

На правах рукописи

Мельничук Мария Сергеевна



**ПОВЫШЕНИЕ КАЧЕСТВА ПЛАТИНОСОДЕРЖАЩИХ
КОНЦЕНТРАТОВ ОБОГАЩЕНИЯ МАЛОСУЛЬФИДНЫХ
РУД НА ОСНОВЕ ПРИМЕНЕНИЯ ХИМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ
ИХ ОЧИСТКИ ОТ ОКСИДОВ ЖЕЛЕЗА**

Специальность 25.00.13– Обогащение полезных ископаемых

А в т о р е ф е р а т
диссертации на соискание учёной степени
кандидата технических наук

САНКТ-ПЕТЕРБУРГ-2018

Работа выполнена в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет».

*Научный руководитель –
доктор технических наук*

Петров Георгий Валентинович

Официальные оппоненты:

Солоденко Андрей Александрович

доктор технических наук, ООО «МЭК-Майнинг», директор департамента гидрометаллургии

Асончик Константин Минович

кандидат технических наук, АО «Механобр» инжиниринг», ведущий научный сотрудник

Ведущая организация – ООО «Научно-исследовательский центр «Гидрометаллургия»

Защита диссертации состоится 06 декабря 2018 г. в 16 ч 30 мин на заседании диссертационного совета Д 212.224.03 при Санкт-Петербургском горном университете по адресу: 199106, г. Санкт-Петербург, 21 линия, д.2, ауд. 1171 а.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Санкт-Петербургского горного университета и на сайте www.spmi.ru.

Автореферат разослан 05 октября 2018 г.

УЧЕНЫЙ СЕКРЕТАРЬ
диссертационного совета



БРИЧКИН
Вячеслав Николаевич

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Россия является одним из крупнейших продуцентов металлов платиновой группы (МПГ) в мире, уступая первое место по объему их поставок на мировой рынок только ЮАР, но лидируя по производству палладия. Платинометальный комплекс РФ имеет ряд особенностей, из которых можно выделить приуроченность МПГ преимущественно к сульфидным медно-никелевым рудам и встроенность производства платиновых металлов в технологический цикл выпуска цветных металлов. В настоящее время уделяется большое внимание модернизации традиционной технологии переработки медно-никелевых руд за счет внедрения гидрометаллургических процессов. Однако необходимость увеличения производства платины остается принципиально важным направлением развития российского платинометального комплекса.

Для расширения и реструктуризации минерально-сырьевой базы МПГ необходимо вовлечение в переработку отечественных малосульфидных и хромитовых руд, характеризующихся преимущественно платиновой минерализацией. При гравитационно-магнитном разделении хромитовых руд дунитовых массивов Среднего Урала выделяются концентраты МПГ с высоким содержанием железа, дальнейшее кондиционирование которых методами механического обогащения сопровождается безвозвратными техногенными потерями благородных металлов. В связи с этим представляется актуальной разработка химического метода рафинирования платиносодержащих концентратов от оксидов железа с получением богатого платинометального продукта, удовлетворяющего требованиям аффинажа.

Степень разработанности исследуемого направления: значительный вклад в изучение минералогических особенностей платинометальных руд, развитие и усовершенствование процессов обогащения и металлургической переработки платиносодержащего сырья внесли исследования известных российских ученых, среди которых следует выделить работы: И.Н. Плаксина, Д.А. Додина, В.Г. Лазаренкова, В.А. Чантурии, А.П. Козлова, Т.Н. Грейвер, О.Н. Тихонова.

Геология и минералогия платиновых металлов освещены в статьях и ряде обобщающих монографий. Описание технологии получения МПГ из сульфидных полиметаллических руд ограничено в рамках анализа методов переработки шламов электролиза меди и никеля. Вопросы концентрирования МПГ из хромитовых и мало-сульфидных руд недостаточно проработаны, в том числе, в части кондиционирования выделяемых в обогатительном цикле платино-содержащих железистых концентратов для соответствия их качества требованиям аффинажа.

Диссертационная работа выполнена в соответствии с федеральной целевой программой «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технического комплекса России на 2014–2020 годы», утвержденной Постановлением Правительства Российской Федерации № 426 от 21 мая 2013 года, проект RFMEFI57417X0168.

Цель исследований: Разработка научно обоснованных технических решений по переработке железистых платиносодержащих продуктов обогащения малосульфидных руд с получением концентрата минералов платиновых металлов.

Идея работы: химическое разделение оксидов железа и минералов платиновых металлов при восстановительной сернокислотной обработке магнитного концентрата способствует получению богатого платиносодержащего и товарного железистого продукта.

Задачи исследования включают:

1. Изучение химико-минералогических особенностей малосульфидных платиносодержащих руд Среднего Урала и продуктов их гравитационно-магнитного обогащения;
2. Изучение электрохимических особенностей катодного восстановления магнетита в сульфатной среде высокой кислотности;
3. Изучение кинетических закономерностей процесса восстановительного сернокислотного разложения магнетита;
4. Определение оптимальных технологических параметров химического отделения оксидов железа и породообразующих компонентов от минералов платиновых металлов при восстановительной сернокислотной обработке магнитных продуктов обогащения;
5. Изучение особенностей термического разложения сульфата моногидрата железа.

