

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2802924

СПОСОБ ПЕРЕРАБОТКИ ЗОЛОТОСОДЕРЖАЩИХ КОНЦЕНТРАТОВ

Патентообладатель: *Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Санкт-Петербургский горный университет" (RU)*

Авторы: *Петров Георгий Валентинович (RU), Гордеев Даниил Валерьевич (RU)*

Заявка № 2023110701

Приоритет изобретения 26 апреля 2023 г.

Дата государственной регистрации
в Государственном реестре изобретений
Российской Федерации 05 сентября 2023 г.

Срок действия исключительного права
на изобретение истекает 26 апреля 2043 г.

*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

Ю.С. Зубов





ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
C22B 11/00 (2023.05); C22B 3/06 (2023.05)

(21)(22) Заявка: 2023110701, 26.04.2023

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
26.04.2023

Дата регистрации:
05.09.2023

Приоритет(ы):
(22) Дата подачи заявки: 26.04.2023

(45) Опубликовано: 05.09.2023 Бюл. № 25

Адрес для переписки:
190106, Санкт-Петербург, 21 линия, В.О., 2,
ФГБОУ ВО "СПГУ", ИВАНОВ МИХАИЛ
ВЛАДИМИРОВИЧ

(72) Автор(ы):
Петров Георгий Валентинович (RU),
Гордеев Даниил Валерьевич (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 2732819 C1, 22.09.2020. EA 35804
B1, 13.08.2020. RU 2636775 C2, 28.11.2017. CN
106086455 A, 09.11.2016. WO 1998011019 A1,
19.03.1998.

(54) СПОСОБ ПЕРЕРАБОТКИ ЗОЛОТОСОДЕРЖАЩИХ КОНЦЕНТРАТОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к металлургии благородных металлов, в частности к переработке золотосодержащих концентратов двойной упорности. Способ переработки сульфидных золотосодержащих концентратов включает кислотную обработку концентрата, сгущение, подачу сгущенной пульпы в автоклав, автоклавное окисление концентрата под давлением кислорода, охлаждение выщелоченной пульпы самоиспарением, кондиционирование автоклавной пульпы, ее обезвоживание и

промывку и дальнейшее извлечение золота сорбционным цианированием автоклавного остатка. При этом в автоклавную пульпу подают раствор дихромата натрия с концентрацией от 2,0 до 2,2 кг/л и расходом от 143 до 200 литров на 1 тонну исходного золотосодержащего концентрата, а автоклавное окисление проводят при температуре от 210 до 250°C. Техническим результатом является повышение степени извлечения золота из золотосодержащих концентратов двойной упорности. 6 табл.

RU 2 802 924 C1

RU 2 802 924 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
C22B 11/00 (2023.05); *C22B 3/06* (2023.05)

(21)(22) Application: **2023110701, 26.04.2023**

(24) Effective date for property rights:
26.04.2023

Registration date:
05.09.2023

Priority:

(22) Date of filing: **26.04.2023**

(45) Date of publication: **05.09.2023** Bull. № 25

Mail address:

**190106, Sankt-Peterburg, 21 liniya, V.O., 2, FGBOU
VO "SPGU", IVANOV MIKHAIL
VLADIMIROVICH**

(72) Inventor(s):

**Petrov Georgii Valentinovich (RU),
Gordeev Daniil Valerevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

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

(54) **METHOD FOR PROCESSING GOLD-CONTAINING CONCENTRATES**

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy of precious metals.

SUBSTANCE: invention is related to processing of gold-bearing concentrates of double hardness. The method for processing sulfide gold-bearing concentrates includes acid treatment of the concentrate, thickening, feeding the thickened pulp into the autoclave, autoclave oxidation of the concentrate under oxygen pressure, cooling the leached pulp by self-evaporation, conditioning the autoclave pulp, its dehydration and washing, and further extraction of gold by sorption

cyanidation of the autoclave residue. At the same time, a sodium dichromate solution with a concentration of 2.0 to 2.2 kg/L and a flow rate of 143 to 200 liters per 1 ton of the initial gold-bearing concentrate is fed into the autoclave pulp, and autoclave oxidation is carried out at a temperature of 210 to 250°C.

EFFECT: increase of degree of extraction of gold from gold-bearing concentrates of double refractoriness.
1 cl, 6 tbl

Изобретение относится к металлургии благородных металлов, в частности к переработке упорных золотосодержащих концентратов.

Известен способ переработки упорных золотосодержащих концентратов с применением автоклавного окислительного выщелачивания (АОВ) (патент США № 4610724, опубл. 09.09.1986). 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 АОВ 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 остатка золото извлекают одним из традиционных методов цианирования (CIL, CIP, RIL, RIP).

Основным недостатком способа является низкое извлечение золота при переработке концентратов двойной упорности, поскольку данный способ не обеспечивает достаточного удаления органического углерода, ответственного за протекание механизма прег-роббинга, т.е. поглощения или сорбирования растворенного в процессе автоклавного окисления золота на поверхности углерода. При параметрах АОВ, описанных в патенте № 4610724, степень окисления органического углерода не превышает 10-15%, таким образом, оставшийся органический углерод продолжает активно поглощать золото, тем самым снижая конечное извлечение.

