

УДК 66.011: 66.023.2: 621.01/.03

DOI: 10.15372/ChUR2024593

EDN: OLEUPQ

Этапы разработки и внедрения механохимических и автоклавных технологий в промышленности

Ю. Д. КАМИНСКИЙ, Н. З. ЛЯХОВ

*Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН,
Новосибирск, Россия**E-mail: ydkaminskiy@yandex.ru*

(Поступила 22.04.2024; после доработки 03.06.2024; принята к печати 30.08.2024)

Аннотация

В работе рассмотрены этапы разработки и практическое применение механоактивационных, механохимических и автоклавных технологий с целью повышения эффективности промышленных химико-технологических процессов. Показано развитие технологий переработки сырья из редких металлов и продуктов, содержащих благородные металлы, параллельно сопровождающееся разработкой технологического механоактивационного и автоклавного оборудования. Разработанные процессы и оборудование освоены в действующих технологических схемах и переданы для эксплуатации на промышленные предприятия.

Ключевые слова: механоактивация, механохимия, планетарная мельница, трубчатый автоклав, автоклавные технологии

ВВЕДЕНИЕ

Ретроспективный анализ технологий и аппаратов механохимической и автоклавной переработки минерального сырья, а также изучение опыта создания и эксплуатации планетарных мельниц и трубчатых автоклавных установок необходимы для дальнейшего усовершенствования существующих технологий.

В 1970–80-е годы в СССР, как и во всем мире, интенсивно развивались механохимические технологии и создавались аппараты для реализации процессов механоактивации, такие, например, как планетарные мельницы. Один из центров разработки планетарных мельниц различных конструкций находился в Новосибирске. Эти активаторы прошли апробацию при разработке и внедрении механохимических технологий переработки концентратов редких и благородных металлов в лабораторном и промышленном масштабах.

В настоящей работе рассмотрены основные этапы разработки и внедрения механохимических и автоклавных технологий в промышленности.

ЭТАП 1 (1978–1981 гг.). КИСЛОТНОЕ ВЫЩЕЛАЧИВАНИЕ ШЕЕЛИТОВЫХ КОНЦЕНТРАТОВ

Для изучения эффективности процессов выщелачивания шеелитовых концентратов рассмотрены возможности механоактивации в аппаратах различного типа (далее приведены жирным шрифтом) [1–3]:

ПМП – планетарная центробежная мельница периодического действия (установка Московского института стали и сплавов (МИСиС));

ДИ – дезинтегратор, лабораторная установка непрерывного действия (СКТБ “Дезинтегратор”, Таллин, Эстонская ССР);

ПМК – планетарная центробежная мельница-классификатор непрерывного действия (Институт геологии (ИГ) СО АН СССР);

ДПН – дифференциальная планетарная мельница непрерывного действия (Институт “Гидроцветмет” МЦМ СССР);

РПМ, РПМ-3 – непрерывно действующие роликовые планетарные мельницы – полупромышленные установки (Институт физико-химических основ переработки минерального сырья (ИФХИМС) СО АН СССР). Производительность по сухому концентрату для **РПМ** – 170 кг/ч, для **РПМ-3** – 500 кг/ч.

Первые четыре аппарата применялись для лабораторных исследований, а **РПМ** и **РПМ-3** – в опытно-промышленных испытаниях.

Лабораторные исследования показали, что неактивированный концентрат при равных условиях вскрывается в значительно меньшей степени. Так, начальные скорости взаимодействия шеелитового концентрата с азотной кислотой при 60 °С для неактивированного и активированного концентратов составляют 8.20 и 23.5–140.70 (в зависимости от степени активации) г-ион/с соответственно.

На Узбекском комбинате тугоплавких и жаропрочных металлов (УзКТЖМ, г. Чирчик, Узбекская ССР) в 1980 г. были проведены полупромышленные испытания азотнокислой технологии переработки активированного в **РПМ-3** шеелитового концентрата Приморского горно-обогатительного комбината (Приморский ГОК, РСФСР). Было переработано 500 кг концентрата [4]. Анализ результатов испытаний показал, что в полупромышленном масштабе достаточно хорошо воспроизводятся результаты лабораторных исследований. Степень вскрытия концентрата достигала 97.8–98.0 %.

ЭТАП 2 (1984–1987 гг.). РАЗРАБОТКА АППАРАТОВ И ПРОЦЕССОВ ВСКРЫТИЯ И ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ СЫРЬЯ

Для выполнения программы совместных работ Института “Гидроцветмет”, Института химии твердого тела и переработки минерального сырья СО АН СССР (ИХТТиПМС, ранее ИФХИМС) и МИСиС с УзКТЖМ в Институте “Гидроцветмет” создана планетарная мельница **АИР-1**, которая была испытана с января по май 1984 г. В том числе проведены исследования процесса автоклавно-содового выщелачивания активированных концентратов, на основании которых на УзКТЖМ был выполнен расчет

ожидаемого экономического эффекта от внедрения планетарной мельницы (активатора) **АИР-1**.

В результате доработок и испытания усовершенствованных узлов в 1984 г. была изготовлена планетарная мельница **АИР-1М1**. Стендовые испытания этого активатора в Институте “Гидроцветмет” и производственные испытания на УзКТЖМ показали достаточную работоспособность и производительность аппарата для решения вопросов вовлечения в переработку вольфрамовых промышленных продуктов. Подача материала в аппарат производится в виде пульпы при соотношении Т/Ж = 1 : (1–1.5), производительность составляет 0.7–1.2 м³/ч по пульпе или 0.5–1 т/ч по твердому компоненту. Потребляемая мощность 26–30 кВт.

Первым промышленным объектом переработки на мельнице **АИР-1М1** в гидromеталлургическом цехе № 4 УзКТЖМ послужили немобильные вольфрамовые пески. Выщелачивание активированных вольфрамсодержащих песков за одну стадию при температуре 220 °С, давлении 22–25 атм, содовым раствором при соотношении Т/Ж = 1 : 6, содовом эквиваленте (с. э.) = 3, в течение 2 ч на автоклавной установке цеха позволило снизить остаточное содержание WO₃ в кеке после выщелачивания до 1–1.3 %, тогда как для получения такого результата из продуктов с аналогичным содержанием WO₃ предусмотрена двухстадийная схема выщелачивания.

