетитового концентрата реагентами*

Для обработки были выбраны реагенты, применяемые в технологической схеме обратной катионной флотации магнетитовых концентратов (гидролизованный щелочью крахмал – декстрин (Д), 3-(изодецилокси)пропиламин (Ам), а также реагенты-интенсификаторы фильтрации (высокомолекулярный полиэлектролит с анионным зарядом на основе акриламида и акрилата натрия (Р(А)), полимерный коагулянт с катионным зарядом на основе полидиаллилдиметиламмония хлорида (РК)). Из железорудного концентрата готовили водную суспензию (250 мл) с содержанием твердой фазы 50 % (масс.), жидкую фазу которой подщелачивали за счет добавления 1-% NaOH до значений  $pH = 9-10$ . В подготовленную суспензию добавляли реагенты в соответствии с выбранными режимами (Таблица 1), после дозирования каждого реагента, суспензия интенсивно перемешивалась 5 минут. После обработки осадки фильтровали на воронке Бюхнера через фильтр обеззоленный «синяя лента» и сушили при комнатной температуре.

Таблица 1 – Режимы модификации частиц магнетитового концентрата реагентами

№	Обозначение	Описание
1	Исх.	Исходный не обработанный концентрат/минерал
2	Д	Добавление раствора декстрина к исходному образцу из расчета 900 мг/л жидкой фазы, перемешивание в течение 5 минут
3	Ам	Добавление раствора амина к исходному образцу из расчета 300 мг/л жидкой фазы, перемешивание в течение 5 минут
4	Д+Ам	Добавление раствора декстрина (900 мг/л), перемешивание в течение 5 минут, добавление раствора амина (300 мг/л), перемешивание в течение 5 минут
5	Д+Ам+Р(А)	Добавление раствора декстрина (900 мг/л), перемешивание в течение 5 минут, добавление раствора амина (300 мг/л), перемешивание в течение 5 минут, добавление раствора реагента А (30 мг/л), перемешивание в течение 5 минут
6	Д+Ам+Р(К)	Добавление раствора декстрина (900 мг/л), перемешивание в течение 5 минут, добавление раствора амина (300 мг/л), перемешивание в течение 5 минут, добавление раствора реагента К (30 мг/л), перемешивание в течение 5 минут

*Исследование физико-химических свойств частиц магнетита до и после обработки*

Определение распределения частиц и агрегатов по размерам проводилось на представительных пробах с использованием лазерного дифракционного анализатора Fritsch Particle Sizer «Analysette 22» (Fritsch GmbH, Германия). Измерение осуществлялось в следующих условиях: диапазон измерений составлял от 0,1 до 254,8 мкм, ультразвуковая обработка была полностью отключена, мощность насоса установлена на 30% от максимальной. Определение удельной площади поверхности проводилось на приборе ПСХ-12М (ООО «Собственные технологии», Россия). Метод измерения основан на методе газопроницаемости Козени и Кармана в соответствии с ГОСТ 21043-87. Для определения фазовых состояний исходного магнетита был проведен рентгеновский дифракционный анализ (XRD) при комнатной температуре с использованием дифрактометра ДРОН-4 с излучением  $\text{CuK}\alpha$  в диапазоне  $2\theta$  от 20 до 90 градусов. Идентификация фаз проводилась путем сравнения полученных дифрактограмм с данными международной базы JCPDS. Определение дзета-потенциала производилось на приборе Malvern Zetasizer Nano ZS (Malvern Instruments, Великобритания). Для измерения дзета-потенциала был выделен класс частиц крупностью «-3 мкм». Для классификации материала использовался лабораторный воздушный классификатор «ГОЛЬФ-2». Морфология, размерные характеристики и химический состав порошков до и после обработки были изучены с помощью растрового электронного микроскопа Tescan Vega 3 (Tescan, Чехия), оснащенного приставкой рентгеновского микроанализа INCAx-sight (Oxford Instruments) для изучения элементного состава образцов. Наличие химических связей и функциональных групп на поверхности частиц до и после обработки были также изучены методами ИК-спектроскопии с помощью приставки нарушенного полного внутреннего отражения на вакуумном ИК-Фурье спектрометре «Vertex 70 v» (Bruker, Германия).

Для оценки закрепления реагентов с поверхностью частиц магнетита использовали метод УФ-видимой спектрофотометрии (UV-mini 1240, Shimadzu, Япония). Оптическую плотность растворов реагентов (рН=9-10) измеряли до и после добавления магнетита (в соответствии с режимами) в диапазоне 230-800 нм. Для измерения краевого угла смачивания из порошков магнетита (исходного и модифицированных) были спрессованы таблетки диаметром 10 мм. Гидрофильность/гидрофобность полученных образцов оценивали методом измерения краевого угла смачивания по модели «лежащей капли» с использованием оптического тензиометра Easy Drop Kruss (KRÜSS, Германия).

Измерения электродного потенциала проводились на портативном многофункциональном исследовательском приборе «ЭЛ-02.06» (изготовитель – научно-производственная фирма «Элнитекс», Россия). Прибор использовался в режиме «гальваностат» по двухэлектродной схеме. В качестве рабочего электрода служили

подготовленные образцы на основе магнетита, электродом сравнения являлся стандартный хлорсеребряный электрод. Электролитом служил раствор фонового состава, соответствующий жидкой фазе пульпы. Для оценки влияния реагентов рабочий электрод помещался в растворы реагентов на 5 минут перед началом измерений для формирования адсорбционного слоя. Регистрация потенциала велась в динамике в течение 600 секунд для оценки кинетики установления равновесия на границе раздела фаз.

#### *Методы и оборудование для исследования на фильтруемость*

Для определения сопротивления осадка фильтрования проводили тесты с помощью воронки Бюхнера и колбы Бунзена, которые были подключены к ресиверу с вакуумом. Перепад давления составлял 85 кПа. В качестве фильтрующей перегородки использовались фильтры обеззолненные "синяя лента". Регистрация перепада давления и объема отводимого фильтрата с привязкой ко времени фильтрования проводилось при помощи специальных датчиков по методике, разработанной в «НТЦ «Бакор». Полученные данные позволили рассчитать удельное объемное сопротивление осадков.

