

УДК 66-958

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕЖИМОВ ПРОЦЕССА ОДНОСТАДИЙНОГО ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО ХЛОРИРОВАНИЯ ЗОЛОТОСОДЕРЖАЩЕЙ АРСЕНОПИРИТНОЙ РУДЫ

С.В. Парунин, В.В. Коробочкин*

Центр комплексного проектирования, исследования минерального сырья и разработки технологий ТОО «DeCh», г. Усть-Каменогорск, Казахстан

*Томский политехнический университет

E-mail: parunin77@mail.ru

Проведено последовательное планирование, и реализованы серии экспериментов по определению технологических режимов процесса одностадийного электрохимического хлорирования золотосодержащей арсенопиритной руды. Установлены наилучшие технологические режимы процесса одностадийного электрохимического хлорирования золотосодержащей арсенопиритной руды Родниковского месторождения, позволяющие достичь степени извлечения золота, равной 89...92 %.

Ключевые слова:

Технологические режимы, процесс, электрохимическое хлорирование, золото, арсенопиритная руда, хлорид натрия, медный купорос.

Введение

Проблеме переработки упорных золотосодержащих арсенопиритных руд посвящены многочисленные научные и практические работы исследователей как в России, так и странах ближнего и дальнего зарубежья. Существенное внимание в них уделено методу гидрохлоринации золота в пульпе, в котором процесс электрохимического хлорирования золотосодержащих арсенопиритных руд и концентратов является одним из перспективных направлений [1–3].

Результаты исследований показали, что при проведении процесса в статических условиях электролиза скорость диффузии ионов хлора к неподвижной загрузке арсенопиритной руды мала и в раствор переходит лишь небольшая часть свободного и высвобождаемого в результате разрушения арсенопиритной решетки золота. Это обстоятельство определяет необходимость разработки более совершенных конструкций аппаратов для процесса электрохимического хлорирования [4].

Целью исследования является определение технологических режимов процесса одностадийного электрохимического хлорирования золотосодержащей арсенопиритной руды в аппарате с перемешивающим устройством.

Методика эксперимента

Для достижения поставленной цели была разработана лабораторная установка для одностадийного электрохимического хлорирования золотосодержащей арсенопиритной руды [5], схема которой представлена на рис. 1.

Электрохимический аппарат – 1 с рабочей емкостью 1,0 дм³ запитывали от дискретного преобразователя тока – 2 низкого напряжения НУКС-52 с диапазоном силы тока от 0 до 12 А. Контроль значений силы тока осуществляли подключением последовательно в электрическую цепь к катоду лабораторного амперметра – 6 и напряжения с подключением параллельно в электрическую цепь между анодом и катодом лабораторного вольтметра – 7.

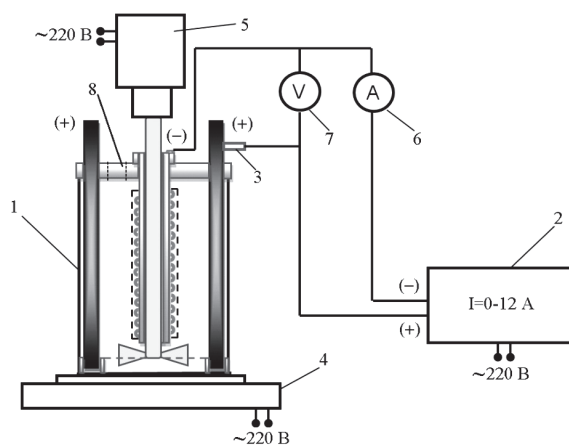


Рис. 1. Схема лабораторной установки для процесса одностадийного электрохимического хлорирования золотосодержащей арсенопиритной руды: 1 – электрохимический аппарат; 2 – источник питания прямого тока; 3 – токоподводящая медная анодная шина; 4 – электронагревательный элемент с регулятором температуры; 5 – лабораторный электропривод с регулятором скорости механического перемешивающего устройства; 6 – амперметр; 7 – вольтметр; 8 – загрузочный люк

Измерение водородного показателя электролита осуществляли с помощью лабораторного рН-метра МАРК-901. Перед проведением экспериментов прибор калибровался с использованием калибровочных растворов (рН от 1,6 до 7). Навески арсенопирита, хлорида натрия и пятиводного сульфата меди взвешивали на лабораторных весах с точностью 0,01 г. Регулирование температуры пульпы производили электронагревательным прибором Heidolph MR 3001 4 (диапазон от 5 до 100 °С). Контроль температуры осуществляли с помощью погруженного в пульпу ртутного стеклянного термометра со шкалой измерения от 40 до 90 °С через загрузочный люк. Для перемешивания электролита и пульпы использовали лабораторный электропривод с регулировкой скорости Yellow-line 5.

