



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2014 00335

(22) Data de depozit: 30.04.2014

(41) Data publicării cererii:  
28.11.2014 BOPI nr. 11/2014

(71) Solicitant:  
• GOLDSTEIN JACK,  
STR.ANDREI MUREȘANU NR.2, AP.2,  
BAIA MARE, MM, RO;  
• OȘANU LIANA ROZICA, BD. TRAIAN  
NR. 34, AP. 41, BAIA MARE, MM, RO

(72) Inventatori:  
• GOLDSTEIN JACK,  
STR.ANDREI MUREȘANU NR.2, AP.2,  
BAIA MARE, MM, RO;  
• OȘANU LIANA ROZICA, BD. TRAIAN  
NR. 34, AP. 41, BAIA MARE, MM, RO

(54) PROCEDEU DE EXTRAGERE A AURULUI ȘI ARGINTULUI  
DIN MINEREURI ȘI SUBPRODUSE MINIERE

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de extragere a aurului și argintului din minereuri și subproduse miniere. Procedeu conform invenției constă în tratarea unor minereuri și reziduuri miniere având un conținut de 0,5...12 ppm Au cu o soluție de tiosulfat de amoniu recirculată la o temperatură de 15...25°C; filtratul rezultat după solubilizare se supune extracției electrolitice cu electrozi din oțel înalt aliat la o densitate de curent de 200...250 A/mp, până la o concentrație a electrolitului

de 5...15 ppm Au, 1...100 ppm Ag și 0,1...1 g/l Cu; în continuare cementul separat este filtrat și dizolvat în apă amoniacală, uscat la o temperatură de 105°C și topit la o temperatură de 1200°, rezultând un aliaj Au-Ag care este prelucrat prin operații de rafinare electrochimică și termică în sine cunoscute, din care rezultă Au și Ag în stare pură.

Revendicări: 1



SECRET DE STAT  
a. 2014-00533  
Data emi. 30.04.2010

12

## PROCEDEU DE EXTRAGERE A AURULUI ȘI ARGINTULUI DIN MINEREURI ȘI SUBPRODUSE MINIERE

Invenția se referă la un procedeu de obținere a aurului și argintului din minereuri , concentrate piritoase , sterile de flotație și zguri metalurgice , pe cale chimică , utilizând ca reactiv o soluție de tiosulfat de amoniu în mediu alcalin și un catalizator o amină de cupru ; separarea rezidului prin filtrare și a metalelor nobile din soluția de tiosulfat prin depunere electrochimică , respectiv recircularea reactivilor în procesul de solvire .

Sunt cunoscute procedee de obținere a aurului și argintului prin solubilizarea minereurilor și a concentratelor piritoase într-o soluție de tiosulfat , oxidate în prealabil în autoclave sub presiune de oxigen , în mediu alcalin sau acid ; prin reacții de oxidare cu clor sau clorați , prin dizolvarea directă în soluții de tiosulfați în prezența cuprului sau a nichelului. Extragerea aurului și argintului solubilizați în soluții de tiosulfați se realizează prin absorbție pe schimbători de ioni sau adsorbție pe cărbuni activi , prin procedee electrochimice , prin cementare pe cupru , zinc sau aluminiu , prin precipitare cu sulfură de sodiu .

De exemplu în brevetul CA2209559/1997 , minereul cu un conținut de 6 ppm Au se oxidează în mediu alcalin sub o presiune de oxigen la 210 – 220 °C . Suspensia obținută se alcalinizează cu amoniac la pH 9 , iar aurul și argintul se solubilizează cu o soluție ce conține 14,7 g/l tiosulfat de amoniu și 1 g/l cupru cu un randament de 80% . Separarea finală a metalelor nobile din soluție se obține prin cementare pe cupru , zinc sau aluminiu .

În brevetul US 2003/0051581 , solubilizarea aurului din minereuri se realizează cu o soluție de 0,1m tiosulfat de amoniu și 0,5 g/l  $\text{Cu}^{2+}$  . Extracția metalelor aur , argint și cupru din soluție se realizează prin absorbție pe rășini schimbătoare de ioni ( IRA 93 ; IRA 400 ) . Concentrația aurului în rășină poate atinge 9 kg/t rășină .

În brevetul WO 2007/098603 , solubilizarea unui minereu cu 17 ppm Au se realizează cu o soluție de 0,2m tiosulfat de amoniu ce conține și 0,3 g/l  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  , alcalinizată la 0,9m  $\text{NH}_4\text{OH}$  . Durata procesului de solvire este de 24 ore și are un randament de 90,7% . Aurul solvit este reținut pe rășină schimbătoare de ioni tip dowex 21K . Procedeu are un consum ridicat de 17,8 kg tiosulfat de amoniu pe tona de minereu .

