



Товарищество с ограниченной
ответственностью
«Тай-Кен Алтын»

СОГЛАСОВАНО:

Директор

ТОО «Тай-Кен Алтын»



А.С. Тлеулин

2022



Металлургия
Благородных
Металлов
группа компаний

Общество с ограниченной ответственностью
«Промышленная группа
«Металлургия благородных металлов»

УТВЕРЖДАЮ:

Генеральный директор

ООО ПГ «МБМ»



И.В. Тихов

2022

ИТОГОВЫЙ ОТЧЕТ О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ И ОПЫТНО- КОНСТРУКТОРСКОЙ РАБОТЕ

«РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕШЕНИЙ ДЛЯ
СОЗДАНИЯ ОБОГАТИТЕЛЬНОГО ПЕРЕДЕЛА С ЦЕЛЮ ИЗВЛЕЧЕНИЯ
ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ ИЗ ОТХОДОВ АФФИНАЖНОГО ПРОИЗВОДСТВА
ТОО «ТАУ-КЕН АЛТЫН»

(договор № 615674/2021/1 от 01.09.2021)

Этап 3

«Разработка исходных данных для ТЭО эффективности переработки ТПО»

Руководитель работы,

Исполнительный директор

А.А. Рябчиков

Москва 2022

СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

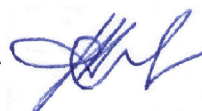
Руководитель работы,
Исполнительный директор ООО ПГ «МБМ»



А.А. Рябчиков

Исполнители:

Директор по науке и развитию ООО ПГ «МБМ»
к.т.н.



С.Н. Мамонов

Руководитель проектов ООО ПГ «МБМ»



С.А. Кизжаев

Главный инженер проекта ООО ПГ «МБМ»



Е.В. Нефёдова

Главный технолог ООО ПГ «МБМ»



С.М. Чадин

СОДЕРЖАНИЕ

ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ И ОБОЗНАЧЕНИЙ.....	6
ВВЕДЕНИЕ.....	7
1. КРАТКИЙ АНАЛИЗ СПОСОБОВ ОБОГАЩЕНИЯ ОТХОДОВ, СОДЕРЖАЩИХ ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛЫ.....	9
2. ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И ФАЗОВОГО СОСТАВА ПОЛУЧЕННЫХ ОБРАЗЦОВ ПРОМПРОДУКТОВ, СОДЕРЖАЩИХ ЗОЛОТО И СЕРЕБРО.....	19
2.1 ХАРАКТЕРИСТИКА ПРЕДСТАВИТЕЛЬНОЙ ПРОБЫ	19
2.2 ХИМИЧЕСКИЙ И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ	22
2.3 МИКРОСТРУКТУРА ОБРАЗЦОВ И РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ЦВЕТНЫХ И БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ	28
2.3.1 ОБРАЗЕЦ БОЯ ТИГЛЕЙ ГРАФИТОВЫХ	30
2.3.2 ОБРАЗЕЦ ШЛАКА ХЛОРИДНОГО	32
2.3.3 ОБРАЗЕЦ ВЫЛОМОК ЦЕМЕНТНОЙ ОБМАЗКИ	34
2.3.4 ОБРАЗЕЦ БОЯ МАГНЕЗИТОВЫХ ТИГЛЕЙ И КАПЕЛЕЙ.....	38
2.3.5 ОБРАЗЕЦ ШЛАКА СОДОВО-БОРАТНОГО	40
3. ЛАБОРАТОРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПО ОБОГАЩЕНИЮ ПРОМПРОДУКТОВ.....	44
3.1 МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТОВ И АНАЛИЗА МАТЕРИАЛОВ	44
3.2 ПЕРЕРАБОТКА БОЯ ТИГЛЕЙ (ГРАФИТ, МАГНЕЗИТ).....	45
3.2.1 БОЙ МАГНЕЗИТОВЫХ ТИГЛЕЙ И КАПЕЛЕЙ	46
3.2.2 БОЙ ТИГЛЕЙ ГРАФИТОВЫХ	51
3.3 ПЕРЕРАБОТКА ВЫЛОМОК ЦЕМЕНТНОЙ ОБМАЗКИ.....	56
3.4 ПЕРЕРАБОТКА ШЛАКА ХЛОРИДНОГО	61
3.5 ПЕРЕРАБОТКА ШЛАКА СОДОВО-БОРАТНОГО	66
4. ОПИСАНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ СХЕМЫ ПЕРЕРАБОТКИ ТПО	76
4.1 ПЕРЕРАБОТКА БОЯ ТИГЛЕЙ (ГРАФИТ, МАГНЕЗИТ).....	76
4.1.1 БОЙ ТИГЛЕЙ ГРАФИТОВЫХ	76
4.1.2 БОЙ МАГНЕЗИТОВЫХ ТИГЛЕЙ И КАПЕЛЕЙ	79
4.2 ПЕРЕРАБОТКА ШЛАКА ХЛОРИДНОГО	83
4.2.1 ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ ШЛАКА ХЛОРИДНОГО	84
4.2.2 ВЫЩЕЛАЧИВАНИЕ ИЗМЕЛЬЧЕННОГО ШЛАКА ХЛОРИДНОГО	85

4.2.3	СУШКА ОСАДКА	86
4.3	ПЕРЕРАБОТКА ШЛАКА СОДОВО-БОРАТНОГО	86
4.3.1	ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ ШЛАКА СОДОВО-БОРАТНОГО	88
4.3.2	ВЫЩЕЛАЧИВАНИЕ ИЗМЕЛЬЧЕННОГО ШЛАКА СОДОВО-БОРАТНОГО	88
4.3.3	ГРАВИТАЦИОННОЕ ОБОГАЩЕНИЕ	89
4.3.4	СУШКА ОСАДКА	91
4.3.5	СУШКА КОНЦЕНТРАТОВ.....	91
4.3.6	ОПРОБОВАНИЕ ОСАДКА	91
4.4	ПЕРЕРАБОТКА ВЫЛОМОК ЦЕМЕНТНОЙ ОБМАЗКИ.....	92
4.4.1	ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ ВЫЛОМОК ЦЕМЕНТНОЙ ОБМАЗКИ.....	93
4.4.2	ВЫЩЕЛАЧИВАНИЕ В РАСТВОРЕ АЗОТНОЙ КИСЛОТЫ.....	93
4.4.3	ВЫЩЕЛАЧИВАНИЕ ОСАДКА В СМЕСИ АЗОТНОЙ И СОЛЯНОЙ КИСЛОТ	94
4.4.4	СУШКА ОСАДКА	95
4.4.5	ОПРОБОВАНИЕ ОСАДКА	96
5.	СВОДНЫЙ МАТЕРИАЛЬНЫЙ БАЛАНС ТЕХНОЛОГИИ	
	ПЕРЕРАБОТКИ ТПО	97
6.	ХАРАКТЕРИСТИКА И РАСХОД РЕАГЕНТОВ И ОСНОВНЫХ	
	ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ.....	109
7.	СХЕМА ЦЕПИ АППАРАТОВ ТЕХНОЛОГИИ ПЕРЕРАБОТКИ ТПО	
		117
8.	ХАРАКТЕРИСТИКА ОСНОВНОГО И ВСПОМОГАТЕЛЬНОГО	
	ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ОБОРУДОВАНИЯ ПО ОПЕРАЦИЯМ.....	118
9.	МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ	119
10.	ХАРАКТЕРИСТИКА ОТХОДЯЩИХ ГАЗОВ ОТ	
	ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ОБОРУДОВАНИЯ ПО ОПЕРАЦИЯМ,	
	РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ИХ ОЧИСТКЕ И УТИЛИЗАЦИИ ПРОДУКТОВ	
	ГАЗООЧИСТКИ.....	123
11.	ХАРАКТЕРИСТИКА ОТХОДОВ И СТОЧНЫХ ВОД,	
	РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ИХ ОБЕЗВРЕЖИВАНИЮ И УТИЛИЗАЦИИ	126
12.	ЧИСЛЕННОСТЬ ПРОИЗВОДСТВЕННОГО ПЕРСОНАЛА	
	ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПЕРЕДЕЛА	127
13.	ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	129
14.	СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ.....	131
15.	ТАБЛИЦА РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ	135
16.	ЛИСТ СОГЛАСОВАНИЯ.....	136

ПРИЛОЖЕНИЕ А. Протоколы испытаний проб ТПО

ПРИЛОЖЕНИЕ Б. Аппаратурно-технологическая схема по группам технологических операций

ПРИЛОЖЕНИЕ В. Спецификация основного технологического оборудования

ПРИЛОЖЕНИЕ Г. Опросные листы на основное технологическое оборудование с перечнем потенциальных поставщиков

ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ И ОБОЗНАЧЕНИЙ

В настоящем отчете о научно-исследовательской и опытно-конструкторской работе применяются следующие сокращения и обозначения:

БТГ – бой тиглей графитовых;

БТШ – бой магнетитовых тиглей и капелей;

ВЦО – выломки цементной обмазки;

ДМ – драгоценные металлы;

Н.О. – нерастворимый остаток;

ПГС – парогазовая смесь;

ТЗ – техническое задание;

ТР - технологический регламент;

ТПО – твердые производственные отходы;

ТЭО – технико-экономическое обоснование;

ЦВ – царская водка;

ШСБ – шлак содово-боратный;

ШХ – шлак хлоридный.

ВВЕДЕНИЕ

С каждым годом наблюдается увеличение спроса на драгоценные металлы (ДМ), что вызывает настоятельную необходимость, наряду с поиском новых источников сырья, усовершенствования существующих технологий их производства. Указанное обстоятельство предполагает, в первую очередь, повышение полноты и комплексности использования первичного и вторичного сырья. Возрастающий объем и одновременное снижение качества поступающего на переработку сырья требуют разработки и внедрения высокоэффективных процессов, обеспечивающих получение селективных концентратов драгоценных металлов и самих металлов, сокращение объемов незавершенного производства, снижение энергозатрат, уменьшение потерь драгоценных металлов, возможность автоматизации процессов, улучшение условий труда.

Практически на всех заводах переработка сырья, содержащего драгоценные металлы, осуществляется сегодня с использованием гидрометаллургических процессов (в случае золота и серебра - и электрохимических процессов). Они характеризуются высокой производительностью и уровнем автоматизации, хорошими экономическими и экологическими показателями.

Технологические процессы аффинажа золота и серебра, выполняемые электрохимическими методами с последующей плавкой полученного металла и получением готовой продукции, относят к наилучшим доступным техникам и технологиям. Несмотря на ряд недостатков (значительное незавершенное производство, длительный цикл аффинажа), эти технологии имеют и преимущества – относительно небольшое количество выбросов вредных веществ в окружающую среду, стабильное качество готовой продукции. В то же время, использование электрохимических технологий аффинажа золота и серебра также способствует образованию различных промпродуктов и отходов, содержащих драгоценные металлы и требующих переработки.

В работе приведены результаты научно-исследовательской и опытно-конструкторской работы (НИОКР) по оценке возможности обогащения и переработки отходов аффинажного производства ТОО «Тау-Кен Алтын» (шлаки, бой тиглей, выломки цементной обмазки).

1. КРАТКИЙ АНАЛИЗ СПОСОБОВ ОБОГАЩЕНИЯ ОТХОДОВ, СОДЕРЖАЩИХ ДРАГОЦЕННЫЕ МЕТАЛЛЫ

В настоящее время в литературе имеются лишь разрозненные публикации по методам переработки тех или иных видов лома и отходов, содержащих драгоценные металлы. Между тем, проблемой извлечения цветных и благородных металлов из техногенного сырья занимаются давно. Большую долю внимания разработчиков занимают шлаки и выломки металлургических печей, в частности шлаки медеплавильного производства, однородные по фазовому составу с тонкой вкрапленностью в стекловидной массе частиц окисленной меди, штейна и корольков металлической меди, содержащих золото и металлы платиновой группы (МПП). Выломки – это пропитанная шлаками и металлом огнеупорная масса футеровки, образующаяся при ремонте печей, обычно имеет гетерогенный состав и содержит частицы металла различной крупности. Основная масса металла в выломках находится в виде достаточно крупных агрегированных частиц. Переработка такого рода вторсырья экономически целесообразна, что объясняет возрастающий интерес к проблеме переработки шлаков и выломок отслуживших огнеупоров с целью извлечения ценных компонентов.

Особо актуальна проблема извлечения драгметаллов из выломок и шлаков, образующихся при плавке богатого сырья, например шламов электролитического рафинирования меди и никеля. Большую часть металла, выделенного из выломок вручную, возвращают в основной процесс, а измельченные выломки и шлак перерабатывают плавкой на медный или свинцовый коллектор.

Известны способы флотации медьсодержащих шлаков и выломок, включающие дробление, измельчение, основную и контрольную флотацию медных минералов [2, 3]. Извлечение меди из шлаков флотацией в традиционных режимах не превышает значения от 60 % до 70 %. Для повышения эффективности обогащения шлаки предварительно охлаждают по определенному температурному графику для образования крупных

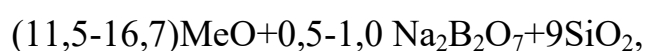
кристаллов сульфидов, что облегчает их извлечение [4], или измельчают в три стадии в сочетании с основной, контрольной и перечистой флотациями [5].

Предлагаемые методы флотационного извлечения металлов из шлаков и выломок в концентраты при использовании на практике не дают желаемого результата, так как наличие не вскрываемых тонких сростков сульфидов и металла с магнетитом, фаялитом, силикатами и керамикой ведет к потере меди и драгметаллов с хвостами флотации. Известен метод извлечения металлов из огнеупорных керамических выломок и настелей, включающий измельчение отходов и флотацию в слабокислой среде с бутиловым ксантогенатом и аэрофлотом [6]. Слабокислая среда способствует повышению извлечения металла (меди) в концентрат, но не обеспечивает достаточное раскрытие зерен извлекаемого металла, что ограничивает степень обогащения. Авторами [7] предложена предварительная обработка выломок и шлака СВЧ-энергией в течение 1-10 мин перед измельчением, гравитационным отделением крупных частиц металла и последующей флотацией хвостов отсадки в щелочной, а затем в слабокислой среде.

В аффинажном производстве сырье благородных металлов содержит примеси шлакообразующих оксидов неблагородных элементов: кремния, алюминия, магния, кальция, железа и др. Для нормальной реализации гидрометаллургической технологии аффинажа их необходимо выводить в отходы производства – шлаки, образующиеся при пирометаллургическом обогащения промпродуктов. Чтобы получить продукты обогащения необходимого качества при минимальных потерях благородных металлов со шлаками, плавку промпродуктов аффинажа ведут в две стадии. Сначала подбирают состав шихты и режим процесса таким образом, чтобы получить богатый по содержанию благородных металлов тяжелый сплав. В образующемся при этом обратном шлаке, как правило, содержится довольно много благородных металлов. Далее следует стадия обеднительного переплава с доизвлечением благородных металлов и получением условно-отвального шлака, который еще может содержать в сумме от 100 до 1000 г/т МПГ и

золота. Именно в условно-отвальном шлаке накапливается значительное количество драгметаллов, поскольку это самый объемный промпродукт из всех отходов аффинажного производства. Обычно его направляют на медно-никелевое производство на плавку вместе с медно-никелевыми концентратами с получением медно-никелевого штейна либо на плавку с получением черновой меди. В результате такого способа переработки шлаков в циклах получения меди и никеля происходит «задавливание» драгоценных металлов на длительный срок, в то же время безвозвратные потери благородных металлов невелики.

В способе извлечения серебра из содержащих его отходов [8], включающем загрузку отходов в расплав смеси соды и буры, плавление и разделение продуктов плавки с извлечением серебра, отличающимся тем, что отходы загружают в расплав смеси соды и буры, которые берут в соотношении: соды - в 2,0-3,5 раза больше массы оксидной составляющей исходного материала, а буры от 8 % до 20 % от массы соды, плавку ведут при температуре от 1120 °С до 1350 °С, с последующей выдержкой расплава не менее 15-20 мин, при этом массу загружаемых отходов определяют в зависимости от содержания в них оксидной составляющей по формуле, масс. %:



где (Me-Ca, Al, 2Na).

Показано, что достигается полное разделение на два продукта: жидкотекучий флюс и технически чистое жидкое серебро.

Известен способ извлечения серебра из отходов в дуговых печах с электродами, погруженными в расплав флюсов. При этом флюсы добавляют для ошлакования механических включений, а также для окисления цветных металлов и железа [9]. В качестве флюсов используют соду, плавленную буру, битое стекло, селитру, серноокислый натрий и др. Расчет шихты делают на получение шлаков состава, %:



где (Me - Ca, Mg, Pb, Zn, Cu, $3/4\text{Fe}$, $2/3\text{Ni}$, 2Na).

В процессе плавки получают лигатурный сплав серебра с содержанием основного металла от 98,5 % до 99,5 %. Основным недостатком данного способа является получение шлаков, в которых серебра остается до 1-2,5 кг/т шлака, которые надо направлять в шихту шахтных или отражательных печей.

Известен способ извлечения благородных металлов из шлаков аффинажного производства, суть которого заключается в измельчении шлака до крупности от 3 до 4 мм, классификации в воде полученного порошка на тяжелую и легкую фракции, их дальнейшую отдельную переработку: обогатительную плавку тяжелой фракции и утилизацию легкой фракции на предприятиях медно-никелевой отрасли [10]. Следует отметить, что при измельчении шлака в молотковой дробилке, настроенной на получение порошка крупностью меньше 3 мм, выход фракции больше 2,5 мм, не превышал 8 %. Отмечено, что все же большая часть благородных металлов оставалась в мелкой фракции. В способе, предложенном авторами патента [11], шлаковые отходы измельчают в дробилке или в мельнице, и порошок классифицируют до получения частиц крупностью – 3 мм, и уже минусовый порошок подвергают разделению на тяжелую и легкую фракции и далее перерабатывают, как в [10].

В работе [12] выполнены поисковые исследования по обогащению силикатных шлаков аффинажного производства на электрических сепараторах, аппаратах для гравитационного и флотационного обогащения с учетом крупности, наличия вкраплений и физических свойств извлекаемых металлов (плотности и электропроводности). Опробованы двухстадийные схемы измельчения. Выяснилось, что на первой стадии обогащения исходных шлаков крупностью от минус 2,5 мм до плюс 1,6 мм отсадочная машина за одну операцию обеспечивает извлечение металлов в тяжелую фракцию от 56 % до 52 %, при степени концентрации металлов около 14. Определение технологических показателей обогащения второй стадии показали, что на концентрационном столе и с помощью винтового шлюза нельзя получить

концентраты с удовлетворительным содержанием благородных металлов. Применение на второй стадии флотации, наоборот, дали обнадеживающие результаты: потери серебра и золота с хвостами соответственно 7 % и 16 %, суммарное содержание металлов в общем концентрате – 13,4 %. При измельчении шлака до крупности класса – 0,15 мм можно выделить грохочением на сите в 1 мм металлическую фракцию с 74 % Ag и 67 % Au. Центробежная сепарация минусового продукта грохота позволяет доизвлечь около 15 % Ag и 14 % Au. Для повышения эффективности этой операции необходим более тонкий помол. Таким образом, предложены две технологических схемы – «мокрая» и «сухая». Первая, с отсадкой и флотацией, дает возможность получить концентрат с общим содержанием металлов 13,4 %. Вторая схема с селективным вскрытием зерен металла, последующим грохочением и операциями центробежной сепарации обеспечивает извлечение в концентрат Ag и Au с суммарным содержанием металлов около 15,5 %. Первая стадия измельчения и операция грохочения для выделения металлической фракции в этой схеме может быть реализована без применения воды, но с более низкими показателями: выход металлической фракции 1,47 %, извлечении серебра – 74 %, золота – 67 %.

Экономически целесообразной является переработка и другого промпродукта аффинажного производства – хлоридного шлака, образующегося в процессе рафинирования золотосеребряных сплавов методом хлорирования в расплаве (процесс Миллера) [13]. Данный промпродукт содержит до 6 % золота, в основном в виде мелких включений металла, от 55 % до 70 % хлорида серебра, от 5 % до 30 % хлоридов неблагородных металлов, в основном меди и железа, от 10 % до 20 % оксидов кремния, бора, натрия, поскольку в процессе хлорирования при температуре 1150 °C на поверхность расплава металла погружают буру и кварцевый песок.

Известен способ переработки хлоридного шлака [14], по которому первичный хлоридный шлак (ПХШ) от процесса Миллера переплавляют при

температуре от 1100 °С до 1200 °С с добавкой 4 % карбоната натрия. При этом примерно пятая часть серебра восстанавливается по реакции:



Восстановленное серебро коллектирует большую часть (до 90 %) золота, находящегося в хлоридном шлаке. Полученный серебряно-золотой сплав направляют на хлорирование. Обеззолоченный вторичный хлоридный шлак гранулируют и обрабатывают подогретым солянокислым раствором в присутствии NaClO_3 . Осадок очищенного хлорида серебра восстанавливают металлическим цинком в пульпе. Цементное серебро с остатками золота отфильтровывают, сушат, плавят на аноды, которые направляют на электролитическое рафинирование серебра. Недостатками способа является неполное разделения золота от серебра и значительная затратность многооперационной технологии (восстановительная плавка, выщелачивание вторичного хлоридного шлака, восстановление цинком серебра), а также выделение при восстановительной плавке пыли (до 10 %) и возгонов хлоридов цветных металлов и необходимость их переработки.

Известны комбинированные технические решения с использованием пиро- и гидропроцессов. По одному из них [15] хлоридный шлак с карбонатом натрия подвергают восстановительному обжигу при температуре от 500 °С до 600 °С, а полученный спек затем выщелачивают водой. Высушенный твердый остаток плавят с получением золотосеребряного сплава и шлака. Данная технология позволяет повысить извлечение благородных металлов в целевой золотосеребряный сплав и менее затратна, но также, как и в способе [14], не обеспечивает разделения металлов – золота и серебра.

По более простой схеме [16], выщелачивание хлоридного шлака ведут сульфитным раствором (от 300 до 400 г/л Na_2SO_3) при отношении Ж : Т равном (14-15):1, при комнатной температуре, из пульпы отделяют золотосодержащий продукт, а из раствора осаждают серебро. Физико-химическая сущность метода основана на переводе в раствор серебра в виде комплекса $\text{Na}_5[\text{Ag}(\text{SO}_3)_3]$. Золото, а также бура и кварц, содержащиеся в

хлоридном шлаке, в этих условиях остаются твердом осадке, после плавки которого получают золотой сплав с массовой долей золота более 96 %. Серебро из сульфитного раствора восстанавливается и осаждается добавлением щелочи при температуре от 80 °С до 90 °С по реакции:



Массовая доля серебра в слитке после плавки восстановленного серебра составляет от 99,0 % до 99,9 %. Таким образом, описанный способ переработки хлоридного шлака обеспечивает эффективное разделение золота от серебра и получение двух высокопробных слитков, что дает возможность исключить "задавливание" золота в технологии аффинажа серебра.

Известен способ переработки хлоридного шлака, содержащего благородные металлы, включающий выщелачивание, получение серебросодержащего и золотосодержащего продуктов и их последующую переработку [17], отличающийся тем, что выщелачивание ведут сульфитно-аммиачным раствором, при этом отношение Ж : Т выдерживают равным (11 - 13) : 1, а массовую концентрацию в растворе: Na_2SO_3 – от 90 до 110 г/л, и NH_4OH – от 50 до 70 г/л.

Хлорид серебра выщелачивается сульфитно-аммиачным раствором, с образованием комплекса $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]_3\text{Ag}(\text{SO}_3)_2$. Золото, а также бура и кварц, содержащиеся в хлоридном шлаке, в этих условиях не растворяются и концентрируются в твердом осадке, после плавки которого получают золотой сплав, с массовой долей золота более 96 %. Серебро из сульфитно-аммиачного раствора восстанавливают (осаждают) простым нагреванием до температуры от 70 °С до 90 °С. Массовая доля серебра в слитке после плавки восстановленного серебра составляет от 99,0 % до 99,9 %.

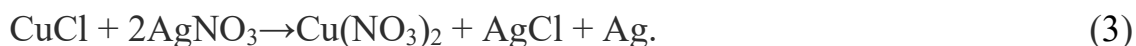
Применение сульфитно-аммиачного выщелачивания позволяет снизить энергозатраты за счет удаления энергоемкой операции обжига и уменьшения "задавливания" золота в технологии аффинажа серебра за счет выделения его в отдельный продукт.

Известен способ извлечения серебра из хлоридных шлаков, включающий выщелачивание шлаков водным раствором в присутствии газообразного окислителя, содержащего диоксид азота или хлор, для удаления из шлаков примесей цветных металлов, сплавление кека с углем и содой с получением чернового серебра [18]. Способ позволяет перерабатывать шлаки с содержанием серебра менее 50 %. При переработке шлаков по данному способу образуются сточные хлоридные или хлоридно-нитратные растворы. Большое количество стоков ухудшает экологию процесса. Кроме того, при выщелачивании в раствор переходит только медь, в то время как хлорид свинца в этих условиях из-за плохой растворимости остается в основном в твердой фазе. Это приводит к образованию при сплавлении с содой нерастворимых тугоплавких оксихлоридов свинца, что увеличивает вязкость шлака и приводит к возрастанию потерь серебра со шлаками. Другим недостатком способа является повышенный расход соды при плавке.

Известен способ переработки богатых промпродуктов, содержащих преимущественно хлорид серебра, включающий сплавление их с содой с получением чернового серебра и шлака на основе хлорида натрия [19]. Черновое серебро подвергают рафинированию электролизом в азотнокислом электролите, содержащем нитрат серебра. По мере накопления в электролите примесей меди, цинка, никеля и достижения предельных концентраций (например, по меди 60 г/л) электролит выводят из процесса рафинирования серебра, заменяя его свежим электролитом. Из отработанного электролиза выделяют серебро в виде хлорида серебра добавлением раствора хлорида натрия. Недостатком способа является невозможность переработки промпродуктов, содержащих менее 50 % серебра, так как при сплавлении с содой образуется однородный продукт, состоящий из твердых нерастворимых тугоплавких окислов в оксихлоридов с мелкодисперсными включениями капель металлического серебра.

Еще одним способом переработки промпродуктов аффинажного производства [20], содержащих хлорид серебра, особенно шлаков,

образующихся при хлорном рафинировании золота является извлечение серебра из промпродуктов, содержащих хлорид серебра и цветные металлы путем его выщелачивания в отработанном азотнокислом электролите, содержащем нитрат серебра с последующей плавкой нерастворимого остатка. Сущность способа заключается в том, что при обработке исходного материала, например шлака, содержащего от 0,5 % до 70 % серебра, от 0,1 % до 60 % меди в виде хлоридов, а также другие цветные металлы (свинец, цинк, никель, висмут) отработанным электролитом, содержащим нитрат серебра, нитрат меди и нитраты других цветных металлов, происходит удаление из шлака меди за счет окисления одновалентной меди до двухвалентной по реакции:



Малорастворимый хлорид свинца также переходит в раствор по реакции



Таким образом наличие ионов серебра в растворе выщелачивания позволяет перевести свинец в жидкую фазу. При обработке в раствор не только переходят все цветные металлы (медь, свинец, цинк, никель, висмут), но и одновременно с этим в осадок переходит серебро из электролита. Таким образом кек обогащается по серебру не только за счет удаления примесей цветных металлов, но и за счет перехода в него серебра из отработанного электролита. Серебро из электролита переходит в кек как в виде хлорида серебра, так и в виде металлического серебра. На сплавление с содой при этом идет продукт, содержащий частично восстановленное серебро. Это сокращает расход соды на сплавление, так как ее вводят только для восстановления хлорида серебра. Другим преимуществом заявляемого способа является то, что извлечение серебра и его концентрирование осуществляют одновременно из двух промпродуктов, каждый из которых ранее требовал затрат на собственную переработку. Таким образом происходит утилизация двух видов серебросодержащих отходов шлаков и отработанных электролитов одновременно.

Полученный нитратный раствор обезмеживают и выводят из процесса, при этом обработку исходного материала электролитом проводят до полного удаления ионов серебра из жидкой фазы и прекращают при появлении в ней хлор-ионов.

Подводя итоги краткого анализа существующих способов переработки металлургических отходов, содержащих драгметаллы, в том числе и аффинажного производства, можно сделать следующие выводы:

1. Переработку содово-боратных шлаков, выломов огнеупоров, цементной обмазки, шамотовых и графитовых тиглей выполняют методом плавки с флюсами, либо, после селективного измельчения, гравитационными методами, однако применение на практике таких методов в аффинажной отрасли не обеспечивает извлечений драгоценных металлов выше 80%.

2. Для переработки хлоридных шлаков используют гидрометаллургические схемы выщелачивания хлорида серебра, с последующей плавкой нерастворимого остатка для концентрирования золота.

3. Наиболее популярным способом переработки рассматриваемых видов отходов является пирометаллургический, обеспечивающий высокие показатели извлечения с низкой чувствительностью к вариативности состава исходных продуктов.

2. ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И ФАЗОВОГО СОСТАВА ПОЛУЧЕННЫХ ОБРАЗЦОВ ПРОМПРОДУКТОВ, СОДЕРЖАЩИХ ЗОЛОТО И СЕРЕБРО

Основное требование к отбору пробы для анализа сводится к тому, что проба должна отражать свойства всей партии исследуемых образцов ТПО. Применимость результатов исследования, основанных на определении химического, фазового составов, структуры и свойств исходного материала, а также продуктов его переработки, базируется на допущении, что полученные данные характерны для всей массы объекта изучения, из которого она отобрана. Предположение справедливо при условии, что предоставленные Заказчиком образцы являются представительной пробой, и максимально приближены по составу к общей массе ТПО.

2.1 Характеристика представительной пробы

К исследованиям приняты 5 проб твердых производственных отходов (ТПО), поставленных Заказчиком в количестве около 1000 г каждой пробы. Состав проб ТПО приведен в Таблице 1.

Исследования проводили силами сотрудников ООО ПГ «МБМ» на площадях и оборудовании Института Metallургии Уральского отделения РАН (ИМЕТ УрО РАН) (г. Екатеринбург).

Таблица 1 - Состав проб ТПО

Наименование (аббревиатура)	Масса, г	Влага, %	Содержание, * масс. %	
			Au	Ag
Шлак хлоридный (ШХ)	1016,0	0,12	до 0,2	до 1,5
Шлак содово-боратный (ШСБ)	1016,0	0,07	до 0,2	до 1,0
Бой магнезитовых тиглей и капелей (БТШ)	1014,0	0,04	до 0,2	до 1,0
Бой тиглей графитовых (БТГ)	1014,0	0,14	до 0,2	до 1,0
Выломки цементной обмазки (ВЦО)	1014,0	2,61	до 0,5	до 1,5

*- данные Заказчика

В исследованиях использовали полученные материалы в полном объеме, без сократительных процедур. Исходные образцы представляли собой сыпучий материал с широким распределением частиц по крупности: от кусков размером от 5 до 8 мм до мелочи класса минус 1,0 мм, доля которой составляла, в среднем, третью часть от общей массы (см. Таблицу 2).

Таблица 2 - Крупность исходных проб ТПО

Наименование ТПО	Фракция, %	
	Класс плюс 1,0 мм	Класс минус 1,0 мм
Шлак хлоридный	63,45	36,55
Шлак содово-боратный	79,43	20,57
Бой магнезитовых тиглей и капелей	60,55	39,45
Бой графитовых тиглей	71,30	28,70
Выломки цементной обмазки	71,99	28,01

На Рисунке 1 приведены фотографии проб ТПО. Видно, что хлоридный шлак сложен из матовых и стекловатых обломков размером до 5 мм, причем первые желтого, розоватого и белого цвета, а вторые – зеленые. Содово-боратный шлак состоит из темно-зеленых стекловидных осколков размером до 7 мм. Бой магнезитовых тиглей и капелей и бой графитовых тиглей представлен частицами достигающих размера до 8 мм, в цветовой гамме, соответствующей материалу тиглей, подвергнутых термическому и реагентному воздействию. ТПО наиболее крупного помола – это выломки цементной обмазки крупностью до 10 мм, с частицами от белого до коричневого цвета.

Для отбора лабораторных проб, требующих усреднения дисперсного и химического состава, ТПО, сухой массой до 1000 г каждый, измельчали порциями по 50 г на виброистирателе ИВ-1, отсеивая крупный класс, который возвращали на доизмельчение.

Продолжительность измельчения подбирали индивидуально для каждого образца.

Далее ТПО были разделены на классы крупности (см Таблицу 3). Отметим, что в крупной фракции (кл. +1.0 мм) и (кл. -1 - +0,5) образцов ШСБ и ВЦО и (кл. +1.0 мм) и (кл. -1 - +0,315) образца БТГ, на сите оставались корольки драгоценных металлов, различной геометрии – от сферических частиц до расплюснутых при измельчении пластин (см. Рисунок 2). Поскольку золото и серебро довольно пластичные металлы, то измельчить и равномерно распределить их в усредненных пробах не представлялось возможным.

