

АКИЛЬБЕКОВА ШОЛПАН КАЛЫКУЛОВНА

**ИССЛЕДОВАНИЕ И РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ
СУЛЬФИДОВОЗГОНОЧНОГО ОБЖИГА ЗОЛОТО-СУРЬМЯНЫХ РУД
И КОНЦЕНТРАТОВ**

05.16.02 – Metallургия черных, цветных и редких металлов

Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Республика Казахстан
Алматы 2010

Работа выполнена в Республиканском государственном предприятии
«Казахский национальный технический университет имени К.И. Сатпаева»

Научный руководитель: доктор технических наук
Даулетбаков Т.С.

Официальные оппоненты: доктор технических наук,
профессор Шоинбаев А.Т.

кандидат технических наук
Тельбаев С.А.

Ведущая организация: РГП «Южно-Казахстанский государственный
университет им. М. Ауезова»

Защита состоится «28» октября 2010 г. в «14-00» часов на заседании
диссертационного совета Д 14.17.02 при Казахском национальном
техническом университете имени К.И. Сатпаева по адресу: 050013, г. Алматы,
ул. Сатпаева, 22а, корпус Институт машиностроение 304 ауд., факс. 8 (7272)
92-60-25, тел. 8 (7272) 57-71-85, www.kazntu.kz

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Казахского
национального технического университета имени К.И. Сатпаева

Автореферат разослан «28» сентября 2010 г.

Ученый секретарь
Диссертационного совета Д 14.17.02
доктор технических наук

Б.Т. Сазамбаева

ВВЕДЕНИЕ

Общая характеристика работы. Диссертация посвящена обоснованию и разработке технологии основных технологических параметров процесса сульфидирования золото-сурьмяных материалов в кипящем слое.

Важнейшим направлением для увеличения растущей потребности в цветных, благородных и редких металлах является повышение полноты и комплексности использования минерального сырья, в частности медь-, сурьму-, висмут- и золотосодержащих концентратов и промпродуктов.

Для решения поставленной задачи необходимо не только совершенствование существующих технологий, но и разработка новых комплексных, безотходных и экологически безопасных металлургических процессов. Такая проблема в полной мере характерна и для комплексной переработки золото-сурьмяных руд и концентратов с целью извлечения ценных компонентов. Существующие способы переработки золото-сурьмяных руд и концентратов характеризуются или недостаточно высокими показателями по степени извлечения золота и сурьмы в отдельные продукты, или многостадийностью металлургической переработки, или сложностью аппаратуры.

Одним из перспективных и экологически безопасных способов переработки золото-сурьмяных руд и концентратов является технология сульфидовозгонного обжига этих материалов в кипящем слое.

Актуальность работы. Повышение спроса на промышленное использование благородных металлов, рост их валютного значения, вовлечение в переработку золото-сурьмяных концентратов и ужесточение требований по охране окружающей среды требуют создания новых технологических, экологически благоприятных решений в способах их получения. Содержание основных металлов в рудах с каждым годом снижается, наряду с этим возрастает доля труднообогатимых руд. В связи с этим поиск и разработка новых экологически безопасных и эффективных методов переработки упорных золото-сурьмяных материалов является актуальной задачей.

Цель работы. Разработка и установление основных технологических параметров процесса сульфидовозгонного обжига золото-сурьмяных руд и концентратов в кипящем слое.

Научная новизна работы заключается в следующем:

- впервые установлено оптимальное соотношение количества подаваемого нейтрального газа и паров элементарной серы 1:(0,1-0,15) в процессе сульфидирования золото-сурьмяных руд и концентратов в условиях кипящего слоя;
- теоретически и экспериментально определено влияние основных технологических параметров на степень сульфидирования и скорость возгонки сульфида сурьмы в кипящем слое;
- впервые установлены оптимальные технологические параметры и стадии процесса сульфидирования оксидов сурьмы с парами элементарной серы

в кипящем слое при температуре 850-900 °С, времени нахождения частицы материала в слое 30-40 мин и крупности материала менее 2 мм;

- установлено, что для создания устойчивого кипящего слоя с эффективным взаимодействием компонентов и минимальным пылевыносом, подачу газов в слой необходимо поддерживать с числами псевдооживления 1,5 – 2, при которых полностью отсутствуют застойные зоны в кипящем слое материала.

- определены кинетические закономерности скорости испарения сульфида сурьмы в кипящем слое и рассчитана энергия активации процесса испарения Sb_2S_3 в интервале температур 1023-1223К, которая составила для кипящего слоя ($E_{акт}=125,4$ кДж/моль) и протекает в кинетической области;

- разработана новая технология сульфидирования по переработке золото-сурьмосодержащих руд и концентратов.

Основные положения, выносимые на защиту:

- экспериментальные исследования кинетических закономерностей сульфидирования золото-сурьмяных руд и концентратов от основных технологических параметров;

- результаты экспериментальных исследований по влиянию основных технологических параметров на степень сульфидирования и скорость возгонки сульфида сурьмы в кипящем слое и определение оптимальных режимов процесса;

- исследования по разработке технологии сульфидовозгоночного обжига золото-сурьмяных руд и концентратов в условиях кипящего слоя;

- усовершенствование конструкции аппаратов «кипящего слоя», адаптированных к условиям сульфидирующего обжига золото-сурьмяных руд;

- результаты укрупненных и опытных испытаний процесса сульфидирования сульфидовозгоночного обжига золото-сурьмяного полиметаллического сырья.

Практическая ценность работы:

- в результате теоретических и экспериментальных исследований и испытаний разработана и предложена к практической реализации технологическая схема переработки золото-сурьмосодержащих руд и концентратов в кипящем слое с разделением золота и сурьмы в отдельные целевые продукты, осуществляемая в усовершенствованной конструкции печи «кипящего слоя»;

- разработанные технологические решения по переработке золото-сурьмосодержащих руд, проверенные в лабораторных и укрупненно-лабораторных испытаниях, показали их осуществимость и возможность разделения компонентов исходного сырья в товарные продукты;

- полученные новые термодинамические и кинетические данные исследований по сульфидированию соединений сурьмы парами серы и возгонки сульфида сурьмы в нейтральной атмосфере могут быть использованы как справочный материал для специалистов в области металлургии;

- результаты теоретических, технологических и конструктивных разработок сульфидовозгонного обжига золото-сурьмосодержащего полиметаллического сырья в кипящем слое используются при чтении курса «Процессы металлургии цветных металлов», а также на практических занятиях по дисциплине «Процессы и аппараты цветной металлургии»;

- получено положительное заключение о выдаче инновационного патента на изобретение - 2009/08053.1 от 01.07.09 г.

- получено положительное заключение о выдаче инновационного патента на изобретение - 2009/060024.1 от 06.05.2009 г.

Работа выполнена автором в соответствии с Республиканской программой фундаментальных исследований «Технологии для углеводородного и горно-металлургического секторов и связанных с ними сервисных отраслей» (2009-2011г.г.) и планами научно-исследовательских работ кафедры «Металлургия цветных металлов».

Апробация практических результатов.

