

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **035804**(13) **B1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2020.08.13

(21) Номер заявки
201700398

(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 ЗОЛОТА ИЗ КОНЦЕНТРАТОВ ДВОЙНОЙ УПОРНОСТИ

(43) **2019.02.28**

(96) **2017000067 (RU) 2017.08.11**

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

(56) RU-C2-2514900
RU-C2-2621196
EA-B1-000833
US-A-4610724
EP-A1-1101829

(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 концентратов, в частности для извлечения золота из концентратов двойной упорности. Задачей изобретения является создание способа, обеспечивающего повышенную степень извлечения золота в товарную продукцию из концентратов двойной упорности. В способе получения драгоценных металлов из концентратов двойной упорности, включающем кислотную обработку измельченного концентрата с получением кислой пульпы, автоклавное окисление полученной пульпы при повышенных температуре и давлении в присутствии кислорода, охлаждение выщелоченной пульпы, кондиционирование пульпы и дальнейшее извлечение золота сорбционным цианированием кондиционированной пульпы, согласно изобретению перед автоклавированием в жидкую фазу пульпы вводят добавку хлоридов щелочных или щелочно-земельных металлов в концентрации 10-50 мг/л, автоклавное окисление осуществляют при температуре 235-250°C в течение времени, необходимого для окисления 60-90% природных углеродсодержащих сорбентов золота в интервале от 6 до 8 ч при парциальном давлении 2-6 бар, причем окисление золотосодержащих минералов, содержащих пирит и арсенопирит, присутствующих в концентратах, завершают в течение первого часа.

035804 B1

035804 B1

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

Известно, что одной из причин упорности концентратов, содержащих золото, является наличие тонкодисперсного золота в сульфидах, обычно в пирите и арсенопирите, присутствующих в концентратах. Кроме того, в упорных золотосодержащих 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 C22B 11/00, C22B 3/04, 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, распулповывают 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 концентратов двойной упорности, содержащих органическое углистое вещество, так как при автоклавном окислении концентратов двойной упорности 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.

Известно техническое решение, описанное в патенте РФ № 2514900, МПК C22B 11/00, C22B 3/04, 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.

Наиболее близким аналогом по совокупности существенных признаков и назначению является техническое решение, описанное в патенте РФ № 2621196, МПК C22B 11/08, C22B 3/18, B03D 1/00 приоритет от 17 сентября 2015 года на изобретение: "Способ переработки упорных углисто-сульфидных золото-содержащих концентратов", включающий вскрытие сульфидов и цианирование, в котором после вскрытия сульфидов продукт подвергают флотационному обогащению по органическому углероду, сульфидной и элементной сере и золоту с направлением флотоконцентрата на пирометаллургическую или пирогидрометаллургическую обработку, а камерного продукта флотации - на цианирование. Вскрытие сульфидов осуществляют путем автоклавного вскрытия, или кислотно-кислородного вскрытия, или бактериального выщелачивания. Вскрытие сульфидов осуществляют до степени окисления сульфидов 60-98%. Флотационное обогащение продуктов вскрытия по органическому углероду, сульфидной и элементной сере и золоту проводят в кислой среде без предварительной нейтрализации пульпы. Пирометаллургическую обработку флотоконцентрата осуществляют путем окислительного обжига при 600-800°C и цианирования огарка.

В известном способе количество кислорода достаточно для окисления сульфидных минералов (пирита и арсенопирита) на 60-98%. При такой степени окисления сульфидов в пульпе остается 2-40% исходных минералов пирита и арсенопирита, поэтому большая часть железа в растворе содержится в виде Fe(II). Окисление пирита и арсенопирита происходит в условиях ограниченной подачи кислорода, поэтому увеличение времени окисления сульфидов до 4 ч не позволит обеспечить заметное выжигание органического углистого вещества (ОУВ), так как кислорода недостаточно для окисления Fe(II) в Fe(III) и, тем более, для выжигания органического углистого вещества (ОУВ).

Кроме того, в известном способе снижение потерь золота с хвостами цианирования вскрытых углеродисто-сульфидных концентратов на 4,4-6,8% осуществляют после вскрытия сульфидов за счет флотационного выведения упорной для цианирования фракции и обработке ее по пирометаллургической или пирогидрометаллургической технологии, что приводит к многоступенчатой переработке промежуточного продукта и, как следствие, к частичным потерям золота на каждой стадии переработки.

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

Согласно изобретению в способе получения золота из концентратов двойной упорности, включающем кислотную обработку измельченного концентрата с получением кислой пульпы, автоклавное окисление полученной пульпы при повышенных температуре и давлении в присутствии кислорода, охлаждение выщелоченной пульпы, кондиционирование пульпы и дальнейшее извлечение золота сорбционным цианированием кондиционированной пульпы, для решения поставленной задачи перед автоклавированием в жидкую фазу пульпы вводят добавку хлоридов щелочных или щелочно-земельных металлов в концентрации 10-50 мг/л, автоклавное окисление осуществляют при температуре 235-250°C в течение времени, необходимого для выжигания 60-90% природных углеродсодержащих сорбентов золота в интервале от 6 до 8 ч при парциальном давлении кислорода 2-6 бар, причем окисление золотосодержащих минералов, содержащих пирит и арсенопирит, присутствующих в концентратах, завершают в течение первого часа.

