



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104630505 A

(43) 申请公布日 2015. 05. 20

(21) 申请号 201410845829. 1

C01B 33/12(2006. 01)

(22) 申请日 2014. 12. 31

(71) 申请人 金川集团股份有限公司

地址 737103 甘肃省金昌市金川路 98 号

(72) 发明人 刘玉强 杨志强 王少华 陈学安

沙滨 惠语 王纪华 李芬霞

朱慧 唐金

(74) 专利代理机构 甘肃省知识产权事务中心

62100

代理人 张景玲

(51) Int. Cl.

G22B 23/00(2006. 01)

G22B 3/08(2006. 01)

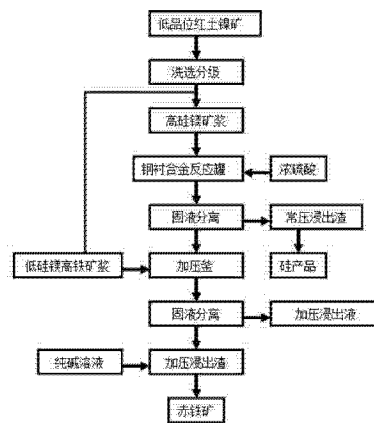
权利要求书2页 说明书13页 附图1页

(54) 发明名称

一种通过联合浸出工艺从低品位红土镍矿中回收镍、钴、铁和硅的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种通过联合浸出工艺从低品位红土镍矿中回收镍、钴、铁和硅的方法,对低品位红土镍矿洗选分级得到高硅镁矿浆和低硅镁高铁矿浆;向钢衬合金反应罐中加入高硅镁矿浆和浓硫酸;对反应物料进行水溶后固液分离和滤渣洗涤得到常压浸出渣、常压浸出液和洗涤液;用洗涤液和低硅镁高铁矿浆制成低硅镁高铁矿浆,将低硅镁高铁矿浆和常压浸出液加入加压釜加压浸出,常压浸出液中的 Fe<sup>3+</sup>水解释放出酸浸出低硅镁高铁矿;降低温度固液分离,得到加压浸出渣和加压浸出液;对加压浸出液去除杂质后回收镍和/或钴;对加压浸出渣用纯碱溶液洗涤后烘干得到铁精粉;对常压浸出渣经处理得到二氧化硅和细砂。本发明镍钴浸出率高、酸耗量小,铁和部分硅能有效回收。



1. 一种通过联合浸出工艺从低品位红土镍矿中回收镍、钴、铁和硅的方法,其特征在于:包括以下步骤:

(a) 对低品位红土镍矿洗选分级得到高硅镁矿和低硅镁高铁矿,在高硅镁矿中加水制得高硅镁矿浆;

(b) 向钢衬合金反应罐中加入高硅镁矿浆和浓硫酸,发生反应以溶解可溶性非铁金属和可溶性铁;

(c) 对反应物料进行水溶后固液分离和滤渣洗涤得到常压浸出渣(A)、常压浸出液(B)和洗涤液(E);

(d) 用洗涤液(E)和低硅镁高铁矿制成低硅镁高铁矿浆,将低硅镁高铁矿浆和常压浸出液(B)加入加压釜中,在压力为 2.0MPa-3.2Mpa、温度为 195℃ -240℃ 的条件下加压浸出 0.5-1.0 小时,常压浸出液(B)中的  $Fe^{3+}$  水解为赤铁矿沉淀并释放出酸再浸出低硅镁高铁矿;

(e) 降低温度低于 80℃ 后进行固液分离,得到加压浸出渣(C)和加压浸出液(D);

(f) 对加压浸出液(D)去除非镍钴杂质后通过即有方法回收镍和/或钴;

(g) 对加压浸出渣(C)用纯碱溶液洗涤后烘干得到铁精粉;

(h) 对常压浸出渣(A)经筛分处理得到二氧化硅和细砂。

2. 根据权利要求 1 所述的一种通过联合浸出工艺从低品位红土镍矿中回收镍、钴、铁和硅的方法,其特征在于:所述步骤(a)中高硅镁矿的粒度为 +80 目,低硅镁高铁矿的粒度为 -80 目。

3. 根据权利要求 1 所述的一种通过联合浸出工艺从低品位红土镍矿中回收镍、钴、铁和硅的方法,其特征在于:所述步骤(a)中高硅镁矿与水的质量比为 1:1.2-1:1。

4. 根据权利要求 1 所述的一种通过联合浸出工艺从低品位红土镍矿中回收镍、钴、铁和硅的方法,其特征在于:所述步骤(b)中高硅镁矿浆和浓硫酸的质量比为 2:1-2.2:1,反应时间为 1-12 分钟。

5. 根据权利要求 1 所述的一种通过联合浸出工艺从低品位红土镍矿中回收镍、钴、铁和硅的方法,其特征在于:所述步骤(c)中水溶时反应物料与水的质量比为 1:1-1:0.8。

6. 根据权利要求 1 所述的一种通过联合浸出工艺从低品位红土镍矿中回收镍、钴、铁和硅的方法,其特征在于:所述步骤(d)中洗涤液(E)和低硅镁高铁矿制成低硅镁高铁矿浆时的配比为 2ml:1g。

7. 根据权利要求 1 所述的一种通过联合浸出工艺从低品位红土镍矿中回收镍、钴、铁和硅的方法,其特征在于:所述步骤(d)中在低硅镁高铁矿浆中加入常压浸出液(B)使得反应物料最终 pH 值为 0.5-1.5。

8. 根据权利要求 1 所述的一种通过联合浸出工艺从低品位红土镍矿中回收镍、钴、铁和硅的方法,其特征在于:所述步骤(g)中纯碱溶液的质量分数为 10%,烘干温度为 120℃ -150℃。

9. 根据权利要求 1 所述的一种通过联合浸出工艺从低品位红土镍矿中回收镍、钴、铁和硅的方法,其特征在于:所述步骤(c)中常压浸出渣(A)为硅渣,其二氧化硅含量为 65%-90%。