Известен способ переработки сырья двойной упорности (патент США № 5851499, опубл. 22.12.1998), в соответствии с которым на автоклавное выщелачивание поступает золотосодержащий материал (руда или концентрат), в котором весовое отношение сульфидной серы к карбонат-иону (S/CO_3) должно составлять от 4:1 до 0,5:1. Такое соотношение достигается добавкой известняка или смешиванием исходных материалов с различным содержанием сульфидов и карбонатов. Полученная смесь доизмельчается до крупности $R_{80} = 75 - 38$ мкм и подвергается автоклавному выщелачиванию при температуре не выше 215 °С в течение не более 45 мин. Жидкая фаза выщелоченной пульпы должна содержать от 7 до 25 г/л свободной серной кислоты и иметь окислительно-восстановительный потенциал (ОВП) не более 700 мВ (относительно стандартного водородного электрода (СВЭ)). Данный способ позволяет перерабатывать сырье двойной упорности с приемлемым извлечением золота. Однако для многих концентратов, в особенности, с повышенным содержанием органического углерода, способ дает неудовлетворительные результаты.

Основными недостатками способа являются низкое извлечение золота при переработке золотосодержащих концентратов двойной упорности, образование гипсовых настывлей на внутренних частях автоклавов и снижение степени использования кислорода из-за выделения в автоклаве углекислоты и необходимости выводить ее путем сброса абгаза.

Известен способ переработки золотосодержащих концентратов двойной упорности с использованием АОВ (патент РФ № 2514900, опубл. 05.10.2014), включающий кислотную обработку (декарбонизацию) измельченного концентрата, отмывку полученной кислой пульпы от хлоридов, АОВ отмытой пульпы концентрата, охлаждение окисленной пульпы путем самоиспарения, кондиционирование пульпы, ее обезвоживание и промывку и дальнейшее извлечение золота сорбционным цианированием автоклавного остатка. Согласно данному способу кислую пульпу золотосодержащего концентрата отмывают от хлоридов на фильтре или методом противоточной декантации, процесс

автоклавного окисления ведут при температуре 225 – 235°С и заканчивают по достижении окислительно-восстановительного потенциала пульпы в интервале 700 – 730 мВ, относительно стандартного водородного электрода (СВЭ). Данный способ позволяет перерабатывать золотосодержащие концентраты двойной упорности с высоким извлечением золота.

Основным недостатком данного способа является то, что он обеспечивает устранение только одной составляющей автоклавного прег-роббинга – хлорид-иона – за счёт его отмывки. Углеродистое вещество в процессе и после АОВ зачастую остаётся активным по отношению к растворимым комплексам золота и потенциально может оставаться причиной потерь драгоценного металла. Также отмывка пульпы кислотной обработки не всегда обеспечивает удаление значимых количеств хлорид-иона перед автоклавом, поскольку хлор может входить в кристаллическую решётку неразлагаемых в процессе декарбонизации минералов и быть недоступным для отмывки.

Известен способ переработки золотосодержащих руд и концентратов двойной упорности при повышенных температурах АОВ (Евразийский патент № 035804, опубл. 13.08.2020), 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 АОВ 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°С 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.

Основными недостатками данного способа являются: большие капитальные затраты, увеличенный расход электроэнергии, повышение требований к конструкционной прочности и коррозионной стойкости используемых материалов, повышение вероятности образования большого количества настылей на внутренних стенках аппаратного обеспечения данной технологии, что приводит к увеличению времени простоя оборудования.

Известен способ переработки золотосодержащих концентратов двойной упорности с использованием АОВ, принятый за ближайший аналог-прототип (патент РФ № 2732819, опубл. 22.09.2020), включающий кислотную обработку концентрата, сгущение с получением пульпы, подачу пульпы в автоклав, автоклавное окислительное выщелачивание пульпы под давлением кислорода, охлаждение выщелоченной пульпы самоиспарением, ее кондиционирование, обезвоживание и промывку с дальнейшим извлечением золота сорбционным цианированием автоклавного остатка, при этом автоклавное окислительное выщелачивание ведут при температуре 190-240°С и подаче в автоклав 25-100 кг/т азотной кислоты или 30-100 кг/т нитратной соли.

Основными недостатками способа являются высокий риск выброса токсичных азотсодержащих газов и активная коррозия аппаратного оборудования, выполненного не из инертных материалов.

Техническим результатом является повышение степени извлечения золота из золотосодержащих концентратов двойной упорности.

Технический результат достигается тем, что в автоклавную пульпу подают раствор

дихромата натрия с концентрацией от 2,0 до 2,2 кг/л и расходе от 143 до 200 литров на 1 тонну исходного золотосодержащего концентрата, при этом автоклавное окисление проводят при температуре от 210 до 250°C.

5 Способ осуществляется следующим образом. Исходный золотосодержащий концентрат, содержащий от 40 до 85 г/т золота, измельчают в мельнице до крупности от 0,10 до 0,45 мкм 90 % нужного класса. Измельчение происходит в мокром режиме, содержание твёрдого в измельчённой пульпе должно составлять не более 50 %.

