



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113215398 A

(43) 申请公布日 2021.08.06

(21) 申请号 202110489660.0

(22) 申请日 2021.05.06

(71) 申请人 长沙有色冶金设计研究院有限公司

地址 410019 湖南省长沙市雨花区木莲东路299号

(72) 发明人 谭荣和 刘自亮 王恒辉 玉日泉

董晓伟 仝一喆 尹泽辉 何醒民

(74) 专利代理机构 长沙正奇专利事务所有限责

任公司 43113

代理人 胡凌云

(51) Int. Cl.

G22B 3/08 (2006.01)

G22B 15/00 (2006.01)

G22B 23/00 (2006.01)

权利要求书1页 说明书5页 附图2页

(54) 发明名称

一种硫化镍精矿的氧压浸出方法

(57) 摘要

本发明公开了一种硫化镍精矿的氧压浸出方法,将硫化镍精矿加水细磨,获得矿浆;再将所述矿浆和二段氧压浸出液混合,控制液固比为2-3:1,始酸浓度为40-50g/L,于第一高压釜内进行一段氧压浸出后,固液分离,获得一段氧压浸出液和一段氧压浸出渣;然后,将一段氧压浸出液送入第二高压釜,加入硫酸溶液,控制液固比为2-3:1,始酸浓度为90-100g/L,通入氧气,进行二段氧压浸出,然后固液分离,获得二段氧压浸出液和二段氧压浸出渣;将获得的二段氧压浸出液返回一段氧压浸出中。本发明为两段逆流氧压浸出硫化镍精矿,采用高温强氧一分步降酸一弱酸除铁的方法,达到高效浸出镍、铜、钴同时降酸除铁的目的。

1. 一种硫化镍精矿的氧压浸出方法,其特征在于,包括如下步骤:

S1、将硫化镍精矿加水细磨,获得矿浆;

其中,所述硫化镍精矿中,黄铜矿含量为10-14wt%,镍黄铁矿含量为17-21wt%,磁铁矿的含量为5-6wt%,磁黄铁矿的含量为16-18wt%,滑石的含量为8.5-10 wt %,闪石的含量为2.5-3.5wt%,绿泥石的含量为4-5wt%,蛇纹石的含量为25-30wt%,石英的含量为0-1wt%,黄铁矿的含量为1-3wt%,各组分的含量之和为100wt%;所述矿浆的固相物中,粒度小于20 μ m的矿粒占比 \geq 85wt%;

S2、将所述矿浆和二段氧压浸出液混合,控制液固比为2-3:1,始酸浓度为40-50g/L,于第一高压釜内进行一段氧压浸出后,固液分离,获得一段氧压浸出液和一段氧压浸出渣;

其中,一段氧压浸出期间,向高压釜内通入氧气,控制浸出温度为170-180 $^{\circ}$ C,压力为1.4-1.5Mpa,反应时间为1.5-2.0h;

S3、将一段氧压浸出渣送入第二高压釜,加入硫酸溶液,控制液固比为2-3:1,始酸浓度为90-100g/L,通入氧气,进行二段氧压浸出,然后固液分离,获得二段氧压浸出液和二段氧压浸出渣;

其中,二段氧压浸出期间,控制浸出温度为170-180 $^{\circ}$ C,压力为1.4-1.5Mpa,反应时间为2.0-2.5h;

S4、将S3获得的二段氧压浸出液返回S2中。

2. 根据权利要求1所述的硫化镍精矿的氧压浸出方法,其特征在于,所述硫化镍精矿中,黄铜矿含量为11-13wt%,镍黄铁矿含量为18-20wt%,磁铁矿的含量为5-5.5wt%,磁黄铁矿的含量为17-17.5wt%,滑石的含量为9-9.5wt%,闪石的含量为3-3.3wt%,绿泥石的含量为4.2-4.8wt%,蛇纹石的含量为26-29wt%,石英的含量为0.2-0.8wt%,黄铁矿的含量为1.5-2.5wt%,各组分的含量之和为100wt%。

