



SUOMI – FINLAND
(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN



FI000122685B

(12) PATENTTIJULKAISU
PATENTSKRIFT

(10) FI 122685 B

(45) Patenti myönnetty - Patent beviljats

31.05.2012

(51) Kv.lk. - Int.kl.

C01G 7/00 (2006.01)
C22B 11/06 (2006.01)
C22B 3/26 (2006.01)

(21) Patentihakemus - Patentansökning

20100243

(22) Saapumispäivä - Ankomstdag

09.06.2010

(24) Tekemispäivä - Ingivningsdag

09.06.2010

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig

10.12.2011

(73) Haltija - Innehavare

1 • **Outotec Oyj**, Riihitonttie 7, 02200 ESPOO, SUOMI - FINLAND, (FI)

(72) Keksijä - Uppfinnare

1 • **Paatero, Erkki**, Kauniainen, SUOMI - FINLAND, (FI)
2 • **Haapalainen, Mika**, Pori, SUOMI - FINLAND, (FI)

(74) Asiamies - Ombud

Outotec Oyj, Teollisoikeudet, PL 86, 02201 Espoo

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

Menetelmä kullan ottamiseksi talteen neste-nesteuutolla
Förfarande för återvinning av guld genom vätske-vätske-extraktion

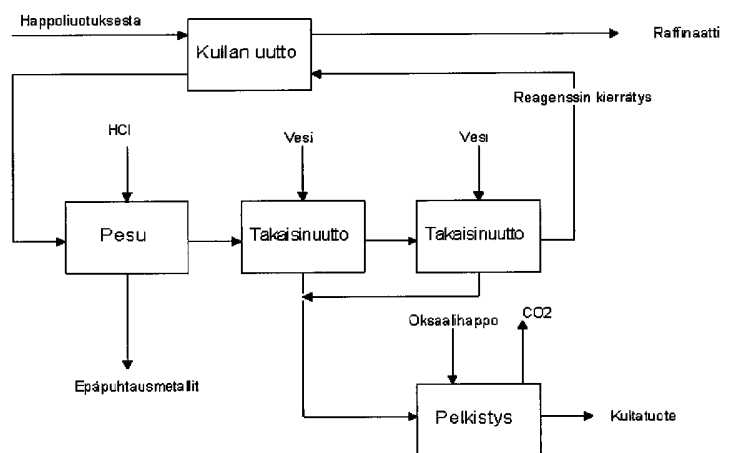
(56) Viitejulkaisut - Anförda publikationer

DE 3225230 A1, WO 2009105832 A1, RU 1741436 C, WO 03104503 A1,
Wirths A., Diets R., Reinstdarstellung und Reinsthaltung bei der Verformung von Metallen - am Beispiel der Metalle Silber, Gold und Platin, Bundesministerium für Forschung und Technologie Forschungsbericht T 77-54, Technologische Forschung und Entwicklung, Joulukuu 1975

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Keksintö kohdistuu menetelmään kullan ottamiseksi talteen neste-nesteuutolla happamasta kloridipitoisesta vesiliuoksesta tai kultapitoista kiintoainetta sisältävästä lietteestä käyttäen orgaanisena uutoliuoksena veteen niukkaliukoista diesteripohjaista reagenssia. Menetelmän mukaisesti kulta uutautuu erittäin tehokkaasti, mutta muut jalometallit ja useimmat muut metallit varsin niukasti. Kulta takaisinuuutetaan uutofaasista puhtaalla vedellä, josta kulta voidaan pelkistää joko kemiallisesti tai sähkökemiallisesti.

Uppfinningen gäller ett förfarande för tillvaratagande av guld genom vätske-vätske extraktion ur en sur, kloridhaltig vattenlösning eller ur slam innehållande guldhaltigt suspenderat material med användning som organisk extraktionslösning av en diesterbaserad reagens som är svårlös i vatten. Enligt förfarandet extraheras guld et synnerligen effektivt, men andra ädla metaller och de flesta övriga metaller mycket litet. Guld återextraheras ur extraktionsfasen med rent vatten, ur vilket guld kan reduceras antingen kemikaliskt eller elektrokemikaliskt.



MENETELMÄ KULLAN OTTAMISEKSI TALTEEN NESTE-NESTEUUTOLLA

KEKSINNÖN ALA

Keksintö kohdistuu menetelmään kullan ottamiseksi talteen neste-neste-
5 uutolla happamasta kloridipitoisesta vesiliuoksesta tai kultapitoista kiintoai-
netta sisältävästä lietteestä käyttäen orgaanisena uuttoliuoksena veteen
niukkaliukoista diesteri-pohjaista reagenssia. Menetelmän mukaisesti kulta
uuttautuu erittäin tehokkaasti, mutta muut jalometallit ja useimmat muut
10 metallit uuttautuvat vain vähän. Kulta takaisinuuetaan uuttoaasista puhtaal-
la vedellä, josta kulta voidaan pelkistää joko kemiallisesti tai sähkökemial-
lisesti.

KEKSINNÖN TAUSTA

Metallien valmistusprosesseissa käytetään yleisesti neste-nesteuuttoa, jonka
15 avulla metallit voidaan uuttaa vesiliuoksista käyttäen orgaanisia uuttoliuoksia.
Aikaisemmin on tunnettu, että kultaa voidaan uuttaa suolahappoliuoksista
käyttäen uuttoaaineena jotain ketonia kuten metyylibutyylketonia, fosfaattia
kuten tributyylifosfaattia, alkyyliamiinia sekä pitkäketjuista eetteriä kuten
dietyyliglykolidibutyylieetteriä. Viimeksi mainittu tunnetaan myös lyhenteellä
20 BUTEX sekä nimellä dibutyylkarbitoli eli DBC ja se on käytössä teollisissa
prosesseissa. Kirjassa "The chemistry of gold extraction" (viite 1) annetaan
hyvä katsaus nykyisin tunnetuista uuttomenetelmistä.

DBC:lla voidaan uuttaa kultaa erittäin tehokkaasti, mutta sillä on havaittu
25 useita negatiivisia ominaisuuksia, joita on kuvattu viitteessä (1). Teollisissa
prosesseissa, kuten ns. Hoffmannin prosessissa (2) on DBC-faasin havaittu
selkeytyvän hyvin hitaasti vesifaasista, mikä on vaikeuttanut sekä uutto-
vaihetta että uuttoaasien pesuvaihetta. Lisäksi DBC:n liukoisuus veteen on
30 kovin korkea (n. 3 g/L, 25 °C), josta seuraa reagenssihäviöitä uutto- ja
pesuvaiheissa. DBC:n leimahduspiste on myös suhteellisen alhainen. Koska
DBC sitoo kultaa niin voimakkaasti, joudutaan kulta pelkistämään suoraan
orgaanisesta faasista. Yleensä pelkistäminen on tehty korotetussa lämpö-

tilassa käyttäen oksalaattia. Pelkistyneen kultasakan mukana on syntynyt myös kalliin uuttoreagenssin hävikkiä. Lisäksi DBC:n epämiellyttävä haju vaatii työympäristön kannalta erityisjärjestelyjä.