10 Далее полученную пульпу направляют на кислотную обработку для разрушения карбонатов, входящих в состав исходного концентрата. Кислотная обработка проводится с использованием концентрированной серной кислоты в реакторах при постоянном перемешивании, температура процесса составляет от 60 до 70°C при продолжительности от 30 до 60 минут. рН пульпы после кислотной обработки находится в интервале от 1,6 до 1,8, что соответствует практически полному удалению кислоторастворимых карбонатов.

15 Затем полученную пульпу направляют на сгущение в радиальный сгуститель. В результате сгущения получается два продукта: верхний слив, представляющий собой кислый раствор, и нижний слив, представляющий собой пульпу бескарбонатного золотосодержащего концентрата.

20 Верхний слив сгустителя направляют на нейтрализацию. Нейтрализация проводится с использованием измельченного известняка в реакторах при постоянном перемешивании. Температура процесса составляет от 60 до 80°C при продолжительности от 30 до 60 минут. Полученную в ходе нейтрализации пульпу фильтруют на фильтр-прессе. В результате фильтрации получается два продукта: фильтрат, представляющий собой техническую воду, которая может быть возвращена в рабочий цикл технологии и кек фильтрации, состоящий из гипса. Кек фильтрации является отвальным продуктом

25 и направляется в шламохранище.

 Нижний слив сгустителя направляют на автоклавное окислительное выщелачивание (АОВ).

30 Автоклавное окислительное выщелачивание проводится в горизонтальном непрерывно действующем автоклаве с пятью секциями, каждая из которых оснащена перемешивающим устройством. Под каждое перемешивающее устройство подается кислород и острая вода для охлаждения. Пульпа нижнего слива сгустителя поступает в первую секцию автоклава, где начинает окисляться кислородом, в результате чего сульфиды, входящие в состав исходного концентрата, окисляются до сульфатов. На

35 завершающей стадии окисления сульфидов в автоклав, в четвертую секцию, подаётся раствор соли дихромата натрия с концентрацией от 2,0 до 2,2 кг/л и расходе от 143 до 200 литров на 1 тонну исходного золотосодержащего концентрата. Дихромат натрия в процессе автоклавного окислительного выщелачивания выступает в качестве вторичного окислителя и преимущественно взаимодействует с органическим углеродом,

40 окисляя его до углекислого газа. Автоклавное окисление проводят при температуре от 210 до 250°C и увеличенным временем окисления от 20 до 60 минут. Парциальное давление кислорода составляет от 3 до 7 бар. В результате автоклавного окисления с добавкой дихромата натрия в четвертую секцию автоклава получают пульпу автоклавного окисления.

45 Пульпу автоклавного окисления направляют на охлаждение в самоиспаритель. В результате охлаждения получается пар и охлажденная пульпа автоклавного окисления. Пар сбрасывается в атмосферу через газоочистную систему.

 Охлажденную пульпу автоклавного окисления направляют на операцию

кондиционирования для растворения основных сульфатов, образовавшихся в процессе автоклавного окисления. Кондиционирование происходит в реакторах при постоянном перемешивании, температура процесса от 80 до 95°C, продолжительность от 60 до 240 минут.

5 Полученную в результате кондиционирования пульпу направляют на сгущение в радиальный сгуститель. В результате сгущения получается два продукта: верхний слив, представляющий собой кислый раствор, содержащий, преимущественно, сульфат трехвалентного железа и нижний слив, представляющий собой кондиционированную окисленную пульпу, в которой сконцентрировано золото.

10 Верхний слив сгустителя направляют на нейтрализацию. Нейтрализация проводится с использованием измельченного известняка в реакторах при постоянном перемешивании и температуре от 60 до 80°C от 30 до 60 минут. Полученная в ходе нейтрализации пульпа фильтруется на фильтр-прессе. В результате фильтрации получается два продукта: фильтрат, представляющий собой техническую воду, которая
15 может быть возвращена в рабочий цикл технологии и кек фильтрации, состоящий из гипса, гематита и скородита. Кек фильтрации является отвальным продуктом и направляется в шламохранище.

Нижний слив сгустителя направляют на сорбционное цианирование или RIP процесс. Цианирование проводится в реакторах при постоянном перемешивании с
20 использованием раствора цианида калия или натрия, измельченной извести для поддержания pH в интервале от 10,0 до 10,5 и ионообменной смолы, которая сорбирует растворившееся в процессе цианирования золото. В результате сорбционного цианирования получают смесь, состоящую из пульпы цианирования и смолы, насыщенной золотом. Полученная смесь направляется на вибрационный грохот для
25 разделения смолы и пульпы цианирования. В результате грохочения получается два продукта, пульпа цианирования и насыщенная золотом смола.

Пульпу цианирования направляют на обезвреживание, а затем – в шламохранилище.

Насыщенную золотом смолу направляют на десорбцию. Десорбция проводится в сорбционных колоннах с использованием раствора цианида калия или натрия. В
30 результате десорбции получают два продукта, регенерированную смолу и насыщенный золотом цианистый раствор.

Регенерированную смолу возвращают обратно на сорбционное цианирование.

