



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 215 801** ⁽¹³⁾ **C2**
(51) МПК⁷ **C 22 B 11/00, 7/00, 3/08**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 2001135731/02, 25.12.2001

(24) Дата начала действия патента: 25.12.2001

(46) Дата публикации: 10.11.2003

(56) Ссылки: RU 2160319 C1, 23.03.2000. EP
0528361 A1, 24.02.1993. RU 2144091 C1,
10.01.2000. US 4293332, 06.10.1981. GB
1510287, 10.05.1978. US 5108721, 28.04.1992.

(98) Адрес для переписки:
195220, Санкт-Петербург, Гражданский пр-т,
11, ОАО "Институт Гипроникель", начальнику
отдела маркетинга и патентования В.Б. Старых

(71) Заявитель:
ОАО "Институт Гипроникель"

(72) Изобретатель: Грейвер Т.Н.,
Волков Л.В., Шнеерсон Я.М., Гончаров
П.А., Глазунова Г.В., Позднякова
Н.Н., Климентенок М.А.

(73) Патентообладатель:
ОАО "Институт Гипроникель"

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СЕЛЕКТИВНЫХ КОНЦЕНТРАТОВ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ

(57)
Изобретение относится к области цветной металлургии и может быть использовано для переработки медно-никелевых и медных шламов и других полупродуктов, содержащих драгоценные металлы. Задачей изобретения является выделение платиновых металлов в виде селективных концентратов. Способ включает автоклавное окислительное выщелачивание исходных продуктов при

температуре 180-220°C и парциальном давлении кислорода 0,4-1,0 МПа. Из раствора может быть селективно выделен концентрат металлов-спутников и серебра. Способ позволяет произвести разделение платиноидов и цветных металлов за одну стадию выщелачивания, исключив необходимость обработки концентрированной серной кислотой при повышенной температуре. 1 з.п. ф-лы, 2 табл.

RU 2 215 801 C2

RU 2 215 801 C2



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 215 801** ⁽¹³⁾ **C2**
(51) Int. Cl.⁷ **C 22 B 11/00, 7/00, 3/08**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 2001135731/02, 25.12.2001

(24) Effective date for property rights: 25.12.2001

(46) Date of publication: 10.11.2003

(98) Mail address:
195220, Sankt-Peterburg, Grazhdanskij pr-t,
11, OAO "Institut Gipronikel", nachal'niku
otdela marketinga i patentovanija V.B. Starykh

(71) Applicant:
OAO "Institut Gipronikel"

(72) Inventor: Grejver T.N.,
Volkov L.V., Shneerson Ja.M., Goncharov
P.A., Glazunova G.V., Pozdnjakova
N.N., Klimentenok M.A.

(73) Proprietor:
OAO "Institut Gipronikel"

(54) **METHOD OF PRODUCTION OF SELECTIVE CONCENTRATES OF NOBLE METALS**

(57) Abstract:

FIELD: non-ferrous metallurgy; processing copper-nickel and copper sludges and other semi-products containing noble metals. SUBSTANCE: proposed method includes autoclave oxidizing leaching of starting products at temperature of 180-220 C and partial pressure of oxygen of 0.4-1.0 Mpa.

Concentrate of satellite-metals and silver may selectively separated from solution. Proposed method makes it possible to perform separation of platinoids and non-ferrous metals at one stage of leaching excluding treatment with sulfuric acid at elevated temperature. EFFECT: enhanced efficiency. 2 cl, 2 tbl, 2 ex

RU 2 215 801 C 2

RU 2 215 801 C 2

Изобретение относится к металлургии цветных, благородных и редких металлов, в частности к гидрометаллургическим способам переработки анодных никелевых и медных шламов и других продуктов медно-никелевого производства, обогащенных благородными металлами.

Известен способ получения селективных концентратов из анодных никелевых и медных шламов окислительно-сульфатизирующим обжигом и электролитическим растворением вторичных анодов (И.Н. Масленицкий, Л.В. Чугаев. Металлургия цветных металлов. - М.: Металлургия, 1972, с.340). Никелевый и медный шламы обжигают с целью отгонки селена в газовую фазу, из огарка выщелачивают медь, никель, серебро и теллур, которые затем извлекают из растворов. Нерастворимый остаток направляется в плавку на вторичные аноды, которые подвергают электрорастворению. Вторичный шлам - концентрат платины, палладия и золота - и концентраты серебра и платиновых металлов с повышенным содержанием металлов-спутников платины, выделенные из растворов выщелачивания и электролита после соответствующей доводки направляются на аффинаж.

Недостатками данного способа является сложность технологической схемы - большое число операций, применение высокотемпературных операций (обжиг, плавка), приводящих к образованию пылей, шлаков и других полупродуктов, большое количество оборотов и значительный объем незавершенного производства и, как следствие, более низкое прямое извлечение благородных металлов.

Этот метод можно рассматривать как аналог предлагаемого способа.

