

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

**PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE**

(10) FI 872012 A7

**(12) JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application **872012**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification (IPC⁴)
**C22B 11/00
C22B 11/04**

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **12.09.1986**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **06.05.1987**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **06.05.1987**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **12.06.2019**

(86) Kansainvälinen hakemus - **12.09.1986 PCT/AU1986/000269**
Internationell ansökan - International
application

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

12.09.1985 AU PH_2406

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • Fine Metals Export Corporation Pty Limit, 9th Floor, 2 O'Connell Street Sydney, TOWN UNKNOWN, AUSTRALIA, (AU)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • Davis, Edward Ernst, Australia, AUSTRALIA, (AU)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Ruska & Co Oy, Runeberginkatu 5, 00100 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Puhdistusmenetelmä.

Rengöringsförfarande.

Puhdistusmenetelmä

Tämän keksinnön kohteena on menetelmä jalometallien erottamiseksi muista metalleista ja erityisesti menetelmä kullan puhdistamiseksi.

5 Tavalliset puhdistusmenetelmät kullan puhdistamiseksi käsittävät kuningasveden käytön erotusta varten, jolloin kulta liuotetaan kuningasvedellä ja sen jälkeen liuotettu kulta saadaan takaisin liuoksesta kemiallisesti saostamalla tai elektrolyysin avulla.

10 Molemmat nämä järjestelmät ovat kalliita, eivätkä tavallisesti sovellu pienien määrien puhdistukseen, johtuen kullan kokoamiseen tarvittavista useista vaiheista.

Tavalliset puhdistusmenetelmät, kuten kuningasvesierotus ja sen tapainen, puhdistavat kullan ainoastaan tasolle noin
15 95 % ja tavallisesti tämän alapuolelle. Kuitenkin rikastekulta luokitellaan kullaksi, jonka puhtaus on yli 96 % ja hienokullaksi, jonka puhtaus on yli 99 %. Siten sen kullan edelleen puhdistamiseksi, joka ensin on puhdistettu kuningasvesierotuksella, vaatii elektrolyyttisen lisäerotusvaiheen tai muun prosessin. Tämä merkitsee tavallisesti kullan
20 lähettämistä pois puhdistettavaksi, mikä lisää kustannuksia, käsittää varmuusvaaroja ja vaatii yhden tai kaksi viikkoa ennen lopullisen tuotteen saavuttamista.

Muut järjestelmät kullan puhdistamiseksi vaativat kullan
25 kuljetuksen muihin paikkoihin kuin mitä kaivokset sallivat. Tämä ulkopuolinen puhdistus voi viedä useita viikkoja erilaisine vaaroineen ja kustannuksineen tuotteen kuljetuksessa puhdistuspaikkaan.

Lisäksi puhdistusalue tai -paikka myöskin on selvillä
30 puhdistetun kullan tarkasta määrästä.

Tämän keksinnön tarkoituksena on aikaansaada yksinkertainen menetelmä jalometallien puhdistamiseksi, joka pääasiallisesti välttää edellä mainitut epäkohdat tai parantaa niitä, aikaansaamalla rikastusastejalometalleja mainitussa
35 yksinkertaisessa vaiheessa.

Tämän keksinnön erään sovellutusmuodon mukaan analysoidaan uutettavaa jalometallia sisältävä materiaali, siinä olevan jalometallin pitoisuuden määrittämiseksi.

Tämän keksinnön toisen näkökohdan mukaan on aikaansaatu menetelmä jalometallin puhdistamiseksi, joka menetelmä on yksinkertainen ja johon kuuluvat ainakin seuraavat vaiheet:

- (a) jalometallia kantavan malmin rakeistamisen,
- 5 (b) mainitun rakeistetun malmin yhdistämisen epäjalon metallin kanssa ja
- (c) mainitun yhdistetyn materiaalin saattamisen typpihappoerotuksen alaiseksi.

Sopivimmin puhdistettavana jalometallina on kulta, samalla kun kullan erotus suoritetaan siten, että tuloksena olevan jalometallin pitoisuus on 15-40 %, sopivimmin 25 %.

Keksintöä selitetään nyt ainoastaan esimerkin vuoksi, viitaten seuraaviin esimerkkeihin ja oheisiin piirustuksiin, joissa

15 kuvio 1 esittää kaaviollisesti laitetta typpihappoerotuksen liuotusvaihetta varten ja

kuvio 2 on puhdistusmenetelmän kaaviokuva.

Seuraavassa esitetään esimerkkejä eräistä menetelmistä, joita käytetään kullan uuttamiseksi valmistetuista metalliseoksista.

Esimerkki 1 - Typpihappoerotus

Tämän esimerkin mukainen menetelmä suoritettiin, käyttäen 498 g rakeistettua metalliseosta, jonka koostumus oli:

	62,3	%	Ag
25	25,6	%	Au
	2,4	%	Pd
	0,07	%	Pt
	9,7	%	epäjalvoja metalleja

100 g 498 grammasta rakeistettua metalliseosta käsiteltiin 500 ml:lla typpihappoa, laimennettiin suhteeseen 1:1, hienokultajäännöksen ja erotusliuoksen saamiseksi, joka sisältää hopeaa, palladiumia ja epäjalvoja metalleja. Hopea ja palladium oli jo otettu helposti talteen saostamalla kuparilangan päälle. Suoritettiin analyysyjä kulta- ja hopeatuotteille ja köyhä liuos antoi seuraavat tulokset:

Kultajäännös Suurempi kuin 99,9 % Au, 270 milj.os. Ag, 60 milj.os. Pd, pienempi kuin 20 milj.os. Pt

Hopeasakka 95,5 % Ag, 4,0 % Pd, 0,33 % Cu, 1180
milj.os. Pt, 520 milj.os. Au

- 5 Köyhä liuos 10 gpl Cu, 2,1 mg/l Ag, 1,5 mg/l Pd, vä-
 (3 l) hemmän kuin 1 mg/l Pt

Huomaa erityisesti, että hopean, palladiumin ja platinan määrät kullassa olivat hyvin alhaiset, kokonaisuudessaan alle 0,035 %.

Esimerkki 2 - Kuningasvesierotus

- 10 Kuningasvesierotus on yleisesti tunnettu menetelmä ja vertaamiseksi typpihappoerotuksen tulosta kuningasvesierotuksen tulokseen ensin mainittua metalliseosta käsiteltiin kuningasvedellä, vaikka tämä metalliseos sisälsi paljon enemmän hopeaa kuin tavallisesti voidaan käsitellä kuningasvedellä. Tällöin esiintyi useita toimintaongelmia. Liuotus
15 oli hyvin hidas ja epätäydellinen, johtuen suuresta hopeapitoisuudesta. Lisäksi happaman kultaliuoksen suodatus vaati erikoissuodatuspaperia ja oli vaikea kirkkaan suodoksen saamiseksi, koska jäähtyessä muodostui hieno sakka.

