

# РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



## ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2763710

### СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЗОЛОТА ИЗ ЗОЛОТОСОДЕРЖАЩЕГО ФЛОТАЦИОННОГО КОНЦЕНТРАТА

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет» (RU)*

Авторы: *Петров Георгий Валентинович (RU), Никитина Татьяна Юрьевна (RU), Бодуэн Анна Ярославовна (RU), Фокина Светлана Борисовна (RU), Северинова Ольга Валерьевна (RU)*

Заявка № 2021122002

Приоритет изобретения 26 июля 2021 г.

Дата государственной регистрации  
в Государственном реестре изобретений  
Российской Федерации 30 декабря 2021 г.

Срок действия исключительного права  
на изобретение истекает 26 июля 2041 г.

*Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности*

*Г.П. Ившин*





ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК  
C22B 11/04 (2021.08); C22B 3/10 (2021.08)

(21)(22) Заявка: 2021122002, 26.07.2021

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
26.07.2021

Дата регистрации:  
30.12.2021

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 26.07.2021

(45) Опубликовано: 30.12.2021 Бюл. № 1

Адрес для переписки:

190106, Санкт-Петербург, 21 линия, В.О., 2,  
ФГБОУ ВО СПбГУ, Патентно-лицензионный  
отдел

(72) Автор(ы):

Петров Георгий Валентинович (RU),  
Никитина Татьяна Юрьевна (RU),  
Бодуэн Анна Ярославовна (RU),  
Фокина Светлана Борисовна (RU),  
Северина Ольга Валерьевна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего  
образования «Санкт-Петербургский горный  
университет» (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: RU 2627835 C2, 11.08.2017. RU  
2403301 C1, 10.11.2010. RU 2465354 C1,  
27.10.2012. CN 107385208 B, 17.05.2019. CN  
109055761 A, 21.12.2018.

## (54) СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЗОЛОТА ИЗ ЗОЛОТОСОДЕРЖАЩЕГО ФЛОТАЦИОННОГО КОНЦЕНТРАТА

(57) Реферат:

Изобретение относится к цветной металлургии, в частности к гидрометаллургической переработке упорного сырья, содержащего золото. Способ включает обработку концентрата выщелачиванием в хлоридном растворе в присутствии окислителя с извлечением золота в раствор. При этом предварительно проводят ультратонкое измельчение флотационного концентрата до содержания фракции крупностью -7 мкм от 60 до 80% с получением пульпы. Выщелачивание пульпы проводят с внесением соляной кислоты концентрацией от 100 до 200 г/л и хлорида натрия

концентрацией от 100 до 200 г/л при температуре от 40 до 60 °С и соотношении ж:т от 4:1 до 6:1, в пульпу непрерывно подают в качестве окислителя газообразный хлор для поддержания окислительного потенциала пульпы от 900 до 1000 мВ относительно водородного электрода с получением жидкой фазы золотосодержащего раствора, и твердой фазы – кека. Обеспечивается увеличение извлечения золота упорных флотационных концентратов, исключение их предварительного термического кондиционирования и сокращение количества технологических операций. 1 табл., 6 пр.

RU 2 763 710 C1

RU 2 763 710 C1



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC  
*C22B 11/04* (2021.08); *C22B 3/10* (2021.08)

(21)(22) Application: **2021122002, 26.07.2021**

(24) Effective date for property rights:  
**26.07.2021**

Registration date:  
**30.12.2021**

Priority:

(22) Date of filing: **26.07.2021**

(45) Date of publication: **30.12.2021** Bull. № 1

Mail address:

**190106, Sankt-Peterburg, 21 liniya, V.O., 2, FGBOU  
VO SPGU, Patentno-litsenziyonnyj otdel**

(72) Inventor(s):

**Petrov Georgii Valentinovich (RU),  
Nikitina Tatiana Iurevna (RU),  
Boduen Anna Iaroslavovna (RU),  
Fokina Svetlana Borisovna (RU),  
Severinova Olga Valerevna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe biudzhethnoe  
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego  
obrazovaniia «Sankt-Peterburgskii gornyi  
universitet» (RU)**

(54) **METHOD FOR EXTRACTING GOLD FROM GOLD-CONTAINING FLOTATION CONCENTRATE**

(57) Abstract:

FIELD: nonferrous metallurgy.

