

АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
ИРКУТСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
БЛАГОРОДНЫХ И РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ И АЛМАЗОВ
(АО «ИРГИРЕДМЕТ»)

На правах рукописи



СИДОРОВ Иван Александрович

**РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЗОЛОТА ИЗ УПОРНЫХ
СУЛЬФИДНЫХ КОНЦЕНТРАТОВ НА ОСНОВЕ ПРОЦЕССА
СВЕРХТОНКОГО ПОМОЛА**

Специальность 05.16.02 – Metallургия чёрных, цветных и редких металлов

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание учёной степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
Лауреат премии Правительства РФ,
доктор технических наук, профессор
Войлошников Г.И.

Иркутск – 2018

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	5
ГЛАВА 1. АНАЛИЗ ЛИТЕРАТУРНЫХ ДАННЫХ ПО ПЕРЕРАБОТКЕ УПОРНЫХ РУД И КОНЦЕНТРАТОВ С ПРИМЕНЕНИЕМ ПРОЦЕССА СВЕРХТОНКОГО ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ, ВЫБОР И ОБОСНОВАНИЕ ОСНОВНЫХ НАПРАВЛЕНИЙ ИССЛЕДОВАНИЙ	11
1.1 Способы переработки упорных сульфидных концентратов, основанные на применении сверхтонкого измельчения с последующей гидрометаллургической переработкой.....	12
1.1.1 Сверхтонкое измельчение	12
1.1.2 Технология <i>Albion</i>	20
1.1.3 Технология <i>LeachOx</i>	27
Выводы по главе 1	32
ГЛАВА 2. ИЗУЧЕНИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ ОКИСЛЕНИЯ ТОНКО- ИЗМЕЛЬЧЕННЫХ МОНОМИНЕРАЛЬНЫХ ФРАКЦИЙ ПИРИТА И ПОЛИСУЛЬФИДНОГО ПРОДУКТА В ПРОЦЕССЕ КИСЛОРОДНО- ИЗВЕСТКОВОЙ ОБРАБОТКИ И ЦИАНИРОВАНИЯ	34
2.1 Теоретические основы окисления сульфидов в водных растворах.....	34
2.2 Методика проведения исследований	38
2.3 Поведение тонкоизмельченных мономинеральных фракций пирита при кислородно-известковой обработке	40
2.4 Результаты рентгенофазового анализа пирита после бисерного помола и кислородно-известковой обработки.....	44
2.5 Физико-химическое моделирование процесса кислородно-известковой обработки тонкоизмельченной мономинеральной фракции пирита с использованием программного комплекса «СЕЛЕКТОР»	47
2.6 Изучение изменения удельной поверхности пирита при бисерном помоле и кислородно-известковой обработке.....	52
2.7 Исследования по цианированию мономинеральной фракции пирита различной степени окисления	56

2.8 Результаты исследований по окислению полисульфидного продукта	57
2.9 Исследования по цианированию полисульфидного продукта различной степени окисления	65
Выводы по главе 2	66
ГЛАВА 3. ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ СВЕРХТОНКОГО ПОМОЛА НА ИЗВЛЕЧЕНИЕ ЗОЛОТА ИЗ УПОРНЫХ СУЛЬФИДНЫХ КОНЦЕНТРАТОВ РАЗЛИЧНОГО ВЕЩЕСТВЕННОГО СОСТАВА	70
3.1 Вещественный состав исследуемых концентратов	70
3.2 Результаты исследований по влиянию сверхтонкого измельчения на извлечение золота при последующем цианировании упорных концентратов	76
3.3 Результаты по цианированию концентратов с предварительным сверхтонким измельчением и кислородно-известковой обработкой	78
Выводы по главе 3	81
ГЛАВА 4. РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЗОЛОТА ИЗ ФЛОТОКОНЦЕНТРАТА МЕСТОРОЖДЕНИЯ «КЕКУРА» НА ОСНОВЕ СВЕРХТОНКОГО ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ	83
4.1 Уточнение оптимальной крупности измельчения	83
4.2 Определение параметров процесса кислородно-известковой обработки и цианирования	84
4.3 Снятие изотермы сорбции золота активным углем из цианистой пульпы	91
Выводы по главе 4	92
ГЛАВА 5. УКРУПНЕННЫЕ ИСПЫТАНИЯ ТЕХНОЛОГИИ БИСЕРНОГО ПОМОЛА И ПОСЛЕДУЮЩЕЙ ГИДРОМЕТАЛЛУРГИЧЕСКОЙ ПЕРЕРАБОТКИ ФЛОТОКОНЦЕНТРАТА МЕСТОРОЖДЕНИЯ «КЕКУРА»	95
5.1 Измельчение флотоконцентрата	96
5.2 Кислородно-известковая обработка тонкоизмельченного флотоконцентрата «Кекура»	102
5.3 Цианирование продукта кислородно-известковой обработки	105
5.4 Обезвреживание хвостов сорбционного цианирования	116
Выводы по главе 5	119

ГЛАВА 6. РЕКОМЕНДУЕМАЯ СХЕМА ГИДРОМЕТАЛЛУРГИЧЕСКОЙ ПЕРЕРАБОТКИ ФЛОТОКОНЦЕНТРАТА МЕСТОРОЖДЕНИЯ «КЕКУРА»	121
ГЛАВА 7. ТЕХНИКО-ЭКОНОМИЧЕСКОЕ СРАВНЕНИЕ ГИДРОМЕТАЛЛУРГИЧЕСКОЙ ТЕХНОЛОГИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СВЕРХТОНКОГО ПОМОЛА И АВТОКЛАВНОГО И БАКТЕРИАЛЬНОГО ОКИСЛЕНИЯ ФЛОТОКОНЦЕНТРАТА МЕСТОРОЖДЕНИЯ «КЕКУРА»	123
7.1 Капитальные затраты.....	124
7.2 Эксплуатационные затраты.....	128
7.3 Техничко-экономические показатели сравниваемых технологий	133
Выводы по главе 7	134
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	135
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ	139

Введение

Актуальность работы

В последнее десятилетие проблема вовлечения в переработку упорных золотосодержащих руд и концентратов все более остро встает перед золотодобывающей отраслью. Значительная часть минерально-сырьевых золотых запасов находится в «упорных» рудах, характеризующихся наличием тонковкрапленного золота, ассоциированного с пиритом и арсенопиритом, что затрудняет возможность прямого цианирования продуктов обогащения. Для переработки такого типа сырья предложены различные технологические схемы, основанные на операциях предварительного термохимического, автоклавного и бактериального вскрытия [1-17] с последующим цианированием продуктов обработки. Разработанные технологии используются за рубежом и на ряде предприятий золотодобывающей промышленности РФ и стран СНГ (Олимпиада, Суздальское, Амурский ГМК, Кокпатас и др.). Однако в ряде случаев эти технологии являются экономически малоэффективными из-за высоких расходов реагентов и электроэнергии, значительной продолжительности процесса, и т.д.

В последние годы ведется разработка альтернативных технологий для извлечения золота из упорных сульфидных продуктов, основанных на применении сверхтонкого помола [18-22].

Весьма перспективными технологиями по переработке упорных сульфидных золотосодержащих руд и концентратов являются технологии Albion и Leachox [23-26], основанные на применении сверхтонкого помола продуктов обогащения и атмосферного окисления (кислородно-известковая обработка) с последующим цианированием.

Указанные технологии испытаны в лабораторном и пилотном масштабах для переработки упорных сульфидных концентратов, а также внедрены на ряде золотодобывающих предприятий. По результатам испытаний отмечено повышение извлечения золота из данного типа сырья при умеренном расходе цианистого натрия.

Данный факт подтвержден опытом работы двух золотодобывающих пред-

приятый с применением технологии Albion: Араратская ЗИФ в республике Армения, где достигнут заметный эффект в извлечении золота при последующем цианировании смеси хвостов флотации с окисленным флотоконцентратом на уровне 92-95 % (прирост в извлечении золота 35 %) с расходом цианистого натрия 1,8-2,2 кг/т руды и ЗИФ «Лас-Лагунас» в Доминиканской республике, где извлечение золота из флотоконцентрата составляет в среднем 80 % (прирост в извлечении золота около 30 %) [27]. Технология Leachox впервые была внедрена в Южной Африке на золотом руднике «Агнес» для переработки хвостов кучного выщелачивания с высоким содержанием золота 20-25 г/т. Благодаря технологии Leachox извлечение золота удалось поднять до 85 % при расходе цианида натрия 4 кг/т. При прямом цианировании хвостов кучного выщелачивания извлечение золота составляло 15-21 % [28]. С использованием технологии Leachox перерабатывают флотоконцентрат на Васильковском ГОКе в Казахстане. Извлечение золота находится на уровне 90-92 %, тогда как при прямом цианировании извлечение золота составляло 71,8 %.

В связи с перспективностью технологий, основанных на применении сверхтонкого измельчения, представляется целесообразным оценить возможность применения данного процесса для извлечения благородного металла из флотоконцентратов различного вещественного состава и степени упорности, получаемых при обогащении руд в Российской Федерации, и разработать технологию для перспективного объекта. В связи с отсутствием детальной информации о закономерностях процессов окисления тонкоизмельченных сульфидов, представляет интерес изучить поведение мономинеральной фракции пирита и полисульфидного продукта, включающего в себя сульфиды, такие как пирит, арсенопирит и халькопирит в процессе сверхтонкого измельчения и кислородно-известковой обработки.

Цель работы: повышение извлечения золота из упорных сульфидных концентратов с использованием гидрометаллургической технологии на основе сверхтонкого измельчения.

Задачи работы:

- изучить поведение тонкоизмельченных мономинеральных фракций пирита и пирита входящего в состав полисульфидного продукта при кислородно-известковой обработке и цианировании;
- оценить перспективы использования технологии, основанной на применении сверхтонкого помола, для повышения извлечения золота из флотоконцентратов различного вещественного состава и степени упорности с выбором перспективного объекта;
- разработать технологию для перспективного объекта;
- провести полупромышленные испытания разработанной технологии;
- технико-экономическое сравнение разработанной гидрометаллургической технологии, основанной на сверхтонком измельчении, с автоклавным и бактериальным окислением флотоконцентрата.

Методы исследования

Объектами исследований явились флотоконцентраты, полученные при переработке руд месторождений РФ (Боголюбовское, Березняки, Кекура, Петропавловское, Маломыр). Для оптимизации условий проведения гидрометаллургической переработки автор использовал методы рентгенофазового и минералогического анализа; метод БЭТ для определения удельной поверхности, а также программный комплекс «Селектор» и диаграммы «Пурбэ» для изучения термодинамики окисления мономинеральной фракции пирита.

При выполнении работы применялись методы титриметрического, потенциометрического, атомно-абсорбционного и атомно-эмиссионного анализа растворов; метод пробирного анализа рудных материалов и электронно-микроскопический анализ.

Достоверность и обоснованность полученных результатов, выводов и рекомендаций подтверждаются использованием аттестованных физических и физико-химических методов анализа, применением современных средств измерений, статистической обработкой результатов, сходимостью результатов лабора-

торных исследований и полупромышленных испытаний.

Научная новизна работы

1. Доказано, что конечными продуктами окисления мономинеральной фракции пирита, подвергнутого сверхтонкому измельчению и кислородно-известковой обработке, являются рентгеноаморфные ярозитные и гидроксидные соединения железа, массовая доля которых повышается при увеличении продолжительности обработки и степени окисления минерала; в ходе окисления пирита отмечено образование элементарной серы и гипса.

2. Установлено, что процесс окисления пирита протекает в диффузионной области, о чем свидетельствует величина кажущейся энергии активации, равная 15,56 кДж/моль.

3. Впервые установлено, что при достижении одинаковой конечной крупности измельчения пирита удельная поверхность измельченного продукта существенно выше при использовании бисерной мельницы в сравнении с шаровой вследствие различных условий соударения мелющих тел и измельчаемого продукта в указанных аппаратах.

Практическая значимость работы

Установлено повышение извлечения золота при цианировании (на 30-70 %) для упорных золотосульфидных флотоконцентратов (месторождения «Боголюбовское», «Петропавловское», «Березняки»), что свидетельствует о перспективности гидрометаллургической технологии на основе сверхтонкого помола с кислородно-известковой обработкой при температуре 80 °С для данного типа минерального сырья;

По результатам лабораторных исследований и полупромышленных испытаний разработан технологический регламент для проектирования цеха по переработке флотационного концентрата месторождения «Кекура» (Чукотский АО). Данный вариант основан на включении в гидрометаллургическую схему сверхтонкого измельчения флотоконцентрата до 10 мкм, кислородно-известковую обработку и последующее сорбционное цианирование;

Совместно со специалистами-разработчиками оборудования разработана аппаратная схема сверхтонкого измельчения флотоконцентрата в вертикальной

бисерной мельнице МБП-1 производства ООО «БФК Инжиниринг». Достигнута конечная крупность измельчения 92,4 % класса минус 10 мкм при суммарных затратах электроэнергии на измельчение – 35,6 кВт·ч на 1 т флотоконцентрата. Отмечено увеличение удельной поверхности измельченного флотоконцентрата с 4,74 м²/г (исх. крупность 92,6 % - 71 мкм) до 16,4 м²/г (92,4 % - 10 мкм). Мельница производства ООО «БФК Инжиниринг» рекомендована в проект для проектирования предприятия;

Установлено, что извлечение золота при цианировании может быть повышено при проведении двухстадиальной кислородно-известковой обработки сульфидного концентрата, что позволило разработать новый способ извлечения благородных металлов из упорного сульфидсодержащего сырья, защищенный патентом РФ (№ 2598742);

Проведенный технико-экономический расчет технологии, основанной на использовании сверхтонкого помола, кислородно-известковой обработкой и сорбционного цианирования флотоконцентрата «Кекура», в сравнении с гидрометаллургическими переработками с предварительным автоклавным и бактериальным вскрытием, при годовой производительности предприятия 1200 тыс. т. руды в год, показали что экономический эффект от применения разработанной технологии может составить около 1,16 млрд. руб и 187,8 млн.руб. в сравнении с автоклавно-цианистой и биогидрометаллургической технологии соответственно.

Защищаемые положения:

- Фазовые и структурные изменения мономинеральной фракции пирита и пирита, входящего в состав полисульфидного продукта, в процессе сверхтонкого измельчения и кислородно-известковой обработки.
- Разработанные условия гидрометаллургической переработки, основанной на сверхтонком измельчении, для упорных золотосульфидных флотоконцентратов различного вещественного состава.
- Результаты полупромышленных испытаний гидрометаллургической технологии, основанной на сверхтонком измельчении и кислородно-известковой обработке (на примере флотоконцентрата месторождения «Кекура») с последующим сорбционным цианированием.

Апробация работы

Основные материалы работы изложены и обсуждены на всероссийской научно-практической конференции «Перспективы развития технологии переработки углеводородных, растительных и минеральных ресурсов» (Иркутск, 2014), «Инновационное развитие горно-металлургической отрасли» (Иркутск, 2016), на международных совещаниях «Прогрессивные методы обогащения и комплексной переработки природного и техногенного минерального сырья» (Плаксинские чтения, Астана, 2014), международном конгрессе по переработке минерального сырья (International Mineral Processing Congress -IMPC 2014, г. Сантьяго, Чили), «Комбинированные процессы переработки минерального сырья: теория и практика», (г. Санкт-Петербург, 2015 г.), (Плаксинские чтения, Санкт-Петербург, 2016 г.). Получен патент РФ на способ извлечения благородных металлов из упорного сульфидсодержащего сырья.

Публикации

По материалам выполненных исследований имеется 11 публикаций, в т.ч. 3 статьи в журналах, входящих в Перечень изданий, рекомендованных ВАК РФ, 1 патент, а также публикации в материалах Международных, Всероссийских научно-практических конференций, Конгрессе.

Структура работы и объем работы

Работа изложена на 152 страницах, содержит 40 рисунков, 39 таблиц, и состоит из введения, 7 глав, заключения, списка литературы из 129 наименований.

Автор выражает искреннюю благодарность сотрудникам лаборатории гидрометаллургии АО «Иргиредмет» за оказанную помощь при выполнении диссертационной работы.

ГЛАВА 1. АНАЛИЗ ЛИТЕРАТУРНЫХ ДАННЫХ ПО ПЕРЕРАБОТКЕ УПОРНЫХ РУД И КОНЦЕНТРАТОВ С ПРИМЕНЕНИЕМ ПРОЦЕССА СВЕРХТОНКОГО ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ, ВЫБОР И ОБОСНОВАНИЕ ОСНОВНЫХ НАПРАВЛЕНИЙ ИССЛЕДОВАНИЙ

В последние десятилетия наблюдается рост количества разведанных и вовлеченных в разработку месторождений с упорными золотосодержащими рудами.

В России и за рубежом выполнен значительный комплекс исследований по разработке и внедрению в промышленность методов переработки упорного сырья благородных металлов, основанных на применении предварительного окислительного обжига, автоклавного и бактериального окисления, сверхтонкого измельчения с последующей гидрометаллургической переработкой. В решении данной проблемы принимают участие научно-исследовательские организации, предприятия и фирмы всех стран, являющихся основными производителями этого металла из рудного сырья. Наиболее освоенными в промышленных масштабах являются варианты, основанные на вскрытии сульфидов путем окислительного обжига, автоклавного окисления и бактериального выщелачивания с последующим цианированием получаемых продуктов [29]. Каждый из этих вариантов обладает своими преимуществами и недостатками, в связи с чем выбор оптимального варианта определяется особенностями вещественного состава рудного сырья, перерабатываемого на конкретном предприятии [30-37].

В литературных источниках достаточно подробно описаны теория и практические аспекты внедрения указанных процессов, поэтому в настоящей работе основное внимание уделено перспективным на сегодняшний день технологиям по переработке упорного золотосульфидного сырья (Albion, Leachox и т.д.), основанным на использовании сверхтонкого измельчения с последующей гидрометаллургической переработкой. В условиях роста мировых цен на золото указанные способы переработки упорных золотосульфидных концентратов приобретают реальные перспективы использования в промышленном масштабе.

1.1 Способы переработки упорных сульфидных концентратов, основанные на применении сверхтонкого измельчения с последующей гидрометаллургической переработкой

1.1.1 Сверхтонкое измельчение

В последние годы появилось значительное количество публикаций, посвященных сверхтонкому измельчению.

Новое направление в исследовании тонкодисперсных минеральных систем подразделяется на механохимическую и механическую активацию [4].

Механохимия изучает физико-химические превращения вещества под действием механических сил; механическая активация изучает «эффект последствия» (повышение растворимости минералов, изменение сорбционной способности, изменение температуры плавления и спекания, повышение реакционной способности, изменение направления последующих реакций и т.д.), обусловленные тем, что вещество обладает избыточной энергией, аккумулированной в процессе измельчения в виде двух слагаемых: поверхностной энергии или энергии образования новых поверхностей и внутренней энергии или энергии изменения межатомных (межионных) расстояний.

Имеется ряд работ, в которых подробно освещены вопросы теории и практики механохимических превращений пирита и арсенопирита – основных упорных золотосодержащих минералов [38-41].

Показано, что кратковременное безреагентное измельчение не вызывает разрушения кристаллической решетки минерала, но существенно искажает ее по местам естественных дефектов, к которым, как правило, относятся элементы-примеси. Такая активация способствует вскрытию золота, находящегося на межкристаллических плоскостях. Более глубокая активация в щелочных средах или в присутствии окислителей приводит к значительным структурным преобразованиям сульфидов: к резкому уменьшению размеров кристаллитов, частичной или полной рентгеноаморфности материала, к ослаблению связей Fe-S,

Fe-As, As-S. Диспергированные минералы становятся более электропроводными, повышается их реакционная способность.

Существуют различные типы аппаратов для измельчения, которые различаются видом механического воздействия на вещество. К аппаратам ударного действия относятся дезинтеграторы, струйные мельницы и др. Применение их в качестве активаторов весьма эффективно при воздействии на грубозернистые сыпучие материалы, но только для активации при сухом помоле. Аппараты характеризуются высокой производительностью и относительно низкими затратами энергии на тонну активированного материала. К аппаратам истирающего действия относятся роликовые мельницы. Они эффективны при приготовлении различных паст, смесей и широко применяются в механохимии полимеров. Представителем аппаратов комбинированного действия (ударно-истирающего) являются шаровые мельницы. Это самые распространенные аппараты для тонкого измельчения. Активация в шаровой мельнице принимается за эталон и другие аппараты-активаторы сравниваются с ней.

Высоконапряженными аппаратами являются планетарные центробежные мельницы (ПЦМ). Сравнительные испытания показали, что кварцевый песок измельчается в планетарной мельнице до заданной крупности в 360 раз быстрее, чем в обычной шаровой тех же геометрических размеров [42,43]. ПЦМ характеризуется малой металлоемкостью, габаритами и массой, позволяет достичь высокой степени дисперсности и обладает широкими возможностями варьирования условиями и режимами измельчения.

В настоящее время наиболее известными разработанными и внедренными в производственные процессы мельницами являются: мельницы тонкого измельчения Vertimill и SMD компании Metso Minerals, из аналогов на рынке хорошо зарекомендовала себя бисерная мельница для сверхтонкого измельчения компании FLSmidth – VXPmill, среди отечественных разработок стоит отметить мельницу для тонкого и сверхтонкого измельчения БФК (производитель «Бакор - Фильтр Керамика»), среди горизонтальных решений следует выделить мельницу

для тонкого и сверхтонкого измельчения – IsaMill (Xstrata Technology), в настоящее время по всему миру используется более 110 типов мельниц [44].

Процесс сверхтонкого измельчения и различные измельчающие аппараты для переработки рудного сырья неоднократно испытаны в полупромышленном масштабе.

В 1992-1993 гг. в институте «Иргиредмет» проведены лабораторные и полупромышленные испытания технологии тонкого измельчения тасеевских флотоконцентратов с использованием стандартного измельчительно-классифицирующего оборудования [45].

Концентрат представлял собой сульфидно-кварцевый продукт со значительным содержанием (до 25 %) слюдисто-глинистых минералов. Фиксируемые микроскопически свободные зерна золотосодержащих сульфидов, в основном, пирита и марказита, имели крупность 80 % класса минус 0,1+0,05 мм. Золото очень тонкое (от 8 до 20 мкм) присутствовало как в свободном состоянии, так и в виде сростков с сульфидами и кварцем. Значительная часть металла находилась в форме эмульсионной вкрапленности в сульфидах и не обнаруживалась под микроскопом.

При цианировании концентрата исходной крупности 82,4 % минус 0,071 мм извлечение золота составило 62,6-73,3 %.

Измельчение концентрата проводили до крупности 100 % класса минус 45 и 20 мкм.

Результаты лабораторных экспериментов показали, что тонкий помол концентрата способствует вскрытию значительной части упорного золота, что выражается величиной дополнительного извлечения металла в процессе цианирования на уровне 10-15 % при снижении содержания Au в хвостах с 5-8 до 3-3,5 г/т.

С учетом полученных результатов на Балеической опытной фабрике были проведены крупномасштабные испытания.

В процессе испытаний извлечение золота из тонкоизмельченного концентрата составило 84,2-86,2 %, общие потери Au с хвостами – 3,7-4,1 г/т.

В 1995-1997 гг. Ирриредметом при участии специалистов Иркутского государственного технического университета и АО «Первомайка» разработана, апробирована и реализована в промышленных масштабах технология переработки дарасунских золотосодержащих концентратов, основанная на тонком измельчении и последующем цианистом выщелачивании концентратов в режиме «CIL» [46].

Особенность процесса состоит в использовании стандартного измельчительно-классифицирующего оборудования, работающего в специальных режимных условиях, вытекающих из промышленного опыта, накопленного предприятиями отечественной и зарубежной золотодобывающей промышленности.

Измельчение концентрата осуществляли в стандартных шаровых мельницах с применением многоразмерной загрузки шаров, обеспечивающей максимальную площадь контакта с измельчаемым материалом. В качестве классифицирующего оборудования использованы гидроциклоны пониженной конусности, собранные в мультициклонные батареи. Предложенная схема измельчения обеспечивала получение готового продукта крупностью 97-99 % класса минус 20 мкм, что позволило на 10-15 % повысить извлечение золота в последующем гидрометаллургическом цикле по сравнению с цианированием неизмельченных концентратов.

Следует отметить, что Ирриредмет обладает значительным опытом создания и эксплуатации струйных мельниц. На базе опытно-промышленных образцов струйных мельниц (производительностью до 100 и более кг/ч по готовому классу) институтом при участии специалистов производства в свое время были успешно решены проблемы тонкого измельчения слюды (до минус 20 мкм) и механической активации вольфрамитовых концентратов, а также других редкометалльных продуктов перед гидрометаллургической переработкой (измельчение до первых единиц мкм). Проведены укрупненные эксперименты по измельчению в струйных мельницах и некоторых упорных золотосодержащих концентратов [39].

Обнадеживающими следует считать результаты проведенных в Иргиредмете экспериментов [47] по тонкому измельчению золото- и серебросодержащих продуктов в планетарных мельницах, опытные образцы которых были разработаны и предоставлены для испытаний Институтом геологии и геофизики (ИГиГ) СО АН СССР, а также институтом «Гидроцветмет» (г. Новосибирск).

В качестве объектов для лабораторных исследований были выбраны: пиритный концентрат с тонковкрапленным золотом в пирите (Au – 25,7 г/т, Ag – 19,5 г/т, S – 35,3 %, As – 0,05 %, органическое углистое вещество – 7 %) и несколько образцов комплексных золотосеребряных руд и концентратов с широким диапазоном соотношений Ag:Au.

Измельчение материалов осуществлялось в планетарной мельнице М-3 (ИГиГ) в водной среде с использованием в роли измельчающего материала – металлических шаров различного диаметра. В ряде случаев в пульпу вводили реагентные добавки для усиления механодеструкции золото- и серебросодержащих минералов.

Результаты опытов подтвердили достаточно высокую эффективность предварительной механохимической обработки практически для всех испытанных материалов. Для пиритного концентрата, в частности, он выразился величиной в 20-25 % дополнительно извлекаемого при цианировании золота (повышение извлечения с 65 до 85-90 %), что однозначно может быть объяснено более полным вскрытием золота, ассоциированного с пиритом.

Опираясь на результаты лабораторных исследований, Иргиредметом при участии специалистов ИГиГ и Гидроцветмета были проведены полупромышленные испытания механохимической технологии на двух продуктах Дарасунского рудника (лежалый огарок: Au - 7,2 г/т, Ag - 48 г/т; крупность минус 3 мм и мышьяковопиритный флотоконцентрат: Au - 19,4 г/т, Ag - 44,8 г/т, Fe - 21,5 %, S - 18,6 %, As - 3,9 %, Cu - 0,8 %; крупность 60-80 % класса минус 0,074 мм), а также на пиритном золотосодержащем концентрате, выделенном при флотационном обогащении руды месторождения «Кумтор», Таджикистан (Au -

37,8 г/т, Ag - 32,5 г/т, S - 32,1 %, Fe - 29,2 %, As - 0,06 %, C_{орг} - 4,6 %). Все перечисленные выше материалы содержали значительное количество тонковкрапленного золота и серебра.

Испытания проводились на Балейской опытной фабрике в период 1985-1989 гг.

В качестве измельчительных аппаратов апробированы опытные образцы 3-х мельниц: РПМ (роликовая планетарная мельница), АИР (активатор-измельчитель роликовый) и МПЦ (мельница планетарная центробежная), сконструированные и изготовленные в Гидроцветмете.

При переработке дарасунских продуктов предпочтение было отдано мельнице АИР (3 барабана вместимостью по 1,8 дм³ с массой шаровой загрузки 3-5 кг в каждый барабан), обеспечивающей производительность по твердому 0,4-0,6 т/ч. Переработка кумторского концентрата осуществлялась в мельнице-активаторе МПЦ, близкой по технологическим параметрам мельнице АИР, но отличающейся от последней бóльшим объемом барабанов (3 дм³) и, соответственно, бóльшей производительностью.

Масса переработанных продуктов составляла: огарок – 8 т, концентрат Дарасуна – 3 т, концентрат Кумтора – 2 т.

Огарок Дарасуна, содержащий значительное количество крупных фракций, подвергался предварительной дезинтеграции и измельчению в шаровой мельнице до крупности, соответствующей крупности флотационного концентрата. Последующее доизмельчение огарка в мельнице АИР до 90-93 % класса минус 0,05 мм позволило получить кеки цианирования с содержанием Au 1,6 г/т и Ag 20 г/т, что соответствует извлечению металлов 78 и 58 %. Параллельные опыты цианирования огарка с доизмельчением его в обычной шаровой мельнице до крупности 95 % класса минус 0,074 мм показали извлечение Au 58 и Ag 20 %, т.е. на 20 и 38 % ниже.

При цианировании измельченного дарасунского концентрата получены хвосты, содержащие 1,6 г/т Au и 18,8 г/т Ag, что соответствует извлечению металлов 91,7 и 58 %.

На кумторском концентрате получены следующие показатели: содержание Au в хвостах 3,0-4,2 г/т, извлечение металла 89-92 % от исходного. Эффект от доизмельчения концентратов составил от 15 до 20 % дополнительно извлеченного золота.

Можно констатировать, что тонкий помол способствует вскрытию дисперсного золота практически из всех минеральных ассоциаций (сульфиды, оксиды, силикаты) и поэтому может рассматриваться как один из возможных методов подготовки упорных золотых руд и концентратов данного типа к последующей гидрометаллургической переработке. В случае переработки окисленных материалов (примером которых являются огарки Дарасуна) эффект в извлечении металла достигается исключительно за счет увеличения тонины помола. При сверхтонком измельчении сульфидных руд и концентратов определенную роль начинают играть и механохимические процессы, способствующие разрушению кристаллической решетки сульфидов, в частности, пирита и арсенопирита [48-51].

Специальными исследованиями ИГиГ и Иргиредмета показано, что в результате интенсивного мокрого измельчения мономинеральной фракции пирита в лабораторной планетарной мельнице в течение 15 мин. удельная поверхность минерала увеличивается в десятки раз и достигает величины 16,3 м²/г. При этом до 80 % пирита аморфизуется, что зафиксировано на рентгенограммах полученных продуктов.

Исследованиями, проведенными на дарасунском концентрате, зафиксирован факт механохимической активации не только пирита, но также арсенопирита, халькопирита и некоторых других сульфидов. С одной стороны, это способствует дополнительному вскрытию дисперсного золота, ассоциированного с указанными сульфидами, но, с другой стороны, приводит к образованию соединений, выполняющих при цианировании роль химических депрессоров и природных сорбентов, что может явиться причиной недоизвлечения металла и повышенного расхода цианида в гидрометаллургическом цикле. В результате увеличения солевого фона растворов существенно ухудшаются условия последующего

извлечения золота из растворов, а также химической очистки сточных вод от цианидов, тиоцианатов и других токсичных продуктов.

Так, при цианировании активированного дарасунского концентрата общий расход NaCN превысил 10 кг на 1 т концентрата. Для кумторского концентрата эта величина составила от 15 до 23 кг/т. Расход жидкого хлора на обезвреживание хвостов цианирования активированного кумторского концентрата (до существующих норм ПДК по CN^- и CNS^-) составил около 130 кг/т, что примерно в 5 раз превышает аналогичную величину для продуктов цианирования концентрата, подвергнутого обычному шаровому помолу.

В патентной литературе описано достаточно большое количество способов, связанных с проведением процессов предварительного вскрытия сульфидных золотосодержащих концентратов при повышенных температурах, не превышающих температуры кипения растворов и, собственно, последующего выщелачивания золота [52-59].

При отсутствии окислителя большинство сульфидных минералов разлагаются очень медленно в водном растворе в широком диапазоне рН в атмосферных условиях. Они могут быстро разлагаться за счет увеличения окислительного потенциала раствора, которое может быть достигнуто путем добавления подходящего окислителя, а также повышения температуры. Способ окисления и тип используемого окислителя зависит от минералогии окисляемого материала, скорости окисления, стоимости оборудования и реагентов, требований технологии и безопасности, охраны здоровья и окружающей среды.

Степень окисления сульфидов также может быть повышена за счет механоактивации поверхностей минералов во время операций их измельчения. Эффект может быть особенно значительным при сверхтонком помолу до размеров частиц менее 15 мкм, и это представляет собой важный вариант окислительной предварительной обработки упорных концентратов.

Более проработанными в технологическом и аппаратурном плане являются технологии Albion и LeachOx, разработанные фирмами Xstrata Plc и Maelgwyn

Mineral Services, новой разработкой является технология Rapid Oxidative Leach (ROL), разработанная фирмой Outotec.

1.1.2 Технология Albion

Технология Albion была разработана в 1994 г. компанией MIM Holdings (в настоящее время Xstrata Plc) и предназначена для переработки концентратов, полученных из упорных руд цветных и благородных металлов [24,26]. Технология запатентована по всему миру и заключается в горячем окислительном выщелачивании тонкоизмельченных концентратов при атмосферном давлении [60]. Использование окислительного выщелачивания при атмосферном давлении дает возможность значительно сократить капитальные затраты в отличие от альтернативных технологий, таких как автоклавное или бактериальное выщелачивание.

Технология Albion представляет собой сочетание сверхтонкого измельчения и окислительного выщелачивания при атмосферном давлении. В Albion Process поступает сульфидный концентрат, содержащий драгоценные металлы. Сульфиды окисляются, освобождая эти металлы для дальнейшего извлечения при цианировании.

На первом этапе в технологии Albion производится тонкое измельчение концентрата до класса 80 % 10-20 мкм в горизонтальной мельнице IsaMill, что сопровождается деформациями кристаллической решетки сульфида. В результате, количество трещин зерен и дефектов решетки в минерале увеличивается на несколько порядков, по сравнению с неизмельченными минералами. Скорость окисления также увеличивается, в связи с увеличением площади поверхности минералов.

Тонкое измельчение также предотвращает пассивацию сульфидов. Пассивация происходит, когда продукты окисления, такие как оксиды железа и элементная сера, осаждаются на поверхности сульфидного минерала. Эти отложения пассивируют минерал, препятствуя доступу химических веществ к его поверхности. Пассивация обычно завершается после того, как осажденный слой достигает

толщины 2-3 мкм. Сверхтонкий помол минерала до размера частиц 80% 10-12 мкм предотвращает пассивацию. Это показано на рисунке 1.1.

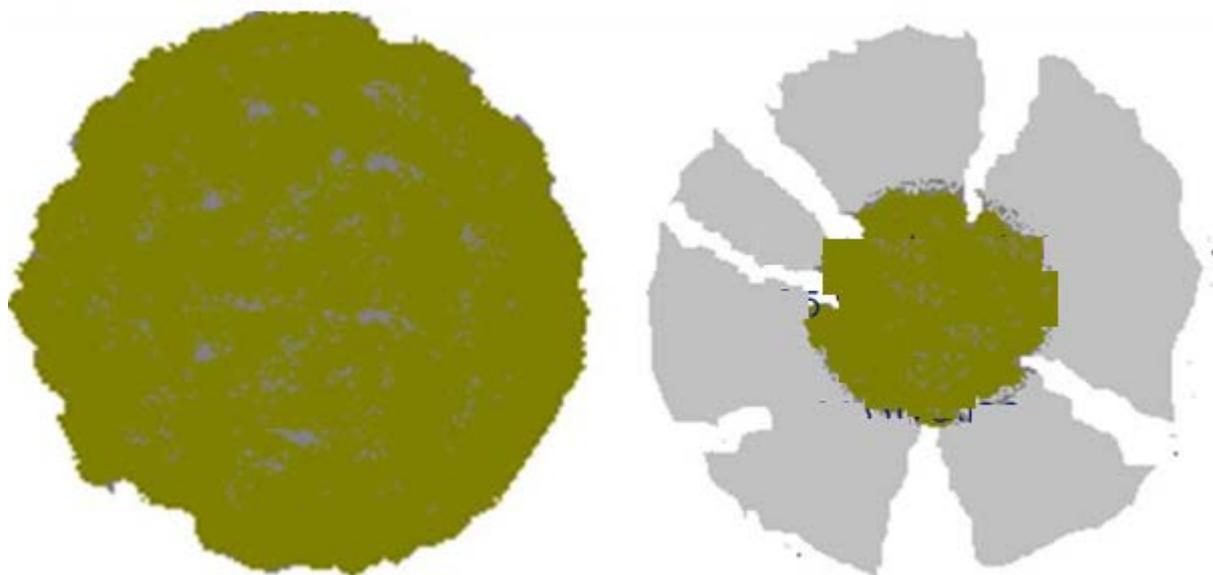


Рисунок 1.1 – Механизм пассивации сульфидных минералов (Слева – невыщелоченная частица, справа – выщелоченная частица)

Окислителем сульфидных минералов служит кислород. Подача кислорода производится с помощью сверхзвуковых эжекторных устройств, обеспечивающих высокую скорость массопередачи кислорода в реакторе. При окислении сульфидов высвобождается большое количество тепла, поэтому рабочая температура близка к температуре кипения пульпы (90 - 95 °С). При таких рабочих температурах по теоретическим данным, выщелачивание происходит в два этапа. На первом этапе сульфидный минерал (MS) окисляется в растворимый сульфат и элементарную серу.



На втором этапе элементарная сера окисляется с образованием серной кислоты.



Эти реакции могут катализироваться действием трехвалентного железа в кислых средах. Окислительное выщелачивание может эксплуатироваться в широком диапазоне рН, колеблется от кислой среды до щелочной. Контроль рН уста-

навливается количеством окисленной элементной серы по реакции В. Степень окисления элементной серы может изменяться в диапазоне от нескольких процентов до полного окисления путем регулирования рН. Обычно значения рН изменяют в пределах 1-6.

Для обработки упорных золотосеребряных концентратов рН окислительно-го выщелачивания сульфидов поддерживается на уровне 5,5 путем постоянного добавления известковой суспензии, чтобы обеспечить полное окисление серы до сульфата. Это приводит к полному разрушению сульфидной решетки и обеспечивает отсутствие дополнительного расхода цианида за счет реакции с элементной серой.

В ходе процесса выщелачивания Albion образующееся трехвалентное железо и кислота нейтрализуются за счет постоянного добавления известняковой суспензии. Нейтрализованные оксиды железа и гипс затем направляются на сорбционное цианирование вместе с освобожденными золотом и серебром.

Арсенопирит также окисляется в нейтральных условиях в соответствии со следующей реакцией:



Арсенат железа, который образуется в этих условиях, является кристаллическим и экологически стабильным.

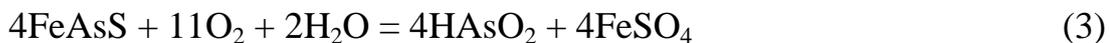
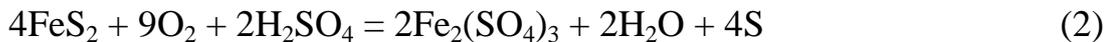
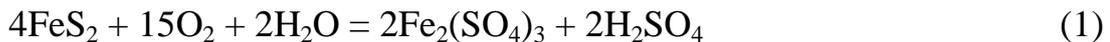
Появление эффективных недорогих аппаратов сверхтонкого измельчения IsaMill обусловило возможность осуществления выщелачивания в гораздо менее жестких условиях по сравнению с условиями автоклавного и бактериального выщелачивания. Сверхтонкое измельчение является ключевой стадией технологического процесса. При измельчении в горизонтальных мельницах IsaMill происходит механоактивация концентрата. Измельчение проводят до крупности 80 % класса минус 8-20 мкм с удельным расходом электроэнергии 80-120 кВт•ч/т.

Измельченный концентрат поступает на окислительное выщелачивание в агитационных чанах при атмосферном давлении, которое возможно в двух вари-

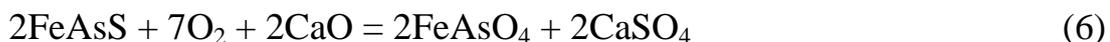
антах – в кислой или щелочной средах. Процесс проводят при массовой доле твёрдого в пульпе 25-35 %.

Первоначально технологический процесс разрабатывался для эксплуатации в условиях кислых сред с целью извлечения цветных металлов и попутного извлечения благородных металлов. Однако было обнаружено, что эффективное окисление пирита также может быть достигнуто в условиях щелочных сред, что является преимущественным вариантом для переработки руд благородных металлов. Для интенсификации процесса окисления в пульпу вводится кислород. Выщелачивание происходит экзотермически, не требуя внешнего нагрева. Температура регулируется за счет расхода добавляемого кислорода и плотности выщелачиваемой пульпы и поддерживается на уровне более 70 °С.

Реакции окисления пирита и арсенопирита в кислой среде проходят по уравнениям:



Реакциями при окислении пирита и арсенопирита в щелочной среде являются:



Основные реакции окисления пирита в кислой и щелочной средах проходят соответственно по уравнениям (1) и (4), однако ограничивая расход кислорода, можно добиться того, что реакции преимущественно будут идти по уравнениям (2) и (5), что приводит к значительной экономии затрат на кислород по сравнению с автоклавным выщелачиванием.

Кислотный процесс может быть применён для извлечения таких металлов как медь, цинк, никель и кобальт, представленных в форме сульфидных минералов. После выщелачивания пульпа фильтруется или отмывается противоточной декантацией. Цветные металлы извлекаются из растворов выщелачивания путем

экстракции и электрохимического осаждения. После предварительной нейтрализации остатка окислительного выщелачивания известняком или известью возможно извлечение благородных металлов методом цианирования.

Щелочной процесс применяется для извлечения благородных металлов, представленных в форме упорных сульфидных или карбонатных руд, которые невозможно перерабатывать по технологии стандартного сорбционного цианирования. Щелочной процесс применим для вскрытия таких минералов как пирит, арсенопирит, селениды или теллуриды.

При окислении пирита в раствор переходит железо (III) и образуется серная кислота. Значение pH пульпы поддерживается на уровне не менее 4 путём добавления CaCO_3 или CaO . Вследствие этого растворённое железо и кислота постоянно выводятся из раствора в виде гидроксидов железа и гипса. Непрерывное удаление из раствора продуктов реакции приводит к существенному увеличению кинетики процесса окисления и достижению высокой степени вскрытия сульфидов. Измельчение концентратов до крупности минус 20 мкм и менее предотвращает пассивацию осаждающимися продуктами выщелачивания, поскольку выщелачиваемый минерал расходуется до того, как на нем может образоваться достаточный слой осадков. В то же время, карбонатные минералы, которые могут мешать процессам извлечения золота, остаются инертными за счет осаждения гипса и оксидов железа на поверхности карбонатов. Особенностью щелочного варианта технологии является образование в ходе окислительного выщелачивания инертных соединений железа (в основном гётита $\text{FeO}(\text{OH})$), которые не вызывают повышенного расхода NaCN при последующем цианировании. Пульпа после щелочного окислительного выщелачивания может быть направлена непосредственно на цианирование по СП-технологии.

Известен патент фирмы Xstrata Plc [61], где упорную руду/концентрат предварительно подвергают тонкому измельчению до $r_{80} < 20$ мкм и последующему атмосферному окислению тонкоизмельченной пульпы кислородом при температуре 60-95 °С с использованием недорогого известняка и извести (в пропорции

20:80) для поддержания уровня рН при окислении 5-7. Этап окислительного выщелачивания проводят для получения 8-15 % окисления сульфидов, после чего продукт переработки с частично окисленными сульфидами защелачивают до рН=10,5 и подвергают цианированию.

По данной технологии перерабатывали пиритный концентрат с массовой долей: Fe – 32,8 %, S – 39,6 % и содержанием золота 16 г/т. Концентрат был измельчен до р80 минус 12 мкм и подвергнут атмосферному окислению кислородом при температуре 70 °С в течение 24 ч с подачей щелочи (20 % извести, 80 % известняка). По завершении процесса степень окисления концентрата составила 14 %. При цианировании частичноокисленного концентрата извлечение золота составило почти 90 %. Расход основных реагентов составил на тонну концентрата, кг: NaCN – 2, щелочи (20 % извести, 80 % известняка) – 100.