Заявленное в качестве изобретения техническое решение обеспечивает более высокую степень извлечения золота за счет предлагаемого режима автоклавного окисления, в котором в течение 60 мин завершают окисление пирита и арсенопирита с освобождением зерен драгметаллов и образованием ионов двух- и трехвалентного железа. При этом по мере освобождения зерен золота начинается прегроббинг, т.е. окисление золота трехвалентным железом в присутствии хлоридных ионов с образованием хлоридного комплекса золота и адсорбция его на природном углеродсодержащем сорбенте. При восстановлении углеродистым веществом золота в адсорбированном хлоридном комплексе происходит регенерация и возврат хлоридных ионов в жидкую фазу. Высокая концентрация ионов трехвалентного железа поддерживается окислением кислородом ионов двухвалентного железа. Добавки хлоридов щелочных или щелочно-земельных металлов в концентрации 10-50 мг/л вводят перед автоклавированием. Результатом этого процесса является превращение крупных зерен золота в мельчайшие частицы, адсорбированные на поверхности природного углеродсодержащего сорбента. В последующий период времени параллельно с продолжающимся прегроббингом происходит окисление природного углеродсодержащего сорбента. В итоге по завершении автоклавирования большая часть природного углеродсодержащего сорбента оказывается выгоревшей и в пульпе находятся мельчайшие зерна золота, 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 щелочно-земельных металлов на увеличение степени извлечения золота из 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 щелочно-земельных 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 щелочно-земельных металлов в концентрации 10 мг/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 щелочно-земельных металлов в концентрации 50 мг/л.

Опыты проводили с ограниченным объемом концентрата в количестве 150 г, который загружали в смеситель, добавляли воду в количестве 400 г. Затем при перемешивании полученной пульпы вводили в нее в капельном режиме концентрированную серную кислоту и перемешивали полученную пульпу в течение часа, поддерживая значение pH 3 в течение не менее 30 мин. Затем осуществляли автоклавное окисление пульпы при температуре 235-250°C. Окисление осуществляли в течение времени, необходимого для окисления 60-98% природных углеродсодержащих сорбентов золота в интервале от 6 до 8 ч при парциальном давлении кислорода 2-6 бар. Окисление золотосодержащих минералов, содержащих пирит и арсенопирит, присутствующих в концентратах, завершали в течение первого часа. Охлаждение выщелоченной пульпы в лабораторных условиях выполняли в автоклаве в атмосфере азота. 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 щелочно-земельных металлов. В опытах с 4 по 9 в жидкую фазу пульпы перед автоклавированием вводили добавку хлоридов щелочных или щелочно-земельных металлов в концентрации 10-50 мг/л.

Сравнительные результаты проведенных опытов приведены в таблице

№ п/п	Время окисления, час	Температура, градусы Цельсия	Давление, бар	Добавка хлоридного иона, мг/л	Процент извлечения золота
1	2	220	2	нет	52
2	6	235	6	нет	91
3	8	250	2	нет	96
4	2	220	2	10	50
5	6	235	6	10	95
6	8	250	2	10	97
7	2	220	2	50	47
8	6	235	6	50	96
9	8	250	2	50	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 6 бар и времени окисления 8 ч, а также при введении в жидкую фазу пульпы перед автоклавированием хлоридов щелочных или щелочно-земельных металлов в концентрации 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 концентратов двойной упорности по сравнению с ближайшим аналогом за счет предлагаемого режима автоклавного окисления, в котором в присутствии добавки хлоридов щелочных или щелочно-земельных металлов в концентрации 10-50 мг/л автоклавное окисление осуществляют при температуре 235-250°C в

течение времени, необходимого для выжигания 60-98% природных углеродсодержащих сорбентов золота в интервале от 6 до 8 ч при парциальном давлении кислорода 2-6 бар, причем полное окисление золотосодержащих минералов, содержащих пирит и арсенопирит, присутствующих в концентратах, завершают в течение первого часа.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ получения золота из концентратов двойной упорности, включающий кислотную обработку измельченного концентрата с получением кислой пульпы, автоклавное окисление полученной пульпы при повышенных температуре и давлении в присутствии кислорода, охлаждение выщелоченной пульпы, кондиционирование пульпы и дальнейшее извлечение золота сорбционным цианированием кондиционированной пульпы, отличающийся тем, что перед автоклавированием в жидкую фазу пульпы вводят добавку хлоридов щелочных или щелочно-земельных металлов в концентрации 10-50 мг/л, автоклавное окисление осуществляют при температуре 235-250°C в течение времени, необходимого для окисления 60-90% природных углеродсодержащих сорбентов золота в интервале от 6 до 8 ч при парциальном давлении кислорода 2-6 бар, причем окисление золотосодержащих минералов, содержащих пирит и арсенопирит, присутствующих в концентратах, завершают в течение первого часа.



Евразийская патентная организация, ЕАПВ

Россия, 109012, Москва, Малый Черкасский пер., 2