10. 根据权利要求 1 所述的一种通过联合浸出工艺从低品位红土镍矿中回收镍、钴、铁

和硅的方法,其特征在于:所述步骤(e)中得到加压浸出渣(C)为赤铁矿渣,其中铁含量为58%-65%。

## 一种通过联合浸出工艺从低品位红土镍矿中回收镍、钴、铁和硅的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及低品位红土镍矿的湿法冶金工艺技术领域,具体涉及一种通过联合浸出工艺从低品位红土镍矿中回收镍、钴、铁和硅的方法。

### 背景技术

[0002] 红土矿是由含镍橄榄岩在热带或亚热带地区经过大规模长期风化淋滤变质而成的氧化镍矿,由于存在地理位置、气候条件以及风化程度的差异,世界各地的红土矿类型不完全相同。风化过程一般产生层状沉积,其中在表面附近存在着完全的或最彻底的风化产物,随着深度增加渐变为程度较轻的风化产物,并最后在某个更深的深度处终止为未风化的岩石。高度风化层通常将其含有的大部分镍细微分布在细碎的针铁矿颗粒中。该层通常称为褐铁矿,它一般含有高比例的铁和低比例的硅和镁。风化较轻的层所含的镍一般更多地包含于各种硅酸镁矿物中,例如蛇纹石。不完全风化带中可能有很多其他含有镍的硅酸盐矿物。部分风化的高含镁带通常称为腐泥土或硅镁镍矿。它一般含有低比例的铁和高比例的硅和镁。在一些矿床中还有另一种通常处于褐铁矿和腐泥土之间的主要含有绿脱石粘土的带,称为过渡矿。“低品位红土矿”是指没有腐泥土矿的红土矿,也就是由褐铁矿和过渡矿组成的红土矿。通常情况下,褐铁矿为红土镍矿的主要组成部分,占红土矿总量的65%-75%;腐泥土占15%-25%;过渡矿占10%。从红土镍矿中回收镍、钴的困难之处在于,在进行化学处理分离金属有用成分(如镍和钴)之前通常不能通过物理方式充分富集镍的有用成分,即无法用选矿的技术进行富集,这使得红土镍矿的处理成本很高。并且由于褐铁矿和腐泥土矿中不同的矿物和化学组成,这些矿石通常不适于使用同一处理技术进行处理。几十年来一直在寻找降低处理红土镍矿的成本的方法。

[0003] 目前红土镍矿的处理工艺通常可分为火法工艺和湿法工艺两大类。火法冶金工艺适合处理腐泥土矿。该工艺通常只能生产镍铁,不能回收钴,其应用受到限制。湿法冶金工艺适合处理褐铁矿。湿法冶金技术包括高压酸浸和还原焙烧-氨浸以及近年来出现的如常压酸浸、堆浸工艺等。堆浸技术浸出率较低,只适用于处理高镁含量的红土矿;还原焙烧-氨浸工艺由于能耗较高,工艺流程长而较少被采用;常压酸浸技术操作简单,不需使用昂贵的高压釜,但要使矿物完全溶解则所需酸耗量较大,且浸出液中含有各种金属离子,使后续浸化分离工序变得复杂。高压酸浸(HPAL)工艺使用硫酸在高温(250℃)和高压(50MPa)下浸出红土镍矿。在高温、高压条件下,矿石中的金属矿物几乎完全溶解。溶解的铁在所采用的高温下迅速水解为赤铁矿( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )沉淀,镍、钴等留在溶液中,在冷却之后含铁和硅的浸出残渣通过在一系列洗涤浓缩,即所谓的逆流倾析洗涤(CCD)回路中浓缩而从含镍、钴的溶液中分离。因此达到了浸出工艺的主要目的——将镍与铁分离。

[0004] 高压酸浸出(HPAL)工艺的优点是:镍、钴浸出率高;反应速度快、反应时间短;铁在酸浸过程中理论上不消耗硫酸且水解产物为赤铁矿( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )沉淀。但高压酸浸出(HPAL)工艺的缺点也很突出:首先是它需要复杂的高温、高压的高压釜以及相关的设备,其安装与

维护都很昂贵；二是高压酸浸 (HPAL) 工艺消耗的硫酸比按化学计量溶解矿石中的非铁金属成分所需的硫酸更多。因为在高压酸浸条件下多数由硫酸提供的硫酸根离子连接形成硫酸氢根离子 ( $\text{HSO}_4^-$ )。也就是说硫酸在高压酸浸条件下只离解释放出一个质子 ( $\text{H}^+$ )。在浸出液冷却及中和时,硫酸氢根离子分解成硫酸根 ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) 和另一个质子。因此后一个质子 (酸) 没有充分用于浸出,并导致过量的硫酸在后续处理是必须要进行中和而消耗中和剂；三是 HPAL 工艺只限于处理主要为褐铁矿类的原料,因为腐泥土的存在会导致硫酸消耗量的大量增加。这是由于腐泥土中镁的镁含量较高所引起的；四是 HPAL 工艺在运行过程中高压釜容易结垢,需定期停产清理,开工率低；五是浸出渣量大,而且是硅和铁的混合渣,不能经济有效的开发利用。

[0005] 美国专利 No. 4,097,575 描述了对 HPAL 工艺的改进,包括在所述高压釜中发生褐铁矿的高压浸出,高压浸出的排放物用在约  $820^\circ\text{C}$  以下焙烧的、与硫酸的反应活性更强的腐泥土矿焙烧砂中和过量的酸,在这一中和过程中腐泥土矿中含有的镍大量溶解。这一工艺的优点是它更好地利用褐铁矿加压浸出过程中添加的硫酸,减少了用于处理高压釜排放液体的石灰石或其他昂贵的中和试剂的消耗,并且获得了红土镍矿体中的褐铁矿成分和腐泥土成分进行处理的能力。但这一工艺仍需要使用昂贵的高压釜用于褐铁矿的浸出,而且需要对腐泥土矿进行焙烧处理,该处理工艺在资金投入和操作成本上都是很昂贵的。

[0006] 美国专利 No. 6,379,636 B2 描述了对美国专利 No. 4,097,575 中描述的工艺的进一步改进,去除了腐泥土焙烧步骤,并将腐泥土原矿用于中和高压釜排放溶液中过量的酸。此外,可以向排放液中加入更多的酸以增加腐泥土的可浸出量。但是这种工艺仍然需要使用昂贵的高压釜。