Недостатком процесса является ограничение крупности материала классом 80 % минус 20 мкм и низкая степень окисления сульфидов, т.к. для некоторых упорных концентратов, где золото тонковкраплено в минералы, требуется более тонкое измельчение до класса 80-95 % минус 5-10 мкм.

Технологические схемы с использованием Технологии Albion были разработаны для ряда месторождений цветных и благородных металлов.

В 1997 г. была построена масштабная пилотная фабрика (120 кг катодного цинка в сутки) для проведения испытаний в рамках разработки ТЭО освоения запасов цинк-золотосодержащих руд месторождения Pueblo Viejo в Доминиканской Республике. Обширные пилотные испытания проводились также на низкосортных халькопиритных концентратах для Cyprus Amax в 1998 г. и для Mount Isa Mines в 2000 г. В период с 2001 по 2005 гг., в рамках программ предварительного ТЭР и ТЭО, были проведены пилотные испытания на черновых свинцово-цинковых концентратах из руд месторождений McArthur River и Mount Isa в Австралии. С 1993 г. технология Albion была успешно испытана на материалах более 70 различных руд и концентратов. Компания Xstrata продолжает активно совершенствовать технологию для своих медных и цинковых проектов.

В настоящее время эксплуатируются пять предприятий, применяющих процесс Albion, в частности в Испании (5000 тонн цинкового концентрата в год), в Германии (30000 тонн цинкового концентрата в год), Доминиканской республике (100000 тонн золотосодержащего концентрата в год), Австралии (цинковый концентрат) и Армении (106000 тонн золотосодержащего концентрата в год).

Технология Albion предусмотрена в технологическом процессе, используемом на Араратской ЗИФ в Армении [60]. Ниже описана схема применяемой технологии для Араратского флотоконцентрата.

Пульпа сгущенного концентрата подается в цикл IsaMill при плотности пульпы в 48-53 % твердой фазы. Скорость подачи исходного сырья в цикл сверхтонкого измельчения составляет 12,1 т/ч при проектном 13,9 тонн концентрата в час и конечной крупности измельчения 80 % класса 11 мкм. Расход электроэнергии при измельчении составляет 45 кВт/ч на тонну. После чего измельченный материал направляется в цикл выщелачивания Albion для окисления сульфидной матрицы концентрата (содержание сульфидной серы 17,3 %), который состоит из 9 реакторов выщелачивания вместимостью каждого 240 м³. Продолжительность операции составляет 40 ч, в каждый реактор осуществляется подача кислорода через распылители HyperSparge, поддержание pH на уровне 5-5,5 осуществляется дозированием известнякового шлама. Цикл процесса Albion работает экзотермически при 75-80 °С без внешнего подогрева реакторов. Расход кислорода составляет 215 кг/т концентрата, известняка – 300 кг/т. По прошествии указанного времени, степень окисления сульфидов, таких как пирит, арсенопирит, составляет 45-50 %. После окисленный продукт поступает в сгуститель, где смешивается с хвостами флотации и доводится до плотности 40-45 % твердой фазы. После сгущения происходит значительное охлаждение продукта окисления и уже на выходе из сгустителя температура составляет 20-25 °С. Смесь окисленного флотоконцентрата с хвостами флотации поступает на цианирование по CIL-технологии. При продолжительности цианирования 41 ч достигается извлечение золота 95 % с расхо-

дом NaCN – 1,8-2,2 кг на 1 т смеси окисленного флотоконцентрата с хвостами флотации.

Albion™ может применяться совместно с традиционными технологиями извлечения металлов, такими как цианидное выщелачивание при извлечении драгоценных металлов, либо жидкостной экстракцией и электролизом при извлечении полиметаллов.

1.1.3 Технология LeachOx

Технология LeachOx, разработанная компанией Maelgwyn Mineral Services (MMS), Уэльс, Великобритания, основана на сверхтонком измельчении материала до 95 % класса -20 мкм, атмосферном окислении кислородом (кавитационная подача) в специальных реакторах-колоннах при 25 °С, разработанных компанией MMS, до степени окисления перерабатываемого продукта 5-15 % [25,28].

В процессе LeachOx используются реакторы Aachen и колонны выщелачивания, разработанные MMS, способствующие повышению извлечения золота при цианировании и снижению расхода реагентов. Лабораторные испытания и испытания на опытной установке, проведенные для сравнения LeachOx с окислительным выщелачиванием в открытом резервуаре и цианидным выщелачиванием после сверхтонкого измельчения для ряда концентратов, в большинстве случаев показали более высокий уровень извлечения золота в процессе LeachOx [62-64]. Во всех случаях значительно сокращался расход цианида, кислорода и извести. В некоторых случаях расход сокращался в десятки раз. В одном из пилотных исследований LeachOx на сульфидном золотосодержащем концентрате был достигнут показатель извлечения золота 90,1 %. При этом расход цианида сократился с 10 кг/т до 0,8 кг/т, а расход кислорода и извести сократился в разы, по сравнению с аналогичным испытанием сверхтонкого материала в процессе, отличном от LeachOx. Еще одним значительным преимуществом является то, что процесс LeachOx значительно ускоряет динамику выщелачивания, сокращая продолжительность с 24 часов, как при выщелачивании в открытом резервуаре, до нескольких часов.

Компания MMS имеет ряд опытно-промышленных установок по переработке упорных сульфидных концентратов. В частности, установка в г. Кардифф (Великобритания) включает 10-ти литровую мельницу сверхтонкого помола, обеспечивающую крупность измельчения от 100 до 2 мкм. Измельчённый флотоконцентрат подается в 65-ти литровую ёмкость питания цианирования, туда же подается NaCN и NaOH. Из ёмкости пульпа закачивается насосом в реактор Aachen, в котором происходит наислораживание пульпы под давлением кислорода 0,8 МПа. Пульпа из реактора направляется в колонну для выщелачивания, это сопровождается падением давления кислорода до 0,3 МПа. Пульпа циркулирует между насосом, реактором и колонной. Часть пульпы выводится из установки через клапан, установленный между реактором и колонной. Питание осуществляется через клапан, установленный между колонной и насосом. Установка работает в непрерывном режиме и полностью автоматизирована. Контроль давления, температуры, рН, ОВП, концентрации растворенного кислорода и расхода пульпы производится при помощи компьютера.

Первая установка процесса Leachox была установлена на золотом руднике Агнес в Южной Африке, принадлежащем компании African Pioneer Mining. До этого на руднике безуспешно использовался процесс кучного биовыщелачивания упорных золотосодержащих руд. Причинами низкого извлечения золота считались высокий уровень карбонатов в концентрате и географические особенности, связанные с субтропическим климатом на 34 объекте, т.е. проливными дождями, вымывающими концентрат и способствующими возникновению желобков в отвале. Рудник был переведен в режим технического обслуживания. Затем была приобретена технология Leachox для переработки хвостов с высоким содержанием золота, оставшихся от кучного выщелачивания. Содержание в хвостах колебалось от 20 до 25 г/т Au. Благодаря технологии Leachox удалось поднять извлечение золота до 85 % при расходе цианида – 4 кг/т, кислорода – 10 кг/т и извести – 10 кг/т. Прямое цианирование хвостов (без использования Leachox) позволяло извлечь материал лишь на 15 – 20 % [25].

Технология LeachOx предусмотрена в технологическом процессе, используемом на Васильковском ГОКе в Казахстане [64]. Ниже описаны лабораторные испытания процесса LeachOx по предварительному окислению и сорбционному цианированию. Испытания проводили на пробе флотоконцентрата с содержанием золота 48,4 г/т и серы – 15,5 %. Прямое цианирование обеспечило извлечение золота на уровне 71,8 %, сорбционное цианирование – 75,4 %. Исследовали влияние крупности помола флотоконцентрата на процесс сорбционного цианирования с кислородной обработкой, моделирующей работу реактора Aachen. Процесс проводили на бутылочном агитаторе при крупности измельчения флотоконцентрата 75; 45; 25; 15; 10 и 5 мкм в следующих условиях: расход O_2 – 20 кг/т, расход NaCN – 20 кг/т, pH – 10,5; загрузка активного угля – 10 г/дм³, продолжительность цианирования – 24 ч. Показано, что при измельчении флотоконцентрата наблюдается постоянное увеличение извлечения золота с 84 % до 97 %. С увеличением степени измельчения и продолжительности кислородной обработки содержание сульфидной серы снижается с 15 % до 13%; это сопровождается повышением температуры процесса с 37 °С (при крупности 75 мкм) до 43 °С (при крупности 5 мкм), что свидетельствует об интенсификации процессов окисления сульфидов. С повышением измельчения также возрос расход CaO с 12 кг/т до 33 кг/т. Обнаружено некоторое снижение естественной сорбционной активности флотоконцентрата при моделировании работы реактора Aachen.

ЗИФ Васильковского ГОКа имеет производительность гидрометаллургического отделения по арсенопиритному флотоконцентрату 50 т/ч. Процесс LeachOx предусматривает сверхтонкое измельчение флотоконцентрата, предварительное его окисление в аппаратах, работающих в комбинации с реакторами Aachen, затем цианирование в колонне выщелачивания, опять же объединенной с реактором Aachen, и извлечение растворенного золота по технологии CIL (процесс уголь в пульпе). Измельчение предусмотрено в трёх вертикальных мельницах тонкого измельчения объёмом 2 м³ каждая, обеспечивающих крупность помола от 45 до 4 мкм. Предварительное окисление сульфидов кислородом происходит в четырех

резервуарах объемом 500 м³. Каждый резервуар работает в комбинации с двумя реакторами Aachen REA-Au 400. Затем пульпа поступает на выщелачивание в колонне выщелачивания (снова в комбинации с одним реактором). Расход NaOH и NaCN при выщелачивании составляет 30 кг/т и 1 кг/т. Общий расход кислорода на работу реакторов Aachen составляет 20 кг/т. Растворенное золото извлекают сорбцией активным углем. Конечные хвосты подвергаются деструкции цианида до закачки в хвостохранилище.

По информации фирмы-разработчика технологическое оборудование для переработки руды Васильковского месторождения, в т.ч. и установка «Leachox», были установлены в августе 2009 г., в настоящее время сверхтонкий помол флотоконцентрата осуществляется в две стадии: первую стадию измельчения осуществляют в вертикальных бисерных мельницах SMD в количестве 6 шт. Окисление флотоконцентрата, измельченного до класса крупности 90 % минус 10 мкм, осуществляют в 4 агитаторах объемом 500 м², оснащенных двумя Aachen реакторами, также в каждом агитаторе установлено 20 диспергаторов «Бакор» (процесс Бурбон), одновременно в работе находится 7-8 диспергаторов. Расход кислорода составляет 30-35 кг/т концентрата, продолжительность обработки 15-20 ч. Окисленный продукт проходит предварительное цианирование в течение 40-45 мин при концентрации NaCN – 1,5-1,8 г/дм³ (извлечение золота от операции 65 %) и сорбционное цианирование в течение 16-17 ч. Содержание золота в хвостах сорбции составляет 3,5-4,0 г/т, в жидкой фазе – 0,03-0,05 мг/дм³ при содержании золота в питании цианирования 30-35 г/т, сульфидов 30-40 %. Извлечение золота в цикле гидрометаллургии составляет 90-92 %.

По данным фирмы-разработчика технико-экономический анализ выявил более низкие эксплуатационные и капитальные затраты технологии LeachOx перед бактериальным и автоклавным вскрытием.

В работе [64] описываются результаты моделирования в программном комплексе «Селектор» процесса атмосферного окисления тонкоизмельченного до 5 мкм золотосульфидного флотационного концентрата месторождения

«Васильковское» при температуре 24 °С в присутствии кислорода. На основании термодинамического моделирования процессов сверхтонкого помола и атмосферного окисления, автор утверждает, что при продолжительности проведения процесса 5-7 ч происходит окисление пирита на 15,41 %, а арсенопирита лишь на 0,2 %. Фазовый состав моделируемой системы показывает, что основными твердыми продуктами окисления сульфидных минералов являются гетит (FeOOH), гипс ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) и симплезит ($\text{Fe}_3(\text{AsO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$). Содержание железа и мышьяка в растворе не превышает 1 % от общего количества. По результатам полупромышленных испытаний извлечение золота при последующем цианировании составило 92,9-93,2 % при расходе NaCN – 13,0 кг/т, извести – 8,0 кг/т концентрата.

Полученные автором данные подтверждаются результатами термодинамических расчетов, представленных в работах [65-75], т.е. окисление сульфидов (арсенопирит, пирит) в присутствии извести и кислорода протекает с образованием гипса и гетита. Окисление арсенопирита в работе [64] наблюдается в значительно меньшей степени, что вызывает вопрос, т.к. по литературным данным арсенопирит является менее стабильным при окислении, нежели пирит. Недостатком этого процесса может являться низкая степень окисления перерабатываемого материала (15 %), зачастую концентраты, в которых массовая доля сульфидов достигает 30-60 % для достижения приемлемых показателей по извлечению золота при последующем цианировании требуется их окисление до 40-60 %, а порой и до 80-90%.

В связи с тем, что экспериментальные данные по фазовым превращениям тонкоизмельченных сульфидов при атмосферном окислении отсутствуют, либо получены на основании результатов проведения термодинамических расчетов и физико-химического моделирования, представлялось целесообразным провести практические исследования на мономинеральных фракциях пирита и поликомпонентной фракции сульфидов с целью уточнения их фазовых превращений в реальном технологическом процессе и изучения изменения удельной поверхности

при сверхтонком измельчении и кислородно-известковой обработке, т.к. увеличение удельной поверхности золотосодержащего минерала положительно сказывается на динамике окисления сульфида и извлечении золота при последующем цианировании [76-81], а также определить удельную скорость окисления пирита для условий, используемых в реальном технологическом процессе.

Выводы по главе 1

Из анализа литературных данных отмечен несомненный интерес исследователей к проблеме переработки упорного сырья. Известные на данное время методы предварительного вскрытия золотосодержащих минералов и сульфидов имеют свои преимущества и недостатки. Во многом выбор технологии зависит от физико-химических свойств руды и географии месторождения, которые определяют экономические затраты на отработку.

В настоящее время ведутся разработки и внедрения в области золотой промышленности с применением технологии предварительного вскрытия сульфидных продуктов на основе бисерного измельчения с последующим атмосферным окислением.

Весьма перспективными технологиями по переработке упорных сульфидных золотосодержащих руд и концентратов являются технологии Albion и Leachox, основанные на применении сверхтонкого помола продуктов обогащения и последующего атмосферного окисления. Однако экспериментальные данные о закономерностях процессов вскрытия сульфидов зачастую отсутствуют. В связи с этим представляет интерес изучить поведение мономинеральной фракции пирита в процессе сверхтонкого измельчения и кислородно-известковой обработки, а также разработать технологию, отличающуюся простотой технологической и технической реализации проекта; имеющую низкие капитальные и эксплуатационные затраты и с возможностью переработки упорных руд и концентратов, у которых золото тонковкраплено в минералы.

С учетом выше сказанного, разработана программа диссертационных исследований, включающая в себя следующие основные этапы:

- изучение поведения мономинеральных фракций пирита и полисульфидного продукта в процессе сверхтонкого помола и кислородно-известковой обработки;
- изучение изменения удельной поверхности пирита в процессе бисерного измельчения и при кислородно-известковой обработке;
- определение удельной скорости окисления сульфидов и кажущейся энергии активации для разработанных условий проведения кислородно-известковой обработки в реальном технологическом процессе;
- изучение влияния степени окисления сульфидных минералов на извлечение золота и расход цианида натрия при последующем цианировании;
- экспериментальные исследования по оценке эффективности сверхтонкого помола упорных золотосульфидных концентратов различного вещественного состава в бисерной мельнице и процессе кислородно-известковой обработки на последующее цианирование, с выбором перспективного объекта;
- разработка гидрометаллургической технологии, основанной на бисерном измельчении и кислородно-известковой обработке на перспективном объекте в укрупненно-лабораторных масштабах;
- проведение полупромышленных испытаний по разработанной технологии с выдачей рекомендуемой схемы переработки;
- технико-экономическая оценка разработанной технологии.

ГЛАВА 2. ИЗУЧЕНИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ ОКИСЛЕНИЯ ТОНКОИЗМЕЛЬЧЕННЫХ МОНОМИНЕРАЛЬНЫХ ФРАКЦИЙ ПИРИТА И ПОЛИСУЛЬФИДНОГО ПРОДУКТА В ПРОЦЕССЕ КИСЛОРОДНО- ИЗВЕСТКОВОЙ ОБРАБОТКИ И ЦИАНИРОВАНИЯ

2.1 Теоретические основы окисления сульфидов в водных растворах

В настоящее время существует множество работ, посвященных окислению сульфидов в водных растворах, в частности пирита, пирротина и арсенопирита [82-89], с которыми, как правило, ассоциировано золото, что обуславливает упорность рудного сырья. В литературном анализе (с. 17-29) представлен химизм окисления сульфидов, полученный на основании термодинамических расчетов в программном комплексе «Селектор», применительно к технологиям «Albion» и «Leachox».

В настоящей работе представилось целесообразным рассмотреть теоретические основы окисления сульфидов в водных растворах с использованием диаграмм Пурбе ($E_h - pH$).

Пирит (FeS_2) является относительно стабильным в водных растворах в широком диапазоне pH , как это показано на диаграмме E_h-pH для системы $Fe-S-H_2O$ (рисунок 2.1).

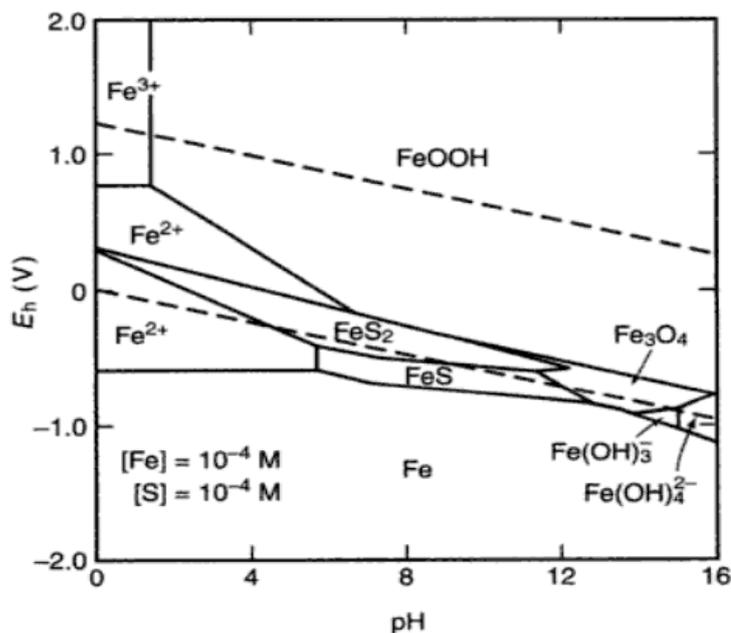
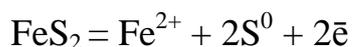


Рисунок 2.1 - Диаграмма Пурбе для системы $Fe-S-H_2O$ при $25^\circ C$ [90].

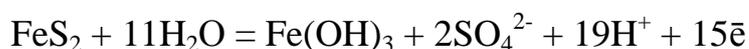
В кислых растворах ($\text{pH} < 6$) пирит окисляется с образованием Fe^{2+} и элементарной серы:



В более кислых растворах ($\text{pH} < 1,5$) Fe (II) окисляется до Fe (III):



По литературным данным катион Fe^{3+} является сильным окислителем[91,92]. Пирит практически невосприимчив к действию Fe^{3+} , реакция его окисления может инициироваться с другими катионами, например Cu^{2+} . В менее кислых и щелочных растворах при $\text{pH} > 6$ пирит окисляется до гидроксида Fe (III):

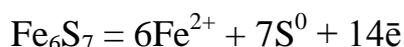


Гидроксид железа (III), частично отщепляя воду, может образовывать гетит (FeOOH): $\text{Fe}(\text{OH})_3 = \text{FeOOH} + \text{H}_2\text{O}$, а затем и гематит (Fe_2O_3): $2\text{FeOOH} = \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{H}_2\text{O}$.

Пирит кристаллизуется в кубической сингонии, образуя кристаллы, которые реагируют совершенно по-разному к окислению. Некоторые формы разлагаются даже в слабо окислительных условиях, в то время как кубическая структура является по существу стабильной в этих условиях. Следовательно, руды, содержащие различные формы пирита, будут по-разному реагировать на процессы окисления.

Пирротин ($\text{Fe}_{(1-x)}\text{S}$, где $x = \text{от } 0 \text{ до } 0,5$) гораздо менее стабилен, чем пирит. Небольшие его количества могут быть достаточно легко окислены, например, с помощью предварительной аэрации пульпы.

В кислых растворах ($\text{pH} < 6$), для условий, приведенных на рисунке 2.1, электронное уравнение реакции окисления пирротина выглядит следующим образом:



а для менее кислых и щелочных ($\text{pH} > 6$):



Тем не менее, в условиях, обычно применяемых в гидрометаллургии при окислении сульфидов, пирротин имеет ограниченную область устойчивости и не вступает в реакцию с образованием элементарной серы [93-95].

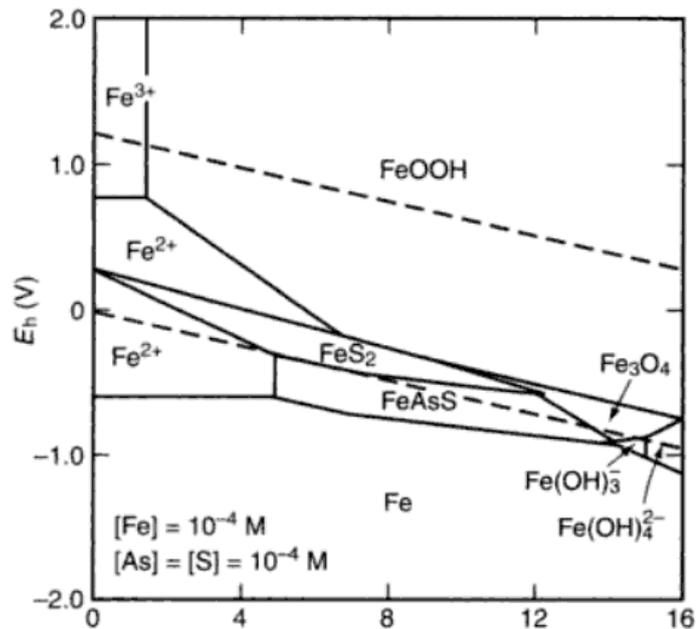
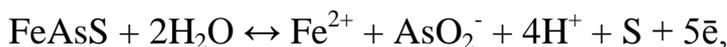


Рисунок 2.2 – Диаграмма Пурбе для системы Fe-S-As-H₂O при 25°C [90]

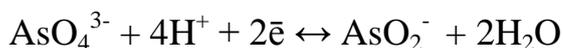
E_h-pH диаграмма (рисунок 2.2) для **арсенопирита (FeAsS)** указывает на то, что арсенопирит менее стабилен, чем пирит приблизительно на 0,3 В, и этот минерал является термодинамически нестабильным в воде. Его окисление в воде протекает медленно, поэтому арсенопирит относительно стабилен при нормальных условиях. Однако он легче окисляется, чем пирит. Этот фактор учитывается в гидрометаллургической переработке некоторых золотосодержащих сульфидно-мышьяковистых руд. В кислых растворах реакция окисления арсенопирита выглядит следующим образом:



в менее кислых и щелочных:



Образующиеся соединения As (III) могут быть дополнительно окислены до As (V), в зависимости от поставленной цели:



Реальгар (AsS) и аурипигмент (As_2S_3) более стабильны в кислых условиях, чем арсенопирит, и очень нестабильны в щелочном растворе (рисунок 2.3). В сильноокислых растворах образуется элементарная сера.

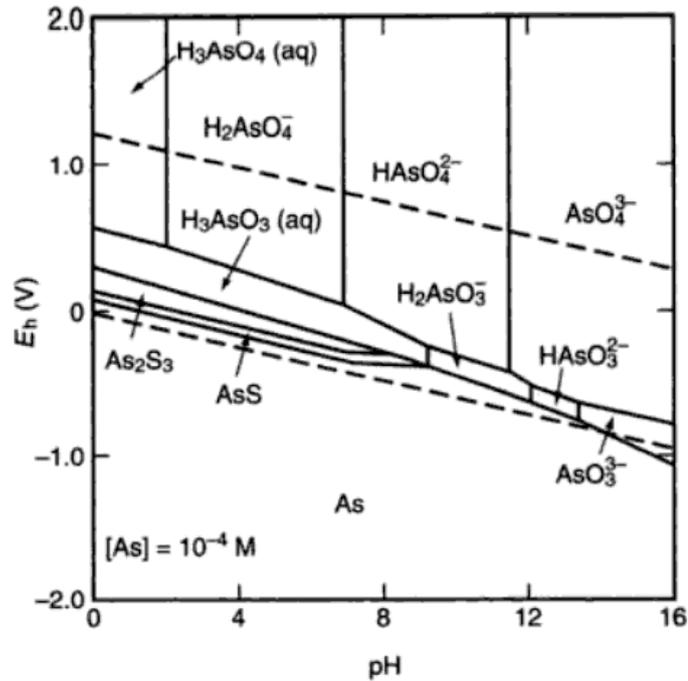
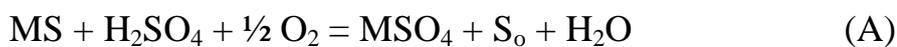


Рисунок 2.3 – Диаграмма Пурбе для системы S-As- H_2O при 25 °C [90].

Скорость окисления сульфидов может быть повышена за счет деструкции поверхности минералов во время операций их измельчения. Эффект может быть особенно значительным при сверхтонком помоле менее 20 мкм, и это представляет собой важный факт при предварительной обработке упорных концентратов.

При проведении процесса Albion высвобождается большое количество тепла, поэтому рабочая температура близка к температуре пульпы (85 - 93 °C). При таких рабочих температурах выщелачивание будет происходить в два этапа. На первом этапе сульфидный минерал (MS) окисляется до растворимого сульфата и элементарной серы.



На втором этапе элементарная сера окисляется с образованием серной кислоты.



Эти реакции могут быть ускорены действием трехвалентного железа в кислой среде. Окислительное выщелачивание происходит в широком диапазоне pH: от кислой до нейтральной. Контроль pH устанавливается количеством окисленной элементной серы по реакции В. Количество окисленной элементной серы может изменяться от нескольких процентов до полного окисления путем регулирования pH.

Арсенопирит также окисляется в нейтральных условиях (pH = 4-7):



Арсенат железа, образующийся в этих условиях, является кристаллическим и экологически безопасным [96].

2.2 Методика проведения исследований

Исходным материалом для проведения исследований явились мономинеральные фракции пирита и полисульфидного минерала крупностью минус 2 мм. Массовая доля основных компонентов в пирите (%): железо – 46,6; сера – 53,4%. Дифрактограмма представлена на рисунке 2.8.

Для достижения крупности, приемлемой для измельчения в бисерной мельнице, материал подвергали шаровому помолу до класса крупности минус 71 мкм (96 %). После чего измельчали в бисерной мельнице фирмы «Netzsch» с использованием смеси керамического бисера типа ZS (силикат циркония) крупностью 0,5 – 2,0 мм, удельным весом 4,1 кг/дм³ до массовой доли 90-95 % класса 20, 10 и 7 мкм (рис. 2.7). После измельчения пульпу подвергали кислородно-известковой обработке при температуре 80 °С при отношении Ж:Т = 3:1 в течение 98 часов с добавлением вначале известняка для поддержания pH~6, а затем извести для повышения pH до 11,0.

По данным рентгенофлюоресцентного анализа массовая доля основных компонентов в полисульфидном минерале составила (%): оксид кремния – 40,5; оксид алюминия – 2,79; железо – 24,2; сера – 18,9; мышьяк – 5,1; медь – 1,85; цинк – 2,87. Ввиду наличия в полисульфидном минерале таких сульфидов как пирит,

арсенопирит и халькопирит, представилось целесообразным провести опыты по кислородно-известковой обработке в две стадии [97] для изучения влияния окисления на структурные изменения сульфидов.

Для достижения крупности, приемлемой для измельчения в бисерной мельнице, материал подвергали шаровому помолу до класса крупности 93 % минус 71 мкм. После чего материал измельчался в бисерной мельнице фирмы «Netzsch» до крупности 98 % минус 10 мкм и подвергался ПКИО. Материал предварительно закисляли, продувая кислородом при температуре 80 °С при Ж:Т = 3:1 в течение 12 часов до рН – 3. Далее окисленный материал защелачивали в тех же условиях в течение 132 ч с добавлением вначале известняка для поддержания рН в пульпе 6, затем извести для повышения рН до 11,0.

При проведении исследований по изучению закономерностей окисления тонкоизмельченных фракций пирита и полисульфидного продукта использовали следующие методы анализа:

Рентгенофазовый анализ (РКФА) проводили на автоматизированном дифрактометре SHIMADZU XRD-6000.

Гранулометрический состав проб исследован методом лазерной гранулометрии на приборе MasterseizerHydro 2000MU (A) фирмы Malvern.

Удельную поверхность минералов определяли на анализаторе СОРБОМЕТР-М (метод БЭТ).

Термодинамическое моделирование процесса кислородно-известковой обработки выполнено с использованием метода «минимизации свободной энергии Гиббса» при помощи программного комплекса «СЕЛЕКТОР» (WinSel).

Рентгеноспектральный микроанализ выполняли на рентгеноспектральном микроанализаторе САМЕВАХ SX50. Наличие включений определялось просмотром поверхности образцов растровым электронным микроскопом при увеличении от 100 до 5000 крат. Использовалось изображение во вторичных и обратно рассеянных электронах, а также распределение по выбранным элементам в характеристических рентгеновских лучах. Анализ

найденных включений проводился с помощью волновых рентгеновских спектрометров и энерго-дисперсионного спектрометра KEVEX.

Концентрацию растворенного кислорода измеряли анализатором «Эксперт-009» с потенциометрическим датчиком.

2.3 Поведение тонкоизмельченных мономинеральных фракций пирита при кислородно-известковой обработке

Эксперименты на мономинеральных фракциях пирита проводили на образцах различной крупности 95 % минус 7-20 мкм. Изучено поведение пирита в процессе ПКИО.

Полученные экспериментальные данные по степени окисления пирита в зависимости от крупности бисерного помола приведены на рисунке 2.9.

На основании данных, представленных на рис. 2.9, при крупности минерала 20 мкм окисление проходит значительно медленнее, нежели при 7 и 10 мкм. Данные по степени окисления минерала крупностью 10 и 7 мкм имеют незначительную разницу, поэтому последующие исследования проводили на материале крупностью минус 10 мкм.

На следующем этапе изучали влияние типа предварительной обработки на степень окисления измельченного до 10 мкм мономинерала. Предварительную обработку проводили с варьированием температуры, а также рассматривали возможность замены кислорода на воздух при продувке пульпы (рисунок 2.10).

По результатам исследований самые высокие показатели по степени окисления минерала получены при температуре 80 °С с использованием в качестве окислителя кислорода и извести, максимальная степень окисления минерала 99,2 % достигается через 98 часов, при понижении температуры пульпы до 50 °С динамика окисления ухудшается в два раза, а до 24 °С практически в 3,3 раза соответственно.



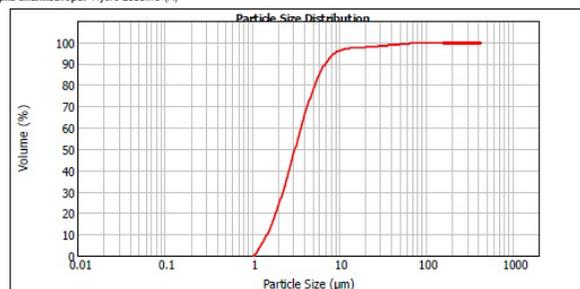
Результаты гранулометрического анализа

Дата анализа: 29 сентября 2015 г. 12:11:27
Исполнитель: Сидоров И.А.

Наименование месторождения: Пирит-сверхтонкий помол - Average

Наименование продукта: Концентрат

Марка анализатора: Hydro 2000MU (A)



Size (µm)	Vol Under %						
1.000	0.00	15.000	97.50	50.000	99.16	100.000	100.00
3.000	47.13	17.000	97.61	60.000	99.44	110.000	100.00
5.000	77.41	20.000	97.76	71.000	99.69	120.000	100.00
7.000	90.07	25.000	98.04	74.000	99.75	150.000	100.00
10.000	96.03	30.000	98.33	80.000	99.84	170.000	100.00
12.000	97.06	40.000	98.80	90.000	99.95	200.000	100.00

Примечание: Бисерная мельница - 1 час 30 мин

а) 7 мкм



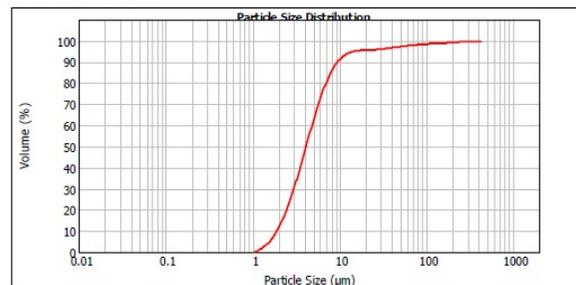
Результаты гранулометрического анализа

Дата анализа: 29 сентября 2015 г. 11:38:39
Исполнитель: Сидоров И.А.

Наименование месторождения: Пирит-сверхтонкий помол - Average

Наименование продукта: Концентрат

Марка анализатора: Hydro 2000MU (A)



Size (µm)	Vol Under %						
1.000	0.00	15.000	95.20	50.000	97.36	100.000	98.61
3.000	30.63	17.000	95.50	60.000	97.75	110.000	98.73
5.000	62.47	20.000	95.69	71.000	98.07	120.000	98.82
7.000	80.23	25.000	95.90	74.000	98.14	150.000	99.01
10.000	91.18	30.000	96.19	80.000	98.27	170.000	99.14
12.000	93.78	40.000	96.83	90.000	98.46	200.000	99.35

Примечание: Бисерная мельница - 1 час

б) 10 мкм



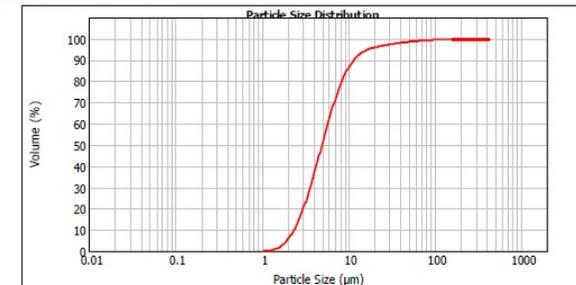
Результаты гранулометрического анализа

Дата анализа: 10 февраля 2016 г. 11:48:06
Исполнитель: Сидоров И.А.

Наименование месторождения: Пирит - Average

Наименование продукта: руда

Марка анализатора: Hydro 2000MU (A)



Size (µm)	Vol Under %						
1.000	0.00	15.000	94.03	50.000	98.70	100.000	99.65
3.000	19.97	17.000	95.10	60.000	99.02	110.000	99.74
5.000	50.73	20.000	96.02	71.000	99.26	120.000	99.83
7.000	71.24	25.000	96.86	74.000	99.31	150.000	99.96
10.000	86.28	30.000	97.42	80.000	99.40	170.000	100.00
12.000	90.79	40.000	98.21	90.000	99.54	200.000	100.00

Примечание: Бисерное измельчение 30 минут

в) 20 мкм

Рисунок 2.7 – Гранулометрический состав измельченного в бисерной мельнице пирита

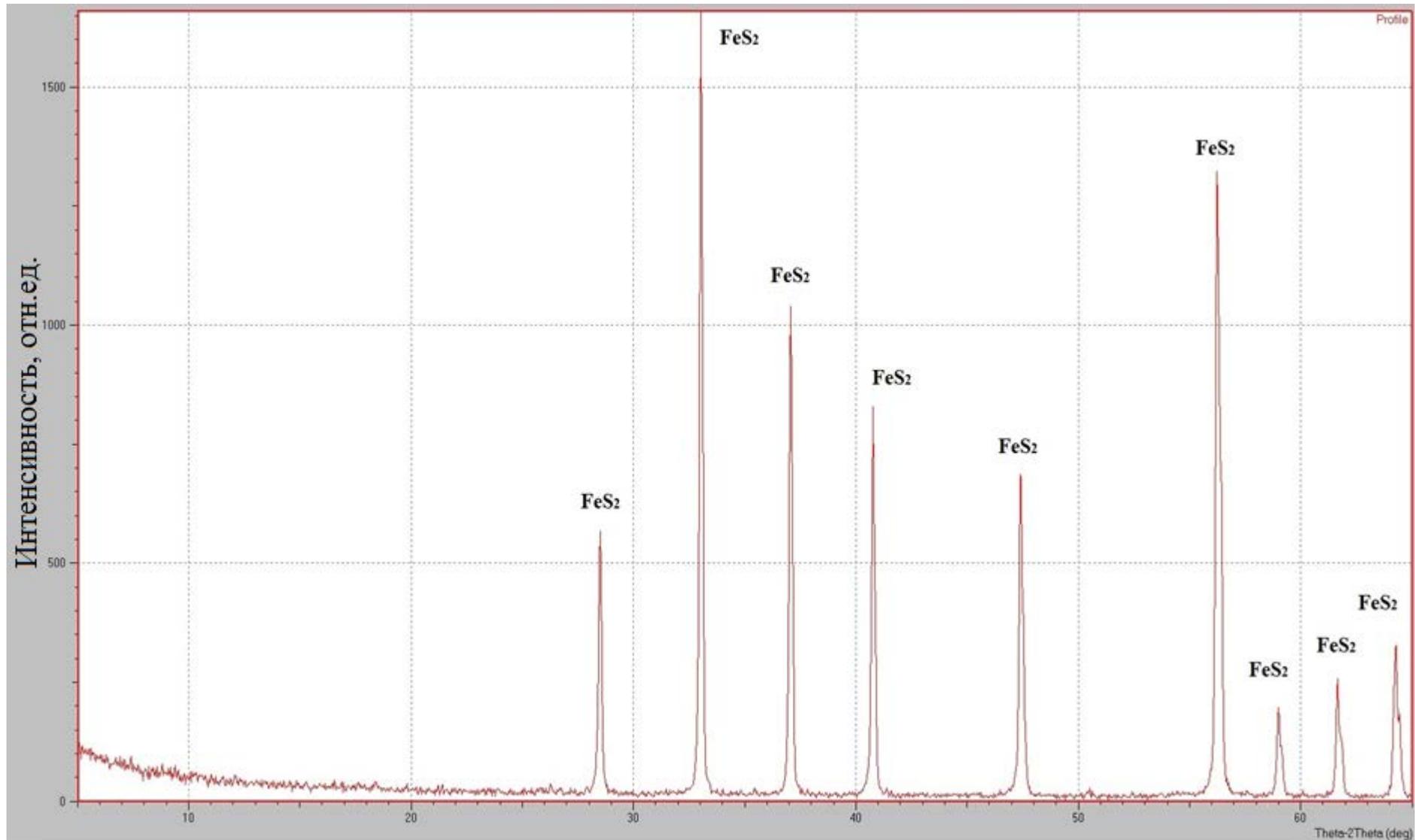


Рисунок 2.8 – Дифрактограмма исходного пирита

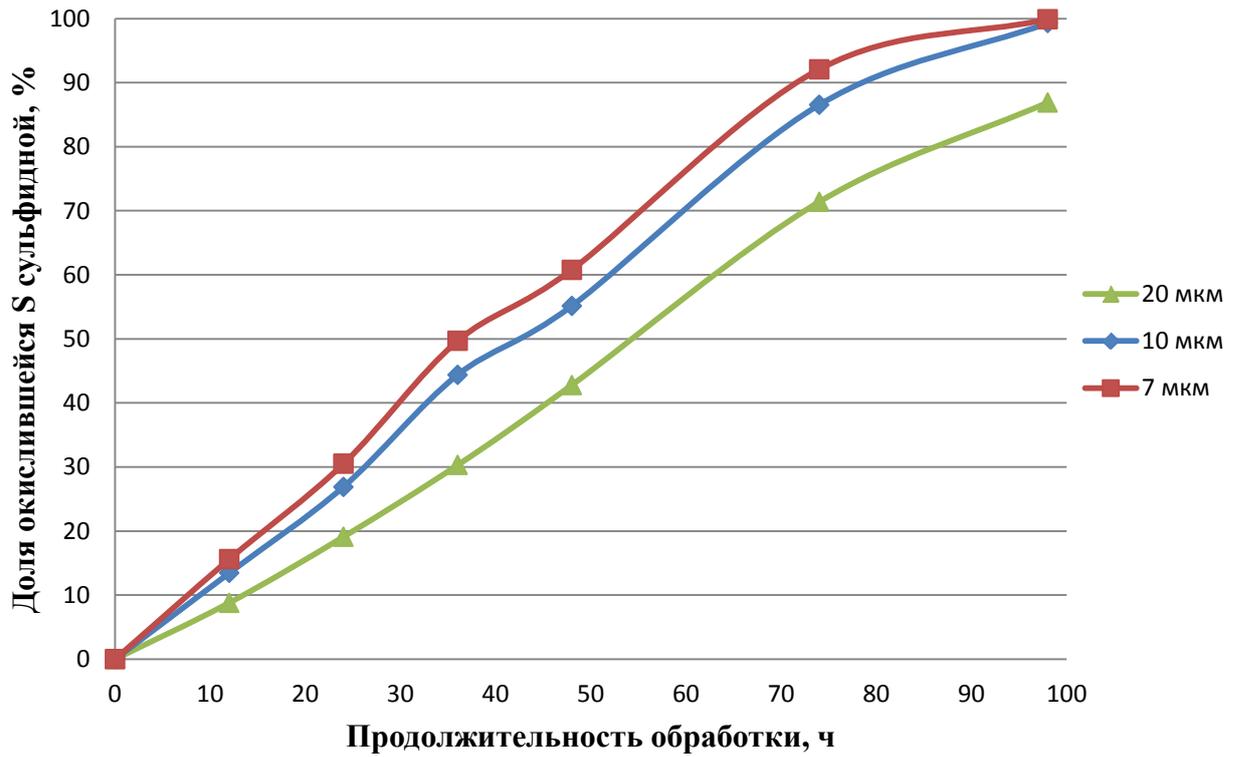


Рисунок 2.9 – Динамика окисления измельченного пирита в процессе кислородно-известковой обработки при различной крупности

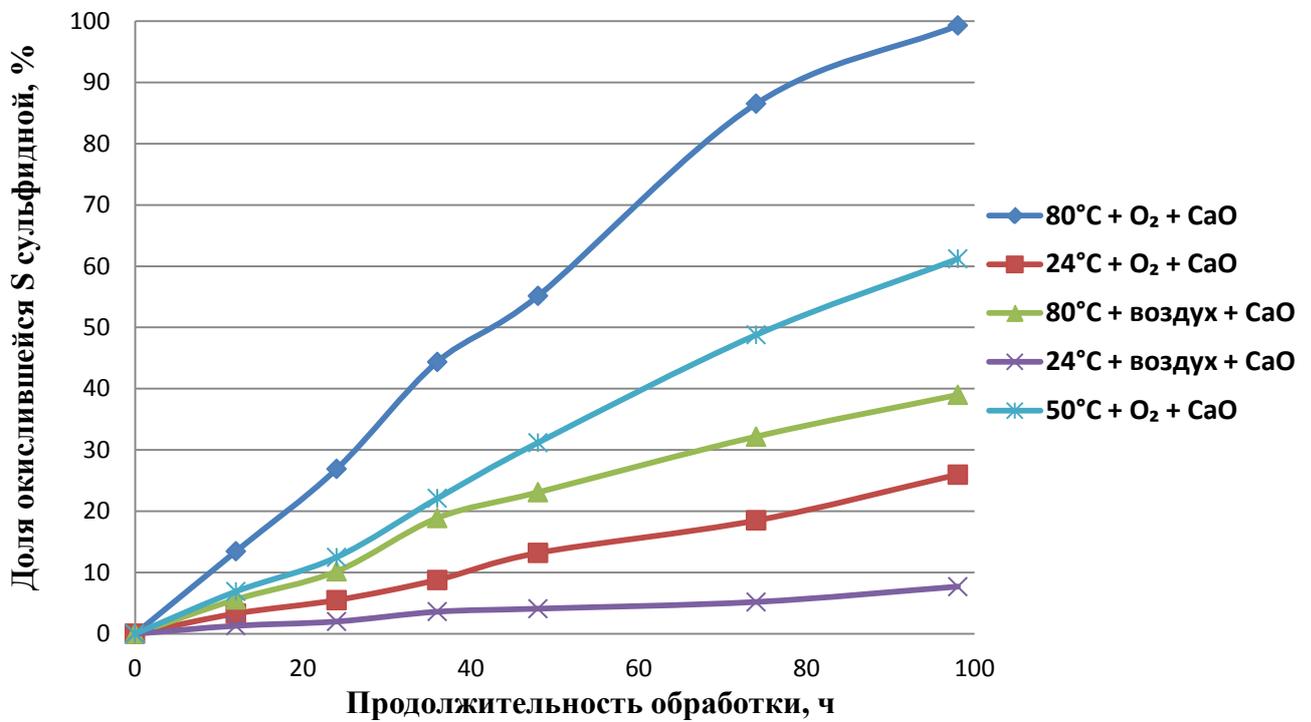


Рисунок 2.10 – Динамика окисления тонкоизмельченного минерала при различных условиях кислородно-известковой обработки

Использование атмосферного воздуха в качестве окислителя при температуре обработки 80 °С в течение 98 часов позволяет окислить минерал на 39 %, а при температуре 24 °С – лишь на 7,7 %.

