



(12) **BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)**
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11) 
1-0020393

(51)⁷ **C22B 30/02, 11/00, 3/00**

(13) **B**

(21) 1-2016-02718

(22) 22.07.2016

(45) 25.02.2019 371

(43) 25.10.2016 343

(73) **TRƯỜNG ĐẠI HỌC CÔNG NGHIỆP HÀ NỘI (VN)**

Số 298 đường Cầu Diễn, phường Minh Khai, quận Bắc Từ Liêm, thành phố Hà Nội

(72) **Trần Đức Quý (VN), Phạm Đức Cường (VN), Phạm Đức Thắng (VN), Đào Duy Anh (VN)**

(54) **QUY TRÌNH CHẾ BIẾN QUẶNG ĐA KIM ANTIMON-VÀNG**

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình chế biến quặng đa kim antimon-vàng, trong đó quy trình này bao gồm các bước: tuyển quặng antimon từ quặng nguyên khai thành tinh quặng antimon và sản phẩm giàu arsen chứa vàng, chế biến antimon từ tinh quặng antimon, và xử lý thu hồi vàng từ sản phẩm giàu arsen chứa vàng và bùn dương cực chứa vàng thu được.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình chế biến quặng đa kim antimon-vàng để thu được antimon kim loại và tận thu được kim loại quý là vàng chứa trong quặng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Đã biết công nghệ tuyển các loại quặng sulfua antimon đã được nghiên cứu nhiều ở các nước và đã được áp dụng vào thực tế sản xuất, tạo ra được tinh quặng antimon có hàm lượng khác nhau, phục vụ tốt cho các ngành luyện kim. Tùy theo hàm lượng và thành phần khoáng vật trong tinh quặng mà áp dụng các phương pháp luyện kim khác nhau. Phương pháp được sử dụng phụ thuộc vào loại quặng như quặng sulfua, oxit, hoặc quặng phức tạp, hàm lượng của antimon dao động nằm trong khoảng từ 1,5 đến 60%. Quặng sulfua thường được tuyển tách bằng quá trình tuyển nổi, với quặng chứa Sb với lượng từ 1,5 đến 25% Sb thì được nung để tạo ra oxit, với loại quặng chứa Sb với lượng từ 25 đến 45% Sb thì được nấu chảy trong lò nung để sản xuất kim loại thô. Những quặng chứa Sb với lượng từ 45 từ đến 60% thì được nung nóng trong không khí để làm tan chảy sulfua antimon. Quặng oxit có chứa 30% Sb thì được nung trong lò cao để sản xuất kim loại thô. Với quặng có chứa Sb với hàm lượng trên 50% thì được tinh chế để tạo ra kim loại trong lò phản xạ. Hỗn hợp sulfua và quặng oxit thường được nấu chảy trong lò cao. Quặng antimon phức tạp được xử lý bằng cách tuyển tách, sau đó dùng điện phân để thu hồi kim loại.

Ngoài quy trình chế biến quặng antimon-vàng nêu trên, còn nhiều quy trình chế biến tương tự đã được nghiên cứu trên thế giới. Tuy nhiên, những quy trình nghiên cứu từ trước đến nay vẫn luôn gặp phải một vấn đề lớn là làm thế nào để thu được sản phẩm có độ sạch cao về thành phần hóa học, thành phần pha để nâng cao hoạt tính của sản phẩm. Ngoài ra, đối với các loại quặng

antimon có chứa các kim loại quý như vàng, thì các phương pháp chế biến quặng đã biết nêu trên vẫn chưa thu hồi được vàng trong quặng, dẫn đến lãng phí nguồn kim loại quý này. Do đó, các quy trình chế biến quặng antimon-vàng theo các cách tối ưu hơn, mà thu được sản phẩm antimon có độ sạch cao và tận thu được các kim loại quý như vàng trong quặng antimon vẫn là điều quan tâm lớn trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình chế biến quặng đa kim antimon-vàng bao gồm các bước:

- a) tuyển quặng antimon từ quặng nguyên khai thành tinh quặng antimon và sản phẩm giàu arsen chứa vàng, bao gồm các công đoạn:
 - gia công quặng nguyên khai bằng cách đập nghiền kết hợp với phân cấp thủy lực để thu được quặng có cỡ hạt nhỏ hơn 0,074mm; và
 - tuyển quặng antimon theo quy trình bao gồm các công đoạn: tuyển chính, tuyển tinh, tách arsen, và tuyển vết để thu được tinh quặng antimon và sản phẩm giàu arsen chứa vàng; sau đó sản phẩm giàu arsen chứa vàng này được tuyển nổi và thiêu để loại bỏ arsen và tạo ra sản phẩm chứa vàng, còn tinh quặng antimon được xử lý bằng bước (b) tiếp theo;
- b) chế biến antimon từ tinh quặng antimon thu được ở bước (a), trong đó bước chế biến này bao gồm các công đoạn:
 - vê viên tinh quặng antimon bằng cách phối trộn tinh quặng antimon thu được ở bước (a) với vôi, bentonit và than bột với tỷ lệ: tinh quặng: 94%, vôi: 2%, bentonit: 2%, và than bột: 2% (tính theo khối lượng của hỗn hợp cần vê viên), tiếp theo đưa phối liệu đã được trộn kỹ vào máy vê viên để tạo viên, sau đó vê viên trong máy vê viên đến khi đạt cỡ hạt nằm trong khoảng từ 10 đến 15 mm;