Основные положения диссертационной работы доложены и обсуждены на I-ой международной научно-практической конференции к 50-летию Образования химико-металлургического института им. А. Абишева, (Караганда, 2008 г.); VI-ой международной научно-практической конференции «Научный прогресс на рубеже тысячелетий-2009», (Прага, 2009 г.); VI-ой международной научно-практической конференции «Перспективные научные исследования», (Прага, 2009 г.); I-ой международной научно-практической конференции «Перспективные направления альтернативной энергетики и энергосберегающие технологии», (Шымкент, 2010 г.).

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

1. Развитие и современное состояние переработки сложных золото-сурьмяных руд и концентратов и исследования по их совершенствованию

В результате обзора научно-технической и патентной литературы по способам переработки золото-сурьмяных материалов показывает, что практически все распространенные пирометаллургические способы малоэффективны с точки зрения извлечения ценных компонентов. Циклонная плавка и хлорирующий обжиг, несмотря на высокие показатели по извлечению, характеризуются сложностью аппаратуры, многостадийностью, большим расходом дорогостоящих реагентов, сложностью санитарной очистки отходящих газов. Комплексная переработка золото-сурьмяных руд и концентратов также сопряжена с выводом мышьяка из технологического процесса и захоронением его. И в этом случае необходимо отдавать предпочтение процессам, в которых мышьяк выделяется в малотоксичной сульфидной или металлической форме. Практически все известные способы или многостадийны, сложны и требуют сложной системы очистки сточных вод и газов, или не обеспечивают высокого извлечения всех ценных компонентов.

Разрабатываемая в КазНТУ имени К.И. Сатпаева технология комплексной переработки золото-сурьмусодержащего минерального сырья в кипящем слое, с обработкой перерабатываемых материалов смесью нейтрального газа и паров элементарной серы позволяет комплексно, в одном аппарате отдельно выделить в товарные продукты сурьму и золото на 98 – 99%, причем сурьму выделить в товарные возгоны в виде Sb_2S_3 (крудум), а золото сконцентрировать в товарный кондиционный концентрат.

2 Термодинамические исследования процессов сульфидирования сурьму-мышьяксодержащего полиметаллического сырья

Нами рассмотрена термодинамика сульфидирования сурьму-мышьяксодержащего полиметаллического сырья с элементарной серой при различном составе газовой фазы и температуры процесса.

Термодинамическим анализом определены наиболее вероятные реакции, протекающие при обжиге. Исходными данными для расчетов были начальная температура, температуры полиморфных превращений, температура в интервале 773-1273 К.

Таблица 1 – Возможные реакции, протекающие в процессе сульфидирующего обжига сурьму-мышьяксодержащего полиметаллического сырья

Номер реакции	Изменение величины энергии Гиббса (ΔG^0), кДж/моль					
	773 К	873 К	973 К	1073 К	1173 К	1273 К
$2Sb_2O_3 + 4,5S_{2(газ)} = 2Sb_2S_3 + 3SO_{2(газ)}$	- 326,614	- 316,056	-351,90	-284,139	-264,549	-244,737
$Sb_2O_3 + 3CO_{(газ)} = 2Sb + 3CO_{2(газ)}$	- 141,411	- 140,197	- 137,620	-132,600	-127,092	-121,148
$Sb_2O_5 + 1/2S_{2(газ)} = Sb_2O_3 + SO_{2(газ)}$	- 208,793	- 224,493	- 244,845	-269,271	-294,459	-320,348
$Sb_2O_4 + 2,5S_{2(газ)} = Sb_2S_3 + 2SO_{2(газ)}$	- 199,936	- 202,271	- 208,047	-214,324	-221,050	-228,185
$2Sb_2O_3 + 3C = 4Sb + 3CO_{2(газ)}$	- 176,863	- 227,541	- 275,207	-317,701	-358,933	-399,022
$Sb_2O_3 + 1,5S_{2(газ)} + C = Sb_2S_3 + SO_2 + CO_{(газ)}$	- 190,699	- 198,000	- 204,223	-206,995	-209,577	-211,984
$2As_2O_3 + 3,5S_{2(газ)} = As_4S_4 + 3SO_{2(газ)}$	- 132,270	- 134,017	- 134,712	-134,484	-133,436	-131,645
$2As_2O_3 + 4,5S_{2(газ)} = 2As_2S_3 + 3SO_{2(газ)}$	- 204,081	- 189,086	- 174,793	-161,142	-148,081	-135,564
$As_4 + 2S_{2(газ)} = As_4S_4$	- 154,461	- 110,263	-67,603	-26,315	13,738	52,667
$As_4 + 3S_{2(газ)} = 2As_2S_3$	- 233,100	- 184,727	- 138,388	-93,859	-50,962	-9,548

В результате термодинамических анализов установлено, что при взаимодействии окисленных соединений сурьмы, образование которых возможно в результате взаимодействия исходного сульфида сурьмы с адсорбированным кислородом при загрузке исходной навески, с парами элементарной серы в исследуемом интервале температур, образуется летучий сульфид сурьмы Sb_2S_3 . При этом выявлен ступенчатый характер сульфидирования окисленных соединений сурьмы парами элементарной серы.

Из полученных результатов следует, что сульфидированием серой можно удалить мышьяк в виде сульфидов при относительно низких температурах из мышьяксодержащего полиметаллического сырья.

3 Исследование физико-химических закономерностей переработки золото-сурьмяного полиметаллического сырья

В главе представлены результаты исследования влияния высоты слоя, продолжительности и температуры обработки исходной навески на скорость испарения Sb_2S_3 . Опыты проводились с сульфидом сурьмы крупностью $0,5+0,1$ мм, при температуре 923-1223 К и высоте слоя от 5 до 20 мм соответственно. По количеству конденсата и коэффициенту конденсации, найденному экспериментально, определялось количество испарившегося вещества, по которому рассчитывалась скорость испарения. Для сравнения полученных результатов по кинетике испарения сульфида сурьмы Sb_2S_3 из неподвижного слоя, нами были проведены исследования по испарению сульфида сурьмы из кипящего слоя.

Результаты опытов по кинетике испарения сульфида сурьмы из неподвижного и кипящего слоев приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Влияние высоты слоя навески и температуры опыта на скорость испарения Sb_2S_3

