doi:10. 3969/j. issn. 1007-7545. 2023. 10. 010

难处理金精矿加压氧化预处理

陈明军,杨泉,赵雨,付豪,肖雄,马明涛,李春辉,杨海斌

(贵研资源(易门)有限公司,云南 玉溪 651100)

摘要:研究了某含硫 21. 2%、含金 40. 3 g/t 难处理金精矿的加压氧化预处理工艺。通过单因素试验研究加压氧化过程中磨矿细度、反应压力、反应温度、反应时间、搅拌转速及矿浆浓度等对氰化效果的影响,得到易于氰化的加压氧化渣。再通过氰化提金过程中矿浆浓度、氰化钠用量、pH、浸出时间等对金浸出率的影响研究,获得最佳加压氧化预处理条件为:磨矿细度-0.045 mm 占 95%、反应压力 1. 6 MPa、矿浆浓度 20%、反应温度 160% C、反应时间 240 min、搅拌转速 350 r/min。在此条件下,金氰化平均浸出率达到 97.3%。

关键词:难处理金精矿;加压氧化;氰化

中图分类号:TF831 文献标志码:A 文章编号:1007-7545(2023)10-0070-05

Pressure Oxidation Pretreatment Process of a Refractory Gold Concentrate

CHEN Mingjun, YANG Quan, ZHAO Yu, FU Hao, XIAO Xiong, MA Mingtao, LI Chunhui, YANG Haibin

(Sino-Platinum Metals Resources (Yimen) Co., Ltd., Yuxi 651100, Yunnan, China)

Abstract: The pressure oxidation pretreatment process of a refractory gold concentrate containing 21.2% sulfur and 40.3 g/t gold was studied. The effects of grinding fineness, reaction pressure, reaction temperature, reaction time, stirring speed and pulp concentration on cyanidation were studied by single factor test. A pressure oxidized slag is obtained which is easy to cyanide. Then, the influence of pulp concentration, sodium cyanide dosage, pH value and leaching time on gold leaching rate in the process of cyanidation gold extraction was studied. The results show that the gold average cyanidation leaching rate is 97.3% under the optimum conditions including grinding fineness of -0.045 mm content of 95%, reaction pressure of 1.6 MPa, slurry concentration of 20%, reaction temperature of 160%, reaction time of 240 min, and stirring speed of 350 r/min.

Key words: refractory gold concentrate; pressure oxidation; cyanidation

在人类的发展历程中,金是最早被认识和应用的金属之一^[1]。黄金具有良好的物理属性,稳定的化学性质及优异的延展性,具有不可或缺的工业应用价值,是首饰、电子等行业的重要原料。同时,因

其世界储量极少,这赋予它投资和储备的金融属性。随着社会进步和发展,黄金矿石被大规模开发利用,容易开发的黄金矿产资源日渐枯竭,迫使黄金行业开始关注难处理黄金矿产资源的开发及处理工艺的

收稿日期:2023-04-19

基金项目:云南省科技厅科技计划项目重大专项(202102AB080007);云南贵金属实验室科技计划项目(YPML-2022050208)

作者简介:陈明军(1984-),男,硕士研究生,工程师;通信作者:杨泉(1980-),男,高级工程师,高级经济师

研究。目前氰化提金法在黄金提取工业中具有支配地位^[2],但对于某些金矿却不能很好地用氰化法进行提金,通常将不能采用常规氰化法把黄金有效提取出来的金矿定义为难处理金矿^[3]。根据成因不同,可以大致将难处理黄金矿产资源分为三大类^[4-8]:第一种是非硫化脉石包裹金,其中金粒太小,单靠磨矿不能使之暴露,金粒很难接触到氰化液;第二种是硫化物包裹金,这是最大的一类难处理金矿石,金被包裹在硫化矿物中,主要是黄铁矿和砷黄铁矿,细磨也不足以使金粒暴露;第三种是碳质金矿石,矿石中有机碳是活性炭型的,在浸出时,金氰配合物被矿石中的活性有机碳从溶液中吸附而不能进入溶液,很难浸出。