3. 根据权利要求1所述的硫化镍精矿的氧压浸出方法,其特征在于,所述矿浆的固相物中,粒度小于20 μ m的矿粒占比 \geq 90wt%。

4. 根据权利要求1所述的硫化镍精矿的氧压浸出方法,其特征在于,S2中,将所述矿浆和二段氧压浸出液混合,控制液固比为2-2.5:1,始酸浓度为42-48g/L,于第一高压釜内进行一段氧压浸出后,固液分离,获得一段氧压浸出液和一段氧压浸出渣。

5. 根据权利要求1所述的硫化镍精矿的氧压浸出方法,其特征在于,S3中,将一段氧压浸出渣送入第二高压釜,加入硫酸溶液,控制液固比为2-2.5:1,始酸浓度为92-96g/L,通入氧气,进行二段氧压浸出,然后固液分离,获得二段氧压浸出液和二段氧压浸出渣。

6. 根据权利要求1-5任一项所述的硫化镍精矿的氧压浸出方法,其特征在于,氧气的浓度不低于99vol%。

一种硫化镍精矿的氧压浸出方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种硫化镍精矿的氧压浸出方法,属于湿法冶金技术领域。

背景技术

[0002] 镍具有耐腐蚀、耐高温、高强度等优良性能,是生产各种高温高强度合金及结构钢的主要添加剂,广泛应用于冶金、化工、机械制造等领域。镍冶炼原料主要有硫化矿和氧化矿(镍红土矿)两大类,冶炼分为火法和湿法,现以火法为主。随着镍资源的贫化及日益严格的环保要求,镍湿法冶炼也得到快速发展。镍湿法冶炼的原料主要分为硫化镍精矿(镍黄铁矿)、火法镍冶炼产物(高镍硫)及冶炼中间产物,如镍钴硫化物、镍冶炼渣(转炉渣)、合金及低品位杂料等。目前,工业生产以处理镍硫为主,镍湿法冶炼中加压浸出占有重要地位,加压浸出分为酸性加压浸出和氨性加压浸出,以酸性加压浸出为主。目前,加压浸出的技术难题是:为了提高硫化镍精矿中镍、铜、钴的浸出率,需要提高浸出温度和压力,而带来的问题是因为高的氧分压及高温条件下,硫大部分氧化为硫酸进入溶液,同时大量铁也被浸出进入溶液,使得浸出液中酸及铁含量高,后续需中和除铁过程,而产出的中和渣将带走溶液中镍、铜、钴金属的损失。针对以上加压浸出的技术难题,本发明研究了一种氧压浸出硫化镍精矿回收镍铜钴同时降酸除铁的方法。

发明内容

[0003] 针对现有技术的不足,本发明的目的在于提供一种硫化镍精矿的浸出方法,以在实现镍、铜、钴浸出回收的同时,降酸除铁。

[0004] 本申请采用的技术方案如下:

[0005] 一种硫化镍精矿的氧压浸出方法,包括如下步骤:

[0006] S1、将硫化镍精矿加水细磨,获得矿浆;

[0007] 其中,所述硫化镍精矿中,黄铜矿含量为10-14wt%,镍黄铁矿含量为17-21wt%,磁铁矿的含量为5-6wt%,磁黄铁矿的含量为16-18wt%,滑石的含量为8.5-10wt%,闪石的含量为2.5-3.5wt%,绿泥石的含量为4-5wt%,蛇纹石的含量为25-30wt%,石英的含量为0-1wt%,黄铁矿的含量为1-3wt%,各组分的含量之和为100wt%;所述矿浆的固相物中,粒度小于20 μ m的矿粒占比 \geq 85wt%;

[0008] S2、将所述矿浆和二段氧压浸出液混合,控制液固比为2-3:1,始酸浓度为40-50g/L,于第一高压釜内进行一段氧压浸出后,固液分离,获得一段氧压浸出液和一段氧压浸出渣;

[0009] 其中,一段氧压浸出期间,向高压釜内通入氧气,控制浸出温度为170-180 $^{\circ}$ C,压力为1.4-1.5Mpa,反应时间为1.5-2.0h;

[0010] S3、将一段氧压浸出渣送入第二高压釜,加入硫酸溶液,控制液固比为2-3:1,始酸浓度为90-100g/L,通入氧气,进行二段氧压浸出,然后固液分离,获得二段氧压浸出液和二段氧压浸出渣;

