



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 29.06.78 (21) 2634483/22-02

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

Опубликовано 23.08.80, Бюллетень № 31.

Дата опубликования описания 23.08.80

(11) 757603

(51) М. Кл.³

C 22 F 23/04
C 22 F 3/00

(53) УДК 669.053.4
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

И. М. Гаврилова, В. И. Горячкин, В. П. Красноносков
и А. А. Седыгина

(71) Заявитель

Государственный научно-исследовательский институт цветных
металлов "Гинцветмет"

(54) СПОСОБ ОСАЖДЕНИЯ СУЛЬФИДОВ ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ

Изобретение относится к области гидрометаллургии цветных металлов, в частности к осаждению цветных металлов из растворов и пульп.

Известен способ осаждения сульфидов цветных металлов из кислых растворов и пульп серу- и железосодержащим осадителем [1].

По этому способу в качестве осадителя используют природный продукт, содержащий 90% моноклинного пирротина, активированный нагреванием при 750°C в течение 30-40 мин в токе метана пирротин, а также так называемый "черный FeS", приготовленный из металлического железа и элементарной серы. Осаждение никеля и кобальта осуществляют в запаянных стеклянных ампулах или автоклаве при избыточном давлении сероводорода до 16,8 атм и температуре от 100 до 220°C.

Основными недостатками способа являются:

- сложность организации процесса, в том числе его аппаратного оформления ввиду необходимости поддержания избыточного давления ядовитого и взрывоопасного газа, каким является сероводород;

- относительно высокая температура;

- необходимость введения серной кислоты и поддержания определенного соотношения объемов жидкой и газовой фаз в реакционном сосуде.

Целью изобретения является упрощение аппаратного и технологического оформления процесса за счет исключения выделения сероводорода при сохранении высокой производительности процесса, достижения максимального содержания цветных металлов в осадке и их извлечения из раствора.

Поставленная цель достигается тем, что в качестве осадителя используют трисульфид железа или вещества его содержащие.

Способ заключается в обработке растворов или пульп, содержащих цветные металлы, специально приготовленным активным сернистым соединением железа - трисульфидом, либо веществами, его содержащими.

Трисульфид железа получают путем обработки окислов железа (в качестве которых могут быть использованы, например, железистые хвосты флотации автоклавной переработки пирротинсодержащих материалов). Получение трисуль-

фида железа основано на взаимодействии сероводорода с окислами и гидратами окислов.

Получение высокосернистых соединений железа осуществляется путем поглощения сероводорода окислами железа различной влажности, составляющей от 10 до 300 % при обычной температуре, pH 5 и перемешивании. Содержание сероводорода в газовой фазе над окислами железа, поглощающими сероводород в процессе пропускания сероводорода, незначительно. Для осуществления операции получения трисульфида нет необходимости в аппаратуре, работающей под давлением, процесс весьма прост в аппаратурном оформлении.

Осаждение цветных металлов трисульфидом железа характеризуется высокой скоростью, полнотой осаждения, низким содержанием в осаденных продуктах железа, простотой аппаратурного оформления, обусловленной отсутствием выделений сероводорода и избыточной кислотности, возможностью ведения процесса при невысокой температуре и при атмосферном давлении. Процесс может быть осуществлен в широком диапазоне pH (1,7-3,5) и температуры (20-160°C) при расходе реагента в пределах 100-150% от стехиометрически необходимого на связывание серы трисульфида железа с осаждаемыми цветными металлами в соединении с формулой MeS .

Трисульфид железа или вещество его содержащее может подаваться на осаждение цветных металлов из раствора или пульпы как в виде твердого продукта, так и в виде водной пульпы с ж/т от 1,0 до $\geq 3,0$.

Способ осуществляется следующим образом.

В раствор или пульпу, находящиеся в реакторе, при перемешивании и нагревании (20-160°C) загружают вещество, содержащее трисульфид железа и проводят осаждение цветных металлов в течение 30-60 мин. В случае осаждения из пульпы, содержащей элементарную серу, при температуре, превышающей точку плавления серы, процесс осуществляют в автоклаве при достаточно интенсивном перемешивании, а сульфиды цветных металлов, образующиеся в результате взаимодействия раствора пульпы с трисульфидом железа, извлекают в серные гранулы.

Приводимые ниже примеры иллюстрируют возможности способа.

