

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(21) **201700398** (13) **A1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки
2019.02.28

(22) Дата подачи заявки
2017.08.11

(51) Int. Cl. **C22B 11/00** (2006.01)
C22B 11/08 (2006.01)
C22B 3/24 (2006.01)
C22B 3/06 (2006.01)

**(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ ИЗ РУД И КОНЦЕНТРАТОВ
ДВОЙНОЙ УПОРНОСТИ**

(96) 2017000067 (RU) 2017.08.11

(71) Заявитель:
**АКЦИОНЕРНОЕ
ОБЩЕСТВО "ПОЛИМЕТАЛЛ
ИНЖИНИРИНГ" (RU)**

(72) Изобретатель:
**Ковалев Василий Николаевич,
Каплан Савелий Федорович,
Цыплаков Валерий Николаевич,
Агапов Игорь Александрович,
Воробьев-Десятовский Николай
Владимирович (RU)**

(57) Изобретение относится к области гидрометаллургии драгоценных металлов и может быть использовано для извлечения золота из золотосодержащих руд и концентратов, в частности для извлечения золота из руд и концентратов двойной упорности. Задачей изобретения является создание способа, обеспечивающего повышенную степень извлечения золота в товарную продукцию из руд и концентратов двойной упорности.

В способе получения драгоценных металлов из руд и концентратов двойной упорности, включающем кислотную обработку измельченного концентрата с получением кислой пульпы, автоклавное окисление полученной пульпы при повышенных температуре и давлении кислорода, охлаждение выщелоченной пульпы, кондиционирование пульпы и дальнейшее извлечение золота сорбционным цианированием кондиционированной пульпы, согласно изобретению автоклавное окисление осуществляют при температуре 220-250°C и парциальном давлении кислорода 2-12 бар, окисление осуществляют в течение времени, необходимого для выжигания большей части природных углеродсодержащих сорбентов, сорбирующих золото, в интервале от 2 до 8 ч, причем окисление золотосодержащих минералов, в частности пирита и арсенопирита, присутствующих в рудах и концентратах, осуществляют в течение первого часа, а в последующий период времени осуществляют выжигание природных углеродсодержащих сорбентов не менее чем на 60-90%. Согласно изобретению для увеличения степени извлечения золота в жидкую фазу пульпы перед автоклавированием вводят добавку хлоридов щелочных или щелочно-земельных металлов в пределах от 10 до 50 мг/л.

A1

201700398

201700398

A1

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ ИЗ РУД И КОНЦЕНТРАТОВ ДВОЙНОЙ УПОРНОСТИ

Изобретение относится к области гидрометаллургии драгоценных металлов и может быть использовано для извлечения золота из упорных золотосодержащих руд и концентратов, в частности для извлечения золота из руд и концентратов двойной упорности.

Известно, что одной из причин упорности руд и концентратов, содержащих золото, является наличие тонкодисперсного золота в сульфидах, обычно в пирите и арсенопирите, присутствующих в рудах и концентратах. Кроме того, в упорных золотосодержащих рудах и концентратах содержится также органическое углистое вещество, обладающее сорбционной активностью по отношению к цианидному комплексу золота (явление прегроббинга), что придает сырью дополнительную упорность. Поэтому такое сырье часто называют сырьем двойной упорности.

Известно техническое решение, описанное в патенте РФ № 2434064, МПК C22B11/00, C22B3/04, приоритет от 16 июля 2010 года на изобретение: "Способ переработки упорного сульфидного золотосодержащего сырья", включающий его тонкое измельчение, автоклавное окислительное выщелачивание под давлением кислорода, цианирование кек с извлечением золота в цианистый раствор, при этом автоклавное окислительное выщелачивание ведут при температуре 125 - 150°C, кек после выщелачивания, содержащий элементарную серу, распульповывают водой, в пульпу добавляют щелочной агент и проводят автоклавное окисление серы при ее растворении и окислении до сульфатной формы, а цианированию подвергают кек после автоклавного окисления серы. Автоклавное окислительное выщелачивание сырья ведут при давлении кислорода 0,4 - 1,2 МПа до достижения степени окисления сульфидной серы не менее 98%, в качестве щелочного агента при автоклавном окислении серы используют известь с расходом, обеспечивающим значение pH в конечной пульпе 8,5–10,5. Автоклавное окисление серы ведут при температуре 100–150°C и давлении кислорода 0,3–1,0 МПа. Автоклавное окисление серы ведут до остаточного содержания тиосульфат- иона в конечном растворе менее 100 мг/л.

