

УДК 622.7

**ПРИМЕНЕНИЕ МИКРОВОЛНОВОЙ ОБРАБОТКИ
ДЛЯ СНИЖЕНИЯ СТЕПЕНИ УПОРНОСТИ УГЛЕРОДИСТЫХ КОНЦЕНТРАТОВ**

Т. Н. Александрова¹, А. В. Афанасова¹, А. В. Александров^{2,3}

¹*Санкт-Петербургский горный университет,*

E-mail: alexandrovat10@gmail.com, ул. 21-я линия В.О., 2, 199106, г. Санкт-Петербург, Россия

²*Санкт-Петербургский государственный университет промышленных технологий и дизайна,
ул. Большая Морская, 18, 191186, г. Санкт-Петербург, Россия*

³*Институт горного дела ДВО РАН, ул. Тургенева 51, 680000, г. Хабаровск, Россия*

Представлены результаты исследования влияния микроволновой обработки на повышение извлечения благородных металлов из упорных углеродистых руд. Степень упорности углеродистых концентратов определялась по результатам комплекса термических методов исследования. Битумен является дополнительным критерием для установления степени упорности продуктов обогащения. Проведены исследования влияния на нагрев пробы времени воздействия при различной мощности микроволновой печи. Изучен процесс нагрева высушенных флотационных концентратов и концентратов в растворе электролита. Подтверждена возможность применения микроволновой обработки флотационных концентратов для повышения извлечения золота из упорных углеродистых руд.

Упорные руды, благородные металлы, микроволновая обработка, битумен, кероген

DOI: 10.15372/FTPRPI20200116

Несмотря на существенный прогресс, достигнутый в разработке технологий переработки упорных благороднометалльных руд, эксплуатация месторождений данного типа руд характеризуется высокими потерями благородного металла не только на стадии обогатительного передела, но и на стадии металлургической переработки. Потери благородных металлов обусловлены тонкой вкрапленностью ценных компонентов в минералы-концентраты, их физической или химической депрессией при цианировании и присутствием сорбционно-активных по отношению к растворенным металлам примесей.

Актуальным способом решения проблемы является разработка новых технологических решений с использованием физико-энергетических методов воздействия на минеральное сырье. Данное направление исследований соответствует направлению развития прорывных технологий [1]. К физико-энергетическим методам воздействия на сырье относятся такие виды воздействия, как сверхвысокочастотная микроволновая, электроимпульсная, магнитно-импульсная и электрохимическая обработки, электродинамическое и ударно-волновое воздействия [2–5].

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 19-17-00096).

Классификация физико-энергетических методов воздействия на минеральное сырье в зависимости от энергозатрат на 1 т сырья: электроимпульсная, электрохимическая; магнитно-импульсная обработки; ультразвуковое воздействие; микроволновая обработка; электродинамическое воздействие, МЭМИ. К наименее энергозатратным (менее 10 кВт·ч/т) процессам относятся: микроволновая обработка, электрогидродинамические и ультразвуковые воздействия и мощные наносекундные электромагнитные импульсы.

Изучение в области разработки новых технологических решений с применением микроволновой обработки направлено на интенсификацию процессов рудоподготовительного и металлургического переделов [6, 7]. Главные преимущества микроволнового нагрева — быстрый и бесконтактный нагрев, возможность избирательного нагрева, высокий уровень автоматизации и экологичность.

Исследования по применению микроволнового нагрева проведены в области сушки, прокали, измельчения, выщелачивания, спекания, обжига/плавления, переработки сульфидных, железных, благороднометалльных руд и т.д. [2, 6–8]. Роль измельчения на последующее обогащение и разработка методов интенсификации рудоподготовки, в том числе электромагнитной обработки приведена в работах [3, 4, 9, 10,]. Микроволновая обработка на стадии рудоподготовки направлена на уменьшение энергозатрат на тонну руды за счет сокращения времени измельчения [11, 12]. В процессе воздействия происходит неравномерный нагрев рудных и породообразующих минералов, что приводит к растрескиванию вдоль границ минералов и расслаиванию породы. Дополнительно дефекты возникают вследствие испарения влаги. Рассматривается возможность применения микроволнового нагрева на стадии металлургической переработки, направленное на интенсификацию процессов выщелачивания, в том числе бактериального [13–15]. Проведенное исследование по сравнению времени термической и микроволновой обработки [16] процессов окисления органической матрицы, сушки, окисления серы показало сокращение временных затрат до 120 раз (рис. 1).



