

НАНОМАТЕРИАЛЫ И НАНОТЕХНОЛОГИИ

NANOMATERIALS AND NANOTECHNOLOGIES

ISSN 1995-2732 (Print), 2412-9003 (Online)

УДК 622.75/.77

DOI: 10.18503/1995-2732-2020-18-2-47-55



ТЕОРИЯ И ПРАКТИКА ПОЛУЧЕНИЯ И ПРИМЕНЕНИЯ МАГНИТНОЙ ЖИДКОСТИ

Евдокимов С.И., Герасименко Т.Е.

Северо-Кавказский горно-металлургический институт (государственный технологический университет),
Владикавказ, Россия

Аннотация. Постановка задачи: применение магнитной жидкости для получения продуктов, пригодных для плавки на слиток сплава Доре, решает актуальную задачу для малых горных предприятий - производство ликвидной товарной продукции, так как обеспечивает повышение экономической эффективности работы предприятия. **Цель работы:** разработка технологии массового синтеза магнитной жидкости, устойчивой в сильных неоднородных магнитных полях на основе новых технологических подходов к двум проблемам - получения наноразмерных частиц магнетита и обеспечения агрегативной устойчивости неводных коллоидных растворов, полученных на их основе, в процессах извлечения золота методом магнитогравиметрической сепарации. **Новизна:** обоснована и выявлена эффективность массового получения наночастиц магнетита методом гетерогенной химической конденсации, отличающаяся тем, что сначала получают устойчивые центры конденсации надмолекулярного размера (затравки), а затем обеспечивают их рост до требуемого наноразмера. На основе положений теории полимолекулярной адсорбции доказана эффективность стабилизации, при которой на поверхности наночастиц магнетита создают химически и физически сорбированные слои стабилизатора, а затем второй слой переносят на незащищенную поверхность наночастиц магнетита. **Результат:** разработана технология массового синтеза магнитной жидкости, которая состоит в том, что наночастицы магнетита получают методом гетерогенной химической конденсации, а стабилизацию системы осуществляют смешением защищенных и незащищенных стабилизатором наночастиц магнетита. Качество магнитной жидкости, полученной с использованием данной технологии, отвечает требованиям магнитогравиметрической сепарации материалов по плотности. **Практическая значимость:** разработанная технология обеспечивает снижение капитальных затрат и эксплуатационных расходов при синтезе магнитной жидкости.

Ключевые слова: наноматериал, синтез, стабилизация, магнитная жидкость, сепарация, золото.

© Евдокимов С.И., Герасименко Т.Е., 2020

Для цитирования

Евдокимов С.И., Герасименко Т.Е. Теория и практика получения и применения магнитной жидкости // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2020. Т.18. №2. С. 47–55. <https://doi.org/10.18503/1995-2732-2020-18-2-47-55>



Контент доступен под лицензией Creative Commons Attribution 4.0 License.
The content is available under Creative Commons Attribution 4.0 License.

THEORY AND PRACTICE OF PREPARING AND APPLYING FERROFLUID

Sergey I. Evdokimov, Tatiana E. Gerasimenko

North Caucasian Institute of Mining and Metallurgy (State Technological University), Vladikavkaz, Russia

Abstract. Problem Statement: Ferrofluid used to obtain products suitable for ingot melting of doré bars addresses a currently important task for small mining enterprises - the production of marketable commercial products, as this provides increased economic efficiency of the enterprise. **Objectives:** Development of a technology for mass synthesis of ferrofluid that is stable in strong inhomogeneous magnetic fields by applying new technological approaches to two problems - obtaining nanosized particles of magnetite and ensuring aggregative stability of non-aqueous colloidal solutions prepared on their basis in gold extraction by magnetogravimetric separation. **Originality:** The authors substantiated and identified efficiency of mass production of magnetite nanoparticles by a heterogeneous chemical condensation method characterized in that they first obtain stable condensation centers of a supramolecular size (seeds), and then ensure their growth up to the required nanoscale. Applying the principles of the theory of polymeric adsorption, the authors proved stabilization efficiency, when chemically and physically sorbed stabilizer layers are created on the surface of magnetite nanoparticles, and then the second layer is transferred to the unprotected surface of magnetite nanoparticles. **Findings:** The authors developed a magnetic fluid mass synthesis process: magnetite nanoparticles were produced by a heterogeneous chemical condensation, and the system was stabilized by mixing magnetite nanoparticles protected and unprotected by the stabilizer. The quality of ferrofluid produced by this technology meets the requirements of magnetogravimetric separation of materials by density. **Practical Relevance:** The developed technology provides a reduction in capital costs and operating costs for the synthesis of ferrofluid.

Keywords: nanomagnetite, synthesis, stabilization, ferrofluid, separation, gold.

