

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) **RU** **2 439 176** ⁽¹¹⁾ ⁽¹³⁾ **C1**

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(51) МПК

[C22B 11/02 \(2006.01\)](#)[C25C 1/20 \(2006.01\)](#)**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

Статус: не действует (последнее изменение статуса: 27.04.2015)

(21)(22) Заявка: [2010116437/02](#), 26.04.2010(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
26.04.2010

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 26.04.2010

(45) Опубликовано: [10.01.2012](#) Бюл. № 1(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2000123626 A, 27.08.2002. RU
2259410 C1, 27.08.2005. RU 2221062 C1,
10.01.2004. RU 2156820 C1, 27.09.2000. JP
62182229 A, 10.08.1987.

Адрес для переписки:

620002, г.Екатеринбург, К-2, ул. Мира, 19,
УрФУ, Центр интеллектуальной
собственности, Т.В.Маркс

(72) Автор(ы):

Лобанов Владимир Геннадьевич (RU),
Викулов Василий Иович (RU),
Набиуллин Фарит Миннихметович (RU),
Начаров Владимир Борисович (RU),
Филонов Николай Александрович (RU),
Бахтияров Денис Олегович (RU),
Соболева Юлия Павловна (RU),
Семина Ирина Николаевна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
профессионального образования
"Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б.Н.
Ельцина". (RU)

(54) СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЗОЛОТА ИЗ КОНЦЕНТРАТОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к металлургии благородных металлов, в частности к извлечению золота из богатых сульфидных концентратов. Концентрат шихтуют со свинецсодержащими материалами, восстановителем и шлакообразующими флюсами. Проводят плавку концентрата при температуре 1100-1200°C с получением золото-свинцового сплава. Образующийся золото-свинцовый сплав подвергают электролитическому растворению в азотнокислом электролите при анодной плотности тока 800-1500 А/м² и непрерывной подаче в электролизную ванну свежего электролита, содержащего 15-30 г/л HNO₃ с расходом, при котором вытекающий из ванны товарный электролит содержит 1-3 г/л HNO₃ и 50-100 г/л Pb(NO₃)₂. При этом для предотвращения восстановления свинца катод отделяют от анода анионообменной мембраной. Золото выделяют в шлам, а из электролита осаждают свинец в виде труднорастворимой соли, которую возвращают на плавку. Технический результат заключается в увеличении степени извлечения золота. 2 з.п. ф-лы, 2 табл.

Изобретение относится к области металлургии благородных металлов, в частности к извлечению золота и серебра из концентратов.

При гравитационном обогащении коренных руд получают концентраты с содержанием от 50 до 200 г/т, реже до 500 г/т золота. Такие концентраты

перерабатывают преимущественно плавкой на медный или свинцовый коллектор на соответствующих заводах.

Перечисткой указанных концентратов удается повысить содержание золота до 0,1-5%. Подобный богатый материал - «золотую головку» - стремятся переработать непосредственно на золотоизвлекательных фабриках с получением черного золота или золото-серебряного сплава.

Среди применяемых гидрометаллургических вариантов переработки «золотой головки» обжиг и выщелачивание золота в царской водке, в цианистых, тиомочевинных или других растворах, хлорирование и др. Широко используют плавку огарков или непосредственно концентратов с коллектированием золота свинцом. Купелированием свинец в виде оксида возвращают на плавку, а золото-серебряный сплав отправляют на аффинаж. Эффективный метод амальгамации по экологическим соображениям применяют все реже (1. *Металлургия благородных металлов: В 2-х кн. Кн.1 / Ю.А.Котляр, М.А.Меретуков, Л.С.Стрижко. - М.: МИСИС, «Руда и металлы», 2005 г., - 432 с. 2. Масленицкий И.Н., Чугаев Л.Г. *Металлургия благородных металлов. - М.: Metallurgia, 1987. - 366 с. 3. Меретуков М.А., Орлов А.М. *Металлургия благородных металлов. Зарубежный опыт. - М.: Metallurgia, 1990. - 416).***

Известен метод коллектирования золота из концентратов жидким галлием при температуре 25-40°C (4. Патент РФ №95107176 от 1997.09.10).