Научная новизна:

1. Установлен автокаталитический механизм и определены кинетические характеристики электрохимического восстановления магнетита в сернокислой среде.
2. Выявлены основные закономерности сернокислотного разложения магнетита в присутствии восстановителей.
3. Установлены особенности разделения минералов железа и платиновых металлов при восстановительной сернокислотной обработке магнитного продукта обогащения малосульфидных руд.

Практическая значимость работы:

1. Разработан метод сернокислотного восстановительного рафинирования магнитных продуктов обогащения хромитовых руд от железа, обеспечивающий получение богатых платиносодержащих концентратов;
2. Разработан способ получения качественного железистого продукта из маточных сернокислых растворов.

Результаты диссертации могут применяться на предприятиях по производству хромомagneзитовых огнеупоров для попутного извлечения металлов платиновой группы, а также в учебном процессе при подготовке специалистов по обогащению полезных ископаемых.

Методы исследований. Методика исследования вещественного состава продуктов включала в себя следующие операции: фазовый анализ, структурное распределение фаз. Определение химического состава фаз осуществлялось методами РЭМ и РСМА на растровом электронном микроскопе TescanVega LMH II LMH (Чехия) с ЭД-спектрометром и системой микроанализа INCA (OxfordInstruments, UK). Гранулометрический анализ проб был проведен на установке Mastersizer 2000.

Экспериментальные исследования выполнялись с использованием обогатительного и гидрометаллургического лабораторного оборудования.

Положения, выносимые на защиту:

1. Восстановительное сернокислотное выщелачивание магнетита, присутствующего в магнитном платиносодержащем продукте обогащения хромитовой руды, осуществляется по электрохимическому механизму; кинетические характеристики катодного процесса

определяются параметрами электролита и каталитическим влиянием образующихся катионов двухвалентного железа.

2. Разделение оксидов железа и минералов платиновой группы с получением богатого концентрата платиновых металлов и товарного железистого продукта обеспечивается последовательным осуществлением восстановительного выщелачивания магнитного платиносодержащего концентрата и термического разложения моногидрата ферросульфата, выделенного кристаллизацией из сернокислых растворов.

Степень обоснованности и достоверность научных положений, выводов и рекомендаций, содержащихся в диссертации, подтверждается сходимостью теоретических и экспериментальных результатов, применением современных методов физико-химического анализа и математической обработки полученных данных. Доказывается с позиций современной теории гидрометаллургических процессов и существующего опыта их промышленного применения.

Апробация работы. II Международная научно-практическая конференция «Промышленная безопасность предприятий минерально-сырьевого комплекса в XXI веке» (Санкт-Петербург, 2014); Основные результаты диссертации докладывались: Научно-практическая конференция РИВС-2014 (Санкт-Петербург, 2014); Всероссийская конференция с международным участием «Проблемы геологии и эксплуатации месторождений платиновых металлов» (Санкт-Петербург, 2016); Международная научно-практическая конференция: Наука, образование, общество (Тамбов 2018); Международная Научно-техническая конференция «Комбинированные процессы переработки минерального сырья: теория и практика» (Санкт-Петербург 2015); Всероссийская конференция с международным участием «Проблемы геологии и эксплуатации месторождений платиновых металлов» (Санкт-Петербург, 2016); Международная научно-практическая конференция «Интенсификация гидрометаллургических процессов переработки природного и техногенного сырья. Технологии и оборудование» (Санкт-Петербург, 2018).

Публикации. Основные положения диссертации опубликованы в 10 печатных работах, из них 4 в журналах, рекомендованных ВАК Минобрнауки России.

Личный вклад автора заключается в проведении анализа литературных и патентных источников, постановке цели, задач и разработке методик исследований, проведении лабораторных экспериментов по обогащению и восстановительному сернокислотному выщелачиванию, анализе и обобщении полученных результатов, формулировании выводов и научно-технических рекомендаций.

Структура и объем работы. Диссертация состоит из введения, 5 глав, заключения, библиографического списка. Работа изложена на 139 страницах машинописного текста, содержит 34 таблицы, 48 рисунков и 4 приложения. Библиография включает 153 наименования.

Благодарности. Автор выражает глубокую благодарность и признательность научному руководителю, доктору технических наук Г.В. Петрову; коллективу кафедры обогащения полезных ископаемых и металлургии Санкт-Петербургского горного университета за внимание, содействие и поддержку на различных этапах выполнения диссертационной работы.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении приводятся краткое обоснование актуальности работы, сформулированы цель и задачи исследования, научная новизна и практическая ценность результатов, изложены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе представлены данные о современном состоянии мирового минерально-сырьевого комплекса МПП и особенностях отечественного платинометаллического производства. Показана перспективность вовлечения в переработку малосульфидных хромитовых руд. Поставлены основные научные и практические задачи диссертации.