Влияние флотационных реагентов на производительность и влажность получаемого осадка проводились на лабораторной установке «Бакор-тест», которая включает в себя ресивер для сбора фильтрата и вакуумный насос, создающий разрежение до -0,85 бар. К ресиверу подключается керамический ФЭ, обладающий эффективной площадью фильтрации 0,05 м<sup>2</sup>, через соединительный шланг. Полученный осадок высушивали при температуре (105 ± 5) °С до постоянной массы в соответствии с ГОСТ 12764-73 [188], а также рассчитывали производительность по массе осадка, времени фильтрации и площади ФЭ. Контроль производительности промышленных вакуум-фильтров основывается на гравиметрическом методе. В ходе проведения промышленных испытаний для оперативного контроля остаточной влажности использовался портативный анализатор влажности Sartorius MA35 (Sartorius, Германия).

Степень очистки пор керамических ФЭ производилась через определение удельной водопроницаемости, которое заключается в определении количества воды, подаваемой под давлением 1 бар и проходящей через полость ФЭ в течение 60 секунд. Учитывая эффективную площадь, производится перерасчет на удельную водопроницаемость до и после глубокой регенерации.

**В третьей главе** приведены результаты исследования физико-химических свойств магнетитовых частиц до и после модификации. На Рисунке 1 представлены микрофотографии исходного концентрата (а,б), демонстрирующие угловатую неправильную форму с характерными признаками механического разрушения. Анализ гранулометрического состава (Рисунок 1в) выявил высокое содержание ультратонкой фракции (<10 мкм, 37+%), размеры частиц которой соизмеримы с порами керамических

фильтрующих элементов (1,8–10,5 мкм в зависимости от модификации). Такое совпадение размерных диапазонов обуславливает закупоривание пор фильтрующей перегородки и, как следствие, ухудшение фильтрационных характеристик. Результаты рентгеноструктурного анализа (Рисунок 1г) показали, что основной фазой является магнетит со структурой шпинели (JCPDS: №19-0629), пространственная группа  $Fd\bar{3}m$ . В образце также обнаружены пики кварца (JCPDS: №85-0794) и небольшая примесь гематита (JCPDS № 33-0664). При ИК-анализе исходного образца (Рисунок 1д) наблюдаются острые интенсивные пики на значениях волнового числа  $465\text{ см}^{-1}$  и  $555\text{ см}^{-1}$ . Эти полосы характерны для магнетита ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) - основные колебания Fe-O [213; 214]. Были обнаружены пики Si-O-Si ( $1080\text{ см}^{-1}$  и  $798\text{ см}^{-1}$ ) и Si-OH ( $960\text{ см}^{-1}$  и  $1630\text{ см}^{-1}$ ) [215; 216], что свидетельствует о присутствии кремнезема ( $\text{SiO}_2$ ) и является характерным для железных руд. Отсутствие выраженных пиков в области  $2800\text{--}3600\text{ см}^{-1}$  свидетельствует о низком содержании гидроксильных групп/адсорбированной воды, а также отсутствии органических соединений. Спектр является характерным для неокисленной железной руды (неокисленных железистых кварцитов) с преобладанием магнетита как основного рудного минерала. Значение удельной площади поверхности, измеренное методом газопроницаемости, составило  $0,207\pm 0,021\text{ м}^2/\text{г}$ .

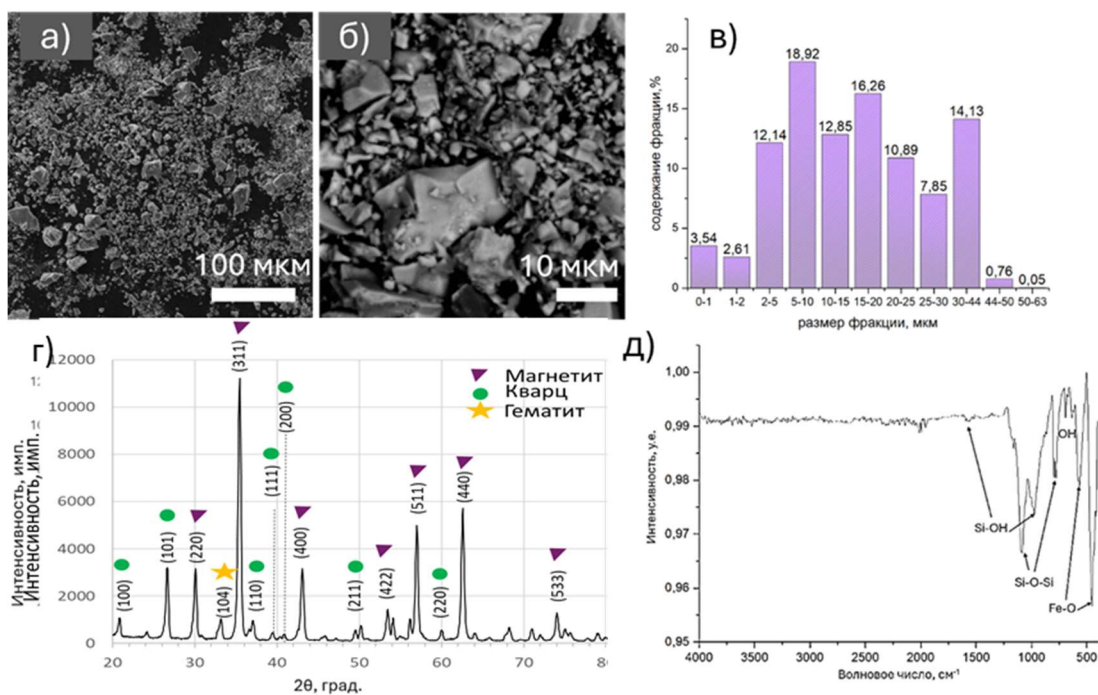


Рисунок 1 – Микрофотографии (а,б) с гранулометрический составом(в), дифрактограммой (г) и ИК-спектром (д) порошка железорудного концентрата

Было доказано, что ни один из режимов обработки не приводит к существенным изменениям в морфологии частиц, при этом химический состав образцов значительно меняется (Таблица 2). Химический анализ состава образца исходного магнетита показал,

