



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101603125 B

(45) 授权公告日 2011.04.06

(21) 申请号 200910011848.3

审查员 王怀东

(22) 申请日 2009.06.01

(73) 专利权人 邱致忠

地址 121000 辽宁省锦州市太和区平和里
91-28 号

(72) 发明人 邱致忠

(74) 专利代理机构 锦州辽西专利事务所 21225

代理人 李辉

(51) Int. Cl.

C22B 3/46 (2006.01)

C22B 23/00 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 1733952 A, 2006.02.15, 全文 .

CN 1053092 A, 1991.07.17, 全文 .

权利要求书 1 页 说明书 5 页

(54) 发明名称

一种镍液净化除杂的方法

(57) 摘要

一种镍液净化除杂的方法, 可避免由于引入有毒的氟化物而引起的环境污染, 又可简化工艺步骤, 提高镍、铜、钴的收率, 在生产过程中产生的废水不需经过再次处理。向除铁后的镍液中加入可溶性碳酸盐溶液, 使 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 以碳酸盐沉淀形式去除; 控制过滤后的溶液为 40-90°C, 搅拌加入丁二酮肟进行沉镍反应, 过滤后滤饼用 40 ~ 95°C 热水洗涤, 得到纯净的镍螯合物; 沉镍滤液与过滤后热水洗涤的滤液合并回收丁二酮肟后, 将 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 予以提取回收; 镍螯合物用盐酸、硫酸或硝酸进行溶解, 过滤后得到相应的镍盐溶液和丁二酮肟; 回收酸溶滤液中溶解的丁二酮肟后, 经中和、浓缩、过滤除去残余 Fe^{3+} , 蒸发、结晶、洗涤、干燥后得到镍盐产品; 回收的丁二酮肟循环用于沉镍反应。

1. 一种镍液净化除杂的方法,其特征是:

1.1 向除铁后的镍液中加入可溶性碳酸盐溶液,其中 CO_3^{2-} 与镍液中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 总量的摩尔比为 1.1 : 1 ~ 1.5 : 1,并用氨水调节 $\text{PH} = 6.5 \sim 8.5$,使 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 以碳酸盐沉淀形式去除;

1.2 控制过滤后的溶液为 40-90℃,搅拌加入丁二酮肟进行沉镍反应,丁二酮肟与滤液中 Ni^{2+} 的摩尔比为 2.2 : 1 ~ 2.4 : 1,反应 20 ~ 60 分钟,过滤后滤饼用 40 ~ 95℃ 热水洗涤,得到纯净的镍螯合物, Na^+ 、 K^+ 、 NH_4^+ 、 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Pd^{2+} 、 Pt^{2+} 杂质均留于滤液中;

1.3 得到纯净的镍螯合物后的沉镍滤液与过滤后热水洗涤的滤液合并回收丁二酮肟后,将 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 予以提取回收;

1.4 镍螯合物根据产品要求,用盐酸、硫酸或硝酸进行溶解,过滤后得到相应的镍盐溶液和丁二酮肟;

1.5 回收酸溶滤液中溶解的丁二酮肟后,经中和、浓缩、过滤除去残余 Fe^{3+} ,蒸发、结晶、洗涤、干燥后得到镍盐产品;

1.6 回收的丁二酮肟循环用于沉镍反应。

2. 根据权利要求 1 所述的镍液净化除杂的方法,其特征是:所述的可溶性碳酸盐为碳酸钾、碳酸钠、碳酸氢钠、碳酸铵、碳酸氢铵。

3. 根据权利要求 2 所述的镍液净化除杂的方法,其特征是:所述的可溶性碳酸盐为碳酸铵或碳酸氢铵。

4. 根据权利要求 1 所述的镍液净化除杂的方法,其特征是:所述 CO_3^{2-} 与镍液中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 总量的摩尔比为 1.1 : 1 ~ 1.2 : 1。

5. 根据权利要求 1 所述的镍液净化除杂的方法,其特征是:沉镍反应前的镍液温度为 80 ~ 90℃。

6. 根据权利要求 1 所述的镍液净化除杂的方法,其特征是:洗涤时热水温度为 80 ~ 90℃。

7. 根据权利要求 1 所述的镍液净化除杂的方法,其特征是:洗涤时采用逆流洗涤。

一种镍液净化除杂的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种镍液净化除杂的方法。

背景技术

[0002] 镍是银白色的铁磁性金属,主要用于生产不锈钢、高温合金钢、高性能特种合金以及镍基喷镀材料等。随着科技进步,镍盐和镍的深加工产品发展迅速,广泛用于石油催化剂、充电电池、镀镍材料等领域。

