РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) **RU** (11) **2 295 580** (13) **C2**

(51) МПК
C22B 11/02 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: **2004138346/02, 27.12.2004**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
27.12.2004

(43) Дата публикации заявки: **20.06.2006**

(45) Опубликовано: **20.03.2007 Бюл. № 8**

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **ВАНЮКОВ А.В., УТКИН Н.И. Комплексная переработка медного и никелевого сырья, Челябинск, Металлургия, 1988, с.341. RU 2196839 C2, 20.01.2003. RU 2104321 C1, 10.02.1998. RU 2094504 C1, 27.10.1997. WO 03/093516 A1, 13.11.2003. US 4734129 A, 29.03.1988. EP 0076049 A1, 06.04.1983. US 5279644 A, 18.01.1994.**

Адрес для переписки:
660025, г.Красноярск, пр. Красноярский рабочий, 95, ГУЦМиЗ, отдел промышленной собственности

(72) Автор(ы):
Чекушин Владимир Семенович (RU),
Бакшеев Сергей Пантелеймонович (RU),
Олейникова Наталья Васильевна (RU)

(73) Патентообладатель(и):
Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Государственный университет цветных металлов и золота" (RU),
Чекушин Владимир Семенович (RU)

(54) СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ ИЗ ПРОМПРОДУКТОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к металлургии благородных металлов и может быть использовано для извлечения благородных металлов из промпродуктов металлургического производства (например, аффинажного), содержащих сульфидные соединения меди. Способ заключается в том, что исходный материал, содержащий благородные металлы и сульфиды меди, шихтуют с едким натром (NaOH) при весовом соотношении NaOH : исходный материал не ниже 0,5:1 и прогревают при температуре 550-650°С в течение 3,0-3,5 часов. При этом в перерабатываемых промпродуктах массовое отношение медь : сумма благородных металлов должно составлять не менее 2:1. Техническим результатом является низкотемпературное концентрирование благородных металлов при исключении выделения газообразных серосодержащих соединений. 2 табл.

RU 2295580 C2

RU 2295580 C2

RUSSIAN FEDERATION

(19) **RU** (11) **2 295 580** (13) **C2**

(51) Int. Cl.
C22B 11/02 (2006.01)

FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: **2004138346/02, 27.12.2004**

(24) Effective date for property rights: **27.12.2004**

(43) Application published: **20.06.2006**

(45) Date of publication: **20.03.2007 Bull. 8**

Mail address:
660025, g.Krasnojarsk, pr. Krasnojarskij rabochij, 95, GUTsMiZ, otdel promyshlennoj sobstvennosti

(72) Inventor(s):
Chekushin Vladimir Semenovich (RU),
Baksheev Sergej Pantelejmonovich (RU),
Olejnikova Natal'ja Vasil'evna (RU)

(73) Proprietor(s):
Gosudarstvennoe obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego professional'nogo obrazovanija "Gosudarstvennyj universitet tsvetnykh metallov i zolota" (RU),
Chekushin Vladimir Semenovich (RU)

(54) METHOD OF EXTRACTION OF NOBLE METALS FROM MIDDLINGS

(57) Abstract:

FIELD: noble metal metallurgy; extraction of noble metals from middlings of metallurgy process, refining process in particular.

SUBSTANCE: proposed method consists in blending the starting material containing noble metals and copper sulfides with caustic soda (NaOH) at weight ratio of NaOH:starting material not below).5:1 and heating at temperature of 550-650°C for 3.0-3.5 h. Mass ratio of copper to sum of noble metals in products being processed shall be no less than 2:1. Proposed method ensures low-temperature concentration of noble metals at avoidance of separation of gaseous sulfur-containing compounds.

EFFECT: enhanced efficiency; avoidance of separation of gaseous sulfur-containing compounds.

2 tbl, 8 ex

RU 2295580 C2

RU 2295580 C2

Изобретение относится к металлургии благородных металлов и может быть использовано для извлечения благородных металлов из промпродуктов металлургического производства (например, медного или аффинажного), содержащих сульфидные соединения меди.

Известны способы извлечения благородных металлов из различных технологических промпродуктов и рудных концентратов, основополагающим приемом которых является коллектирование благородных металлов в расплавах цветных металлов или их сульфидных соединений (штейнах). Как правило, сырье, содержащее благородные металлы, направляют на совместную плавку с концентратами цветных металлов. Например, при получении чернового свинца из рудного сырья методом шахтной восстановительной плавки благородные металлы, содержащиеся в исходной шихте, в том числе в составе подаваемых на плавку промпродуктов, концентрируются, главным образом, в расплаве чернового свинца и частично - в штейне [Ф.М. Лоскутов. Металлургия свинца. - М.: Металлургия, 1965. - 528 с.]. Процесс осуществляется при температуре 1250-1400°С. При этом благородные металлы образуют со свинцом интерметаллические соединения, которые хорошо смачиваются расплавленным свинцом и растворяются в нем. Данный способ характеризуется достаточно высоким извлечением благородных металлов на уровне 95-98%.