For citation

Evdokimov S.I., Gerasimenko T.E. Theory and Practice of Preparing and Applying Ferrofluid. *Vestnik Magnitogorskogo Gosudarstvennogo Tekhnicheskogo Universiteta im. G.I. Nosova* [Vestnik of Nosov Magnitogorsk State Technical University]. 2020, vol. 18, no. 2, pp. 47–55. <https://doi.org/10.18503/1995-2732-2020-18-2-47-55>

Введение

Для многих технологических процессов и областей науки актуальной является задача получения наночастиц [1–3]. Механические, оптические, каталитические и другие свойства, которыми обладают созданные на основе нанотехнологий материалы, являются уникальными. Уникальность их свойствам придают поверхностные явления, вклад которых становится определяющим, когда частицы достигают наноразмеров и величина отношения размера поверхности частиц к объему оказывается огромной [4–7].

Метод химической конденсации является одним из наиболее перспективных при массовом получении материалов на основе магнитных наночастиц [8, 9].

Требования к качеству производимых коммерческих магнитных наноматериалов включают ограничение на агрегативную устойчивость в сильных градиентных полях, намагниченность насыщения, полидисперсность и предельный размер частиц. Эти ограничения могут быть выполнены при тщательном подборе условий осуществления синтеза.

Разработан способ получения коллоидного раствора с узким распределением частиц магне-

тита по размерам методом гетерогенной конденсации по Зигмонди, предложившего осуществлять конденсацию на затравках – внесенных в раствор заранее полученных наночастицах магнетита. Получение монодисперсного золь практически достигается путем вливания концентрированного раствора одного компонента в очень разбавленный раствор другого при сильном перемешивании (правило Веймарна).

Для стабилизации золь применен так называемый метод «двойной добавки», предложенный G.J. Fleer и J. Lyklema [10–12]. Суть метода сводится к тому, что к определенному числу наночастиц магнетита, защищенных от агрегации сорбированным на поверхности стабилизатором, причем взятому с двойным (против оптимального) избытком, добавляют такое же число незащищенных стабилизатором наночастиц магнетита.

Таким образом, разработанный способ массового синтеза магнитной жидкости состоит в том, что наночастицы магнетита получают методом гетерогенной химической конденсации, а стабилизацию системы осуществляют смешением защищенных и незащищенных стабилизатором наночастиц магнетита.

Методы исследования

Основным фактором, влияющим на функцию распределения f частиц по размерам, является изменение во времени t линейной скорости роста частиц v . Представим ее в виде произведения функции $\phi(s)$ (где s – пересыщение несущей фазы ($\phi(0)=0$) и степенной функции r^α (где r – размер кристалла). Показатель степени α изменяется в пределах от -1 до некоторого значения $n \sim 1$ [13].

Примем, что скорость роста кристаллов v является степенной функцией r :

$$v = \frac{\phi(s)}{r^\alpha}, \tag{1}$$

а коэффициент диффузии в пространстве размеров $D_r(s, r)$ характеризует скорость роста кристаллов и определяется формулой

$$D_r = rv(s, r). \tag{2}$$

Составим уравнение баланса для функции распределения f :

$$\frac{\partial f}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial r} [v(r, s)f] = \frac{\partial}{\partial r} \left[D_r(s, r) \frac{\partial f}{\partial r} \right]. \tag{3}$$

В уравнении (3) второй член в левой части описывает изменение функции распределения по размерам за счет роста кристаллов, а член в правой части уравнения – за счет флуктуации скорости роста кристаллов v .

Подставляя в уравнение (3) выражения (1) и (2) для скорости роста кристаллов v и коэффициента диффузии D_r , получаем:

$$\frac{\partial f}{\partial t} + \phi(s) \frac{\partial}{\partial r} \left[\frac{f}{r^\alpha} \right] = \phi(s) \frac{\partial}{\partial r} \left[r^{1-\alpha} \frac{\partial f}{\partial r} \right]. \tag{4}$$

Преобразуем уравнение (4) к виду, более удобному для последующих вычислений:

$$\frac{\partial f}{\partial t} + \phi(s) \frac{\partial}{\partial r} \left[\frac{f}{r^\alpha} r^{1-\alpha} \frac{\partial f}{\partial r} \right] = 0. \tag{5}$$

Начальное и граничные условия к уравнению (5) можно записать следующим образом:

$$f(r, t) = g(r) \quad f = 0, \tag{6}$$

$$\lim_{r \rightarrow 0} \left(\frac{f}{r^\alpha} r^{1-\alpha} \frac{\partial f}{\partial r} \right) = \frac{I_s}{\phi(s)} \equiv F(s), \tag{7}$$

где $g(r)$ – начальное распределение кристаллов

по размерам; I_s – интенсивность образования центров кристаллизации; $F(s)$ – некоторая функция пересыщения.

Во многих случаях можно полагать, что пересыщение s зависит только от количества выкристаллизовавшегося вещества, причем в широком диапазоне s эту зависимость можно считать линейной. Поэтому определим пересыщение в виде

$$s = Q - \beta \int_0^\infty r^3 f(r, t) dr. \tag{8}$$

Здесь β – коэффициент формы кристаллов; Q – максимальное количество кристаллов, которое можно выделить при данной температуре.

Начальное количество кристаллов $\beta \int_0^\infty r^3 f(r, t) dr$ считаем выкристаллизовавшимся.