что основными компонентами являются Fe (69,9%), кислород O (27,1%), и кремний Si (1,5%). Также было обнаружено содержание калия в количестве порядка 0,2% и углерода 1,3%. Небольшие содержания щелочных металлов характерны для концентратов производства «Михайловского» ГОКа. Основное распределение углерода фиксируется по краям снимка и, вероятно, является фоном от клеевой подложки (канцелярский скотч). При различных вариантах обработки реагентами ни один из режимов не привел к существенным изменениям в морфологии частиц, при этом химический состав поверхности образцов значительно меняется. Режим 2 подразумевал обработку частиц гидролизированным крахмалом (Д), являющимся депрессором магнетита в условиях близким к технологическим (С=900мг/л, время контактирования 5 мин, перемешивание). В сравнение с исходным порошком магнетита было показано, что обработка «Д» повышает содержание углерода (С) в образце (Таблица 3), приводя к равномерному распределению элемента по поверхности частиц, что свидетельствует о его адсорбции на поверхность. Обработка собирателем 3-(изодецилокси)пропиламином (Ам), являющимся собирателем кремнезема (Режим 3, С=300мг/л, время контактирования 5 мин, перемешивание) приводит к появлению в составе азота, равномерно распределенного по поверхности частиц, и также повышенное содержание углерода относительно исходного образца. При последовательной обработке декстрином и амином (Режим 4, Сдекстри= 900 мг/л, перемешивание в течение 5 минут, добавление Самин= 300 мг/л, перемешивание в течение 5 минут), количество азота несколько снижается, при этом количество углерода возрастает, что может свидетельствовать о формировании более плотного органического слоя на поверхности частиц. Стоит также отметить, что теоретический состав магнетита содержит FeO (31,03 %) и Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (68,97%), что в пересчете на содержание Fe (72,36 %) и O (27,64 %) дает массовое соотношение 2,62, что хорошо согласуется с экспериментальными данными. При этом обработка реагентами (за исключением декстрина), приводит к росту относительной доли кислорода, что уменьшает соотношение [Fe]/[O]. Стоит отметить, что определение точного содержания углерода в составе образцов не представляется возможным из-за наличия фонового сигнала от углеродного скотча, тем не менее ЭДС анализ свидетельствует о повышении плотности сигнала от углерода на поверхности частиц магнетита.

Таблица 2 – Атомный состав для исходного и модифицированного магнетитового концентрата, определенный методом ЭДС

№	Обозначение	Концентрация элемента, ат.%							[Fe]/[O]
		[Fe]	[O]	[Si]	[C]	[K]	[N]	[Ca]	
1	Исх.	69,9	27,1	1,5	1,3	0,2			2,6
2	Д	69,6	26,3	1,5	2,4	0,1	-	0,1	2,6
3	Ам	64,5	27,5	1,6	5,2	0,2	0,9	0,1	2,3
4	Д+Ам	63,9	27,5	1,5	6,6	0,2	0,2	0,1	2,3
5	Д+Ам+Р(А)	65,2	26,5	1,3	6,7	0,1	0,1	0,1	2,5
6	Д+Ам+Р(К)	56,0	29,4	2,1	10,9	0,2	1,2	0,2	1,9

Определение связывания реагентов с поверхностью частиц магнетита оценивали спектрофотометрически. Процент связывания гидролизованного декстрина при режиме обработки 2 составил  $25,5 \pm 5,7\%$ . Режим обработки 3 привел к 100% переходу амина из жидкой фазы. При обработке смесью реагентов на режимах 4-6 количество сорбированных реагентов определялось относительно оптической плотности обрабатываемой смеси, и было установлено как  $41,4 \pm 3,7\%$ ,  $54,8 \pm 5,9\%$  и  $63,4 \pm 2,5\%$ , соответственно. Было показано, что увеличение компонентов смеси приводит к большему количеству сорбированных реагентов на поверхность частиц, что согласуется с данными ЭДС анализа.

На Рисунке 2а представлены ИК-спектры исходного магнетита и после модификации (режимы 2-6). Появление пиков в области  $2800-3000 \text{ см}^{-1}$  соответствует углеводородным группам ( $\text{CН}_x$ ), в то время как широкий пик с максимумом  $3400 \text{ см}^{-1}$  относится к гидроксильным группам. Появление данных пиков свидетельствуют о сорбции органических реагентов на поверхность частиц магнетита.

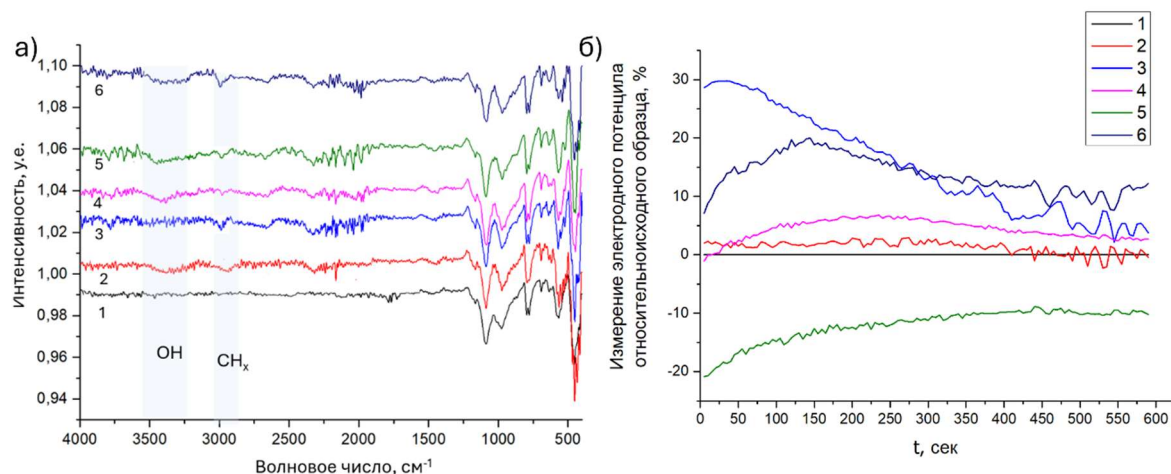


Рисунок 2 – (а) ИК-спектры исходного порошка магнетита (1) и модифицированных реагентами образцов (2-6); (б) Изменение электродного потенциала магнетитовых электродов после выдержки в растворах с модификаторами (2 - Д; 3 - Ам; 4 - Д+Ам; 5 - Д+Ам+Р(А); 6 - Д+Ам+Р(К)), нормированных на значение электродного потенциала исходного магнетита (1)

Введение реагентов, используемых в технологии обратной катионной флотации (Д+Ам) необходимо для селективного разделения минералов (флотации кварца), негативно влияет на последующую стадию фильтрации магнетитового концентрата, как показывает практика. Для нивелирования влияния флотационных реагентов были исследованы два типа полимерных добавок, различающихся по знаку заряда макромолекулы (Р(А) и Р(К)), для проверки гипотезы о компенсации заряда как ключевом факторе улучшения фильтрации.

