



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C22B 15/0089 (2024.08); C01G 3/12 (2024.08); C22B 3/44 (2024.08)

(21)(22) Заявка: 2024101354, 22.01.2024

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
22.01.2024Дата регистрации:
23.09.2024

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 22.01.2024

(45) Опубликовано: 23.09.2024 Бюл. № 27

Адрес для переписки:

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, УрФУ,
Центр интеллектуальной собственности,
Маркс Т.В.

(72) Автор(ы):

Каримов Кирилл Ахтямович (RU),
Шарипова Ульяна Рамильевна (RU),
Кузас Евгений Александрович (RU),
Рогожников Денис Александрович (RU),
Третьяк Максим Алексеевич (RU),
Луговицкая Татьяна Николаевна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Уральский федеральный
университет имени первого Президента
России Б.Н.Ельцина" (RU)(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: ШАРИПОВА У.Р. и др. очистка
растворов автоклавного выщелачивания
медно-никелевого фанштейна от меди.
Материалы XXVII Международной научно-
технической конференции "Научные основы
и практика переработки руд и техногенного
сырья", Екатеринбург, 2023, с.313-317. RU
2178342 C1, 20.01.2002. KZ 36206 B, 05.05.2023.
US 3975189 A, 17.08.1976. JP (см. прод.)

(54) Способ осаждения меди из растворов автоклавного и атмосферного выщелачивания медно-никелевых фанштейнов и штейнов

(57) Реферат:

Изобретение относится к гидрометаллургии цветных металлов, а именно к способам селективного осаждения меди из растворов автоклавного и атмосферного выщелачивания фанштейна, штейна, и может быть использовано при разработке гидрометаллургической технологии переработки медно-никелевых растворов, содержащих, наряду с никелем и медью, металлы платиновой группы. Способ включает добавление сульфида никеля в медно-никелевый раствор при температуре 50-90°C и рН раствора 3-7 с образованием сульфата никеля и

нерастворимого сульфида меди. Осаждение проводят влажным свежесаженым сульфидом никеля из медно-никелевых растворов, содержащих медь до 40 г/дм³ и никель до 110 г/дм³, при этом сульфид никеля получают из раствора автоклавного или атмосферного выщелачивания фанштейна или штейна после очистки от меди осаждением гидросульфидом натрия. Способ позволяет повысить степень осаждения меди, минимизировать загрязнение примесями растворов, направляемых на электроосаждение никеля. 1 ил., 5 пр.

Примеры	Условия эксперимента					Показатели	
	t, C°	pH	[Ni/Cu], моль:моль	C _{Ni} , г/дм ³	τ, мин	Извлечение Ni, %	Осаждение Cu, %
1	90	6	3,0	40	60	51,5	99,9
2	90	6	1,5	80	60	90,1	99,9
3	90	3	1,5	110	120	93,5	51,8
4	90	5	1,5	110	120	94,4	99,9
5	90	5	1,3	110	120	97,5	99,9

Фиг. 1

(56) (продолжение):
2017155281 А, 07.09.2017.

RU 2827187 C1

RU 2827187 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C22B 15/00 (2006.01)
C01G 3/12 (2006.01)
C22B 3/44 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
C22B 15/0089 (2024.08); *C01G 3/12* (2024.08); *C22B 3/44* (2024.08)

(21)(22) Application: **2024101354, 22.01.2024**

(24) Effective date for property rights:
22.01.2024

Registration date:
23.09.2024

Priority:

(22) Date of filing: **22.01.2024**

(45) Date of publication: **23.09.2024** Bull. № 27

Mail address:
620002, g. Ekaterinburg, ul. Mira, 19, UrFU, Tsentralnaya intellektualnoy sobstvennosti, Marks T.V.

(72) Inventor(s):

**Karimov Kirill Akhtiamovich (RU),
Sharipova Uliana Ramilevna (RU),
Kuzas Evgenii Aleksandrovich (RU),
Rogozhnikov Denis Aleksandrovich (RU),
Tretiak Maksim Alekseevich (RU),
Lugovitskaia Tatiana Nikolaevna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal State Autonomous Educational
Institution of Higher Education Ural Federal
University named after the first President of
Russia B.N.Yeltsin (RU)**

(54) **METHOD OF COPPER DEPOSITION FROM SOLUTIONS OF AUTOCLAVE AND ATMOSPHERIC LEACHING OF COPPER-NICKEL WHITE MATTE AND MATTE**

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: invention relates to hydrometallurgy of non-ferrous metals, namely to methods for selective deposition of copper from solutions of autoclave and atmospheric leaching of white matte, matte, and can be used in the development of hydrometallurgical technology of copper-nickel solutions containing, along with nickel and copper, platinum group metals. Method involves adding nickel sulphide to a copper-nickel solution at temperature of 50-90 °C and pH of solution is 3-7 to form nickel sulphate and insoluble copper sulphide. Precipitation is carried out with wet freshly

deposited nickel sulphide from copper-nickel solutions containing up to 40 g/dm³ copper and up to 110 g/dm³ nickel, wherein nickel sulphide is obtained from solution of autoclave or atmospheric leaching of white matte or matte after purification from copper by precipitation with sodium hydrosulphide.