[0007] 为了避免使用昂贵的高压釜,同时开发腐泥土和褐铁矿的红土矿镍资源,人们提出了一些改进的常压酸浸技术。如公开号为 CN101273146A 的发明专利,提出了同时浸提褐铁矿和腐泥土矿或先浸提褐铁矿后浸提腐泥土矿的两步常压浸提方法,此方法具有不使用高压釜的优点,但该申请所述的流程中提出在对浸出溶液进行处理以除去 Fe 和 / 或 Al 时,需要加入中和剂中和浸出液中的残酸,使大部分铁以氢氧化铁的形式沉积,这会造成镍钴等有价元素的损失和料浆过滤困难。又如公开号为 CN101541985A 的发明专利,提出了一种常压浸出褐铁矿和腐泥土矿的混合物的方法,但其铁沉淀产物为黄钾铁矾,黄钾铁矾中含有硫酸根,因此会增加浸出过程的酸耗；且黄钾铁矾是一种热力学不稳定的化合物,堆积和存放时会释放出硫酸,从而造成环境污染。再如公开号为 CN101006190A 的发明专利,提出了一种用浓酸处理褐铁矿和腐泥土矿的混合物然后水浸出镍钴的方法,此方法产生的铁沉积物为除黄钾铁矾以外的三价铁氧化物或氢氧化物,但该申请的浸出时间需要 12-48h,浸出时间较长,导致工艺周期较长,生产成本上升。

[0008] 再如公开号为 CN102206749A 的发明专利,提出了一种先用硫酸浸出褐铁矿,再用一次浸出液浸提腐泥土矿,之后部分 (或全部) 二次浸出液再返回一次浸出褐铁矿的循环常压浸出方法,该方法具备能同时处理褐铁矿和腐泥土矿及镍钴浸出率较高的优点,但工艺流程较为复杂、硫酸消耗较高 (平均值约为  $0.7\text{g 酸} / 1.0\text{g 矿}$ ) 的缺点,并且所用腐泥土矿量是褐铁矿量的 1.5 倍以上,和红土矿的矿带构成相矛盾。再如公开号为 CN101001964A 的发明专利,提出了一种先用足量的硫酸在常压 ( $100^\circ\text{C} - 105^\circ\text{C}$ ) 下浸出褐铁矿,再用褐铁矿的常压浸出矿浆与腐泥土矿浆在中等压力 (约  $0.5\text{MPa}$ 、 $150^\circ\text{C}$ ) 下浸出提取镍、钴的方法。该方

法的优点是：能同时处理褐铁矿和腐泥土矿；避免使用价格昂贵的高压釜而在中等压力条件下用相对简单的加压设备实现了腐泥土矿较高的镍浸出率。但该方法存在以下缺点和不足：首先常压浸出褐铁矿的时间较长，通常为 4 小时以上，因此所需常压浸出设备庞大；二是酸消耗较高，总酸 / 矿石 = 0.6/1，这一酸耗指标虽然远低于常压酸浸却远高于高压酸浸；三是所用腐泥土矿量是褐铁矿量的 1 倍，这同样和红土矿的矿带构成相矛盾，众所周知的是红土镍矿床中，褐铁矿量：腐泥土矿量  $\geq 2 : 1$ 。

[0009] 总之，在上述红土镍矿湿法冶炼的发明专利中，高压酸浸 (HPAL) 工艺和改进的高压酸浸工艺的缺点是：需要复杂的高温、高压的高压釜以及相关的设备，其安装与维护都很昂贵；HPAL 工艺消耗的硫酸比按化学计量溶解矿石中的非铁金属成分所需的硫酸更多；HPAL 工艺只限于处理主要为褐铁矿类的原料；HPAL 工艺在运行过程中高压釜容易结垢，需定期停产清理，开工率低。常压酸浸工艺和改进的常压酸浸工艺的缺点是：硫酸消耗高；镍、钴浸出率低；反应时间长，所需设备庞大。高压酸浸包括改进的高压酸浸工艺和常压酸浸工艺包括改进的常压酸浸工艺的共同缺点是浸出渣量大，而且是硅和铁的混合渣，使得红土矿的主要成分铁不能经济有效的开发利用。尽管 CN102206749A 的发明专利中提及了浸出渣的回收利用，但由于渣中的二氧化硅及氧化铁、针铁矿等均为反应生成的细小微粒，它们相互“生长”在一起，很难用简单的磁选等方法将它们分离，因此上述浸出渣开发利用的经济效益很差，只能当废固处理，甚至对于镍浸出率较低的浸出渣必须当危废渣进行处理。

[0010] 由于腐泥土只占红土镍矿总量的约 30%，且由于腐泥土属于红土矿床中的富矿，通常均采用火法工艺生产镍铁，因此红土矿加工企业能够得到的是由褐铁矿和过渡矿混合成的低品位红土镍矿。

## 发明内容

[0011] 本发明的目的是为了解决现有技术中存在的技术问题，提供一种通过联合浸出工艺对低品位红土镍矿中的高硅镁矿成分进行硫酸常压浸出和用常压浸出液对低硅镁高铁矿成分进行加压浸出的回收镍、钴、铁和硅的方法。

[0012] 为了达到上述目的，本发明采用以下技术方案：一种通过联合浸出工艺从低品位红土镍矿中回收镍、钴、铁和硅的方法，包括以下步骤：(a) 对低品位红土镍矿洗选分级得到高硅镁矿和低硅镁高铁矿，在高硅镁矿中加水制得高硅镁矿浆；(b) 向钢衬合金反应罐中加入高硅镁矿浆和浓硫酸，发生反应以溶解可溶性非铁金属和可溶性铁；(c) 对反应物料进行水溶后固液分离和滤渣洗涤得到常压浸出渣 (A)、常压浸出液 (B) 和洗涤液 (E)；(d) 用洗涤液 (E) 和低硅镁高铁矿制成低硅镁高铁矿浆，将低硅镁高铁矿浆和常压浸出液 (B) 加入加压釜中，在压力为 2.0MPa-3.2MPa、温度为 195℃ -240℃ 的条件下加压浸出 0.5-1.0 小时，常压浸出液 (B) 中的  $Fe^{3+}$  水解为赤铁矿沉淀并释放出酸再浸出低硅镁高铁矿；(e) 降低温度低于 80℃ 后进行固液分离，得到加压浸出渣 (C) 和加压浸出液 (D)；(f) 对加压浸出液 (D) 去除非镍钴杂质后通过即有方法回收镍和 / 或钴；(g) 对加压浸出渣 (C) 用纯碱溶液洗涤后烘干得到铁精粉；(h) 对常压浸出渣 (A) 经筛分处理得到二氧化硅和细砂。

