

**СУЛЬФИДОВОЗГОНОЧНЫЙ ОБЖИГ
СУРЬИУСОДЕРЖАЩЕГО
ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКОГО СЫРЬЯ**

Ш. К. Акильбекова, Т. С. Даулетбаков, д.т.н.

Казахский национальный технический университет
им. К. И. Сатпаева

Сурьманы сульфид турыде ушыру ма^сатымен полиметалды шишаттыц цабаты-на кук1рт булары мен бейтарап газдыц коспасын беру кезде сурманьц белжу дэрежеа 98-99 %-фа жеп'п, ушырындыларда тауарлы ешм-крудум Sb_2S_3 алынады, Туйжд! сездер: полиметалды шишат, бейтарап газ, куйрт булары, ушыру.

The production technology of sulfide-sublimation antimony from polymetallic raw material with feed into layer of material of neutral gas and sulfur fumes mix is developed; high (98-99 %) extraction of antimony with obtaining in fumes of a commodity output - crudum Sb_2S_3 is achieved.

Key words: polymetallic raw material, neutral gas, sulfur fumes, sublimation.

Сурьма относится к стратегическим металлам и пользуется повышенным спросом на мировом рынке, поэтому разработка новых технологий, позволяющих повысить её извлечение, является актуальной задачей.

Сурьма присутствует в полиметаллических рудах и концентратах в основном свыше 93 % в виде минерала антимонита Sb_2S_3 и в незначительных количествах в виде тетраэдрита $3Cu_2S \cdot Sb_2S_4$ валентинита Sb_2C_3 и сервантита Sb_2O_3 . При переработке такого сырья в печах кипящего слоя по традиционной технологии часть сурьмы при температуре обжига свыше 700 °С окисляется до нелетучего оксида Sb_2O_3 , остающегося в огарке, что обуславливает в конечном итоге ее потери, степень извлечения сурьмы в возгоны не превышает 93-95 %.

По предложенной технологии для предотвращения образования нелетучего оксида сурьмы ожигение шихты осуществляется смесью нейтрального газа с помощью стандартных азотных генераторов. Нейтральная атмосфера предотвращает образование нелету-

чего оксида с получением в возгонах сурьмы на 99 % в виде сульфида SAJSJ, который является товарной продукцией - крудумом.

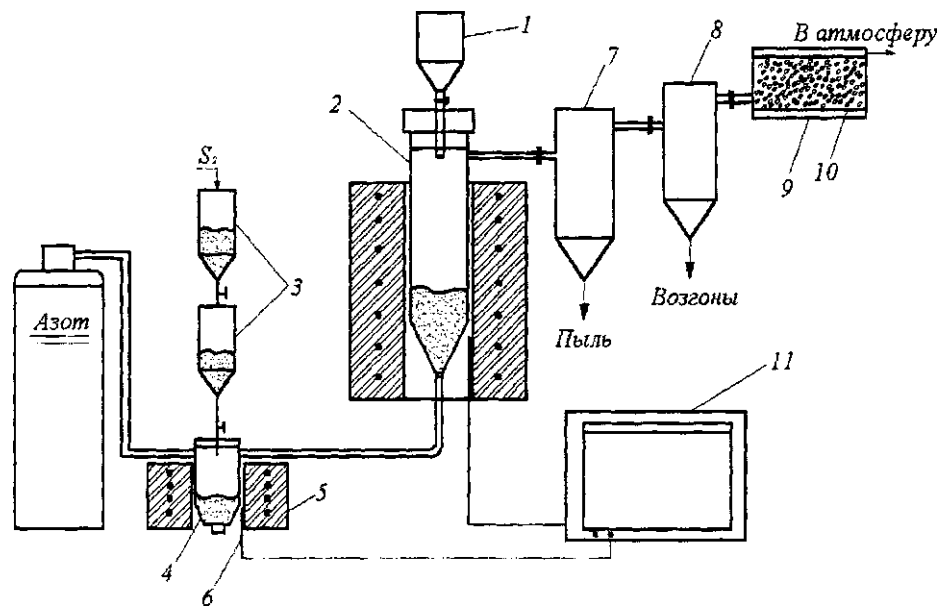
В работе исследовались материалы следующего состава, %: золото-сурьмяный концентрат 1 *Sb*- 58,8; 5- 21,6; *SiO₂*~ 18,1; *As* - 0,27; *Pb* - 0 \ *Fe* - 0,12; *Aip, Q, MgO* - 0; *C* - 0; *Au* - 38,0 г/т *Ag* - 0 г/т и золото-сурьмяная руда 2, %-содержащая: *Sb* - 22,4; 5-8,3; *SiO₂* - 53,0; *As* - 0,6; *Pb* - 0,05; *Fe* - 2,2; *Al₂O₃* - 5,3; *MgO* - 0,3; *C* - 4,5; *Au* - 21,0 г/т *Ag* - 0,001 г/т.

Петрографическим анализом в пробах 1 и 2 были обнаружены следующие минералы: антимонит, кварц, гидроксиды железа, каолинит, пирит, пирофилит (*AlF₃ • 4SiO₂ • H₂O*), ярозит [*KFe(SO₄) • (OH)*] и металлическое золото. Золото в этих пробах тесно ассоциировано с антимонитом и заключено в тонкую оболочку из гидроксидов железа.