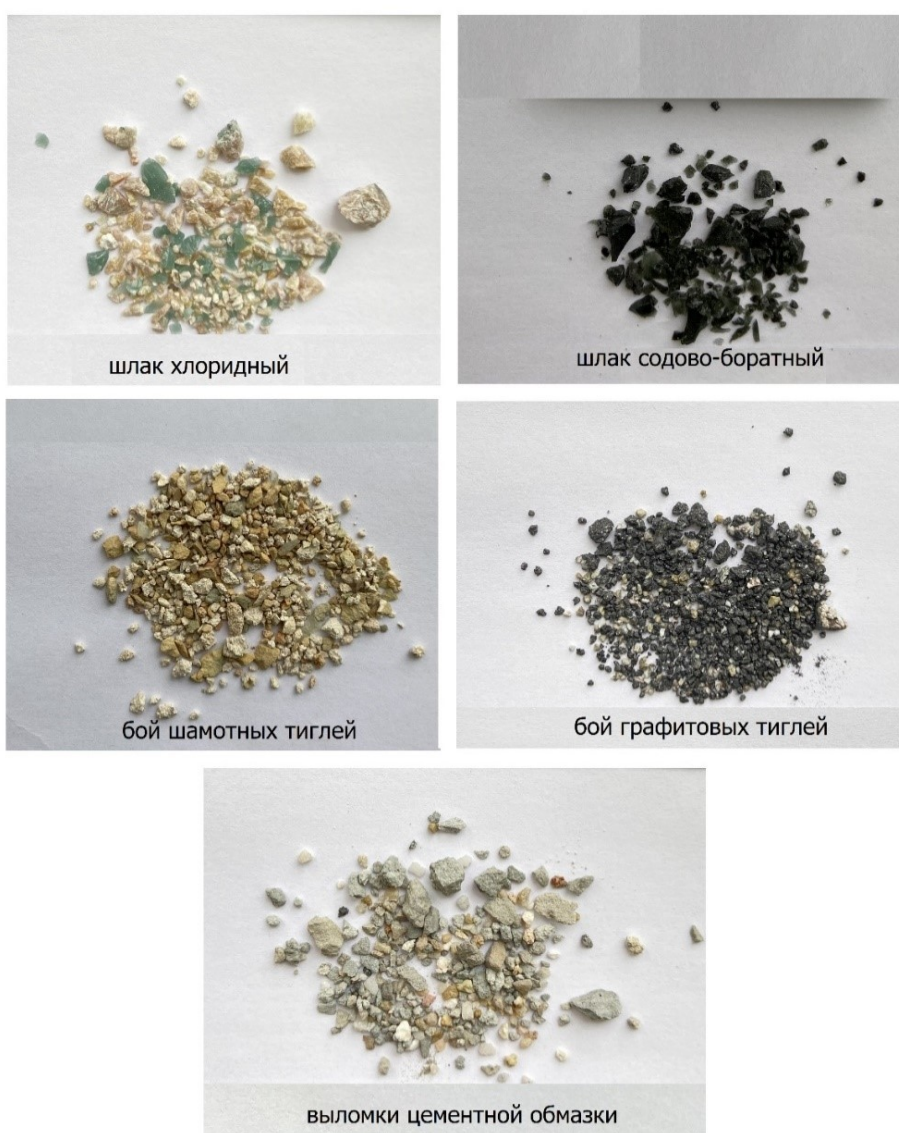


Рисунок 1 - Внешний вид образцов ТПО

Таблица 3 - Рассев измельченных лабораторных проб ТПО по классам крупности

Наименование ТПО	Фракция, %				
	+1,0 мм	-1,0 + 0,5 мм	-1,0+ 0,315 мм	-0,5 +0 мм	- 0,315 +0 мм
Шлак хлоридный	-	-	-	100,00	-
Шлак содово- боратный	0,12	0,03	-	99,85	-
Бой магнезитовых тиглей и капелей	-	-	-	100,00	
Бой графитовых тиглей	0,02	-	0,15	-	99,83
Выломки цементной обмазки	0,12	0,04	-	99,84	-

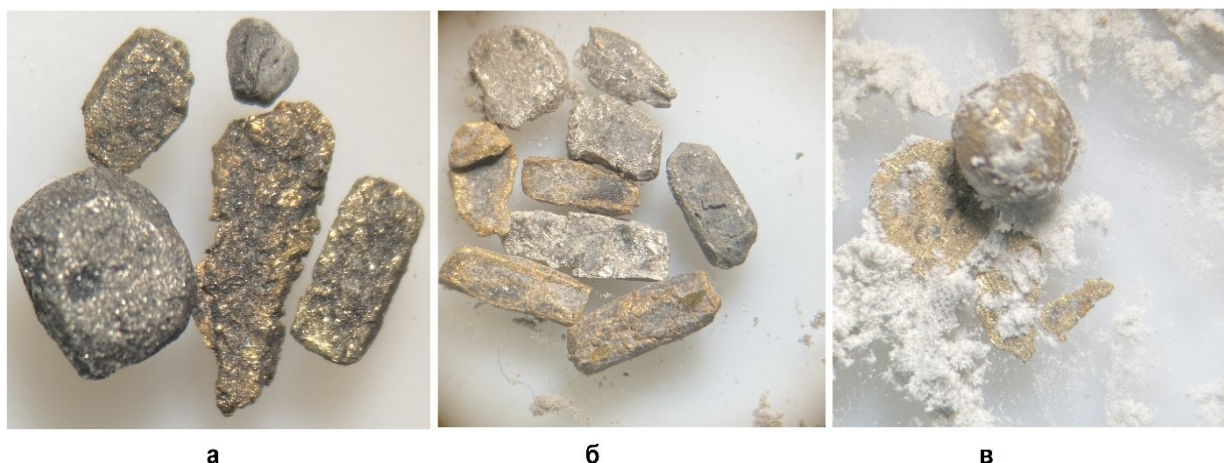


Рисунок 2 - Корольки металлов, выделенные при рассеве измельченных образцов ТПО: а – БТГ, б – ВЦО, в – ШСБ

2.2 Химический и фазовый состав

Лабораторные пробы, отобранные квартованием измельченных ТПО, после отделения крупных металлизированных фракций (крупной фракции (кл. +1.0 мм) и (кл. -1 +0,5) образцов ШСБ и ВЦО и (кл. +1.0 мм) и (кл. -1 +0,315) образца БТГ), опробовали и проанализировали на содержание золота и серебра в сертифицированной лаборатории АО «Екатеринбургский завод по обработке цветных металлов (АО «ЕЗ ОЦМ»))» методами пробирного масс-

спектрального и атомно-эмиссионного анализа с индуктивно связанной плазмой (Протоколы испытаний – в Приложении А).

Выделенные при рассеве металлические частицы крупных фракций вышеперечисленных ТПО перевели в раствор и определили содержание в них золота и серебра, которое суммировали с результатами анализа лабораторных проб для оценки общего количества серебра и золота в поступивших для исследования материалах. Результаты химического анализа проб ТПО приведены в Таблице 4.

Крайне низкое содержание ДМ в исследуемых образцах ТПО, отличающееся от предполагаемого на 2-4 порядка, осложнило задачу достижения извлечения из них золота и серебра, поставленную Заказчиком.

Следуя программе запланированных исследований, были сняты рентгеновские спектры образцов на дифрактометре XRD 7000 Maxima (Shimadzu) с Cu K α -излучением (графитовый монохроматор, диапазон углов рассеяния 2 θ = 20 - 80 град., шаг 0.03 град., выдержка 3 с.) и определен их фазовый состав. Для идентификации фаз использовали базу данных PDF-2 (бесструктурный фазовый анализ).

Таблица 4 -Результаты химического анализа проб ТПО

Наименование проб ТПО (*)	Элемент	Содержание				
		лабораторная проба		корольки сплава	Итого	
		масс. %	г	г	г	масс. %
БТГ (KZ1)	Au	0,0440	0,0439	0,0098	0,0537	0,0537
	Ag	0,0280	0,0279	0,0018	0,0297	0,0298
ШХ (KZ2)	Au	0,0012	0,0012	-	0,0012	0,0012
	Ag	0,0720	0,0720	-	0,0720	0,0720
ВЦО (KZ3)	Au	0,2120	0,2117	0,0366	0,2483	0,2483
	Ag	0,2800	0,2795	0,0610	0,3405	0,3405
БТШ (KZ4)	Au	0,00058	0,0059	-	0,0059	0,00058
	Ag	0,0108	0,1095	-	0,1095	0,0108

Наименование проб ТПО (*)	Элемент	Содержание				
		лабораторная проба		корольки сплава	Итого	
		масс. %	г	г	Г	масс. %
ШСБ (KZ5)	Au	0,1220	0,121	0,0168	0,1386	0,1386
	Ag	0,0290	0,0289	0,0134	0,0430	0,0403

* - номер пробы в протоколах пробирного анализа (Приложение А)

Погрешность определений, связанная с ошибкой измерения интенсивности налагающихся дифракционных линий, составила 1 %.

Как и следовало ожидать, основу образцов БТШ, БТГ, ВЦО составляют фазы, соответствующие материалу ТПО – составляющие огнеупора, цемента и тигельного графита (см. Рисунки 3, 4). В образце БТГ возможно присутствие оксида Ag_2O_3 в количестве до 1,5 масс.%. Серебро в образце БТШ может содержаться в виде Ag_2O_3 и интерметаллидов AgMg или $\text{Ag}_{15}\text{Al}_6$, в сумме составляющих не более 1,0 масс.%. На дифрактограмме хлоридного шлака, помимо основы NaCl , выявлены слабые рефлексы AgCl . Есть вероятность наличия твердого раствора $\text{Na}_{0.903}\text{Ag}_{0.097}\text{Cl}$ (рефлексы совпадают с пиками интенсивности NaCl), что согласуется с данными термических исследований. Содово-боратный шлак оказался рентгеноаморфным, что характерно для стекловидных материалов.

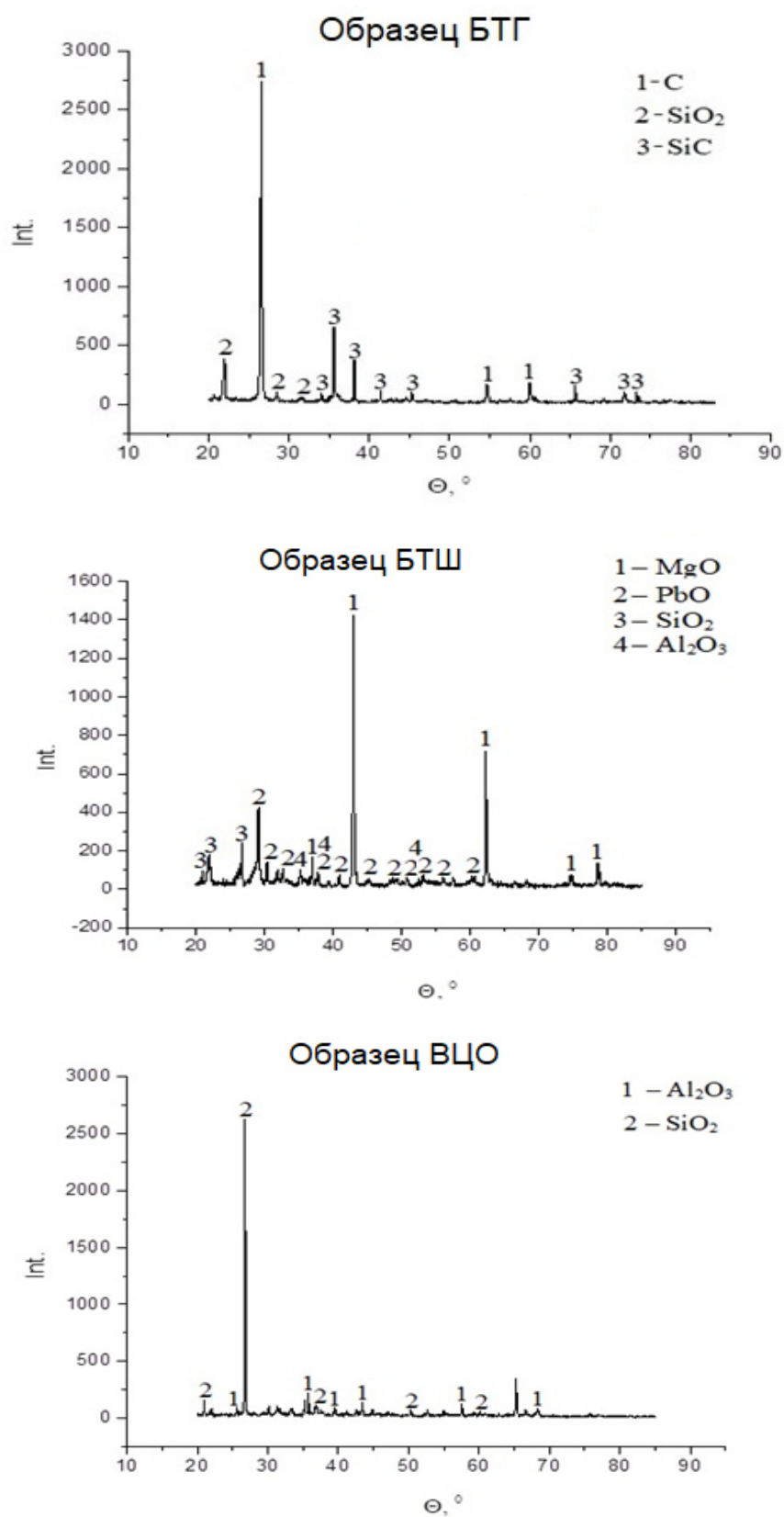


Рисунок 3 -Дифрактограммы образцов ТПО (бой магнезитовых тиглей и капелей и графитовых тиглей, выломки цементной обмазки)

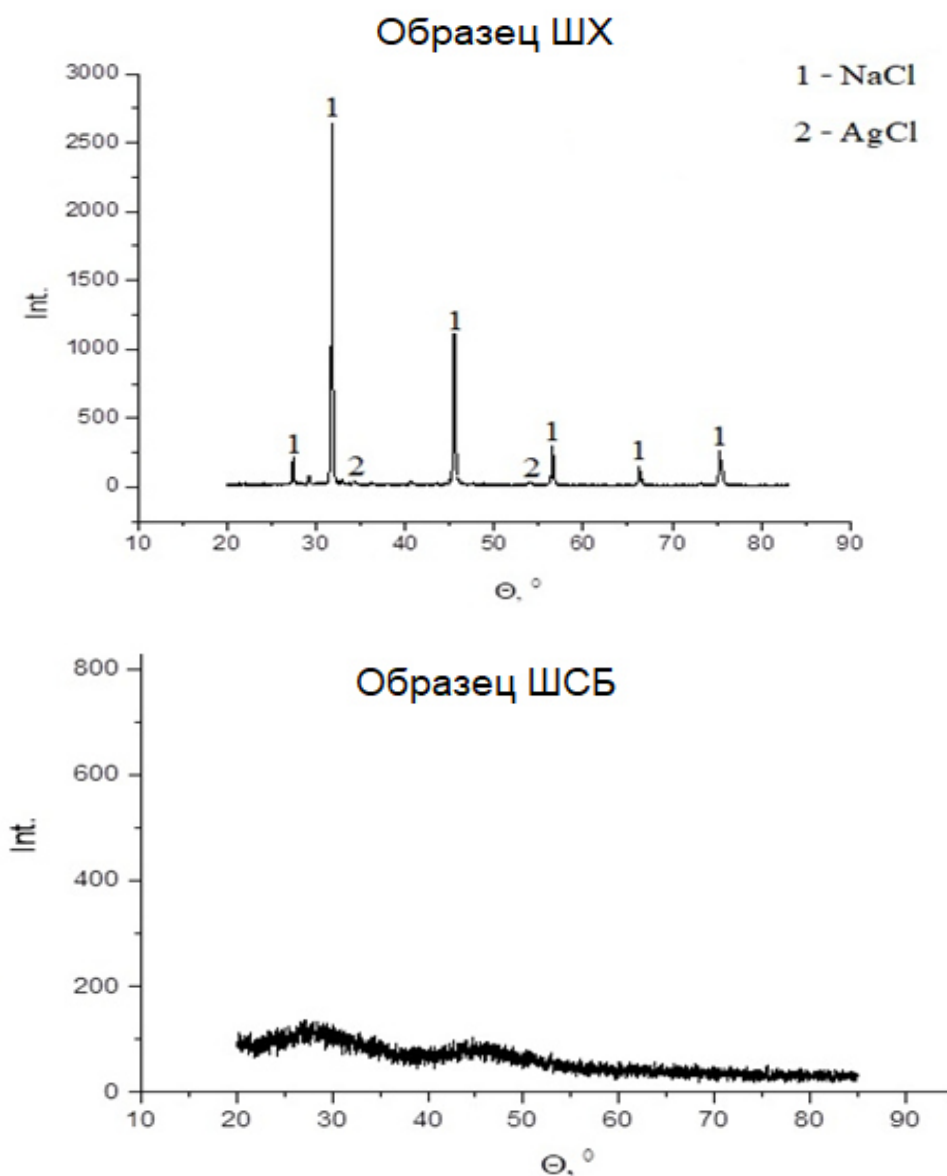


Рисунок 4 - Дифрактограммы образцов ТПО (шлаки хлоридный и содово-боратный)

Выполненные термические исследования методом дифференциально-сканирующей калориметрии (ДСК) на термоанализаторе NETZSCH STA 449 F3 Jupiter подтвердили аморфное состояние содово-боратного шлака. На кривой теплового потока ДСК (см. Рисунок 5) при нагреве ШСБ в потоке аргона со скоростью 20 град/мин в области от 507 °С до 519 °С выявлен эффект стеклования, а при 830 °С с поглощением тепла начинает плавиться сода (Т_{пл.} = 851 °С).

На термограмме хлоридного шлака отмечены тепловые эффекты с началом/максимумом: первый – при 782/796 °С, соответствующий плавлению хлорида натрия ($T_{пл.}=801$ °С), и второй – при 719/742 °С, отнесенный к плавлению–кристаллизации твердого раствора $AgCl$ в хлориде натрия.

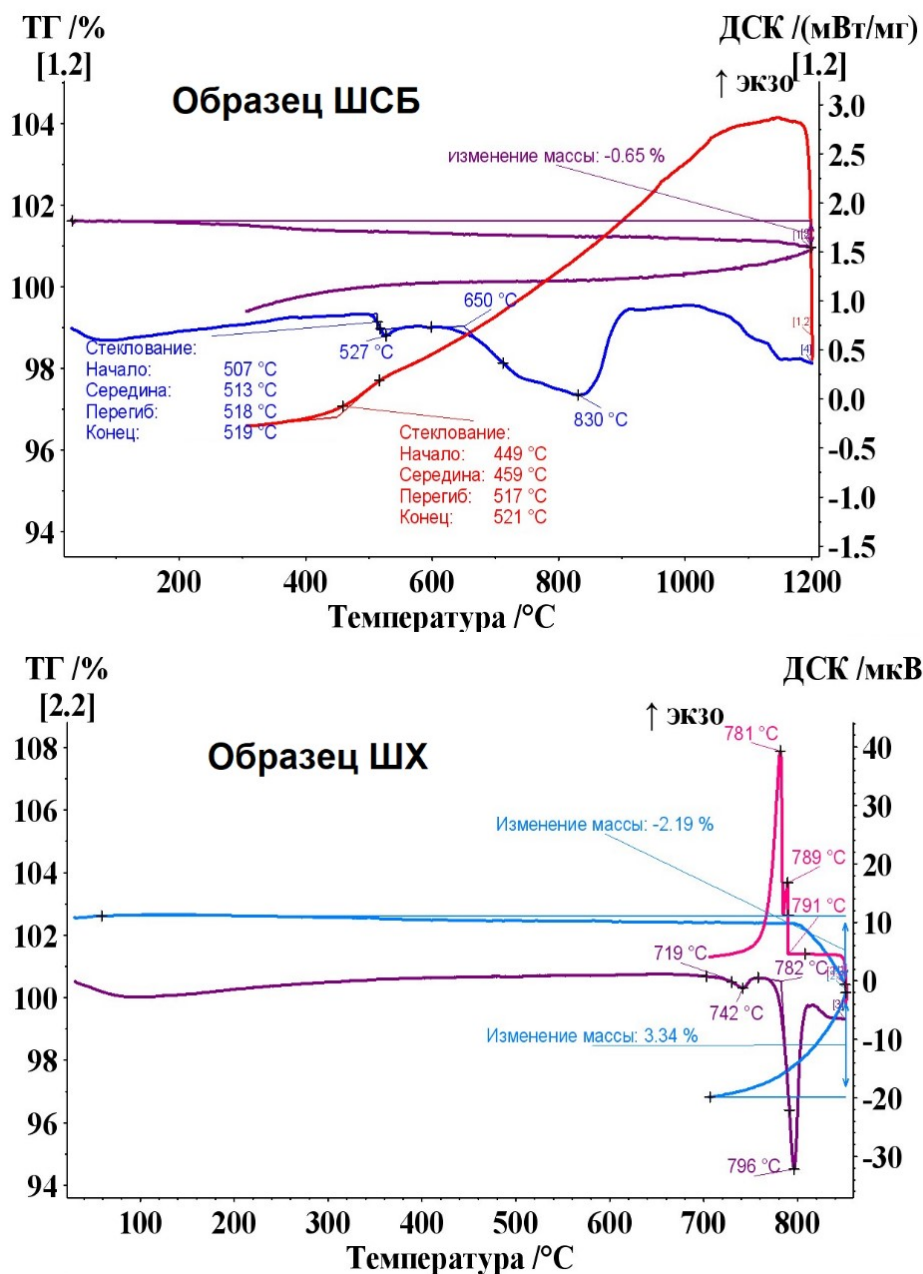


Рисунок 5 - Линии ДСК нагрева образцов содово-боратного и хлоридного шлаков в потоке аргона со скоростью 20 град/мин

Известно, что в системе $AgCl-NaCl$ образуется непрерывный ряд твердых растворов, которые ниже 180 °С в интервале содержаний $NaCl$ от 10 мол. % до 80 мол. % распадаются на компоненты. В соответствии с

диаграммой плавкости [21], в области температур выявленного второго эффекта ~ 740 °С формируется твердый раствор стабильного при комнатной температуре состава с содержанием хлорида серебра от 10 мол. % до 15 мол. %.

2.3 Микроструктура образцов и распределение цветных и благородных металлов

Для исследования микроструктуры образцов ТПО использовали методы оптической (микроскоп Olympus GX-51) и электронной (сканирующий электронный микроскоп MIRA 3 LMU Tescana) микроскопии, а также рентгеноспектральный микроанализ (энерго-дисперсионный рентгеновский спектрометр - Max 80 Oxford Instrument). Наблюдение обломков ТПО под микроскопом в отраженном свете позволило выявить светлые частицы, скорее всего металлов, но возможно и оксидов переходных металлов (см. Рисунки 6 и 7). В образце БТГ они единичные, но довольно крупные, имеют геометрическую форму (Рисунок 6 а, б), металлизированных частиц не отмечено (Рисунок 6 а), а в стеклообразном образце ШСБ – они редкие и малого размера, расположены в трещинах и по краям пор (Рисунок 7 б).

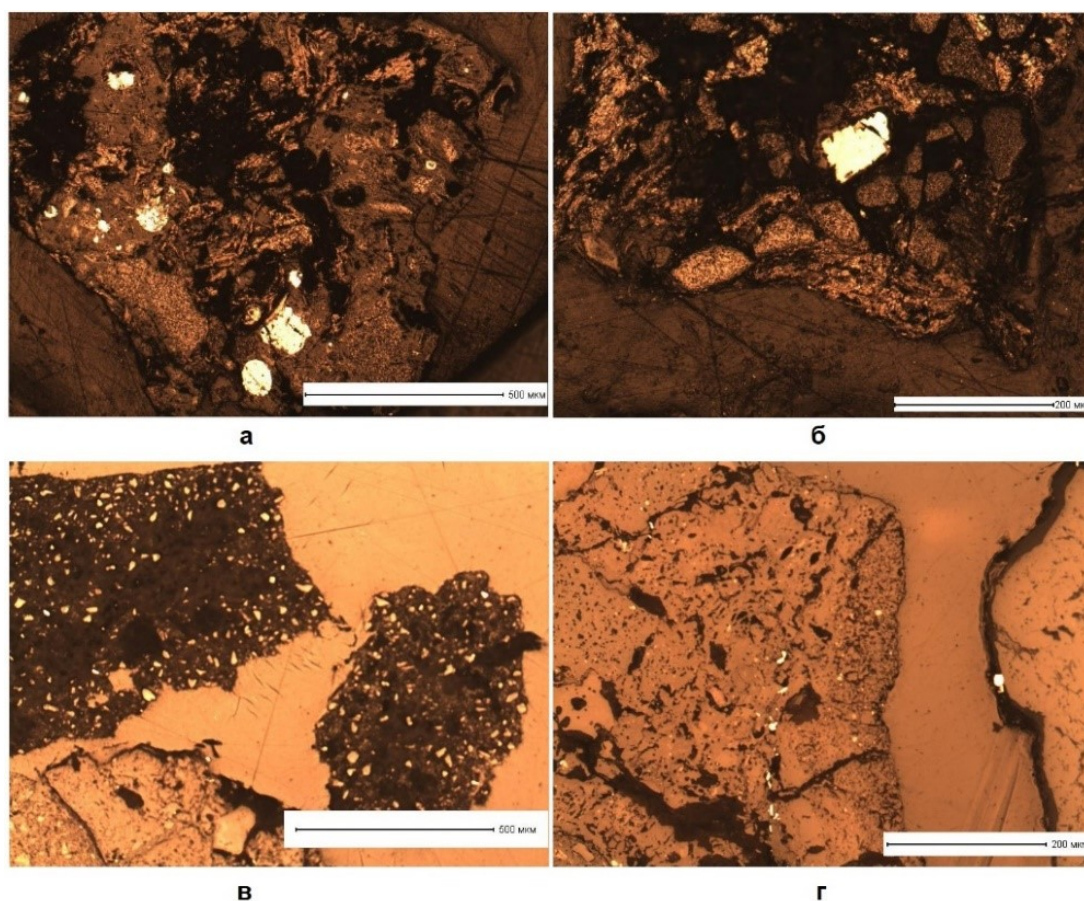


Рисунок 6 - Микрофотографии шлифов ТПО в отраженном свете при увел. x50 (а, в) и x100 (б, г): а, б –БТГ; в, г–ВЦО

Не обнаружено участков с металлическими включениями и в образце магнетитовых тиглей (Рисунок 7 в), что не удивительно, учитывая исходные содержания драгметаллов в образце (см. Таблицу 4).

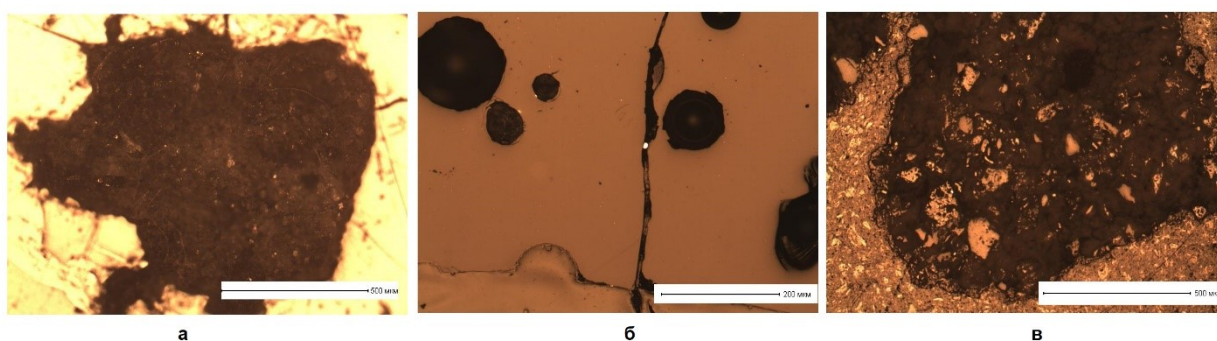


Рисунок 7 - Микрофотографии шлифов ТПО в отраженном свете при увел. x50 (а, в) и x100 (б): а –ШХ; б–ШСБ, в – БТШ

Для определения элементного состава рассмотренных металлических включений проведен рентгеноспектральный микроанализ (РСМА) образцов ТПО.

2.3.1 Образец боя тиглей графитовых

На Рисунке 8 – изображение шлифа, полученное в отраженных (BSE) и вторичных (SE) электронах при увел. x25. Из 5 исследованных обломков образца БТГ только в двух обнаружены участки с частицами, содержащими драгоценные и переходные металлы (см. Рисунок 9).

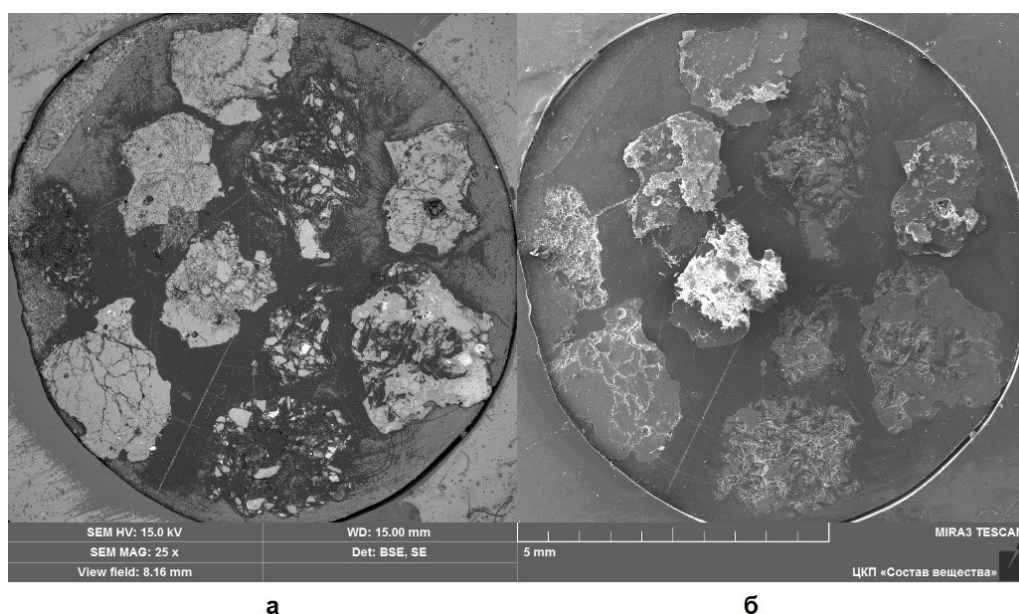


Рисунок 8 - Общий вид поверхности шлифа с обломками БТГ

На первом – частица размером около 100 мкм состояла из (масс.%) 45.1 Au, 39.1 Cu, 9.9 Cr (Рисунок 9 а, точка 1), а на втором – крупная частица в центре участка (Рисунок 9 б точка 1) из оксида цинка (82.7 % Zn), а мелкие частицы (точки 2, 3) – из оксида иттрия (77% Y). Основной фазой обоих участков является SiO₂ (см. Таблицы 5 и 6).

Суммарный спектр сканирования по площади шлифа (3,6 мм²), масс. %: 26.5 C, 40.3 O, 0.2 Al, 31.5 Si, 0.1 Ca, 0.1 Fe.

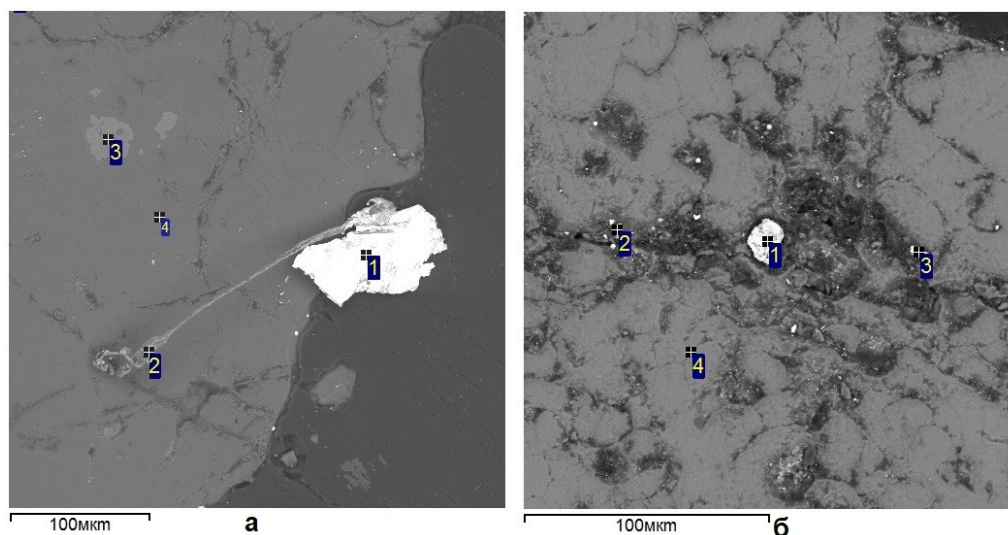


Рисунок 9 - Участки микроструктуры образца БТГ с металлическими частицами и локализация точек зондирования при увел.: а – х500, б – х100

Таблица 5 - РСМА структурных составляющих образца БТГ (по Рисунку 9 а)

Точки	Содержание, масс. %											
	O	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	Ti	Cr	Fe	Cu	Au
1	5,8	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	9,9	0,00	39,1	45,1
2	34,3	0,00	0,00	0,6	24,4	0,4	0,4	0,00	0,00	0,00	39,0	0,00
3	35,3	2,7	0,2	3,9	33,9	0,3	0,9	0,6	0,00	0,4	21,9	0,00
4	64,3	0,00	0,00	0,00	35,7	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

Таблица 6 - РСМА структурных составляющих образца БТГ (по Рисунку 9 б)

Точки	Содержание, масс. %									
	O	F	Na	Al	Si	Cu	Zn	Y	Ag	Au
1	11,88	0,94	0,0	0,0	4,46	0,0	82,72	0,0	0,00	0,00
2	20,85	0,0	0,0	0,0	0,0	2,73	0,00	76,42	0,00	0,00
3	16,51	0,0	0,0	0,0	1,52	4,98	0,00	76,98	0,00	0,00
4	48,36	0,0	0,33	0,42	50,88	0,0	0,00	0,00	0,00	0,00

2.3.2 Образец шлака хлоридного

На Рисунке 10 – общий вид шлифа образца. Поскольку в исходной пробе явно выделялось разнообразие осколков по цвету и прозрачности (см. Рисунок 1), то при подготовке шлифа старались выбрать наиболее представительные. Следует отметить, что частицы металла были обнаружены в полупрозрачном осколке, отмеченном звездочкой (см. Рисунок 9). На изображениях участков структуры двух внешне похожих обломков (см. Рисунок 11) видно, что основа у них довольно однородная с мелкими порами-пузырьками и по результатам зондирования состоит из NaCl и алюмосиликатов натрия (см. Таблицы 7, 8). Металлическая частица округлая частица диаметром 27 мкм обнаружена на правом осколке со звездочкой, но содержала она не целевые металлы, а состояла из 61,9 % Ag, 21,9 % Cu и 1,2 % Cr (см. Таблицу 8). Вокруг нее расположено большое количество мелких частиц (от 2 до 4 мкм и меньше), состоящих из меди и оксидной оболочки, которые скорее всего являются порами с медью. Следует отметить, что поверхность шлифов была обработана токопроводящим материалом – порошком Cu, поэтому большинство пор могло быть заполнено медью, которую в анализе не следует брать в расчет (см. Таблицу 8 точки 2-6, выделено серым).