- thiêu bay hơi tinh quặng đã được vê viên ở nhiệt độ 1100°C , trong đó phối liệu cho công đoạn thiêu bay hơi này bao gồm: tinh quặng antimon đã được vê viên với lượng 70%, than cốc với lượng 20%, quặng sắt với lượng 8%, và vôi với lượng 2% (tính theo tổng trọng lượng phối liệu của tinh quặng, than cốc, quặng sắt, và vôi) để thu được antimon oxit;
 - luyện hoàn nguyên antimon oxit trong lò điện bằng cách phối trộn antimon oxit thu được với than cốc với lượng 12% khối lượng làm chất hoàn nguyên, chất trợ dung Na_2CO_3 với lượng 12% khối lượng, rồi nung luyện trong lò điện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 900°C đến 1000°C trong thời gian nằm trong khoảng từ 1 giờ đến 2 giờ để thu được antimon thô;
 - hòa tinh luyện antimon thô bằng cách nấu chảy antimon thô thu được trong lò ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 850°C đến 950°C và bổ sung hỗn hợp tạo xỉ gồm Na_2CO_3 và Na_2SO_4 theo tỉ lệ 1:1 đã được trộn đều và được bổ sung vào lò và được khuấy đều để tạo ra xỉ và tinh luyện ra antimon tinh; và
 - điện phân antimon tinh thu được trong dung dịch chứa KOH với nồng độ nằm trong khoảng từ 450g/l đến 500g/l và chứa Sb^{+3} trong dung dịch với nồng độ nằm trong khoảng từ 20g/l đến 22 g/l để thu được antimon tinh khiết ở một cực và cực còn lại là bùn dương cực chứa vàng thu được ở bước (b) và các kim loại có ích; và
- c) xử lý thu hồi vàng từ sản phẩm chứa vàng thu được ở bước (a) và bùn dương cực chứa vàng thu được ở bước (b), trong đó bước xử lý thu hồi này bao gồm các công đoạn:
- nung chảy hỗn hợp gồm sản phẩm chứa vàng thu được ở bước (a) và bùn dương cực chứa vàng thu được ở bước (b) trong kiềm ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 900°C đến 1000°C để chuyển hóa và hòa tan bùn, hỗn hợp đã nung được để nguội, lọc, tách nước và giữ lại cặn;

- phối trộn cặn sau hòa tách với borac với lượng 7-10% khối lượng, chì với lượng 5% khối lượng, và xô đa với lượng 5% khối lượng, rồi nấu chảy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 1000 đến 1200⁰C để thu được chì có chứa vàng;

- hòa tách chì có chứa vàng trong dung dịch axit nitric để thu được cặn vàng; và

- phối trộn cặn vàng với borac rồi nấu chảy để thu được vàng thành phẩm.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1. Sơ đồ tuyển quặng antimon-vàng theo sáng chế

Hình 2. Sơ đồ quy trình chế biến antimon từ tinh quặng antimon.

Hình 3. Sơ đồ quy trình xử lý sản phẩm chứa vàng sau tuyển nổi và thiêu và bùn dương cực để thu hồi vàng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Dưới đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết có dựa vào các hình vẽ kèm theo.

Trong các khoáng vật chứa antimon thì khoáng stibinit (khoáng dạng sulfua) là loại chiếm trữ lượng nhiều nhất. Do đó, đây là loại quặng quan trọng nhất trong ngành công nghiệp khai thác chế biến khoáng sản antimon. Phần lớn các quặng antimon được tuyển là quặng sulfua antimon có hàm lượng Sb từ 5% trở lên, hàm lượng vàng 1g/t trở lên.

Quy trình chế biến quặng đa kim antimon-vàng được mô tả chi tiết như dưới đây.

a) tuyển quặng antimon từ quặng nguyên khai thành tinh quặng antimon và sản phẩm giàu arsen chứa vàng:

Như được thể hiện trên hình 1, sơ đồ công nghệ tuyển cho quặng antimon bao gồm: công đoạn tuyển chính, công đoạn tuyển tinh, 5 công đoạn tuyển tách arsen và công đoạn tuyển vét. Quặng antimon nguyên khai được gia công đập nghiền kết hợp với phân cấp thủy lực để đạt kích thước hạt nhỏ hơn 0,074 mm. Quặng được cấp vào máy nghiền, sản phẩm sau nghiền được cấp vào máy tuyển chính Sb, sản phẩm bột tuyển chính được cấp vào máy tuyển tinh Sb lần 1, sản phẩm ngấn máy tuyển chính được đưa đi tuyển vét Sb lần 1, bột tuyển tinh Sb lần 1 được cấp vào máy tuyển tách As lần 1, sản phẩm bột tuyển vét Sb lần 1 cùng với ngấn tuyển tinh Sb lần 1 được cấp lại máy tuyển chính Sb. Sản phẩm của ngấn tuyển vét Sb lần 1 được cấp vào ngấn tuyển vét Sb lần 2, ngấn máy tuyển vét Sb lần 2 là quặng thải. Sản phẩm của ngấn máy tuyển tách As lần 1 được đưa vào tuyển tách As lần 2, sản phẩm của ngấn máy tuyển tách As lần 2 được đưa tuyển tách As lần 3, sản phẩm của ngấn máy tuyển tách As lần 3 được tuyển tách As lần 4, bột tuyển tách As lần 4 được quay lại tuyển tách As lần 3, sản phẩm của ngấn máy tuyển tách As lần 4 là quặng tinh Sb được lắng, tiếp theo là tiến hành quá trình lọc để thu được quặng tinh Sb. Sản phẩm bột tuyển vét Sb lần 2 cùng với bột tuyển tách As lần 1, bột tuyển tách As lần 2 và bột tuyển tách As lần 3 được đưa vào ngấn máy tuyển tách As lần 5 để thu được sản phẩm giàu As, ngấn máy tuyển tách As lần 5 được cấp lại tuyển tách As lần 1.