На Рисунке 2б представлены результаты измерений электродного потенциала модифицированного магнетита (Режимы 2-6). Электродный потенциал магнетитового электрода с необработанной поверхностью был принят за базовое значение (0%)

отклонения) для упрощения анализа влияния добавления реагентов. При обработке Д (Режим 2) электродный потенциал показывает слабую динамику: незначительный положительный сдвиг в начале (+2 %) сменяется около нулевыми значениями. Режим 3 (Ам, собиратель) демонстрирует высокий положительный сдвиг (+28 % на 5-й секунде), указывающий на интенсивное электрохимическое взаимодействие и быструю кинетику адсорбции. При Режиме 4 (Д+Ам), моделирующем реальный технологический цикл обратной флотации, наблюдается положительный сдвиг электродного потенциала с максимумом +7% ( $t=250$  секунд), с последующим снижением до 3% в течение следующих 100 сек и до конца периода измерения. Полученная кинетика свидетельствует о наличии конкурентной адсорбции реагентов. Добавление анионного реагента (Режим 5) резко меняет кинетику электродного потенциала, смещая ее в область отрицательных значений: от -20% до -10% относительно исходного образца. Полученный результат свидетельствует об активном включении P(A) в процессы адсорбции, повышая электрохимическую активность поверхности. Добавление катионного реагента (Режим 5) приводит к положительному сдвигу электродного потенциала с тенденцией к росту во времени (от +7% до +20% относительно исходного магнетита). Динамика роста потенциала указывает на то, что адсорбция катионного полимера является процессом, развивающимся во времени, возможно, включающим переориентацию макромолекул на поверхности.

Значения дзета потенциала и краевого угла смачивания приведены в Таблице 3. Значение краевого угла смачивания для порошка железорудного концентрата составило  $22,7 \pm 1,1^\circ$ , что хорошо согласуется с литературными данными [217]. Ожидалось, что обработка декстрином (Д, Режим 2) сохранит или усилит смачиваемость поверхности, однако экспериментально зафиксировано увеличение краевого угла смачивания до  $30,0 \pm 1,3^\circ$ , что обуславливается структурными изменениям в приповерхностном слое воды. Обработка катионным собирателем (Ам, Режим 3) приводит к максимальному увеличению краевого угла смачивания до  $34,2 \pm 1^\circ$ , что обусловлено экранированием длинной углеводородной цепью (C<sub>10</sub>–C<sub>12</sub>) реагента гидрофильных участков оксида железа. Гидрофобизация поверхности препятствует плотной упаковке осадка. Режимы 4 и 5 демонстрирует усредненное значение между Режимами 2 и 3, в то время как добавление P(K) (Режим 6) существенно повышает гидрофильность поверхности до значений исходного магнетита.

Таблица 3 – Значения краевого угла смачивания и дзета-потенциала для исходного и модифицированного магнетитового концентрата

№	Обозначение	Значение краевого угла смачивания, °	Значение дзета-потенциала, мВ
1	Исх.	$22,7 \pm 1,1$	$-13,7 \pm 0,3$
2	Д	$30,0 \pm 1,3$	$-17,5 \pm 0,5$
3	Ам	$34,2 \pm 1,0$	$-8,7 \pm 0,8$
4	Д+Ам	$30,7 \pm 0,9$	$-15,6 \pm 0,4$
5	Д+Ам+Р(А)	$30,5 \pm 0,9$	$-17,2 \pm 0,4$
6	Д+Ам+Р(К)	$27,1 \pm 1,2$	$-8,5 \pm 0,9$

Отрицательное значение дзета-потенциала исходного магнетита ( $-13,7$  мВ) при pH 9–10 обуславливается диссоциацией поверхностных гидроксильных групп по кислотному типу ( $\equiv\text{Fe}-\text{OH} \rightarrow \equiv\text{Fe}-\text{O}^- + \text{H}^+$ ), что приводит к преобладанию отрицательного заряда на поверхности, однако модуль дзета-потенциала не является критически высоким и допускает возможность агрегации частиц под действием сил Ван-дер-Ваальса. Режим 2 приводит к увеличению отрицательного значения дзета-потенциала (до  $-17,5$  мВ), свидетельствуя о диссоциации адсорбированных гидроксильных групп полисахарида. Механизм адсорбции декстрина на магнетите в щелочной среде обусловлен специфической хемосорбцией посредством образования координационных связей между ОН-группами полисахарида и поверхностными атомами железа. Образующийся полимерный слой повышает электростатическое отталкивание частиц и обладает стерическим фактором, что приводит к их стабилизации. С технологической точки зрения, это негативно сказывается на скорости осаждения и фильтрации, так как частицы формируют плотный, низкопроницаемый осадок. Режим 3 приводит к снижению модуля дзета-потенциала (до  $-8,7$  мВ) указывает на частичную компенсацию отрицательного заряда поверхности катионными группами аммония ( $\text{R}-\text{NH}_3^+$ ). Механизм адсорбции включает электростатическое взаимодействие положительно заряженных аммониевых групп с отрицательно заряженными центрами на поверхности магнетита ( $\equiv\text{Fe}-\text{O}^-$ ). Режимы 4 демонстрируют усредненные значения дзета потенциала между режимами 2 и 3, что указывает на то, что декстрин частично экранирует активные центры поверхности, препятствуя адсорбции амина. Однако совокупный эффект сохраняет тенденцию к стабилизации суспензии. Добавление анионного реагента приводит к включению его в состав поверхностного слоя, снижая значения дзета-потенциала, таким образом повышая электростатическое отталкивание частиц. Добавление катионного реагента позволяет частично компенсировать отрицательный заряд поверхности, способствуя агрегации частиц.

В четвертой главе приведены результаты фильтрационных исследований по влиянию флотационных реагентов.

Результаты экспериментальных исследований систематизированы в Таблице 4, позволяющей провести сравнительный анализ влияния индивидуальных и комбинированных режимов дозирования реагентов.