5 Kirjallisuudessa on ollut tunnettua (3), että myös pitkäketjuiset alkoholit uuttavat kultaa. Mm. Grant (4) on esittänyt ja kokeellisesti osoittanut, että DBC voitaisiin korvata pitkäketjuisella alkoholilla. WO-hakemusjulkaisu 2009105832 perustuu samojen pitkäketjuisten alkoholien käyttöön kullan uuttoon suolahappoliuoksista.

10

Käytettäessä uuttoaineena pitkäketjuisia alkoholeja, on em. Grantin artikkelissa sekä WO-hakemusjulkaisussa käytetty laimentimena alifaattista hiilivetyseosta. On kuitenkin tunnettua, että kyseiset hiilivetylaimentimet voivat prosessiolosuhteissa hapettua, jolloin syntyy mm. pinta-aktiivisia pitkäketjuisia karboksyylihappoja. Tämä liuottimen muuttuminen on uuttoprosessille epäedullista, sillä se huonontaa selkeytymistä ja voi lisätä epäpuhtausmetallien uuttautumista.

15

KEKSINNÖN TARKOITUS

20 Tämän keksinnön tarkoituksena on tuoda esiin menetelmä, jonka avulla voidaan kullan uutto suorittaa edullisen uuttoreagenssin avulla ja välttää tekniikan tasossa kuvattujen menetelmien ongelmat.

KEKSINNÖN YHTEENVETO

25 Keksintö kohdistuu menetelmään kullan uuttamiseksi selektiivisesti sen happamasta kloridipitoisesta vesiliuoksesta tai kiintoainepitoisesta lietteestä neste-nesteuutolla puhtaan kullan tuottamiseksi. Neste-nesteuuton orgaanisen uuttoliuoksen uuttoreagenssina käytetään diesteriä ja uuttovaiheen jälkeen muodostettua kultapitoista orgaanista liuosta pestään happamalla

30 vesiliuoksella, jonka jälkeen kulta takaisinuuutetaan veteen, josta se pelkistetään puhtaan kullan muodostamiseksi.

Keksinnön erään suoritusmuodon mukaan voidaan uuttoreagenssina käyttää myös diesterin ja haaroittuneen pitkäketjuisen alkoholin seosta.

5 Keksinnön erään edullisen suoritusmuodon mukaan diesteri on 2,2,4-trimetyyli-1,3-pentaanidioli di-isobutyraatti tai sen johdannainen.

Keksinnön erään edullisen suoritusmuodon mukaan haaroittunut pitkäketjuinen alkoholi on 2-etyyliheksanoli.

10 Keksinnön erään toisen suoritusmuodon mukaan 2,2,4-trimetyyli-1,3-pentaanidioli di-isobutyraatin molekyylirakenteessa sivuketjujen yhden tai useamman metyyliryhmän tilalla on vetyatomi tai jokin alkyyl- tai aryyli-ryhmä.

15 Keksinnön erään suoritusmuodon mukaan uutto tapahtuu samanaikaisesti lietteen sisältämän kultapitoisen kiintoaineen liukenemisen kanssa. Kultapitoinen kiintoaine on edullisesti ainakin yksi joukosta kultamalmi, rikaste, anodilieju, romu, tuhka, kullan talteenottoon käytetty ioninvaihdin, aktiivihilli tai adsorbentti.

20 Keksinnön mukaiselle menetelmälle on tyypillistä, että neste-neste-uuttovaiheen jälkeen kultapitoinen orgaaninen uuttoliuos johdetaan pesuvaiheeseen uuttoliukseen uuttautuneiden epäpuhtausmetallien pesemiseksi pois uuttoliuksesta, jolloin pesuliuksena käytetään suolahapon vesiliuosta, jossa suolahapon pitoisuus on 1,5 – 8 mol/L, edullisesti 2 – 6 mol/L.

25 Pesuvaihe muodostuu edullisesti vähintään kahdesta pesuaskeleesta, jolloin suolahapon pitoisuus sen vesiliuksessa on ensimmäisessä pesuaskeleessa suurempi kuin 2,0 mol/L ja toisen pesuaskelen suolahappopitoisuus on sama tai alhaisempi kuin ensimmäisessä pesuaskeleessä.

30 Keksinnön erään suoritusmuodon mukaan pesuvaiheessa orgaanisesta uuttoliuksesta pestään pois siihen uuttautunut seleeni, telluuri ja antimoni ja pesuliuos johdetaan seleenin uuttovaiheeseen, jossa orgaanisena uuttoliuksena käytetään diesteriä.

Keksinnön erään edullisen suoritusmuodon mukaan kullan takaisinuuuttovaihe orgaanisesta uuttoliuoksesta suoritetaan poikkivirtauuttona. Kullan takaisinuuuttovaihe orgaanisesta uuttoliuoksesta suoritetaan pesuvaiheen jälkeen
 5 edullisesti vähintään kahdessa askeleessa käyttäen kummassakin vaiheessa puhdasta vettä. Erään toisen suoritusmuodon mukaan takaisinuuuttovaihe suoritetaan vastavirtauuttona.

Keksinnön erään suoritusmuodon mukaan takaisinuuuton askeleista tulevat
 10 kultapitoiset vesiliuokset yhdistetään ja puhdas kulta otetaan talteen takaisinuuuton vesiliuoksesta pelkistysvaiheessa.

Keksinnön erään suoritusmuodon mukaan kulta pelkistetään vesiliuoksesta oksaalihapon tai sen suolan avulla. Keksinnön erään toisen suoritusmuodon
 15 mukaan kulta pelkistetään vesiliuoksesta natriumboorihydridin avulla. Vielä keksinnön erään suoritusmuodon mukaan kulta pelkistetään vesiliuoksesta elektrolyyttisesti.

KUVALUETTELO

20 Kuva 1 on periaatepiirros eräästä keksinnön mukaisesta suoritustavasta,
 Kuva 2 on periaatepiirros eräästä toisesta keksinnön mukaisesta suoritusmuodosta,
 Kuva 3 esittää kullan uuttautumista diesteriin sen eri pitoisuuksissa, ja
 Kuva 4 on pyyhkäisyelektronimikroskooppikuva pelkistetyistä kullasta.