На основании проведенных исследований наиболее эффективной предварительной обработкой тонкоизмельченных сульфидных минералов является кислородно-известковая обработка при температуре 80 °С. Повышенная температура в данном случае приводит к ускорению протекания реакций окисления пирита.

На следующем этапе изучали структурные изменения мономинеральной фракции пирита при сверхтонком измельчении и в процессе проведения кислородно-известковой обработки.

2.4 Результаты рентгенофазового анализа пирита после бисерного помола и кислородно-известковой обработки

В результате механических воздействий при бисерном измельчении в структуре твердого тела происходят изменения межатомного расстояния, характеризующиеся разными электронными переходами, релаксациями, дислокациями, нарушениями в решетке, аморфизацией, разными полиморфными превращениями и т.д. В итоге эти превращения могут привести к понижению энергии активации химических реакций и увеличению реакционной способности, протеканию новых специфических реакций и образованию модифицированных продуктов [98,99]. Поэтому представлялось целесообразным провести рентгенофазовый анализ пирита до бисерного измельчения, измельченного до 95 % минус 10 мкм (рис. 2.11) и после кислородно-известковой обработки.

Согласно представленным на рисунке 2.11 данным при измельчении пирита в бисерной мельнице в водной среде с использованием в качестве мелющих частиц керамических шаров не происходит никаких химических реакций, и фазовый состав пирита остается прежним. Однако бисерный помол является необходимой предварительной операцией для упорных сульфидных руд и концентратов с целью вскрытия тонковкрапленного металла.

Фазовые изменения тонкоизмельченного минерала наблюдается в первые часы проведения кислородно-известковой обработки (рис 2.12).

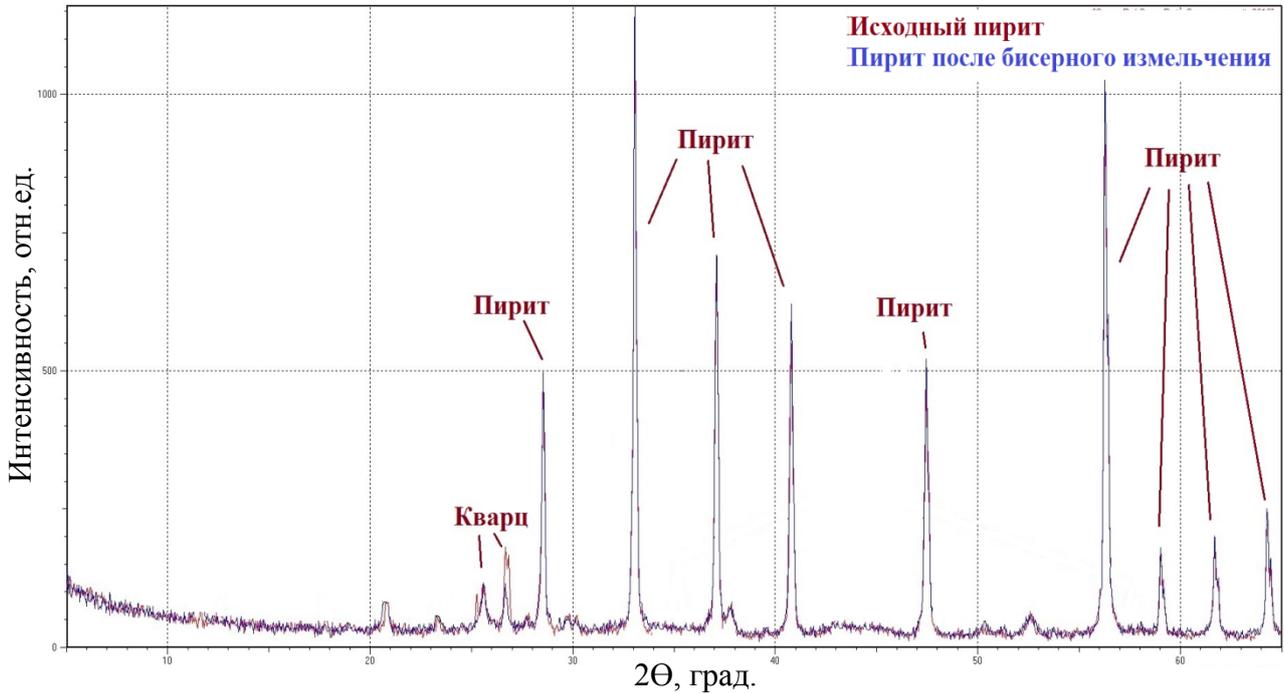


Рисунок 2.11 – Рентгенограмма пирита до и после бисерного измельчения

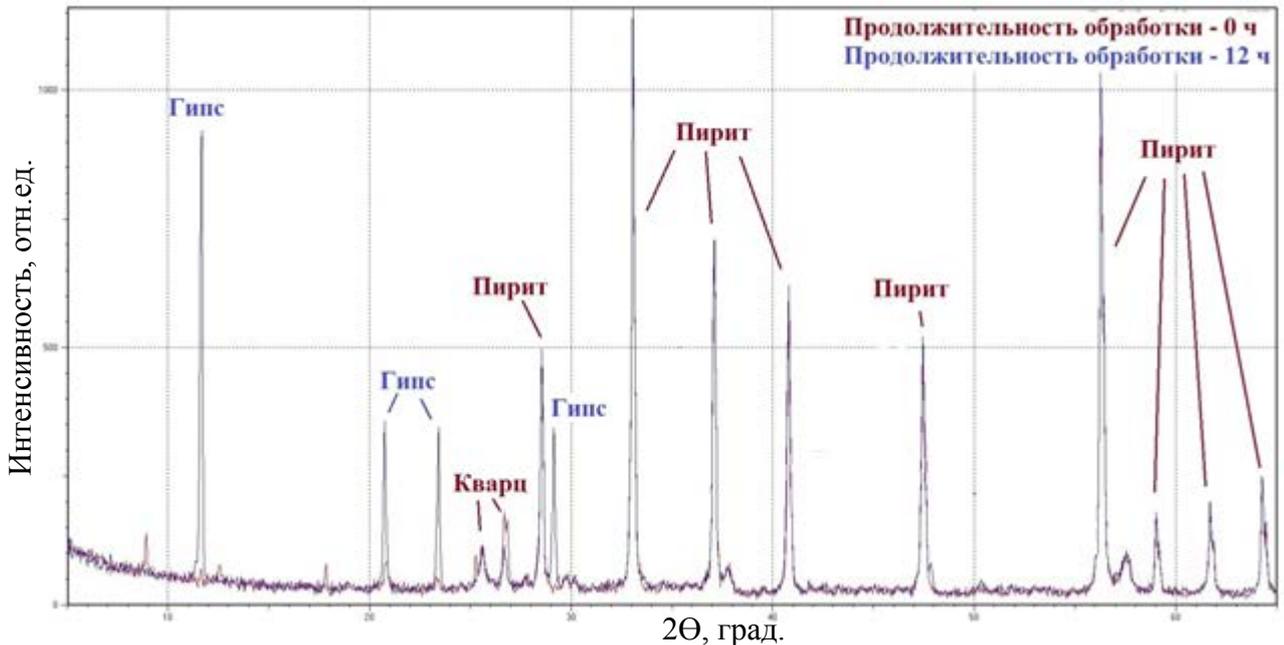


Рисунок 2.12 – Рентгенограмма измельченного пирита до и после кислородно-известковой обработки в течение 12 ч

Результаты рентгенофазового анализа (рис. 2.12) продуктов кислородно-известковой обработки монофракции пирита указывают, что связывание соединений серы в труднорастворимый гипс начинает происходить уже при продолжительности обработки в течение 12 ч. При поддержании pH пульпы на

уровне не менее 4 путём добавления CaCO_3 или CaO растворённое железо и кислота образуют гидроксиды железа.

При анализе образцов окисленного пирита в процессе кислородно-известковой обработки в течение 24, 36, 48 и 74 ч отмечено количественное уменьшение пиков сульфида и пропорциональный рост гипса.

В образце, обработанном в течение 98 ч, наблюдается практически полное разложение пирита и образование труднорастворимого гипса (рис. 2.13). Значительная часть железа, очевидно, представляет собой аморфные (ярозитные и гидроксидные) соединения [86,91,93,95,96], которые не фиксируются методом РФА.

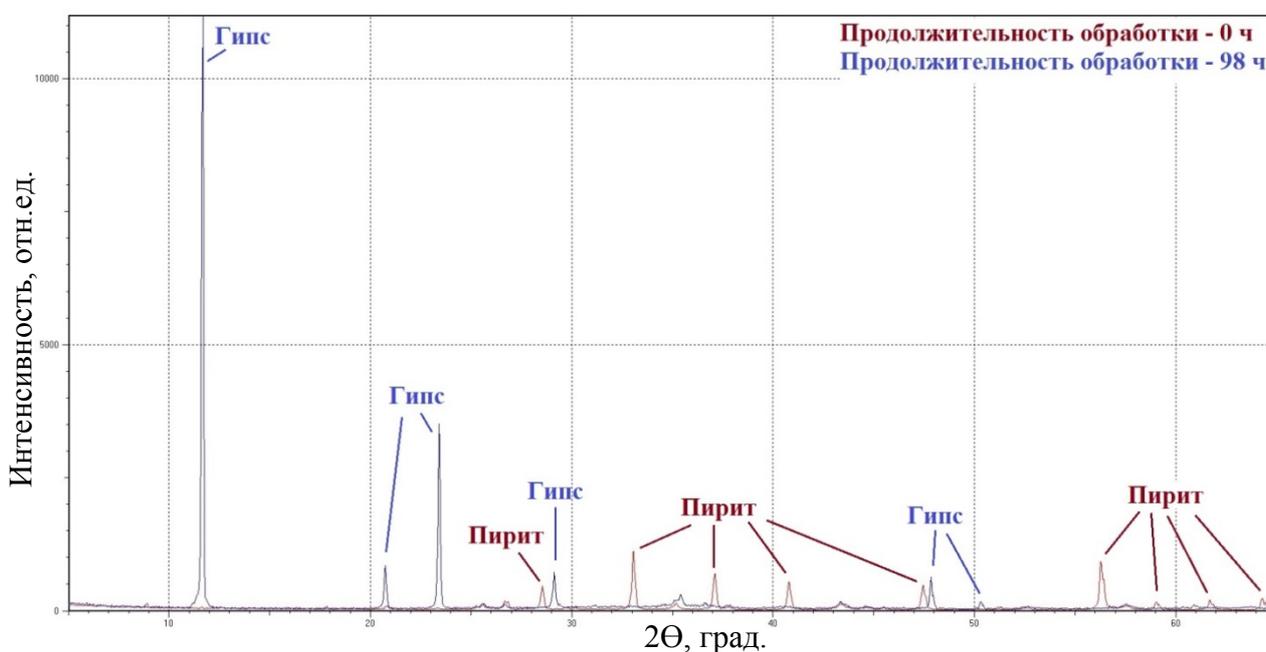


Рисунок 2.13 – Рентгенограмма образца пирита до и после кислородно-известковой обработки в течение 98 ч

Для подтверждения данного факта была проведена обработка щавелевой кислотой образца пирита, окисленного в процессе ПКИО в течение 98 ч. Образовавшийся продукт отфильтровали, промыли дистиллированной водой и высушили в естественных условиях. По результатам рентгенограммы видно, что после обработки основная масса аморфного Fe вступила в реакцию с щавелевой кислотой с образованием оксалата железа ($\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (рис. 2.14).

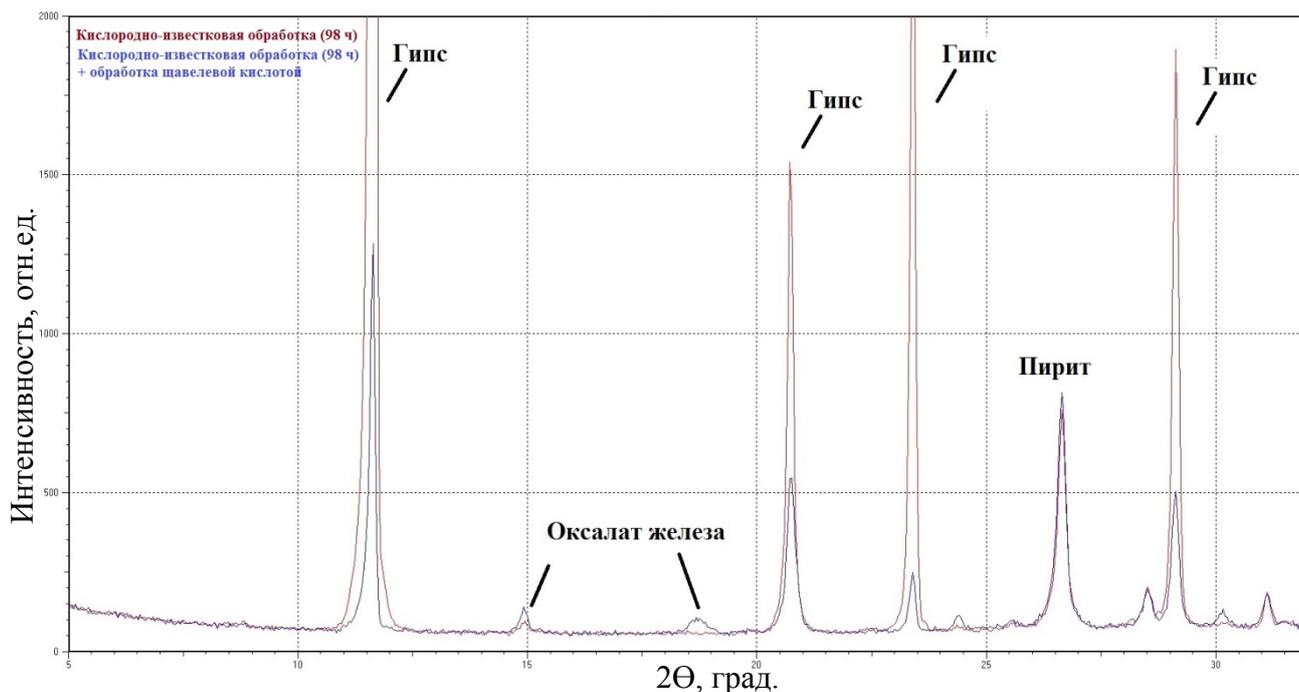


Рисунок 2.14 – Рентгенограмма образца мономинеральной фракции пирита до и после обработки щавелевой кислотой

Результаты выполненных исследований свидетельствуют о том, что при кислородно-известковой обработке тонкоизмельченной мономинеральной фракции пирита при температуре 80 °С и поддержании рН на уровне 6-7 в течение 98 ч железо переходит в рентгеноаморфное состояние в виде окислов и ярозитных соединений. С целью подтверждения данных фактов было проведено физико-химическое моделирование процесса кислородно-известковой обработки мономинеральной фракции пирита.

2.5 Физико-химическое моделирование процесса кислородно-известковой обработки тонкоизмельченной мономинеральной фракции пирита с использованием программного комплекса «СЕЛЕКТОР»

Физико-химическое моделирование процесса кислородно-известковой обработки (ПКИО) выполнено с использованием метода «минимизации свободной энергии Гиббса» [100-105] при помощи программного комплекса «СЕЛЕКТОР» (WinSel). Суть метода заключается в замене объекта исследования (процесса кислородно-известковой обработки) физико-химической моделью

более простой и доступной для изучения, соответствующей объекту в некоторых основных отношениях [106].

В 1958 г. Вайтом и его соавторами [107-110] была показана возможность численной минимизации свободной энергии для расчета химического равновесия идеальной газовой смеси. В данном методе не требуется составление стехиометрических уравнений реакций и расчет констант равновесия. При постановке задачи расчета равновесного состава многокомпонентной системы метод минимизации быстрее приводит к цели. Зная исходный состав системы, непосредственно получаем конечный результат.

Получена и исследована термодинамическая модель процесса ПКИО ($T=80$ °С, $P=1$ МПа), имитирующая окисление тонкоизмельченной до крупности 10 мкм мономинеральной фракции пирита.

Данная термодинамическая модель описывает изменение фазового состава исследуемой мономинеральной фракции пирита в процессе кислородно-известковой обработки.

Термодинамические расчеты показали, что при степени окисления мономинеральной фракции пирита на 99,9 % в процессе кислородно-известковой обработки основными твердыми продуктами являются гётит ($FeOOH$) и гипс ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$).

Термодинамическое моделирование кислородно-известковой обработки проведено для мономинеральной фракции пирита. Число независимых компонентов системы, включая электрон, в модели равно 4: $Fe-S-O-e$. Список веществ, потенциально возможных в равновесии, включает 13 газов и 204 минеральных фаз. Термодинамические характеристики газов взяты из работы [111]. Коэффициенты фугитивности и мольные объемы газов рассчитывались по трехпараметрическому и двухпараметрическому [112-113] уравнениям состояния. Основные параметры системы приведены в таблице 2.1. Принимаем, что температура и давление в резервуаре распространяются на весь его объем. Парциальное давление кислорода в резервуаре задается таким образом, что превышает давление водяных паров независимо от температуры процесса.

Таблица 2.1 – Параметры системы

Температура, °С	Давление, МПа	Масса тв. фазы, кг	Масса жидкой фазы, кг
80	1	0,1	0,3

Физико-химическая модель процесса кислородно-известковой обработки рассчитана по вещественному составу мономинеральной фракции пирита, представленному в таблице 2.2.

Таблица 2.2 – Вещественный состав исследуемого золотосодержащего флотоконцентрата и состав раствора

Компоненты	Формула	ν , моль
Пирит, в т.ч.:	FeS_2	2,5
Железо	Fe	0,834422
Сера	S	1,665315
Раствор		
Вода	H_2O	16,66
Известь	CaO	3,84

В результате физико-химических исследований с учетом полученных данных была построена термодинамическая модель процесса кислородно-известковой обработки тонкоизмельченной мономинеральной фракции пирита. Предполагаемый фазовый состав окисленного пирита: FeOOH , $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, S_0 .

Проведенные термодинамические исследования позволили спрогнозировать вещественный состав образующихся кеков кислородно-известковой обработки, однако по данным качественного рентгеноструктурного фазового (дифрактометрического) анализа подтверждается только наличие гипса, рисунок 2.15. Поэтому представлялось целесообразным провести минералогические исследования на микроскопе для подтверждения наличия гётита в продукте окисления ПКИО.

Предварительно из изучаемых образцов окисленного пирита были изготовлены иммерсионные препараты и просмотрены на микроскопе Nikon Eclipse LV 100 Pol. Данные минералогического анализа по изменению пирита при ПКИО продолжительностью в течение 12 ч, 24 ч, 36 ч, 48 ч, 74 ч и 98 ч показаны на рисунке 2.16.

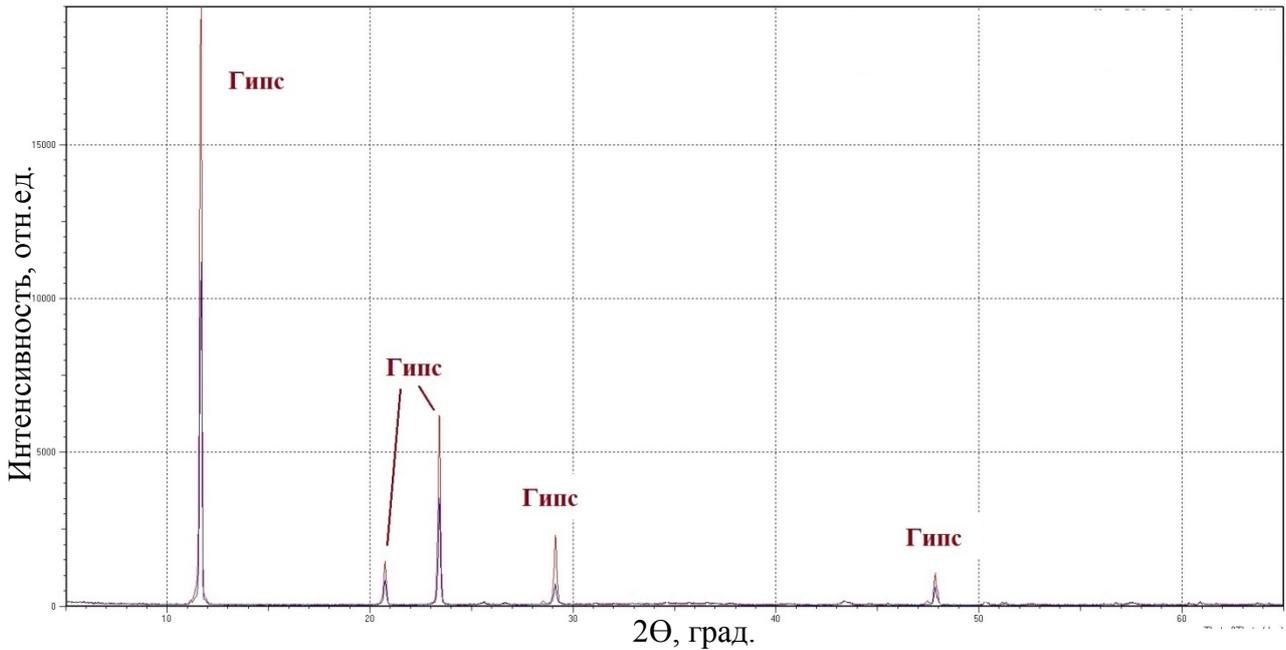


Рисунок 2.15 – Рентгенограмма кека кислородно-известковой обработки тонкоизмельченной мономинеральной фракции пирита

Согласно данным, представленным на рисунке 2.16, в продуктах при обработке до 36 ч визуально отчетливо фиксируются пирит и новообразованный гипс. Гидроксиды железа в виде тонкодисперсных выделений бурого цвета наблюдаются в небольших количествах уже при обработке 48 ч, а в продукте, обработанном в течение 74 часов, доля их существенно возрастает. Основная масса продукта при обработке до 96 ч состоит из вторичных выделений железа и гипса. Пирит отмечается только в виде редких зерен, зачастую «законсервированных» в кристаллах гипса в процессе его роста.

Приведенные на рисунке 2.16 результаты исследований подтверждают ранее установленный факт, что основными твердыми продуктами окисления сульфидных минералов являются гётит (FeOOH) и гипс ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Образованный в процессе проведения ПКЮ гётит представляет собой аморфные (жрозитные и гидроксидные) соединения, которые не фиксируются методом рентгеновского фазового анализа и количественно увеличивается пропорционально продолжительности процесса.

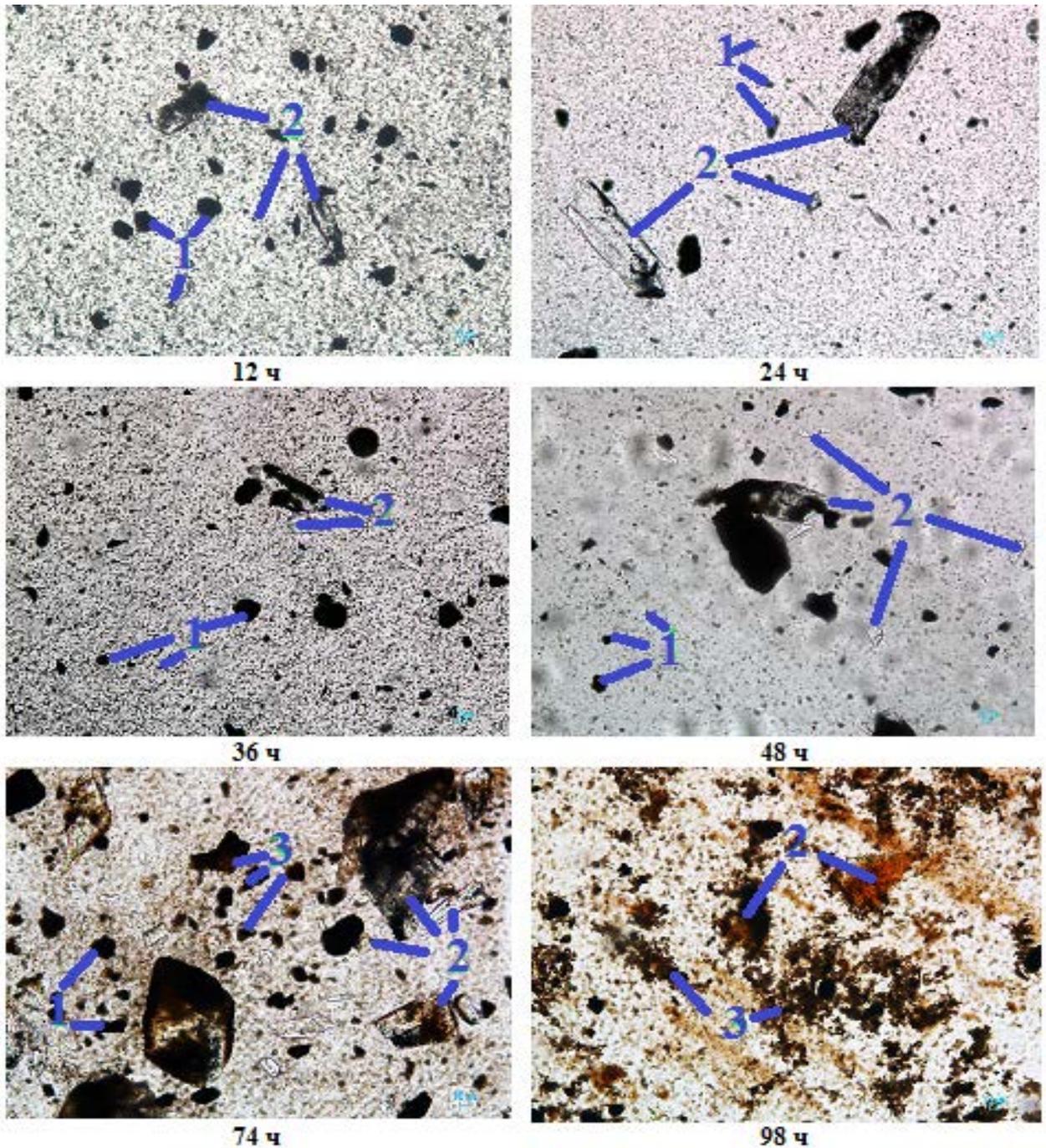


Рисунок 2.16 - Изменение пирита при кислородно-известковой обработке продолжительностью от 12 до 98 часов. 1 - пирит, 2 - гипс, 3 - гидроксиды железа.

Иммерсионный набор. Николи

Наряду с аморфными соединениями отмечено образование серы элементной при продолжительности кислородно-известковой обработки в течение 12 ч – 0,28 %, которая также не фиксируется методом РФА, при окислении в течение 98 ч массовая доля серы элементной уменьшается до 0,13 %.

2.6 Изучение изменения удельной поверхности пирита при бисерном помоле и кислородно-известковой обработке

Одной из важных характеристик перерабатываемых в процессе выщелачивания продуктов является величина удельной поверхности [114-117]. Чем более развита поверхность, тем выше динамика окисления сульфидов. Это обеспечивается за счет более эффективного взаимодействия кислорода в жидкой фазе с минералами.

Первоначально сравнивали удельную поверхность мономинерального пирита исходной крупности (95 % минус 0,071 мм), измельченного в бисерной мельнице до крупности 90-95% класса минус 20, 10 и 7 мкм, также для сравнения провели замер удельной поверхности того же продукта, измельченного в шаровой мельнице до 10 мкм (рис. 2.17).

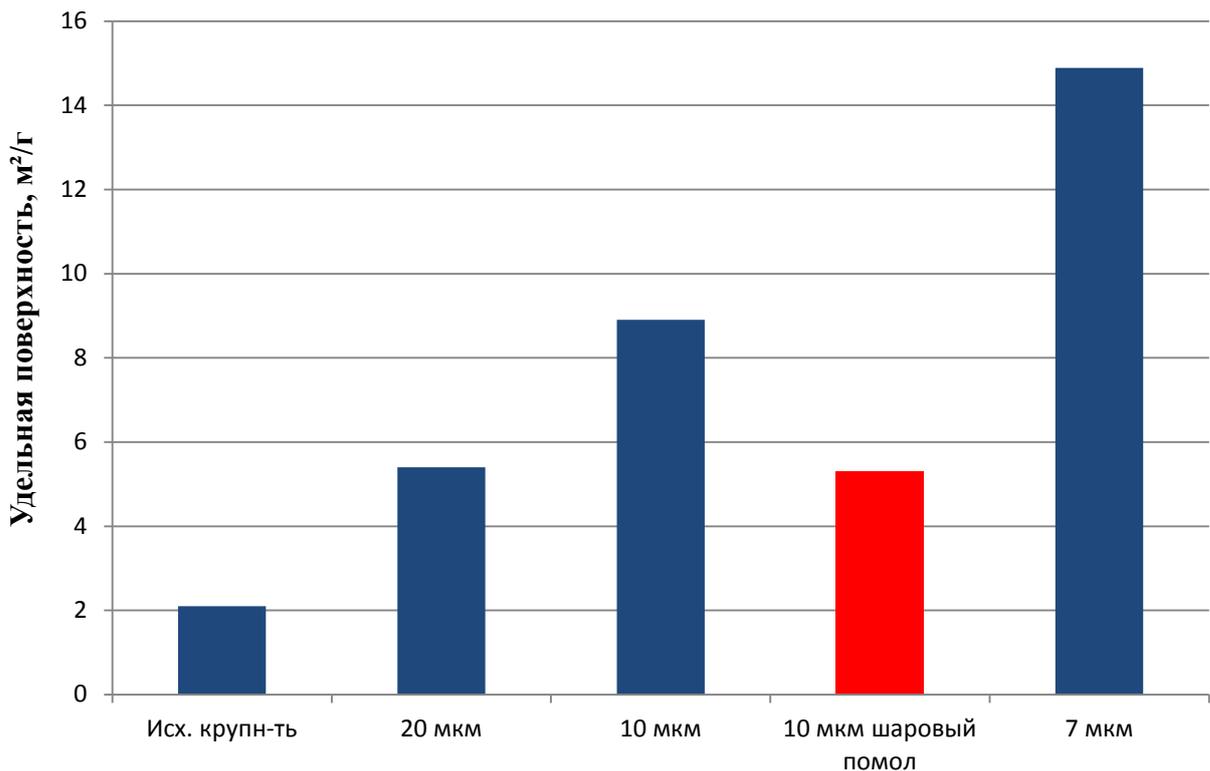


Рисунок 2.17 – Изменение удельной поверхности в зависимости от крупности измельчения

На данной диаграмме наблюдается кратное увеличение удельной поверхности сульфидного продукта с 2,1 м²/г при исходной крупности 95 % минус 0,071 мм до 14,89 м²/г при уменьшении тонины помола в процессе

бисерного измельчения до 7 мкм. Однако при достижении крупности 10 мкм в процессе шарового измельчения удельная поверхность готового продукта составляет 5,3 м²/г, когда после измельчения в бисерной мельнице до той же крупности 10 мкм удельная поверхность готового материала составила 8,9 м²/г. Это, очевидно, объясняется различием принципа действия мелющих тел на измельчаемые частицы. В шаровой мельнице преобладает эффект дробления частиц, а в бисерной мельнице контакт частиц друг с другом и мелющими телами преимущественно вызывает их истирание, вследствие чего возникает пластическая деформация. Увеличение удельной поверхности сульфида положительно сказывается на последующем его окислении в процессе ПКИО и извлечении золота при цианировании. Так, при цианировании измельченного до 10 мкм пирита извлечение золота составило, при шаровом помоле, где удельная поверхность готового продукта составляет 5,3 м²/г, – 14,3 %, при бисерном измельчении – 21,6 %, при удельной поверхности измельченного продукта – 8,9 м²/г;

На основании выше сказанного можно сделать вывод, что применение бисерных мельниц для сверхтонкого помола сульфидных продуктов, где золото вкраплено в сульфиды и породообразующие минералы, является более эффективным методом для вскрытия благородного металла.

На следующем этапе провели замер удельной поверхности измельченного в бисерной мельнице до 10 мкм пирита и окисленного в процессе кислородно-известковой обработки. Полученные результаты представлены на рисунке 2.18.

В результате окисления мономинерала в процессе ПКИО удельная поверхность его увеличивается в десятки раз, так, при степени окисления 13,45 % удельная поверхность равняется 16,3 м²/г, а при окислении этого же материала на 99,28 % – 76,3 м²/г соответственно. Это связано, вероятно, со значительными физико-химическими и структурными изменениями минерала в процессе кислородно-известковой обработки, что в свою очередь способствует более легкому доступу реагента-растворителя к вскрытому благородному металлу при последующем выщелачивании.

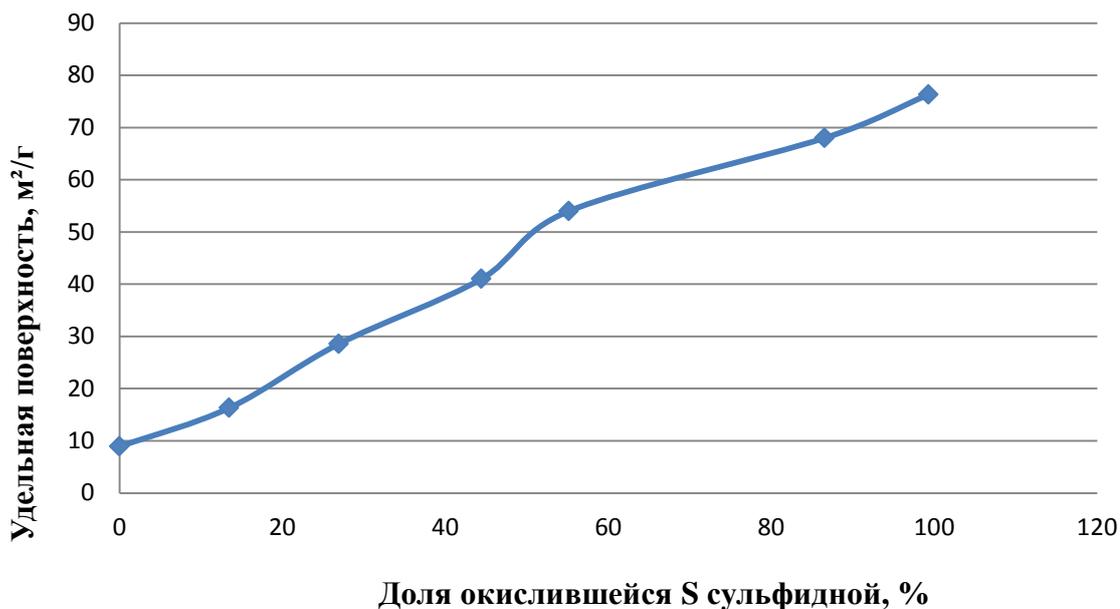


Рисунок 2.18 – Зависимость удельной поверхности от степени окисления сульфидного продукта в процессе кислородно-известковой обработки при pH~6

По экспериментальным данным для расчета удельной скорости окисления тонкоизмельченного до 10 мкм пирита был построен график зависимости (рис. 2.19) окисления от температуры ПКИО.

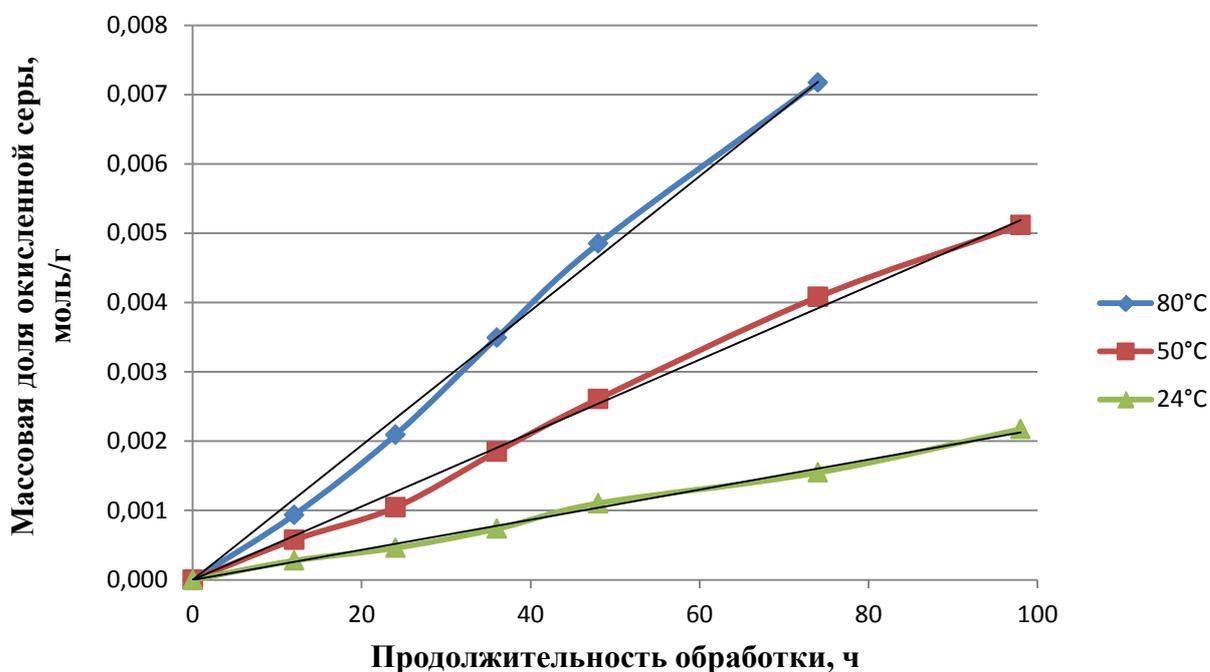


Рисунок 2.19 – Динамика окисления пирита при температуре кислородно-известковой обработки 80, 50 и 24 °C

Полученные зависимости позволили определить удельную скорость окисления пирита в процессе кислородно-известковой обработки, так, при температуре проведения ПКИО 80 °С удельная скорость составляет $1,25 \cdot 10^{-9}$ моль/см²•с, при 50°С – $0,75 \cdot 10^{-9}$ моль/см²•с, при 24°С – $0,46 \cdot 10^{-9}$ моль/см²•с соответственно.

Для определения кажущейся энергии активации была использована зависимость $\ln(V)=f(1/T)$, приведенная на рисунке 2.20.

Энергия активации рассчитывается по экспериментальным данным графическим способом, используя уравнение Аррениуса [75,94,115]:

$$V = A \cdot e^{-\frac{E_a}{RT}},$$

представив его в логарифмическом виде

$$\ln V = \ln A - \frac{E_a}{RT}.$$

По экспериментальным значениям удельной скорости окисления при различных температурах строится график зависимости $\ln(V)=f(1/T)$.

По тангенсу угла наклона прямой к оси абсцисс вычисляется энергия активации:

$$E_a = -R \cdot \operatorname{tg} \alpha.$$

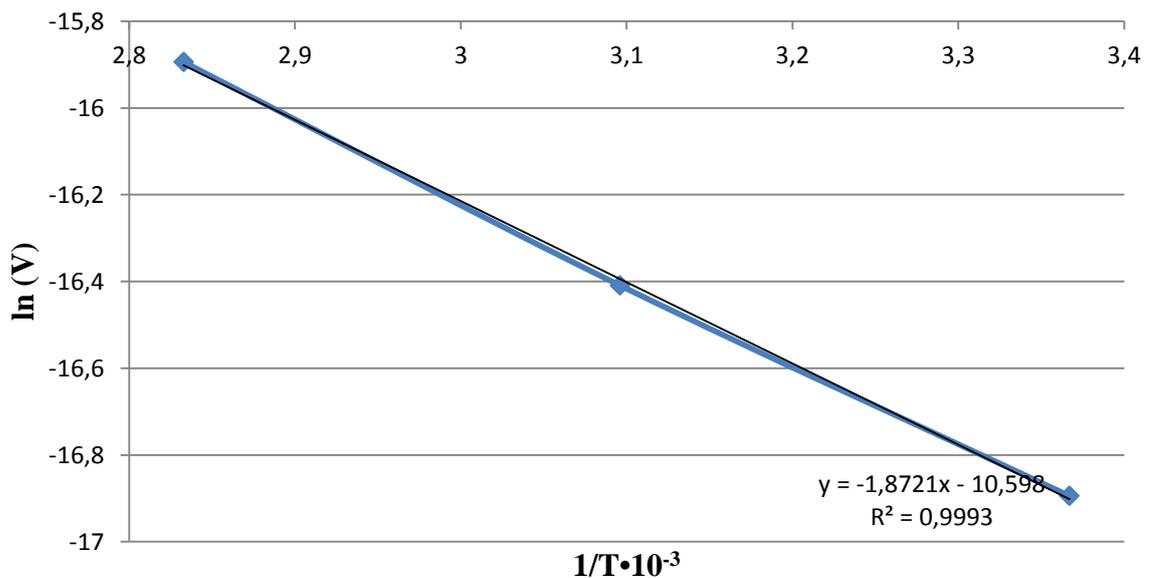


Рисунок 2.20 – Зависимость удельной приведенной скорости окисления пирита от обратной температуры

Для мономинеральной фракции пирита (рис. 2.20) была рассчитана величина кажущейся энергии активации, которая составила 15,56 кДж/моль. По значению E_a , можно сделать предположение, что процесс окисления FeS_2 при ПКИО протекает в диффузионной области, т.е. скорость процесса лимитируется скоростью диффузии кислорода, таким образом, процесс окисления FeS_2 может быть интенсифицирован за счет перемешивания, концентрации реагента и т.д.

2.7 Исследования по цианированию мономинеральной фракции пирита различной степени окисления

Целью исследований являлось изучение влияния степени окисления сульфида на извлечение золота (рис. 2.21) и расход цианида натрия при цианировании (табл. 2.3).