Таблица 4 – Влияние реагентных режимов обратной катионной флотации на фильтрационные характеристики магнетитового концентрата

Реагент	Расход, г/т	Толщина осадка, мм	Изменение производительности, %	Остаточная влажность, %
Декстрин	0	10,9	0	9,8
	60	10,8	-1	9,7
	300	10,4	-4	9,7
	600	8,5	-22	9,0
	900	5,4	-51	7,8
	1200	4,0	-63	8,3
Амин	0	11,2	0	10,0
	9	10,5	-6	10,1
	45	9,8	-13	10,1
	90	9,3	-17	10,1
	135	8,2	-27	9,9
	180	8,7	-35	9,6
Декстрин + Амин	0+0	11,5	0	10,0
	60+9	11,3	-2	10,5
	300+45	9,2	-20	10,4
	600+90	7,9	-32	9,3
	900+135	5,8	-49	8,2
	1200+180	5,1	-68	7,7

Проведённые исследования позволяют констатировать, что реагенты обратной катионной флотации оказывают существенное негативное влияние на фильтруемость магнетитовых концентратов. Критическими порогами, после которых наблюдается резкое падение производительности, являются 600 г/т для декстрина и 90 г/т для амина. Совместное применение реагентов приводит к синергетическому ухудшению фильтрационных характеристик, что требует разработки специальных мер интенсификации процесса обезвоживания.

#### *Исследование влияния флокулянтов на агрегацию*

В связи с тем, что наибольший практический интерес представляют фракции менее 5 мкм, которые, помимо увеличения сопротивления осадка, могут закупоривать поры фильтрующей перегородки, и учитывая, что наиболее крупная фракция характеризуется самым высоким пиком (-44+30 мкм) в распределении частиц, в Таблице 5 представлены выходы данных классов во всех экспериментах.

Таблица 5 – Изменение выхода классов крупности -5+0 мкм и -44+30 мкм при применении реагентов А и К

Реагент	Расход реагента, г/т	Выход класса крупности, %	
		-5+0 мкм	-44+30 мкм
Д+Ам	600+200	18,3	14,1
Д+Ам+Р(А)	600+200+2,5	5,4	30,4
	600+200+5,0	5,2	24,8
	600+200+7,5	13,9	12,0
	600+200+10	13,6	10,6
Д+Ам+Р(К)	600+200+10	8,4	36,3
	600+200+20	8,6	33,0
	600+200+30	8,1	32,6
	600+200+40	6,4	35,1

По результатам измерений выявлено, что при использовании реагента А наиболее выраженное изменение в выходе классов наблюдается при расходе 2,5-5 г/т, при котором выход класса -5+0 мкм снижается с 18,3 % до 5,2-5,4 %, а выход класса -44+30 мкм возрастает с 14,1 % до 24,8-30,4 %.

При использовании реагента К изменение в выходе классов наблюдается во всем диапазоне расхода реагента от 10 до 40 г/т. При этом выход класса -5+0 мкм снижается с 18,3 % до 6,4-8,6 %, выход класса -44+30 мкм возрастает с 14,1 % до 32,6-36,3 %.

На следующем этапе исследовали влияние данных реагентов на процесс фильтрования. На Рисунке 3 **Ошибка! Источник ссылки не найден.** представлены зависимости удельного сопротивления осадка и влажности от расходов реагентов по усреднённым данным трех параллельных опытов. Следует отметить, что значения остаточной влажности осадка, полученные в серии опытов по определению удельного сопротивления, превышают показатели, зафиксированные при исследовании влияния флотационных реагентов на установку «Бакор-тест» и в промышленных условиях. Данное расхождение обусловлено различиями в методике и оборудовании для фильтрования.

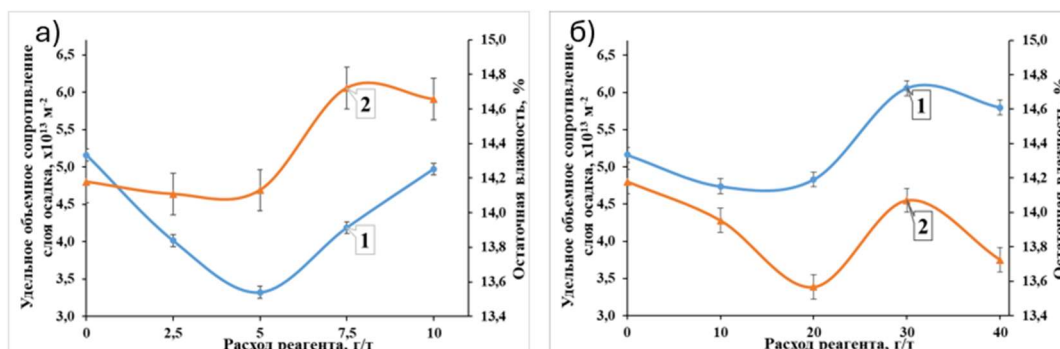


Рисунок 3 – Зависимости сопротивления слоя (1) и остаточной влажности (2) осадка от типа реагента и его расхода. а – реагент А; б – реагент К

Из полученных данных видно, что без применения реагентов удельное сопротивление осадка составило  $5,2 \cdot 10^{13} \text{ м}^{-2}$ , при влажности осадка 14,18 %. При использовании реагента А было зафиксировано наименьшее значение удельное сопротивление осадка  $3,3 \cdot 10^{13} \text{ м}^{-2}$  при расходе 5 г/т, без значительного изменения

влажности получаемого осадка, которая составила 14,12 %. В свою очередь, удельное сопротивление осадка при добавлении компонента К имело наименьшее значение в  $4,7 \cdot 10^{13}$  м<sup>2</sup> при расходе 10 г/т. Однако, наименьшая остаточная влажность 13,57 % была зафиксирована при расходе реагента 20 г/т, при котором удельное сопротивление осадка составило  $4,9 \cdot 10^{13}$  м<sup>2</sup>.

**В пятой главе** представлены результаты промышленных испытаний по интенсификации процессов фильтрации. Испытания проводились на фабрике окомкования АО «Михайловский ГОК им. А.В. Варичева» в период производства офлюсованных железорудных окатышей из флотационного концентрата с массовой долей железа не менее 70,3 %. Объектом исследования выступали керамические дисковые вакуум-фильтры КДФ-90, оснащенные фильтрующими элементами из пористой керамики.

