

(19)



**Евразийское  
патентное  
ведомство**

(11) **043778**(13) **B1**(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

(45) Дата публикации и выдачи патента  
**2023.06.22**

(51) Int. Cl. **C22B 1/00 (2006.01)**  
**C22B 3/06 (2006.01)**

(21) Номер заявки  
**202000079**

(22) Дата подачи заявки  
**2019.12.30**

**(54) СПОСОБ ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ МЕТАЛЛОВ ИЗ СУЛЬФИДНОГО СЫРЬЯ**

(43) **2021.05.31**

(96) **KZ2019/094 (KZ) 2019.12.30**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:  
**ТОО "КазГидроМедь" (KZ)**

(56) **RU-C1-2086682**

**RU-C2-2331675**

**EP-A3-272060**

**РОГОЖНИКОВ Д.А.** Комплексная гидрометаллургическая переработка многокомпонентных сульфидных промпродуктов, автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук, Екатеринбург, 2013, весь документ, [онлайн], [найдено 2020-10-16]. Найдено в <<https://elar.urfu.ru/bitstream/10995/19299/1/urful210s.pdf>>

(72) Изобретатель:

**Юн Александр Борисович, Захарьян Семен Владимирович (KZ), Соловьев Алексей Александрович (RU), Каримова Люция Монировна (KZ), Мешков Евгений Юрьевич, Бобыренко Никита Александрович (RU), Терентьева Ирина Владимировна (KZ), Парыгин Иван Андреевич (RU), Агапитов Ярослав Евгеньевич, Хажимухаметов Тагир Айдарович, Захарьян Дмитрий Владимирович (KZ)**

(57) Изобретение относится к гидрометаллургической технологии, в частности к способам извлечения металлов из сульфидного минерального сырья и концентратов. Техническим результатом изобретения является повышение степени извлечения металлов, снижение безвозвратных потерь азотной кислоты на операции выщелачивания, снижение остаточной кислотности и концентрации нитрат-ионов в продуктивных растворах выщелачивания. Способ включает предварительную механическую обработку, декарбонизацию и азотнокислотное выщелачивание сульфидного сырья в две стадии в режиме противотока выщелачивающего раствора и сульфидного сырья. Абсорбцию оксидов азота из образующейся на операциях декарбонизации и выщелачивания газовой смеси проводят конденсатом, образовавшимся в результате охлаждения газовой смеси в теплообменнике-конденсаторе, декарбонизованной пульпой, оборотным раствором, образовавшимся после извлечения растворенных металлов из продуктивного раствора выщелачивания, концентрированной серной кислотой и щелочным реагентом. Образующиеся продукты абсорбции оксидов азота направляются на операцию выщелачивания: пульпа декарбонизованного сульфидного минерального сырья, прошедшая стадию абсорбции оксидов азота на стадию I, остальные продукты на стадию II, благодаря чему удается существенно снизить расход концентрированной азотной кислоты. Раствор нитритов и нитратов, образующийся на стадии абсорбции оксидов азота щелочным реагентом, может также направляться на стадию I выщелачивания для понижения остаточной кислотности продуктивного раствора.

**B1****043778****043778****B1**

Изобретение относится к гидрометаллургической технологии, в частности к способам извлечения металлов из сульфидного минерального сырья и концентратов.

Одним из направлений гидрометаллургической переработки сульфидного минерального сырья, содержащего цветные, черные, редкие и благородные металлы, является выщелачивание при атмосферном давлении с использованием в качестве окислителя азотной кислоты. Особенностью этого направления является возможность снижения безвозвратных потерь азотной кислоты, за счет ее регенерации из образующихся при выщелачивании оксидов азота.