В работе использовали измельченную до содержания 79 % класса – 0,074 мм упорную золотосо-

держащую арсенопиритную руду Родниковского месторождения (Республика Казахстан). Элементный состав упорной золотосодержащей арсенопиритной руды представлен в табл. 1.

При определении технологических режимов процесса одностадийного электрохимического хлорирования золота арсенопиритной руды реализована стратегия последовательного планирования эксперимента с основной задачей динамического характера, а именно сужение области пространства независимых переменных и их отсеивание, что дает возможность локализовать необходимую для эксперимента область и представить наглядную общую картину, характеризующую исследуемый процесс [6].

Таблица 1. Элементный состав упорной золотосодержащей арсенопиритной руды

Элементы	Содержание элементов, мас. %
Au	1,9 г/т
Ag	2,0 г/т
As	0,29
S _{общ.}	0,1
C _{общ.}	1,19
Fe _{общ.}	2,68
Cu	<0,005
SiO ₂	79,64

Алгоритм определения технологических режимов процесса одностадийного электрохимического хлорирования золотосодержащей арсенопиритной руды предусматривает следующие этапы:

- определение зависимости рН пульпы от времени;
- установление зависимостей степени извлечения золота (A_{Au}) от соотношения твердая фаза:жидкость (Т:Ж); скорости перемешивания; времени; температуры; объемной плотности тока; добавки медного купороса; концентрации хлорида натрия.

Общее количество запланированных серий экспериментов по определению технологических режимов процесса одностадийного электрохимического хлорирования золота арсенопиритной руды представлено в табл. 2.

Определение технологических режимов процесса электрохимического хлорирования золотосодержащей арсенопиритной руды проводили в соответствии со схемой, приведенной на рис. 2.

Приготовление электролита осуществляли, растворяя одновременно хлорид натрия марки «хч» и добавку медного купороса (CuSO₄·5H₂O) марки «хч» в количестве, соответствующем принятому соотношению Т:Ж, в дистиллированной воде непосредственно в электрохимическом аппарате. При перемешивании в электрохимический аппарат через загрузочный люк – 8 загружали навеску упорной золотосодержащей арсенопиритной руды. Полученную пульпу доводили дистиллированной водой до объема 1,0 дм³. Водородный показатель пульпы непосредственно перед началом экспери-

мента доводили до значения рН, равного 1,8, подкислением ее соляной кислотой с концентрацией 35 мас. %. При определении зависимости рН пульпы от времени процесса одностадийного электрохимического хлорирования золотосодержащей арсенопиритной руды для подкисления пульпы добавляли 3,5 мдм³ концентрированной соляной кислоты.

Таблица 2. Условия проведения экспериментов по определению технологических режимов процесса одностадийного электрохимического хлорирования Серия золотосодержащей арсенопиритной руды

Режимы (Серия)	Соотношение Т:Ж	Скорость перемешивания, об/мин	Время, мин	Температура, °С	Объемная плотность тока, А/м ²	Добавка медного купороса в пересчете на CuSO ₄ , г	Концентрация NaCl, г/дм ³
рН	1:6	700	180	60	6000	2,0	200
№ 1	1:10...1:3	700	120	60	6000	2,0	200
№ 2	1:6	600...750	120	60	6000	2,0	200
№ 3	1:6	700	60...150	60	6000	2,0	200
№ 4	1:6	700	120	40...70	6000	2,0	200
№ 5	1:6	700	120	60	2000...8000	2,0	200
№ 6	1:6	700	120	60	6000	1,0...5,0	200
№ 7	1:6	700	120	60	6000	2,0	100...250

Пульпу по завершению процесса одностадийного электрохимического хлорирования золотосодержащей арсенопиритной руды отфильтровывали с помощью вакуумного обезжизнителя проб. Кека, полученный после фильтрации, обезжизнивали в лабораторном сушильном шкафу при температуре 80 °С в течении 4-х часов, взвешивали и перетирали через сито с решеткой 1,0 мм, далее отбирали представительные пробы и измельчали их в фарфоровой ступке до содержания 100 % класса – 0,074 мм. С помощью методов количественного химического и спектрального анализов в них и в представительных пробах золотосодержащего раствора определяли содержание следующих элементов: As; Fe_{общ.} Содержание золота в представительных пробах кеков определяли пробирным анализом. В представительных пробах золотосодержащих растворов содержание золота определяли с помощью метода количественного спектрального анализа.

