

从某高镁铁贫红土镍矿中酸浸富集镍试验*

王宇斌¹, 彭祥玉¹, 张小波¹, 李帅¹, 卫亚儒²

(1. 西安建筑科技大学 材料与矿业学院, 陕西 西安 710055, 2. 西北有色地质勘查局 陕西 西安 710054)

摘要:某难选贫氧化镍矿中铁和氧化镁含量较高, 镍品位仅为 0.71%, 物理方法难以选别。研究采用碎磨—酸浸—净化—硫化沉镍—碳化沉镁的工艺, 考察了矿石粒度、浸出时间、浸出剂用量、浸出温度以及液固比等因素对镍浸出率的影响。结果表明: 在矿石粒度为 -0.35 mm 占 60%, 浸出时间为 2 h, 硫酸 + 盐酸的用量为 50 + 200 g/L, 浸出温度为 70 °C, 液固比为 4 : 1 的最佳条件下, 镍的浸出率达到 87.29%。研究结果对该类矿石中镍的回收有一定的参考意义。

关键词:红土镍矿; 高镁; 联合酸浸; 富集

中图分类号: TF111.31; TD954 **文献标识码:** B **文章编号:** 1001-0076(2015)04-0043-05

DOI: 10.13779/j.cnki.issn1001-0076.2015.04.009

Concentration of Nickel from a High Magnesium Iron Lean Nickel Laterite Ore by Acid Leaching

WANG Yubin¹, PENG Xiangyu¹, ZHANG Xiaobo¹, LI Shuai¹, WEI Yaru²

(1. College of Materials and Mineral resources, Xi'an University of Architecture and Technology, Xi'an 710055, Shaanxi, China; 2. Northwest Nonferrous Geological Exploration Bureau, Xi'an 710054, Shaanxi, China)

Abstract: The contents of iron and magnesium in a refractory depleted nickel oxide ore are high, while the content of nickel is only 0.71%, so it is difficult to separate the ore by physical methods. The effects of experimental conditions such as ore particle size, leaching time, leaching agent dosage, leaching temperature and liquid - solid ratio on nickel leaching rate were investigated with comminution - acid leaching - purification - nickel sulfide precipitation - magnesium carbide precipitation process. Under the condition of ore particle size -0.35 mm of 60%, leaching time 2 h, the amount of sulfuric acid and hydrochloric of 50 + 200 g/L, leaching temperature 70 °C, liquid - solid ratio of 4 : 1, the leaching rate was 87.29%. The research result has some reference value on this kind of ore in recovery of nickel.

Key words: nickel laterite; high magnesium; combined acid leaching; cumulation

镍作为一种重要的战略金属,具有良好的机械强度、延展性和化学稳定性,在国民经济发展中具有极其重要的地位^[1]。近年来,镍在钢铁工业、军事、特殊合金、医疗卫生等方面的应用与开发尤其引人

注目^[2,3]。目前世界上镍产量的 60% ~ 65% 是来源于硫化镍矿,其余则来源于氧化镍矿^[4]。由于世界可供开发的硫化矿资源逐渐衰竭,而红土镍矿资源丰富,因此开发利用红土镍矿具有重要的现实意

* 收稿日期: 2015-07-16

基金项目: 陕西省科技厅项目(2014SJ-04)

作者简介: 王宇斌(1972-),男,汉,河南偃师人,博士,副教授,主要从事矿物综合利用研究。

通讯作者: 彭祥玉(1992-),女,汉,新疆,硕士研究生,主要从事矿物综合利用研究。

义^[5-8]。高镁高铁红土镍矿的高效利用一直是研究热点和难点,常见的单一硫酸浸出工艺简单易行、能耗低、投资费用少、操作条件易于控制等优点,但也存在液固分离困难、镍浸出率低、浸出液处理困难等缺点,而单一盐酸浸出工艺也存在铁消耗量大,浸出液净化工序困难以及操作环境差等缺点^[9-11]。鉴于此,研究采用硫酸与盐酸联合浸出工艺,对某高铁镁氧化镍矿进行了系统的浸出试验,以为该类矿石的高效利用提供依据。

1 矿石性质

为确定矿石中的主要有价元素种类及含量,研究对试样进行了化学多元素分析和原矿镍物相分析,结果见表1、表2。

表1 原矿多元素分析结果 /%

元素	Ni	Ca	Pb	Zn	SiO ₂	Al ₂ O ₃	As
含量	0.71	0.011	0.027	0.023	38.10	0.55	0.019
元素	S	TFe	K ₂ O	Na ₂ O	CaO	MgO	Mn
含量	0.061	6.08	0.093	0.031	4.71	32.04	0.16