Рис. 1. Сравнение термической и микроволновой обработки: 1 — окисление органической матрицы (углистые сланцы); 2 — окисление органической матрицы (угли); 3 — сушка, растворение (железомарганцевые конкреции); 4 — окисление серы (сульфидные руды); 5 — разрушение силикатной матрицы (почва, пыли); 6 — растворение в смеси кислот (особо чистые вещества Nb, Ta и т. д.)

Указанные направления имеют принципиальный характер для повышения эффективности обогащительного передела. Для выбранного объекта исследований представляет интерес изучение влияния физико-энергетических методов воздействия на продукты обогащения для повышения извлечения ценных компонентов. В качестве метода воздействия выбрана микроволновая обработка.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Объектом изучения служили продукты переработки сульфидных золотосодержащих руд — флотационные концентраты. В [17] представлены термогравиметрические исследования флотационных концентратов для определения дополнительных критериев упорности. Установлено, что наличие органических соединений в виде битуменов является дополнительным критерием упорности, в связи с чем руды, содержащие наиболее сорбционно-активную составляющую, называются битуменсодержащими. Битумен используется при определении степени упорности продуктов обогащения и исходных руд. Анализ химического состава флотационного концентрата битуменсодержащих руд представлен ниже:

Продукт	Au, г/т	S _{общ.} , %	Fe _{общ.} , %	As, %	C _{общ.} , %	C _{орг.} , %
Сульфидный концентрат	85.40	21.20	17.55	8.93	2.89	2.55

Концентраты получены после измельчения мелкодробленной руды до крупности 90 % класса –71 мкм и последующего флотационного обогащения. В качестве флотационных реагентов использованы: депрессором пустой породы — кукурузный желтый декстрин, активатором сульфидных минералов — медный купорос, собирателем для сульфидных минералов (пирита и арсенопирита) — бутиловый ксантогенат калия и дитиофосфат натриевый бутиловый, вспенивателем — метилизобутилкарбинол.

Извлечение золота из концентратов после выщелачивания составляет 56.2 %. На рис. 2 показан общий вид флотационного концентрата в отраженном свете. Для исследования влияния микроволновой обработки на процесс извлечения золота из продуктов обогащения битуменсодержащих руд флотационные концентраты высушивались, затем помещались в фарфоровые тигли и обрабатывались в микроволновой печи. Температура в процессе обработки измерялась бесконтактным пирометром с лазерным указателем — пирометр 830-T4 (Testo). Использовалась микроволновая печь фирмы Moulinex мощностью до 600 Вт.