[0003] 陆地已经开采的镍矿有硫化镍矿、氧化镍矿和砷化镍矿,我国主要从硫化镍矿中提取镍。中国是公认的镍资源缺乏国家之一,随着硫化镍矿的多年开采,现有国内硫化镍矿山早已不能满足生产需求。矿石品位的下降和对环境保护的日益严格,使镍湿法冶金的作用越来越重要。已经有很多企业开始对非硫化镍矿的湿法冶金工艺进行开发研究,有些企业已经投产。镍的湿法冶金和镍盐生产过程中镍液净化除杂工艺的选择不仅影响到收率、单耗等成本问题,而且选择不当还有污染隐患。

[0004] 以下是已公知常用的工艺及存在的问题:

[0005] 镍液净化除杂:在镍的湿法冶金、镍盐生产以及含镍废物回收镍的过程中,许多杂质元素会在浸出过程中进入镍浸液,需要进行净化除杂。以下就主要杂质的分离予以说明。

[0006] ① Ni^{2+} 与 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等的分离

[0007] 目前采用最多的分离工艺为加入可溶性氟化物,由于采用氟化物去除 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 的过程中,需要加入过量的可溶性氟化物才能满足生产要求。因此所产生的废水中含有大量难以处理的 F^- ,废水处理不当会造成氟污染。此外形成的氟化钙、氟化镁沉淀颗粒较小,会夹带吸附 Ni^{2+} ,造成镍收率下降、提取成本增加等问题。此外去除 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 的镍液还需经过萃取,使 Ni^{2+} 与 F^- 、 Na^+ 、 Cl^- 等杂质分离,用酸反萃后才得到较为纯净的镍液,工艺较为繁琐。而且萃取很难将萃余液中的 Ni^{2+} 含量降到国家废水要求 (1mg/L 以下),废水还需进行处理后才能排放。同时采用萃取分离不仅需要多级萃取,设备投资大,而且处理成本高。

[0008] ② Ni^{2+} 与 Cu^{2+} 的分离

[0009] Ni^{2+} 与 Cu^{2+} 的分离采用的工艺较多。采用硫化沉淀时,由于 Ni^{2+} 也会硫化形成硫化镍沉淀,而且硫化铜沉淀也会吸附(共沉淀)较多 Ni^{2+} ,使镍损失增加,铜渣尚需再次进行处理,分别将铜、镍予以提取。同时由于在硫化除铜过程中会有有毒的硫化氢气体逸出,造成环境污染。如采用阳极泥+镍精矿等还原性物质进行还原除铜,会造成铜渣中含有大量的 Ni^{2+} ,也需要对铜渣再次处理。采用 P507 等进行萃取除杂时,在 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等杂质含量较多时会造成反萃时酸耗量较多,同时需要多级萃取和反萃,成本较高。

[0010] ③ Ni^{2+} 与 Co^{2+} 的分离

[0011] Ni^{2+} 与 Co^{2+} 的分离目前采用较多的是氧化水解除钴和萃取分离等工艺。氧化水解采用黑镍 (NiOOH)、氯气、亚硫酸钠等作为氧化剂。由于在酸性条件下氧化,使用亚硫酸钠会有二氧化硫逸出,氯气则因为有毒且刺激性气味大,存在严重的污染隐患。而且氯气循环、回收过程需要的设备投资也较大。此外钴渣含 Ni^{2+} 较高,需要进一步处理回收镍、钴,分离

工艺复杂。采用萃取则需要多级萃取才能满足需要,设备投资较多,在杂质含量不稳定的情况下进行萃取除杂,萃取操作有一定难度。

[0012] ④ Ni^{2+} 与 NH_4^+ 、 Na^+ 等易溶离子的分离

[0013] 由于在中性或偏碱性条件下, NH_4^+ 与 Ni^{2+} 离子有很强的络合能力。目前 Ni^{2+} 与 NH_4^+ 的分离主要采用加碱蒸氨的方式进行,除需要加碱外,还需要消耗较多能量,此外氨气回收、循环存在安全隐患,需要设备投资较多。与 Na^+ 、 K^+ 等离子的分离则需要用萃取的方法将 Ni^{2+} 萃取至有机相,反萃后才能得到镍盐溶液,过程较为繁琐,且由于采用萃取无法将萃余液中降低到 1mg/L 以下,还需要对萃镍后的废水进行处理才能予以排放。