- 20 Kultasakka 99,8 % Au, 1150 milj.os. Ag, 550 milj.os.
 Pd

Hopea 95 % Ag, 4,1 % Pd, 0,51 % Cu, 1850
 milj.os. Pt

- 25 Typpihappoerotus on edullinen menetelmä laboratoriomittakaavassa kulta-hopeaseosten puhdistamiseksi. Kullan saanti ylittää 99 % ja saatu kultajäännös ylittää 99,5 %:n puhtauden. Hopea otetaan talteen kuparin päälle saostamalla hopea-palladium-platinaseoksena, joka tulee tarvitsemaan lisäkäsittelyn platinametallien poistamiseksi.

- 30 Seuraavat esimerkit kohdistettiin kulta-hopeaseokseen, joka oli tehty sulattamalla romukultaa, jonka kullan painos- ta oli kolminkertainen määrä hopeaa. Hopean väistämättömän kiinnitarttumisen välttämiseksi erotustestit suoritettiin metalliseoksella, joka oli tehty yhdistämällä romukulta ku-
35 pariin, mieluummin kuin hopean kanssa. Seuraavat esimerkit ja menetelmät suoritettiin kokonaismäärälle 353,7 g rakeis- tettua metalliseosta, jolla oli seuraava koostumus:

	67 %	Cu
	25,2 %	Au
	6,2 %	Ag
Alle	0,1 %	Pd
5	0,06 %	Pt
	0,01-1 %	Fe, Zn, Sn

Esimerkki 3 - Typpihappoerotus

Kupari-kultametalliseos oli liuotettu helposti 1:1 NH_3 :een. Kulta saatiin helposti takaisin rakeisena metallina. Hopea saostettiin hopeakloridiksi (AgCl) "suolaamalla" liuos ja saatiin helposti takaisin suodattamalla.

AgCl :n yritetty pelkistys hopeaksi rakeistamalla sinkki kloridin happamassa lietteessä ei ollut menestyksellinen. Ei ollut mahdollista erottaa hopeaa liukenemattomasta sinkistä. Lisäkoeket, jotka tarvittiin selville saamiseksi, voitiinko kaikki hopea saada takaisin ympäällä liuos pienellä sinkkimäärällä, joka kaikki menee liuokseen. Tämä tulee ratkaisemaan erotusongelman. Vaihtoehtoisesti AgCl -määrää voitaisiin pienentää metalliin nähden, sulattamalla booraksin, kalsinoidun soodan ja hiilen kanssa.

Platina otettiin talteen erotusliuoksesta lisäämällä HN_4Cl . Mitään sakkaa ei saatu, vieläpä liuoksen pH:n säädön jälkeen. Myöhemmin huomattiin, että metalliseos sisältää ainoastaan 0,06 % platinaa ja alle 0,1 % palladiumia, mikä on liian vähän tämän menetelmän onnistumiselle.

Palladium voidaan ottaa talteen erotusliuoksesta $\text{Pd}(\text{NH}_3)_3\text{Cl}_2$:n saostuksella, mutta luonnollisesti mitään ei saatu, koska seos ei sisältänyt palladiumia.

Kulta- ja hopeatuotteiden sekä köyhän liuoksen analyysit antoivat seuraavat tulokset:

Kultajäännös	98,9 % Au, 2,7 milj.os. Ag
Metallihopea	95 % Ag, tasaus Zn
Köyhä liuos (6,3 l)	1,8 mg/l Ag, 10,5 mg/l Pt

Kullan talteenotto oli ainoastaan 95 %. Kuitenkin parempi kuin 99 % voi olla realistisesti odotettavissa, kun menetelmä toteutetaan käyttäen järempänä selitettyjä laitteita ja olosuhteita. Sama koskee kultajäännöksen puhtautta. Uskotaan, että puhtaus 99,5 % tulee olemaan saavutettavissa

oikeilla perusteilla. Jollakin puhdistusmenetelmällä puh-
tauden 99,9 % pitäisi olla mahdollinen.

Esimerkki 4 - Kuningasvesierotus

5 Aikaisemmat yritykset kuningasvesierotuksella olivat epäonnistuneet, koska hopeapitoisuus ylitti 8 %. Kulta-kupariseos, joka sisälsi ainoastaan 5-6 % Ag, ei ollut sopiva kullan puhdistukseen. Kuningasvesimenetelmän eräänä etuna on, että platinan ja palladiumin talteenotto on helpompaa kuin typpihappoerotuksessa.

10 Tämä testi osoittaa, että kuningasvesierotus laboratoriomittakaavassaa vieläpä vähän hopeaa sisältävillä metalliseoksilla, on vaikeampi ja enemmän aikaa vievä menetelmä kuin typpihappoerotus. Esimerkiksi reaktio voi tulla kii-
15 vaaksi, tarvitaan erikoisia lasisuodatuspapereita, saostettu kulta on todennäköisesti saastunut ja on vaikea talteenottaa ilman hukkaa, johtuen sen hienorakeisuudesta.

Platinan ja palladiumin talteenotto oli epäonnistunutta esimerkissä 1 ilmoitetuista syistä.

20 Siten kultan puhdistus, joka suoritetaan metalliseosten, jotka muodostuvat romukullasta ja kuparista, välittömällä typpihappoerotuksella on hyvä menetelmä, kun rakeistettu erotusmetalliseos ei sisällä yli 25 % kultaa.

Nyt selitetään yksityiskohtaisesti typpihappoerotusta, viitaten kuvioon 1.

25 Seuraavassa selitetään yksityiskohtaisesti menetelmiä, joita käytetään kulta-, hopea- ja kupariseosten typpihappoerotusta varten. Tämä menetelmä on erittäin sopiva käytettäväksi 800 g:n erille, jotka eivät sisällä enemmän kuin 25 % kultaa.

30 Kaikkien reagenssien pitäisi olla laboratorioreagenssilaatua, ekvivalenttinen Ajax Chemical's UNILAB laatuun.

Veden pitäisi olla deionoitu tai tislattu tai ainakin tunnetusti sisältää vähemmän kuin 2 milj.osaa kloridi-ioneja.

35 Alkuliuotus (tätä selitetään viitaten kuvioon 1).

(a) 5 l:n reaktiopullo 1 asetettiin kuumennusvaippaan 2.

(b) 800 g Au-Ag-Cu -seosta pantiin reaktiopullon 1 pohjalle.

(c) sitten lisättiin 2 l vettä ja sitten lisättiin hitaasti 2 l väkevää typpihappoa. (Pestyä happoa voidaan käyttää hyväksi, aikaisemmasta liuotuksesta saatu happo voidaan korvata kokonaan tai osittain.)

5 (d) kansi 3 sovitettiin pulloon 1 ja sitten jäähdytin 4 sekä lämpömittari 5 asennettiin kanteen 3.