В промышленности для улавливания нитрозных газов после специальной подготовки газовой смеси проводят абсорбцию оксидов азота технической водой. Известны способы поглощения [Ат-рощенко В.И., Каргин С.И., Технология азотной кислоты. Издательство "Химия", М., 1970, 496 с.] нитрозных газов, полученных контактным окислением аммиака, с образованием разбавленной азотной кислоты, для получения которой оксиды азота охлаждают в холодильниках-конденсаторах с частичным окислением оксида азота при этом также происходит конденсация паров воды с образованием разбавленной азотной кислоты. Далее газовоздушную смесь направляют в промывную башню, где образуется азотная кислота более высокой концентрации (40-45%) и производится отмывка газа от аммонийных солей. Затем нитрозные газы поступают в абсорбционную систему, где происходит поглощение оксидов азота технической водой и образование азотной кислоты.

На современных крупнотоннажных агрегатах производства азотной кислоты процесс абсорбции проводят при давлении 1,0-1,1 МПа, при этом степень поглощения  $\text{NO}_2$  составляет 99,0-99,5%, а концентрация получаемой азотной кислоты доходит до 60% при остаточной концентрации оксидов азота в выхлопных газах 0,05-0,10%.

Несмотря на свою высокую эффективность, известные способы поглощения и обезвреживания оксидов азота, применяемые в производстве азотной кислоты, не могут быть в неизменном виде использованы для улавливания нитрозных газов, образующихся при выщелачивании сульфидного минерального сырья. Это обусловлено различной степенью окисленности нитрозных газов и, как следствие, невозможностью использования какого-либо одного абсорбента, замедленной кинетикой окисления оксида азота до диоксида в области малых концентраций, а также непостоянством потока образующейся газовой смеси и колебаниями концентрации нитрозных газов при изменении состава минерального сырья и/или изменении режима выщелачивания.

По этой причине возникает необходимость подбора совокупности абсорбционных методов для эффективного улавливания оксидов азота из газовой смеси, образующейся при азотнокислотном выщелачивании сульфидного сырья. При этом выбранные абсорбенты должны быть доступными и в достаточном количестве присутствовать на гидрометаллургическом производстве, а продукты абсорбции оксидов азота должны возвращаться на стадию выщелачивания с целью снижения безвозвратных потерь азотной кислоты.

Известно [Рогожников Д.А., Карелов С.В., Мамяченков С.В., Анисимова О.С. Способы утилизации отходящих нитрозных газов // Современные проблемы науки и образования. - 2011. - № 6; URL: <http://science-education.ru/ru/article/view?id=4941> (дата обращения: 11.10.2019)], что для абсорбции оксидов азота возможно использование технической воды, растворов щелочных реагентов, селективных сорбентов, минеральных кислот, окислителей и т.д. При этом в случае использования селективных сорбентов возникает необходимость введения дополнительной операции регенерации сорбента.

Известен способ очистки газовой фазы от оксидов азота, образующихся при выщелачивании урано-молибденовых руд [Филиппов А.П., Нестеров Ю.В. Редокс-процессы и интенсификация выщелачивания металлов. - М.: Издательский дом "Руда и Металлы", 2009. - 543 с. ISBN 978-5-98191-048-7].

Способ включает в себя:

выщелачивание уран-молибденовой руды в аппаратах типа пачук при температуре 85°C в течение 1,5 ч. В качестве окислителя используется нитроза - серная кислота, содержащая оксиды азота в количестве 12% в пересчете на азотную кислоту;

охлаждение выходящих из пачуков горячих газов ( $t=70-75^\circ\text{C}$ ) исходной рудной пульпой с улавливанием и возвратом в аппараты выщелачивания паров кислот и 30-35% оксидов азота;

улавливание основной ( $\approx 60\%$ ) части оксидов азота купоросным маслом с получением нитрозы, которая направляется в аппараты выщелачивания;

санитарную очистку газов от оксидов азота водным раствором NaOH или аммиака с направлением образующихся нитритно-нитратных щелоков на операцию выщелачивания.

Применение данного способа позволяет снизить концентрацию нитрозных газов в газовой смеси с 2-5 до 0,03% (об.), в несколько раз сократить расход исходного окислителя и сэкономить энерго-ресурсы.