Во второй главе представлены геолого-минералогическая характеристика Нижнетагильского дунитового массива и методика гравитационно-магнитного обогащения хромитовой руды. Приведены данные изучения минералогического состава платиносодержащего концентрата.

В третьей главе отражены современные представления о поведении оксидов железа в кислой среде. Приведены результаты экспериментальных потенциодинамических исследований кинетических характеристик и механизма катодного восстановления магнетита в сернокислой среде.

В четвертой главе представлены теоретические и экспериментальные результаты по изучению закономерностей разделения оксидов железа и минералов платиновых металлов с использованием восстановительного сернокислотного выщелачивания.

В пятой главе приведены результаты исследований термического разложения ферросульфата моногидрата. Представлены экспериментальные данные по переработке железистых сернокислых растворов восстановительного выщелачивания платиносодержащего концентрата.

Заключение отражает обобщенные выводы и рекомендации по результатам исследований в соответствии с целью и решенными задачами.

ЗАЩИЩАЕМЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1. Восстановительное сернокислотное выщелачивание магнетита, присутствующего в магнитном платиносодержащем продукте обогащения хромитовой руды, осуществляется по электрохимическому механизму; кинетические характеристики катодного процесса определяются параметрами электролита и каталитическим влиянием образующихся катионов двухвалентного железа.

Для выделения из малосульфидной хромитовой руды Нижнетагильского дунитового массива платиносодержащего концентрата использована гравитационно-магнитная схема обогащения. В таблице 1 приведен химический состав хромитовой руды и магнитного концентрата МППГ. Схема включает грохочение с рассевом на классы и последующей их отсадкой (-6+3, -3+1 мм) и классификацией (-1+0 мм). Концентраты, промпродукты и хвосты этих операций после доизмельчения и грохочения на узкие классы (-1+0,4; -0,4+0,2; -0,2+0 мм) подвергались концентрации на столе для отделения хрома

с последующим применением магнитной сепарации для получения концентрата МПГ.

Таблица 1 –Химический состав хромитовой руды и магнитного концентрата МПГ

Наименование	Содержание, %				Содержание, г/т	
	Cr	Fe	Mg	SiO ₂	Pt	Rh
Руда	1,64	6,24	22,52	17,1	0,21	0,08
Магнитный продукт	5,96	53,8	3,54	1,8	22	0,45

Результаты гранулометрического анализа пробы СМФ, выполнены на установке Mastersizer 2000. Результаты свидетельствуют, что модальный диаметр частиц, преобладающих в пробе, составляет 25-32 мкм.

Изучение фазового состава платиносодержащего концентрата осуществлялась с использованием методов растровой электронной микроскопии. Установлено, что проба на 58-63% об. состоит из магнетита. Нерудные минералы представлены хромшпинелидом (10%), пироксенами (8%), слюдами (4-6%), кварцем (5-7%), хлоритом (3-4%), калиевыми полевыми шпатами (2-4%). Рассчитана формула для среднего значения химического состава магнетита: $(\text{Fe}^{2+}_{1,00})_{1,00}(\text{Fe}^{3+}_{1,99}\text{V}^{3+}_{0,01})_{2,00}\text{O}_4$. Минералы МПГ присутствуют в виде платино-железистых сплавов, в частности и изоферроплатины размером 5-10 мкм (рис. 1).

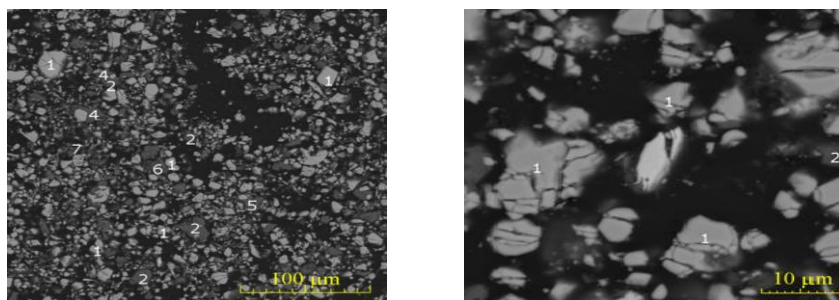


Рисунок 1 – Укрупненный вид продукта. Изображение в режиме отраженных электронов (1 – магнетит, 2 – хромшпинелид, 3 – пироксен, 4 – кварц, 5 – слюда (биотит), 6 – хлорит, 7 – калиевые полевые шпаты)

Показано, что применение кислой среды для атмосферного растворения оксидов железа возможно, однако протекает с крайне низкой скоростью и ориентировано преимущественно на растворение поверхностных железооксидных образований, для чего достаточно низкой концентрации растворителей (рН 1-2).