(e) Liuos kuumennettiin kiehuvaaksi ja sitä keitettiin 1 tunti tai siksi, kunnes ruskeaa höyryä ei enää erittynyt jäähdyttimen 4 yläosasta.

10 (f) Sitten liuoksen (ja nesteen) annettiin jäähtyä ja selvitä.

(g) Sitten happoliuos siirrettiin putkijohdon 6 ja pumpun 7 välityksellä Buchnerin suppilon 8 kautta viiden litran täyttöpulloon 9. Suodatuspaperin samaa kappaletta käytetään
15 kaikkia lappoamisia ja pesuja varten. Suodatuspaperin tarkoituksena on koota hienokultasakka. Suodatusmenetelmän edistämiseksi käytetään hyväksi myöskin vesisuihkutyhjöpumpua 10. Tämä pumppu poistaa veden viemäriin 11.

(h) Suodatettu happoliuos pannaan välittömästi 20 litran
20 muovisäiliöön myöhempää hopean talteenottoa varten.

(i) Reaktioastiassa olevalle metallille annettiin kaksi typpihappopesua jäljellä olevan hopean poistamiseksi. Hapon sallimiseksi koskettaa koko liukenematonta hopeaa, palaset murskataan poistamalla ne pullosta ja kevyesti jauhentamalla
25 huhmarissa ja survinmyllyssä. Tarvitaan varovaisuutta, ettei metallia jauhenneta liian hienoksi, koska se aiheuttaisi ongelmia kullan myöhemmässä käsittelyssä.

Pesu no 1

(a) Jauhentamisen jälkeen kulta huuhdellaan takaisin
30 reaktiopulloon vettä käyttäen.

(b) Lisätään yksi litra vettä.

(c) Lisätään hitaasti yksi litra väkevää typpihappoa.

(d) Kansi ja jäähdytin asetetaan paikoilleen ja liuos kuumennetaan kiehuvaaksi sekä keitetään 30 min.

35 (e) Liuoksen annetaan jäähtyä ja selvitä.

(f) Typpihappo pumpataan pois Buchnerin suppilon kautta, jolloin pidetään huoli, ettei mitään metallia imeydy ulos.

Pesu no 2

- (a) Lisätään yksi litra vettä.
- (b) Lisätään hitaasti yksi litra väkevää typpihappoa.
- (c) Kansi ja jäähdytin sijoitetaan paikoilleen ja liuos
- 5 kuumennetaan kiehuvaaksi ja sitä keitetään 30 min.
- (d) Liuoksen annetaan jäähtyä ja selvitä.
- (e) Typpihappo pumpataan pois kuten ennen, jolloin jälle-
- leen pidetään huoli, ettei mitään metallia imeydy ulos.
- (f) Typpihappo pesua 1 ja 2 varten yhdistetään käyttöä
- 10 varten seuraavassa liuotuksessa.
- (g) Lisättiin kaksi litraa vettä, kuumennettiin kiehu-
- vaksi ja keitettiin 30 minuuttia.
- (h) Vesi pumpattiin pois Buchnerin suppilon kautta. Tämä
- vesi voidaan käyttää uudelleen alkuliuotusvaiheessa.

15 Kloorivetyhappopesu

- (a) Lisättiin 1,5 litraa 1:1 kloorivetyhappoa, kuumen-
- nettiin kiehuvaaksi ja keitettiin 30 minuuttia.
- (b) Tämän annettiin jäähtyä ja selvitä.
- (c) Kloorivetyhappo pumpattiin pois Buchnerin suppilon
- 20 kautta. Tätä happoa voidaan käyttää toistamiseen kolme ker-
- taa.

Loppupesu

- (a) Neljä litraa vettä pantiin pulloon, kuumennettiin
- kiehuvaaksi ja keitettiin 30 min.
- 25 (b) Vesi pumpattiin pois ja kulta huuhdeltiin Buchnerin
- suppilon, käyttäen samaa suodatuspaperia kuin kaikissa ai-
- kaisemmissa pesuissa.
- (c) Suppilossa kulta pestiin vielä 2 litralla kuumaa
- vettä.
- 30 (d) Kulta kuivattiin ja koottiin suodatuspaperin päälle.
- (e) Sitten suodatuspaperi poltettiin ja kulta otettiin
- talteen muhveliuunissa.

Kullan lisäkäsittely

- (a) Sen jälkeen, kun kulta on pesty ja kuivattu, sitä
- 35 voidaan käsitellä edelleen absoluuttisen puhtauden 99,99 %
- takaamiseksi.
- (b) Liuotetaan hienojakoinen aines väkevän kloorivetyha-
- pon ja typpihapon seokseen ja annetaan sakan selkiytyä.

(c) Dekantoidaan liuos. Erotetaan sakka suodattamalla.

(d) Laimennetaan liuos kuumalla deionoidulla vedellä ja pulputetaan sen läpi rikkidioksidia. Tällöin muodostuu kultasakka.

5 (e) Pestään kultasakka.

(f) Kuivataan ja sulatetaan puhtaassa upokkaassa.

Hopean saostus

(A) Suositeltava menetelmä

10 (a) 4 litraa hapanta liuosta 20 litran astiassa neutraloidaan lisäämällä natriumhydroksidiliuosta (200 g/l). Noin 10-11 litraa natriumhydroksidiliuosta tarvitaan pH-arvon 1,5 - 2 saavuttamiseksi (testi käyttäen pH-papereita). Annetaan liuoksen jäähtyä, tarkistetaan pH jälleen ja säädetään tarvittaessa. Jos pH-arvo on korkeampi kuin 2, se voidaan
15 alentaa lisäämällä 1:1 typpihappoa.

(b) Tähän liuokseen lisätään 2,4 kg kuparilankaa (kierretty 250 mm:n pituisiksi). Tämän kuparilangan ei pitäisi olla ohuempaa kuin 1 mm, koska ohut lanka murtuu ja tulee vaikeaksi erottaa hopeasakasta.

20 (c) Sekoittimella sekoitetaan seosta hitaasti 6 tuntia.

(d) 6 tunnin jälkeen kontrolloidaan liuoksen pH. Jos pH on korkeampi kuin 2, se alennetaan lisäämällä 1:1 typpihappoa arvoon 2 ja sekoitetaan vielä yksi tunti.

25 (e) Jos kaikki kupari on liuonnut, tarkistetaan pH, koska se voi olla liian alhainen. Jos se on alhainen, se kohotetaan arvoon 2 lisäämällä natriumhydroksidia, minkä jälkeen lisätään lisää kuparilankaa.

30 (f) 6 tunnin sekoituksen jälkeen kaiken hopean pitäisi olla saostunut karkeana jauheena ja liuos voidaan suodattaa Buchnerin suppilon läpi pulloon. Suodos varataan palladiumin talteenottoa varten. Jäännöskuparilanka erotetaan hopeasta ja varataan käyttöä varten myöhemmissä panoksissa tai se käytetään romukullan käsittelyyn.