Цианирование тонкоизмельченного до 10 мкм пирита после ПКИО проводили в следующих условиях: рН = 10,5-11,0; отношение Ж:Т = 3:1; температура – 22-24°C; продолжительность – 24 ч, концентрация NaCN – 1 г/дм³. Содержание золота в исходном минерале находилось на уровне 28,3 г/т, однако в процессе проведения ПКИО увеличивается выход окисленного продукта, поэтому все расчеты велись с учетом этого параметра.

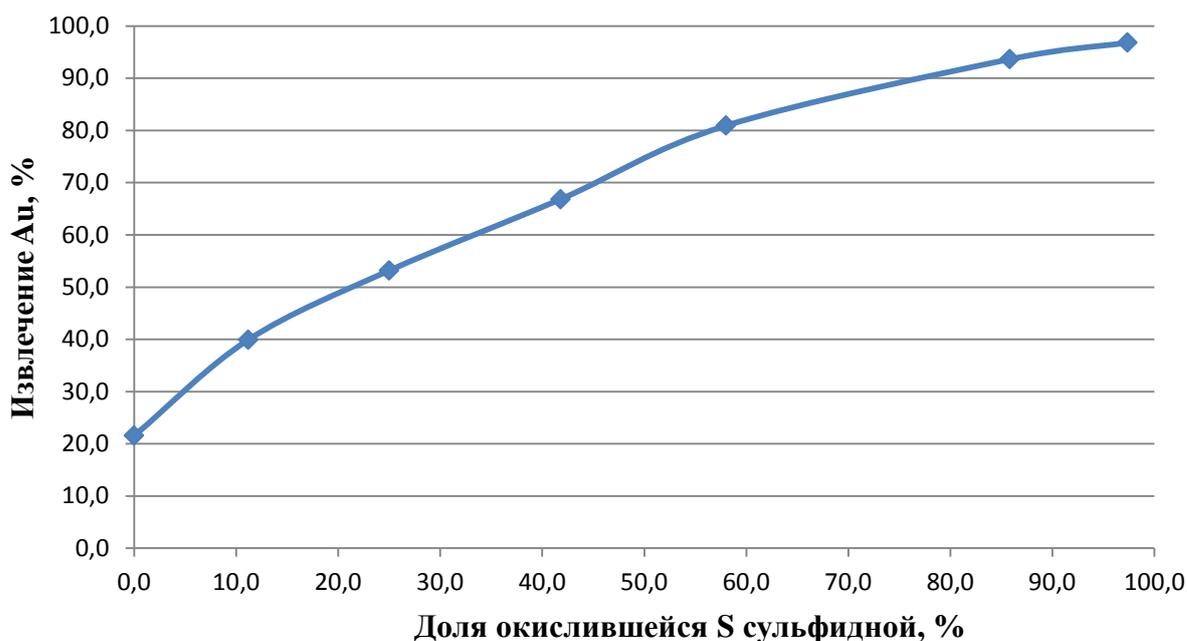


Рисунок 2.21 – Извлечение золота при цианировании мономинеральной фракции пирита в зависимости от степени окисления

Согласно представленным данным (рис. 2.21), извлечение золота из неокисленного тонкоизмельченного минерала составляет 21,6 %, при степени окисления 47,8 % получено извлечение золота – 80,9 %, максимальное извлечение достигнуто 96,8 % при окислении пирита на 97,4 %.

Таблица 2.3 – Влияние степени окисления тонкоизмельченного до 10 мкм пирита на расход NaCN при цианировании

Продолжительность обработки, ч	Степень окисления, %	Массовая доля S _{элемент} , %	Расход NaCN, кг/т	
	по S		Общий	Химич.
0	-	-	47	45
12	11,2	0,28	39	36
24	25,0	0,26	30	27
36	41,8	0,24	22	19
48	47,8	0,19	18	15
74	85,8	0,16	14	11
98	97,4	0,13	9	5

Согласно полученным данным (табл. 2.3), при степени окисления пирита на 97,4 % химический расход цианистого натрия составил 5 кг/т, что в 9 раз меньше, чем при цианировании продукта, не подвергавшегося кислородно-известковой обработке. При этом наблюдается значительное уменьшение концентрации серы элементной, что в свою очередь сказывается на снижении расхода цианида.

2.8 Результаты исследований по окислению полисульфидного продукта

Исследования проводили на полисульфидном продукте, выделенном из руды одного из месторождений РФ. Анализ фазового состава минеральной фракции подтвердил наличие сульфидов, таких как: пирит, арсенопирит и халькопирит (рисунок 2.22). Основным минералом является пирит, массовая доля которого составляет 26,6 %. Ранее были проведены опыты на мономинеральной фракции пирита с применением одностадийной кислородно-известковой обработкой (разд. 2.4), поэтому представилось целесообразным провести опыты по окислению полисульфидного продукта в две стадии [97] для изучения влияния

обработки на структурные изменения сульфидов, таких как пирит, арсенопирит и халькопирит.

Тонкоизмельченный сульфидный продукт крупностью 98 % минус 10 мкм подвергали кислородно-известковой обработке предварительно закисляя в течение 12 часов до рН – 3 (рис.2.23) и далее защелачивали в течение 132 ч с добавлением вначале известняка для поддержания рН в пульпе 6, затем извести для повышения рН до 11,0.

Таблица 2.4 – Химический состав полисульфидного продукта в процессе проведения кислородно-известковой обработки

Продолжительность, ч.	Массовая доля элемента, %				Степень окисления, % по S
	S _{окисл.}	S _{сульф.}	Fe _{окисл.}	Fe _{сульф.}	
0	0,6	20,8	8,2	15,1	0
12 закисление	2,1	11,6	9,6	9,7	44,2
12	3,4	8,8	10,3	7,7	57,7
24	4,3	7,9	11,1	6,6	62,0
36	5,0	7,2	11,4	6,2	65,4
48	5,3	7,0	11,8	5,6	66,3
72	6,5	4,9	12,4	3,5	76,4
96	7,2	4,1	12,9	3,0	80,6
108	7,6	2,3	13,3	2,3	87,7
120	7,8	2,1	13,5	1,3	89,9
132	8,7	1,7	13,8	1,0	91,8

Полученные данные показывают (табл. 2.4), что при закислении полисульфидного продукта кислородом в течение 12 часов до рН~3 степень его окисления находится на уровне 44,2 %. При последующем окислении при рН~6 в течение 12 ч степень окисления увеличивается до 57,7 %, по прошествии 132 часов степень окисления сульфидного продукта при данной обработке составляет 91,8 % соответственно.

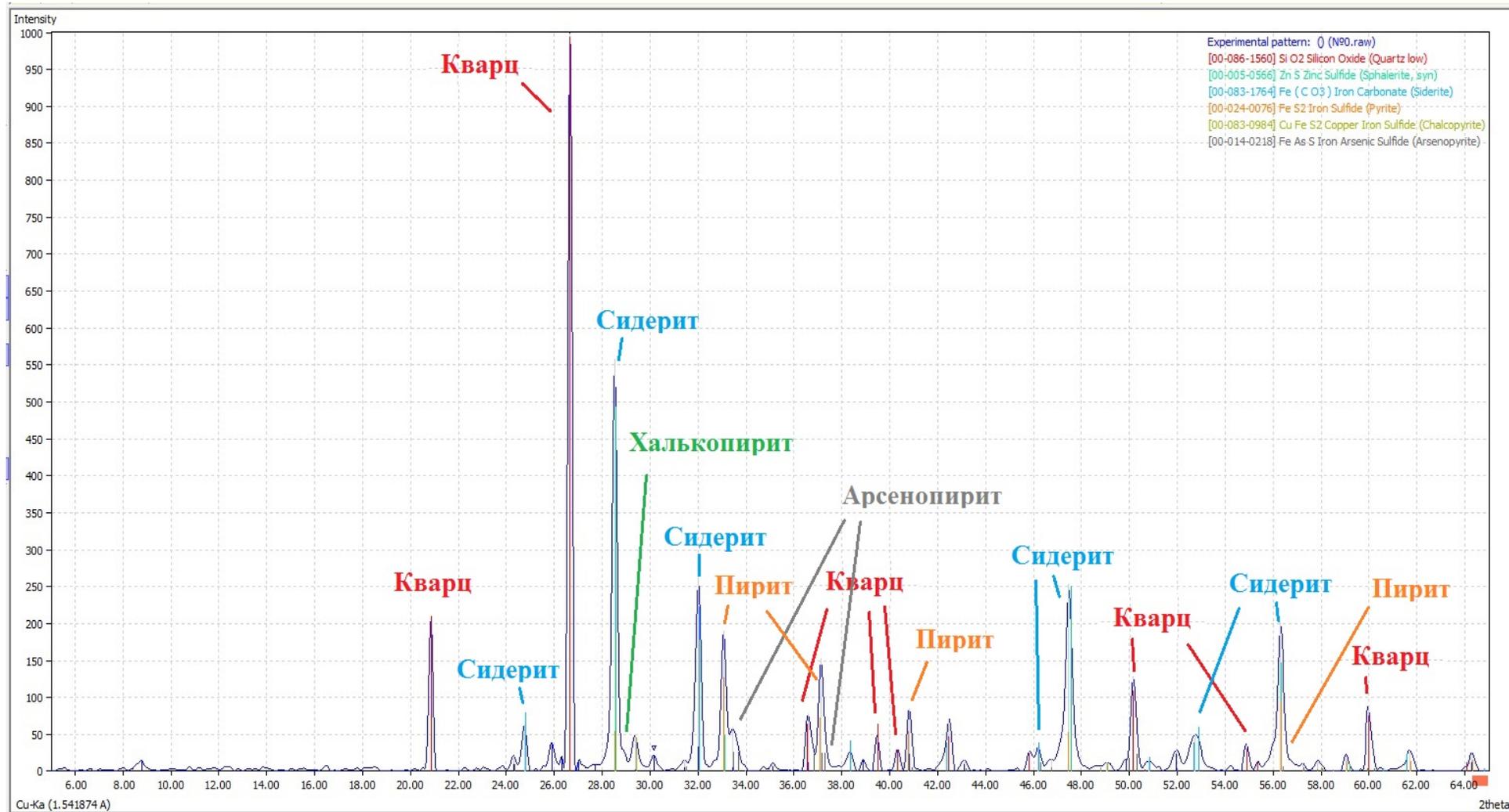


Рисунок 2.22 – Рентгенограмма исходного полисульфидного продукта

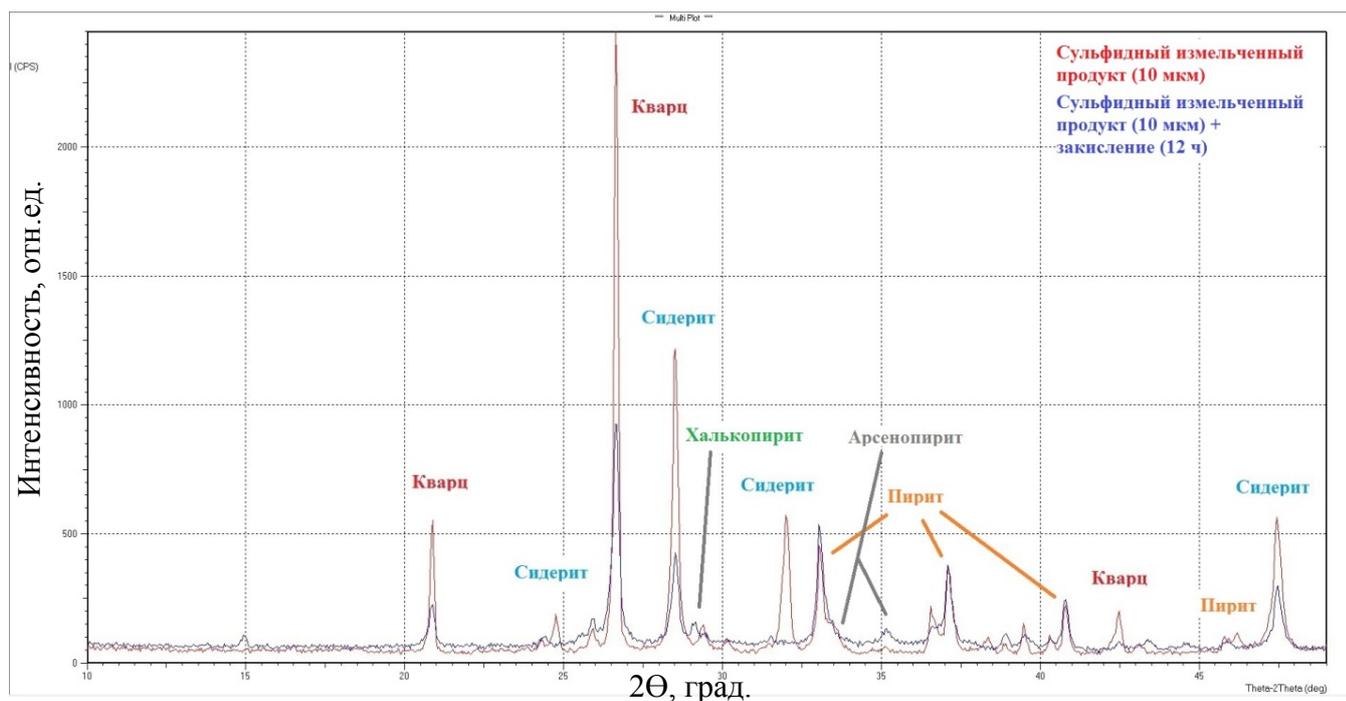


Рисунок 2.23 – Рентгенограмма исходного и окисленного полисульфидного продукта

Согласно полученным результатам (рис. 2.23) при окислении тонкоизмельченного сульфидного продукта кислородом до pH – 3 в течение 12 ч значительная часть бикарбоната железа (сидерита) разлагается с образованием оксида железа.

Для установления форм нахождения серы и мышьяка в кеках кислородно-известковой обработки сульфидного продукта был проведен рентгенофазовый анализ. При продолжительности кислородно-известковой обработки 12 ч соединения серы связываются в труднорастворимый гипс (рис. 2.24).

При кислородно-известковой обработке в течение 72 ч наблюдается незначительное уменьшение пиков пирита и арсенопирита (рис. 2.25), что связано с добавлением CaCO_3 для поддержания pH в среде на уровне 6-7. При данных условиях пирит окисляется в растворимый сульфат и элементарную серу с дальнейшим образованием серной кислоты. Арсенопирит замещается скородитом, который в свою очередь гидролизует, давая гидроксид железа и ортомышьяковую кислоту. Что касается халькопирита, то на дифрактограмме можно заметить его значительное уменьшение за счет образования Fe^{3+} .

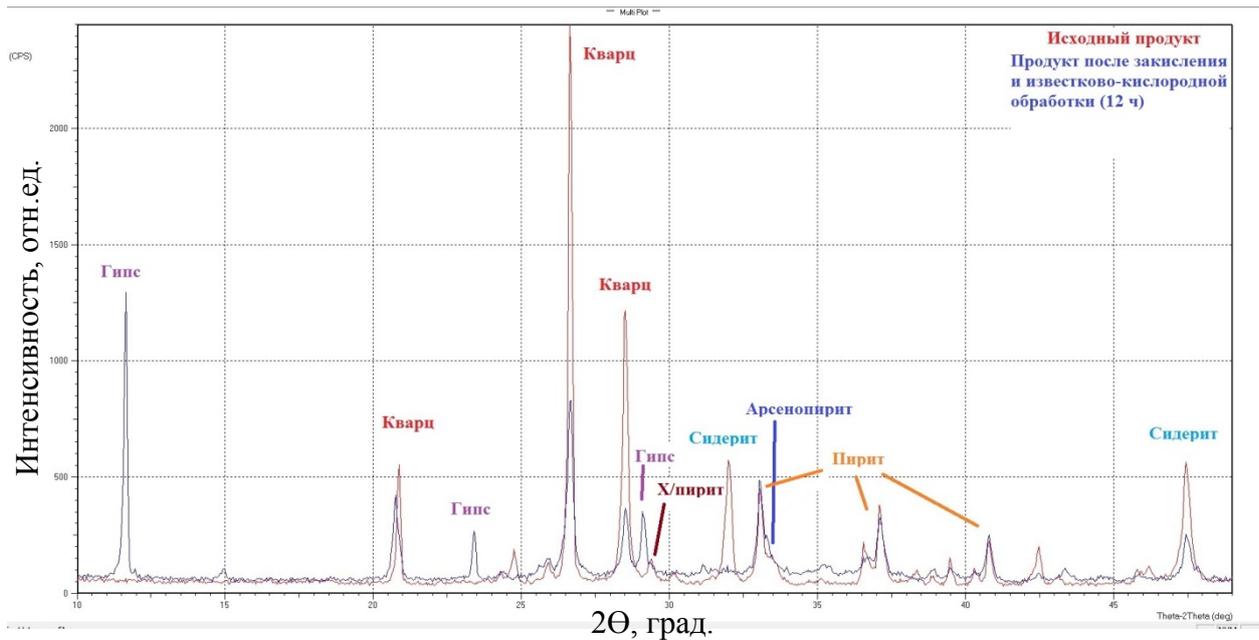


Рисунок 2.24 – Рентгенограмма окисленного сульфидного продукта после 12 часовой кислородно-известковой обработки

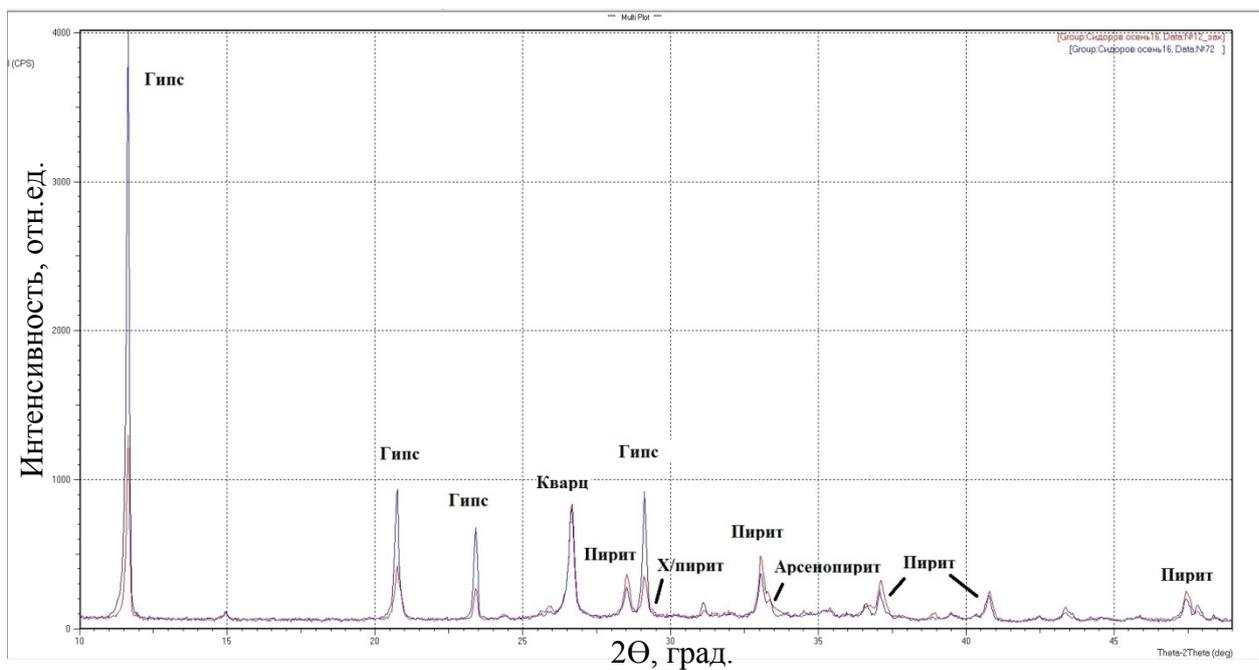


Рисунок 2.25 – Рентгенограмма окисленного сульфидного продукта после 72 часовой кислородно-известковой обработки

При продолжительности кислородно-известковой обработки 120 и 132 ч, когда окисление полисульфидного продукта составляет 89,9 и 91,8 % соответственно, на дифрактограммах (рис. 2.26 и 2.27) наблюдается значительное уменьшение сульфидов и существенный рост гипса за счет связывания

соединений серы с известью, а соли железа переходят в аморфное состояние в виде гидроксидных и ярозитных соединений.

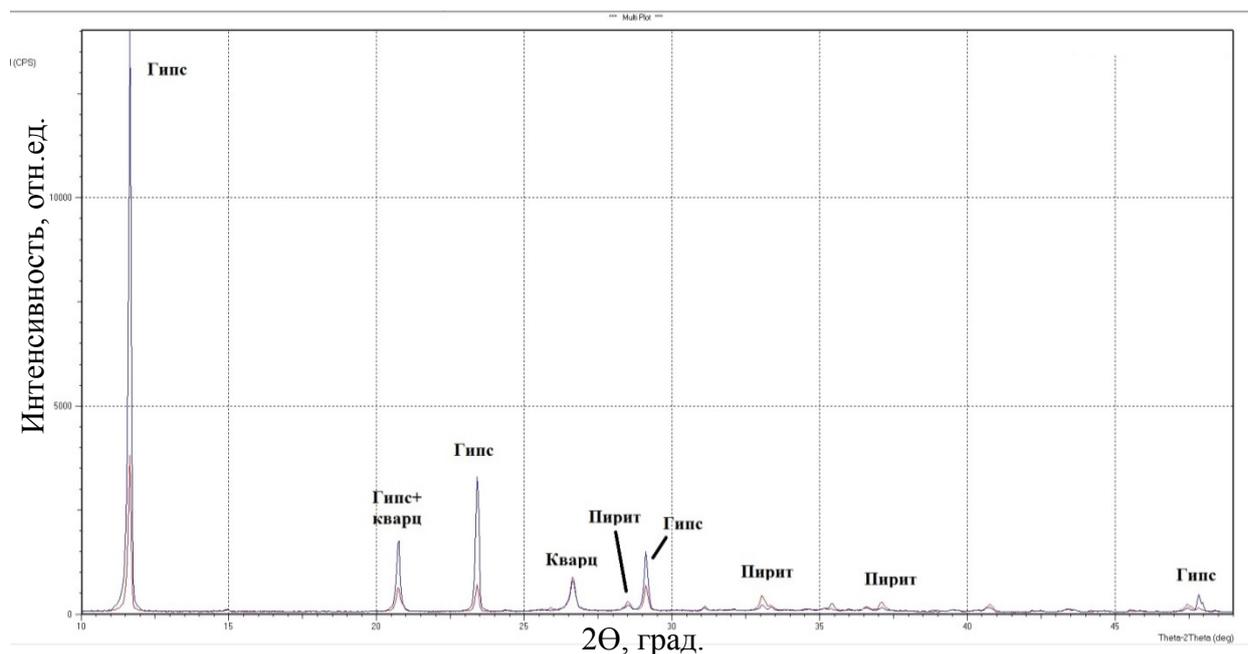


Рисунок 2.26 – Рентгенограмма окисленного сульфидного продукта после 120 часовой кислородно-известковой обработки

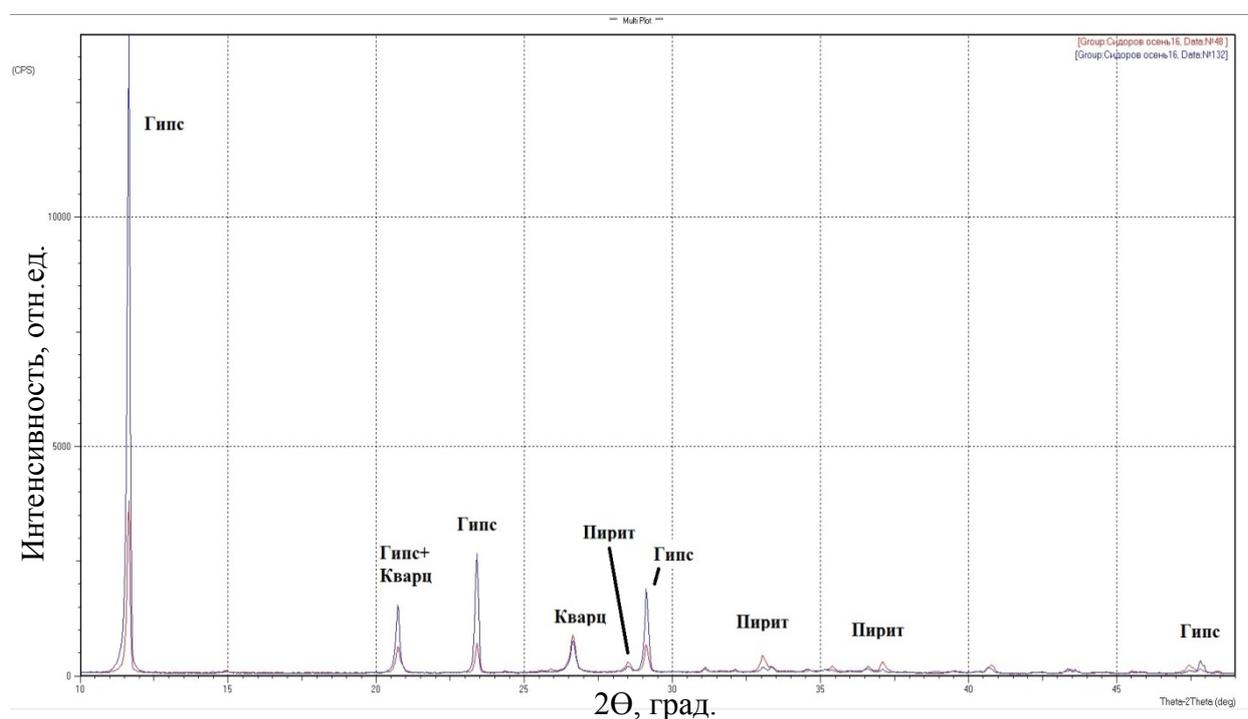
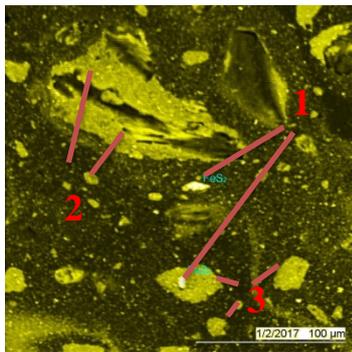
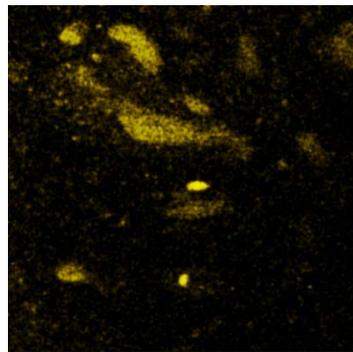


Рисунок 2.27 – Рентгенограмма окисленного сульфидного продукта после 132 часовой кислородно-известковой обработки

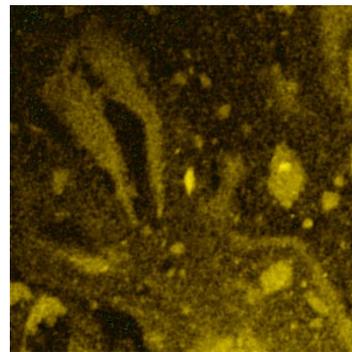
При исследовании аншлифа после 132-часовой ПКЮ на рентгеноспектральном микроанализаторе CAMEBAX SX50 выявлено, что в пробе

наблюдаются гипс, остатки небольших зерен пирита крупностью 0,1 мкм, тонкодисперсные выделения гидроксидов железа с примесью кремнезема и марганца, извести, серы (рисунок 2.28). Арсенопирит и халькопирит при исследовании аншлифа полностью отсутствуют, что в свою очередь подтверждает, что пирит является более стабильным в процессе окисления.

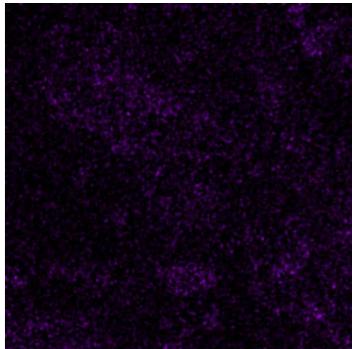
Визуальные изменения сульфидного продукта в результате кислородно-известковой обработки в течение 36 ч, 48 ч, 72 ч, 108 ч, 132 ч представлены на рисунке 2.29.

а) BSE _ FeS₂

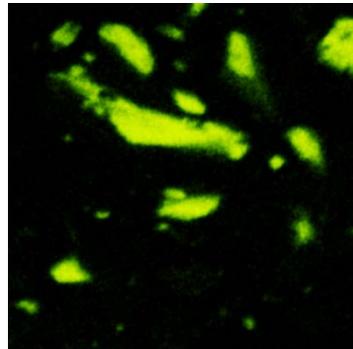
б) BSE _ S



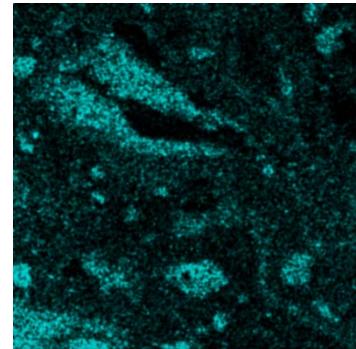
в) BSE _ Fe



г) SE _ Mn



д) SE _ Ca



е) BSE _ Si

Рисунок 2.28 – Сульфидный продукт после 132 часовой ПКИО. 1 – пирит, 2 – гипс, 3 – гидроксиды железа. Рентгеноспектральный микроанализатор САВЕМАХ

SX50

После кислородно-известковой обработки сульфидного концентрата в течение 36 ч в иммерсионном препарате визуально фиксируются пирит и новообразованный гипс зачастую с вкраплениями пирита. После 48 часовой обработки уже в незначительном количестве отмечаются гидроксиды железа бурого цвета, а при обработке в течение 72 часов доля их значительно

увеличивается. Сульфидный концентрат после обработки в течение 108 и 132 часов представляет в основном из выделений гипса и вторичных выделений железа. Пирит при этом наблюдается только в виде редких вкраплений в гипсе.

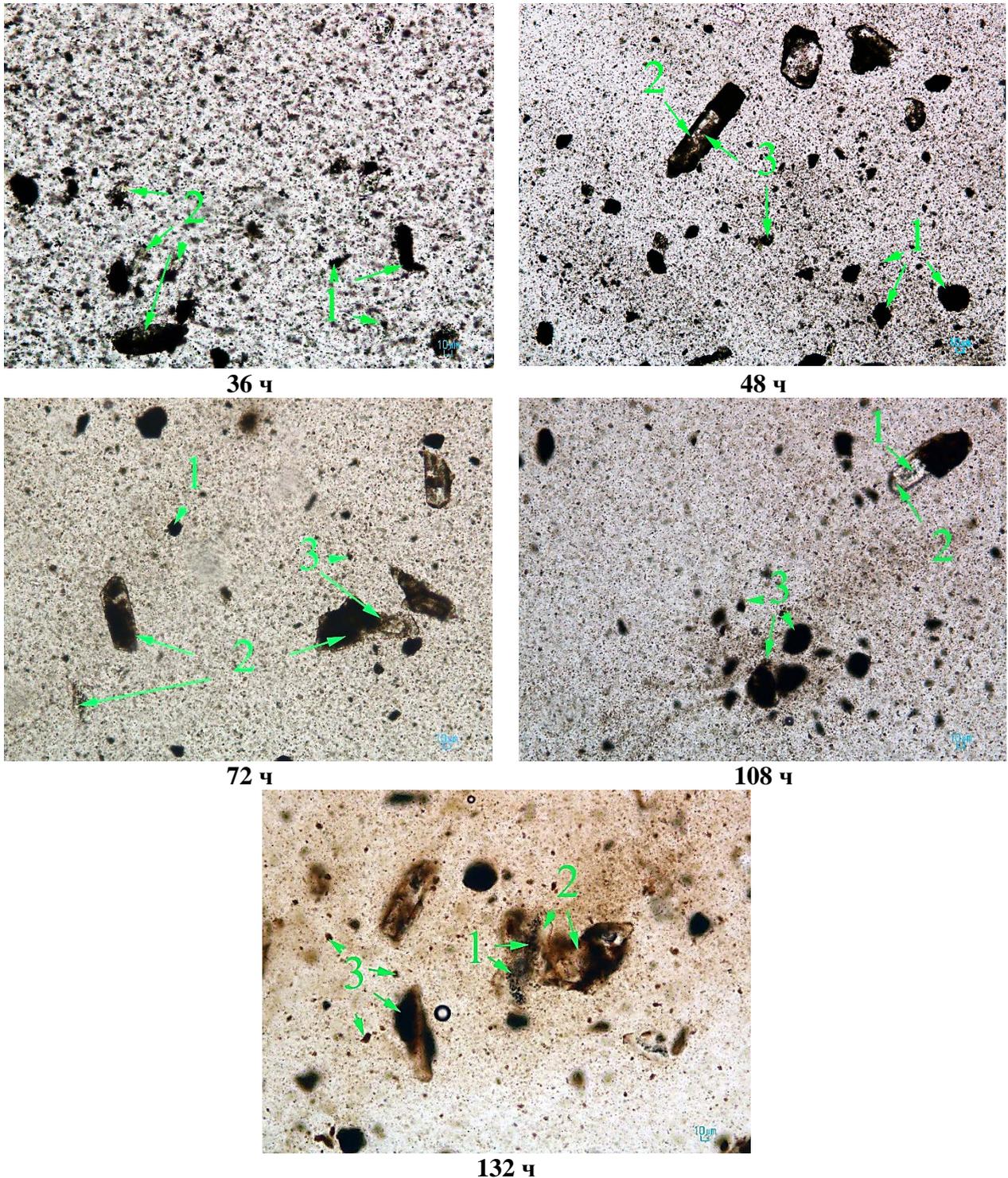


Рисунок 2.29 - Изменение сульфидного продукта при кислородно-известковой обработке продолжительностью от 36 до 132 часов. 1 - пирит, 2 - гипс, 3 - гидроксиды железа. Иммерсионный препарат. Николи

Проведенные исследования на полисульфидном продукте подтверждают факт того, что арсенопирит является менее стабильным при окислении в процессе проведения ПКИО, нежели пирит. Так, при рассмотрении образца, окисляемого в течение 36 часов, зафиксирован только пирит и гипс.

2.9 Исследования по цианированию полисульфидного продукта различной степени окисления

Целью исследований являлось изучение влияния степени окисления сульфидов на извлечение золота (рис.2.30) и расход цианида натрия при цианировании (табл. 2.5).

Цианирование тонкоизмельченного до 10 мкм сульфидного продукта после ПКИО проводили в следующих условиях: рН = 10,5-11,0; отношение Ж:Т = 3:1; температура – 22-24 °С; продолжительность – 24 ч, концентрация NaCN – 1 г/дм³. Содержание золота в исходном полисульфидном продукте находилось на уровне 47,4 г/т, расчеты по извлечению металла из окисленного продукта велись с учетом увеличения его выхода, ввиду добавки известняка и извести в процессе проведения ПКИО.

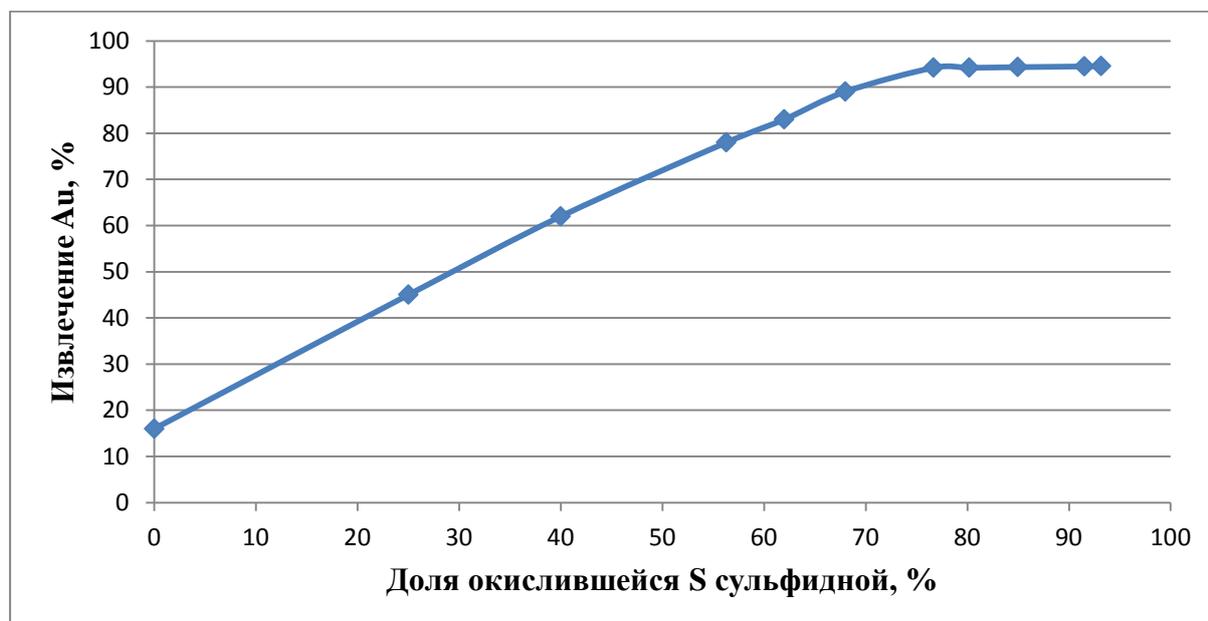


Рисунок 2.30 – Извлечение золота при цианировании из полисульфидного продукта в зависимости от степени окисления

Таблица 2.5 – Влияние степени окисления сульфида на расход NaCN при цианировании

Продолжительность обработки, ч	Степень окисления, %	Массовая доля S _{элемент} , %	Расход NaCN, кг/т		Извлечение Au
	по S		Общий	Химич.	%
0*	0	-	52	48	18,6
после закисл	44,2	0,74	46	42	40,1
12	57,7	0,29	41	39	53,1
24	62,0	0,26	35	33	72,5
36	65,4	0,24	29	27	93,4
48	66,3	0,20	22	21	94,3
72	76,4	0,19	17	15	94,2
96	80,6	0,16	13	11	94,2
108	87,7	0,14	9	8	94,3
120	89,9	0,04	7	5	94,5
132	91,8	0,02	6	4	94,6

* - Тонкоизмельченный до 10 мкм полисульфидный продукт не подвергавшийся ПКЦИО

Согласно полученным данным, при степени окисления полисульфидного продукта 80,6-91,8 % извлечение золота находится на одном уровне – 94,2-94,4 %, однако расход цианистого натрия напрямую зависит от степени окисления продукта и концентрации серы элементной. При цианировании тонкоизмельченного полисульфидного продукта, не подвергавшегося ПКЦИО, извлечение золота составляет 16,3 % при химическом расходе NaCN – 48 кг/т. Наиболее оптимальные показатели цианирования получены при окислении полисульфидного продукта на 76,4 % в течение 72 часов, извлечение золота составило 94,2 % при расходе цианистого натрия 11 кг/т.

Выводы по главе 2

Основные результаты по изучению закономерностей окисления тонкоизмельченных сульфидов кислородом при атмосферном давлении могут быть сформулированы в виде следующих выводов:

1. Изучена динамика окисления мономинеральной фракции пирита в процессе кислородно-известковой обработки. Установлено, что степень окисления FeS₂ существенно зависит от его крупности. Максимальная степень

окисления пирита на 98-99 % получена при крупности бисерного помола 10 и 7 мкм и продолжительности ПКИО 98 ч.

2. Проведено сравнение вариантов известковых обработок, выполненных на пирите, измельченном в бисерной мельнице до 10 мкм. Установлено, что максимальная степень окисления FeS_2 получена при температуре обработки 80 °С с продувкой кислорода. При понижении температуры предварительной обработки до 24 °С и с заменой кислорода на воздух, динамика окисления существенно ухудшается (на 60-90 %).

3. Экспериментально установлено, что при измельчении мономинеральной фракции пирита в бисерной мельнице с использованием в качестве измельчающей среды керамических шаров не происходит фазовых превращений и структура минерала остается прежней.

4. Экспериментально установлено, что структурные изменения тонкоизмельченного пирита происходят в ПКИО. При окислении пирита в раствор переходит железо (III) и образуется серная кислота. При поддержании рН пульпы на уровне не менее 4 путём добавления CaCO_3 или CaO растворённое железо и кислота постоянно выводятся из раствора в виде гидроксидов железа, гипса и серы элементной, что подтверждается физико-химическим моделированием в программном комплексе «Селектор» и анализом диаграмм «Пурбэ».

5. Минералогическими исследованиями с использованием микроскопа Nikon Eclipse LV 100 Pol. подтверждено, что основными твердыми продуктами окисления сульфидных минералов являются гипс ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) и оксиды железа (в т.ч. гетит (FeOOH)), массовая доля которых зависит от продолжительности кислородно-известковой обработки (ПКИО) и степени окисления сульфида. Вторичные соединения железа представляют собой аморфные (ярозитные и гидроксидные) соединения, которые не фиксируются методом рентгеновского фазового анализа.

6. Наряду с аморфными соединениями железа отмечено образование серы элементной при продолжительности ПКИО 12 ч – 0,28 %, которая также не

фиксируется методом рентгенофазового анализа, при окислении в течение 98 ч, массовая доля серы элементной уменьшается до 0,13 %, тем самым обеспечивая снижение расхода цианистого натрия при цианировании с 45 до 5 кг/т.

7. С увеличением степени окисления мономинеральной золотосодержащей фракции пирита с 0 до 97,4 %, отмечен прирост в извлечении золота при цианировании с 21,6 % до 96,8 %.

8. Экспериментально установлено, что с уменьшением тонины помола при бисерном измельчении пирита в значительной степени возрастает его удельная поверхность с 2,1 м²/г при исходной крупности 95 % - 0,071 мм до 14,89 м²/г при крупности 95 % - 7 мкм.

9. Выявлено, что при достижении крупности пирита 10 мкм в разных измельчительных аппаратах удельная поверхность может отличаться. Так, при помоле до 10 мкм в бисерной и шаровой мельнице удельная поверхность пирита составила 8,9 м²/г и 5,3 м²/г соответственно. Увеличение удельной поверхности обрабатываемого продукта положительно сказывается на динамике окисления сульфидов и извлечении золота при последующем цианировании. Так, при цианировании измельченного до 10 мкм пирита в шаровой мельнице извлечение золота составило 14,3 % и при бисерном измельчении – 21,6 %.

10. Изучено изменение удельной поверхности измельченного до 10 мкм минерала в процессе кислородно-известковой обработки. Установлено, что при степени окисления 13,45 % удельная поверхность пирита составляет 16,3 м²/г, а при окислении этого же материала на 99,28 % – 76,3 м²/г соответственно.

11. По экспериментальным данным выполнен расчет удельной скорости окисления пирита при проведении кислородно-известковой обработки при pH - 6÷7, концентрации O₂ – 10-12 мг/дм³ в различных температурных режимах: при 80°C – 1,25•10⁻⁹ моль/см²•с, при 50°C – 0,75•10⁻⁹ моль/см²•с, при 24°C – 0,46•10⁻⁹ моль/см²•с соответственно.

На основании полученных данных графическим способом, используя уравнение Аррениуса, рассчитана величина кажущейся энергии активации, которая составила 15,56 кДж/моль. По значению E_a сделан вывод, что процесс

окисления тонкоизмельченного FeS_2 при кислородно-известковой обработке протекает в диффузионной области, т.е. скорость процесса лимитируется скоростью транспорта кислорода к реакционной поверхности.

12. Изучены фазовые превращения пирита, входящего в состав полисульфидного продукта в процессе проведения кислородно-известковой обработки. При окислении полисульфидного продукта на 90-92 % отмечено значительное уменьшение массовой доли пирита и образование гидроксидных и ярозитных соединений железа.