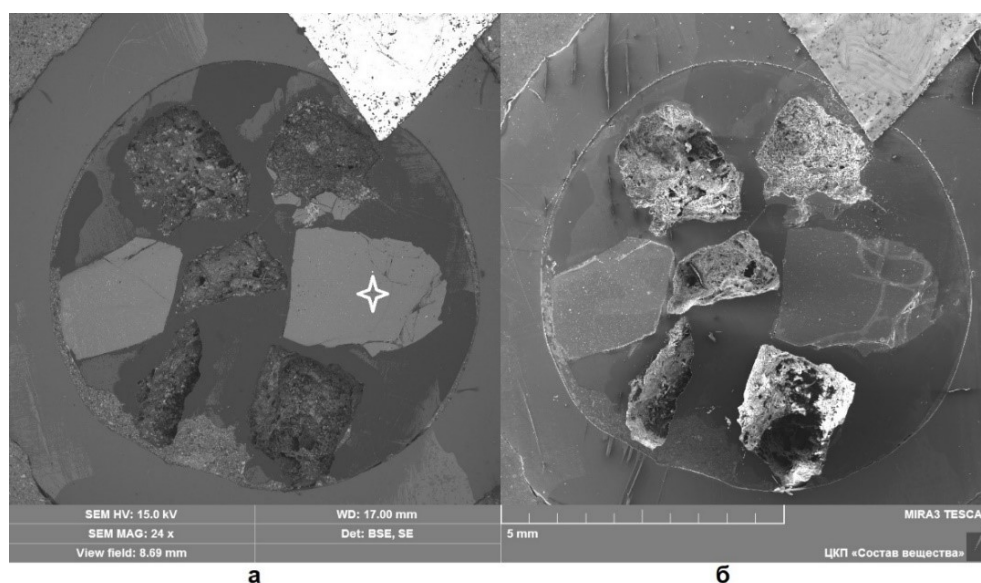


Рисунок 10 - Общий вид поверхности шлифа с обломками ШХ: а – в отраженных электронах (BSE), б – во вторичных электронах (SE)

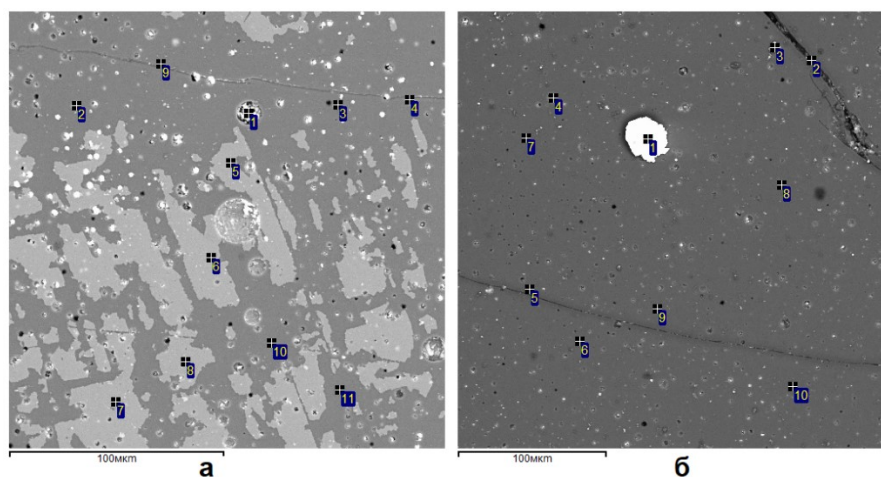


Рисунок 11 - Участки микроструктуры различных осколков образца ШХ с локализацией точек зондирования

Таблица 7 - РСМА структурных составляющих образца БТГ (Рисунок 11 а)

Точки	Содержание, масс. %								
	O	Na	Al	Si	Cl	Ca	Fe	Ag	Au
5	43,30	15,58	1,74	13,87	5,54	0,34	2,37	0,00	0,00
6	43,40	15,99	1,67	13,65	5,69	0,35	2,14	0,00	0,00
7	43,99	15,60	1,53	13,89	5,02	0,40	2,39	0,00	0,00
8	44,69	14,99	1,82	13,97	4,80	0,33	2,31	0,00	0,00
9	53,66	18,96	1,89	16,30	6,12	0,50	2,58	0,00	0,00
10	54,18	18,59	1,85	16,81	6,24	0,34	1,98	0,00	0,00
11	54,73	18,48	1,96	16,60	5,61	0,37	2,25	0,00	0,00

Таблица 8 - РСМА структурных составляющих образца ШХ (Рисунок 11 б)

Точки	Содержание, масс. %										
	O	Na	Al	Si	Cl	Ca	Cr	Fe	Cu	Ag	Au
1	12,29	0,00	2,73	0,00	0,00	0,000	1,21	0,00	21,87	61,91	0,00
2	8,54	0,00	0,90	3,34	1,28	1,01	0,00	3,69	81,24	0,00	0,00
3	9,62	0,00	0,0	1,37	1,57	0,0	0,00	1,39	86,05	0,00	0,00
4	16,89	8,68	1,00	6,59	3,33	2,36	0,00	3,34	57,81	0,00	0,00

Точки	Содержание, масс. %										
	O	Na	Al	Si	Cl	Ca	Cr	Fe	Cu	Ag	Au
5	16,07	0,00	0,51	3,77	2,20	0,27	0,00	0,80	76,38	0,00	0,00
6	29,21	15,36	1,46	11,95	3,99	0,49	0,00	2,16	35,39	0,00	0,00
7	53,45	18,48	2,00	16,85	6,27	0,42	0,00	2,52	0,00	0,00	0,00
8	52,85	18,96	1,94	16,47	6,95	0,35	0,00	2,48	0,00	0,00	0,00
9	53,30	18,95	1,96	16,34	6,45	0,46	0,00	2,54	0,00	0,00	0,00
10	52,79	18,90	1,94	17,32	6,01	0,39	0,00	2,66	0,00	0,00	0,00

Суммарный спектр на площади сканирования в 0,16 мм², масс. %: 22.51 Na, 51.07 O, 1.8 Al, 15,07 Si, 5.22 Cl, 0.4 Ca, 2.33 Fe

В случае частицы с серебром, содержащаяся медь, вероятно, первична, а не внесена извне. К сожалению, в структуре исследованных осколков образца не выявлено присутствие хлорида серебра, что может быть связано с его потерей вместе с NaCl при полировке поверхности шлифа водными растворами. На это указывает и низкое содержание хлора в результатах РСМА.

2.3.3 Образец выломок цементной обмазки

Под электронным микроскопом исследовано 7 обломков образца ВЦО (см. Рисунок 12). Первый обломок состоит из оксидов железа с включениями ванадия. В отдельных точках в нем содержится более 90 % V. Во втором, с основой из SiO₂ и CaO, встречаются включения (см. Рисунок 13 а, Таблица 9), состоящие из 77,3 % Ag и 22,1 % Au (точка 1) или только из серебра (точка 2).

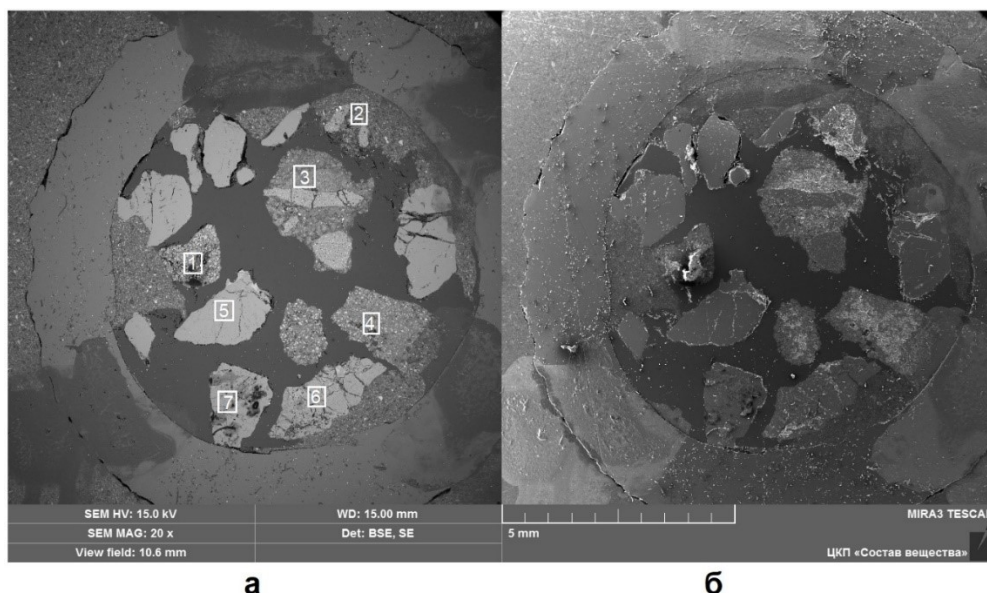


Рисунок 12 - Общий вид поверхности шлифа с обломками ВЦО: а – в отраженных электронах (BSE), б – во вторичных электронах (SE)

В третьем фрагменте ВЦО в частице из алюмосиликатов обнаружены включения, содержащие, наряду с серебром (9,2 % и 1,2 %), около 12,3 % Се и до 3,5 % Nd, а также оксиды Ti. В четвертом обломке металлические включения отсутствуют, основу составляют оксиды железа.

Пятый фрагмент представляет собой осколок кварца (см. Рисунок 13 б, Таблица 10), в трех точках (2-4) которого обнаружены включения серебра – от 4,7 % до 5,5 %.

Фрагменты 6 и 7 являются обломками алюмосиликатов. В структуре шестого обломка виден довольно крупный участок, содержащий от 3,0 % до 10,1 % Ag (Рисунок 13 в, Таблица 11, точки 8-10). В алюмосиликатной основе встречаются и точечные включения с содержанием от 1 % до 2 % серебра (точки 12, 13). В трещинах наблюдаются частицы оксидов железа и даже CdO (точка 3). В плоскости шлифа осколка 7 металлических включений не обнаружено, за исключением маленького зерна металла по правому краю осколка, состоящего из золота (76,5 %) с примесью 1,5 % серебра (см. Рисунок 13 г, Таблица 12, точка 1).

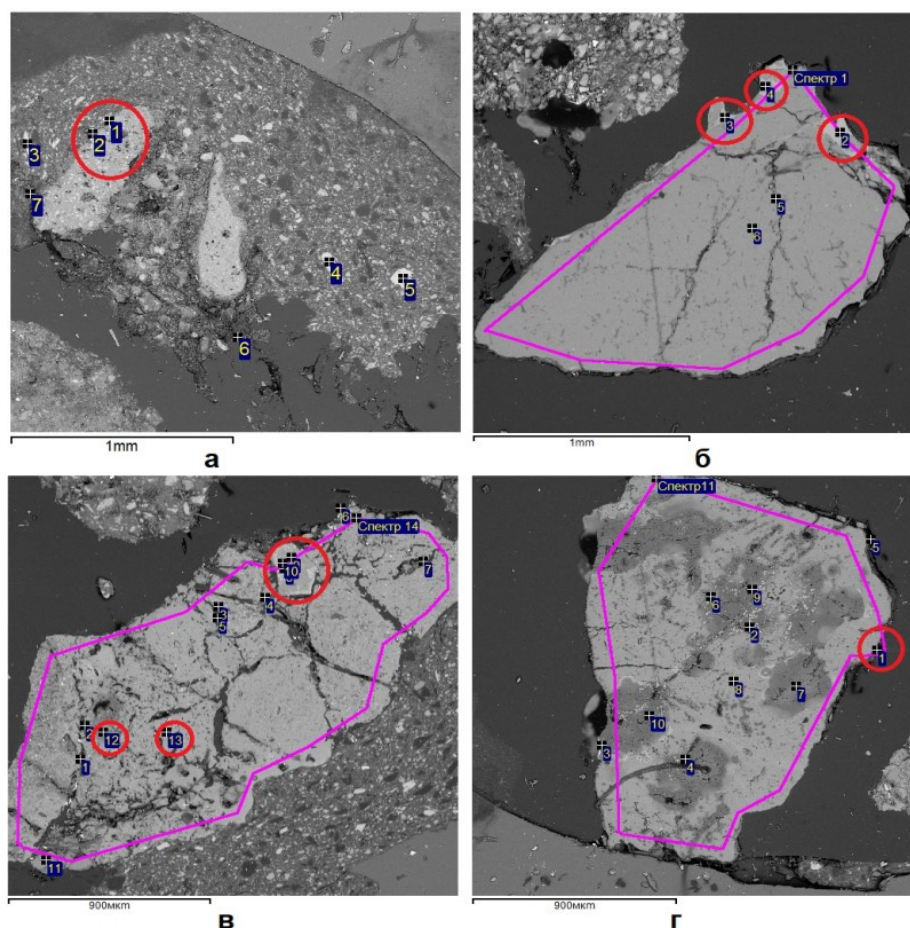


Рисунок 13 - Участки микроструктуры обломков образца ВЦО с точками зондирования: а – обломок 2, б – обломок 5, в – обломок 6, г – обломок 7

Высокие содержания меди (точки 2-10) по поверхности осколка связаны, как и в случае с образцом ШХ, с напылением токопроводящего порошка (выделено серым).

Таблица 9 - РСМА структурных составляющих образца ВЦО (Рисунок 13 а)

Спектр	Содержание, масс. %									
	O	F	Mg	Al	Si	Ca	Ti	Fe	Ag	Au
1	0,00	0,40	0,00	0,20	0,00	0,00	0,00	0,00	77,3	22,1
2	9,9	0,70	0,4	5,0	0,40	1,3	0,30	0,00	81,8	0,00
3	38,8	0,00	0,000	0,0	25,4	35,0	0,00	0,80	0,00	0,00
4	40,0	0,00	0,0	0,00	25,3	34,7	0,00	0,00	0,00	0,00
5	38,8	0,00	0,00	0,00	25,9	35,3	0,00	0,00	0,00	0,000

Спектр	Содержание, масс. %									
	O	F	Mg	Al	Si	Ca	Ti	Fe	Ag	Au
6	20,3	0,00	0,00	0,00	0,000	0,50	0,00	79,2	0,00	0,0
7	21,3	0,000	0,00	1,10	0,2	0,00	0,00	77,3	0,00	0,00

Таблица 10 - РСМА структурных составляющих образца ВЦО (Рисунок 13 б)

Спектр	Содержание, масс. %											
	O	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	Ti	Fe	Mo	Ag	Au
2	45,1	1,9	0,4	5,3	32,5	0,6	5,8	1,3	2,3	0,0	4,7	0,0
3	45,4	2,3	0,3	6,5	31,3	0,8	5,0	1,0	1,9	0,0	5,5	0,0
4	45,7	2,1	0,3	6,6	32,6	0,8	4,0	1,2	1,5	0,0	5,2	0,0
5	35,3	0,0	0,0	0,3	20,7	0,0	0,0	14,0	0,0	29,7	0,0	0,0
6	49,2	0,0	0,0	0,0	50,8	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Таблица 11 - РСМА структурных составляющих образца ВЦО (Рисунок 13 в)

Точка	Содержание, масс. %												
	O	Na	Mg	Al	Si	Cl	K	Ca	Ti	Cd	Fe	Ag	Au
3	29,3	0,0	0,0	1,8	2,0	2,7	0,0	0,0	0,0	58,2	0,0	0,0	0,0
5	28,6	0,0	1,5	1,5	1,5	0,0	0,0	0,0	3,5	0,00	63,4	0,0	0,0
6	31,7	0,0	0,6	6,9	11,6	0,5	0,4	1,0	1,1	0,00	46,1	0,0	0,0
7	28,9	0,0	1,3	0,9	1,4	0,0	0,0	0,0	3,4	0,000	63,2	0,0	0,0
8	41,3	7,4	0,0	14,1	17,9	4,4	0,5	1,8	0,0	0,0	0,70	10,1	0,0
9	45,8	0,0	0,0	20,2	26,3	1,5	1,3	0,0	0,8	0,00	1,10	3,0	0,0
10	43,4	5,7	0,0	14,1	23,0	2,9	0,3	2,9	0,0	0,00	0,00	6,9	0,0
11	46,4	0,0	0,	0,0	53,6	0,0	0,0	0,0	0,0	0,00	0,00	0,0	0,0
12	41,1	3,1	0,4	11,2	39,3	0,0	0,0	3,2	0,0	0,00	0,60	1,1	0,0
13	46,9	0,0	0,8	17,5	30,4	0,0	0,0	1,6	0,0	0,00	0,4	2,3	0,0

Таблица 12 - РСМА структурных составляющих образца ВЦО (Рисунок 13 г)

Спектр	Содержание, масс. %						
	O	Si	Cl	Fe	Cu	Ag	Au
1	0,67	0,0	0,0	00	21,38	1,50	76,45
2	20,28	23,73	0,96	0,0	55,03	0,0	0,0
3	18,41	28,52	0,0	0,0	53,07	0,0	0,0
4	16,92	40,11	0,0	0,0	42,97	0,0	0,0
5	25,86	0,0	0,0	37,16	36,98	0,0	0,0
6	15,99	40,61	0,0	0,0	43,40	0,0	0,0
9	24,50	47,79	0,0	0,0	27,71	0,0	0,0
10	15,38	30,70	0,0	0,0	53,92	0,0	0,0

2.3.4 Образец боя магнезитовых тиглей и капелей

Исследовано 6 обломков образца БТШ, общий вид которых в шлифе представлен на Рисунке 14. В основном это осколки керамики (шамот), «пропитанные» оксидом свинца. Только в двух фрагментах обнаружено присутствие драгметаллов. Оба состоят из частиц MgO и PbO в разных соотношениях, включения драгметаллов в которых не превышают единичные проценты. Так, в первом обломке присутствуют частицы PbO (см. Рисунок 15 а, Таблица 13), содержащие от 0,24 % до 0,3 % Ag (точки 1, 3) и 1,2 % Au (точка 5), а во втором (см. Рисунок 15 б, Таблица 14) обнаружено серебро (0,4 %) в составе частицы оксида магния (точка 5).

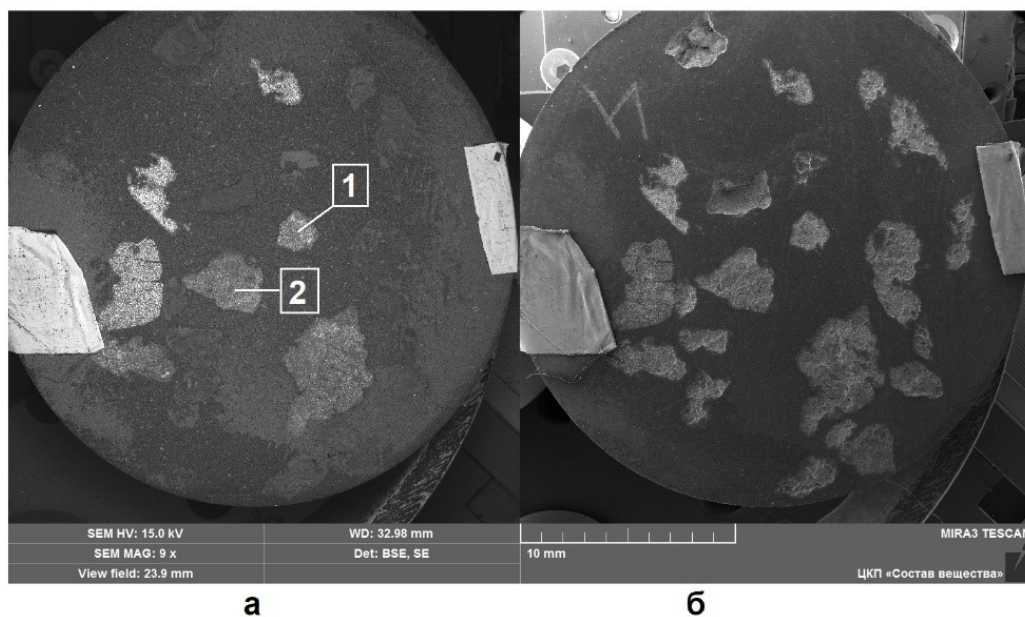


Рисунок 14 - Общий вид поверхности шлифа с обломками БТШ: а – в отраженных электронах (BSE), б – во вторичных электронах (SE)

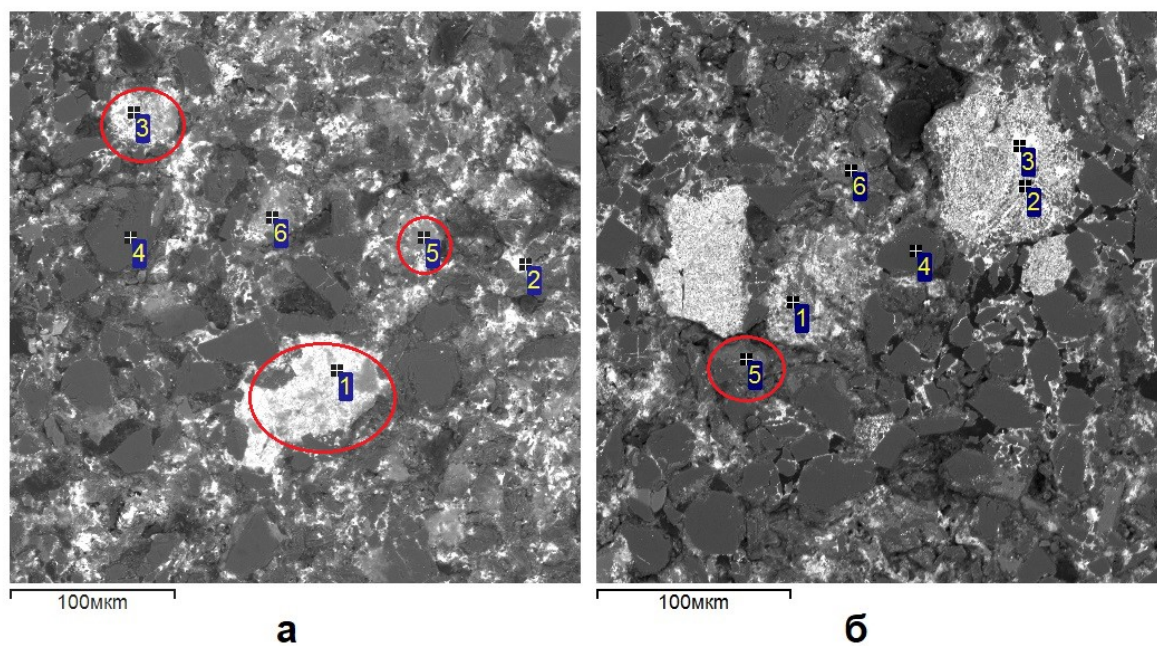


Рисунок 15 - Участки микроструктуры осколков образца БТШ с локализацией точек зондирования: а – осколок 1, осколок 2

Таблица 13 - РСМА структурных составляющих образца БТШ (Рисунок 15 а)

Точки	Содержание, масс. %								
	O	Mg	Al	Si	Ca	Cu	Ag	Au	Pb
1	19,17	8,59	0,59	0,00	0,00	0,00	0,30	0,00	71,36
2	14,26	7,16	1,51	2,29	1,29	8,90	0,00	0,00	64,59
3	24,59	19,67	1,10	0,00	0,00	1,00	0,24	0,00	53,39
4	36,98	63,02	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
5	9,77	12,68	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	1,23	76,32
6	14,08	29,75	1,88	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	54,29

Таблица 14 - РСМА структурных составляющих образца БТШ (Рисунок 15 б)

Точки	Содержание, масс. %								
	O	Mg	Al	Si	S	Ca	Ag	Au	Pb
1	18,30	3,80	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	77,90
2	18,72	0,70	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	80,58
3	18,11	1,83	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	78,53
4	36,88	63,12	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
5	27,90	52,49	1,67	0,00	0,00	0,00	0,40	0,00	0,00
6	17,49	14,14	0,00	19,25	0,41	28,30	0,00	0,00	0,00

Суммарный спектр сканирования по площади шлифа (8.5 мм²), масс. %:
32.17 O, 41.77 Mg, 1.84 Al, 2.48 Si, 0.56 P, 2.54 Ca, 0.49 Fe, 12.09 Pb.

2.3.5 Образец шлака содово-боратного

Исследовано 3 участка образца ШСБ – 2 обломка шлака и поверхность обоймы шлифа из полистирола, в которую был залит образец (см. Рисунок 16).

В первом фрагменте шлака (см. Рисунок 17) обнаружены три частицы размером от 100 до 150 мкм, содержащие золото: одна из них (точка 1) состоит

из серебра (25,6 %), никеля (40,6 %), меди (13,3 %) и 6,63 % золота, вторая (точка 3) – из золота (79,5 %) с примесью никеля и хрома (по ~5 %), и третья – медно-золотая (точка 4) с 64,5 % Cu и 23,5 % Au (см. Таблицу 15). Есть в структуре частицы чисто серебряные (точка 5) и с примесью серебра (точка 2).

На втором участке – малом секторе обоймы, найдены частицы серебра размером от 30 до 120 мкм, очевидно, выкрошенные при полировке шлифа (см. Рисунок 17). Две из них состоят на 85 % и 95 % из серебра (точки 1 и 4 соответственно), причем в первой – около 7,4 % Au (см. Таблицу 16). Другие содержат, кроме серебра, тяжелые металлы – медь и никель (точки 2, 3).

На 3-ем участке (правый обломок шлака на Рисунке 16) драгметаллов не обнаружили. Светлые мелкие частицы содержали до 45 % кадмия и сравнимые количества меди (от 30 % до 37 %).

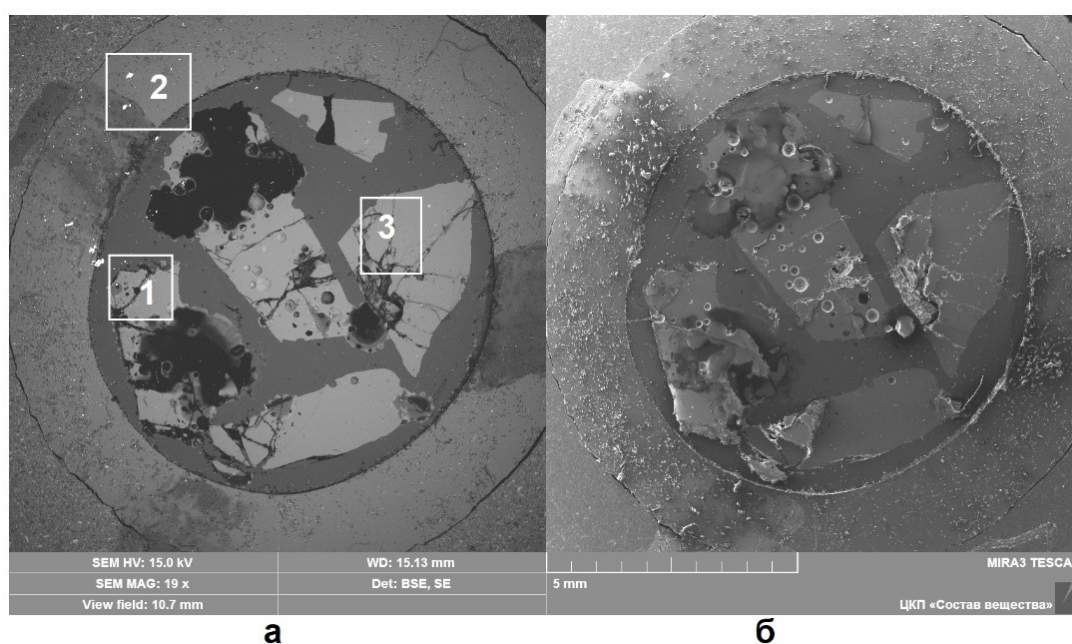


Рисунок 16 - Общий вид поверхности шлифа с обломками ШСБ: а – в отраженных электронах (BSE), б – во вторичных электронах (SE)

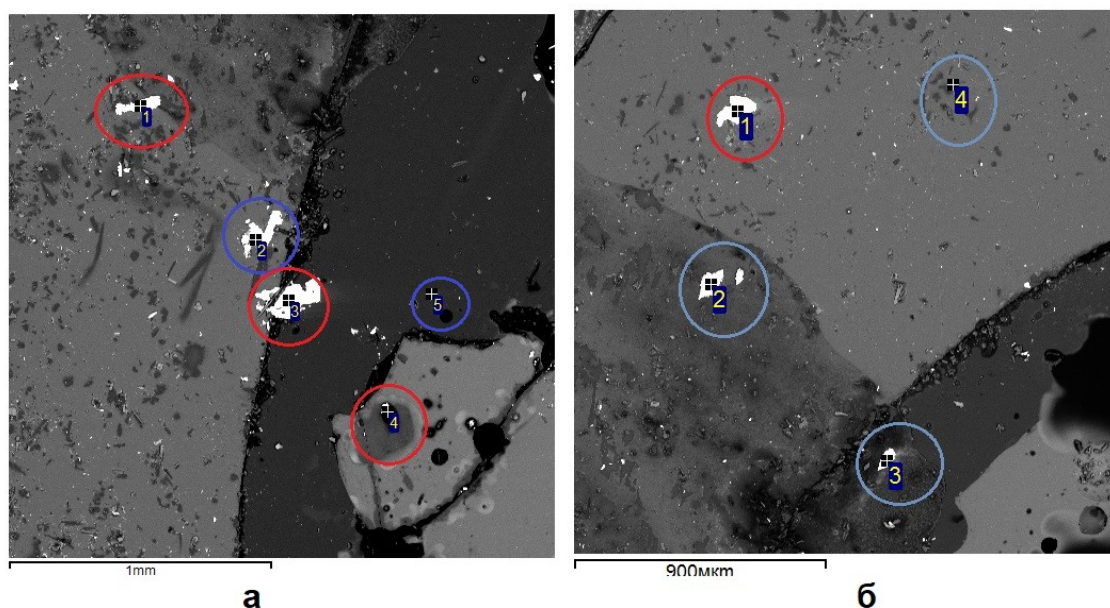


Рисунок 17 - Участки микроструктуры осколков образца ШСБ с локализацией точек зондирования: а – осколок 1, б – участок обоймы

Таблица 15 - РСМА структурных составляющих образца ШБС (Рисунок 17 а)

Спектр	Содержание, масс. %							
	O	Al	S	Cr	Ni	Cu	Ag	Au
1	11,87	1,52	0,41	0,00	40,64	13,32	25,61	6,63
2	1,03	0,00	0,00	0,00	1,34	0,00	97,32	0,00
3	5,32	0,00	0,00	7,59	7,62	0,00	0,00	79,48
4	1,81	0,00	0,00	5,66	4,52	64,50	0,00	23,51
5	5,04	0,00	0,00	0,00	5,31	0,00	89,65	0,00

Таблица 16 - РСМА структурных составляющих образца БТШ (Рисунок 17 б)

Спектр	Содержание, масс. %							
	O	F	Al	Cr	Ni	Cu	Ag	Au
1	0,94	0,00	0,00	3,84	3,37	0,00	84,47	7,39
2	10,76	0,00	23,72	0,00	0,00	58,63	6,89	0,00
3	6,48	0,00	0,00	0,00	26,95	27,51	39,06	0,00

Спектр	Содержание, масс. %							
	O	F	Al	Cr	Ni	Cu	Ag	Au
4	2,88	2,16	0,00	0,00	0,00	0,00	94,95	0,00

Суммарный спектр (площадь сканирования 4,0 мм²), масс. %: 44.8 O, 16.2 Na, 0.7 Mg, 1.5 Al, 12.6 Si, 0.1 Cl, 0.1 K, 0.7 Ca, 0.8 Fe, 0.2 Ag.

3. ЛАБОРАТОРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПО ОБОГАЩЕНИЮ ПРОМПРОДУКТОВ

Исходя из полученных данных о составе ТПО, условий технического задания и действующих производственных мощностей Заказчика, а так же руководствуясь пониманием необходимой экономической эффективности планируемых капитальных затрат на реализацию проекта по переработке ТПО, основным способом переработки отходов был выбран гидрометаллургический.

В проведенных лабораторных исследованиях рассмотрена возможность гидрометаллургического подхода к решению задач концентрирования и извлечения золота и серебра из предоставленных Заказчиком проб ТПО.

3.1 Методика экспериментов и анализа материалов

Навески каждого из ТПО распульповывали в растворе выщелачивания (вода (ПХВ) или деионизированная), соляная, азотная кислоты или их смесь – царская водка) при установленном отношении Т : Ж, пульпу нагревали до заданной температуры и выдерживали при перемешивании в течение установленного времени. Охлажденную пульпу фильтровали под вакуумом на керамическом фильтре, нерастворимые остатки (Н.О.) промывали водой и сушили, охлаждали в эксикаторе, а затем взвешивали. Фильтраты анализировали на содержание целевых компонентов, предварительно определив массу и плотность растворов, методом атомно-эмиссионного анализа с индуктивно-связанной плазмой.

При проведении экспериментов применяли стеклянные термостатированные стаканы различного объема, установленные на лабораторных магнитных мешалках с подогревом ES-6120. Перемешивание пульпы проводили с использованием магнитных элементов – якорей различных размеров и механической лопастной мешалки (ПЭ-8300) с регулируемым числом оборотов.