Однако эффективное охлаждение газовой смеси, улавливание паров кислот и оксидов азота с использованием на первой стадии абсорбции рудной пульпы возможно лишь при наличии достаточно высокого массового отношения потока пульпы к потоку газовой смеси, поскольку в противном случае эффективность улавливания оксидов азота на данной стадии снизится, вызвав тем самым повышенную нагрузку на стадию улавливания нитрозных газов купоросным маслом с образованием избыточ-

ного количества нитрозы, которое невозможно будет целиком вернуть на стадию выщелачивания. Данное ограничение делает невозможным применение этого способа для переработки богатых сульфидных руд и концентратов, при выщелачивании которых выделяется значительное количество оксидов азота.

Известен способ переработки сульфидного минерального сырья и концентратов [Фокин К.С., Шаповалов В.Д., Шохин А.Н. патент RU 2331675 C2, опубликовано 20.08.2008 Бюл. № 23].

Способ включает окисление исходного сырья в виде пульпы с использованием окисляющих агентов, содержащих оксиды азота, и перевод низших оксидов азота в высшие с помощью кислорода. При этом пульпу подвергают окислению в условиях контроля кислотности пульпы с постоянной нейтрализацией образующейся в результате окисления сульфидов серной кислоты до уровня кислотности, при котором не происходит образование элементарной серы.

К недостаткам способа можно отнести необходимость постоянного регулирования кислотности выщелачивающей системы путем нейтрализации образующейся в процессе серной кислоты щелочными реагентами; необходимость операции денитрации серной кислоты путем нагрева до температуры 250°C или введением денитрирующих веществ, таких как спирты, формальдегид и химические восстановители; необходимость операции денитрации растворов солей одновалентной меди путем дозированной подачи сжатого воздуха с одновременным нагреванием раствора в присутствии стабилизаторов и восстановителей - трибутилфосфата, адиподинитрила, формальдегида, гидразина.

Следует добавить, что в случае использования сульфидного сырья с заметным содержанием карбонат-ионов (от 2-3 мас.%) нецелесообразно использование концентрированной азотной кислоты в начале процесса выщелачивания, поскольку она будет расходоваться на реакцию нейтрализации.

Из практики гидрометаллургической переработки минерального сырья известно, что растворы, образующиеся в результате азотнокислотного выщелачивания сульфидных руд и концентратов в режиме проточного движения выщелачивающего раствора и выщелачиваемого сырья, как правило характеризуются высокими значениями остаточной кислотности ( $C(H^+) = 4,0-6,0$  г-экв/дм<sup>3</sup>), нитрат-ионов (до 150 г/дм<sup>3</sup>) и окислительно-восстановительного потенциала (ОВП до 900 мВ), что, во-первых, осложняет дальнейшую переработку таких растворов, а во-вторых приводит к нерациональному расходованию азотной кислоты. Известным технологическим приемом, направленным на повышение эффективности расходования реагентов, является противоточное выщелачивание, которое осуществляется в несколько стадий, между которыми движение выщелачивающего раствора и выщелачиваемого сырья происходит в противоположных направлениях. При этом наиболее концентрированный по выщелачиваемому реагенту раствор контактирует с наиболее бедной по выщелачиваемым компонентам фазой и по мере прохождения заданного количества стадий насыщается по извлекаемым компонентам и обедняется по выщелачиваемому реагенту.

Наиболее близким по технической сущности к заявленному является способ переработки сульфидного минерального сырья и концентратов [Рогожников Д.А. Комплексная гидрометаллургическая переработка многокомпонентных сульфидных промпродуктов: диссертация на соискание ученой степени канд. техн. наук. Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, Екатеринбург, 2013]. Способ предусматривает двухстадийное противоточное выщелачивание сульфидного сырья азотной кислотой с охлаждением образующейся газовой фазы в холодильнике-конденсаторе, улавливание образующихся оксидов азота водой с регенерацией азотной кислоты. Доочистка газовой фазы от оксидов азота производится 30% раствором карбамида. Степень улавливания оксидов азота составляет 90,3%, остаточное содержание нитрат-ионов в продуктивном растворе 10,5 г/дм<sup>3</sup>, степени выщелачивания ценных компонентов составляют: Cu - 99,1%, Zn - 99,5%, Fe - 99,7%.