近年来,我国在难处理金矿石氧化预处理技术的研究及应用上取得了很大进展,特别是生物氧化^[9-11]、焙烧氧化^[12]、加压氧化^[13-17]的工艺应用,为我国难处理金矿的利用打开了新局面。本文针对难处理金矿石金难以暴露氰化、浸出率低的问题,探究难处理金矿加压氧化预处理浸出方法,提高金的浸出率,进一步优化难处理金精矿加压氧化预处理工艺。

1 试验部分

1.1 试验方法

难处理金精矿含硫 21.2%,为典型的硫化物包裹金。每组称取前期混匀制备好的金精矿 1~000~g 进行加压氧化预处理,得到的氧化渣经固液分离、洗涤至 pH 为 $6\sim7~$ 后烘干,混匀得到氧化渣;称取 500~ g 氧化渣,采用 CaO 及适量 H_2O 调浆进行氰化,氰化渣经固液分离、洗涤至 pH 为 $7\sim8~$ 后烘干,混匀得到氰化渣;取样分析,由氰化渣 Au 含量对比氧化渣 Au 含量(根据金精矿 Au 含量及加压氧化渣率折算)计算 Au 的氰化浸出率(以下简称 Au 浸出率),以 Au 浸出率表征加压氧化效果。

通过试验探索磨矿细度、反应压力、固液比、反应温度、反应时间以及搅拌转速六个主要因素对物料氧化效果的影响。磨矿细度 — 0.045 mm 占95%、反应压力 2 MPa、矿浆浓度 15%、反应温度170 ℃、反应时间300 min,以及搅拌转速400 r/min为基本工艺条件展开研究。氧化渣氰化条件固定为:NaCN 用量3%。矿浆浓度24%、充气流量0.04 m³/h、CaO用量以体系pH调节到12为准(一般CaO用量为0.7%~1%)、搅拌强度以体系表面有明显流动为准(一般搅拌转速为750~800 r/min)、氰

化时间 24 h。

1.2 试验原料、仪器及试剂

物料浮选前原矿含 Au 3.55 g/t,在磨矿细度为一0.045 mm 占 70%、碳酸钠用量 800 g/t、硫酸铜用量 150 g/t、戊基黄药用量 200 g/t、松醇油用量 40 g/t、矿浆浓度 33%的条件下,采用阶段磨矿一阶段选别一中矿再磨工艺流程进行浮选。浮选后得到的金精矿为本次试验所用物料,该物料经混料机混匀后取样分析,主要化学成分分析结果为: Au 40.3 g/t、S 21.2%、Fe 18.4%、CaO 1.72%、MgO 1.19%、SiO₂ 26.13%。

主要设备仪器有:混料机(非标)、球磨机(型号 XMQ-460x600)、磁力搅拌加压釜(型号 GSH-50L)、水环式真空泵(型号 SKA $_2$ 060)、 $_{\rm PH}$ 计(型号 PHS-3C)、电子秤(型号 FWN-V6-3015)、精密天平(型号 FA1204B)、标准筛(GB 6003—1997)。

主要试剂:分析纯硫酸和氧化钙;工业级木质素 磺酸钠、氧气、氰化钠。

2 结果与讨论

2.1 磨矿细度对加压氧化效果的影响

磨矿细度试验分别选取-0.075 mm、-0.063 mm、 -0.053 mm, -0.045 mm, -0.040 mm 占 95%进 行。采用球磨机将物料球磨至所需细度后进行试 验,加压氧化工艺条件固定为:反应压力 2 MPa、矿 浆浓度 15%、反应温度 170 ℃、反应时间 300 min、 搅拌转速 400 r/min。所得氧化渣经氰化浸出,试验 结果如图 1 所示。从图 1 可以看出,磨矿细度增加 能够提高氰化浸出率。原因有:一方面,硫化矿物集 合体的粒度以细粒为主,矿石细化后能够使硫化矿 物充分暴露,有利于加压氧化过程中尽可能将硫化 矿物转化成氧化矿物,将硫化矿物包裹的金暴露出 来,从而提高金的氰化浸出率;另一方面,金呈微细 粒或次显微结构产出,矿石细化本身也有利于微粒 金的氰化浸出。但在实际生产时需要考虑物料沉降 速度及磨矿成本等因素,因此一0.045 mm 占 95% 是较为合理的磨矿细度。