Фильтрацию пульпы проводили под вакуумом на воронках Бюхнера. В качестве фильтровального материала использовали предварительно взвешенные лабораторные обеззоленные фильтры «красная лента» и «синяя лента». Для создания разрежения при фильтрации использовали лабораторные масляные вакуумные насосы, разделение пульпы выполняли при отрицательном давлении от 0,6 до 0,8 атм.

Показатели pH и ОВП растворов измеряли с помощью pH-метра «Анион 4100», используя комбинированные электроды ЭСК-10601K80.7 и ЭРП-105K80.7

Твердые продукты высушивали до постоянной массы при температуре $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ в сушильных шкафах СНОЛ-20/300. Массу образцов определяли взвешиванием на аналитических весах CAUS-120.

Для спекания и прокаливания материалов использовали муфельную электропечь ПМ-1.0-7. Переплав шлаков вели в печи сопротивления (печь Таммана). Образцы для химического и рентгенофазового анализов измельчали на вибрационном истирателе ИВ-1 и вручную - в фарфоровых или агатовых ступках.

Для наблюдения использовали стереоскопический микроскоп МИКРОМЕД МС-4-ZOOM LED.

Химический качественный (полуколичественный) и количественный анализ выполняли на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно-связанной плазмой «SpectroBlue».

3.2 Переработка боя тиглей (графит, магнезит)

Учитывая особенность образования такого рода отходов, а именно: случайных характер захвата драгметаллов, их низкие содержания, которые, скорее всего, будут меняться с каждой партией ТПО, достаточно трудно оценить экономическую рентабельность переработки боя тиглей аффинажного производства.

Как показано выше, для боя графитовых тиглей возможно отделение металлических включений путем измельчения и классификации (грохочения) с получением довольно богатого концентрата. Для извлечения оставшихся золота и серебра выполнены экспериментальные исследования по разработке гидрометаллургической технологии выщелачивания и концентрирования ДМ

3.2.1 Бой магнезитовых тиглей и капелей

При низких содержаниях серебра ($0,0108 \pm 0,0017$ %) и крайне низких золота ($0,000580 \pm 0,00018$ %) в предоставленной Заказчиком пробе представляло интерес рассмотреть возможность извлечения как драгметаллов, так и свинца. По данным РФА (см. Рисунок 3) в образце находится $\sim 9,3$ % свинца в виде PbO ($\sim 13,7$ %), а по результатам сканирования участка площадью 1 мм^2 его доля в суммарном спектре около $12,0$ % (РСМА).

Поскольку Pb не являлся целевым металлом, его содержание в образце пробирным методом не определяли, а оценивали его количество путем определения содержания свинца в растворах выщелачивания, одновременно с определением золота и серебра.

Последовательное выщелачивание соляной кислотой и царской водкой.

Для перевода в раствор Pb и основы магнезитовых тиглей (MgO) использовали 32 % р-р HCl. Навеску (50 г) высушенного образца БТШ распульповали в 300 мл воды, добавили 246 мл HCl и выщелачивали в течение 2 ч при температуре от 70°C до 80°C . В полученном растворе содержалось 2,1 г/л Pb (или 2,48 г) и 0,016 г/л Ag, масса твердого остатка составила 58,8 % от исходного. Проваривание осадка в воде при 90°C в течение 1 ч позволила перевести в раствор еще 0,46 г Pb, масса твердого остатка составила 44,86 % от исходной навески боя магнезитовых тиглей.

Установлено, что при выщелачивании в соляной кислоте в раствор переходит серебро в количестве более 100 % (176 %) от его определенного содержания в БТШ, что подтверждает неоднородность распределения ДМ в

данном виде отходов. Извлечение свинца в раствор составило около 64 %. В раствор перешли также магний (14,191 г), кальций (0,515 г), железо (0,160 г), бор (0,058 г), натрий (0,311 г), алюминий (0,385 г), кремний (0,065 г).

При дальнейшем выщелачивании полученного нерастворимого остатка в царской водке при соотношении Т:Ж = 1 : 5, температуре от 70 °С до 80 °С и продолжительности 3 ч, выход нерастворимого остатка составил 45,3 % от исходной навески боя магнезитовых тиглей. В раствор перешло 9 % серебра и 91,3 % золота от их исходного содержания в БТШ.

В раствор также перешли магний (0,007 г), кальций (0,013 г), железо (0,021 г), бор (0,475 г), натрий (0,291 г), алюминий (0,021 г), кремний (0,065 г), свинец (0,095 г).

Выщелачивание уксусной кислотой.

Для перевода в раствор Рb использовали раствор уксусной кислоты с концентрацией 300 г/л. Навеску (50 г) образца БТШ выщелачивали при перемешивании в течение 1 ч на холоду, а затем фильтровали. В раствор перешло 11,5 % от массы навески. В ацетатный раствор добавили H_2SO_4 , нагрели до температуры от 80 °С до 90 °С и выдержали 0,5 ч. Охлажденную пульпу отфильтровали – масса осадка составила 5,83 г или ~ 4,0 г Рb, в пересчете с $PbSO_4$. Ориентируясь на данные РФА, извлечение свинца из образца БТШ составляет 86,0 %. Удовлетворительное извлечение подтверждает и низкое остаточное содержание Рb в фильтрате по данным анализа (атомно-эмиссионная спектроскопия) фильтрата – 0.03 г/л.

Из драгоценных металлов в раствор перешло серебро в количестве 2,2 % от исходного содержания в бое магнезитовых тиглей и капелей. В раствор также перешли магний (2,041 г), кальций (0,162 г), бор (0,674 г), натрий (0,385 г).

Последовательное выщелачивание азотной кислотой и царской водкой.

Опробована возможность селективного извлечения металлов – последовательное выщелачивание раствором азотной кислоты и царской водкой.

Изучили влияние концентрации азотной кислоты на степень растворения БТШ и извлечение в раствор ДМ.

Навески массой от 20 до 50 г лабораторной пробы ТБШ обрабатывали растворами 57 % и 20 % HNO_3 при температуре от 80 °С до 90 °С, отношении Ж:Т равном 3 и продолжительности 1 ч.

При использовании 57 % азотной кислоты в раствор переходит от 45 % до 69 % серебра и около 50 % золота от их определенного содержания в БТШ. Извлечение свинца в раствор составило около 95 %, переходят в раствор такие элементы, как магний, алюминий, бор, кальций, железо, натрий.

Так, при выщелачивании навески массой 50 г в раствор перешло 19,972 г магния, 0,810 г кальция, 0,156 г железа, 0,096 г бора, 0,440 г натрия, 0,160 г алюминия, 0,043 г кремния.

Выход нерастворимого остатка составил, в среднем 56 %.

При выщелачивании БТШ в растворе 20 % азотной кислоты, в раствор также переходит 45,4 % серебра и 50,2 % золота от их определенного содержания в БТШ, однако выход нерастворимого остатка значительно выше и составляет, в среднем 78,1 %.

Извлечение свинца в раствор составило всего 14 %. При выщелачивании навески массой 50 г в раствор перешло 12,003 г магния, 0,582 г кальция, 0,0002 г железа, 0,962 г бора, 0,562 г натрия, 0,006 г алюминия.

При дальнейшем выщелачивании полученных нерастворимых остатков от выщелачивания БТШ в 20 % азотной кислоте, в царской водке при соотношении Т:Ж = 1 : 5, температуре от 70 °С до 80 °С и продолжительности 3 ч, выход нерастворимого остатка составил 58,2 % от исходной навески БШТ.

В раствор переходит, в среднем 52,3 % серебра и 48,2 % золота от их исходного содержания в БТШ. Извлечение свинца в раствор составило 14,5 %.

В царскowodочный раствор также переходят магний, кальций, железо, бор, натрий, алюминий, кремний. Так, при выщелачивании нерастворимого остатка (39,085 г) от выщелачивания 50 г БТШ в 20 % азотной кислоте в раствор перешло 4,842 г магния, 0,060 г кальция, 0,128 г железа, 0,009 г бора, 2,012 г натрия, 0,145 г алюминия.

Разработанная, на основе полученных результатов лабораторных экспериментов, принципиальная технологическая схема переработки боя магнетитовых тиглей и капелей, обеспечивающая достижение заданного извлечения золота и серебра, приведена на Рисунке 18.

В Таблице 17 приведены оптимальные технологические параметры и показатели, полученные при проведении тестирования технологии переработки БТШ.

Таблица 17 - Фактические параметры операций переработки БТШ

Операция/параметр	Значение	Единица измерения
Выщелачивание БТШ		
ВЫЩЕЛАЧИВАНИЕ В HNO₃		
Концентрация раствора HNO ₃	20	%
Ж:Т начальное	3,0	дм ³ /кг
Ж:Т конечное	3,8	дм ³ /кг
Температура	80-90	°C
Продолжительность выщелачивания	1	ч
ФИЛЬТРОВАНИЕ ПУЛЬПЫ		
Ж:Т	3,8	дм ³ /кг
Температура	≤45	°C
Скорость фильтрации	0,10	м ³ /м ² ·ч
Удельный расход дист. воды на промывку	1,0	дм ³ /кг
ВЫЩЕЛАЧИВАНИЕ В ЦАРСКОЙ ВОДКЕ		
Ж:Т начальное	5,0	дм ³ /кг
Ж:Т конечное	6,7*	дм ³ /кг
Температура	70-80	°C
Продолжительность выщелачивания	3	ч
ФИЛЬТРОВАНИЕ ПУЛЬПЫ		
Ж:Т	6,7	дм ³ /кг
Температура	≤45	°C

Операция/параметр	Значение	Единица измерения
Скорость фильтрации	0,10	м ³ /м ² ·ч
Удельный расход дист. воды на промывку	1,5	дм ³ /кг
Влажность Н.О.	20	%

*- Средний выход нерастворимого остатка (Н.О.) от переработки БТШ составил – 58,2 %.

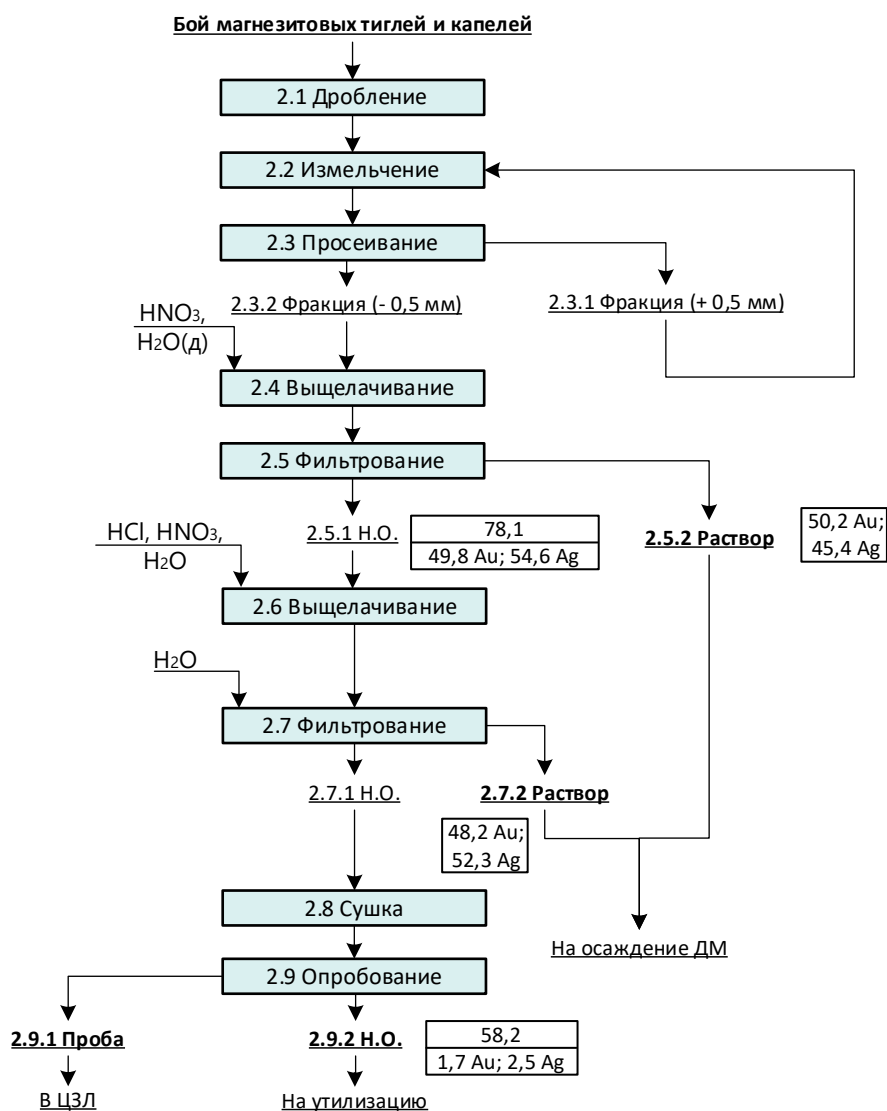


Рисунок 18 - Принципиальная технологическая схема переработки боя магнетитовых тиглей и капелей

Таким образом, в зависимости от исходного содержания серебра в образующемся отходе, возможно применение одной или двух операций выщелачивания ДМ:

-при содержании серебра менее 0,03 % достаточно одной операции выщелачивания БТШ в царской водке;

- при содержании серебра более 0,03 % необходимо последовательно использовать две операции выщелачивания (в азотной кислоте и в царской водке).

3.2.2 Бой тиглей графитовых

При измельчении и последующем отделении фракции плюс 0,315 мм из всей партии ТПО БТГ (сухой массы 1000 г) выделили 0,17 г металлической фазы (см. Рисунок 2). Полным разложением ее в «царской водке» (ЦВ), с последующим выщелачиванием нерастворимого остатка в водном растворе аммиака получили растворы, содержащие 0,098 г Au и 0,018 г Ag. Извлечение золота и серебра в металлизированную фракцию составляет, соответственно 18,2 % и 6,2 % от их содержания в бое тиглей графитовых.

Последовательное кислотное выщелачивание.

Опробована возможность селективного извлечения металлов – последовательное выщелачивание растворами азотной, соляной кислот и царской водкой. Материальный баланс схемы приведен только по растворам (см. Таблицу 18), поскольку твердые продукты не анализировали (н/а).

Навеску (50 г) лабораторной пробы БТГ обработали раствором HNO_3 (1:1) при температуре от 80 °С до 90 °С, отношении Ж:Т равном 2 и продолжительности 1 ч. По результатам анализа в растворе не обнаружено серебро, но перешло около 0,01 г золота, что составляет 54,5 % от загруженного. Причиной перехода золота в раствор является присутствие хлор-иона в бое графитовых тиглей, наличие которого было подтверждено по качественной реакции раствора от выщелачивания БТГ в дистиллированной воде с раствором нитрата серебра.

Далее, твердый осадок распульповали в воде с добавлением HCl до ее концентрации в растворе ~10 %. В соотношении Т:Ж равном 1:3. В режиме,

аналогичном первой стадии, провели выщелачивание, разделили раствор и осадок, последний промыли на фильтре, высушили и взвесили. Потеря массы составила 1,01 г от исходной навески. В раствор перешло 0,0053 г (~38 % от исходного) серебра и около 0,001 г (4,5 % от исходного) золота. Затем осадок обработали раствором ЦВ в отношении Ж:Т равном 2 в течение 1 ч при температуре от 60 °С до 80 °С. Анализ состава раствора показал, что в нем содержится 0,024 г Au и 0,03 г Ag, что соответствует извлечению первого 10,9 %, а второго – 21,4 %. Таким образом, ориентировочное сквозное извлечение серебра в растворы составило около 60 %, а золота – около 70 %.

Таблица 18 - Материальный баланс растворов последовательного выщелачивания образца БТГ (фракция минус 0,315 мм)

Статья	Продукт, реагент	Масса, г (объем, мл)	Содержание (β) и извлечение (ε) компонентов			
			Au		Ag	
			β, % (г/л)	ε, %	β, % (г/л)	ε, %
Выщелачивание р-ром HNO ₃ (1:1)						
Загружено	БТГ (-0,315 мм)	50,001	0,044	100	0,028	100
	Раствор:	100	0	0	0	0
	HNO ₃	50	0	0	0	0
	H ₂ O	50	0	0	0	0
Получено	Раствор-1	245,3	0,05	54,5	0,0	0,0
	Н.О.-1		н/а	-	н/а	-
Выщелачивание р-ром HCl (1:3)						
Загружено	Н.О.-1	весь	-	-	-	-
	HCl	30	0	0	0	0
	H ₂ O	100	0	0	0	0
Получено	Раствор-2	255,4	0,0038	4,5	0,0208	38,0
	Н.О.-2	48,994	н/а	-	н/а	-
Выщелачивание ЦВ						
Загружено	Н.О.-2	весь	-	-	-	-
	ЦВ	100	0	0	0	0
Получено	Н.О.-3		н/а	-	н/а	-
	Раствор-3	138,3	0,0172	10,9	0,0217	21,4
ВСЕГО		48,711		69,9		59,4

Выщелачивание «царской водкой».

Выщелачивание образцов лабораторной пробы фракции минус 0,315 мм, проводили при температуре 80 °С, отношении Ж:Т равном 4, в течение 3 ч (см. Таблицу 19). По окончании выщелачивания пульпу фильтровали, раствор взвешивали и анализировали на содержание золота и серебра, нерастворимый остаток высушивали до постоянной массы и взвешивали.

Таблица 19 - Результаты выщелачивание БТГ в царской водке

№ опыта	Масса, г	Содержание, г		Извлечение в раствор			
				г		%	
		Au	Ag	Au	Ag	Au	Ag
1	10,007	0,0044	0,0028	0,0028	0,0023	63,6	83,5
2	10,011	0,0044	0,0028	0,0029	0,0023	65,9	82,1

Потеря массы образца при выщелачивании составила 1,18 % и 1,15 %, соответственно.

Выщелачивание «смесью азотной и соляной кислот» с измененным порядком ввода реагентов.

Изменили порядок ввода реагентов при выщелачивании навески БТГ – сначала проводили выщелачивание в растворе азотной кислоты при температуре от 80 °С до 90 °С, отношении Ж:Т равном 3, в течение 1 ч, а затем в пульпу вводили соляную кислоту в количестве 1/3 от объема введенной азотной кислоты и проводили выщелачивание еще в течение 2 ч при температуре от 80 °С до 90 °С. Результаты экспериментов представлены в Таблице 20.

Таблица 20 - Результаты выщелачивание БТГ в смеси азотной и соляной кислот

№ опыта	Масса, г	Содержание, г		Извлечение в раствор			
				г		%	
		Au	Ag	Au	Ag	Au	Ag
1	100,140	0,044	0,028	0,0322	0,024	73,2	86,7
2	50,072	0,022	0,014	0,016	0,012	73,1	86,9

Выход нерастворимого остатка составил, в среднем 97,7 %.

Таким образом, изменение порядка ввода реактивов при выщелачивании боя графитовых тиглей в смеси азотной и соляной кислот повышает извлечение золота примерно на 7 % и серебра на 3 % по сравнению с традиционным процессом царсководочного выщелачивания.

На основании полученных результатов разработана принципиальная технологическая схема переработки боя графитовых тиглей с использованием операции выщелачивания ДМ с измененным порядком ввода реактивов (см. Рисунок 19).

В Таблице 21 приведены оптимальные технологические параметры и показатели, полученные при проведении тестирования технологии переработки БТГ.

Таблица 21 - Фактические параметры операций переработки БТГ

Операция/параметр	Значение	Единица измерения
Выщелачивание ДМ из БТГ		
ВЫЩЕЛАЧИВАНИЕ В СМЕСИ HNO₃ и HCl		
Концентрация раствора HNO ₃ (техн.)	56	%
Концентрация раствора HCl (техн.)	32	%
Ж:Т начальное	3,0	дм ³ /кг
Ж:Т конечное	4,0 *	дм ³ /кг
Температура	80-90	°C

Операция/параметр	Значение	Единица измерения
Продолжительность выщелачивания	3	ч
ФИЛЬТРОВАНИЕ ПУЛЬПЫ		
Ж:Т	4,0	дм ³ /кг
Температура	≤45	°С
Скорость фильтрации	0,9	м ³ /м ² ·ч
Удельный расход воды на промывку	0,6	дм ³ /кг
Влажность Н.О.	20	%

*- Средний выход нерастворимого остатка (Н.О.) от переработки БШТ составил – 97,5 %.

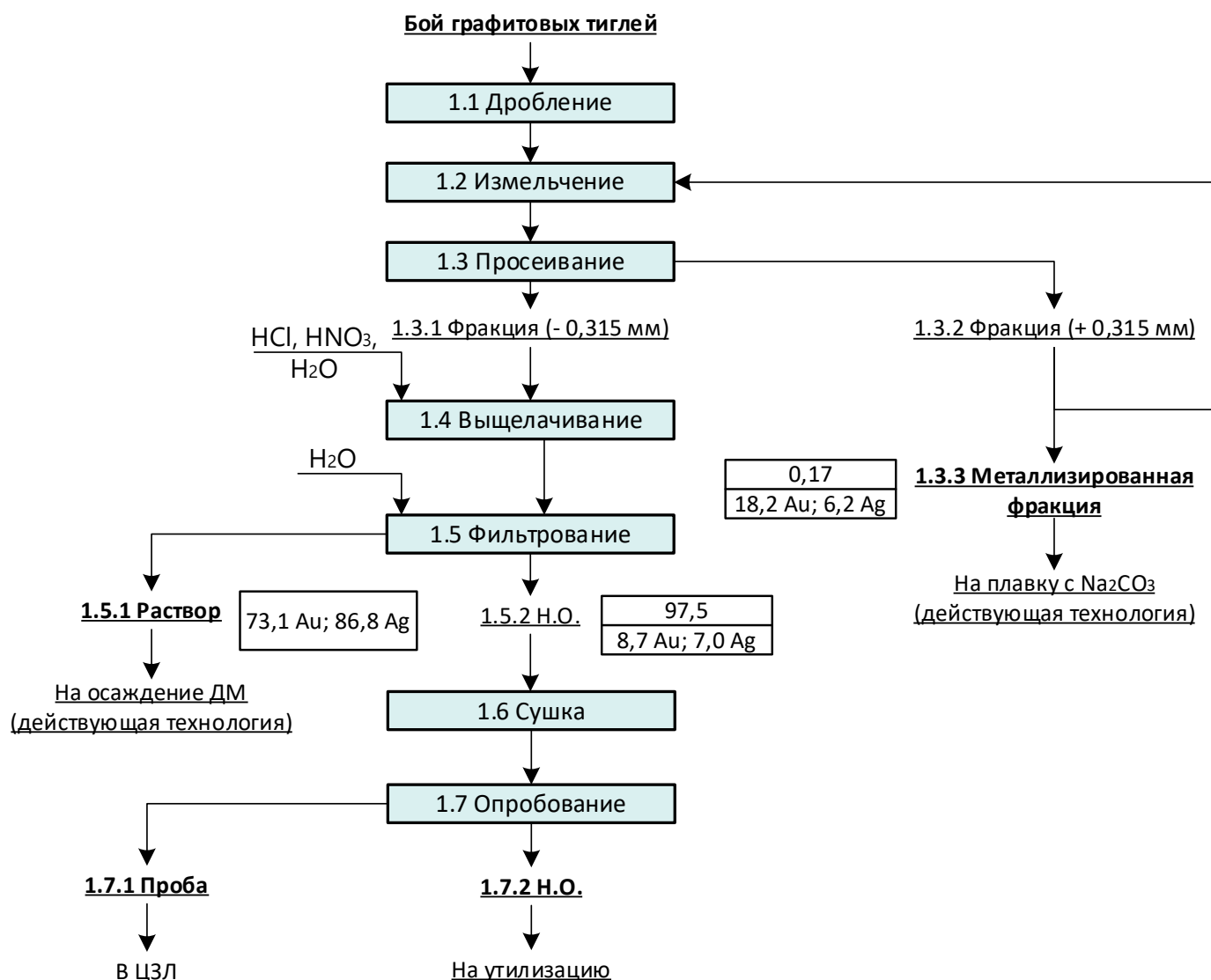


Рисунок 19 - Принципиальная технологическая схема переработки боя тиглей графитовых

3.3 Переработка выломов цементной обмазки

В лабораторной пробе (фракция минус 0,5 мм) предоставленного образца ВЦО содержание целевых металлов оказалось ближе к заявленному, чем в остальных ТПО – 0,212 золота и 0,280 серебра (см. Таблицу 4). При измельчении и последующем рассеве образца ВЦО, выделена крупная фракция (плюс 0,5 мм), содержащая металлические кусочки желтоватого цвета (см. Рисунок 2), доля которых составила 0,16 %. Растворением в ЦВ установлено, что в них содержится 0,4608 г Au и 0,4400 г Ag.

Визуально, при изучении образца под микроскопом (см. Рисунок 20), при увеличении в 10-15 раз, в измельченной пробе ВЦО (фракция минус 0,5 мм) обнаружены металлизированные частицы желтого и белого цвета, а также редкие вкрапления оплавленных частиц болотно-зеленого цвета, похожие на содово-боратный шлак.



Рисунок 20 - Фотографии в образцов ВЦО при 10-ти кратном увеличении с видимыми включениями сплавов ДМ

Экспериментально проверена эффективность прямого вскрытия ВЦО различной крупности смесью соляной и азотной кислот – «царской водкой» (см. Таблицу 22).

Выщелачивание «царской водкой».

Выщелачивание образцов фракции $(-0,5+0,315)$ мм $(-0,315)$ мм, проводили при температуре $80\text{ }^{\circ}\text{C}$, отношении Ж:Т равном 10, в течение 3 ч (см. Таблицу 22). По окончании выщелачивания пульпу фильтровали, раствор взвешивали и анализировали на содержание золота и серебра, нерастворимый остаток высушивали до постоянной массы и взвешивали. Извлечение золота и серебра в раствор из навесок ВЦО различных фракций определяли исходя из их содержания в лабораторной пробе (фракции $-0,5$ мм).

Таблица 22 - Результаты выщелачивания образцов ВЦО различной крупности царской водкой

Фракция, мм	Масса навески, г	Содержание расчётное (по данным анализа для исходного материала), г (*)		Извлечение в р-р			
				г		%	
		Au	Ag	Au	Ag	Au	Ag
$-0,5$	8,5147	0,0181	0,0238	0,0123	0,0086	68,36	35,95
$-0,5+0,315$	10,070	0,0214	0,0282	0,0157	0,0119	83,74	44,07
$-0,315$	10,140	0,0215	0,0284	0,0392	0,0028	183,50	10,15

* - Содержание металлов в навеске каждой фракции определено расчетом, с учетом массы навески и содержания (масс.%) металла в лабораторной пробе, на основании результатов химического анализа пробы ВЦО (см. Таблицу 4).

В целях подтверждения предположения о неоднородности распределения ДМ в ВЦО, полученный материал был измельчен до крупности $(-0,5)$ мм, дополнительно отобрана навеска, выполнен её рассев по классам крупности $(-0,5+0,315)$ мм и $(-0,315)$ мм, и выполнено выщелачивание полученных навесок, результаты которого представлены в Таблице 22.

Потеря массы образцов при выщелачивании составила 48,6, 33,5 и 44,4 соответственно.

Анализ результатов (см. Таблицу 22) позволяет сделать вывод о неоднородности распределения ДМ как в ВЦО, так и в его фракциях.

Наибольшее содержание золота находится во фракции (-0,315) мм, поэтому его извлечение в раствор превышает 100 %.

В царскородочный раствор переходят также и неблагородные элементы. Так, при выщелачивании навески ВЦО (8,5147 г) фракции (-0,5) мм в раствор перешло 0,088 г магния, 0,017 г марганца, 1,156 г кальция, 0,130 г железа, 0,470 г бора, 0,275 г натрия, 0,706 г алюминия, 0,297 г калия, 0,002 г меди, 0,044 г титана, 0,003 г сурьмы. Выход Н.О. составил 4,38 г (51,44 %).

Выщелачивание азотной кислотой и смесью азотной и соляной кислот.

Для повышения извлечения серебра проведены эксперименты по выщелачиванию ВЦО в растворе азотной кислоты.

Навески массой от 20 до 100 г лабораторной пробы ВЦО обрабатывали растворами 57 % HNO_3 при температуре от 80 °С до 90 °С, отношении Ж:Т равном 3 и продолжительности 1 ч. В связи с достаточно медленной скоростью фильтрации пульпу отстаивали в стакане, осветленный раствор декантировали, а нерастворимый остаток переносили на фильтр, затем сушили и взвешивали. В среднем, выход нерастворимого остатка составил около 67 %.

Извлечение в раствор составило 1,3 % Au и 61,3 % Ag от определенного в лабораторной пробе ВЦО.

Далее нерастворимый остаток выщелачивали в смеси азотной и соляной кислот с измененным порядком ввода реагентов. Целью экспериментов являлось повышение извлечения золота из частиц золото-серебряных сплавов с высоким содержанием серебра.

Изменили порядок ввода реагентов при выщелачивании навески Н.О. ВЦО – сначала проводили выщелачивание в растворе азотной кислоты при температуре от 80 °С до 90 °С, отношении Ж:Т равном 3, в течение 1 ч, а затем в пульпу вводили соляную кислоту в количестве 1/3 от объема введенной азотной кислоты и проводили выщелачивание еще в течение 2 ч при температуре от 80 °С до 90 °С.

В результате извлечение в раствор составило, в среднем 78,2 % для золота и 13,6 % для серебра. Скорость фильтрации пульпу заметно возросла и

составила $0,12 \text{ м}^3/\text{м}^2 \cdot \text{ч}$. Выход нерастворимого остатка составляет 55,8 % от исходной навески ВЦО.

Таким образом, извлечение золота и серебра в растворы выщелачивания составило, соответственно 79,5 % и 74,9 %, Общее извлечение (с учетом выделения плюсовой металлической фракции) составляет 94,2 % Au и 92,8 % Ag.

На основе полученных результатов разработана принципиальная технологическая схема переработки выломов цементной обмазки (см. Рисунок 21).

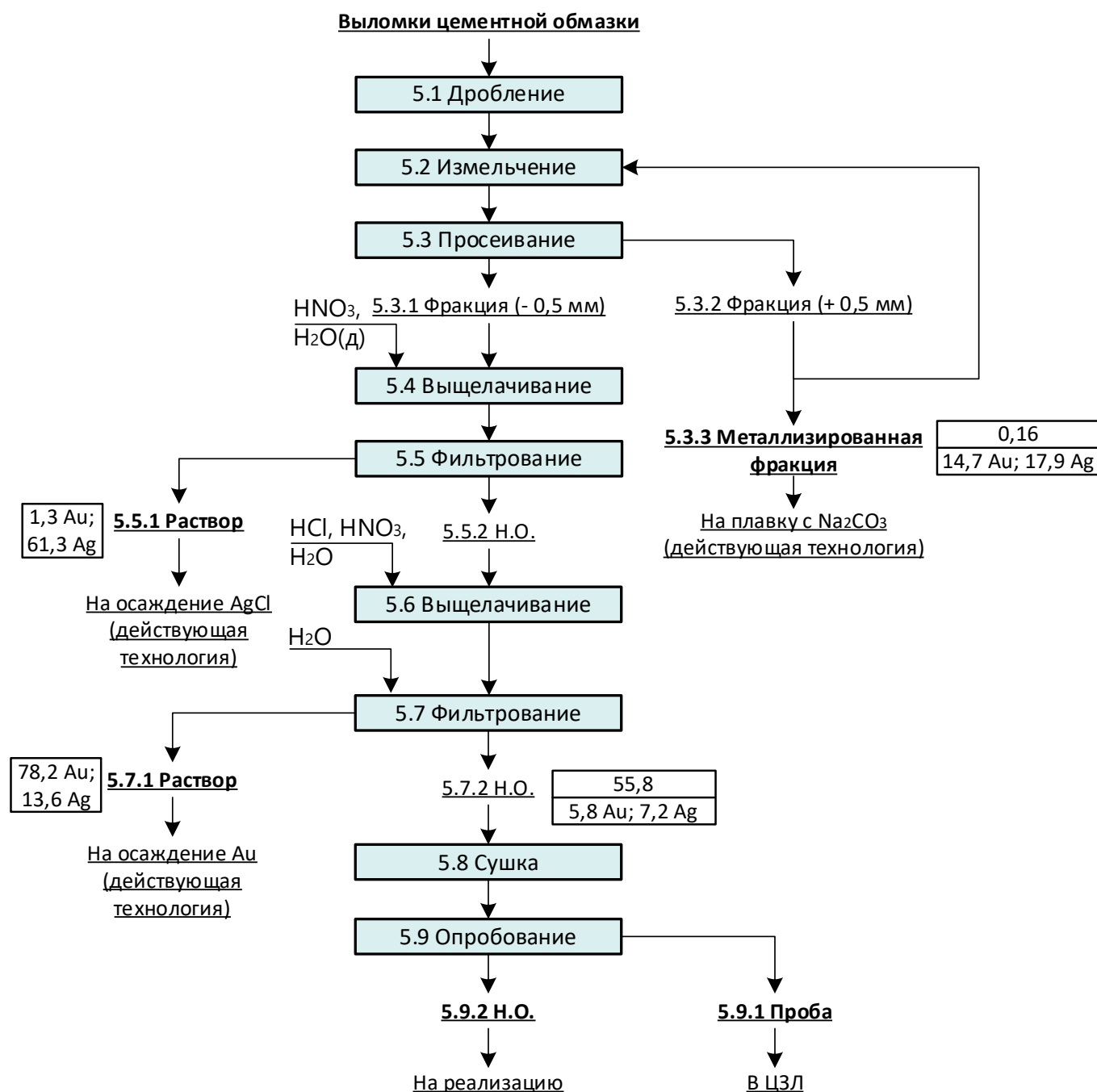


Рисунок 21 - Принципиальная технологическая схема переработки выломов цементной обмазки

3.4 Переработка шлака хлоридного

Выщелачивание «царской водкой».

