

ЭКСПРЕСС-ПРИЕМЫ ВЫДЕЛЕНИЯ ТОНКОДИСПЕРСНЫХ МИНЕРАЛОВ ИЗ ЦЕМЕНТА ОСАДОЧНЫХ ПОРОД**И. И. Никулин***ООО «Белгородская горнодобывающая компания», г. Белгород**Поступила в редакцию 2 февраля 2010 г.*

Аннотация. *Исследован процесс разделения суспензий, содержащих тонкодисперсную твердую фазу. Предложены два способа отмучивания фракции мельче 0,001 мм. Рассмотрены способы выделения твердой фазы из глинистой суспензии и предложены некоторые приемы по их усовершенствованию с учетом полученных результатов исследования. Наиболее эффективными приемами выделения можно считать принудительную сушку, выполняемую без увеличения температуры, и отжим при помощи сверхскоростной центрифуги с центробежным типом осаждения.*

Ключевые слова: *тонкодисперсный, отмучивание, электрофорез, сушка, центрифугирование.*

Abstract. *The separation process of the suspensions containing a fine-grained solid phase, is investigated. Two methods of levigation of fraction < 0,001 mm are offered. Methods of allocation of a solid phase from clay suspension are considered and some receptions on their improvement taking into account the received results of research are offered. It is possible to consider as the most effective receptions of allocation the forced drying which is carried out without increase of temperature, and squeezing by means of a superfast centrifuge with centrifugal type of sedimentation.*

Key words: *fine-grained, levigation, electrophoresis, drying, centrifugation*

Характерной особенностью рыхлых гипергенных образований, в частности элювия и продуктов ближнего переотложения, является повышенное содержание в них тонкодисперсных минералов с тем или иным содержанием относительно крупнозернистых реликтовых зерен алевритовой или песчаной размерности.

Гранулометрический анализ литологами используется давно и широко, по сути являясь основным. Тем не менее при получении фракций мельче 0,01 мм неизбежно сталкиваются с проблемой во времени. К тому же еще, если основной целью является получение глинистых фракций, то возникает вопрос о так называемой стерильности используемых методов. Нарушение стерильности начинается от просева на ситах, сетка которых всегда имеет окисленные участки, посуды с микроскопическими царапинами и самое нежелательное – химической обработки. Помимо этого большая часть глинистых минералов является природным сорбентом, поэтому все воздействия на них в процессе прохождения пути от литологической

пробы в таре до фракции < 0,001 мм в чистом виде очень пагубно отражаются на них, искажая картины лабораторных исследований. Эти и многие другие факторы подвергают глинистые минералы так называемому «техногенному гипергенезу». Решение данной проблемы возможно, если на стадиях выделения фракции < 0,001 мм использовать приемы, позволяющие избежать как можно больше воздействий на глинистый материал.

Получение суспензии с тонкодисперсным материалом

Предварительная обработка до получения водной суспензии с фракцией мельче 0,001 мм достигается путем отмучивания пробы. Отмучивание применяется обычно для выделения фракции размерностью < 0,01 мм. Если требуется фракция < 0,001 мм для рентгеноструктурного анализа, то предварительную механическую или химическую обработку желательно избежать. Для получения качественного результата необходимо придерживаться одного из предлагаемых ниже способов отмучивания.

Способ 1. В данном случае используются сита с полиэтиленовыми ячейками, которые применя-