2.2 反应压力对加压氧化效果的影响

反应压力(反应体系总压)分别选取 1.2、1.4、1.6、1.8、2.0 MPa。结合磨矿细度试验结果,加压氧化工艺条件固定为:磨矿细度 - 0.045 mm 占95%、矿浆浓度 15%、反应温度 170 ℃、反应时间300 min、搅拌转速 400 r/min。所得氧化渣经氰化浸出,试验结果如图 2 所示。随着反应压力的提高,

加压氧化渣氰化 Au 浸出率提高,反应压力提高到1.6 MPa后,Au 浸出率的变化不再明显。理论上压力越高,溶液中氧含量越高,越有利氧化反应,促进硫化物的氧化,提高到一定程度后,氧含量便不再是影响反应的主要因素,因此再提高反应压力对硫化物的氧化效果微乎其微。同时考虑设备制造、运行安全性及维护成本,选择1.6 MPa的反应压力是较为经济合理的。

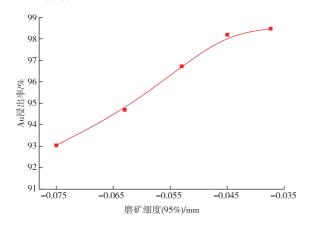


图 1 磨矿细度对加压氧化效果的影响 Fig. 1 Influence of grinding fineness on effect of pressurized oxidation

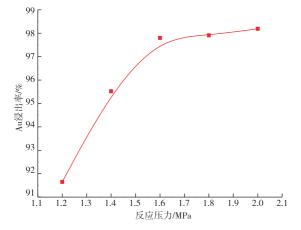


图 2 反应压力对加压氧化效果的影响 Fig. 2 Influence of reaction pressure on effect of pressurized oxidation

2.3 矿浆浓度对加压氧化效果的影响

矿浆浓度分别选取 30%、25%、20%、15%、12%。加压氧化工艺条件固定为:磨矿细度 - 0.045 mm占 95%、反应压力 1.6 MPa、反应温度 170 ℃、反应时间 300 min、搅拌转速 400 r/min。所得氧化渣经氰化浸出,试验结果如图 3 所示。从图 3 可以看出,矿浆浓度越低,越有利于得到易于氰化提金的氧化渣。矿浆浓度越低,反应体系黏度越小,越有利于表

面扩散,提高溶氧与矿石接触的机会。结合设备成本,选择矿浆浓度为20%是较为合理的。

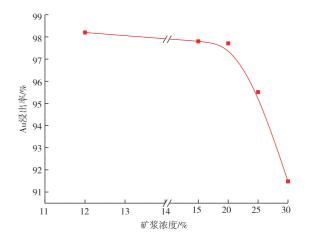


图 3 矿浆浓度对加压氧化效果的影响 Fig. 3 Influence of slurry concentration on effect of pressurized oxidation

2.4 反应温度对加压氧化效果的影响

反应温度分别选取 130、140、150、160、170 ℃。 加压氧化工艺条件固定为:磨矿细度-0.045 mm 占 95%、反应压力 1.6 MPa、矿浆浓度 20%、反应时 间 300 min、搅拌转速 400 r/min。所得氧化渣经氰 化浸出,试验结果如图 4 所示。从图 4 可以看出,在 130~160 ℃的温度范围内,随着反应温度的提高, 氧化渣的 Au 浸出率也明显提高。加压氧化过程 中,温度低于 120 ℃时黄铁矿存在生成 S°的反应, 生成的 S°会形成薄膜将金包裹,影响金的浸出,因 此金矿的预处理过程应尽量避免S°的生成。一般 来说,温度超过 S°的熔点 118 ℃后,S°会随着温度 的升高逐步减少,有利于金的后续浸出。需要注意 的是,S°在高酸度情况下较容易形成。另一方面,浸 出过程受界面化学反应控制,升高温度能提高反应 速率,增加金的浸出率,但在有气-固-液的三相体系 中,高的温度会在一定程度降低液相中气体的溶解 度,从而影响反应效率,因此超过 160 ℃以后,Au 浸出率没有太大提高。基于试验结果及成本考虑, 选择 160 ℃的反应温度最合理。

2.5 反应时间对加压氧化效果的影响

反应时间分别选取 180、210、240、270、300 min。加压氧化工艺条件固定为:磨矿细度 — 0.045 mm占 95%、反应压力 1.6 MPa、矿浆浓度 20%、反应温度 160 °C、搅拌转速 400 r/min。所得氧化渣经氰化浸出,试验结果如图 5 所示。由图 5 可知,反应时间增加,氧化渣的 Au 氰化浸出率得到提高,超过 240 min 后