[0011] 其中,二段氧压浸出期间,控制浸出温度为170-180℃,压力为1.4-1.5Mpa,反应时间为2.0-2.5h;

[0012] S4、将S3获得的二段氧压浸出液返回S2中。

[0013] 本申请中,液固比是指液体体积(mL)与固体质量(g)的比值。如400mL:200g,则液固比为2:1。

[0014] 进一步地,所述硫化镍精矿中,黄铜矿含量为11-13wt%,镍黄铁矿含量为18-20wt%,磁铁矿的含量为5-5.5wt%,磁黄铁矿的含量为17-17.5wt%,滑石的含量为9-9.5wt%,闪石的含量为3-3.3wt%,绿泥石的含量为4.2-4.8wt%,蛇纹石的含量为26-29wt%,石英的含量为0.2-0.8wt%,黄铁矿的含量为1.5-2.5wt%,各组分的含量之和为100wt%。

[0015] 进一步地,所述矿浆的固相物中,粒度小于20 μ m的矿粒占比 \geq 90wt%。

[0016] 进一步地,S2中,将所述矿浆和二段氧压浸出液混合,控制液固比为2-2.5:1,始酸浓度为42-48g/L,于第一高压釜内进行一段氧压浸出后,固液分离,获得一段氧压浸出液和一段氧压浸出渣。

[0017] 进一步地,S3中,将一段氧压浸出渣送入第二高压釜,加入硫酸溶液,控制液固比为2-2.5:1,始酸浓度为92-96g/L,通入氧气,进行二段氧压浸出,然后固液分离,获得二段氧压浸出液和二段氧压浸出渣。

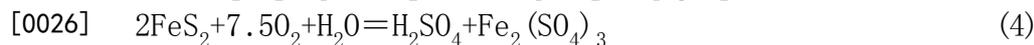
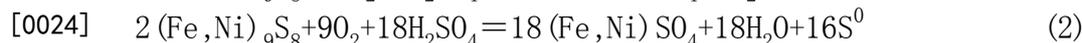
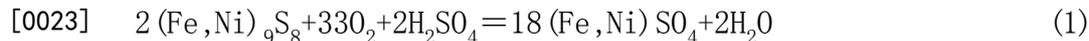
[0018] 进一步地,氧气的浓度不低于99vol%。

[0019] 进一步地,一段氧压浸出液依次经净化、萃取、结晶、电积后,分别生产硫酸镍、硫酸钴及电积铜。二段氧压浸出渣水洗后可堆存。

[0020] 进一步地,所述一段氧压浸出液中,酸浓度为1-4g/L,铁浓度为1-4g/L。

[0021] 本发明的主要反应原理如下:

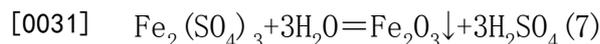
[0022] 在加压浸出中,镍、铜、钴、铁进入浸出液中:



[0028] 在高温、强氧化条件下,元素硫大部分氧化成硫酸。



[0030] 在高温、高压条件下,由蛇纹石($\text{Mg}_6[\text{Si}_4\text{O}_{10}](\text{OH})_8$)、滑石($(\text{Mg}_6)[\text{Si}_8]\text{O}_{20}(\text{OH})_4$)、绿泥石($(\text{Fe}, \text{Mg})_3(\text{Fe}, \text{Fe})_3[\text{AlSi}_3\text{O}_{10}](\text{OH})_3$)等脉石成分中的 OH^- 消耗多余的硫酸,使得溶液呈弱酸性;在高温高压及弱酸性条件下, Fe^{3+} 形成赤铁矿进入浸出渣中。



[0032] 本发明的有益效果:

[0033] (1) 在高温高压,即强氧化条件下,精矿中90%以上的硫氧化为硫酸,一段氧压浸出用于浸出镍、铜、钴的酸不多,多余的酸被脉石消耗,即一段镍、铜、钴浸出率低,约40~50%。

[0034] (2) 采用一段氧压浸出降酸除铁,控制始酸40~50g/L,主要利用精矿中的大量脉

石成分消耗多余的硫酸,形成弱酸性溶液,在高温、高压、弱酸性条件下,使溶液中铁以赤铁矿进入浸出渣中,一段氧压浸出液含酸、铁均在3g/L左右。可直接送后续净化工序,不需要中和除铁过程,减少了中和渣带走的金属损失。