În brevetul RO 126480B1/2012 solubilizarea aurului și argintului dintr-un minereu cu un conținut de 1,7 ppm Au se realizează cu o soluție ce conține 50 – 60 g/l  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  , 3 – 4 g/l Cu , 5 – 7 g/l  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  și 3 g/l  $\text{NH}_3$  la un raport solid:lichid de 1:1.....1:1,5 la o temperatură de 15 – 25 °C timp de 2 – 4 ore . Suspensia se filtrează . Soluția este recirculată în procesul de solvire până la atingerea unei concentrații de minim 10 ppm Au , după care este supusă unei electrolize cu electrozi insolubili . Cementul de cupru , aur și argint separat la catod , este filtrat și supus unei solviri în acid sulfuric . Soluția cu 50 – 60 g/l  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  este corectată la 3 – 4 g/l Cu și recirculată în procesul de solvire a minereului . Cementul de aur și argint este topit alcalino-reducător la 1.200 °C , cu obținerea aliajului Au – Ag . Randamentul procesului este de 78 – 82 % pentru aur și de 76 – 81 % pentru argint , în funcție de conținutul metalelor nobile în minereu .

Aceste procedee prezintă următoarele dezavantaje :

- Nu permit extragerea aurului din minereuri , subproduse și rezidii cu conținuturi mai mici de 1 ppm
- Supun în prima fază materia primă unei oxidări în autoclave la temperaturi și presiuni ridicate .
- Au un consum ridicat de reactivi
- Sunt energofage

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în recuperarea aurului și argintului din minereuri , subproduse și rezide miniere cu conținuturi mici de metale nobile ( minim 0,5 ppm Au ) , utilizarea unor reactivi netoxici și în concentrație mică , respectiv recircularea în totalitate a reactivilor .

Procedeeul conform invenției permite obținerea aurului și argintului din minereuri și rezidii miniere cu conținuturi de minim 0,5 ppm Au și prezintă următoarele faze tehnologice :

- Solubilizarea materiei prime într-o soluție de tiosulfat de amoniu , recirculată în proces cu un conținut de 10 – 25 g/l  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$  ; 0,1.....1,0 g/l Cu ; 0,3 – 0,4 g/l  $\text{NH}_4\text{OH}$  ; 5 – 15 ppm Au și 1 – 100 ppm Ag cu un raport solid:lichid de 1:1.....1:1,5 la o temperatură de 15 – 25<sup>0</sup>C sub agitare și barbotare de aer timp de 2.....4 ore .

- Filtrarea suspensiei și spălarea rezidului cu obținerea unui steril sau un concentrat metalic cu maximum 10 %  $\text{H}_2\text{O}$  .

- Separarea aurului , argintului și a cuprului din filtrat într-un electrolizor cu anodul și catodul din oțel înalt aliat la o densitate de curent de 200 – 250  $\text{A/m}^2$  , o temperatură de 15-25<sup>0</sup>C, având conținutul electrolitului la intrare de 10 – 25 g/l  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$  ; 6 – 20 ppm Au ; 2 – 150 ppm Ag ; 0,12 – 1,2 g/l Cu ; 0,3 – 0,4 g/l  $\text{NH}_4\text{OH}$  (pH 10 – 11) și la ieșire de 10 – 25 g/l  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$  ; 5 – 15 ppm Au ; 1 – 100 ppm Ag ; 0,10 – 1,00 g/l Cu .

- Recircularea soluției de tiosulfat după operația de electroliză la solvirea materiei prime cu corectarea în prealabil a conținutului de reactivi .

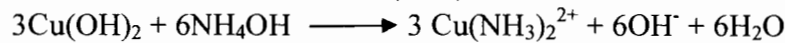
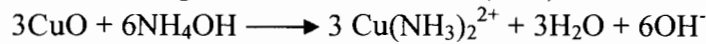
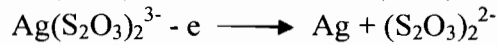
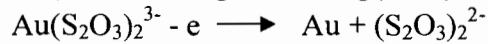
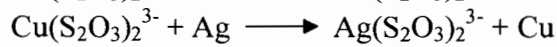
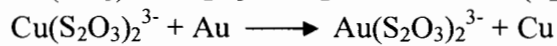
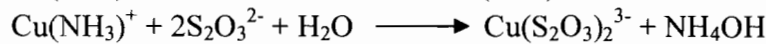
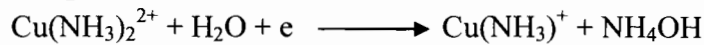
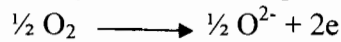
- Dizolvarea cuprului și a compușilor de cupru din cementul de Cu-Au-Ag separat în procesul electrolitic în apă amoniacală ( 20%  $\text{NH}_3$ ) la un raport solid:lichid de 1:5.....1:10 , cu recircularea aminei cuprice formate în procesul solvirii materiei prime cu conținut de aur și argint , respectiv topirea alcalino-reducătoare a rezidului rezultat la solvirea amoniacală cu obținerea unui aliaj de aur și argint .