Для решения поставленной задачи (5)-(7) удобно перейти к новым переменным:

$$\psi(\tau, \xi) = \frac{f(\tau, r)}{r^\alpha}; r^{\alpha+1} = (1 + \alpha)\xi, \tag{9}$$

$$\frac{\partial \tau}{\partial t} = (1 + \alpha) \frac{2}{1 + \alpha}; \tau(0) = 0. \tag{10}$$

Используя (9), (10), из (5)-(7) получаем уравнение для $\psi(\tau, \xi)$:

$$\frac{\partial \psi}{\partial \tau} = \omega \frac{\partial \psi}{\partial \xi} + \xi \frac{\partial^2 \psi}{\partial \xi^2} \tag{11}$$

с начальными и граничными условиями:

$$\psi(\tau, \xi) = G(\xi) \quad \tau = 0; \tag{12}$$

$$\psi(\tau, \xi) = \frac{F(s)}{1 - \alpha} \quad \xi = 0. \tag{13}$$

Здесь введены следующие обозначения:

$$G(\xi) = g[r(\xi)]; \omega = \frac{2\alpha + 1}{\alpha + 1} - \left[(1 + \alpha) \frac{2}{1 + \alpha} \right]. \tag{14}$$

В [13] поставленная задача (11)-(13) решена с целью получения выражения для определения времени завершения кристаллизации. Для этого в уравнении

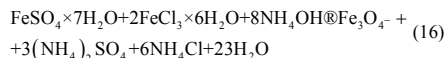
$$s = \sum_{n=1}^\infty \frac{(-1)^n \tau^{n(\sigma+1)}}{(1 + n + n^\sigma)} \tag{15}$$

(где $\sigma = \gamma + 2(1 - \omega)$) пересыщение следует при-

нять нулевым ($s=0$), определить значение τ и подставить его значение в уравнение (10).

Результаты исследования и их обсуждение

Наномagnetит получали соосаждением солей двух- и трехвалентного железа водным раствором аммиака по реакции



Полученный по реакции (16) наномagnetит отмыывают от побочных продуктов химической реакции и стабилизируют (пептизируют) олеиновой кислотой с одновременной экстракцией в керосин.

Из практики химической конденсации известно, что при соосаждении стехиометрических количеств металлосодержащих солей получают грубодисперсные осадки. Остановить рост частиц на нануровне можно путем избытка одной из участвующих в реакции (16) солей.

В практике при получении наночастиц magnetита по реакции (16) соль двухвалентного железа берут с 10%-ным избытком против мольного стехиометрического отношения солей железа

$$\frac{\text{Fe(III)}}{\text{Fe(II)}} = 2:1.$$

Монодисперсные наночастицы magnetита получают путем перехода от гомогенной к гетерогенной химической конденсации.

Приготовление раствора солей для получения затравочного золя состояло в том, что 0,44 кг сульфата железа (II) – в виде кристаллогидрата $\text{FeSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$ – растворяли в 2 л воды, получая его 22%-ный раствор. Кристаллогидрат $2\text{FeCl}_3 \times 6\text{H}_2\text{O}$ хлорида железа (III) массой 0,8 кг растворяли в 1,1 л воды, получая 50%-ный раствор. Свежеприготовленные растворы смешивали, получая 3,1 л раствора солей двух- и трехвалентного железа с массовой концентрацией 40,0%.

Затем готовили основной объем раствора металлосодержащих солей Fe^{2+} и Fe^{3+} . Для этого соль Fe^{2+} в виде кристаллогидрата сульфата железа $\text{FeSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$ в количестве 4,0 кг загрузжали в емкость и заливали водой до общего объема 20 л. Содержимое емкости перемешивали до полного растворения соли. Ту же самую операцию в другой емкости повторяли с солью трехвалентного железа, загрузив в емкость 8,0 кг кристаллогидрата хлорида железа $2\text{FeCl}_3 \times 6\text{H}_2\text{O}$ и добавив 11,4 л воды. Свежеприготовленные растворы смешивали, получая 31,4 л 38,2%-ного раствора солей Fe^{2+} и Fe^{3+} .

Для получения затравочного золя в емкость с 3,1 л 40,0%-ного раствора солей Fe^{2+} и Fe^{3+} при интенсивном перемешивании (число Рейнольдса $Re = 4356$) вливали в течение 1,31 мин взятый с полуторным избытком (55,4 л) нагретый (40–45⁰С) водный раствор аммиака (26%-го). Таким образом, затравочный золь получали при соосаждении солей Fe^{2+} и Fe^{3+} с 10%-ным избытком соли Fe^{2+} .

Полученный затравочный золь подвергали «старению» (созреванию Оствальда). С этой целью затравочный золь перемешивали ($Re = 4356$) в течение 7,3 мин. Значение числа Re и время перемешивания определяли методом математического планирования эксперимента.

Промытый осадок наномagnetита делили на две равные части и сливали в разные химические реакторы (см. рисунок).