С использованием потенциодинамических методов исследованы кинетические особенности электрохимического восстановления магнетита в сульфатной среде повышенной кислотности. Исследования выполнены с использованием потенциостата IPC-Pro и электрохимической ячейки, состоящей из: рабочего магнетитового электрода Fe_3O_4 , хлор-серебряного электрода сравнения, вспомогательного платинового электрода. Катодная поляризация магнетита осуществлялась со скоростью развертки 5 мВ/сек.

Установлено, что скорость растворения увеличивается со сдвигом потенциала в катодную область при увеличении кислотности раствора (50-200 г/л H_2SO_4) и повышении температуры (25-80°C) (рис. 2; рис. 3).

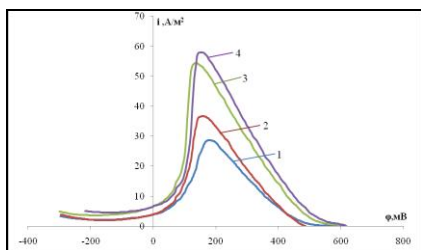


Рисунок 2 - Влияние кислотности среды на катодную поляризацию магнетита; 1 кривая – 50 г/л H_2SO_4 ; 2 кривая - 100 г/л H_2SO_4 ; 3 кривая - 150 г/л H_2SO_4 ; 4 кривая – 200 г/л H_2SO_4 ; температура 25°C; скорость развертки 5 мВ/сек.

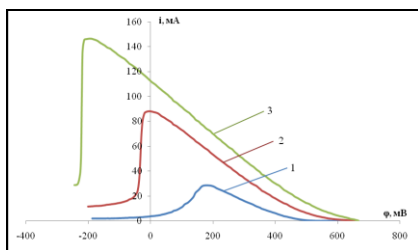


Рисунок 3 - Влияние температуры на катодную поляризацию магнетита; 1 кривая - 20°C; 2 кривая - 50°C; 3 кривая - 80°C. Условия: концентрация H_2SO_4 = 50 г/л; скорость развертки 5 мВ/сек

Присутствие в растворе ионов двухвалентного железа минимизирует индукционный период в области низких перенапряжений, придавая процессу автокаталитический характер, и способствует ускорению растворения магнетита во времени (рис. 4).

Хроновольтамперометрические зависимости при различных скоростях развертки потенциала представлены на рисунке 5.

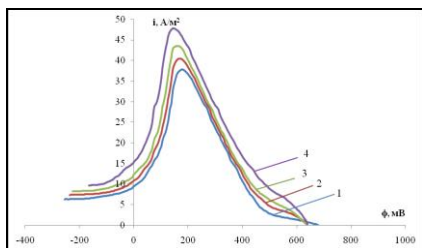


Рисунок 4 - Влияние концентрации катионов Fe(II) на катодную поляризацию магнетита; 1 – без Fe²⁺; 2 – 5 г/л Fe²⁺; 3 – 10 г/л Fe²⁺; 4 – 15 г/л Fe²⁺; температура 25°C; концентрация H₂SO₄ = 100г/л; скорость развертки 5мВ/сек

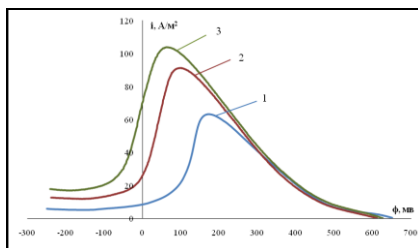


Рисунок 5 – Хроновольтамперометрические зависимости тока пика от потенциала тока пика при скоростях развертки: 1 – 5 мВ/сек; 2 – 50 мВ/сек; 3 – 80 мВ/сек; температура 25°C; концентрация H₂SO₄ = 100 г/л

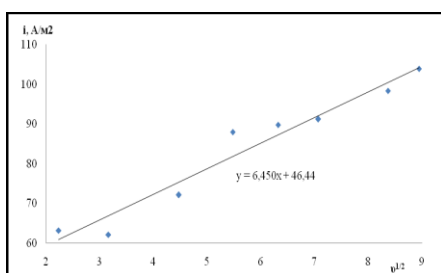


Рисунок 6 - Зависимость тока пика от квадратного корня из скорости развертки потенциала

На основании полученной зависимости, приведенной на рисунке 6, тока пика от квадратного корня из скорости развертки потенциала можно сделать вывод о том, что процесс происходит в необратимой области.

Для определения коэффициента переноса воспользуемся уравнением (1). Коэффициент переноса αn_α при скорости развертки 5 мВ/сек равен:

$$\alpha n_\alpha = 1,857 \frac{RT}{(E_p - E_{p/2}) \cdot F} = 0,52 \quad (1)$$

Для расчета константы скорости k_s используем следующее выражение:

$$E_p = -1,14 \frac{RT}{\alpha n_\alpha F} + \frac{RT}{\alpha n_\alpha F} \ln \frac{k_s}{\sqrt{D_{ox}}} - \frac{RT}{2\alpha n_\alpha F} \ln \alpha n_\alpha \nu = 0,028 \quad (2)$$

Преобразовав выражение (2), получили, что константа скорости k_s процесса равна 0,028 при скорости развертки 5 мВ/сек.

