

АННОТАЦИОННЫЙ ОТЧЕТ

Тема исследования, разработки: Новые технологические процессы переработки труднообогатимых и упорных руд стратегически важных металлов
(государственный контракт № 02.515.12.0021
в поддержку ведущей научной школы НШ-2149.2008.3)

1. Характеристика созданной научной (научно-технической, инновационной) продукции

Актуальность темы обусловлена необходимостью создания эффективных технологических процессов рациональной переработки сложных по составу труднообогатимых и упорных руд месторождений Сибири стратегически важных металлов (титан, ниобий, золото, редкие металлы). Решение этой проблемы и дальнейшее развитие горно-металлургического комплекса на базе новых рудных месторождений Сибири обеспечивают потребность других отраслей широкой номенклатурой сплавов, материалов, химических соединений для высоких технологий.

- Экспериментально установлено, что летучие субхлориды алюминия $AlCl_x$ ($x < 3$) могут выполнять принцип восстановителя $TiCl_4$ до металла. Преимущество $AlCl_x$ в том, что субхлориды находятся в газообразном состоянии при температуре ниже точки кипения традиционных металлов-восстановителей (Na, Mg, Ca, Al). Газовый вариант металлотермии характеризуется максимальной удельной производительностью, простотой в организации процесса и аппаратном оформлении. Представлены термодинамические расчеты субхлоридного восстановления $TiCl_4$, термодинамика Ti-Al сплавов, результаты применения субхлоридов алюминия в селективной хлоридовозгонке оксидных минералов. Использование газофазного восстановителя и проведение реакции восстановления паров $TiCl_4$ в газовом потоке дает возможность полностью устранить контакт со стенками реактора введением защитного слоя инертного газа. Чистоту самого газофазного восстановителя на практике гарантирует отработанный в технологии метод получения субхлорида алюминия пропусканием паров $AlCl_3$ над расплавленным алюминием.

Предложена и обоснована субхлоридная технология рациональной переработки ильменитовых и титано-магнетитовых концентратов с получением металлического титана, рутила, титано-алюминиевых сплавов и порошков железа. Показано, что при определенных условиях хлорирования можно осуществлять селективное извлечение железа. Оптимальная температура процесса отгонки хлоридов железа 1100-1300 К, скорость хлорирования железа более чем в 200 раз выше скорости хлорирования титана. По химическому составу искусственный рутил, полученный при хлорировании ильменита, превосходит титановые шлаки, которые по традиционной схеме получают восстановительной плавкой ильменита в рудотермических печах. Схема комплексной переработки титаномагнетитовых концентратов (извлечение титана, ванадия, алюминия, кремния, железа) замкнута по хлору, позволяет сократить в 2-3 раза объемы твердых отходов (шлаки, кеки, возгоны), обеспечивает сокращение в производственном цикле ряда энерго- и ресурсозатратных стадий (получение ванадиевых шлаков, электрохимическое восстановление магния, электродугового переплава концентратов и др.).

- Исследована и разработана комбинированная гидро-пирометаллургическая схема комплексной переработки ниобиево-редкометалльных руд Чуктуконского месторождения (Красноярский край). Рациональное сочетание автоклавного выщелачивания руды и магнетизирующего обжига твердого продукта выщелачивания с последующей магнитной сепарацией железа обеспечивает перспективность освоения месторождений руд кор выветривания карбонатитов (Томторское, Чуктуконское). Автоклавное выщелачивание руды растворами HNO_3 при температуре 150-220 °С определяет селективное разделение РЗМ (извлечение в раствор 85-92%) и Nb (осадок 99,8%). Магнетизирующий обжиг

твердого осадка (900-1100 °С) и выделение основной массы железа магнитной сепарацией позволяют получать редкометалльный (ниобиевый) концентрат (5,5-6,0%) с извлечением Nb₂O₅ выше 80 %. Процесс рецикла азотной кислоты (термическое разложение отработанного нитратного раствора со стадии получения РЗМ концентратов) обеспечивает 98 % -ную регенерацию HNO₃, позволяет осуществить вывод ХДМ (химического диоксида марганца) и снижает эксплуатационные затраты на обезвреживание жидких отходов производства.

