

УДК 669.243/25

**ИССЛЕДОВАНИЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ НИКЕЛЯ  
ИЗ РАСТВОРОВ ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ ОКИСЛЕННЫХ НИКЕЛЕВЫХ РУД  
НА ОСНОВЕ ОСАЖДЕНИЯ ГИДРАТОВ**

**А. М. Ключников**

*Научно-исследовательский и проектный институт обогащения и механической  
обработки полезных ископаемых “Уралмеханобр”,  
E-mail: kl-anton-mih@yandex.ru, ул. Хохрякова, 87, 620144, г. Екатеринбург, Россия*

Исследован процесс концентрирования никеля из бедных растворов при выщелачивании окисленных никелевых руд. Предложена принципиальная технологическая схема переработки данных растворов, включающая гидролитическую очистку от примесей железа и алюминия и осаждение концентрата никеля жженой магнезией. Получен концентрат с содержанием никеля 26–28 % при извлечении из раствора 95–97 %. Решены вопросы очистки растворов от примесей и их оборотного использования.

*Окисленные никелевые руды, выщелачивание, осаждение, гидроксид никеля, известь, жженная магнезия*

Сырьем для получения никеля служат окисленные и сульфидные медно-никелевые руды, вторсырье и морские конкреции. В настоящее время окисленным никелевым рудам (ОНР) как перспективному источнику никеля уделяется большое внимание. В частности, на Урале сосредоточены большие запасы данного сырья, отличающегося непостоянством состава, рыхлым строением, малой прочностью. Руды характеризуются низким содержанием никеля (0.7–1.2 %) [1, 2]. Для их переработки в основном применяют пирометаллургические способы. Расплавление руды требует около половины всех материальных затрат, в связи с чем при вовлечении в отработку бедных руд рентабельность пирометаллургического способа резко снижается [1, 2]. Выход может быть найден при полной или частичной замене пирометаллургических процессов на гидрометаллургические. Такие преимущества гидрометаллургии как низкая энергоемкость, простое технологическое оборудование, доступность серной кислоты могут сыграть решающую роль в дальнейшем развитии производства никеля на Урале. В [3–6] показана возможность проведения выщелачивания никеля из окисленных никелевых руд при атмосферном давлении как в вариантах чанового, так и кучного выщелачивания. Для концентрирования никеля из серноокислых растворов применяют методы экстракции и сорбции [7–9]. Для экстракции никеля используют Суапех 301 (бис (2,4,4-триметилпентил) дитиофосфиновая кислота) и экстрагенты на основе карбоновых кислот [7, 8].

Технология, предполагающая осадительные операции, характеризуется меньшими капитальными затратами, чем технологии, включающие экстракционное и сорбционное концентрирование [1]. Кроме того, присутствие большого содержания сульфатов значительно снижает ем-

кость экстрагентов и сорбентов по никелю, что еще больше ухудшает экономические показатели [1]. В данной работе выбран наиболее простой и дешевый вариант переработки продуктивных растворов выщелачивания ОНР: очистка растворов от примесей железа и алюминия известью и последующее осаждение концентрата гидроокиси никеля щелочным реагентом.

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Отработка предложенной схемы выполнялась на представительной пробе продуктивного раствора, полученной на пилотной установке кучного выщелачивания руд Точильногорского месторождения (Свердловская обл.). Раствор объединял пробы продуктивных растворов, периодически выводимых с установки кучного выщелачивания, осуществляемого до момента извлечения никеля из руды (74 %). Основные компоненты раствора, г/л: Ni — 1.564, Fe — 8.18, Al — 0.83, Mg — 13.3, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> — 5.0. Такой состав является типичным для процессов сернокислотного выщелачивания большинства руд уральских месторождений [7, 8]. Содержание никеля в исходной руде составляло 0.81 %.

Выполнялся поиск оптимальных режимов для обеих стадий осаждения (значение pH, продолжительность и температура процесса), обеспечивающих получение концентрата высокого качества при приемлемых показателях извлечения никеля в концентрат. Исходя из этих соображений раствор после выщелачивания нейтрализовывали суспензией 20 % CaO при различных температурах до значений pH 2.5–6.5. В каждом случае фиксировали продолжительность установления pH. Температуру процесса варьировали при каждом значении pH в интервале 6–80 °C. Полученные нейтрализованные пульпы подвергали фильтрации. Кек промывали водой при объемном соотношении промывной воды к маточной влаге осадка 3 : 1. Фильтрат и маточный раствор промывки объединялись, после чего проводился химический анализ элементов в объединенном растворе. На основании анализов раствора рассчитывалось извлечение элементов с осадком. Результаты экспериментов представлены на рис. 1, 2.