При попытке прямого извлечение драгметаллов выщелачиванием царской водкой образцов хлоридного шлака различной крупности, оказалось,

что, независимо от крупности фракции, в раствор переходят единичные % серебра (см. Таблицу 23). Из-за низкого содержания золота в исходном образце ШХ (0,0012 %) невозможно было достоверно оценить его переход в раствор, так как содержания в растворе оказались на границе чувствительности анализа.

Таблица 23 - Результаты выщелачивания образцов ШХ различной крупности царской водкой

Фракция, мм	Масса навески, г	Содержание Ag, г	Масса осадка, г	Δm , %	Извлечение Ag в р-р	
					г	%
–0,5	8,453	0,0237	1,352	84,0	0,0027	4,4
+ 0,315	7,367	0,0206	3,170	57,0	0,005	9,4
- 0,315	10,012	0,028	2,052	79,5	0,0057	7,9

Согласно РФА (см. Рисунок 4), образец хлоридного шлака на 98 % состоит из хлористого натрия, растворимость которого составляет 35,9 г при 20 °С и 38,1 г при 80 °С в 100 г воды. Поэтому логично начать процесс обогащения с водного выщелачивания.

Водное и аммиачное выщелачивание.

Навеску лабораторной пробы ШХ (50,139 г) выщелачивали водой при температуре от 80 °С до 90 °С в течение 2 ч при отношении Ж : Т равном 6. Затем пульпу охладили до 40 °С и отфильтровали. Масса сухого остатка составила 5,53 г, то есть степень выщелачивания – 89,0 %. По результатам анализа драгметаллы в фильтрате не обнаружены, следовательно, они сконцентрировались в твердом остатке. Таким образом, в результате одной операции фактически содержание металлов возросло в 9,1 раза. Далее, для перевода серебра в раствор твердый остаток обрабатывали 12,5 % раствором аммиака, при комнатной температуре, соотношении Т:Ж равном 4, в течение 0,5 ч. В раствор перешло менее 8 % твердого. По данным РФА (см. Рисунок 22) остаток аммиачного выщелачивания на 45 % состоит из металлической

фазы (Ag, Au), хлорида (12 %) и перхлората (23 %) серебра, а также из NaCl и/или твердого раствора $\text{Na}_{(0.8-0.9)}\text{Ag}_{(0.2-0.1)}\text{Cl}$, идентифицированного в исходном ТПО. Скорее всего, содержание металлической фазы завышено, что может быть связано с высокой симметрией кристаллических решеток (гранцентрированная кубическая) серебра и золота, а также из-за неучтенных рентгеноаморфных компонентов продукта.

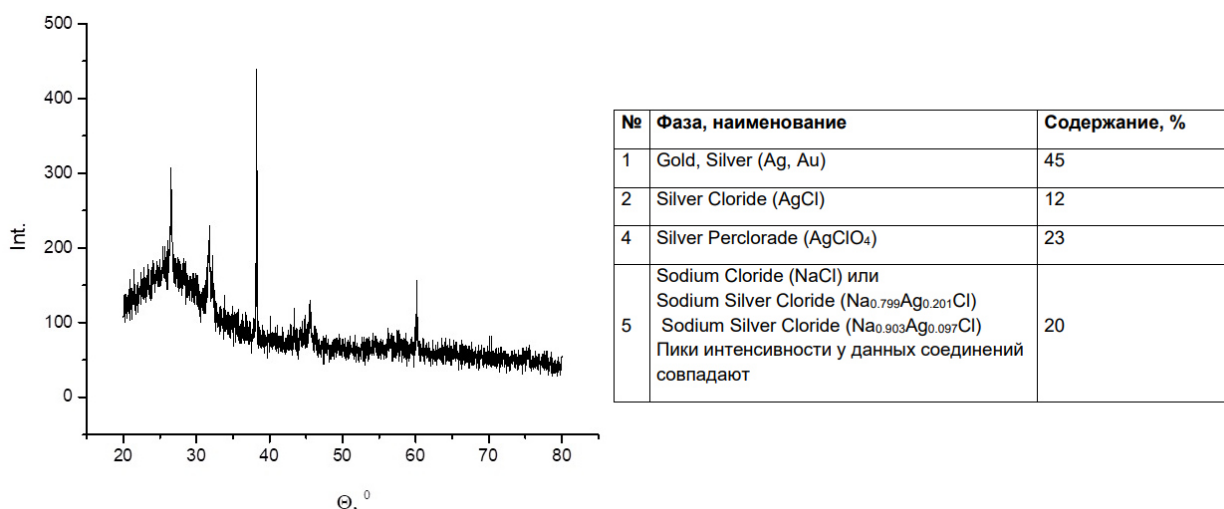


Рисунок 22 - Дифрактограмма твердого остатка после водного и аммиачного выщелачивания хлоридного шлака

В любом случае, качественный фазовый состав указывает на нахождении серебра в связанном состоянии – в сплаве с золотом и в твердом растворе с хлоридом натрия, что затрудняет образование растворимого аммиачного комплекса серебра и его извлечение в раствор.

Тиосульфатное выщелачивание нерастворимого остатка водного выщелачивания хлоридного шлака.

Выполнены эксперименты по определению возможности селективного извлечения серебра в раствор тиосульфата натрия из нерастворимого остатка водного выщелачивания. Навеску остатка обрабатывали раствором тиосульфата натрия с концентрацией 200 г/л, при температуре 60 °С,

соотношении Т:Ж равном 5, в течение 2 ч. В раствор перешло менее 12 % твердого, извлечение серебра составило 15,6 %.

Водное и сульфитное выщелачивание.

В двух опытах по водному выщелачиванию образцов ШХ в указанных выше условиях, но при большей продолжительности (3 ч), наработан нерастворимый обогащенный осадок массой 31,028 г (около 13 % от исходного), содержание металлов в котором, без учета потерь с раствором, увеличилось в 7,7 раза. Сульфитное выщелачивание вели в растворе аммиака (1:1) при отношении Ж:Т равном 3 с добавлением 10 г Na_2SO_3 в течение 0,5 ч на холоду при pH 12.08 и ОВП равном (минус 81) мВ. Изменение массы твердого составило 0,662 г или 2,13 %. В Таблице 24 приведен материальный баланс последовательных операций водного и сульфитного выщелачивания.

Таблица 24 - Материальный баланс выщелачивания образца ШХ (минус 0,5 мм) по схеме «водное выщелачивание – сульфитное выщелачивание»

Статья	Продукт, реагент	Масса, г (объем, мл)	Содержание (β) и извлечение (ε) компонентов			
			Au		Ag	
			β, % (г/л)	ε, %	β, % (г/л)	ε, %
Водное выщелачивание						
Загружено	ШХ (-0,5 мм)	305,987	0,0012	100	0,072	100
	H ₂ O	1830,0	0	0	0	0
Получено	Раствор-1	1830,0	0	0	0,001	0,08
	Н.О.-1*	33,658	0,0109	100	0,7012	99,2
Сульфитное выщелачивание						
Загружено	Н.О.-1*	31,028	0,0109	100	0,7012	100
	H ₂ O	50,0	0	0	0	0
	NH ₄ OH	50,0	0	0	0	0
	Na ₂ SO ₃ б/в	10,0	0	0	0	0
Получено	Раствор-2	100,8	0	0	0,3214	16,26
	Н.О.-2 **	30,366	0,0120	100,0	0,6010	83,74
Итого:	Н.О.-2	-	0,0120	100,0	0,6010	83,07

* - приведено расчетное содержание золота и серебра;

** - результат пробирного анализа (приложение А, протокол 1755/2021, проба KZ-68).

Содержание драгметаллов в остатке водного выщелачивания рассчитано, исходя из концентрирования серебра и золота в твердом без потерь с раствором. Видно, что в выбранных условиях сульфитного выщелачивания не удалось полно перевести серебро в раствор.

Таким образом, наиболее экономичным способом извлечения ДМ их хлоридного шлака является его выщелачивание в воде, сушка нерастворимого остатка и его совместная переработка переплавом с богатым хлоридным шлаком.

На Рисунке 23 приведена технологическая схема переработки шлака хлоридного. В представленной пробе шлака не обнаружено достаточно крупных включений металлической фазы, но, исходя из практики получения такого вида отхода, в технологической схеме предусмотрена операция грохочения (просева) измельченного хлоридного шлака, направляемого на выщелачивание, что позволит ускорить вовлечение части ДМ в переработку.

В Таблице 25 приведены оптимальные технологические параметры и показатели, полученные при проведении тестирования предлагаемой технологии переработки ШХ.

Таблица 25 - Фактические параметры операций переработки ШХ

Операция/параметр	Значение	Единица измерения
Выщелачивание основы из ШХ		
ВЫЩЕЛАЧИВАНИЕ В ВОДЕ		
Ж:Т начальное	6,0	дм ³ /кг
Ж:Т конечное	54,5 *	дм ³ /кг
Температура	80-90	°С
Продолжительность выщелачивания	3	ч
рН кон	9,6	ед.
ФИЛЬТРОВАНИЕ ПУЛЬПЫ		
Ж:Т	54,5	дм ³ /кг
Температура	≤45	°С
Скорость фильтрации	0,17	м ³ /м ² ·ч
Плотность раствора	1,12	г/ дм ³

Операция/параметр	Значение	Единица измерения
Удельный расход воды на промывку	2,0	дм ³ /кг
Влажность Н.О.	25	%

*- Средний выход нерастворимого остатка (Н.О.) от переработки ШХ составил – 11,0 %.

Извлечение золота и серебра в нерастворимый остаток составляет, соответственно 100 % и 99,2 %.

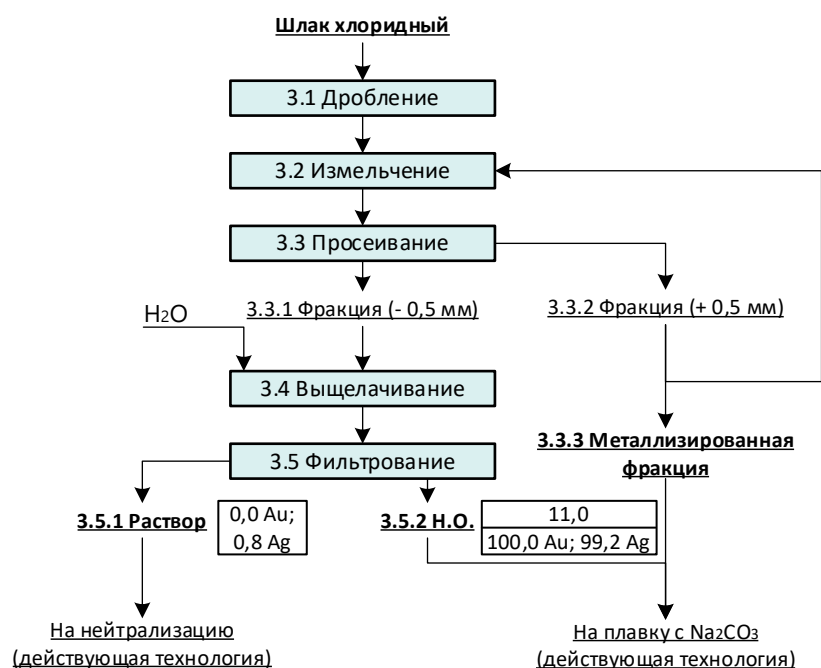


Рисунок 23 - Принципиальная технологическая схема переработки шлака хлоридного

3.5 Переработка шлака содово-боратного

Образец ШСБ по данным РФА, имеет аморфную стеклообразную структуру. Содержащиеся в нем драгметаллы, выявленные РСМА, присутствуют в продукте в результате неполного разделения шлака тигельной плавки от металлической фазы. Содержания золота (0,122 %) превышают концентрацию серебра в 4,2 раза (см. Таблицу 4). Попытки выполнить переплав ШСБ с содой в восстановительной атмосфере при температуре 1000 °С и 1200 °С, для аккумуляции частиц ДМ в донной части, оказались

безрезультатными из-за высокой вязкости ШСБ. Введение 10 масс. % флюорита для разжижения шлака также не способствовали достижению поставленной цели. Расплавы представляли собой вязкую стеклообразную массу. Единственным различием в поведении частиц драгоценных металлов при температуре 1200 °С было то, что оплавленные частицы ДМ всплыли и сконцентрировались на границе «шлак – воздух» (см. Рисунок 24), в то время как при 1000 °С они достаточно равномерно распределились по верхней и боковой поверхности полученной отливки шлака без видимого оплавления.

Причиной этого является кислый состав шлака, имеющий большую вязкость. Анализ частной пробы шлака выполнили методом атомно-эмиссионного анализа после полного перевода навески шлака в раствор (см. Таблицу 26).

Для реализации технологии обеднительного переплава содово-боратного шлака с высоким извлечением ДМ в сплав необходимо изменить состав шихты в сторону получения нейтрального или основного шлака, обладающих низкой вязкостью. Однако, это приведет к повышению температуры плавления шлака выше 1200 °С, что будет невозможно реализовать на имеющемся у Заказчика в настоящее время плавильном оборудовании.

Таблица 26 - Элементный состав частной пробы шлака содово-боратного

Элемент*	Содержание, %
B	21,54
Ca	0,54
Cr	0,11
Cu	0,01
Fe	0,71
Mg	0,47
Si	11,98
Zr	0,18

Элемент*	Содержание, %
Na	основа

* - O, Cl, F, Br, I, C не определяли в связи с ограничением метода.

Na, Al были внесены при разложении материала, также не определялись.

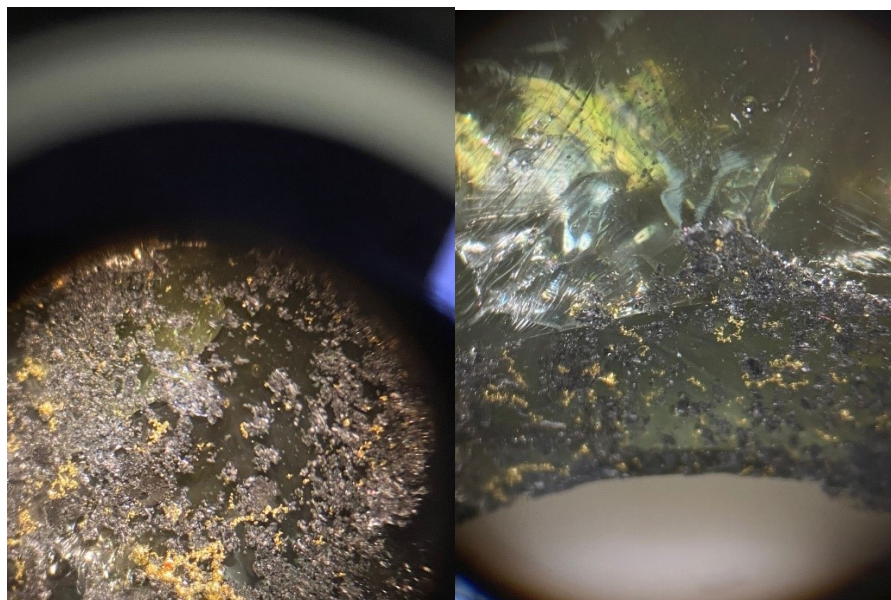


Рисунок 24 - Поверхность шлака содово-боратного по границе «шлак-воздух» после переплава при температуре 1200 °С. Увеличение 10-15 кратное

Поэтому, для извлечения ДМ из шлака использовали гидрометаллургические методы.

В процессе лабораторных экспериментов оценили возможность извлечения золота и серебра из ШСБ при непосредственном выщелачивания шлака в растворе царской водки.

Выщелачивание «царской водкой».

Выщелачивание образцов фракции (-0,5) мм, а также фракций (- 0,315) мм и (-0,5+0,315) мм, проводили при температуре 80 °С, отношении Ж:Т равном 10, в течение 3 ч (см. Таблицу 27). По окончании выщелачивания пульпу фильтровали, раствор взвешивали и анализировали на содержание

золота и серебра, нерастворимый остаток высушивали до постоянной массы и взвешивали.

Таблица 27 - Результаты выщелачивание ШСБ в царской водке

Фракция, мм	Масса, г	Содержание расчётное (по данным анализа исходного материала), г (*)		Извлечение в раствор			
				г		%	
		Au	Ag	Au	Ag	Au	Ag
-0,5	8,832	0,0117	0,0035	0,0059	0,0026	50,43	74,28
-0,5+0,315	10,125	0,0133	0,0040	0,0133	0,0036	99,72	90,92
-0,315	10,126	0,0133	0,0040	0,0073	0,0030	55,05	74,44

* - Содержание металлов в навеске каждой фракции определено расчетом, с учетом массы навески и содержания (масс.%) металла в лабораторной пробе, на основании результатов химического анализа пробы ШСБ (см. Таблицу 4).

В целях подтверждения предположения о неоднородности распределения ДМ в ШСБ, полученный материал был измельчен до крупности (-0,5) мм, дополнительно отобрана навеска, выполнен её рассев по классам крупности (-0,5+0,315) мм и (-0,315) мм, и выполнено выщелачивание полученных навесок, результаты которого представлены в Таблице 27.

Потеря массы образцов при выщелачивании составила 21,8 %, 24,35 % и 34,05 %, соответственно.

Анализ результатов позволяет сделать вывод о неоднородности распределения ДМ по фракциям шлака. Наибольшее содержание золота и серебра находится во фракции (-0,5+0,315) мм.

В царсководочный раствор переходят также и неблагородные элементы. Так, при выщелачивании навески ШСБ (10,125 г) фракции (-0,5+0,315) мм в раствор перешло 0,120 г магния, 0,066 г кальция, 0,083 г железа, 0,887 г бора, 2,179 г натрия, 0,312 г алюминия, 0,009 г свинца, 0,002 г меди, 0,100 г серы, 0.013 г кремния.

Анализ полученных результатов позволяет сделать вывод о недостаточно полном извлечении ДМ из ШСБ фракции (-0,5) мм, значительная часть которых оказывается экранирована шлаком.

Для повышения извлечения ДМ исследованы процессы последовательного выщелачивания ШСБ в воде и растворе соляной кислоты.

Водное и солянокислотное выщелачивание

Водное выщелачивание.

Навеску 50,0018 лабораторной пробы ШСБ выщелачивали в 300 мл воды при температуре от 80 °С до 90 °С в течение 2 ч. В раствор перешли соединения натрия, растворение в воде которых создает слабощелочную среду – рН 9,4. Выход Н.О. составил 37,111 г или 74,2 %. Расчетное содержание в нем драгметаллов возросло в 1,35 раза (см. Таблицу 28).

Выщелачивание соляной кислотой.

Для разложения малорастворимых в воде соединений бора с переводом в ортоборную кислоту, растворимость которой резко повышается при нагревании, использовали разбавленный раствор HCl (1:3). Выщелачивание нерастворимого остатка водного выщелачивания вели при температуре от 60 °С до 70 °С в течение 1 ч. Пульпа в процессе выщелачивания превратилась в коллоид зеленовато-болотного цвета для разбавления которого добавили воду до соотношения Т:Ж = 1:5.

Изменилась структура осадка – в процессе выщелачивания он посветлел и стал более дисперсным и рыхлым (см. Рисунок 25 в, г). На фотографиях осадков после выщелачивания исходных образцов ШСБ разной крупности можно заметить, что после взаимодействия с HCl происходит рассыпание крупных осколков шлака и освобождение частиц захваченного металла – в донной фракции декантации видны крупинки желтого сплава золота.

Из осветленной части раствора над осадком отобрана проба на анализ, по результатам которого установлено, что в твердой части пульпы (Н.О.-2) сосредоточено практически все загруженное золото (99,8 %) и 98,9 % серебра.

Далее, пульпу нейтрализовали раствором NaOH до pH 6-7 и отделили декантацией шламовую часть твердого, выделив донную фракцию – золотосодержащий осадок (Н.О.-3) массой 1,78 г (3,6 % от массы загруженной пробы ШСБ). Таким образом, содержание драгметаллов в полученном концентрате увеличились в 28,1 раза. Выщелачивание золотосодержащего осадка в царской водке показало, что в нем находится ~100 % Au и 62,1 % Ag от исходного содержания в загруженной навеске ШСБ.

Изучена возможность извлечения серебра из нерастворимого остатка солянокислотного выщелачивания в аммиачно-сульфитный раствор.

Аммиачно-сульфитное выщелачивание Н.О.-2.

Целью данного эксперимента было определение возможности извлечения хлорида серебра из нерастворимого остатка после обработки ШСБ соляной кислотой. Тонкую фракцию осадка (Н.О.-2, Таблица 28) массой 24,008 г выщелачивали в 80 мл раствора NH_4OH (1:1) с растворенными 8 г безводной соли Na_2SO_3 при комнатной температуре в течение 0,5 ч. Осадок отфильтровали и промыли водой и высушили. Сухая масса составила 19,272 г или 80,3 % от загруженного Н.О.-2. По результатам пробирного анализа в нем содержится 0,018 % Au и 0,022 % Ag, что составляет 5,7 % и 29,6 %, соответственно, от исходного содержания металлов в лабораторной пробе ШСБ. В раствор перешло всего 3,4 % серебра от его содержания в Н.О.-2.

Таблица 28 - Материальный баланс выщелачивания образца ШСБ (-0,5 мм) по схеме на «водное выщелачивание – солянокислотное выщелачивание – - нейтрализация - декантация»

Статья	Продукт, реагент	Масса, г (объем, мл)	Содержание (β) и извлечение (ε) компонентов			
			Au		Ag	
			β, % (г/л)	ε, %	β, % (г/л)	ε, %
1. Водное выщелачивание						
Загружено	ШСБ (-0,5 мм)	50,018	0,122	100	0,029	100
	H ₂ O	300	0	0	0	0
Получено	Раствор-1	315,8	н/а	-	н/а	-
	Н.О.-1	37,111	0.1644	-	0.0391	-

Статья	Продукт, реагент	Масса, г (объем, мл)	Содержание (β) и извлечение (ε) компонентов			
			Au		Ag	
			β, % (г/л)	ε, %	β, % (г/л)	ε, %
2. Солянокислотное выщелачивание						
Загружено	Н.О.-1	37,111	0,1644	100	0,0391	100
	H ₂ O	150	0	0	0	0
	HCl	50	0	0	0	0
Получено	Пульпа:					
	Осветленный раствор-1	200,0	0,0001	0,16	0,003	4,14
	Осадок	-	-	99,84	-	95,86
3. Нейтрализация до pH 6-7 и декантация						
Загружено	Пульпа	215,0	-	100	-	100,0
	Раствор NaOH 40%	34,5	0	0	0	0
Получено	Н.О -2	26,3	н/а	5,70	н/а	33,00
	Н.О-3	1,78	3,428	100	1,012	62,10
	Раствор	282,2	0	0	0,0025	4,90
4. Выщелачивание остатка (Н.О.-2) аммиачно-сульфитным раствором						
Загружено	H ₂ O	40				
	NH ₄ OH	40	0	0	0	0
	Na ₂ SO ₃ б/в	8,0	0	0	0	
	Н.О -2	26,3		5,70		33,00
Получено	Раствор-3	104,2	0	0	0,0047	3,40
	Н.О.-4 (KZ69) *	19,272	0,018	5,70	0,022	29,60

*- Номер пробы в Приложении А

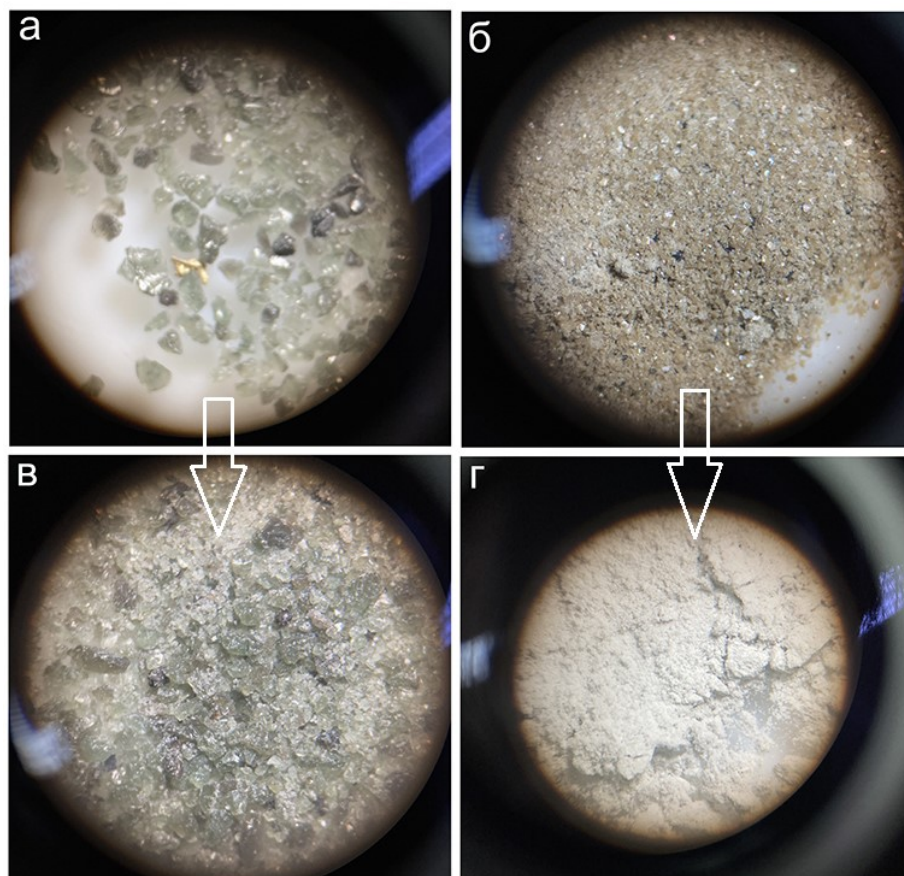


Рисунок 25 - Фотографии осадков содово-боратного шлака разных фракций крупности до (а, б) и после (в, г) выщелачивания раствором соляной кислоты:

а, в – кл. - 0.5+0.315 мм, б, г – кл. - 0.315 мм

На основе полученных данных была разработана принципиальная технологическая схема переработки ШСБ (см. Рисунок 26). В соответствии с операциями технологической схемы была выполнена их экспериментальная проверка при переработке навески ШСБ массой 100 г.

Навеску ШСБ сухой массой 100,0 г (фракция минус 0,5 мм) распульповали в воде при соотношении Т:Ж равное 3, нагрели до температуры от 50 °С до 60 °С и обработали 32 % раствором соляной кислоты до достижения величины рН 0,2-1,0. Расход соляной кислоты составляет около 90 мл. При перемешивании в течение 1 ч происходит полнота нейтрализации оксида натрия, являющегося одним из основных компонентов шлака, цвет осадка изменяется на зеленовато-болотный и происходит его дезинтеграция с

освобождением захваченных металлических частиц сплавов ДМ, которые оседают на дно реакционного сосуда. Далее декантировали верхнюю часть пульпы, а концентрат ДМ выгружали из реактора, сушили и анализировали на содержание золота и серебра. Выход концентрата составил 3,9 % от массы загруженной навески шлака. В нем содержалось 63,4 % золота и 35,1 % серебра от их содержания в лабораторной пробе (0,1326 % Au и 0,0403 % Ag).

Пульпу с $\text{pH}=0,5$ при перемешивании нейтрализовали обработкой 40 % раствором гидроксида натрия (около 50 мл) и отделили выпавшие на дно реакционного стакана металлические частицы методом декантации и отмучивания. После нейтрализации осадок изменил цвет на серо-белый. Выход концентрата ДМ составил 5,1 % от массы навески шлака. Анализ концентрата ДМ показал, что в нем содержится 22,3 % золота и 27,2 % серебра от их содержания в лабораторной пробе.

Операция нейтрализации осветленной части пульпы была введена исключительно для предотвращения коррозии оборудования в случае механизации процесса и применения более эффективного оборудования (центробежный концентратор, концентрационный стол и т.д.) на операции гравитационного обогащения, чем декантация.

Таким образом, сквозное извлечение металлов по всей схеме переработки составило 97,8 % Au и 92,5 % Ag.

Разработанная технология переработки ШСБ имеет все признаки научной новизны и может быть запатентована.

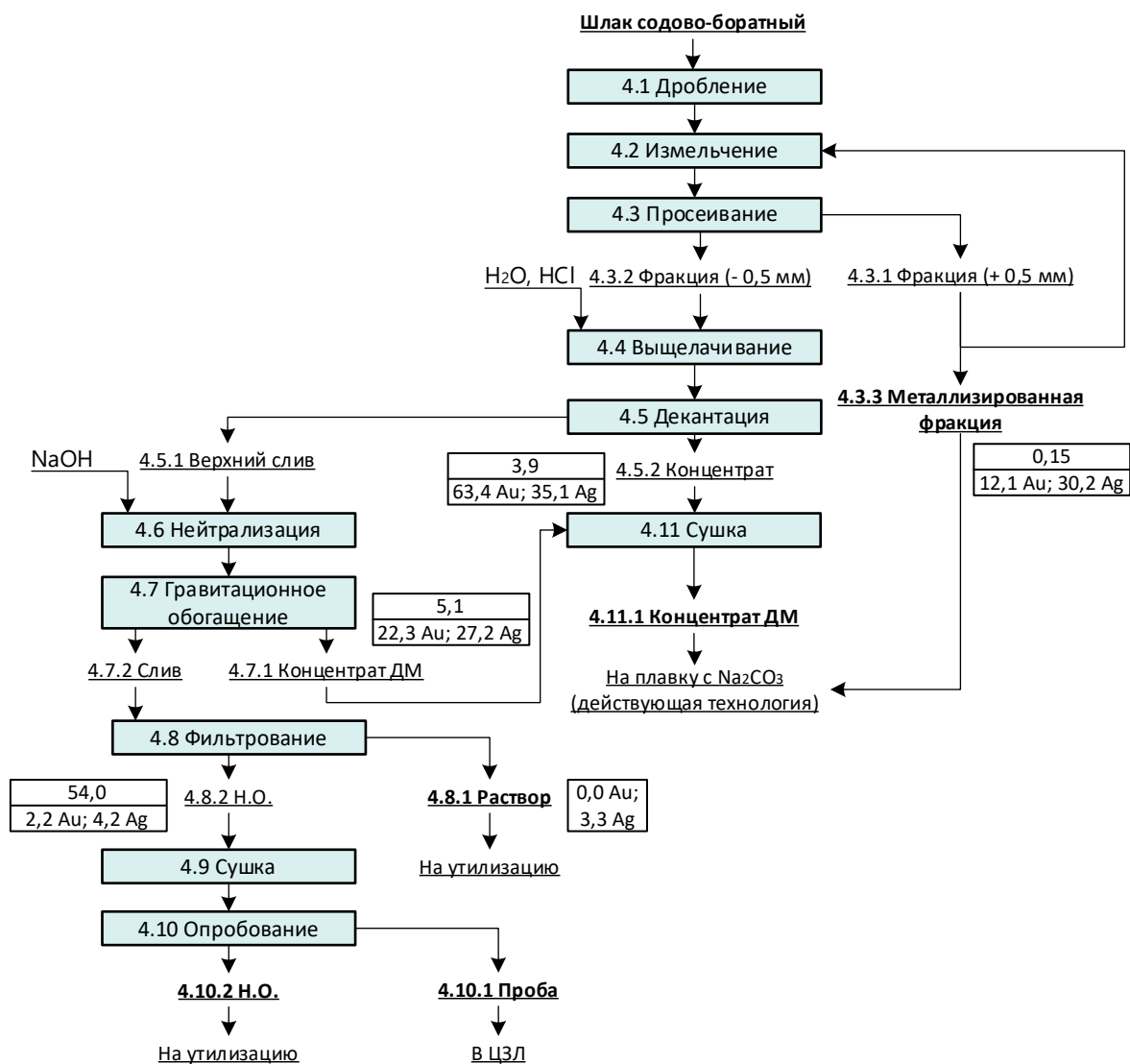


Рисунок 26 - Принципиальная технологическая схема переработки шлака содово-боратного

4. ОПИСАНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ СХЕМЫ ПЕРЕРАБОТКИ ТПО

4.1 Переработка боя тиглей (графит, магнезит)

4.1.1 Бой тиглей графитовых

Принципиальная технологическая схема переработки боя тиглей графитовых представлена на Рисунке 27.