В таблице 2 приведены значения коэффициента переноса αn_α и константы скорости при различных скоростях развертки.

Таблица 2 – Константы скорости для различных значений скорости развертки

ν , мВ/сек	αn_α	k_s
5	0,52	0,028
50	0,45	0,033

Зная константы скорости k_s электродного процесса, можем рассчитать энергию активации. Энергия активации равна 24,6 кДж/моль, что свидетельствует о кинетике протекания процесса электрохимического восстановления магнетита в сернокислой среде в промежуточной области.

Выявлено, что кинетика электрохимического процесса восстановления магнетита лимитируется переходом протонов из раствора на поверхность оксида, о чем свидетельствует рост скорости растворения магнетита при катодной поляризации.

2. Разделение оксидов железа и минералов платиновой группы с получением богатого концентрата платиновых металлов и товарного железистого продукта обеспечивается последовательным осуществлением восстановительного выщелачивания магнитного платиносодержащего концентрата и термического разложения моногидрата ферросульфата, выделенного кристаллизацией из сернокислых растворов.

Эксперименты по изучению закономерностей восстановительного сернокислотного выщелачивания осуществлялись на модельном магнетитовом концентрате, содержащем (%): 52,1 Fe₃O₄; 1,2 MgO; 15,1 SiO₂; 24,9 Al₂O₃.

Установлено, что при кислотности раствора 250 г/л H_2SO_4 увеличение продолжительности процесса выщелачивания до 90 минут сопровождается практически полным удалением железа из исходного материала. Показано, что повышение температуры с 323 до 343К способствует увеличению выщелачивания железа с 68 до 89% (рис. 7; рис. 8).

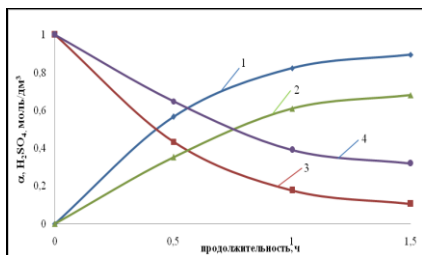


Рисунок 7 - Влияние температуры на степень выщелачивания Fe (1 и 2) и концентрацию H_2SO_4 (3 и 4); исходная концентрация серной кислоты в растворе 1,0 моль/дм³, молярное отношение $Fe_{мет}/Fe_{(к)}$ 4,14, величина ж:т=10:1

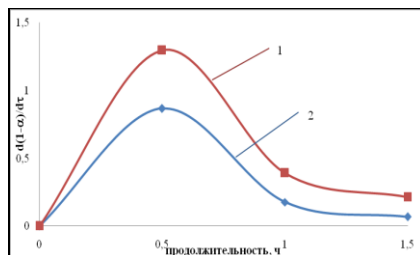


Рисунок 8 - Зависимость скорости выщелачивания железа от температуры: 1 - 50°C; 2 - 70°C (исходная концентрация H_2SO_4 в растворе 1,0 моль/дм³, молярное отношение $Fe_{мет}/Fe_{(к)}$ 4,14, величина ж:т=10:1)

В общем виде скорость растворения Fe_3O_4 можно описать уравнением (при $T = const$):

$$\frac{d(1-\alpha)}{d\tau} = -kS[H_2SO_4]^n \cdot [Fe]^m \quad (3)$$

где α и $(1-\alpha)$ - соответственно доля железа (III), перешедшего в раствор и оставшегося в твердой фазе; S - поверхность магнетита, изменяющаяся во времени, дм²/г; $[H_2SO_4]$ - начальная концентрация серной кислоты, моль/дм³; n - порядок реакции по концентрации кислоты; $[Fe]$ - показатель, учитывающий расход железа для восстановления, доля от стехиометрии; m - порядок реакции по восстановителю; k - константа скорости реакции, г·дм/моль·мин.

Для учета изменения поверхности во времени было принято, что в процессе выщелачивания поверхность изменяется пропорционально доле железа (III) в концентрате в степени β :

$$S = S_0(1-\alpha)^\beta \quad (4)$$

Тогда уравнение скорости принимает вид:

$$\frac{d(1-\alpha)}{d\tau} = -kS_0(1-\alpha)^\beta [H_2SO_4]^n \cdot [Fe]^m \quad (5)$$

где S_0 - исходная удельная поверхность навески концентрата.

Принимаем, что при различных температурах и концентрации H_2SO_4 , постоянных в течение опыта, содержание Fe в концентрате уменьшается во времени по экспоненциальному закону:

$$(1-\alpha) = e^{-C\tau} \quad (6)$$

где C - коэффициент, величина которого зависит от параметров сернокислого вскрытия (температуры, концентрации кислоты и удельной поверхности магнетита).