Исследования проводились на установке кипящего слоя. Установка состоит из испарительного реакционного сосуда, представляющего собой кварцевую воронку с пористой пробкой из шамота в нижней части, кварцевой трубки, в которую помещался реакционный сосуд с навеской перерабатываемого материала, бункера с исходной навеской материала, бункеров подачи серы, испарителя серы, электропечи для нагрева воронки с навеской, фильтра для улавливания мелкодисперсных возгонов и пыли, баллона с нейтральным газом (азот), систем контроля и регулирования.

Проведение опытов осуществляли по следующей методике. Навеска исходного материала из приемного бункера 1 (рисунок) засыпалась в испарительный реакционный сосуд 2. Установка герметизировалась и нагревалась до заданной температуры. Порошок серы с помощью бункеров 3 засыпался в испаритель 4. После нагрева печей 5 устанавливался расход газа ротаметром так, чтобы обеспечивалось равномерное псевдооживление в воронке реакционного сосуда 1. Электропечь 5 опускалась в нижнее положение так, чтобы воронка с навеской материала оказалась в изотермической зоне печи. Момент нагрева навески до заданной температуры считался началом опыта. По окончании опыта печь поднимали и после охлаждения навески установку разбирали. Продукты отгонки взвешивали и анализировали. Исследования по определению степени отгонки соединений сурьмы из разбавленной кварцевым песком сарылахской руды в соотношении 1:1 проводились в зависимости от температуры и продолжительности. Навеска во всех опытах составляла 35 г.

Результаты усреднялись по 2-3 опытам. Добавка кварцевого песка в сурьмосодержащую руду обуславливалась необходимостью предотвращения спекания и оплавления перерабатываемого материала в кипящем слое.



Конструкция установки кипящего слоя:

- 1 - приемный бункер; 2 - испарительный реакционный сосуд; 3 - бункеры подачи порошка серы; 4 - испаритель серы; 5 - электропечь для исходной навески и испарителя серы; 6 - термопары; 7 - циклон; 8 - конденсатор; 9 - фильтр; 10 - набивка фильтра; 11 - электропотенциометр КСП-4

Опыты по влиянию температуры на степень отгонки сурьмы проводились со смесью фракций: - 2 + 1; - 1 + 0,5; - 0,5 + 0,25; - 0,25, взятых в соотношении 1:1:1:1. Продолжительность - 20 мин., содержание сурьмы в шихте - 11,2%. Влияние продолжительности на степень отгонки сурьмы из разубоженной кварцевым песком руды исследовалось при температуре 950 °С (1223 К), крупности шихты (- 2,0 + 0,25 мм), содержании сурьмы в шихте 11,2 %. Установлено, что основная масса сульфида сурьмы отгоняется в первые 15 мин. (табл. 1). Проведённые опыты по отгонке сурьмы из сурьмяной руды и концентрата Сарылахского месторождения из шихты, состоящей на 50 % из сурьмяного материала и 50 % кварцевого песка, показали высокую степень отгонки сурьмы. Так, при температуре 1023 К она составила свыше 94 %, при 1123 К - 96-97 %, при 1173 К - 97,7-98,6 %.

Таблица 1

Влияние температуры на степень отгонки сурьмы из сарылахской руды (из смеси с SiO₂:1)

№ опыта	Температура, К	Крупность шихты, мм	Степень отгонки Sb, %
1	1073	-2,0 + 1,0	95,2
2	1073	- 1,0 + 0,5	95,3
3	1073	-0,5	95,5
4	1123	-2,0 + 1,0	96,3
5	1123	- 1,0 + 0,5	96,5
6	1123	-0,5	96,6

Добавка такого количества кварцевого песка, установленного предварительными опытами, оказалась наиболее оптимальной для температур выше 1073 К при переработке богатых по сурьме (25-50 % Sb) навесок.

Исследования показали, что остаточное содержание сурьмы, например при температуре отгонки 1173 К и продолжительности опыта 15-20 мин., пропорционально исходному и не превышало 0,1-0,13 %. Но введение пустой породы нежелательно, так как при этом огарок разубоживается по золоту. Поэтому нами были проведены опыты по разбавлению руды огарком от предыдущих опытов. При таком же соотношении количества добавляемого огарка к руде или концентрату, что и кварцевого песка (50:50 %) содержание сурьмы в остатке было несколько выше, чем из смеси с кварцем. Так, при

температуре обработки 1173 К содержание сурьмы в остатке составило 0,2-0,22 % (табл. 2).

Таблица 2

**Результаты опытов
по влиянию продолжительности
на степень отгонки сурьмы**

опыта	Температура, К	Время отгонки, мин	Содержание Sb в остатке, %	Степень отгонки Sb, %
1	1173	10	0,28	96,2
2	1173	15	0,17	97,8
3	1173	20	0,15	98,3
4	1173	30	0,13	98,6

Возгоны, сконденсировавшиеся на холодных стенках кварцевой реторты, внутри которой помещался реакционный сосуд с исходной навеской, содержали 99,6 % Sb_2S_3 и до 0,3 % мышьяка. Золото в возгонах обнаружено не было ни спектральным, ни активационным анализом. Следовательно, возгоны представляли собой сульфид сурьмы с незначительным количеством мышьяка и отвечали требованиям ГОСТа на технический крудум. Золото практически на 100% оставалось в остатках и пыли. Содержание его достигло 30-35 г/т.

Таким образом, лабораторными исследованиями установлено, что из руды и концентрата Сарылахского месторождения сурьма может быть практически нацело выделена возгонкой в кипящем слое.