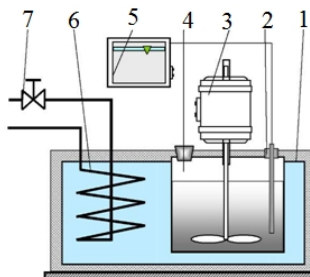


Схема реактора для стабилизации наночастиц magnetита: 1 – термоизоляция системой охлаждения; 2 – система контроля температуры; 3 – механическая мешалка с турбинкой; 4 – рабочая емкость; 5 – регистрирующий прибор; 6 – нагревательный элемент; 7 – клапан регулировки расхода теплоносителя

Fig. The reactor used to stabilize magnetite nanoparticles: 1 is heat insulation with the cooling system; 2 is temperature control system; 3 is mechanical stirrer with the centrifugal impeller; 4 is operating tank; 5 is recording device; 6 is heating element; 7 is heat transfer medium flow control valve

В первом реакторе получали магнитную жидкость с двойным (против оптимального количества) избытком стабилизатора, добавляя к наномagnetиту олеиновую кислоту (54 мл) в керосине (6,7 л) при нагреве (85–90⁰С) и перемешивании ($Re = 2000$) в течение 30–40 мин. Полученную магнитную жидкость удерживали в реакторе системой постоянных магнитов на основе сплава неодим-железо-бор с магнитной энергией 35 МГсЭ, а маточный раствор сливали.

Затем магнитную систему удаляли и сливали магнитную жидкость.

Полученную магнитную жидкость вливали во второй реактор при нагреве (85–90°C) и перемешивании ($Re = 2000$) в течение 30–40 мин. Затем из реактора сливали маточный раствор и ~6 л готовой магнитной жидкости.

В табл. 1 приведены результаты морфологического, фазового и структурного анализа полученных образцов магнитной жидкости.

Фазовым анализом установлено присутствие магнетита. Диаметр кристаллитов (по данным проницающей электронной микроскопии (ПЭМ) и рентгенофазового (РФА) анализа), результаты расчетов по дифрактограммам (картинам дифракции) параметров решетки (0,8384–0,8386 нм) методом Нэлсона-Рэйли свидетельствуют о том, что в образцах полученной магнитной жидкости дисперсной фазой являются магнетит и маггемит.

В табл. 2 приведены результаты магнитогравиметрического анализа полученных образцов магнитной жидкости.

Промышленная апробация образцов магнитной жидкости

При размещении магнитной жидкости в неоднородном магнитном поле в ней в дополнение к гравитационной f_{gp} проявляется действие объемной пондеромоторной силы магнитного поля f_{mc} [14–16]

$$f_{gp} + f_{mc} = \rho_0 g + \mu_0 (M \cdot \nabla) \cdot H = f_{\Sigma}, \quad (17)$$

где f_{Σ} – сумма удельных сил (H/m^3) в магнитной жидкости с плотностью ρ_0 ($кг/м^3$) и намагниченностью M (A/m) при ускорении свободного падения g (m/c^2), магнитной восприимчивости вакуума μ_0 ($Гн/м$) и градиенте напряженности магнитного поля ∇H (A/m^2).

Рост пондеромоторной силы магнитного происхождения f_{mc} в МЖ в неоднородном магнитном поле является причиной увеличения градиента давления в МЖ. Это свойство МЖ равносильно изменению ее плотности ρ_0 до эффективной плотности $\rho_{эф}$

$$\rho_{эф} = f_{\Sigma} / g = \rho_0 + g^{-1} \mu_0 (M \cdot \nabla) \cdot H, \quad (18)$$

таким образом, минералы можно сепарировать по плотности, изменяя величину градиента магнитного поля, например, силой тока в электромагнитной системе [14–16].

Практическое значение имеют результаты магнитогравиметрической сепарации в артелях старателей. В с/а «Заря-1» (Амурская обл.) МЖ использовали для создания опорного слоя в V-образном межполосном зазоре сепаратора с магнитной системой на постоянных магнитах из никель-кобальтового сплава ЮНДК35. При напряженности магнитного поля в рабочем зазоре до 350 кА/м из кассовых отдувов было извлечено 4 кг шихового золота. Золотины крупностью (-0,25+0,1) мм имели массу 0,049 и 0,083 мг крупностью (-0,10+0,05) мм.

Таблица 1. Результаты морфологического, фазового и структурного анализа полученных образцов магнитных жидкостей / Table 1. Morphological, phase and structural analysis of the produced samples of ferrofluids

Номер образца	Жидкость-носитель	Стабилизатор	Материал наночастиц	Форма наночастиц	Диаметр, нм		Степень полидисперсности, %
					ПЭМ	РФА	
1	Керосин ТС-1	Олеиновая кислота	Магнетит и маггемит	Кубическая и цилиндрическая	7,0	7,3	9,0
2	Керосин ТС-1	Олеиновая кислота	Магнетит	Кубическая и цилиндрическая	8,6	10,0	8,1
3	Керосин ТС-1	Олеиновая кислота	Магнетит	Кубическая и цилиндрическая	10,0	9,7	7,7

