



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114015872 A

(43) 申请公布日 2022. 02. 08

(21) 申请号 202210007924.9

(22) 申请日 2022.01.06

(71) 申请人 矿冶科技集团有限公司

地址 100160 北京市丰台区南四环西路188号总部基地十八区23号楼

(72) 发明人 王海北 谢铿 杨必文 王玉芳
刘三平 王德卿 郑朝振

(74) 专利代理机构 北京超凡宏宇专利代理事务所(特殊普通合伙) 11463

代理人 王闯

(51) Int. Cl.

G22B 3/08 (2006.01)

G22B 15/00 (2006.01)

G22B 23/00 (2006.01)

C01B 17/06 (2006.01)

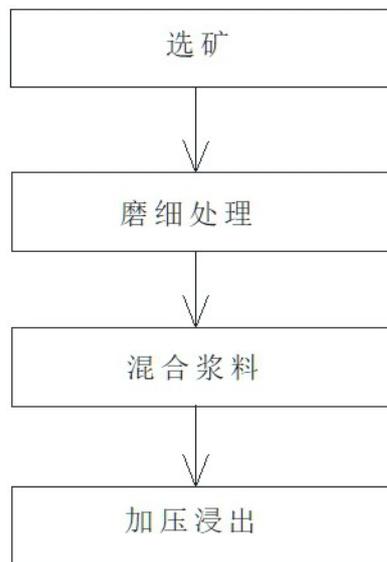
权利要求书1页 说明书6页 附图1页

(54) 发明名称

复杂硫化镍矿低温活化加压浸出的方法

(57) 摘要

本申请提供一种复杂硫化镍矿低温活化加压浸出的方法,涉及冶金领域。复杂硫化镍矿低温活化加压浸出的方法,包括:将复杂硫化镍矿选矿后得到硫化镍精矿,然后进行磨细处理得到矿浆;将所述矿浆、硫酸、分散剂和活化助浸剂混合得到混合浆料;将所述混合浆料在有氧气氛中加压浸出,固液分离得到镍钴铜浸出液和铁硫浸出渣;所述活化助浸剂包括钠、钾、镁的氯化盐、次氯酸盐、硝酸盐或复合盐;所述加压浸出的温度为95℃-115℃,氧分压为0.1 MPa-0.7 MPa。本申请提供的复杂硫化镍矿低温活化加压浸出的方法,采用低氧分压、低温加压的浸出方式,浸出温度不高于硫磺熔点,选择性浸出镍钴铜,控制铁少浸出,实现硫磺产出。



1. 一种复杂硫化镍矿低温活化加压浸出的方法,其特征在于,包括:
将复杂硫化镍矿选矿后得到硫化镍精矿,然后进行磨细处理得到矿浆;将所述矿浆、硫酸、分散剂和活化助浸剂混合得到混合浆料;将所述混合浆料在有氧气氛中加压浸出,固液分离得到镍钴铜浸出液和铁硫浸出渣;
所述活化助浸剂包括钠、钾、镁的氯化盐、次氯酸盐、硝酸盐或复合盐;
所述加压浸出的温度为95°C-115°C,氧分压为0.1 MPa -0.7 MPa。
2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述加压浸出的氧分压小于等于0.6MPa,时间为2h-10h。
3. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述磨细处理后,粒度小于等于74 μ m的矿石占所述矿浆中所有矿石的比例不小于50wt%。
4. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述硫酸的用量为所述硫化镍精矿的10wt%-50wt%。
5. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述分散剂包括木质素磺酸钠、木质素磺酸钾、木质素磺酸钙中的一种或多种。
6. 根据权利要求5所述的方法,其特征在于,所述分散剂的用量为所述硫化镍精矿的1.5wt%-3wt%。
7. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述活化助浸剂包括氯化钠、氯化钾、硝酸钠、硝酸钾中的一种或多种。
8. 根据权利要求7所述的方法,其特征在于,所述活化助浸剂的用量为所述硫化镍精矿的30wt%-150wt%。
9. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述混合浆料的液固比为(3-10):1。
10. 根据权利要求1-9任一项所述的方法,其特征在于,所述复杂硫化镍矿中,以质量百分比计算,镍的含量为4%-20%,铁的含量为15%-50%,硫的含量为20%-40%。