Номер опыта	Температура, К	Высота слоя, мм	Скорость испарения Sb_2S_3 г/см ² ·с,	Lg К г/см ² ·с	Скорость испарения Sb_2S_3 г/см ² ·с	Lg К г/см ² ·с
			Неподвижный слой		Кипящий слой	
1	923	5	$0,070 \cdot 10^{-5}$	- 5,154	$0,56 \cdot 10^{-5}$	- 4,251
2	923	10	$0,067 \cdot 10^{-5}$	- 5,173	$0,52 \cdot 10^{-5}$	- 4,283
3	923	15	$0,066 \cdot 10^{-5}$	- 5,180	$0,50 \cdot 10^{-5}$	- 4,301
4	923	20	$0,066 \cdot 10^{-5}$	- 5,180	$0,50 \cdot 10^{-5}$	- 4,301
5	1023	5	$5,450 \cdot 10^{-5}$	- 3,263	$3,28 \cdot 10^{-4}$	- 3,484
6	1023	10	$5,430 \cdot 10^{-5}$	- 3,265	$3,22 \cdot 10^{-4}$	- 3,492
7	1023	15	$5,420 \cdot 10^{-5}$	- 3,266	$3,19 \cdot 10^{-4}$	- 3,496
8	1023	20	$5,420 \cdot 10^{-5}$	- 3,266	$3,18 \cdot 10^{-4}$	- 3,497
9	1073	5	$0,9 \cdot 10^{-4}$	- 4,045	$7,80 \cdot 10^{-4}$	- 3,107
10	1073	10	$0,86 \cdot 10^{-4}$	- 4,065	$7,62 \cdot 10^{-4}$	- 3,118
11	1073	15	$0,84 \cdot 10^{-4}$	- 4,075	$7,56 \cdot 10^{-4}$	- 3,121
12	1073	20	$0,84 \cdot 10^{-4}$	- 4,075	$7,55 \cdot 10^{-4}$	- 3,122
13	1123	5	$2,4 \cdot 10^{-4}$	- 3,619	$1,2 \cdot 10^{-3}$	- 3,920
14	1123	10	$2,36 \cdot 10^{-4}$	- 3,627	$1,18 \cdot 10^{-3}$	- 3,928
15	1123	15	$2,32 \cdot 10^{-4}$	- 3,634	$1,16 \cdot 10^{-3}$	- 3,935

Продолжение таблицы 2

16	1123	20	$2,31 \cdot 10^{-4}$	- 3,636	$1,15 \cdot 10^{-3}$	- 3,939
17	1173	5	$4,2 \cdot 10^{-4}$	- 3,376	$2,8 \cdot 10^{-3}$	- 3,552
18	1173	10	$4,18 \cdot 10^{-4}$	- 3,378	$2,76 \cdot 10^{-3}$	- 3,559
19	1173	15	$4,15 \cdot 10^{-4}$	- 3,381	$2,74 \cdot 10^{-3}$	- 3,562
20	1173	20	$4,14 \cdot 10^{-4}$	- 3,382	$2,74 \cdot 10^{-3}$	- 3,562
21	1223	5	$8,7 \cdot 10^{-4}$	- 3,060	$4,75 \cdot 10^{-3}$	- 2,323
22	1223	10	$8,75 \cdot 10^{-4}$	- 3,057	$4,7 \cdot 10^{-3}$	- 2,327
23	1223	15	$8,6 \cdot 10^{-4}$	- 3,065	$4,6 \cdot 10^{-3}$	- 2,337
24	1223	20	$8,5 \cdot 10^{-4}$	- 3,070	$4,5 \cdot 10^{-3}$	- 2,346

Как видно из приведенных данных, скорость испарения сульфида сурьмы в кипящем слое значительно в (7-9 раз) превышает скорость его испарения из неподвижного слоя и что в пределах точности измерения, скорость испарения не зависит от крупности, т.е. испарение Sb_2S_3 происходит с геометрической поверхности навески.

Из полученных данных была рассчитана энергия активации процесса испарения Sb_2S_3 в интервале температур 1023-1223 К, которая составила для кипящего слоя 125,4 кДж/моль, а для неподвижного слоя 86,7 кДж/моль.

По полученным значениям энергии активации можно косвенно судить о том, что испарение сульфида сурьмы в кипящем слое навески протекает преимущественно в кинетической области, а из неподвижного слоя в переходном режиме, где существенны как кинетические, так и диффузионные факторы.

В таблице 3 приведены условия и результаты сульфидирования Sb_2O_3 парами элементной серы. Для экспериментов использовались химически чистые Sb_2O_3 и элементная сера, примеси в которых не превышали десятые доли процента.

Таблица 3 - Условия и результаты сульфидирования Sb_2O_3 парами элементной серы (отношение S:Sb= 2:1)

Температура, °С	Содержание в огарке, %		Фазовый состав огарка, %			α возгонки Sb_2S_3	α сульфиди- рования Sb_2S_3 , %
	Sb	S	Sb_2O_3	Sb_2S_3	Sb_2S_4		
500	67	1,8	88	9	3	4,4	3,5
600	70	3,7	79	18	3	12,1	10,2
650	72	7,9	57	41	2	30,6	27,8
700	74	14,0	33	65	2	58,9	53,5
750	75	16,0	18	81	1	70,4	68,4
800	70	22	10	89,5	0,5	80,5	78,2
850	71	25	4,5	95,5	-	94,0	92,7
900	70	28,5	1,5	98,5	-	98,2	97,0

На рисунке 1 приведены данные опытов по влиянию температуры и продолжительности опыта на степень сульфидирования Sb_2O_3 парами элементарной серы.

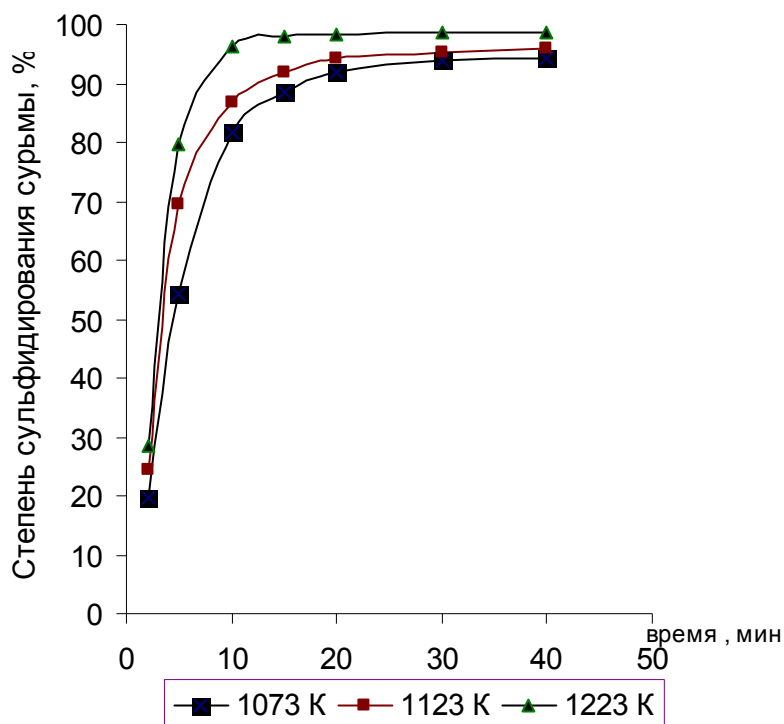


Рисунок 1 - Влияние температуры и продолжительности опыта на степень сульфидирования Sb_2O_3 парами элементарной серы.