SUBSTANCE: invention relates to nonferrous metallurgy, in particular to the hydrometallurgical processing of refractory raw materials containing gold. The method includes processing the concentrate by leaching in a chloride solution in the presence of an oxidizing agent with the extraction of gold into solution. In this case, ultrafine grinding of the flotation concentrate is preliminarily carried out to the content of a fraction with a particle size of -7 microns from 60 to 80% to obtain a pulp. Leaching of the pulp is carried out with the introduction of hydrochloric acid with a concentration of 100 to 200 g/l and sodium chloride

with a concentration of 100 to 200 g/l at a temperature of 40 to 60°C and a ratio of w: t from 4:1 to 6:1, into the pulp gaseous chlorine is continuously fed as an oxidizing agent to maintain the oxidation potential of the slurry from 900 to 1000 mV relative to the hydrogen electrode to obtain a liquid phase of a gold-containing solution, and a solid phase - cake.

EFFECT: increased gold recovery of refractory flotation concentrates, exclusion of their preliminary thermal conditioning and reduction of the number of technological operations.

1 cl, 1 tbl, 6 ex

Изобретение относится к цветной металлургии, в частности к гидрометаллургической переработке упорного сырья, обогащенного пирит-арсенопиритными минералами, содержащего золото.

Известен способ гидрометаллургической переработки сульфидных концентратов (патент РФ № 2712160, опубл. от 24.10.2020 г.), содержащих цветные металлы, железо и драгоценные металлы, который включает автоклавное окислительное выщелачивание исходного сульфидного концентрата, переработку остатка выщелачивания по схеме обжиг-хлорирование и извлечение драгоценных металлов из растворов хлорирования.

Недостатками данного способа являются ограничение по содержанию драгоценных металлов в исходном сырье, не менее 30 г/т, проведение дополнительных операций по переработке остатка автоклавного окислительного выщелачивания, в случае повышенного содержания элементной серы в нем более 5-10%. Применение окислительного обжига при высокой температуре, характеризующегося значительными энергозатратами, возгонкой остаточной серы в газовую фазу и необходимостью введения оксида кальция для минимизации образования токсичных серосодержащих газов. Температура операции хлорирования составляет от 85 до 90°C и приближена к температуре кипения хлоридного раствора, что приводит к активному парению раствора и образованию опасных кислых аэрозолей.

Известен способ комплексной переработки пиритсодержащего сырья (Патент РФ №2651017 от 18.04.2018 г.), включающий безокислительный обжиг, обработку огарка в две последовательные стадии с растворением железа, цветных металлов, серебра и золота и получением их концентратов. Первая стадия выщелачивания проводится в течение 90-120 минут в растворе [150-200 г/л] хлорида меди (+2), включающем хлориды щелочных, щелочноземельных металлов или хлорид алюминия, хлорид цинка, хлорид железа (+3) или их смеси, при окислительно-восстановительном потенциале +480 мВ с извлечением в раствор железа (+2), цинка, свинца, меди, серебра. Вторая стадия выщелачивания выполняется при пропускании кислорода, выступающего в роли окислителя, в течение 30÷60 минут очищенным оборотным раствором [150÷250 г/л] хлорида меди (+2), содержащим хлориды щелочных, щелочноземельных металлов или хлорид алюминия, хлорид цинка, хлорид железа (+3) или их смеси, на уровне ОВП +620÷630 мВ. Процесс продолжают в присутствии сильного окислителя (газообразный хлор, озон, диоксид хлора, гипохлорит натрия) при ОВП +680÷700 мВ в течение 120-350 минут.

Недостатками данного способа являются получение значительного количества полупродуктов, например оксид железа, кусковая или гранулированная сера, концентраты цинка, свинца и меди в виде солей или металлов, концентраты золота и серебра в виде солей или металлов требующие существенной дополнительной доработки. Проведение двухстадийного выщелачивания протекает при близких значениях редокс-потенциала системы, которое обуславливает сложность селекции металлов (железо, свинец, цинк, медь, серебро), содержащихся в пиритсодержащем сырье, что приводит к усложнению извлечения их в виде товарных продуктов.

Известен способ гидрометаллургической переработки упорных руд и концентратов, содержащих золото и уран (патент РФ № 2412262, опубл. 20.02.2011 г.), включающий обработку хлором в атомарном или в молекулярном состоянии в водном растворе и комплексообразователем в виде хлорида или сульфата натрия упорных руд и концентратов с пониженным содержанием золота и урана 1,3-5 г/т и 0,05-0,5% соответственно. Выщелачивание проводят при ж:т, равном (1-1,5):1, в течение 1-2 часов при температуре 20-70°C при одновременном переходе в раствор золота и урана.

Недостатком данного способа является возможность его применения традиционными золото-урановыми рудами и концентратами, характеризующихся приуроченностью минералов золота к кварцу и низким содержанием упорных сульфидов цветных металлов и железа, а также органической составляющей.