Расчет степени извлечения золота из арсенопиритной руды проводили по формуле:

$$A_{Au} = \left(1 - \frac{M_K \cdot C_K}{M_H \cdot C_H} \right) \cdot 100 \%,$$

где M_K – масса кека, г; C_K – содержание золота в кеке, мас. %; M_H – масса навески арсенопиритной руды, г; C_H – содержание золота в арсенопиритной руде, мас. %.

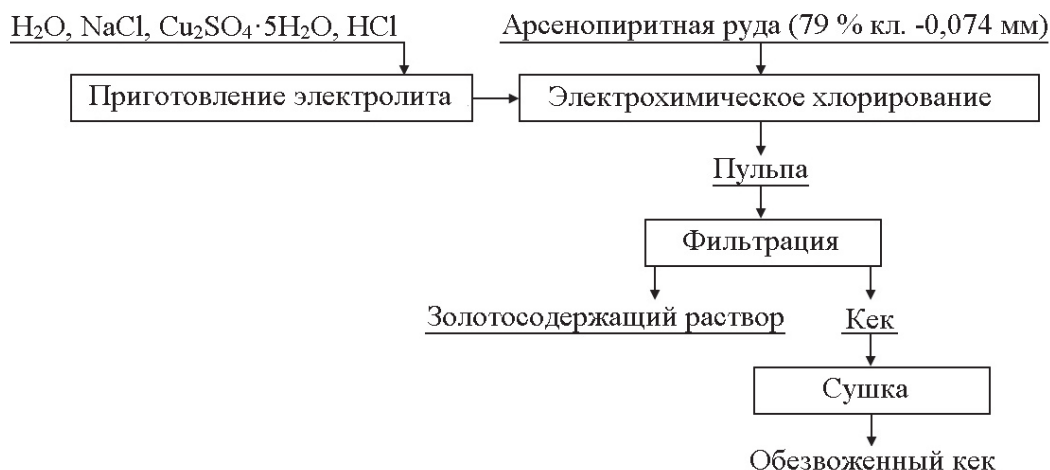


Рис. 2. Последовательность проведения экспериментов

Результаты и их обсуждение

В табл. 3 приведены результаты серии экспериментов определения зависимости pH пульпы от времени процесса одностадийного электрохимического хлорирования золота арсенопиритной руды Родниковского месторождения.

Таблица 3. Зависимость pH пульпы от времени одностадийного электрохимического хлорирования золотосодержащей арсенопиритной руды

Время, мин	pH пульпы
0	1,8
10	1,9
20	2,0
30	2,3
40	2,7
50	3,2
60	3,7
70	4,1
80	4,3
90	4,5
100	4,7
110	4,9
120	5,2
130	5,4
140	5,6
150	5,8
160	6
170	6,1
180	6,2

В табл. 4 приведены результаты серии экспериментов по определению технологических режимов процесса электрохимического хлорирования, а именно: зависимости степени извлечения золота от соотношения Т:Ж; скорости перемешивания; времени; температуры; объемной плотности тока; добавки медного купороса; концентрации хлорида натрия в растворе.