35 (g) Hopea voidaan pestä 2 litralla kuumaa vettä Buchnerin suppilossa.

(h) Hopea kuivataan booraksin alaisena.

Hopean saostus

(B) Vaihtoehtoinen menetelmä

4 litraa hapanta liuosta 20 litran astiassa käsitellään seuraavasti hopeasuolasakan tuottamiseksi. Raaka arvio tehdään sen metallin hopeapitoisuudesta, jota on käytetty alku-
liuotuksessa. Määritetään käsiteltävässä metallissa olevan
5 hopean paino grammoissa.

Käsiteltyssä metallissa olevan hopean jokaista grammaa varten tarvitaan 2 grammaa natriumkloridia. Liuotetaan natriumkloridin tarvittava paino 9-kertaiseen painoonsa vettä
10 %:sen liuoksen valmistamiseksi.

10 4 litraa hapanta liuosta sijoitetaan sopivan kokoiseen astiaan ja sekoitetaan voimakkaasti, samalla lisäten 10 %:sta natriumkloridiliuosta. Tällöin muodostuu valkoinen sakka, joka on hopeakloridia. Tämä hopeakloridi kootaan suodattamalla, käyttäen Buchnerin suppiloa. Suodos voidaan
15 tarkistaa, sen takaamiseksi, että kaikki hopea on saostunut, kaatamalla jonkin verran lisää 10 %:sta natriumkloridiliuosta suodokseen. Jos mitään sakkaa ei muodostu, kaikki hopea on uutettu liuoksesta. Jos sakkaa muodostuu, tarvitaan lisää natriumkloridia.

20 Hopeakloridi voidaan muuttaa hopeametalliksi seuraavalla menetelmällä.

Hopeakloridi, joka on koottu suodatuspaperille, pestään kiehuvalle tislatusalle vedellä siksi, kunnes suppilosta läpi tuleva vesi ei ole hapanta, vaan melkein neutraalia. Se voi-
25 daan tarkistaa pH-papereilla lukeman saamiseksi yli 5 pH. Sitten hopeakloridi täytyy kuivata kuivausuunissa 100°C:ssa.

Sitten kuiva hopeakloridi pannaan pieneen grafiittiupokkaan. Tyypillinen panos on:

30 500 g hopeakloridia
50 g booraksia
20 g piidioksidia

Lämpötila kohotetaan hitaasti arvoon 1100°C. Tässä lämpötilassa sulatusaine kohoaa pintaan, estäen hopeakloridin haihtumisen. Kokonaismäärä 60 g natriumkarbonaattia pirs-
35 koitetaan panoksen päälle, 20 g kerrallaan ja reaktion annetaan tyyntyä lisäysten välillä.

Muodostunut hopeametalli laskeutuu upokkaan pohjalle. Upokas poistetaan uunista ja sen annetaan seisoa siksi, kun-

nes metallinen hopeanappi on jähmettynyt. Kloridin ja sulatusaineen seos kaadetaan matalaan teräsmuottiin. Hopeanapin päällä oleva sulatusaineen päällys voidaan poistaa panemalla kiinteä nappi veteen, vielä kun se on lämmin.

- 5 Jonkin verran hopeakloridia jää booraksisulatusaineeseen ja voidaan saada takaisin, käyttämällä sulatusaine uudelleen myöhemmissä panoksissa.

Palladiumin talteenotto

- 10 Jos metalliseos sisältää palladiumia, tämä voidaan ottaa talteen liuoksesta hopean talteenoton jälkeen.

(a) 1 %:nen dimetyyliyglyksimin (DMG) liuos valmistetaan liuottamalla 1 g DMG:tä 100 ml:aan (95 %:sta) etanolia.

- (b) Tehdään alkumetalliseoksen sisältämän palladiummäärän määrittäminen. Palladiumin jokaista grammaa varten liuokseen 15 lisätään 300 ml DMG-liuosta.

(c) Sen jälkeen, kun oikea määrä DMG:tä on lisätty, liuosta sekoitetaan ja se lämmitetään lämpötilaan 50°C, minkä jälkeen sen annetaan seisoa.

- (d) Palladium-DMG -kompleksi muodostuu, kun liuos jäähtyy. 20 Sitten se voidaan suodattaa ja pestään kuumalla tislattulla vedellä Buchnerin suppilossa.

- (e) Tarkistus sen takaamiseksi, että kaikki palladium on saostunut, on lisätä ylimäärä DMG-liuosta suodokseen suodattamisen jälkeen. Jos sakka muodostuu, jatketaan menetelmää 25 siksi, kunnes ylimääräisen DMG-liuoksen lisäys ei tuota lisäsakkaa.

(f) Sitten palladiumkompleksi muutetaan palladiummetalliksi ensin kuivaamalla 100°C:ssa ja sitten hitaasti kuumentamalla lämpötilaan 800°C.

30 Platinan talteenotto

Jos metalliseos sisältää platinaa, tämä voidaan ottaa talteen suodosjäännöksestä palladiumin talteenoton jälkeen.

(a) 20 %:nen ammoniumkloridiliuos valmistetaan liuottamalla 20 g ammoniumkloridia per 100 ml tislattua vettä.

- 35 (b) Tehdään alkumetalliseoksen sisältämän platinamäärän määrittäminen. Jokaista platinan grammaa kohti lisätään 50 ml 20 %:sta ammoniumkloridiliuosta.

(c) Ammoniumkloridin lisäyksen jälkeen liuosta sekoite-

taan ja sen annetaan seisoa 1 tunti.

(d) Jos mitään sakkaa ei muodostu, liuos voidaan hapottaa saostumisen edistämiseksi. Tämä tehdään lisäämällä hitaasti, samalla sekoittaen, väkevää kloorivetyhappoa. Sitä
5 voidaan lisätä jopa 25 % alkutilavuudesta.

(e) Muodostunut sakka on ammoniumheksaklooriplatinaattia. Se voidaan suodattaa Buchnerin suppilossa. Se on vesiliukoinen ja täytyy pestä 20 %:sella ammoniumkloridiliuoksella, ei tislattulla vedellä.

10 (f) Jos edelleen sakkaa muodostuu suodoksessa, lisäämällä ylimäärä ammoniumkloridiliuosta, talteenottomenetelmää jatketaan siksi, kunnes mitään lisäsaostumista ei tapahdu.

