



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 150 521** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) МПК⁷ **C 22 B 11/00, 3/04, 7/04**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

(21), (22) Заявка: 98118604/02, 12.10.1998

(24) Дата начала действия патента: 12.10.1998

(46) Дата публикации: 10.06.2000

(56) Ссылки: RU 2096507 C1, 20.11.1997.
ЗВЯГИНЦЕВ О.Е. и др. Аффинаж золота, серебра и металлов платиновой группы, изд-е 3-е. - М.: Гос. научно-техн. изд-во по черной и цветной металлургии, 1945, с.67. Металлургия, 1988, реферат 12Г429. МИНЕЕВ Г.Г. и др. Растворители золота и серебра в гидрометаллургии. - М.: Металлургия, 1994, с.47, 40. RU 2100457 C1, 27.12.1997. RU 2038394 C1, 27.06.1995. EP 0266337 A1, 04.05.1988. JP 54-8443 B2, 16.04.1979.

(98) Адрес для переписки:
664000, г.Иркутск, бул. Гагарина 38, ОАО "Иргиредмет", пат.лиценз. отдел

(71) Заявитель:

Акционерное общество "Иргиредмет"

(72) Изобретатель: Карпухин А.И.,

Мусин Е.Д., Дементьев В.Е., Стелькина И.И., Минеев Г.Г.

(73) Патентообладатель:

Акционерное общество "Иргиредмет"

(54) СПОСОБ ПЕРЕРАБОТКИ ХЛОРИДНОГО ШЛАКА, СОДЕРЖАЩЕГО БЛАГОРОДНЫЕ МЕТАЛЛЫ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области металлургии благородных металлов, в частности к аффинажу золота и серебра. Способ переработки хлоридного шлака, содержащего благородные металлы, включает выщелачивание с получением серебросодержащего и золотосодержащего

продукта и их последующую переработку. При этом выщелачивание хлоридного шлака ведут сульфитно-аммиачным раствором при следующих условиях: отношение жидкого к твердому (Ж : Т) = (11 - 13) : 1, массовая концентрация в растворе, г/л: Na₂SO₃ - 90 - 110, NH₄OH - 50 - 70. 3 табл.



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 150 521** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) Int. Cl.⁷ **C 22 B 11/00, 3/04, 7/04**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: **98118604/02, 12.10.1998**

(24) Effective date for property rights: **12.10.1998**

(46) Date of publication: **10.06.2000**

(98) Mail address:
664000, g.Irkutsk, bul. Gagarina 38, OAO
"Irgiredmet", pat.litsenz. otdel

(71) Applicant:
Aktsionernoe obshchestvo "Irgiredmet"

(72) Inventor: **Karpukhin A.I.,**
Musin E.D., Dement'ev V.E., Stel'kina I.I., Mineev
G.G.

(73) Proprietor:
Aktsionernoe obshchestvo "Irgiredmet"

(54) **METHOD OF PROCESSING CHLORIDE SLAG CONTAINING PRECIOUS METALS**

(57) Abstract:

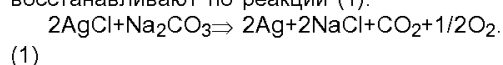
FIELD: precious metal technology.
SUBSTANCE: slag is leached with ammonium sulfite solution, more specifically containing 90-110 g/l sodium sulfite and

50-70 g/l ammonium hydroxide, at liquid-to-solids ratio (11-13):1 to give silver- and gold-containing product subjected to further processing. EFFECT: facilitated silver and gold recovery. 3 tbl, 13 ex

Изобретение относится к области металлургии благородных металлов, в частности к аффинажу золота и серебра.

В процессе рафинирования золотосеребряных сплавов методом хлорирования в расплаве (процесс Миллера) образуется хлоридный шлак. Данный промпродукт содержит до 6% золота, в основном в виде мелких включений металла, 55-70% хлорида серебра, 5-30% хлоридов неблагородных металлов, в основном меди и железа, 10-20% оксидов кремния, бора, натрия, поскольку в процессе хлорирования при температуре 1150°C на поверхность расплава металла погружают буру и кварцевый песок. Хлоридный шлак перерабатывают для извлечения благородных металлов.