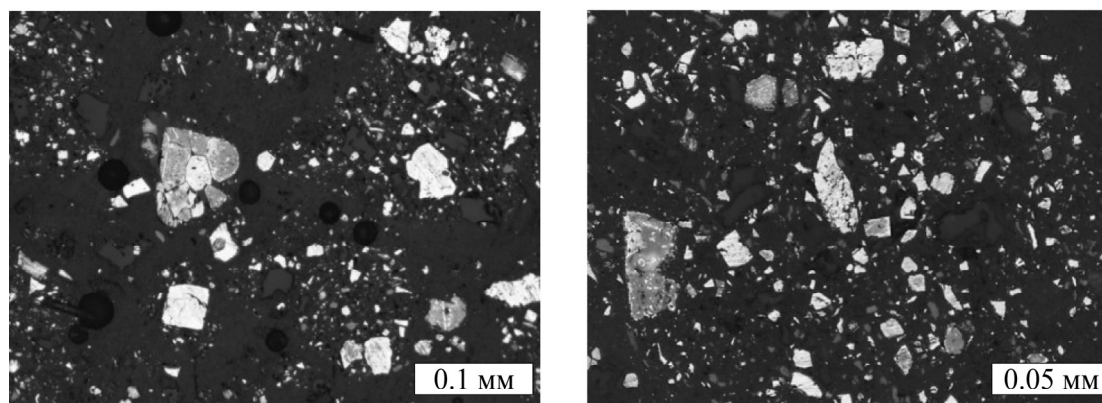


Рис. 2. Общий вид флотационного концентрата. Отраженный свет

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЯ

С целью термической деструкции битумена, температурный диапазон которой лежит в интервале 200–350 °С, выполнено исследование влияния микроволновой обработки на нагрев материала. Мощность микроволновой печи 240 и 600 Вт. Нагрев проводился как высушенного концентрата, так и концентрата в растворе электролита. В качестве электролита взят раствор с морской солью. Результаты эксперимента представлены на рис. 3.

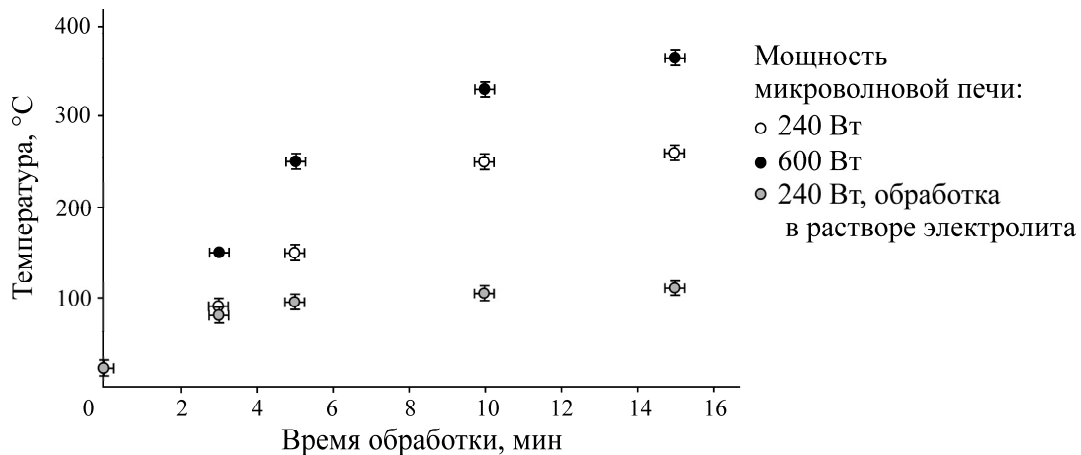


Рис. 3. Результаты эксперимента по исследованию влияния времени микроволновой обработки на нагрев пробы

На основе интерпретации результатов можно сделать вывод о том, что требуемый диапазон температур для деструкции битумена обеспечивает мощность микроволновой печи 600 Вт (рис. 3). Температура нагрева пробы в растворе электролита не поднималась выше 110 °С, что соответствует температуре кипения раствора. Мощность микроволновой печи, равная 240 Вт, не позволяет обеспечить нагрев до 350 °С.

Исследовано влияние времени обработки пробы в микроволновой печи при мощности 600 Вт на извлечение золота при выщелачивании из флотационных концентратов битуменсодержащих руд (рис. 4). Установлено, что с помощью микроволновой обработки для флотационных концентратов возможно повышение извлечения золота из флотационных концентратов на стадии выщелачивания на 13,9%. Мощность микроволновой печи при этом составляет 600 Вт, время обработки 12–16 мин.