Như vậy quặng tinh antimon sẽ thu được ở ngấn máy tuyển tách arsen lần 4 và được chuyển qua bước chế biến tiếp theo. Kết thúc quá trình tuyển, thu được quặng tinh antimon và sản phẩm giàu arsen có chứa vàng, sau đó sản phẩm giàu arsen chứa vàng này được tuyển nổi và thiêu để loại bỏ arsen và tạo ra sản phẩm chứa vàng để làm nguyên liệu cho việc thu hồi vàng tiếp theo. Theo một phương án: sản phẩm giàu arsen chứa vàng có thể được tuyển nổi và thiêu để loại bỏ arsen và tạo ra sản phẩm chứa vàng bằng quy trình tuyển nổi và thiêu 2 giai đoạn nhằm nâng cao hàm lượng vàng. Giai đoạn tuyển nổi thực hiện công đoạn tuyển chính và 2 khâu tuyển tinh với chế độ tuyển: độ pH=9, thuốc tập hợp

Xantat=200g/t, thuốc tạo bọt dầu thông=100g/t. Bước thiêu thứ nhất được thực hiện ở nhiệt độ 350°C trong thời gian là 4 giờ. Bước thiêu thứ 2 được thực hiện ở nhiệt độ là 600°C trong thời gian 3 giờ. Kết thúc quy trình tuyển nổi và thiêu hai giai đoạn này đã làm tăng hàm lượng vàng và loại bỏ lượng lớn arsen và lưu huỳnh tạo điều kiện thuận lợi cho quá trình thu hồi vàng tiếp theo.

b) chế biến antimon từ tinh quặng antimon thu được ở bước (a):

Như được thể hiện trên Hình 2, bước chế biến antimon từ tinh quặng antimon được thực hiện, trong đó bước chế biến này bao gồm các công đoạn:

Vê viên tinh quặng antimon:

Quá trình vê viên tinh quặng antimon được thực hiện bằng cách phối trộn tinh quặng antimon với chất kết dính là vôi, bentonit và than bột và đưa phối liệu vào máy vê viên để tạo viên.

Cụ thể, quá trình vê viên tinh quặng được thực hiện như sau: tinh quặng antimon thu được sau quá trình tuyển nổi được phối trộn với chất kết dính với lượng là: 2% vôi, 2% bentonit, và 2% than bột (tính theo khối lượng của hỗn hợp cần vê viên), sau đó vê viên trong máy vê viên đến khi đạt cỡ hạt nằm trong khoảng từ 10 đến 15 mm. Trong quá trình vê viên, bổ sung nước vào tinh quặng. Tinh quặng antimon sau khi vê viên được đánh giá độ bền tươi tương đối khi cho viên quặng rơi từ độ cao 0,5m xuống một tấm thép phẳng, lặp đi lặp lại nhiều lần cho đến khi viên quặng xuất hiện vết nứt. Số lần lặp lại càng nhiều thì viên quặng có độ bền tươi càng lớn. Thông thường, sau 5 lần lặp lại mà viên quặng không xuất hiện vết nứt thì đạt tiêu chuẩn về độ bền tươi khi cấp vào thiết bị thiêu bay hơi.

Kết quả nghiên cứu tỷ lệ chất kết dính được thể hiện trong Bảng 1.

Bảng 1. Kết quả nghiên cứu tỷ lệ chất kết dính

TT	Tỷ lệ chất kết dính (% tính theo khối lượng tinh quặng)		Độ bền tươi*
	Vôi	Bentonit	
1	0	0	1
2	0	0,5	1
3	0,5	0	1
4	0,5	0,5	2
5	0,5	1	2
6	1	0,5	2
7	1	1	≤ 3
8	1	1,5	≤ 3
9	1,5	1	≤ 3
10	1,5	1,5	≤ 4
11	1,5	2	≤ 5
12	2	1,5	≤ 5
13	2	2	≥ 6
14	2	2,5	≥ 6

* Độ bền tươi là giá trị trung bình của 10 viên quặng rơi cho đến khi xuất hiện vết nứt hoặc vỡ.

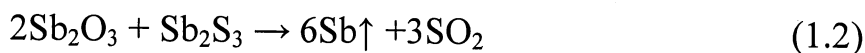
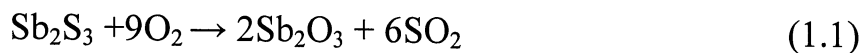
Từ Bảng 1 có thể thấy rằng, quặng sau khi vê viên khi không có chất kết dính hoặc chỉ có một trong hai chất kết dính là vôi hoặc bentonit thì sẽ vỡ ngay sau lần rơi đầu tiên. Do đó, để đảm bảo độ bền của viên quặng sau vê viên thì phải phối trộn tinh quặng và chất kết dính. Tỷ lệ chất kết dính tăng, thì độ bền tươi của viên quặng tăng. Độ bền tươi đạt giá trị tốt nhất khi hàm lượng chất kết dính $\geq 2\%$, tính theo khối lượng của hỗn hợp cần vê viên. Tác giả sáng chế nhận thấy rằng, tốt nhất là lựa chọn tỷ lệ chất kết dính là: vôi: 2%, bentonit: 2%, và than bột: 2% thì sẽ đạt kết quả tốt nhất.