EFFECT: method makes it possible to increase degree of copper deposition, to minimize contamination of solutions sent for nickel electrodeposition with impurities.

1 cl, 1 dwg, 5 ex

RU 2 827 187 C1

RU 2 827 187 C1

Примеры	Условия эксперимента					Показатели	
	t, C°	pH	[Ni/Cu], моль:моль	C _{Ni} , г/дм ³	τ, мин	Извлечение Ni, %	Осаждение Cu, %
1	90	6	3,0	40	60	51,5	99,9
2	90	6	1,5	80	60	90,1	99,9
3	90	3	1,5	110	120	93,5	51,8
4	90	5	1,5	110	120	94,4	99,9
5	90	5	1,3	110	120	97,5	99,9

Фиг. 1

RU 2827187 C1

RU 2827187 C1

Изобретение относится к области гидрометаллургии цветных металлов, а именно к способам селективного осаждения меди из растворов автоклавного и атмосферного выщелачивания фанштейна, штейна, и может быть использовано при разработке гидрометаллургической технологии переработки медно-никелевых растворов,

5 содержащих, наряду с никелем и медью, металлы платиновой группы.

Традиционная переработка никелевой сульфидной руды включает пирометаллургические стадии с последующими гидрометаллургическими переделами, где руду сначала мелко измельчают, а затем никелевые сульфидные концентраты подвергают плавке и восстановлению с образованием никелевого фанштейна или

10 штейна, которые также содержат медь, кобальт и железо. Затем фанштейн или штейн выщелачивают в атмосферных и автоклавных условиях, полученные растворы очищают от примесей, а никель из растворов выделяют восстановлением водородом или электрохимически. Медь является одной из основных примесей в растворе, для ее удаления требуется использование дорогостоящих реагентов и оборудования, поэтому

15 данная задача является актуальной.

Известен способ хлорного выщелачивания фанштейна и осаждения меди из раствора выщелачивания, содержащего ионы никеля (патент США №3880653А). Метод селективного извлечения металлов из сульфидного сырья, содержащих медь, никель и драгоценные металлы, в которых твердая фракция подвергается хлорному

20 выщелачиванию раствором, содержащим ионы меди. Растворенную медь из этих растворов можно осадить в отдельном резервуаре в присутствии элементной серы и сульфида никеля при $[NiS/S] > 1$. Медь выделяют из раствора добавлением свежей порции фанштейна. Такой метод не дает высокого извлечения никеля в раствор (до 80 %). Образовавшийся сульфид меди (медный кек) может быть отделен от хлорного

25 никельсодержащего раствора известными способами (фильтрация).

Недостатком данного способа является то, что электроэкстракция никеля из чисто хлоридных растворов требует создания отдельного производства для реализации технологии. Организация процесса очистки растворов от меди с использованием чистого хлоридного электролита затруднена.

30 Известен способ производства электролитного никеля (патент

РФ №2303086С2). Способ включает стадии: флотационное разделение на никелевый и медный концентраты, окислительный обжиг никелевого концентрата, восстановление закиси никеля, выщелачивание восстановленной закиси никеля, очистку раствора от железа, меди, кобальта, электроэкстракцию никеля. Недостатком способа является

35 сохранение пирометаллургических операций переработки фанштейна, что приводит к потерям металла и высоким эксплуатационным расходам.

Наиболее близким к заявляемому по технической сути является метод селективного осаждения меди из раствора на сульфиде никеля [Шарипова У.Р., Кузас Е.А., Каримов К.А., Третьяк М.А., Рогожников Д.А. Очистка растворов автоклавного выщелачивания

40 медно-никелевого фанштейна от меди // Материалы XXVIII Международной научно-технической конференции «Научные основы и практика переработки руд и техногенного сырья», Екатеринбург, 2023. С. 313-317], включающий следующие стадии:

(1) Получение никелевого раствора с концентрацией никеля 40-80 г/дм³, содержащего медь;

45 (2) Добавление сульфида никеля для осаждения меди в мольном отношении Ni/Cu (1-3) при температуре 50-90°C и pH раствора 3-6, продолжительность процесса до 120 мин. Осаждение меди в зависимости от используемых параметров составляет от 33 до 99%.