[0013] 进一步地，所述步骤 (a) 中高硅镁矿的粒度为 +80 目，低硅镁高铁矿的粒度为 -80 目。

[0014] 进一步地,所述步骤(a)中高硅镁矿与水的质量比为 1:1.2-1:1。

[0015] 进一步地,所述步骤(b)中高硅镁矿浆和浓硫酸的质量比为 2:1-2.2:1,反应时间为 1-12 分钟。

[0016] 进一步地,所述步骤(c)中水溶时反应物料与水的质量比为 1:1-1:0.8。

[0017] 进一步地,所述步骤(d)中洗涤液(E)和低硅镁高铁矿制成低硅镁高铁矿浆时的配比为 2ml :1g。

[0018] 进一步地,所述步骤(d)中在低硅镁高铁矿浆中加入常压浸出液(B)使得反应物料最终 pH 值为 0.5-1.5。

[0019] 进一步地,所述步骤(g)中纯碱溶液的质量分数为 10%,烘干温度为 120°C -150°C。

[0020] 进一步地,所述步骤(c)中常压浸出渣(A)为硅渣,其二氧化硅含量为 65%-90%。

[0021] 进一步地,所述步骤(e)中得到加压浸出渣(C)为赤铁矿渣,其中铁含量为 58%-65%。

[0022] 其中,第一步是在对低品位红土镍矿洗选分级过程中,得到粒径较粗的高硅镁矿部分和粒径较细的低硅镁高铁矿部分。第二步是在高硅镁矿酸浸过程中,高硅镁矿浆和足够量的浓硫酸快速充分混合,浓硫酸和高硅镁矿浆中的水产生的稀释热使物料温度升高促使高硅镁矿中的金属(镍、钴、铁、镁、铬、铝等)和硫酸快速反应生成金属硫酸盐,同时大量的反应热使物料温度进一步提高至 95°C -120°C 保证反应进行的完全彻底,二氧化硅和极少量未反应的铁和非铁金属形成浸出残渣。第三步为常压酸浸物料的水溶及固液分离过程,第二步的常压浸出物料放置一段时间,在降温过程中形成酥松的蜂窝状固态膏体,加入能保证金属硫酸盐全部溶解的水并搅拌,使金属硫酸盐全部溶解进入溶液,进行固液分离和滤渣洗涤后得到常压浸出渣(A)、常压浸出液(B)和洗涤液(E)。第四步为常压浸出液浸出低硅镁高铁矿的过程,将常压浸出液和低硅镁高铁矿矿浆加入加压釜中加压浸出,滤液中的  $Fe^{3+}$  水解为赤铁矿沉淀并释放出酸再浸出低硅镁高铁矿,反应时压力为 2.0MPa-3.2MPa、反应温度为 195°C -240°C,不仅能保证铁离子的水解产物为赤铁矿还具有快的水解速度及较高的镍钴浸出率和浸出速度。第五步是将加压浸出物料降温并进行固液分离后得到加压浸出渣(C)和加压浸出液(D),其中加压浸出渣(C)主要成分为赤铁矿,铁含量很高,加压浸出液(D)镍浓度较高且铁/镍比值较低。

[0023] 本发明相对现有技术具有以下有益效果:

1、实现了一种通过联合浸出工艺对低品位红土镍矿中的高硅镁矿成分进行硫酸常压浸出和用常压浸出液对低硅镁高铁矿成分进行加压浸出的回收镍、钴、铁和硅的方法,克服了传统的分别采用火法工艺和湿法工艺处理的不足,消除了现有高压酸浸出工艺的缺点,同时获得比已知的常压浸出工艺更高的镍和钴回收率和更快的回收速度,比现有高压酸浸更低的酸消耗,特别是在工艺过程中很自然方便的将低品位红土镍矿的主要成分铁加工成铁精粉,将部分硅回收为高品位二氧化硅产品,使废渣量减少为原矿量的百分之五左右。与高压酸浸出(HPAL)工艺相比,本发明的加压浸出在 2.0MPa-3.2MPa 下进行,比高压酸浸 4.5MPa-5.0MPa 的条件温和的多,虽然 CN101001964A 的发明专利提出加压浸出在更低的压力(约 0.5MPa)条件下进行,但是它为了获取较理想的镍、钴浸出率,浸出时间需要 1-2 小时,是本发明所用时间的 2 倍。与常压酸浸相比,本发明的常压浸出时间为 1-12 分钟,而现有常压酸浸时间通常为 240 分钟至 2400 分钟,相应的本发明的常压酸浸设备投资远小于现