Перечисленные методы сложны в технологическом отношении, либо не обеспечивают необходимого извлечения золота в товарный продукт. В частности, при использовании свинцового коллектора купелирование сплава сопряжено с выделением токсичных свинецсодержащих газов и паров.

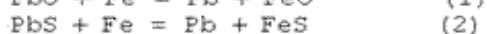
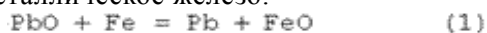
Наиболее близким к заявляемому техническим решением является способ переработки сульфид и свинецсодержащих шихтов (концентратов) золота, включающий термическую обработку шихты с получением свинец-золото-серебряного сплава, отделение сплава, селективное разделение компонентов с получением высокочистого золота, отличающийся тем, что исходный материал шихтуют с гидроксидом натрия или калия при соотношении компонентов 1:1-1,2 с добавкой 2,5-3,0% измельченного угля или кокса и термически обрабатывают, образующийся золото-серебро-свинцовый сплав подвергают селективному разделению компонентов электролизом в уксусно-хлорноокислом электролите в электролизерах с растворимыми анодами (5. Патент РФ №2000123626 от 2004.01.10). Термическую обработку шихты при 500-650°C в течение 1 ч при перемешивании.

Данный способ, выбранный прототипом, позволяет использовать высокие коллектирующие свойства свинца и избежать купелирования сплава. Вместе с тем, проведение термической обработки шихты при температурах 500-600°C не предполагает расплавление минеральной основы концентрата. В результате даже при очень тонком помоле значительная часть золота остается в структуре минеральных (преимущественно сульфидных) зерен и не извлекается в свинцовый сплав.

Настоящее изобретение направлено на устранение указанного недостатка и имеет задачу увеличения степени извлечения золота из концентрата.

Указанный технический результат достигается тем, что концентрат шихтуют с свинецсодержащими материалами, восстановителем, шлакообразующими флюсами и плавят при температуре 1100-1200°C, образующийся золото-свинцовый сплав подвергают электролитическому растворению в азотноокислом электролите, при анодной плотности тока 800-1500 А/м², в электролизную ванну непрерывно подают свежий электролит, содержащий 15-30 г/л HNO₃ с расходом, при котором вытекающий из ванны товарный электролит содержит 1-3 г/л HNO₃ и 50-100 г/л Pb(NO₃)₂, при этом для предотвращения восстановления свинца катод отделяют от анода анионообменной мембраной, золото выделяют в шлам, а из электролита осаждают свинец в виде труднорастворимой соли, которую возвращают на плавку.

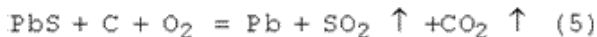
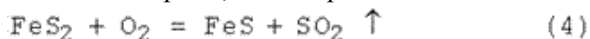
Сущность предлагаемого изобретения заключается в том, что термическую обработку проводят, в отличие от прототипа, с полным расплавлением шихты при температуре более 1100°C. В этих условиях частицы золота, вкрапленные в структуру сульфидных минералов, становятся доступными коллектирующему действию свинца. Аналогичной цели добиваются в известных методах плавки огарков, но в предлагаемом способе проводят плавку непосредственно концентратов. Для восстановления свинца, вводимого в шихту в виде солей или оксида, а также присутствующего в концентрате в виде сульфида PbS, целесообразно использовать металлическое железо:



Основной компонент концентрата пирит FeS_2 в этих условиях образует штейн:



При использовании углеродсодержащих восстановителей (кокс, активированный уголь и пр.) неизбежно выделение диоксида серы, образующегося как в результате разложения пирита, так и при восстановлении галенита:



Другими словами, металлическое железо помимо восстановления свинца связывает серу и предотвращает ее выброс с газами.

Капли металлического свинца образуются одновременно с расплавлением шихты и вскрытием золотинок, чем и достигается более полное коллектирование золота в сплав.