4 Разработка и испытания технологии сульфидирования золото-сурьмяных руд и концентратов

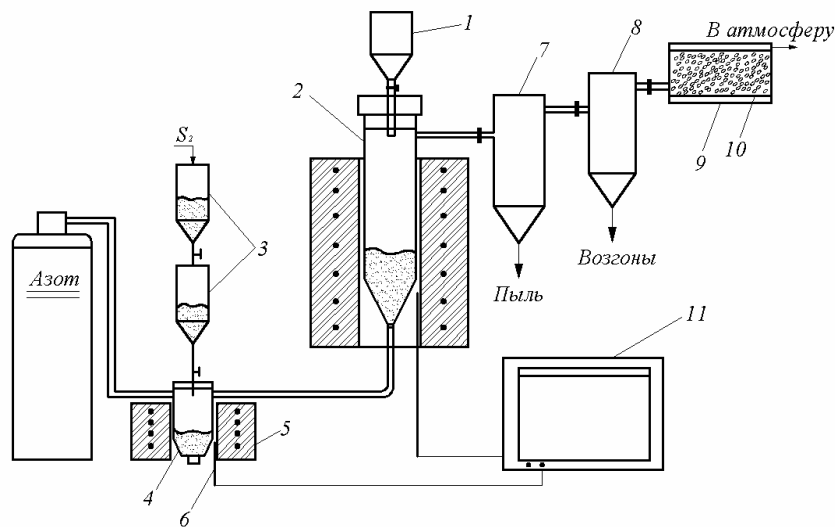
В настоящей главе изложены результаты технологических исследований процессов сульфидовозгонного обжига золото-сурьмяных материалов.

Проведены лабораторные исследования сульфидирующего обжига золото-сурьмяных руд и концентратов в непрерывном режиме в реакторе «кипящего слоя». В качестве исходного сырья использовали золото-сурьмяные руды и концентраты содержащие, % : золото – сурьмяный концентрат - Sb-48,2; S-21,6; SiO_2 -18,1; As-0,27; Pb-0; Fe-0,12; Al_2O_3 -0; MgO-0; C-0; Au-38,0 г/т Ag-0, г/т и золото – сурьмяная руда - Sb-22,4; S-8,3; SiO_2 -53,0; As-0,6; Pb-0,05; Fe-2,2; Al_2O_3 -5,3; MgO-0,3; C-4,5; Au-21,0 г/т Ag-0,001 г/т. Состав же добавляемого огарка полученного от предыдущего обжига был следующий, % : 0,8Sb; 1,2S; 0,01As; 184 г/т Au. В лабораторных исследованиях изучали влияние различных факторов (температура, содержание кислорода в дутье, продолжительность, добавка сульфидизатора и других) на полноту возгонки сульфидов сурьмы и отгонки мышьяка.

Методика проведения опытов была следующей. Навеска исходного материала из приемного бункера 1 засыпалась в испарительный реакционный сосуд 2. Установка герметизировалась и нагревалась до заданной температуры. Порошок серы с помощью бункеров 3 засыпалась в испаритель 4. После нагрева печи 5 устанавливался расход газа ротаметром так, чтобы

обеспечивалось равномерное псевдоожижение в воронке реакционного сосуда 1. Электродуговая печь 5 опускалась в нижнее положение так, чтобы воронка с навеской материала оказалась в изотермической зоне печи.

Температура в испарителе серы и в исходной навеске замерялась с помощью платино-платинородиевых термопар 4 и записывалась на электропотенциометре КСП-4. Образующиеся в результате переработки исходной навески пыль и возгоны улавливаются в пылеуловителем циклоне 7 и конденсаторе 8. Недоуловленные возгоны доулавливаются в фильтре 9. После опытов полученные продукты взвешивались и анализировались. Схема лабораторной установки кипящего слоя приведена на рисунке 2.



1 – приемный бункер; 2 – испарительный реакционный сосуд; 3 – бункера подачи порошка серы; 4 – испаритель серы; 5 – электродуговая печь для исходной навески и испарители серы; 6 – термопары; 7 – циклон; 8 – конденсатор; 9 – фильтр; 10 – набивка фильтра; 11 – электропотенциометр КСП-4

Рисунок 2 – Схема лабораторной установки кипящего слоя

Момент нагрева навески до заданной температуры считался началом опыта. По окончании опыта печь поднимали и после охлаждения навески установку разбирали. Продукты отгонки взвешивали и анализировали. Исследования по определению степени отгонки соединений сурьмы из разбавленной кварцевым песком Сарылахской руды в соотношении (1 : 1) проводились в зависимости от температуры и продолжительности. Навеска во всех опытах была по 25 г.

Сконденсировавшиеся возгоны содержали 99,6 % Sb_2S_3 и до 0,3 % мышьяка. Золото в возгонах ни спектральным, ни активационным анализами обнаружено не было.

Следовательно, возгоны представляли собой сульфид сурьмы с незначительным количеством мышьяка и отвечали требованиям ГОСТа на технический концентрат.

Результаты усреднялись по 2-3 опытам. Добавка кварцевого песка в сурьмосодержащую руду обуславливалась необходимостью предотвращения спекания и оплавления перерабатываемого материала в кипящем слое.

Опыты по влиянию температуры на степень отгонки сурьмы проводились со смесью фракций: - 2 + 1; - 1 + 0,5; - 0,5 + 0,25; - 0,25, взятых в соотношении 1 : 1 : 1 : 1. Продолжительность обработки исходной шихты была 20 минут, содержание сурьмы в шихте - 11,2 %. Результаты опытов приведены в таблице 4.

Таблица 4 - Влияние температуры на степень отгонки сурьмы из сарылахской руды (из смеси с SiO₂ 1 : 1)

№ опыта	Температура, К	Крупность шихты, мм	Степень отгонки Sb %	Степень отгонки As%
1	1073	- 2,0 + 1,0	95,2	98,0
2	1073	- 1,0 + 0,5	95,3	98,1
2	1073	- 1,0 + 0,5	95,3	98,1
3	1073	- 0,5	96,5	98,4
4	1123	- 2,0 + 1,0	96,3	99,0
5	1123	- 1,0 + 0,5	96,5	99,2
6	1123	- 0,5	96,6	99,4

Влияние продолжительности на степень отгонки сурьмы из разубоженной кварцевым песком руды исследовалось при температуре 950 °С (1223 К), крупности шихты (-2,0 + 0,25 мм), содержании сурьмы в шихте 11,2 %. Результаты влияния продолжительности на степень отгонки сурьмы приведены в таблице 5, из которой видно, что основная масса сульфида сурьмы отгоняется в первые 15 минут.

Проведённые опыты по отгонке сурьмы из сурьмяной руды и концентрата Сарылахского месторождения из шихты, состоящей на 50 % из сурьмяного материала и 50 % кварцевого песка показали высокую степень отгонки сурьмы и мышьяка, например при температуре 1123К она составила свыше 96 %, для сурьмы и более 99% для мышьяка.