Thiêu bay hơi:

Sau quá trình vê viên, các viên quặng được thiêu bay hơi, sau đó luyện hoàn nguyên để thu được antimon thô. Phối liệu cho quá trình thiêu bay hơi gồm

tinh quặng anitimon đã vôi viên với lượng 70%, than cốc với lượng 20%, quặng sắt với lượng 8%, và vôi với lượng 2% (tính theo tổng trọng lượng phối liệu). Phương pháp thiêu bay hơi có nhiều ưu điểm nổi bật như sau: tách được arsen khỏi antimon do arsen ở dạng oxit dễ bay hơi hơn antimon trioxit; nếu quặng chứa kim loại quý như vàng, bạc thì có thể thu hồi được từ bã quặng sau khi thiêu bằng các phương pháp thông thường dùng cho việc thu hồi vàng bạc; thất thoát antimon trong quá trình thiêu là rất nhỏ nếu các thiết bị ngưng tụ và thu hồi antimon trioxit từ khí lò được đảm bảo và tiêu thụ ít năng lượng;

Các phản ứng cơ bản để tạo thành antimon kim loại gồm:



Kết thúc quá trình thiêu hoàn nguyên, antimon oxit được thu hồi ở buồng ngưng, kênh, ống khói, hệ thống thu bụi túi vải.

Luyện hoàn nguyên antimon oxit:

Antimon oxit thu hồi được ở công đoạn trên được trộn đều với 12% than làm chất hoàn nguyên, 12% chất trợ dung Na_2CO_3 để tiến hành luyện trong lò điện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 900°C đến 1000°C trong thời gian nằm trong khoảng từ 1 giờ đến 2 giờ để thu được antimon thô. Với các điều kiện cụ thể như vậy để thu được sản phẩm của quá trình luyện hoàn nguyên là antimon thô tốt nhất.

Hỏa tinh luyện antimon thô:

Đối với quá trình hỏa tinh luyện antimon, antimon thô được đập nhỏ tới cỡ hạt 1cm để tạo thuận lợi cho quá trình nấu chảy. Antimon thô đã đập nhỏ được cho vào lò khi lò đạt nhiệt độ nằm trong khoảng từ 850°C đến 950°C . Sau một thời gian, antimon thô chảy lỏng hoàn toàn. Quá trình tinh luyện bắt đầu

thực hiện, hỗn hợp Na_2CO_3 và Na_2SO_4 theo tỉ lệ 1:1 đã trộn đều được thêm vào lò và khuấy đều. Lò duy trì ở nhiệt độ ban đầu trong suốt quá trình tinh luyện. Theo chu kỳ nằm trong khoảng từ 14 đến 16 phút/lần, thực hiện khuấy trộn kim loại lỏng bằng vật liệu phù hợp. Sau đó, lượng xỉ tạo thành trong lò được vớt ra, kim loại sau tinh luyện được để nguội. Kết thúc công đoạn hỏa tinh luyện này thu được antimon tinh.

Điện phân antimon tinh:

Phương pháp điện phân tinh luyện antimon được thực hiện trong dung dịch kiềm kali (KOH) đã được triển khai sản xuất trong công nghiệp và có khả năng thu được antimon có độ sạch cao 99,99%. Đối với quá trình điện phân tinh luyện antimon trong dung dịch kiềm kali, cực dương là các tấm antimon thô, cực âm là lá đồng sạch hoặc tấm thép không gỉ. Cực dương là antimon thô còn chứa nhiều tạp chất khác nhau, chúng có thể tồn tại ở dạng kim loại, phi kim hoặc tạo các pha có thế điện cực âm tính hoặc dương tính hơn Sb kim loại. Khi cho dòng điện chạy qua anot, quá trình hòa tan được ưu tiên xảy ra đối với pha nào có thế điện cực âm nhất, trong mỗi pha, kim loại (phi kim) nào có thế điện cực âm hơn lại được ưu tiên hòa tan trước. Khi phân cực anot, có thể một hoặc nhiều kim loại cùng có thế điện cực nhỏ hơn điện thế anot. Khi đó, chúng cùng bị hòa tan vào dung dịch. Để đánh giá khả năng bị hòa tan của một cấu tử phải dựa vào thế điện cực của cấu tử đó đối với môi trường điện phân kiềm (axit). Đối với antimon thô, thường có chứa các tạp chất kim loại chính như sau: Fe, Cu, Pb, As, Sn, v.v.. Các tạp chất có thế điện cực âm hơn antimon như Fe, Sn và As theo quy luật sẽ tan vào dung dịch cùng với Sb. Các tạp chất thuộc nhóm này trong quá trình điện phân tinh luyện có thể làm bẩn không đáng kể kim loại catot do tính dẫn cơ học. Khi nồng độ của chúng trong dung dịch cao hơn giới hạn hòa tan thì sẽ có hiện tượng kết tinh thành các muối bám trên bề mặt catot và làm bẩn catot. Trong quá trình điện phân, theo chu kỳ phải tiến hành làm sạch dung dịch để loại bỏ các tạp chất hòa tan dạng này, tránh hiện tượng kết tinh xảy

ra. Các tạp chất Pb, Bi, Cu và Ag có thể điện cực dương hơn antimon nên chúng không hòa tan mà bám chắc vào bề mặt anot và giữ nguyên hình dạng trong suốt thời gian điện phân tạo thành bùn dương cực.

Trong hệ thống điện phân tinh luyện antimon kiềm kali, dung dịch điện phân có hai thành phần chính là KOH và Sb^{3+} . Dung dịch điện phân gồm: KOH trong dung dịch với nồng độ nằm trong khoảng từ 450g/l đến 500g/l và Sb^{+3} trong dung dịch với nồng độ nằm trong khoảng từ 20g/l đến 22 g/l. Kết thúc quá trình điện phân tinh luyện, thu được sản phẩm antimon tinh khiết ở một cực và cực còn lại là bùn dương cực chứa vàng và các kim loại có ích.

c) xử lý thu hồi vàng từ sản phẩm chứa vàng thu được ở bước (a) và bùn dương cực chứa vàng thu được ở bước (b)

Như được thể hiện trên Hình 3, việc xử lý thu hồi vàng từ sản phẩm chứa vàng thu được ở bước (a) và bùn dương cực chứa vàng thu được ở bước (b) được thực hiện bằng cách nung hỗn hợp gồm sản phẩm chứa vàng thu được ở bước (a) và bùn dương cực trong kiềm để chuyển hóa và hòa tan bùn. Hỗn hợp này được trộn đều với kiềm rồi được nung ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 900°C đến 1000°C, duy trì trong thời gian nằm trong khoảng từ 18 đến 22 phút. Hỗn hợp đã nung được để nguội, lọc, tách nước và giữ lại cặn. Sấy khô cặn và cân định lượng để xác định mức độ tạo hợp chất hòa tan của bùn dương cực trong kiềm nóng chảy.