表2 原矿镍物相分析结果 /%

相别	硫化镍中镍	硫酸镍中镍	硅酸镍中镍	总镍
含量	0.015	0.014	0.68	0.709
占有率	2.12	1.97	95.15	100.00

由表1可知,样品中主要元素有Ni、MgO、CaO、Fe、SiO₂、Al₂O₃等元素,其中镍含量为0.71%,铁含量为6.08%,氧化镁含量为32.04%。因此,研究主要对矿石中的镍元素进行回收。由表2可知,原矿中镍的赋存状态主要是氧化矿,其中氧化镍(硫酸镍和硅酸镍)占98%左右,结合岩矿鉴定结果可知,镍主要赋存在镍蛇纹石中。原矿中矿物种类比较复杂,主要矿物为磁铁矿、铬铁矿、镍蛇纹石、镁橄榄石、透闪石和铁白云石。由于原矿中镍蛇纹石为镍的主要载体矿物,且大部分镍蛇纹石呈轻微绿泥石化,而硅酸镍矿物采用物理选矿方法难于富集,因此试验采用化学选矿方法处理。

2 试验研究

2.1 工艺流程的确定

由于该矿中氧化镁含量较大,研究采用硫酸化焙烧镍浸出工艺和直接酸浸镍工艺进行了探索对比

试验,结果表明,采用硫酸化焙烧水浸工艺,镍的浸出率仅为32.14%。结合矿物中含镍不高,并含有氧化铁及氧化镁的特点,试验采用如图1所示的技术路线,如图2所示的流程综合回收镍。

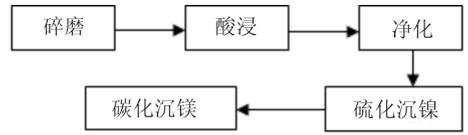


图1 技术路线图

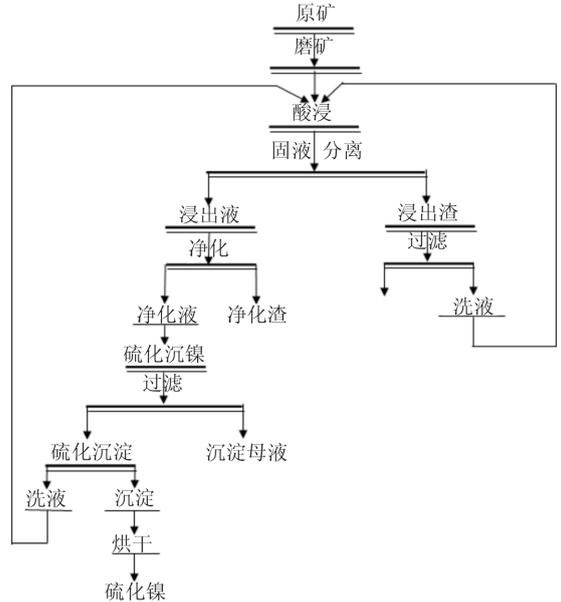


图2 酸浸氧化镍试验原则流程

2.2 浸出条件试验

研究分别考察了酸的种类、酸的用量、料料粒度、浸出时间、浸出温度、液固比工艺因素对镍的浸出率的影响。

2.2.1 酸的种类试验

试验条件:原料粒度为-2 mm占60%,浸出温度为70℃,浸出时间为2 h,浸出液固比为3:1,考察不同酸的种类对镍浸出率的影响,试验结果如表3所示。

表3 酸的种类试验结果

酸的种类	酸的用量/(g·L ⁻¹)	镍的浸出率/%
硫酸	200	74.76
盐酸	200	75.00
硫酸+盐酸	50+150	81.37

由表3可知,盐酸比硫酸浸出效果好,盐酸为浸出剂时镍的浸出率为75%,而采用硫酸+盐酸联合用药浸出工艺可使镍的浸出率达到81.37%。由于硫酸腐蚀性较大,而盐酸易挥发导致其消耗量增大,两者联合浸出既能保证镍的浸出效果,又可改善操作环境,因此研究采用硫酸+盐酸联合浸出的工艺。