Недостатком указанного способа является низкая степень улавливания оксидов азота водой, а также невозможность возврата на стадию выщелачивания оксидов азота, абсорбированных раствором карбамида.

Настоящее изобретение направлено на достижение технического результата, заключающегося в повышении степени извлечения металлов из сульфидного сырья, снижении безвозвратных потерь азотной кислоты на операции выщелачивания сульфидного минерального сырья, снижении остаточной кислотности и концентрации нитрат-ионов в продуктивных растворах выщелачивания.

Заявленный технический результат достигается способом извлечения металлов из сульфидного сырья, включающим предварительную механическую обработку, декарбонизацию и азотнокислотное выщелачивание сульфидного сырья в две стадии в режиме противотока выщелачивающего раствора и сульфидного сырья, абсорбцию выделяющихся оксидов азота конденсатом, образующимся при охлаждении газовой смеси, декарбонизованной водно-рудной пульпой сульфидного минерального сырья, оборотным раствором, образующимся после извлечения растворенных металлов из продуктивного раствора, концентрированной серной кислотой, раствором или суспензией щелочного реагента с возвратом всех продуктов абсорбции оксидов азота на стадии I и II выщелачивания.

Сущность изобретения заключается в том, что пульпа сульфидного концентрата с содержанием твердого 50% предварительно подвергается механической обработке (доизмельчению) до содержания частиц размером +0,071 мм менее 5%, декарбонизации серной или нитрозилсерной кислотой с расходом 10-100 кг/т сульфидного минерального сырья, в зависимости от содержания карбонатной составляющей,

до рН 1,0-5,0. Декарбонизованная пульпа подается на операцию абсорбции оксидов азота, отходящих с узла выщелачивания и декарбонизации. Далее декарбонизованная пульпа подается на I стадию выщелачивания сульфидного минерального сырья, куда также подается раствор со стадии II выщелачивания и, при необходимости, раствор нитратов и нитритов со стадии улавливания оксидов азота щелочным реагентом, необходимость добавления раствора определяется соотношением нитрат-ионов и остаточной кислотности в растворе выщелачивания. Выщелачивание на стадии I проводится при  $t=60-90^{\circ}\text{C}$ , времени выщелачивания 1-4 ч, Ж:Т=2-6:1, ОВП=500-800 мВ, остаточной кислотности -  $\text{C}(\text{H}^+)=0,5-1,0 \text{ г}\cdot\text{экв}/\text{дм}^3$ , содержании нитрат-ионов  $\text{C}(\text{NO}_3^-)$  5,0-10,0 г/дм<sup>3</sup>. Пульпа после выщелачивания направляется на операции сгущения, отстаивания и фильтрования.

Фильтрат после стадии I выщелачивания является продуктивным раствором, содержит растворенные металлы и направляется на их извлечение известными способами. Обратный раствор после извлечения ценных компонентов направляется на операцию абсорбции оксидов азота.

Кек после выщелачивания на стадии I направляется на операцию распульповки водой или раствором азотной кислоты, образовавшимся в результате абсорбции оксидов азота обратным раствором, до соотношения Ж:Т=1-2:1. Полученная пульпа поступает на стадию II выщелачивания. Также на эту стадию подаются концентрированная азотная кислота и продукты абсорбции оксидов азота - раствор азотной кислоты, образовавшийся в результате абсорбции оксидов азота конденсатом, образовавшимся в результате охлаждения газовой смеси в теплообменнике-конденсаторе, раствор азотной кислоты, образовавшийся в результате абсорбции оксидов азота обратным раствором, раствор нитрозилсерной кислоты, образовавшийся в результате абсорбции оксидов азота концентрированной серной кислотой, раствор нитритов и нитратов, образовавшийся в результате абсорбции оксидов азота щелочным реагентом. Выщелачивание на стадии II проводится при  $t=60-90^{\circ}\text{C}$ , времени выщелачивания 2-6 ч, Ж:Т=5-10:1, ОВП $\geq$ 750 мВ, остаточной кислотности -  $\text{C}(\text{H}^+)=2,0-4,0 \text{ г}\cdot\text{экв}/\text{дм}^3$ ,  $\text{C}(\text{NO}_3^-)=50,0-250,0 \text{ г}/\text{дм}^3$ . Пульпа после выщелачивания направляется на операции сгущения, отстаивания, фильтрования и промывки. Образовавшийся на стадии II выщелачивания кек промывается на фильтре и направляется в отвал либо на дальнейшую переработку, в случае наличия в нем ценных компонентов, не выщелоченных азотной кислотой (например, золота). Промывные воды объединяются с фильтратом и направляются на стадию I выщелачивания.