(g) Sitten platinasuola voidaan muuttaa platinametalliksi, ensin kuivaamalla 100°C:ssa ja sitten hitaasti kuumentamalla lämpötilaan 800°C.
15

Toinen menetelmä typpihappoerotusta varten on seuraava:

Tämä menetelmä soveltuu hyväksikäyttöön 500-1000 g kullaan, hopean ja kuparin seoksen kanssa, joka ei sisällä enempää kuin 25 % kultaa. Tämä metalliseos on sopivimmin homogeeninen ja rakeistettu käyttökelpoisen hienoksi, liukenemisen edistämiseksi. Tässä menetelmässä käytettyjen reagenssien sopivimmin pitää olla laboratorioreagenssilaatua, joka on ekvivalenttinen Ajax Chemicals UNILAB -laatuun. Ennen
20 tämän menetelmän suorittamista ainakin 15 litraa deionoitua vettä täytyy panna imupuhdistuskoneeseen. Tämä vesi on
25 myöskin kloridivapaa, s.o. ei muodostu mitään valkoista sakkaa hopeanitraatin kanssa.

Alkuerotus

(1) 500-1000 g 25 %:sta metalliseosta pannaan erotuspulloon. Sovitetaan kansi paikalleen ja kiinnitetään jäähdytin, lämpömittari ja tiputussuppilo. Pannaan tulppa reikään.
30

(2) Höyrypesulaite pannaan käyntiin.

(3) Alkuerotushappo:

35 Käytettävissä on 4 litraa pesutyyppihappoa edellisestä toiminnasta. Jos ei ole, valmistetaan erillisessä laboratoriolasissa 4 litraa laimeaa happoa 2 litrasta väkevää happoa ja 2 litrasta deionoitua vettä. (Happoja valmistettaessa

happo lisätään aina veteen.)

(4) Lisätään noin 500 ml erotushappoa tiputussuppiloon. Avataan suppilon hana hitaasti ja annetaan erotushapon tippua tiputussuppiloon. Avataan suppilon hana hitaasti ja annetaan erotushapon tippua metalliin. Ohjataan hapon lisäys-
 5 määrää siten, ettei reaktio ole liian kiihkeä ja siten, ettei tummien höyryjen muodostumismäärä ole suurempi kuin mitä voidaan käsitellä kaasupesulaitteella. Lisätään lisää erotushappoa tiputussuppiloon ja erotuspulloon siksi, kunnes
 10 määrä pullossa on 4 litraa.

(5) Kun reaktio on sopivan tyyni, käännetään hitaasti kuumennukselle (ainoastaan pohjaelin) ja kohotetaan lämpötila kiehumispisteeseen. Keitetään 1 tunti tai siksi, kunnes tummia höyryjä ei enää tule jäähdyttimen yläosasta.

15 (6) Annetaan jäähtyä ja puretaan osiinsa. Kierretään kiinni höyrypesulaite. Jäähtymistä voidaan edistää lisäämällä kylmää, deionoitua vettä siksi, kunnes pullo on täynnä. Annetaan selkiytyä.

(7) Kun hapon lämpötila erotuspullossa on alle 50°C, asennetaan paikalleen 5 litran suodatuspullo ja suppilo. Kostutetaan suodatuspaperi vedellä ja kierretään tyhjölle. Asennetaan peristalttinen pumppu.

(8) Pumpataan happo erotuspullostas suodatuspaperin päälle. Vältetään erotuspullossa laskeutuneiden jähmeiden aineiden (s.o. kultajäännöksen) paakkuuntuminen.
 25

(9) Kun kaikki erotushappo on poistettu, siirretään kultajäännös 500 ml:n laboratoriolasiin ja jauhennetaan kolmeen tai neljään osaan lasihuhmarissa petkeleellä. Liian paljon jauhentaminen vältetään, koska se tekisi sakan selkiämisen myöhemmin vaikeaksi.
 30

(10) Suodatuspaperi pestään useita kertoja kuumalla deionoidulla vedellä. Paperi kuivataan ja mahdollisesti poltetaan kullan talteenottamista varten.

Ensimmäinen typpihappopesu

35 (1) Jauhennettu kultajäännös palautetaan erotuspulloon ja lisätään 1 litra deionoitua vettä. Kansi, jäähdytin ja tiputussuppilo sijoitetaan paikoilleen pulloon. Käynnistetään höyrypesulaite.

(2) Tiputussuppilon kautta lisätään hitaasti 1 litra väkevää typpihappoa. Kuumennetaan kiehuvaaksi ja keitetään 30 min.

(3) Jäähdytetään ja selkeytetään. Puretaan osiinsa.

5 (4) Jäähdytetty pesuhappo dekantoidaan laboratoriolasiin ja säilytetään seuraavaa erotusta varten. Kultajäännös jätetään pulloon.

Toinen typpihappopesu

10 (1) 1 litra deionoitua vettä pannaan erotuspulloon ja lisätään 1 litra väkevää typpihappoa (tällöin ei tarvitse käyttää tiputussuppiloa). Sovitetaan paikoilleen ainoastaan kansi ja jäähdytin.

(2) Kuumennetaan kiehuvaaksi ja keitetään 30 min.

(3) Jäähdytetään ja selkeytetään sekä puretaan osiinsa.

15 (4) Jäähdytetty pesuhappo dekantoidaan laboratoriolasiin ja säilytetään seuraavaa erotusta varten. Kultajäännös jätetään pulloon.

Ensimmäinen vesipesu

20 (1) Aggregaatit, joissa on sekoitin, puretaan ja erotuspulloon lisätään 1 litra deionoitua vettä, sovitetaan kansi ja jäähdytin paikoilleen, kuumennetaan kiehuvaaksi ja keitetään 30 min. Puretaan osiin, lisätään noin 1 litra kylmää deionoitua vettä jäähdytystä varten ja sekoitetaan hyvin.

25 (2) Pesuvesi jäähdytetään, selkeytetään ja dekantoidaan. Dekantoitu vesi pidetään pitkäaikaisessa selkeytyksessä ennen poisheittämistä. Kultajäännös jätetään pulloon.

Toinen vesipesu

30 (1) Mitkä tahansa aggregaatit, joissa on sekoitin, puretaan osiin ja lisätään 1 litra deionoitua vettä erotuspulloon, sovitetaan kansi ja jäähdytin paikoilleen ja kuumennetaan keittämiseksi 30 min. Puretaan osiin, lisätään noin 1 litra kylmää deionoitua vettä jäähdytystä varten ja sekoitetaan hyvin.

35 (2) Jäähdytetään, selkeytetään ja dekantoidaan pesuvesi. Dekantoitu vesi pidetään pitkäaikaisessa selkeytyksessä ennen poisheittämistä. Kultajäännös jätetään pulloon.

Kloorivetyhappopesu

(1) Mitkä tahansa aggregaatit, joissa on sekoitin, pure-

taan ja 750 ml vettä pannaan erotuspulloon ja sitten 750 ml väkevää kloorivetyhappoa. Kansi ja jäähdytin sovitetaan paikoilleen ja keitetään 30 min.

(2) Jäähdytetään ja selkeytetään.