有常压酸浸设备投资。

[0024] 2、本发明的硫酸消耗不但远低于现有常压酸浸的酸耗,而且低于现有高压酸浸的酸耗,现有常压酸浸的酸耗是本发明酸耗的 2.57-3.33 倍,现有高压酸浸的酸耗是本发明酸耗的 1.39-1.71 倍。在高压酸浸条件下多数由硫酸提供的硫酸根离子连接形成硫酸氢根离子( $\text{HSO}_4^-$ ),也就是说硫酸在高压酸浸条件下只离解释放出一个质子( $\text{H}^+$ ),在浸出液冷却及中和时,硫酸氢根离子分解成硫酸根( $\text{SO}_4^{2-}$ )和另一个质子,因此后一个质子(酸)没有充分用于浸出,并导致过量的硫酸在后续处理是必须要进行中和而消耗中和剂。而本发明的方法中,虽然在高硅镁矿常压浸出阶段需要消耗较多的硫酸和铁反应生成硫酸铁,但在低硅镁高铁矿加压浸出阶段则不需另加硫酸,而是依靠  $\text{Fe}^{3+}$  水解为赤铁矿沉淀释放的质子(酸)来浸出低硅镁高铁矿,这就避免了因硫酸氢根离子( $\text{HSO}_4^-$ )而导致酸利用率低的缺陷,并且可大幅度降低后续中和剂的消耗。另外,现有高压酸浸工艺是把矿浆和浓硫酸直接加入高压釜浸出,高压釜内局部区域硫酸浓度很高,很容易生成碱式硫酸铁和明矾等结垢,而本发明的加压浸出阶段没有浓硫酸的加入,可以避免结垢物的产生。

[0025] 3、现有的高压酸浸工艺和常压酸浸工艺浸出渣量大,其浸出渣是硅和铁的混合渣,不能经济有效的开发利用,具体地说,由于浸出渣中的二氧化硅及氧化铁、针铁矿等均为反应生成的细小微粒,它们相互“生长”在一起,很难用简单的磁选等方法将它们分离,因此利用现有的高压酸浸工艺和常压酸浸工艺得到的浸出渣开发利用的经济效益很差,只能当废固处理,甚至对于镍浸出率较低的浸出渣必须当危废渣进行处理。而本发明的方法能在工艺过程中很自然方便的将矿中的主要成分铁和部分硅得以经济有效的回收利用。根据本发明的方法,在常压浸出阶段,高硅镁矿中铁和非铁金属和硫酸反应生成硫酸盐进入溶液,硅形成二氧化硅成为浸出残渣,经固液分离后常压浸出渣量只有高硅镁矿量的 30-50%、占低品位红土镍矿总量的 8-15%,常压浸出渣中二氧化硅含量达到 80-85%;在加压浸出阶段,常压浸出液中的  $\text{Fe}^{3+}$  和低硅镁高铁矿中的铁均生成赤铁矿与少量的硅成为浸出残渣,经固液分离后加压浸出渣中铁含量高达 58-65%,简单处理即可作为铁精粉出售。

[0026] 4、本发明的镍浸出率不但远高于现有常压酸浸的镍浸出率,而且也高于现有高压酸浸的镍浸出率。现有常压酸浸的镍浸出率为 70-85%,现有高压酸浸的镍浸出率为 90-93%,而本发明的镍浸出率在 95% 以上。

## 附图说明

[0027] 图 1 为本发明的流程示意图。

## 具体实施方式

[0028] 以下各实施例中使用的 1#矿石来自新喀里多尼亚某红土矿床,洗选分级得到 2#和 3#矿石;4#矿石来自印度尼西亚某红土矿床,洗选分级得到 5#和 6#矿石。矿石的主要成分见表 1。2#矿石和 5#矿石在用于实验之前破碎并研磨至粒度为 +80 目,3#矿石和 6#矿石在用于实验之前破碎并研磨至粒度为 -80 目。

[0029] 表 1 矿石的主要成分表



编号	矿石类型	Ni (%)	Co (%)	Fe (%)	MgO (%)	SiO <sub>2</sub> (%)
1*	新喀低品位红土矿	1.25	0.14	45.84	0.27	8.43
2*	新喀高硅镁矿	1.56	0.07	16.72	11.36	33.60
3*	新喀低硅镁高铁矿	1.17	0.16	49.28	0.14	2.48
4*	印尼低品位红土矿	1.38	0.21	43.37	0.31	10.38
5*	印尼高硅镁矿	1.62	0.14	15.87	8.07	38.76
6*	印尼低硅镁高铁矿	1.32	0.08	47.33	0.23	2.14

下面结合具体实施例对本发明作进一步说明。

#### [0030] 实施例 1

取 500Kg 洗选分级后的 2<sup>#</sup>高硅镁矿(干)加入 500Kg 水制成高硅镁矿浆,准备 500Kg 质量分数为 98% 的浓硫酸,用砂浆泵和浓硫酸泵将高硅镁矿浆和浓硫酸同步加入钢衬合金反应罐的进料口,高硅镁矿浆和浓硫酸在快速混合后被强制流入钢衬合金反应罐中快速反应 1 分钟以溶解可溶性非铁金属和可溶性铁,反应后降温至 60℃ 以下,将酥松的蜂窝状固态膏体的反应物料简单破碎后倒入水浸罐中,加入 1500Kg 水,搅拌 30 分钟进行水溶,将水溶所得浆料泵入板框压滤机中进行固液分离和滤渣洗涤,得到常压浸出渣(A1) 205Kg (干)、常压浸出液 (B1) 1450L 和洗涤液 (E1) 1150L。常压浸出渣(A1)、常压浸出液 (B1) 和洗涤液 (E1) 的成分见表 1-1、表 1-2 和表 1-3。

[0031] 取 4000g 洗选分级后的 3<sup>#</sup>低硅镁高铁矿(干),加入洗涤液 (E1) 8000ml 配制成低硅镁高铁矿浆后移入 PARR4557 加压釜(17L)中,再在加压釜中加入常压浸出液 (B1) 使得反应物料最终 pH 值为 0.5,在压力为 2.0MPa、温度为 240℃ 的条件下加压浸出 55 分钟,常压浸出液 (B1) 中的 Fe<sup>3+</sup>水解为赤铁矿沉淀并释放出酸再浸出低硅镁高铁矿;降温至 80℃ 后从加压釜中移出反应浆料进行固液分离并洗涤滤渣,得到加压浸出渣(C1) 3550g (干)、加压浸出液 (D1) 9400ml 和洗涤液 (F1) 5480ml,对加压浸出液 (D1) 去除非镍钴杂质后通过即有方法回收镍和 / 或钴。加压浸出渣(C1)、加压浸出液 (D1) 和洗涤液 (F1) 的成分见表 1-4、表 1-5 和表 1-6。