В мае 1985 г. на УзКТЖМ была завершена переработка 110 т немобильных лежалых автоклавных песков, содержащих в среднем 34 мас. % WO₃. Вовлечено в производство 37 400 кг WO₃. При переработке партии лежалых вольфрамсодержащих песков с использованием планетарной центробежной мельницы **АИР-1М1** впервые получен реальный экономический эффект, который составил 101.0 тыс. р. (в ценах 1985 г.) Эта работа положила начало промышленного применения процессов механоактивации в планетарных мельницах.

В 1984 г. в Институте “Гидроцветмет” был разработан и изготовлен активатор-измельчитель блочного типа **АИБ-1**. Проведены сравнительные испытания активаторов непрерывного действия с использованием двух планетарных аппаратов: роликовой планетарной мельницы **РПМ-3** и **АИБ-1**. В качестве исходного материала использован шеелитовый концентрат Приморского горно-обогатительного комбината (Приморский ГОК) (табл. 1).

Результаты проведенной работы привели к созданию в 1985 г. экспериментальных образцов

ТАБЛИЦА 1

Результаты выщелачивания шеелитового концентрата, содержащего 61.95 % WO_3

Технологические параметры	Концентрат неактивированный	Концентрат, активированный в мельницах				
		РПМ-3		АИБ-1		
		Центробежный фактор, м/с ²				
		520	800	1500	2000	2500
Степень извлечения в раствор, %	82.3	99.88	93.0	94.0	95.0	94.0
Содержание WO_3 в кеке выщелачивания, %	14.8	0.12	6.17	5.36	4.48	5.07

активаторов-измельчителей непрерывного действия: **АИБ-2** с изменяющимся центростремительным ускорением до 3500 м/с² и **АИБ-3** производительностью 1–1.5 т/ч с трехкаскадными помольными барабанами.

На Челябинском электролитно-цинковом заводе (ЧЭЦЗ) в промышленных условиях в 1987 г. проведены испытания активатора **АИБ-3** для интенсификации процесса выщелачивания. Выщелачивание исходных и активированных гидратных свинцовых кеков проводили в одинаковых условиях по режимам, принятым на ЧЭЦЗ. Полученные результаты подтвердили данные лабораторных исследований по повышению извлечения индия и кадмия из свинцовых кеков, обработанных в планетарной мельнице. После кислотного выщелачивания в кеке снижено содержание, мас. %: цинка с 8.85 до 5.63; индия с 0.14 до 0.05; кадмия с 0.658 до 0.326; железа с 5.75 до 3.8. Также за счет частичного разложения ферритов цинка в кеках повышается содержание свинца с 27.3 до 33 %.

Для проведения промышленных испытаний различных планетарных аппаратов непрерывного действия (**АИР-1М1**, **АИБ-3**, **АИР-3**), оптимизации процессов измельчения и механоактивации, а также для организации испытаний технологических схем переработки концентратов, активированных в планетарных центробежных мельницах, на УзКТЖМ был создан опытный участок. Установка по переработке вольфрамитовых концентратов была разработана и изготовлена в Институте “Гидроцветмет”, затем доставлена и смонтирована в цехе № 4 УзКТЖМ. Она обеспечивала дозированную загрузку в мельницы концентрата и воды, классификацию на гидроциклоне продуктов механической обработки с возвратом крупной фракции (+0.074 мм) на доизмельчение. В состав опытного участка входило оборудование для автоклавного выщелачивания концентратов (цепочка из трех автоклавов объемом по 5 м³) и фильтрации растворов вольфрамата натрия.

В промышленных условиях отработан технологический процесс вскрытия и выщелачивания вольфрамитовых концентратов, содержащих 65–67 мас. % WO_3 . Показано, что остаточное содержание WO_3 в кеке после первого автоклавного выщелачивания составляет 4–5 мас. %, после второго – менее 1.8 мас. %. Переход вольфрама в раствор достиг 98 % от исходного его содержания в концентрате.

За период обкатки и испытаний установки на базе **АИР-3** в цехе № 4 УзКТЖМ в 1986 г. переработано 45 т вольфрамитовых концентратов и промышленных продуктов различных месторождений: Джидинского (Бурятская АССР), Солнечного (Чукотский автономный округ), Депутатского (Якутская АССР).

Поскольку УзКТЖМ перерабатывал преимущественно шеелитовые концентраты, то дальнейшие работы были организованы на Скопинском гидрометаллургическом заводе (СГМЗ, РСФСР).

В 1987 г. в гидрометаллургическом цехе-1 (ГМЦ-1) СГМЗ была смонтирована установка по переработке вольфрамитовых концентратов, которая включала измельчительное оборудование (мельница **АИР-3**, тарельчатый питатель, репульпатор с насосом и гидроциклоном) и технологическое оснащение гидрометаллургического цеха.

Оптимизация процесса автоклавного выщелачивания концентратов выполнена для пяти видов вольфрамитового сырья, используемого на СГМЗ. Контроль проводился по остаточному содержанию вольфрама в кеке после одностадийного выщелачивания. Процесс осуществляли при варьировании параметров: соотношения Т/Ж, продолжительности выщелачивания, исходных концентраций соды и NaOH. Результаты приведены в табл. 2.

Видно, что за исключением концентрата Орловского месторождения предварительная механическая активация вольфрамитового сырья в планетарной мельнице **АИР-3** и соответствующие режимы автоклавного выщелачивания обеспечивают снижение содержания воль-

ТАБЛИЦА 2

Показатели автоклавного выщелачивания вольфрамовых концентратов при 220 °С

Вид сырья	Содержание WO_3 в кеке после выщелачивания, мас. %			Оптимальные условия
	Без механообработки	Обработка в АИР-3		
Китайский вольфрамитовый концентрат (65.72 % WO_3)	18.00	0.7	0.52	$T/\mathcal{K} = 1 : 7$; с. э. = 4; $\tau = 4$ ч; NaOH (10 %)
Китайский шеелитовольфрамитовый концентрат (67.98 % WO_3)	5.54	1.69	0.59	Те же условия
Джидинский вольфрамитовый концентрат (71.42 % WO_3)	2.08	0.12	0.06	$T/\mathcal{K} = 1 : 5$; с. э. = 4; $\tau = 3$ ч; NaOH (10 %)
Депутатский вольфрамитовый концентрат (50.43 % WO_3)	42.80	27.50	2.51	$T/\mathcal{K} = 1 : 7$; с. э. = 4; $\tau = 4$ ч; NaOH (25 %)
Орловский вольфрамитовый концентрат (36.95 % WO_3)	23.60	22.10	12.60	$T/\mathcal{K} = 1 : 5$; с. э. = 4; $\tau = 4$ ч; NaOH (10 %)

Примечание. Светло-серый фон – выщелачивание в базовых условиях: содовый эквивалент (с. э.) = 3, время выщелачивания (t) = 3 ч; темно-серый фон – выщелачивание в оптимальных условиях.