После логарифмирования и дифференцирования уравнения (6) получаем:

$$\frac{d(1-\alpha)}{d\tau} = -C(1-\alpha) \quad (7)$$

Сравнивая выражения (7) и (5), имеем:

$$\beta = 1; C = kS_0[H_2SO_4]^n \cdot [Fe]^m \quad (8)$$

$$\frac{d(1-\alpha)}{d\tau} = -kS_0(1-\alpha) \cdot [H_2SO_4]^n \cdot [Fe]^m \quad (9)$$

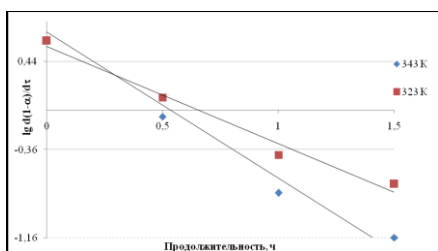


Рисунок 9 - Температурно-кинетическая зависимость скорости выщелачивания модельного концентрата

Рассчитанные константы скорости процесса для температур 323 и 343 К составляют 4,22 и 6,65 г·дм/моль·мин. соответственно. На рисунке 9 представлена температурно-кинетическая зависимость скорости выщелачивания модельного концентрата.

Зависимость константы скорости k от температуры можно записать в следующем

виде:

$$k = (1,05 \pm 0,02) \cdot 10^4 \exp\left(-\frac{2525}{T}\right) \quad (10)$$

Рассчитанная величина кажущейся энергии активации восстановления магнетитового концентрата железным порошком (21,1 кДж/моль) характерна для процессов, протекающих в промежуточной области.

Экспериментальные результаты свидетельствуют, что увеличение расхода восстановителя $Fe_{пор}/Fe_{к-т}=1,4\div 4,2$ положительно влияет на сернокислотное растворение магнетита.

Установлено, что при оптимальных параметрах процесса восстановления магнетита (концентрация серной кислоты – 180-200 г/л, 2 кратный избыток металлического железа от теор. необх., температура 70°C, продолжительность 90 минут, ж:t=10:1) обеспечивается практически полное выщелачивание железа.

Резюмируя данные исследований и промышленной практики по применению методов выделения железа, следует отметить нецелесообразность применения гидrolитического способа к растворам восстановительного выщелачивания магнетитового концентрата. Высокая концентрация двухвалентного железа в растворе, близкая к пределу растворимости, делает предпочтительным применение метода «кристаллизация сульфата железа – прокаливание».

Для получения ферросульфата моногидрата насыщенный раствор сернокислого железа (150 г/л Fe; 100 г/л H₂SO₄), приготовленный с использованием реактивного сульфата железа (II), подвергался выпариванию при температуре близкой 100°C. Продолжительность процесса выпарки до 4 часов с последующей кристаллизацией семиводного сульфата железа. Процесс термического разложения высушенного до моногидрата железного купороса осуществлялся в электрической кварцевой печи.

Разложение ферросульфата протекает с частичным образованием промежуточного комплекса $[5Fe_2(SO_4)_3]\cdot Fe_2O_3$, скорость разложения которого не лимитирует скорость суммарного процесса. Остаточная сера в огарке находится только в форме сульфата двухвалентного железа. Установлено, что оптимальная температура разложения модельного ферросульфата моногидрата составляет 700 – 720°C при продолжительности процесса около 90 минут. Содержание серы в огарке 1-2%. (рис. 10; рис. 11).

Рассчитаны кинетические характеристики и значение кажущейся энергии активации (429 кДж/моль) процесса термической диссоциации одноводного сульфата железа.

Химическое обогащение магнитного продукта обогащения малосульфидной руды с использованием восстановительной серно-кислотной обработки позволило получить платиносодержащий концентрат (сквозной выход 0,06%), содержащий около 120 г/т Pt и 2,43 г/т Rh.

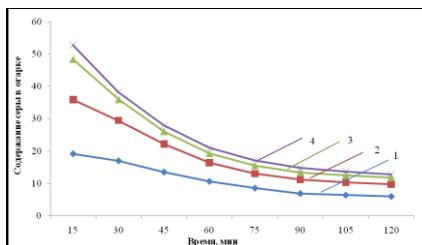


Рисунок 10 - Влияние продолжительности процесса на содержание серы в огарке (1 – 660°C ; 2 - 680°C ; 3 – 700°C; 4 – 720°C)

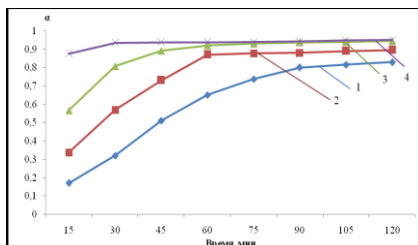


Рисунок 11 - Зависимость степени разложения от продолжительности процесса (1 – 660°C ; 2 – 680°C ; 3 – 700°C ; 4 – 720°C)

Рассчитаны кинетические характеристики и значение кажущейся энергии активации (429 кДж/моль) процесса термической диссоциации одноводного сульфата железа.