2.2.2 试料粒度试验

试验条件为:浸出温度为70℃,浸出时间为2h,液固比为3:1,浸出剂硫酸+盐酸用量为50+150g/L,试料粒度为变量,试验结果如图3所示。

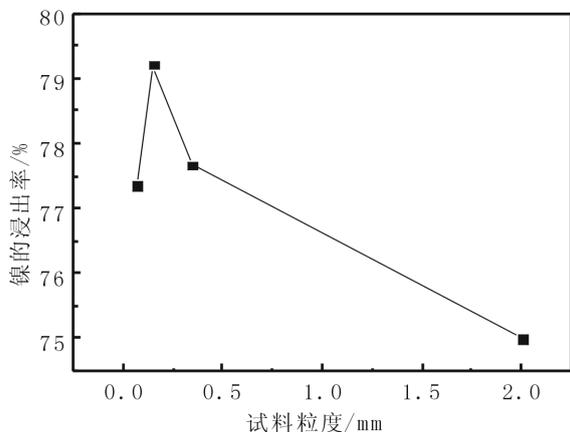


图3 试料粒度对镍浸出率的影响

由图3可知,随着试料粒度的减小,镍的浸出率先增加后减小,当试料粒度为-0.149mm含量为60%时,镍的浸出率可达79.21%。试料粒度进一步减小为-0.074mm含量60%时,镍的浸出率又随之减小。根据反应动力学相关理论,浸出反应的发生,是由于溶液中反应物分子与固体反应剂相碰撞引起的,两者相碰的机率与固体比表面积成正比,因此,反应物初始粒度越细,浸出率就越高^[12]。当试料粒度为-0.074mm时,镍的浸出率减小原因在于镍的嵌布粒度较细,原矿中含有铁元素,可以嵌布在其他矿相中,暴露于反应界面的铁的物相就越多。综合考虑磨矿成本及抑制铁的浸出,试验均采用粒度为-0.35mm的矿粉。

2.2.3 浸出时间试验

试验条件为:浸出温度为70℃,试料粒度为-0.35mm占60%,液固比为3:1,浸出剂硫酸+盐酸用量为50+150g/L,浸出时间为变量,试验结果如图4所示。

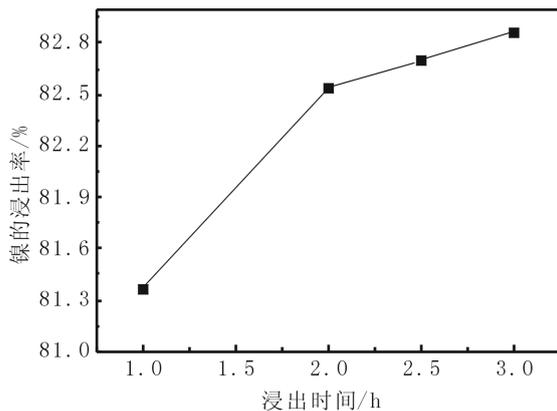


图4 浸出时间对镍浸出率的影响

由图4可知,镍的浸出率随着浸出时间的延长增大并逐渐稳定。当浸出时间为1h时,镍的浸出率为81.37%,当浸出时间延长至2h时,镍的浸出率增大到82.54%,原因在于矿粉的粒度较小而比表面积较大,和溶液中酸的接触充分,浸出速率较快,反应可在较短的时间内达到平衡,而继续延长时至3h,镍的浸出率变化不大。因此选择最佳浸出时间为2h。

2.2.4 酸用量试验

试验条件为:浸出温度为70℃,试料粒度为-0.35mm占60%,液固比为3:1,浸出时间为2h,浸出剂硫酸用量为50g/L,浸出盐酸用量为变量,试验结果如图5所示。

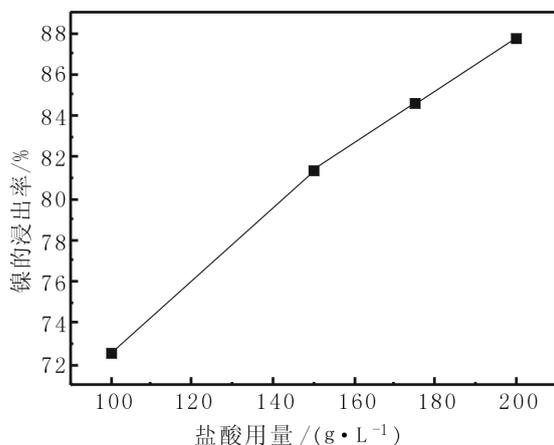


图5 盐酸用量对镍浸出率的影响

如图5所示,镍的浸出率随盐酸用量的增加而增加,当盐酸用量从100g/L增加到200g/L时,镍的浸出率从72.54%增加到87.75%。盐酸不仅可以浸出低品位红土镍矿中有价金属,还可以用于维

持溶液的 pH 值,防止镍、钴、锰、铁、镁的水解,同时又可以提供氯离子与金属离子络合,增大金属离子在溶液中的溶解度。因此,初始酸浓度的增加,可以增加低品位红土镍矿中金属元素的溶解浸出。因此选取最佳盐酸用量为 200 g/L。