13. При цианировании окисленного полисульфидного продукта отмечено повышение извлечения золота с 18,6 до 94,6 %, с уменьшением расхода цианистого натрия с 48 до 4 кг/т в зависимости от его степени окисления.

ГЛАВА 3. ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ СВЕРХТОНКОГО ПОМОЛА НА ИЗВЛЕЧЕНИЕ ЗОЛОТА ИЗ УПОРНЫХ СУЛЬФИДНЫХ КОНЦЕНТРАТОВ РАЗЛИЧНОГО ВЕЩЕСТВЕННОГО СОСТАВА

Исследования проводили на упорных золотосульфидных флотоконцентра-
тах, полученных при обогащении руд месторождений «Боголюбовское», «Берез-
няки», «Кекура», «Петропавловское», «Маломыр»[118].

3.1 Вещественный состав исследуемых концентратов

Химический состав исследуемых концентратов представлен в таблице 3.1,
минеральный состав – в таблице 3.2.

Таблица 3.1 – Химический состав исследуемых флотоконцентратов

Компонен- ты	Массовая доля, %				
	Наименование месторождений				
	«Боголюбов- ское»	«Березняки»	«Кекура»	«Петропавлов- ское»	«Маломыр»
SiO ₂	30,6	41,2	49,2	6,2	25,1
Al ₂ O ₃	14,6	6,8	11,53	4,9	10,4
TiO ₂	1,8	0,24	0,28	0,56	1,39
CaO	0,15	0,24	1,41	0,73	0,49
MnO	0,073	0,020	0,047	0,024	0,053
K ₂ O	2,7	0,25	2,26	0,17	3,9
P ₂ O ₅	0,031	Н.о.	0,106	0,010	0,094
Fe _{общ}	21,7	14,3	12,4	38,7	25,9
Fe _{окисл.}	5,8	0,70	10,8	1,5	1,3
Fe _{сульф.}	15,9	13,6	1,6	37,2	24,6
S _{общ.}	21,1	20,7	9,19	43,3	23,5
S _{сульф.}	21,1	20,59	9,18	43,3	23,4
As _{общ}	4,56	2,34	7,58	0,062	8,29
As _{окисл.}	0,13	Н.о.	7,49	Н.о.	0,09
As _{сульф.}	4,43	Н.о.	0,09	Н.о.	8,2
Cu	0,044	4,4	0,043	0,28	0,097
Zn	0,033	0,585	0,055	0,061	0,14
Pb	0,012	0,027	0,033	<0,001	0,08
Sb	0,074	1,15	Н.о.	<0,001	0,035
Te	Н.о.	Н.о.	Н.о.	0,002	Н.о.
C _{карб}	1,31	Н.о.	Н.о.	0,70	1,2
C _{орг.}	0,58	Н.о.	Н.о.	Н.о.	1,07
Au, г/т	30-41	24-26	36,6	19,0-20,9	21,5-24,9
Ag, г/т	2,7-4,9	2,5-3,6	12,7	19,2-21,3	-

Примечание. Н.о. – не определялось

Таблица 3.2 – Минеральный состав исследуемых флотоконцентратов

Минералы	Массовая доля, %				
	Наименование месторождений				
	«Боголюбов-ское»	«Березняки»	«Кекура»	«Петропавловское»	«Маломыр»
Кварц	10,6	30,0	70,0	12,0	9,5
Полевые шпаты	1,5	2,0		2,0	
Карбонаты	3,5			1,5	2,4
Слюды, гидрослюды, хлорит	35,0	18,5		4,1	26,4
Сульфиды, в т.ч.:	45,4	46,0	27,5	81,8	56,4
пирит	35,8	27,7	11,1	80,4	38,0
пирротин	-	-	-	0,5	-
теннантит	-	16,8	-	-	-
арсенопирит	9,6	-	16,4	-	17,8
антимонит	Редкие зерна	-	-	-	-
халькопирит, халькозин		1,5	-	0,8	0,3
сфалерит		-	-	0,1	0,2
галенит		Единичные зерна	-	Единичные зерна	0,1
Магнетит	Единичные зерна	Единичные зерна	-	0,6	0,8
Гидроксиды железа	1,8	1,5	2,5	Редкие зерна	
Ярозит, смесь сульфатов железа	-	-	-	-	0,6
Скородит	-	-	-	-	-
Сфен, рутил, гранат и др.	2,8	-	-	Единичные зерна	-
Органическое вещество	2,0	-	-	-	2,0
Итого	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Согласно химическому анализу, **боголюбовский** флотоконцентрат на 45 % представлен оксидами кремния и алюминия с резким преобладанием кремнезема. Практически по ¼ от общей массы компонентов приходится на железо и серу. Масса общего железа составляет 21,7 %. Элемент на 73 % находится в сульфид-

ной форме. Количество общей серы – 21,1 % и она практически вся сульфидная. Доля мышьяка значительно ниже – 4,56 %, и он также на 97 % присутствует в сульфидной форме. В заметных количествах в продукте обогащения фиксируется карбонатный диоксид углерода – 1,31 %, органического углерода – 0,58 %. Концентрат на 45,4 % состоит из сульфидов, из них 79 % приходится на пирит, а 21 % – на арсенопирит. Другие сульфиды регистрируются в редких зернах. Из породообразующих минералов значительно преобладают слюдистые образования. Их массовая доля находится в пределах 30,0 %. Масса кварца не превышает 10-11 %. Концентрат флотации характеризуется наличием углистого вещества, на долю которого приходится порядка 2 %. Свободное золото в концентрате флотации не обнаружено.

Флотоконцентрат месторождения **«Березняки»** на 48 % представлен оксидами кремния и алюминия. Масса общего железа составляет 14,3 %. Элемент на 91 % находится в сульфидной форме. Количество общей серы – 20,7 %, и она практически вся сульфидная. Доля меди – 4,4 %, состоящая на 93 % в сульфидной форме. Концентрат на 46 % состоит из сульфидов, из них 27,7 % приходится на пирит и 16,8 % на теннантит. Из породообразующих минералов преобладает кварц, его массовая доля находится в пределах 30,0 %.

Во флотоконцентрате **«Кекура»** суммарная доля литофильных компонентов составляет 70,6 %, с существенным преобладанием оксида кремния – 49,2 %. На долю рудообразующих компонентов приходится 29,37 %, которые представлены в основном железом, мышьяком и серой. Массовая доля общего железа составляет 12,4 %, из них на долю элемента в сульфидной форме приходится – 10,8 %, а в оксидной значительно ниже – 1,6 %. Масса общего мышьяка находится в пределах 7,58 %, общей серы – 9,19 %. Мышьяк и сера присутствуют, преимущественно, в сульфидной форме. Количество вольфрама находится в тысячных долях процента. Массовые доли меди, цинка, свинца, сурьмы отмечены на уровне сотых долей процента.

Концентрат флотации на 70,0 % представлен породообразующими минералами. Рудные минералы представлены сульфидами и вторичными образованиями железа. Массовая доля сульфидов составляет 27,5 %. Основным сульфидом является арсенопирит – 16,4 %. Массовая доля пирита – 11,1 %. На вторичные образования железа приходится 2,5 %.

Флотоконцентрат месторождения «Петропавловское» лишь на 11,1 % состоит из оксидов кремния и алюминия. Основная масса концентрата представлена железом (38,7 %), 96 % которого находится в сульфидной форме и сульфидной серой – 43,3 %. Мышьяк и цветные металлы составляют незначительное количество от общей массы концентрата. Основными минералами являются сульфиды (81,8 %), основная масса которых представлена пиритом – 80,4 %.

Рудные компоненты во флотоконцентрате месторождения «Маломыр» представлены в основном железом, мышьяком и серой. Их суммарная доля равна 58,0 %. Массовая доля общего железа составляет 25,9 %, на долю железа в сульфидной форме приходится 24,6 %. Массовые доли общего мышьяка и серы во флотоконцентрате составляют, соответственно, 8,29 и 23,5 %, которые присутствуют преимущественно в сульфидной форме. Количество цинка и свинца не превышает десятых долей, а сурьмы, меди – сотые доли процента.

При проведении минералогических исследований свободного видимого золота во флотоконцентрате не обнаружено. При этом основная масса золота присутствует за счет золотин размером 15-25 мкм. Средний расчетный диаметр частиц золота – 9,5 мкм.

Установлено, что рудная минерализация во флотоконцентрате представлена, в основном, сульфидами – пиритом и арсенопиритом. Содержание сульфидов составляет 56,4 %, из них на долю пирита приходится 38,0 %, арсенопирита – 17,8 %.

Породообразующие минералы представлены слюдястыми минералами (серицит, гидросерицит, иллит), кварцем, полевыми шпатами (КПШ, плагиоклаз),

карбонатами (доломит, анкерит, сидерит, кальцит). По массе преобладают слюди-стые минералы, содержание их во флотоконцентрате – 26,3%.

По результатам рационального анализа (таблица 3.3) наиболее упорными являются флотоконцентраты месторождений **«Боголюбовское»**, **«Березняки»** и **«Маломыр»**, из которых извлекаемое цианированием золото составляет 37,4, 21,44 и 16,3 % соответственно. В концентрате месторождения **«Кекура»** в цианируемой форме находится 55,3 % золота, а во флотоконцентрате месторождения **«Петропавловское»** – 73,9 %.

Основной причиной технологической упорности концентратов является тесная ассоциация золота с сульфидами и тонкая вкрапленность его в сульфидные и породообразующие минералы.

Таблица 3.3 – Результаты рационального анализа концентратов

	Месторождение «Боголюбовское»		Месторождение «Березняки»		Месторождение «Кекура»		Месторождение «Петропавловское»		Месторождение «Маломыр»	
	Распределение золота									
	г/т	%	г/т	%	г/т	%	г/т	%	г/т	%
Свободное (извлекаемое амальгамацией)	0,54	1,8	1,19	4,64	3,02	8,2	1,69	8,1	сл.	
В виде сростков (цианируемое)	10,3	35,6	4,3	16,79	17,4	47,1	13,76	65,8	3,5	16,3
Всего в цианируемой форме	10,84	37,4	5,49	21,44	20,42	55,3	15,45	73,9	3,5	16,3
Извлекаемое цианированием после обработки щёлочью (золото в плёнках, а также ассоциированное с аморфным кремнезёмом)	0,6	2,1	3,32	12,98	-	-	0,42	2,0	0,22	1,0
Извлекаемое цианированием после обработки соляной кислотой (ассоциированное с карбонатами, хлоритами, гидроксидами железа и др.)	3,46	12,0	3,68	14,37	6,5	17,6	1,22	5,8	2,47	11,5
Извлекаемое цианированием после обработки азотной кислотой (ассоциированное с сульфидами)	7,67	26,6	9,63	37,62	9,3	25,2	2,86	13,7	12,41	57,7
Извлекаемое цианированием после окислительного обжига (ассоциированное с сульфидами, тонко вкрапленными в породобразующие минералы; с углистым веществом)	3,3	11,4	2,62	10,23	-	-	0,65	3,1	2,3	10,7
Ассоциированное с породобразующими минералами	3,03	10,5	0,86	3,36	0,7	1,9	0,3	1,5	0,6	2,8
Итого: во флотоконцентрате (по балансу)	28,9	100,0	25,6	100,0	36,92	100,0	20,9	100,0	21,5	100,0

3.2 Результаты исследований по влиянию сверхтонкого измельчения на извлечение золота при последующем цианировании упорных концентратов

В качестве объектов исследований использовали упорные сульфидные флотоконцентраты месторождений «Боголюбовское», «Березняки», «Кекура», «Петропавловское», «Маломыр». В указанных продуктах массовая доля класса $-0,071$ мм составляла: 86,0 % - флотоконцентрат Боголюбовский, 95 % - Березняки, 93 % - Кекура, 95 % - Петропавловский и 84,2 % – Маломыр.

Для сверхтонкого измельчения (до 20 и 10 мкм) применяли лабораторную вертикальную бисерную мельницу «NetschP075» [119], для измельчения до 40 мкм использовали лабораторную шаровую мельницу. Мельница оборудована стационарной камерой помола, в нее помещают мелющие тела (бисер) различного диаметра (1-5 мм). Внутри мельницы (камеры помола) установлен импеллер. Принцип действия бисерных мельниц основан на высокоэффективном перемешивании, в результате чего энергия передается небольшим мелющим телам с образованием множества сжатых и быстровращающихся слоев измельчаемого материала, генерирующих силы сжатия и скручивания. Данные мельницы отличаются высокой пропускной способностью и высоким коэффициентом преобразования энергии, если они используются для тонкого и сверхтонкого измельчения.

Ситовой анализ полученных после сверхтонкого измельчения проб проводили на лазерном анализаторе крупности MasterseizerHydro 2000MU (A) фирмы Malvern.

Измельченные флотоконцентраты подвергали предварительной известковой обработке при температуре 24°C до рН – 10,5 в течение 4 ч и цианировали в сорбционном режиме при отношении Ж:Т=3:1, начальной концентрации NaCN – $3,0$ г/дм³, загрузке сорбента – 10 % об. в течение 24 ч.

Результаты экспериментов по влиянию крупности измельчения флотоконцентратов на показатели процесса цианирования приведены в таблице 3.4. Для сравнения в данной таблице приведены результаты цианирования концентратов исходной крупности.

Таблица 3.4 – Влияние крупности измельчения на извлечение золота из исследуемых концентратов

Наименование флото-концентрата	Крупность, мкм	Содержание Au в кеке, г/т	Извлечение Au, %	Расход на 1 т концентрата, кг	
				NaCN	CaO
Боголюбовский (содержание золота – 28,9 г/т)	86,0 % – 71 (исх. крупн)	18,1	37,4	11,0	2,0
	95,0 % – 40	17,6	39,1	12,5	5,0
	95,0 % – 20	15,3	47,1	14,5	10,0
	95,0 % – 10	13,2	54,3	18,0	14,0
Березняки (содержание золота – 25,6 г/т)	95,0 % – 71 (исх. крупн)	20,1	21,5	30,0	2,0
	95,0 % – 20	3,47	86,5	63,3	14,0
	95,0 % – 10	1,97	92,3	64,2	14,0
Кекура (содержание золота – 36,6 г/т)	93,0 % – 71 (исх. крупн)	18,2	50,3	11,0	15,0
	96,0 % – 40	18,1	50,5	11,0	17,0
	95,0 % – 20	17,2	53,0	15,0	21,0
	97,0 % – 10	14,3	60,9	28,5	34,0
Петропавловский (содержание золота – 20,9 г/т)	95 % - 71 (исх. крупн)	5,45	73,9	2,2	2,0
	100 % - 40	3,94	81,1	3,6	5,0
	95 % - 30	3,10	85,2	10,8	15,0
	95 % - 15	2,21	89,4	13,5	20,0
	95 % - 10	1,13	94,6	19,0	27,0
Маломыр (содержание золота – 21,5 г/т)	84,2 % - 74 (исх. крупн)	18,0	16,3	5,6	10,0
	85 % - 10	15,6	27,4	22,1	25,0

Из результатов, представленных в таблице 3.4, следует, что сверхтонкое измельчение флотоконцентратов позволяет повысить извлечение золота при цианировании для **Боголюбовского флотоконцентрата** на 16,9 % (с 37,4 до 54,3 %) и снизить содержание в кеке цианирования на 4,9 г/т. Однако полученные показатели остаются довольно низкими, учитывая, что расход цианида натрия при выщелачивании тонкоизмельченной пульпы увеличивается с 11 до 18 кг/т.

Для флотоконцентрата «**Березняки**» сверхтонкое измельчение позволяет повысить извлечение золота при цианировании на 70,82 % (с 21,48 до 92,30 %) и снизить содержание в кеке цианирования на 18,13 г/т. Расход цианида натрия при выщелачивании увеличивается вдвое с 30 до 64,2 кг/т.

При цианировании концентрата «**Кекура**» исходной крупности (93 % минус 71 мкм) обеспечивает извлечение золота 50,3 % при его содержании в твердой фазе хвостов 18,2 г/т. Измельчение до 40 мкм практически не оказывает влияния на извлечение золота, бисерный помол с уменьшением крупности до 10 мкм обеспечивает прирост извлечения до 60,9 %. Расход NaCN составил от 11,0 до 28,5 кг/т.

С уменьшением тонины помола флотоконцентрата «**Петропавловский**» от 71 до 10 мкм извлечение золота возрастает с 73,9 % до 94,6 %, при этом содержание в кеках цианирования снижается с 5,45 до 1,13 г/т, а расход цианида натрия увеличивается с 2,2 до 19,0 кг/т.

Сверхтонкое измельчение до 10 мкм малоэффективно для флотоконцентрата «**Маломыр**». Извлечение золота повысилось с 16,3 до 27,4 %, а расход цианида натрия вырос с 5,6 до 22,1 кг/т.

Поскольку извлечение золота для некоторых концентратов оказалось невысоким при значительном расходе NaCN, то дальнейшие исследования проводили с включением в гидрометаллургическую схему ПКИО с целью определения возможности улучшения технологических показателей.

3.3 Результаты по цианированию концентратов с предварительным сверхтонким измельчением и кислородно-известковой обработкой

Эксперименты осуществляли на исследуемых флотационных концентратах крупностью 20 и 10 мкм. Опыты по ПКИО проводили в закрытом стакане при механическом перемешивании. Сначала пульпу нагревали до температуры 75-80 °С и при помощи керамического диспергатора подавали кислород, после чего проводили известковую обработку поддерживая рН на уровне 5-6 (общее время обработки 8-12 ч.), концентрация кислорода в пульпе составляла 15-19 мг/дм³ и далее пульпу подвергали сорбционному цианированию на бутылочном агитаторе при отношении Ж:Т=3:1, начальной концентрации NaCN – 3,0 г/дм³, загрузке сорбента – 10 % об. в течение 24 ч [120]. Двухстадийную обработку проводили с продувкой тонкоизмельченной пульпы кислородом при температуре 80 °С при Ж:Т = 3:1 в течение 3-6 ч до рН – 3. Далее окисленный материал защелачивали в

тех же условиях в течение 4-6 ч с добавлением вначале известняка для поддержания рН в пульпе 6, затем извести для повышения рН до 11,0 [97].

При проведении экспериментов контролировали рН пульпы, концентрацию O_2 , определяли концентрацию в растворе ионов Fe (II) и Fe (III), а также изменение содержания в твердой фазе сульфидных Fe и S [121].

Основные результаты исследований по технологии с кислородно-известковой обработкой для различных концентратов представлены в таблице 3.5.

Таблица 3.5 – Результаты исследований для упорных сульфидных концентратов

Наименование продукта	Содержание Au в исходном, г/т	Класс крупности, мкм	Содержание Au в кеке, г/т	Извлечение Au, %	Расход на 1 т концентрата, кг	
					NaCN	CaO
Флотоконцентрат месторождения «Боголюбовское»	28,9	20	3,8	86,8	10,7	85,0
		10	3,1	89,3	13,2	78,0
		10*	2,3	92,0	12,3	85,0
Флотоконцентрат месторождения «Березняки»	25,6	20	2,8	89,0	22,0	85,0
		10	1,5	94,1	25,7	90,0
Флотоконцентрат месторождения «Кекура»	36,6	20	14,5	60,4	14,3	70,0
		10	12,9	64,7	26,1	75,0
		10*	13,0	64,5	26,2	73,0
		10**	8,3	77,3	23,1	114,0
Флотоконцентрат месторождения «Петропавловское»	20,9	20	1,32	93,7	16,1	70,0
		10	1,0	95,2	17,2	80,0
Флотоконцентрат месторождения «Маломыр»	21,5	10	14,8	31,2	22,3	32,0

Примечание: * - опыт с двухстадийной кислородно-известковой обработкой

** - опыт с увеличением продолжительности ПКЮ до 16 ч.

Из результатов, представленных в таблице 3.5, следует, что значительное повышение извлечения золота (с 54,3 до 92,0 %) получено при переработке по технологии с двухстадийной кислородно-известковой обработкой измельченного до 10 мкм флотоконцентрата месторождения «Боголюбовское», расход цианида натрия сократился с 18 до 12,3 кг/т. Одностадийная кислородно-известковая обработка также положительно сказывается на повышении извлечения золота из флотоконцентрата при последующем цианировании. Так, извлечение золота со-

ставило 89,3 % для измельченного до 10 мкм флотоконцентрата и 86,8 % для измельченного до 20 мкм.

Высокое извлечение золота достигается для флотоконцентратов месторождений «Березняки» и «Петропавловское» (89,0 и 93,7 % для 20 мкм; 94,1 и 95,2 % для 10 мкм соответственно), однако для данных концентратов практически одинаковые показатели извлечения золота обеспечиваются по технологии на основе применения сверхтонкого помола, исключая использование окисления и повышенных температур. Для флотоконцентрата Березняковского месторождения наблюдается значительное сокращение расхода NaCN при цианировании.

При переработке флотоконцентрата «Маломыр» при реализации исследуемой технологии получены весьма низкие показатели по извлечению золота – 31,2 %, вследствие тонкой вкрапленности золота в кристаллическую решетку сульфида и тем самым значительных потерь золота с хвостами выщелачивания.

Максимальное извлечение золота при переработке флотоконцентрата «Кекура» составило 77,3 % при его крупности 10 мкм и продолжительности кислородно-известковой обработки – 16 ч, при продолжительности ПКИО в течение 10 ч достигнуто извлечение золота – 64,7 %, а при крупности помола 20 мкм и продолжительности окисления 10 ч – 60,4 %. Двухстадийная кислородно-известковая обработка при общей продолжительности 12 ч не оказала влияния на повышение извлечения золота при цианировании, извлечение золота составило 64,5 %.

Результаты фазового анализа на серу проб флотоконцентратов, где достигнуто максимальное извлечение золота, показали, что в процессе кислородно-известковой обработки произошло частичное окисление сульфидов, что, очевидно, способствует увеличению извлечения благородного металла. Степень окисления, рассчитанная по сере, составила 46,6 % для Боголюбовского флотоконцентрата, 38,4 – для флотоконцентрата Березняки, 31,4 % – Кекура, 48,7 % – Петропавловское, 18 % – для флотоконцентрата Маломыр.

Флотоконцентрат месторождения «Кекура» выбран для проведения дальнейших исследований по разработке технологии, основанной на использовании

сверхтонкого помола с дальнейшей кислородно-известковой обработкой и последующим цианированием. Данный объект является наиболее перспективным для реализации данной технологии, ввиду нахождения в районе крайнего севера, тем самым требующей простоту технологической и технической реализации проекта и технологию с низкими капитальными и эксплуатационными затратами и с минимальными трудозатратами при обслуживании передела.

Выводы по главе 3

1. Изучено влияние сверхтонкого помола на вскрытие золота из упорных сульфидных концентратов различного вещественного состава. Установлено, что сверхтонкое измельчение флотоконцентратов позволяет повысить извлечение золота при цианировании на 11-70 %, однако также отмечено кратное повышение расхода цианида натрия при цианировании, расходуемого на взаимодействие с развитой поверхностью сульфидов.

2. С целью сокращения расхода NaCN и повышения извлечения золота при цианировании, проведены тесты с включением в гидрометаллургическую схему предварительной кислородно-известковой обработки при повышенной температуре.

Показано, что включение в схему ПКИО тонкоизмельченных концентратов позволяет существенно повысить извлечение золота при цианировании икратно сократить расход NaCN . Для флотоконцентратов месторождений «Березняки» и «Петропавловское» извлечение золота при цианировании составило 94,1 и 95,2 % при расходе NaCN – 25,7 и 17,2 кг/т соответственно; извлечение золота при цианировании флотоконцентрата «Кекура» составило 64,7 % при расходе NaCN – 26,1 кг/т, при увеличении продолжительности ПКИО до 16 ч, извлечение золота при цианировании составило 77,3 %; при переработке флотоконцентрата «Маломыр» получены низкие показатели по извлечению золота – 31,2 %, что вероятнее всего связано с тонкой вкрапленностью золота в кристаллическую решетку сульфида.

Для ряда флотоконцентратов испытана схема с включением двухстадиальной кислородно-известковой обработки, основанной на продувке тонкоизмельченной пульпы кислородом при температуре 80 °С в течение 3-6 ч до рН – 3 с последующем защелачиванием в тех же условиях в течение 4-6 ч с добавлением вначале известняка для поддержания рН в пульпе 6, затем извести для повышения рН до 11,0. На указанную технологию получен патент № 2598742.

Так, на примере Боголюбовского флотоконцентрата, измельченного до 10 мкм и окисленного в процессе двухстадиальной кислородно-известковой обработки, извлечение составило 92 % при расходе цианида натрия 12,3 кг/т, а окисленного в процессе одностадиальной кислородно-известковой обработки – 89,3 при расходе NaCN – 13,2 кг/т.

3. Флотоконцентрат месторождения «Кекура» выбран для проведения дальнейших исследований по разработке технологии, основанной на использовании сверхтонкого помола с дальнейшей кислородно-известковой обработкой и последующим цианированием. Данный объект является наиболее перспективным для реализации данной технологии, ввиду нахождения в районе крайнего севера, тем самым требующей простоту технологической и технической реализации проекта и технологию с низкими капитальными и эксплуатационными затратами и с минимальными трудозатратами при обслуживании передела.

ГЛАВА 4. РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЗОЛОТА ИЗ ФЛОТОКОНЦЕНТРАТА МЕСТОРОЖДЕНИЯ «КЕКУРА» НА ОСНОВЕ СВЕРХТОНКОГО ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ

4.1 Уточнение оптимальной крупности измельчения

Серия опытов, результаты которых приведены в таблице 4.1, сводилась к определению показателей цианирования флотоконцентрата в зависимости от его крупности, которую варьировали, меняя продолжительность измельчения концентрата в бисерной мельнице. При продолжительности измельчения от 5 до 60 мин его конечная крупность составила от 20 до 5 мкм. График измельчения приведён на рисунке 4.1.

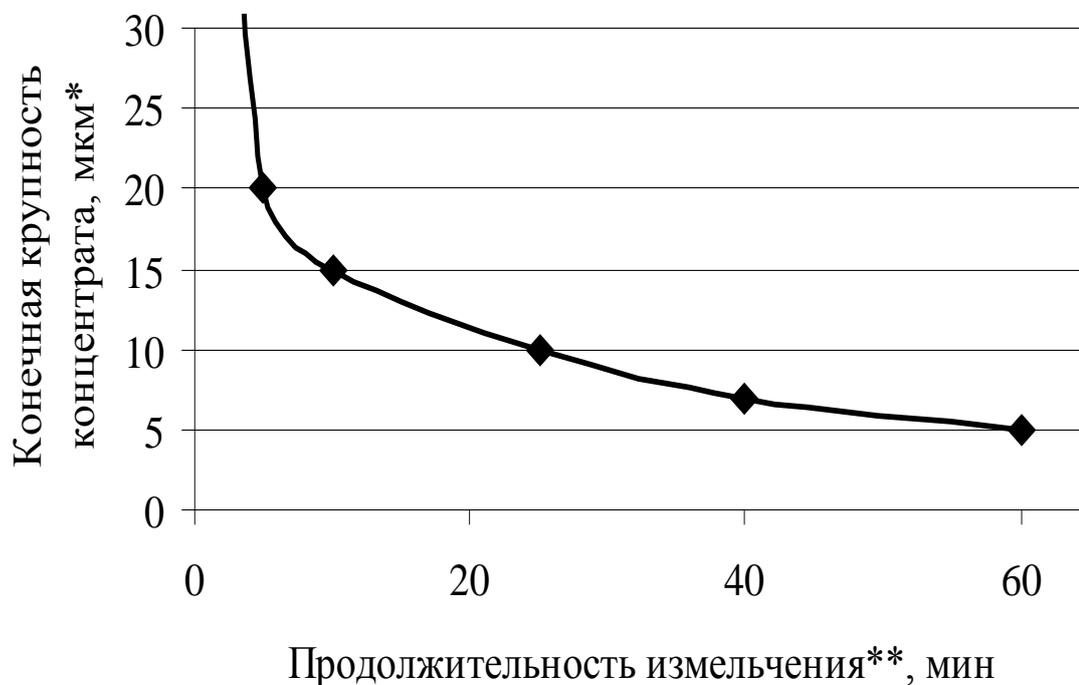


Рисунок 4.1 – График измельчения флотоконцентрата в лабораторной бисерной мельнице

Примечания:

* Конечная крупность – 92-97 % «минус» указанного класса;

** Отношение Ж:Т:Ш при измельчении 1:1:13

Предварительную известковую обработку измельчённого флотоконцентрата проводили при комнатной температуре в течение 24-32 ч. Расход извести при известковой обработке составил 15-45 кг/т.

Таблица 4.1 – Влияние крупности бисерного помола на показатели цианирования флотоконцентрата «Кекура»

Продолжительность измельчения, мин	Крупность измельченного продукта, мкм	Расход СаО на известковую обработку*, кг/т	Расход NaCN на цианирование, кг/т		Содержание компонентов в хвостах цианирования, г/т		Операционное извлечение** компонентов, %	
			Общий	Химический	Au	Ag	Au	Ag
5	20	21	15,0	9,8	17,2	1,00	53,0	92,9
10	15	30	23,8	16,6	15,1	1,12	58,7	92,0
25	10	34	28,5	22,8	14,3	1,29	60,9	90,8
40	7	42	40,7	33,3	13,3	1,31	63,6	90,6
60	5	45	39,9	33,2	11,2	1,27	69,4	91,0

Примечания к таблице 4.1:

* известковая обработка при продувке воздуха, рН=10-12, продолжительность 24-32 ч, температура комнатная;

** содержание золота в исходном флотоконцентрате до обработки принято 36,6 г/т, серебра – 14 г/т

Как видно из полученных данных, бисерный помол позволяет повысить извлечение золота, причём пошаговое уменьшение крупности до 5 мкм обеспечивает постоянный прирост вплоть до 69,4 %. Расход NaCN составил от 15,0 до 40,7 кг/т.

Поскольку извлечение золота оказалось невысоким при высоком расходе NaCN, расходуемого на взаимодействие с сульфидами, сделан вывод о малой эффективности испытанного режима известковой обработки, который требует некоторого «ужесточения».

Тем не менее, бисерный помол флотоконцентрата позволяет заметно увеличить извлечение золота и его применение является целесообразным до крупности 20-10 мкм. Более тонкое измельчение является нецелесообразным, из-за существенного увеличения энергозатрат при измельчении, расхода реагентов и других технологических затруднений (большое разбавление пульпы, низкие показатели обезвоживания и др.) [122,123].

4.2 Определение параметров процесса кислородно-известковой обработки и цианирования

Обычно целями проведения известково-воздушной обработки перед цианированием неизмельчённых сульфидных концентратов являются:

- стабилизация в щелочной области рН пульпы, в которой медленно происходит окисление поверхности сульфидов под действием растворённого кислорода с образованием в конечном итоге серной кислоты и соединений Fe(III), которые вызывают при цианировании повышенный расход NaCN;

- частичная пассивация поверхности сульфидов и снижение их реакционной способности, в частности по отношению к NaCN.

Часто благодаря этим факторам происходит существенное снижение расхода NaCN при последующем цианировании.

В случае известковой обработки концентратов, измельчённых в бисерной мельнице и имеющих развитую поверхность, процессы окисления сульфидов могут приобрести заметный масштаб, особенно если использовать более «жесткие» условия: кислород вместо воздуха и повышенную температуру.

На данном этапе исследований выполнено наибольшее количество опытов, которые также проведены сериями (табл. 4.2), определяли влияние температуры, продолжительности и последовательности операций известковой обработки на показатели последующего цианирования флотоконцентрата, при его крупности 5-20 мкм. Кроме того, была оценена целесообразность использования кислорода вместо воздуха при обработке.

В опытах № 1-4 варьировали крупность исходного концентрата от 20 до 5 мкм. Обработку проводили в идентичных условиях: при продувке воздуха, температуре 75 °С и продолжительности 5-6 ч. Расход CaO составил 29-60 кг/т, NaCN – 13,2-46,6 кг/т, извлечение золота 55,5-62,6 %, что является неудовлетворительным.

Опыты № 5-6. Крупность 7 мкм, температура 75 °С, продолжительность увеличена до 24 ч, расход CaO – до 80 кг/т. В опыте № 6 цианирование вели при продувке воздуха в количестве 0,1 л/мин. Данные условия не позволили снизить расход NaCN (43,4-41,7 кг/т) и повысить извлечение золота (60,5-62,6 %).

Опыты № 7-8. Крупность концентрата 20 мкм, температура 75 °С – последовательно проведены операции продувки воздуха с закислением пульпы до рН=3-4 (продолжительность 5 ч) и защелачивания пульпы путём добавления CaO

(продолжительность 3 ч). Этот приём также не оказал существенного изменения на расход NaCN – 24,8-26,5 кг/т и извлечение золота – 53,2-56,2 %.

Поскольку варьирование условий известково-воздушной обработки не привело к желаемому результату, то следующим приёмом по «ужесточению» режима известковой обработки было использование кислорода.

Опыты № 9-10. Крупность концентрата 7 мкм, продолжительность известково-кислородной обработки 5 ч, температура 75 °С. Расход CaO составил 80 кг/т. Использование кислорода позволило заметно улучшить показатели цианирования – расход NaCN был снижен в 2 раза по сравнению с известково-воздушной обработкой (опыт № 2), а извлечение золота повысилось до 67,5-68,5 %.

Опыты № 11-13. Крупность концентрата 20 мкм, продолжительность известково-кислородной обработки 5-6 ч, температура в опыте № 11 – комнатная, в опытах №12-13 – 75 °С. Расход CaO в опыте №11 составил 14 кг/т, в опытах № 12-13 – 49-53 кг/т. В опыте № 13 последовательно проведены операции продувки воздуха с закислением пульпы до рН=2,5 (продолжительность 5 ч) и защелачивания пульпы путём добавления CaO (продолжительность 3 ч). Расход NaCN составил 13,2-16,9 кг/т, извлечение золота – 58,2-61,3 %, что является неудовлетворительным.

В опытах № 14-16 варьировали температуру известково-кислородной обработки при крупности концентрата – 10 мкм и продолжительности обработки – 6 ч. Повышение температуры обработки в пределах 40-80 °С приводит к повышению извлечения золота с 57,6 до 65,4 %; расход NaCN на уровне 18,3-23,0 кг/т. Рекомендуемая температура обработки – 70-80 °С.

Опыты № 17-20 проведены при различной продолжительности обработки, крупность концентрата 10 мкм, температура 75 °С. При увеличении продолжительности обработки с 4 до 16 ч, расход CaO увеличился с 40 до 119 кг/т, а извлечение золота – с 65,4 до 77,4 %, расход NaCN находился в пределах 23,1-26,1 кг/т. Как видно, наиболее значимым фактором при известковой обработке оказалась продолжительность процесса.

В опытах № 21-23 продолжительность обработки была увеличена до 24 ч, температура обработки 75 °С, варьировали крупность исходного концентрата.

В опыте № 24-26 продолжительность обработки 24 ч при температуре 75 °С, крупность концентрата 10 мкм, загрузка $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ – 3; 5 и 7 кг/т флотоконцентрата соответственно.

В опыте № 27 крупность концентрата 10 мкм, общая продолжительность обработки 24 ч при температуре 75 °С (закисление кислородом до рН 2,7 в течение 8 ч, последующая кислородно-известковая обработка при рН 7-8 в течение 16 ч (по патенту № 2598742, «Способ извлечения благородных металлов из упорного сульфидсодержащего сырья») [97].

Максимальное извлечение золота – 83,4 % получено в опыте № 25 при крупности 10 мкм и загрузке в процесс кислородно-известковой обработки $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ – 5 кг/т флотоконцентрата. Выход твёрдой фазы хвостов цианирования составил 105 % от массы исходного флотоконцентрата, содержание золота в хвостах по пробирному анализу – 5,77 г/т. Потребный расход CaO составил 210 кг/т, NaCN – 12,8 кг/т. Загрузка $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ в количестве 3 и 7 кг/т не оказала влияния на повышение извлечения золота и сокращение расхода NaCN при цианировании.

Двухстадиальная кислородно-известковая обработка в опыте № 27 позволила добиться операционного извлечения золота 83,2 % при расходе NaCN – 13,0 кг/т и CaO – 60 кг/т.

Твёрдая фаза хвостов цианирования от опытов № 21; 22, 23, 25 и 27 была сдана на фазовый анализ серы, массовая доля $S_{\text{сульф}}$ составила соответственно 7,2; 5,5, 5,0, 4,8 и 4,9 %. При массовой доле $S_{\text{сульф}}$ в исходном флотоконцентрате на уровне 11,4 % степень её окисления составила 23; 36; 40; 57 и 57,01 % с учетом выхода продукта окисления. В данном случае проведённый процесс можно называть кислородно-известковым окислением (или вскрытием) сульфидов при повышенной температуре и атмосферном давлении. Жидкую фазу хвостов цианирования выше указанных опытов проанализировали на концентрацию SCN, которая составила соответственно 788, 1021, 1204, 288 и 412 мг/дм³.

Таблица 4.2 – Результаты лабораторных опытов по оптимизации условий известковой обработки флотоконцентрата измельчённого в бисерной мельнице

№ опыта	Крупность измельченного продукта, мкм	Наименование обработки	Продолжительность обработки, ч	Температура, °С	Расход СаО, кг/т	Расход NaCN на цианирование, кг/т		Содержание золота в хвостах цианирования, г/т	Выход твёрдой фазы, % от исходного концентрата	Операционное извлечение золота, %	
						Общий	Химический				
1	20	Известково-воздушная	5-6	75	29	13,2	7,5	16,1	105	55,5	
2	10				55	40,6	30,0	14,5	113	57,0	
3	7				61	43,2	31,1	13,5	110	60,8	
4	5				60	46,6	32,3	10,3	110	70,1	
5	7		24		80	43,4	39,1	12,8	111	62,6	
6					41,7	36,8	13,6	110	60,5		
7	20		6		24	24,8	20,6	16,0	104	56,2	
8						26,5	21,9	17,1	104	53,2	
9	7	Известково-кислородная	5	75	80	24,7	16,8	10,6	113	68,5	
10						20,1	13,4	11,2	110	67,5	
11	20		5-6	-	14	14,4	9,0	15,5	102	58,2	
12				75	49	13,2	7,5	14,2	108	59,5	
13	10		6	75	53	16,9	11,5	13,5	109	61,3	
14					40	35	23,0	16,6	15,2	106	57,6
15					60	33	18,3	15,8	14,0	106	61,1
16					80	53	19,7	14,2	11,7	109	66,4
17		75			4	40	25,8	14,9	12,3	107	65,4
18					6	46	26,1	12,5	12,9	108	63,4
19	8		65	25,4	19,9	10,8	111	68,4			
20	16		119	23,1	17,0	7,30	118	77,4			
21	20	24	75	145	18,9	13,0	10,1	122	67,6		
22	10			215	17,5	8,5	6,52	132	77,3		
23	5			245	14,8	7,0	6,80	137	75,5		
24*	10			215	13,1	7,0	5,83	105	83,2		
25*				210	12,8	6,8	5,77	105	83,4		
26*				207	12,6	6,8	5,75	105	83,5		
27**				60	13,0	7,0	6,15	100	83,2		

Примечание: * - кислородно-известковая обработка с загрузкой $Pb(NO_3)_2$

** - двухстадийная кислородно-известковая обработка

Условия известково-кислородной обработки, реализованные в опыте № 25, приняты оптимальными: крупность исходного флотоконцентрата – 10 мкм, температура при обработке – 70-80 °С, продолжительность – 24 ч, расход СаО – до 210 кг/т, расход $Pb(NO_3)_2$ – 5 кг/т. Замеры концентрации растворённого O_2 в пульпе показали, что в первые 8-10 ч она составляла 4-6 мг/дм³, затем постепенно увеличивалась и в конце опыта составляла 10-12 мг/дм³. Реализация данной технологии не требует кислотостойкого оборудования для операции кислородно-известковой обработки, а также позволяет значительно сократить концентрацию тиоцианидов в хвостах сорбции, что положительно сказывается на последующем сокращении расхода гипохлорита при обезвреживании.

Далее оптимизировали параметры цианирования продукта, вскрытого в указанных условиях.

Предварительно по методике АО «Иргиредмет» определяли *относительную сорбционную активность* продукта известково-кислородной обработки по отношению к цианидному комплексу золота. С этой целью осуществляли его цианирование по двум вариантам: прямому – с анализом конечного раствора на золото, и сорбционному – при загрузке свежего активного угля 10 об. % и с анализом твёрдой фазы на золото. Прочие условия принимали одинаковыми: концентрация NaCN – 2 г/дм³; pH 10,5-11,5; продолжительность – 48 ч; отношение Ж:Т=3:1. Сорбционную активность (А, %) рассчитывали по формуле:

$$A = \left(1 - \left(\frac{RC_{жс}}{C_{исх} - C_{хв}} \right) \right) \cdot 100,$$

где R – отношение Ж:Т – 3 м³/т

$C_{жс}$ – концентрация золота в растворе прямого цианирования – 6,28 г/м³;

$C_{исх}$ и $C_{хв}$ – соответственно содержание золота в исходном концентрате и хвостах сорбционного цианирования – 28,7 и 5,71 г/т соответственно;

Расчётная величина составила 18 %, что свидетельствует об умеренной сорбционной активности твёрдой фазы. Для снижения потерь золота, сорбиру-

ванного твёрдой фазой, цианирование данного продукта рекомендуется проводить без стадии предварительного цианирования.

В следующей серии опытов оценивали *влияние концентрации NaCN* при цианировании на показатели извлечения золота. Для этого исходный флотоконцентрат измельчали в бисерной мельнице до 10 мкм, затем подвергали кислородно-известковому окислению при температуре 70-80 °С, продолжительности – 24 ч, расходе CaO ~ 200 кг/т, Ж:Т=3-4:1. Выход твёрдой фазы при обработке составил ~105 %. После охлаждения пульпу цианировали в сорбционном режиме при загрузке активного угля 10 об. %, и продолжительности 24 ч.

Результаты опытов, приведённые в таблице 4.3, свидетельствуют, что оптимальной концентрацией NaCN является значение в пределах 1-2 г/дм³, обеспечившее извлечение золота на уровне 82,2-83,4 %. Уменьшение концентрации до менее 1 г/дм³ повлекло снижение извлечения золота на 1,8 %, увеличение концентрации NaCN до 2,5-3,0 г/дм³ не привело к повышению извлечения. Расход NaCN в оптимальных условиях составил 13,5-16,7 кг на 1 т продукта известково-кислородной обработки.

Таблица 4.3 – Результаты опытов по влиянию концентрации NaCN на показатели цианирования продукта известково-кислородного окисления

Концентрация NaCN в жидкой фазе пульпы при цианировании, г/дм ³	Содержание золота в твёрдой фазе хвостов, г/т	Извлечение золота, %	Расход NaCN, кг/т
0,7	6,38	81,6	11,9
1,2	6,01	82,7	13,5
1,8	5,78	83,4	16,7
2,8	5,89	83,1	21,3

*Примечание: отношение Ж:Т=3-4:1, продолжительность выщелачивания – 24 ч, загрузка активного угля – 10 об. %

Затем оптимизировали *продолжительность процесса цианирования*. Для этого продукт известково-кислородной обработки цианировали в сорбционном режиме при концентрации NaCN 1-2 г/дм³ в течение 4-16 ч. Результаты опытов приведены в таблице 4.4. Как видно, в статическом режиме оптимальная продол-

жительность выщелачивания находится в пределах 8-16 ч, обеспечивая извлечение золота на уровне 82,4-83,3 %. Расход NaCN составил 13,0-14,4 кг/т.