В условиях плавки кислородом воздуха часть металлического железа неизбежно окисляется, поэтому расход его для полного восстановления свинца должен быть несколько больше, чем требуется по стехиометрии реакций 1 и 2.

Полученный золото-свинцовый сплав, как и в случае прототипа, подвергают электролитическому растворению. При этом свинец переходит в раствор, а золото выпадает в виде шлама. Электролитическое растворение золото-свинцового сплава ведут при анодной плотности тока $800-1500 \text{ А/м}^2$, в электролизную ванну подают свежий электролит, содержащий $15-30 \text{ г/л HNO}_3$ с расходом, при котором вытекающий из ванны товарный электролит содержит $1-3 \text{ г/л HNO}_3$ и $50-100 \text{ г/л Pb(NO}_3)_2$. Поскольку предполагается выделение свинца в виде обратного продукта - труднорастворимой соли, возвращаемой на плавку, восстановление свинца на катоде не предусмотрено. Для предотвращения восстановления свинца катод отделяют от анода анионообменной мембраной.

С целью более высокой скорости процесса плотность тока на аноде поддерживают на уровне $800-1500 \text{ А/м}^2$, при которой побочный процесс - выделение кислорода - еще не происходит. Для этого же по мере накопления свинца в электролите его заменяют свежим, который должен содержать только азотную кислоту. Опытами установлено, что содержание последней не должно превышать 30 г/л во избежание химического растворения свинца и выделения токсичных оксидов азота по реакции: $\text{Pb} + 4\text{HNO}_3 = \text{Pb(NO}_3)_2 + 2\text{NO}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$

В свою очередь, выводимый из ванны электролит должен содержать некоторое остаточное количество азотной кислоты, предотвращающий гидролиз и осаждение гидроксида Pb(OH)_2 в электролизной ванне вместе с золотом. Расход электролита, циркулирующего через ванну, определяют исходя из накопления нитрата свинца не более 100 г/л остаточной кислотности не менее 1 г/л . Больше содержание свинца в электролите снижает выход по току по причине увеличения доли побочной реакции - выделения кислорода.

Для возвращения свинца на плавку его из электролита необходимо осадить в виде труднорастворимого соединения. Из числа возможных вариантов - оксид PbO , сульфат PbSO_4 , сульфид PbS , карбонат PbCO_3 - наиболее предпочтительно осаждение карбоната. Введение оборотной серы на плавку увеличивает вероятность выделения диоксида серы SO_2 , а осаждение гидроксида влечет глубокую нейтрализацию электролита и соосаждение примесей. Установлено, что чистый карбонат свинца осаждается при значении $\text{pH}=1,5-2$. Полное осаждение свинца не требуется, поскольку электролит, обедненный по свинцу, возвращают вновь на электролиз после подкрепления азотной кислотой.

На степень извлечения золота из концентрата в свинцовый сплав при плавке решающую роль играют вязкость шлама и дозировка свинца. Известно, что вязкость шлама снижают добавлением флюсов. В предлагаемом способе используют соду. Количество свинца, обеспечивающего извлечение золота в сплав не менее чем на 95% , должно составлять $5-10\%$ от массы концентрата. Больше количество свинца обедняет сплав по золоту и усложняет его переработку, при меньшей дозировке извлечение золота резко падает. Если концентрат содержит свинец, к примеру в виде PbS , то массу вводимого обратного свинца в виде карбоната соответственно уменьшают.

Реализация предложенного способа рассмотрена в следующих примерах.

1. Навеску гравитационного концентрата, содержащего $87\% \text{ FeS}_2$, $5,2\% \text{ PbS}$; $0,5\% \text{ Au}$; остальное - SiO_2 , CaO , MgO , Al_2O_3 , шихтовали с содой и карбонатом свинца. В качестве восстановителя использовали железные гвозди. Плавку проводили в

муфельной печи в алундовом тигле при температуре 1100-1200°C в течение 1,5 часов. По окончании плавки содержимое тигля выливали в изложницу, свинцовый сплав отделяли от шлака и анализировали оба продукта на содержание золота. На основании полученных результатов рассчитывали извлечение золота в сплав.