复杂硫化镍矿低温活化加压浸出的方法

技术领域

[0001] 本申请涉及冶金领域,尤其涉及一种复杂硫化镍矿低温活化加压浸出的方法。

背景技术

[0002] 复杂硫化镍矿常用火法和湿法处理两种方法回收镍、钴、铜。火法冶炼通过熔炼造锍,经吹炼造渣和精炼后得到高镍锍,再经浮选后分离镍和铜。该方法工艺流程长、熔炼温度高、有价金属损失大,尤其钴的回收率低。湿法处理有常压-空气加压浸出方式和高氧-高温加压浸出方式,前者能使镍钴浸出而铜留在渣中,但镍钴浸出率不高、浸出时间长,且浸出液中含铁高;后者虽然能有效浸出镍钴铜,但精矿硫酸化严重,除铁效果不佳,且反应温度高、压力大,对设备要求高。同时,复杂硫化镍矿中含有硫得不到有效利用,反而产生较多的酸液,增加了工艺复杂度和处理成本。

发明内容

[0003] 本申请的目的在于提供一种复杂硫化镍矿低温活化加压浸出的方法,以解决上述问题。

[0004] 为实现以上目的,本申请采用以下技术方案:

一种复杂硫化镍矿低温活化加压浸出的方法,包括:

将复杂硫化镍矿选矿后得到硫化镍精矿,然后进行磨细处理得到矿浆;将所述矿浆、硫酸、分散剂和活化助浸剂混合得到混合浆料;将所述混合浆料在有氧气氛中加压浸出,固液分离得到镍钴铜浸出液和铁硫浸出渣;

所述活化助浸剂包括钠、钾、镁的氯化盐、次氯酸盐、硝酸盐或复合盐;

所述加压浸出的温度为95℃-115℃,氧分压为0.1 MPa -0.7 MPa。

[0005] 优选地,所述加压浸出的氧分压小于等于0.6MPa,时间为2h-10h。

[0006] 优选地,所述磨细处理后,粒度小于等于74 μ m的矿石占所述矿浆中所有矿石的比例不小于50wt%。

[0007] 优选地,所述硫酸的用量为所述硫化镍精矿的10wt%-50wt%。

[0008] 优选地,所述分散剂包括木质素磺酸钠、木质素磺酸钾、木质素磺酸钙中的一种或多种。

[0009] 优选地,所述分散剂的用量为所述硫化镍精矿的1.5wt%-3wt%。

[0010] 优选地,所述活化助浸剂包括氯化钠、氯化钾、硝酸钠、硝酸钾中的一种或多种。

[0011] 优选地,所述活化助浸剂的用量为所述硫化镍精矿的30wt%-150wt%。

[0012] 优选地,所述混合浆料的液固比为(3-10):1。

[0013] 优选地,所述复杂硫化镍矿中,以质量百分比计算,镍的含量为4%-20%,铁的含量为15%-50%,硫的含量为20%-40%。

[0014] 与现有技术相比,本申请的有益效果包括:

本申请提供的复杂硫化镍矿低温活化加压浸出的方法,通过矿浆、硫酸、分散剂和

活化助浸剂相互作用,在低温、低氧分压条件下进行有氧加压浸出,控制铁的浸出率处于较低水平,实现选择性浸出镍钴铜;同时,因为浸出温度低于硫磺熔点(119℃),实现硫磺产出。

附图说明

[0015] 为了更清楚地说明本申请实施例的技术方案,下面将对实施例中所需要使用的附图作简单地介绍,应当理解,以下附图仅示出了本申请的某些实施例,因此不应被看作是对本申请范围的限定。

[0016] 图1为实施例提供的复杂硫化镍矿低温活化加压浸出的方法的工艺流程图。

具体实施方式

[0017] 如本文所用之术语:

“由……制备”与“包含”同义。本文中所用的术语“包含”、“包括”、“具有”、“含有”或其任何其它变形,意在覆盖非排它性的包括。例如,包含所列要素的组合物、步骤、方法、制品或装置不必仅限于那些要素,而是可以包括未明确列出的其它要素或此种组合物、步骤、方法、制品或装置所固有的要素。