Таблица 5- Результаты опытов по влиянию продолжительности на степень отгонки сурьмы

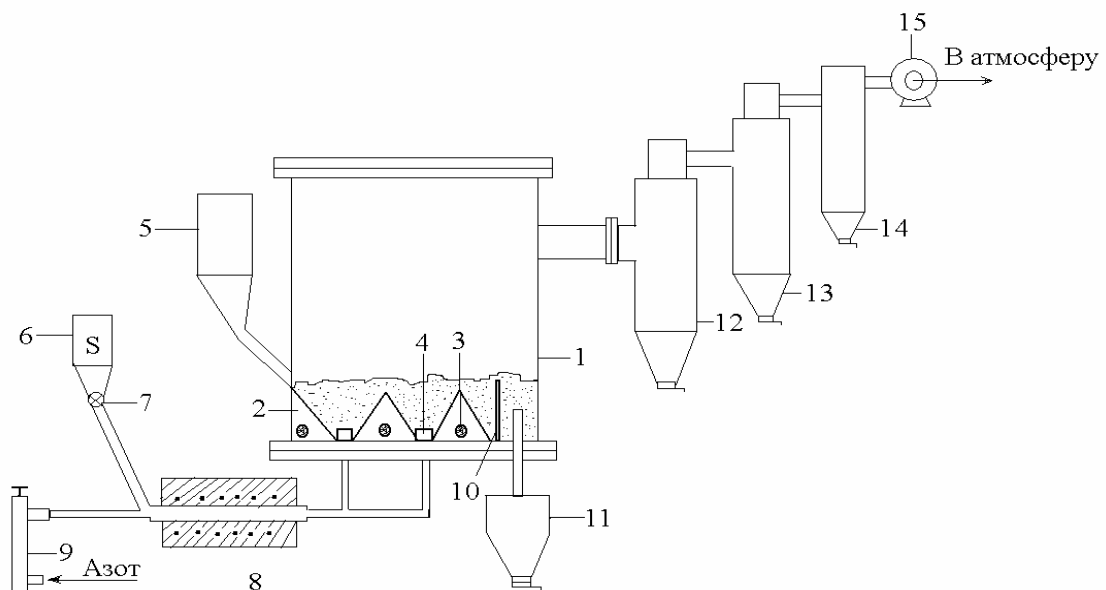
№ опыта	Температура, К	Время отгонки, мин.	Степень отгонки, Sb, %	Степень отгонки, As, %
1	1223	10	96,2	98,2
2	1223	15	97,8	98,7
3	1223	20	98,3	99,1
4	1223	30	98,6	99,3

Добавка такого количества кварцевого песка установленная предварительными опытами, оказалась наиболее оптимальной для температур

выше 1073 К при переработке богатых по сурьме (25 – 50 % Sb) навесок.

Но введение пустой породы нежелательно, так как при этом огарок разубоживается по золоту. Поэтому нами были проведены опыты по разбавлению руды огарком от предыдущих опытов. При таком же соотношении количества добавляемого огарка к руде или концентрату, что и кварцевого песка, т.е. (50 % : 50 %) содержание сурьмы и мышьяка в остатке было несколько выше, чем из смеси с кварцем. Возгоны, сконденсировавшиеся в конденсаторе содержали около 98,8 – 99,0 % Sb_2S_3 и до 0,3 % мышьяка. Золото в возгонах ни спектральным, ни активационным анализами обнаружено не было. Следовательно, возгоны представляли собой сульфид сурьмы с незначительным количеством мышьяка и отвечали требованиям ГОСТа на технический крудум. Золото практически на 99 % оставалась в остатках и оборотных пылях.

На рисунке 3 приведена схема укрупненной установки, разработанная нами на основании проведенных теоретических и экспериментальных исследований сульфидовозгоночного обжига золото-сурьмяного полиметаллического сырья в кипящем слое с подачей в слой перерабатываемого материала смеси паров элементарной серы с нейтральным газом.



1-корпус печи «КС»; 2- желоб; 3 - нагреватель; 4 - газораспределительные сопла; 5 - загрузочный бункер концентрата; 6 - бункер серы; 7 - перепускной клапан; 8 - испаритель серы; 9 - расходомер газа; 10 - сливной порог; 11 - разгрузочный бункер; 12 - пылеуловительный циклон; 13 - конденсатор; 14 - фильтр; 15 - вытяжка

Рисунок 3- Схема укрупненной установки

Укрупненные испытания сульфидовозгочного обжига золото-сурьмяных руд и концентратов проводили с целью уточнения параметров процесса сульфидирующего обжига отгонки сульфидов сурьмы и отгонки мышьяка в малотоксичной сульфидной форме и получения кондиционных огарков.

Результаты выполненных экспериментов показали, что за 30-45 минут при температуре 850-900⁰ С и соотношении количества подаваемого нейтрального газа и паров элементарной серы 1:(0,1-0,15) происходит получение резко делимых полупродуктов с высокой степенью концентрирования: золота в огарок на 94-95 % и оборотных пылях 3-4 % и сурьмы на 97-98 % в возгонах, представляющих собой товарный сульфид Sb_2S_3 – крудум.

На основании полученных результатов технологических испытаний была разработана технологическая схема переработки золото-сурьмяных руд и концентратов, представленная на рисунке 4.