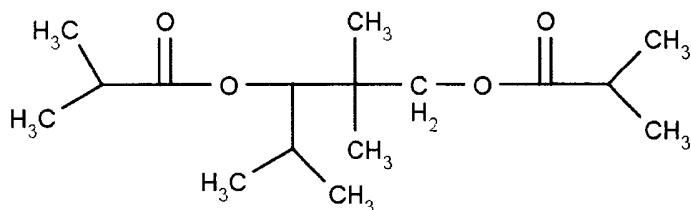
25

KEKSINNÖN YKSITYISKOHTAINEN SELOSTUS

Keksinnön mukaisen menetelmän avulla voidaan kulta uuttaa selektiivisesti happamasta vesiliuoksesta tai lietteestä, jossa on kultapitoista kiintoainetta, ja valmistaa puhdasta metallista kulta. Orgaanisen uuttoliuoksen uutto-
 30 reagenssina käytetään edullisesti sopivaa diesteriä joko yksinään tai yhdessä pitkäketjuisen alkoholin kanssa. Uuttoliuos ei sisällä lainkaan varsi-

naista hiilivetyliuotinta. Siten käytetyt sanonnat orgaaninen faasi, orgaaninen uuttoreagenssi ja orgaaninen uuttoliuos tarkoittavat kaikki samaa asiaa.

Keksinnön mukaisessa menetelmässä erityisen sopiva kullin uuttoreagenssi on alla olevassa molekyylirakenteessa kuvattu 2,2,4-trimetyyli-1,3-pentaanidioli di-isobutyraatti (CAS No. 6846-50-0). Tätä diesteriä käytetään yleisesti muoviteollisuudessa, sillä on useampia teollisia valmistajia ja se on hinnaltaan edullinen. Aine on huoneenlämpötilassa neste (sulamispiste ja kiehumispiste 282 °C). Esim. DBC:n verrattuna uuttoreagenssin etuja ovat sen alhainen vesiliukoisuus (n. 15 mg/L, 25 °C) ja korkea leimahduspiste 134 °C. Lisäksi tutkimuksissa (5) siitä ei ole raportoitu työhygienian tai ympäristön kannalta olevan ongelmaa.



15

Kullan uutto-ominaisuuksien kannalta reagenssin molekyylirakenteessa happiatomit ovat oleelliset, mutta esimerkiksi hiiliketjun rakenne ei ole niin oleellinen. Keksintö koskee siten myös molekyyliä, joissa oheisessa molekyylirakenteessa sivuketjujen yhden tai useamman metyyliryhmän tilalla on H-atomi tai jokin muu alkyyl- tai aryyli- tai aryyli- tai aryyli-

20

Kullan uuttautuminen perustuu siihen, että diesteri (=B) on ns. Lewis-emäs, joka uuttaa kultaa happamista kloridiliuoksista seuraavan mekanismin mukaisesti:

25



(B = diesterimolekyyli)

siten, että orgaaniseen faasiin syntyy ionipari.

Suoritetuissa kokeissa huomattiin, että vaikka diesterit uuttavat kultaa erittäin
 5 hyvin, on faasien selkeytymisen kannalta edullista laimentaa sitä pitkäketjuisella alkoholilla, jonka tiedetään myös uuttavan kultaa. Diesteri uuttaa kultaa kloridiliuoksista kuitenkin huomattavasti heikommin kuin aiemmin mainittu DBC, mistä etuna seuraa se, että takaisinuuhto onnistuu vedellä. Kuten keksinnön esimerkissä 1 on osoitettu, vaikuttaa diesterin ja alkoholin seos-
 10 suhde uuttoreagenssissa kullan jakautumistekijään ja se antaa mahdollisuuden optimoida koko prosessia syötön koostumuksen mukaan.

Kuva 1 esittää periaatekaaviota kullan talteenotosta. Happoliuotuksesta tuleva, kultaa sisältävä hapan kloridipitoinen vesiliuos tai liete, jossa liuok-
 15 sessa on mukana kultapitoista kiintoainetta, johdetaan uuttovaiheeseen. Kloridin lisäksi vesiliuos voi sisältää myös pieniä määriä bromidia tai jodidia. Uuttovaihe voi tapahtua yhdessä tai useammassa askeleessa, mutta on todettu, että jo yhden askeleen uuttovaiheellakin päästään hyviin tuloksiin.

20 Uuttovaiheen jälkeen orgaaninen uuttoliuos johdetaan pesuvaiheeseen, jossa sitä pestään happamalla vesiliuoksella muiden metallien kuin kullan ja epäpuhtauksien poistamiseksi uuttoliuoksesta. Kultaa sisältävässä vesiliuoksessa tai lietteessä olevia muita metalleja ovat esimerkiksi muut jalometallit kuin kulta, sekä platina, kupari, rauta, antimoni, arseeni, seleeni, telluuri ja
 25 vismutti. Osa näistä uuttautuu pienessä määrin epäpuhtautena orgaaniseen uuttoliuokseen. Kullan suhteen köyhtynyt vesiliuos eli raffinaatti voidaan syöttää esimerkiksi takaisin kullan liuotusvaiheeseen (ei tarkemmin kuvassa). Suolahapon vesiliuos on osoittautunut edulliseksi uuttoliuoksen pesunesteeksi, sillä sitä voidaan kierrättää pesun jälkeen kullan liuotusvaiheisiin.
 30 Pesussa suolahapon pitoisuus on 1,5 – 8 mol/L ja edullisesti 2 – 6 mol/L, jotta kultaa ei peseytyisi epäpuhtauksien mukana. Pesu on edullista suorittaa ainakin kahdessa askeleessa. Ensimmäisessä pesuaskeleessa pitoisuus on

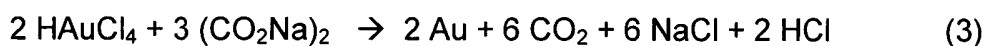
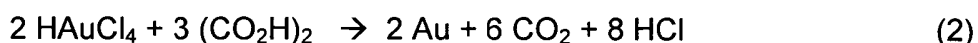
edullisesti suurempi kuin 2,0 mol/L. Toisessa pesuaskeleessa suolahapon pitoisuus voi olla sama tai eri, esimerkiksi alhaisempi, kuin ensimmäisessä askeleessa. Valittu suolahappopitoisuus riippuu orgaaniseen uuttoliuokseen uuttautuneiden epäpuhtausmetallien laadusta ja määrästä.

5

Viimeisestä pesuaskeleesta orgaaninen uuttoliuos johdetaan takaisinuu-
vaiheeseen. Takaisinuu-
tto on edullista tehdä puhtaaseen veteen, jolloin
kullan tetraklorokompleksi purkautuu. On edullista, että takaisinuu-
tto tehdään
useammassa askeleessa, joko vastavirtauutona tai poikkivirtauutona.

10 Kuvan 1 mukaisessa poikkivirtauutossa jokaiseen pesuaskeleeseen johde-
taan eri pesuneste, joka tässä tapauksessa on kumpaankin askeleeseen
johdettava puhdas vesi. Poikkivirtauut-
to on tässä tapauksessa edullista, sillä
takaisinuu-
tossa orgaanisesta faasista peseytyy myös kloridia. Kullan
takaisinuu-
ton kannalta on edullista, että veden kloridipitoisuus on mahdolli-
15 simman alhainen jokaisessa askeleessa.