5 Известен способ комплексной переработки пиритсодержащего сырья (патент РФ №2627835, опублик. 11.08.2017 г.) принятый за прототип, включающий обжиг высушенного пиритсодержащего сырья при температуре  $680\div 725^{\circ}\text{C}$  в токе воздуха, обедненного по содержанию кислорода добавлением азота, и три последовательных хлоридных  
 10 выщелачивания: соляно кислотное, хлоридное в присутствии кислорода воздуха и хлоридное в присутствии сильных окислителей в виде гипохлорита, хлора, диоксида хлора, азотной кислоты, озона. Операция обжига пиритсодержащего сырья осуществляется при температурах  $680\div 725^{\circ}\text{C}$  в токе воздуха, обедненного по содержанию кислорода добавлением азота в объемном соотношении кислород: азот  
 15 от 1:40 до 1:250, и газовом потоке от 1000 до 8000 м<sup>3</sup> на 1 тонну обжигаемого материала в час. Применение трехстадийной схемы выщелачивания золотосодержащего огарка (Au-1,45 г/т), включающей обработку соляной (20%) кислотой при ж:т=5,5:1 в течение 45 минут с получением раствора 1 и кека 1 (Au-2,9 г/т), с последующим выщелачиванием кека 1 регенерированным раствором хлоридов щелочных или щелочноземельных  
 20 металлов с введением кислорода в качестве окислителя в течение 4 часов при температуре  $97^{\circ}\text{C}$  с получением раствора 2 и кека 2 (Au-3,2 г/т), с последующим выщелачиванием кека 2 в оборотном растворе хлоридов щелочных или щелочноземельных металлов в присутствии сильных окислителей в виде гипохлорита, хлора и других на протяжении 2-3 часов при температуре  $20-30^{\circ}\text{C}$  с получением раствора 3 (Au-0,28 мг/л), и кека 3 (Au-0,3 г/т). При этом процесс осуществляют с использованием  
 25 замкнутых систем материальных потоков, в том числе регенерированной соляной кислоты и воды, а также использования тепла, выделяющегося на различных стадиях процесса.

Недостатками данного способа являются необходимость проведения обжига сырья в трубчатой печи в газовой фазе, обедненной по кислороду с высоким содержанием  
 30 азота для выноса элементарной серы, что сопровождается усложнением аппаратного оформления термического процесса и технологической схемы в целом. Применение трехстадийной схемы выщелачивания золотосодержащего огарка с использованием различных сред и окислителей серьезно усложняет технологию. Образование  
 35 значительного количества промежуточных продуктов в различной степени обогащенных золотом, что неизбежно приводит к росту незавершенного производства, задалживанию золота внутри технологического цикла и его безвозвратным потерям.

Техническим результатом является увеличение извлечения золота упорных флотационных концентратов, исключение их предварительного термического  
 40 кондиционирования и сокращение количества технологических операций.

Технический результат достигается тем, что предварительно проводят ультратонкое измельчение флотационного концентрата до содержания фракции крупностью -7 мкм  
 45 от 60 до 80% класса, а выщелачивание проводят с внесением соляной кислоты концентрацией от 100 до 200 г/л и хлорида натрия концентрацией от 100 до 200 г/л при температуре от  $40$  до  $60^{\circ}\text{C}$ , и соотношением ж:т от 4:1 до 6:1, при непрерывной подаче в пульпу газообразного хлора достаточного для поддержания окислительного потенциала пульпы от 900 до 1000 мВ относительно водородного электрода с получением жидкой фазы золотосодержащего раствора и твердой фазы - кека.