2.2.5 浸出温度试验

试验条件为:试料粒度为 -0.35 mm 占 60%,液固比为 3:1,浸出时间为 2 h,浸出硫酸 + 盐酸用量为 50 + 200 g/L,浸出温度为变量,试验结果如图 6 所示。

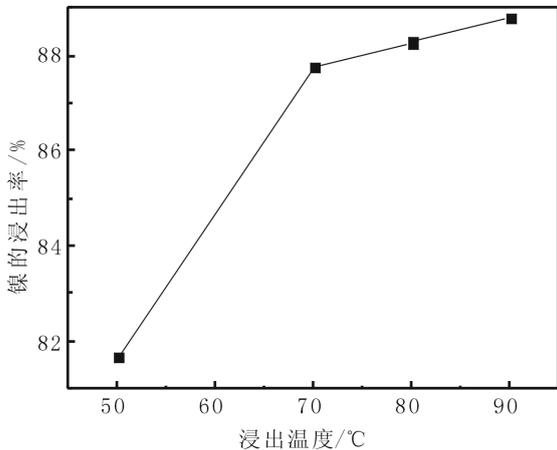


图 6 浸出温度对镍浸出率的影响

由图 6 可知:镍的浸出率随温度的升高而增大,当浸出温度由 50 °C 升高到 90 °C 时,镍的浸出率由 81.66% 增大到 88.80%,原因在于随着浸出温度的升高,溶液中分子的运动速度及浸出反应的速率都会增加。当温度继续增加到 90°C 后,镍的浸出率变化不大。综合考虑生产环境及成本,选取最佳浸出温度为 70 °C。

2.2.6 液固比试验

试验条件为:试料粒度为 -0.35 mm 占 60%,浸出时间为 2 h,浸出硫酸 + 盐酸用量为 50 + 200 g/L,浸出温度为 70 °C,液固比为变量,试验结果如图 7 所示。

由图 7 可知:镍的浸出率随液固比的增大而升高,随着液固比增大,镍的浸出率逐渐增加。当浸出液的液固比为 3:1 时,镍的浸出率为 87.75%,当浸出液液固比增大到 4:1 时,镍的浸出率为 93.95%,液固比进一步提高到 5:1 时,镍的浸出率变化不大为 94.31%。固液比的增大增加了酸的总量,因此

在一定反应时间内浸出率有所增加。但此时氧化镁的浸出率会有所降低,为了减少溶液体积,降低后续的浸出液净化的成本,试验采用最佳液固比为 4:1。

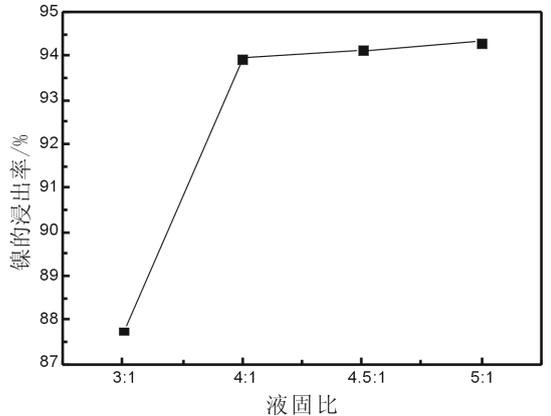


图 7 液固比对镍浸出率的影响

2.3 浸出溶液净化试验

浸出溶液净化试验采用氧化中和水解法除铁,试验条件为:净化温度为 70 °C,净化时间为 0.5 h,浸出液中镍的含量为 1.10%,铁的含量为 8.33%,终点溶液 pH 值为变量,试验结果如表 4 所示。

表 4 除铁 pH 试验结果

pH 值	净化渣成分/%	
	Ni	Fe
3.5	0.16	39.61
4.5	0.34	40.02
5.5	0.99	21.90

浸出镍镁以离子状态进入浸出溶液中,同时少量杂质也被浸出进入溶液,主要杂质是铁和二氧化硅。因为有二价铁离子存在,所以得先氧化后采用中和水解法除铁,同时除去二氧化硅。如表 4 所示,随着 pH 值的增大,净化渣中的镍含量逐渐增加,故 pH 值选取 3.5。

2.4 硫化沉淀镍试验

由于镍与镁对硫亲和力的差异,镍对硫的亲合力较大,镍与硫化剂作用生成硫化镍进入固相;镁对硫的亲合力比镍小,难与硫化剂作用仍留在溶液中。试验条件为:沉淀温度为 70 °C,沉淀时间为 0.5 h,净化液成分中镍为 1.09 g/L,溶液 pH 值为变量,试验结果如表 5 所示。