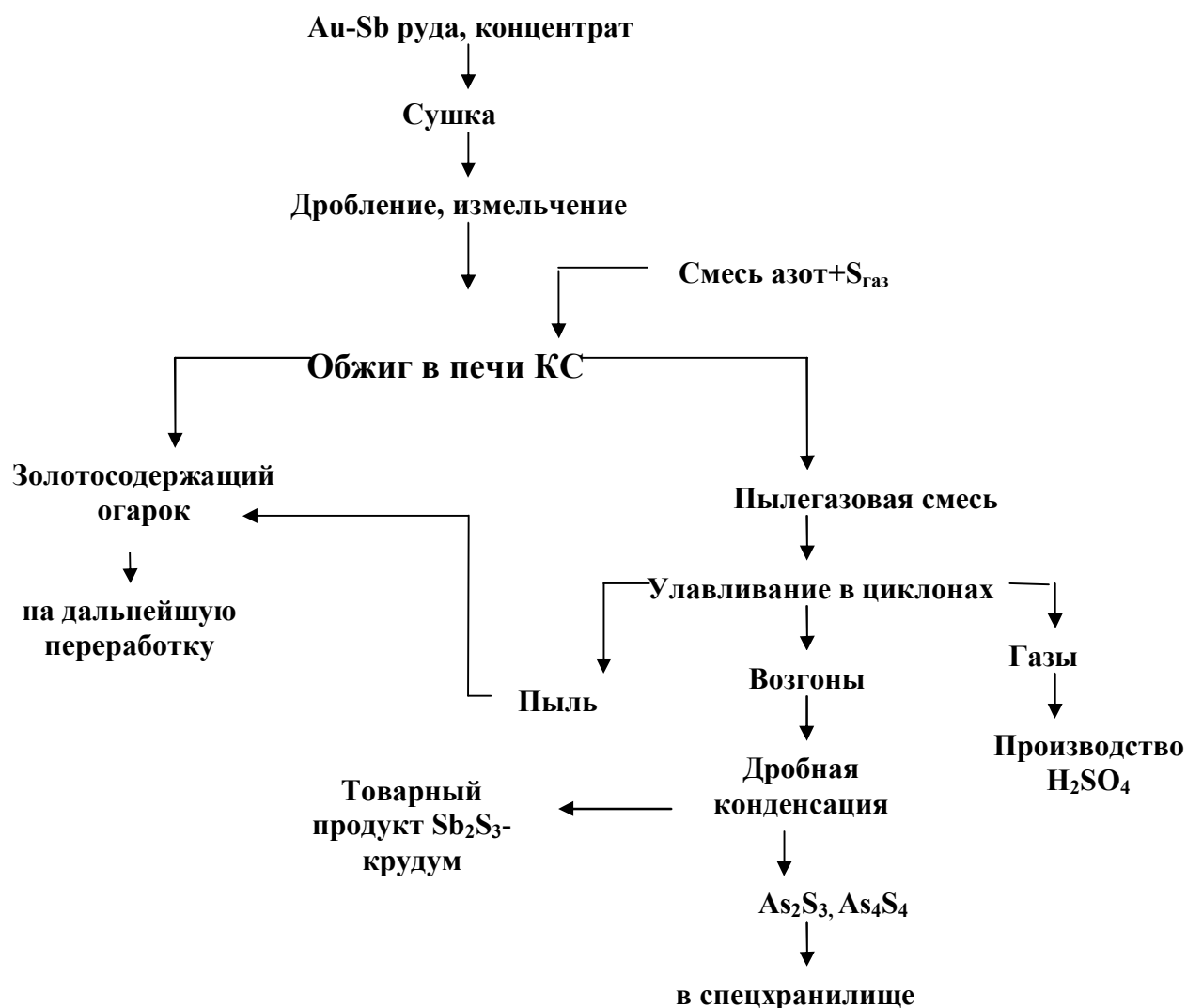


Рисунок 4 - Технологическая схема переработки золото-сурьмяных руд и концентратов

Заключение

1. На основании анализа современного состояния технологии переработки золото-сурьмосодержащего полиметаллического сырья выявлены недостатки существующих пирометаллургических способов, которые характеризуются сложностью аппаратуры, многостадийностью, большим расходом дорогостоящих реагентов, сложностью санитарной очистки отходящих газов. Гидрометаллургические способы, хотя и позволяют в ряде случаев получить высокое извлечение золота, вместе с тем сложны, многостадийны и, кроме того, не позволяют извлекать тонковкрапленное, ассоциированное с сульфидами золото.

Разрабатываемая в КазНТУ имени К.И. Сатпаева технология комплексной переработки золото-сурьмосодержащего полиметаллического сырья в кипящем слое с обработкой перерабатываемых материалов смесью нейтрального газа с парами элементной серы позволяет комплексно в одном аппарате отдельно выделить в товарные продукты сурьму и золото на 98 – 99 %, причем сурьму выделить в товарные возгоны в виде Sb_2S_3 (крудум), а золото сконцентрировать в товарный кондиционный концентрат.

2. На основании термодинамических расчетов установлено, что при взаимодействии окисленных соединений сурьмы, образование которых возможно в результате взаимодействия исходного сульфида сурьмы с адсорбированным кислородом при загрузке исходной навески, парами элементной серы в исследуемом интервале температур образуется летучий сульфид сурьмы Sb_2S_3 . При этом выявлен ступенчатый характер сульфидирования окисленных соединений сурьмы парами элементной серы. Из сравнения полученных результатов следует, что можно сульфидированием серой удалить мышьяк в виде сульфидов при относительно низких температурах.

3. Установлено, что скорость испарения сульфида сурьмы в кипящем слое значительно (7-9 раз) превышает скорость его испарения из неподвижного слоя, и что скорость испарения не зависит от крупности материала, т.е. испарение Sb_2S_3 происходит с геометрической поверхности навески. Из полученных данных была рассчитана энергия активации процесса испарения Sb_2S_3 в интервале температур 1023-1223 К, которая составила для кипящего слоя 125,4 кДж/моль, а для неподвижного слоя 86,7 кДж/моль.

По полученным значениям энергии активации можно косвенно судить о том, что испарение в кипящем слое навески сульфида сурьмы протекает преимущественно в кинетической области, а из неподвижного слоя в переходном режиме, где существенны как кинетические, так и диффузионные факторы.

4. Установлено, что температура жидкостной конденсации сульфидов металлов значительно ниже на (90-110 °С) температуры плавления компактных сульфидов, что позволяет моделировать конструкции конденсатора для непрерывно действующей установки кипящего слоя (КС) для переработки сложных по составу полиметаллического сырья и

промпродуктов.

5. Проведенные лабораторные исследования показали, что для повышения температуры спекания золото-сурьмяных концентратов достаточно несколько разубожить их кварцевым песком.

6. Разработана конструкция лабораторной установки кипящего слоя с подачей в слой перерабатываемого материала смеси нейтрального газа с парами элементарной серы.

Проведённые опыты по отгонке сурьмы из сурьмяной руды и концентрата из шихты Сарылахского месторождения, состоящей на 50 % из сурьмяного материала и 50 % кварцевого песка, показали высокую степень отгонки сурьмы и мышьяка, например при температуре 1123 К она составила свыше 96 %, для сурьмы и более 99 % для мышьяка. Полученные возгоны представляли собой сульфид сурьмы с незначительным количеством мышьяка и отвечали требованиям ГОСТа на технический крудум. Золото практически на 100 % оставалось в остатках и пылях. Содержание его достигло 90-95 г/т, что почти в 5 раз больше, чем в исходной шихте (18-20 г/т).

7. Выявлены условия конденсации паров сульфидов цветных металлов и установлено, что возгоны, сконденсировавшиеся в конденсаторе содержали 98,8 - 99,0 % Sb_2S_3 и до 0,3 % мышьяка. Золото в возгонах ни спектральным, ни активационным анализами обнаружено не было.

8. После математической обработки экспериментальных данных по переработке золото-сурьмяных руд и концентратов найдены уравнения частных зависимостей $y_4=79,104+0,568 \cdot x_4$, $y_2=79,13+0,0368 \cdot x_2$.

9. В результате укрупнено-лабораторных испытаний была достигнута высокая степень концентрирования: золота в огарок на 94-95 % и в оборотных пылях 3-4 % и сурьмы на 97-98 % в возгонах, представляющих собой товарный сульфид Sb_2S_3 – крудум.

Оценка полноты поставленных задач. В результате исследований изучены термодинамические, кинетические и технологические параметры, основные закономерности процесса сульфидовозночного обжига золото-сурьмяных руд и концентратов с получением высокой степени концентрирования: золота в огарок на 94-95 % и оборотные пыли 3-4 % и сурьмы на 97-98 % в возгоны, представляющие собой товарный сульфид Sb_2S_3 – крудум. На разработанную технологию получено 2-положительных заключение о выдаче инновационного патента №06024.1 от 06.05.2009, 2009/08053.1 от 01.07.09. Таким образом, все поставленные в диссертационной работе задачи решены.

Разработка рекомендаций и исходных данных по конкретному использованию результатов. Разработанная технология сульфидовозночного обжига золото-сурьмяных руд и концентратов рекомендуется к проверке в промышленных масштабах и использованию на действующих предприятиях.

Оценка технико-экономической эффективности внедрения. Расчет экономической эффективности переработки золото-сурьмяных руд и концентратов проведен в соответствии с показателями разработанной

технологии переработки полиметаллического сырья в кипящем слое с подачей через слой перерабатываемого материала нейтрального газа в смеси с парами элементной серы. Экономическая эффективность от переработки золото-сурьмяных концентратов составит за счет увеличения извлечения сурьмы 100,224 млн. тенге или 681,8 тыс. долларов и 76,416 млн. тенге или 519,8 тыс. долларов при переработке руды, а по золоту 129 375 долларов или 19,18 млн. тенге в год при переработке золото-сурьмяного концентрата и 75,37 тыс. долларов в год или 11,03 млн. тенге при переработке руды.