Таблица 2. Магнитогравиметрическая характеристика полученных образцов магнитных жидкостей / Table 2. Magnetogravimetric parameters of the produced samples of ferrofluids

Номер образца	ϕ , %		M_S , кА/м	χ_L	ρ , кг/м ³	η , Па·с	$\nu \cdot 10^4$, м ² /с	σ , дин/см
	магнетит	твердая фаза						
1	14,7	18,0	67,7	2,77	1470	0,284	1,93	23,5
2	14,3	18,0	67,0	2,77	1450	0,280	1,93	23,4
3	14,0	18,5	66,7	2,75	1440	0,281	1,95	23,2

ϕ – объемная концентрация магнетита и твердой фазы в магнитной жидкости, %; M_S – намагниченность насыщения магнитной жидкости, кА/м; χ_L – начальная магнитная восприимчивость; ρ – плотность магнитной жидкости, г/см³; η – динамическая вязкость магнитной жидкости, Па·с; ν – кинематическая вязкость магнитной жидкости, м²/с; σ – поверхностное натяжение магнитной жидкости, дин/см.

В с/а «Курчатовская» (Магаданская обл.) внедрен сепаратор с длиной магнитной системы 350 мм и шириной узкой части V-образного зазора 40 мм; магнитная индукция в рабочем зазоре до 0,4 Тл; кювета для сепарации с висящим слоем ФМЖ объемом 0,5 дм³. Из 90 кг промпродуктов, содержащих (в порядке убывания) пирит, магнетит, лимонит, гранат, гематит, эпидот, ильменит, турмалин, сфен, циркон, рутил и касситерит, выделено 5,2 кг шлихового золота. Золото имело массивный облик, встречались лепешковидные золотины с загнутыми краями пластинок, а также толстотаблитчатые окатанные формы. Нередко обнаруживали ромбододекаэдрические формы кристаллов золота в сростании с пластинчатыми. Цвет золотинок преимущественно ярко-желтый, золотисто-желтый. Редко отмечался ржавый налет в микротрещинах и на поверхности частиц. Поверхность золотинок ровная, имеются дырки, ямки, поры, присутствуют включения кварца, магнетита и других минералов. Проба золота по данным микроскопического анализа составляла 986%, элементами-примесями являлись: Al, Fe, Cu, Ag, Co, Se, Ni, As. Среднее содержание элементов в пробах составляло: Cu – 0,40%, Ag – 2,50%, Au – 97,80%.

В с/а «Георгий» (п. Мой-Уруста в районе Средней Колымы) объектом испытаний были концентраты гидросепаратора (0,15% золота и до 90% пирита) и промпродукты ШОФ (более 1% золота крупностью – 250 мкм и до 40% граната). Золото крупностью более 250 мкм представлено хорошо окатанными тонкопластинчатыми и листовидными формами. Мелкое и тонкое золото представлено зернами комковидной морфологии, реже округлыми, чешуйчатыми или кристаллическими формами. Характер поверхности золотинок – от гладкой до шероховатой. На поверхности наблюдались ажурные новообразования золота высокой пробы. Часто зерна золота имели кристаллическую форму. Получено шлиховое золото с извлечением 95–97% при производительности сепаратора более 10 кг/ч.

В артели «Чукотка» (Певекский район) испытания проведены на продуктах, содержащих касситерит (до 60%), пирит (до 30%) и другие тяжелые минералы, а также медную проволоку, свинцовую дробь, окалину и пр. Из 20 кг продуктов выделено шлиховое золото, переплавленное в слиток массой более 1 кг. МЖ-сепарацию выполняли в две стадии: сначала с использованием кюветы для сепарации с опорным слоем при плотности МЖ 900 кг/м³ выделяли тяжелую фракцию, которую перечисляли методом сепарации с висящим слоем при плотно-

сти МЖ 1050 кг/м³. Пластины золота имели губчатую морфологию и микробугорчатую структуру поверхности, высококу пробую золота. Потери золота при переработке всех видов промпродуктов не превышали 2%.

Показательным является результат работы вс/а «Золотинка» НПО «Геометалл», ведущей добычу золота на Колыме (п. Стекольный). Ресурсы местных ручьев характеризуются распределением гранулометрических классов золота с модами 0,5 и 1 мм. Проба золота имеет слабовыраженные максимумы 900–950 и 960–965%. В составе примесных элементов доминирует Ag, в незначительных количествах присутствуют Cu и Hg. Золото обладает не только повышенной крупностью зерен, но и более выраженной их уплощенностью. Поверхность золотинок шероховатая, скульптура поверхности бугорчатая. В артели получено более 12 кг золота в сезон за счет переработки хвостов, выделенных на вахгерде при сокращении съемов с промприбора.

В с/а «Дендрит» (Амурская обл.) из 22,3 т промпродуктов с золотом таблитчатой и комковидной морфологии выделено 1,2 кг металла с извлечением 94,0%. Распределение золота по размерам характеризовалось бимодальной кривой: основная часть золота (60%) попадает в классы 0,1–0,25 и 0–0,1 мм, а остальные золотины распределены по убывающей в более крупных классах. При виброскорости кюветы 34 мм/с энергия вибрационного поля полностью разрушает контакты между частицами и рабочий слой МЖ размером 350х80х60 мм переходит из состояния псевдооживления в состояние виброкинетики.