Phôi trộn cặn sau hòa tách với borac với lượng 7-10% khối lượng, chì với lượng 5% khối lượng, và xô đa với lượng 5% khối lượng, rồi nấu chảy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 1000 đến 1200°C để thu được chì có chứa vàng. Bản chất của quá trình hỏa luyện nấu chảy này là: ở nhiệt độ này, toàn bộ các hợp chất antimonat, ferat, arsenat đều bị chảy lỏng thành xỉ. Tiến hành rót xỉ ra ngoài, vàng nặng nóng chảy và co cụm lại ở đáy nồi được tách ra và thu hồi. Tiếp theo là hòa tách chì có chứa vàng trong dung dịch axit nitric để thu

được cặn vàng; và phối trộn cặn vàng với borac rồi nấu chảy để thu được vàng thành phẩm.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được giải thích một cách chi tiết hơn thông qua ví dụ dưới đây, nhưng cần hiểu rằng sáng chế không chỉ giới hạn ở ví dụ này.

Ví dụ của sáng chế được thực hiện đối với quặng đầu vào là 1,8 tấn quặng antimon-vàng tại vùng Hà Giang – Tuyên Quang.

Bước a) Tuyển quặng antimon

Từ kết quả nghiên cứu thành phần và cấu trúc quặng antimon vùng mỏ Hà Giang - Tuyên Quang thấy rằng, khoáng vật chứa antimon xâm tán trong đá ở các độ hạt khác nhau, từ thô đến mịn và rất mịn (0,01 – 0,3mm).

Quặng đầu là quặng nguyên khai được tuyển thành tinh quặng antimon, trong đó bước tuyển quặng này bao gồm các công đoạn: gia công quặng nguyên khai bằng cách đập nghiền kết hợp với phân cấp thủy lực để thu được quặng có cỡ hạt nhỏ hơn 0,074mm; và tuyển quặng antimon trong máy tuyển để thu được tinh quặng antimon. Quy trình tuyển bao gồm: công đoạn tuyển chính, công đoạn tuyển tinh, công đoạn tách arsen và công đoạn tuyển vét, với các điều kiện tuyển sau: Tuyển chính: độ pH=8; $Pb(NO_3)=800g/T$; Butylxantat=250g/T; M800=90g/T; thời gian tuyển 3 phút. Tuyển tinh: 5 phút. Tuyển vét 1: Butylxantat=100g/T; M800=45g/T; thời gian tuyển 1 phút. Tuyển vét 2: Butylxantat=75g/T; M800=20g/T; thời gian tuyển 2 phút. Tuyển tách arsen: pH=10,5. Kết thúc bước tuyển này thu được 204kg tinh quặng antimon và 220kg sản phẩm chứa vàng để sử dụng thu hồi vàng ở bước tiếp theo.

Bước b) chế biến antimon từ 204kg tinh quặng antimon thu được ở bước (a)

204kg quặng antimon thu được sau bước tuyển nêu trên được trộn với 4kg vôi và 4kg bentonit (2% vôi và 2% bentonit) và được vê viên trong máy vê viên

với đường kính mâm quay 400mm, tốc độ quay 70 vòng/phút, cho đến khi viên quặng đạt cỡ hạt từ 10 đến 15 mm sẽ được lấy ra cho đến hết mẻ.

Tiếp theo, quặng đã vê viên được thiêu oxy hóa với phối liệu như sau: 220kg quặng đã vê viên, than cốc: 60kg, quặng sắt: 24kg, vôi: 8 kg, chiều cao cột liệu: 700 mm. Nhiệt độ thiêu được duy trì ở 1100°C . Kết thúc quá trình thiêu, thu được 90kg bột antimon oxit ở buồng ngưng, kênh, ống khói, hệ thống thu bụi túi vải. Sau đó, antimon thu được được trộn đều với 12% than làm chất hoàn nguyên (10,8kg), 12% chất trợ dung Na_2CO_3 (10,8kg), và được luyện trong lò điện ở nhiệt độ 950°C trong thời gian 1 giờ 30 phút. Sản phẩm của quá trình luyện hoàn nguyên là 65kg antimon thô. Tiếp theo, tiến hành hỏa tinh luyện antimon thô. Mỗi mẻ tinh luyện được thực hiện với khối lượng 10kg antimon thô. Antimon thô được đập nhỏ tới cỡ hạt 1cm để thuận lợi cho quá trình nấu chảy. Antimon thô đã được đập nhỏ được cho vào lò khi lò đạt nhiệt độ 900°C . Sau thời gian khoảng 30 phút, antimon thô chảy lỏng hoàn toàn. Quá trình tinh luyện bắt đầu thực hiện, 10% hỗn hợp Na_2CO_3 và Na_2SO_4 theo tỉ lệ 1:1 đã trộn đều được thêm vào lò và khuấy đều. Lò duy trì ở nhiệt độ 900°C trong suốt quá trình tinh luyện. Theo chu kỳ 15 phút/lần, thực hiện khuấy trộn kim loại lỏng bằng thanh củi khô. Kết thúc thời gian tinh luyện, lượng xỉ tạo thành trong lò được vớt ra. Kim loại sau tinh luyện được để nguội. Kết thúc quá trình hỏa tinh luyện thu được 54kg antimon tinh từ 65kg antimon thô. Tiếp theo, tiến hành điện phân tinh luyện: antimon tinh thu được sau quá trình hỏa tinh luyện được tinh luyện tiếp trong dung dịch điện phân, với dung dịch điện phân chứa KOH với lượng 475 g/l; và nồng độ Sb^{3+} trong dung dịch là 21,7g/l để thu được 51,5kg antimon tinh (99,65% Sb) và 2,5kg bùn dương cực.