Takaisinuu-
ttovaiheen askeleiden vesiliuokset yhdistetään ja johdetaan
pelkistysvaiheeseen. Pelkistys toteutetaan esimerkiksi oksaalihapolla tai
natriumoksalaatilla tai niiden seoksella. Pelkistysreaktiot ovat seuraavat ja
20 niiden tuloksena saadaan puhdas pulverimainen kultatuote:



25

Kulta voidaan pelkistää vesiliuoksesta myös elektrolyysin avulla. Kullan
oksalaattipelkistyksessä syntynyt hiilidioksidi voidaan imeyttää sopivaan
pesuliuokseen käyttäen tunnettuja menetelmiä. Hiilidioksidin määrä on
suhteessa syntyvän kullan määrään eli se on täysin marginaalinen eikä
30 vaikuta prosessiin tai sen taloudellisuuteen.

On kuitenkin selvää, että vastaavasti kuin uuttamalla kultaa kultapitoisesta liuoksesta, voidaan kultamalmia, rikastetta tai muuta kultapitoista kiintoainetta kuten anodiliejua, tuhkaa, romua tai kullan talteenottoon käytettyä ioninvaihtomateriaalia, aktiivihiehtä tai adsorbenttia käsitellä keksinnön mukaisella menetelmällä eli solvent-in-leach (SIL)-menetelmällä, jolloin uutto 5 suoritetaan suoraan kiintoainepitoisesta suolahappoliuoksesta eli lietteestä ilman erillistä liuotusvaihetta.

Kultapitoinen liuos tai liete, kuten esimerkiksi anodilieju, voi sisältää myös 10 seleeniä ja toisinaan myös telluuria ja antimonia. Kokeissa, joissa happoliuotuksesta tulevassa syötössä oli kullan lisäksi mukana myös seleeniä, havaittiin yllättäen, että diesteri uuttaa myös seleeniä. Havainto poikkeaa seleenin käyttäytymisestä esim. DBC:n yhteydessä, sillä seleenin tiedetään 15 pysyvän uuton raffinaatissa eli uuton jälkeisessä vesiliuoksessa (6).

Kuvassa 2 esitetään prosessikaavio, jonka mukaisesti orgaaniseen uutto- 20 liuokseen uuttautunut seleeni sekä mahdollinen telluuri ja antimoni voidaan ottaa talteen. Kaavion mukaisesti seleeni uutetaan vielä uudelleen diesteri-reagenssiin ja takaisin uutetaan vesifaasiin. Seleenin saostus voidaan tehdä 25 tunnetulla tavalla, esimerkiksi pelkistämällä rikkidioksidilla viitteen (2) mukaisesti.

ESIMERKIT

Esimerkki 1

25 Koe diesteriin perustuvan uuttoreagenssiseoksen soveltuvuudesta kullan uuttoon tehtiin laboratoriossa. Lähtöliuos valmistettiin ensin liuottamalla puhdasta kultaa 8 M suolahappoliuokseen 40 °C:ssa käyttäen hapettimena vetyperoksidia.

30 Uuttoreagenssina käytettiin diesteriä, jonka tarkka kemiallinen nimi on 2,2,4-trimetyyli-1,3-pentaanidioli di-isobutyraatti. Diesteriä laimennettiin alkoholina

käytettyyn 2-etyyliheksanoliin siten, että diesterin osuus oli 20, 50 tai 80 til-%. Tasapainokokeet tehtiin koeputkissa lämpötilassa 40 °C.

Koetulokset kuvassa 3 osoittavat, että kulta uuttautuu hyvin tehokkaasti kaikilla seossuhteilla. Tuloksista voidaan laskea, että jakautumistekijän arvo on parhaimmillaan noin 70, ja havaitaan että diesterin osuuden kasvattaminen yli 50%:n pienentää jakautumistekijää.

Esimerkki 2

10 Koe diesteriin perustuvan uuttoreagenssiseoksen soveltuvuudesta tehtiin laboratoriossa koeputkissa. Lähtöliuoksena käytettiin 8 M suolahappoliuosta, jonka koostumus säädettiin metallisuolojen avulla seuraavan Taulukon 1 mukaiseksi, jolloin tarkoituksena oli saada koostumus vastaamaan tyypillistä kuparielektrolyysissä syntyvän anodiliejun koostumusta, sen jälkeen kun siitä on poistettu seleeni:

Taulukko 1

	mg/L		mg/L		mg/L
	Ag 16.2	Bi 7.5		Pd 1520	
20	As 35.2	Cu 90.5		Pt 408	
	Au 4410	Fe 7.5		Te 183	

25 Pesun, takaisinuuuton ja pelkistyksen jälkeen tuotteesta otettiin pyyhkäisy-elektronimikroskooppikuvia ja tehtiin alkuaineanalyysi, joiden perusteella voitiin todeta, että tuote on käytännöllisesti katsoen puhdasta kultaa. Kuva 4 on pyyhkäisy-elektronimikroskooppikuva, josta todettiin, että kaikissa kuvan pisteissä tunnistettu materiaali oli puhdasta kultaa.

Esimerkki 3

30 Tämän esimerkin lähtöliuos kuvaa toista anodiliejun liuotuksessa saatua suolahappoliuosta, jossa suolahappoliuos oli 5 mol/L. Esimerkkiin 2 verrattuna mukana oli useampia epäpuhtausmetalleja ja joidenkin epä-

puhtauksien pitoisuudet olivat huomattavasti suuremmat kuin esimerkissä 2. Pitoisuudet on annettu Taulukossa 2:

Taulukko 2

5 Syöttöliuoksen koostumus:

	mg/L		mg/L		mg/L		mg/L
Ag	13,3	Bi	35300	Pd	1320	Se	12600
As	13300	Cu	9500	Pt	355	Te	183
Au	3980	Fe	11,5	Sb	4000		

10

Uuttofaasin koostumus oli 50 p-% 2,2,4-trimetyyli-1,3-pentaanidioli diisobutyaatti laimennettuna 2-etyyliheksanoliin Faasien tilavuusuhde eli ns. O/A-suhde oli 1,2, lämpötila 40°C ja uuttoaika 15 min. Tehtiin kaksi perättäistä uuttoa, joiden jälkeen uuton raffinaatin koostumus oli seuraava:

15

Taulukko 3

	mg/L		mg/L		mg/L		mg/L
Ag	11,8(11%)	Bi	34528(2%)	Pd	987(25%)	Se	5600 (56%)
As	7900(40%)	Cu	8780 (3%)	Pt	216(39%)	Te	2(100%)
20 Au	0,5 (99,99%)	Fe	0,01(100%)	Sb	72 (98%)		

Taulukossa 3 on analyysituloksen jälkeen ilmoitettu kunkin metallin uuttoprosentti. Havaitaan, että kullan lisäksi myös Se, Te ja Sb uuttauvat.