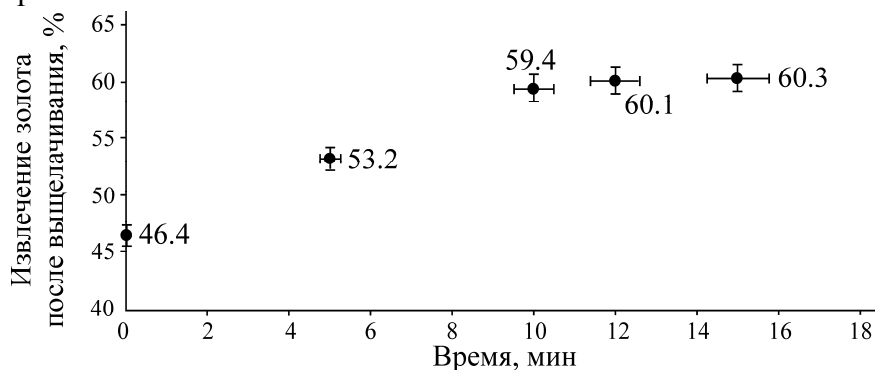


Рис. 4. Результаты исследования влияния микроволнового нагрева на извлечение золота после выщелачивания

На рис. 5 приведены результаты исследования гранулометрического состава флотационного концентрата до и после микроволновой обработки. Сделан вывод об увеличении процента частиц размером менее 75 мкм. Данный эффект связан с возникновением дефектов под воздействием нагрева, ввиду неоднородности нагрева порообразующих и рудных минералов.

С использованием комплекса термических методов анализа образцов битуменсодержащих руд исследована полнота термической деструкции битумена как наиболее сорбционно-активной составляющей. Испытывались образцы флотационных концентратов битуменсодержащих руд до и после микроволновой обработки. Результаты представлены для типичных для керогена и битумена фрагментов: метил-, этил- и пропил-ионов (рис. 6).

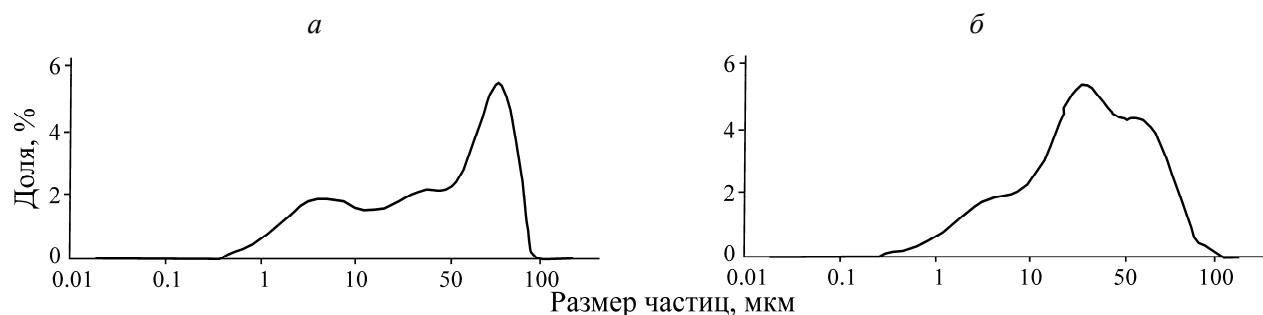


Рис. 5. Гранулометрический состав флотационных концентратов до и после микроволновой обработки: до (а) и после (б) микроволновой обработки

На основании анализа данных в образцах обнаружено присутствие битумена, что подтверждает наличие пиков в интервале температур от 150 до 350 °С (рис. 6а). На рис. 6б показаны результаты исследования для образцов флотационных концентратов после микроволновой обработки в течение 20 мин. Выявлена полная термическая деструкция наиболее сорбционно-активной углеродистой составляющей — битумена. На приведенных термограммах отсутствуют характерные пики в зоне пиролиза битумена.

Согласно рис. 4, можно сделать вывод, что оптимальное время для термической деструкции битумена с применением микроволновой обработки составляет 10–12 мин, при мощности микроволновой печи 600 Вт. Температура нагрева пробы при этом порядка 300–350 °С. Максимально возможное извлечение золота из сульфидных битуменосодержащих флотационных концентратов после выщелачивания равно 60.3 %.