5 (3) Hydrokloorivetytypesuhappo dekantoidaan 5 litran laboratoriolasiin ja säilytetään liukoisen kullan talteenottamiseksi.

(4) Mitkä tahansa aggregaatit, joissa on sekoitin, puretaan ja erotuspulloon lisätään 1,5 litraa vettä ja keitetään 10 30 min. Jäähdytetään, selkeytetään ja dekantoidaan pesuneste samaan 5 litran laboratoriolasiin kuin vaiheessa (3).

(5) Mitkä tahansa aggregaatit, joissa on sekoitin, puretaan ja erotuspulloon lisätään toinen 1,5 litran vesimäärä ja keitetään jälleen 30 min. Jäähdytetään, selkeytetään ja 15 dekantoidaan pesuliuos 5 litran laboratoriolasiin.

(6) Jäännöskulta siirretään samaan suodatuspaperiin ja pestään noin 2 litralla kuumaa vettä suodatuspaperin päällä. Suodos säilytetään liukoisen kullan talteenottamiseksi.

(7) Sakka ja suodatuspaperi siirretään ruostumatonta terästä olevaan kaukaloon ja kuivataan sakka. 20

Liukoisen kullan talteenotto kloorivetyhappopesuliuoksesta

(1) Yhdistetään kaikki kloorivetyhappopesuliuokset 5 litran laboratoriolasiin.

(2) Lisätään noin 10 g sinkkimetallia. Kun reaktio on 25 päättynyt, otetaan liuoksesta näyte. Tähän näyutteeseen lisätään noin 1 g sinkkiä ja huomioidaan, muodostuuko lisää sakkaa. Jos sitä muodostuu, lisätään lisää 10 g sinkkimetallia ja testataan jälleen. Tällä tavalla jatketaan siksi, kunnes kaikki kulta on saostettu.

30 (3) Annetaan selkeytyä yön yli tai kauemmin ja sitten dekantoidaan. Sakka siirretään 500 ml:n laboratoriolasiin, lisätään 300 ml kuumaa deionoitua vettä, sekoitetaan hyvin ja suodatetaan.

(4) Sakka pestään suodatuspaperin päällä useita kertoja 35 kuumalla vedellä, minkä jälkeen sakka kuivataan.

(5) Dekantoitu liuos ja suodos palautetaan pitkäaikais- ta selkeytystä varten.

(6) Kloorivetyhapon dekantoidut liuokset kootaan 100

litran rumpuun ja jonakin sopivana aikana, kun 50 litraa tai enemmän on koottu, liuokset sekoitetaan ja analysoidaan kulta varten. Jos määrittäminen on sopivan alhainen, sanottakoon alle 0,05 g/l, hävitetään liuos. Jos määrittäminen on suurempi kuin tämä arvo, lisätään vielä sinkkiä ja saostetaan jäljellä oleva kulta. Huomataan, että jäteliuos on hapan ja se täytyy neutraloida kalsinoidulla soodalla ennen viemäriin päästämistä.

Hopean talteenotto alkuerotussuodoksesta

10 (1) Valmistetaan 10 %:nen suolaliuos (natriumkloridiliuos), liuottamalla 100 g suolaa 1 litraan vettä.

(2) Alkuerotussuodokseen lisätään 200 ml suolaliuosta. Sekoitetaan hyvin ja annetaan selkeytyä. Selkeytyneestä liuoksesta otetaan näyte 500 ml:n laboratoriolasiin, johon 15 lisätään noin 5 ml suolaliuosta ja katsotaan, muodostuuko valkoinen sakka. Jos näin tapahtuu, alkuerotussuodokseen lisätään vielä 200 ml suolaliuosta ja testaan jälleen. Tällä tavalla jatketaan siksi, kunnes kaikki hopeakloridi on saostunut.

20 (4) Hopeakloridisakan annetaan selkeytyä, sanotaan 1 vuorokauden ajan tai jos tarpeellista, kauemmin, minkä jälkeen liuos dekantoidaan toiseen astiaan. Dekantoituun liuokseen lisätään hitaasti kalsinoitua soodaa. Kuparikarbonaatti tulee saostumaan ja kun liuos ei ole enää hapan, 25 poreilu lakkaa. Tarkistetaan pH-papereilla, että liuoksen pH on 7 tai korkeampi (jos ei ole, lisätään vielä kalsinoitua soodaa) ja annetaan selkeytyä, sanotaan 24 tuntia tai kauemmin. Tässä vaiheessa liuos voidaan laskea turvallisesti laskuputkeen ja selkeytetty kuparikarbonaatti voidaan ottaa suokappaleeseen.

30 (5) Hopeakloridisakka siirretään 500 ml:n laboratoriolasiin ja suodatetaan. Pestään useita kertoja suodattimen päällä kuumalla vedellä, minkä jälkeen sakka kuivataan ja punnitaan.

35 (6) Hopeakloridisakka sulatetaan metalliksi seuraavasti: Tehdään pientä grafiittiupokasta varten panos:

500 g hopeakloridia

50 g booraksia

20 g piidioksidia

Lämpötila kohotetaan hitaasti arvoon 1100°C. Tässä lämpötilassa sulatusaine nousee pintaan, estäen hopeakloridin haihtumisen. Natriumkarbonaatin kokonaismäärä 60 g pirskoitetaan panoksen päälle, 20 g kerrallaan ja reaktion annetaan tyyntyä lisäysten välillä.

Muodostunut hopeametalli laskeutuu upokkaan pohjalle. Tämä upokas poistetaan uunista ja sen annetaan seisoa siksi, kunnes hopeametallinappi on jähmettynyt. Kloridin ja sulatusaineen seos kaadetaan matalaan teräsmuottiin. Hopea otetaan talteen upokkaan pohjalta. Hopeanapin pinnalla oleva sulatusainepeite voidaan poistaa sijoittamalla kiinteä nappi veteen, sen ollessa vielä lämmin. Sulatusaine repeää, minkä jälkeen se voidaan poistaa helposti.

Jonkin verran hopeaa on pidätetty booraksisulatusaineessa ja voidaan ottaa talteen käyttämällä sulatusaine uudelleen myöhemmissä panoksissa.

20 Typpihappopesuaineen pitkäaikainen selkeytys

(1) Typpihappopesuaineet sisältävät hienoa suspentoitua kultaa, joka vaatii pitkäaikaisen selkeytyksen talteenottoa varten. Pesuaine kootaan 100 litran rumpuun. Tämän pitäisi olla kyllin suuri noin 25 erälle.

25 (2) Rumpu jätetään seisomaan noin viikoksi pesunesteen viimeisen lisäyksen jälkeen. Rummun sivua kopautetaan silloin tällöin tämän viikon aikana, niin että mikä tahansa aines, joka laskeutuu pinnalle, irtoaa ja selkeytyy lopullisesti.