Известен способ переработки хлоридного шлака /1/, по которому первичный хлоридный шлак (ПХШ) от процесса Миллера переплавляют при температуре 1100-1200 °C с добавкой 4% карбоната натрия. При этом примерно пятую часть серебра восстанавливают по реакции (1):



Восстановленное серебро коллектирует большую часть (до 90%) золота, находящегося в хлоридном шлаке.

Полученный серебряно-золотой сплав направляют на хлорирование вместе с новой партией сырья. Обеззолоченный вторичный хлоридный шлак гранулируют выливанием в воду и обрабатывают подогретым солянокислым раствором в присутствии окислителя (NaClO₃). Осадок очищенного хлорида серебра восстанавливают металлическим цинком в пульпе. Цементное серебро с остатками золота отфильтровывают, сушат, плавят на аноды, которые направляют на электролитическое рафинирование серебра.

Недостатками известного способа являются:

- нет разделения золота от серебра на начальной стадии;
- значительные затраты и многооперационность технологии (восстановительная плавка, выщелачивание вторичного хлоридного шлака, восстановление цинком серебра);
- выделение при восстановительной плавке ПХШ пыли (до 10%), возгонов из хлоридов цветных металлов, необходимость их переработки для извлечения благородных металлов.

Наиболее близким к предлагаемому техническому решению и принятый за прототип является способ переработки хлоридного шлака /2/, по которому хлоридный шлак с карбонатом натрия подвергают восстановительному обжигу при температуре 500-600°C. Полученный спек подвергают водному выщелачиванию. Твердый осадок после сушки плавят, в результате получая золотосеребряный сплав и шлак. Данная технология по сравнению с /1/ позволяет повысить извлечение благородных металлов в целевой серебряно-золотой сплав, однако имеет следующие недостатки:

- нет разделения золота и серебра;
- наличие энергоемкой операции обжига, для осуществления которой требуется специальное оборудование.

Задачей изобретения является повышение эффективности переработки хлоридного шлака, снижение энергозатрат и уменьшение "задаживаемости" золота.

Поставленная задача решается за счет достижения технического результата, который заключается в упрощении технологической схемы переработки хлоридного шлака.

Указанный технический результат достигается тем, что в известном способе переработки хлоридного шлака, содержащего благородные металлы, включающем выщелачивание с получением серебросодержащего и золотосодержащего продуктов и их последующую переработку, согласно изобретению выщелачивание ведут сульфитно-аммиачным раствором. Причем выщелачивание ведут при следующих условиях:

отношение жидкого к твердому (Ж : Т) (11-13) : 1,

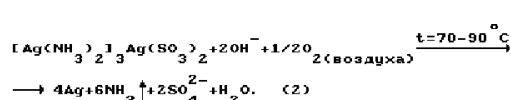
массовая концентрация в растворе, г/л:

Na₂SO₃ - 90-110

NH₄OH - 50-70

Физико-химическая сущность заявляемого способа основывается на растворении хлорида серебра сульфитно-аммиачным раствором, с образованием комплекса [Ag(NH₃)₂] зAg(SO₃)₂. Золото, а также бура и кварц, содержащиеся в хлоридном шлаке, в этих условиях не растворяются и концентрируются в твердом осадке, после плавки которого получают золотой сплав, с массовой долей золота более 96%.

Серебро из сульфитно-аммиачного раствора восстанавливают (осаждают) простым нагреванием до температуры 70-90 °C по реакции (2):



Массовая доля серебра в слитке после плавки восстановленного серебра составляет 99,0-99,9%.

Применение сульфитно-аммиачного выщелачивания позволяет снизить энергозатраты за счет удаления энергоемкой операции обжига и уменьшения "задаживания" золота в технологии аффинажа серебра за счет выделения его в отдельный продукт.

Сопоставительный анализ заявляемого способа с прототипом показывает, что заявляемый способ отличается от известного тем, что для выщелачивания хлоридного шлака используют сульфитно-аммиачный раствор. Таким образом, заявляемое техническое решение соответствует критерию "новизна".