- Опробована схема переработки упорных золотосодержащих руд (технологические переделы: гидрохимическое окисление сульфидных минералов растворами 1M Fe(NO₃)₃, выщелачивание золота 0,02% раствором NaCN с одновременной сорбцией золота анионитом Purolite A 180, элюация щелочным раствором), позволяет упростить технологию и снизить капвложения на 5-10%, эксплуатационные затраты на 25-40%. При переработке руд разных месторождений (Олимпиадинское, Сухой лог, Бакырчик) отвальные хвосты содержат 0,03-0,3 г/т золота (извлечение Au в товарный элюат 98,8-99,9%). Степень окисления сульфидной серы при окислении равна 20,0-25,0 г/м²·час (при бактериальном выщелачивании - 0,5-0,8 г/м²·час). Механохимическая активация Au-содержащего Олимпиадинского концентрата в планетарной и вибрационной мельницах приводит к существенному изменению его физико-химических свойств, что следует из данных гранулометрических, рентгенографических и дериватографических его характеристик. В результате вскрытия сульфидов и перехода концентрата в повышенное реакционное состояние, увеличиваются эффективность его химического и бактериального выщелачивания и показатели по извлечению золота при последующем цианировании.

Процессы иммобилизации наночастиц, образующихся при взаимодействии комплексов золота с сульфид-ионами и моделирующие осаждение «невидимого» золота из водных растворов, их состав, химическое состояние и свойства изучены методами сканирующей зондовой микроскопии, рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии, рентгеновской спектроскопии поглощения, электрохимии. С ростом соотношения S/Au в исходном растворе падает скорость образования наночастиц металла и растет выход наночастиц сульфида золота, вероятно, частично формирующихся уже вне раствора. Количество золота, закрепляющегося на инертных поверхностях (графит, сульфиды и оксиды металлов), проходит через максимум при молярном отношении Na₂S/HAuCl₄ около 1,5-2 и зависит от природы подложки. Показано, что осажденный аморфный сульфид золота легко распадается с образованием наночастиц металла как при окислении на воздухе, так и под действием растворенных реагентов, в том числе восстановителей, и при электрохимическом окислении. Реакционная способность наночастиц в системе Au-S заметно ниже, по-видимому, из-за адсорбционного слоя серы полисульфидного типа.

2. Области и масштабы использования полученных результатов.

- *Область применения полученных результатов:* металлургия титана, ниобия, редкоземельных металлов, химическая технология производства пигментного TiO₂, золотодобывающая отрасль.

- *Вклад работы в развитие науки и техники:* создание принципиально новых субхлоридных процессов в металлургии цветных и редких металлов, комбинированных гидро-пиро- металлургических схем комплексной переработки труднообогатимых ультрадисперсных редкометалльных руд, установление взаимодействия комплексов золота с сульфид-ионами и модели осаждения «невидимого» золота.

- *Полученные результаты работы* могут быть использованы при разработке инвестиционных проектов (предложений) создания современных производств на базе новых рудных месторождений титана, ниобия, РЗМ, золота (горно-металлургическая отрасль), а также для модернизации действующих предприятий при вовлечении в переработку труднообогатимого и упорного рудного сырья. Процессы субхлоридной технологии в металлургии титана определяют перспективность попутного извлечения из поликомпонентного сырья железа, алюминия и кремния, повышение рентабельности

производства пигментного TiO_2 . Комбинированная технология переработки руд Чуктуконского месторождения представляет научно-технический потенциал развития редкометального производства России, исходные данные могут быть использованы для подготовки ТЭО временных и постоянных разведочных кондиций, ТЭО целесообразности инвестиций для подсчета запасов А+В+С.

- *Практическое внедрение полученных результатов.* Результаты работы ориентированы на их применение и использование: выданы исходные данные для изготовления плазмохимического стенда пилотной установки субхлоридной технологии, переданы ГПКК «КНИИГиМС» технико-экономические показатели разработки Чуктуконского месторождения, технологические параметры по переработке упорных золотосодержащих руд используются в разработках для ЗАО «Васильевский рудник» и ЗАО «Полюс. Золото».

- *Ожидаемые эффекты от использования полученных результатов:* сокращение в 2-3 раза объемов твердых отходов при переработке ильменитовых и титаномагнетитовых руд, повышение извлечения ниобия и РЗМ на 5-10 % при переработке ультрадисперсных карбонатитовых руд, снижение на 5-10 % капвложений при строительстве золотодобывающих предприятий и на 25-40 % эксплуатационных затрат при переработке сульфидных упорных руд.