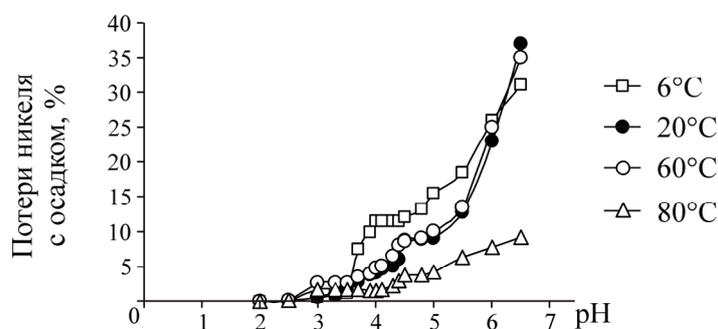


Рис. 1. Зависимость извлечения никеля в осадок от pH на операции очистки от железа и алюминия при различных температурах процесса

Видно, что рост температуры приводит к резкому сокращению остаточного содержания примесей железа в растворе. В частности, при повышенных температурах полнота очистки от железа обеспечивается при pH 3.0, в то время как достижение аналогичных показателей при низких температурах требует повышения значения pH до 4.0–4.5. При этом начало осаждения железа наблюдается уже при pH 2.8–3.0 даже в условиях низких температур процесса.

Потери никеля с осадком, напротив, значительно уменьшаются с повышением температуры процесса. Очевидно, что минимизировать потери можно при условии проведения процесса осаждения железа и алюминия при pH 3.0–3.5. В данной области pH для всех значений температур потери никеля практически не изменяются в зависимости от pH, не превышая 5 %.

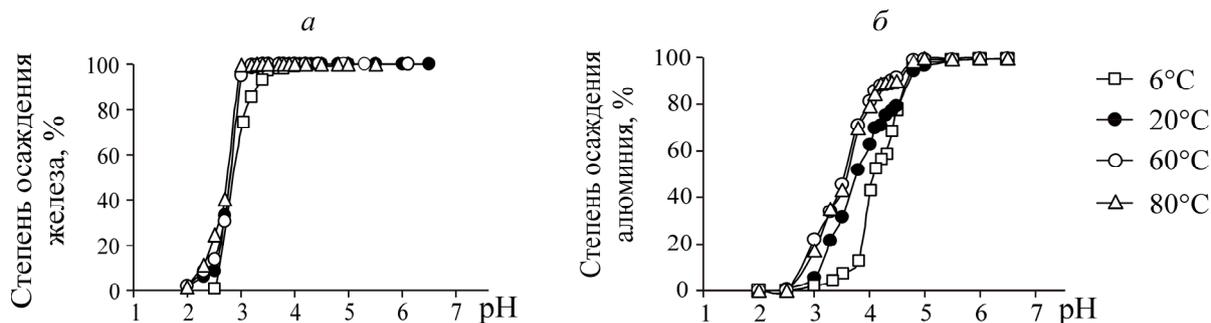


Рис. 2. Зависимость степени осаждения железа (а) и алюминия (б) от рН на операции очистки от железа и алюминия при различных температурах процесса

В то же время при температуре процесса 80 °С потери никеля с осадком стабилизируются в более широком интервале рН, составляющем 3.0–4.0, достигая не более 1–2 %. Выполнение процедуры при высоких температурах (60–80 °С) приводит к сокращению времени взаимодействия с 2.5–2.8 до 1 ч и позволяет снизить расход осадителя на 13–18 % в условиях достижения равновесного значения рН. Все это подтверждает целесообразность максимального повышения температуры процесса осаждения гидратов железа и алюминия. При этом очевидна необходимость ограничения интервала рН данной операции на уровне 3.0–4.5. Расход извести составляет для таких условий не более 105–107 % от стехиометрического.