ются в пищевой промышленности при просеивании муки. Чаще всего ячейки у таких сит имеют диаметр менее 0,5 мм. Далее навеску просеивают мокрым способом через это сито. Оставшиеся на сите частицы высушивают, взвешивают и определяют содержание в весовых процентах. В случаях когда имеется дело с уплотненными глинами, распаривают пробу в дистиллированной воде на водяной бане в течение 5 ч и более. После этих процедур небольшими порциями содержимое чашки переводят в градуированный стакан до уровня на 2 см выше нулевого, взбалтывают мешалкой и через 100 с сливают до нулевого уровня. Повторяют эту операцию до тех пор, пока весь материал из фарфоровой чашки не будет переведен в стакан и после взбалтывания через 100 с в слое воды от нулевой линии до отметки 2 см не будет взвешенных частиц. Таким путем отмучивают фракцию < 0,01 мм. Фракцию диаметром < 0,1 мм отмучивают, доливая воду до уровня 10 см над нулевой линией и сливая ее через 10 с после взмучивания. В стакане остается фракция от 0,25 до 0,1 мм. Ее собирают, высушивают и рассеивают на ситах. Для отмучивания фракции < 0,05 мм доливают в стакан чистую (дистиллят) воду до отметки 2 см над нулевой линией, взбалтывают и через 10 с сливают до нулевой линии. Операция продолжается до тех пор, пока в указанном 2-сантиметровом слое воды через 10 с после взмучивания не будет взвешенных частиц. Все отмученные фракции, за исключением фракции 0,01 мм, собирают, высушивают, взвешивают и рассчитывают процентное содержание, принимая взятую навеску в 5 г за 100 %. Фракцию < 0,01 мм определяют по разности между навеской и всеми взвешенными фракциями или путем вычитания из 100 % суммарного процентного содержания всех остальных фракций. Получение фракции мельче 0,001 мм приводится ниже.

Способ 2. При малых количествах проб достаточно навески воздушно-сухой глины массой 15–35 г, которая размачивается в фарфоровой чашке дистиллированной водой. После размокания (от 2 до 24 ч) вода с легкорастворимыми солями сливается, доливаются немного свежей воды и глина растирается до получения густой однородной суспензии. Далее суспензия переводится в стеклянную посуду (банку) вместимостью 3–4 л и перемешивается зигзагообразными движениями. После суточного отстаивания суспензии сливаются верхние 7 см, содержащие частицы мельче

0,001 мм, или через 6 ч, если выделяют фракцию < 0,005 мм. В случае оседания всей суспензии через 24 ч вследствие коагуляции слой воды над осевшей глиной удаляется, снова добавляется чистая вода, суспензия взбалтывается и отстаивается. Взбалтывание и сливание повторяют до просветления суспензий (полного удаления частиц < 1 мкм).

В тех случаях, когда глина коагулирует долго (не удается получить устойчивой суспензии после нескольких удалений слоя воды над осевшей глиной), для получения устойчивой суспензии добавляют аммиак до появления слабого запаха или пирофосфат натрия. Однако достаточно 10–15 дней ежедневных сливов верхнего слоя, чтобы избежать использования химических веществ.

После получения нескольких десятков литров суспензии обычно перед исследователем возникает вопрос о скорейшем высушивании глинистого материала. Используя естественное испарение, которое не должно превышать 30–35 °С, получение тонких фракций может затянуться на неопределенное время. Экспериментальные работы некоторых исследователей [1] показали, что в водный раствор после продолжительного времени сушки из поглощенного комплекса глинистых минералов некоторое количество ионов натрия, кальция, магния поступает в раствор за счет легкорастворимых солей. Это обстоятельство вызывает некоторое изменение дифракционной картины, особенно в случае присутствия в глинистом веществе набухающих минералов. Отсюда следует, что необходимо сокращать время обработки образцов водой и для выделения фракции применять более эффективные методы по сравнению с обычным выпариванием. Другим коллективом исследователей [2] проводились работы по упрощению способа отделения из суспензии твердой части. Так, ими доказано ничтожное растворение алюмосиликатных глинистых минералов соляной кислотой. Глины предварительно обрабатываются электролитом (NaCl) для пептизации суспензии. Обработка производится на фильтре 5% раствором NaCl с последующей промывкой дистиллированной водой при контроле на присутствие иона Cl азотнокислым серебром. Потом суспензия коагулируется 2% HCl, затем фильтруется через бумажный фильтр и вторично промывается раствором NaCl. Более совершенного и простого метода химического выделения глинист-

той фракции из суспензии в настоящее время не опубликовано.

Высокоэффективные приемы выделения тонкодисперсного материала из водной суспензии

Электрофорез. Электрофоретическое обогащение, предложенное Н. В. Логвиненко и А. А. Лазаренко [3], в настоящее время считается одним из наиболее прогрессивных способов извлечения глинистого материала из суспензии. Суть этого метода заключается в следующем. Диспергированные в воде глинистые частицы представляют собой коллоидные системы и несут на своей поверхности отрицательные электрические заряды. В поле постоянного тока эти частицы перемеща-

ются к аноду, где разряжаются и осаждаются. Используя данный принцип, ученые разработали прибор, позволяющий в течение 5–10 мин выделить на электроде до 5 г глинистого вещества из суспензии [4].