Оценка научного уровня выполненной работы в сравнении с лучшими достижениями в этой области. Представленная работа и описанные в ней результаты исследований соответствуют современному научно-техническому уровню. Основные экспериментальные исследования получены с использованием современного оборудования. По результатам исследований получены новые данные сульфидовозгонного обжига, что позволило разработать технологию обжига с просасыванием через слой материала нейтрального газа в смеси с парообразной серой в соотношении 1:(0,1-0,15).

Список опубликованных работ по теме диссертации

1. Акильбекова Ш.К., Даулетбаков Т.С. Переработка золото-сурьмяного полиметаллического сырья в кипящем слое // Труды Междун. науч.- практ. конф. - Караганда, 2008. - С. 363-365.

2. Даулетбаков Т.С., Акильбекова Ш.К. Сульфидовозгонный обжиг сурьмосодержащего полиметаллического сырья // Новости науки Казахстана. Научно-технический сборник. – Алматы, 2008. №4.-С.59-63.

3. Даулетбаков Т.С., Акильбекова Ш.К., Ишанов С.Х., Маймаков А.Т. Технологии сульфидирующей восстановительной переработки полиметаллического сырья // Материалы V-международной научно-практической конференции «Научный прогресс на рубеже тысячелетий-2009» Прага, 2009.-С. 3-6.

4. Акильбекова Ш.К., Даулетбаков Т.С. Технология переработки сурьмяного полиметаллического сырья парами элементной серы // Вестник КазНТУ им. К.И. Сатпаева.-Алматы, 2009. №2.-С.148-151.

5. Ишанов С., Даулетбаков Т.С., Маймаков А., Акильбекова Ш.К. Оптимизация атмосферных условий на металлургических предприятиях. // Поиск. -2009.-№4. –С.299-301.

6. Даулетбаков Т.С., Акильбекова Ш.К., Маймаков А. Технология сульфидовозгонного обжига полиметаллического сырья // VI-международная научно-практическая конференция «Перспективные научные исследования». - Прага, 2009.-С. 3-6.

7. Даулетбаков Т.С., Акильбекова Ш.К., Молдабаева Г.Ж. Энергосберегающая технология переработки полиметаллического сырья. // Труды междун. науч.-практ. конф. «Перспективные направления

альтернативной энергетики и энергосберегающие технологии». Шымкент, 2010.-С. 230-232.

8. Даулетбаков Т.С., Акильбекова Ш.К., Молдабаева Г.Ж., Смагулов М. Сульфидовозгонка сурьмы и мышьяка из полиметаллического сырья // Комп. исп. мин. сырья. – Алматы, 2010.- №1- С.-65-69.

9. Акильбекова Ш.К., Молдабаева Г.Ж., Ишанов С.Х. Термодинамические исследования процесса сульфидирования сурьму- мышьяксодержащего полиметаллического сырья // Вестник КазНТУ им. К.И. Сатпаева. – Алматы, 2010.- №2-С.148-151.

10. Положительное заключение о выдаче инновационного патента на изобретение С22В 30/04 (2009.01)- 2009/08053.1 Дата подачи 01.07.09. Способ переработки полиметаллических сульфидных материалов / Даулетбаков Т.С., Маймаков А.Т., Ишанов С.Х., Акильбекова Ш.К.

11. Положительное заключение о выдаче инновационного патента на изобретение 2009/06024.1 Дата подачи 06.05.2009. Способ переработки золото-сурьму-мышьяксодержащих материалов / Даулетбаков Т.С., Акильбекова Ш.К., Молдабаева Г.Ж., Маймаков А.Т.

ТҮЙІНДЕМЕ

Ақылбекова Шолпан Қалықұлқызы

Алтын-сурьма кені мен концентраттарының сульфидтік-айдау күйдіруін зерттеу және технологиясын өңдеу

Диссертация алтын-сурьма кені мен концентраттарын қайнау қабатында сульфидтік-айдау күйдіру технологиясын өңдеуге арналған.

Қойылған міндетті шешу үшін қазіргі уақыттағы технологияны арттырумен қатар, жаңа кешенді, қалдықсыз және экологиялық қауіпсіз металлургиялық үрдістерді өңдеу қажет.

Зерттеу нысаны. Алтын-сурьма материалдарын қайнау қабатында сульфидтеу процесінің негізгі технологиялық параметрлері мен технологиясын өңдеу.

Жұмыстың мақсаты. Алтын-сурьма материалдарын қайнау қабатында сульфидтеу үрдісінің негізгі технологиялық параметрлерін анықтау және өңдеу, минералдық шикізатты кешенді пайдаланып және қоршаған ортаны зиянды шығындылармен ластамай қайта өңделетін материалдың қабатына элементтік күкірт буы араласқан бейтарап газдың қоспасын беріп, сульфидтеп күйдіру шарттарын зерттеу.

Жұмысты жүргізу әдістемесі. Өңделетін материалдың қабатына элементтік күкірттің булары қосылған бейтарап газдың қоспасын берумен қайнау қабаты зертханалық қондырғысының құрылысы өңделген.

50 %-ға сурьма материалынан және 50 %-ға кварцты құмнан тұратын Сарылақ кенорнының шихтасынан концентратты айдау және сурьма кенінен сурьманы айдау бойынша жүргізілген тәжірибе сурьма мен мышьяқты айдаудың жоғары дәрежесін көрсетті. Мысалы, 1123 К температурада ол сурьма үшін 96 %-дан жоғары, ал мышьяк үшін 99 %-дан жоғары болды. Алынған үшіріндар мышьягы аз сурьма сульфиді болып табылады және техникалық крудумға қойылатын мемлекеттік стандарттың талаптарына сай келеді. Алтынның 100 %-зы қалдықтар мен шаңдарда қалады деп айтуға болады. Оның мөлшері 90-95 г/т құрады, бұл өңдеуге дейінгі (18-20 г/т) бастапқы шихтадағыдан 5 есе көп.

Жұмыстың ғылыми жаңалағы:

- алтын-сурьма кені мен концентраттарын «қайнау қабаты» жағдайында сульфидтеу үрдісінде берілетін бейтарап газбен элементтік күкірт буларының оңтайлы қатынасы 1:(0,1-0,15) алғаш рет анықталған;

- алтын-сурьма кені мен концентраттарын «қайнау қабаты» жағдайында өңдеу бойынша сульфидтеудің жаңа технологиясы құрылған;

- қайнау қабатында сурьма сульфидін айдау жылдамдығы мен сульфидтеудің дәрежесіне негізгі технологиялық параметрлерінің әсер етуі теорияда және тәжірибеде алғаш рет анықталған;

- материал ірілігі 2 мм, 850-900 °С температурада қайнау қабатында сурьма тотығының элементтік күкірт буларымен 30-40 мин сульфидтеу

үрдісінің оңтайлы технологиялық параметрлері мен кезеңдері алғаш рет анықталған;

- компоненттер бір-бірімен тиімді әрекеттесетін және шаң аз шығатын тұрақты қайнау қабатын жасау үшін материалдың қайнау қабатында тұрып қалатын аймақтар болмайтын жалғансұйықтау саны 1,5-2 қылып газды қабатқа беру керек екендігі анықталған.