Образующиеся на операциях декарбонизации и выщелачивания пульпы оксиды азота поступают на операцию регенерации азотной кислоты и азотсодержащих окислителей, которая включает в себя стадию охлаждения газовой смеси с температуры 60-80 $^{\circ}\text{C}$  до 20-30 $^{\circ}\text{C}$  в теплообменнике-конденсаторе, при этом происходит конденсация паров воды и частичная абсорбция оксидов азота, стадию абсорбции оксидов азота декарбонизованной пульпой сульфидного минерального сырья, стадию абсорбции оксидов азота обратным раствором, образующимся после извлечения ценных компонентов из фильтрата после стадии I операции выщелачивания, стадию абсорбции оксидов азота концентрированной серной кислотой, стадию абсорбции оксидов азота раствором или суспензией щелочного реагента (гидроксида кальция, гидроксида натрия, карбоната натрия или аммиака). В случае необходимости подключается дополнительная стадия окисления оксида азота до диоксида азота кислородом. Общая степень улавливания нитрозных газов в этой системе составляет более 95%, при этом все образующиеся продукты абсорбции оксидов азота направляются на операцию выщелачивания: пульпа декарбонизованного сульфидного минерального сырья, прошедшая стадию абсорбции оксидов азота - на стадию I, остальные продукты - на стадию II, благодаря чему удается существенно снизить расход концентрированной азотной кислоты. Раствор нитритов и нитратов, образующийся на стадии абсорбции оксидов азота щелочным реагентом, может также направляться на стадию I выщелачивания для понижения остаточной кислотности продуктивного раствора - фильтрата после стадии I операции выщелачивания.

Технологическая схема гидрометаллургического способа извлечения металлов из сульфидного сырья представлена на чертеже.

Пример 1.

Выщелачивание металлов проведено из сульфидного сырья, состав которого приведен в табл. 1, в соответствии с технологической схемой, приведенной на фиг. 1, на установке производительностью 5 кг/ч по исходному сульфидному концентрату и 15-20 м<sup>3</sup>/ч по газовой смеси.

Стадия I выщелачивания проведена при температуре 80 $^{\circ}\text{C}$ , времени выщелачивания 1 ч, ОВП 668 мВ, Ж:Т=4:1, остаточная кислотность составила  $\text{C}(\text{H}^+)=0,35 \text{ г}\cdot\text{экв}/\text{дм}^3$ , остаточное содержание нитрат-ионов в продуктивном растворе - 5,4 г/дм<sup>3</sup>.

Таблица 1

Содержание основных компонентов в сульфидном концентрате

| Компоненты | Содержание, % |
|------------|---------------|
| Cu         | 6,05          |
| Ag, г/т    | 112,80        |
| Au, г/т    | 2,46          |
| Fe         | 27,24         |
| Ca         | 0,58          |
| Zn         | 14,25         |
| Pb         | 1,34          |
| S          | 16,80         |
| As         | 0,38          |
| Si         | 4,13          |
| Al         | 1,02          |

Стадия II выщелачивания проведена при температуре 80°C, времени выщелачивания 3 ч, ОВП 874 мВ, Ж:Т=8:1, остаточная кислотность составила  $C(H^+)=4,5$  г-экв/дм<sup>3</sup>, остаточное содержание нитрат-ионов  $-C(NO_3^-)=180,0$  г/дм<sup>3</sup>. Степень извлечения металлов в продуктивный раствор за две стадии составила Cu - 99,6%; Fe - 99,7%; Zn - 99,8%. Благородные металлы при этом сконцентрировались в кеке выщелачивания: C(Au) -17,2 г/т, C(Ag) - 789,1 г/т.