При введении Реагента К в дозировке 40 г/т, начиная с шестого часа работы фильтра, проведя визуальный анализ (Рисунок 4) можно однозначно утверждать о положительной динамике технологических показателей. На графике чётко прослеживается точка перехода от базового режима к опытному (правее зеленой линии), после которой фиксируется устойчивый рост удельной производительности с 27,0 т/ч до 34,7 т/ч, что соответствует приросту +22 %. При этом ключевым индикатором эффективности разработанного режима является не только абсолютное увеличение производительности, но и существенное сужение диапазона колебаний влажности осадка: амплитуда варьирования снижается с 3,1 % в базовом режиме до 1,2 % при дозировании реагента.

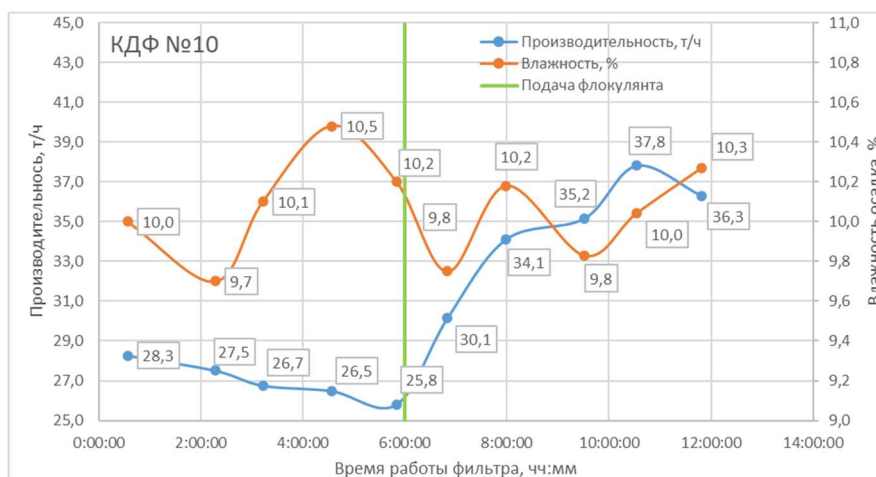


Рисунок 4 – Графики производительности и влажности В/Ф 10 при дозировании Реагента К

Следующий эксперимент был направлен на уточнение оптимального диапазона дозировки. В базовом фильтроцикле без реагента средняя производительность составила 56,4 т/ч при влажности 10,0 %. При дозировании флокулянта с расходом 25 г/т зафиксировано повышение производительности до 65,2 т/ч (+15 %) при сохранении

влажности на уровне 10,2 %. Однако при увеличении расхода до 40 г/т производительность снизилась до 58,9 т/ч при той же влажности, что подтверждает гипотезу о наличии верхнего порога эффективной дозировки. Попытка вернуть производительность на высокий уровень путем снижения расхода до 20-30 г/т не дала мгновенного эффекта, что указывает на инерционность процесса насыщения суспензии в ванне фильтра полимером и необходимость поддержания стабильного режима дозирования.

При сопоставлении результатов Главы 4 (лабораторные испытания) и Главы 5 (промышленные испытания) выявлено расхождение в оптимальных дозировках реагента: 10–20 г/т и 25–30 г/т соответственно. Увеличение расхода на 30–50% в промышленных условиях является типичным эффектом масштабирования.

Внедрение разработанной технологии не требует капитальной реконструкции участка фильтрования, так как дозирование осуществляется в существующие коммуникации, а оборудование (КДФ-90) остается тем же. Необходимо внедрение только станции приготовления и дозирования флокулянта, которое может быть установлено у накопительной емкости цеха фильтрации. Это позволит увеличить удельную производительность фильтров на 5–10% позволяет перерабатывать дополнительные объемы концентрата без установки новых агрегатов. Для крупного ГОКа это означает выпуск тысяч тонн дополнительного товарного продукта ежегодно.

**В шестой главе** представлены результаты исследований по разработке усовершенствованного способа регенерации фильтрующих элементов.

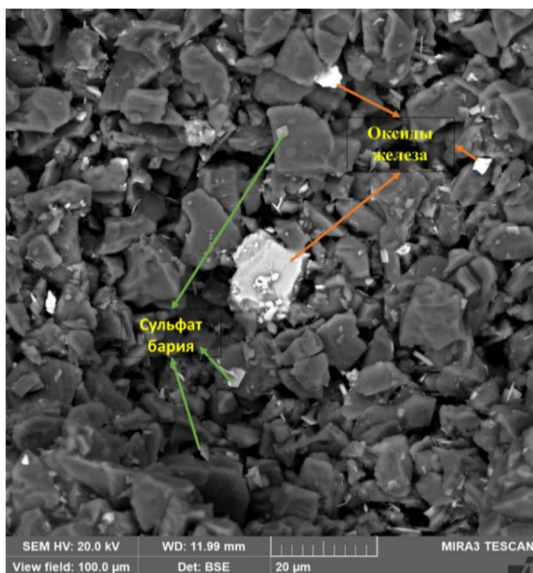


Рисунок 5 – Мембрана фильтрующего элемента с включениями оксидов железа в порах и барита на поверхности

Для выявления механизмов засорения были проведен элементный анализ с помощью растрового электронного микроскопа серии MIRA (Tescan, Чехия), оснащённого детектором EDS X-MAX 80 (Oxford Instruments) (Рисунок 5) образцов керамических фильтрующих элементов, отработавших более 1000 часов на участке обезвоживания магнетитового концентрата АО «Карельский окатыш». Было выявлено нахождение примесей сульфата бария и гидроксида железа, осаждающихся в порах и на поверхности фильтрующего элемента, препятствующей нормальной работе фильтра.

По результатам микроскопических и минералогических исследований в порах и на поверхности мембраны керамического

фильтрующего элемента не были определены никакие другие фазы кроме гематита (или близкие фазы железа в виде гетита, лимонита и т.п.), магнетита и барита, что по всей видимости и явилось причиной снижения производительности фильтра.

Стандартная технология регенерации, применяемая на ряде предприятий, включает ультразвуковую обработку и промывку раствором азотной кислоты концентрацией 0,5–1 %. Исследования показали, что данный метод обеспечивает эффективное удаление солей жесткости, однако обладает низкой эффективностью в отношении оксидов железа и практически не растворяет сульфат бария. В результате, после множества циклов «работа–регенерация», водопроницаемость ФЭ снижается до критических значений. Средний срок службы ФЭ при использовании стандартной методики составляет около 12 500 часов, однако падение производительности до 40–50 % от номинальной наблюдается уже через 700–1000 часов работы.