фрама в отвальных кеках (<2.5 мас. % WO_3) и достигается извлечение в раствор 96–98 мас. % вольфрама.

При автоклавном выщелачивании на промышленных автоклавах ГМЦ-1 СГМЗ вольфрамитовых концентратов (смеси 35 % WO_3 Депутатского и 65 % WO_3 Солнечного месторождений), активированных в планетарной мельнице АИР-3, в отвальных кеках остаточное содержание WO_3 не превышало 1–1.5 % (в нем водорастворимого WO_3 0.4–0.69 %). Содержание WO_3 в автоклавных щелоках – в диапазоне 98–122 г/л.

При автоклавном выщелачивании вольфрамитового концентрата Депутатского месторождения получены четыре партии отвальных кеков с содержанием WO_3 , равным 2.52, 2.76, 3.50, 1.58 мас. %. Содержание WO_3 в автоклавных щелоках составляет 110–140 г/л.

ЭТАП 3 (1987–1991 гг.). РАЗРАБОТКА И ИСПЫТАНИЯ ОПЫТНОГО ОБРАЗЦА ПЛАНЕТАРНОЙ ЦЕНТРОБЕЖНОЙ МЕЛЬНИЦЫ

Технические и технологические результаты испытаний активатора АИР-3 послужили основанием для технического задания на разработку и создание опытного образца планетарной мельницы МПЦ-3 [5] в соответствии с постановлением Государственного комитета СССР по науке и технике № 68 от 12.03.1987 г. Заказчиками планетарной мельницы выступили Производственное объединение твердых сплавов и тугоплавких металлов (“Союзтвердосплав”) МЦМ СССР, согласовавшего техническое задание на разработку, и Иркутский НИИ благородных и

редких металлов и алмазов (“Иргиредмет”) ВПО “Союззолото” МЦМ СССР.

В соответствии с техническим заданием Институту “Гидроцветмет” было поручено разработать, изготовить и испытать мельницу планетарную центробежную МПЦ-3 (объем барабана 3 дм³). Конструкция мельницы совершенствовалась в процессе испытаний в течение 1987–1988 гг.

Приемочная комиссия, назначенная приказом по главному научно-техническому управлению Министерства цветной металлургии СССР № 25 от 26.10.1988 г., провела приемочные испытания опытного образца планетарной центробежной мельницы МПЦ-3 (ТУ 48-1408-024-88) в соответствии с программой и методикой испытаний в период с 23.11.1988 по 08.12.1988 г.

Комиссии были предъявлены: полностью собранная мельница, смонтированная в технологической цепочке ГМЦ-1 СГМЗ; комплект запасных и сменных частей; техническое задание; рабочая документация на МПЦ-3; программа и методика предварительных (второй этап) и приемочных испытаний МПЦ-3; руководство по эксплуатации МПЦ-3; карта технического уровня и качества продукции МПЦ-3; техническое условие на опытный образец (ТУ 48-1408-024-88); протоколы предварительных испытаний первого и второго этапов.

В результате приемочных испытаний опытного образца планетарной центробежной мельницы МПЦ-3 было решено рассмотреть вопрос о передаче документации на изготовление установочной серии после выполнения ресурсных испытаний для определения срока службы мельницы до капитального ремонта, а также изуче-

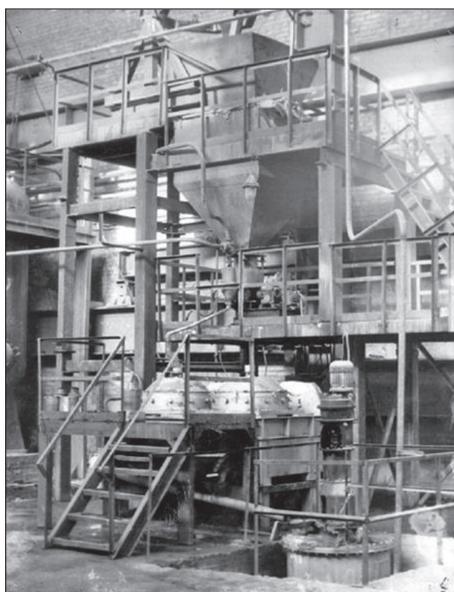


Рис. 1. Установка на базе двух планетарных мельниц МПЦ-3М для переработки вольфрамовых концентратов.

ния ресурса сменных элементов и узлов. Поэтому в Институте “Гидроцветмет” проведены исследования планетарной мельницы **МПЦ-3** на надежность и выполнены ресурсные испытания.

Одновременно с испытаниями планетарной центробежной мельницы **МПЦ-3** на СГМЗ в период 01.11.1987–30.06.1988 гг. проводились испытания **МПЦ-3** на Балейской опытной обогатительной фабрике (Читинская обл.) в процессе переработки золотосодержащего концентрата месторождения Кумтор (Киргизская ССР). Эффективность механохимического вскрытия золота в мельнице оценивалась по результатам сорбционного цианирования активированного концентрата.

Для опытно-промышленных испытаний на Балейской обогатительной фабрике была смонтирована установка измельчения на базе планетарной центробежной мельницы **МПЦ-3**.

Анализ результатов испытаний показал, что в балансовых опытах на планетарной мельнице с классификацией активированной пульпы получен продукт, имеющий крупность преимущественно <0.020 мм.

В ноябре 1988 г. выполнены экспериментальные работы по теме “Испытать в полупромышленном масштабе технологию извлечения золота из упорных концентратов с применением механоактиватора и выдать исходные данные для составления технологического регламента”. В результате проведенных исследований предложена технологическая схема извлечения золота из концентратов месторождения Кумтор,

обеспечивающая сквозное извлечение 91 % золота при расходе 0.5 кг цианистого натрия на 1 т концентрата. Технологический регламент передан заказчику в Управление геологии Киргизской ССР.

Для исключения выявленных недостатков **МПЦ-3** конструкция мельницы была модернизирована. Была разработана принципиально новая конструкция фрикционного привода вращения барабанов [5]. Такая конструкция обеспечивала высокую надежность системы в работе мельницы. Результаты, полученные в ходе ресурсных испытаний на СГМЗ, дали возможность оценить характеристики работы модернизированной планетарной мельницы **МПЦ-3М**, которую рекомендовали для внедрения в редкометалльной и золотоперерабатывающей отрасли для тонкого измельчения и механоактивации сырья [6, 7].