[0032] 取 300g 加压浸出渣(C1)加入盛有 1000ml 质量分数为 10% 的纯碱溶液的烧杯中,加热至 60℃ 并搅拌 30 分钟,固液分离并洗涤滤饼后在温度为 120℃ 条件下烘干,得到赤铁矿(G1) 290g。赤铁矿(G1)成分见表 1-7。

[0033] 取 300g 常压浸出渣(A1)进行水力旋流分离,得到 -100 目二氧化硅粉(H1) 144g 和 +100 目细砂 (I1) 149g。二氧化硅粉(H1)和细砂 (I1)成分见表 1-8 和表 1-9。

表 1-1 常压浸出渣 (A1) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>
含量 (%)	0.057	0.005	1.04	2.03	81.95

表 1-2 常压浸出液 (B1) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	3.94	0.17	42.13	27.21

表 1-3 洗涤液 (E1) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	1.64	0.07	12.73	11.40

表 1-4 加压浸出渣 (C1) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>	S
含量 (%)	0.057	0.013	63.10	0.032	2.79	1.07

表 1-5 加压浸出液 (D1) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	5.83	0.63	1.77	15.21

表 1-6 洗涤液 (F1) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	2.54	0.36	1.23	6.63

表 1-7 赤铁矿 (G1) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>	S
含量 (%)	0.061	0.009	64.12	0.018	2.684	0.271

表 1-8 二氧化硅粉 (H1) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>
含量 (%)	0.053	0.006	1.012	2.145	94.118

表 1-9 细砂 (I1) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>
含量 (%)	0.062	0.008	1.117	3.158	77.343

[0034] 计算出镍、钴浸出率、渣率和酸耗数据如下：

常压酸浸镍浸出率：98.5%；常压酸浸钴浸出率：96.8%。

- [0035] 加压浸出镍浸出率 :95.7% ;加压浸出钴浸出率 :92.7%。  
[0036] 总计镍浸出率 96.4% ;钴浸出率 93.2%。  
[0037] 铁回收率 >96%。  
[0038] 硫酸消耗 :200Kg · 硫酸 /t · 矿。  
[0039] 总计渣率 :41g 硅渣 /1000g 低品位红土矿。  
[0040] 实施例 2

取 500Kg 洗选分级后的 5<sup>#</sup>高硅镁矿(干)加入 600Kg 水制成高硅镁矿浆,准备 500Kg 质量分数为 98% 的浓硫酸,用砂浆泵和浓硫酸泵将高硅镁矿浆和浓硫酸同步加入钢衬合金反应罐的进料口,高硅镁矿浆和浓硫酸在快速混合后被强制流入钢衬合金反应罐中快速反应 12 分钟以溶解可溶性非铁金属和可溶性铁,反应后降温至 60℃ 以下,将酥松的蜂窝状固态膏体的反应物料简单破碎后倒入水浸罐中,加入 1280Kg 水,搅拌 30 分钟进行水溶,将水溶所得浆料泵入板框压滤机中进行固液分离和滤渣洗涤,得到常压浸出渣(A2) 230Kg(干)、常压浸出液(B2) 1400L 和洗涤液(E2) 1180L。常压浸出渣(A2)、常压浸出液(B2) 和洗涤液(E2) 的成分见表 2-1、表 2-2 和表 2-3。

[0041] 取 4000g 洗选分级后的 6<sup>#</sup>低硅镁高铁矿(干),加入洗涤液(E2) 8000ml 配制成低硅镁高铁矿浆后移入 PARR4557 加压釜(17L)中,再在加压釜中加入常压浸出液(B2) 使得反应物料最终 pH 值为 1.5,在压力为 3.2MPa、温度为 195℃ 的条件下加压浸出 30 分钟,常压浸出液(B2) 中的 Fe<sup>3+</sup> 水解为赤铁矿沉淀并释放出酸再浸出低硅镁高铁矿;降温至 80℃ 后从加压釜中移出反应浆料进行固液分离并洗涤滤渣,得到加压浸出渣(C2) 3465g(干)、加压浸出液(D2) 9500ml 和洗涤液(F2) 5500ml,对加压浸出液(D2) 去除非镍钴杂质后通过即有硫化物沉淀方法回收镍和 / 或钴。加压浸出渣(C2)、加压浸出液(D2) 和洗涤液(F2) 的成分见表 2-4、表 2-5 和表 2-6。

[0042] 取 300g 加压浸出渣(C2) 加入盛有 1000ml 质量分数为 10% 的纯碱溶液的烧杯中,加热至 60℃ 并搅拌 30 分钟,固液分离并洗涤滤饼后在温度为 150℃ 条件下烘干,得到赤铁矿(G2) 294g。赤铁矿(G2) 成分见表 2-7。

[0043] 取 300g 常压浸出渣(A2) 进行水力旋流分离,得到 -100 目二氧化硅粉(H2) 156g 和 +100 目细砂(I2) 138g。二氧化硅粉(H2) 和细砂(I2) 成分见表 2-8 和表 2-9。

表 2-1 常压浸出渣 (A2) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>
含量 (%)	0.084	0.015	2.10	1.50	83.36

表 2-2 常压浸出渣液 (B2) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	4.16	0.33	38.84	18.96

表 2-3 洗涤液 (E2) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	1.61	0.07	22.65	7.82

表 2-4 加压浸出渣 (C2) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>	S
含量 (%)	0.081	0.006	62.54	0.034	2.428	1.243

表 2-5 加压浸出液 (D2) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	6.34	0.36	1.25	10.75

表 2-6 洗涤液 (F2) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	2.73	0.15	0.47	4.83

表 2-7 赤铁矿 (G2) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>	S
含量 (%)	0.076	0.009	63.04	0.028	2.420	0.312

表 2-8 二氧化硅粉 (H2) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>
含量 (%)	0.079	0.011	1.243	0.987	92.894

表 2-9 细砂 (I2) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>
含量 (%)	0.081	0.009	3.356	2.668	72.136