Из описания примеров реализации способа-прототипа следует, что лучшие результаты по осаждению меди из никелевых растворов достигаются при температуре 70°C, pH = 4,5, мольном соотношении Ni/Cu = 2, исходной концентрации Ni = 40 г/дм³ при продолжительности в 60 минут. Основным недостатком прототипа является высокий удельный расход сульфида никеля Ni/Cu = 2, низкая степень его извлечения в раствор (88 %) и высокое содержание в кеке (3,3 %).

Изобретение направлено на снижение материальных затрат, эксплуатационных расходов и потерь при производстве никеля, за счет атмосферного осаждения меди с применением активного сульфида никеля.

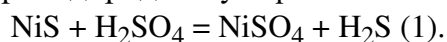
Техническим результатом, достигаемым при реализации изобретения, является повышение степени осаждения меди из растворов автоклавного выщелачивания медно-никелевых фанштейнов за счет введения в систему активного сульфида никеля, это также позволит сократить многостадийность переработки сырья, а также количество применяемого дорогостоящего оборудования, исключить пирометаллургические процессы в технологической схеме производства, минимизировать загрязнение примесями растворов, направляемых на электроэкстракцию никеля.

На стадии атмосферного осаждения меди достигается глубокое извлечение в раствор никеля из активного сульфида никеля, который возможно получить из раствора после стадии атмосферного выщелачивания.

Заявленное изобретение обеспечивает условия максимальной селективности, что достигается за счет взаимодействия активного сульфида никеля (содержание %: 50-58 Ni, 28-35 S) с медно-никелевыми растворами, содержащими до 40 г/дм³ меди и до 120 г/дм³ никеля, тем самым уменьшая расход активного сульфида до мольного отношения Ni/Cu = 1,0 - 1,5 за счет снижения степени его разложения при протекании соответствующих реакций с образованием сероводорода и сульфата никеля.

Технической проблемой, на решение которой направлен предлагаемый способ, является высокий расход сульфида никеля при осаждении меди из никелевых растворов и его высокое содержание в осадке. Технический результат заключается в изменении реагентного режима и использовании свежесосажденного сульфида никеля.

Технический результат достигается в способе осаждения меди из никелевых растворов после автоклавного и атмосферного выщелачивания медно-никелевых фанштейнов и штейнов, основанного на взаимодействии ионов меди с сульфидом никеля. В отличие от прототипа осаждение меди ведут на свежесосажденном сульфиде никеля, не проходящем стадию сушки. Для приготовления активного сульфида никеля используют раствор атмосферного выщелачивания фанштейна или штейна, прошедшего очистку от меди. Сульфид никеля осаждают гидросульфидом натрия. Также в отличие от прототипа медь осаждают из растворов атмосферного выщелачивания фанштейна или штейна, которые содержат наибольшую концентрацию меди (до 40 г/дм³) и никеля (до 110 г/дм³) в растворе, что позволяет уменьшить расход активного сульфида никеля за счет снижения степени прохождения реакции его разложения с образованием сероводорода и сульфата никеля (1).



Техническим результатом проведенного исследования является степень осаждения меди в кек на 99,9 %, извлечение никеля в раствор - 90-98 % при установленных параметрах: температура 60-90°C, pH = 5-7, соотношение [Ni/Cu] = 1-1,5, начальная концентрация меди до 40 г/дм³, никеля - до 110 г/дм³, продолжительность 60-120 минут;

получен медный сульфидный кек состава, %: 62-70 Cu, 25-33 S, 1-3 Ni.

Извлечение никеля из сульфида никеля в раствор определяли по формуле 1:

5

$$\varepsilon_{Ni} = 100 \cdot \frac{m_{\text{кек}} \cdot C_{\text{кек}}^{Ni}}{m_{\text{влаж}}^{NiS} \cdot (100 - \omega_{NiS}) \% \cdot C_{NiS}^{Ni}} \cdot 100 \quad (1)$$

где: $m_{\text{кек}}$ - масса кека, г;

$C_{\text{кек}}^{Ni}$ - содержание никеля в кеке, %;

10

$m_{\text{влаж}}^{NiS}$ - масса NiS влажного, г;

ω_{NiS} - влажность NiS, %;

C_{NiS}^{Ni} - содержание Ni в NiS, %.

15

Степень осаждения меди из раствора в твердый остаток определяли по формуле 2:

20

$$\varepsilon_{Cu} = \frac{100 - C_{\text{ф-т}}^{Cu} \cdot V_{\text{ф-т}}}{1000 \cdot 1000 \cdot \left(\frac{C_{\text{р-р}}^{Cu} \cdot V_{\text{р-р}}}{1000} \right)} \cdot 100 \quad (2)$$

где: $C_{\text{ф-т}}^{Cu}$ - концентрация меди в фильтрате, мг/дм³;

$V_{\text{ф-т}}$ - объем полученного фильтрата, см³;

25

$C_{\text{р-р}}^{Cu}$ - концентрация меди в исходном растворе, г/дм³;

$V_{\text{р-р}}$ - исходный объем раствора, см³.