Таблица 4. Зависимость степени извлечения золота и содержания золота, мышьяка и железа в продуктах электрохимического хлорирования золотосодержащей арсенопиритной руды от режимных параметров

Серии экспериментов	Режимы	Степень извлечения $A_{изв}, \%$	Содержание продуктов электрохимического хлорирования					
			Кек			Золотосодержащий раствор		
			Au, г/т	As, %	Fe, %	Au, мг/дм ³	As, мг/дм ³	Fe, мг/дм ³
№ 1 (соотношение Т:Ж)	1:10	93,2	0,13	0,29	2,82	0,16	<0,001	<0,001
	1:6	91,5	0,16	0,3	3,28	0,25	<0,001	<0,001
	1:4	89,1	0,21	0,32	2,73	0,38	<0,001	<0,001
	1:3	86,7	0,25	0,32	2,59	0,47	0,002	0,009
№ 2 (скорость перемешивания, об/мин)	600	87,8	0,23	0,27	2,95	0,24	<0,001	<0,001
	650	89,7	0,20	0,28	3,05	0,24	<0,001	<0,001
	700	91,5	0,16	0,3	3,28	0,25	<0,001	<0,001
	750	92,2	0,15	0,32	2,86	0,26	<0,001	<0,001
№ 3 (время, мин)	60	72,2	0,53	0,32	2,72	0,20	0,002	0,01
	90	82,4	0,33	0,29	2,77	0,23	<0,001	<0,001
	120	91,5	0,16	0,3	3,28	0,25	<0,001	<0,001
	150	92,1	0,15	0,33	2,55	0,26	<0,001	<0,001
№ 4 (температура, °C)	40	78,6	0,41	0,32	2,59	0,21	<0,001	<0,001
	50	87,7	0,23	0,27	2,95	0,25	<0,001	<0,001
	60	91,5	0,16	0,3	3,28	0,25	<0,001	<0,001
	70	92,5	0,14	0,32	2,72	0,26	<0,001	<0,001
№ 5 (объемная плотность тока, А/м ²)	2000	68,4	0,60	0,32	2,73	0,18	<0,001	<0,001
	4000	89,5	0,20	0,32	2,59	0,25	<0,001	<0,001
	6000	91,5	0,16	0,3	3,28	0,25	<0,001	<0,001
	8000	90,8	0,17	0,29	2,82	0,25	<0,001	<0,001
№ 6 (добавка CuSO ₄ , г)	1	90,4	0,18	0,32	2,59	0,25	<0,001	<0,001
	2	91,5	0,16	0,3	3,28	0,25	<0,001	<0,001
	3	92,6	0,14	0,32	2,72	0,26	<0,001	<0,001
	5	93,1	0,13	0,29	2,77	0,26	<0,001	<0,001
№ 7 (концентрация NaCl, г/дм ³)	100	86,6	0,25	0,29	2,63	0,24	<0,001	<0,001
	150	90,5	0,18	0,32	2,72	0,25	<0,001	<0,001
	200	91,5	0,16	0,3	3,28	0,25	<0,001	<0,001
	250	92,4	0,14	0,32	2,59	0,26	<0,001	<0,001