В дальнейшем с целью переработки вольфрамовых концентратов на УзКТЖМ в 1991 г. была смонтирована установка на базе двух планетарных мельниц **МПЦ-3М**. Внешний вид установки представлен на рис 1.

В процессе пусконаладочных работ перерабатывался австралийский вольфрамитовый концентрат и грубозернистый шеелитовый концентрат Лермонтовского месторождения (Приморский край). В дальнейшем была организована круглосуточная переработка шеелитового концентрата, обеспечивающая плановый ввод сырья. В течение трех месяцев 1991 г. было переработано 440 т лермонтовского шеелитового концентрата, при этом через мельницу было пропущено 254 т песковой фракции концентрата. Несмотря на то что в работе использовалась преимущественно одна мельница, ресурс всех элементов и узлов выявить не представилось возможным, так как заметного износа (кроме футеровок) не произошло. Руководством цеха № 4 и комбината УзКТЖМ планетарные мельницы **МПЦ-3М** в составе установки были приняты в опытно-промышленную эксплуатацию. Однако последующие политические и экономические события не дали возможности продолжить эти работы, а Институту “Гидроцветмет” получить долю от фактического экономического эффекта внедрения планетарных центробежных мельниц **МПЦ-3М** на УзКТЖМ.

В 1991 г. проводились сопоставления влияния механоактивационной обработки китайского вольфрамитового концентрата в **МПЦ-3** и виброцентробежной мельнице конструкции ИХТТИПМС в процессах автоклавно-содового

ТАБЛИЦА 3

Результаты выщелачивания китайского вольфрамитового концентрата

Обработка материала	Температура, °С	Продолжительность, мин	Давление избыточное, МПа	Содержание WO ₃ в растворе, г/л	Извлечение WO ₃ в раствор, %	Содержание WO ₃ в кеке, %	Извлечение WO ₃ в кек, %
МПЦ-3	180	80	0	30.83	72.62	29.31	27.38
	220	80	0	45.85	97.56	3.64	2.44
	250	24	0	45.30	95.65	6.50	4.35
	280	48	0	46.47	97.20	4.16	2.80
	280	15	1	55.67	99.30	0.97	0.70
Виброцентробежная мельница конструкции ИХТГиПМС*	180	80	0	25.11	59.02	39.01	40.98
	220	80	0	43.79	91.05	14.45	8.95
	250	48	0	43.05	80.61	22.28	19.39
	280	48	0	46.00	90.54	26.43	9.46
	280	15	1	54.05	98.35	2.28	1.65

* В настоящее время Институт химии твердого тела и механохимии (ИХТТМ) СО РАН.

и окислительного автоклавно-содового выщелачивания. В процессе окислительного выщелачивания извлечение вольфрама в раствор достигло 98.35 % после обработки сырья в центробежной мельнице и 99.3 % – в **МПЦ-3**. Остаточное содержание WO₃ в кеке составило при этом 2.23 и 0.97 % соответственно. В то же время для безокислительного выщелачивания в течение 15 мин в тех же условиях извлечения достигли 42.37 и 64.27 %, а остаточное содержание WO₃ в кеке – 24.28 и 7.92 % соответственно (табл. 3).

В дальнейшем в технологической схеме извлечения рудного золота Хоптинского рудопоявления (Республика Тыва) использован процесс вскрытия руды в двух центробежных мельницах **ЦМ-30Г** (рис. 2) конструкции ИХТГиПМС [7], что позволило организовать извлечение золота при промышленной переработке руды.

На Ульяновском металлургическом заводе (УМЗ, Казахская ССР) были проведены укрупненные испытания технологии механоактивации танталсодержащих концентратов с целью определения ее влияния на последующее вскрытие и извлечение тантала в раствор. Испытания проводились в помещении цеха № 1 на лабораторной планетарной мельнице непрерывного действия **МПН-1**, разработанной Институтом “Гидроцветмет”.

Далее работы были продолжены в опытно-промышленном масштабе с использованием пла-

нетарной мельницы **МПЦ-3М**. Некоторые результаты приведены в табл. 4.

Анализ результатов свидетельствовал о том, что предварительная механическая активация танталониобиевых концентратов обеспечивает интенсификацию процесса их кислотного разложения и совместима с последующей технологией экстракционного извлечения ценных компонентов.

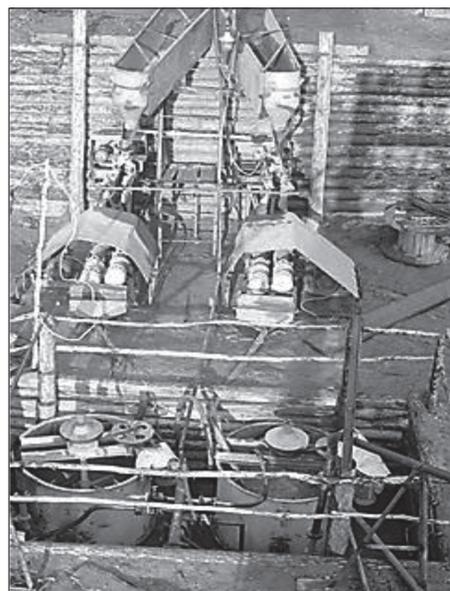


Рис. 2. Узел измельчения на базе двух центробежных мельниц ЦМ-30Г.

ТАБЛИЦА 4

Влияние механоактивации на извлечение тантала из концентратов

Наименование продуктов	Режимы механоактивации		Крупность материала, %		Остаточное содержание Та в кеке, мас. %
	Загрузка, кг/ч	Т/Ж	(-50) мкм	(+50) мкм	
Импортный концентрат № 122/90:					
Исходный	–	–	11	89	0.32
Активированный	350	1 : 2	86	14	0.18
Активированный	500	1 : 2	84	16	0.12
Активированный	500	1 : 1	90	10	0.18
Активированный	700	1 : 2	68	32	0.22
Активированный	700	1 : 1	86	14	0.15
Белогорский концентрат:					
Исходный	–	–	15	85	0.20
Активированный	500	1 : 1	80	20	0.12
Активированный	700	1 : 2	56	44	0.10
Активированный	700	1 : 1	76	24	0.05

Примечание. Прочерк – не активировали.