Прибор состоит из стакана емкостью 5 л, на раздвижной крышке которого укреплены два электродных блока (рис. 1). Анодный блок включает в себя верхнюю (2) и нижнюю (9) головки, которые соединены стеклянной трубкой (8). В корпусе верхней головки укреплены электроконтакт (1) и внутренняя трубка (8), в нижний конец которой впаян платиновый электрод (10). В корпусе головки имеются два отверстия (12), служащие для заполнения анодного пространства блока дистиллированной водой и выпуска газов, образующихся

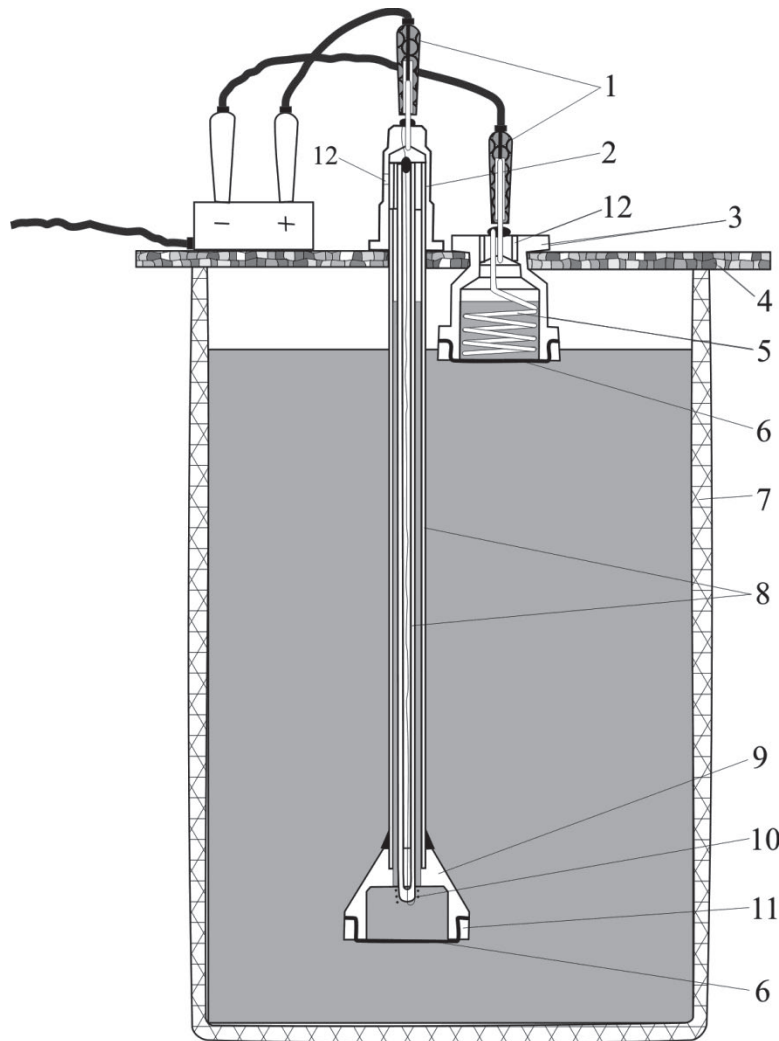


Рис. 1. Схема прибора для ускоренного осаждения глинистых частиц. Примечание: 1 – электроконтакты; 2 – верхняя головка анодного блока; 3 – катодный блок; 4 – крышка; 5 – электрод; 6 – целлофановая пленка; 7 – стакан; 8 – стеклянные трубки; 9 – нижняя головка анодного блока; 10 – платиновый электрод; 11 – зажимное кольцо; 12 – отверстия для выпуска газов

при электролизе. Нижняя головка анодного блока отделяет анодное пространство от суспензии без разрыва электрической цепи, что достигается с помощью целлофановой пленки (б), укрепленной в корпусе головки при помощи зажимного кольца (11). В катодном блоке, изготовленном из органического стекла, электродом служит спираль из нихромовой проволоки диаметром 1 мм. Здесь также катодное пространство отделено от суспензии целлофановой пленкой. В верхней части катодного блока имеются отверстия для выхода газов и заполнения катодного пространства дистиллированной водой.