- Rafinarea electrolitică a aliajului de aur și argint printr-o metodă clasică cu obținerea aurului și argintului cu o puritate de 99,9% .

Procedeeul constă în tratarea materiei prime cu minim 0,5 ppm Au , sub agitare , cu soluția rezultată la operația de separare electrolitică a aurului , argintului și a cuprului , ce conține 10 – 25 g/l  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$  ; 0,1 – 1,0 g/l Cu ; 0,3 – 0,4 g/l  $\text{NH}_4\text{OH}$  ; 5 – 15 ppm Au și 1 – 100 ppm Ag , la un raport solid:lichid de 1:1.....1:1,5 sub agitare și barbotare cu aer timp de 2 – 4 ore la o temperatură de 15 – 25 <sup>0</sup>C . Suspensia ce rezultă se filtrează . Rezidiul se spală cu apă și devine materie primă atunci când conține metale comune sau un material de umplură în construcții atunci când componentul de bază este un silicat . Soluția filtrată împreună cu apa de spălare este supusă unei extracții electrochimice cu anodi insolubili la o densitate de curent de 200 – 250  $\text{A/m}^2$  , când se formează un cement de cupru ce conține 1.....5 % Au și 1.....20% Ag . Viteza de circulație a electrolitului este astfel stabilită , ca la ieșire de celulă de electroliză să conțină : 10 – 25 g/l  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$  ; 5 – 15 ppm Au ; 1 – 100 ppm Ag și 0,1 – 1,0 g/l Cu . Această

soluție după corectarea conținutului de cupru la 0,12 – 1,2 g/l Cu este recirculată la solvirea materiei prime . Cementul de cupru cu conținuturi de aur și argint , este solubilizat cu apă amoniacală ( 20% NH<sub>3</sub> ) la un raport solid:lichid de 1:5.....1:10 sub agitare , la o temperatură de 15 – 25 °C timp de 3 – 5 ore . Suspensia se filtrează . Filtratul de tetraamină cuprică este recirculat la operația de solvire a materiei prime pentru corectarea conținutului de cupru și a pH-ului , iar rezidiul după spălare cu apă și uscare la 105 °C este topit alcalino-reducător cu obținerea aliajului Au-Ag ( aliaj doré ) . Separarea aurului și argintului din aliajul doré se realizează prin rafinare electrochimică , obținându-se aur și argint cu o puritate de 99,9 % .

Reacțiile ce au loc în proces sunt următoarele :



Se dau în continuare două exemple de realizare a invenției :

Exemplul 1 . Într-un reactor confecționat din oțel aliat sau fontă emailată cu o capacitate de 2mc prevăzut cu un sistem de agitare , se introduc 1,5 mc soluție provenită de la operația de electroliză alcalină ce conține : 10 – 25 g/l (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ; 13 -15 ppm Au ; 50 – 60 ppm Ag ; 0,1 – 0,12 g/l Cu , corectată la 0,12 – 0,15 g/l Cu prin adaos de amină cuprică provenită de la dizolvarea cementului de Cu-Au-Ag în apă amoniacală (pH 10 – 11) și 1.500 kg de reziduu silicios rezultat la flotarea minereurilor complexe cu un conținut de 0,7 ppm Au și 10,5 ppm Ag . Suspensia se agită 4 ore cu o barbotare de aer de 30 mc/h și se filtrează pe un filtru rotativ sub vid cu o suprafață filtrantă de 1 m<sup>2</sup> . Nămolul rezultat după filtrare – un reziduu cuarțos este spălat cu 100 – 150 l apă , este lipsit de impurități , are o umiditate de 8 – 10 % și poate fi folosit ca material de umplutură în construcții . Soluția filtrată ( 1,5 – 1,6 mc ) ce conține 10 – 25 g/l (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> , 13,2 – 15,5 ppm Au , 51 – 65 ppm Ag și 0,12 – 0,15 g/l Cu ( pH 10 – 11 ) este supusă unei electrolize cu anodi din oțel înalt aliat la o densitate de curent de 200 – 250 A/m<sup>2</sup> . Celula de electroliză cu o capacitate de 2 mc este echipată cu doi electrozi cu suprafețe egale de 1 m<sup>2</sup> . Electrolitul este recirculat intern cu un debit de 2 mc/oră . Operația durează cca 2 h și se consideră terminată când electrolitul care părăsește celula conține 13,0 – 15,0 ppm Au , 50 – 60 ppm Ag și 0,10 – 0,12 g/l Cu . După un număr de circa 20 cicluri de electroliză , cementul separat în partea conică a celulei în cantitate de 1,0 – 1,5 kg , cu un conținut de 0,9 – 1,0 % Au , 17 – 19 % Ag și 35 – 45 % Cu este filtrat și spălat cu apă . Solvirea cuprului din cementul filtrat se realizează într-un reactor din fontă emailată de 100 l cu apă amoniacală ( 20% NH<sub>3</sub> ) la un raport solid:lichid de 1:3.....1:5 , sub agitare , cu absorbția amoniacului eliminat din reactor într-un turn cu umplutură stropit cu apă. Operația durează 3 – 5 ore . Suspensia se filtrează pe un filtru nuce sub vid . Cementul decuprat după spălare cu apă , cu un conținut de maximum 5% Cu, 3 – 3,5% Au și 50 – 60% Ag este uscat , amestecat cu carbonat de sodiu și cărbune la un raport de 1:3:0,5 este topit într-un creuzet de grafit la o temperatură de 1.200 °C . Aliajul Au-Ag