Планетарная мельница **МПЦ-3** в 1990 г. была смонтирована в цехе доводки фабрики № 8 Айхальского горно-обогатительного комбината (АГОК, Якутская АССР) для изучения процесса разрушения кимберлита и вскрытия алмазов. Испытания планетарной мельницы [8] на сохранность алмазов и флотационное обогащение исходных и активированных продуктов проводили по методикам, принятым на фабрике.

В период испытания мельница **МПЦ-3** работала при установленной насадке питания 1200 кг/ч, соотношении Ж/Т в разгрузке = (0.5–0.6) : 1. Было обработано 43.5 кг зернистого материала с содержанием классов крупности, мм: (-4)–(+2) – 6.9 %; (-2)–(+10) – 9.7 %; (-1)–(+0.5) – 83.4 %. Алмазы в количестве десяти штук (класс (-2)–(+1) мм, сростки нескольких алмазов с включениями графита внутри трещины, грани сбиты, имеются сколы, цветом от прозрачного до темно-серого), общей массой 166 мг введены в процессе обработки материала в горловину мельницы. Разгрузка мельницы представлена долей классов крупности, мм: (-4)–(+2) – 4.6 %; (-2)–(+1) – 12.6 %; (-1)–(+0.5) – 74.7 %; (-0.5) – 8.1 %, общей массой 43.5 кг. Общее количество извлеченных кристаллов – 9 штук, массой 146 мг. Извлечение составило 90 %. Потерян один кристалл класса (-2)–(+1) мм, массой 20 мг, цвета светло-серого, сросток трех алмазов, с множественными включениями графита. Нарушений поверхности извлеченных алмазов не обнаружено. Потерь в массе нет. Таким образом, промышленные испытания мельницы **МПЦ-3** показали, что при

измельчении в ней материала обеспечивается высокая сохранность алмазов. Предложена методика оценки технологии извлечения алмазов, не имеющая аналогов на тот момент.

ЭТАП 4 (1992–2000 гг.). РАЗРАБОТКА МЕХАНОХИМИЧЕСКИХ ТЕХНОЛОГИЙ ПЕРЕРАБОТКИ ЗОЛОТОСОДЕРЖАЩИХ КОНЦЕНТРАТОВ

Полученные в 1992–1993 гг. результаты лабораторных исследований послужили основанием для разработки механохимической технологии переработки флотационных и гравитационных концентратов Саралинской золотоизвлекательной фабрики (Саралинская ЗИФ, Республика Хакасия). В 1994 г. Институт “Гидроцветмет” разработал технологический регламент, согласованный с заказчиком, и подготовил проектную документацию для строительства опытно-промышленной установки по переработке концентратов Саралинской ЗИФ. Узел механоактивации выполнен на базе двух планетарных мельниц **МПЦ-3** [9].

Все оборудование из состава установки было изготовлено на производственной базе в Институте “Гидроцветмет” и передано на Саралинскую ЗИФ для комплектации установки по переработке золотосодержащих концентратов, в том числе две планетарные мельницы **МПЦ-3**.

Монтаж гидрометаллургического цеха по технологии сорбционного выщелачивания (10 т/сут) механоактивированных концентратов был начат в 1995 г. Однако из-за общей экономической

ситуации в стране работы не были завершены и государственное предприятие “Саралинский рудник” был объявлен банкротом и продан [10].

Аппараты планетарного типа [10] использовались для предварительной активации упорных золотосодержащих концентратов, где тонкодисперсное или эмульсионно-вкрапленное золото находится в тесной ассоциации с пиритом и арсенопиритом и не может быть извлечено прямым цианированием.

Применительно к золото-, серебросодержащим мышьяковистым сульфидным продуктам для закрепления эффекта механоактивации и повышения вскрытия разработана технология автоклавного высокотемпературного вскрытия (ВТВ), при котором обеспечивается частичное окисление пирита и арсенопирита кислородом воздуха в водной слабощелочной (рН 10) среде [10].

Особенностью этого процесса является то, что при обработке концентратов в гидротермальных условиях при 300–350 °С процессы окислительного вскрытия и выщелачивания резко ускоряются, их продолжительность составляет от нескольких десятков секунд до 5–10 мин [10, 11].

Автоклавно-содовое выщелачивание и автоклавно-известковое вскрытие продуктов Нежданнинского ГОК (Республика Саха (Якутия)) и Тасеевской ЗИФ (Читинская обл.) проводили в течение 8–10 мин при 300 °С. Перед автоклавной обработкой продукты подвергались механической активации в планетарной центробежной мельнице.

Результаты механоактивационной/автоклавной обработки свидетельствуют о положительном влиянии такого комбинированного процесса на вскрытие и извлечение благородных металлов из концентратов. Так, для флотационного продукта Нежданнинского ГОК достигается извлечение золота >90 %, серебра – 70–80 %; для нежданнинского гравитационного продукта – золота ~90 %, серебра ~70 %; для промышленного продукта Тасеевской ЗИФ – золота >50 %, серебра >60 %. При этом получают кеки с отвальным содержанием золота [10, 11].

На основании проведенных исследований для переработки упорных мышьяксодержащих концентратов золота рекомендована технологическая схема, которая обеспечивает высокое извлечение благородных металлов и отличается от существующих методов по ряду признаков. Согласно предложенной схеме, рекомендуется совмещать измельчение концентрата с процессом его активации, используя для этого энергонапряженное оборудование (планетарные мель-

ницы); известковую обработку, предваряющую процесс цианирования, совмещать с процессом окисления пирита и арсенопирита в гидротермальных условиях, обеспечивающих частичную десульфурризацию, деарсенизацию концентратов и вскрытие золота. Предлагаемая схема достаточно универсальна к типу исходного сульфидного сырья.

ЭТАП 5 (1992–2000 гг.). РАЗРАБОТКА ТРУБЧАТЫХ АВТОКЛАВНЫХ УСТАНОВОК И ИСПЫТАНИЯ ТЕХНОЛОГИЙ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ

Одной из первых опытно-промышленных трубчатых установок была автоклавная установка, разработанная и освоенная Ленинградским опытным заводом Всесоюзного алюминиево-магниевого института (ЛОЗ ВАМИ).

Испытания показали, что установка ЛОЗ ВАМИ в силу своих конструктивных и технологических решений имела особенности и недостатки, которые были учтены при разработке принципиальной схемы трубчатой системы установок высокотемпературного выщелачивания.

Полученные результаты испытаний привели к решению по отработке процесса автоклавного вскрытия вольфрамового продукта на установке высокотемпературного выщелачивания в Институте “Гидроцветмет” и в 1992 г. легли в основу проектирования опытно-промышленной установки по переработке концентратов на Тырныаузском вольфрамо-молибденовом комбинате (ТВМК, Кабардино-Балкарская Республика) по автоклавно-сорбционной технологии.