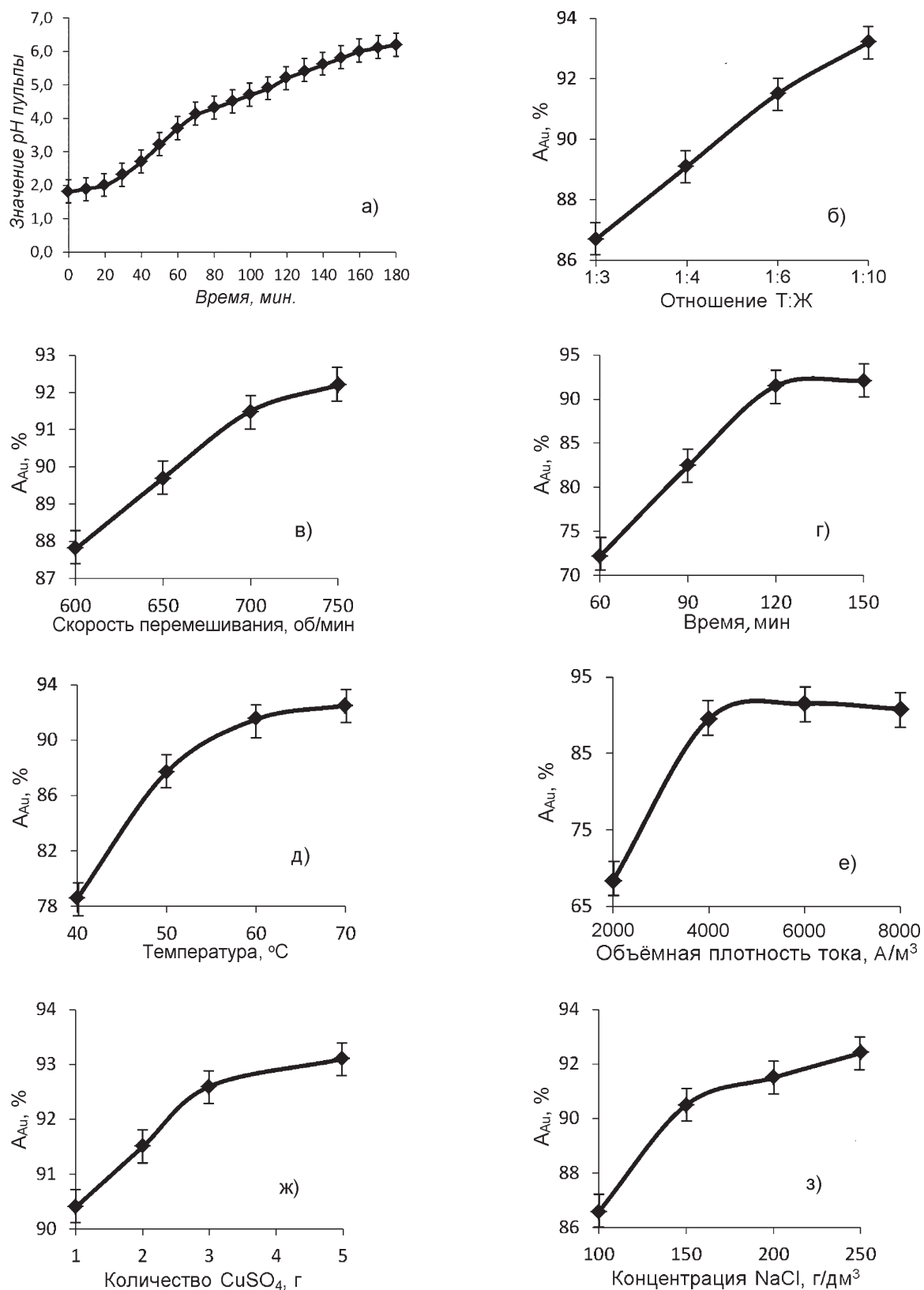


Рис. 3. Результаты статистической обработки полученных данных зависимости изменения: а) pH пульпы от времени; A_{Au} от: б) соотношения Т: Ж; в) скорости перемешивания; г) времени; д) температуры; е) объёмной плотности тока; ж) количества добавки $CuSO_4$; з) концентрации $NaCl$ в растворе

Из представленных зависимостей (рис. 3, а–э) видно, что добавка соляной кислоты с концентрацией 35 мас. % в количестве 3,5 мдм³ на 1 дм³ пульпы при ее подготовке обеспечивает заданный технологический режим изменения рН пульпы от 1,8 до 5,2 за 120 минут процесса одностадийного электрохимического хлорирования золота арсенопиритной руды Родниковского месторождения.

Увеличению степени извлечения золота способствует рост таких технологических параметров, как отношение Т: Ж, скорость перемешивания и температура во всем исследуемом интервале, менее интенсивный рост A_{Au} наблюдается при увеличении концентрации NaCl в растворе с 150 до 200 г/дм³ и количества вводимой добавки медного купороса от 3 до 5 г. Вместе с тем количество добавки CuSO₄·5H₂O более 2 г нежелательно, поскольку приводит к накоплению на катоде порошкообразной меди, что обусловлено преимущественным сдвигом равновесия процессов осаждение–растворение в направлении образования осадка на катоде.

Увеличение объемной плотности тока с $2 \cdot 10^3$ до $4 \cdot 10^3$ А/м² приводит к существенному росту A_{Au} (на 20 %), в то же время в интервале объемной плотности тока от $4 \cdot 10^3$ до $8 \cdot 10^3$ А/м² степень извлечения золота изменяется незначительно. Это может косвенно свидетельствовать о том, что на скорость процесса извлечения оказывает влияние диффузионное торможение, которое уменьшается с увеличением времени процесса и особенно нивелируется интенсивностью перемешивания.

Установленные зависимости позволяют рекомендовать технологический режим процесса одно-

стадийного электрохимического хлорирования золотосодержащей арсенопиритной руды.