25 Uuton jälkeen uuttofaasin pesu tehtiin samasta orgaanisesta faasista vaihtoehtoisesti kahdella eri suolahappoliuoksella, joista toisen suolahappopitoisuus oli 3 mol/L ja toisen 5 mol/L. Kummassakin tapauksessa O/A-suhde oli 1:1 ja lämpötila 40 °C. Tasapainotuksen jälkeen saatiin seuraavat pesutulokset:

30

Taulukko 4

		Peseytymisaste (%)	
		[HCl]= 3 mol/L	[HCl]=5 mol/L
5	Ag	83	83
	As	92	82
	Au	3,7	1.2
	Bi	95	92
	Cu	96	94
10	Fe	92	14
	Pd	89	83
	Pt	90	82
	Sb	18	2
	Se	80	72
15	Te	87	38

Pesutulokset osoittavat, että suolahapon pitoisuus vaikuttaa sekä kullan että epäpuhtausmetallien uuttautumiseen. Kuten taulukosta 3 nähdään, suolahappopitoisuus vaikuttaa etenkin raudan, antimoinin ja telluurin peseytymiseen. Siten epäpuhtausmetallien laadusta ja pitoisuudesta riippuen pesu kannattaa toteuttaa useammassa askeleessa niin, että niissä on eri suolahappopitoisuus.

Kolmessa askeleessa pestystä orgaanisesta uuttoliuoksesta kulta takaisin-
 uutettiin puhtaalla vedellä kolmessa askeleessa ja pelkistettiin oksalaatilla.
 25 Pelkistetyn kullan puhtaus oli > 99,99% riippumatta siitä, oliko pesussa
 käytetyn suolahapon pitoisuus 3 vai 5 mol/L..

Esimerkki 4

Kokeen tarkoituksena on osoittaa, että kullan uutto voi tapahtua
 30 samanaikaisesti kullan liuottamisen kanssa.

Laboratoriokokeessa 1 g metallista kultaa liuotettiin lasiastiassa 8 M suolahappoon hapettaen samanaikaisesti vetyperoksidilla sekä sekoittaen uuttoreagenssin kanssa. Uuttoreagenssin koostumus oli sama kuin esimerkissä 3, orgaanisen ja vesifaasin suhde oli 0,7 ja lämpötila oli 45 °C. Seosta
5 sekoitettiin 120 min ajan, jonka jälkeen kullasta oli liuennut 56 %. Todettiin, että liuenneesta kullasta oli samanaikaisesti uuttautunut orgaaniseen faasiin 93 %. Orgaaninen faasi pestiin 3 M suolahapolla faasisuhteella 1:1, jolloin kultaa peseytyi noin 9%. Kullan takaisinuuhto tehtiin poikittaisuutona kolmessa askeleessa puhtaalla vedellä O/A-suhteessa 1:3. Takaisinuuhtossa
10 kullan kokonaissaanti oli 94,6%. Pelkistäminen metalliseksi kullaksi tehtiin oksalaatilla.

Esimerkki osoittaa, että "solvent-in-leach"- menetelmä toimii puhtaalla kullalla. On kuitenkin selvää, että menetelmä toimii myös kaikissa tapauksissa, joissa kultaa voidaan liuottaa suolahapolla. Kiintoaine voi siten olla
15 kultapitoinen malmi, rikaste, anodilieju, tuhka, romu tai adsorbentti.

Viitteet:

1. Marsden J., House, I.: The chemistry of gold extraction, 2nd. ed., Society for Mining, Metallurgy and Exploration, Colorado, USA 2006
- 5 2. Hoffmann, J.E. et al: Hydrometallurgical processing of Kennecott Refinery slimes, Proceedings of COPPER 95 – COBRE 95 International Conference, Vol. III, pp.41 - 57
3. Lopatin,G.S. et.a:(1961); Izv. Vyssh. Ucheb. Zavedenii, Tsvet. Mat. 4(4)
- 10 4. Grant, R.A. et al: The application of solvent extraction to the refining of gold; Proceedings of the International Solvent Extraction Conference ISEC 2002, pp 940 - 945
- 15 5. International Program on Chemical Safety (IPCS), Screening Information Data Sheet for CAS No 6845-50-0, December 1994.
6. Toraiwa, A., et al.: Shigen to Sozai 116(2000) 484-492.

20

PATENTTIVAATIMUKSET

- 5 1. Menetelmä kullan uuttamiseksi selektiivisesti sen happamasta kloridipitoisesta vesiliuoksesta tai kiintoainepitoisesta lietteestä neste-
nesteuutolla puhtaan kullan tuottamiseksi, **tunnettu** siitä että neste-
nesteuuton orgaanisena uuttoreagenssina käytetään diesteriä;
muodostettua kultapitoista orgaanista liuosta pestään happamalla
10 vesiliuoksella, jonka jälkeen kulta takaisinuuutetaan veteen, josta se
pelkistetään puhtaan kullan muodostamiseksi, jolloin diesteri on 2,2,4-
trimetyyli-1,3-pentaanidioli di-isobutyraatti tai sen johdannainen.
- 15 2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että
uuttoreagenssina käytetään diesterin ja pitkäketjuisen alkoholin
seosta.
- 20 3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että
pitkäketjuinen alkoholi on 2-etyyliheksanoli.
- 25 4. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että
2,2,4-trimetyyli-1,3-pentaanidioli di-isobutyraatin molekyylirakenteessa
sivuketjujen yhden tai useamman metyyliryhmän tilalla on vetyatomi
tai jokin alkyyli- tai aryyli-ryhmä.
- 30 5. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä **tunnettu** siitä, että
uutto tapahtuu samanaikaisesti lietteen sisältämän kultapitoisen
kiintoaineen liuotuksen kanssa.
6. Patenttivaatimuksen 5 mukainen menetelmä **tunnettu** siitä, että
kultapitoinen kiintoaine on ainakin yksi joukosta kultamalmi, rikaste,
anodilieju, tuhka, romu, kullan talteenottoon käytetty ioninvaihdin,
aktiivihili tai adsorbentti.

7. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että neste-nesteuuttovaiheen jälkeen kultapitoinen orgaaninen uuttoliuos johdetaan pesuvaiheeseen uuttoliuokseen uuttautuneiden epäpuhtausmetallien pesemiseksi pois uuttoliuoksesta, jolloin pesuliuksena käytetään suolahapon vesiliuosta, jonka pitoisuus on 1,5 – 8 mol/L, edullisesti 2 – 6 mol/L.
8. Patenttivaatimuksen 7 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että pesuvaihe muodostuu vähintään kahdesta pesuaskeleesta, jolloin suolahapon pitoisuus sen vesiliuoksessa on ensimmäisessä pesuaskeleessa suurempi kuin 2 mol/L ja toisen pesuaskelen suolahappopitoisuus on sama tai alhaisempi kuin ensimmäisessä pesuaskeleessa.
9. Patenttivaatimuksen 7 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että pesuvaiheessa orgaanisesta uuttoliuoksesta pestään pois siihen uuttautunut seleeni, antimoni ja telluuri, ja pesuliuos johdetaan seleenin uuttovaiheeseen, jossa orgaanisena uuttoliuksena käytetään diesteriä.
10. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että pesuvaiheesta tulevan orgaanisen uuttoliuoksen takaisinuuuttovaihe suoritetaan poikkivirtauutona.
11. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että pesuvaiheesta tulevan orgaanisen uuttoliuoksen takaisinuuuttovaihe suoritetaan vastavirtauutona.
12. Patenttivaatimuksen 1 ja 10 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että kullan takaisinuuuttovaihe orgaanisesta uuttoliuoksesta suoritetaan pesuvaiheen jälkeen vähintään kahdessa askeleessa käyttäen kummassakin vaiheessa puhdasta vettä.

13. Patenttivaatimuksen 10 tai 12 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että takaisinuuton askeleista tulevat kultapitoiset vesiliuokset yhdistetään ja puhdas kulta otetaan talteen takaisinuuton vesiliuoksesta pelkistysvaiheessa.

5

14. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että kulta pelkistetään takaisinuuton vesiliuoksesta oksaalihapon tai sen suolan avulla.

10

15. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että kulta pelkistetään takaisinuuton vesiliuoksesta natriumboorihydridin avulla.

16. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että kulta pelkistetään takaisinuuton vesiliuoksesta elektrolyyttisesti.

15

17. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että kultaa sisältävä hapan kloridipitoinen vesiliuos tai kiintoainepitoinen liete on suolahapon vesiliuos.