В связи с чем был предложен метод глубокой регенерации ФЭ принцип действия, которого базируется на комплексном химическом воздействии на отложения в порах керамической мембраны с использованием композиции, содержащей щавелевую кислоту и оксиэтилидендифосфоновую кислоту (ОЭДФК).

Щавелевая кислота имеет высокую эффективность в отношении оксидов и гидроксидов железа, образуя растворимые оксалатные комплексы. Однако, как показали эксперименты, однокомпонентное использование щавелевой кислоты недостаточно для полного восстановления проницаемости в присутствии оксидов/гидроксидов железа и солей жесткости, а также есть риск осаждения оксалата кальция.

Вторым ключевым компонентом композиции выбрана ОЭДФК. Данный реагент относится к классу комплексонов и обладает высокой способностью к хелатированию ионов двухвалентного железа ( $\text{Fe}^{2+}$ ), а также ионов щелочноземельных металлов ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ). Введение ОЭДФК позволяет предотвращать повторное осаждение солей жесткости и растворять отложения оксида железа, которые устойчивы к действию кислот в условиях стандартной регенерации.

Таким образом, композиция данных реагентов должна создавать синергетический эффект, обусловленный сочетанием кислотного растворения (щавелевая кислота) и комплексообразования (ОЭДФК). Это обеспечит глубокую очистку порового пространства без разрушения керамической матрицы. Для подтверждения теоретического выбора были проведены лабораторные исследования.

Были проведены испытания на демонтированных керамических фильтрующих элементах, отработавших 7500 фактических часов фильтрования на АО «Карельский окатыш». За это время было проведено 8 циклов стандартной глубокой регенерации

(щавелевая кислота + роданид аммония / гидроксид натрия + ЭДТА-2Na). Анализ данных из Таблицы 6 свидетельствует, что наиболее значимый эффект наблюдается на сильно загрязненных элементах (№ 73951, 66291), где применение ОЭДФК в сочетании с циркулирующей раствора позволило увеличить водопроницаемость в 6–16 раз по сравнению с исходным состоянием. Циркуляция раствора через внутреннюю полость ФЭ повышает эффективность регенерации за счет интенсификации массопереноса.

Таблица 6 – Эффективность регенерации керамических фильтрующих элементов различными составами

№ ФЭ	q <sub>исх.</sub> , м <sup>3</sup> /м <sup>2</sup> ·ч	Регенерационный состав	q, м <sup>3</sup> /м <sup>2</sup> ·ч	Прирост q, м <sup>3</sup> /м <sup>2</sup> ·ч	Прирост q, %
66060	1,62	Вымачивание	4,73	3,12	192,73
66064	1,48	Щавелевая кислота 1% + Роданид аммония 1 % Гидроксид натрия 0,5% + ЭДТА-2Na 1%	4,59	13,11	210,26
66024	1,19		4,30	3,10	260,16
66271	2,30	Вымачивание	4,60	2,30	99,8
73951	0,29	Щавелевая кислота 1%. + ОЭДФК 1%	5,13	4,84	1673,7
88070	4,01	Гидроксид натрия 0,5% + ЭДТА-2Na 1%	5,73	1,72	42,9
66291	0,48	Циркуляция насосом Щавелевая кислота 1%. + ОЭДФК 1% Гидроксид натрия 0,5% + ЭДТА-2Na 1%	3,82	3,34	692,9

Примечание: q – удельная водопроницаемость.

Визуальная оценка процесса очистки представлена на Рисунок 6, который иллюстрирует, что рассматриваемая композиция эффективно удаляет отложения окислов железа кирпично-ржавого цвета. Данный эффект может быть использован в качестве оперативного контроля эффективности глубокой регенерации в условиях промышленного применения.



Рисунок 6 – Визуальная оценка очистки керамического фильтрующего элемента при регенерации предложенной композицией: а – до регенерации, б – после 4 часов регенерации, в – после 12 часов регенерации

Для окончательной верификации разработанного метода необходимо учесть влияние динамических факторов, таких как режим вращения фильтровального диска, неравномерность распределения загрязнений по площади фильтрации и т.п. Это обуславливает необходимость проведения промышленных испытаний на действующем оборудовании. Испытания проводились на промышленном вакуум-филт্রে КДФ в условиях действующего производства АО «Карельский Окамыш». Для получения

предложенной глубокой кислотной композиции в ванне смешали 50 кг щавелевой кислоты, 50 кг ОЭДФК и 4900 л воды. Далее осуществили глубокую кислотную регенерацию керамических фильтрующих элементов, для чего запустили вращение вала на скорости 0,5 об/мин дискового вакуумного фильтра так, чтобы каждый керамический фильтрующий элемент периодически погружался в ванну с предложенной глубокой кислотной композицией в течение 12 часов

Испытания проводились на двух идентичных дисковых вакуум-фильтрах. На первом фильтре применялась разработанная композиция (щавелевая кислота + ОЭДФК), на втором – известная композиция (щавелевая кислота + Роданид аммония). Результаты глубокой кислотной регенерации представлены в Таблице 7 и Рисунке 7.

Таблица 7 – Сравнительная эффективность способов регенерации керамических фильтрующих элементов

Параметр	Ед. изм.	Разработанная композиция	Известная композиция (Аналог)
Исходная водопроницаемость	м <sup>3</sup> /ч	49,0	49,2
Водопроницаемость перед регенерацией	м <sup>3</sup> /ч	22,4	22,3
Водопроницаемость после регенерации	м <sup>3</sup> /ч	48,8	46,9
Степень восстановления	%	99,6	95,3
Срок работы до следующей регенерации	суток	32	29

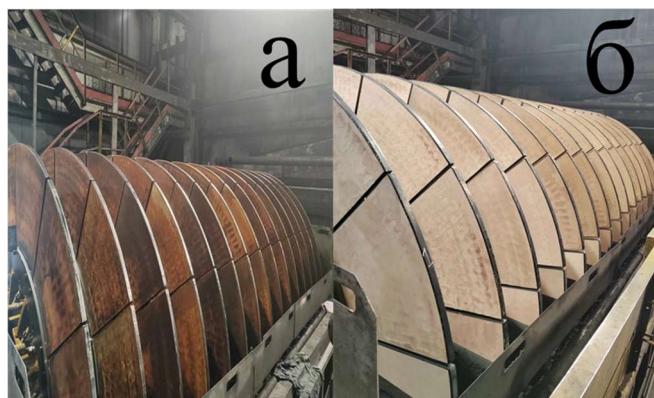


Рисунок 7 – Внешний вид керамических фильтрующих элементов до глубокой регенерации (а) и после глубокой регенерации предложенной композицией (б)

Применение композиции на основе щавелевой и ОЭДФК позволяет восстановить водопроницаемость до 99,6 % от исходного уровня, что на 4,3 % выше, чем при использовании аналогов. Кроме того, наблюдается увеличение межрегенерационного периода на 10 %, что обусловлено более глубоким удалением отложений оксида железа, являющихся центрами кристаллизации для последующих загрязнений.