Химическое обогащение магнитного продукта обогащения малосульфидной руды с использованием восстановительной серно-кислотной обработки позволило получить платиносодержащий концентрат (сквозной выход 0,06%), содержащий около 120 г/т Pt и 2,43 г/т Rh.

Выполнена проверка метода «кристаллизация - термическое разложение» на реальном сернокислом растворе, полученном при вскрытии магнитного концентрата обогащения. Содержание основных компонентов в обожженном продукте (69,2% Fe; 0,18 % Al; 1,1 % Mg) позволяет его рассматривать как прекурсор для получения красного железистоокисного пигмента.

На рисунке 12 представлена принципиальная технологическая схема химического обогащения магнитных платиносодержащих концентратов хромитовой руды Нижнетагильского массива.

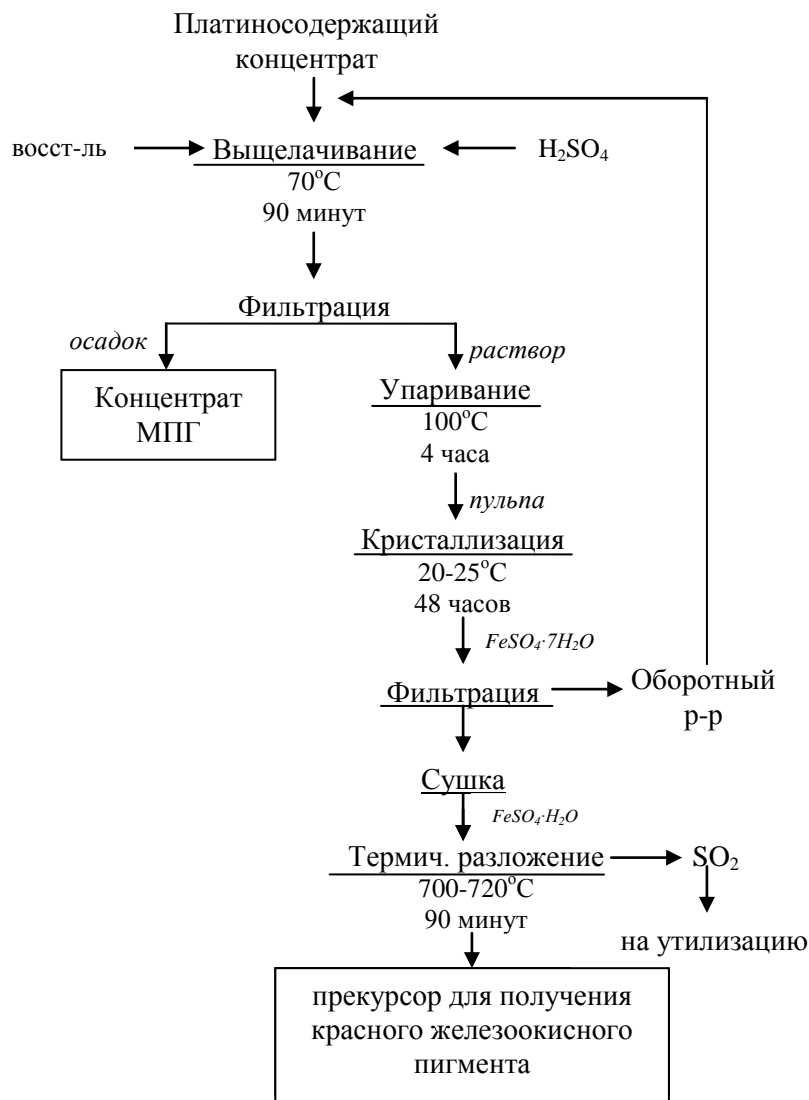


Рисунок 12 – Принципиальная технологическая схема химического обогащения магнитных платиносодержащих концентратов хромитовой руды Нижнетагильского массива

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Выполненные исследования позволили установить, что:

1. Платиносодержащий концентрат, выделенный при гравитационно-магнитном обогащении хромитовой руды Нижнетагильского дунитового массива, содержит более 22 г/т МППГ и состоит из магнетита (58-63%). Минералы МППГ присутствуют в виде платиножелезистых сплавов, в частности и изоферроплатины размером 5-10 мкм.

2. Электрохимическое восстановление магнетита в сульфатной среде повышенной кислотности сопровождается увеличением скорости растворения со сдвигом потенциала в катодную область при увеличении кислотности раствора (50-200 г/л H_2SO_4 и повышении температуры (25-80°C). В области низких перенапряжений присутствие катионов двухвалентного железа (1 – 15 г/л) придает электрохимическому процессу автокаталитический характер.

3. Катодный процесс восстановления магнетита протекает в промежуточной области, о чем свидетельствуют рассчитанные коэффициенты переноса α_p , константы скорости k_s и значение кажущейся энергии активации (24,6 кДж/моль).