Программные индикаторы и показатели работы:

- Публикации: 7 статей, в том числе монография:
 - О.Г.Парфенов, Г.Л.Пашков Проблемы современной металлургии титана /Монография. - Изд-во СО РАН, г. Новосибирск, 2008. - 279 с.;
 - А.Л.Михалев, О.Г.Парфенов Безотходная переработка ильменитовых и титаномагнетитовых концентратов //Химия в интересах устойчивого развития, 2008, Т.16, №2. - С.237-240;
 - O.G.Parfenov, G.L.Pashkov New Approach to Silicon Metallurgy // ISSN 0012-5008, Doklady Chemistry. - 2008. - Vol.-422. - Part 1. – p.p. 225-226;
 - О.Г.Парфенов, Г.Л.Пашков Новый подход в металлургии кремния // Доклады РАН. - 2008. - Т. 422. – N2. - С. 202-203;
 - Кузьмин, Д.В. Комбинированный экстракционно-электрохимический процесс извлечения брома из природных рассолов / Д.В. Кузьмин, В.И. Кузьмин, Г.Л. Пашков // Химия в интересах устойчивого развития. – 2008. – Т.16. - №3. – С. 275-281;
 - Михлин Ю.Л., Лихацкий М.Н., Ярославцева И.А., Борисова З.В. Изучение иммобилизованных продуктов сульфидного восстановления тетрахлоуроаурат-ионов // Журн. СФУ. Химия. - 2008.- №2. - С.142-150;
 - Yu. Mikhlin, M. Likhatski, Ye. Tomashevich, S. Trubina, S. Erenburg. XAS and XPS examination of the Au-S nanostructures produced via the reduction of aqueous gold (III) by sulphide ions. Nucl. Instrum. Methods. A. In press;
- Результаты исследований опробированы:
 - Михлин Ю.Л., Романченко А.С., Томашевич Е.В., Лихацкий М.Н., Карачаров А.А. Микро- и наноразмерная неоднородность поверхности сульфидных минералов, создающаяся при взаимодействии с водными растворами // Ежегодный семинар по экспериментальной минералогии, петрологии и геохимии (ЕСЭМПГ-2008), 22-23 апреля 2008 г. Тезисы докладов. Москва, ГЕОХИ РАН, 2008. - С. 53.
 - Yu. Mikhlin, M. Likhatski, Ye. Tomashevich, S. Erenburg. XAS and XPS examination of the Au-S nanostructures produced via the reduction of aqueous gold (III) by sulphide ions // In: Digest Reports of the XVII International Synchrotron Radiation Conference (SR-2008), June 15-20, 2008, Novosibirsk, Russia. Eds. M.V. Kuzin and A.D. Nikolenko. Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS, Novosibirsk, 2008. -P.7-15;
 - В.И. Кузьмин, Н.В. Гудкова, В.Н. Кузьмина «Влияние структурных факторов на экстракционное разделение разнозарядных катионов металлов» // Международная конференция “Техническая химия: от теории к практике”, г. Пермь, сентябрь 2008 г.

- Результаты НИР представлены планшетом «Технологические процессы переработки руд цветных, редких и благородных металлов» и рекламными проспектами на 16-ой специализированной выставке в области научных исследований и новых технологий «НАУКА СИБИРИ-2008» в рамках международного промышленного форума «СИБПОЛИТЕХ-2008» в Выставочном комплексе «Сибирская Ярмарка», г. Новосибирск, 28 - 31 октября 2008г, получено благодарственное письмо.

- Защита диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук (в рамках выполнения проектов НШ-2149.2008.3 и ГК №02.515.12.0021):

- Д.В. Кузьмин «Экстракционно-электрохимический процесс извлечения брома из природных рассолов», научный рук.: чл.-корр. РАН Г.Л. Пашков, 2008 г., специальность: 05.17.01 – технология неорганических веществ, успешно защищена в диссертационном Совете Д.003.041.01;

- М.Н. Лихацкий «Изучение образования наноразмерных продуктов восстановления HAuCl_4 сульфидом натрия в водных растворах», научный рук.: д.х.н. Ю.Л. Михлин, 2008 г., специальность: 02.00.04 –физическая химия, представлена к защите в диссертационный Совет Д.003.041.01;

Молодые специалисты, привлеченные к выполнению научных исследований – всего 8 чел.: аспирантов –3; научных работников – 5.

Директор ИХХТ СО РАН,
член-корр.РАН

Г.Л.Пашков

20 октября 2008 г.