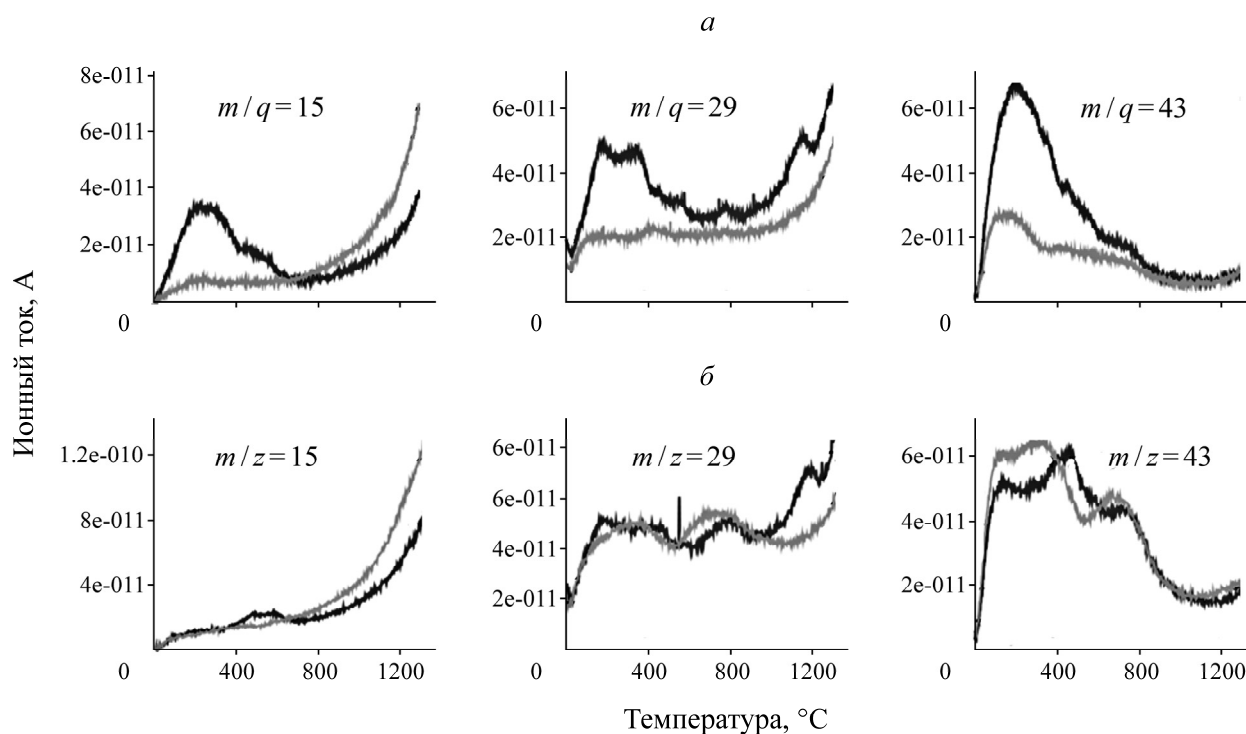


Рис. 6. Исследование образцов флотационных концентратов битуменосодержащих руд после микроволновой обработки с использованием термических методов анализа: а — до обработки; б — после обработки

ВЫВОДЫ

Исследованы результаты влияния микроволновой обработки на повышение извлечения благородных металлов из упорных углеродистых руд. На основании температурных данных термической деструкции битумена и состава органической составляющей упорных флотационных концентратов выявлен температурный диапазон микроволновой обработки. Изучено влияние на нагрев пробы времени воздействия при различной мощности микроволновой печи. Установлено, что требуемый диапазон температур для деструкции битумена обеспечивает мощность микроволновой печи 600 Вт.