Свинцовый сплав отливали в форме анода ($S_{\text{раб.}}=10 \text{ см}^2$) и растворяли в азотнокислом электролите. Шлам переплавляли с содой и анализировали чистоту черного золота.

Для сравнения был проведен опыт по способу прототипа, в котором термическую обработку смеси концентрата, щелочи и металлического свинца проводили при температуре 500-650°C (остальные параметры согласно заявке-прототипу). Полученный сплав растворяли в данном опыте в уксусно-хлорнокислом электролите. Исходные данные и результаты сведены в таблице 1.

2. Отличается тем, что в опытах при электролитическом растворении свинцового сплава варьировали кислотностью исходного раствора и условиями осаждения карбоната свинца из отработанного электролита. В данных опытах варьировали расходом Na_2CO_3 , при котором проводили осаждение карбоната свинца (значения $\text{pH}=1,5-2,5$ - таблица 2).

Влияние технологических параметров на извлечение свинца в сплав и выход по току.									
Масса к-та, г	Температура, °C	Масса Fe, % от стехио	Масса PbCO_3 , г	Суммар. масса свинца, г	Извлеч. золота в сплав, %	Содержание в отработанном электролите, г/л		Плотн. тока, А/м	Выход по току, %
						HNO_3	$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$		
100	1050	100	0	4,1	82	0,5	120	1600	73
100	1100	110	1,5	5,3	93	1	100	1500	90
100	1150	115	3	6,1	94	2	70	1000	92
100	1200	130	5	8,3	96	3	50	800	95
100	1250	140	7	10,9	96	4	30	600	98
100			Прототип	4,1	68	-	-	1000	35

Влияние условий электролиза на скорость растворения сплава					
Начальная концентрация азотной кислоты, г/л	Плотность тока, А/м ²	Скорость растворения, г/ч	Концентрация свинца в отработанном электролите, г/л	pH осаждения PbCO_3	Степень осаждения свинца, %
7	1000	3,2	65	1,3	19
15	1000	3,5	69	1,5	75
20	1000	3,7	69	2,0	79
30	1000	4,0	71	2,5	96
35	1000	5,9 (выдел. NO)	93	3,0	98

Сопоставительный анализ известных технических решений, в т.ч. способа, выбранного в качестве прототипа, и предлагаемого изобретения позволяет сделать вывод, что именно совокупность заявленных признаков обеспечивает достижение усматриваемого технического результата. Реализация предложенного технического решения дает возможность повысить извлечение золота при плавке на 25-28%.

Формула изобретения

1. Способ извлечения золота из концентратов, включающий плавку концентрата с получением золотосвинцового сплава и разделением его компонентов, отличающийся тем, что концентрат шихтуют со свинецсодержащими материалами, восстановителем, шлакообразующими флюсами и плавят при температуре 1100-1200°C, образующийся золотосвинцовый сплав подвергают электролитическому растворению в азотнокислом электролите при отделении анода от катода анионообменной мембраной для предотвращения восстановления свинца при анодной плотности тока 800-1500 А/м² и непрерывной подаче в электролизную ванну свежего электролита, содержащего 15-30 г/л HNO_3 с расходом, при котором вытекающий из ванны товарный электролит содержит 1-3 г/л HNO_3 и 50-100 г/л $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, при этом золото выделяют в шлак, а из электролита осаждают свинец в виде труднорастворимой соли, которую возвращают на плавку.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что в качестве восстановителя используют металлическое железо в количестве 110-130% от стехиометрически необходимого для восстановления свинца.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что в товарный электролит вне электролизной ванны добавляют карбонат натрия Na_2CO_3 до pH 1,5-2,5, образующийся при этом

карбонат свинца используют в качестве свинецсодержащего материала при плавке, причем содержание свинца в шихте плавки составляет 5-10% от массы концентрата.

ИЗВЕЩЕНИЯ

ММ4А Досрочное прекращение действия патента из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

Дата прекращения действия патента: **27.04.2012**

Дата публикации: [20.02.2013](#)