К недостаткам указанного способа следует отнести:

- высокую температуру его реализации (1250-1400°С);
- высокий расход флюсов (до 30% от массы исходных материалов) и кокса, используемого в качестве топлива и восстановителя (до 10% от массы исходного материала);
- распределение благородных металлов по продуктам - черновому свинцу и штейну.

Известен способ коллектирования благородных металлов расплавленной медью при переработке вторичного медного сырья совместно с промпродуктами, содержащими благородные металлы [Металлургия вторичных тяжелых цветных металлов. И.Ф. Худяков, А.П. Дорошкевич, С.В. Карелов. - М.: Металлургия, 1987 г. - 528 с.]. Данный способ реализуется в шахтных печах при температурах 1250-1400°С и требует значительного расхода флюсов и кокса (около 15% от массы исходного сырья), который используется в качестве восстановителя и топлива.

Наиболее близким к заявляемому представляется способ коллектирования благородных металлов при переработке сульфидных медных концентратов [Комплексная переработка медного и никелевого сырья. Ванюков А.В., Уткин Н.И.: Челябинск, Металлургия, 1988. 432 с.]. Процесс реализуется при температуре 1300-1450°С, при этом благородные металлы концентрируются в медном штейне. В ходе дальнейшей переработки штейнов благородные металлы концентрируются последовательно - сначала в «белом матте», а затем в черновой и, далее, в анодной меди.

К наиболее существенным недостаткам данного способа следует отнести:

- высокую температуру реализации процесса концентрирования благородных металлов в расплаве восстановленной меди (1250-1400°С);
- высокую экологическую опасность процессов, связанную прежде всего с выделением газообразных серосодержащих продуктов.

Задачей настоящего изобретения является низкотемпературное концентрирование благородных металлов в металлической меди при восстановлении ее из сульфидных соединений, присутствующих в промпродуктах металлургического производства (например, медного или аффинажного), при исключении выделения газообразных серосодержащих соединений.

Указанный технический результат концентрирования благородных металлов в металлической меди, восстанавливаемой из ее сульфидных соединений, содержащихся в исходном материале, достигается путем спекания промпродукта, содержащего сульфиды меди, с едким натром (NaOH) при температуре 550-650°С в течение 3,0-3,5 часов, весовом соотношении NaOH : промпродукт не ниже 0,5:1 и массовом соотношении медь :

сумма благородных металлов в промпродукте не ниже 2:1

В процессе спекания при указанной температуре и в течение заданного времени протекают реакции восстановления меди и взаимодействия образующейся элементарной серы со щелочью NaOH с получением сульфида и сульфата натрия, растворимых в щелочном плаве.

Как правило, благородные металлы, присутствующие в перерабатываемом материале, находятся либо в элементарном состоянии, либо в виде халькогенидов (сульфидов, селенидов, теллуридов). Последние восстанавливаются из данных соединений аналогично меди из ее сульфида и образуют с металлической медью интерметаллические соединения, которые способны растворяться в ней при температуре ведения процесса. Образующиеся дисперсные частицы медного сплава с благородными металлами сегрегируют, что позволяет после распульповки в воде выделять их в отдельный продукт гравитационными методами, например центрифугированием.

Отличительными признаками предложенного способа являются:

- процесс реализуется в условиях сравнительно низких температур 550-650°С, что на 700-750°С ниже, чем в существующих способах коллектирования благородных металлов в меди;

- образуются нелетучие в указанных температурных условиях серосодержащие продукты - сульфид и сульфат натрия.

Особенности процесса:

- полнота коллектирования благородных металлов (извлечение в медный коллектор) зависит от соотношения содержаний в перерабатываемом материале, сульфидной меди и суммы благородных металлов, которое должно составлять не менее чем 2:1; при соблюдении указанного соотношения удается достичь извлечения благородных металлов на уровне 99-99,2%;

- скорость коллектирования благородных металлов соизмерима со скоростью восстановления меди из ее сульфидов, на которую, в свою очередь, оказывают влияние температура процесса (не ниже 550-650°С), расход щелочи (соотношение перерабатываемый материал : NaOH не более 1:0,5), а также продолжительность процесса (3,0-3,5 часа).

Способ осуществляют следующим образом. Материал, содержащий благородные металлы и сульфид меди (при соблюдении весового соотношения медь : сумма благородных металлов не менее 2:1) смешивают с заданным количеством едкого натра (NaOH:материал=0,5:1), смачивают водой (10% от массы шихты), загружают в стальную реторту, которую помещают в шахтную электропечь, и разогревают до температуры 200-250°С. Содержимое реторты подсушивают до полного удаления влаги, затем повышают температуру до заданного значения (550-650°С) и выдерживают в течение 3,0-3,5 часов. Реторту вынимают из шахты печи, охлаждают, содержимое реторты выщелачивают в воде. Частицы сплава меди с благородными металлами выделяют из полученной пульпы центрифугированием.