[0035] (3) 采用二段氧压浸出高效浸出镍、铜、钴,控制始酸90~100g/L,在“三高”即高温、高压、高酸条件下,镍、铜、钴的总浸出率均大于97%。

[0036] 本发明为两段逆流氧压浸出硫化镍精矿,采用高温强氧—分步降酸—弱酸除铁的方法,达到高效浸出镍、铜、钴同时降酸除铁的目的。

附图说明

[0037] 图1是本发明的一种硫化镍精矿的氧压浸出方法的流程图。

[0038] 图2是实施例2中硫化镍精矿的XRD图谱。

[0039] 图3是实施例2中二段氧压浸出渣的XRD图谱。

具体实施方式

[0040] 以下将结合实施例来详细说明本发明。需要说明的是,在不冲突的情况下,本发明中的实施例及实施例中的特征可以相互组合。若无特别说明,下述百分数均指质量百分数。

[0041] 实施例1:

[0042] 取200g硫化镍精矿(含镍7.73%,铜4.52%,钴0.27%,铁24.74%,硫16.53%),加水磨矿至90%的粒度小于20 μm 。将细磨后的矿浆加入二段氧压浸出液,控制液固比2.5:1,始酸48g/L,送入高压釜进行一段氧压浸出,同时通入浓度为99vol%的氧气,控制温度180 $^{\circ}\text{C}$,压力1.5Mpa,反应时间2.0h,产出一段氧压浸出液500mL(含镍33.16g/L,铜19.33g/L,钴1.15g/L,铁2.58g/L,硫酸2.2g/L)。将产出的一段氧压浸出渣加入二段高压釜,加入硫酸溶液,控制液固比2.5:1,始酸95g/L,同时通入浓度为99vol%的氧气,控制温度180 $^{\circ}\text{C}$,压力1.5Mpa,反应时间3.0h,进行二段氧压浸出,产出二段氧压浸出渣146.2g(含镍0.09%、铜0.11%、钴0.0067%,铁33.60%,硫1.67%),两段氧压浸出总浸出率镍99.15%,铜98.22%,钴98.19%,铁0.72%,硫氧化率92.61%。

[0043] 实施例2:

[0044] 取200g硫化镍精矿(其各元素含量及物相组成情况分别参见表1和表2,其XRD图谱参见图2),加水磨矿至90%的粒度小于20 μm 。将细磨后的矿浆加入二段氧压浸出液,控制液固比2.5:1,始酸45g/L,送入高压釜进行一段氧压浸出,同时通入浓度为99vol%的氧气,控制温度175 $^{\circ}\text{C}$,压力1.5Mpa,反应时间2.0h,产出一段氧压浸出液500mL(含镍29.43g/L,铜15.98g/L,钴1.07g/L,铁2.65g/L,硫酸2.0g/L)。将产出的一段氧压浸出渣加入二段高压釜,加入硫酸溶液,控制液固比2.5:1,始酸95g/L,同时通入浓度为99vol%的氧气,控制温度175 $^{\circ}\text{C}$,压力1.5Mpa,反应时间3.0h,进行二段氧压浸出,产出二段氧压浸出渣149.64g(其元素含量及物相组成情况分别参见表3和表4,其XRD图谱参见图3),两段氧压浸出总浸出率镍98.28%,铜97.43%,钴99.67%,铁0.69%,硫氧化率90.86%。

[0045] 表1硫化镍精矿元素分析,单位%

[0046]

Ni	Cu	Zn	Co	Fe	S	Si	Mg	Mn	Ti	Ca	Al	Cr
----	----	----	----	----	---	----	----	----	----	----	----	----

[0047]	6.95	3.78	0.04	0.25	22.15	15.14	10.35	9.51	0.04	0.17	0.54	0.67	0.06
--------	------	------	------	------	-------	-------	-------	------	------	------	------	------	------

[0048] 表2硫化镍精矿物相组成,单位%

[0049]	黄铜矿	镍黄铁矿	磁铁矿	磁黄铁矿	滑石	闪石	绿泥石	蛇纹石	石英	黄铁矿
	11.9	18.9	5.3	17.1	9.3	3.1	4.6	27.4	0.4	2.0