Дальнейшее развитие трубчатых установок высокотемпературного выщелачивания привело к созданию установки **ВТВ-1** (рис. 3). Установка состоит из узлов: репульпаторов исходной пульпы (1–3), насоса плунжерного высокого давления (4), компенсаторов (5), реактора нагрева с электрической печью (6), смесителя (7), электроконтактного манометра (8), реактора выдержки (9), дросселирующего устройства (10), холодильника (11), компрессора (12), баллона сжатого воздуха (13), газораспределителя (14), репульпатора “вареной пульпы” (15), пульта управления и контрольно-измерительных приборов (манометры, термометры).

Технические характеристики установки **ВТВ-1**: производительность по пульпе 150–200 дм³/ч, соотношение Т/Ж в пульпе 1 : 10, температура процесса 300 °С, максимальное давление в установке 10 МПа [12, 13].

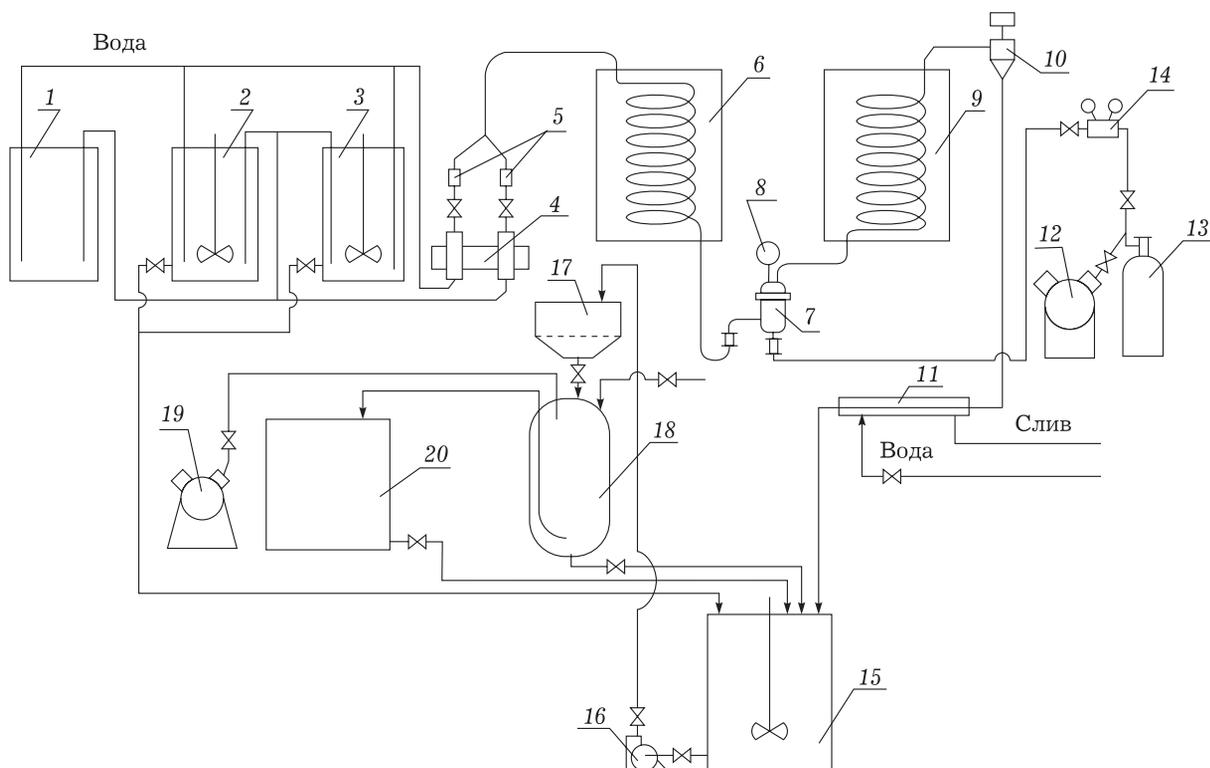


Рис. 3. Схема установки ВТВ-1.

По заказу Всесоюзного научно-исследовательского и проектного института тугоплавких металлов твердых сплавов (ВНИИТС) и Новосибирского оловокомбината (НОК) в Институте “Гидроцветмет” были проведены опытно-промышленные испытания выщелачивания на установке **ВТВ-1** депутатского вольфрамитового концентрата, содержащего, мас. %: WO_3 51.00, Mo 0.058, Fe 11.07, Sn 10.5.

При выбранных условиях автоклавной обработки вольфрамитового концентрата ($P_{\text{воздуха}} = 1.0$ МПа, время выщелачивания

15 мин, $T/\text{Ж} = 1 : 10$, концентрация $Na_2CO_3 - 100$ г/дм³, концентрация NaOH – 10 г/дм³, $T = 280$ °С) извлечение вольфрама в раствор составляет 98.48 %, в кек – 1.52 %, олово не переходит в раствор и целиком концентрируется в кеке.

Для Кировоградского завода твердых сплавов (КЗТС, Свердловская обл.) по чертежам, выполненным сотрудниками ООО “Лаборатория Ками” (Новосибирск) была спроектирована установка **ВТВ-5** [12]. Установка (рис. 4) была изготовлена и смонтирована силами самого завода. С помощью насосов пульпа и содовый раствор (раздельно) поступают в регенератор, где происходит предварительный нагрев за счет тепла “вареной пульпы”. Из регенератора подогретые пульпа и содовый раствор поступают в зону нагрева (электропечь), где происходит выход на режим до заданной температуры.

Результаты опытно-промышленных испытаний и освоения высокотемпературной технологии выщелачивания шеелитового концентрата Приморского ГОК (56 % WO_3) подтвердили регламентные показатели процесса ВТВ. При производительности установки примерно 500 кг/ч по сухому концентрату, или ~5 м³/ч по исходной пульпе, продолжительности выщелачивания 30 мин получены растворы вольфрамата

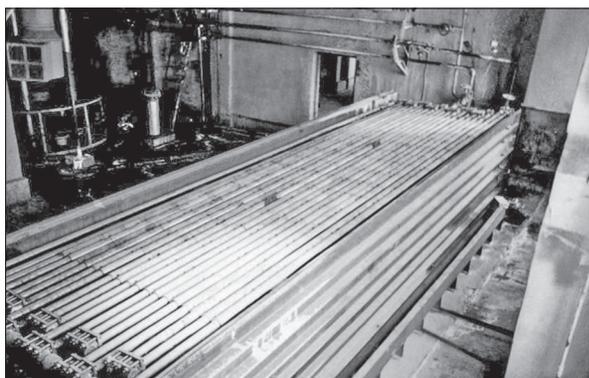


Рис. 4. Внешний вид сверху промышленной трубчатой установки ВТВ-5.