Известны способы, использующие автоклавные процессы для переработки шламов, но они не решают вопроса получения селективных концентратов.

Способ переработки шламов и других остатков, содержащих значительное количество никеля (патент США 5108721), включает двухстадийный процесс обработки. На первой стадии выщелачивания анодных шламов разбавленной серной кислотой при давлении 4-5,5 бар и температуре 155-170°C без кислорода в раствор переходит никель. На второй стадии в том же автоклаве при давлении 2-3,5 бар кислорода, температуре 110-140°C с остаточной кислотностью 50 г/л в раствор переводят медь и теллур.

Данный способ решает задачу удаления цветных металлов, но не обеспечивает решения задачи отделения серебра, селена и спутников платины от платины, палладия и золота с получением селективных концентратов.

Метод гидрометаллургического обогащения платиновыми металлами анодных шламов никелевого производства (а.с. СССР 114369 С 22 В 11/04, 3/00) заключается в том, что промытые шламы подвергают автоклавному выщелачиванию водой при температуре около 140°C и парциальном давлении кислорода (15 атм), после чего выщелоченный остаток обрабатывают известными способами на магнитном сепараторе и гидравлическом классификаторе для отделения магнитных

окислов железа и кремнезема.

Данный метод также не решает задачи отделения серебра и спутников платины и получения селективных концентратов благородных металлов.

Наиболее близким аналогом данного метода является способ, применяемый на комбинате "Североникель". Метод получения селективных концентратов включает переработку предварительно обогащенных классификацией анодных шламов, содержащих платиновые металлы, золото, серебро и селен, двухстадийной сульфатизацией в концентрированной серной кислоте с последующей репульпацией пульпы в воде. На первой стадии, осуществляемой при 180-200°C, в раствор выщелачивания избирательно переходят цветные металлы, а благородные металлы концентрируются в нерастворимом остатке. На второй стадии при 280-300°C в присутствии сульфата калия образуются сульфаты серебра и металлов-спутников платины, которые при выщелачивании переходят в раствор. Из раствора осаждают концентраты серебра и металлов-спутников платины. Селен отгоняется в газовую фазу при прокатке концентратов платиновых металлов. Содержание суммы платины и палладия в прокатанном концентрате больше или равно 37% (Худяков В.М., Ким В. Д., Попков Е.В. Поведение цветных и благородных металлов при переработке электролитных шламов методом двухстадийной сульфатизации. Цветные металлы, 7, 1992, с. 17-20).

Недостатками данной технологии является работа с горячей концентрированной серной кислотой, что приводит к образованию агрессивных газов и коррозии оборудования, высокий удельный расход серной кислоты и электроэнергии.

Задачей изобретения является улучшение условий труда, ликвидация образования газов, содержащих оксиды селена и серы и пары серной кислоты с достижением технического результата - сокращение расхода реагентов и энергетических затрат при малом количестве операций и высоком извлечении благородных металлов в богатые селективные концентраты. Технический результат достигается способом получения селективных концентратов благородных металлов из шламов электролиза меди и никеля или полупродуктов их переработки, содержащих металлы платиновой группы, золото, серебро, селен, включающим обработку серной кислотой с последующим выделением металлов-спутников платины и серебра из сульфатного раствора, согласно изобретению для отделения серебра, селена и спутников платины от платины, палладия и золота шламы или полупродукты их переработки подвергают окислительному выщелачиванию в серноокислом растворе в автоклаве при температуре 180-220°C, парциальном давлении кислорода 0,4-1,0 МПа, а продолжительность выщелачивания составляет 3-6,5 часа. Осуществление автоклавного окислительного выщелачивания шламов или других полупродуктов их переработки с использованием серноокислых растворов позволяет провести за одну стадию требуемое для дальнейшей переработки разделение платиновых металлов в различные продукты с высоким извлечением

в раствор цветных металлов, железа, селена, теллура, серебра и значительной части спутников платины, а платины, палладия и золота - в осадок выщелачивания. Из полученного раствора известными методами могут быть выделены в отдельные концентраты серебро и спутники платины, а также селен и теллур. Например, серебро в виде AgCl , теллур и селен - цементацией медным или никелевым порошком; спутники платины - осаждением тиомочевинной в автоклаве, что позволяет получить богатые селективные концентраты благородных металлов.

Параметры, при которых предпочтительно проводить серноокислотное выщелачивание: температура 180-220°C, парциальное давление кислорода 0,4-1 МПа позволяют добиться оптимального разделения металлов при максимальном их извлечении в концентраты. Оптимальное время выщелачивания равно 3-6,5 часа.

Применение этого метода позволяет исключить выделение токсичных и агрессивных газов и паров и обеспечить прямое извлечение благородных металлов из шламов в концентрат более 99,8%.