[0018] 连接词“由……组成”排除任何未指出的要素、步骤或组分。如果用于权利要求中,此短语将使权利要求为封闭式,使其不包含除那些描述的材料以外的材料,但与其相关的常规杂质除外。当短语“由……组成”出现在权利要求主体的子句中而不是紧接在主题之后时,其仅限定在该子句中描述的要素;其它要素并不被排除在作为整体的所述权利要求之外。

[0019] 当量、浓度、或者其它值或参数以范围、优选范围、或一系列上限优选值和下限优选值限定的范围表示时,这应当被理解为具体公开了由任何范围上限或优选值与任何范围下限或优选值的任一配对所形成的所有范围,而不论该范围是否单独公开了。例如,当公开了范围“1~5”时,所描述的范围应被解释为包括范围“1~4”、“1~3”、“1~2”、“1~2和4~5”、“1~3和5”等。当数值范围在本文中被描述时,除非另外说明,否则该范围意图包括其端值和在该范围内的所有整数和分数。

[0020] 在这些实施例中,除非另有指明,所述的份和百分比均按质量计。

[0021] “质量份”指表示多个组分的质量比例关系的基本计量单位,1份可表示任意的单位质量,如可以表示为1g,也可表示为2.689g等。假如我们说A组分的质量份为a份,B组分的质量份为b份,则表示A组分的质量和B组分的质量之比a:b。或者,表示A组分的质量为aK,B组分的质量为bK(K为任意数,表示倍数因子)。不可误解的是,与质量份数不同的是,所有组分的质量份之和并不受限于100份之限制。

[0022] “和/或”用于表示所说明的情况的一者或两者均可能发生,例如,A和/或B包括(A和B)和(A或B)。

[0023] 一种复杂硫化镍矿低温活化加压浸出的方法,包括:

将复杂硫化镍矿选矿后得到硫化镍精矿,然后进行磨细处理得到矿浆;将所述矿浆、硫酸、分散剂和活化助浸剂混合得到混合浆料;将所述混合浆料在有氧气氛中加压浸出,固液分离得到镍钴铜浸出液和铁硫浸出渣;

所述活化助浸剂包括钠、钾、镁的氯化盐、次氯酸盐、硝酸盐或复合盐；

所述加压浸出的温度为95℃-115℃，氧分压为0.1 MPa -0.7 MPa。

[0024] 可选的，所述加压浸出的温度可以为95℃、100℃、105℃、110℃、115℃或者95℃-115℃之间的任一值，氧分压可以为0.1MPa、0.2MPa、0.3MPa、0.4MPa、0.5MPa、0.6MPa、0.7MPa或者0.1 MPa-0.7 MPa之间的任一值。

[0025] 在一个可选的实施方式中，所述加压浸出的氧分压小于等于0.6MPa，时间为2h-10h。

[0026] 可选的，所述加压浸出的氧分压可以为0.1MPa、0.2MPa、0.3MPa、0.4MPa、0.5MPa、0.6MPa或者小于等于0.6MPa之间的任一值，时间可以为2h、3h、4h、5h、6h、7h、8h、9h、10h或者2h-10h之间的任一值。

[0027] 在一个可选的实施方式中，所述磨细处理后，粒度小于等于74μm的矿石占所述矿浆中所有矿石的比例不小于50wt%。

[0028] 在一个可选的实施方式中，所述硫酸的用量为所述硫化镍精矿的10wt%-50wt%。

[0029] 可选的，所述硫酸的用量可以为所述硫化镍精矿的10wt%、20wt%、30wt%、40wt%、50wt%或者10wt%-50wt%之间的任一值。

[0030] 在一个可选的实施方式中，所述分散剂包括木质素磺酸钠、木质素磺酸钾、木质素磺酸钙中的一种或多种。

[0031] 在一个可选的实施方式中，所述分散剂的用量为所述硫化镍精矿的1.5wt%-3wt%。

[0032] 可选的，所述分散剂的用量可以为1.5wt%、2wt%、2.5wt%、3wt%或者所述硫化镍精矿的1.5wt%-3wt%之间的任一值。

[0033] 在一个可选的实施方式中，所述活化助浸剂包括氯化钠、氯化钾、硝酸钠、硝酸钾中的一种或多种。

[0034] 在一个可选的实施方式中，所述活化助浸剂的用量为所述硫化镍精矿的30wt%-150wt%。

[0035] 可选的，所述活化助浸剂的用量可以为所述硫化镍精矿的30wt%、40wt%、50wt%、60wt%、70wt%、80wt%、90wt%、100wt%、110wt%、120wt%、130wt%、140wt%、150wt%或者30wt%-150wt%之间的任一值。