Разработанный способ регенерации защищен патентом РФ № 2 830 008 С 1 «Способ глубокой кислотной регенерации керамического фильтрующего элемента и композиция для его осуществления» от 11.11.2024г. Технология внедрена на предприятиях АО «Карельский окатыш» и АО «Михайловский ГОК им. А.В. Варичева». Регламент предусматривает проведение глубокой кислотной регенерации путем периодического прохождения фильтрующих элементов через ванну с реагентом в течение 8–24 часов при скорости вращения вала 0,3–0,5 об/мин.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Установлено, что реагенты обратной катионной флотации, присутствующие в железорудном концентрате, в зависимости от их расхода приводят к снижению производительности керамических вакуум-фильтров до 68%. Также показано, что гидролизованный щелочью кукурузный крахмал (декстрин) способствует стабилизации мелких фракций в пульпе за счет усиления электрокинетического отталкивания, что является более значимым фактором, чем гидрофобизация поверхности, осуществляемая за счет адсорбции 3-(изодецилокси)пропиламина (амин);

2. Показано, что введение полиэлектролита с анионным зарядом на основе акриламида и акрилата натрия (реагент А) при расходе 5 г/т способствует агрегированию осадка за счет мостикового механизма и снижению сопротивления осадка, но не приводит к снижению влажности получаемого осадка. Введение катионного полимерного коагулянта на основе полидиаллилдиметиламмония хлорида (реагент К) при расходе 20 г/т приводит к успешному агрегированию частиц без значительного увеличения объема осадка за счет снижения электрокинетического отталкивания частиц, что способствует снижению остаточной влажности осадка фильтрования на 0,6% без снижения производительности;

3. При промышленных испытаниях на участке фильтрования АО «Михайловский ГОК им. А.В. Варичева» подтверждена эффективность применения катионного полимерного коагулянта на основе полидиаллилдиметиламмония хлорида (реагент К), которая позволила увеличить производительность керамических дисковых вакуум-фильтров КДФ-90 на 5-10% (в отдельных случаях до 33%) при стабилизации влажности получаемого осадка не более 10,2%, что отвечает требованиям производства окатышей;

4. Установлено, что снижение водопроницаемости керамических фильтрующих элементов обусловлено не только механическим засорением, но и осаждением труднорастворимых соединений (оксиды/гидроксиды железа и сульфаты щелочноземельных металлов), которые при известных способах глубокой регенерации полностью не растворяются, что приводит к накопительному эффекту закупоривания пор керамических фильтрующих элементов.

5. Установлено, что глубокая кислотная регенерация керамических фильтрующих элементов и использованием композиции щавелевой и оксиэтилидендифосфоновой кислот позволяет восстановить водопроницаемость керамических фильтрующих элементов до 99,6% от уровня новых изделий. Полученные результаты подтверждены промышленными испытаниями.

**Список работ по теме диссертации****Научные статьи в изданиях, рекомендованных перечнем ВАК РФ и Scopus:**

1. **Чылбак-оол Е. Д.**, Конюхов Ю. В., Дмитракова У. В., Николаев А. А., Сизова А. С. Применение флокулянтов для повышения эффективности фильтрования железорудных концентратов с низким содержанием SiO<sub>2</sub> // Горный информационно-аналитический бюллетень. – 2025. – № 10. – С. 37–47. DOI: 10.25018/0236\_1493\_2025\_10\_0\_37. (Scopus Q2, ВАК К1)
2. Красный Б. Л., Зимбовский И. Г., Дмитракова У. В., **Чылбак-оол Е. Д.** Химический способ восстановления фильтрующей способности керамических фильтрующих элементов // Черные металлы. – 2021. – № 11. – С. 4-9. – EDN RSVBTU. DOI: 10.17580/chm.2021.11.01. (Scopus Q2)
3. Дмитракова У. В., Круглов А. В., Юшина Т. И., **Чылбак-оол Е. Д.** Опыт применения различного фильтровального оборудования на отечественных предприятиях // Обогащение руд. – 2021. – № 4. – С. 52-56. – EDN LGIBFM. DOI: 10.17580/or.2021.04.09 (Scopus Q2)

**Результаты интеллектуальной деятельности:**

4. Патент № 2830008 С1 Российская Федерация, МПК В01D 33/44, В01D 33/21. Способ глубокой кислотной регенерации керамического фильтрующего элемента и композиция для его осуществления, содержащая ОЭДФ-кислоту : № 2024114748 : заявл. 30.05.2024 : опубл. 11.11.2024 / Красный Б. Л., Красный А. Б., Зимбовский И. Г., **Чылбак-оол Е. Д.**, Стрелецкий В. В. ; заявитель Общество с ограниченной ответственностью "Научно-технический центр "Бакор". – EDN DNTRVG.

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

5. **Чылбак-оол Е.Д.**, Конюхов Ю.В., Дмитракова У.В., Николаев А.А. Влияние флокулянтов на стабильность суспензии и эффективность фильтрования магнетитового концентрата // Инновационные процессы комплексной и глубокой переработки природного и нетрадиционного минерального сырья (Плаксинские чтения – 2025), г. Екатеринбург, 29 сентября – 4 октября 2025 г. : материалы международной конференции – Екатеринбург : Изд-во «Форт-Диалог Исеть», 2025 . – С. 234-235
6. **Чылбак-оол Е.Д.**, Конюхов Ю.В., Дмитракова У.В., Сизова А.С. Исследование применения флокулянтов для повышения эффективности фильтрования железорудных концентратов с низким содержанием SiO<sub>2</sub>// Тезисы Московского международного конгресса обогатителей (ММКО-2025): Россия, Москва, 11–14 марта 2025 г. — М.: Издательский дом «Графит», 2025. — С. 36-37.