30 (3) Pinnalle nouseva neste pumpataan tarkasti toiseen rumpuun, kultasakan jättämiseksi tarkasti jälkeensä. Nyt selkeytetty sakka huuhdotaan laboratoriolasiin, suodatetaan ja pestään kuumalla vedellä. Suodatuspaperi kuivataan, saostetaan ja poltetaan kullan talteenottamista varten.

35 (4) Dekantoitu liuos neutraloidaan pH-arvoon 7-9, käyttäen kalsinoitua soodaa ja sitten hyljätään.

Typpioksidihöyrypesulaite

(1) Valmistus: Rumpu täytetään, sanotaan kolmeneljäsosa

täyteen vesijohtovedellä. Noin 5 kg kalsinoitua soodaa (natriumkarbonaattia) esiliuotetaan veteen ja lisätään rummussa olevaan veteen.

(2) Toiminta: Rummussa olevan nesteen pH:n täytyy olla 10 tai korkeampi. Tämä tarkistetaan kerran vuorokaudessa ja tarvittaessa lisätään 1 kg joko kalsinoitua soodaa tai natriumhydroksidipitoista kalsinoitua soodaa esiliuotettuna vesijohtoveteen. Yhden kuukauden toiminnan jälkeen hyljätään rummun sisältö ja valmistetaan uusi panos.

Kaasupesulaitteen tehokkuus arvioidaan tarkkaamalla vaahtoa rummun pinnalla. Oikein toimivalla rummun pinnalla on melko valkoinen vaahto. Jos vaahto pyrkii olemaan keltainen tai jos jonkin verran ruskeata höyryä voidaan huomata juuri vaahdon yläpuolella, lisätään 1 kg joko kalsinoitua soodaa tai natriumhydroksidipitoista kalsinoitua soodaa, esiliuotettuna vesijohtoveteen.

Puhdistusmenetelmän kaaviollinen piirros on esitetty kuviossa 2, havainnollistaen kullan malmistaan puhdistusta. Malmi esivalmistellaan kohdassa ja syötetään sitten murskausvaiheeseen 13, jossa se rouhitetaan sopivaan osaskokoon. Sitten malmia kuumennetaan uunissa 14 yhdessä perusmetallin, kuten kuparin kanssa, kullan pitoisuuden noin 25 % saavuttamiseksi. Sitten näin muodostettu "metalliseos" kaadetaan sulassa tilassa veteen jäähdytysvaiheessa 15, jossa muodostetaan avopäällystettyjä rakeita, joilla on suuri pinta-ala rakeen tilavuutta kohti.

Sitten näitä rakeita käsitellään alkuerotuksessa 16 typpihapolla perusmetallien eli epäjalojen metallien liuottamiseksi, jotka jättävät jälkeensä pääasiallisesti puhtaan kullan kiinteään jäännöksen. Erotus suoritetaan samoja linjoja pitkin kuin edellä kuvattujen menetelmien linjat. Sitten rakeet pestään kohdassa 18. Liuotettu hopea talteenotetaan hopean lisätalteenottovaiheessa, käyttäen jotakin sopivaa menetelmää.

Sitten kultarakeita käsitellään lisäerotusvaiheessa 19 typpihapolla ja ne kulkevat lisäpesuvaiheen 20 kautta, jossa rakeita käsitellään lopputyppihappoerotuksessa 21, mahdollisimman paljon liukenematonta hopeaa poistamiseksi. Sitten

näin käsiteltyt rakeet saatetaan lisäpesun 22 alaiseksi ja ne kulkevat kloorivetyhappopesun 23 alaiseksi, minkä jälkeen rakeet pestään kohdassa 24 ja suodatetaan kohdassa 25.

5 Näin puhdistettu kulta rouhitaan kohdassa 26, sitten kuivataan kohdassa 27, analysoidaan kohdassa 28, sulatetaan kohdassa 29, valetaan kohdassa 30 ja leimataan kohdassa 31 lopputuotteen 32 tuottamiseksi.

10 Edellä olevassa on kuvattu tämän keksinnön kaksi sovellutusmuotoa ja ammattimies voi tehdä muutoksia niihin poikkeamatta tämän keksinnön suojapiiristä.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä jalometallin puhdistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että

(a) analysoidaan uutettavaa jalometallia sisältävä materiaali, siinä olevan jalometallin pitoisuuden määrittämiseksi,

(b) yhdistetään uutettavaa jalometallia sisältävä materiaali metalliseokseksi tunnetun määrän kanssa epäjalometallia, kuten kuparia, uutettavan jalometallin tunnetun pitoisuuden omaavan metalliseoksen muodostamiseksi,

(c) liuotetaan epäjalometalli happoon puhdistetun jalometallin saamiseksi ja

(d) suodatetaan jalometalli näin muodostetusta liuoksesta.

2. Menetelmä jalometallin puhdistamiseksi, jolloin mainittu menetelmä, sen ollessa yksinkertainen prosessi, käsittää ainakin seuraavat vaiheet:

(a) jalometallia kantavan malmin rakeistamisen,

(b) mainitun rakeistetun malmin yhdistämisen epäjalometallin kanssa ja

(c) mainitun yhdistetyn materiaalin saattamisen typpihappoerotuksen alaiseksi.

3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä jalometallin puhdistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että mainittuna jalometallina on kulta.

4. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä jalometallin puhdistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että mainittuna jalometallina on kulta ja että happona on typpihappo.

5. Patenttivaatimuksen 3 tai 4 mukainen menetelmä kullan puhdistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että mainittu yhdistysvaihe tuottaa metalliseoksen, jossa on 15-40 % kulta ja että metalliseos kaadetaan sulana veteen, jolloin muodostuu huokoisia, avopintaisia rakeita.

6. Patenttivaatimuksen 5 mukainen menetelmä kullan puhdistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että metalliseoksen kultapitoisuus on noin 25 %.

7. Jonkin patenttivaatimuksen 4-6 mukainen menetelmä kullan puhdistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että se

käsittää lisävaiheen, käyttäen kloorivetyhappoerotusta typ-
pihappoerotuksen jälkeen.

8. Patenttivaatimuksen 6 mukainen menetelmä kullan puh-
distamiseksi, t u n n e t t u siitä, että se on pääasial-
5 lisesti sellainen kuin edellä on kuvattu viitaten selityk-
seen.

