



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104789764 A

(43) 申请公布日 2015.07.22

---

(21) 申请号 201410845816.4

(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 于衍芬 孙志忠 刘玉强 王建华

刘召霞 杜昊 沙滨 王晓婵

朱慧 王少华

(74) 专利代理机构 甘肃省知识产权事务中心

62100

代理人 陶涛

(51) Int. Cl.

C22B 3/08(2006.01)

C22B 23/00(2006.01)

C22B 26/22(2006.01)

C01B 33/12(2006.01)

---

权利要求书1页 说明书11页 附图1页

(54) 发明名称

一种从低品位红土镍矿中回收镍、铁、硅和镁的方法

(57) 摘要

一种从低品位红土镍矿中回收镍、铁、硅和镁的方法，涉及湿法冶金技术领域。本发明的有效果在于：在获取镍的同时，能有效回收低品位红土镍矿中的铁与硅，回收的铁与硅只需简单处理就能再次利用或进行冶炼。本发明的还能有效回收用做中间反应物的氧化镁，避免了中间反应物的浪费。相对对于高压酸浸工艺，本发明的对设备的要求低，对反应物物料温度要求低，对反应环境压力要求低。由于镍钴为相互伴生金属，在提炼镍的同时，还混杂有一定量的钴，本发明能一并回收镍中伴生的钴，且都是以氢氧化物的形式回收，方便了后期镍的提纯以及钴的分离。

1. 一种从低品位红土镍矿中回收镍、铁、硅和镁的方法，包括以下步骤：

a) 洗选分级：

以 80 目为洗选分级标准对低品位红土镍矿洗选分级，得到 80 以上大粒径较矿块和 80 目以下细碎矿粉；

b) 制备矿浆：

将步骤 a 中洗选出的大粒径较矿块研磨成 80 目以下的粉末，以水与固体物质 0.8 ~ 1.5:1 的体积质量比将水与研磨的粉末进行混合，得到一级矿浆；

以水与固体物质 0.8 ~ 1.5:1 的体积质量比将水与将步骤 a) 中洗选出的细碎矿粉进行混合，得到二级矿浆；

c) 浓硫酸常压浸出与固液分离，回收硅：

将步骤 b 中制备的一级矿浆加热到 60 ~ 90℃，将浓硫酸加热到 100 ~ 180℃；

将加热的一级矿浆与浓硫酸通入常压双螺旋反应器进行搅拌混合；

将搅拌混后的混合物倒入水溶罐进行反应，直至水溶罐形成酥松的蜂窝状膏体；

将水与蜂窝状膏体以 1 ~ 1.5:1 的比例混合，匀速搅拌 20 ~ 70 分钟，得到混合溶液；

对混合溶液进行固液分离，得到常压浸出渣 A 和常压浸出液 B，所述常压浸出渣 A 为二氧化硅；

d) 常压浸出液 B 加压浸出与固液分离：

将常压浸出液 B 与到二级矿浆以 1:2 ~ 3 的体积比加入加压反应釜进行反应，反应温度维持在 150 ~ 240℃；反应持续 30 ~ 60 分钟；pH 值维持在 0.5 ~ 1.5 间；反应压力维持在 1.5 ~ 4Mpa；

对反应后的溶液进行固液分离，得到加压浸出渣 C 和加压浸出液 D；

e) 回收铁：

用 10% 的碱性溶液对加压浸出渣 C 进行洗涤；

对洗涤后的固体颗粒进行烘干处理，得到铁精粉颗粒；

f) 回收镍：

向加压浸出液 D 中加入氧化镁进行反应，直到 pH 值维持在 7 ~ 8 间；

对反应后的溶液进行固液分离，得到氢氧化镍固体颗粒和硫酸镁溶液；

对氢氧化镍固体颗粒进行常规处理即可得到镍；

g) 回收镁：

对步骤 f 中产生的硫酸镁溶液进行蒸发结晶，得到固体硫酸镁颗粒。

2. 权利要求 1 所述的一种从低品位红土镍矿中回收镍、铁、硅和镁的方法，其特征在于：所述步骤 c 中使用的硫酸与矿浆体积比 0.8 ~ 1.8:1。

## 一种从低品位红土镍矿中回收镍、铁、硅和镁的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及湿法冶金技术领域，具体是一种从低品位红土镍矿中回收镍、铁、硅和镁的方法。

### 背景技术

[0002] 低品位红土镍矿是指混杂有大体积矿块以及细碎矿粉的土镍矿，土镍矿富含镍、铁、硅等元素，对红土矿的冶炼主要以火法工艺和湿法工艺两大类为主。火法冶金工艺处理红土矿时，通常只能生产镍铁，不能回收硅。而现有的湿法工艺堆浸技术浸出率较低，只适用于处理高镁含量的红土矿。现有湿法工艺中需要对矿浆进行酸浸出，处理方法分为常压加温酸浸和高压高温酸浸，常压加温酸浸后产成的浸出液中含有各种金属离子，后续分离工序变得复杂，同时需要大量的硫酸用于酸浸，浓硫酸的使用量是酸浸物的3倍以上；高压高温酸浸虽然用酸较少，但是需要将浓硫酸加热到300℃以上，在压力值50MPa的条件下进行反应，在高温、高压条件下，矿石中的金属矿物几乎完全溶解，整个酸浸过程对反应釜的要求极高，同时该方法会生成的大量矿渣，矿渣中铁与硅不能完全分离，无法回收利用，只能当废料处理。