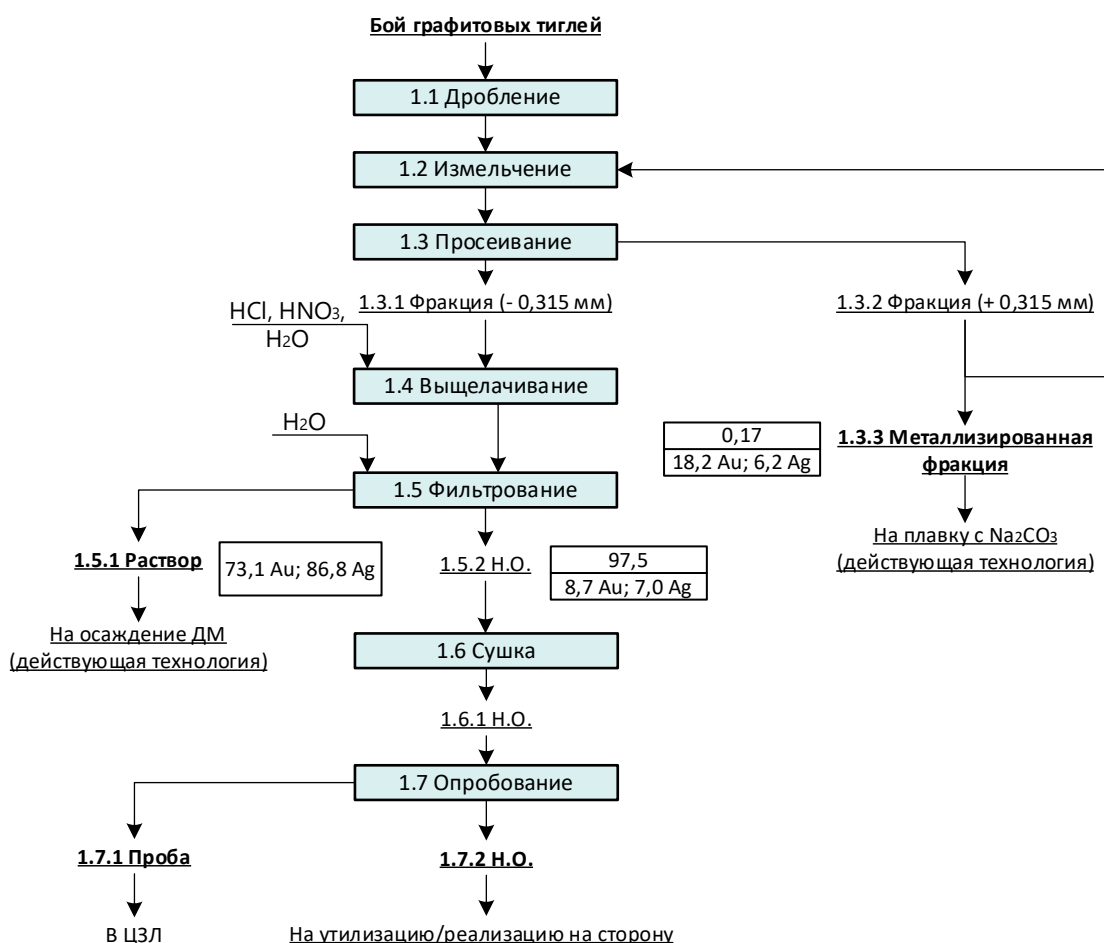


Рисунок 27 - Принципиальная технологическая схема переработки боя тиглей графитовых

4.1.1.1 Измельчение боя тиглей графитовых

Целью операций (1.1 Дробление, 1.2 Измельчение, 1.3 Просеивание) является измельчение боя тиглей графитовых до заданной крупности и отделение металлизированной плюсовой фракции, содержащей ДМ.

На операции поступают следующие ТПО:

- бой тиглей графитовых.

Для проведения операций используют щековую дробилку, шаровую мельницу и вибросито. Все оборудование (либо только вибросито) размещается в отдельном помещении (боксе), оборудованном вытяжной технологической вентиляцией.

Бой тиглей графитовых дробят на щековой дробилке с размером щели 2 мм и измельчают в барабанной мельнице с шаровым, либо стержневым модулем до крупности менее 0,315 мм. Измельченный порошок просеивают на вибросите с размером ячейки 0,315x0,315 мм.

Фракцию (-0,315) мм (промпродукт 1.3.1 Фракция (-0,315 мм)) взвешивают и направляют на выщелачивание (операция 1.4 Выщелачивание).

Фракцию измельченного боя тиглей графитовых (+0,315) мм (промпродукт 1.3.2 Фракция (+0,315 мм)), при наличии в ней металлических частиц (продукт 1.3.3 Металлизированная фракция), направляют на плавку с содой по действующей технологии. При отсутствии металлических частиц, фракцию измельченного боя тиглей графитовых (+0,315) мм возвращают в мельницу для доизмельчения.

4.1.1.2 Выщелачивание измельченного боя тиглей графитовых

Целью операции (операция 1.4 Выщелачивание) является извлечение в раствор золота и серебра.

На операцию направляется измельченный бой тиглей графитовых, фракция (-0,315) мм (промпродукт 1.3.1 Фракция (-0,315 мм)).

Для выполнения операции используют титановый реактор РТ-250 и нутч-фильтр.

В реактор РТ-250 загружают от 50 до 60 кг измельченного боя тиглей графитовых (промпродукт 1.3.1 Фракция (-0,315 мм) и, с помощью мерной емкости, заливают от 150 до 180 л 57 % азотной кислоты технической.

Включают перемешивание и нагрев. В процессе выщелачивания, при взаимодействии серебра и углерода с азотной кислотой происходит выделение

оксидов азота, удаляемых из реактора в технологическую вентиляцию. Для снижения потерь реагентов, газоход из реактора оснащен водоохлаждаемым холодильником. Образующийся в нем конденсат стекает обратно в реактор, а оксиды азота утилизируют в скруббере газоочистной установки по действующей технологии.

Выдерживают пульпу при перемешивании и температуре от 80 °С до 90 °С в течение 1,5 – 2,0 ч, затем из мерной емкости порциями от 3 до 5 л в течение 1,0 - 1,5 ч приливают от 50 до 60 л 35 % технической соляной кислоты. Выдерживают пульпу при перемешивании в течение 1,5 – 2,0 ч, включают охлаждение и охлаждают пульпу до температуры ниже 45 °С. Пульпу выгружают на нутч-фильтр и отфильтровывают осадок (операция 1.5 Фильтрование). Промывают осадок на фильтре водой, объемом от 30 до 40 л.

Фильтрат (продукт 1.5.1 Раствор), совместно с промводами, из-под фильтра перекачивают в накопительную емкость и направляют на осаждение ДМ по действующей технологии.

Осадок (промпродукт 1.5.2 Н.О.) снимают с фильтра в контейнеры и направляют на сушку (операция 1.6 Сушка).

4.1.1.3 Сушка осадка

Целью операции (1.6 Сушка) является удаление влаги из осадка для его последующей утилизации.

Сушку осадка (промпродукт 1.5.2 Н.О.) ведут в сушильном электрошкафу, снабженном вытяжной вентиляцией, при температуре от 200 °С до 250 °С в течение 3 – 5 часов.

Осадок загружают в титановые контейнеры или контейнеры из нержавеющей стали, взвешивают и устанавливают в сушильный шкаф. По окончании сушки контейнеры извлекают из шкафа, охлаждают, взвешивают. Остывший осадок (промпродукт 1.6.1. Н.О.) направляют на опробование (операция 1.7 Опробование).

4.1.1.4 Опробование осадка

Целью операции (1.7 Опробование) является отбор достоверной пробы для последующего анализа.

Отбор и сокращение проб боя тиглей графитовых после извлечения ДМ для анализа (промпродукт 1.7.1 Проба) выполняют по действующим методикам и схемам Заказчика.

По результатам анализа опробованной партии боя тиглей графитовых (продукт 1.7.2 Н.О.) принимают решение и направляют на отгрузку для утилизации или реализации данного промпродукта.

4.1.2 Бой магнезитовых тиглей и капелей

Принципиальная технологическая схема переработки боя магнезитовых тиглей и капелей представлена на Рисунке 28.

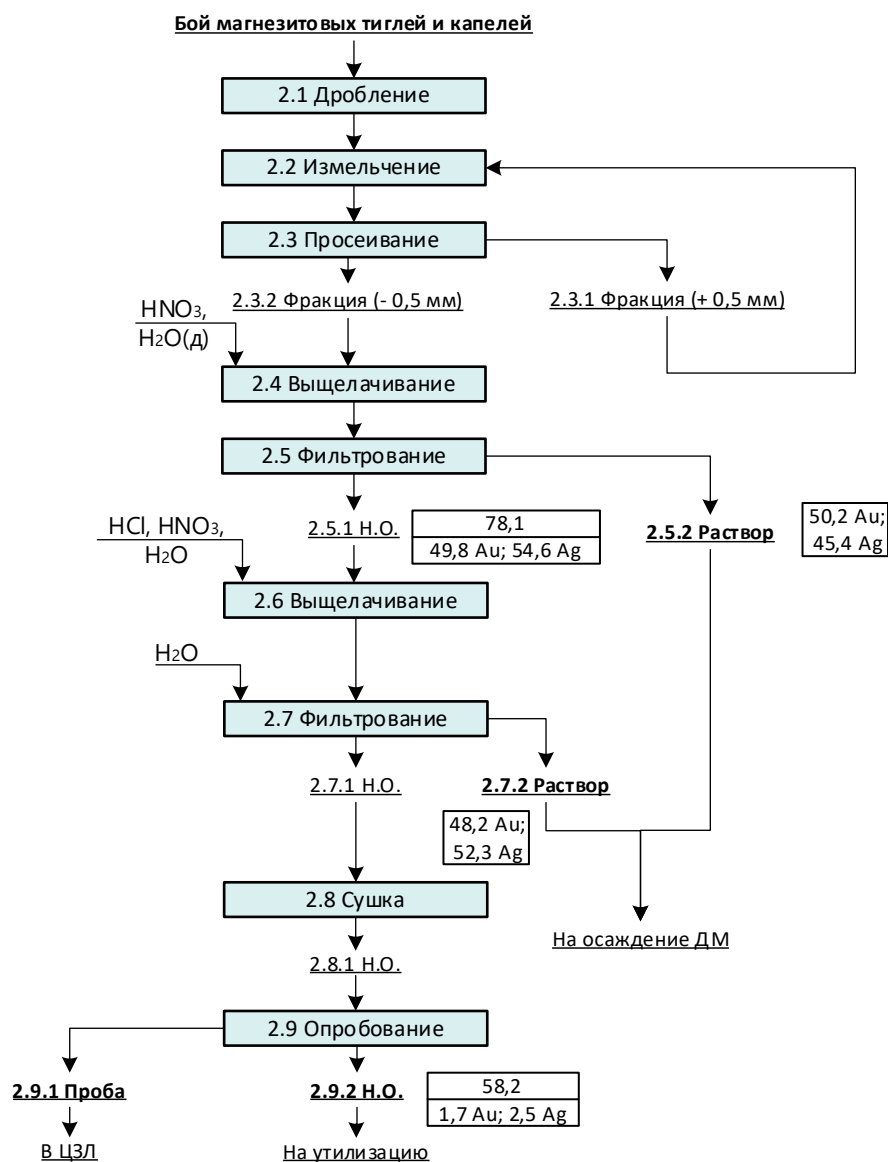


Рисунок 28 - Принципиальная технологическая схема переработки боя магнитовых тиглей и капелей

4.1.2.1 Измельчение боя магнитовых тиглей и капелей

Целью операций дробления (операция 2.1 Дробление, 2.2 Измельчение, 2.3 Просеивание) является измельчение боя магнитовых тиглей и капелей до заданной крупности.

На операцию поступают следующие ТПО:

- бой магнитовых тиглей и капелей.

Для проведения операций используют щековую дробилку, шаровую мельницу и вибросито. Все оборудование (либо только вибросито)

размещается в отдельном помещении (боксе), оборудованном вытяжной технологической вентиляцией.

Бой магнезитовых тиглей и капелей дробят на щековой дробилке с размером щели 2 мм и измельчают в барабанной мельнице с шаровым, либо стержневым модулем до крупности менее 0,5 мм. Измельченный порошок просеивают на вибросите с размером ячейки 0,5x0,5 мм.

Фракцию (-0,5) мм (промпродукт 2.3.2 Фракция (-0,5 мм)) взвешивают и направляют на выщелачивание (операция 2.4 Выщелачивание). Фракцию (+0,5) мм (промпродукт 2.3.1 Фракция (+0,5 мм)) возвращают на доизмельчение (операция 2.2 Измельчение).

4.1.2.2 Выщелачивание измельченного боя магнезитовых тиглей и капелей

Целью операций (2.4 Выщелачивание и 2.6 Выщелачивание) является извлечение в раствор золота и серебра.

На выщелачивание направляется измельченный бой магнезитовых тиглей и капелей, фракция (-0,5) мм (промпродукт 2.3.2 Фракция (-0,5 мм)).

Для выполнения операций используют титановый реактор РТ-250 и нутч-фильтр.

Выщелачивание в растворе 20 % азотной кислоты (операция 2.4 Выщелачивание).

В реактор РТ-250 загружают от 50 до 60 кг измельченного боя магнезитовых тиглей и капелей (промпродукт 2.3.1 Фракция (-0,5 мм), заливают от 120 до 130 л деионизированной воды (контроль по расходомеру) и, с помощью мерной емкости, заливают от 60 до 70 л 57 % азотной кислоты технической.

Включают перемешивание и нагрев. Выдерживают пульпу при перемешивании и температуре от 80 °С до 90 °С в течение 1,5 – 2,0 ч, включают охлаждение и охлаждают пульпу до температуры ниже 45 °С.

Пульпу выгружают на нутч-фильтр и отфильтровывают осадок (операция 2.5 Фильтрование).

Для снижения потерь реагентов, газоход из реактора оснащен водоохлаждаемым холодильником. Образующийся в нем конденсат стекает обратно в реактор, а оксиды азота утилизируют в скруббере газоочистной установки по действующей технологии.

Фильтрат (продукт 2.5.2 Раствор) из-под фильтра перекачивают в накопительную емкость и направляют на осаждение ДМ по действующей технологии.

Выщелачивание Н.О. в царской водке (операция 2.7 Выщелачивание).

Осадок (промпродукт 2.5.1 Н.О.) в количестве от 40 до 45 кг снимают с нутч-фильтра и загружают в реактор РТ-250. В реактор из мерной емкости заливают от 3 до 5 л 57 % азотной кислоты технической, затем из мерной емкости приливают от 130 до 140 л 35 % технической соляной кислоты, включают перемешивание и нагрев. При достижении температуры от 60 °С до 70 °С в пульпу из мерной емкости порциями объемом от 3 до 5 л в течение 1,0 - 1,5 ч приливают от 45 до 55 л 57 % азотной кислоты технической. Для снижения потерь реагентов, газоход из реактора оснащен водоохлаждаемым холодильником. Образующийся в нем конденсат стекает обратно в реактор, а оксиды азота утилизируют в скруббере газоочистной установки по действующей технологии.

Выдерживают пульпу при перемешивании и температуре от 70 °С до 80 °С в течение 2,0 - 3,0 ч, затем включают охлаждение и охлаждают пульпу до температуры ниже 45 °С. Пульпу выгружают на нутч-фильтр и отфильтровывают осадок (операция 2.7 Фильтрование).

Промывают осадок на фильтре водой, объемом от 40 до 45 л.

Фильтрат (продукт 2.7.2 Раствор), совместно с промводами, из-под фильтра перекачивают в накопительную емкость и направляют, совместно с

раствором (продукт 2.5.2 Раствор) на осаждение ДМ по действующей технологии.

Осадок (промпродукт 2.7.1 Н.О.) снимают с фильтра в контейнеры и направляют на сушку (операция 2.8 Сушка).

4.1.2.3 Сушка осадка

Целью операции (2.8 Сушка) является удаление влаги из осадка для его последующей утилизации.

Сушку осадка (промпродукт 2.7.1 Н.О.) ведут в сушильном электрошкафу, снабженном вытяжной вентиляцией, при температуре от 200 °С до 250 °С в течение 3 – 5 часов.

Осадок загружают в титановые контейнеры или контейнеры из нержавеющей стали, взвешивают и устанавливают в сушильный шкаф. По окончании сушки контейнеры извлекают из шкафа, охлаждают, взвешивают. Остывший осадок (промпродукт 2.8.1. Н.О.) направляют на опробование (операция 2.9 Опробование).

4.1.2.4 Опробование осадка

Целью операции (2.9 Опробование) является отбор достоверной пробы для последующего анализа.

Отбор и сокращение проб боя магнезитовых тиглей и капелей после извлечения ДМ для анализа (промпродукт 2.9.1 Проба) выполняют по действующим методикам и схемам Заказчика.

Опробованную партию боя магнезитовых тиглей и капелей (продукт 2.9.2 Н.О.) направляют на отгрузку для утилизации.

4.2 Переработка шлака хлоридного

Принципиальная технологическая схема переработки шлака хлоридного представлена на Рисунке 29.

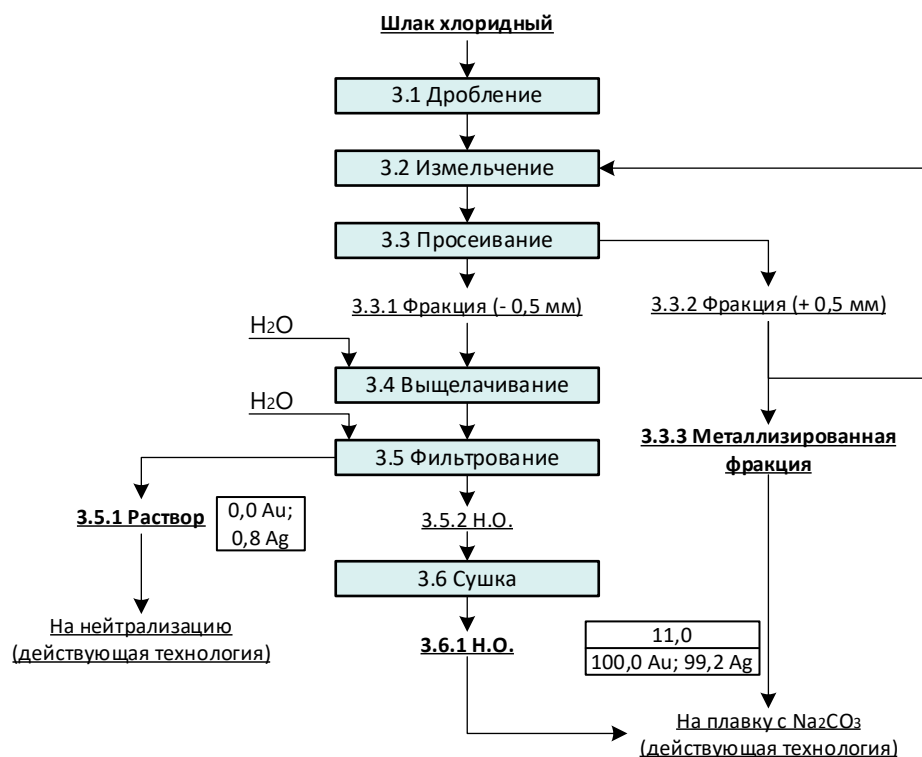


Рисунок 29 - Принципиальная технологическая схема переработки шлака хлоридного

4.2.1 Измельчение шлака хлоридного

Целью операций (3.1 Дробление, 3.2 Измельчение, 3.3 Просеивание) является измельчение шлака хлоридного до заданной крупности и отделение металлизированной плюсовой фракции, содержащей ДМ.

На операцию поступают следующие ТПО:

- шлак хлоридный.

Для проведения операций используют щековую дробилку, шаровую мельницу и вибросито. Оборудование размещается в отдельном помещении (боксе), оборудованном вытяжной технологической вентиляцией.

Шлак хлоридный дробят на щековой дробилке с размером щели 2 мм и измельчают в барабанной мельнице с шаровым, либо стержневым модулем до крупности менее 0,5 мм. Измельченный порошок просеивают на вибросите с размером ячейки 0,5х0,5 мм.

Фракцию (-0,5) мм (промпродукт 3.3.1 Фракция (-0,5 мм)) взвешивают и направляют на выщелачивание (операция 3.4 Выщелачивание). Фракцию измельченного шлака хлоридного (+0,5) мм (промпродукт 3.3.2 Фракция (+0,5 мм)), при наличии в ней металлических частиц (продукт 3.3.3 Металлизированная фракция), направляют на плавку с содой по действующей технологии. При отсутствии металлических частиц, фракцию измельченного шлака хлоридного (+0,5) мм возвращают в мельницу для доизмельчения.

4.2.2 Выщелачивание измельченного шлака хлоридного

Целью операции (3.4 Выщелачивание) является сокращение массы шлака и повышение содержания золота и серебра в полученном нерастворимом остатке.

На операцию направляется измельченный шлак хлоридный, фракция (-0,5) мм (промпродукт 3.3.1 Фракция (-0,5 мм)).

Для выполнения операции используют титановый реактор РТ-250 и нутч-фильтр.

В реактор РТ-250 загружают от 40 до 50 кг измельченного шлака и заливают от 200 до 250 л воды (контроль по расходомеру). Включают перемешивание и нагрев. Выдерживают пульпу при перемешивании и температуре от 70 °С до 80 °С в течение 2 – 3 ч, затем включают охлаждение и выгружают охлажденную до температуры ниже 45 °С пульпу на нутч-фильтр и отфильтровывают осадок (операция 3.5 Фильтрование). Промывают осадок (промпродукт 3.5.2 Н.О.) на фильтре водой, объемом от 10 до 15 л. Фильтрат (продукт 3.5.1 Раствор), совместно с промывками из-под фильтра перекачивают в накопительную емкость и направляют на нейтрализацию по действующей технологии.

Осадок (промпродукт 3.5.2 Н.О.) снимают с фильтра в контейнер и направляют на сушку (операция 3.6 Сушка).

4.2.3 Сушка осадка

Целью операции (3.6 Сушка) является удаление влаги из осадка для его последующей плавки.

Сушку осадка (промпродукт 3.5.2 Н.О.) ведут в сушильном электрошкафу, снабженном вытяжной вентиляцией, при температуре от 200 °С до 250 °С в течение 3 – 5 часов.

Осадок загружают в титановые контейнеры или контейнеры из нержавеющей стали, взвешивают и устанавливают в сушильный шкаф. По окончании сушки контейнеры извлекают из шкафа, охлаждают, взвешивают. Остывший осадок (продукт 3.6.1. Н.О.) направляют на плавку с содой по действующей технологии.

4.3 Переработка шлака содово-боратного

Принципиальная технологическая схема переработки шлака содово-боратного представлена на Рисунке 30.

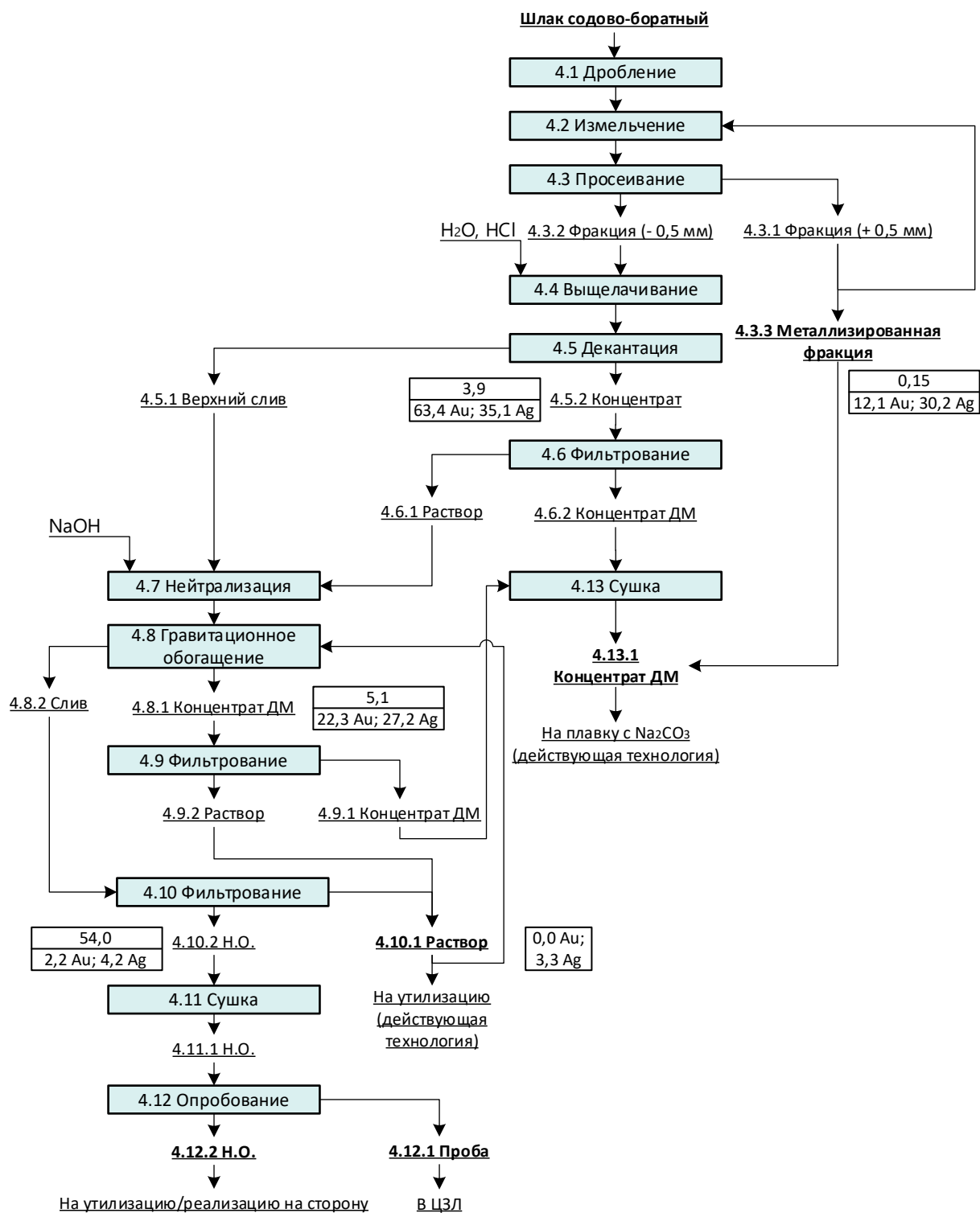


Рисунок 30 - Принципиальная технологическая схема переработки шлака содово-боратного

4.3.1 Измельчение шлака содово-боратного

Целью операций (4.1 Дробление, 4.2 Измельчение, 4.3 Просеивание) является измельчение шлака содово-боратного до заданной крупности и отделение металлизированной плюсовой фракции, содержащей ДМ.

На операцию поступают следующие ТПО:

- шлак содово-боратный.

Для проведения операций используют щековую дробилку, шаровую мельницу и вибросито. Оборудование размещается в отдельном помещении (боксе), оборудованном вытяжной технологической вентиляцией.

Шлак содово-боратный дробят на щековой дробилке с размером щели 2 мм и измельчают в барабанной мельнице с шаровым, либо стержневым модулем до крупности менее 0,5 мм. Измельченный порошок просеивают на вибросите с размером ячейки 0,5х0,5 мм.

Фракцию (-0,5) мм (промпродукт 4.3.2 Фракция (-0,5 мм)) взвешивают и направляют на выщелачивание (операция 4.4 Выщелачивание). Фракцию измельченного шлака содово-боратного (+0,5) мм (промпродукт 4.3.1 Фракция (+0,5 мм)), при наличии в ней металлических частиц (продукт 4.3.3 Металлизированная фракция), направляют на плавку с содой по действующей технологии. При отсутствии металлических частиц, фракцию измельченного шлака содово-боратного (+0,5) мм возвращают в мельницу для доизмельчения.

4.3.2 Выщелачивание измельченного шлака содово-боратного

Целью операции (4.4 Выщелачивание) является сокращение массы шлака, освобождение частиц сплава и повышение содержания золота и серебра в полученном нерастворимом остатке.

На операцию направляется измельченный шлак содово-боратный, фракция (-0,5) мм (промпродукт 4.3.2 Фракция (-0,5 мм)).

Для выполнения операции используют титановый реактор РТ-250 и нутч-фильтр.

В реактор РТ-250 загружают от 60 до 70 кг измельченного шлака и заливают от 180 до 200 л воды (контроль по расходомеру). Включают перемешивание и нагрев. Выдерживают пульпу при перемешивании и температуре от 50 °С до 60 °С в течение 20 – 30 мин, и из мерной емкости порциями объемом от 3 до 5 л заливают от 50 до 70 л 35% технической соляной кислоты до достижения рН пульпы значения 0,2-1,0. Выдерживают пульпу при перемешивании и температуре от 60 °С до 70 °С в течение 1,5 – 2,0 ч, включают охлаждение и охлаждают пульпу до температуры ниже 45 °С. Снижают число оборотов мешалки реактора и, с помощью монтежю декантируют пульпу (промпродукт 4.5.1 Верхний слив, операция 4.5 Декантация) в количестве не менее $\frac{3}{4}$ от ее объема в реакторе.

Затем выгружают пульпу (промпродукт 4.5.2 Концентрат) на нутч-фильтр и отфильтровывают осадок (операция 4.6 Фильтрование). Фильтрат (промпродукт 4.6.1 Раствор) из-под фильтра возвращают в реактор для нейтрализации (операция 4.7 Нейтрализация).

Осадок (промпродукт 4.6.2 Концентрат) снимают с фильтра в контейнер и направляют на сушку (операция 4.13 Сушка).

Пульпу (промпродукт 4.5.1 Верхний слив, операция 4.5 Декантация) из монтежю перекачивают в реактор РТ-250, включают перемешивание и из мерной емкости вводят от 30 до 40 л 44 % раствора гидроксида натрия до достижения рН пульпы значения 7 – 9 (операция 4.7 Нейтрализация).

По достижении величины рН 7 – 9, пульпу из реактора через нижний разгрузочный ventиль направляют на центробежный концентратор (операция 4.8 Гравитационное обогащение).

4.3.3 Гравитационное обогащение

Целью операции (4.8 Гравитационное обогащение) является извлечение золота и серебра в форме металлических частиц в концентрат.

Для выполнения операции используют титановый реактор РТ-250, центробежный гравитационный концентратор с насосом, нутч-фильтры (2 шт.) и емкостное оборудование (пластиковое или из нержавеющей стали).

Центробежный гравитационный концентратор размещают под реактором РТ-250.

Включают центробежный гравитационный концентратор, из емкости насосом в концентратор подают разрыхляющую воду, приоткрывают нижний разгрузочный вентиль реактора РТ-250 и подают пульпу в концентратор. Скорость подачи пульпы составляет от 200 до 250 л/ч. Пульпу подают в течение 3 – 5 мин, затем прекращают подачу и проводят промывку конуса концентратора подачей воды, пульпу промывки направляют на нутч-фильтр для концентрата (промпродукт 4.8.1 Концентрат ДМ) и фильтруют (операция 4.9 Фильтрование). Затем возобновляют подачу пульпы в концентратор. Чередую циклы гравитационного обогащения и промывки, проводят переработку всего объема пульпы. Хвосты гравитационного обогащения (промпродукт 4.8.2 Слив) из концентратора направляют в последовательно, каскадно установленные емкость-отстойник и нутч-фильтр, и фильтруют (операция 4.10 Фильтрование). Осадок из емкости-отстойника по мере накопления периодически выгружают на нутч-фильтр. Перед выгрузкой осадка из емкости-отстойника выполняют декантацию осветленного раствора с помощью монтежу и направляют его на нутч-фильтр. Фильтрат (продукт 4.10.1 Раствор) из-под нутч-фильтра возвращают в емкость для разрыхляющей воды или направляют на нейтрализацию по действующей технологии и далее на утилизацию. Осадок (промпродукт 4.10.2 Н.О.) снимают с нутч-фильтра в контейнеры и направляют на сушку (операция 4.11 Сушка).

Концентрат ДМ (промпродукт 4.9.1 Концентрат ДМ) снимают с нутч-фильтра и совместно с концентратом (промпродукт 4.6.2 Концентрат) направляют на сушку (операция 4.13 Сушка). Фильтрат (промпродукт 4.9.2 Раствор) возвращают в емкость для разрыхляющей воды или направляют на нейтрализацию по действующей технологии и далее на утилизацию.

4.3.4 Сушка осадка

Целью операции (операция 4.11 Сушка) является удаление влаги из осадка для его последующей отгрузки для утилизации или на переработку на специализированные предприятия.

Сушку осадка (промпродукт 4.10.2 Н.О.) ведут в сушильном электрошкафу, снабженном вытяжной вентиляцией, при температуре от 200 °С до 250 °С в течение 3 – 5 часов.

Осадок загружают в титановые контейнеры или контейнеры из нержавеющей стали, взвешивают и устанавливают в сушильный шкаф. По окончании сушки контейнеры извлекают из шкафа, охлаждают, взвешивают. Остывший осадок (промпродукт 4.11.1 Н.О.) направляют на опробование (операция 4.12 Опробование).

4.3.5 Сушка концентратов

Целью операции (4.13 Сушка) является удаление влаги из концентратов для их последующей плавки с содой.

Сушку концентратов (промпродукт 4.9.1 Концентрат ДМ) и промпродукт 4.6.2 Концентрат ДМ) ведут в сушильном электрошкафу, снабженном вытяжной вентиляцией, при температуре от 200 °С до 250 °С в течение 3 – 5 часов.

Концентраты загружают в титановые контейнеры или контейнеры из нержавеющей стали, взвешивают и устанавливают в сушильный шкаф. По окончании сушки контейнеры извлекают из шкафа, охлаждают, взвешивают. Остывший концентрат (продукт 4.13.1 Концентрат ДМ) направляют плавку с содой по действующей технологии.

4.3.6 Опробование осадка

Целью операции (4.12 Опробование) является отбор достоверной пробы для последующего анализа.

Отбор и сокращение проб осадка после гравитационного обогащения и извлечения ДМ для анализа (промпродукт 4.12.1 Проба) выполняют по действующим методикам и схемам Заказчика.

По результатам анализа опробованной партии осадка (продукт 4.12.2 Н.О.) принимают решение и направляют на отгрузку для утилизации или реализации данного промпродукта.

4.4 Переработка выломов цементной обмазки

Принципиальная технологическая схема переработки выломов цементной обмазки представлена на Рисунке 31.