На участке «Красный» Ассоциации «Сибирское золото» (г. Бодайбо Иркутской обл.) из 12 кг отдувов ЗПК с золотом меньшей плотности – дендритами, тонкими пластинками с рваными краями и чешуйками золота – и тяжелых темноцветных минералов, выделено практически без потерь 43 г шлихового золота. Сепарацию осуществляли в слое МЖ намагниченностью 40 кА/м размером 350х80х60 мм, висящем между полюсами V-образной магнитной системы на постоянных магнитах.

В артелях «Александровская» и «Дамбукинская» (г. Зей Амурской обл.) сепарировали шлихов низкого качества, основу которых составляли легкие минералы (кварц, пирит, эпидот, турмалин, гранат) и золото (до 70 % в виде листочков и чешуек крупностью менее 250 мкм). В с/а «Александровская» из 500 дм³ отходов выделено 134,2 г шлихового золота, а в с/а «Дамбукинская» из 200 кг шлихов – более 30 г золота. Ис-

пользовали ФМЖ с физической плотностью 870 кг/м³, лежащую на дне сепарационной кюветы, вибрирующей со скоростью 47 мм/с.

В с/а «Пилос и С» (п. Красноярovo Амурской обл.) шлихи (600 кг) были представлены кварцем, полевыми шпатами, хлоритом, пиррофилином, слюдой в виде серицита и магнетитом. Золото практически полностью находилось в виде амальгамированных зерен («сухой» амальгамы) и в жидкой металлической ртуты. Амальгамированное золото имело губчатую (пористую) поверхность. После упаривания ртуты в реторте из тяжелой фракции МЖ-сепарации извлекли более 54,7 г чистого золота. Использовали кювету для сепарации с опорным слоем, расположенную между полюсами V-образной магнитной системы. Воздушный зазор между стенками сепарационной кюветы и полюсами магнитной системы заполняли ФМЖ. Переход от состояния «контакт между частицами есть» к состоянию «контакт разорван» имел место при виброскорости кюветы 15 мм/с.

В п. Октябрьский (Амурской обл.) из 1 т серых шлихов с пластинчатым и листовидным золотом с налетом гидроокислов железа выделено около 40 г металла.

Из лежалых хвостов ШОФ прииска «Кербинский» (Хабаровский край) было получено около 100 кг черных шлихов. Золото в них тонкое, пластинчатое и чешуйчатое, ожелезненное, часто в виде сростков с кварцем и лимонитом; крупность золота 0,2 мм. Из черных шлихов на МЖ-сепараторе выделено более 3 кг шлихового золота со следующими показателями:

1 – концентрат МЖ-сепарации: выход 2,7%, содержание золота 159,2 кг/т, извлечение золота 98,3%;

2 – исходный черный шлик: содержание золота 4373, 0 г/т;

3 – хвосты МЖ-сепарации: выход 97,3%, содержание золота 76,4 г/т, потери золота 1,7%.

Производительность МЖ-сепаратора с рабочим слоем ФМЖ размером 350x80x60 мм составила при использовании кюветы с опорным слоем около 20 кг/ч, а при сепарации с висющим слоем ФМЖ – 30 кг/ч. За счет наложения вибрации на ФМЖ извлечение золота повышается на 10–14%.

В с/а в п. Полярный, Бараниха и Усть-Омчуг (Магаданская обл.) за счет МЖ-сепарации концентрата шлюзов (300–400 г/т золота) получен прирост добычи золота на уровне 2–3%.

В с/а «Полюс» (Шмидтовский район Чукотки) эфельные отвалы представлены материалом

серого цвета с массовой долей глины в среднем 5–10% и галькой крупностью до 100 мм. Максимальная крупность золота в галечно-эфельных отвалах – 200 мкм. Во всех классах крупности преобладают зерна золота пластинчатой и чешуйчатой формы, изометричная и комковидная форма золотин встречается реже. Шлиховые минералы представлены в основном магнетитом, ильменитом, гранатом, цирконом, кварцем, реже встречаются пирит, амфиболы. Содержание золота в отвалах (по данным геологической службы артели) – 297 мг/м³.

По схеме «двухстадийная магнитная сепарация → магнитоэжидкостная сепарация немагнитной фракции» извлечено 87,7 % золота. Технологический баланс по металлу рассчитывали по шлиховому золоту. Его содержание в продуктах обогащения определяли методом амальгамации.

Плавка шлихового золота в руднотермической печи позволяла получать слитки с пробой более 900 при извлечении золота 98–99 %. Содержание золота в шлаках составляло 700–1200 г/т.