20

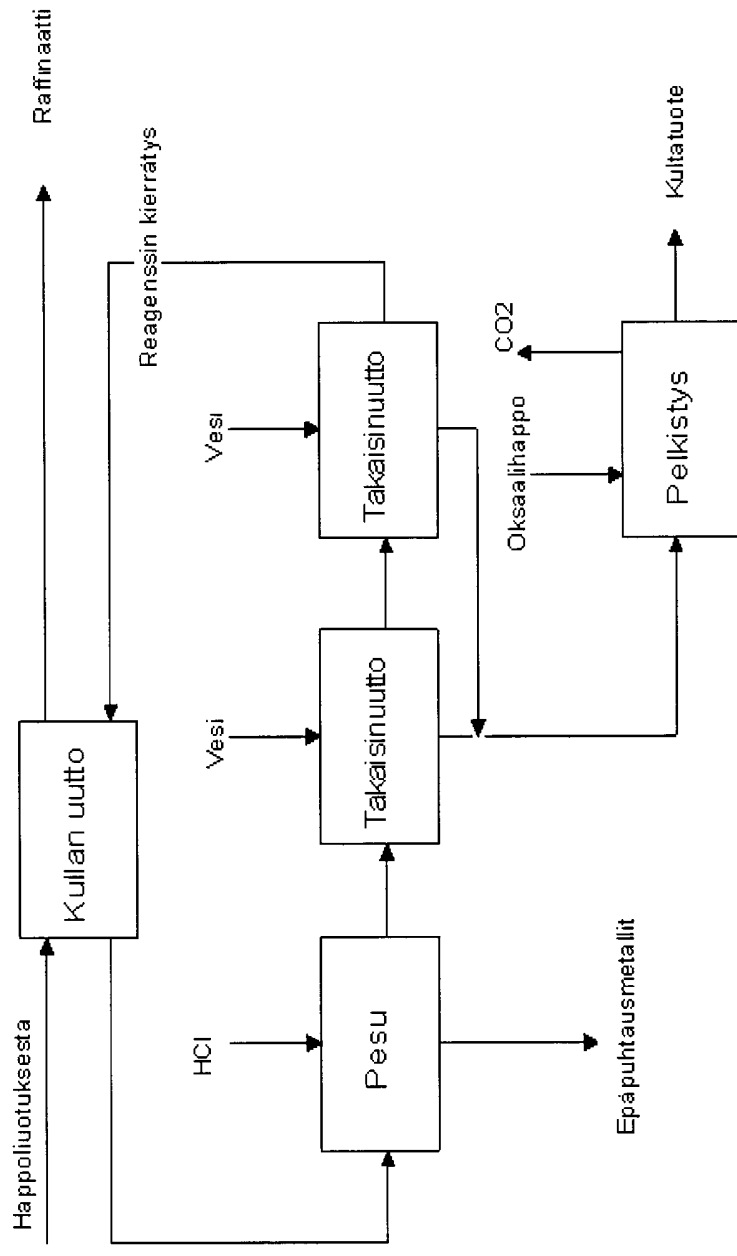
25

PATENTKRAV

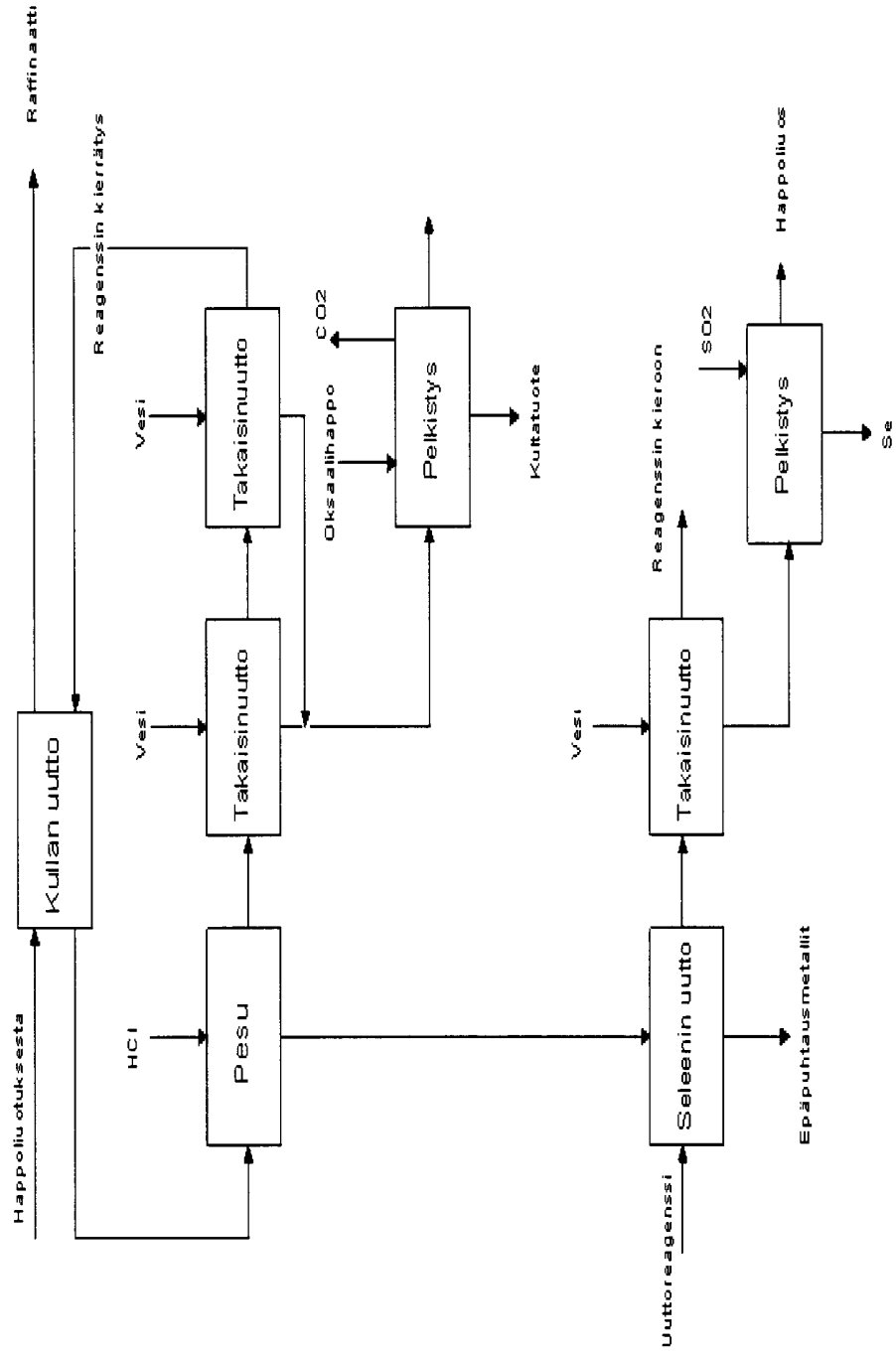
1. Förfarande för selektiv extraktion av guld ur dess sura kloridhaltiga vattenlösning eller ur slam med innehåll av suspenderat ämne genom vätske-vätske-extraktion för produktion av rent guld, **kännetecknat** därav, att diester används som organisk extraktionsreagens i vätske-vätske-extraktionen; den bildade guldhaltiga organiska lösningen tvättas med en sur vattenlösning, varefter guldet återextraheras i vatten, ur vilket det reduceras för bildande av rent guld, varvid diestern är 2,2,4-trimetyl-1,3-pentandiol di-isobutyrat eller dess derivat.
5
2. Förfarande enligt patentkrav 1, **kännetecknat** därav, att en blandning av diester och långkedjig alkohol används som extraktionsreagens.
15
3. Förfarande enligt patentkrav 2, **kännetecknat** därav, att den långkedjiga alkoholen är 2-etylhexanol.
4. Förfarande enligt patentkrav 1, **kännetecknat** därav, att i 2,2,4-trimetyl-1,3-pentandiol di-isobutyratets molekylstruktur förekommer en väteatom eller någon alkyl- eller arylgrupp i stället för sidokedjornas en eller flera metylgrupper.
20
5. Förfarande enligt patentkrav 1 eller 2, **kännetecknat** därav, att extraktionen äger rum samtidigt med lösningen av det guldhaltiga suspenderade ämnet som ingår i slammet.
25
6. Förfarande enligt patentkrav 5, **kännetecknat** därav, att det guldhaltiga suspenderade ämnet är åtminstone ett i gruppen guldmalm, koncentrat, anodslam, aska, skrot, jonbytare använd för tillvaratagande av guld, aktivt kol eller en adsorbent.
30

7. Förfarande enligt patentkrav 1, **kännetecknat** därav, att efter vätske-
vätske-extraktionsskedet leds den guldhaltiga organiska
extraktionslösningen till ett tvättskede för att tvätta bort in i extraktions-
lösningen extraherade främmande metaller ur extraktionslösningen,
5 varvid som tvättlösning används en vattenlösning av saltsyra, vars
halt är 1,5 – 8 mol/L, företrädesvis 2 – 6 mol/L.
8. Förfarande enligt patentkrav 7, **kännetecknat** därav, att tvättskedet
består av minst två tvättsteg, varvid saltsyrahalten i dess vatten-
10 lösning i det första tvättsteget är över 2 mol/L och det andra tvätt-
stegets saltsyrahalt är den samma eller lägre än i det första
tvättsteget.
9. Förfarande enligt patentkrav 7, **kännetecknat** därav, att i tvättskedet
15 tvättas ur den organiska extraktionslösningen bort in i lösningen
extraherat selen, antimon och tellur, och tvättlösningen leds till ett
extraktionsskede för selen, vari diester används som organisk
extraktionslösning.
- 20 10. Förfarande enligt patentkrav 1, **kännetecknat** därav, att
återextraktionsskedet för den organiska extraktionslösningen från
tvättskedet utförs som tvärströmsextraktion.
- 25 11. Förfarande enligt patentkrav 1, **kännetecknat** därav, att
återextraktionsskedet för den organiska extraktionslösningen från
tvättskedet utförs som motströmsextraktion.
- 30 12. Förfarande enligt patentkrav 1 och 10, **kännetecknat** därav, att
skedet för återextraktion av guld från den organiska
extraktionslösningen utförs efter tvättskedet i åtminstone två steg med
användning av rent vatten i vardera steget.