Таблица 4.4 – Результаты опытов по влиянию продолжительности цианирования на показатели извлечения золота из продукта известково-кислородного окисления

Продолжительность цианирования, ч	Содержание золота в твёрдой фазе хвостов, г/т	Извлечение золота, %	Расход NaCN, кг/т
4	8,29	76,2	12,4
8	6,12	82,4	13,0
16	5,8	83,3	14,4
24	5,79	83,4	18,3

*Примечания: Условия цианирования: отношение Ж:Т=3-4:1, концентрация NaCN – 1-2 г/дм³, загрузка активного угля – 10 об. %

4.3 Снятие изотермы сорбции золота активным углем из цианистой пульпы

Изотермы сорбции золота были получены методом переменных навесок из пульпы цианирования продукта известково-кислородной обработки. Известково-кислородную обработку проводили в оптимальных условиях. Последующее цианирование осуществляли при концентрации NaCN 1-2 г/дм³, Ж:Т = 3,4:1. Проведено три опыта по цианированию при различной загрузке регенерированного активного угля GR-150 (пр-ва Малайзия) полученного с одной из действующей ЗИФ с остаточным содержанием золота 0,07 мг/г. Для достижения эффективного сорбционного равновесия цианирование проводили в течение 48 ч. После опытов определяли содержание золота в жидкой и твёрдой фазах пульпы, а также в фазе угля.

Результаты представлены в таблице 4.5 и на рисунке 4.2. Полученная изотерма удовлетворительно описывается степенным уравнением Фрейндлиха с коэффициентами $K=3,4$ и $n=2,4$. Сорбция проходит достаточно эффективно, коэффициент распределения золота в условиях статического равновесия составил 2357-12455, ёмкость насыщенного угля достигала 4,36 мг/г.

При осуществлении противоточного сорбционного процесса в режиме динамического равновесия ожидаемая ёмкость насыщенного угля составляет 3-4 мг/г.

Таблица 4.5 – Изотерма сорбции золота регенерированным активным углем GR-150, полученная при цианировании продукта известково-кислородного окисления

Масса твёрдой фазы пульпы, кг	Объём жидкой фазы пульпы, л	Масса угля в пульпе, г	Содержание золота в твёрдой фазе хвостов, г/т	Равновесная концентрация золота в растворе, мг/дм ³	Ёмкость сорбента, мг/г
0,106	0,360	1,576	5,87	0,11	1,37
0,103	0,350	0,753	6,96	0,54	2,67
0,115	0,391	0,341	8,40	1,85	4,36

Примечания:

Условия цианирования: концентрация NaCN – 1-2 г/дм³, продолжительность – 48 ч;

Содержание золота в продукте известковой обработки до цианирования – 28,6 г/т

Остаточное содержание золота в исходном угле – 0,07 мг/г.



Рисунок 4.2 – Изотерма сорбции золота регенерированным активным углем GR-150, полученная при цианировании продукта известково-кислородного окисления

Выводы по главе 4

1. В главе приведены результаты лабораторных исследований по гидрометаллургической переработке флотоконцентрата месторождения «Кекура». По выбранной технологии флотоконцентрат поступает на бисерное измельчение, затем на кислородно-известковую обработку и сорбционное цианирование.

Целями работы являлись оптимизация режима гидрометаллургической переработки флотоконцентрата, в частности крупности, параметров известковой обработки и цианирования, а также определение извлечения золота в оптимальном режиме.

2. Измельчение флотоконцентрата проводили в лабораторной бисерной мельнице до конечной крупности 95-97 % 20-5 мкм. Установлено, что бисерный помол позволяет заметно повысить извлечение золота при последующем цианировании, причём пошаговое уменьшение крупности до 5 мкм обеспечивает постоянный прирост извлечения, вплоть до 69,2 %, однако расход NaCN повышается с 15,0 до 40,7 кг/т.

3. Исследовано влияние параметров процесса предварительной известково-воздушной обработки флотоконцентрата на показатели цианирования. Обработку проводили при pH=10-12 и Ж:Т=2,5-3,9:1. Варьирование крупности флотоконцентрата (20-5 мкм), температуры (20-75 °С) и продолжительности обработки (5-32 ч) не позволило добиться существенного улучшения результатов: извлечение находилось в пределах 53,2-70,1 % при его содержании в твёрдой фазе хвостов цианирования 10,3-17,1 г/т, расход NaCN составил 13,2-46,6 кг/т. Поскольку в указанных условиях наибольшее влияние на показатели извлечения золота оказывала крупность концентрата, сделан вывод о малой эффективности процесса известково-воздушной обработки. В последующем при проведении обработки воздух был заменён на технический кислород (90-95 % O₂).

4. Включение в схему двухстадиального ПКИО позволило добиться операционного извлечения золота 83,2 % при расходе NaCN – 13,0 кг/т и CaO – 60 кг/т. Однако оптимальными условиями известково-кислородной обработки приняты следующие: крупность исходного концентрата – 90-95 % минус 10 мкм, температура обработки – 70-80 °С, загрузка Pb(NO₃)₂ - 5 кг/т, продолжительность – 24 ч, расход CaO – 215 кг/т, O₂ – 100-110 кг/т. При последующем цианировании извлечение золота составило 83,4 % при расходе NaCN – 13,0 кг/т. Реализация данной технологии не требует кислотостойкого оборудования для операции кислородно-известковой обработки, а также позволяет значительно сократить концентрацию тиоцианидов в хвостах сорбции с 1024 мг/дм³ (без добавления нитрата свинца) до 288 мг/дм³, что положительно сказывается на последующем сокращении расхода гипохлорита при обезвреживании.

Процесс цианирования продукта известково-кислородной обработки в лабораторном масштабе не выявил особых технологических проблем, свойственных продуктам бисерного помола, таких как крайне высокий расход реагентов, обильное пенообразование, «критические» концентрации примесей в растворе и др.

6. Определена изотерма сорбции золота активным углем из цианистой пульпы. Изотерма сорбции удовлетворительно описывается уравнением Фрейндлиха с коэффициентами $K=3,4$ и $n=2,4$. Сорбция проходит достаточно эффективно, коэффициент распределения золота в равновесных условиях составил 2357-12455. В противоточном сорбционном процессе в установившемся режиме ёмкость угля по золоту составила 3-4 мг/г.

7. В целом лабораторные исследования показали, что предварительный бисерный помол флотоконцентрата «Кекура» позволяет повысить извлечение золота при его цианировании с 51,4 до 69,2 %. Дальнейшее повышение извлечения до 77-83,4 % возможно путём проведения известково-кислородной обработки измельчённого флотоконцентрата, позволяющей окислить до 36-57 % сульфидов.

ГЛАВА 5. УКРУПНЕННЫЕ ИСПЫТАНИЯ ТЕХНОЛОГИИ БИСЕРНОГО ПОМОЛА И ПОСЛЕДУЮЩЕЙ ГИДРОМЕТАЛЛУРГИЧЕСКОЙ ПЕРЕРАБОТКИ ФЛОТОКОНЦЕНТРАТА МЕСТОРОЖДЕНИЯ «КЕКУРА»

На данном этапе были проведены исследования по подбору параметров измельчения флотоконцентрата для достижения максимальной эффективности бисерного помола при минимальных энергозатратах.

На рисунке 5 представлена принципиальная схема проведения испытаний. По этой схеме флотоконцентрат измельчали в бисерной мельнице, затем подвергали процессу кислородно-известковой обработки и сорбционному цианированию.

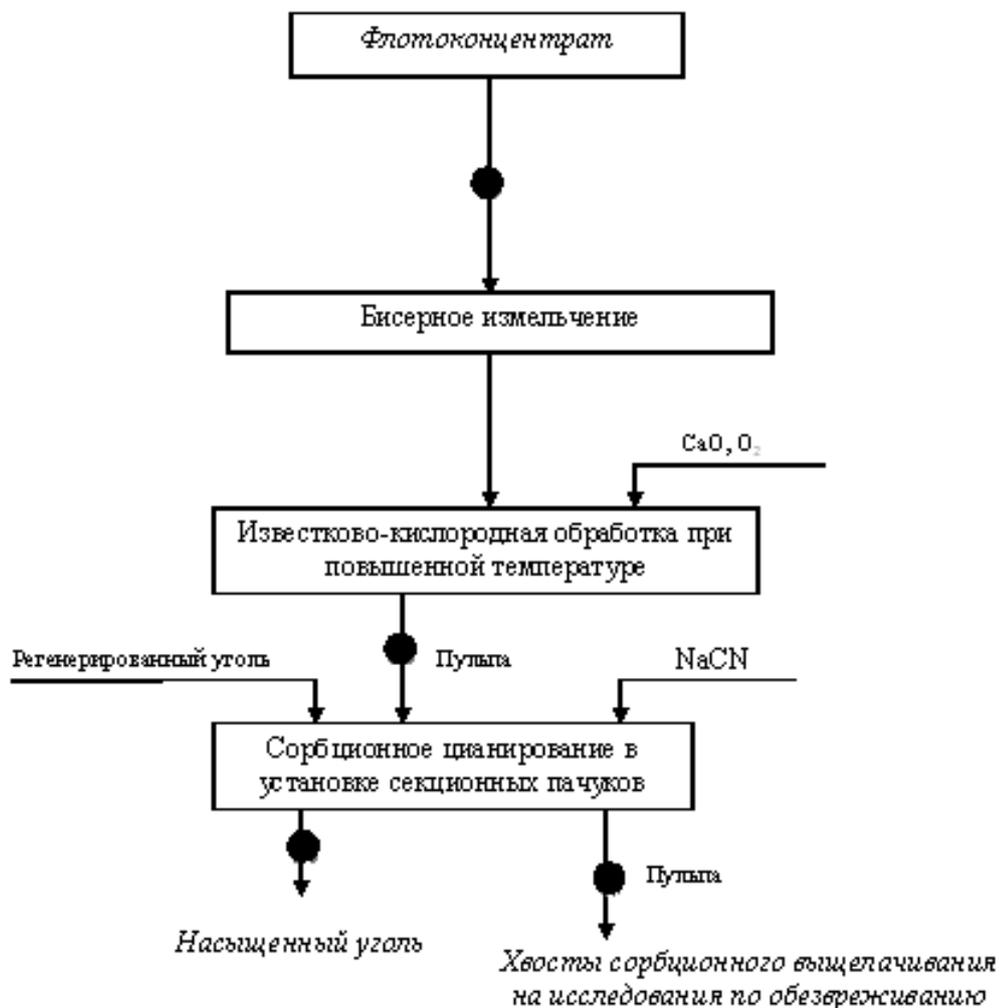


Рисунок 5 – Принципиальная схема проведения полупромышленных испытаний технологии гидрометаллургической переработки флотоконцентрата с указанием основных точек отprobования

Для подтверждения полученных на лабораторной стадии режимов основных технологических операций, уточнения расхода реагентов и показателей извлечения золота проведены полупромышленные испытания процесса бисерного помола и кислородно-известковой обработки с последующим цианированием полученного продукта.

Испытания проводили на укрупненной пробе флотоконцентрата, наработанного в промышленных условиях из руды месторождения «Кекура» в АО «Иргиредмет».

5.1 Измельчение флотоконцентрата

Среднее содержание золота в концентрате по данным пробирного анализа составило 36,6 г/т (34,9-38,0 г/т), крупность флотоконцентрата по результатам ситового анализа – 93 % класса минус 0,071 мм.

Измельчение флотоконцентрата проводили в бисерной мельнице МБП-1 производства ООО «БФК Инжиниринг», которая работает по принципу агитационных шаровых мельниц с ускорением измельчающей среды при помощи вала агитатора. Энергия мелющей среды передается на твердые частицы под действием сил столкновения и замедления, силы трения. Общий вид мельницы изображен на рисунке 5.1. В качестве измельчающей среды использован керамический бисер типа ZS (силикат циркония) размером 1,4-1,6 мм, удельным весом 4,1 кг/дм³, насыпным весом 2,5 кг/дм³.

Желаемая конечная крупность измельчения, оптимизированная на лабораторной стадии, составляла 92-96 % класса минус 10 мкм.

Измельчение проводили с варьированием следующих параметров:

- плотность поступающей на измельчение пульпы (50, 40 и 36 % тв.);
- частота вращения агитатора (750 и 1400 об/мин);
- объёмная загрузка бисера (73, 65 и 55 % от объёма мельницы).

Отбор пробы измельченного коллективного концентрата для определения гранулометрического состава осуществлялся из всего объема пульпы после измельчения.

В ходе проведения экспериментов по измельчению проводили замеры силы тока и напряжения для расчета энергетических затрат, затраченных на измельчение.



Обозначения: 1 – мельница; 2,3 – агитационные чаны, 4 – шкаф управления, 5 – перистальтический насос

Рисунок 5.1 – Общий вид бисерной мельницы МБП-1 производства ООО «БФК Инжиниринг»

Первую серию опытов по бисерному измельчению проводили при изменении плотности поступающей пульпы. Скорость потока пульпы в мельницу смоделирована соответственно продолжительности измельчения (время нахождения пульпы в мельнице пересчитывается на объем пульпы, находящейся в работающей мельнице).

Отбор пробы для определения гранулометрического состава проводится после измельчения всего объема пульпы в агитаторе с измельченным концентратом. При необходимости пульпу перекачивали в емкость питания мельницы и проводили следующую стадию измельчения. Результаты измельчения приведены на рисунке 5.2.

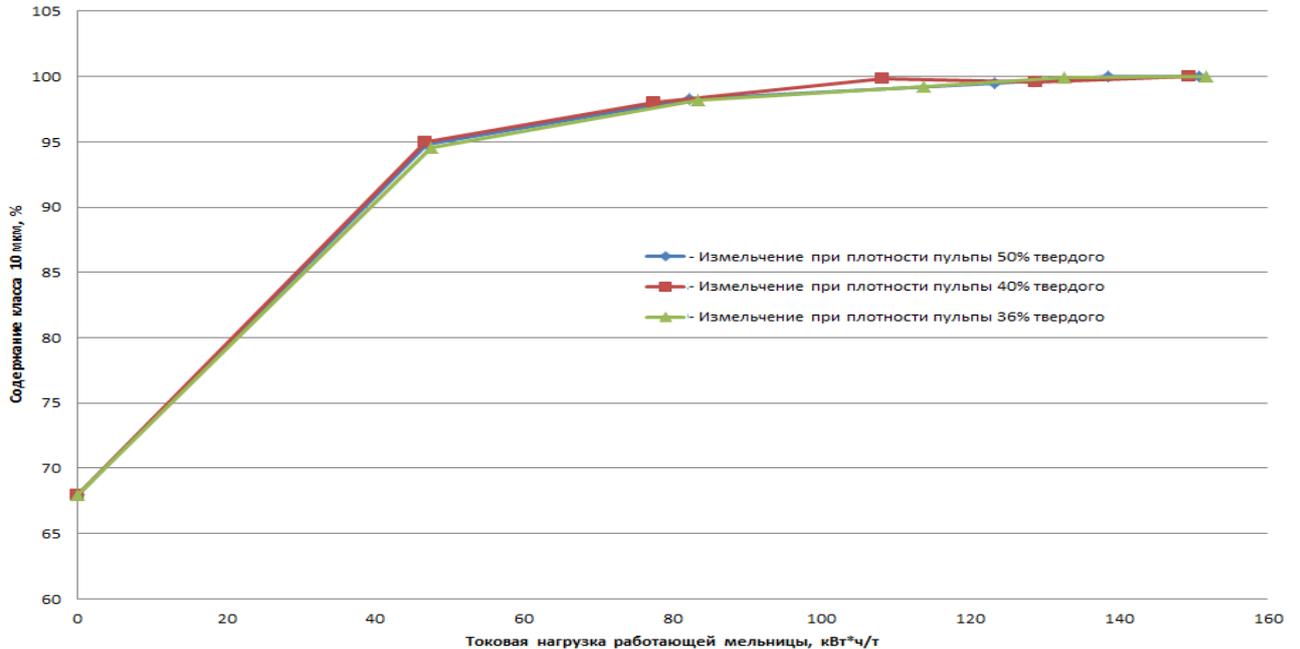


Рисунок 5.2 – Зависимость тонины помола от энергетических затрат на измельчение при различной плотности пульпы

Согласно графику, представленному на рисунке 5.2, при повышении плотности пульпы с 36 % до 50 % твердого энергетические затраты, пошедшие на измельчение флотоконцентрата до класса крупности 92-96 % минус 10 мкм, остаются примерно на одном уровне 39-43 кВт*ч/т. На графике измельчаемости флотоконцентрата варьирование плотностью поступающей на измельчение пульпы также не сказывается, чего нельзя сказать о производительности мельницы, которая составила 5,82 кг/ч при плотности пульпы 36 % тв.; 6,63 кг/ч при 40 % тв. и 8,96 кг/ч при 50 % тв. соответственно.

На следующем этапе определяли оптимальную бисерную загрузку мельницы. Опыты проводили при частоте вращения импеллера 750 об/мин и плотности поступающей на измельчение пульпы 50 % твердого. Скорость потока пульпы, поступающей в мельницу, 198 см³/мин.

На основании полученных результатов построены графики зависимости массовой доли класса 10 мкм от энергетических затрат, пошедших на измельчение в бисерной мельнице БФК (рисунок 5.3).

Опыт с загрузкой бисера 55 % от объема мельницы остановили из-за существенного выброса бисера в процессе измельчения за счет контакта с лопастями вращающегося импеллера.

В ходе проведения экспериментов по сверхтонкому измельчению с различной загрузкой бисера определили, что повышение шаровой загрузки приводит к повышению энергозатрат при постоянной скорости потока пульпы в мельницу, однако при малой загрузке бисера (55 % от объема мельницы) приводит к выбросу измельчительного материала (бисера) через технологические отверстия за счет высокой скорости импеллера.

Энергозатраты для получения 92-96 % класса минус 10 мкм составили:

- при 73 % загрузки бисера – 46,72 кВт*ч/т;
- при 65 % загрузки бисера – 35,6 кВт*ч/т;
- при 55 % загрузки бисера – 17,81 кВт*ч/т.

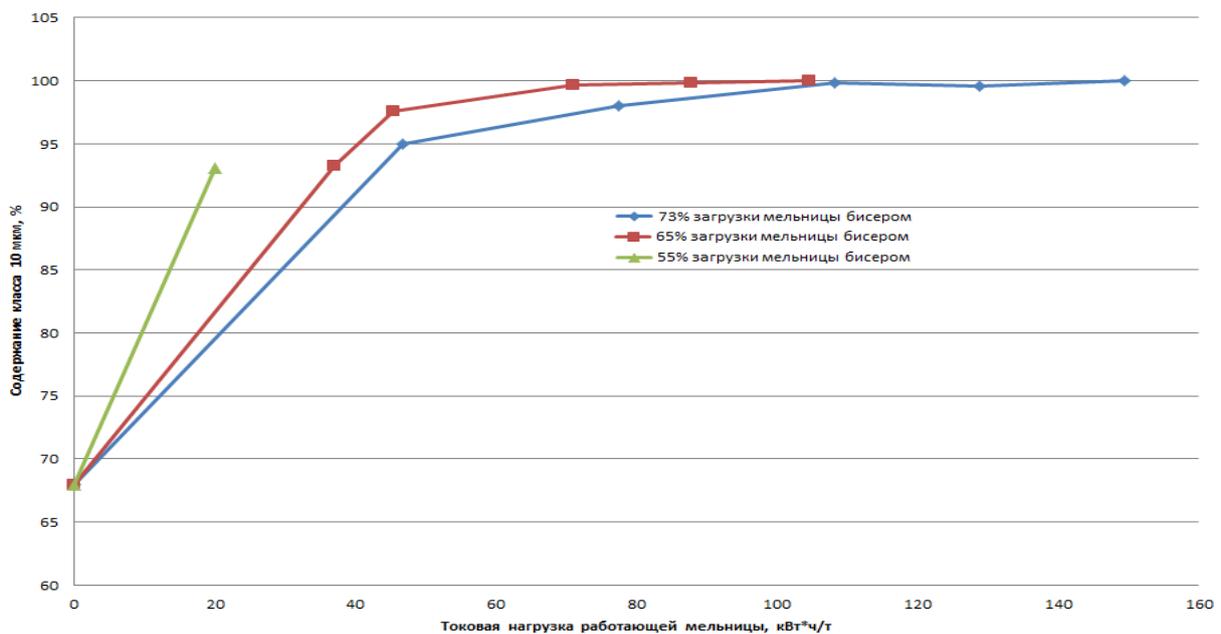


Рисунок 5.3 – Изменение содержания класса 10 мкм при измельчении в зависимости от энергозатрат при различной загрузке мельницы бисером

На основании полученных данных оптимальной является загрузка бисера 65 % от объема мельницы, при которой энергозатраты при измельчении флотоконцентрата до 92-96 % класса минус 10 мкм составляют 35,6 кВт*ч/т.

С целью повышения производительности бисерной мельницы за счет уменьшения времени измельчения материала провели исследования по влиянию скорости импеллера на грансостав измельчаемого материала и энергозатраты при измельчении. Результаты измельчения приведены в таблице 5.1 и на рисунке 5.4.

Условия проведения измельчения в мельнице БФК для определения оптимальной скорости вращения агитатора:

- объем заполнения мельницы шарами – 65 %;
- процесс измельчения – открытый цикл. При моделировании поточного режима измельчения в мельнице БФК измельченный продукт не смешивается с продуктом, поступающим в мельницу;
- плотность пульпы - 50% тв.

Таблица 5.1 – Грансостав измельчаемого флотоконцентрата при различных оборотах импеллера

Класс крупности, мкм	Содержание, %					
	исходный к-т	1 стадия	2 стадия	3 стадия	4 стадия	5 стадия
Измельчение при плотности пульпы 40% твердого (65% загрузки мельницы бисером, 750 об/мин)						
74	92,87	99,72	99,84	100	100	100
40	86,74	99,17	99,84	100	100	100
20	67,94	93,29	97,59	99,64	99,82	100
10	44,66	72,41	81,39	87,91	92,01	95,08
5	21,63	42,36	51,8	62,16	70,94	76,64
3	9,92	23,03	29,69	39,28	45,54	53,99
Измельчение при плотности пульпы 40% твердого (65% загрузки мельницы бисером, 1400 об/мин)						
74	92,87	100	100	99,9	99,94	100
40	86,74	99,92	99,5	99,21	99,35	100
20	67,94	95,04	97,95	97,47	98,68	99,84
10	44,66	75,73	86,24	86,82	90,37	92,17
5	21,63	46,36	59,68	62,68	66,41	69
3	9,92	26,28	34,56	38,03	41,17	42,74

Таким образом, установлено (рис. 5.4), что увеличение скорости вращения вала агитатора с 750 об/мин до 1400 об/мин фактически не влияет на изменение гранулометрического состава измельченного концентрата, однако приводит к повышению энергозатрат, пошедших на процесс измельчения для достижения 92-96 % класса минус 10 мкм с 35,6 кВт•ч/т до 88,6 кВт•ч/т соответственно.

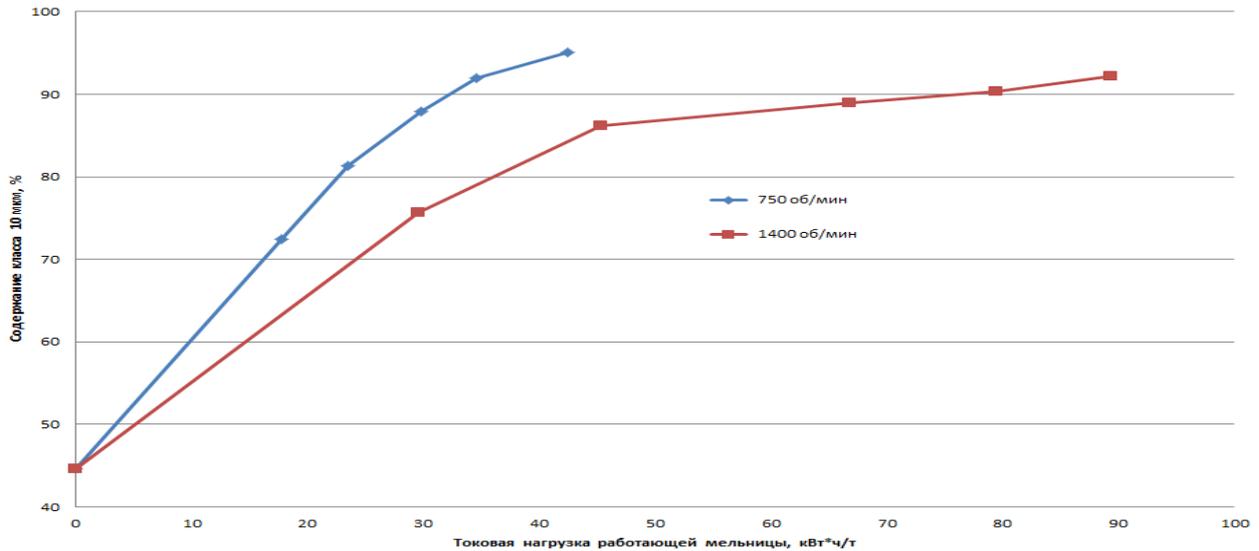


Рисунок 5.4 – Изменение содержания класса 10 мкм в зависимости от энергозатрат при различной скорости вращения вала агитатора мельницы

В целом, по результатам выполненных исследований на флотоконцентрате с применением мельницы сверхтонкого измельчения, производства ООО «БФК Инжиниринг», можно сделать следующие выводы:

1. Для достижения крупности 92-96 % минус 10 мкм оптимальным является измельчение в проточном режиме, который полностью соответствует промышленным условиям измельчения, при плотности поступающей на измельчение пульпы 50 % тв., загрузке бисера 65 % от рабочего объема мельницы и при скорости импеллера 750 об/мин.

2. Энергозатраты для достижения необходимой тонины помола в мельнице МБП-1 составляют – 35,6 кВт·ч/т. Для достижения данных результатов при перерасчете на промышленный масштаб потребуется одна мельница сверхтонкого помола.

3. Удельный расход бисера типа ZS, производства SiLi будет составлять 0,124 кг/т концентрата или 0,025 кг/т руды без учета разовой загрузки мельниц.

Для подтверждения полученных результатов был выполнен контрольный опыт по сверхтонкому измельчению флотоконцентрата «Кекура» массой 27,3 кг в бисерной мельнице МБП-1. Массовая доля класса минус 10 мкм в продукте бисерного измельчения составила 92,4 % (табл. 5.2). Суммарные затраты электроэнергии на измельчение составили 35,6 кВт·ч на 1 т флотоконцентрата.

Для оценки эффективности бисерного измельчения провели замер полной удельной поверхности флотоконцентрата исходной крупности и измельченного в процессе бисерного помола. Удельная поверхность составила: $4,74 \text{ м}^2/\text{г}$ – 92,6 % минус 71 мкм (исх. крупность), $16,4 \text{ м}^2/\text{г}$ – 92,4 % минус 10 мкм (бисерный помол).

Таблица 5.2 – Гранулометрический состав флотоконцентрата «Кекура» до и после его бисерного измельчения

Крупность частиц, мкм	Массовая доля класса «минус», %	
	Исходный к-т	Измельчённый к-т
71	92,6	100,0
40	81,9	99,9
30	75,3	99,5
20	64,2	98,5
15	55,6	96,9
10	43,0	92,4
7	32,5	85,7
5	23,6	76,7
3	12,7	57,3

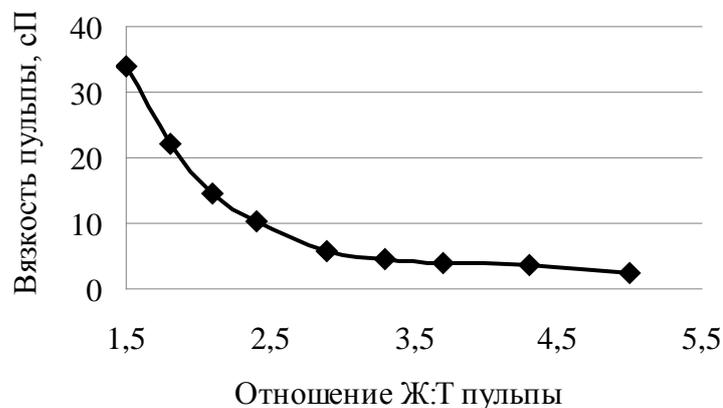
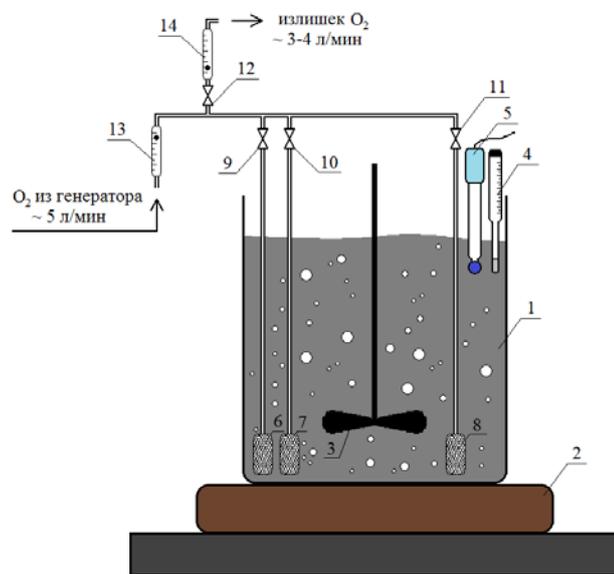


Рисунок 5.5 – Зависимость вязкости пульпы от отношения Ж:Т для флотоконцентрата «Кекура», измельчённого до 10 мкм [124].

5.2 Кислородно-известковая обработка тонкоизмельченного флотоконцентрата «Кекура»

Кислородно-известковую обработку измельчённого флотоконцентрата проводили в статическом режиме. Аппаратурная схема установки приведена на рисунке 5.6. Пульпу помещали в реакционный сосуд объёмом 10 дм^3 (поз. 1 на ри-

сунке 5.6), оснащённый внешним электрическим нагревателем (поз. 2), механическим перемешивателем (поз. 3), термометром (поз. 4) и стеклянным электродом для контроля pH (поз. 5), затем включали перемешивание и нагревание. После нагревания пульпы до 70-80 °С, начинали подачу кислорода, через 3 пористых диспергатора суммарной площадью 50-60 см² (поз. 6-8), установленных в нижней части реактора и добавляли Pb(NO₃)₂. Режим подачи кислорода регулировали с помощью запорной арматуры (поз. 9-12), объёмный расход кислорода определяли с помощью ротаметров (поз.13, 14).



Обозначения:

- 1 – Реакционный сосуд объёмом 10 дм³
- 2 – Внешний электрический нагреватель
- 3 – Механический перемешиватель
- 4 – Термометр
- 5 – Стеклянный электрод, соединённый с pH-метром
- 6, 7, 8 – Керамические диспергаторы O₂ суммарной площадью 50-60 см²
- 9, 10, 11, 12 – Запорная арматура
- 13, 14 – Ротаметры O₂

Рисунок 5.6 – Аппаратурная схема установки для проведения известково-кислородной обработки измельчённого флотоконцентрата

Использовали технический кислород (~95 % O₂), получаемый от лабораторного генератора; расход O₂ составлял 1-2 дм³/мин. Продолжительность обработки составляла 24 ч. Замеры концентрации растворённого O₂ в пульпе показали, что в первые 8 ч она составляла 2-5 мг/дм³, затем постепенно увеличивалась и в конце опыта составляла 11-13 мг/дм³. Известь (CaO) добавляли вручную в виде извест-

кового молока порциями по 5-15 кг/т при снижении рН пульпы менее 9,5. После обработки пульпу охлаждали до комнатной температуры, отбирали лабораторную пробу пульпы объёмом 0,1 дм³ и определяли показатели цианирования вскрытой пробы – цианировали при Ж:Т=3,5:1, расходе NaCN ~20 кг/т, объёмной загрузке угля – 10 % и продолжительности 24 ч. Всего проведено 3 укрупнённых опыта, результаты которых приведены в таблице 5.3.

Таблица 5.3 – Результаты укрупнённых опытов по известково-кислородной обработке флотоконцентрата «Кекура» после его бисерного измельчения до 10 мкм [125]

Параметры и показатели		Значения		
		Опыт №1	Опыт №2	Опыт №3
Массовая доля компонентов в исходном продукте до вскрытия	Au, г/т	36,6		
	S _{сульф} , %	11,4		
Начальный объём пульпы, дм ³		10,0	8,5	4,7
Начальная масса твёрдого в пульпе, кг		2,43	2,41	1,24
Начальное отношение Ж:Т		3,8	3,2	3,5
рН пульпы в процессе обработки		10,5	11,0	10,0
Температура пульпы при обработке, °С		75-80		
Концентрация O ₂ при обработке, мг/дм ³		10-12		
Суммарный расход СаО, кг на 1 т флот-га		207	282	119
Конечный объём пульпы, дм ³		10,5	9,4	5,1
Конечная масса твёрдого в пульпе, кг		3,21	3,42	1,43
Конечное отношение Ж:Т		2,9	2,4	3,2
Выход твёрдой фазы, % от исходного		105	115	100
Расчетная масса прореагировавшего кислорода, кг на 1 т флот-га		70-90	90-110	20-30
Массовая доля S _{сульф} в продукте вскрытия, %		4,8	4,39	6,08
Степень окисления сульфидов, %		57	60,8	45,7
Расчётное содержание золота в продукте вскрытия, г/т		34,8	31,8	36,6
Содержание золота в хвостах цианирования вскрытого продукта, г/т		5,77	5,3	6,8
Операционное извлечение золота при цианировании лабораторной пробы, %		83,4	83,3	81,4

Опыты были проведены при варьировании расхода извести в процессе обработки:

Опыт №1 – «средний» расход извести 207 кг/т;

Опыт №2 – «повышенный» расход извести 282 кг/т;

Опыт №3 – «пониженный» расход извести 119 кг/т.

Как видно из полученных данных, окисление сульфидов прошло достаточно эффективно во всех трёх опытах – степень вскрытия составила 45,7-57,0 %. Выход твёрдой фазы составил 105-115 % от массы исходного продукта. В процессе известково-кислородной обработки произошло снижение удельной плотности твёрдой фазы с 3,2 до 2,8-3,0 г/см³.

Оптимальными следует признать условия в опыте №1, когда извлечение золота при последующем цианировании составило 83,4 %. Увеличение расхода СаО в опыте №2 практически не привело к повышению показателей цианирования, а уменьшение указанных параметров в опыте №3 привело к снижению извлечения золота при цианировании до 81,4 %.

Следует отметить, что расчётное количество кислорода, истраченного на целевой процесс окисления сульфидов, составило 20-110 кг на 1 т исходного концентрата, что соответствует приблизительно 5-10 % от использованного количества O₂. В промышленном процессе нецелевой расход кислорода будет существенно ниже из-за использования более совершенной системы диспергирования и увеличения давления в зоне диспергирования (за счёт столба пульпы в аппарате).

Жидкая фаза пульпы после обработки в опыте 2 содержала, мг/дм³: Au – <0,1; Са – 874; S – 2210; Cu – 0,12; Fe – <0,5; Zn – <0,02.

5.3 Цианирование продукта кислородно-известковой обработки

Сорбционное цианирование продукта кислородно-известковой обработки проводили в секционной установке пачуков. Аппаратурная схема установки приведена на рисунке 5.7.

Исходную пульпу после известково-кислородной обработки подвергали контрольному грохочению на сите 0,3 мм для исключения засорения дренажных сеток при цианировании. Класс плюс 0,3 мм полностью состоял из нерудных примесей, таких как мелкий сколотый бисер, материал упаковки (полиэтилен, бумага) и др., его выход составил 0,06 масс. %. Отгрохоченную пульпу порциями по

0,5 л подавали в расходную ёмкость (поз. 1 на рисунке 5.7) объёмом 1 дм³, оснащённую механической мешалкой. Одновременно с пульпой в ёмкость загружали известь при расходе 2-3 кг на 1 т продукта вскрытия, обеспечивающем значение рН при цианировании не менее 11, а концентрацию СаО в жидкой фазе хвостов – не менее 0,2 %. Из расходной ёмкости пульпу с помощью перистальтического насоса (поз. 2) перекачивали в десятикамерную установку пачуков с пневматическим перемешиванием с объёмом одной камеры – 0,25 дм³ (поз. 3). Движение пульпы между камерами осуществлялось самотеком.

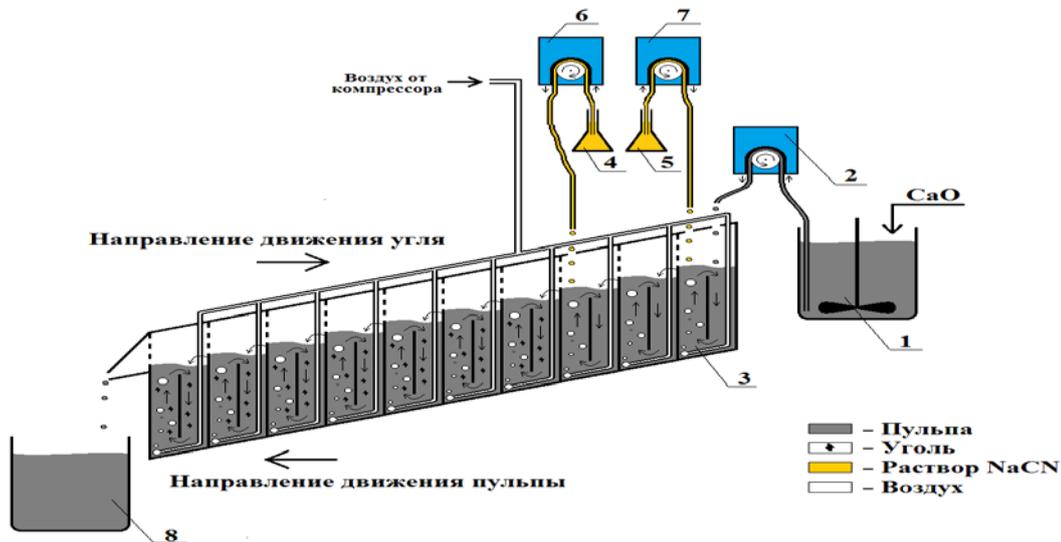
Продукт, подаваемый на цианирование, имеет относительно развитую поверхность (крупность 10-20 мкм) и, как следствие, проявляет сорбционную активность по отношению к цианистому комплексу золота (относительная активность на уровне 10-20 %), поэтому осуществлён так называемый СП-процесс без стадии предварительного цианирования. Поскольку продукт является относительно богатым по золоту (~30 г/т), было реализовано 10 ступеней сорбционного цианирования.

На лабораторной стадии исследований был установлен достаточно высокий расход NaCN на процесс выщелачивания (~ 13 кг/т); для снижения расхода целесообразной является «дробная» подача реагента, поэтому было организовано две точки подачи цианида – в 1-й и 3-й пачуки. Подачу крепкого (1,5-2,5 %-ого) раствора NaCN осуществляли из ёмкости (поз. 4,5) с помощью перистальтических насосов малой производительности (поз. 6,7). Указанная концентрация и поток NaCN подобрана для разбавления пульпы до оптимального Ж:Т=3,0-3,5 и для восполнения потерь воды за счёт испарения. Расход NaCN регулировали, исходя из его концентрации в головных пачуках не менее 2 г/дм³, а в хвостах – не менее 1 г/дм³.

С целью сокращения продолжительности вывода установки на стационарный режим работы в установку был загружен сорбент, насыщенный золотом в процессе цианирования концентратов аналогичного вещественного состава, а именно уголь марки GR-150 (насыпная плотность – 0,57 г/см³) с содержанием зо-

лота, которое приведено в таблице 5.4. В три хвостовые пачука добавлен регенерированный уголь с остаточным содержанием золота 0,07 мг/г.

Установка проработала непрерывно в течение 152 ч. Показатели работы установки за весь период приведены в таблице 5.5.



Обозначения:

- 1 – Расходная ёмкость исходной пульпы с механическим перемешиванием, объём 1 дм³;
- 2 – Перистальтический насос подачи пульпы, производительность 60-600 см³/ч;
- 3 – Десятикамерная установка пачуков сорбционного цианирования с пневматическим перемешиванием, объём одной камеры – 0,25 дм³;
- 4,5 – Расходные ёмкости раствора NaCN;
- 6,7 – Перистальтические насосы подачи раствора NaCN, производительность 10-100 см³/ч;
- 8 – Приёмная ёмкость хвостов сорбционного цианирования.

Рисунок 5.7 – Аппаратурная схема установки по цианированию продукта известково-кислородной обработки

Таблица 5.4 – Содержание золота в угле, загруженном перед началом испытаний по ступеням сорбции в установку цианирования

Номер ступени сорбции	Загрузка угля, г	Содержание золота в угле, мг/г	Количество золота, мг
1	5,7	2,15	12,26
2	5,7	0,89	5,07
3	5,7	0,46	2,62
4	5,7	0,23	1,31
5	5,7	0,16	0,91
6	5,7	0,14	0,80
7	5,7	0,14	0,80
8	5,7	0,07	0,40
9	5,7	0,07	0,40
10	5,7	0,07	0,40
Итого:	57,0	-	24,97

Таблица 5.5 – Динамика параметров и показателей работы установки по сорбционному цианированию продукта известково-кислородной обработки

Продолжительность работы установки, ч	Содержание золота в твёрдой фазе питания цианирования, г/т	Концентрация компонентов в жидкой фазе пульпы								Содержание золота в твёрдой фазе хвостов цианирования, г/т	Содержание золота в насыщенном угле, мг/г	Общие потери золота с хвостами сорбции, г/т	Операционное извлечение золота на уголь, %
		2-й пачук		4-й пачук		Хвосты сорбции							
		NaCN, г/дм ³	CaO, г/дм ³	NaCN, г/дм ³	CaO, г/дм ³	Au, г/дм ³	pH	NaCN, г/дм ³	CaO, г/дм ³				
Пульпа от опыта № 1 по известково-кислородной обработке (расход CaO –207 кг/т). Отношение Ж:Т в пульпе при цианировании - 3:1; производительность по твёрдому - 0,043 кг/ч; производительность по пульпе - 0,14 л/ч; расход CaO - 2-3 кг/т. Продолжительность сорбционного цианирования - 18 ч. Удельный поток угля - 5,6 кг на 1 т питания, расход NaCN - 13,8 кг/т.													
0	ЗАПУСК УСТАНОВКИ, НАЧАЛО ПОДАЧИ ПУЛЬПЫ												
22	34,7	1,5	0,25	2,3	0,15	-	-	-	-	5,6	2,93	5,63	83,77
28		2,3	0,20	1,1	0,10	0,01	11,1	0,6	0,25				
32	34,8	1,2	0,20	2,6	0,25	0,01	11,1	0,9	0,30	5,4	3,56	5,43	84,4
36		1,5	0,20	2,3	0,30	0,01	11,0	1,3	0,40				
40		2,8	0,30	2,8	0,30	0,01	11,1	1,9	0,30				
44	34,7	1,9	0,30	2,2	0,20	0,01	11,1	1,4	0,10	5,5	3,41	5,53	84,06
48		2,5	0,30	1,4	0,20	0,01	11,0	1,4	0,10				
52		2,2	0,30	1,5	0,25	0,01	11,0	1,4	0,20				
56	34,2	1,5	0,25	2,8	0,20	0,01	11,3	1,6	0,40	5,4	2,80	5,43	84,1
60		1,5	0,20	2,8	0,35	0,01	11,2	1,6	0,20				
64		1,3	0,30	2,1	0,20	0,01	11,1	1,3	0,30				
Среднее:	34,6	1,87	0,26	2,16	0,24	0,01	11,1	1,34	0,26	5,48	3,18	5,51	84,07

Продолжение таблицы 5.5

Начало подачи пульпы от опыта № 2 по известково-кислородной обработке (расход СаО –282 кг/т). Остальные параметры те же													
68	33,3	1,6	0,25	2,4	0,20	0,01	11,3	1,6	0,10	5,7	3,23	5,73	82,7
72		1,3	0,20	2,0	0,20	0,01	11,2	1,2	0,10				
76		1,4	0,30	2,1	0,15	0,01	11,3	1,3	0,05				
80	33,4	1,3	0,35	1,9	0,10	0,01	11,1	1,0	0,01	5,5	4,31	5,53	83,4
84		1,4	0,20	1,9	0,20	0,01	11,0	1,2	0,01				
88		1,1	0,20	1,4	0,15	0,01	10,9	1,2	0,01				
92	32,8	1,1	0,05	2,5	0,15	0,01	11,1	1,0	0,01	4,4	3,84	4,43	86,5
96		1,5	0,10	2,0	0,20	0,01	10,9	0,8	0,01				
100		1,6	0,20	2,7	0,30	0,01	11,4	1,1	0,01				
104	33,6	1,7	0,20	2,3	0,15	0,01	10,9	0,6	0,15	4,7	3,65	4,70	86,0
108		1,6	0,20	2,2	0,15	0,01	10,9	1,1	0,20				
112		2,2	0,15	2,0	0,20	0,01	11,0	1,2	0,10				
116	33,9	1,8	0,15	2,2	0,20	0,01	10,9	1,0	0,10	5,0	3,98	5,03	85,1
120		1,6	0,10	2,2	0,15	0,01	10,6	1,0	0,10				
124		1,5	0,15	2,1	0,25	0,01	10,7	1,1	0,15				
Среднее:	33,4	1,51	0,19	2,13	0,18	0,01	11,0	1,09	0,07	5,05	3,80	5,08	84,8
Начало подачи пульпы от опыта № 3 по известково-кислородной обработке (расход СаО –119 кг/т). Удельный поток угля снижен до 4,3 кг на 1 т питания. Остальные параметры те же													
128	36,6	1,6	0,20	2,6	0,30	0,01	11,1	0,9	0,15	6,6	4,17	6,65	81,8
132		1,9	0,25	2,6	0,25	0,02	11,3	1,0	0,15				
136		1,8	0,20	2,1	0,20	0,02	10,7	1,6	0,10				
140	36,5	1,3	0,30	1,8	0,10	0,01	10,3	1,1	0,10	6,8	4,18	6,84	81,3
144		1,0	0,20	1,8	0,20	0,01	10,9	1,0	0,10				
148		1,2	0,05	1,2	0,05	0,02	10,8	1,2	0,10				
Среднее:	36,55	1,47	0,20	2,02	0,18	0,02	10,9	1,13	0,12	6,70	4,18	6,74	81,5
152	РАЗГРУЗКА УСТАНОВКИ, ОКОНЧАНИЕ ПОДАЧИ ПУЛЬПЫ												

Период испытаний можно условно поделить на три этапа, в каждый из которых последовательно перерабатывалась пульпа от трёх опытов по ПКИО:

1. В первый этап (первые 64 ч) перерабатывали пульпу от опыта №1 по известково-кислородной обработке (см. таблицу 5.3). Происходило заполнение установки пульпой, установление заданных рабочих параметров и выход на стационарный режим работы. Отношение Ж:Т в пульпе при цианировании составляло 3:1, производительность по твёрдому – 0,043 кг/ч, по пульпе – 0,14 л/ч; расход СаО – 2-3 кг/т, продолжительность цианирования – 18 ч, удельный поток угля – 5,6 кг на 1 т питания, расход NaCN – 13,8 кг/т. Противоток угля начали через 24 ч после запуска установки и осуществляли раз в 6 часов до окончания испытаний; в хвостовой пачук добавляли регенерированный уголь с остаточным содержанием золота 0,07 мг/г.