Расходы реагентов на стадии выщелачивания I:

исходный концентрат - 5,0 кг/ч;

раствор выщелачивания - 20 дм<sup>3</sup>/ч;

раствор нитритов и нитратов - 7,5 дм<sup>3</sup>/ч.

Расходы реагентов на стадии выщелачивания II:

пульпа - 3,5 дм<sup>3</sup>/ч;

конденсат - 4,0 дм<sup>3</sup>/ч;

раствор азотной кислоты (после абсорбции оксидов азота обратным раствором) - 12,5 дм<sup>3</sup>/ч;

раствор нитрозилсерной кислоты - 1 дм<sup>3</sup>/ч;

раствор нитратов и нитритов - 0,5 дм<sup>3</sup>/ч;

концентрированная азотная кислота - 2 дм<sup>3</sup>/ч.

Сквозная степень улавливания оксидов азота составила 95,3%. В качестве щелочного абсорбента использовался раствор 150 г/дм<sup>3</sup> карбоната натрия и 50 г/дм<sup>3</sup> гидроксида натрия.

Пример 2.

Выщелачивание металлов проведено из сульфидного сырья, состав которого приведен в табл. 2, в соответствии с технологической схемой, приведенной на фиг. 1, на установке производительностью 5 кг/ч по исходному сульфидному концентрату и 15-20 м<sup>3</sup>/ч по газозвушной смеси.

Таблица 2

Содержание основных компонентов в сульфидном концентрате

| Компоненты | Содержание, % |
|------------|---------------|
| Cu         | 14,9          |
| Ag, г/т    | 135,1         |
| Au, г/т    | 4,15          |
| Fe         | 33,54         |
| Ca         | 0,93          |
| Zn         | 4,17          |
| Pb         | 0,59          |
| S          | 15,9          |
| As         | 0,41          |
| Si         | 3,86          |
| Al         | 0,84          |

Стадия I выщелачивания проведена при температуре 80°C, времени выщелачивания 1 ч, ОВП 672 мВ, Ж:Т=6:1, остаточная кислотность составила  $C(H^+)=0,56$  г-экв/дм<sup>3</sup>, остаточное содержание нитрат-ионов в продуктивном растворе - 5,9 г/дм<sup>3</sup>.

Стадия II выщелачивания проведена при температуре 80°C, времени выщелачивания 3 ч, ОВП 832 мВ, Ж:Т=12:1, остаточная кислотность составила  $C(H^+)=3,9$  г-экв/дм<sup>3</sup>, остаточное содержание нитрат-ионов  $-C(NO_3^-)=197,0$  г/дм<sup>3</sup>. Степень извлечения металлов в продуктивный раствор за две стадии составила Cu - 99,8%; Fe - 99,7%; Zn - 99,5%. Благородные металлы при этом сконцентрировались в кеке выщелачивания: C(Au) -24,7 г/т, C(Ag) - 810,5 г/т.

Расходы реагентов на стадии выщелачивания I:

исходный концентрат - 5,0 кг/ч;

раствор выщелачивания - 25 дм<sup>3</sup>/ч;

раствор нитритов и нитратов - 7,5 дм<sup>3</sup>/ч.

Расходы реагентов на стадии выщелачивания II:

пульпа - 3,5 дм<sup>3</sup>/ч;

конденсат - 4,0 дм<sup>3</sup>/ч;

раствор азотной кислоты (после абсорбции оксидов азота оборотным раствором) - 16 дм<sup>3</sup>/ч;

раствор нитрозилсерной кислоты - 2 дм<sup>3</sup>/ч;

раствор нитратов и нитритов - 2 дм<sup>3</sup>/ч;

концентрированная азотная кислота - 3 дм<sup>3</sup>/ч.