Насыщенный золотом цианистый раствор отправляют на электролиз, где золото из раствора восстанавливается до металла.

35 Способ поясняется следующими примерами.

Пример 1. Переработке подвергся флотационный золотосодержащий концентрат, химический состав которого приведен в таблице 1.

Таблица 1 – Химический состав концентрата

40

Содержание компонентов, %										
Au (г/т)	C _{общ}	C _{орг}	As	Fe	S _{общ}	S _{SO4}	Sb	Si	Al	K
83,0	3,2	3,1	9,1	19,5	17,5	0,08	0,09	14,6	4,5	1,46

Концентрат измельчался в планетарной мельнице до крупности от 0,10 до 0,45 мкм 90% нужного класса в режиме мокрого измельчения. Далее полученная пульпа
45 измельченного концентрата разбавлялась дистиллированной водой до содержания твердого 20 %. Полученная пульпа направлялась на кислотную обработку с использованием концентрированной серной кислоты для удаления карбонатов с продолжительностью 60 минут при температуре 60°C и конечным pH пульпы от 1,6

до 1,8.

Полученная кислая пульпа переносилась в титановый автоклав объемом 1,2 л, где разбавлялась дистиллированной водой до содержания твердого 16%.

5 Затем автоклав нагревался до температур от 210 до 250°C, после достижения заданной температуры начиналась подача кислорода до парциального давления от 5 бар и включалось перемешивание. Этот момент считался началом опыта. В процессе опыта непрерывно измерялся расход кислорода. Температура и давление в автоклаве поддерживались автоматически на заданном уровне.

10 Опыт № 1 проводился в режимах, приближенных к режимам АОВ патентов-аналогов, т.е. автоклавное окисление с продолжительностью, необходимой для полного окисления сульфидов, температура АОВ составляла 230°C, избыточное давление кислорода 5 бар. В данном случае эксперимент заканчивался, когда прекращался расходоваться кислород. Данный опыт являлся эталонным, на основе его показателей проводилось сравнение.

15 Опыты № 2, 3, 4, 5 и 6 проводились с добавкой дихромата натрия в качестве вторичного окислителя после полного завершения потребления кислорода и увеличенным временем пребывания пульпы в автоклаве. Соль дихромата натрия добавлялась в автоклав с помощью поршневого насоса в виде раствора концентрацией 2,1 кг/л в количествах от 47 до 238 л/т исходного концентрата. Время переокисления пульпы составляло 30 минут, температура АОВ 230°C.

20 Опыты № 7, 8, 9 и 10 проводились с добавкой дихромата натрия в качестве вторичного окислителя после полного завершения потребления кислорода и увеличенным временем пребывания пульпы в автоклаве. Соль дихромата натрия добавлялась в автоклав с помощью поршневого насоса в виде раствора концентрацией 2,1 кг/л в количестве 190 л/т исходного концентрата. Время переокисления пульпы варьировалось от 10 до 80 минут, температура АОВ составляла 230°C.

25 Опыты № 11, 12, 13, 14 и 15 проводились с добавкой дихромата натрия в качестве вторичного окислителя после полного завершения потребления кислорода и увеличенным временем пребывания пульпы в автоклаве. Соль дихромата натрия добавлялась в автоклав с помощью поршневого насоса в виде раствора концентрацией 2,1 кг/л в количестве 190 л/т исходного концентрата. Время переокисления пульпы составляло 30 минут, температура АОВ варьировалась от 190 до 260°C.

30 Опыты № 16, 17, 18 и 19 проводились с добавкой дихромата натрия в качестве вторичного окислителя после полного завершения потребления кислорода и увеличенным временем пребывания пульпы в автоклаве. Соль дихромата натрия добавлялась в автоклав с помощью поршневого насоса в виде растворов с концентрацией от 1 до 2,2 кг/л в количествах от 182 до 400 л/т исходного концентрата. Время переокисления пульпы составляло 30 минут, температура АОВ 230°C.

35 Окончание всех опытов было одинаковым: автоклавная пульпа, независимо от способа ее получения, охлаждалась до температуры 95°C и кондиционировалась при этой температуре в течение 2 ч прямо в автоклаве.

40 Затем пульпа фильтровалась, в результате получали два продукта, кек фильтрации и раствор, который отправляли на утилизацию. Кек промывался водой и подвергался сорбционному цианированию (RIP), которое проводилось при содержании твердого в пульпе 20 %, концентрации цианида 0,1 %, рН от 10,0 до 10,5, объемной концентрации смолы Purogold 5 % в течение 24 ч.