Известно техническое решение, касающееся способа переработки упорных золотосодержащих концентратов с применением автоклавного окислительного выщелачивания, описанное в патенте США №4610724. Концентрат подвергают кислотной обработке для разрушения карбонатов (декарбонизации) и выщелачивают в автоклаве при температуре 135-250°C под давлением кислорода 0,5-5,0 МПа. В процессе автоклавного выщелачивания золотосодержащие сульфиды окисляются, а содержащееся в них упорное тонкодисперсное золото освобождается. Выщелоченную пульпу охлаждают в самоиспарителе и направляют в систему непрерывной противоточной декантации, где отмывают твердый остаток от кислоты и растворимых соединений железа и мышьяка, образовавшихся при автоклавном окислении. Из отмытого автоклавного остатка золото извлекают одним из традиционных методов цианирования (CIL, CIP, RIL, RIP).

Описанный способ не обеспечивает высокого извлечения золота из упорных золотосодержащих руд и концентратов, содержащих органическое углистое вещество, так как при автоклавном окислении упорных золотосодержащих руд и концентратов происходит не только вскрытие тонкодисперсного золота, но и потери золота в результате прегроббинга.

Известно техническое решение, описанное в патенте РФ № 2552217, МПК C22B11/00, C22B3/06, приоритет от 4 апреля 2014 года на изобретение: "Способ переработки золотосодержащих концентратов двойной упорности", включающий кислотную обработку измельченного концентрата с получением кислой пульпы, автоклавное окислительное выщелачивание концентрата с добавкой соединения ртути, охлаждение выщелоченной пульпы путем самоиспарения, кондиционирование автоклавной пульпы, ее обезвоживание и промывку, и дальнейшее извлечение золота сорбционным цианированием автоклавного остатка, в котором перед окислительным автоклавным выщелачиванием в кислую пульпу концентрата добавляют соль ртути, перемешивают ее и подают на автоклавное выщелачивание, которое ведут при температуре 225–235°C до достижения окислительно - восстановительного потенциала пульпы в интервале +700÷730 мВ относительно стандартного водородного электрода. В качестве соли ртути используют сульфат ртути (II) или нитрат ртути (I), причем соль ртути добавляют в количестве 5-50 г в пересчете на ртуть на 1 т концентрата.

Введение в процесс ядовитых солей ртути, а также депонирование соединений ртути в кек, приводит к появлению опасности загрязнения окружающей среды ртутью и к необходимости создания сложных и дорогостоящих очистных сооружений.

Наиболее близким аналогом по совокупности существенных признаков и назначению является техническое решение, описанное в патенте РФ № 2514900, МПК C22B11/00, C22B3/04, приоритет от 4 июля 2012 года на изобретение: "Способ переработки золотосодержащих концентратов двойной упорности", касающееся переработки концентратов, содержащих органическое углистое вещество. Способ включает кислотную обработку измельченного концентрата с получением кислой пульпы, автоклавное выщелачивание концентрата при повышенных температуре и давлении кислорода, охлаждение выщелоченной пульпы путем самоиспарения, кондиционирование пульпы, ее обезвоживание и промывку, и дальнейшее извлечение золота сорбционным цианированием автоклавного остатка. Перед автоклавным выщелачиванием кислую пульпу отмывают от хлоридов и подают ее на автоклавное выщелачивание, которое ведут при температуре 225-235°C и заканчивают по достижении окислительно-восстановительного потенциала пульпы в интервале +700÷730 мВ относительно стандартного водородного электрода.