[0014] 上述的镍液净化工艺存在的问题是:

[0015] (1) 镍液净化在采用氟化物除钙、镁时会引入 F^- ,废水必须处理除去 F^- 才能排放,增加了废水处理难度。

[0016] (2) 硫化物沉铜、氯气氧化除钴都需要使用有毒物质,存在一定安全隐患。由于在每次除杂过程中都会有镍损失(铜渣、钴渣),镍收率较低,同时还需再次对铜渣和钴渣进行处理以回收镍。采用萃取则需要多级萃取和反萃,工艺过程过于繁琐且设备投资较大。

[0017] (3) 在 Ni^{2+} 与 NH_4^+ 分离过程中,加碱蒸氨不仅消耗大量碱和热能,而且逸出的氨气在回收、循环使用过程中需要的设备投资多,同时存在安全隐患。

[0018] (4) 与 Na^+ 、 K^+ 等易溶离子的分离或混酸体系则需萃取或硫化沉淀,工艺过程繁琐。同时很难使提镍后的废水中 Ni^{2+} 含量满足国家排放标准,需要再次处理才能排放。

发明内容

[0019] 本发明的目的是要解决现有技术存在的上述问题,提供一种镍液净化除杂的方法,该方法可避免由于引入有毒的氟化物而引起的环境污染,又可简化工艺步骤,提高镍、铜、钴的收率;同时在生产过程中产生的废水不需经过再次处理,就可达到国家排放标准对 Ni^{2+} 含量要求。

[0020] 本发明的技术解决方案是:

[0021] 向除铁后的镍液中加入可溶性碳酸盐溶液,其中 CO_3^{2-} 与镍液中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 总量的摩尔比为 $1.1 : 1 \sim 1.5 : 1$,并用氨水调节 $\text{PH} = 6.5 \sim 8.5$,使 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 以碳酸盐沉淀形式去除;控制过滤后的溶液为 $40\sim 90^\circ\text{C}$,搅拌加入丁二酮肟进行沉镍反应,丁二酮肟与滤液中 Ni^{2+} 的摩尔比为 $2.2 : 1 \sim 2.4 : 1$,反应 $20 \sim 60$ 分钟,过滤后滤饼用 $40 \sim 95^\circ\text{C}$ 热水洗涤,得到纯净的镍螯合物, Na^+ 、 K^+ 、 NH_4^+ 、 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Pd^{2+} 、 Pt^{2+} 杂质均留于滤液中;得到纯净的镍螯合物后的沉镍滤液与过滤后热水洗涤的滤液合并回收丁二酮肟后,将 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 予以提取回收;镍螯合物根据产品要求,用盐酸、硫酸或硝酸进行溶解,过滤后得到相应的镍盐溶液和丁二酮肟;回收酸溶滤液中溶解的丁二酮肟后,经中和、浓缩、过滤除去残余 Fe^{3+} ,蒸发、结晶、洗涤、干燥后得到镍盐产品;回收的丁二酮肟循环用于沉镍反应。

[0022] 上述的镍液净化除杂的方法,所述的可溶性碳酸盐为碳酸钾、碳酸钠、碳酸氢钠、碳酸铵、碳酸氢铵。

[0023] 上述的镍液净化除杂的方法,所述的可溶性碳酸盐优选碳酸铵或碳酸氢铵,通过引入 NH_4^+ ,加快反应速度,同时避免 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 生成沉淀。

[0024] 上述的镍液净化除杂的方法,所述 CO_3^{2-} 与镍液中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 总量的摩尔比为

1.1 : 1 ~ 1.2 : 1。

[0025] 上述的镍液净化除杂的方法,沉镍反应前的镍液温度为 80 ~ 90°C,从而加快反应速度。

[0026] 上述的镍液净化除杂的方法,洗涤时热水温度为 80 ~ 90°C,从而达到最佳洗涤效果。

[0027] 上述的镍液净化除杂的方法,洗涤时采用逆流洗涤。

[0028] 本发明的优点:

[0029] (1) 不使用有毒的氟化物而先将 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 以碳酸盐形式沉淀,再通过沉镍使 Ni^{2+} 与残余 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 分离,最后通过洗涤将镍螯合物沉淀吸附夹带的痕量 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 除去,避免由于引入有毒的氟化物而引起的环境污染。