Заключение

Магнитная жидкость является устойчивой дисперсной системой, в которой в немагнитной жидкости-носителе размещены магнитные наночастицы. При необходимости массового синтеза магнитной жидкости, например, для магнитогравиметрической сепарации минеральных систем по плотности, рациональным способом получения наночастиц магнетита является гетерогенная химическая конденсация. В этом случае сначала получают стабильные зародыши магнетита надмолекулярного размера в условиях, при которых скорость образования новых центров конденсации выше скорости роста новой фазы. Затем создают условия для роста зародышей до наноразмеров, что достигается быстрым вливанием основного количества металлосодержащих солей при непрерывном перемешивании.

Агрегативной устойчивости системы добиваются, смешивая наночастицы магнетита с сорбированным на поверхности стабилизатором, взятым с двойным (против оптимального) избытком, с таким же числом наночастиц с незащищенной стабилизатором поверхностью.

Качество полученной магнитной жидкости соответствует требованиям, предъявляемым к среде разделения при магнитогравиметрической сепарации минералов по плотности, что доказано опытно-промышленной практикой извлечения самородного золота.

Список литературы

1. Иванов Л.А., Муминова С.Р. Нанотехнологии и наноматериалы: обзор новых изобретений. Часть 1 // Нанотехнологии в строительстве. Научный интернет-журнал. 2017. № 1. Т. 9. С. 88–106.
2. Магнитные наночастицы: методы получения, строение и свойства / Губин С.П., Кокшаров Ю.А., Хомутов Г.Б., Юрков Г.Ю. // Успехи химии. 2005. Т. 74. № 6. С. 539–574.
3. Дыкман Л.А., Богатырев В.А. Наночастицы золота: получение, функционализация, использование в биохимии и иммунохимии // Успехи химии. 2007. Т. 76. № 2. С. 199–213.
4. Синтез и свойства наночастиц серебра: достижения и перспективы / Крутяков Ю.А., Кудринский А.А., Олешин А.Ю., Лисичкин Г.В. // Успехи химии. 2008. Т. 77. № 3. С. 242–269.
5. Lebedev A.V. Dipole interparticle interaction in magnetic fluids // Colloid Journal. 2014. Vol. 76. No. 3. P. 334–341.
6. Arefeva I.M., Lebedev A.V. Determination of maximum particle size in magnetic fluids // Colloid Journal. 2016. Vol. 78. No. 2. P. 269–272.
7. Erin K.V. On variations in size distributions of particles and aggregates upon dilution of magnetic fluids // Colloid Journal. 2017. Vol. 79. No. 1. P. 50–55.
8. Евдокимов С.И., Паншин А.М., Канашвили М.Ж. Магнитная жидкость: новая технология // Изв. вузов. Цветная металлургия. 2008. № 2. С. 15–19.
9. Евдокимов С.И., Паншин А.М., Канашвили М.Ж. Получение магнитной жидкости для сепарации минерального сырья // Обогащение руд. 2007. № 4. С. 18–21.
10. Fleeer G.J., Lyklema J. Polymer adsorption and its effect on the stability of hydrophobic colloids. II. The flocculation process as studied with the silver iodide polyvinyl alcohol system // Colloid Interface Sci. 1974. Vol. 46. P. 1–12.
11. Fleeer G.J., Lyklema J. Polymer adsorption and its effect on the stability of hydrophobic colloids. III. Kinetics of the flocculation of silver iodide sols // Colloid Interface Sci. 1976. Vol. 55. P. 228–258.
12. Ликлема Й., Флеер Г.И., Схейтленс И.И. Вклад адсорбционных слоев полимеров в устойчивости коллоидных систем // Коллоидный журнал. 1987. Т. 49. № 2. С. 211–216.
13. Протодяконов И.О., Люблинская И.Е., Рыжков А.Е. Гидродинамика и массообмен в дисперсных системах жидкость – твердое тело. Л.: Химия, 1987. 336 с.
14. Evdokimov S.I., Meshkov E.I., Gerasimenko T.E. Fusion technology nanopowder magnetic fluids. Scientific.net, Trans Tech Publications Electronic Journals, Switzerland, vol. 265, pp. 198–203, 2017, Published online: 25.09.2017. DOI: 10.4028/www.scientific.net/ssp.265.198.
15. Евдокимов С. И., Герасименко Т. Е., Троценко И.Г. Модульные комплексы для доводки золотосодержащих шихов инновационными физико-техническими и физико-химическими технологиями // Горный информационно-аналитический бюллетень. Специальный выпуск 25. 2018. С. 72–85. DOI: 10.25018/0236-1493-2018-6-25-72-85.
16. Троценко И.Г., Герасименко Т.Е., Евдокимов С.И. Совершенствование технологии доводки золотосодержащих шихов // Цветные металлы. 2018. №7. С. 39–45. DOI: 10.17580/tsm.2018.07.06