Далее в кехах сорбционного цианирования пробирным методом определялось содержание золота. Извлечение золота рассчитывалось на основе исходного содержания в концентрате и конечного содержания в хвостах цианирования. Полученные результаты

приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Результаты экспериментов

№ опыта	Продолжительность этапов окисления, мин			Т, °С	Конц. Раствора Na ₂ Cr ₂ O ₇ , кг/л	Расход раствора Na ₂ Cr ₂ O ₇ , л/т исх.концентрата	Степень окисл. Сорг, %	Извлечение золота, %
	Этап 1	Этап 2	Общая					
1	19	-	19	230	2,1	-	5,6	90,0
2	20	30	50	230	2,1	47	37,5	95,8
3	21	30	51	230	2,1	95	48,6	96,4
4	21	30	51	230	2,1	143	68,8	98,4
5	20	30	50	230	2,1	190	68,6	98,3
6	19	30	49	230	2,1	238	69,0	98,4
7	20	10	30	230	2,1	143	5,3	87,9
8	21	20	41	230	2,1	143	11,5	91,5
9	19	50	69	230	2,1	143	69,0	98,3
10	19	80	99	230	2,1	143	68,9	98,4
11	37	30	67	190	2,1	143	31,6	93,1
12	26	30	56	210	2,1	143	35,6	94,9
13	16	30	46	240	2,1	143	69,1	98,5
14	9	30	39	250	2,1	143	73,1	99,7
15	7	30	37	260	2,1	143	73,5	99,8
16	20	30	50	230	1,0	400	68,3	98,2
17	21	30	51	230	1,5	267	69,0	98,3
18	19	30	49	230	2,0	200	68,1	98,1
19	20	30	50	230	2,2*	182	68,7	98,4

* - предельная растворимость дихромата натрия в воде при 20°С.

Результаты опыта 1 показывают, что органический углерод окислился незначительно, в результате чего наблюдалось низкое значение степени извлечения золота.

Результаты опытов 2–6, в которых применялся предлагаемый способ и варьировался расход вторичного окислителя дихромата натрия, показывают эффективность предлагаемого способа. При расходе дихромата натрия 47 л/т степень извлечения золота возросла до 95%, увеличение расхода реагента способствовало повышению извлечения золота. Расход раствора соли дихромата натрия с концентрацией 2,1 кг/л в 143 л/т можно принять оптимальным, поскольку дальнейшее его дальнейшее увеличение не способствует значительному приросту извлечения золота.

Результаты опытов 7–10, в которых применялся предлагаемый способ и варьировалось время переокисления, также показывают эффективность предлагаемого способа. По данным таблицы 2 видно, что оптимальное время переокисления для данного материала составляет 30 минут.

Результаты опытов 11–15, в которых применялся предлагаемый способ и варьировалась температура АОВ, также показывают эффективность предлагаемого способа. Низкие температуры АОВ до 230°С малоэффективны. Вероятно, таких значений недостаточно для эффективного взаимодействия дихромата натрия с органическим углеродом. Увеличение температуры свыше 250°С нецелесообразно, поскольку оно оказывает незначительный эффект на прирост золота. Таким образом, температурный интервал предлагаемого способа лежит в интервале от 220 до 250°С.

Результаты опытов 16–19 показывают, что концентрация подаваемой соли дихромата натрия не влияет на основные показатели. Технологически наиболее целесообразно подавать раствор соли дихромата натрия с максимально допустимой концентрацией для снижения объемов технологического оборудования. Т.е. наиболее оптимальная концентрация лежит в интервале от 2 до 2,2 кг/л, ее повышение нежелательно так как может привести к пересыщению раствора.

Таким образом, предлагаемый способ позволяет увеличить степень извлечения золота за счет добавки вторичного окислителя, увеличения продолжительность окисления и повышения температуры АОВ до 250°C.

Пример 2. Переработке подвергся флотационный золотосодержащий концентрат, химический состав которого приведён в таблице 3.

Таблица 3 – Химический состав концентрата

Содержание компонентов, %										
Au (г/т)	C _{общ}	C _{орг}	As	Fe	S _{общ}	S _{SO4}	Sb	Si	Al	K
84,8	3,0	2,6	6,5	14,7	12,6	0,16	0,07	16,9	3,8	1,75

Концентрат измельчался в планетарной мельнице до крупности от 0,10 до 0,45 мкм 90 % нужного класса в режиме мокрого измельчения. Далее полученная пульпа измельченного концентрата разбавлялась дистиллированной водой до содержания твердого 20 %. Полученная пульпа направлялась на кислотную обработку с использованием концентрированной серной кислоты для удаления карбонатов с продолжительностью 60 минут при температуре 60°C и конечным рН пульпы от 1,6 до 1,8.

Полученная кислая пульпа переносилась в титановый автоклав объемом 1,2 л, где разбавлялась дистиллированной водой до содержания твердого 16%.

Затем автоклав нагревался до температур от 210 до 250°C, после достижения заданной температуры начиналась подача кислорода до парциального давления от 5 бар и включалось перемешивание. Этот момент считался началом опыта. В процессе опыта непрерывно измерялся расход кислорода. Температура и давление в автоклаве поддерживались автоматически на заданном уровне.

Опыт № 1 проводился в режимах, приближенных к режимам АОВ патентов-аналогов, т.е. автоклавное окисление с продолжительностью, необходимой для полного окисления сульфидов, температура АОВ составляла 230°C, избыточное давление кислорода 5 бар. В данном случае эксперимент заканчивался, когда прекращался расходоваться кислород. Данный опыт являлся эталонным, на основе его показателей проводилось сравнение.