[0030] (2) 丁二酮肟是一种选择性很好的镍沉淀试剂,金属离子中只有 Ni^{2+} 、 Pd^{2+} 、 Pt^{2+} 、 Fe^{3+} 能与丁二酮肟形成沉淀, Cu^{2+} 、 Co^{2+} 、 Zn^{2+} 则生成水溶性络合物。在氨性体系中,丁二酮肟与 Ni^{2+} 生成红色螯合物沉淀,螯合物沉淀呈中性,吸附无机杂质少,容易过滤洗涤;此外阴离子、 Na^+ 、 K^+ 、 NH_4^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等对反应均无影响,而且 Pd^{2+} 、 Pt^{2+} 在酸性环境下才形成沉淀。因此,通过一次沉镍即可使 Ni^{2+} 与杂质予以分离,简化了净化工艺的同时还提高了镍的收率。

[0031] (3) 由于丁二酮肟与 Ni^{2+} 生成红色螯合物溶解度极小 ($K_{\text{sp}} = 4 \times 10^{-24}$),沉镍滤液残余 Ni^{2+} 含量小于 1mg/L,因此完全可以避免含镍废水的污染问题。

[0032] (4) 由于 Ni^{2+} 先于 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 等杂质沉淀,沉镍后的滤液中 Ni^{2+} 含量极少,这样就能简化回收提取铜、钴的工艺,提高了铜、钴的收率。

具体实施方式

[0033] 实施例 1

[0034] 采用一种镍矿的酸浸液为实验样品,用氨水调节 $\text{PH} = 3.0 \sim 5.0$,加热至 75~95°C,恒温搅拌反应 1 ~ 2 小时,使 Fe^{3+} 水解沉淀,过滤后滤液具体成分为 (g/L): $\text{Ni}^{2+} 1.0 \sim 2.6$, $\text{Fe}^{3+} 0.005 \sim 0.02$, $\text{Ca}^{2+} 9 \sim 11$, $\text{Mg}^{2+} 1.2 \sim 2.0$, $\text{NH}_4^+ 70 \sim 100$, $\text{Cu}^{2+} 0.02 \sim 0.04$, $\text{Co}^{2+} 0.02 \sim 0.1$ 。

[0035] 在除铁后的镍液中加入碳酸铵并用氨水调节 $\text{PH} = 6.5 \sim 7.0$,其中碳酸铵与镍液中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 总量的摩尔比为 1.5 : 1,使 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 以碳酸盐沉淀形式去除;过滤后的滤液保持恒温在 40 ~ 55°C,搅拌加入丁二酮肟进行沉镍反应,丁二酮肟与滤液中 Ni^{2+} 的摩尔比为 2.4 : 1,反应 20 ~ 30 分钟后过滤,滤饼用 90 ~ 95°C 热水逆流洗涤 2 次或 3 次,得到纯净的镍螯合物,杂质 (Na^+ 、 K^+ 、 NH_4^+ 、 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Pd^{2+} 、 Pt^{2+} 等) 均留于滤液中,经检测残余镍含量小于 1mg/L;得到纯净的镍螯合物后的沉镍滤液与过滤后热水洗涤的滤液合并,采用活性炭吸附回收丁二酮肟后,将 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 予以提取回收;镍螯合物用 10% 硫酸溶解,过滤后得到丁二酮肟沉淀和硫酸镍溶液。采用活性炭吸附回收酸溶滤液中溶解的丁二酮肟后,经中和、加热水解、过滤,除去残余 Fe^{3+} 后,蒸发、结晶、洗涤、干燥得到硫酸镍产品,经检测产品质量符合工业一级标准要求。合并回收的丁二酮肟循环用于沉镍反应。

[0036] 实施例 2

[0037] 采用一种镍矿的酸浸液为实验样品,用氨水调节 $\text{PH} = 3.0 \sim 5.0$,加热至 75 ~

95℃, 恒温搅拌反应 1 ~ 2 小时, 使 Fe^{3+} 水解沉淀, 过滤后滤液具体成分为 (g/L): Ni^{2+} 1.0 ~ 2.6, Fe^{3+} 0.005 ~ 0.02, Ca^{2+} 9 ~ 11, Mg^{2+} 1.2 ~ 2.0, NH_4^+ 70 ~ 100, Cu^{2+} 0.02 ~ 0.04, Co^{2+} 0.02 ~ 0.1。