Средние потери золота с твёрдой фазой хвостов цианирования составили 5,48 г/т, с жидкой – 0,03 мг/дм³, суммарные – 5,51 г/т, что соответствует операционному извлечению золота 84,07 %.

2. На втором этапе (следующие 60 ч) перерабатывали пульпу от опыта №2 по известково-кислородной обработке. Режимные параметры процесса не меняли. Средние потери золота с твёрдой фазой хвостов цианирования составили 5,05 г/т, с жидкой – 0,03 мг/дм³, суммарные – 5,08 г/т, что соответствует операционному извлечению золота 84,8 %.

3. На третьем этапе (следующие 28 ч) перерабатывали пульпу от опыта №3 по известково-кислородной обработке. Удельный поток угля снижен с 5,6 до 4,3 кг/т. Средние потери золота с твёрдой фазой хвостов цианирования составили 6,7 г/т, с жидкой – 0,04 мг/дм³, суммарные – 6,74 г/т. Учитывая малую продолжительность третьего этапа (в связи с отсутствием достаточного количества материала для питания установки), сопоставимую с продолжительностью цианирования, его результаты (по содержанию золота в твёрдой и жидкой фазах хвостов) следует считать не представительными, так как замещение в аппаратах цианирования пульпы от опыта №2 пульпой от опыта №3 не завершилось к моменту разгрузки установки. Бóльший интерес представляют содержания золота по ступеням сорб-

ции в твёрдой и жидкой фазах пульпы, а также в фазе угля, полученные при разгрузке установки, то есть в момент, когда пульпа от опыта №3 максимально заполнила установку цианирования. Эти данные сведены в таблице 5.6.

Следует отметить, что по результатам лабораторного теста (проведённого в относительно «жестких» условиях) по цианированию пробы от опыта № 3 (см. таблицу 5.3) извлечение золота составило 81,4 % при его содержании в хвостах 6,8 г/т. Как видно из таблицы 5.5, выщелачивание золота в укрупнённо-лабораторной установке проходит достаточно эффективно – близкие к лабораторным показатели извлечения золота (содержание в твёрдой фазе 8,7-9,3 г/т) достигаются в 3-6 пачуках. В 7-10 пачуках на момент разгрузки, очевидно, находилась смесь хвостов цианирования пульпы от опытов №2 и №3 с «промежуточным» содержанием золота 6,6-7,7 г/т.

В ходе проведения испытаний с целью оценки эффективности процессов выщелачивания и сорбции растворённого золота периодически определяли «разрез по пачукам» – содержание золота в жидкой и твёрдой фазах в 1,3,5,7,9 пачуках цианирования; полученные результаты приведены в таблице 5.7. Как видно, выщелачивание проходит достаточно эффективно – минимальное содержание золота достигается в 3-6 пачуках, эффективное время цианирования составило 5-9 ч.

Хвостовая пульпа от всех трёх этапов (на последнем этапе брали пульпу из 5 пачука, полученную при разгрузке установки) испытаний была дополнительно процианирована в течение 6 и 12 ч в статических условиях (на бутылочном агитаторе) в режиме сорбционного цианирования (10 об. % угля) при концентрации NaCN 1-2 г/дм³. Во всех шести опытах не получено дополнительного извлечения золота, превышающего погрешность пробирного анализа, что говорит о достаточной продолжительности цианирования в укрупнённо-лабораторной установке.

Сорбция растворённого золота на уголь протекала достаточно эффективно, среднее извлечение растворённого золота на одной ступени сорбции за весь период испытаний составило 38 %. Ёмкость насыщенного угля составила 2,80-4,31 мг/г (в среднем 3,64 мг/г), что является вполне приемлемым показателем.

Таблица 5.6 – Содержание золота в продуктах, полученных при разгрузке установки по сорбционному цианированию продукта известково-кислородной обработки

Аппарат	Твёрдое		Жидкое		Уголь			Общая масса золота в аппарате, мг
	Содержание золота в твёрдом, г/т	Масса золота, мг	Концентрация золота в жидком, мг/дм ³	Масса золота, мг	Масса угля, г	Содержание золота в угле, мг/г	Масса золота, мг	
1 пачук сорбции	10,4	0,78	4,45	0,98	5,7	4,03	22,97	24,65
2 пачук сорбции	9,5	0,71	4,63	1,02	4,4	3,28	14,58	16,31
3 пачук сорбции	8,7	0,65	1,34	0,29	5,1	2,31	11,85	12,80
4 пачук сорбции	9,3	0,70	0,25	0,06	7,1	1,29	9,19	10,03
5 пачук сорбции	9,2	0,69	0,15	0,03	8,3	0,65	5,37	6,10
6 пачук сорбции	8,8	0,66	0,04	0,01	7,1	0,39	2,78	3,45
7 пачук сорбции	7,7	0,58	0,03	0,01	5,4	0,38	2,06	2,64
8 пачук сорбции	7,4	0,56	0,01	0,00	4,3	0,28	1,21	1,77
9 пачук сорбции	6,9	0,52	0,01	0,00	4,3	0,20	0,86	1,37
10 пачук сорбции	6,6	0,50	0,01	0,00	3,7	0,18	0,67	1,16
Итого:	-	6,34	-	2,40	55,5	-	71,54	80,28

Таблица 5.7 – Содержание золота в твёрдой и жидкой фазах пульпы по пачукам при сорбционном цианировании продукта известково-кислородного вскрытия в укрупнённо-лабораторной установке

Показатели		Значения по датам		
		31.05. 6:00	02.06. 6:00	03.06. 22:00
Концентрация золота (мг/дм ³) в жидкой фазе пульпы по ступеням сорбции	1	4,60	3,17	4,45
	3	0,94	0,75	1,34
	5	0,17	0,22	0,15
	7	0,05	0,06	0,03
	9	0,01	0,01	0,02
Содержание золота (г/т) в твёрдой фазе пульпы по ступеням сорбции	1	6,6	5,8	10,4
	3	5,9	-	8,7
	5	5,2	4,9	9,2
	7	5,1	-	-
	9	5,5	5,4	-

Десорбцию золота проводили по стандартной технологии: для угольного сорбента был использован автоклавно-щелочной метод (температура процесса 165 °С, концентрация NaOH – 5 г/дм³).

В процессе проведения испытаний периодически контролировали концентрацию Ag, Cu, Zn, Ni, Fe в жидкой фазе пульпы, а также в насыщенном угле. Результаты анализов приведены в таблице 5.8. Следует отметить относительно невысокую концентрацию вредных примесей в растворах цианирования, их суммарное содержание (кроме серебра) не превысило содержание золота в насыщенном угле, что подтверждает высокую эффективность сорбционного процесса.

Таблица 5.8 – Среднее содержание примесей в жидкой фазе пульпы и насыщенном угле при сорбционном цианировании

Компоненты	Концентрация компонентов в жидкой фазе, мг/дм ³			Содержание компонентов в насыщенном угле, мг/г
	Продукт известково-кислородной обработки	Головной пачук сорбции	Хвосты сорбции	
Ag	<0,05	1,55	<0,05	1,23
Cu	0,22	67,9	94,0	0,34
Zn	1,11	1,27	1,8	0,77
Ni	<0,10	1,83	0,56	0,38
Fe	<0,10	1,32	6,6	0,98
CNS ⁻	35	102	288	-

Исходный регенерированный и насыщенный в процессе цианирования угли были сданы на рентгеноструктурный анализ, выполненный на микроанализаторе Camebax SX 50, который показал относительно низкое количество (и приблизи-

тельно равное) примесей (в основном Са) в углях. Рудные компоненты практически отсутствуют в фазе углей. Эти данные свидетельствуют о высокой эффективности применения активного угля при сорбционном цианировании концентратов «Кекура».

При содержании серебра в цианируемом концентрате на уровне 10-15 г/т, на уголь его извлекается не менее 90 %, содержание серебра в хвостах цианирования составляло не более 1,0 г/т.

Сводные результаты испытаний по сорбционному цианированию продукта известково-кислородной обработки приведены в таблице 5.9.

Таблица 5.9 – Сводные параметры и показатели работы установки по сорбционному цианированию продукта известково-кислородной обработки концентрата «Кекура»

Параметры и показатели		Значения
Производительность по твёрдому, кг/ч		0,043
Содержание золота в исходном продукте, подаваемом на цианирование, г/т		34,8
Массовая доля класса минус 10 мкм в твёрдой фазе пульпы, %		92,4
Отношение Ж:Т в пульпе при цианировании		3,0:1
Поток пульпы, дм ³ /ч		0,14
Число ступеней сорбционного цианирования, шт		10
Продолжительность цианирования, ч		18
Объём одной ступени цианирования, дм ³		0,25
Расход NaCN, кг/т		13,8
в том числе: химический (безвозвратный)		10,2
потери с хвостами сорбции		3,6
Концентрация NaCN в жидкой фазе, г/дм ³	В пачуках сорбции	1,8
	В хвостах сорбции	1,2
Концентрация СаО в жидкой фазе, г/дм ³	В пачуках сорбции	0,21
	В хвостах сорбции	0,13
Концентрация золота в жидкой фазе, мг/дм ³	1 пачук сорбции	4,07
	3 пачук сорбции	1,01
	5 пачук сорбции	0,18
	7 пачук сорбции	0,05
	9 пачук сорбции	0,01
	Хвосты сорбции	0,01
Ёмкость насыщенного угля, мг/г		3,64
Ёмкость регенерированного угля, мг/г		0,07
Расчётная продолжительность пребывания угля на сорбционном цианировании, ч		241
Поток угля, г/ч		0,23

Продолжение таблицы 5.9

Общая загрузка угля, г	56,0
Насыпная плотность угля, г/см ³	0,57
Концентрация угля в пульпе, г/дм ³	23
Содержание золота в твёрдой фазе хвостов сорбции, г/т	5,48
Общие потери золота с хвостами сорбции, г/т	5,51
Операционное извлечение золота на уголь при сорбционном цианировании, %	84,07

В таблице 5.10 приведен баланс золота, поступившего в сорбционную установку и выведенного из неё за весь период испытаний, дебаланс составил плюс 1,14 %, что находится в пределах допустимого уровня разбаланса.

Таблица 5.10 – Баланс золота при полупромышленных испытаниях процесса сорбционного цианирования продукта известково-кислородной обработки

Продукт	Количество продукта, кг (л*)	Средневзвешенное содержание золота в продукте, г/т (мг/дм ^{3*})	Количество золота, мг
ЗАГРУЖЕНО:			
Продукт известково-кислородного вскрытия	6,53	34,8	227,244
Вода	18,5	-	-
Насыщенный уголь, загруженный по ступеням сорбции	0,057	-	24,97**
Регенерированный уголь	0,031	70	2,17
		Итого:	254,384
ВЫГРУЖЕНО:			
Твёрдая фаза хвостов сорбции	5,78	5,48	31,67
Жидкая фаза хвостов сорбции	17,34	0,03	0,52
Насыщенный уголь	0,031	3,64	111,02
Конечная разгрузка установки, в т.ч.:	-	-	108,28
Твёрдая фаза	0,75	-	8,34
Жидкая фаза	2,3	-	2,40
Уголь	0,056	-	97,54
		Итого:	251,49
		Дебаланс:	1,14%

Примечания:

* – количество растворов указано в дм³, а концентрация золота в них в мг/дм³

** – Расчёт количества золота в продуктах при разгрузке установки приведен в табл. 5.6

В таблице 5.11 приведены результаты *рационального анализа хвостов цианирования* (пульпы от опыта №1 по известково-кислородной обработке), которые свидетельствуют, что цианируемое золото в данном продукте отсутствует, это подтверждает достаточную эффективность испытанного режима цианирования. Из упорного золота 22,0 % или 1,05 г/т покрыто растворимыми в NaOH пленками, 26,3 % или 1,25 г/т ассоциировано с минералами, растворимыми в HCl (гидроксидами железа, карбонатами), 32,8 % или 1,56 г/т тонковкраплены в сульфиды и 18,9 % или 0,90 г/т приходится на породообразующие минералы.

Таблица 5.11 – Результаты рационального анализа хвостов сорбционного выщелачивания на золото

Формы нахождения золота и характер его связи с рудными и породообразующими компонентами	Распределение золота	
	г/т	%
В цианируемой форме	0	0
Извлекаемое цианированием после обработки NaOH	1,2	22,0
Извлекаемое цианированием после обработки HCl (ассоциированное с гидроксидами железа, карбонатами и др.)	1,44	26,3
Извлекаемое цианированием после обработки HNO ₃ (ассоциированное с сульфидами)	1,79	32,8
Тонковкрапленное в породообразующие минералы	1,03	18,9
Всего в исходной руде (по балансу)	5,46	100,0

5.4 Обезвреживание хвостов сорбционного цианирования

По данной схеме переработки флотоконцентрата образуются хвосты, содержащие токсичные примеси, в основном это цианиды, тиоцианаты и тяжелые металлы. Состав их жидкой фазы представлен в таблице 5.12.

На стадии проведения технологических исследований было определено, что для обезвреживания хвостов цианирования наиболее рационально использовать метод прямого хлорирования [126].

Таблица 5.12 – Ожидаемый химический состав жидкой фазы хвостов цианирования

Компонент	До обезвреживания	После обезвреживания
pH, ед	10,96	11,4
Концентрация, мг/дм ³ :		
Сухой остаток	1230,0	6100,0
Кальций	34,4	1400,0
Магний	0,11	н.о.
Хлориды	н.о.	2485,0
Сульфаты	99,0	377,0

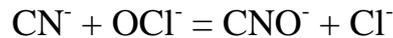
Продолжение таблицы 5.12

Цианиды	269,2	0,17
Тиоцианаты	288,0	0,15
Алюминий	1,60	0,071
Мышьяк	5,50	1,48
Кадмий	н.о.	н.о.
Кобальт	0,17	0,15
Медь	7,30	0,059
Железо	4,66	4,52
Марганец	н.о.	н.о.
Никель	1,18	0,61
Свинец	н.о.	н.о.
Сурьма	0,86	0,071
Цинк	2,55	н.о.

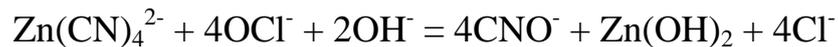
Примечание: н.о. – не обнаружено

Процесс хлорирования основан на окислении токсичных соединений хлор-содержащим окислителем, в качестве которого рекомендуется использовать гипохлорит кальция.

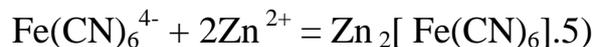
Окисление цианидов и тиоцианатов описывается уравнениями:



Происходит окисление и удаление цианидных комплексов металлов в щелочной среде (на примере цинка и меди):



Цианидные комплексы железа связываются в нерастворимые соединения с катионами цинка и меди, часть их остается в растворенном виде, окисляясь до цианидных комплексов трехвалентного железа:



Образующиеся в процессе хлорирования цианаты (CNO^-) могут окисляться гипохлоритом до азота и углекислого газа:



или подвергаться гидролизу до углекислого газа и аммонийных соединений:



Аммонийные соединения частично циркулируют с оборотной водой и в конечном итоге усваиваются природными микроорганизмами и микроводорослями, присутствующими в рудном материале, растворах и подстилающих грунтах.

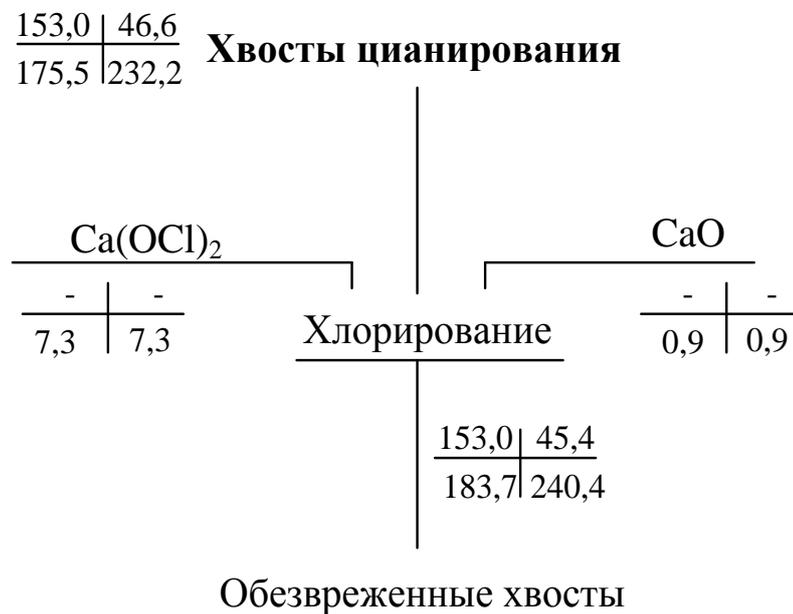
Процесс хлорирования проводят в щелочной среде с целью исключения образования сильно токсичного летучего соединения – хлорциана:



Образование и выделение хлорциана по реакции количественно начинается при рН ниже 9,8 - 10,0. В качестве подщелачивающего реагента, если его недостаточно в обезвреживаемых отходах, используют гидроксид натрия или «известковое молоко».

Обезвреженные хвосты цианирования направляются на складирование.

Технологическая схема предлагаемого процесса детоксикации приведена на рисунке 5.8. Основные технологические параметры представлены в таблице 5.13. Ожидаемый состав жидкой фазы обезвреженной пульпы – в таблице 5.12.



Твердого, т/ч	% твердого
Объем воды, м ³ /ч	Объем пульпы, м ³ /ч

Рисунок 5.4 - Технологическая схема процесса обезвреживания хвостов цианирования

Таблица 5.13 – Основные технологические параметры процесса обезвреживания хвостов цианирования

Наименование параметров	Рекомендуемое значение
Концентрация «активного хлора» в растворе гипохлорита для хлорирования пульпы, г/дм ³	40,0
Расход «активного хлора» (50 %), кг/т хвостов цианирования	55
Концентрация СаО (100 %) в растворе известкового молока для хлорирования пульпы, г/дм ³	100,0
Расход СаО (100 %), кг/т хвостов цианирования	0,6
Продолжительность операции хлорирования, ч	0,5
Продолжительность санитарной обработки пульпы, ч	0,5
Значение ОВП при хлорировании, мВ	210–220
Значение рН при хлорировании, ед	11,3–11,4

Выводы по главе 5

1. Проведены полупромышленные испытания технологии гидрометаллургической переработки флотоконцентрата месторождения «Кекура». По этой технологии флотоконцентрат подвергали бисерному помолу и известково-кислородной обработке, продукт обработки направляли на сорбционное цианирование. Содержание золота в исходном во флотоконцентрате – 34,9-38,0 г/т.

2. Совместно со специалистами ООО «БФК Инжиниринг» разработана аппаратурная схема сверхтонкого измельчения флотоконцентрата в вертикальной бисерной мельнице МБП-1. Определен удельный расход электроэнергии для достижения конечной крупности флотоконцентрата, который составил 35,6 кВт·ч/т. Отмечено увеличение удельной поверхности измельченного флотоконцентрата с 4,74 м²/г (исх. крупность 92,6 % - 71 мкм) до 16,4 м²/г (92,4 % - 10 мкм).

3. Измельченный флотоконцентрат подвергали операции кислородно-известковой обработке с загрузкой Pb(NO₃)₂. Вскрытие сульфидов осуществлялось достаточно эффективно – степень окисления составила 57 %, выход твердой фазы – 105 %, расход кислорода – 100-110 кг/т, извести – 207 кг/т.

4. Непрерывные укрупненные испытания угольно-сорбционной технологии переработки продуктов известково-кислородной обработки проведены в режиме СІL-процесса (без стадии предварительного цианирования, в связи с умеренной сорбционной активностью флотоконцентрата – 18 %) в следующих условиях:

Ж:Т=3:1, концентрация NaCN в жидкой фазе пульпы $\sim 1-2$ г/дм³, расход NaCN – 13,8 кг на 1 т питания цианирования, рН=10,5-11,5. Продолжительность цианирования составляла 18 ч, удельный поток угля – 4,3-5,6 кг на 1 т питания, концентрация угля в пульпе – 15-33 г/дм³.

В оптимальных условиях получена твёрдая фаза хвостов цианирования со средним содержанием золота 5,48 г/т и жидкая фаза с концентрацией золота 0,03 мг/дм³, суммарные потери – 5,51 г/т на 1 т флотоконцентрата. Операционное извлечение золота на уголь составило в среднем 84,07 %.

Сорбция растворённого золота на уголь протекала достаточно эффективно, среднее извлечение на одной ступени составляло 38 %. Ёмкость насыщенного угля по золоту достигала 3-4 мг/г.

Концентрация примесей, таких как Cu, Zn, Fe, Ni, в растворах цианирования относительно невелика, и они не должны составить проблему при сорбционном цианировании. Суммарное содержание этих компонентов в насыщенном угле не превысило содержание золота.

5. Для обезвреживания хвостов цианирования использован метод прямого хлорирования. На основании проведенных исследований расход активного хлора (50 %) составил – 55 кг/т, извести (100 %) – 0,6 кг/т.

ГЛАВА 6. РЕКОМЕНДУЕМАЯ СХЕМА ГИДРОМЕТАЛЛУРГИЧЕСКОЙ ПЕРЕРАБОТКИ ФЛОТОКОНЦЕНТРАТА МЕСТОРОЖДЕНИЯ «КЕКУРА»

По итогам комплекса проведенных технологических исследований рекомендована гидрометаллургическая схема извлечения золота из упорного флотационного концентрата, полученного при переработке руды месторождения «Кекура» (рисунок 6.1).

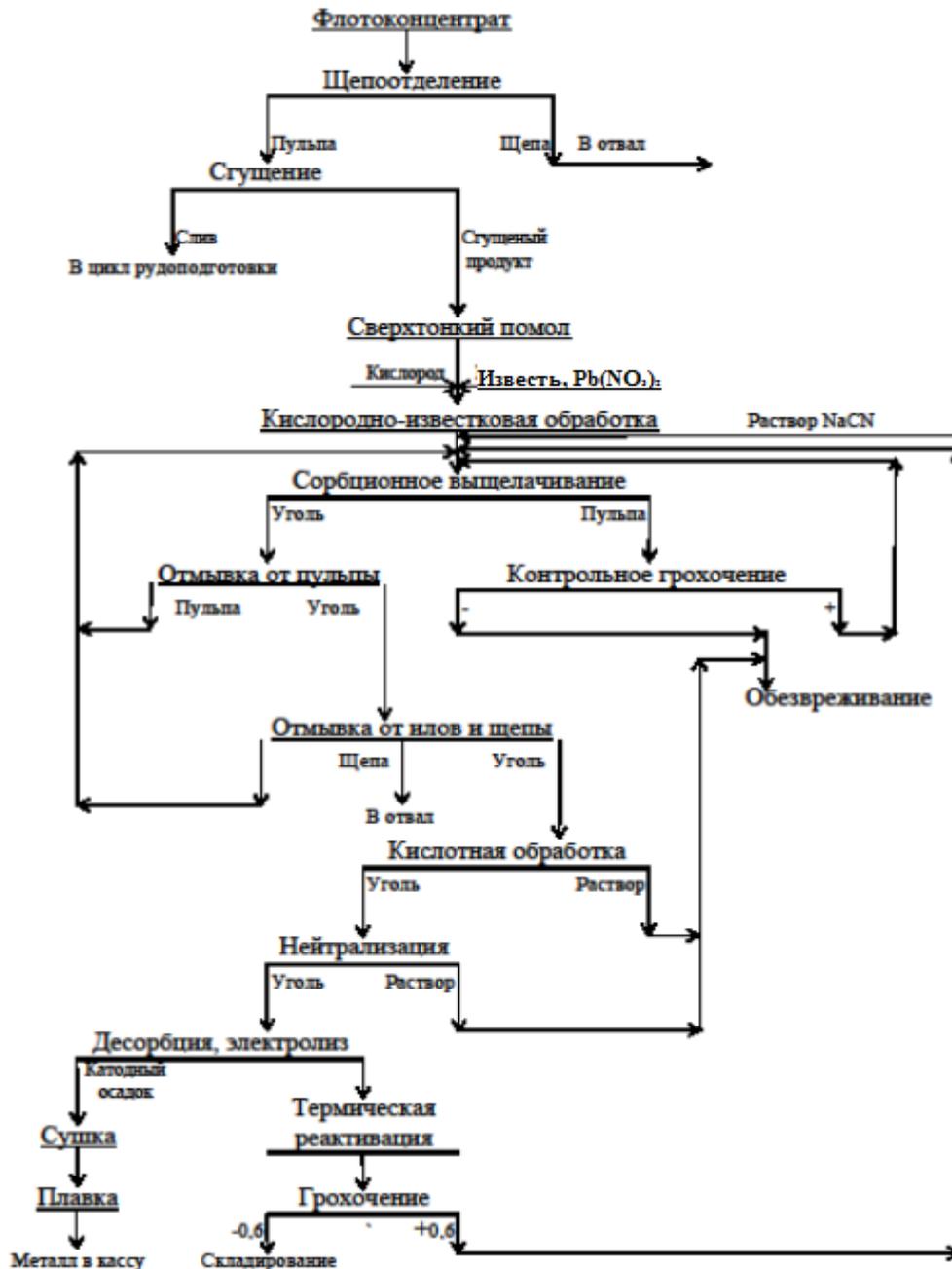


Рисунок 6.1 – Рекомендуемая технологическая схема гидрометаллургической переработки флотоконцентрата месторождения «Кекура» на основе сверхтонкого измельчения и последующей кислородно-известковой обработки

Согласно рекомендуемой технологии флотоконцентрат поступает на сгущение с последующим измельчением в мельнице сверхтонкого помола. Тонкоизмельченную пульпу направляют на ПКИО и последующее сорбционное цианирование с активным углем (СІЛ-процесс). Хвосты сорбции направляются на обезвреживание и последующее складирование. Насыщенный сорбент поступает на автоклавную десорбцию золота щелочными растворами, далее активный уголь подвергают термической реактивации. Золотосодержащий раствор направляют на электролиз с получением катодных осадков и последующей их плавкой на металл Доре.

Согласно рекомендуемой схеме переработки сульфидного флотоконцентрата месторождения «Кекура» операционное извлечение золота по гидрометаллургическому переделу составит 84,07 %, при расходе основных реагентов на 1 т флотоконцентрата, кг: NaCN – 13,8; CaO – 207, O₂ – 100-110, Pb(NO₃)₂ – 5.

ГЛАВА 7. ТЕХНИКО-ЭКОНОМИЧЕСКОЕ СРАВНЕНИЕ ГИДРОМЕТАЛЛУРГИЧЕСКОЙ ТЕХНОЛОГИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СВЕРХТОНКОГО ПОМОЛА И АВТОКЛАВНОГО И БАКТЕРИАЛЬНОГО ОКИСЛЕНИЯ ФЛОТОКОНЦЕНТРАТА МЕСТОРОЖДЕНИЯ «КЕКУРА»

В проведенных исследованиях рассматриваются результаты трех вариантов переработки флотоконцентрата «Кекура», с целью обоснования рациональной технологии переработки руды произведен укрупненный технико-экономический расчет.

Исходные данные для технико-экономического сравнения гидрометаллургической технологии с использованием автоклавного и бактериального окисления флотоконцентрата месторождения «Кекура» разработаны по результатам выполненной научно-исследовательской работы [127].

Вариант 1: сверхтонкий помол, ПКИО, сорбционное цианирование (Операционное извлечение золота на уголь 84,07 %).

Вариант 2: автоклавное окисление, сорбционное цианирование (Операционное извлечение золота на уголь 94,9 %).

Вариант 3: бактериальное выщелачивание, сорбционное цианирование (Операционное извлечение золота на уголь 94,5 %).

При проведении расчета капитальных и эксплуатационных затрат для сравнения вариантов технологии используются только переделы, отличающиеся набором технологического оборудования. К таким переделам относятся:

1. Передел вскрытия
2. Передел сорбционного цианирования
3. Передел обезвреживания

Все остальные затраты считаются равными и из расчетов исключены.

Исходные данные для расчетов:

1. Данные расчеты произведены на основании результатов полупромышленных испытаний.
2. Годовая производительность – 60 тыс.т. концентрата.

3. Концентрация золота во флотоконцентрате – 36,6 г/т.
4. Количество дней работы в году – 330, количество часов работы в сутки – 24.
5. Стоимость основного технологического оборудования рассчитана с учетом текущих цен заводов-изготовителей КНР и России. Стоимость СМР и транспортные расходы - 70 % от стоимости.
6. Стоимость материалов и реагентов принята по данным предприятий химической промышленности КНР, РФ и из Интернета.
7. Средняя заработная плата принята в размере 86 тыс. руб. в месяц. Численность трудящихся определена расстановкой по нормам обслуживания оборудования.
9. Отчисления в социальные фонды приняты в размере 30 % от фонда оплаты труда.
10. Амортизационные отчисления приняты по средним нормам по оборудованию - 10 %.
11. Затраты на текущий ремонт приняты в размере 5 % от стоимости оборудования без НДС.
12. Стоимость 1 тыс. кВт/ч электроэнергии принята по данным от ДЭС – 11787 руб. без НДС.
13. Затраты на аффинаж приняты 1 % от выручки от реализации продукции.
14. Курс доллара в расчетах составляет 60,0 руб. за 1 долл. США.
15. Стоимость золота принята в размере 2300,0 руб/г.

На рисунках 6.1-6.3 представлены рекомендуемые технологические схемы по трем вариантам гидromеталлургической переработки флотационного концентрата месторождения «Кекура».

7.1 Капитальные затраты

Расчет капитальных затрат по трем технологическим вариантам приведен в таблицах 7.1, 7.2 и 7.3.

Таблица 7.1 – Экспликация и стоимость основного технологического оборудования по варианту 1 (сверхтонкий помол флотоконцентрата в бисерной мельнице до крупности 95-100 % класса минус 10 мкм, кислородно-известковая обработка с продувкой пульпы кислородом до рН 10,0-10,5 при температуре 75-80 °С и последующее сорбционное цианирование, обезвреживание)

Наименование	Кол-во, шт.	Цена ед., тыс.руб	Стоимость, тыс. руб
Отделение измельчения			
Грохот для отделения щепы	1	300	300
Сгуститель 15 м	1	45000	45000
Бисерная мельница	1	39000	39000
Итого по отделению измельчения			84300
Отделение цианирования и сорбции			
Кислородная станция	1	70000	70000
Аппарат колонного типа для известковой обработки, вместимостью 100 м ³	6	2400	14400
Аппарат колонного типа для сорбционного цианирования ,вместимостью 50 м ³	12	2150	25800
Емкость подачи известкового молока V=2 м ³	1	241	241
Емкость подачи цианида натрия V=2 м ³	1	241	241
Накопительная емкость для регенерированного угля V=2 м ³	1	200	200
Хвостовой грохот	1	640	640
Грохот для угля	1	256	256
Колонна накопительная (промывочная) V=2 м ³	1	200	200
Итого по отделению цианирования и сорбции			111978
Отделение десорбции, регенерации и электролиза			
Комплектная установка (КНР)	1	20000	20000
Итого по отделению десорбции, регенерации и электролиза			20000
Отделение обезвреживания			
Контактный чан 20 м ³	2	1200	2400
Контактный чан 25 м ³	2	1400	2800
Итого по отделению обезвреживания			5200
Итого			221478
Прочее и неучтенное оборудование (20 % от "Итого")			44295,6
Всего по оборудованию			265774
СМР и транспортные расходы (70 % от "Всего по оборудованию")			186042
Всего капитальных затрат			451815

Таблица 7.2 – Экспликация и стоимость основного технологического оборудования [128] по варианту 2 (автоклавное окисление, сорбционное цианирование, обезвреживание)

Наименование	Кол-во, шт.	Цена ед., тыс.руб	Стоимость, тыс. руб
Отделение АО			
Сгуститель 15 м	1	45000	45000
Расходный чан 40 м ³	1	2400	2400
Автоклав	1	700000	700000
Кислородная станция	1	100000	100000
Испарительная колонна, объем 10 м ³	2	40000	80000
Скруббер, объем 10 м ³	1	18000	18000
Резервуар для конденсата, объем 40 м ³	1	3000	3000
Сгуститель кислотостойкий 15 м ²	1	70000	70000
Фильтр-пресс	2	12000	24000
Итого по отделению АО			1042400
Отделение сорбционного цианирования			
Чан известковой обработки 25 м ³	4	2400	9600
Аппарат колонного типа для сорбционного цианирования ,вместимостью 40 м ³	8	2121	16968
Емкость подачи известкового молока V=2 м ³	1	241	241
Емкость подачи цианида натрия V=2 м ³	1	241	241
Накопительная емкость для регенерированного угля V=2 м ³	1	200	200
Хвостовой грохот	1	640	640
Грохот для угля	1	256	256
Колонна накопительная (промывочная) V=2 м ³	1	200	200
Фильтр-пресс	1	12000	12000
Итого по отделению сорбционного цианирования			40346
Отделение десорбции, регенерации и электролиза			
Комплектная установка (КНР)	1	20000	20000
Итого по отделению десорбции, регенерации и электролиза			20000
Отделение обезвреживания			
Контактный чан 20 м ³	2	1200	2400
Контактный чан 25 м ³	2	1400	2800
Итого по отделению обезвреживания			5200
Итого			1107946
Прочее и неучтенное оборудование (20 % от "Итого")			221589
Всего по оборудованию			1329535
СМР и транспортные расходы (70 % от "Всего по оборудованию")			930675
Всего капитальных затрат			2260210

Таблица 7.3 – Экспликация и стоимость основного технологического оборудования по варианту 3 (бактериальное выщелачивание, сорбционное цианирование, обезвреживание)

Наименование	Кол-во, шт.	Цена ед., тыс.руб	Стоимость, тыс. руб
Отделение БВ			
Сгуститель 15 м	1	45000	45000
Чан контактный 3 м ³	1	140	140
Биореактор, 10 м ³	1	600	600
Чан контактный 100 м ³	2	2400	4800
Биореактор, 670 м ³	6	25000	150000
Сгуститель 18 м (кислостойкий)	1	80000	80000
Фильтр-пресс, 200 м ²	2	12000	24000
Чан нейтрализации 30 м ³ (кислостойкий)	3	4000	12000
Компрессор воздушный	2	50000	100000
Итого по отделению БВ			416540
Отделение сорбционного цианирования			
Пачук сорбционного цианирования 50 м ³	8	2500	20000
Чан известковой обработки 25 м ³	2	1400	2800
Емкость подачи известкового молока V=2 м ³	1	241	241
Емкость подачи цианида натрия V=2 м ³	1	241	241
Накопительная емкость для регенерированного угля V=2 м ³	1	200	200
Хвостовой грохот	1	640	640
Грохот для угля	1	256	256
Колонна накопительная (промывочная) V=2 м ³	1	200	200
Фильтр-пресс	1	12000	12000
Итого по отделению сорбционного цианирования			36578
Отделение десорбции, регенерации и электролиза			
Комплектная установка (КНР)	1	20000	20000
Итого по отделению десорбции, регенерации и электролиза			20000
Отделение обезвреживания			
Контактный чан 20 м ³	2	1200	2400
Контактный чан 25 м ³	2	1400	2800
Контактный чан 50 м ³	1	2121	2121
Контактный чан 100 м ³	2	4122	8243
Итого по отделению обезвреживания			15564
Итого			488682
Прочее и неучтенное оборудование (20 % от "Итого")			97736,4
Всего по оборудованию			586418
СМР и транспортные расходы (70 % от "Всего по оборудованию")			410493
Всего капитальных затрат			996911

7.2 Эксплуатационные затраты

7.2.1 Расчет затрат на заработную плату технологического персонала

Для обслуживания оборудования по трём технологическим вариантам принимается 74 человека, из них 15 ИТР, 39 рабочих основного производства и 20 человек вспомогательного производства. Коэффициент списочного состава – 1,8.

Принимаем зарплату ИТР – 86 000 руб. в месяц, рабочих основных профессий – 80 000 руб. в месяц, рабочих вспомогательных профессий – 71 000 руб. в месяц. Отчисления в социальные фонды – 30 %.

Суммарная заработная плата рабочих основного производства составит: (15 чел. x 86,0 тыс. руб. + 39 чел. X 80,0 + 20 x 71,0 тыс. руб.) x 12 мес. = 69 960 тыс. руб. в год.

Отчисления в социальные фонды – 69 960 x 30 % = 20 988 тыс. руб. в год.

Всего ФОТ с отчислениями – 69 960 тыс. руб. + 20 988 тыс. руб. = **90 948 тыс. руб. в год.**

7.2.2 Расчет затрат на реагенты

При расчете эксплуатационных расходов основное внимание при сопоставлении вариантов уделено определению затрат на химические реагенты, расходуемые в цикле выщелачивания и обезвреживания сточных вод гидromеталлургического процесса.

Расходы, цены (с учетом доставки, без НДС) и стоимости реагентов и материалов по первому, второму и третьему технологическому варианту представлены в таблицах 7.4, 7.5 и 7.6.

Таблица 7.4 – Затраты на реагенты и материалы по варианту 1

Наименование	Расход, кг/т к-та	Кол-во,т	Цена ед., тыс.руб	Стоимость, тыс. руб
Бисер для мельницы	0,02	1,2	940	1128
Известь	209	12540	10	125400
Цианид	13,8	828	178	147384
Кислота HCl	0,08	4,8	27	129,6
Уголь активированный	0,06	3,6	191	687,6

Продолжение таблицы 7.4

Гипохлорит кальция 50 %	55	3300	70	231000
Pb(NO ₃) ₂	5	300	100	30000
Итого				535729,2
Прочие и неучтенные расходы (20 % от "Итого")				107145,84
Всего				642875,04

Таблица 7.5 – Затраты на реагенты и материалы по варианту 2

Наименование реагента	Расход, кг/т к-та	Кол-во, т	Цена ед., тыс.руб	Стоимость, тыс. руб
Известняк (70% активности)	900	54000	3	162000
Известь (90% активности)	150	9000	10	90000
Цианид натрия (98 % активности)	7,5	450	178	80100
Уголь активированный	0,1	6	191	1146
Соляная кислота (27% активности)	0,001	0,06	27	1,62
Гипохлорит кальция (50% по «активному хлору»)	10	600	70	42000
Итого				375247,62
Прочие и неучтенные расходы (20 % от "Итого")				75049,524
Всего				450297,14

Таблица 7.6 – Затраты на реагенты и материалы по варианту 3

Наименование реагента	Расход, кг/т к-та	Кол-во, т	Цена ед., тыс.руб	Стоимость, тыс. руб
Сульфат аммония (90%)	5	300	30	9000
Фосфат аммония (90%)	3	180	32	5760
Сульфат калия (90%)	1,5	90	33	2970
Известняк (70% активности)	900	54000	3	162000
Известь (90% активности)	80	4800	10	48000
Цианид натрия (98 % активности)	12	720	178	128160
Уголь активированный	0,07	4,2	191	802,2
Соляная кислота (27% активности)	0,001	0,06	27	1,62
Гипохлорит кальция (50% по «активному хлору»)	15	900	70	63000
Итого				419693,82
Прочие и неучтенные расходы (20 % от "Итого")				83938,764
Всего				503632,58

7.2.3 Расчет затрат на электроэнергию

Расход электроэнергии по трем технологическим вариантам представлен в таблицах 7.7-7.9. Для сравнения технологических вариантов из данного расчета исключается расход по отделению прокали и плавки т.к. по этому отделению затраты по обоим технологическим вариантам принимаются равными.

Стоимость 1 тыс кВт/ч электроэнергии от ДЭС составляет 11787 руб. без НДС.