( aliaj doré ) este turnat sub formă de anozii și supus unor operații clasice de rafinare electrochimică și termică pentru obținerea aurului și argintului în stare pură . Zgura obținută la topirea cementului este măcinată și recirculată la operația de solubilizare a materiei prime . Randamentul global al operației minereu – metal este de 70% pentru Au și 86% pentru Ag .

Exemplul 2 . Operațiile decurg similar ca și în cazul exemplului 1 , cu diferența că , materia primă este un concentrat piritos refractar la dizolvarea în soluții de cianură alcalină , cu un conținut de 12 ppm Au , 50 ppm Ag și că după dizolvare rezultă o pirită cu 0,95 ppm Au și 2,5 ppm Ag . Randamentul global al operației concentrat piritos – metal este de 86,2% pentru Au și 89,7% pentru Ag .

Procedeul de extracție al aurului și argintului prin solvirea materiilor prime în soluție de tiosulfat de amoniu , nu este toxic , nu generează ape reziduale sau emanații de gaze toxice .

Procedeul are aplicabilitate la obținerea aurului și argintului din minereuri sărace , concentrate piritose refractare , rezidii miniere și metalurgice cu conținuturi de până la 0,5 ppm Au , asigurând recircularea tuturor reactivilor în procesul solvării materiilor prime .

8

## REVENDICĂRI

1. Procedeu de obținere a aurului și argintului din minereuri aurifere , concentrate piritoase , rezidii miniere și metalurgice **caracterizat prin aceea că** :

- Solubilizează materia primă într-o soluție de tiosulfat de amoniu recirculată din proces cu un conținut de 10 – 25 g/l  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$  ; 0,1 – 1,0 g/l Cu ; 0,3 – 0,4 g/l  $\text{NH}_4\text{OH}$  la un raport solid:lichid de 1:1..... 1:1,5 la o temperatură de 15 – 25  $^{\circ}\text{C}$  timp de 2 – 4 ore .

- Filtratul obținut după solubilizare , cu un conținut de 10 – 25 g/l  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$  , 6 – 20 ppm Au , 2 – 150 ppm Ag , 0,12 – 1,2 g/l Cu , 0,3 – 0,4 g/l  $\text{NH}_4\text{OH}$  se supune unei operații de electroliză cu electrozi din oțel înalt aliat , la o densitate de curent de 200 – 250  $\text{A}/\text{m}^2$  până ce electrolitul are o concentrație de 5 – 15 ppm Au , 1 – 100 ppm Ag și 0,1 – 1,0 g/l Cu .

- Cementul separat în celulele de electroliză , după un număr de 20 cicluri , este filtrat și dizolvat în apă amoniacală ( 20%  $\text{NH}_3$ ) la un raport solid:lichid de 1:5 - 1:10 timp de 3 – 5 ore ; după care este filtrat , spălat cu apă , uscat la 105  $^{\circ}\text{C}$  și topit alcalino-reducător la 1.200  $^{\circ}\text{C}$ , când se obține un aliaj Au-Ag care , prin prelucrare , cu metode cunoscute , se obțin aur și argint de 99,9% . Soluția filtrată – amina cuprică – este recirculată în proces la corectarea conținutului de cupru al electrolitului utilizat la solvirea materiilor prime .

Mi A