[0038] 在除铁后的镍液中加入碳酸铵并用氨水调节 $\text{PH} = 8.0 \sim 8.5$, 其中碳酸铵与镍液中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 总量的摩尔比为 1.1 : 1, 使 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 以碳酸盐沉淀形式去除; 过滤后的滤液保持恒温在 85 ~ 90℃, 搅拌加入丁二酮肟进行沉镍反应, 丁二酮肟与滤液中 Ni^{2+} 的摩尔比为 2.2 : 1, 反应 50 ~ 60 分钟后过滤, 滤饼用 40 ~ 45℃ 热水逆流洗涤 2 次或 3 次, 得到纯净的镍螯合物, 杂质 (Na^+ 、 K^+ 、 NH_4^+ 、 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Pd^{2+} 、 Pt^{2+} 等) 均留于滤液中, 经检测残余镍含量小于 1mg/L; 得到纯净的镍螯合物后的沉镍滤液与过滤后热水洗涤的滤液合并, 采用活性炭吸附回收丁二酮肟后, 将 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 予以提取回收; 镍螯合物用 40% 硫酸溶解, 过滤后得到丁二酮肟沉淀和硫酸镍溶液。采用活性炭吸附回收酸溶滤液中溶解的丁二酮肟后, 经中和、加热水解、过滤, 除去残余 Fe^{3+} 后, 蒸发、结晶、洗涤、干燥得到硫酸镍产品, 经检测产品质量符合工业一级标准要求。合并回收的丁二酮肟循环用于沉镍反应。

[0039] 实施例 3

[0040] 采用一种镍矿的酸浸液为实验样品, 用氨水调节 $\text{PH} = 3.0 \sim 5.0$, 加热至 75 ~ 95℃, 恒温搅拌反应 1 ~ 2 小时, 使 Fe^{3+} 水解沉淀, 过滤后滤液具体成分如下 (g/L): Ni^{2+} 1.0 ~ 2.6, Fe^{3+} 0.005 ~ 0.02, Ca^{2+} 9 ~ 11, Mg^{2+} 1.2 ~ 2.0, NH_4^+ 70 ~ 100, Cu^{2+} 0.02 ~ 0.04, Co^{2+} 0.02 ~ 0.1。

[0041] 在除铁后的镍液中加入碳酸铵并用氨水调节 $\text{PH} = 7.0 \sim 7.5$, 其中碳酸铵与镍液中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 总量的摩尔比为 1.2 : 1, 使 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 以碳酸盐沉淀形式去除; 过滤后的滤液保持恒温在 80 ~ 85℃, 搅拌加入丁二酮肟进行沉镍反应, 丁二酮肟与滤液中 Ni^{2+} 的摩尔比为 2.3 : 1, 反应 30 ~ 40 分钟后过滤, 滤饼用 80 ~ 85℃ 热水逆流洗涤 2 次或 3 次, 得到纯净的镍螯合物, 杂质 (Na^+ 、 K^+ 、 NH_4^+ 、 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Pd^{2+} 、 Pt^{2+} 等) 均留于滤液中, 经检测残余镍含量小于 1mg/L; 得到纯净的镍螯合物后的沉镍滤液与过滤后热水洗涤的滤液合并, 采用活性炭吸附回收丁二酮肟后, 将 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 予以提取回收; 镍螯合物用 20% 硫酸溶解, 过滤后得到丁二酮肟沉淀和硫酸镍溶液。采用活性炭吸附, 回收酸溶滤液中溶解的丁二酮肟后, 经中和、加热水解、过滤, 除去残余 Fe^{3+} 后, 蒸发、结晶、洗涤、干燥得到硫酸镍产品, 经检测产品质量符合工业一级标准要求。合并回收的丁二酮肟循环用于沉镍反应。

[0042] 实施例 4

[0043] 采用一种镍矿的酸浸液为实验样品, 用氨水调节 $\text{PH} = 3.0 \sim 5.0$, 加热至 75 ~ 95℃, 恒温搅拌反应 1 ~ 2 小时, 使 Fe^{3+} 水解沉淀, 沉淀后滤液具体成分如下 (g/L): Ni^{2+} 1.0 ~ 2.6, Fe^{3+} 0.005 ~ 0.02, Ca^{2+} 9 ~ 11, Mg^{2+} 1.2 ~ 2.0, NH_4^+ 70 ~ 100, Cu^{2+} 0.02 ~ 0.04, Co^{2+} 0.02 ~ 0.1。