Способ осуществляется следующим образом. Проводят ультратонкое измельчение

исходного золотосодержащего сырья и последующее гидрохлорирование с использованием в качестве окислителя газообразный хлор. Гидрометаллургическому вскрытию подвергают измельченный флотационный концентрат, содержащий до 70 г/т золота, характеризующийся высоким содержанием железа от 10 до 20% и сульфидной серы от 10 до 20%, представленный пирит-арсенопиритными минералами. В виде включений в зернах пирита и арсенопирита содержатся пирротин, халькопирит, галенит и сфалерит и органический углерод (до 2%). В качестве исходного сырья в работе использовали концентрат флотационного обогащения золотосодержащей руды. Исходный материал представлен следующим химическим составом: 0,09% Cu; 0,05% Zn; 16,0% Fe; 5,17% As; 0,0148% Pb; 65,2 г/т Au; 13,4 г/т Ag; 0,64 г/т Hg; 0,015г/т Sn; 1,10% C<sub>общ</sub>; 0,143% C<sub>орг</sub>; 11,9% S<sub>общ</sub>; 11,9% S<sup>2-</sup>. Перед гидрометаллургическим вскрытием золотосодержащий флотационный концентрат подвергается ультратонкому измельчению в атриторной мельнице до содержания фракции крупностью -7 мкм от 60 до 80%. В качестве оборудования для проведения последующего выщелачивания используется реактор с расположенной внутри лопастной мешалкой, скорость вращения мешалки составляет 300 мин<sup>-1</sup>. В пульпу, содержащую измельченный золотосодержащий концентрат, вносят соляную кислоту с концентрацией от 100 до 200 г/л и хлорид натрия с концентрацией от 100 до 200 г/л при температуре от 40 до 60°C и соотношением ж:т от 4:1 до 6:1. Для поддержания в реакторе окислительного потенциала пульпы от 900 до 1000 мВ относительно водородного электрода вводится окислитель - газообразный хлор. Суммарное время выщелачивания не менее 2 часов. По окончании выщелачивания проводят фильтрацию с получением жидкой фазы - золотосодержащий раствор, и твердой фазы - кек. Жидкую фазу направляют на ионообменную технологию селективного извлечения железа и золота. Кек направляют на промывку до достижения нейтральной среды с дальнейшей утилизацией.

Способ поясняется следующими примерами.

Пример 1. Крупность концентрата составляла -74 мкм содержание фракции - 80%. Флотационный концентрат подвергался ультратонкому измельчению в атриторной мельнице с получением отдельных продуктов с вариантным содержанием 60÷80% фракции - 7 мкм. При выщелачивании в пульпу с отношением ж:т=5:1, содержащую 50 г концентрата заданной крупности, 150 г/л соляной кислоты, 150 г/л хлорида натрия, при температуре 50°C непрерывно вводился диспергированный газообразный хлор, обеспечивающий поддержание окислительного потенциала системы от 991 до 998 мВ. При содержании 70% фракции -7мкм во флотоконцентрате достигается извлечение золота в хлоридный раствор 95,7% (табл. 1).

Предельное значение содержания фракции -7 мкм 60% при измельчении флотоконцентрата определяет тот минимум, при котором обеспечивается освобождение дисперсных частиц золота от вмещающих пирит-арсенопиритных минералов и изменение их структуры на молекулярном уровне, в частности увеличение концентрации дефектов и аморфизацию кристаллов с повышением химической активности, за предельное значение фракции -7 мкм 80% определяет тот максимум, при котором исключаются потери золота, связанные с переизмельчением материала, при центральном значении содержания фракции -7 мкм 70% обеспечивается полное извлечение золота из флотоконцентрата.

Пример 2. В пульпу с вариантным отношением ж:т=4:1÷6:1, содержащую 50 г концентрата крупности 70% фракции - 7 мкм, 150 г/л соляной кислоты, 150 г/л хлорида натрия, при температуре 50°C непрерывно вводился хлор для поддержания редокс-

потенциала системы от 985 до 979 мВ. При ж:т=6:1 извлечение золота в хлоридный раствор составило 95,4% (табл. 1).

Предельное значение отношения жидкого к твердому ж:т=4:1 определяет тот минимум, при котором обеспечивается полный контакт частиц золота с хлоридным раствором и окислителем и исключаются трудности при последующей фильтрации густой пульпы; верхний предел отношения жидкого к твердому ж:т=6:1 определяет тот максимум, при котором обеспечивается полное извлечение золота из флотоконцентрата и не образуется излишнего количества бедных по золоту растворов.

Пример 3. В пульпу с вариантным содержанием соляной кислоты от 100 до 200 г/л, 50 г концентрата крупности 70% фракции - 7 мкм, 150 г/л хлорида натрия, при температуре 50°C непрерывно вводился хлор для поддержания редокс-потенциала на уровне от 985 до 996 мВ. При 100 г/л соляной кислоты извлечение золота в хлоридный раствор составило 94,9% (табл. 1).

Предельное значение концентрации соляной кислоты 100 г/л определяет тот минимум, при котором обеспечивается необходимая кислотность среды для комплексообразования золота, запредельное значение концентрации соляной кислоты 200 г/л определяет тот максимум, при котором обеспечивается полное извлечение золота из флотоконцентрата.

Пример 4. В пульпу с вариантным содержанием хлорида натрия от 100 до 200 г/л, 50 г концентрата крупности 70% фракции - 7 мкм, 150 г/л соляной кислоты при температуре 50°C непрерывно вводился хлор для поддержания редокс-потенциала на уровне от 965 до 986 мВ. При 100 г/л хлорида натрия извлечение золота в раствор составило 95,9% (табл. 1).