Bước c) xử lý sản phẩm chứa vàng (220kg) thu được ở bước (a) và bùn dương cực (2,5kg) để thu hồi vàng: bằng cách nấu luyện sản phẩm chứa vàng thu được ở bước (a) và bùn dương cực để thu hồi vàng. Tiến hành nấu luyện mẻ lớn 222,5 kg hỗn hợp bùn dương cực và sản phẩm chứa vàng thu được theo sơ đồ được thể hiện trên Hình 3, thu được hỗn hợp chì. Hòa tách lượng chì này trong axit nitric

và nấu luyện cặn hòa tách thành cặn vàng. Phôi trộn cặn tinh có chứa vàng này với Borax ($\text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_4$ và NaNO_3) rồi nấu chảy trong lò Tamman để đưa các tạp chất kim loại và oxit của nó vào xỉ. Kết quả sẽ thu được 2,2g vàng với độ sạch 99,5% Au.

Hiệu quả của sáng chế

Bằng cách sử dụng quy trình theo sáng chế, việc chế biến quặng antimon-vàng được thực hiện một cách có hiệu quả, thu được sản phẩm antimon sạch và thu hồi được vàng, loại bỏ được hầu như hoàn toàn những tạp chất trong tự nhiên đi kèm với quặng. Ngoài ra, việc chế biến quặng antimon-vàng theo quy trình theo sáng chế cũng đạt được năng suất cao để có thể áp dụng cho sản xuất công nghiệp.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình chế biến quặng đa kim antimon-vàng bao gồm các bước:

a) tuyển quặng antimon từ quặng nguyên khai thành tinh quặng antimon và sản phẩm giàu arsen chứa vàng, bao gồm các công đoạn:

- gia công quặng nguyên khai bằng cách đập nghiền kết hợp với phân cấp thủy lực để thu được quặng có cỡ hạt nhỏ hơn 0,074mm; và

- tuyển quặng antimon theo quy trình bao gồm các công đoạn: tuyển chính, tuyển tinh, tách arsen, và tuyển vết để thu được tinh quặng antimon và sản phẩm giàu arsen chứa vàng; sau đó sản phẩm giàu arsen chứa vàng này được tuyển nổi và thiêu để loại bỏ arsen và tạo ra sản phẩm chứa vàng, còn tinh quặng antimon được xử lý bằng bước (b) tiếp theo;

b) chế biến antimon từ tinh quặng antimon thu được ở bước (a), trong đó bước chế biến này bao gồm các công đoạn:

- vê viên tinh quặng antimon bằng cách phối trộn tinh quặng antimon thu được ở bước (a) với vôi, bentonit và than bột với tỷ lệ: tinh quặng: 94%, vôi: 2%, bentonit: 2%, và than bột: 2% (tính theo khối lượng của hỗn hợp cần vê viên), tiếp theo đưa phối liệu đã được trộn kỹ vào máy vê viên để tạo viên, sau đó vê viên trong máy vê viên đến khi đạt cỡ hạt nằm trong khoảng từ 10 đến 15 mm;

- thiêu bay hơi tinh quặng đã được vê viên ở nhiệt độ 1100°C, trong đó phối liệu cho công đoạn thiêu bay hơi này bao gồm: tinh quặng antimon đã được vê viên với lượng 70%, than cốc với lượng 20%, quặng sắt với lượng 8%, và vôi với lượng 2% (tính theo tổng trọng lượng phối liệu của tinh quặng, than cốc, quặng sắt, và vôi) để thu được antimon oxit;

- luyện hoàn nguyên antimon oxit trong lò điện bằng cách phối trộn antimon oxit thu được với than cốc với lượng 12% khối lượng làm chất hoàn nguyên, chất trợ dung Na_2CO_3 với lượng 12% khối lượng, rồi nung

luyện trong lò điện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 900°C đến 1000°C trong thời gian nằm trong khoảng từ 1 giờ đến 2 giờ để thu được antimon thô;

- hòa tinh luyện antimon thô bằng cách nấu chảy antimon thô thu được trong lò ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 850°C đến 950°C và bổ sung hỗn hợp tạo xỉ gồm Na_2CO_3 và Na_2SO_4 theo tỉ lệ 1:1 đã được trộn đều và được bổ sung vào lò và được khuấy đều để tạo ra xỉ và tinh luyện ra antimon tinh; và

- điện phân antimon tinh thu được trong dung dịch chứa KOH với nồng độ nằm trong khoảng từ 450g/l đến 500g/l và chứa Sb^{+3} trong dung dịch với nồng độ nằm trong khoảng từ 20g/l đến 22 g/l để thu được antimon tinh khiết ở một cực và cực còn lại là bùn dương cực chứa vàng thu được ở bước (b) và các kim loại có ích; và