После заполнения стакана суспензией электродные блоки заполняют дистиллированной водой и устанавливают на крышке прибора так, чтобы целлофановая пленка анодного блока расположилась на расстоянии 1,5 см от дна сосуда, а пленка каждого блока – вблизи зеркала суспензии. На электроды необходимо подавать напряжение 300–400 В и ток 100 мА. При таких параметрах тока примерная скорость осаждения частиц с размером $< 0,001$ мм 3–4 см/ч.

В более простой конструкции (обыкновенный стеклянный стакан емкостью 3–5 л) при постоянном токе 100–120 В, 5 А можно использовать для анода свинец, а для катода – медь. Оптимальное расстояние между ними 15–20 мм. Из соответствующей навески глинистой породы на дистиллированной воде готовится устойчивая суспензия объемом до 1–2 л (в зависимости от величины установки). Через 1 ч 20 мин верхние 10 см суспензии с размером частиц $< 0,005$ мм сливаются и используются для электрофореза. Плотность суспензии, измеряемая ареометром, должна быть не менее 1,005–1,010 г/см³. Суспензия сливается в ванну, где предварительно установлены электроды. После нескольких минут работы из суспензии извлекают анод и снимают с его поверхности глину. Несколько мазков ее помещают на предметное стекло и просматривают под микроскопом на чистоту выделения.

Проблема использования электрофореза заключается в том, что не каждая лаборатория может себе позволить использовать платиновые электроды. Графитовые электроды отказываются работать в такой системе. И остаются только электроды из цветных металлов (меди или свинца), которые влияют на глинистую суспензию крайне пагубно.

Как выше обозначено, и с этим согласится любой исследователь – чем меньше факторов влияет на результат, тем чище получатся эксперимент. Придерживаясь этого принципа, автор отработал два экспресс-приема выделения фракции мельче 0,001 мм без применения химических реактивов и повышенных температур, влияющих на кристаллохимические характеристики глинистых минералов: принудительная сушка путем выдува и отжим при помощи центробежной центрифуги.

Принудительная сушка. Сушкой принято называть процесс удаления влаги из материалов за счет испарения. Обычно по литературным источникам под оптимизацией процесса испарения понималось лишь увеличение интенсивности процесса сушки с сохранением кристаллохимических характеристик глинистых минералов. В простых условиях этот процесс осуществляется, если к поверхности подводится тепло и за счет этого парциальное давление паров воды у поверхности больше их парциального давления в окружающей среде. Парциальное давление на поверхности можно создать различными способами: конвекцией от нагретого воздуха, тепловым излучением от нагретых поверхностей, пропусканием через влажное тело переменного электрического тока, кондукцией при непосредственном соприкосновении влажного тела с нагретой поверхностью и другими способами. Так как при сушке для глинистой суспензии приемлем узкий температурный режим (не выше 30–35 °С), то нами использовался последний прием. Вместо температуры на поверхность суспензии предлагается подавать не повышенную температуру, а поток фильтрованного воздуха. Конструкция системы принудительной сушки без использования нагревательных приборов весьма проста (рис. 2).

В центр накопительного стакана сверху подается поток воздуха, который посредством кондукции атмосферного воздуха с поверхностью глинистой суспензии ускорят процесс высушивания емкости. Физико-механические условия эффективности данного приема зависят от процесса влагопереноса – скорости потока и температуры окружающей среды [5]. Дополнительным условием является постоянное проветривание помещения. Данный прием принудительной сушки позволяет сократить время выделения сухой фракции мельче 0,001 мм из суспензии до 1–2 дней.

Еще более эффективным приемом может оказаться отжим частиц с размером $< 0,001$ мм из