[0050] 表3二段氧压浸出渣元素分析,单位%

[0051]	Ni	Cu	Co	Fe	总S
	0.16	0.13	0.011	29.40	1.85

[0052] 表4二段氧压浸出渣物相组成,单位%

[0053]	赤铁矿	磁铁矿	蛇纹石	闪石	滑石	铁矾	石英	硬石膏	其它(含非晶)
	42.4	5.6	2.4	3.2	12.9	4.7	0.2	2.0	26.6

[0054] 浸出前后,硫化镍精矿和二段氧压浸出渣中元素及物相变化情况分别如表5和表6所示。

[0055] 表5浸出前后元素变化,单位%

[0056]		Ni	Cu	Zn	Co	Fe	S	Si	Mg	Mn	Ti	Ca	Al	Cr
	硫化镍精矿	6.95	3.78	0.04	0.25	22.15	15.14	10.35	9.51	0.04	0.17	0.54	0.67	0.06
	二段氧压浸出渣	0.16	0.13	/	0.011	29.40	1.85	/	/	/	/	/	/	/

[0057] 备注:/表示没有检测

[0058] 表6浸出前后物相变化,单位%

[0059]		黄铜矿	镍黄铁矿	磁铁矿	磁黄铁矿	滑石	闪石	绿泥石	蛇纹石	石英	黄铁矿	赤铁矿	铁矾	硬石膏	其它(含非晶)
	硫化镍精矿	11.9	18.9	5.3	17.1	9.3	3.1	4.6	27.4	0.4	2.0	/	/	/	/
	二段氧压浸出渣	/	/	5.6	/	12.9	3.2	/	2.4	0.2	/	42.4	4.7	2.0	16.6

[0060] 备注:/表示未检出

[0061] 由表6可知,浸出后,二段氧压浸出渣中赤铁矿含量达42.4%,镍黄铁矿、磁黄铁矿、黄铁矿均未检出;而硫化镍精矿中赤铁矿未检出,硫化镍精矿中的铁主要转化成了赤铁矿。

[0062] 精矿中90%以上的硫氧化为硫酸,原料中的蛇纹石、绿泥石等物相含量大幅降低,利用上述脉石成分中和了多余的硫酸,形成了赤铁矿沉铁的条件,浸出渣中铁主要以赤铁矿形式存在。同时,精矿中的脉石也中和了赤铁矿沉铁过程中释放出的酸,从而降低了终酸。

[0063] 在浸出过程中,虽然有部分镁等杂质离子进入溶液,但由于产出的一段氧压浸出

液送后续净化—萃取—结晶—电积工序,避免了杂质离子对系统的影响。

[0064] 上述实施例阐明的内容应当理解为这些实施例仅用于更清楚地说明本发明,而并不用于限制本发明的范围,在阅读了本发明之后,本领域技术人员对本发明的各种等价形式的修改均落入本申请所附权利要求所限定的范围。