[0044] 计算出镍、钴浸出率、渣率和酸耗数据如下：

常压酸浸镍浸出率：97.3%；常压酸浸钴浸出率：95.4%。

- [0045] 加压浸出镍浸出率 :94.5% ;加压浸出钴浸出率 :93.1%。  
 [0046] 总计镍浸出率 95.2% ;钴浸出率 93.9%。  
 [0047] 铁回收率 >96%。  
 [0048] 硫酸消耗 :200Kg · 硫酸 /t · 矿。  
 [0049] 总计渣率 :92.0g 硅渣 /1000g 低品位红土矿。  
 [0050] 实施例 3

本实施例的常压酸浸阶段和实施例 1 相同,在加压浸出阶段将 3<sup>#</sup>新喀低硅高铁镁矿换成了 6<sup>#</sup>印尼低硅镁高铁矿。

[0051] 取 4000g 洗选分级后的 6<sup>#</sup>低硅镁高铁矿(干),加入洗涤液 (E1)8000ml 配制成低硅镁高铁矿浆后移入 PARR4557 加压釜 (17L) 中,再在加压釜中加入常压浸出液 (B1) 使得反应物料最终 pH 值为 1.0,在压力为 2.18MPa、温度为 215℃ 的条件下加压浸出 60 分钟,常压浸出液 (B1) 中的 Fe<sup>3+</sup>水解为赤铁矿沉淀并释放出酸再浸出低硅镁高铁矿 ;降温至 80℃ 后从加压釜中移出反应浆料进行固液分离并洗涤滤渣,得到加压浸出渣 (C3)3440g (干)、加压浸出液 (D3)9430ml 和洗涤液 (F3)5540ml,对加压浸出液 (D3) 去除非镍钴杂质后通过即有硫化物沉淀方法回收镍和 / 或钴。加压浸出渣 (C3)、加压浸出液 (D3) 和洗涤液 (F3) 的成分见表 3-1、表 3-2 和表 3-3。

[0052] 取 300g 加压浸出渣 (C3) 加入盛有 1000ml 质量分数为 10% 的纯碱溶液的烧杯中,加热至 60℃ 并搅拌 30 分钟,固液分离并洗涤滤饼后在温度为 130℃ 条件下烘干,得到赤铁矿 (G3) 291g。赤铁矿 (G3) 成分见表 3-4。

[0053] 取 300g 常压浸出渣 (A1) 进行水力旋流分离,得到 -100 目二氧化硅粉 (H1) 144g 和 +100 目细砂 (I1) 149g。

表 3-1 加压浸出渣 (C3) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>	S
含量 (%)	0.068	0.005	62.42	0.026	2.463	1.276

表 3-2 加压浸出液 (D3) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	6.36	0.38	0.98	13.91

表 3-3 洗涤液 (F3) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	2.73	0.16	0.38	4.33

表 3-4 赤铁矿 (G3) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>	S
含量 (%)	0.068	0.016	62.29	0.023	2.385	0.297

[0054] 计算出镍、钴浸出率、渣率和酸耗数据如下 :

加压浸出镍浸出率 :95.9% ;加压浸出钴浸出率 :96.4%。

[0055] 总计镍浸出率 96.5% ;钴浸出率 96.9%。

[0056] 铁回收率 >96%。

[0057] 硫酸消耗 :200Kg · 硫酸 /t · 矿。

[0058] 总计渣率 :82.0g 硅渣 /1000g 低品位红土矿。

[0059] 实施例 4

本实施例的常压酸浸阶段和实施例 2 相同,在加压浸出阶段将 6<sup>#</sup>印尼低硅镁高铁矿换成了 3<sup>#</sup>新喀低硅镁高铁矿。

[0060] 取 4000g 洗选分级后的 3<sup>#</sup>低硅镁高铁矿(干),加入洗涤液 (E2)8000ml 配制成低硅镁高铁矿浆后移入 PARR4557 加压釜(17L)中,再在加压釜中加入常压浸出液 (B2) 使得反应物料最终 pH 值为 1.5,在压力为 2.5MPa、温度为 208℃ 的条件下加压浸出 45 分钟,常压浸出液 (B2) 中的 Fe<sup>3+</sup> 水解为赤铁矿沉淀并释放出酸再浸出低硅镁高铁矿 ;降温至 80℃ 后从加压釜中移出反应浆料进行固液分离并洗涤滤渣,得到加压浸出渣 (C4)3470g (干)、加压浸出液 (D4)9460ml 和洗涤液 (F4)5380ml,对加压浸出液 (D4) 去除非镍钴杂质后通过即有硫化物沉淀方法回收镍和 / 或钴。加压浸出渣 (C4)、加压浸出液 (D4) 和洗涤液 (F4) 的成分见表 4-1、表 4-2 和表 4-3。

[0061] 取 300g 加压浸出渣 (C4) 加入盛有 1000ml 质量分数为 10% 的纯碱溶液的烧杯中,加热至 60℃ 并搅拌 30 分钟,固液分离并洗涤滤饼后在温度为 140℃ 条件下烘干,得到赤铁矿 (G4) 292g。赤铁矿 (G4) 成分见表 4-4。

[0062] 取 300g 常压浸出渣 (A2) 进行水力旋流分离,得到 -100 目二氧化硅粉 (H2) 156g 和 +100 目细砂 (I2) 138g。

表 4-1 加压浸出渣 (C4) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>	S
含量 (%)	0.072	0.016	62.83	0.047	2.86	1.282

表 4-2 加压浸出液 (D4) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	5.84	0.63	1.21	10.15

表 4-3 洗涤液 (F4) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	2.57	0.28	1.10	4.47

表 4-4 赤铁矿 (G4) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>	S
含量 (%)	0.065	0.013	63.23	0.057	2.91	0.264

[0063] 计算出镍、钴浸出率、渣率和酸耗数据如下 :

加压浸出镍浸出率 :94.3% ;加压浸出钴浸出率 :92.1%。

[0064] 总计镍浸出率 95.6% ;钴浸出率 92.5%。

[0065] 铁回收率 >96%。

[0066] 硫酸消耗 :200Kg · 硫酸 /t · 矿。

[0067] 总计渣率 :92.0g 硅渣 /1000g 低品位红土矿。

[0068] 实施例 5 (对照例)