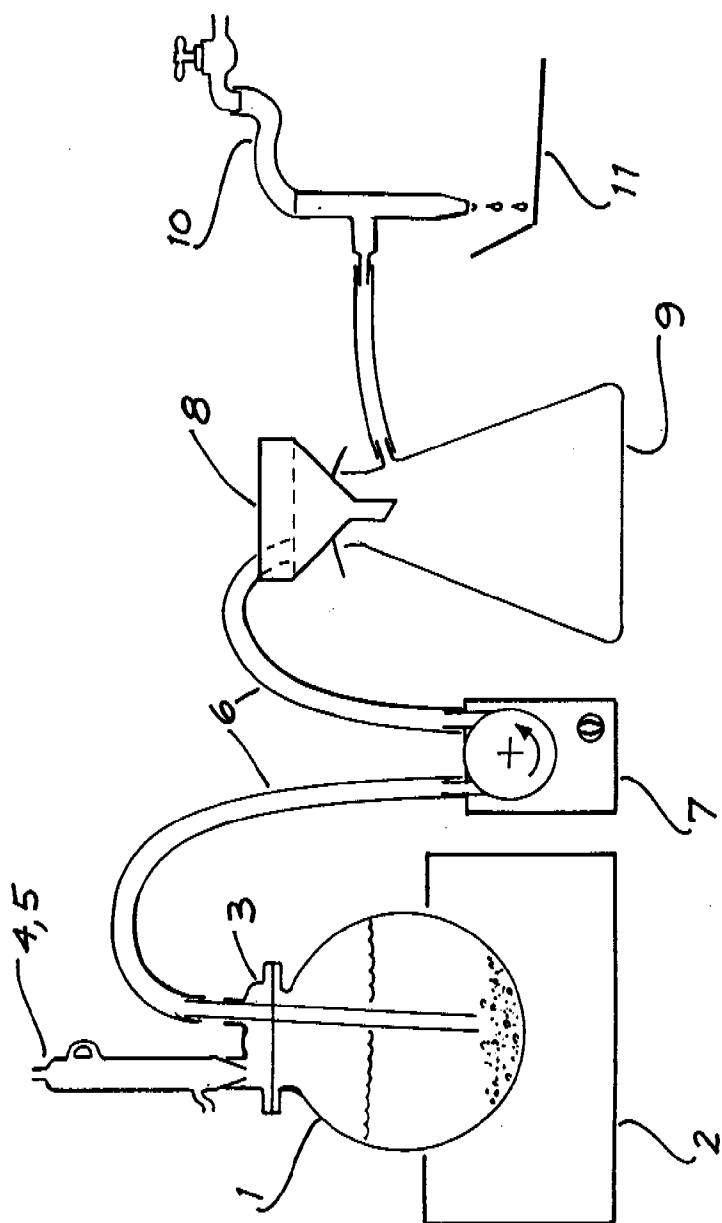


FIG. 1

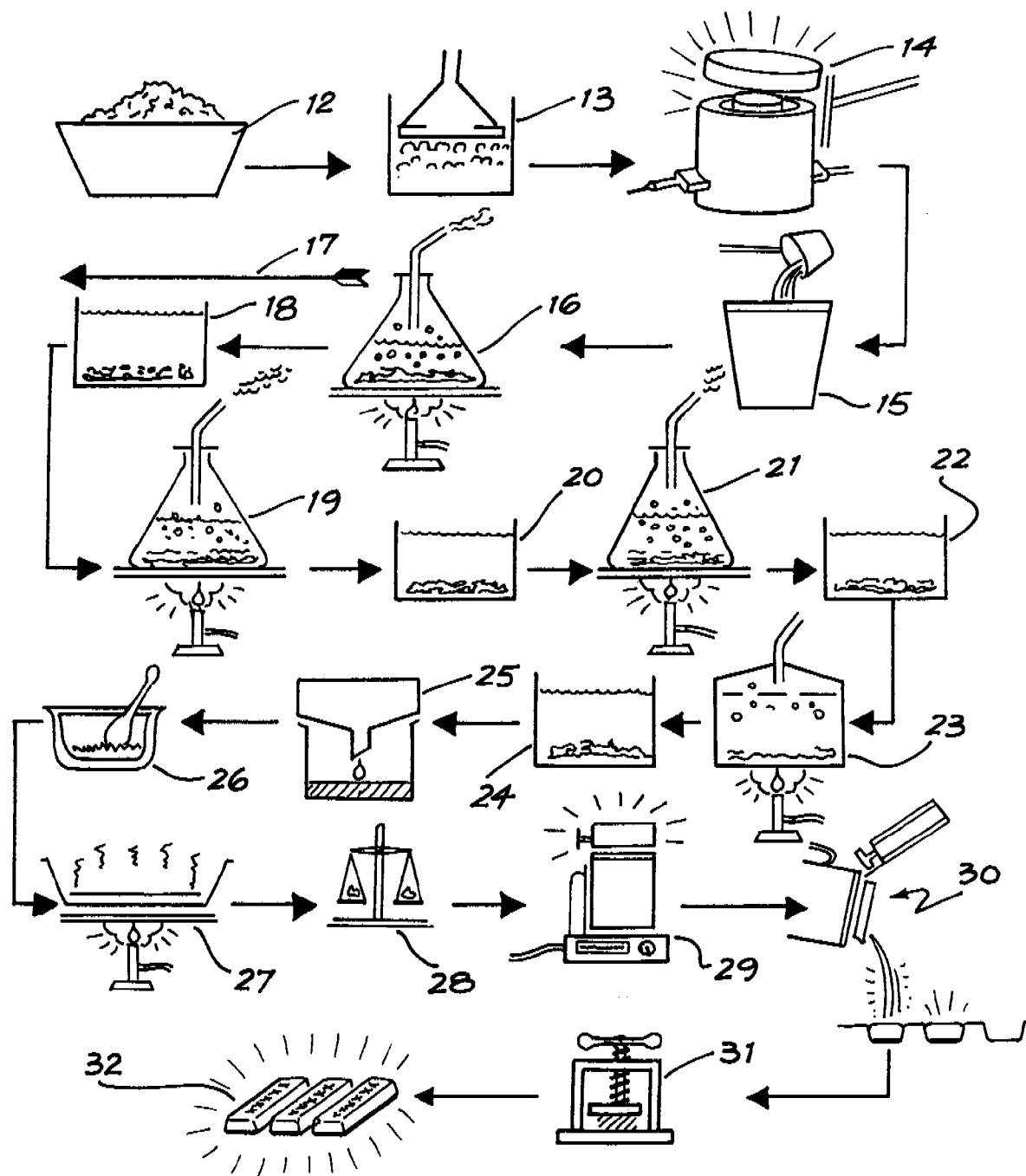


FIG. 2

Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patentansökning

Hakemus-, kuulutus- ja patenttijulkaisuja: - Ansökningspublikationer,
utläggnings- och patentskrifter:

FI P 61322 (C22B 11/04), P 61521 (C22B 11/00)

CH

DE

DK

FR

GB

NO

SE

US

Merkitse hakemusjulkaisun (esim. saksal. Offenlegungsschrift) numeron eteen H ja vastaavasti kuulutus- ja patenttijulkaisun numeron eteen K ja P.

EP

WO

Muita julkaisuja: - Andra publikationer:



Allekirjoitus