Описанный способ практически не реализуем, так как поддержание потенциала на нижней границе диапазона приводит к потере золота, оставшегося в неокисленном пирите и арсенопирите, а поддержание потенциала на верхнем уровне является проблематичным, так как отсутствуют технические решения поддержания потенциала на заданном уровне в промышленном непрерывно действующем аппарате.

Задачей заявляемого изобретения является создание способа, обеспечивающего повышенную степень извлечения золота в товарную продукцию из руд и концентратов двойной упорности.

Согласно изобретению в способе получения драгоценных металлов из руд и концентратов двойной упорности, включающем кислотную обработку измельченного концентрата с получением кислой пульпы, автоклавное окисление полученной пульпы при повышенных температуре и давлении кислорода, охлаждение выщелоченной пульпы, кондиционирование пульпы и дальнейшее извлечение золота сорбционным цианированием кондиционированной пульпы

для решения поставленной задачи окисление осуществляют при температуре 220-250°C и парциальном давлении кислорода 2-12 бар, автоклавное окисление осуществляют в течение времени, необходимого для окисления большей части природных углеродсодержащих сорбентов, сорбирующих золото, в интервале от 2 до 8 часов, причем окисление золотосодержащих минералов, в частности пирита и арсенопирита, присутствующих в рудах и концентратах, осуществляют в течение первого часа, а в последующий период времени осуществляют выжигание природных углеродсодержащих сорбентов не менее чем на 60-90%.

Поставленная задача решается также тем, что в жидкую фазу пульпы перед автоклавированием вводят добавку хлоридов щелочных или щелочноземельных металлов в пределах от 10 до 50 мг/л. Хлориды позволяют уменьшить размер золотин в процессе автоклавирования, что благоприятно сказывается на последующем цианировании.

Заявленное в качестве изобретения техническое решение обеспечивает более высокую степень извлечения золота за счет предлагаемого режима автоклавного окисления, в котором первоначально в присутствии добавки в течение 60 минут осуществляют окисление пирита и арсенопирита с освобождением зерен драгметаллов и образованием ионов двух и трехвалентного железа. При этом по мере освобождения зерен драгоценных металлов начинается прегробинг, то есть окисление золота трехвалентным железом в присутствии хлоридных ионов с образованием хлоридного комплекса золота и адсорбция его на природном углеродсодержащем сорбенте. При восстановлении адсорбированного хлоридного комплекса золота происходит регенерация и возврат хлоридных ионов в жидкую фазу. Высокая концентрация ионов трехвалентного железа поддерживается окислением кислородом ионов двухвалентного железа. Результатом этого процесса является превращение крупных зерен драгоценного металла в мельчайшие частицы, адсорбированные на поверхности природного углеродсодержащего сорбента. В последующий период времени параллельно с продолжающимся прегробингом происходит окисление природного углеродсодержащего сорбента. В итоге по завершении автоклавирования большая часть природного углеродсодержащего сорбента оказывается выгоревшей и в пульпе находятся мельчайшие зерна драгоценных металлов, последующее сорбционное цианирование которых осуществляется быстро и полно.

Для оценки влияния совокупности таких параметров, как температура окисления, парциальное давление кислорода, продолжительность процесса окисления, а также наличие добавки хлоридов щелочных или щелочноземельных металлов на увеличение степени извлечения золота из руд и концентратов двойной упорности была поставлена серия, состоящая из 9 опытов по моделированию процесса автоклавного окисления, из которых:

3 опыта выполнены с концентратом двойной упорности в условиях изменения температуры окисления, парциального давления кислорода, продолжительности процесса окисления и отсутствии добавки хлоридов щелочных или щелочноземельных металлов;

3 опыта - с концентратом двойной упорности в условиях изменения температуры окисления, парциального давления кислорода и продолжительности процесса окисления при наличии добавки хлоридов щелочных или щелочноземельных металлов в количестве 10мг/л;

3 опыта - с концентратом двойной упорности в условиях изменения температуры окисления, парциального давления кислорода и продолжительности процесса окисления при наличии добавки хлоридов щелочных или щелочноземельных металлов в количестве 50мг/л.