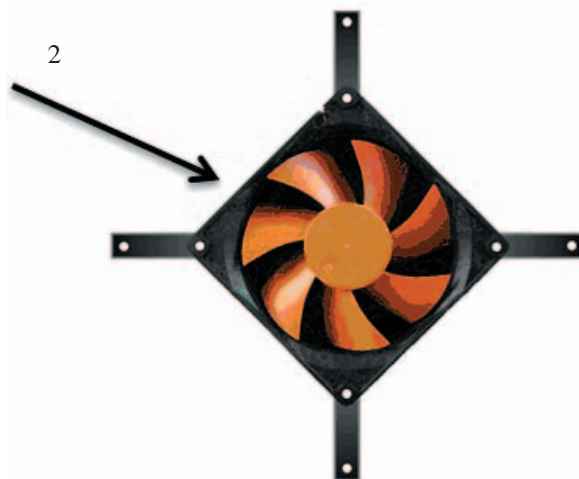
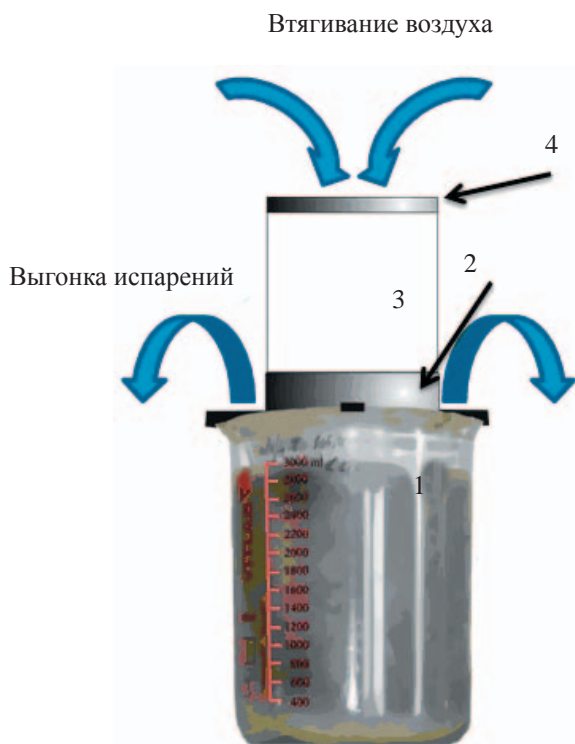


Рис. 2. Конструкция для ускоренного выделения глинистых частиц из суспензии при помощи выдува: 1 – стакан с глинистой суспензией; 2 – вентилятор; 3 – хомут; 4 – воздушный фильтр

суспензии с использованием высокоскоростной центрифуги.

Отжым. Одним из распространенных промышленных способов разделения неоднородных жидких систем является центрифугирование, осуществляемое в специальных машинах – центрифугах. В центрифугах происходят процессы отстаивания и фильтрации в поле центробежных сил, поэтому центрифуги – это более эффективные системы для разделения неоднородных суспензий [6]. В настоящее время существует огромное количество различных конструкций центрифуг. Все они подразделяются по следующим признакам: по технологическому назначению, по способу проведения процесса (непрерывные или периодические), по основному конструктивному признаку, а также по способу выгрузки осадка из ротора центрифуги. Главными факторами, определяющими выбор центрифуг и показатели их работы, являются физические свойства разделяемых сред, характерные для каждого отдельного технологического процесса. К этим факторам относятся:

- гранулометрический (дисперсный) состав твердой фазы;
- вязкость жидкой фазы;
- плотность твердой и жидкой фазы;
- концентрация суспензии;
- форма частиц.

По принципу действия нами предлагается использовать «отстойный» тип центрифуги с центробежным типом осаждения [7]. Для отработки приема выделения глинистого материала из суспензии путем отжима эксплуатировалась высокоскоростная центрифуга с большим объемом загрузки ОС-6М отечественного производства (рис. 3, а). Наиболее эффективный режим эксплуатации с угловым ротором производится при следующих параметрах: $T_{\text{ср}} = +22 \text{ }^\circ\text{C}$, $N = 5500 \text{ об./мин}$. Ротор позволяет загружать за один сеанс восемь колб с общим объемом до 720 мл (рис. 3, б). Типоразмер колб выбран неслучайно, т. к. позволяет применять широко распространенные пластиковые одноразовые «чайные» ложки. С помощью «чайных» ложек собирается со дна колбы отжата от воды глинистая фракция (рис. 3, в).