表5 硫化沉淀溶液 pH 值试验结果 /%

溶液 pH 值	3.5~4.0	4.5~5.0	5.0~5.5
镍的含量	18.69	19.42	15.56
氧化镁含量	0.53	0.36	0.32

如表5所示,pH值在4.5~5.0时,硫化沉淀镍的含量最高为19.42%,硫化沉淀的氧化镁含量为0.36%。

3 结论

(1)该镍矿镁铁含量较高,镍主要以镍蛇纹石的形式存在,属难选氧化镍矿,采用硫酸和盐酸联合酸浸的方法可有效回红土镍矿中的镍。

(2)联合酸浸的最佳条件为矿石浸出粒度为0.35 mm占60%,浸出时间2 h,硫酸+盐酸的用量为50+200 g/L,浸出温度为70℃,液固比为4:1,在此条件下,镍的浸出率可达87.29%。研究对提高国内氧化镍矿的利用率具有一定的参考意义。

参考文献:

[1] 赵昌明,翟玉春.从红土镍矿中回收镍的工艺研究进展[J].材料导报,2009,23(6):73-76.

- [2] 朱景和.世界镍红土矿资源开发与利用技术分析[J].世界有色金属,2007(10):7.
- [3] 刘岩,翟玉春,王虹.镍生产工艺研究进展[J].材料导报,2006,20(3):79.
- [4] 符芳铭,胡启阳,李新海,等.稀盐酸溶液还原浸出红土镍矿的研究[J].矿冶工程,2009,29(4):74-76.
- [5] Moskalyk R R, Alfantazi A M. Nickel laterite processing and electrowinning practice [J]. Minerals Engineering, 2002,15(20):593.
- [6] 张友平,周渝生,李肇毅,等.红土矿资源特点和火法冶金工艺分析[J].铁合金,2007(6):18.
- [7] 畅永锋,翟秀静,符岩,等.还原焙烧红土矿的硫酸浸出动力学[J].分子科学学报,2004,23(4):191.
- [8] 张守卫,谢曙斌,徐爱东.镍的资源、生产及消费状况[J].世界有色金属,2003(11):9.
- [9] 罗仙平,龚恩民.酸浸法从含镍蛇纹石中提取镍的研究[J].有色金属(冶炼部分),2006(4):28-30,42.
- [10] 符芳铭,胡启阳,李新海,等.稀盐酸溶液还原浸出红土镍矿的研究[J].矿冶工程,2009,29(4):74-76,84.
- [11] 及亚娜,孙体昌,蒋曼.红土镍矿提镍工艺进展[J].矿产保护与利用,2011(2):43-49.
- [12] 李金辉.氯盐体系提取红土矿中镍钴的工艺及基础研究[D].湖南:中南大学,2010:37-40.

《非金属矿》2016年度征订启事

《非金属矿》杂志(国际标准大16开),1978年创刊,国内外公开发行人,全国中文核心期刊、全国性建材技术期刊。主要报道国内外非金属矿以及建材原料矿产等开发利用、制品、选矿深加工、采矿以及当前行业管理、设备研制、市场等方面的有关论文、科技成果、生产经验、综合评述等;辟有试验研究、开发应用、选矿与深加工、采矿、各地非金属矿、环保工程、设备仪器、摩擦摩擦材料、国内外信息及动态等专栏。

《非金属矿》刊发的论文为美国SCI和CA、日本《科技文献速报》、俄罗斯《文摘》等国际知名检索刊物收录,海外发行包括美、英、日、俄、德、芬等国及港台地区。

为方便用户与生产厂家,本刊辟有牵线搭桥专栏,并承接国内外广告业务。欢迎利用,欢迎刊登广告。读者可据此获得有关技术转让与咨询、仪器设备以及非金属矿产品等信息。

本刊主要面向非金属矿及有关的生产、设计、科研、机关、院校、基建、地质勘探及乡镇企业等单位,读者对象主要为科技人员、领导干部、院校师生和企业管理工作。

本刊为双月刊,邮发代号28-84。凡单位或个人均可直接向当地邮局订阅。如邮局订阅不便,亦可向本刊编辑部订购。每册10.00元(含邮资2.00元),全年定价60.00元(含邮资12.00元)。

编辑部地址:苏州市三香路999号,邮编:215004。电话:(0512)68272696 68701080。传真:(0512)68272696。网址:<http://www.szjfsk.com>;E-mail:szjfsk@163.com。开户银行:工商银行苏州新区支行;帐号:1102021119000613247;开户名称:苏州非金属矿工业设计研究院有限公司。

《非金属矿》编辑部