натрия с концентрацией WO_3 – 82–87 г/дм³. При этом степень извлечения вольфрама в раствор составила в среднем 98.7 %, а максимальное остаточное содержание WO_3 в кеке – 1.23 мас. %. С мая 2000 г. технология высокотемпературного выщелачивания шеелитовых концентратов на установке **ВТВ-5** передана в эксплуатацию на КЗТС.

ЭТАП 6 (2008–2015 гг.). РАЗРАБОТКА ТРУБЧАТЫХ УСТАНОВОК И ВНЕДРЕНИЕ ПРОЦЕССА ОСАЖДЕНИЯ СЕЛЕКТИВНОГО КОНЦЕНТРАТА ИРИДИЯ

В рамках договора с ПАО «Горно-металлургическая компания «Норильский никель»» (ГМК «Норильский никель», Россия) в Институте химии твердого тела и механохимии СО РАН (ИХТТМ, ранее ИХТТиПМС) разработана пилотная установка **ВТВ-0.1** для проведения высокотемпературных процессов производительностью до 100 дм³/ч. Установка изготовлена там же совместно с другими соисполнителями. Все узлы, находящиеся в контакте с агрессивными средами, изготовлены из титана [14].

Установка была доставлена заказчику (ГМК «Норильский никель») и совместно с сотрудниками Горно-металлургического опытно-исследовательского центра (ГМОИЦ) смонтирована и обвязана на участке «Каскад» металлургического цеха (МЦ-1) Медного завода (МЗ) в г. Норильске.

При запусках трубчатого автоклава **ВТВ-0.1** испытания проводились в два этапа: на воде и в технологическом процессе осаждения селективного концентрата иридия из сернокислых растворов.

На первом этапе определена динамика нагрева и охлаждения продуктов. Определены параметры регулирования системы контрольно-измерительных приборов для устойчивого поддержания рабочих температур. Отработан порядок

установки разгрузочных шайб дросселя для поддержания заданного давления в установке.

На втором этапе отработан процесс высокотемпературного, высокоскоростного осаждения селективного концентрата иридия (содержание иридия 1068 мг/дм³) в присутствии тиомочевины из сернокислых растворов (50 г/л H_2SO_4), подаваемых на осаждение, при различных технологических режимах. В табл. 5 представлены результаты опытов по осаждению иридия в трубчатом автоклаве.

Показано, что при температуре 180–200 °С и продолжительности процесса осаждения 20–30 мин обеспечивается извлечение иридия в селективный концентрат на 99.9 %. При этом остаточное содержание иридия в растворе снижается до 0.78–0.90 мг/дм³, а содержание иридия в концентрате составляет 13.31–16.72 %.

С целью промышленного освоения высокотемпературного процесса осаждения Ir-концентрата из сернокислых растворов был разработан технологический регламент для проектирования «МЗ. МЦ. Участок производства высокоселективного концентрата иридия. Установка трубчатого автоклава» [12, 15].

В соответствии с технологическим регламентом разработана и изготовлена установка **ВТО-2Т** (рис. 5), которая входила в состав установки автоклавного осаждения иридиевого концентрата и имела следующие технические характеристики: производительность по исходному раствору – 2.0 м³/ч; рабочее давление в установке – 3.0 МПа; время выдержки раствора при рабочей температуре – 30 мин.

После проведения испытаний на установку выдан сертификат соответствия Российской Федерации [16]. После подготовки всей необходимой документации и проведения экспертизы промышленной безопасности от Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору было получено разрешение

ТАБЛИЦА 5

Результаты осаждения иридия в трубчатом автоклаве

№ опыта	Рабочая температура, °С	Объем раствора, дм ³	Содержание Ir в растворе, мг/дм ³	Масса осадка, г	Содержание Ir в твердом осадке, %	Содержание Ir в конечном растворе, мг/дм ³
1	150	90	802	112.4	15.14	75.09
2	200	140	0.78	264.4	16.21	0.07
3.1	160	80	274	387.14	13.31	25.66
3.2	175	70	2.6	383.42	16.72	0.24
4	200	140	0.9	496	15.12	0.08