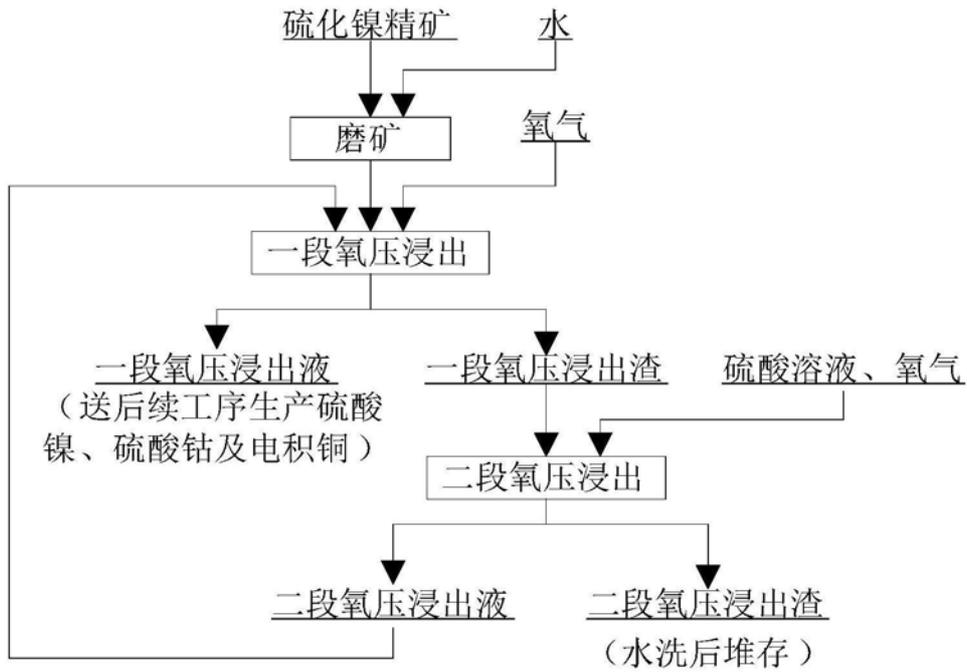


图1

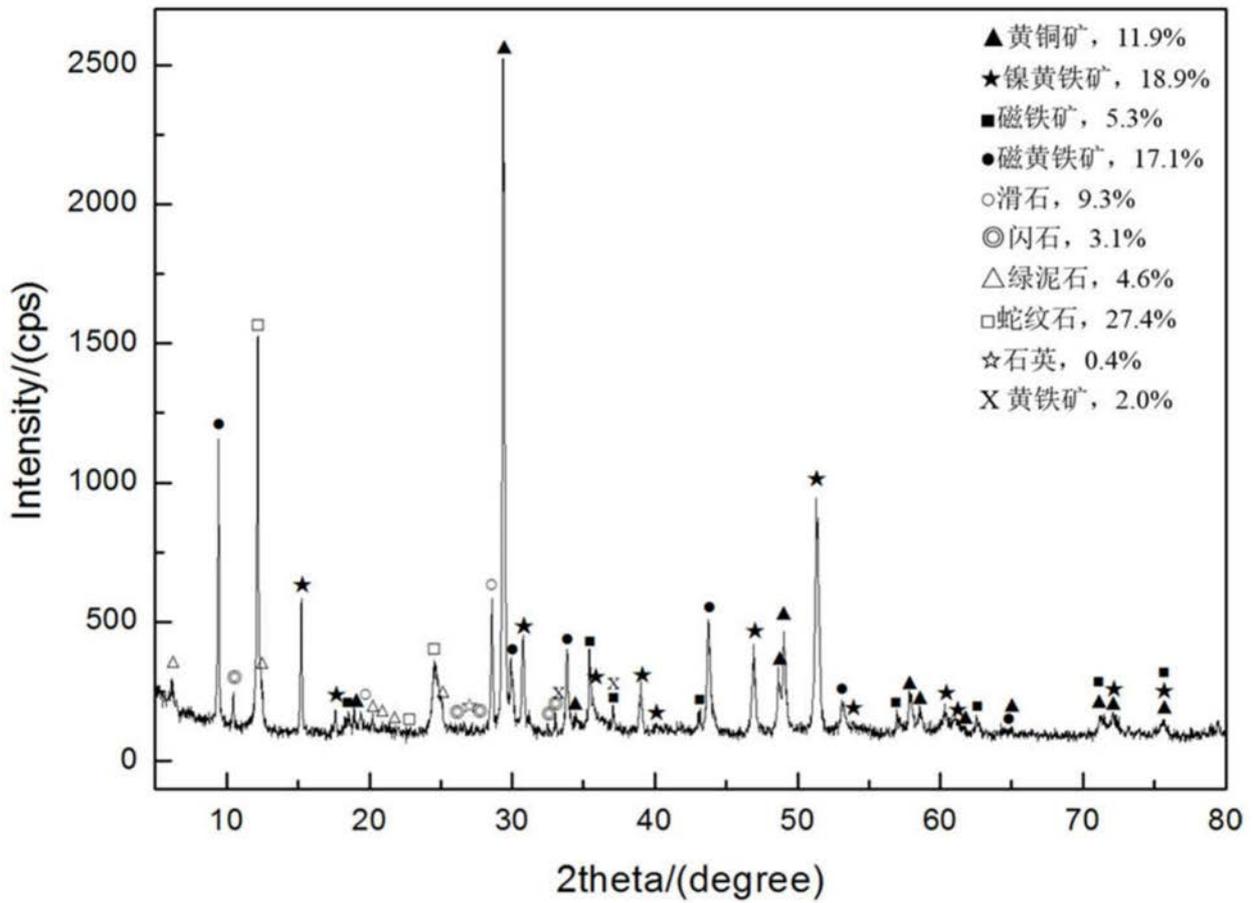