本实施例的常压酸浸阶段和实施例 1 相同,在加压浸出阶段将 4<sup>#</sup>新喀低硅镁高铁矿换成了 4<sup>#</sup>印尼低品位红土矿。

[0069] 取 4000g 4<sup>#</sup>印尼低品位红土矿(干),加入洗涤液 (E1)8000ml 配制成低品位红土矿浆后移入 PARR4557 加压釜 (17L) 中,再在加压釜中加入常压浸出液 (B1) 使得反应物料最终 pH 值为 0.5,在压力为 2.0MPa、温度为 240℃ 的条件下加压浸出 55 分钟,常压浸出液 (B1) 中的 Fe<sup>3+</sup> 水解为赤铁矿沉淀并释放出酸再浸出低品位红土矿;降温至 80℃ 后从加压釜中移出反应浆料进行固液分离并洗涤滤渣,得到加压浸出渣 (C5)3750g (干)、加压浸出液 (D5)9350ml 和洗涤液 (F5)5920ml,对加压浸出液 (D5) 去除非镍钴杂质后通过即有硫化物沉淀方法回收镍和 / 或钴。加压浸出渣 (C5)、加压浸出液 (D5) 和洗涤液 (F5) 的成分见表 5-1、表 5-2 和表 5-3。

[0070] 取 300g 加压浸出渣 (C5) 加入盛有 1000ml 质量分数为 10% 的纯碱溶液的烧杯中,加热至 60℃ 并搅拌 30 分钟,固液分离并洗涤滤饼后在温度为 120℃ 条件下烘干,得到赤铁矿 (G5) 297g。赤铁矿 (G5) 成分见表 5-4。

表 5-1 加压浸出渣 (C5) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>	S
含量 (%)	0.088	0.017	53.86	0.038	11.171	1.194

表 5-2 加压浸出液 (D5) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	6.13	0.74	1.34	10.45

表 5-3 洗涤液 (F5) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	3.16	0.35	0.97	5.50

表 5-4 赤铁矿 (G5) 成分统计表

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>	S
含量 (%)	0.081	0.017	53.89	0.032	12.665	0.366

[0071] 计算出镍、钴浸出率、渣率和酸耗数据如下：

加压浸出镍浸出率 :94.5% ;加压浸出钴浸出率 :92.4%。

[0072] 总计镍浸出率 95.3% ;钴浸出率 93.1%。

[0073] 铁回收率 >96%。

[0074] 硫酸消耗 :200Kg · 硫酸 /t · 矿。

[0075] 总计渣率 :82.0g 硅渣 /1000g 低品位红土矿。

[0076] 以上实施例中,实施例 1 和实施例 2 用同一矿床中的高硅镁矿和低硅镁高铁矿组合 ;实施例 3 和实施例 4 用不同矿床中的高硅镁矿和低硅镁高铁矿组合 ;作为对比,实施例 5 用高硅镁矿和混合矿组合。从分析数据看,五个实施例的镍(钴)浸出率、硫酸消耗等技术指标均较好,但由于实施例 5 采用的是高硅镁矿和低硅镁高铁矿组合,因此加压浸出渣的铁含量仅为 53.89%,回收的赤铁矿含铁约 54%,而其它四个实施例得到的加压浸出渣的铁含量均在 62% 以上,回收的赤铁矿铁含量均在 63% 左右,铁回收率在 96% 以上,总计渣率在 90.0g 硅渣 /1000g 低品位红土矿左右,回收二氧化硅后渣率降至 45g 硅渣 /1000g 低品位红土矿左右。



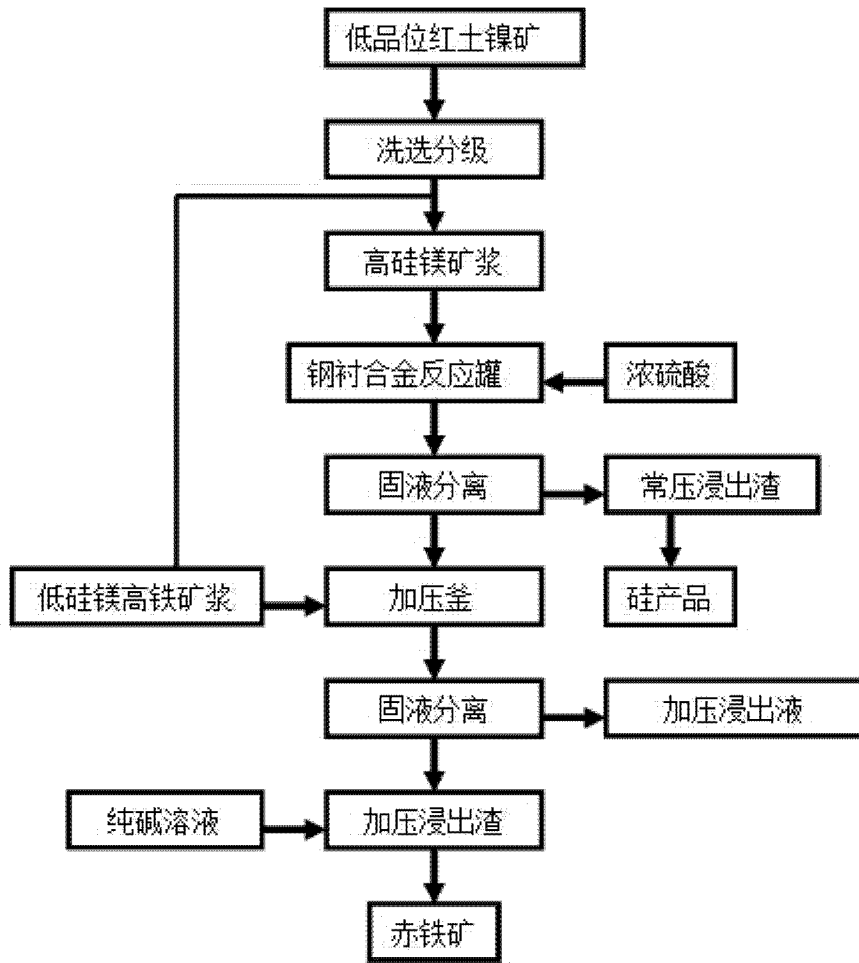


图 1