Изучение процессов осаждения никелевого концентрата проводилось из фильтратов, полученных после осаждения железа и алюминия в области значений рН 3.0–4.5. Температура операции осаждения железа и алюминия варьировала в интервале 20–80 °С. Далее пробы растворов с операции очистки от железа и алюминия подвергались нейтрализации при различных значениях рН и температуры для выявления оптимальных условий осаждения никелевого концентрата. Температура осаждения никелевого концентрата изменялась в интервале 20–60 °С, значения рН операции осаждения гидроокиси никеля — в интервале 7.0–8.5.

Определенные трудности представлял выбор осадителя для операции получения никелевого концентрата. Очевидно, что применение традиционных реагентов (гидроокись натрия) невозможно, так как приводит к накоплению в схеме солей натрия, вывод которых из технологических вод чрезвычайно затруднен. Выбор был остановлен на суспензии жженой магнезии. Это обуславливалось тем, что в схеме изначально должен быть предусмотрен узел очистки растворов от примесей магния ввиду его высокого содержания в продуктивных растворах. Дополнительный ввод магния в растворы с суспензией оксида магния не внесет изменений в схему очистки раствора. Предполагается, что осаждение концентрата происходит по реакции



Результаты изучения процессов осаждения никелевого концентрата из растворов, очищенных от железа и алюминия, представлены в табл. 1. Для осаждения использовалась магнезия с содержанием MgO 95 %, крупностью 100 % – 71 мкм (ОАО “Магнезит”, г. Сатка Челябинской обл.). Выявлено, что при проведении операции осаждения концентрата при 20 °С добиться достаточной полноты извлечения никеля в концентрат (свыше 90 %) можно только в узком интервале рН 8.5–8.7, соответствующем большому избытку осадителя. Данный интервал технологически неприемлем в условиях действующего производства. Кроме того, полученный концентрат оказался сравнительно бедным по никелю, содержание его составило 12–15 %. Таким образом, от идеи проведения осаждения при низких температурах пришлось отказаться. Повышение рН более 8.7 нецелесообразно, так как способствует выпадению в осадок гидроксида марганца, что в свою очередь резко ухудшает качество концентрата.

ТАБЛИЦА 1. Показатели операции осаждения товарного концентрата при температуре 60 °С в зависимости от температуры (20 и 80 °С) и рН операции очистки от железа и алюминия, мас. %

рН операции осаждения	Извлечение никеля в концентрат / содержание никеля в концентрате			
	рН операции предварительного осаждения			
	3.0	3.5	4.0	4.5
	При 20 °С			
7.0	Не осаждается	57.85/17.30	84.05/29.27	83.13/22.89
7.5	66.13/16.21	97.24/19.14	97.07/29.06	94.79/22.06
8.0	82.51/15.72	98.87/18.39	98.53/20.23	98.65/22.23
8.5	96.63/13.55	98.96/17.42	99.39/18.61	99.18/20.42
При 80 °С				
7.0	60.12/28.10	63.19/29.10	84.66/31.50	84.11/26.81
7.5	66.16/28.41	97.54/28.90	97.54/30.82	94.36/25.10
8.0	86.81/26.11	99.05/26.41	99.08/28.51	98.77/21.20
8.5	97.24/25.04	99.38/26.15	99.69/27.82	99.51/20.51

Как следует из табл. 1, осаждение концентрата при повышенной температуре (60 °С) протекает более эффективно, с достижением лучших показателей качества концентрата и полноты осаждения никеля. При этом продолжительность реакции изменяется незначительно — с 2.5 ч при 20 °С до 2 ч при 60 °С, что может свидетельствовать о кинетических трудностях твердофазного взаимодействия. В то же время в условиях высоких температур можно стабилизировать процесс в более широких интервалах значений рН обеих стадий осаждения.

При получении концентрата из растворов после очистки от железа и алюминия, проведенной при 60–80 °С, можно стабильно получать концентрат, содержащий не менее 26 % никеля. Сквозное извлечение никеля из продуктивного раствора в концентрат будет колебаться от 95 до 97 % (при осаждении железа и алюминия в области рН 3.5–4.0, а никеля — при рН 8.0–8.5). Расход магнезии в данном режиме составляет около 120 % от стехиометрического по реакции (1).

Как следует из табл. 1, проведение обеих стадий осаждения при максимально высокой температуре позволяет достичь наибольших показателей качества концентрата и извлечения никеля. Это можно объяснить обеспечением более высокой полноты осаждения алюминия на первой стадии в условиях повышенной температуры пульпы. Маточные растворы после выделения никеля далее направляются на осаждение магния. Как показано в [6, 9], вывод магния из растворов целесообразно осуществлять осаждением гидроокиси магния известью.