[0036] 在一个可选的实施方式中，所述混合浆料的液固比为(3-10):1。

[0037] 可选的，所述混合浆料的液固比可以为3:1、4:1、5:1、6:1、7:1、8:1、9:1、10:1或者(3-10):1之间的任一值。

[0038] 在一个可选的实施方式中，所述复杂硫化镍矿中，以质量百分比计算，镍的含量为4%-20%，铁的含量为15%-50%，硫的含量为20%-40%。

[0039] 可选的，所述复杂硫化镍矿中，以质量百分比计算，镍的含量可以为4%、5%、6%、7%、8%、9%、10%、11%、12%、13%、14%、15%、16%、17%、18%、19%、20%或者4%-20%之间的任一值，铁的含量可以为15%、20%、25%、30%、35%、40%、45%、50%或者15%-50%之间的任一值，硫的含量可以为20%、25%、30%、35%、40%或者20%-40%之间的任一值。

[0040] 下面将结合具体实施例对本申请的实施方案进行详细描述，但是本领域技术人员将会理解，下列实施例仅用于说明本申请，而不应视为限制本申请的范围。实施例中未注明具体条件者，按照常规条件或制造商建议的条件进行。所用试剂或仪器未注明生产厂商者，

均为可以通过市售购买获得的常规产品。

[0041] 实施例1

如图1所示,本实施例提供一种复杂硫化镍矿低温活化加压浸出的方法,其具体工艺如下:

取某硫化镍精矿50 g(镍9.17%,铜1.94%,钴0.31%,铁44.03%,硫30.88%),经研磨后加水(500 mL)制成矿浆,90%的粒度小于74 μm 。加入1 g木质素磺酸钠、41 g氯化钠和18 g浓硫酸,得到混合浆料。将混匀的浆料放入加压釜中,通入氧气,并排出多余的空气,控制反应温度110 $^{\circ}\text{C}$ 、氧分压0.5 MPa,浸出时间6 h。浸出后,浸出渣含镍0.17%,钴0.007%,铜0.21%,铁29.99%,硫26.11%。镍浸出率97.29%,钴浸出率96.70%,铜浸出率84.16%,铁浸出率0.31%,硫酸根转化率7.85%。

[0042] 实施例2

本实施例提供一种复杂硫化镍矿低温活化加压浸出的方法,其具体工艺如下:

取某硫化镍精矿100 g(镍9.17%,铜1.94%,钴0.31%,铁44.03%,硫30.88%),经研磨后加水(400 mL)制成矿浆,90%的粒度小于74 μm 。加入1.5 g木质素磺酸钾、40 g氯化钾和32 g浓硫酸,得到混合浆料。将混匀的浆料放入加压釜中,通入氧气,并排出多余的空气,控制反应温度110 $^{\circ}\text{C}$ 、氧分压0.4 MPa,浸出时间5 h。浸出后,浸出渣含镍0.21%,钴0.009%,铜0.24%,铁31.18%,硫25.15%。镍浸出率96.81%,钴浸出率95.95%,铜浸出率82.76%,铁浸出率1.30%,硫酸根转化率5.28%。

[0043] 实施例3

本实施例提供一种复杂硫化镍矿低温活化加压浸出的方法,其具体工艺如下:

取某硫化镍精矿200 g(镍8.68%,铜2.27%,钴0.34%,铁42.37%,硫32.41%),加水(1000 mL)磨矿后得到矿浆,82%的粒度小于74 μm 。加入3.5 g木质素磺酸钠、80 g硝酸钾和60 g浓硫酸,得到混合浆料。将混匀的浆料放入加压釜中,通入氧气,并排出多余的空气,控制反应温度110 $^{\circ}\text{C}$ 、氧分压0.3 MPa,浸出时间7 h。浸出后,浸出渣含镍0.14%,钴0.007%,铜0.22%,铁29.48%,硫26.25%。镍浸出率97.70%,钴浸出率97.06%,铜浸出率86.18%,铁浸出率0.78%,硫酸根转化率6.39%。

[0044] 实施例4

本实施例提供一种复杂硫化镍矿低温活化加压浸出的方法,其具体工艺如下:

取某硫化镍精矿100 g(镍10.35%,铜2.44%,钴0.21%,铁37.28%,硫34.73%),经研磨后加水(600 mL)制成矿浆,99%的粒度小于74 μm 。加入2.5 g木质素磺酸钙、50 g硝酸钠和40 g浓硫酸,得到混合浆料。将混匀的浆料放入加压釜中,控制反应温度110 $^{\circ}\text{C}$ 、氧分压0.2 MPa,浸出时间6 h。浸出后,浸出渣含镍0.12%,钴0.005%,铜0.23%,铁26.94%,硫30.06%。镍浸出率98.46%,钴浸出率96.83%,铜浸出率87.46%,铁浸出率3.86%,硫酸根转化率2.62%。

[0045] 实施例5

本实施例提供一种复杂硫化镍矿低温活化加压浸出的方法,其具体工艺如下:

取某硫化镍精矿50 g(镍9.17%,铜1.94%,钴0.31%,铁44.03%,硫30.88%),经研磨后加水(300 mL)制成矿浆,90%的粒度小于74 μm 。加入1.5 g木制素磺酸钠、30 g氯化钠和16 g浓硫酸,得到混合浆料。将混匀的浆料放入加压釜中,控制反应温度110 $^{\circ}\text{C}$ 、氧分压0.4

MPa,浸出时间5 h。浸出后,浸出渣含镍0.23%,钴0.008%,铜0.21%,铁30.23%,硫25.24%。镍浸出率96.42%,钴浸出率96.32%,铜浸出率84.56%,铁浸出率2.07%,硫酸根转化率6.20%。

[0046] 实施例6

本实施例提供一种复杂硫化镍矿低温活化加压浸出的方法,其具体工艺如下:

取某硫化镍精矿150 g(镍11.42%,铜1.84%,钴0.46%,铁35.54%,硫36.23%),经研磨后加水(500 mL)制成矿浆,90%的粒度小于74 μm 。加入2 g木制素磺酸钠、20 g氯化钠、25 g氯化钾和45 g的98%浓硫酸,得到混合浆料。将混匀的浆料放入加压釜中,控制反应温度110 $^{\circ}\text{C}$ 、氧分压0.4 MPa,浸出时间4 h。浸出后,浸出渣含镍0.26%,钴0.012%,铜0.20%,铁22.39%,硫28.48%。镍浸出率96.56%,钴浸出率96.06%,铜浸出率83.57%,铁浸出率4.79%,硫酸根转化率4.06%。

[0047] 需要说明的是,浸出渣经水洗、选矿处理后,能有效分离硫和铁,促进硫和铁的回收利用。

[0048] 对比例1

取某硫化镍精矿50 g(镍9.17%,铜1.94%,钴0.31%,铁44.03%,硫30.88%),经研磨后加水(500 mL)制成矿浆,90%的粒度小于74 μm 。加入1 g木质素磺酸钠和18 g浓硫酸,得到混合浆料。将混匀的浆料放入加压釜中,通入氧气,并排出多余的空气,控制反应温度110 $^{\circ}\text{C}$ 、氧分压0.5 MPa,浸出时间6 h。浸出后,浸出渣含镍1.06%,钴0.04%,铜1.08%,铁34.2%,硫23.48%。镍浸出率88.6%,钴浸出率88.09%,铜浸出率44.31%,铁浸出率23.1%,硫酸根转化率30.26%。