References

1. Ivanov L.A., Muminova S.R. Nanotechnology and nanomaterials: a review of new inventions. Part 1. *Nanotekhnologii v stroitelstve. Nauchny internet-zhurnal* [Nanotechnologies in Construction. Scientific Internet Journal], 2017, no. 1, vol. 9, pp. 88–106. (In Russ.)
2. Gubin S.P., Koksharov Yu.A., Khomutov G.B., Yurkov G.Yu. Magnetic nanoparticles: production methods, structure and properties. *Uspekhi khimii* [Russian Chemical Reviews], 2005, vol. 74, no. 6, pp. 539–574. (In Russ.)
3. Dykman L.A., Bogatyrev V.A. Gold nanoparticles: production, functionalization, use in biochemistry and immunochimistry. *Uspekhi khimii* [Russian Chemical Reviews], 2007, vol. 76, no. 2, pp. 199–213. (In Russ.)
4. Krutyakov Yu.A., Kudrinsky A.A., Oleshin A.Yu., Lisichkin G.V. Synthesis and properties of silver nanoparticles: achievements and prospects. *Uspekhi khimii* [Russian Chemical Reviews], 2008, vol. 77, no. 3, pp. 242–269. (In Russ.)
5. Lebedev A.V. Dipole interparticle interaction in magnetic fluids. *Colloid Journal*, 2014, vol. 76, no. 3, pp. 334–341.
6. Arefeva I.M., Lebedev A.V. Determination of maximum particle size in magnetic fluids. *Colloid Journal*, 2016, vol. 78, no. 2, pp. 269–272.
7. Erin K.V. On variations in size distributions of particles and aggregates upon dilution of magnetic fluids. *Colloid Journal*, 2017, vol. 79, no. 1, pp. 50–55.
8. Evdokimov S.I., Panshin A.M., Kanashvili M.Zh. Magnetic fluid: a new technology. *Izv. vuzov. Tsvetnaya metallurgiya* [Universities' Proceedings. Non-Ferrous Metallurgy], 2008, no. 2, pp. 15–19. (In Russ.)
9. Evdokimov S.I., Panshin A.M., Kanashvili M.Zh. Producing magnetic fluid for the separation of mineral raw materials. *Obogashchenie rud* [Ore Beneficiation], 2007, no. 4, pp. 18–21. (In Russ.)
10. Fleeer G.J., Lyklema J. Polymer adsorption and its effect on the stability of hydrophobic colloids. II. The flocculation process as studied with the silver iodide polyvinyl alcohol system. *J. Colloid Interface Sci.*, 1974, vol. 46, pp. 1–12.
11. Fleeer G.J., Lyklema J. Polymer adsorption and its effect on the stability of hydrophobic colloids. III. Kinetics of the flocculation of silver iodide sols. *J. Colloid Interface Sci.*, 1976, vol. 55, pp. 228–258.

12. Lyklema J., Fleer G.J., Scheutjens I.I. The contribution of polymer adsorption layers to the stability of colloidal systems. *Kolloidny zhurnal* [Colloid Journal], 1987, vol. 49, no. 2, pp. 211-216. (In Russ.)
13. Protodyakonov I.O., Lyublinskaya I.E., Ryzhkov A.E. *Gidrodinamika i massoobmen v dispersnykh sistemakh zhidkost-tverdoe telo* [Hydrodynamics and mass transfer in dispersed liquid-solid systems]. St. Petersburg: Chemistry, 1987, 336 p. (In Russ.)
14. Evdokimov S.I., Meshkov E.I., Gerasimenko T.E. Fusion technology nanopowder magnetic fluids. Scientific.net, Trans Tech Publications Electronic Journals, Switzerland, vol. 265, pp. 198-203, 2017, Published online: 25.09.2017, DOI: 10.4028/www.scientific.net/ssp.265.198.
15. Evdokimov S.I., Gerasimenko T.E., Trotsenko I.G. Modular complexes for refining gold-containing concentrates by innovative physicochemical and physicochemical technologies. *Gorny informatsionno-analiticheskiy byulleten* [Mining Informational and Analytical Bulletin], Special issue 25, 2018, pp. 72-85. DOI: 10.25018/0236-1493-2018-6-25-72-85.
16. Trotsenko I.G., Gerasimenko T.E., Evdokimov S.I. Improving the technology for finishing gold-containing concentrates. *Tsvetnye metally* [Non-ferrous Metals], 2018, no.7, pp. 39-45. DOI: 10.17580/tsm.2018.07.0610.25018/0236-1493-2018-6-25-72-85.

Поступила 02.03.2020; принята к публикации 06.04.2020; опубликована 25.06.2020
Submitted 02/03/2020; revised 06/04/2020; published 25/06/2020

Евдокимов Сергей Иванович – канд. техн. наук, доцент

Северо-Кавказский горно-металлургический институт (государственный технологический университет), Владикавказ, Россия

Герасименко Татьяна Евгеньевна – канд. техн. наук, доцент,

начальник отдела интеллектуальной собственности,
Северо-Кавказский горно-металлургический институт (государственный технологический университет), Владикавказ, Россия. Email: gerasimenko_74@mail.ru

Sergey I. Evdokimov – PhD (Eng.), Associate Professor

North Caucasian Institute of Mining and Metallurgy (State Technological University), Vladikavkaz, Russia

Tatiana E. Gerasimenko – PhD (Eng.), Head of the Intellectual Property Department

North Caucasian Institute of Mining and Metallurgy (State Technological University), Vladikavkaz, Russia.
Email: gerasimenko_74@mail.ru