Для определения оптимальных параметров данного процесса проводились эксперименты по осаждению магния из маточных растворов никелевой очистки при различных значениях рН и температурах. Эксперимент выполнялся по методике, описанной выше.

После процессов осаждения пульпы подвергались фильтрации и фильтрат анализировался на содержание магния. Согласно результатам, представленным в табл. 2, температура слабо влияет на извлечение магния в осадок. Продолжительность реакции при разных температурах примерно одинакова и находится в интервале 1.9–2.1 ч.

Приемлемая степень очистки от магния достигается в интервале рН 10–11. Дальнейшее повышение рН (до 11.5) нецелесообразно, так как приводит к росту расхода осадителя на 25–30 % при незначительном повышении извлечения магния. Расход извести для оптимального режима не превышает 105 % от стехиометрии реакции



ТАБЛИЦА 2. Результаты осаждения магния из фильтрата осаждения никелевого концентрата, г/л

Температура процесса, °С	Содержание магния в фильтрате магниевой очистки				
	рН операции осаждения магния				
	9.5	10.0	10.5	11.0	11.5
20	2.21	0.752	0.566	0.457	0.258
60	2.05	0.671	0.488	0.435	0.240

На основании изученных закономерностей рекомендована принципиальная технологическая схема переработки сернокислых растворов после выщелачивания окисленных никелевых руд (рис. 3).

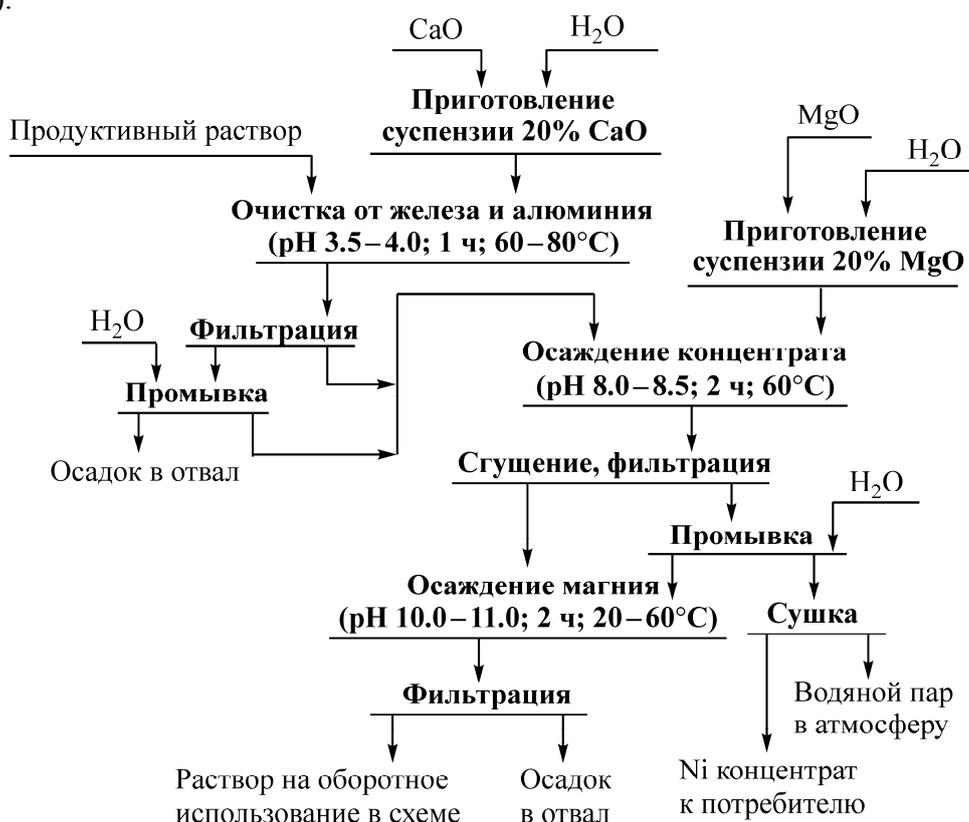


Рис. 3. Технологическая схема переработки растворов после выщелачивания окисленных никелевых руд уральских месторождений

Получаемые после осаждения примесей железа, алюминия и магния отвальные кеки следует объединять и направлять на складирование в качестве отвального продукта. Отфильтрованный отвальный кек после усреднения характеризуется следующим составом, %: Ni — 0.01–0.015; Fe — 4–5; Al — 0.5–0.7; Mn — 0.2–0.4; Mg — 9–12; Ca — 20–25; SO<sub>4</sub> — 45–50. Примерный выход отвального кек в расчете на сухое составляет 100 кг/кг извлеченного никеля, что связано с низкой селективностью процесса выщелачивания, протекающего при активном растворении вмещающих пород.