Для доказательства соответствия заявляемого изобретения критерию "изобретательский уровень" проводилось сравнение с другими техническими решениями, известными из источников, включенных в уровень техники.

Заявляемый способ переработки хлоридного шлака соответствует требованию "изобретательского уровня", так как обеспечивает упрощение технологической схемы за счет разделения золота от серебра при переработке хлоридного шлака. В результате снижаются энергозатраты, уменьшается "задаживаемость" золота, то

есть повышается эффективность переработки хлоридных шлаков, что не следует явным образом из известного уровня техники.

Примеры использования заявляемого способа

Для экспериментальной проверки использовали хлоридный шлак следующего состава, %: AgCl - 73,1; Au - 5,6; Cu - 0,61; Fe - 0,48; Zn - 0,38; Pb - 0,06; SiO₂ - 10,0; Na₂B₄O₇ (бура) - 8,5. Масса навески хлоридного шлака составляла 10 г. После выщелачивания пульпу фильтровали, в твердом осадке (кеке) пробирным методом определяли золото и серебро, а в растворе благородные металлы определяли атомно-абсорбционным методом.

Опыты по выщелачиванию проводили при комнатной температуре в течение 30 мин. отношение жидкого к твердому (Ж : Т) - (11-13) : 1 (в среднем 12 : 1). Результаты опытов по выщелачиванию хлоридного шлака от концентрации в растворе сульфита натрия (Na₂SO₃) и аммиака (NH₄OH) при данных представлены в табл. 1.

Оптимальные массовые концентрации выщелачивания ПХШ составляют по аммиаку 50-70 г/л, по сульфиту натрия 90-110 г/л, поскольку при концентрации аммиака менее 50 г/л, а сульфита натрия менее 90 г/л серебро извлекается в раствор менее 97%. При более высокой концентрации аммиака (более 70 г/л) и сульфита натрия (более 110 г/л) повышается расход реагентов, а извлечение серебра в раствор увеличивается незначительно.

Золотосодержащие твердые осадки от опытов NN 7, 8 после сушки плавил. В полученном золотосодержащем сплаве массовая доля золота составила 96%, серебра 3%. Соответственно, из сульфитно-аммиачных растворов нагреванием (при температуре 60-90°C) осаждали серебро, результаты представлены в табл. 2 (оптимальная температура осаждения серебра составляет 80-90 °C, продолжительность 30 мин).

После плавки серебряного осадка в серебряном сплаве массовая доля серебра составила 99,5%, золота 0,1%.

Таким образом, предложенный способ переработки хлоридного шлака обеспечивает эффективное разделение золота от серебра и получение двух высокопробных слитков, что дает возможность исключить "задавливание" золота в технологии аффинажа серебра.

Пример использования способа-прототипа

Для сравнения показателей заявляемого способа и способа-прототипа провели опыт переработки хлоридного шлака в соответствии с операциями и режимами прототипного способа.

Приготовили смесь массой 100 г и загрузили ее в фарфоровый тигель. Для качественного усреднения и контакта реагирующих веществ в тигель со смесью залили 35 мл воды и смесь перемешивали до

пастообразного состояния.

Тигель со смесью выдержали в электрической печи в течение 90 минут при 550°C. Затем тигель выгружали, охлаждали и помещали в стакан с водой. После отделения спека от тигля, осадок выщелачивали в воде при перемешивании, фильтровали и высушивали. Водные растворы от выщелачивания спека анализировали на содержание золота и серебра атомно-абсорбционным методом.

Нерастворившийся осадок взвесили и смешали с флюсами для обогатительной плавки. Шихта содержала, в мас.%: 52 нерастворившегося осадка спека, 30 буры, 14 кварцевого песка, 4 оксида кальция. Шихту загружали в шамотный тигель, расплавляли и выдерживали при температуре 1250°C в течение 60 минут в тигельной печи с силитовыми нагревателями. Охлажденные продукты - шлак и серебряно-золотой сплав - выбивали из тигля, разделяли и взвешивали. Пробу от сплава брали стружкой высверливанием слитка в трех точках, шлаки измельчали в порошок и анализировали на содержание металлов пробирным и атомно-абсорбционными методами анализа.