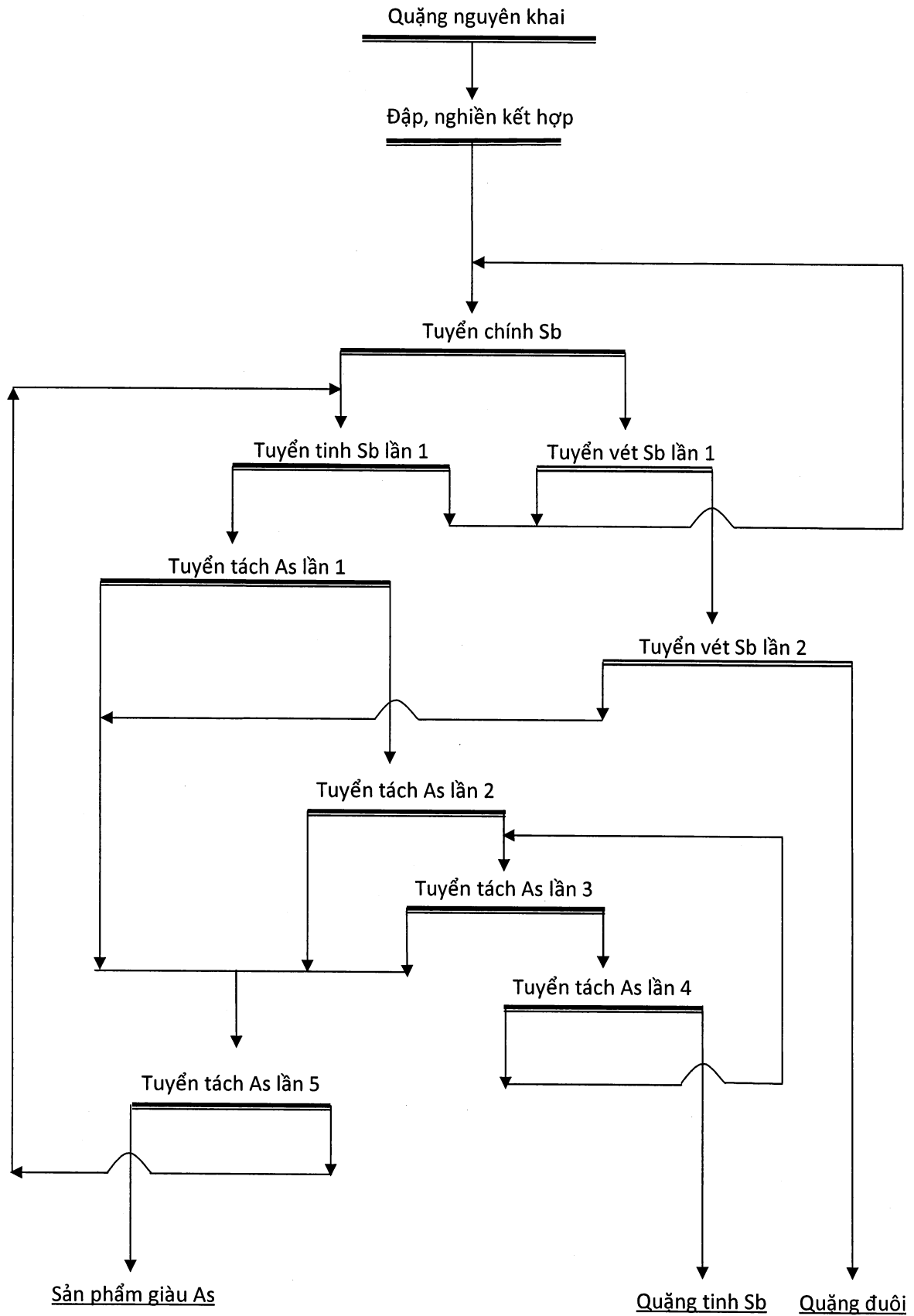
c) xử lý thu hồi vàng từ sản phẩm chứa vàng thu được ở bước (a) và bùn dương cực chứa vàng thu được ở bước (b), trong đó bước xử lý thu hồi này bao gồm các công đoạn:

- nung chảy hỗn hợp gồm sản phẩm chứa vàng thu được ở bước (a) và bùn dương cực chứa vàng thu được ở bước (b) trong kiềm ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 900°C đến 1000°C để chuyển hóa và hòa tan bùn, hỗn hợp đã nung được để nguội, lọc, tách nước và giữ lại cặn;