Предельное значение концентрации хлорида натрия 100 г/л определяет тот минимум, при котором обеспечивается образование устойчивых растворимых координационных соединений золота, запредельное значение концентрации хлорида натрия 200 г/л определяет тот максимум, при котором обеспечивается полное извлечение золота в раствор пригодный для последующей очистки и выделения товарного золота известными способами.

Пример 5. В пульпу с содержанием хлорида натрия 150 г/л, 50 г концентрата крупности 70% фракции - 7 мкм, 150 г/л соляной кислоты при вариантной температуре от 40 до 60°C непрерывно вводился хлор для поддержания редокс-потенциала на уровне от 955 до 987 мВ. При температуре 60°C извлечение золота в раствор составило 96,1% (табл. 1).

Предельное значение температуры 40°C определяет тот минимум, при котором обеспечивается высокая скорость и полнота перехода золота в раствор, запредельное значение температуры 60°C определяет тот максимум, при котором предотвращается парение раствора с образованием кислых аэрозолей.

Пример 6. В пульпу с содержанием 150 г/л соляной кислоты, 150 г/л хлорида натрия, 50 г концентрата крупности 70% фракции - 7 мкм, при вариантной температуре 50°C непрерывно вводился хлор в вариантном количестве для поддержания редокс-потенциала в интервале 905÷1002 мВ. При стабильном редокс-потенциале системе 1002 мВ извлечение золота в раствор составило 97,2% (табл. 1).

Предельное значение окислительного потенциала пульпы 900 мВ определяет тот минимум в количестве хлора, при котором обеспечивается высокая скорость и полнота перехода золота в раствор, запредельное значение окислительного потенциала пульпы 1000 мВ определяет тот максимум, при котором исключаются не эффективное расходование окислителя и его потери.

Таблица 1 - параметры экспериментов и результаты гидрохлорирования

## флотационного золотосодержащего концентрата

Пример	№	Содержание фракции -7 мкм, %	ж:т	[HCl], г/л	[NaCl], г/л	t°С	Редокс-потенциал пульпы, мВ	Извлечение Au в раствор, %
5	1	60	5:1	150	150	50	981	94,7
	2	70	5:1	150	150	50	992	95,7
	3	80	5:1	150	150	50	998	95,1
	4	70	4:1	150	150	50	985	94,3
	5	70	6:1	150	150	50	979	95,4
10	6	70	5:1	100	150	50	985	94,9
	7	70	5:1	200	150	50	996	96,8
	8	70	5:1	150	100	50	965	95,9
	9	70	5:1	150	200	50	986	96,8
15	10	70	5:1	150	150	40	955	93,9
	11	70	5:1	150	150	60	987	96,1
	12	70	5:1	150	150	50	905	94,2
	13	70	5:1	150	150	50	968	96,5
	14	70	5:1	150	150	50	1002	97,2
7*)	15							87,3

\*) сравнение с прототипом

Использование указанных параметров измельчения и последующего выщелачивания с введением газообразного хлора приводит к полному извлечению золота в хлоридный солянокислый раствор, образующийся после отделения твердой части пульпы.

Существенным обстоятельством, обуславливающим целесообразность применения солянокислой хлоридной среды и хлора в качестве окислителя является то, что методы выделения золота из таких растворов хорошо известны и широко применяются в металлургии и аффинаже благородных металлов.

Изменение схемы переработки упорного золотосодержащего сырья, обогащенного пирит-арсенопиритными минералами, позволило повысить извлечение в раствор золота с 93,0 до 98,5%. Применение газообразного хлора в качестве окислителя в процессе гидрохлорирования обеспечивает полный переход золота в раствор в форме комплексных анионов  $[AuCl_4]^-$ , что способствует получению золотосодержащих растворов пригодных для последующей сорбционной переработки и выделения товарного золота.

## (57) Формула изобретения

Способ извлечения золота из золотосодержащего флотационного концентрата, включающий обработку концентрата выщелачиванием в хлоридном растворе в присутствии окислителя с извлечением золота в раствор, отличающийся тем, что предварительно проводят ультратонкое измельчение флотационного концентрата до содержания фракции крупностью -7 мкм от 60 до 80% с получением пульпы, а ее выщелачивание проводят с внесением соляной кислоты концентрацией от 100 до 200 г/л и хлорида натрия концентрацией от 100 до 200 г/л при температуре от 40 до 60 °С и соотношением ж:т от 4:1 до 6:1 при непрерывной подаче в пульпу в качестве окислителя газообразного хлора, достаточного для поддержания окислительного потенциала пульпы от 900 до 1000 мВ относительно водородного электрода с получением жидкой фазы золотосодержащего раствора и твердой фазы – кека.