Таблица 7.7 – Установочная мощность основного оборудования по первому технологическому варианту

Наименование	Кол-во, шт	Установочная мощность электродвигателя, кВт	Суммарная установочная мощность, кВт	Коэффициент использования мощности	Среднечасовая нагрузка, кВт
Измельчение					
Грохот для отделения щепы	1	1,5	1,5	0,8	1,2
Сгуститель 15 м	1	10	10	0,8	8
Бисерная мельница	1	450	450	0,6	270
Цианирование					
Кислородная станция	1	1400	1400	0,7	980
Аппарат колонного типа для известковой обработки, вместимостью 100 м ³	6	10	60	0,8	48
Аппарат колонного типа для сорбционного цианирования, вместимостью 50 м ³	12	6	72	0,8	57,6
Хвостовой грохот	1	1,2	1,2	0,8	0,96
Грохот для угля	1	1,5	1,5	0,8	1,2
Десорбция и регенерация угля, электролиз					
Комплектная установка	1	360	360	0,8	288
Обезвреживание					
Чан контактный 20 м ³	2	4	8	0,8	6,4
Чан контактный 25 м ³	2	4	8	0,8	6,4
Итого					1667,76
Неучтенное оборудование (20 %)					333,55
Всего					2001,31

Таблица 7.8 – Установочная мощность основного оборудования по второму технологическому варианту

Наименование	Кол-во, шт	Установочная мощность электродвигателя, кВт	Суммарная установочная мощность, кВт	Коэффициент использования мощности	Среднечасовая нагрузка, кВт
Отделение АО					
Сгуститель	2	5	10	0,8	8
Расходный чан 40 м ³	1	7	7	0,8	5,6
Автоклав	1	300	300	0,8	240
Кислородная станция	1	3000	3000	0,8	2400
Скруббер	1	50	50	0,8	40
Фильтр-пресс	2	5,5	11	0,8	8,8
Цианирование					
Чан известковой обработки, 25 м ³	4	4	16	0,8	12,8
Аппарат колонного типа, вместимостью 40 м ³	8	5,5	44	0,8	35,2
Фильтр-пресс	1	5,5	5,5	0,8	4,4
Грохот	2	1,5	3	0,8	2,4
Десорбция и регенерация угля, электролиз					
Комплектная установка	1	360	360	0,8	288
Обезвреживание					
Чан контактный 20 м ³	2	4	8	0,8	6,4
Чан контактный 25 м ³	2	4	8	0,8	6,4
Итого					3058
Неучтенное оборудование (20 %)					611,6
Всего					3669,6

Таблица 7.9 -Установочная мощность основного оборудования по третьему технологическому варианту

Наименование	Кол-во, шт	Установочная мощность электродвигателя, кВт	Суммарная установочная мощность, кВт	Коэффициент использования мощности	Среднечасовая нагрузка, кВт
Бактериальное выщелачивание:					
Чан контактный 3 м ³	1	2,2	2,2	0,8	1,76
Биореактор 10 м ³	1	7	7	0,8	5,6
Чан контактный 100 м ³	2	15	30	0,8	24
Биореактор 670 м ³	6	100	600	0,8	480
Сгуститель	2	3	6	0,8	4,8
Фильтр-пресс	2	5,5	11	0,8	8,8
Емкость распульповочная	1	9	9	0,8	7,2
Насосы песковые и растворные	10	3	30	0,8	24

Продолжение таблицы 7.9

Насосы диафрагмовые	3	3	9	0,8	7,2
Компрессор воздушный	2	2000	4000	0,8	3200
Цианирование					
Пачук известковой обработки 25 м ³	2	7,5	15	0,8	12
Пачук сорбционного цианирования 50 м ³	8	2,2	17,6	0,8	14,08
Фильтр-пресс	1	5,5	5,5	0,8	4,4
Грохот	2	1,5	3	0,8	2,4
Десорбция и регенерация угля, электролиз					
Комплектная установка	1	360	360	0,8	288
Обезвреживание					
Чан контактный 20 м ³	2	4	8	0,8	6,4
Чан контактный 25 м ³	2	4	8	0,8	6,4
Чан контактный 50 м ³	1	5,5	5,5	0,8	4,4
Чан контактный 100 м ³	2	7,5	15	0,8	12
Итого					4113,44
Неучтенное оборудование (20 %)					822,69
Всего					4936,13

Годовые затраты на электроэнергию по трем технологическим вариантам составят:

Вариант 1: $2001,31 \cdot 24 \cdot 330 \cdot 11,787 = 186828,6$ тыс.руб;

Вариант 2: $3669,6 \cdot 24 \cdot 330 \cdot 11,787 = 342568,3$ тыс.руб;

Вариант 3: $4936,13 \cdot 24 \cdot 330 \cdot 11,787 = 460802,6$ тыс.руб.

7.2.4 Смета эксплуатационных затрат

Сводная смета годовых эксплуатационных затрат по вариантам технологий приведена в таблице 7.10.

Таблица 7.10– Сводная смета годовых эксплуатационных затрат

Наименование	Стоимость, тыс. руб		
	Вариант 1	Вариант 2	Вариант 3
Заработная плата	69960,0	69960,0	69960,0
Отчисления в соц.фонды	20988,0	20988,0	20988,0
Реагенты и материалы	642875,0	450297,1	503632,6
Электроэнергия	186828,6	342568,3	460802,6
Текущий ремонт (5 % от кап. затрат)	22590,8	113010,5	49845,6
Итого	943242,4	996824,0	1105228,7
Прочие и неучтенные расходы (5 % от "Итого")	47162,1	49841,2	55261,4
Итого	990404,5	1046665,1	1160490,1
На 1 т концентрата, руб	16506,7	17444,4	19341,5
На 1 г золота, руб	451,0	476,6	528,5

Продолжение таблицы 7.10

Амортизационные отчисления	26577,4	132953,5	58641,8
Всего	1016981,8	1179618,7	1219132,0
На 1 т концентрата, руб	16949,7	19660,3	20318,9
На 1 г золота, руб	463,1	537,2	555,2

7.3 Техничко-экономические показатели сравниваемых технологий

Техничко-экономические показатели по технологическим вариантам приведены в таблице 7.11. При расчете прибыли учитываются затраты, относящиеся к переделам сравниваемых технологий, отличающихся набором технологического оборудования, поэтому данная величина имеет условное значение.

Таблица 7.11 – Техничко-экономические показатели

Наименование показателя	Значение показателя		
	Вариант 1	Вариант 2	Вариант 3
Годовая переработка флотоконцентрата, тыс.т	60	60	60
Среднее содержание золота во флотоконцентрате, г/т	36,6	36,6	36,6
Извлечение золота, %	84,07	94,9	94,5
Годовое количество выпускаемого золота, кг	1846,2	2084,0	2075,2
Цена 1 г золота, руб	2300,0	2300	2300
Годовая выручка от реализации продукции, тыс.руб	4246207,6	4793209	4773006
Капитальные затраты, тыс. руб без НДС в т.ч.:	451815,1	2260210	996911,28
- оборудование	265773,6	1329535	586418,4
- СМР и транспортные расходы	186041,5	930674,6	410492,88
Удельные кап.затраты на тонну флотоконцентрата, руб.	7530,3	37670,2	16615,2
Годовые эксплуатационные расходы на переработку флотоконцентрата, тыс. руб.	1016981,8	1179618,7	1219132,0
Затраты на аффинаж (1 % от выручки от реализации)	42462,1	47932,1	47730,1
Прибыль (условная), тыс.руб	2727418,3	1267778,4	2492617,5
Налог на прибыль (20 %)	545483,7	253555,7	498523,5
Чистая прибыль (условная), тыс. руб	2181934,6	1014222,7	1994094,0
Себестоимость переработки 1 т флотоконцентрата, руб	16949,7	19660,3	20318,9
Себестоимость переработки 1 т флотоконцентрата с учётом затрат на аффинаж, руб.*	17657,4	20459,2	21114,4
Себестоимость 1 г золота с учётом затрат на аффинаж, руб.*	482,4	559,0	576,9

Примечание: * - данная величина является условной, т.к. она не учитывает ряд значимых затрат, в том числе затраты на добычу руды, содержание инфраструктуры, обслуживание кредитов и др.

Выводы по главе 7

По результатам сравнительного анализа технико-экономических показателей на данной стадии исследований можно сделать вывод о преимуществе варианта со сверхтонким бисерным помолом флотоконцентрата с последующей кислородно-известковой обработкой и сорбционным цианированием кеков с получением золота лигатурного перед вариантом, включающим автоклавное вскрытие флотоконцентрата с последующим сорбционным цианированием кеков, и вариантом, включающим бактериальное выщелачивание флотоконцентрата с последующим сорбционным цианированием. Этот вывод основан на определенных экономических преимуществах, которые выражаются разницей в условной себестоимости 1 г золота с учетом затрат на аффинаж, а также уменьшением капитальных затрат и эксплуатационных расходов.

Разработанная гидрометаллургическая технология со сверхтонким помолом, кислородно-известковым окислением и цианированием может быть использована для извлечения золота при переработке упорных концентратов аналогичного вещественного состава.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Основные научные и практические результаты диссертационной работы состоят в следующем:

1. Проведен анализ литературных данных по гидрометаллургической переработке упорных золотосодержащих руд и концентратов, который выявил перспективность использования гидрометаллургической технологии на основе сверхтонкого измельчения и кислородно-известковой обработки. По результатам анализа определены основные направления диссертационной работы.

2. С использованием комплекса физико-химических методов, включающих термодинамическое моделирование, рентгеноструктурный и минералогический анализы, экспериментальные исследования, изучено поведение мономинеральной фракции пирита в процессе сверхтонкого измельчения, кислородно-известковой обработки и цианирования.

С использованием рентгеноструктурного анализа показано, что при измельчении пирита в мельнице сверхтонкого помола с использованием в качестве измельчающей среды керамических шаров не происходит фазовых превращений.

Рентгеноструктурным и минералогическим анализами установлено, что в процессе кислородно-известковой обработки образуется труднорастворимый гипс и вторичные соединения железа (ярозиты и гидроксиды), которые представлены в аморфном состоянии и не фиксируются методом РФА. Также в ПКИО отмечено образование серы элементной, массовая доля которой в процессе окисления минерала снижается, что приводит к уменьшению расхода цианида натрия при последующей гидрометаллургической переработке.

Аналогичные фазовые превращения отмечены и для пирита, входящего в состав полисульфидного продукта, окисленного в процессе кислородно-известковой обработки на 89-92 %.

3. Определены значения удельной скорости окисления пирита в процессе кислородно-известковой обработки при различной температуре: $80^{\circ}\text{C} - 1,25 \cdot 10^{-9}$

моль/см²•с , 50°С – 0,75•10⁻⁹ моль/см²•с, 24°С – 0,46•10⁻⁹ моль/см²•с. Рассчитано значение кажущейся энергии активации окисления пирита.

4. Изучено изменение удельной поверхности пирита от крупности измельчения и в процессе кислородно-известковой обработки.

Показано преимущество использования бисерной мельницы в сравнении с шаровой. При достижении одинаковой конечной крупности материала в разных измельчительных аппаратах удельная поверхность отличается. Так, при помоле в бисерной и шаровой мельнице до 95 % класса минус 10 мкм удельная поверхность пирита составила 8,9 м²/г и 5,3 м²/г соответственно. Извлечение золота при последующем цианировании составило 14,3 % – при шаровом помоле и 21,6 % – при бисерном.

Установлено, что в процессе кислородно-известковой обработки увеличивается удельная поверхность тонкоизмельченного минерала в зависимости от его степени окисления.

5. Проведены исследования по оценке перспектив использования гидрометаллургической технологии на основе сверхтонкого измельчения и кислородно-известковой обработки упорных золотосульфидных концентратов различного вещественного состава. Для ряда объектов отмечен положительный эффект применения указанной технологии, заключающийся в повышении извлечения золота (на 30-70 %), и снижении расхода цианида натрия в цикле выщелачивания (на 5-20 кг/т).

Отмечено преимущество включения в схему двухстадиальной кислородно-известковой обработки на ряде предприятий РФ. На примере Боголюбовского флотоконцентрата, измельченного до 10 мкм, извлечение золота при цианировании увеличилось с 54,3 % (при исходной крупности и прямом цианировании) до 92,0 % при сокращении расхода NaCN на 5,5 кг/т. На указанную технологию получен патент № 2598742.

На основании проведенных исследований в качестве перспективного объекта для проведения дальнейших исследований по технологии со сверхтонким

помолом, кислородно-известковой обработкой и цианированием выбран флотоконцентрат месторождения «Кекура».

6. Определены оптимальные условия ПКИО и сорбционного цианирования флотоконцентрата «Кекура», обеспечивающие повышение извлечение золота при цианировании при умеренном расходе NaCN и уменьшение концентрации тиоцианатов в хвостах цианирования: ПКИО - крупность исходного концентрата – 90-95 % минус 10 мкм, температура обработки – 70-80°C, загрузка Pb(NO₃)₂ – 5 кг/т, продолжительность – 24 ч, расход CaO – 215 кг/т, расход O₂ – 100-110 кг/т; цианирование: концентрация NaCN 1-2 г/дм³, расход NaCN ~13 кг/т, продолжительность – 8-16 ч. Изучены реологические свойства тонкоизмельченного флотоконцентрата «Кекура», определена оптимальная вязкость пульпы для проведения гидрометаллургических процессов. По результатам исследований выдана рекомендуемая схема гидрометаллургической переработки флотоконцентрата «Кекура».

7. В процессе полупромышленных испытаний совместно со специалистами ООО «БФК Инжиниринг» разработана аппаратурная схема сверхтонкого измельчения флотоконцентрата в вертикальной бисерной мельнице МБП-1. Определен удельный расход электроэнергии для достижения конечной крупности флотоконцентрата, который составил 35,6 кВт·ч/т. Отмечено увеличение удельной поверхности измельченного флотоконцентрата с 4,74 м²/г (исх. крупность 92,6 % - 71 мкм) до 16,4 м²/г (92,4 % - 10 мкм).

По результатам полупромышленных испытаний, включающих сверхтонкое измельчение, кислородно-известковую обработку и сорбционное цианирование, операционное извлечение золота составило 84,07 % при расходе NaCN – 13,8 кг/т. На основании выполненных исследований разработан технологический регламент по переработке упорного золотосульфидного флотоконцентрата «Кекура» [129].

8. Укрупненные технико-экономические расчеты технологии, основанной на использовании сверхтонкого помола, кислородно-известковой обработкой и сорбционного цианирования флотоконцентрата «Кекура», в сравнении с гидрометаллургическими переработками с предварительным автоклавным и

бактериальным вскрытием, при годовой производительности предприятия 1200 тыс. т. руды в год, показали что экономический эффект от применения разработанной технологии может составить около 1,16 млрд. руб и 187,8 млн.руб. в сравнении с автоклавно-цианистой и биогидрометаллургической технологии соответственно.

9. Разработанная гидрометаллургическая технология на основе сверхтонкого измельчения, кислородно-известковой обработки и цианирования может быть использована для извлечения золота из упорных золотосульфидных концентратов аналогичного вещественного состава.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Лодейщиков, В.В. Технология извлечения золота и серебра из упорных руд / В.В. Лодейщиков – Иркутск: ОАО «Иргиредмет», 1999. - 2 т. - 786 с.
2. Богинская А.С. Современное состояние переработки упорных золотосодержащих руд и перспективы его развития / А.С. Богинская, Г.В. Петров, А.Я. Бодуэн, И.И. Мардарь.// Алматы: Комплексное использование минерального сырья, №2, 2013. С. 11-18.
3. Государственный доклад «О состоянии и использовании минерально-сырьевых ресурсов Российской Федерации в 2011 году» [электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.mnr.gov.ru/regulatory/detail.php?ID=131017>
4. Опыт механохимической обработки упорных золотосодержащих пиритных и арсенопиритных концентратов и продуктов их передела (По материалам отчета «Изыскание возможности использования процессов механохимической обработки для извлечения золота из руд и упорных концентратов». Руководители работы Рейнгольд Б.М., Молчанов В.И.) – Новосибирск, 1978.
5. Маркелов А.В. Особенности автоклавного вскрытия упорных золотосодержащих концентратов с высоким содержанием серы / А.В. Маркелов, А.С. Богинская, Л.В. Чугаев, Я.М., Шнеерсон // Сборник докладов четвертого международного конгресса «Цветные металлы-2012». Красноярск. 2012. С. 604-616.
6. Польшкин С.И., Адамов Э.В., Панин В.В. Технология бактериально-выщелачивания цветных и редких металлов/ Польшкин С.И., Адамов Э.В., Панин В.В. - М.: Недра, 1982. - 288 с.
7. Scaini M. Bancroft G., Knipe S. Mineral/ Scaini M. Bancroft G., Knipe S. -1998. V.83. P. 316-322.
8. Польшкин С.И., Юдина И.Н., Панин В.В. Безобжиговая схема извлечения золота из упорных мышьяк содержащих руд и концентратов с применением бактериального выщелачивания. / Польшкин С.И., Юдина И.Н., Панин В.В. //Гидрометаллургия золота - М.: Наука, 1980, с. 67-71.

9. Miller P. Bacterial oxidation of refractory concentrates / P. Miller, A. Brown//Developments in Mineral Processing, 2005. P. 403-433.

10. Goode J.R. —Refractory gold ore: causes, processes, testing and plants, inProceedings Annual SME Conference / Goode J.R. // Society for Mining, Metallurgyand Exploration: Colorado, 93-82, 1993. P. 121.

11. Van Aswegen, P.C. Design and operation of a commercial bacterial oxidationplant at Fairview / Van Aswegen P.C., Godfrey M.W., Miller D.M., Haines A. K.//Randol Perth International Gold Conference '89, 1989. P. 127-144.

12. Совмен В.К. Переработка золотоносных руд с применением бактериального окисления в условиях Крайнего Севера / Совмен В.К., Гуськов В.Н., Белый А.В. //Новосибирск: Наука, 2007. – 144 с.

13. Randol Intern. Ltd. Innovation in Gold and Silver Recovery: Phase IV /Randol Intern. Ltd – Colorado, 1992. – Vol. 1: Introduction. – P. 1-70.

14. Пат. 5013359 США, МКИ C22 И 11/00, В 03 D 1/00. Process for recoveringgold refractory from sulfidic ores / Fair K.J., Van Weert G., Schneider J.C. //Hydrochem Developments Ltd. № 264790; Заявл. 31.10.88; Оpubл. 07.05.91; НКИ75/744.

15. Плаксин И.Н. Автоклавный метод переработки сульфидных полиметаллических золотосодержащих концентратов / Плаксин И.Н., Синельникова А.И. // Металлургия цветных металлов. Московский институт цветных металлов и золота. – 1958. - №31. с. 298-300.

16. Плаксин И.Н. Изучение процесса окисления арсенопирита кислородом под давлением при повышенной температуре в щелочной среде / Плаксин И.Н., Мазурова А.А. //Изв. Вузов. Цветная металлургия. – 1959. - №4. – с. 97-105.

17. Болдырев, В.В. Механохимия и механическая активация твердых веществ. Успехи химии /В.В. Болдырев // РАН.- 2006.- Т.75, вып. 3.- С. 203-216.

18. Gao M. and Anderson W. The latest advances of ultrafine grinding – IsaMill technologies. GIIIS Symposium, Kalgoorlie. Australia, 2002.

19. Kazakoff, J., Smith S. and Curry, D. Introduction of IsaMill technology into a major gold flotation and leaching operation in Central Asia. International comminution Symposium, Comminution 06, Perth, Australia, March 15-17, 2006.

20. Меретуков М.А. Металлургия благородных металлов. Зарубежный опыт/М.А. Меретуков, А.М. Орлов – М.: Metallurgy, 1991. С. 416.

21. Lichter J.K.R. and Davey, G. Selection and sizing of ultrafine and stirred grinding mills. Mineral Processing Plant Design, Practice and Control, USA, 2002.

22. Rule C., The worlds first M10,000 IsaMill – operational experience at Anglo platinum's WLTR project since commissioning in late 2003 and further development of the technology for future applications in platinum industry. June 12 – 13, 2006 1st International Symposium on Ultrafine Grinding, Falmouth, UK.

23. Pease J.d., Curry D.C., Barns K.E., Young M.F., Rule C. Transforming Flowsheet Design with Inert Grinding – the IsaMill. CMP, 2006, Ottawa, Canada.

24. Технология Albion // [Электронный ресурс]. URL: <http://www.albionprocess.com/ru/pressreleases.html> (дата обращения 21.01.2016).

25. Технология Личокс// [Электронный ресурс]. URL: <http://www.minproc.ru/congress2009.html> (дата обращения 28.01.2016).

26. Albion // [Электронный ресурс] URL: <http://www.albionprocess.com/RU/Pages/default.aspx> (дата обращения 05.08.2016).

27. Золотодобыча [Электронный ресурс] // URL: <http://zolotodb.ru/articles/metallurgy/factory/11172> (дата обращения 28.09.2016).

28. Первая действующая система Leachox [Электронный ресурс] //URL:<http://www.maelgwyn.com/russian/firstleachoxsystem.html> (дата обращения 14.04.2015).

29. Чекушин В.С., Олейникова Н.В. Переработка золотосодержащих рудных концентратов (обзор методов) / В.С. Чекушин, Н.В. Олейникова // Известия Челябинского научного центра – вып. 4 (30) – 2005 – С. 95-101

30. Основы металлургии. т.1. ч.1. / Под ред. Н. С. Грейвера. –М.: Metallurgy, 1964. С. 661.

31. Петров Г.В. Особенности поведения редких микрокомпонентов при переработке сульфидных медных руд и пути повышения их производства / Г.В. Петров, А.Я. Бодуэн, А.Ю. Спыну, А.С. Богинская // Сборник докладов четвертого международного конгресса «Цветные металлы-2012». Красноярск. 2012. С. 158-160.

32. Петров Г.В. Ресурсы благородных металлов в техногенных объектах горно-металлургического комплекса России / Г.В. Петров, А.Я. Бодуэн, И.И. Мардарь, Б.С. Иванов, А.С. Богинская // М.: Успехи современного естествознания, №3, 2013. С. 145-148.

33. GFMS Gold Survey 2014 Update 2, Thomson Reuters [Электронный ресурс] / <https://forms.thomsonreuters.com>

34. Лодейщиков В.В. Техника и технология извлечения золота за рубежом / Лодейщиков В.В., Стахеев И.С., Васнякова Н.А., Игнатьева К.Д., Панченко А.Ф., Шубина О.А., Жучков И.А. - М.: Metallurgy, 1973. – 288 с.

35. Лодейщиков В.В. Методические рекомендации по типизации руд, технологическому опробованию и картированию коренных месторождений золота / В.В. Лодейщиков, А.В. Васильева // Иркутск: ОАО «Иргиредмет», 1997. – 164 с.

36. Таусон В.Л. Типоморфизм поверхности минералов / Таусон В.Л. // Вестник Отделения науки о Земле РАН, №1, 2002. - с 20-22.

37. Секисов А.Г. Дисперсное золото. Геологический и технологический аспекты / А.Г. Секисов, Н.В. Зыков. – Чита: ЧитГУ, 2007. – 270 с

38. Изучение инновационных методов переработки упорных сульфидных и углестосульфидных золотосодержащих концентратов на основе процессов сверхтонкого измельчения, механохимии и высокотемпературного выщелачивания; Информ. записка / Иргиредмет; Руководитель О.Д. Хмельницкая, Иркутск, 2010, 114 с.

39. Смагунов В.Н., Рейнгольд Б.М., Молчанов В.И. Об особенностях окисления пирита, активированного сверхтонким измельчением / В.Н. Смагунов, Б.М. Рейнгольд, В.И. Молчанов // «Ж. прикл. химии» – 1976, т.49. – С.2339-2341.

40. Nel G., Swarts A., Donegan S., Jonson G. Comparing the Milling Efficiencies of Pilot Scale Horizontal and Vertical Ultrafine Grinding Mills for Tati Sulfide Concentrate (Randol Perth 2005 Innovative Metallurgy Forum. - P. 96-104).

41. Аввакумов, Е.Г. Механические методы активации химических процессов/Е.Г. Аввакумов – Новосибирск: Наука, 1986.– 306 с.

42. Молчанов, В.И. Активация минералов при измельчении/ В.И. Молчанов, О.Г. Селезнева, Е.Н. – М.: Недра, 1988. – 208 с.: ил.

43. Сенченко, А.Е. Инновационная технология переработки упорного сульфидного сырья на основе ультратонкого измельчения и мягкого селективного окисления / А.Е. Сенченко, А.В. Аксёнов, А.В. Васильев // Материалы международной конференции «VII Конгресс обогатителей стран СНГ», МИСИС, 2009.

44. Xstrata-IsaMill: [Электронный ресурс]. Xstrata Technology Europe. URL: <http://www.isamill.com/EN/Pages/default.aspx> (Дата обращения: 20.07.2015).

45. Акунов, В.И. Струйные мельницы / В.И. Акунов. – М.: Машиностроение. 1967. – 264 с.

46. Муллов В.М., Лодейщиков В.В. О возможностях использования методов сверхтонкого измельчения и сорбционного выщелачивания для извлечения золота из упорных руд и концентратов // Изучение и внедрение методов обогащения и металлургической переработки руд благородных и редких металлов: Науч.тр. / Иргиредмет.- М., 1977.- Вып.30.- С.68-74.

47. Создание лабораторной установки для воздействия мощными электромагнитными импульсами на золоторудное сырьё: Информ. записка / Иргиредмет; Руководитель М.Ю. Комлев, Иркутск - 2011, 32 с.

48. Молчанов, В.И. Физические и химические свойства тонкодиспергированных минералов/ В.И. Молчанов, Т.С. Юсупов Т.С. – М.: Недра, 1981. – 160 с.

49. Chen, T.T. Characterizing gold in refractory sulfide gold ores and residues. /Chen T.T. // JOM, 2002. P. 20-22.

50. Fleming C.A. Basic iron sulphate - a potential killer for pressure oxidation processing of refractory gold concentrates if not handled appropriately / C.A. Fleming // SGS Minerals Services Technical Bulletin, 2009. P. 1-10.

51. Rossi G. Bio hydrometallurgy/ Rossi G. - Hamburg. McGraw-Hill, 1990. -346 p.

52. Ellis S., Gao M. The development of ultra grinding at Kalgoorlie Consolidated Gold Mines 2002 SME annual meeting, Phoenix Arizona, February 2002, Preprint 02-072.

53. Gao M., Young M.F., Cronin B. and Harbort G. IsaMill medium competency and its effect on milling performance. Minerals & Metallurgical Processing, vol. 18, № 2, p. 117-120, 2000.

54. Marmor P. Energiesparende Feinstmahlung mit der Sala-Agitated-Mi11 (SAM) // Aufbereit.- Techn. .- 1993.- 34, № 10.- S.506-510.

55. Curry D.C., Clark L.W. & Rule C. Collaborative Technology Development - Design and Operation of the World's Largest Stirred Mill (Randol Perth 2005 Innovative Metallurgy Forum. - P. 193-200).

56. Curry D.C., Clermont B. Improving the Efficiency of Fine Grinding - Development in Ceramic Media Technology (Randol Perth 2005 Innovative Metallurgy Forum. - P. 201-212).

57. Гаррелс Р. М. Растворы, минералы, равновесия. Пер. с англ. / Р.М. Гаррелс, И.Л. Крайст. –М.: Мир, 1968. С. 406.

58. Геохимические исследования в области повышенных давлений и температур. / Под ред. Н. И. Хиталова. –М.: Наука, 1965. С. 121.

59. Лаптев, Ю.В. Сера и сульфидообразование в гидрометаллургических процессах. / Ю.В. Лаптев, А.Л. Сиркис и Г.Р. Колонин. –Новосибирск: изд. «Наука», Сибирское отделение, 1987г. С. 160.

60. ООО ГеоПроМайнинг Голд. Описание технологического процесса «Albion» - 2012.

61. Пат. № 53331703, от 22.10.2003. Способ извлечения золота из тонкоизмельченных сульфидных руд или концентратов с пониженным расходом циани-

дов. Hourn Michael M; Ventura Rodrigo U; Willis John A; Winborne David. Пат. № EP1171641 (A1), от 16.01.2002. METHOD FOR TREATING PRECIOUS METAL BEARING MINERALS. Hourn Michael Matthew; Ventura Rodrigo Ulep; Willis John Anthony; Winborne David.

62. Curry D., Clermont B. Improving the Efficiency of Fine Grinding- Developments in Ceramic Media Technology. Ultrafine Grinding 06, June 12-13, 2006 Falmouth, UK.

63. Аксёнов, А.В. Способ вскрытия тонковкрапленного золота из упорного сульфидного сырья на основе сверхтонкого измельчения и атмосферного окисления / А.В. Аксёнов, А.В. Васильев // Материалы научно-практической конференции «Перспективы развития, экологии и автоматизации химических, пищевых и металлургических производств», Иркутск, ИрГТУ, 2009, С. 9-11.

64. Васильев, А.А. Разработка технологии переработки золотосодержащего тонкоизмельченного сырья с использованием атмосферного окисления// Диссертация на соискание ученой степени кандидата наук, Иркутск, 2011, с. 61-78.

65. J. Ficeriová, P. Baláž. Leaching of gold from a mechanically and mechanochemically activated waste. Acta Montanistica Slovaca. Vol. 15 (2010), No 3, pp. 183-187.

66. Senna, M.: Determination of effective surface area for the chemical reaction of fine particulate materials. Part. Syst. Charact. 6, 1989, 163-167.

67. Peters, E. 1986. Leaching of sulphides. Pages 445–462 in Advances in Mineral Processing. Edited by P. Somasundaran. Littleton, CO: SME.

68. Burkin, A.R. The Chemistry of Hydrometallurgical Processes. London: E. & F.N. Spon. 1966.

69. Osseo-Asare, K., T. Xue, and V.S.T. Ciminelli. 1984. Solution chemistry of cyanide leaching systems. Pages 173–197 in Precious Metals: Mining, Extraction & Processing. Edited by V. Kudryk, D.A. Corrigan, and W.W. Liang. Warrendale, PA: TMS.

70. Adams Mike D. Summary of gold Plants and Processers/ Adams Mike D. // Advances in gold ore processing. 2005. – Chapter 41. – P. 994-1013.

71. Галимжанов Э.К. Исследование процесса гидрометаллургического вскрытия упорного золота / Э.К. Галимжанов, В.В. Чесноков, Г.С. Плахин, Б.И. Песин // Metallurgy and Metal Science. – Alma-Ata, 1976. Вып.5 – с.60-63.

72. Чекушин В.С. Переработка золотосодержащих рудных концентратов / В.С. Чекушин, Н.В. Олейникова // Известия Челябинского научного центра. – 2005. –с. 95-100.

73. Фомченко, Н.В. Исследование процесса химического окисления золото-мышьяковых концентратов трехвалентным железом химической и биологической природы / Н.В. Фомченко, М.И. Муравьев // Биотехнология: состояние и перспективы развития: материалы пятого Московского международного конгресса – М.,2009. – С. 325-326.

74. M. Hourn, P. Rohner, P. Bartsch, K. Ngoviky. Benefits of Using the Albion Process for a North Queensland Project, and a Case Study of Capital and Operating Cost Benefits Versus Bacterial Oxidation and Pressure Oxidation, Perth, 2005.

75. Смагунов В.Н., Рейнгольд Б.Б., Молчанов В.И. Об особенностях окисления пирита, активированного сверхтонким измельчением // Журнал прикладной химии.- 1976.- Т. 49.- С. 2339-2341.

76. Листова Л.П. Растворимость сульфидов свинца, цинка и меди в окисленных условиях / Л.П. Листова, Г.Л. Бондаренко. – М.: Наука, 1969. С. 163.

77. Масленицкий, И.Н. Дисперсные включения золота в сульфиды железа / И.Н. Масленицкий // Записки Ленинградского Горного института. –1948. –Т. XVII-XVIII – С. 101-115.

78. Меретуков М.А. Золото и природное углистое вещество. / М.А. Меретуков. –М.: Изд. дом «Руда и Металлы», 2007. С. 112.

79. Свешников, Г.Б. Электрохимические процессы на сульфидных месторождениях. / Г.Б. Свешников. –Л.: Изд. ЛГУ, 1967, С. 159.

80. Bailey, L.K. Decomposition of pyrite in acids by pressure leaching and anodization: the case for an electrochemical mechanism / Bailey, L.K., Peters, E. // Canadian Metallurgy Quarterly 15 (4), 1976. P. 333.

81. Bakken, B.M. High-resolution microscopy of gold in unoxidized ore from the Carlin mine. / B.M. Bakken, M.F. Hochella Jr., A.F. Marshall, A.M. Turner // Nevada Econ. Geol. 84, 1989. P. 171-179.

82. Burg, G.H. Die Sichtbarmachung des feiverteilten goldes in goldhoffingen Erzen un ihre wirtschaftliche Bedeutung./ G.H. Burg// Metall. Erz. –1930. –27(13). P. 333-338.

83. Cabri, L.J. Chemical speciation of gold in arsenopyrite. / L.J. Cabri, M. Newville, R.A. Gordon, E.D. Croizer, et al. // The Canadian Mineralogist –2000. –Vol. 38. P. 1265-1281.

84. Chen, T.T. Characterizing gold in refractory sulfide gold ores and residues./ T.T. Chen // JOM, 2002. P. 20-22.

85. Chryssoulis, S.L. Direct determination of invisible gold in refractory sulfide ores. / S.L. Chryssoulis, L.J. Cabri, R.S. Salter, D.M. Wyslouzil, G.W. McDonald // Proc. of Intern. Symp. on Gold Metallurgy, Proc. of Intern. Symp. Of Gold. Pergamon Press, New York, 1987. P. 235-244.

86. Chryssoulis, S.L. Mineralogical investigation of gold ores. / S.L. Chryssoulis, J. McMullen // Developments in Mineral Processing, Vol. 15, 2005. P. 21-72.

87. Chryssoulis, S.L. Significance of gold mineralogical balances in mineral processing. / S.L. Chryssoulis, L.J. Cabri, // Transactions of The Institution of Mining and Metallurgy Section C-mineral Processing and Extractive Metallurgy, 99, 1990. P. 1-9.

88. Cook, N.J. Concentrations of «invisible» gold in common sulfides./ N.J. Cook, S.L. Chryssoulis // Canadian Mineralogist. 28, 1990. P. 1-16.

89. Cornelius, R.J. Pressure leaching of a manganese ore. / R.J. Cornelius, J.T. Woodcock // Proceedings - Australasian Institute of Mining and Metallurgy, 185, 1958. P. 65.

90. Наумов Г. Б., Рыженко Б. Н., Ходаковский И. Л. Справочник термодинамических величин./ Г. Б. Наумов, Б. Н. Рыженко, И. Л. Ходаковский. –М., Атомиздат, 1971. С. 226.

91. Меретуков М.А. Золото: Химия, Минералогия, Metallургия/ Меретуков М.А.– М.: Издательский дом «Руда и Металлы», 2008. – 528 с.

92. Фаворская В.В., Романова А.Д., Шумакова Г.Е., Мулдарулова А.Д. Исследование механохимического окисления пирита и арсенопирита // В кн.: Химия и технология халькогенов и халькогенидов: Тез. докл.- Караганда, 1979.- С. 215-216.

93. Абишев Д.И., Кобжасов А.К., Балтынова Н.З. Исследование разложения пирито-содержащего сырья // В кн.: Всесоюзное совещание по термическому анализу: Тез. докл.- 1973.- С. 175-178.

94. Thomas, K.G. Pressure oxidation overview / K.G. Thomas // Developments in Mineral Processing, 2005. P. 346-369.

95. Van Aswegen, P.C. Design and operation of a commercial bacterial oxidation plant at Fairview / P.C. Van Aswegen, M.W. Godfrey, D.M. Miller, A. K. Haines // Randol Perth International Gold Conference '89, 1989. P. 127-144.

96. Кулебакин В.Г. Превращения сульфидов при активировании.- Новосибирск: Наука, Сибирское отделение, 1983.- 209 с. Аввакумов Е.Г., Болдырев В.В., Кособудский И.Д. Механическая активация твердофазных реакций. Сообщ. 1: О взаимодействии пирита с железом // Изв. СО АН СССР. Сер. хим. наук. -1972.- Вып. 4, N9.- С. 45-50.

97. Пат. № 2598742, от 24.12.2014. Способ извлечения благородных металлов из упорного сульфидсодержащего сырья / Чикина Т.В., Хмельницкая О.Д., Сидоров И.А., Ланчакова О.В.

98. Совмен, В.К. Переработка золотоносных руд с применением бактериального окисления в условиях Крайнего Севера / В.К. Совмен, В.Н. Гуськов, А.В. Белый // Новосибирск: Наука, 2007. – 144 с.

99. Helgeson H.C. Evaluation of irreversible reactions in geochemical processes involving minerals and aqueous solutions.// *Geochim. and Cosmochim. Acta.* 1968, V.32. N8. P.853-877.

100. Вигдорчик Е.М. Математическое моделирование непрерывных процессов растворения. / Е.М. Вигдорчик, А.Б.Шейнин // –Ленинград: Химия, 1971.

101. Criss C. M., Coble J. M. The thermodynamic properties of high temperature aqueous solutions. V. The calculation of ionic heat capacities up to 200°C. Entropies and heat capacities above 200°C / С.М. Criss, J.M. Coble // *Journal of the American Chemical Society*», v. 86, 1964. P. 5390–5393.

102. Термодинамические свойства неорганических веществ. Справочник. / Под ред. А. П. Зефирова. –М.: Атомиздат, 1965. С. 312.

103. Карпов, И.К. Моделирование природного минералообразования/ И.К. Карпов, А.И. Киселев, Ф.А. Летников на ЭВМ. – М.: Недра, 1976. – 255 с.

104. Карпов, И.К. Физико-химическое моделирование на ЭВМ в геохимии/ И.К. Карпов – Новосибирск: Наука, 1981. – 248 с.

105. Карпов И. К., Архипов С. В., Катков О. М. Математическое моделирование на ЭВМ с учетом кинетики и динамики физико-химических процессов // *Материалы Всесоюзной конференции «Подземные воды и эволюция литосферы».* М., Наука, 1985. Т. II. С.293-296.

106. Коржинский, Д. С. Теория метасоматической зональности (2-е дополненное издание)/ Д.С. Коржинский – М., Наука, 1982. – 104 с.

107. Карпов И. К., Архипов С. В., Катков О. М. Математическое моделирование на ЭВМ с учетом кинетики и динамики физико-химических процессов // *Материалы Всесоюзной конференции «Подземные воды и эволюция литосферы».* М., Наука, 1985. Т. II. С.293-296.

108. Кулик Д. А., Чудненко К. В., Карпов И. К. Алгоритм физико-химического моделирования эволюции системы локально-равновесных резервуаров, связанных потоками подвижных групп фаз // *Геохимия*, 1992. № 6. С.858-870.

109. Карпов И. К., Чудненко К. В., Другов Г. М. Термодинамика открытых систем: феноменология Д. С. Коржинского и моделирование на ЭВМ // Геология и геофизика, 1991. № 11. С.13-19.

110. Chudnenko K. V., Karpov I. K., Bychinskii V. A., Kulik D. A. Current status of the SELEKTOR software package // Water-Rock Interaction (eds. Y.K. Kharaka & O. V. Chudaev), Proc. 8th Inter. Symp. on Water-Rock Interaction. Vladivostok, 1995. A. A. Balkema. P.725-727.

111. Рид Р., Прауснитц Дж., Шервуд В. Свойства газов и жидкостей/ Р. Рид, Дж. Прауснитц, В. Шервуд – Л., Химия, 1982, 591 с.

112. Lee B. I., Kesler M. G. Generalized thermodynamic correlations based on three-parameter corresponding // AIChE J., 1975, v. 21, P. 510-527.

113. Breedveld G. J. E., Prausnitz J. M. Thermodynamic properties of supercritical fluids and their mixtures at very high pressure // AIChE J., 1973, v. 19, P. 783-796.

114. Перов, В.А. Дробление, измельчение и грохочение полезных ископаемых / В.А. Перов, Е.Е. Андреев, Л.Ф. Биленко – М.: Недра, 1990. – 301 с.

115. Каковский И.А., Косиков Е.М. О количественной оценке кинетики окисления сульфидных минералов в растворе // В кн.: Обогащение руд. -1974. – Вып. 1., С. 28-31.

116. Муллов В.М., Лодейщиков В.В. О возможностях использования методов сверхтонкого измельчения и сорбционного выщелачивания для извлечения золота из упорных руд и концентратов // Изучение и внедрение методов обогащения и металлургической переработки руд благородных и редких металлов: Науч.тр. / Иргиредмет.- М., 1977.- Вып.30.- С.68-74.

117. Вольдман Г.М., Зеликман А.Н. - Теория гидрометаллургических процессов// Металлургия. 1989. с. 73-186.

118. Изучение инновационных методов переработки упорных сульфидных и углестосульфидных золотосодержащих концентратов на основе процессов ультратонкого измельчения, механохимии и высокотемпературного выщелачивания: Отчёт о НИР / Иргиредмет; Руководитель О.Д. Хмельницкая, Иркутск – 2011, 176 с.

119. Сидоров И.А. Перспективы использования сверхтонкого измельчения при переработке упорных флотоконцентратов. / Хмельницкая О.Д., Чикина Т.В., Ланчакова О.В., Сидоров И.А. // Журнал золотодобыча №6 июнь 2014. – С.8.

120. Sidorov I.A. Development of gold recovery technology from fine and ultrafine ground refractory sulfide concentrates. / Olga Khmel'nitskaya, Tatiana Chikina, Olga Lanchakova, Andrei Yevdokimov and Ivan Sidorov // International Mineral Processing Congress -IMPC 2014, Santiago, Chile, S. 854-860.

121. Сидоров И.А. Повышение извлечения металла из упорных золотосульфидных флотационных концентратов на основе процесса сверхтонкого помола. / Сидоров И.А., Войлошников Г.И., Хмельницкая О.Д., Чикина Т.В. // Международное совещание «Прогрессивные методы обогащения и комплексной переработки природного и техногенного минерального сырья» (Плаксинские чтения – 2014 г), , г. Алматы, – С. 126-129.

122. Сидоров И.А. Повышение извлечения металла при цианировании упорного сульфидного концентрата, тонкоизмельченного в лабораторной бисерной мельнице производства ООО «БФК Инжиниринг» / Сидоров И.А., Грицай С.Г., Бондарь В.В. // Золото и технологии, г. Москва, 2015 г, С. 78.

123. Сидоров И.А., Войлошников Г.И., Рубцов П.Н., Бондарь В.В., «Испытания мельницы производства ТОО «Казцинкмаш» для ультратонкого измельчения упорных золотосодержащих сульфидных концентратов. / Сидоров И.А., Войлошников Г.И., Рубцов П.Н., Бондарь В.В. // Международная научно-техническая конференция «Комбинированные процессы переработки минерального сырья: теория и практика», г. Санкт-Петербург, 2015 г. –С. 139–145.

124. Сидоров И.А. Изучение реологических свойств пульпы при сверхтонком измельчении. / Сидоров И.А., Евдокимов А.В. // Международная научно-техническая конференция «Комбинированные процессы переработки минерального сырья: теория и практика», г. Санкт-Петербург, 2015 г, –С. 102-104.

125. Сидоров И.А. Полупромышленные испытания гидрометал-лургической переработки тонкоизмельченного упорного золотосульфидного флотоконцентрата

/ Сидоров И.А., Бывальцев А.В., Хмельницкая О.Д., Войлошников Г.И.// Вестник ИргТУ № 3 2016 г, стр. 105-111.

126. Разработка гравитационно-флотационно-цианистой схемы переработки руды месторождения Кекура – участка недр, расположенного в пределах Стадухинского рудно-россыпного района 120 км к ЮВ от г. Билибино, с выдачей технологического регламента; Информ. записка / Иргиредмет; Руководитель М.Ю. Тиунов, Иркутск – 2015, 27 с.

127. Разработка технологии переработки руды месторождения «Кекура» с выдачей технологического регламента для защиты ТЭО постоянных кондиций; Информ. записка / Иргиредмет; Руководитель А.В. Бывальцев, Иркутск – 2014, 52 с.

128. Иваник С.А. Обезвоживание пульп после автоклавного выщелачивания тонкоизмельченных сульфидных концентратов / В.М. Сизяков, С.А. Иваник, А.С. Богинская, Г.А. Битков // Естественные и технические науки, №1 (57), 2012. С. 369-375.

129. Технологический регламент «Разработка технологии переработки руды месторождения «Кекура» с выдачей технологического регламента для проектирования ЗИФ производительностью 1200 тыс.т. в год»// Иркутск, 2015.