4. При оптимальных параметрах процесса гидрохимического восстановления магнетита (концентрация серной кислоты – 180-200 г/л, 2 кратный избыток металлического железа от теор. необх., температура 70°C, продолжительность 90 минут, ж:т=10:1) обеспечивается практически полное разделение железа и минералов платиновых металлов.

5. Рассчитанные основные кинетические характеристики восстановления магнетитового концентрата и значение кажущейся энергии активации (21,1 кДж/моль) свидетельствуют о протекании процесса в области близкой к диффузионной.

6. Химическое обогащение магнитного продукта обогащения малосульфидной руды с использованием восстановительной серно-кислотной обработки позволило получить платиносодержащий концентрат, содержащий более 122 г/т МППГ.

7. Термическая обработка при температуре 700 – 720°C в течение 90 мин обеспечивает практически полную диссоциацию ферросульфата моногидрата (остаточное содержание серы менее 1%),

выделенного при кристаллизации из сернокислого раствора восстановительного рафинирования. Содержание основных компонентов огарка позволяет его рассматривать как прекурсор для получения красного железистоокисного пигмента.

Внедрение разработанных аппаратурно-технологических решений, ориентированных на химическое обогащение 700 т/год платиносодержащего концентрата, позволит получить в зависимости от качества исходной малосульфидной руды не менее 15-20 кг МПГ.

Основные результаты диссертационной работы опубликованы в следующих работах:

В изданиях, рекомендуемых ВАК Минобрнауки России:

1. Мельничук (Сидорова), М.С. Попутное извлечение металлов платиновой группы и хрома при переработке бедного дунитового сырья / М.С. Мельничук (Сидорова), С.Б. Фокина, А.Я. Бодуэн, Г.В. Петров // Обогащение руд. - 2018. - № 1 (373). - С. 50-55.

2. Petrov, G.V. Sorption recovery of rhenium from chromium-containing sulfate solutions by cybber low-basic anionites / G.V. Petrov, A. Ya. Boduen, S. B. Fokina, M. S. Sidorova (Melnichuk) // Russian Journal of Non-Ferrous Metals. - 2015, - № 5, - P. 500-504.

3. Петров, Г.В. Сорбционное извлечение рения из насыщенных сульфатных растворов низкоосновными анионитами Cybber / Г.В. Петров, А.Я. Бодуэн, С.Б. Фокина, М.С. Сидорова (Мельничук) // Известия высших учебных заведений. Цветная металлургия. - 2015. - № 4. - С. 9-14.

4. Petrov, G.V. Ferrit-containing technogenic waste of metallurgical production / G.V. Petrov, A. Ya. Boduen, S. B. Fokina, M. S. Sidorova (Melnichuk), I.E. Zotova. // Journal of fundamental and applied sciences. - 2016, - 8(3S). - P. 2553-2564.

В прочих изданиях:

5. Бодуэн, А.Я. Исследование обогатимости медно-порфиновых руд Алданского региона / А.Я. Бодуэн, М.С. Мельничук (Сидорова), Г.В. Петров, С.Б. Фокина // Международный научно-исследовательский журнал. - 2018. - № 3 (69). - С. 68-74.

6. Петров, Г.В. Извлечение платиновых металлов при переработке хромитовых руд дунитовых массивов / Г.В. Петров, Ю.В. Ан-

дреев, М.С. Сидорова (Мельничук) // Проблемы геологии и эксплуатации месторождений платиновых металлов (I научные чтения памяти проф. В.Г. Лазаренкова): материалы Всероссийской конференции с международным участием. Национальный минерально-сырьевой университет "Горный" (Санкт-Петербург). – СПб. -2016. - С. 140-146.

7. Иваник, С.А. Переработка железистых платиносодержащих концентратов / С.А. Иваник, М.С. Сидорова (Мельничук) // Сборник научных тезисов Научно-практической конференции РИВС-2014 (19-20 ноября 2014 г.). - СПб.: - 2014, - С. 65-67.

8. Петров, Г.В. Концентрирование металлов платиновой группы из хромитовых руд дунитовых массивов / Г.В. Петров, И.В. Фомин, М.С. Сидорова (Мельничук) // Сборник научных трудов Комбинированные процессы переработки минерального сырья: теория и практика (19-20 мая 2015 г.). – СПб.: - 2015, - С.136-138.

9. Мельничук (Сидорова), М.С. Исследование электрохимических особенностей восстановительного вскрытия магнетита в сульфатной среде / М.С. Мельничук (Сидорова), Б.Ф. Фидаров, И.Е. Зотова, С.Б. Фокина // Вопросы образования и науки: материалы международной научно-практической конференции. – СПб.: - 2017. - С. 83-87.

10. Петров, Г.В. Химическое обогащение платиносодержащего концентрата / Г.В. Петров, М.С. Мельничук (Сидорова) // Интенсификация гидрометаллургических процессов переработки природного и техногенного сырья. Технологии и оборудование: Материалы Международной научно-практической конференции. – СПб.: - 2018. - С.111-113.