Опыты № 2, 3, 4, 5 и 6 проводились с добавкой дихромата натрия в качестве вторичного окислителя после полного завершения потребления кислорода и увеличенным временем пребывания пульпы в автоклаве. Соль дихромата натрия добавлялась в автоклав с помощью поршневого насоса в виде раствора концентрацией 2,1 кг/л в количествах от 47 до 238 л/т исходного концентрата. Время переокисления пульпы составляло 30 минут, температура АОВ 230°C.

Опыты № 7, 8, 9 и 10 проводились с добавкой дихромата натрия в качестве вторичного окислителя после полного завершения потребления кислорода и увеличенным временем пребывания пульпы в автоклаве. Соль дихромата натрия добавлялась в автоклав с помощью поршневого насоса в виде раствора концентрацией 2,1 кг/л в количестве 190 л/т исходного концентрата. Время переокисления пульпы варьировалось от 10 до 80 минут, температура АОВ составляла 230°C.

Опыты № 11, 12, 13, 14 и 15 проводились с добавкой дихромата натрия в качестве вторичного окислителя после полного завершения потребления кислорода и увеличенным временем пребывания пульпы в автоклаве. Соль дихромата натрия добавлялась в автоклав с помощью поршневого насоса в виде раствора концентрацией 2,1 кг/л в количестве 190 л/т исходного концентрата. Время переокисления пульпы составляло 30 минут, температура АОВ варьировалась от 190 до 260°C.

Опыты № 16, 17, 18 и 19 проводились с добавкой дихромата натрия в качестве

вторичного окислителя после полного завершения потребления кислорода и увеличенным временем пребывания пульпы в автоклаве. Соль дихромата натрия добавлялась в автоклав с помощью поршневого насоса в виде растворов с концентрацией от 1 до 2,2 кг/л в количествах от 182 до 400 л/т исходного концентрата.

5 Время переокисления пульпы составляло 30 минут, температура АОВ 230°С.

Окончание всех опытов было одинаковым: автоклавная пульпа, независимо от способа ее получения, охлаждалась до температуры 95°С и кондиционировалась при этой температуре в течение 2 ч прямо в автоклаве.

10 Затем пульпа фильтровалась, в результате получали два продукта, кек фильтрации и раствор, который отправляли на утилизацию. Кек промывался водой и подвергался сорбционному цианированию (RIP), которое проводилось при содержании твердого в пульпе 20 %, концентрации цианида 0,1 %, рН от 10,0 до 10,5, объёмной концентрации смолы Purogold 5 % в течение 24 ч.

15 Далее в кеках сорбционного цианирования пробирным методом определялось содержание золота. Извлечение золота рассчитывалось на основе исходного содержания в концентрате и конечного содержания в хвостах цианирования. Результаты экспериментов представлены в таблице 4.

Таблица 4 – Результаты экспериментов

№ опыта	Продолжительность этапов окисления, мин			Т, °С	Конц. Раствора Na ₂ Cr ₂ O ₇ , кг/л	Расход раствора Na ₂ Cr ₂ O ₇ , л/т исх.концентрата	Степень окисл. Сорг, %	Извлечение золота, %
	Этап 1	Этап 2	Общая					
1	19	-	19	230	2,1	-	8,5	90,2
2	20	30	50	230	2,1	47	40,5	97,0
3	19	30	49	230	2,1	95	49,5	97,9
4	20	30	50	230	2,1	143	62,4	98,3
5	21	30	51	230	2,1	190	70,1	99,1
6	22	30	52	230	2,1	238	69,9	99,1
7	19	10	29	230	2,1	190	12,5	89,9
8	19	20	39	230	2,1	190	42,5	97,1
9	20	50	70	230	2,1	190	41,9	97,0
10	21	80	101	230	2,1	190	42,0	97,1
11	42	30	72	190	2,1	190	29,8	93,7
12	25	30	52	210	2,1	190	69,3	97,3
13	13	30	43	240	2,1	190	75,3	99,5
14	7	30	37	250	2,1	190	78,9	99,9
15	5	30	35	260	2,1	190	78,8	99,9
16	20	30	50	230	1,0	400	70,0	99,0
17	21	30	51	230	1,5	267	70,5	99,2
18	19	30	49	230	2,0	200	69,9	99,1
19	20	30	50	230	2,2*	182	70,1	99,0

* - предельная растворимость дихромата натрия в воде при 20°С.

40 Результаты опыта 1 показывают, что органический углерод окислился незначительно, в результате чего наблюдалось низкое значение степени извлечения золота.

45 Результаты опытов 2–6, в которых применялся предлагаемый способ и варьировался расход вторичного окислителя дихромата натрия, показывают эффективность предлагаемого способа. При расходе раствора дихромата натрия 47 л/т степень извлечения золота возросла до 97%, увеличение расхода реагента способствовало повышению извлечения золота. Расход раствора соли дихромата натрия с концентрацией 2,1 кг/л в 190 л/т можно принять оптимальным, поскольку дальнейшее его дальнейшее увеличение не способствует значительному приросту извлечения золота.

Результаты опытов 7–10, в которых применялся предлагаемый способ и

варьировалось время переокисления, также показывают эффективность предлагаемого способа. По данным таблицы 4 видно, что оптимальное время переокисления для данного материала составляет 20 минут.