Данные опыта представлены в табл. 3.

Таким образом, сравнивая полученные данные заявляемого способа и способа-прототипа, следует отметить, что в способе-прототипе конечным продуктом является серебряно-золотой сплав с содержанием Au - 7,12%, Ag - 91,04%, а в заявляемом способе конечными являются два продукта: серебряный сплав с содержанием серебра 99,5%, золота - 0,1%, и золотой сплав с содержанием золота 96% и серебра 3%. Отсюда видно, что применение сульфитно-аммиачного выщелачивания способствует уменьшению "задавливания" золота в технологии аффинажа серебра за счет выделения золота в отдельный продукт при переработке хлоридного шлака.

Список использованной литературы

1. Металлургия благородных металлов, зарубежный опыт. Под ред. Меретукова М.А., Орлова А.М. - М.: Металлургия, 1991, с. 354.
2. Патент РФ N 2096507, МПК 6 C 22 B 11/02. Способ переработки хлоридного шлака, содержащего благородные металлы. Заявлено 11.04.96. - прототип.

Формула изобретения:

Способ переработки хлоридного шлака, содержащего благородные металлы, включающий выщелачивание, получение серебросодержащего и золотосодержащего продуктов и их последующую переработку, отличающийся тем, что выщелачивание ведут сульфитно-аммиачным раствором, при этом отношение Ж : Т выдерживают равным (11 - 13) : 1, а массовую концентрацию в растворе, г/л:

Na₂SO₃ - 90 - 110

NH₄OH - 50 - 70г

Т а б л и ц а 1

Результаты выщелачивания хлоридного шлака

Но- мер опыта	Массовая концентрация в растворе, г/л		Массовая доля в кеке, %		Извлечение в кек, %		Извлечение в раствор, %	
	Na ₂ SO ₃	NH ₄ OH	Au	Ag	Au	Ag	Au	Ag
1	120	30	29,2	3,7	99,9	8,1	0,1	91,9
2	120	40	29,9	2,0	99,9	4,3	0,1	95,7
3	120	50	30,3	1,2	99,9	2,5	0,1	97,5
4	110	60	30,4	0,9	99,8	1,8	0,2	98,2
5	100	70	30,5	0,7	99,7	1,4	0,3	98,6
6	100	80	30,6	0,5	99,6	1,1	0,4	98,9
7	100	60	30,4	0,9	99,8	1,9	0,2	98,1
8	90	60	30,4	0,9	99,8	2,1	0,2	97,9
9	80	60	30,4	0,9	99,8	2,2	0,2	97,7
10	70	60	30,3	1,2	99,9	2,6	0,1	97,4
11	110	50	30,2	1,3	99,8	2,8	0,2	97,2
12	90	70	30,5	0,7	99,9	1,5	0,1	98,5

Т а б л и ц а 2

Результаты экспериментов по осаждению серебра из сульфитно-аммиачных растворов

Массовая концентрация Ag в растворе, г/л	Температура осаждения, °С	Массовая концентрация Ag в растворе после осаждения, г/л	Извлечение серебра при осаждении, %
63	60	25	60,3
63	70	1,5	97,6
63	80	0,195	99,7
63	90	0,111	99,8

Т а б л и ц а 3

Результаты эксперимента способа-прототипа

Состав смеси, г, мас. %		Выход продуктов		Содержание металлов в продуктах						
NaOH	Na ₂ CO ₃	раствор, мл	шлак, г	Ag-Au сплав, г	Извлечение металлов, отн. %					
					Раствор, мг/л		Шлак, мас. %		Ag-Au сплав, мас. %	
					Au	Ag	Au	Ag	Au	Ag
23,0	15,0	200	49,0	32,2	0,64	38,6	0,0019	0,132	7,12	91,04
					0,004	0,026	0,039	0,221	99,957	99,753