Опыты проводили с ограниченным объемом концентрата в количестве 150 грамм, который загружали в смеситель, добавляли воду в количестве 400 грамм, Затем при перемешивании полученной жидкой пульпы вводили в нее в капельном режиме концентрированную серную кислоту и перемешивали полученную жидкую пульпу в течение часа, поддерживая значение $pH = 3$ в течение не менее 30 минут. Затем осуществляли автоклавное окисление пульпы при температуре 220 - 250°C и парциальном давлении кислорода 2-12 бар. Окисление осуществляли в течение времени, необходимого для окисления большей части природных углеродсодержащих сорбентов, сорбирующих золото, в интервале от 2 до 8 часов. Окисление золотосодержащих минералов, в частности пирита и арсенопирита, присутствующих в рудах и концентратах, осуществляли в течение первого часа, а в последующий период времени осуществляли выжигание природных углеродсодержащих сорбентов не менее чем на 60-90%. Охлаждение выщелоченной пульпы в лабораторных условиях выполняли в автоклаве. Затем выполняли кондиционирование пульпы путем нейтрализации и доведения pH до 10,5 и извлекали золото сорбционным цианированием кондиционированной

пульпы. В трех первых опытах процесс проводили без добавления добавки хлоридов щелочных или щелочноземельных металлов. В опытах с 4 по 9 в жидкую фазу пульпы перед автоклавированием вводили добавку хлоридов щелочных или щелочноземельных металлов в пределах от 10 до 50 мг/л

Сравнительные результаты проведенных опытов приведены в таблице.

Таблица

№ п/п	Время окисления (час)	Температура (градусы)	Давление (бары)	Добавка (мг/л)	Процент извлечения золота
1.	2	220	2	нет	52
2.	6	235	6	нет	93
3.	8	250	12	нет	96
4.	2	220	2	10мг/л	55
5.	6	235	6	10мг/л	95
6.	8	250	12	10мг/л	97
7.	2	220	2	50мг/л	57
8.	6	235	6	50мг/л	96
9.	8	250	12	50мг/л	98

Как следует из данных, приведенных в таблице, максимальная степень извлечения золота 98% достигается при автоклавном окислении пульпы при

температуре 250°C, парциальном давлении кислорода 12 бар и времени окисления 8 часов, а также при введении в жидкую фазу пульпы перед автоклавированием добавки хлоридов щелочных или щелочноземельных металлов в количестве 50 мг/л.

Заявляемое техническое решение соответствует критерию "промышленная применимость", так как на практике процесс автоклавного окисления осуществляется в аппаратах аналогичной конструкции, которые были использованы в экспериментах и с теми же значениями температуры, давления кислорода и времени пребывания.

Заявляемый способ обеспечивает более высокую степень извлечения золота в товарную продукцию из руд и концентратов двойной упорности по сравнению с ближайшим аналогом за счет предлагаемого режима автоклавного окисления, в котором в присутствии добавки хлоридов щелочных или щелочноземельных металлов в пределах от 10 до 50 мг/л автоклавное окисление осуществляют при температуре 220-250°C и парциальном давлении кислорода 2-12 бар, автоклавное окисление осуществляют в течение времени, необходимого для выжигания большей части природных углеродсодержащих сорбентов, сорбирующих золото в интервале от 2 до 8 часов, причем окисление золотосодержащих минералов, в частности пирита и арсенопирита, присутствующих в рудах и концентратах осуществляют в течение первого часа, а в последующий период времени осуществляют выжигание природных углеродсодержащих сорбентов не менее чем на 60-90%.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1.Способ получения драгоценных металлов из руд и концентратов двойной упорности, включающий кислотную обработку измельченного концентрата с получением кислой пульпы, автоклавное окисление полученной пульпы при повышенных температуре и давлении кислорода, охлаждение выщелоченной пульпы, кондиционирование пульпы и дальнейшее извлечение золота сорбционным цианированием кондиционированной пульпы, отличающийся тем, что, автоклавное окисление осуществляют при температуре 220-250°C и парциальном давлении кислорода 2-12 бар, автоклавное окисление осуществляют в течение времени, необходимого для выжигания большей части природных углеродсодержащих сорбентов, сорбирующих золото в интервале от 2 до 8 часов, причем окисление золотосодержащих минералов, в частности пирита и арсенопирита, присутствующих в рудах и концентратах осуществляют в течение первого часа, а в последующий период времени осуществляют выжигание природных углеродсодержащих сорбентов не менее чем на 60-90%.