Қорғауға шығарылатын қағидалар:

- алтын-сурьма материалдары мен концентраттарын сульфидтеудің негізгі технологиялық параметрлеріне кинетикалық тәуелділіктерін заңдылықтарын тәжірибелік зерттеудің нәтижелері

- алтын-сурьма материалдары мен концентраттарын сульфидтеу реакцияларын термодинамикалық талдау нәтижелері мен олардың жүруінің шекті технологиялық параметрлерін анықтау;

- сульфидтеу дәрежесіне негізгі технологиялық параметрлердің әсер етуі мен сурьма сульфидінің қайнау қабатында айдау жылдамдығын тәжірибеде зерттеу нәтижелері мен үрдістің оңтайлы режимдерін анықтау;

- «қайнау қабаты» жағдайында алтын-сурьма кендері мен концентраттары сульфидті-айдау күйдіру технологиясын құру бойынша зерттеу нәтижелері;

- сульфидтеу үрдісін тәжірибелік және ірілетілген сынаулардың нәтижелері;

- алтын-сурьма кендері мен концентраттарын сульфидтеп күйдіру жағдайына келтірілген «қайнау қабаты» құрылығысын жетілдіру.

Нәтижелерді нақты пайдалану бойынша бастапқы мәліметтер мен ұсыныстарды өңдеу. Сульфидті-айдау күйдірудің өңделген технологиясын тәжірибелік-өндірістік тексеруге және істеп тұрған кәсіпорындарда қолдануға ұсынылады.

Енгізудің техникалық-экономикалық тиімділігін бағалау. Алтын-сурьма кендері мен концентраттарын өңдеудің экономикалық тиімділігі элементтік күкірттің буларымен бейтарап газдың қоспасын өңделетін материалдың қабаты арқылы беріп, полиметалл шикізатын қайнау қабатында өңдеудің құрылған технологиясының көрсеткіштеріне сәйкес жасалынған. Алтын-сурьма концентраттарын өңдеудің экономикалық тиімділігі сурьманы алуды арттыру есебінен кенді өндіруден 100 224 000 теңгені немесе 681,8 мың долларды және 76 416 000 теңгені немесе 519,8 мың долларды құрады, ал алтын бойынша алтын-сурьма концентратын өңдеу кезінде 129 375 долларды немесе 19 18 000 жылына теңгені құрады және 75 037 жылына долларды немесе 11 30 000 теңгені құрады.

RESUME

Akilbekova Sholpan Kalykulkyzy

Research and developing of sulphide-sublimation roasting technology of gold-antimonic ores and concentrates

The dissertation is devoted to developing of sulphide- sublimation roasting technology of gold-antimonic ores and concentrates in a boiling layer.

For this goals it is necessary not only perfection of existing technologies, but also develop of new complex, wasteless and ecologically safe metallurgical processes.

Object of research. Developing and establish the basic technological parametres of sulphide- sublimation roasting technology of gold-antimonic materials in a boiling layer.

The work purpose. Developing and establish the basic technological parametres of sulphide-sublimation roasting technology of gold-antimonic materials in a boiling layer; research of sulphide roasting conditions with giving in a layer of a processed material a neutral gas and element sulphur steams mix; complex use of mineral raw materials and without environmental contamination by harmful emissions.

Researches methods. The design of boiling layer laboratory installation with giving in a layer of a processed material a neutral gas and element sulphur steams mix is developed.

The spent experiences on antimony sublimation from antimonic ore and a concentrate from Sarylahsky deposit concentrate, consisting on 50 % from an antimonic material and 50 % of quartz sand. It has shown high degree of antimony and arsenic sublimation. For example at temperature 1123 K it has made over 96 %, for antimony and more than 99 % for arsenic. Received evaporants represented antimony sulphide with insignificant quantity of arsenic and correspond to requirements of standard on technical crudum. Gold practically on 100 % remained in the rests and dust. The maintenance has reached it 90-95 g/t, that almost in 5 times more, than in initial, to processing in concentrate (18-20 g/t).

Scientific novelty of work:

- for the first time the optimum parity of quantity of submitted neutral gas and element sulphur steams 1: (0,1-0,15 in gold-antimonic sulphidium process of ores and concentrates in «boiling layer» conditions are established;

- the new sulphidium technology on gold-antimony contain ores and concentrates processing in the conditions of a boiling layer is developed;

- for the first time theoretically and experimentally defined the influence of the basic technological parametres on sulphidium degree and speed of antimony sulphide sublimation in a boiling layer;

- for the first time optimum technological parametres and sulphidium process stages antimony sulphide in a boiling layer with steams of element sulphur at 850-900 °C temperature, time of finding of a material particle in a layer of 30-40 min and a material size - 2mm are established;

- it is established, that for a steady boiling layer creation with components effective interaction and minimum dust carrying out, giving of gases in a layer is necessary for supporting with numbers pseudoliquid 1,5–2 at which completely there are no stagnant zones in a boiling layer of a material.

The scientific positions:

- results of experimental researches of kinetic laws of gold-antimonic ores and concentrates sulphidation from the basic technological parameters;

- results of the thermodynamic analysis of gold-antimonic sulphidation reactions of ores and concentrates and an establishment of boundary technological parameters of their course;

- results of experimental researches of influence of the basic technological parameters on degree сульфидирования and speeds of antimony sulphide sublimation in a boiling layer and definition of optimum modes of process;

- results of researches on developing of sulphidation sublimation gold-antimonic ores and concentrates roasting technology in conditions «boiling layer»;

- results of the integrated and skilled tests of sulphidation process;

- design improvement «a boiling layer», adapted for gold-antimonic ores and concentrates sulphidation roasting conditions.

Recommendations and initial data on concrete use of developing results.

The developed technology of sulphidation sublimation roasting on processing gold-antimonic of ores and concentrates is recommended to trial check and use at the operating enterprises.

Estimation of technical and economic efficiency of introduction.

Calculation of economic efficiency of gold-antimonic ores and concentrates processing is spent according to indicators of the developed technology of processing of polymetallic raw materials in a boiling layer with giving through a layer of a processed material, neutral gas with element sulphur steams mixes. Economic efficiency from processing of gold-antimonic concentrates will make at the expense of increase in extraction of antimony of 100,224 million tenge or 681,8 thousand dollars and 76, 416 million tenge or 519,8 thousand dollars at ore processing, and on gold of 129 375 dollars or 19,18 million tenge a year at processing gold-antimonic of a concentrate and 75,37 thousand dollars in a year or 11, 03 million tenge at ore processing.

Estimation of scientific level of the performed work in comparison with the best achievements in this area. The presented work and the researches results described in it correspond to modern scientific and technical level. By results of researches new data about sulphidation sublimation roasting conditions that has allowed to develop technology of roasting with prorroiling through a layer of a material neutral gas and vaporous sulphur mix in the ratio 1: (0,1-0,15 are obtained.

Подписано в печать 26.09.2010г.
Формат 60x84 1/16. Бумага офсет №1 Печать RISO
Усл.п.л. 1 Тираж 100экз. Заказ №1223

Отпечатано в компании Copy Land
г. Алматы, ул. Сейфуллина, 541
тел.:261-51-73, 261-48,44