Выводы

1. Подкисление электролита соляной кислотой с концентрацией 35 мас. % в количестве 4 мдм³ на 1 дм³ пульпы обеспечивает наилучший технологический режим процесса одностадийного электрохимического хлорирования золотосодержащей арсенопиритной руды Родниковского месторождения при значениях рН пульпы от 2,0 до 4,5 за период времени 120 минут.
2. Установлено, что активный концентрационный диапазон ионов меди в электролите для технологических режимов процесса электрохимического хлорирования золотосодержащей арсенопиритной руды в аппарате без использования диафрагмы составляет от 0,5 до 0,8 г/дм³.
3. Для достижения степени извлечения золота от 89 до 92 % из арсенопиритной руды Родниковского месторождения необходимо поддерживать следующий технологический режим процесса одностадийного электрохимического хлорирования золотосодержащей арсенопиритной руды:
 - соотношение Т: Ж – от 1:4 до 1:6;
 - скорость перемешивания пульпы – от 700 до 750 об/мин;
 - время электролиза – от 110 до 130 мин;
 - температура пульпы – от 55 до 65 °С;
 - объемная плотность тока – от 4000 до 6000 А/м²;
 - количество добавки CuSO₄ – от 1 до 2 г;
 - концентрация NaCl в растворе – от 150 до 200 г/дм³.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Лодейщиков В.В. Технология извлечения золота и серебра из упорных руд. – Иркутск: Иргиредмет, 1999. – Т. 1, 2. – 786 с.
2. Меретуков М.А. Золото: химия, минералогия, металлургия. – М.: Изд. дом «Руда и металлы», 2008. – 528 с.
3. Стрижко Л.С. Металлургия золота и серебра. – М.: МИСИС, 2001. – 336 с.
4. Меретуков М.А. Хлоридная гидрометаллургия золота // Цветные металлы. – 2005. – № 12. – С. 54–61.
5. А.С.66817 Республика Казахстан, МПК8 С25С 7/00. Электролизер / С.В. Парунин. № 23512, заявка 2009/1460.1; Приоритет 11.12.2009.
6. Налимов В.В., Голикова Т.И. Логические основания планирования эксперимента. – М.: Металлургия, 1981. – 152 с.

Поступила 21.06.13 г.

UDC 66–958

DETERMINATION OF PROCESS CONDITIONS OF SINGLE-STAGE ELECTROCHEMICAL CHLORINATION OF GOLD-BEARING ARSENOPYRITE ORE

S.V. Parunin, V.V. Korobochkin*

Center of complex design, investigation of minerals and development of DeCh techniques, Ust Kamenogorsk, Kazakhstan

* Tomsk Polytechnic University

The authors have carried out the consistent planning and have implemented sets of the experiments to determine process conditions of single-stage electrochemical chlorination of gold-bearing arsenopyrite ore. The best process conditions of the single-stage electrochemical chlorination of gold-bearing arsenopyrite ore on Rodnikovskoe field were defined. The conditions allow achieving gold recovery rate equal 89...92 %.

Key words:

Technological regimes, process, electrochemical chlorination, gold, arsenopyrite ore, sodium chloride, copper sulfate.

REFERENCES

1. Lodeyshchikov V.V. *Tekhnologiya izvlecheniya zolota i srebra iz upornykh rud* (Gold and silver recovery technique from refractory ores). Irkutsk, Irgiredmet, 1999. 1, 2, 786 p.
2. Meretukov M.A. *Zoloto: khimiya, mineralogiya, metallurgiya* (Gold: chemistry, mineralogy, metallurgy). Moscow, Ruda i metall, 2008. 528 p.
3. Strizhko L.S. *Metallurgiya zolota i srebra* (Gold and silver metallurgy). Moscow, MISIS, 2001. 336 p.
4. Meretukov M.A. *Tsvetnye metally*, 2005. 12, pp. 54–61.
5. Parunin S.V. *A.S. 66817 Respublika Kazakhstan, MPK8 S25S 7/00. Electrolizer. № 23512, zayavka 2009/1460.1; prioritet 11.12.2009.*
6. Nalimov V.V., Golikova T.I. *Logicheskie osnovaniya planirovaniya eksperimenta* (Logical basis of experiment design). Moscow, Metallurgiya, 1981. 152 p.