Продуктивные растворы выщелачивания целесообразно получать по технологии кучного выщелачивания, которая состоит в следующем. Осуществляется дробление руды до крупности – 100 мм, укладка штабеля на гидроизоляционное пленочное основание, сооружение дренажных систем. Более мелкое дробление нежелательно, поскольку приводит к повышению содержания в руде класса – 1 мм до 25 % и выше, что резко ухудшает фильтруемость кислого рас-

твора через штабель. Руда орошается раствором с концентрацией серной кислоты 80–100 кг/м<sup>3</sup>. Цикл орошения составляет 90–120 сут. Извлечение никеля в раствор достигает 70–75 %. Продуктивные растворы отстаиваются от взвесей, усредняются в приемном прудке, откуда откачиваются на переработку.

Общая схема кучного выщелачивания и переработки продуктивных растворов характеризуется следующими удельными расходами основных реагентов никеля в концентрате, кг/кг: H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> — 50; CaO — 28; MgO — 0.95. Данная технология по технико-экономическим показателям может составить конкуренцию традиционным пирометаллургическим схемам [2].

#### ВЫВОДЫ

Разработана технологическая схема переработки растворов сернокислотного выщелачивания окисленных никелевых руд, предполагающая сернокислотное выщелачивание, гидролитическую очистку продуктивного раствора от примесей железа и алюминия, осаждение товарного концентрата гидрата никеля, очистку оборотных растворов от примесей магния и марганца.

Реализация данного процесса позволяет добиться получения концентрата с содержанием никеля 26–28 % при сквозном извлечении никеля из продуктивного раствора в концентрат 95–97 % (при содержании никеля в исходной руде 0.81 %).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Резник И. Д., Ермаков Г. П., Шнеерсон Я. М. Никель. — Т. 2. — М.: Наука и технологии, 2001. — 468 с.
2. Резник И. Д., Ермаков Г. П., Тарасов А. В. Основные направления развития технологии переработки окисленных никелевых руд // Цв. металлы. — 2003. — № 3. — С. 22–27.
3. Аленичев В. М., Уманский А. Б., Ключников А. М. Физико-химические особенности процесса кучного выщелачивания окисленных никелевых руд Урала с использованием растворов серной кислоты // Вестн. ВГУ. Сер.: Химия. Биология. Фармация. — 2013. — № 2. — С. 9–14.
4. Stopic S., Friedrich B., Fuchs R. Sulphuric acid leaching of the Serbian nickel lateritic ore, *Erzmetall*, 2003, Vol. 56, No. 4. — P. 204–209.
5. Luo W., Feng Q., Zhang G., and Chen Y. Kinetics of saprolitic laterite leaching by sulphuric acid at atmospheric pressure, *Minerals Engineering*, 2010, Vol. 23. — P. 458–462.
6. McDonald R. G., Whittington B. I. Atmospheric acid leaching of nickel laterites review. Part I. Sulphuric acid technologies, *Hydrometallurgy*, 2008, Vol. 91. — P. 35–55.
7. Mihaylov I. Solvent extractants for nickel and cobalt: new opportunities in aqueous processing, *JOM*, 2003, Vol. 55, No. 7. — P. 38–42.
8. Флейтлик И. Ю., Пашков Г. Л., Григорьева Н. А., Никифорова Л. К. Экстракция кобальта и никеля из растворов выщелачивания окисленных никелевых руд // Цв. металлы. — 2007. — № 6. — С. 41–43.
9. Ключников А. М., Мусаев В. В., Орлов С. Л., Уманский А. Б. Применение сорбционной технологии для переработки пульпы от выщелачивания никелевых руд Уральского региона // Цв. металлы. — 2013. — № 1. — С. 39–43.

*Поступила в редакцию 11/IX 2016*