5 Результаты опытов 11–15, в которых применялся предлагаемый способ и варьировалась температура АОВ, также показывают эффективность предлагаемого способа. Низкие температуры АОВ до 230°C малоэффективны. Вероятно, таких значений недостаточно для эффективного взаимодействия дихромата натрия с органическим углеродом. Увеличение температуры свыше 250°C нецелесообразно, поскольку оно оказывает незначительный эффект на прирост золота. Таким образом, температурный
10 интервал предлагаемого способа лежит в интервале от 220 до 250°C.

Результаты опытов 16–19 показывают, что концентрация подаваемой соли дихромата натрия не влияет на основные показатели. Технологически наиболее целесообразно
15 подавать раствор соли дихромата натрия с максимально допустимой концентрацией для снижения объемов технологического оборудования. Т.е. наиболее оптимальная концентрация лежит в интервале от 2 до 2,2 кг/л, ее повышение нежелательно так как может привести к пересыщению раствора.

Пример 3. Переработке подвергся флотационный золотосодержащий концентрат, химический состав которого приведён в таблице 5.

Таблица 5 – Химический состав концентрата

20

Содержание компонентов, %										
Au (г/т)	C _{общ}	C _{орг}	As	Fe	S _{общ}	S _{SO4}	Sb	Si	Al	K
40,9	3,6	3,3	1,9	19,5	19,4	0,09	0,94	13,5	5,6	1,8

Концентрат измельчался в планетарной мельнице до крупности от 0,10 до 0,45 мкм
25 90 % нужного класса в режиме мокрого измельчения. Далее полученная пульпа измельченного концентрата разбавлялась дистиллированной водой до содержания твердого 20 %. Полученная пульпа направлялась на кислотную обработку с использованием концентрированной серной кислоты для удаления карбонатов с продолжительностью 60 минут при температуре 60°C и конечным рН пульпы от 1,6
30 до 1,8.

Полученная кислая пульпа переносилась в титановый автоклав объемом 1,2 л, где разбавлялась дистиллированной водой до содержания твердого 16%.

Затем автоклав нагревался до температур от 210 до 250°C, после достижения заданной температуры начиналась подача кислорода до парциального давления от 5 бар и
35 включалось перемешивание. Этот момент считался началом опыта. В процессе опыта непрерывно измерялся расход кислорода. Температура и давление в автоклаве поддерживались автоматически на заданном уровне.

Опыт № 1 проводился в режимах, приближенных к режимам АОВ патентов-аналогов, т.е. автоклавное окисление с продолжительностью, необходимой для полного окисления
40 сульфидов, температура АОВ составляла 230°C, избыточное давление кислорода 5 бар. В данном случае эксперимент заканчивался, когда прекращался расходоваться кислород. Данный опыт являлся эталонным, на основе его показателей проводилось сравнение.

Опыты № 2, 3, 4, 5 и 6 проводились с добавкой дихромата натрия в качестве
45 вторичного окислителя после полного завершения потребления кислорода и увеличенным временем пребывания пульпы в автоклаве. Соль дихромата натрия добавлялась в автоклав с помощью поршневого насоса в виде раствора концентрацией 2,1 кг/л в количествах от 47 до 238 л/т исходного концентрата. Время переокисления пульпы составляло 30 минут, температура АОВ 230°C.

Опыты № 7, 8, 9 и 10 проводились с добавкой дихромата натрия в качестве вторичного окислителя после полного завершения потребления кислорода и увеличенным временем пребывания пульпы в автоклаве. Соль дихромата натрия добавлялась в автоклав с помощью поршневого насоса в виде раствора концентрацией 2,1 кг/л в количестве 190 л/т исходного концентрата. Время переокисления пульпы варьировалось от 10 до 80 минут, температура АОВ составляла 230°С.

Опыты № 11, 12, 13, 14 и 15 проводились с добавкой дихромата натрия в качестве вторичного окислителя после полного завершения потребления кислорода и увеличенным временем пребывания пульпы в автоклаве. Соль дихромата натрия добавлялась в автоклав с помощью поршневого насоса в виде раствора концентрацией 2,1 кг/л в количестве 190 л/т исходного концентрата. Время переокисления пульпы составляло 30 минут, температура АОВ варьировалась от 190 до 260°С.

Опыты № 16, 17, 18 и 19 проводились с добавкой дихромата натрия в качестве вторичного окислителя после полного завершения потребления кислорода и увеличенным временем пребывания пульпы в автоклаве. Соль дихромата натрия добавлялась в автоклав с помощью поршневого насоса в виде растворов с концентрацией от 1 до 2,2 кг/л в количествах от 182 до 400 л/т исходного концентрата. Время переокисления пульпы составляло 30 минут, температура АОВ 230°С.

Окончание всех опытов было одинаковым: автоклавная пульпа, независимо от способа ее получения, охлаждалась до температуры 95°С и кондиционировалась при этой температуре в течение 2 ч прямо в автоклаве.

Затем пульпа фильтровалась, в результате получали два продукта, кек фильтрации и раствор, который отправляли на утилизацию. Кек промывался водой и подвергался сорбционному цианированию (RIP), которое проводилось при содержании твердого в пульпе 20 %, концентрации цианида 0,1 %, рН от 10,0 до 10,5, объёмной концентрации смолы Purogold 5 % в течение 24 ч.