[0044] 在除铁后的镍液中加入碳酸铵并用氨水调节 $\text{PH} = 7.5 \sim 8.0$, 其中碳酸铵与镍液中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 总量的摩尔比为 1.1 : 1, 使 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 以碳酸盐沉淀形式去除; 过滤后的滤液保持恒温在 85 ~ 90℃, 搅拌加入丁二酮肟进行沉镍反应, 丁二酮肟与滤液中 Ni^{2+} 的摩尔比为 2.3 : 1, 反应 30 ~ 40 分钟后过滤, 滤饼用 85 ~ 90℃ 热水逆流洗涤 2 次或 3 次, 得到纯净的镍螯合物, 杂质 (Na^+ 、 K^+ 、 NH_4^+ 、 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Pd^{2+} 、 Pt^{2+} 等) 均留于滤液中, 经检测残余镍含量小于 1mg/L; 得到纯净的镍螯合物后的沉镍滤液与过滤后热水洗涤的滤液

合并,采用活性炭吸附回收丁二酮肟后,将 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 予以提取回收;镍螯合物用30%硫酸溶解,过滤后得到丁二酮肟沉淀和硫酸镍溶液。采用活性炭吸附回收酸溶滤液中溶解的丁二酮肟后,经中和、加热水解、过滤,除去残余 Fe^{3+} 后,蒸发、结晶、洗涤、干燥得到硫酸镍产品,经检测产品质量符合工业一级标准要求。合并回收的丁二酮肟循环用于沉镍反应。

[0045] 实施例 5

[0046] 采用一种镍矿的酸浸液为实验样品,用氨水调节 $\text{PH} = 3.0 \sim 5.0$,加热至 $75 \sim 95^\circ\text{C}$,恒温搅拌反应 $1 \sim 2$ 小时,使 Fe^{3+} 水解沉淀,沉淀后滤液具体成分如下(g/L): $\text{Ni}^{2+} 1.0 \sim 2.6$, $\text{Fe}^{3+} 0.005 \sim 0.02$, $\text{Ca}^{2+} 9 \sim 11$, $\text{Mg}^{2+} 1.2 \sim 2.0$, $\text{NH}_4^+ 70 \sim 100$, $\text{Cu}^{2+} 0.02 \sim 0.04$, $\text{Co}^{2+} 0.02 \sim 0.1$ 。

[0047] 在除铁后的镍液中加入碳酸铵并用氨水调节 $\text{PH} = 7.0 \sim 8.0$,其中碳酸铵与镍液中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 总量的摩尔比为 $1.15 : 1$,使 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 以碳酸盐沉淀形式去除;过滤后的滤液保持恒温在 $80 \sim 85^\circ\text{C}$,搅拌加入丁二酮肟进行沉镍反应,丁二酮肟与滤液中 Ni^{2+} 的摩尔比为 $2.3 : 1$,反应 $30 \sim 40$ 分钟后过滤,滤饼用 $85 \sim 90^\circ\text{C}$ 热水逆流洗涤2次或3次,得到纯净的镍螯合物,杂质(Na^+ 、 K^+ 、 NH_4^+ 、 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Pd^{2+} 、 Pt^{2+} 等)均留于滤液中,经检测残余镍含量小于 1mg/L ;得到纯净的镍螯合物后的沉镍滤液与过滤后热水洗涤的滤液合并,采用活性炭吸附回收丁二酮肟后,将 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 予以提取回收;镍螯合物用30%硫酸溶解,过滤后得到丁二酮肟沉淀和硫酸镍溶液。采用活性炭吸附回收酸溶滤液中溶解的丁二酮肟后,经中和、加热水解、过滤,除去残余 Fe^{3+} 后,蒸发、结晶、洗涤、干燥得到硫酸镍产品,经检测产品质量符合工业一级标准要求。合并回收的丁二酮肟循环用于沉镍反应。

[0048] 实施例 7

[0049] 实施例1~实施例6中的碳酸铵也可用其它可溶性碳酸盐,如碳酸钾、碳酸钠、碳酸氢钠或碳酸氢铵替代,选用碳酸氢铵,反应条件不变。

[0050] 实施例 8

[0051] 将工业上的含镍废渣、镍湿法冶金或含镍废催化剂的酸浸液,采用与实施例1~实施例7相同的工艺条件,可实现镍液净化除杂。