30

Способ осаждения меди из растворов автоклавного и атмосферного выщелачивания медно-никелевых фанштейнов и штейнов поясняется примерами 1-5 и фиг. 1. На фиг. 1. представлены условия и результаты экспериментов по осаждению меди из растворов автоклавного выщелачивания медно-никелевых фанштейнов и штейнов.

35

Пример 1. Раствор с содержанием меди 6 г/дм³ и никеля 40 г/дм³ доводили до pH 6 (регулировку pH выполняли с помощью серной кислоты и едкого натра) и нагревали на водяной бане до 90°C ± 5°C. В нагретый медно-никелевый раствор загружали влажный активный сульфид никеля с мольным соотношением [Ni/Cu] = 3. Пульпу и кек после осаждения выдерживали 60 мин, затем разделяли фильтрованием. Кек промывали дистиллированной водой до нейтрального значения pH промывного раствора, высушивали при 60°C и анализировали на содержание меди и никеля. Степень осаждения меди составила 99,9 %, извлечение никеля из сульфида никеля в раствор составила 51,47 %.

40

Пример 2. отличается от примера 1 соотношением [Ni/Cu] = 1,5 и исходной концентрацией Ni в растворе 80 г/дм³, меди - 20 г/дм³. Все последующие операции аналогичны Примеру 1. Степень осаждения меди составила 99,9 % ± 2 %, извлечение никеля из сульфида никеля в раствор составило 90,1 % ± 2 %.

45

Пример 3. отличается от примера 2 продолжительностью 120 минут, pH=3, концентрацией никеля в растворе 110 г/дм³. Все последующие операции аналогичны Примеру 2. Степень осаждения меди составила 51,80 %, извлечение никеля в раствор

из сульфида никеля 93,51 %.

Пример 4. отличается от примера 3 параметром $pH = 5$. Все последующие операции аналогичны Примеру 3. Степень осаждения меди составила 99,9 %, извлечение никеля из сульфида никеля в раствор 94,4 %.

5 **Пример 5.** отличается от примера 4 соотношением $[Ni/Cu] = 1,3$ и начальной концентрацией меди - 40 г/дм^3 . Все последующие операции аналогичны Примеру 4. Степень осаждения меди составила $99,9 \% \pm 2 \%$, извлечение никеля из сульфида никеля в раствор составило $97,5 \% \pm 2 \%$.

10 Таким образом в изобретении показана эффективность использования активного сульфида никеля в процессе осаждения меди из растворов автоклавного выщелачивания медно-никелевых фанштейнов. Это позволяет при сопоставимых параметрах достигнуть максимальной степени перехода меди в кек $99,9 \% \pm 2 \%$, извлечения никеля в раствор $97,5 \% \pm 2 \%$ при установленных оптимальных параметрах: температура
15 90°C , $pH = 5$, соотношение $[Ni/Cu] = 1,3$, исходная концентрация $Ni = 110 \text{ г/дм}^3$, меди - 40 г/дм^3 , продолжительность 120 минут; получен медный сульфидный кек состава, %: 72,6 Cu, 24 S, 1,3 Ni.

(57) Формула изобретения

20 Способ осаждения меди из медно-никелевых растворов автоклавного и атмосферного выщелачивания медно-никелевых фанштейнов и штейнов, включающий добавление сульфида никеля в медно-никелевый раствор при температуре $50-90^\circ\text{C}$ и pH раствора 3-7 с образованием сульфата никеля и нерастворимого сульфида меди, отличающийся тем, что осаждение проводят влажным свежесажженным сульфидом никеля из медно-
25 никелевых растворов, содержащих медь до 40 г/дм^3 и никель до 110 г/дм^3 , при этом сульфид никеля получают из раствора автоклавного или атмосферного выщелачивания фанштейна или штейна после очистки от меди осаждением гидросульфидом натрия.

30

35

40

45

Примеры	Условия эксперимента					Показатели	
	t, C°	pH	[Ni/Cu], моль:моль	C _{Ni} , г/дм ³	τ, мин	Извлечение Ni, %	Осаждение Cu, %
1	90	6	3,0	40	60	51,5	99,9
2	90	6	1,5	80	60	90,1	99,9
3	90	3	1,5	110	120	93,5	51,8
4	90	5	1,5	110	120	94,4	99,9
5	90	5	1,3	110	120	97,5	99,9

Фиг. 1