[0049] 对比例2

取某硫化镍精矿50 g(镍9.17%,铜1.94%,钴0.31%,铁44.03%,硫30.88%),经研磨后加水(500 mL)制成矿浆,90%的粒度小于74 μm 。加入1 g木质素磺酸钠、41 g氯化钠和18 g浓硫酸,得到混合浆料。将混匀的浆料放入加压釜中,通入氧气,并排出多余的空气,控制反应温度130 $^{\circ}\text{C}$ 、氧分压0.5 MPa,浸出时间6 h。浸出后,浸出渣含镍0.12%,钴0.005%,铜0.27%,铁29.93%,硫15.66%。镍浸出率99.07%,钴浸出率98.88%,铜浸出率90.02%,铁浸出率51.74%,硫酸根转化率53.51%。

[0050] 由实施例1和对比例1对比可知,活化助浸剂的使用可以有效提高镍钴铜的浸出率,降低铁的浸出率和硫酸根转化率。由实施例1和对比例2对比可知,在本申请提供的方法中,高温反应对镍钴铜的浸出率提升有限,但是大幅提升了铁的浸出率和硫酸根转化率,不利于选择性浸出镍钴铜以及硫磺的回收。

[0051] 采用本申请提供的方法,操作简单易行,镍钴铜浸出率高,能有效分离镍钴铜和硫磺,铁浸出率小于5%、镍钴浸出率大于95%、铜浸出率大于80%;采用低温活化加压浸出的方式,浸出温度低、不超过115 $^{\circ}\text{C}$,氧分压不超过0.7MPa,控制精矿硫酸化比例处于较低水平。

[0052] 最后应说明的是:以上各实施例仅用以说明本申请的技术方案,而非对其限制;尽管参照前述各实施例对本申请进行了详细的说明,本领域的普通技术人员应当理解:其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分或者全部技术特征进行等同替换;而这些修改或者替换,并不使相应技术方案的本质的本质脱离本申请各实施例技术方案的范围。

[0053] 此外,本领域的技术人员能够理解,尽管在此的一些实施例包括其它实施例中

包括的某些特征而不是其它特征,但是不同实施例的特征的组合意味着处于本申请的范围之内并且形成不同的实施例。例如,在上面的权利要求书中,所要求保护的实施例的任意之一都可以以任意的组合方式来使用。公开于该背景技术部分的信息仅仅旨在加深对本申请的总体背景技术的理解,而不应当被视为承认或以任何形式暗示该信息构成已为本领域技术人员所公知的现有技术。

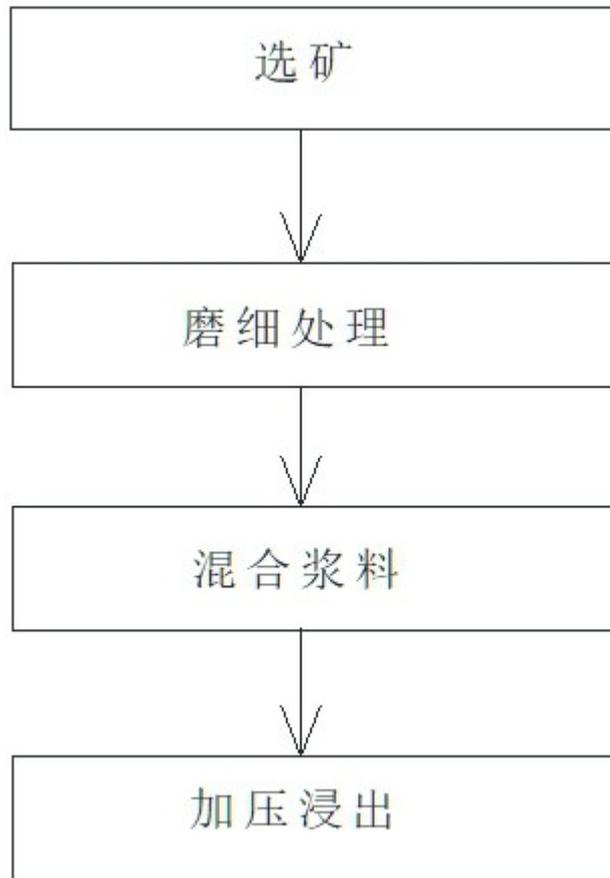


图1