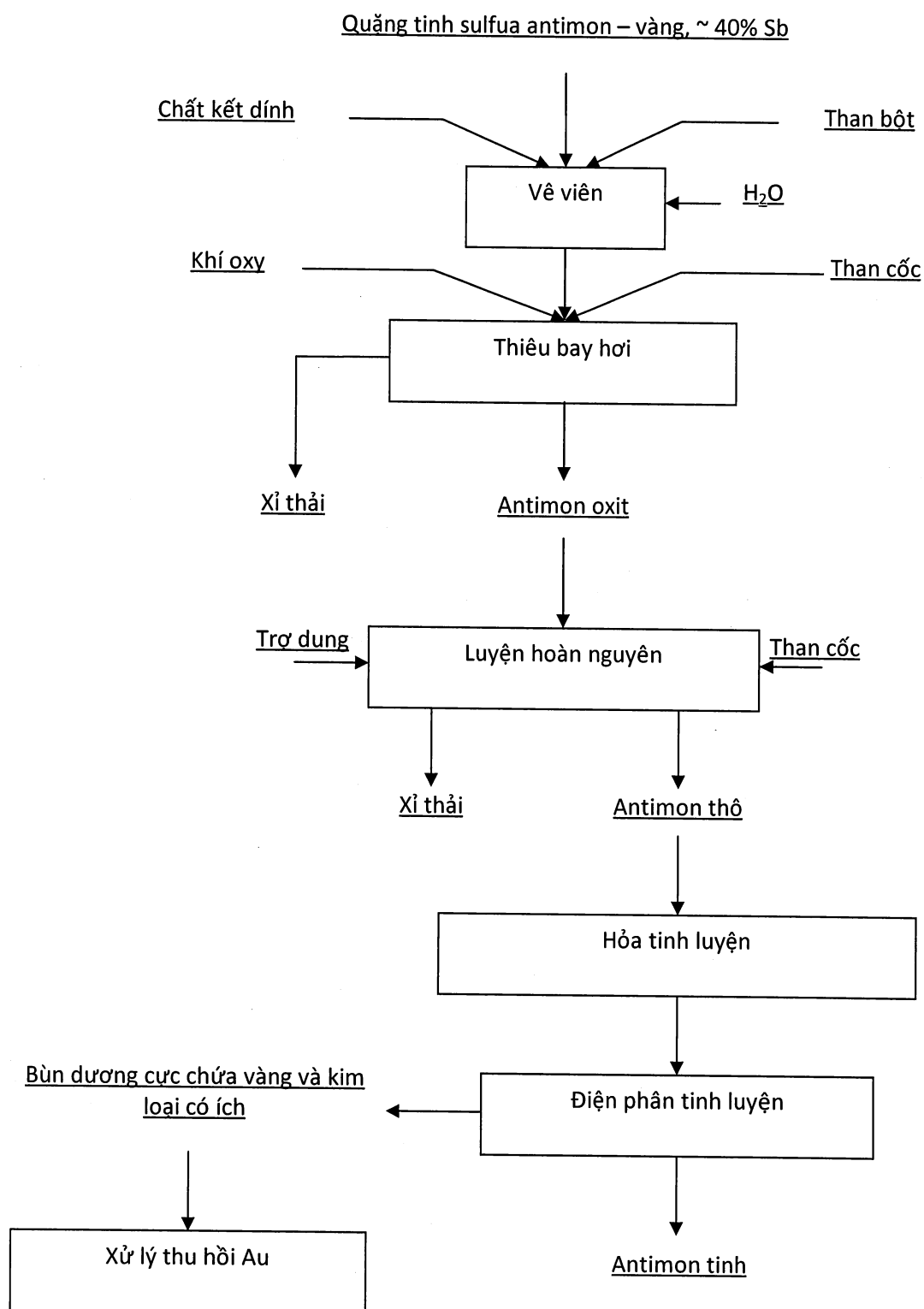
- phối trộn cặn sau hòa tách với borac với lượng 7-10% khối lượng, chì với lượng 5% khối lượng, và xô đa với lượng 5% khối lượng, rồi nấu chảy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 1000 đến 1200°C để thu được chì có chứa vàng;

- hòa tách chì có chứa vàng trong dung dịch axit nitric để thu được cặn vàng; và

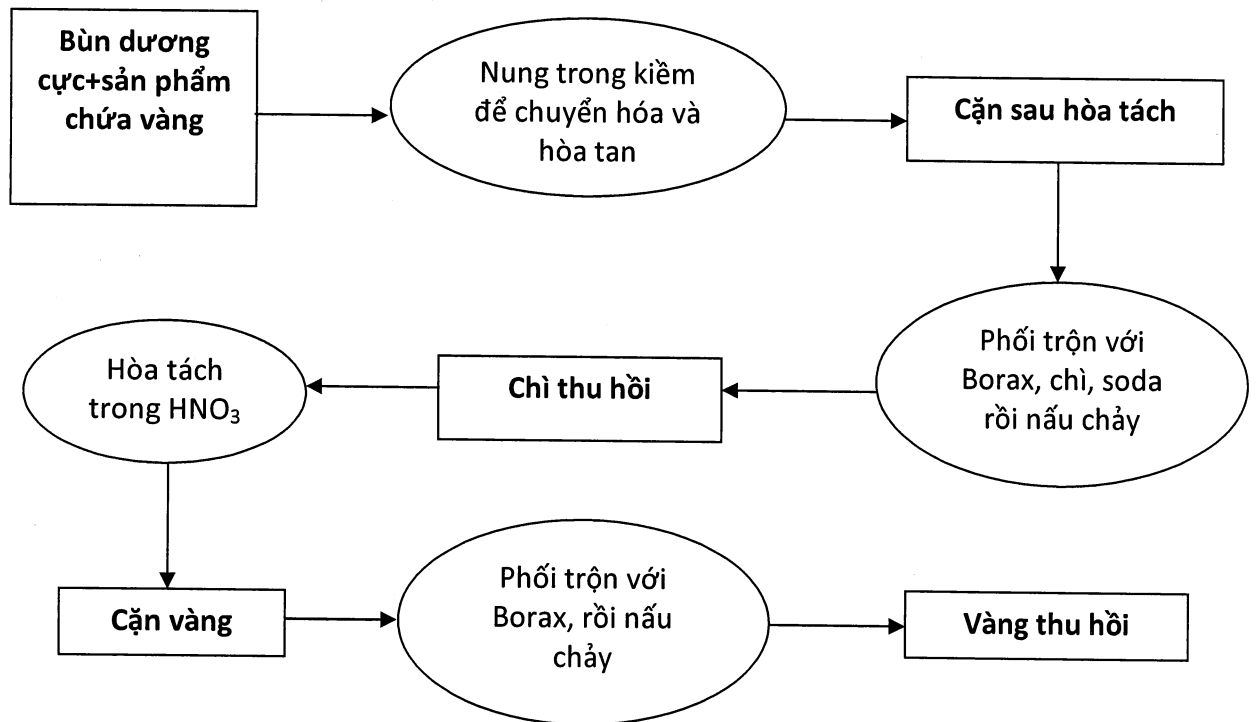
- phối trộn cặn vàng với borac rồi nấu chảy để thu được vàng thành phẩm.



Hình 1. Sơ đồ tuyển quặng antimon-vàng theo sáng chế



Hình 2. Sơ đồ quy trình chế biến antimon từ tinh quặng antimon



Hình 3. Sơ đồ quy trình xử lý sản phẩm chứa vàng sau tuyển nổi và thiêu và bùn dương cực để thu hồi vàng