Определено, что с применением микроволновой обработки для флотационных концентратов возможно повышение извлечения золота из флотационных концентратов на стадии выщелачивания. На основании интерпретации полученных результатов гранулометрического состава концентратов до и после обработки сделан вывод об увеличении процента частиц размером менее 75 мкм, что связано с возникновением дефектов из-за неоднородности нагрева породообразующих и рудных минералов. С использованием комплекса термических методов анализа образцов битуменсодержащих руд подтверждена полнота термической деструкции битумена как наиболее сорбционно-активной составляющей.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Голикова Т. А.** Прорывные технологии современности // Роль и место информационных технологий в современной науке. — Самара, 2019. — С. 62–64.
2. **Арсентьев В. А., Герасимов А. М., Котова Е. Л.** Термохимическое модифицирование сильвинитовой руды с использованием СВЧ-нагрева // Обогащение руд. — 2017. — № 6. — С. 3.
3. **Ростовцев В. И.** О технологической и экономической эффективности использования немеханических энергетических воздействий при переработке труднообогатимого минерального сырья // ФТПРПИ. — 2013. — № 4. — С. 145–155.
4. **Чантурия В. А., Бунин И. Ж., Лунин В. Д.** Применение высоковольтной импульсной техники и наносекундной электроники в процессах переработки благороднометалльного минерального сырья // Маркшейдерия и недропользование. — 2005. — № 5. — С. 32–43.
5. **Богачев В. И., Рязанцева М. В.** Влияние наносекундных электромагнитных импульсов на электрофизические свойства пирита и арсенопирита // ФТПРПИ. — 2009. — № 5. — С. 99–105.
6. **Газалеева Г. И., Назаренко Л. Н., Шигаева В. Н.** Разработка технологической схемы обогащения черного концентрата, содержащего тонкие шламы минералов олова и меди // Обогащение руд. — 2018. — № 6. — С. 20–26.
7. **Кондратьев С. А., Ростовцев В. И., Бочкарев Г. Р., Пушкарева Г. И., Коваленко К. А.** Научное обоснование и разработка инновационных технологий комплексной переработки труднообогатимых руд и техногенного сырья // ФТПРПИ. — 2014. — № 5. — С. 187–203.
8. **Romashev A. O.** Use of additive technologies to optimize design of classifying devices, IOP Conference Series: Materials Sci. and Eng, IOP Publishing, 2019, Vol. 665, No. 1. — P. 1–12. DOI:10.1088/1757-899X/665/1/012009
9. **Lvov V., Sishchuk J., and Chitalov L.** Intensification of Bond ball mill work index test through various methods, 17th Int. multidisciplinary scientific geoconference and expo SGEM, 2017, Vol. 17, Issue 11. — P. 857–864. DOI: 10.5593/sgem2017/11/S04.109
10. **Romashev A. O. and Aleksandrova T. N.** For the issue of statistical verification of data for beneficiation of ores with various geneses, ARPN J. of Eng. and Applied Scie, Vol. 19. — P. 5613–5619.

11. **Wang Y., Forssberg E., and Svensson M.** Microwave assisted comminution and liberation of minerals, *Min. Proc. on the Verge of the 21st Century*, Routledge, 2017. — С. 3–9.
12. **Bobicki E., Liu Q., and Xu Z.** Microwave treatment of ultramafic nickel ores: heating behavior, mineralogy and comminution effects, *Min.*, 2018, Vol. 8, No. 11. — С. 524.
13. **Peng Z. and Hwang J. Y.** Microwave-assisted metallurgy, *Int. Materials Rev.*, 2015, Vol. 60, Vol. 1. — С. 30–63.
14. **Altiner M.** Upgrading of iron ores using microwave assisted magnetic separation followed by dephosphorization leaching, *Canadian Metallurgical Quarterly*, 2019, Vol. 58, No. 4. — P. 445–455.
15. **Raayapudi V. and Dhawan N.** Microwave processing of banded magnetite quartzite ore for iron recovery, *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 2019, Vol. 72, No. 7. — P. 1697–1705.
16. **Гюльмалиев Э. А., Третьяков В. Ф., Талышинский Р. М., Борисов В. П., Мовсумзаде Э. М.** Химические аспекты развития технологии СВЧ. II. Применение микроволнового излучения в химии // *История и педагогика естествознания*. — 2016. — № 3. — С. 33–38.
17. **Александрова Т. Н., Хайде Г., Афанасова А. В.** Оценка упорности золотосодержащих руд на основе интерпретации данных термического анализа // *Зап. Горного института*. — 2019. — Т. 235. — С. 30–37.

Поступила в редакцию 28/I 2020

После доработки 30/I 2020

Принята к публикации 04/II 2020