Пример 1. 0,5 л водного сульфатного раствора, содержащего 10 г/л никеля и имеющего pH 2,4, обрабатывают при перемешивании и температуре около 50°C в течение 60 мин реагентом, содержащим 82% трисульфида железа и взятым с 20%-ным избытком к стехиометрии. При этом достигают извлече-

ния никеля в осадок на ~98% при содержании никеля 37,9%.

Пример 2. Осаждение из 0,5 л раствора того же состава (пример 1) ведут при 20°C в течение 120 мин с подачей 50% избытка трисульфида железа, подаваемого в виде продукта, содержащего 38-39% трисульфида железа. Достигаемое при этом извлечение в осадок 93,5% содержание в нем никеля 14%.

Пример 3. Обработку раствора того же состава (пример 1) осуществляют при температуре около 80°C в течение 60 мин. Осадителем является специально синтезированный реагент, содержащий ~90% трисульфида железа. Его избыток составляет 20% к необходимому по стехиометрии на осаждение никеля. Получают осадок, содержащий 41,6% никеля при извлечении из раствора 98,8% этого металла.

Пример 4. Для осаждения цветных металлов из 0,5 л пульпы после автоклавного окисления кислородом никельсодержащего пирротинового концентрата, раствор которой содержит (г/л: никеля 15,9; меди 2,05; железа 24,36; кобальта 0,36 при pH 1,7 ее обрабатывают продуктом с ~82% трисульфида железа при расходе последнего, равном стехиометрически необходимому, в течение 30 мин в автоклаве при 160°C. Конечную пульпу разделяют на сите 100 меш, плюсовой продукт (гранулы) содержит, %: никеля 1,8; меди 0,43; кобальта 0,07; железа 1,8; серы элементарной 92,7 при извлечении в него 99,75% никеля, 99,9% кобальта и 99,9% меди.

Пример 5. 1 л раствора пульпы, указанной в примере 4, обрабатывают при 80°C в течение 60 мин при перемешивании специально приготовленным трисульфидом железа, взятым в количестве 110% к стехиометрически необходимому для осаждения меди, никеля, кобальта. Осадок содержит около 4-5% никеля при извлечении в него 95,8% никеля, 99,9% меди и 80,0% кобальта.

Сопоставление предложенного способа с известным (см. табл. 4) показывает, что уже при температуре 20°C в течение 2 ч можно получить осадки удовлетворительного качества, а повышение температуры >50°C обеспечивает глубокое осаждение цветных металлов и получение осадков высокого качества.

Таким образом, использование в качестве осадителя трисульфида железа или веществ его содержащих, позволяет значительно упростить аппаратурное и технологическое оформление процесса: исключить автоклавное оборудование, осуществить осаждение при температуре до 100°C при сохранении высокой производительности процесса.

При необходимости способ может быть осуществлен и в автоклаве при температуре выше 100°C - в этом случае производительность процесса, а также глубина осаждения и качество

осадка значительно выше, чем в известном способе.

Результаты экспериментов сведены в таблицу.

Способ	Расход сернистого соединения железа, %	Основные параметры			Никель в продукте		Fe/Ni в осадке	Примечание
		температура, °C	P _{H2S} атм.	продолжительность, мин	содержание, %	извлечение, %		
Известный	200	80	2,2	120	17,1	65,2	1,98	Исходный раствор - 10 г/л никеля, 20 г/л серной кислоты
То же	150	120	1,8	60	33,0	98,9	0,55	То же
---	150	140	2,1	60	36,6	99,1	0,50	---
Предложенный	150	20	нет	120	14,0	93,5	1,60	Исходный раствор - 10 г/л никеля, pH - 2,4
То же	120	50	"	60	37,9	98,0	0,39	То же
---	110	80	"	60	45,0	95,9	0,22	Исходный раствор-см. пример 4
---	120	80	"	60	41,6	98,8	0,50	Исходный раствор - 10 г/л никеля, pH-2,4
---	100	80	"	60	35,8	94,4	1,02	Исходный раствор - см. пример 4
--- 1	100	160	"	30	24,7	99,7	1,00	Исходный раствор - см. пример 4

Формула изобретения

Способ осаждения сульфидов цветных металлов из кислых растворов и пульп серу- и железосодержащим осадителем, отличающийся тем, что, с целью упрощения аппаратного

и технологического оформления процесса, в качестве осадителя используют трисульфид железа или вещества его содержащие.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе
1. РЖ "Металлургия", 4Г386, 1974.

ЦНИИПИ Заказ 5569/17 Тираж 694 Подписное

филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4