Пример 1. Смесь предварительно обогащенных никелевого и медного шламов, состава (%): палладий 7,6, платина 2,07, медь 13,9, никель 9,9, железо 0,85, серебро 24,2, селен 39,2, теллур 1,04, родий 0,26, рутений 0,06, диоксид кремния 1,24, сера 2,77, выщелачивали в автоклаве при температуре 200°C, парциальном давлении кислорода 0,7 МПа, концентрации серной кислоты 50 г/л. Продолжительность варьировалась от 3 до 6 часов. Результаты опытов представлены в таблице 1.

Нерастворимые остатки содержат 55- 60% суммы платины и палладия.

Приведенные данные показывают, что увеличение продолжительности выщелачивания более 3 часов не оказывает существенного влияния на извлечение в раствор цветных металлов, серебра и селена, но снижает извлечение палладия и металлов - спутников платины. Таким образом, автоклавное окислительное выщелачивание позволяет практически полностью перевести в раствор цветные металлы, серебро и селен.

Пример 2. Полупродукт, полученный обогащением смеси медного и никелевого шламов, содержащий (%): медь 0,48, никель 17,0, железо 2,0, селен 16,6, серебро 21,6, палладий 10,7, родий 0,26, сера 3,69, диоксид кремния 2,34, выщелачивали в автоклаве при давлении кислорода 0,7-1,0 МПа, концентрации серной кислоты 50 г/л, в течение 3 часов. Температура варьировалась от 150 до 220°C. Результаты опытов приведены в таблице 2.

Содержание суммы платины и палладия в нерастворимом остатке составило: в оп. 1 29%, в оп.2 31,8%, в оп. 3 49,0%, в оп.4 52,7%, в оп.5 53,2%, в оп.6 43,2%.

Как показывают приведенные данные, температура выщелачивания является определяющим фактором. При 150 °C извлечение в раствор цветных металлов, родия, серебра и селена низкое, даже при парциальном давлении кислорода 1 МПа; при 180°C извлечение этих элементов значительно возрастает, достигая удовлетворительного результата. При температурах выше 200°C повышение парциального давления кислорода от 0,4 до 1 МПа не оказывает существенного влияния на извлечение в раствор серебра, цветных металлов и селена, но несколько увеличивает извлечение родия. Изменение же давления кислорода в меньшую сторону (до 0,25 МПа) при температуре 220°C той же продолжительности выщелачивания (3 часа) и концентрации серной кислоты (50 г/л) существенно снижает извлечение в раствор серебра, селена и металлов - спутников платины. Поэтому температурный интервал ограничен температурами 180-220°C, при парциальном давлении кислорода 0,4-1,0 МПа.

Таким образом, автоклавное серноокислотное окислительное выщелачивание при указанных параметрах позволяет за одну стадию выщелачивания селективно выделить концентрат платиновых металлов, а металлы спутники платины перевести в раствор, из которого известными методами могут быть селективно получены концентраты серебра и металлов спутников платины. При этом исключается работа с концентрированной серной кислотой, газами, содержащими диоксиды серы и селена.

Формула изобретения:

1. Способ получения селективных концентратов благородных металлов из шламов электролиза меди и никеля или полупродуктов их переработки, содержащих металлы платиновой группы, золото, серебро, селен, включающий обработку серной кислотой с последующим выделением металлов-спутников платины и серебра из сульфатного раствора, отличающийся тем, что для отделения серебра, селена и спутников платины от платины, палладия и золота шламы или полупродукты их переработки подвергают окислительному выщелачиванию в серноокислом растворе в автоклаве при температуре 180-220°C, парциальном давлении кислорода 0,4-1 МПа.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что продолжительность выщелачивания составляет 3-6,5 ч.

Таблица 1

Влияние продолжительности выщелачивания на из-

влечение металлов в раствор

№ опыта	Извлечение в раствор, %							Условия опыта
	Pt	Pd	Rh	Ag	Se	Cu	Ni	
1.	0,00	8,7	66,9	98,0	96,9	99,4	99,9	3 час
2.	0,00	4,6	61,9	97,4	98,8	99,1	99,9	4,5 час
3.	0,00	2,8	55,1	97,2	98,9	99,4	99,9	6,5 час

Таблица 2

Влияние температуры и парциального давления ки-

слорода на извлечение металлов в раствор

№ опыта	Извлечение в раствор, %					Условия опыта
	Rh	Ag	Se	Cu	Ni	
1.	15,9	63,4	67,3	90,8	88,1	150 ⁰ С 0,4МПа
2	38,4	76,9	73,0	93,5	85,3	150 ⁰ С, 1МПа
3	72,3	86,3	89,8	98,3	99,7	180 ⁰ С 1 МПа
4	92,8	85,8	96,0	99,2	99,9	200 ⁰ С 0,4МПа
5	-	90,2	96,0	98,1	99,9	200 ⁰ С 1 МПа
6	91,5	91,4	80,1	94,5	99,9	220 ⁰ С 0,4МПа

RU 2215801 C2

RU 2215801 C2