Au 氰化浸出率变化不大,说明反应已经进行得比较彻底,所以选择加压氧化反应时间为 240 min。

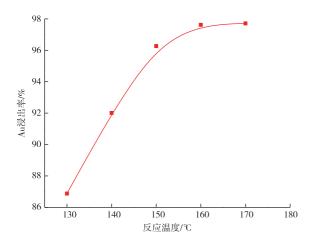


图 4 反应温度对加压氧化效果的影响

Fig. 4 Influence of reaction temperature on effect of pressurized oxidation

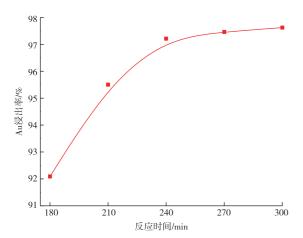


图 5 反应时间对加压氧化效果的影响 Fig. 5 Influence of reaction time on effect of pressurized oxidation

2.6 搅拌转速对加压氧化效果的影响

反应搅拌转速分别选取 200、250、300、350、400 r/min。加压氧化工艺条件固定为:磨矿细度 -0.045 mm 占 95%、反应压力 1.6 MPa、矿浆浓度 20%、反应温度 160 ℃、反应时间 240 min。所得氧化渣经氰化浸出,试验结果如图 6 所示。搅拌转速对气-固-液三相的反应影响是多方面的,高转速能够提高物质扩散速率,提高反应效率;较高转速能够将充入的氧气分散成小气泡,增加液相中的溶氧量;转速达到一定程度时,扰动会破坏气-液平衡,降低液相中的溶氧量。从图 6 可以看出,选择 350 r/min的搅拌转速是合适的。

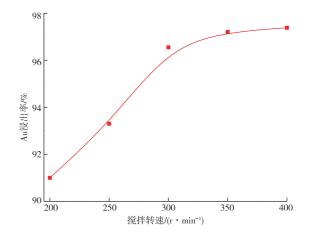


图 6 搅拌转速对加压氧化效果的影响 Fig. 6 Influence of stirring speed on effect of pressurized oxidation

2.7 综合条件试验

根据上述单因素试验,得到加压氧化预处理最佳条件为:磨矿细度-0.045 mm 占 95%、反应压力1.6 MPa、矿浆浓度 20%、反应温度 160 ℃、反应时间 240 min、搅拌转速 350 r/min。在上述条件下进行 3 组加压氧化浸出验证试验,Au 浸出率分别为97.6%、97.1%、97.3%,平均 97.3%。可知,在最佳条件下,经过重复试验验证,加压氧化预处理工艺对难处理金精矿平均金浸出率 97.3%,改工艺能使难处理金精矿具有较高的浸出率。

3 结论

最佳加压氧化预处理条件为:磨矿细度-0.045 mm占 95%、反应压力 1.6 MPa、矿浆浓度 20%、反应温度 160 ℃、反应时间 240 min、搅拌转速 350 r/min。该条件下得到的加压氧化渣,在下述氰化条件下: NaCN 用量 3%、矿浆浓度 24%、充气流量 0.04 m³/h、CaO 调节体系 pH 到 12、搅拌转速 750~800 r/min、氰化时间 24 h,能够得到 97.3%的 Au 氰化浸出率。

参考文献

- [1] 杨遇春,李玉增.黄金的应用与开发初探[J].有色金属(治炼部分),1995(5):34-37.
 - YANG Y C, LI Y Z. Application and exploitation of gold[J]. Nonferrous Metals (Extractive Metallurgy), 1995(5):34-37.
- [2] 刘志建,金哲男,王保仁,等.黄金冶炼氰渣火法处理研究现状及展望[J].有色金属(冶炼部分),2021(1):84-88.

LIU Z J, JIN Z N, WANG B R, et al. Research status

- and prospect of pyrometallurgical treatment of cyanide residue from gold smelting [J]. Nonferrous Metals (Extractive Metallurgy), 2021(1):84-88.
- [3] 杜俊波. 浅谈我国黄金资源的现状和找矿技术[J]. 地球,2016(7):25-26.