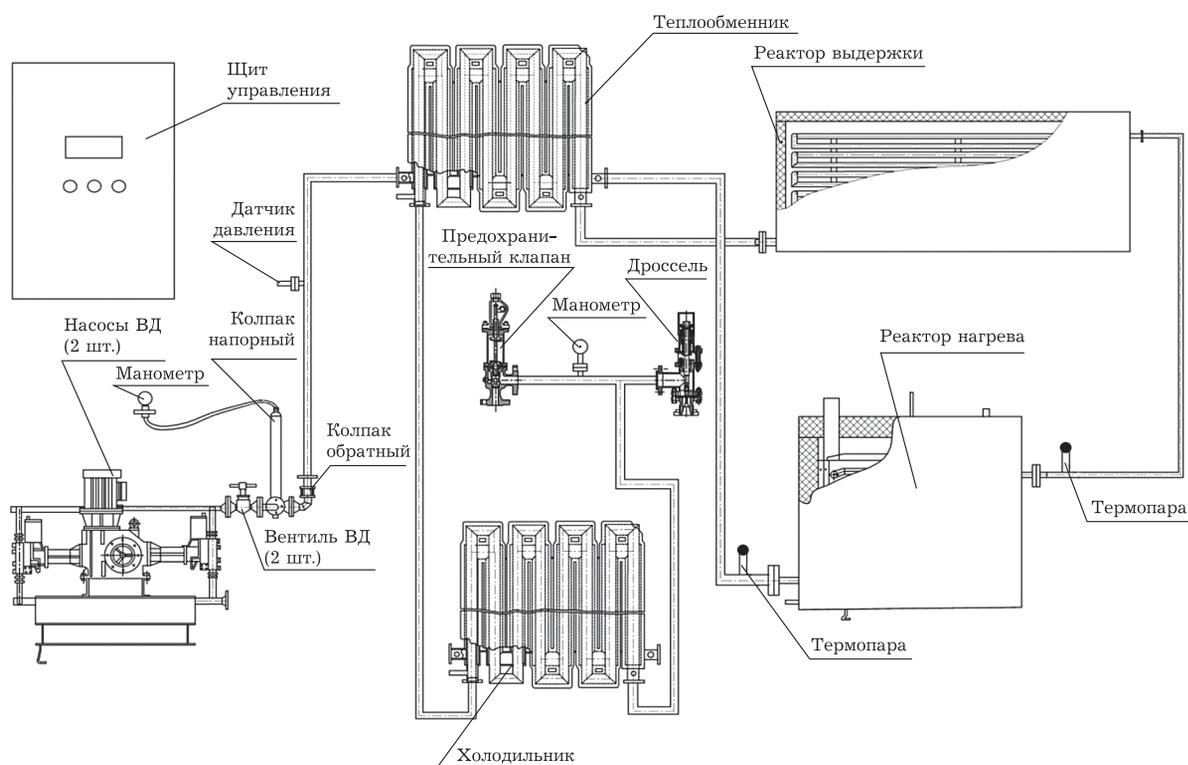


Рис. 5. Схема цепи аппаратов установки ВТО-2Т.

на применение установки **ВТО-2Т** высокотемпературного осаждения Ir-концентрата [16].

Приемочная комиссия, назначенная распоряжением по ГМК «Норильский никель», провела приемочные испытания и составила акт, в котором комиссия резюмировала:

- предъявленную установку **ВТО-2Т** высокотемпературного осаждения Ir-концентрата считать выдержавшей приемочные испытания;
- рекомендовать ее к применению на МЦ-1 МЗ Заполярного филиала ПАО «ГМК «Норильский никель»» [16].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведенные исследования показали, что чрезвычайно важное место при создании планетарных мельниц занимает разработка технических решений и конструкций, обеспечивающих надежность узлов и элементов аппаратов. Рассмотрение этих вопросов привело к созданию и внедрению механохимических технологий переработки концентратов редких и благородных металлов. Проведен цикл работ по совершенствованию автоклавных технологий переработки вольфрамовых концентратов в новосибирском Институте «Гидроцветмет», на Узбекском ком-

бинате тугоплавких и жаропрочных металлов, Скопинском гидрометаллургическом заводе, Кировоградском заводе твердых сплавов. Повышена эффективность переработки материалов, содержащих редкие и благородные металлы на Челябинском электролитном цинковом заводе, Ульбинском металлургическом заводе, Балейской опытной обогатительной фабрике, Саралинской золотоизвлекательной фабрике, ГМК «Норильский никель».

В процессе освоения разработанных технологий и аппаратов составлялись протоколы и акты испытаний и внедрений на металлургических предприятиях СССР и Российской Федерации. Указанные документы представлены в [16] в разделе «Приложение 3. Копии документов».

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1 Каминский Ю. Д., Зеликман А. Н., Медведев А. С., Румянцев В. К. Кинетика разложения механически активированного шеелита / ЦНИИцветмет экономики и информации. 1980. Деп. рукоп. № 704. 8 с.
- 2 Зеликман А. Н., Каминский Ю. Д., Медведев А. С., Румянцев В. К. Исследование кинетики разложения механически активированного шеелита азотной кислотой // Тез. докл. IV Всесоюз. совещ. по химии и технологии молибдена и вольфрама, Ташкент, 22–24 сент. 1980 г. Ташкент: Фан, 1980. С. 53–54.

- 3 Зеликман А. Н., Медведев А. С., Каминский Ю. Д., Жирнов Е. Н., Помощников Э. Е. Исследование эффективности активирования шеелитовых концентратов в планетарных мельницах // Изв. вузов. Цв. металлургия. 1982. № 2. С. 131–132.
- 4 Каминский Ю. Д. Исследование и разработка азотнокислого способа получения паравольфрамата аммония из шеелитовых концентратов с использованием механического активирования: автореф. дис. ... канд. техн. наук. М., 1981. 26 с.
- 5 А. с. СССР 1638869, 1990.
- 6 Каминский Ю. Д. Практика и перспективы использования процессов механоактивации в металлургии // Наука – производству. 2002. № 2. С. 33–37.
- 7 Каминский Ю. Д. Механохимические реакторы планетарного типа: теория и практика / отв. ред. Е. Г. Аввакумов. Новосибирск: Наука, 2015. 199 с.
- 8 Каминский Ю. Д. Исследование процесса разрушения кимберлита и вскрытия алмазов в планетарной мельнице // Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья: материалы XXVI Нац. науч.-техн. конф., 26–27 мая 2021 г. Екатеринбург: ФортДиалог, 2021. С. 215–217.
- 9 Каминский Ю. Д. Механохимическая переработка золотосодержащих концентратов Саралинской ЗИФ // Наука, техника и образование. 2021. № 5 (80). С. 5–14.
- 10 Каминский Ю. Д., Копылов Н. И. Технологические аспекты извлечения золота из руд и концентратов. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 1999. 123 с.
- 11 Каминский Ю. Д., Копылов Н. И. Использование комбинированной механоактивационно-гидротермальной технологии для вскрытия золота // Научные основы и прогрессивные технологии переработки труднообогатимых руд и техногенного сырья благородных металлов (Плаксинские чтения): тр. Междунар. совещ., 8–12 окт. 2001 г. Екатеринбург: Изд-во АМБ, 2001. С. 89.
- 12 Каминский Ю. Д. Высокоскоростные автоклавные процессы и аппараты для их реализации / отв. ред. Н. З. Ляхов. Новосибирск: СО РАН, 2020. 270 с.
- 13 Пат. RU 2113899 C1, 1998.
- 14 Каминский Ю. Д., Копылов Н. И., Полугрудов А. В., Каминская Н. А. Установка высокотемпературного выщелачивания ВТВ-01 // Современные проблемы комплексной переработки природного и техногенного минерального сырья (Плаксинские чтения – 2005): материалы Междунар. совещ. (5–9 сент. 2005 г.). СПб.: Изд-во Роза мира, 2005. С. 343–344.
- 15 Создание технологий и оборудования высокоэффективной экологически безопасной переработки минерального сырья и техногенных отходов (на примере объектов горнопромышленных агломераций Тувы и сопредельных регионов): сводный отчет по конкурсному проекту СО РАН № 28.4.8 (2004–2006 гг.) / науч. рук. Ю. Д. Каминский. Кызыл: ТувИКОПР СО РАН, 2006. 114 с.
- 16 Каминский Ю. Д. Мои институты и лаборатории: монография. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2021. 436 с.