Скорость седиментации глинистых частиц (v) зависит от угловой скорости (ω), эффективного радиуса ротора $r_{\text{эфф}}$ (расстояние от оси вращения) и седиментационных свойств частиц. Седиментационные свойства частицы характеризуются коэффициентом седиментации S и выражаются в единицах Сведберга ($1S = 10^{-13} \text{ с}$). Величина S может колебаться в широких пределах, поэтому время центрифугирования достаточно рассчитать эмпирически (обычно $t_{\text{ср}} \approx 15 \text{ мин}$). После сбора глинистой фракции на стерильную поверхность она должна подсушиться некоторое время в ком-



Рис. 3. Основные элементы отжима глинистой суспензии при помощи центрифуги: а – высокоскоростная центрифуга ОС-6М в сборе; б – после центрифугирования: 1 – угловой ротор; 2 – полиэтиленовая, гибкая колба; 3 – прозрачная жидкость; 4 – отжатая глина на дне колбы; в – высохшая фракция мельче 0,001 мм, пригодная для дальнейших лабораторных исследований

натных условиях для взвешивания и дальнейшей упаковки в соответствующую тару. Прозрачную воду из колб собирают в другой стакан, если необходимо провести дополнительные расчеты.

Скорость выделения глинистой фракции из водной суспензии после отмучивания с применением отжима оказывается примерно в 20 раз выше, чем при выдуве в батарейных стаканах. Кинетическая энергия, развиваемая центрифугой, позволяет даже выделять из суспензии глинистые частицы, поведение которых можно охарактеризовать как броуновское. В таких суспензиях после отмучивания обычно очень малый процент глинистой составляющей, не способной коагулировать и осесть в обычных комнатных условиях.

Обсуждение результатов

Из сравнения дифрактограмм становится очевидным, что применение различных химических и электрических воздействий для ускорения выделения глинистой составляющей из пробы,

искажает в той или иной мере истинный фазовый состав глин, или не дает существенных преимуществ перед обычным отмучиванием.

Проведенные исследования показали, что при подготовке к дифрактометрическому или какому-либо другому лабораторному виду анализа глин не следует применять электрофорез, а также использовать различные химические обработки, рассчитанные на ускорение коагуляции вещества. В таких случаях целесообразно ограничиться обычным отмучиванием с предварительным распариванием образца на водяной бане.

В связи с изложенным для выделения и подготовки к лабораторным анализам глинистой фракции в больших масштабах наиболее целесообразно использовать центрифугирование с большим запасом полиэтиленовых колб. Применение центробежной центрифуги позволяет в десятки раз ускорить лабораторный процесс при минимальных воздействиях на глинистые минералы.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Логвиненко Н. В.* Методы определения осадочных пород : учеб. пособие для вузов / Н. В. Логвиненко, Э. И. Сергеева. – Л. : Недра, 1986. – 240 с.
2. *Морозов А. Н.* Подготовка проб глин для изучения глинистых минералов / А. Н. Морозов // Исследование и использование глин. Материалы совещания во Львове в 1957 году. – Львов : Изд-во Львовского университета, 1958. – С. 727–735.
3. *Логвиненко Н. В.* Выделение глинистых частиц при помощи электрофореза / Н. В. Логвиненко, А. А. Лазаренко // Изв. АН СССР. Сер.: Геол. – 1961. – № 9. – С. 1017–1024.
4. *Потапов В. П.* Прибор ускоренного количественного осаждения глинистой фракции из суспензий низкой

концентрации / В. П. Потапов, А. Ф. Евсеев // Литология и полез. ископ. – 1974. – № 4. – С. 131–133.

5. *Кузьмин В. А.* Метод расчета эффективности использования энергии при внутреннем тепловлагопереносе в процессе сушки / В. А. Кузьмин, Д. Л. Овсянников // Материалы докладов Школы-семинара. – Казань, 1999. – С. 194–197.

6. *Соколов В. И.* Центрифугирование / В. И. Соколов. – М., 1976. – 408 с.

7. *Шкоропад Д. Е.* Центрифуги для химических производств / Д. Е. Шкоропад. – М. : Машиностроение, 1975. – 248 с.

Рецензент В. Л. Бочаров

*Воронежский государственный университет
И. И. Никулин, кандидат геолого-минералогических наук, участковый геолог ООО «Белгородская горнодобывающая компания»
Тел. 8-910-224-51-31
ivnikulin@rambler.ru*

*Voronezh State University
I. I. Nikulin, the Candidate of Geology-Mineralogical Sciences, the local geologist of the «Belgorod mining company ltd.»
Tel. 8-910-224-51-31
ivnikulin@rambler.ru*