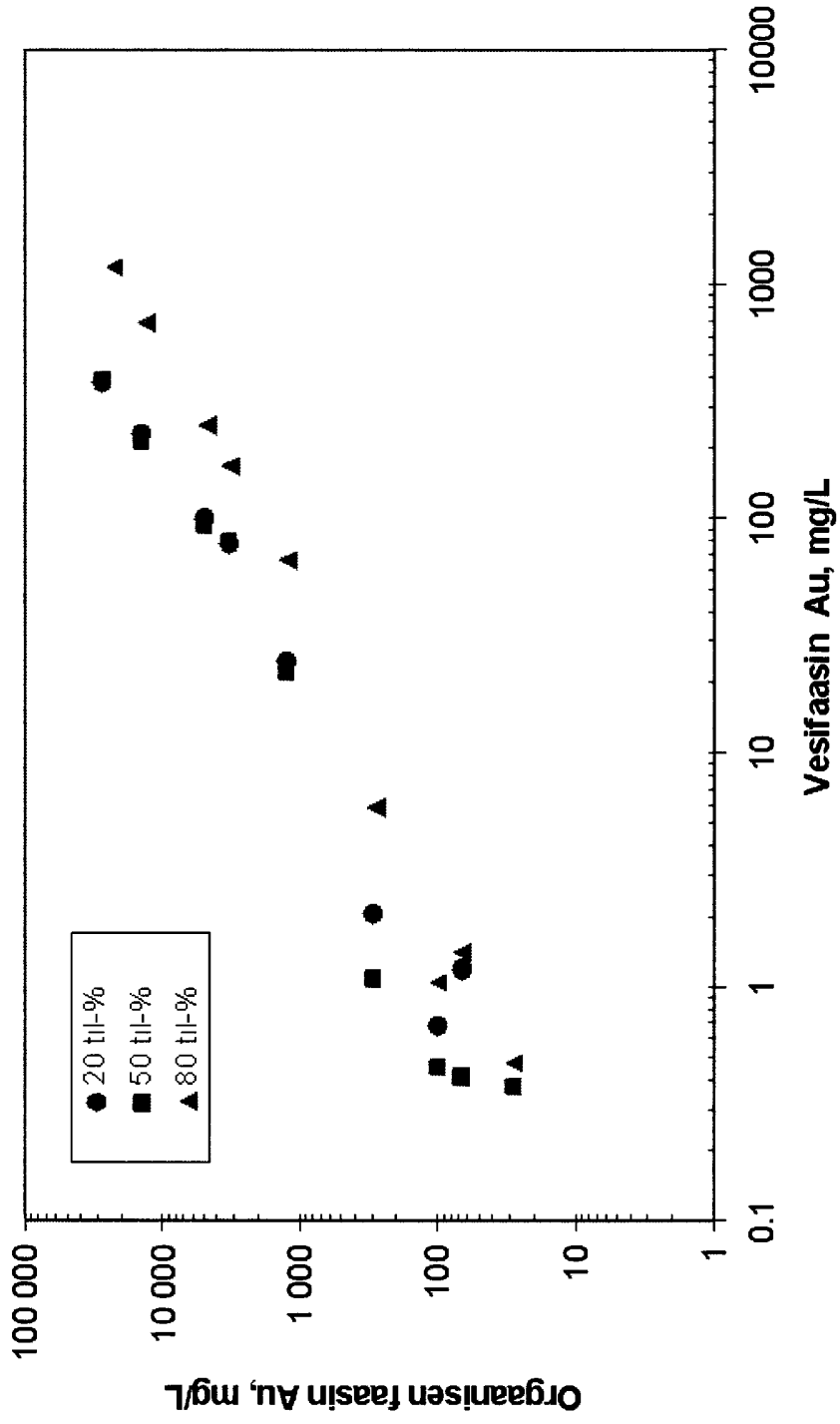
13. Förfarande enligt patentkrav 10 eller 12, **kännetecknat** därav, att de guldhaltiga vattenlösningarna från återextraktionsstegen sammanförs och det rena guldets tas till vara ur återextraktionens vattenlösning i ett reduceringskedje.
- 5
14. Förfarande enligt patentkrav 1, **kännetecknat** därav, att guldets reduceras ur återextraktionens vattenlösning med hjälp av oxalsyra eller dess salt.
- 10
15. Förfarande enligt patentkrav 1, **kännetecknat** därav, att guldets reduceras ur återextraktionens vattenlösning med hjälp av natriumborhydrid.
- 15
16. Förfarande enligt patentkrav 1, **kännetecknat** därav, att guldets reduceras elektrolytiskt ur återextraktionens vattenlösning.
- 20
17. Förfarande enligt patentkrav 1, **kännetecknat** därav, att den guldhaltiga sura kloridhaltiga vattenlösningen eller det guldhaltiga slammet som innehåller suspenderat ämne är en vattenlösning av saltsyra.



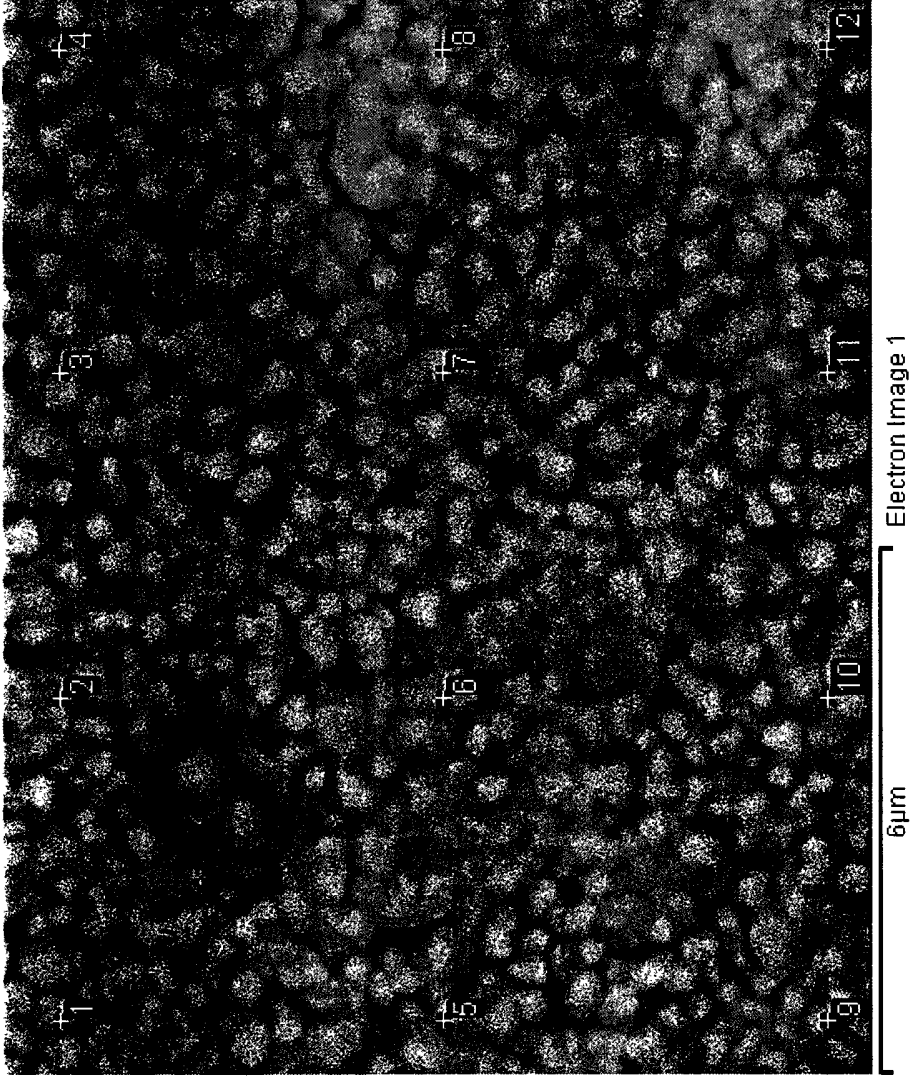
Kuva 1



Kuva 2



Kuva 3



Kuva 4