图2

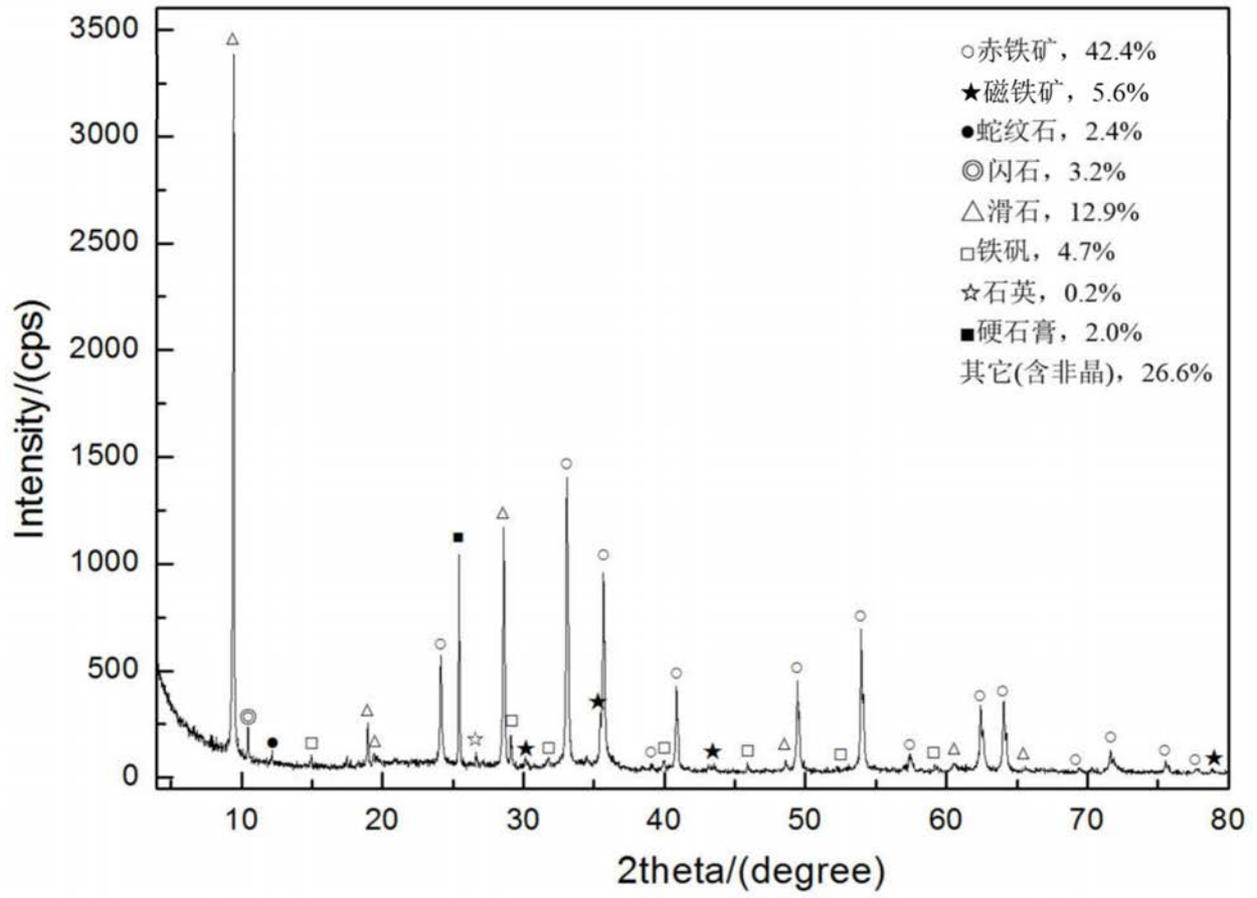


图3