Далее в кеках сорбционного цианирования пробирным методом определялось содержание золота. Извлечение золота рассчитывалось на основе исходного содержания в концентрате и конечного содержания в хвостах цианирования. Результаты экспериментов представлены в таблице 6.

Таблица 6 – Результаты экспериментов

№ опыта	Продолжительность этапов окисления, мин			Т, °С	Конц. Раствора Na ₂ Cr ₂ O ₇ , кг/л	Расход раствора Na ₂ Cr ₂ O ₇ , л/т исх.концентрата	Степень окисл. Сорг, %	Извлечение золота, %
	Этап 1	Этап 2	Общая					
1	14	-	14	230	2,1	-	9,6	85,2
2	13	30	43	230	2,1	47	21,5	87,9
3	15	30	45	230	2,1	95	54,5	91,5
4	14	30	44	230	2,1	143	69,8	95,9
5	14	30	44	230	2,1	190	87,1	97,9
6	15	30	45	230	2,1	238	87,3	98,0
7	14	10	44	230	2,1	190	11,5	85,6
8	16	20	36	230	2,1	190	86,9	98,0
9	15	50	65	230	2,1	190	87,5	98,3
10	15	80	95	230	2,1	190	87,3	98,0
11	29	30	59	190	2,1	190	47,5	89,5
12	21	30	46	210	2,1	190	74,1	95,6
13	9	30	39	240	2,1	190	88,9	98,5
14	6	30	36	250	2,1	190	90,1	99,5
15	4	30	34	260	2,1	190	91,0	99,7
16	20	30	50	230	1,0	400	87,4	98,0
17	21	30	51	230	1,5	267	87,0	97,9

18	19	30	49	230	2,0	200	87,1	98,2
19	20	30	50	230	2,2*	182	87,5	98,1

* - предельная растворимость дихромата натрия в воде при 20°C.

5 Результаты опыта 1 показывают, что органический углерод окислился незначительно, в результате чего наблюдалось низкое значение степени извлечения золота.

10 Результаты опытов 2–6, в которых применялся предлагаемый способ и варьировался расход вторичного окислителя дихромата натрия, показывают эффективность предлагаемого способа. При расходе дихромата натрия 47 л/т степень извлечения золота возросла до 88%, увеличение расхода реагента способствовало повышению извлечения золота. Расход раствора соли дихромата натрия с концентрацией 2,1 кг/л в 190 л/т можно принять оптимальным, поскольку дальнейшее его дальнейшее увеличение не способствует значительному приросту извлечения золота.

15 Результаты опытов 7–10, в которых применялся предлагаемый способ и варьировалось время переокисления, также показывают эффективность предлагаемого способа. По данным таблицы 5 видно, что оптимальное время переокисления для данного материала составляет 20 минут.

20 Результаты опытов 11–15, в которых применялся предлагаемый способ и варьировалась температура АОВ, также показывают эффективность предлагаемого способа. Низкие температуры АОВ до 230°C малоэффективны. Вероятно, таких значений недостаточно для эффективного взаимодействия дихромата натрия с органическим углеродом. Увеличение температуры свыше 250°C нецелесообразно, поскольку оно оказывает незначительный эффект на прирост золота. Таким образом, температурный интервал предлагаемого способа лежит в интервале от 220 до 250°C.

25 Результаты опытов 16–19 показывают, что концентрация подаваемой соли дихромата натрия не влияет на основные показатели. Технологически наиболее целесообразно подавать раствор соли дихромата натрия с максимально допустимой концентрацией для снижения объемов технологического оборудования. Т.е. наиболее оптимальная концентрация лежит в интервале от 2 до 2,2 кг/л, ее повышение нежелательно так как может привести к пересыщению раствора.

30 Переработка золотосодержащих концентратов двойной упорности по предлагаемому способу позволяет значительно повысить степень удаления органического углерода на операции АОВ и, тем самым, увеличить степень извлечения золота из упорных золотосодержащих концентратов благодаря добавке раствора соли дихромата натрия с концентрацией от 2,0 до 2,2 кг/л в качестве вторичного окислителя в количестве от 35 136 до 200 литров на тонну исходного концентрата, увеличению времени окисления на АОВ от 20 до 60 минут проведению АОВ в интервале температур от 220 до 250°C.

(57) Формула изобретения

40 Способ переработки сульфидных золотосодержащих концентратов, включающий кислотную обработку концентрата, сгущение, подачу сгущенной пульпы в автоклав, автоклавное окисление концентрата под давлением кислорода, охлаждение выщелоченной пульпы самоиспарением, кондиционирование автоклавной пульпы, ее обезвоживание и промывку и дальнейшее извлечение золота сорбционным цианированием автоклавного остатка, отличающийся тем, что в автоклавную пульпу 45 подают раствор дихромата натрия с концентрацией от 2,0 до 2,2 кг/л и расходом от 143 до 200 литров на 1 тонну исходного золотосодержащего концентрата, при этом автоклавное окисление проводят при температуре от 210 до 250°C.