Фазовый анализ подтверждает, что в целевом продукте медь и благородные металлы присутствуют в металлическом состоянии. Пробирный анализ хвостов и химический анализ сплава меди (с атомно-абсорбционным окончанием) показали, что в указанных условиях достигается извлечение благородных металлов в сплав с медью на уровне 99-99,2%. В результате анализа щелочного раствора (водного выщелачивания плава) установлено, что практически вся сера (99,5-99,8% от исходного содержания) присутствует в нем в виде Na_2S и Na_2SO_4.

Способ описан в примерах 1-8.

Опыты проводили с использованием промпродукта аффинажного производства - «легкого сплава», образующегося в результате разделительной плавки платиносодержащего сырья. Данный материал характеризуется стабильностью состава по содержанию меди (от 25 до 30% в виде Cu_2S) и суммы платиновых металлов, золота и серебра (от 10,5 до 15,0%). Составы материалов приведены в табл.1.

Таблица 1
Содержание благородных металлов и меди в «легком сплаве», %

	Pt	Pd	Rh	Ir	Ru	Au	Ag	Сумма	Cu
Проба 1	0,36	1,51	0,04	0,04	0,12	0,23	8,62	10,92	25,1
Проба 2	0,25	0,78	0,11	0,14	0,08	0,37	15,27	17,0	28,9

Образцы материалов с различным соотношением медь : сумма благородных металлов, массой по 50 г помещали в стальную реторту, смешивали с 25-75 г сухой щелочи (NaOH). Шихту увлажняли водой. Реторту помещали в электропечь шахтного типа, нагревали ее содержимое до температуры 250±10°С и выдерживали при этой температуре 30 минут (до полного удаления влаги), повышали температуру до 550-650°С и выдерживали в течение 1,5-3,5 часов. При этом происходило расплавление щелочи, медь восстанавливалась, коллектируя в своем расплаве благородные металлы. После завершения термообработки реторту вынимали из печи и охлаждали. Содержимое реторты выщелачивали в воде. Пульпу подвергали гравитационному разделению центрифугированием. Гравитационный концентрат и хвостовой продукт фильтровали. Кеки промывали водой, сушили и отправляли на пробирный (хвосты) и химический (медный сплав) анализы. Результаты опытов приведены в табл.2.

Как видно из табл.2, глубокое извлечение благородных металлов в медный коллектор в присутствии едкого натра (NaOH) возможно при температурах 550-650°С. При этом сера концентрируется в щелочной фазе в виде устойчивых соединений - сульфида и сульфата натрия.

Преимущества предлагаемого способа восстановления меди из сульфидных соединений:

- процесс реализуется в условиях сравнительно низких температур 550-650°С, что на 700-750°С ниже, чем в существующих процессах;
- образуются нелетучие серосодержащие продукты - сульфид и сульфат натрия.

Таблица 2
Результаты опытов по коллектированию благородных металлов в медном сплаве

№ примера	Отношение (масс.) медь : сумма благородных металлов в исходном материале	Отношение материал: NaOH	Продолжительность спекания, час	Извлечение меди в металлическую, %	Извлечение суммы благородных металлов в сплав с медью, %*							Масса сплава меди с благородными металлами, г
					Pt	Pd	Rh	Ir	Ru	Au	Ag	
Температура 500°С												
1	2,3:1	1:1,0	3,5	83,9	87,3	87,9	89,9	87,1	86,8	94,1	81,0	16,41
2	2,3:1	1:1,5	4,0	85,1	87,8	88,1	91,1	87,5	87,0	94,6	79,8	16,6
Температура 550°С												
3	2,3:1	1:0,5	1,5	97,8	98,3	98,5	99,1	98,7	97,1	99,2	92,4	18,27
4	2,3:1	1:0,5	3,5	99,8	99,1	99,0	98,9	99,3	99,2	99,8	99,0	18,53
5	1,7:1	1:0,5	3,5	99,9	98,1	94,5	98,3	98,1	90,8	98,5	92,4	23,34
6	2,3:1	1:0,4	3,5	96,4	98,1	97,9	99,0	97,7	98,3	98,8	91,9	18,1
Температура 650°С												
7	2,3:1	1:0,5	3,5	100	99,2	99,1	99,2	99,1	99,0	99,2	99,0	18,65
8	2,3:1	1:1,5	3,5	100	99,1	99,1	99,2	99,2	99,1	99,2	99,1	18,78
* содержание осмия в исходных материалах и продуктах процесса не анализировали												

Формула изобретения

Способ извлечения благородных металлов из промпродуктов металлургического производства, включающий восстановление меди из ее сульфидных соединений и концентрирование в ней благородных металлов, отличающийся тем, что концентрирование благородных металлов в меди осуществляют путем спекания промпродукта, содержащего сульфиды меди, с едким натром (NaOH) при температуре 550-650°С в течение 3,0-3,5 ч, весовом соотношении (NaOH): промпродукт не ниже 0,5:1 и массовом соотношении медь: сумма благородных металлов в промпродукте не ниже 2:1.