Сквозная степень улавливания оксидов азота составила 96,7%. В качестве щелочного абсорбента использовался раствор 150 г/дм<sup>3</sup> карбоната натрия и 50 г/дм<sup>3</sup> гидроксида натрия.

Пример 3.

Выщелачивание металлов проведено из сульфидного сырья, состав которого приведен в табл. 3, в соответствии с технологической схемой, приведенной на фиг. 1, на установке производительностью 0,15 кг/ч по исходному сульфидному концентрату и 1,0 м<sup>3</sup>/ч по газовоздушной смеси.

Таблица 3

Содержание основных компонентов в сульфидном концентрате

| Компоненты | Содержание, % |
|------------|---------------|
| Cu         | 0,98          |
| Ag, г/т    | 38,0          |
| Au, г/т    | 33,9          |
| Fe         | 19,38         |
| Ca         | 1,13          |
| Zn         | 0,80          |
| Pb         | 0,489         |
| S          | 11,68         |
| As         | 7,54          |
| Si         | 18,5          |
| Al         | 3,6           |

Стадия I выщелачивания проведена при температуре 80°C, времени выщелачивания 1 ч, ОВП 630 мВ, Ж:Т=4:1, остаточная кислотность составила  $C(H^+)=0,76$  г-экв/дм<sup>3</sup>, остаточное содержание нитрат-ионов в продуктивном растворе -  $C(NO_3^-)=6,4$  г/дм<sup>3</sup>.

Стадия II выщелачивания проведена при температуре 80°C, времени выщелачивания 4 ч, ОВП 840 мВ, Ж:Т=8:1, остаточная кислотность составила  $C(H^+)=3,15$  г-экв/дм<sup>3</sup>, остаточное содержание нитрат-ионов -  $C(NO_3^-)=132,0$  г/дм<sup>3</sup>. Степень извлечения металлов в продуктивный раствор за две стадии составила Cu - 99,2%; Fe - 99,8%; Zn - 99,5%. Благородные металлы при этом сконцентрировались в кеке выщелачивания: C(Au) - 98,3 г/т, C(Ag) - 108,3 г/т.

Расходы реагентов на стадии выщелачивания I:

исходный концентрат - 0,15 кг/ч;

раствор выщелачивания - 1,05 дм<sup>3</sup>/ч.

Расходы реагентов на стадии выщелачивания II:

пульпа - 0,2 дм<sup>3</sup>/ч;

конденсат - 0,06 дм<sup>3</sup>/ч;

раствор азотной кислоты (после абсорбции оксидов азота оборотным раствором) - 0,5 дм<sup>3</sup>/ч;

раствор нитрозилсерной кислоты - 0,09 дм<sup>3</sup>/ч;

раствор нитратов и нитритов - 0,05 дм<sup>3</sup>/ч;

концентрированная азотная кислота - 0,2 дм<sup>3</sup>/ч.

Сквозная степень улавливания оксидов азота составила 94,9%. В качестве щелочного абсорбента использовался раствор 150 г/дм<sup>3</sup> карбоната натрия.

В табл. 4 приведено сравнение показателей предлагаемого способа с прототипом.

Таблица 4

Сравнение показателей предлагаемого способа с прототипом

| Показатель | Степень улавливания оксидов азота |                  |                  |            | Остаточное содержание NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> в растворе, г/дм <sup>3</sup> |
|------------|-----------------------------------|------------------|------------------|------------|--|
|            | Извлечение Cu, %                  | Извлечение Fe, % | Извлечение Zn, % | Извлечение |  |
| Прототип   | 90,3                              | 99,1             | 99,7             | 99,5       | 10,5   |
| Пример 1   | 95,3                              | 99,6             | 99,7             | 99,8       | 5,4  |
| Пример 2   | 96,7                              | 99,8             | 99,7             | 99,5       | 5,9  |
| Пример 3   | 94,9                              | 99,2             | 99,8             | 99,5       | 6,4  |

## ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ извлечения металлов из сульфидного сырья, включающий предварительную механическую обработку, декарбонизацию и азотнокислотное выщелачивание сульфидного сырья в две стадии в режиме противотока выщелачивающего раствора и сульфидного сырья, абсорбцию выделяющихся оксидов азота с возвратом продуктов абсорбции на стадии I и II выщелачивания, отличающийся тем, что пульпа сульфидного сырья с содержанием твердого 50% предварительно подвергается доизмельчению до содержания частиц размером  $+0,071$  мм менее 5%, затем пульпа поступает на операцию декарбонизации, декарбонизованная пульпа подается на операцию абсорбции оксидов азота, отходящих с операций выщелачивания и декарбонизации, далее пульпа поступает на стадию I выщелачивания при температуре  $60-90^{\circ}\text{C}$  в течение 1-4 ч, Ж:Т=2-6:1, ОВП=500-800 мВ, остаточной кислотности -  $\text{C}(\text{H}^+)=0,5-1,0$  г-экв/дм<sup>3</sup>,  $\text{C}(\text{NO}_3^-)=5,0-10,0$  г/дм<sup>3</sup>, пульпа после выщелачивания на стадии I направляется на операции сгущения, отстаивания и фильтрования, фильтрат от стадии I выщелачивания направляют на извлечение растворенных металлов, кек от стадии I выщелачивания направляют на операцию распульковки до соотношения Ж:Т=1-2:1, полученная пульпа поступает на стадию II выщелачивания при  $t=60-90^{\circ}\text{C}$ , времени выщелачивания 2-6 ч, Ж:Т=5-10:1, ОВП $\geq$ 750 мВ, остаточной кислотности -  $\text{C}(\text{H}^+)=2,0-4,0$  г-экв/дм<sup>3</sup>,  $\text{C}(\text{NO}_3^-)=50,0-250,0$  г/дм<sup>3</sup>, пульпа после выщелачивания на стадии II направляется на операции сгущения, отстаивания, фильтрования и промывки, промывные воды объединяются с фильтратом и направляются на стадию I выщелачивания, абсорбцию оксидов азота из образующейся на операциях декарбонизации и выщелачивания на стадиях I и II газовой смеси проводят конденсатом, образовавшимся в результате охлаждения газовой смеси в теплообменнике-конденсаторе, декарбонизованной пульпой сульфидного минерального сырья, обратным раствором, образовавшимся после извлечения растворенных металлов из фильтрата после стадии I выщелачивания, концентрированной серной кислотой и щелочным реагентом.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что декарбонизация проводится серной или нитрозилсерной кислотой с расходом 10-100 кг/т сульфидного сырья, в зависимости от содержания карбонатной составляющей, до значения рН=1,0-5,0.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что распульковка кека после стадии I выщелачивания проводится водой или раствором азотной кислоты, образовавшимся в результате абсорбции оксидов азота обратным раствором.

4. Способ по п.1, отличающийся тем, что на стадии II операции выщелачивания сульфидного сырья используется концентрированная азотная кислота и продукты абсорбции оксидов азота - раствор азотной кислоты, образовавшийся в результате абсорбции оксидов азота обратным раствором, раствор нитрозилсерной кислоты, образовавшийся в результате абсорбции оксидов азота концентрированной серной кислотой, раствор нитритов и нитратов, образовавшийся в результате абсорбции оксидов азота щелочным реагентом.

5. Способ по п.1, отличающийся тем, что раствор нитритов и нитратов, образующийся на стадии абсорбции оксидов азота щелочным реагентом, направляется на первую стадию выщелачивания для понижения остаточной кислотности.

6. Способ по п.1, отличающийся тем, что в качестве щелочного реагента на операции абсорбции оксидов азота используется раствор гидроксида натрия, или карбоната натрия, или аммиака или суспензия гидроксида кальция.

7. Способ по п.1, отличающийся тем, что оксиды азота перед поступлением на операцию абсорбции подвергаются окислению кислородом.

## Технологическая схема способа выщелачивания металлов из сульфидного сырья