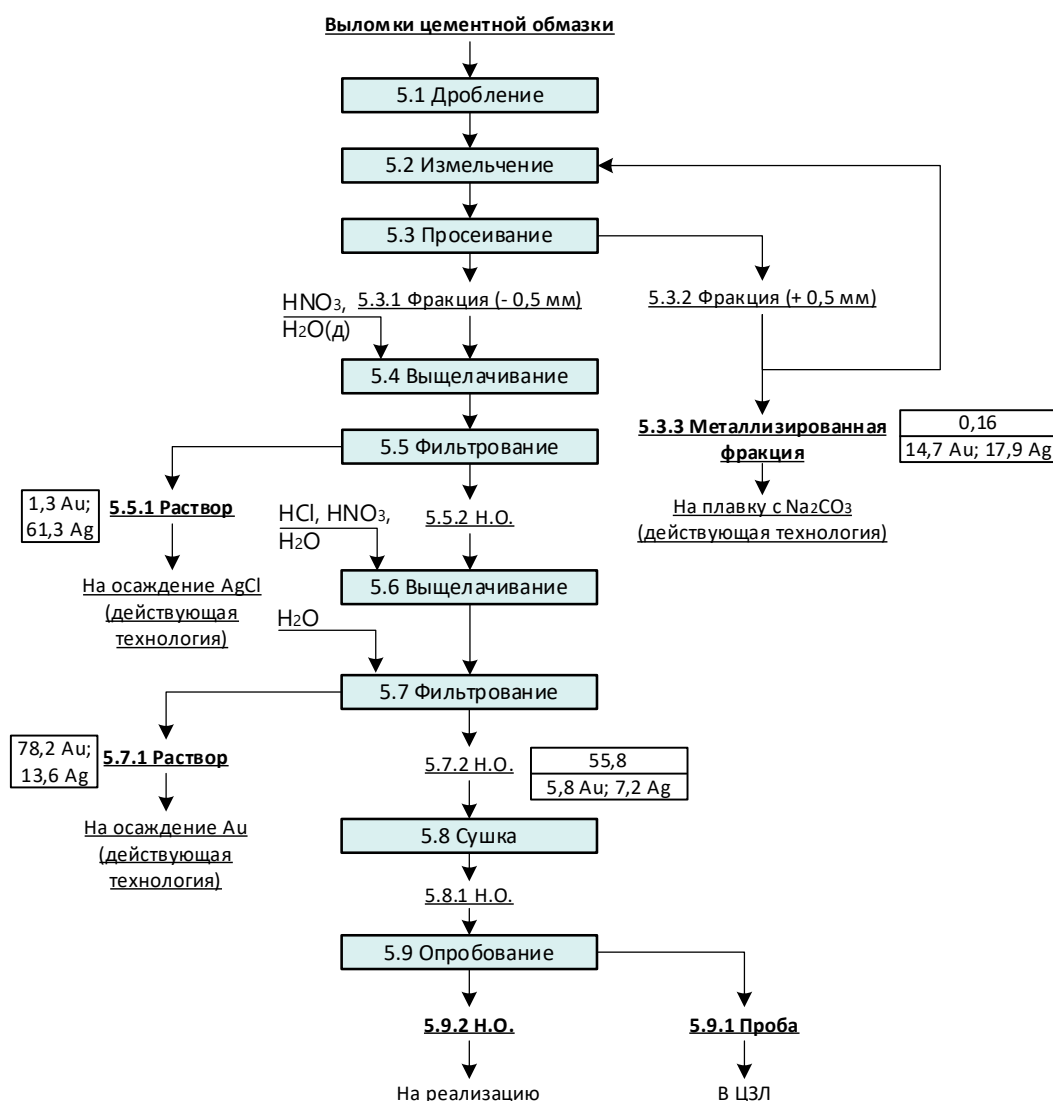


Рисунок 31 - Принципиальная технологическая схема переработки выломов цементной обмазки

4.4.1 Измельчение выломок цементной обмазки

Целью операций (5.1 Дробление, 5.2 Измельчение, 5.3 Просеивание) является измельчение выломок цементной обмазки до заданной крупности и отделение металлизированной плюсовой фракции, содержащей ДМ.

На операцию поступают следующие ТПО:

- выломки цементной обмазки.

Для проведения операций используют щековую дробилку, шаровую мельницу и вибросито. Оборудование размещается в отдельном помещении (боксе), оборудованном вытяжной технологической вентиляцией.

Выломки цементной обмазки дробят на щековой дробилке с размером щели 2 мм и измельчают в барабанной мельнице с шаровым, либо стержневым модулем до крупности менее 0,5 мм. Измельченный порошок просеивают на вибросите с размером ячейки 0,5х0,5 мм.

Фракцию (-0,5) мм (промпродукт 5.3.1 Фракция (-0,5 мм)) взвешивают и направляют на выщелачивание (операция 5.4 Выщелачивание). Фракцию измельченного шлака содово-боратного (+0,5) мм (промпродукт 5.3.2 Фракция (+0,5 мм)), при наличии в ней металлических частиц (продукт 5.3.3 Металлизированная фракция), направляют на плавку с содой по действующей технологии. При отсутствии металлических частиц, фракцию измельченных выломок цементной обмазки (+0,5) мм возвращают в мельницу для доизмельчения.

4.4.2 Выщелачивание в растворе азотной кислоты

Целью операции (5.4 Выщелачивание) является извлечение в раствор серебра.

На операцию направляется измельченные выломки цементной обмазки, фракция (-0,5) мм (промпродукт 5.3.1 Фракция (-0,5 мм)).

Для выполнения операции используют титановый реактор РТ-250 и нутч-фильтр.

В реактор РТ-250 загружают от 50 до 60 кг измельченных выломов цементной обмазки (промпродукт 5.3.1 Фракция (-0,5) мм), с помощью мерной емкости заливают от 150 до 180 л 57 % азотной кислоты технической.

Включают перемешивание и нагрев. Выдерживают пульпу при перемешивании и температуре от 80 °С до 90 °С в течение 1,5 – 2,0 ч, включают охлаждение и охлаждают пульпу до температуры ниже 45 °С. пульпу выгружают на нутч-фильтр и отфильтровывают осадок (операция 5.5 Фильтрование). Возможно отстаивание пульпы в реакторе в течение 3 – 5 ч и декантация осветленного раствора с помощью монтежу.

Для снижения потерь реагентов, газоход из реактора оснащен водоохлаждаемым холодильником. Образующийся в нем конденсат стекает обратно в реактор, а оксиды азота утилизируют в скруббере газоочистной установки по действующей технологии.

Фильтрат (продукт 5.5.1 Раствор) из-под фильтра перекачивают в накопительную емкость и направляют на осаждение хлорида серебра по действующей технологии.

Нерастворимый остаток (промпродукт 5.5.2 Н.О.) снимают с фильтра и направляют на выщелачивание в смеси азотной и соляной кислот (операция 5.6 Выщелачивание).

4.4.3 Выщелачивание осадка в смеси азотной и соляной кислот

Целью операции (5.6 Выщелачивание) является извлечение в раствор золота и серебра.

На операцию направляется нерастворимый остаток после выщелачивания измельченных выломов цементной обмазки в азотной кислоте (промпродукт 5.5.2 Н.О.).

Для выполнения операции используют титановый реактор РТ-250 и нутч-фильтр.

В реактор РТ-250 загружают от 50 до 60 кг нерастворимого остатка после выщелачивания выломов цементной обмазки в азотной кислоте

(промпродукт 5.5.2 Н.О.) и, с помощью мерной емкости, заливают от 150 до 180 л 57 % азотной кислоты технической.

Включают перемешивание и нагрев. Выделяющиеся газа удаляются из реактора в технологическую вентиляцию. Для снижения потерь реагентов, газоход из реактора оснащен водоохлаждаемым холодильником. Образующийся в нем конденсат стекает обратно в реактор, а оксиды азота утилизируют в скруббере газоочистной установки по действующей технологии.

Выдерживают пульпу при перемешивании и температуре от 80 °С до 90 °С в течение 1,5 – 2,0 ч, затем из мерной емкости порциями объемом от 3 до 5 л в течение 1,0 - 1,5 ч приливают от 50 до 60 л 35 % технической соляной кислоты. Выдерживают пульпу при перемешивании в течение 1,5 – 2,0 ч, включают охлаждение и охлаждают пульпу до температуры ниже 45 °С. Пульпу выгружают на нутч-фильтр и отфильтровывают осадок (операция 5.7 Фильтрование). Промывают нерастворимый осадок на фильтре водой, объемом от 40 до 50 л.

Фильтрат (продукт 5.7.1 Раствор), совместно с промводами, из-под фильтра перекачивают в накопительную емкость и направляют на осаждение золота по действующей технологии.

Осадок (промпродукт 5.7.2 Н.О.) снимают с фильтра в контейнеры и направляют на сушку (операция 5.8 Сушка).

4.4.4 Сушка осадка

Целью операции (5.8 Сушка) является удаление влаги из осадка для его последующей отгрузки на специализированные предприятия.

Сушку осадка (промпродукт 5.7.2 Н.О.) ведут в сушильном электрошкафу, снабженном вытяжной вентиляцией, при температуре от 200 °С до 250 °С в течение 3 – 5 ч.

Осадок загружают в титановые контейнеры или контейнеры из нержавеющей стали, взвешивают и устанавливают в сушильный шкаф. По

окончании сушки контейнеры извлекают из шкафа, охлаждают, взвешивают. Остывший осадок (промпродукт 5.8.1 Н.О.) направляют на опробование (операция 5.9 Опробование).

4.4.5 Опробование осадка

Целью операции (5.9 Опробование) является отбор достоверной пробы для последующего анализа.

Отбор и сокращение проб осадка после извлечения ДМ для анализа (промпродукт 5.9.1 Проба) выполняют по действующим методикам и схемам Заказчика.

Опробованную партию осадка (продукт 5.9.2 Н.О.) направляют на отгрузку для переработки на специализированных предприятиях.

5. СВОДНЫЙ МАТЕРИАЛЬНЫЙ БАЛАНС ТЕХНОЛОГИИ ПЕРЕРАБОТКИ ТПО

Материальный баланс технологии переработки ТПО представлен в Таблицах 29 - 35.

В Таблице 29 представлен материальный баланс технологии переработки боя графитовых тиглей по следующим компонентам: Au, Ag.

Таблица 29 - Материальный баланс технологии переработки боя графитовых тиглей

Номер продукта	Наименование	Лиг. масса, кг	Влажность, % / Плотность, кг/дм ³	Содержание, %		Содержание, г		
				Au	Ag	Au	Ag	H ₂ O
	Приход							
	Бой графитовых тиглей	1300	0	0,044	0,028	572	364	
	Азотная кислота 57 %	3948,75						
	Вода	758,98						
	Соляная кислота 35 %	1135,88						
	Итого	7143,61				572	364	0
	Расход							
1.3.3	Металлизированная фракция	2,21		4,71041	1,02127	104,1	22,57	
1.5.1	Раствор	4915,16	1,25	0,00851	0,0064	418,13	315,95	
1.7.2	Н.О.	1134,07	0,5	0,00441	0,00226	49,77	25,48	5670,35
1.4.2	ПГС	815,74						
1.6.2	ПГС	276,43						
	Итого	7143,61				572	364	5670,35
Извлечение драгоценных металлов в металлизированную фракцию (продукт 1.3.3), %						18,2	6,2	
Извлечение драгоценных металлов в раствор (продукт 1.5.1), %						73,1	86,8	
Итого извлечение драгоценных металлов в целевые продукты, %						91,3	93,0	
Извлечение драгоценных металлов в Н.О. (продукт 1.7.2), %						8,7	7,0	
Итого извлечение драгоценных металлов в продукты на утилизацию, %						8,7	7,0	

В Таблице 30 представлен материальный баланс технологии переработки боя магнезитовый тиглей и капелей по следующим компонентам: Au, Ag.

Таблица 30 - Материальный баланс технологии переработки боя магнезитовый тиглей и капелей

Номер продукта	Наименование	Лиг. масса, кг	Влажность, % / Плотность, кг/дм ³	Содержание, %		Содержание, г		
				Au	Ag	Au	Ag	H ₂ O
	Приход							
	Бой магнезитовый тиглей и капелей	2500	1	0,00058	0,0108	14	267	
	Азотная кислота 57 %	6229,06						
	Вода (деионизированная)	7376,89						
	Вода (ПХВ)	2178,14						
	Соляная кислота 35 %	8529,99						
	Итого	26814,08				14	267	0
	Расход							
2.5.2	Раствор	10450	1,1	0,0001	0,0012	7,03	121,22	
2.7.2	Раствор	14432,12	1,17	0,00005	0,001	6,75	139,64	
2.9.2	Н.О.	1462,312	0,5	0,00002	0,00042	0,22	6,14	7311,56
2.4.2	ПГС	52,7						
2.6.3	ПГС	60,51						
2.8.2	ПГС	356,44						
	Итого	26814,08				14	267	7311,56
Извлечение драгоценных металлов в раствор (продукт 2.5.2), %						50,2	45,4	

Номер продукта	Наименование	Лиг. масса, кг	Влажность, % / Плотность, кг/дм ³	Содержание, %		Содержание, г		
				Au	Ag	Au	Ag	H ₂ O
	Извлечение драгоценных металлов в раствор (продукт 2.7.2), %					48,2	52,3	
	Итого извлечение драгоценных металлов в целевые продукты, %					98,4	97,7	
	Извлечение драгоценных металлов в Н.О. (продукт 2.9.2), %					1,7	2,5	
	Итого извлечение драгоценных металлов в продукты на утилизацию, %					1,7	2,5	

В Таблице 31 представлен материальный баланс технологии переработки шлака хлоридного по следующим компонентам: Au, Ag.

Таблица 31 - Материальный баланс технологии переработки шлака хлоридного

Номер продукта	Наименование	Лиг. масса, кг	Влажность, % / Плотность, кг/дм ³	Содержание, %		Содержание, г		
				Au	Ag	Au	Ag	H ₂ O
	Приход							
	Шлак хлоридный	1400	0	0,0012	0,072	17	1008	
	Вода (ПХВ)	8690,58						
	Итого	10090,58				17	1008	0
	Расход							
3.5.1	Раствор	9885,25	1,1	0	0,0001	0	8,06	
3.6.1/3.3.3	Н.О./Металлизированная фракция	154,77	0,5	0,01104	0,64933	17	999,94	773,85
3.6.2	ПГС	50,56						
	Итого	10090,58				17	1008	773,85

Номер продукта	Наименование	Лиг. масса, кг	Влажность, % / Плотность, кг/дм³	Содержание, %		Содержание, г		
				Au	Ag	Au	Ag	H₂O
Извлечение драгоценных металлов в Н.О. (продукты 3.6.1 и 3.3.3), %						100	99,2	
Итого извлечение драгоценных металлов в целевые продукты, %						100	99,2	
Извлечение драгоценных металлов в раствор (продукт 3.5.1), %						0	0,8	
Итого извлечение драгоценных металлов в продукты на утилизацию, %						0	0,8	

В Таблице 32 представлен материальный баланс технологии переработки шлака содово-боратного по следующим компонентам: Au, Ag.

Таблица 32 - Материальный баланс технологии переработки шлака содово-боратного

Номер продукта	Наименование	Лиг. масса, кг	Влажность, % / Плотность, кг/дм ³	Содержание, %		Содержание, г		
				Au	Ag	Au	Ag	H ₂ O
	Приход							
	Шлак содово-боратный	1600	0	0,122	0,029	1952	464	
	Вода (ПХВ)	4783,21						
	Соляная кислота 35 %	1675,08						
	Раствор NaOH 44 %	1578,72						
	Итого	9637,01				1952	464	0
	Расход							
4.3.3	Металлизированная фракция	2,4		9,84125	5,83875	236,19	140,13	
4.10.1	Раствор	8374,61	1,105	0	0,0002	0	15,31	
4.13.1	Концентрат ДМ	144,72	0,5	1,1631	0,20075	1674,82	289,07	723,6
4.12.2	Н.О.	868,34	0,5	0,00474	0,00226	40,99	19,49	4341,7

Номер продукта	Наименование	Лиг. масса, кг	Влажность, % / Плотность, кг/дм ³	Содержание, %		Содержание, г		
				Au	Ag	Au	Ag	H ₂ O
4.11.2	ПГС	211,66						
4.13.2	ПГС	35,28						
	Итого	9637,01				1952	464	5065,3
Извлечение драгоценных металлов в металлизированную фракцию (продукт 4.3.3), %						12,1	30,2	
Извлечение драгоценных металлов в концентрат (продукт 4.13.1), %						85,7	62,3	
Итого извлечение драгоценных металлов в целевые продукты, %						97,8	92,5	
Извлечение драгоценных металлов в раствор (продукт 4.10.1), %						0	3,3	
Извлечение драгоценных металлов в Н.О. (продукт 4.12.2), %						2,2	4,2	
Итого извлечение драгоценных металлов в продукты на утилизацию, %						2,2	7,5	

В Таблице 33 представлен материальный баланс технологии переработки выломов цементной обмазки по следующим компонентам: Au, Ag.

Таблица 33 - Материальный баланс технологии переработки выломов цементной обмазки

Номер продукта	Наименование	Лиг. масса, кг	Влажность, % / Плотность, кг/дм ³	Содержание, %		Содержание, г		
				Au	Ag	Au	Ag	H ₂ O
	Приход							
	Выломки цементной обмазки	360	0	0,212	0,28	763	1008	
	Азотная кислота 57 %	1783,62						
	Вода (ПХВ)	300,72						
	Соляная кислота 35 %	842,99						
	Итого	3287,33				763	1008	0

Номер продукта	Наименование	Лиг. масса, кг	Влажность, % / Плотность, кг/дм³	Содержание, %		Содержание, г		
				Au	Ag	Au	Ag	H₂O
	Расход							
5.3.3	Металлизированная фракция	0,58		19,33793	31,10862	112,16	180,43	
5.5.1	Раствор	1541,91	1,3	0,00064	0,0401	9,92	617,9	
5.7.1	Раствор	1063,06	1,25	0,05613	0,0129	596,67	137,09	
5.9.2	Н.О.	201,89	0,5	0,02203	0,03613	44,25	72,58	1009,45
5.4.2	ПГС	264,69						
5.6.2	ПГС	149,25						
5.8.2	ПГС	65,95						
	Итого	3287,33				763	1008	1009,45
Извлечение драгоценных металлов в металлизированную фракцию (продукт 5.3.3), %						14,7	17,9	
Извлечение драгоценных металлов в раствор (продукт 5.5.1), %						1,3	61,3	
Извлечение драгоценных металлов в раствор (продукт 5.7.1), %						78,2	13,6	
Итого извлечение драгоценных металлов в целевые продукты, %						94,2	92,8	
Извлечение драгоценных металлов в Н.О. (продукт 5.9.2), %						5,8	7,2	
Итого извлечение драгоценных металлов в продукты на утилизацию, %						5,8	7,2	

В Таблице 34 представлен баланс металлов для технологии переработки ТПО.

Таблица 34 - Баланс металлов для технологии переработки ТПО

Номер продукта	Наименование	Лиг. масса, кг	Влажность, % / Плотность, кг/дм ³	Содержание, %		Содержание, г		
				Au	Ag	Au	Ag	H ₂ O
	Приход							
	Шлак хлоридный (ШХ)	1400	0	0,0012	0,072	17,00	1008,00	
	Шлак содово-боратный (ШСБ)	1600	0	0,122	0,029	1952,00	464,00	
	Выломки цементной обмазки (ВЦО)	360	0	0,212	0,28	763,00	1008,00	
	Бой тиглей графитовых (БТГ)	1300	0	0,044	0,028	572,00	364,00	
	Бой магнезитовых тиглей и капель (БТШ)	2500	1	0,00058	0,0108	14,00	267,00	25000
	Всего	7160				3318,00	3111	25000
	Расход							
2.5.2	Раствор	10450	1,1	0,0001	0,0012	7,03	121,22	
2.7.2	Раствор	14432,12	1,17	0,00005	0,001	6,75	139,64	
1.5.1	Раствор	4915,16	1,25	0,00851	0,0064	418,13	315,95	
5.5.1	Раствор	1541,91	1,3	0,00064	0,0401	9,92	617,9	
5.7.1	Раствор	1063,06	1,25	0,05613	0,0129	596,67	137,09	
1.3.3	Металлизированная фракция	2,21	0	4,71041	1,02127	104,1	22,57	
5.3.3	Металлизированная фракция	0,58	0	19,33793	31,10862	112,16	180,43	
3.6.1./ 3.3.3	Н.О.	154,77	0,5	0,01104	0,64933	17	999,94	773,85
4.3.3	Металлизированная фракция	2,4	0	9,84125	5,83875	236,19	140,13	
4.13.1	Концентрат ДМ	144,72	0,5	1,1631	0,20075	1674,82	289,07	723,6
	Итого на извлечение ДМ	32706,93				3182,77	2963,94	1497,45
1.7.2	Н.О.	1134,07	0,5	0,00441	0,00226	49,77	25,48	5670,35

Номер продукта	Наименование	Лиг. масса, кг	Влажность, % / Плотность, кг/дм ³	Содержание, %		Содержание, г		
				Au	Ag	Au	Ag	H ₂ O
5.9.2	Н.О.	201,89	0,5	0,02203	0,03613	44,25	72,58	1009,45
4.12.2	Н.О.	868,34	0,5	0,00474	0,00226	40,99	19,49	4,34
	Итого на реализацию/ переработка в сторонней организации	2204,3				135,01	117,55	6684,14
2.9.2	Н.О.	1462,312	0,5	0,00002	0,00042	0,22	6,14	7311,56
3.5.1	Раствор	9885,25	1,1	0	0,0001	0	8,06	
4.10.1	Раствор	8374,61	1,105	0	0,0002	0	15,31	
	Итого технологические потери	19722,172				0,22	29,51	7311,56
	Всего	109266,804				3318,00	3111	15493,15
	Извлечение в продукты внутренней переработки, %					95,92	95,27	
	Извлечение в продукты для реализации или сторонней переработки, %					4,07	3,78	
	Технологические потери, %					0,01	0,95	

В Таблице 35 представлен сводный материальный баланс технологии переработки ТПО по следующим компонентам: Au, Ag.

Таблица 35 - Сводный материальный баланс технологии переработки ТПО

Номер продукта	Наименование	Лиг. масса, кг	Влажность, % / Плотность, кг/дм ³	Содержание, %		Содержание, г		
				Au	Ag	Au	Ag	H ₂ O
	Приход							
	Шлак хлоридный (ШХ)	1400	0	0,0012	0,072	17,00	1008,00	
	Шлак содово-боратный (ШСБ)	1600	0	0,122	0,029	1952,00	464,00	
	Выломки цементной обмазки (ВЦО)	360	0	0,212	0,28	763,00	1008,00	
	Бой тиглей графитовых (БТГ)	1300	0	0,044	0,028	572,00	364,00	
	Бой магнезитовых тиглей и капелей (БТШ)	2500	1	0,00058	0,0108	14,00	267,00	25000
	Итого сырья	7160				3318,00	3111,00	25000
	Азотная кислота 57 %	11961,43						
	Вода (ПХВ)	16711,63						
	Вода (деионизированная)	7376,89						
	Соляная кислота 35 %	12183,94						
	раствор NaOH (44 %)	1578,72						
	Итого реагентов	49812,61						
	Всего	56972,61				3318	3111	25000
	Расход							
2.5.2	Раствор	10450	1,1	0,0001	0,0012	7,03	121,22	
2.7.2	Раствор	14432,12	1,17	0,00005	0,001	6,75	139,64	
1.5.1	Раствор	4915,16	1,25	0,00851	0,0064	418,13	315,95	
5.5.1	Раствор	1541,91	1,3	0,00064	0,0401	9,92	617,9	
5.7.1	Раствор	1063,06	1,25	0,05613	0,0129	596,67	137,09	
1.3.3	Металлизированная фракция	2,21	0	4,71041	1,02127	104,1	22,57	
5.3.3	Металлизированная фракция	0,58	0	19,33793	31,10862	112,16	180,43	
3.6.1./3.3.3	Н.О.	154,77	0,5	0,01104	0,64933	17	999,94	773,85

Номер продукта	Наименование	Лиг. масса, кг	Влажность, % / Плотность, кг/дм ³	Содержание, %		Содержание, г		
				Au	Ag	Au	Ag	H ₂ O
4.3.3	Металлизированная фракция	2,4	0	9,84125	5,83875	236,19	140,13	
4.13.1	Концентрат ДМ	144,72	0,5	1,1631	0,20075	1674,82	289,07	723,6
	Итого на извлечение ДМ	32706,93				3182,77	2963,94	
1.7.2	Н.О.	1134,07	0,5	0,00441	0,00226	49,77	25,48	5670,35
5.9.2	Н.О.	201,89	0,5	0,02203	0,03613	44,25	72,58	1009,45
4.12.2	Н.О.	868,34	0,5	0,00474	0,00226	40,99	19,49	4341,7
	Итого на реализацию/ переработка в сторонней организации	2204,3				135,01	117,55	11021,5
2.9.2	Н.О.	1462,312	0,5	0,00002	0,00042	0,22	6,14	7311,56
3.5.1	Раствор	9885,25	1,1	0	0,0001	0	8,06	
4.10.1	Раствор	8374,61	1,105	0	0,0002	0	15,31	
	Итого технологические потери	19722,172				0,22	29,51	7311,56
	Окислы азота	1223,72						
	Углекислый газ	119,17						
	Влага	996,32						
	Итого газы	2339,21						
	Всего	56972,61				3318	3111	18333,06

В лабораторных условиях получены следующие показатели переработки ТПО (Таблица 36).

Таблица 36 - Показатели переработки ТПО

Наименование продукта переработки	Извлечение, % от исходного содержания в ТПО		Выход твёрдого продукта переработки ТПО, % массы от исходного ТПО
	Au	Ag	
1. Бой графитовых тиглей			
1.3.3. Металлизированная фракция	18,2	6,2	0,17
1.5.1. Раствор	73,1	86,8	-
Итого целевые продукты	91,3	93,0	
1.7.2 Н.О. (на утилизацию, потери)	8,7	7,0	97,5
2. Бой магнетитовых тиглей и капелей			
2.5.2. Раствор	50,2	45,4	-
2.7.2. Раствор	48,2	52,3	-
Итого целевые продукты	98,4	97,7	
2.9.2 Н.О. (на утилизацию, потери)	1,7	2,5	58,2
3. Шлак хлоридный			
3.5.2. Н.О. водного выщелачивания	100,0	99,2	11,0
Итого целевые продукты	100,0	99,2	11,0
3.5.1. Раствор (на утилизацию, потери)	0,0	0,8	-
4. Шлак содово-боратный			
4.3.3. Металлизированная фракция	12,1	30,2	0,15
4.5.2. Концентрат	63,4	35,1	3,9
4.8.1. Концентрат	22,3	27,2	5,1
Итого целевые продукты	97,8	92,5	
4.12.2 Н.О. (на утилизацию, потери)	2,2	4,2	54,0
4.10.1. Раствор (на утилизацию, потери)	0,0	3,3	-
5. Выломки цементной обмазки			
5.3.3. Металлизированная фракция	14,7	17,9	0,16
5.5.1. Раствор	1,3	61,3	-
5.7.1. Раствор	78,2	13,6	-
Итого целевые продукты	94,2	92,8	
5.9.2 Н.О. (на утилизацию или реализацию, потери)	5,8	7,2	55,8

6. ХАРАКТЕРИСТИКА И РАСХОД РЕАГЕНТОВ И ОСНОВНЫХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

Краткая характеристика используемых реагентов и материалов, включая требования безопасности и взрыво- и пожароопасные свойства реагентов, а также представлены в Таблицах 37 и 38.

Валовые и удельные расходы реагентов по отдельным технологическим операциям приведены в Таблицах 39 - 44.

Таблица 37 - Краткая характеристика используемых реагентов

№ п/п	Наименование реагента, материала, массовая доля основного вещества, химическая формула	Номер стандарта, марка	Требования безопасности, взрыво- и пожароопасные свойства
1	Кислота соляная синтетическая техническая, массовая доля хлористого водорода, не менее 35 %, (HCl)	ГОСТ 857-95, марка А	Техническая синтетическая соляная кислота - едкая жидкость, стабильная в химическом отношении. На воздухе «дымит» в результате выделения хлористого водорода и притяжения им влаги воздуха с образованием кислотного тумана. Металлы, расположенные в ряду напряжений левее водорода (Al, Zn, Fe, Co, Ni, Pb и др.), вытесняют его из соляной кислоты, что может привести к образованию взрывоопасных водородовоздушных смесей. Меры безопасности - исключение контакта соляной кислоты с этими металлами за счет антикоррозионных покрытий, продувки азотом и проверки газовой фазы из оборудования и трубопроводов на взрываемость перед проведением огневых работ. Согласно ГОСТ 12.1.044 продукт относится к негорючим веществам. Туман соляной кислоты раздражает верхние дыхательные пути и слизистые оболочки глаз. При попадании на кожу - вызывает ожоги. Согласно ГОСТ 12.1.005 ПДК паров соляной кислоты в воздухе рабочей

№ п/п	Наименование реагента, материала, массовая доля основного вещества, химическая формула	Номер стандарта, марка	Требования безопасности, взрыво- и пожароопасные свойства
			зоны – 5 мг/м³, класс опасности - 2 (вещества высокоопасные); ПДК хлора в воздухе рабочей зоны – 1 мг/м³, класс опасности - 2 (вещества высокоопасные). Хлор и соляная кислота обладают остронаправленным механизмом действия. При работе с ними необходима специальная защита кожи и глаз. В случае разлива соляную кислоту смывают с поверхностей пола и оборудования большим количеством воды или щелочного раствора. Кислые сточные воды перед поступлением в систему общезаводской канализации должны нейтрализоваться на локальных очистных установках. Тушение пожара производится с помощью распыленной воды и воздушно-механической пены.
2	Кислота азотная неконцентрированная, массовая доля азотной кислоты, не менее 57 %, (HNO₃)	ГОСТ Р 53789-2010, сорт высший	Азотная кислота токсична, сильный окислитель. Неконцентрированная азотная кислота - негорючая пожароопасная жидкость по ГОСТ 12.1.044, является окислителем и при контакте со многими горючими материалами вызывает их самовозгорание. Не допускается совместное хранение и транспортирование азотной кислоты с органическими веществами, легковоспламеняющимися и горючими веществами, неорганическими веществами, имеющими окислительные свойства. Средствами тушения очага воспламенения являются: азот, диоксид углерода, сухой песок, огнетушитель типа ОП, распыленная вода. ПДК в воздухе рабочей зоны – 2 мг/м³ (в пересчете на диоксид азота). Класс опасности 3 в соответствии с ГОСТ 12.1.005. Неконцентрированная азотная кислота дымит на воздухе, выделяя оксиды азота, которые с влагой воздуха

№ п/п	Наименование реагента, материала, массовая доля основного вещества, химическая формула	Номер стандарта, марка	Требования безопасности, взрыво- и пожароопасные свойства
			образуют туман. Пары азотной кислоты в 2,2 раза тяжелее воздуха.
3	Натр едкий технический, массовая доля гидроксида натрия, не менее 44 %, (NaOH)	ГОСТ Р 55064-2012, марка РД, первый сорт	Едкий натр - негорючее, пожаробезопасное, едкое вещество без запаха. Обладает резко выраженным раздражающим действием. При попадании на кожу вызывает химические ожоги, а при длительном воздействии может вызвать язвы и экзему. Сильно действует на слизистые оболочки. Попадание едкого натра в глаза представляет опасность. При проглатывании возможны тяжелые ожоги ротовой полости, гортани, пищевода и желудка по информационной карте. ПДК едкого натра в воздухе рабочей зоны - 0,5 мг/м³ (едкие щелочи/растворы в пересчете на гидроксид натрия), 2 класс опасности в соответствии с гигиеническими нормативами. Производственные помещения должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021 и санитарными правилами. Производственный персонал должен быть обеспечен спецодеждой и средствами защиты в соответствии с ГОСТ 12.4.011, типовыми отраслевыми нормами (костюмами для защиты от кислот и щелочей, кислотощелочестойкими резиновыми сапогами, резиновыми перчатками, защитными очками, фильтрующими промышленными противогазами). При разливе продукта место разлива следует засыпать песком, загрязненный песок собрать в тару и отправить на захоронение в соответствии с санитарными правилами и нормами, а место разлива обильно полить большим количеством воды. При рассыпании твердого продукта - собрать его совком, а место рассыпания

№ п/п	Наименование реагента, материала, массовая доля основного вещества, химическая формула	Номер стандарта, марка	Требования безопасности, взрыво- и пожароопасные свойства
			обильно обмыть большим количеством воды.
4	Вода деионизированная (H ₂ O)	ГОСТ Р 58144-2018, ОСТ 11.029.003-80	Нетоксична, пожаровзрывобезопасна. Воду хранят в герметически закрытых полиэтиленовых и фторопластовых бутылках или другой таре, обеспечивающей стабильное качество воды.
5	Вода хозяйственно-бытового назначения (H ₂ O)	ГОСТ Р 51232-98	Нетоксична, пожаровзрывобезопасна. Качество воды должно соответствовать требованиям действующих санитарных правил и норм, утвержденных в установленном порядке.

Таблица 38 - Краткая характеристика используемых материалов

Наименование	Химический состав	Свойства			ГОСТ, ТУ, ОСТ
		Пожароопасность, взрывоопасность	ПДК, мг/м ³	Класс опасности	
Воздух сжатый редуцированный, давление не более 0,7 кгс/см ²	-	-	-	-	ГОСТ Р ИСО 8573-1-2016
Воздух сжатый нередуцированный, давление не более 6 кгс/см ²	-	-	-	-	ГОСТ Р ИСО 8573-1-2016
Вакуум, разряжение 0,4-0,7 кгс/см ²	-	-	-	-	-
Вода оборотная	H ₂ O	-	-	-	-
Пар (давление 0,5- 6,0 кгс/см ²), температура до 165 °С	H ₂ O	-	-	-	-
Оксид магния (периклаз)	MgO - 98 %	-	10	4	ГОСТ 13236-83
Бельтинг «Ф» арт.2030	-	-	-	-	ГОСТ 332-91
Ткань хлориновая	-	-	-	-	ГОСТ 20714-75

Наименование	Химический состав	Свойства			ГОСТ, ТУ, ОСТ
		Пожароопасность, взрывоопасность	ПДК, мг/м³	Класс опасности	
Ткань фильтровальная полипропиленовая	Арт 86034, 8604, TAMFELT S1197-L2K2 или tailplate PP	-	-	-	-
Ткань фильтровальная полиэфирная	-	-	-	-	ТУ 8388-027-05225011-98
Марля медицинская отбеленная	Х/б пряжа	-	-	-	ГОСТ 9412-93
Бумага фильтровальная «Ф» лабораторная	-	-	-	-	ГОСТ 12026-76
Пленка полиэтиленовая	-	Полиэтиленовые пленка невзрывоопасна, при поднесении открытого огня загорается без взрыва и горит коптящим пламенем с образованием расплава и выделением токсичных продуктов. Температура воспламенения около 300 °С, температура самовоспламенения около 400 °С. Пленка относится к группе горючих легковоспламеняемых материалов.	-	-	ГОСТ 10354-82
Мешки полиэтиленовые	-	См. пленку полиэтиленовую	-	-	ГОСТ 17811-78

Для обеспечения передела переработки ТПО необходимыми ресурсами, в процессе проектирования требуется предусмотреть:

1. Систему пароснабжения реактора РТ-250 с установкой парогенератора, обеспечивающего требуемые параметры пара, указанные в Таблице 38.