 DU J B. Discussion on the present situation of Chinese gold resources and prospecting technology[J]. Earth, 2016(7):25-26.
- [4] VAUGHAN J P. The process mineralogy of gold: the classification of ore types [J]. JOM, 2004, 56 (7): 46-48.
- [5] 杨玮. 复杂难处理金精矿提取及综合回收的基础研究与应用[D]. 长沙:中南大学,2011. YANG W. Fundamental research and application on extraction and comprehensive recovery of complex refractory gold concentrates [D]. Changsha: Central South University,2011.
- [6] 杨振兴. 难处理金矿石选冶技术现状及发展方向[J]. 黄金,2002,23(7):31-35. YANG Z X. The status quo of treating refractory gold ores[J]. Gold,2002,23(7):31-35.
- [7] BADRI R, ZAMANKHAN P. Sulphidic refractory gold ore pretreatment by selective and bulk flotation methods [J]. Advanced Powder Technology, 2013, 24(2):512-519.
- [8] 董博文. 含砷含碳难处理金矿原矿的生物预处理—氰化提金试验[J]. 有色金属(冶炼部分),2015(7):47-49,54. DONG B W. Bio-oxidation-cyanidation of arsenic/carbon-bearing refractory gold ores [J]. Nonferrous Metals(Extractive Metallurgy),2015(7):47-49,54.
- [9] 李新春. 新疆阿希金矿生物氧化提金工艺的应用[J]. 有色金属工程,2013,3(5):31-32. LI X C. Application of biological oxidation gold extraction process in Axi gold deposit, Xinjiang [J].
- [10] 黄中省,伍赠玲,衷水平,等. 某难处理金精矿生物氧化-炭浸提金试验研究[J]. 黄金科学技术,2014,21(5): 57-61

Nonferrous Metals Engineering, 2013, 3(5):31-32.

HUANG Z S, WU Z L, ZHONG S P, et al. Research on bacterial preoxidation-CIL cyaniding for refractory

- gold concentrates ores[J]. Gold Science and Technology, 2014,21(5):57-61.
- [11] 田立国,杨洪英,杨超,等. 生物氧化预处理工艺在卡林型金矿的应用实践[J]. 黄金,2018,39(2):49-53.

 TIAN L G, YANG H Y, YANG C, et al. Application practice of bio-oxidation pretreatment of carlin-type gold ores[J]. Gold,2018,39(2):49-53.
- [12] 薛光,任文生. 我国金精矿焙烧-氰化浸出工艺的发展[J]. 中国有色冶金,2007,36(3):44-49.

 XUE G,REN W S. Process development for the gold concentrate roasting-cyanide leaching in China [J].

 China Nonferrous Metallurgy,2007,36(3):44-49.
- [13] 李奇伟,陈奕然,陈明军,等. 某难处理硫化金精矿加压氧化-氰化浸金试验研究[J]. 黄金,2013,34(2):55-57. LIQW,CHENYR,CHENMJ,et al. Experimental investigation on pressure oxidation-cyanide leaching process for refractory gold sulfide concentrates[J]. Gold,2013,34(2):55-57.
- [14] OLTANI F, DARABI H, BADRI R. Improved recovery of a low-grade refractory gold ore using flotation-preoxidation-cyanidation methods [J]. International Journal of Mining Science & Technology, 2014, 24(4): 537-542.
- [15] MASON PG. Energy requirements for the pressure oxidation of gold-bearing sulfides [J]. JOM, 1990, 42(9):15-18.
- [16] 徐忠敏,翁占平,国洪柱.复杂难处理金精矿加压氧化预处理工艺试验研究[J]. 黄金,2017,38(2):54-57. XU Z M, WENG Z P, GUO H Z, Experimental study on the treatment of complex refractory gold concentrates by pressure oxidation pretreatment [J]. Gold, 2017, 38(2):54-57.
- [17] 杨洪英,佟琳琳,殷书岩.湖南某难处理金矿的加压预 氧化-氰化浸金试验研究[J]. 东北大学学报(自然科学版),2007,28(9):57-61.
 - YANG H Y, TONG L L, YIN S Y. Experimental investigation on pressure preoxidation for refractory gold concentrate in Hunan with cyaniding leaching[J]. Journal of Northeastern University (Natural Science), 2007,28(9):57-61.