2.Способ по п.1, отличающийся тем, что, для увеличения степени извлечения золота в жидкую фазу пульпы перед автоклавированием вводят добавку хлоридов щелочных или щелочноземельных металлов в пределах от 10 до 50 мг/л.

ЕВРАЗИЙСКОЕ ПАТЕНТНОЕ ВЕДОМСТВО

ОТЧЕТ О ПАТЕНТНОМ ПОИСКЕ
(статья 15(3) ЕАПК и правило 42
Патентной инструкции к ЕАПК)Номер евразийской заявки:
201700398

Дата подачи: 11 августа 2017 (11.08.2017)		Дата испрашиваемого приоритета:	
Название изобретения: Способ получения драгоценных металлов из руд и концентратов двойной упорности			
Заявитель: АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО "ПОЛИМЕТАЛЛ ИНЖИНИРИНГ"			
☐ Некоторые пункты формулы не подлежат поиску (см. раздел I дополнительного листа) ☐ Единство изобретения не соблюдено (см. раздел II дополнительного листа)			
А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:		C22B 11/00 (2006.01) C22B 3/06 (2006.01) C22B 11/08 (2006.01) C22B 3/24 (2006.01)	
Согласно международной патентной классификации (МПК)			
Б. ОБЛАСТЬ ПОИСКА:			
Минимум просмотренной документации (система классификации и индексы МПК) C22B 11/00, 11/08, 1/00, 3/00, 3/04, 3/06, 3/22, 3/24, 7/00, C01G 7/00			
Другая проверенная документация в той мере, в какой она включена в область поиска:			
В. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ			
Категория*	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №	
D, A	RU 2514900 C2 (ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ "НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР "ГИДРОМЕТАЛЛУРГИЯ") 10.05.2014	1-2	
A	RU 2621196 C2 (ОТКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО "ИРКУТСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ БЛАГОРОДНЫХ И РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ И АЛМАЗОВ" ОАО "ИРГИРЕДМЕТ") 01.06.2017	1-2	
A	EA 000833 B1 (НЬЮМОНТ ГОЛД КОМПАНИ) 24.04.2000	1-2	
D, A	US 4610724 A (SHERRITT GORDON MINES LIMITED) 09.09.1986	1-2	
A	EP 1101829 A1 (BOLIDEN MINERAL AB) 23.05.2001	1-2	
☐ последующие документы указаны в продолжении графы В ☐ данные о патентах-аналогах указаны в приложении			
* Особые категории ссылочных документов: "А" документ, определяющий общий уровень техники "Е" более ранний документ, но опубликованный на дату подачи евразийской заявки или после нее "О" документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д. "Р" документ, опубликованный до даты подачи евразийской заявки, но после даты испрашиваемого приоритета "D" документ, приведенный в евразийской заявке		"Т" более поздний документ, опубликованный после даты приоритета и приведенный для понимания изобретения "Х" документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну или изобретательский уровень, взятый в отдельности "У" документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий изобретательский уровень в сочетании с другими документами той же категории "&" документ, являющийся патентом-аналогом "L" документ, приведенный в других целях	
Дата действительного завершения патентного поиска:		11 декабря 2017 (11.12.2017)	
Наименование и адрес Международного поискового органа: Федеральный институт промышленной собственности РФ, 125993, Москва, Г-59, ГСП-3, Бережковская наб., 30-1. Факс: 243-3337, телетайп: 114818 ПОДАЧА		Уполномоченное лицо :  Е.И.Евграфова Телефон № (495) 531-6481	