2. Вакуумную систему для создания и поддержания разряжения в технологическом оборудовании (нутч-фильтрах) обеспечивающую требуемые параметры, указанные в Таблице 38. С учетом химического состава технологических сред в процессе фильтрования в нутч-фильтрах, рекомендуется в качестве основного оборудования для создания вакуума использовать вакуумные водокольцевые насосы типа ВВН, изготавливаемые из титанового сплава, предназначенных для отсасывания агрессивных газов, в которых этот сплав стоек.

При проектировании вакуумной системы рекомендуется предусматривать необходимые проектные решения как с учетом потребителей проектируемого передела, так и с учетом существующих переделов и участков действующего производства, для интенсификации процессов фильтрования на существующих фильтрах «Бюхнера».

Таблица 39 - Годовой расход реагентов на переработку ТПО

Операция	HCl (техн.) 35 %	HNO ₃ (техн.) 57 %	H ₂ O (пхв)	H ₂ O (д)	NaOH (раствор 44 %)
1.4 Выщелачивание	1135,88	3948,75			
1.5 Фильтрование			758,98		
2.4 Выщелачивание		2934,21		5428,29	
2.5 Фильтрование				1948,60	
2.6 Выщелачивание	8529,99	3294,85			
2.7 Фильтрование			2178,14		
3.4 Выщелачивание			8383,20		
3.5 Фильтрование			307,38		
4.4 Выщелачивание	1675,08		4783,21		
4.7 Нейтрализация					1578,72
5.4 Выщелачивание		1458			
5.6 Выщелачивание	842,99	325,62			
5.7 Фильтрование			300,72		
Итого расход, кг	12183,94	11961,43	16711,63	7376,89	1578,72
Реагенты для газоулавливания, кг					4079,07
Всего расход реагентов с учетом газоулавливания, кг	12183,94	11961,43	16711,63	7376,89	5657,79

Таблица 40 - Расход реагентов на переработку БТГ

	На годовой объём сырья 1,3 тонн				На 1 тонну сырья				На 1 кг суммы Au+Ag в сырье			
Операция	HCl (техн.) 35 %	HNO3 (техн.) 57%	H2O (пхв)	NaOH (раствор 44 %)	HCl (техн.) 35 %	HNO3 (техн.) 57 %	H2O (пхв)	NaOH (раствор 44 %)	HCl (техн.) 35 %	HNO3 (техн.) 57 %	H2O (пхв)	NaOH (раствор 44 %)
1.4 Выщелачивание	1135,88	3948,75			873,75	3037,50			1213,55	4218,75		
1.5 Фильтрование			758,98				583,83				810,88	
Итого расход, кг	1135,88	3948,75	758,98	0,00	873,75	3037,50	583,83	0,00	1213,55	4218,75	810,88	0,00
Реагенты для газоулавливания, кг				2321,90				1786,08				2480,66
Всего расход реагентов с учетом газоулавливания, кг	1135,88	3948,75	758,98	2321,90	873,75	3037,50	583,83	1786,08	1213,55	4218,75	810,88	2480,66

Таблица 41 - Расход реагентов на переработку БТШ

	На годовой объём сырья 2,5 тонн					На 1 тонну сырья					На 1 кг суммы Au+Ag в сырье				
Операция	HCl (техн.) 35 %	HNO3 (техн.) 57%	H2O (пхв)	H2O (д)	NaOH (p-p 44 %)	HCl (техн.) 35 %	HNO3 (техн.) 57 %	H2O (пхв)	H2O (д)	NaOH (p-p 44 %)	HCl (техн.) 35 %	HNO3 (техн.) 57 %	H2O (пхв)	H2O (д)	NaOH (p-p 44 %)
2.4 Выщелачивание		2934,21		5428,29			1173,68		2171,32			10442,03		19317,76	
2.5 Фильтрование				1948,6					779,44					6934,52	
2.6 Выщелачивание	8529,99	3294,85				3412,00	1317,94				30355,84	11725,44	0,00		
2.7 Фильтрование			2178,14			0,00	0,00	871,26					7751,39		
Итого расход, кг	8529,99	6229,06	2178,14	7376,89	0,00	3412,00	2491,62	871,26	2950,76	0,00	30355,84	22167,47	7751,39	26252,28	0,00
Реагенты для газоулавливания, кг					377,37					150,95					1342,95
Всего расход реагентов с учетом газоулавливания, кг	8529,99	6229,06	2178,14	7376,89	377,37	3412,00	2491,62	871,26	2950,76	150,95	30355,84	22167,47	7751,39	26252,28	1342,95

Таблица 42 - Расход реагентов на переработку ШХ

	На годовой объём сырья 1,4 тонн				На 1 тонну сырья				На 1 кг суммы Au+Ag в сырье			
Операция	HCl (техн.) 35 %	HNO3 (техн.) 57%	H2O (пхв)	NaOH (раствор 44 %)	HCl (техн.) 35 %	HNO3 (техн.) 57 %	H2O (пхв)	NaOH (раствор 44 %)	HCl (техн.) 35 %	HNO3 (техн.) 57 %	H2O (пхв)	NaOH (раствор 44 %)
3.4 Выщелачивание			8383,20				5988,00				8178,73	
3.5 Фильтрование			307,38				219,56				299,88	
Итого расход, кг	0,00	0,00	8690,58	0,00	0,00	0,00	6207,56	0,00	0,00	0,00	8478,61	0,00
Реагенты для газоулавливания, кг				0,00	0,00	0,00	0,00	0,00				0,00
Всего расход реагентов с учетом газоулавливания, кг	0,00	0,00	8690,58	0,00	0,00	0,00	6207,56	0,00	0,00	0,00	8478,61	0,00

Таблица 43 - Расход реагентов на переработку ШСБ

	На годовой объём сырья 1,6 тонн				На 1 тонну сырья				На 1 кг суммы Au+Ag в сырьё			
Операция	HCl (техн.) 35 %	HNO3 (техн.) 57%	H2O (пхв)	NaOH (раствор 44 %)	HCl (техн.) 35 %	HNO3 (техн.) 57 %	H2O (пхв)	NaOH (раствор 44 %)	HCl (техн.) 35 %	HNO3 (техн.) 57 %	H2O (пхв)	NaOH (раствор 44 %)
4.4 Выщелачивание	1675,08		4783,21		1046,93		2989,51		693,33		1979,81	
4.7 Нейтрализация				1578,72				986,70				653,44
Итого расход, кг	1675,08	0,00	4783,21	1578,72	1046,93	0,00	2989,51	986,70	693,33	0,00	1979,81	653,44
Реагенты для газоулавливания, кг				0,00				0,00				0,00
Всего расход реагентов с учетом газоулавливания, кг	1675,08	0,00	4783,21	1578,72	1046,93	0,00	2989,51	986,70	693,33	0,00	1979,81	653,44

Таблица 44 - Расход реагентов на переработку ВЦО

	На годовой объём сырья 0,36 тонн				На 1 тонну сырья				На 1 кг суммы Au+Ag в сырьё			
Операция	HCl (техн.) 35 %	HNO3 (техн.) 57%	H2O (пхв)	NaOH (раствор 44 %)	HCl (техн.) 35 %	HNO3 (техн.) 57 %	H2O (пхв)	NaOH (раствор 44 %)	HCl (техн.) 35 %	HNO3 (техн.) 57 %	H2O (пхв)	NaOH (раствор 44 %)
5.4 Выщелачивание		1458				4050,00				823,26		
5.6 Выщелачивание	842,99	325,62			2341,64	904,50			476,00	183,86		
5.7 Фильтрование			300,72				835,33				169,80	
Итого расход, кг	842,99	1783,62	300,72	0,00	2341,64	4954,50	835,33	0,00	476,00	1007,12	169,80	0,00
реагенты для газоулавливания, кг				1379,80				3832,78				779,11
Всего расход реагентов с учетом газоулавливания, кг	842,99	1783,62	300,72	1379,80	2341,64	4954,50	835,33	3832,78	476,00	1007,12	169,80	779,11

7. СХЕМА ЦЕПИ АППАРАТОВ ТЕХНОЛОГИИ ПЕРЕРАБОТКИ ТПО

Аппаратурно-технологические схемы по группам технологических операций переработки ТПО представлены в Приложении Б.

Описание схемы цепи аппаратов технологии переработки ТПО приведено в Разделе 4 настоящего отчета.

8. ХАРАКТЕРИСТИКА ОСНОВНОГО И ВСПОМОГАТЕЛЬНОГО ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ОБОРУДОВАНИЯ ПО ОПЕРАЦИЯМ

Спецификация основного технологического оборудования по операциям представлена в Приложении В.

Опросные листы на основное технологическое оборудование с перечнем потенциальных поставщиков представлены в Приложении Г.

9. МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ

Параметры операций технологической схемы переработки боя тиглей графитовых, требующие осуществления метрологического контроля представлены в Таблице 45 для следующих принципиальных технологических схем:

- переработки боя тиглей графитовых (Рисунок 27, см. стр.76);
- переработки боя магнезитовых тиглей и капелей (Рисунок 28, см. стр.80);
- переработки шлака хлоридного (Рисунок 29, см. стр.84);
- переработки шлака содово-боратного (Рисунок 30, см. стр.87);
- переработки выломов цементной обмазки (Рисунок 31, см. стр.92).

Таблица 45 - Метрологическое обеспечение операций технологических схем переработки ТПО

Номер операции	Наименование технологических операций, продуктов и контролируемых параметров	Периодичность контроля	Оптимальное значения контролируемого параметра	Значение допускаемой погрешности по технологическому процессу	Средства контроля: наименование, тип, класс или предел допускаемой погрешности, пределы измерений	Профессия исполнителя
1.1, 2.1, 3.1, 4.1, 5.1	Дробление Щековая дробилка	В процессе	Размер щели 2 мм	Не норм.	регулировка размера щели дробилки	работник смены
1.2, 1.3 2.2, 2.3 3.2, 3.3 4.2, 4.3 5.2, 5.3	Измельчение Просеивание Барабанная мельница с шаровым, либо стержневым модулем Вибросито Крупность	В процессе	$\leq 0,315$ мм $\leq 0,5$ мм	Не норм.	Сито 0,315 x 0,315 мм, 0,5x0,5 мм	работник смены
1.4, 2.4, 2.6, 3.4, 4.4, 4.7, 5.4, 5.6	Выщелачивание Нейтрализация	Каждый процесс				работник смены
	Реактор РТ-250					
	Объем					
	HCl	В процессе	50 – 140 л	± 1 л	Мерная ёмкость (индикатор) Пр. изм. (0-150) л Цена дел. 1 л	
	HNO ₃		45 – 180 л	± 1 л	Мерная ёмкость (индикатор) Пр. изм. (0-200) л Цена дел. 1 л	
	NaOH		30 – 40 л	± 1 л	Мерная ёмкость	

Номер операции	Наименование технологических операций, продуктов и контролируемых параметров	Периодичность контроля	Оптимальное значения контролируемого параметра	Значение допускаемой погрешности по технологическому процессу	Средства контроля: наименование, тип, класс или предел допускаемой погрешности, пределы измерений	Профессия исполнителя
					(индикатор) Пр. изм. (0-120) л Цена дел. 1 л	
	H ₂ O		120 – 250 л	±5 л	Расходомер	
	Температура	В процессе	0 - 100 °С	±1 °С	Термометр сопротивления, регистрирующий прибор Пр. изм. (0 –180) °С кл. точн. 0,5	
	Продолжительность	В процессе	0 - 24	Не нормируется	Часы общего назначения	
	Масса	Перед началом	40 - 70 кг	±0.1 кг	Весы Пр. изм. (0,2-150) кг Доп. погр.: ± 0,1 кг	
	pH	В процессе	0 - 9	±0.1	pH метр лабораторный Датчик измерения pH. Преобразователь измерения pH. Диапазон (погрешность) pH, ед. pH от минус 2 до плюс 14 Доп. погр. (±0,02)	лаборант
1.5, 2.7, 5.7	Фильтрование (промывка на фильтре) Нутч-фильтр Объем H ₂ O	В конце	30 – 60 л	Не нормируется	Расходомер	работник смены
4.8	Гравитационное обогащение					работник смены
	Центробежный гравитационный концентратор с насосом					

Номер операции	Наименование технологических операций, продуктов и контролируемых параметров	Периодичность контроля	Оптимальное значения контролируемого параметра	Значение допускаемой погрешности по технологическому процессу	Средства контроля: наименование, тип, класс или предел допускаемой погрешности, пределы измерений	Профессия исполнителя
	Давление «разрыхляющей» воды	В процессе	0 – 3 бар	±0.1 бар	Манометр на концентраторе	
	Продолжительность	В процессе	0 - 24	Не нормируется	Часы общего назначения	
	Скорость подачи пульпы	В процессе	200 - 250 л/ч	Не нормируется	Часы общего назначения.	
1.6, 2.8, 3.6, 4.13, 5.8	Сушка					работник смены
	Сушильный шкаф					
	Температура	В процессе	0 - 300 °С	±1 °С	Термометр сопротивления, регистрирующий прибор Пр. изм. (0 –400) °С кл. точн. 0,5	
	Продолжительность	В процессе	0 - 24	Не нормируется	Часы общего назначения	
	Масса	Перед началом В конце	50 - 60 кг	±0.1 кг	Весы Пр. изм. (0,2-150) кг Доп. погр.: ± 0,1 кг	
1.7, 2.9, 4.12, 5.9	Масса пробы	В конце	0,5 – 5,0 кг	Не нормируется	Методика ОТК	контролер ОТК

10. ХАРАКТЕРИСТИКА ОТХОДЯЩИХ ГАЗОВ ОТ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ОБОРУДОВАНИЯ ПО ОПЕРАЦИЯМ, РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ИХ ОЧИСТКЕ И УТИЛИЗАЦИИ ПРОДУКТОВ ГАЗООЧИСТКИ

Объемы газообразных продуктов образующихся при выполнении основных технологических операций при переработке годового количества ТПО, представлены в Таблице 46.

Таблица 46 - Объемы образующихся газообразных продуктов

Технологическая операция	NO _x	CO ₂	H ₂ O
	кг	кг	кг
1.4 Выщелачивание	696,6	119,2	
1.6 Сушка			276,4
2.4 Выщелачивание	52,7		
2.6 Выщелачивание	60,5		
2.8 Сушка			356,4
3.6 Сушка			50,6
4.11 Сушка			211,7
4.13 Сушка			35,3
5.4 Выщелачивание	264,7		
5.6 Выщелачивание	149,3		
5.8 Сушка			66,0
Всего	1223,7	119,2	996,3

Примечание.

- В таблице учтены газы образующиеся в результате протекания химических реакций, либо в результате принудительного испарения. При этом необходимо отметить, что незначительные количества газообразных продуктов будут образовываться на каждой технологической операции, их конкретные значения зависят от технических решений по аппаратному оформлению и характеристик системы технологической вентиляции и определяются на стадии проектирования.

Характеристика отходящих газов от технологического оборудования, которые образуются в процессе переработки ТПО, а также рекомендации по обезвреживанию и утилизации, приведены в Таблице 47.

Таблица 47 - Характеристика отходящих газов, рекомендации по обезвреживанию и утилизации

Наименование ТПО	Технологическая операция	Характеристика	Рекомендации по обезвреживанию и утилизации
Бой тиглей графитовых	1.1, 2.1, 3.1, 4.1 5,1 Дробление	Пыль, содержащая графит, карбид кремния	Обеспыливание технологических газов от измельчительного оборудования на существующей газоочистной установке с использованием рукавного фильтра. Переработка пыли плавкой по действующей технологии.
Бой магнезитовых тиглей и капелей	1.2, 2.2, 3.2, 4.2, 5.2 Измельчение	Пыль, содержащая оксид магния, оксид свинца	
Шлак хлоридный	1.3, 2.3, 3.3, 4.3, 5.3 Просеивание	Пыль, содержащая хлорид натрия, оксид натрия, буру	
Шлак содово-боратный		Пыль, содержащая оксид натрия, буру	
Выломки цементной обмазки		Пыль, содержащая оксиды алюминия, магния, кремния, титана, кальция	
Бой тиглей графитовых	1.4 Выщелачивание 1.5 Фильтрование 1.6 Сушка	Газы содержащие NO ₂ , NO, CO ₂ , пары HCl, HNO ₃ и H ₂ O	Нейтрализация в скруббере действующей газоочистной установки с последующим выбросом паро-газовой фазы в атмосферу. Утилизация отработанного раствора скруббера в соответствии с действующей технологической инструкцией.
Бой магнезитовых тиглей и капелей	2.4 Выщелачивание 2.5 Фильтрование 2.6 Выщелачивание 2.7 Фильтрование 2.8 Сушка		
Выломки цементной обмазки	5.4 Выщелачивание 5.5 Фильтрование 5.6 Выщелачивание 5.7 Фильтрование 5.8 Сушка		
Шлак хлоридный	3.4 Выщелачивание 3.5 Фильтрование 3.6 Сушка	Пары H ₂ O	
Шлак содово-боратный	4.4 Выщелачивание; 4.6 Фильтрование 4.9 Фильтрование 4.10 Фильтрование 4.11 Сушка 4.13 Сушка	Пары H ₂ O и незначительное количество паров HCl	

Для выполнения рекомендаций по обезвреживанию и утилизации отходящих газов при проектировании передела с целью оптимизации затрат на дополнительные системы газоочистки, рекомендуется рассмотреть возможность использования существующих систем газоочистки (сухой и мокрой), с выполнением необходимых замеров и определения фактических рабочих параметров данных систем, для подтверждения достаточности их производительности в случае подключения к ним технологического оборудования проектируемого передела, либо предусмотреть проектом дополнительные отдельные системы газоочистки (сухой и мокрой), с учетом объемов и составов отходящих газов от технологического оборудования проектируемого передела.

11. ХАРАКТЕРИСТИКА ОТХОДОВ И СТОЧНЫХ ВОД, РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ИХ ОБЕЗВРЕЖИВАНИЮ И УТИЛИЗАЦИИ

Характеристика отходов и сточных вод, которые образуются в процессе переработки ТПО, рекомендации по их обезвреживанию и утилизации приведены в Таблице 48.

Таблица 48 - Характеристика отходов и сточных вод, рекомендации по их обезвреживанию и утилизации

Наименование ТПО	Образующиеся отходы и сточные воды	Характеристика	Рекомендации по обезвреживанию и утилизации
Бой тиглей графитовых	Нерастворимый остаток (продукт 1.7.2 Н.О.)	Порошок, содержащий графит, карбид кремния	В отвал или продажа на металлургические предприятия как восстановителя
Бой магнезитовых тиглей и капелей	Нерастворимый остаток (продукт 2.9.2 Н.О.)	Порошок, содержащий оксид магния	В отвал
Шлак хлоридный	Раствор (продукт 3.5.1 Раствор)	Раствор, содержащий NaCl, NaOH и Na ₄ B ₄ O ₇ . Щелочной раствор с рН выше 8	На нейтрализацию, совместно с растворами действующего производства
Шлак содово-боратный	Нерастворимый остаток (продукт 4.12.2 Н.О.)	Порошок, содержащий хлорид натрия, буру, оксид кремния	В отвал или переработка на специализированных предприятиях для доизвлечения золота и серебра
	Раствор (продукт 4.10.1 Раствор)	Раствор, содержащий NaOH и Na ₄ B ₄ O ₇ . Щелочной раствор с рН выше 7	На нейтрализацию, совместно с растворами действующего производства
Выломки цементной обмазки	Нерастворимый остаток (продукт 5.9.2 Н.О.)	Порошок, содержащий золото и серебра, оксиды алюминия, магния, кремния, титана, кальция	Переработка на специализированных предприятиях для доизвлечения золота и серебра

12. ЧИСЛЕННОСТЬ ПРОИЗВОДСТВЕННОГО ПЕРСОНАЛА ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПЕРЕДЕЛА

Расчет численности персонала с разбивкой по операциям выполнен на основании необходимой расчётной производительности оборудования, времени технологического цикла и коэффициента участия персонала. Результаты расчета представлены в Таблице 49.

Таким образом для обеспечения производственной программы по переработке ТПО потребуется один дополнительный рабочий.

Таблица 49 - Численность персонала с разбивкой по технологическим операциям

Операция	Время технологического цикла операции (ВТЦ)	Коэффициент участия персонала на операции, ед. от ВТЦ	Среднегодовое количество рабочего времени при 36-часовой рабочей неделе	Максимальное количество технологических операций в год	Максимальное количество затраченного времени рабочего на операцию в год	Количество основного рабочего персонала	Количество основного рабочего персонала с учётом коэффициента списочного состава (12 %)
	ч	ед.	час	шт	ч	чел	чел
1.1 Дробление	1	0,2	1774	26	5	0,003	0,003
1.2 Измельчение	1	0,3		87	26	0,015	0,016
1.3 Просеивание	1	0,6		87	52	0,029	0,033
1.4 Выщелачивание	6	0,5		0	0	0,000	0,000
1.5 Фильтрование	2	0,2		26	10	0,006	0,007
1.6 Сушка	8	0,1		26	21	0,012	0,013
2.1 Дробление	1	0,2		0	0	0,000	0,000
2.2 Измельчение	1	0,3		167	50	0,028	0,032
2.3 Просеивание	1	0,6		167	100	0,056	0,063
2.4 Выщелачивание	6	0,5		50	150	0,085	0,095
2.5 Фильтрование	2	0,2		50	20	0,011	0,013
2.6 Выщелачивание	6	0,5		50	150	0,085	0,095
2.7 Фильтрование	2	0,2		50	20	0,011	0,013
2.8 Сушка	8	0,1		50	40	0,023	0,025
3.1 Дробление	1	0,2		35	7	0,004	0,004
3.2 Измельчение	1	0,3		94	28	0,016	0,018
3.3 Просеивание	1	0,6		94	56	0,032	0,036
3.4 Выщелачивание	6	0,5		0	0	0,000	0,000
3.5 Фильтрование	2	0,2		35	14	0,008	0,009
3.6 Сушка	8	0,1		35	28	0,016	0,018
4.1 Дробление	1	0,2		27	5	0,003	0,003
4.2 Измельчение	1	0,3		107	32	0,018	0,020
4.3 Просеивание	1	0,6		107	64	0,036	0,041
4.4 Выщелачивание	6	0,5		27	81	0,046	0,051
4.5. Декантация	0,5	1,0		27	14	0,008	0,009
4.6 Фильтрование	2	0,2		27	11	0,006	0,007
4.13 Сушка	8	0,1		27	22	0,012	0,014
4.7 Нейтрализация	2	0,5		27	27	0,015	0,017
4.8 Гравитационное обогащение	3	0,9		27	73	0,041	0,046
4.9 Фильтрование	2	0,2		27	11	0,006	0,007
4.11 Сушка	8	0,1		27	22	0,012	0,014
5.1 Дробление	1	0,2		8	2	0,001	0,001
5.2 Измельчение	1	0,3		0	0	0,000	0,000
5.3 Просеивание	1	0,6		24	14	0,008	0,009
5.4 Выщелачивание	6	0,5		8	24	0,014	0,015
5.5 Фильтрование	2	0,2		8	3	0,002	0,002
5.6 Выщелачивание	6	0,5		8	24	0,014	0,015
5.7 Фильтрование	2	0,2		8	3	0,002	0,002
5.8 Сушка	8	0,1		8	6	0,004	0,004
Всего						0,7	0,8

13. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Проведены исследования фазового, химического составов, микроструктуры и термических свойств проб ТПО, предоставленных Заказчиком. За исключением выломов цементной обмазки, все отходы характеризуются крайне низким содержанием драгметаллов, отличающимся от предполагаемого на 1-3 порядка.
2. На основании полученных данных и ТЗ Заказчика, разработаны технологии переработки всех типов ТПО гидрометаллургическим способом с вовлечением получаемых продуктов в действующую технологию производства. На стадии лабораторных исследования подтверждена достижимость извлечения золота и серебра из ТПО в целевые продукты свыше 90 % из каждого вида ТПО.
3. Разработанные технологические схемы предусматривают универсальность аппаратного оформления – существует возможность осуществления всех основных технологических операций в одном комплексе оборудования: реактор/фильтр для всех видов ТПО. Также в предлагаемых технологических способах исключается использование новых для Заказчика реагентов, материалов – все предложенные реагенты применяются в настоящее время на действующем производстве. Для трех видов ТПО (бой графитовых тиглей, выломки цементной обмазки и содово-боратный шлак) показана целесообразность предварительного отделения металлических включений путем измельчения и классификации (грохочения) с получением довольно богатого концентрата.
4. В связи с очень низким содержанием ценных компонентов в бое магнезитовых тиглей и капелей, рекомендуется выполнить ТЭО переработки данного продукта отдельно. При этом даже без экономических расчётов можно сделать вывод что, если рассматривать переработку данного вида ТПО отдельно от остальной номенклатуры это будет неэффективно, на следующих основаниях: Количество драгоценных

металлов в годовом объеме образования ТПО для боя магнетитовых тиглей и капелей составляет для золота менее 0,5 % для серебра менее 8,6 %. При этом доля в лигатурной массе наоборот самая большая для данного вида ТПО – 34,9 %, что соответственно влечёт за собой самую большую долю операционных расходов, например доля расхода реагентов от их общего расхода на переработку всех видов ТПО составляет: для соляной кислоты – 70 %, для азотной кислоты – 52 %.

В случае наличия канала реализации данного вида ТПО, рекомендуем осуществлять его продажу, а к вопросу собственной переработки вернуться при появлении технической возможности пирометаллургического обогащения таких продуктов (приобретение, запуск рудно-термической печи или аналогов).

5. Несмотря на то, что наиболее распространённым способом переработки аналогичных видов ТПО на аффинажных заводах является пирометаллургический (рудно-термическая плавка) и возможна перспектива приобретения такого оборудования в среднесрочной перспективе, разработанная технология рекомендуется к внедрению, т.к. это не только позволит в кратчайшие сроки наладить переработку ТПО, но и увеличит компетенции персонала завода в работе с новыми видами оборудования, а предлагаемая технологическая линия является в высокой степени универсальной и позволит легко перенастроить её под переработку широкого спектра более бедного, по сравнению с перерабатываемым в настоящее время, сырья содержащего драгоценные металлы, т.е. расширить номенклатуру перерабатываемого сырья.

14. СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Информационно-технический справочник по наилучшим доступным технологиям «ИТС 14–2020 Производство драгоценных металлов»/ Москва Бюро НДТ 2020. – 153 с.
2. Зеленов, В. И. Практика обогащения руд цветных и редких металлов. Том V: Извлечение золота и алмазов из руд и россыпей / В. И. Зеленов, М. А. Фишман. – М.: Недра, 1967. – 263 с.
3. Таужнянская, З. А. Технология извлечения металлов из шлаков, отвальных хвостов обогатительных фабрик и шлаков металлургического производства за рубежом / З. А. Таужнянская. – М.: Цветметинформация, 1978. – С. 42, 45-47.
4. А.с. № 163975 СССР, МПК6 В03В, В03D 1/02. Способ подготовки шлаков для обезмеживания посредством флотации / Снурников А. П., Строителев И. А., Riskin М. А., Богданович А. В.; заявитель и патентообладатель: Всесоюзный научно-исследовательский горно-металлургический институт цветных металлов. – № 841963/22-3; заявл. 17.06.1963; опубл. 30.07.1964, Бюл. № 14. – 1 с.
5. Патент № 2130808 Российская Федерация, МПК6 В03D 1/00, В03В 9/04. Способ обогащения медьсодержащих шлаков / Филиппов И. Ю., Злоказов Э. В., Шабалина М. А. [и др.]; заявитель и патентообладатель: ОАО «Среднеуральский медеплавильный завод». – № 97101960/03; заявл. 11.02.1997; опубл. 27.05.1999, Бюл. № 15. – 6 с.
6. А.с. № 168449 СССР, МПК6 В03D 1/018, С22В 7/00. Способ переработки выломов служивших огнеупоров и настелей отражательных печей и отстойников шахтных печей медеплавильных заводов / Строителев И. А., Riskin М. А., Ковыршина Н. И., Саухатес И. С.; заявитель и патентообладатель: Всесоюзный научно-исследовательский горнометаллургический институт цветных металлов. – № 869083/22-2; заявл. 06.12.1963; опубл. 18.11.1965, Бюл. № 4. – 1 с.

7. Патент № 2617192 Российская Федерация, МПК6 C22B 7/00, C22B 11/00, B03D 1/018, C22B 3/04. Способ обогащения металлосодержащих выломов и шлаков / Королев А. А., Крестьянинов А. Т., Мастюгин С. А. [и др.]; заявитель и патентообладатель: АО «Уралэлектромедь». – № 2015157526; заявл. 31.12.2015; опубл. 21.04.2017, Бюл. № 12. – 6 с.

8. Патент №2258091 Российская Федерация, МКПб C22B 11/02, C22B 7/00. Способ извлечения серебра из отходов/ Казанцев Г.Ф., Барбин Н.М., Елшин А.Н., Моисеев Г.К., Ватолин Н.А.; заявитель и патентообладатель: Государственное учреждение Институт металлургии Уральского отделения Российской Академии Наук (ГУ ИМЕТ УрО РАН); №2004102017/02; заявл. 22.01.2004; опубл. 10.08.2005, Бюл. №22.

9. И.Ф. Худяков, А.П. Дорошкевич, С.В. Корелов/«Металлургия вторичных тяжелых цветных металлов». - М.: Металлургия 1987 г., стр.438-442.

10. Патент № 2081927 Российская Федерация, МПК6 C22B 11/02. Способ извлечения благородных металлов из шлаков аффинажного производства / Сидоренко Ю. А., Смирнов П. П., Темеров С. А. [и др.]; заявитель и патентообладатель: АО «Красноярский завод цветных металлов». – № 95104802/02; заявл. 31.03.1995; опубл. 20.06.1997, Бюл. № 17. – 5 с.

11. Патент № 2173724 Российская Федерация, МПК7 C22B 11/02, C22B 7/04, B03B 5/00. Способ извлечения благородных металлов из шлаков / Сидоренко Ю. А., Смирнов П. П., Темеров С. А. [и др.]; заявители и патентообладатели: Сидоренко Ю. А., Смирнов П. П., Темеров С. А. [и др.]. – № 99103424/02; заявл. 22.02.1999; опубл. 20.09.2001, Бюл. № 26. – 5 с.

12. Ананенко, К. А. Извлечение благородных металлов из шлаков металлургического производства / К. А. Ананенко // Записки Горного института. – 2008. – Т. 174. – С. 164-166.

13. Звягинцев, О.Е. Аффинаж золота, серебра и металлов платиновой группы /Звягинцев О.Е. – М.: ГНТИЧЦМ, 1945.–245с.

14. Металлургия благородных металлов, зарубежный опыт. Под ред. Меретукова М.А., Орлова А.М. - М.: Metallurgy, 1991, с. 354.

15. Патент № 2096507 Российская Федерация, МПК6 C22B 11/02. Способ переработки хлоридного шлака, содержащего благородные металлы / Карпухин А. И., Рыбкин С. Г., Скрипченко В. В. [и др.]; заявитель и патентообладатель: АО «Иргиредмет». – № 96106977/02; заявл. 11.04.1996; опубл. 20.11.1997, Бюл. № 32. – 8 с.

16. Патент № 2153014 Российская Федерация, МПК7 C22B 11/00, C22B 3/04, C22B 7/04. Способ переработки хлоридного шлака, содержащего благородные металлы / Карпухин А. И., Мусин Е. Д., Дементьев В. Е., Стелькина И.И., Минеев Г.Г.; заявитель и патентообладатель: АО «Иргиредмет». – № 98121158/02; заявл. 24.11.1998; опубл. 20.07.2000, Бюл. № 20.

17. Патент № 2150521 Российская Федерация, МПК7 C22B 11/00, C22B 3/04, C22B 7/04. Способ переработки хлоридного шлака, содержащего благородные металлы / Карпухин А. И., Мусин Е. Д., Дементьев В. Е. [и др.]; заявитель и патентообладатель: АО «Иргиредмет». – № 98118604/02; заявл. 12.10.1998; опубл. 10.06.2000, Бюл. № 16. – 6 с.

18. Патент РФ по заявке N 4753216/02 от 23 октября 1989.

19. И.Н. Масленицкий и др. Metallurgy благородных металлов. М. Metallurgy, 1987, с. 415.

20. Патент № 2038394 Российская Федерация, МПК6 C22B 11/00, C25C 1/20. Способ извлечения серебра из промпродуктов аффинажа, содержащих хлорид серебра / Крылов В. В., Орлов А. М., Татаринцев А. Н. [и др.]; заявитель и патентообладатель: Крылов Владимир Владимирович. – № 93045975/02; заявл. 28.09.1993; опубл. 27.06.1995, Бюл. № 18. – 4 с.

21. Диаграммы плавкости солевых систем. Двойные системы с общим анионом. Справочник. Часть I / Под ред. В. И. Посыпайко, Е. А. Алексеевой, Н. И. Васиной [и др.]. – М.: Металлургия, 1977. – 416 с.

[illegible]