### 发明内容

[0003] 本发明的主要目的是提供一种从低品位红土镍矿中回收镍、铁、硅和镁的方法，该方法能有效克服现有技术中浓硫酸用量较大、浓硫酸需要高温加热、反应过程需要较高的压力，反应后矿渣中铁硅无法完全分离的问题。

[0004] 为了解决上述问题，本发明采用了一种从低品位红土镍矿中回收镍、铁、硅和镁的方法，该方法包括以下步骤。

[0005] 1 洗选分级：以80目为洗选分级标准对低品位红土镍矿洗选分级，得到80以上大粒径较矿块和80目以下细碎矿粉。

[0006] 2 制备矿浆：将步骤1中洗选出的大粒径较矿块研磨成80目以下的粉末，以水与固体物质0.8～1.5:1的体积质量比将水与研磨的粉末进行混合，得到一级矿浆；以水与固体物质0.8～1.5:1的体积质量比将水与将步骤1中洗选出的细碎矿粉进行混合，得到二级矿浆。

[0007] 3 浓硫酸常压浸出与固液分离，回收硅：将步骤2中制备的一级矿浆加热到60～90℃，将浓硫酸加热到100～180℃。将加热的一级矿浆与浓硫酸通入常压双螺旋反应器进行搅拌混合。将搅拌混后的混合物倒入水溶罐进行反应，直至水溶罐形成酥松的蜂窝状膏体。将水与蜂窝状膏体以1～1.5:1的比例混合，匀速搅拌20～70分钟，得到混合溶液。对混合溶液进行固液分离，得到常压浸出渣A和常压浸出液B，所述常压浸出渣A为二氧化硅。

[0008] 4 常压浸出液B加压浸出与固液分离：将常压浸出液B与到二级矿浆以1:2～3的体积比例加入加压反应釜进行反应，反应温度维持在150～240℃；反应持续30～60分

钟 ;pH 值维持在 0.5 ~ 1.5 间 ; 反应压力维持在 1.5 ~ 4Mpa 。对反应后的溶液进行固液分离, 得到加压浸出渣 C 和加压浸出液 D 。

[0009] 5 回收铁 : 用 10% 的碱性溶液对加压浸出渣 C 进行洗涤。对洗涤后的固体颗粒进行烘干处理, 得到铁精粉颗粒。

[0010] 6 回收镍 : 向加压浸出液 D 中加入氧化镁进行反应, 直到 pH 值维持在 7 ~ 8 间 ; 对反应后的溶液进行固液分离, 得到氢氧化镍固体颗粒和硫酸镁溶液 ; 对氢氧化镍固体颗粒进行常规处理即可得到镍。

[0011] 7 回收镁 : 对步骤 6 中产生的硫酸镁溶液进行蒸发结晶, 得到固体硫酸镁颗粒。

[0012] 步骤 3 中使用的硫酸与矿浆体积比 0.8 ~ 1.8:1 。

[0013] 本发明的有效果在于 : 在获取镍的同时, 能有效回收低品位红土镍矿中的铁与硅, 回收的铁与硅只需简单处理就能再次利用或进行冶炼。本发明的还能有效回收用做中间反应物的氧化镁, 避免了中间反应物的浪费。相对对于高压酸浸工艺, 本发明的对设备的要求低, 对反应物物料温度要求低, 对反应环境压力要求低。由于镍钴为相互伴生金属, 在提炼镍的同时, 还混杂有一定量的钴, 本发明能一并回收镍中伴生的钴, 且都是以氢氧化物的形式回收, 方便了后期镍的提纯以及钴的分离。

## 附图说明

[0014] 图 1 是本发明流程框图。

[0015] 具体是方式

[0016] 以下结合具体实施例对本发明做进一步说明。以下例中使用的 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 。

[0017] 表 1 红土矿成分表

[0018]

编号	矿石类型	Ni(%)	Co(%)	Fe(%)	MgO(%)	SiO <sub>2</sub> (%)
1#	新喀红土矿	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#	新喀低硅镁矿	1.17	0.16	49.28	0.14	2.48
4#	印尼红土矿	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#	印尼低硅镁矿	1.32	0.08	47.33	0.23	2.14

- [0019] 实施例 1
- [0020] 1 洗选分级。
- [0021] 以 80 目为洗选分级标准对 1# 进行洗选分级, 得到 80 以上的 2#; 80 目以下的 3#。
- [0022] 2 制备矿浆。
- [0023] 称取 500kg 重量的 2#, 与 500L 的水混合得到一级矿浆;
- [0024] 3 浓硫酸常压浸出与固液分离, 回收硅。
- [0025] 将步骤 2 中制备的一级矿浆加热到 90℃, 将浓硫酸加热到 180℃;
- [0026] 将加热的一级矿浆与浓硫酸通入常压双螺旋反应器进行搅拌混合;
- [0027] 将搅拌混后的混合物倒入水溶罐进行反应, 反应 10 分钟后, 水溶罐会形成酥松的蜂窝状膏体;
- [0028] 在水溶罐中加入 1500kg 的水与蜂窝状膏体混合, 匀速搅拌 20 分钟, 得到混合溶液。将混合溶液泵入板框压滤机进行固液分离和滤渣洗涤, 得到 205Kg 常压浸出渣 A<sub>1</sub>, 1450L 常压浸出液 B<sub>1</sub>, 1150L 洗涤液 E<sub>1</sub>( 其中常压酸浸滤渣 A<sub>1</sub>、常压酸浸滤液 B<sub>1</sub>、洗涤液 E<sub>1</sub> 的成分见表 1-1、表 1-2、表 1-3)。
- [0029] 取 300g 常压浸出渣 A<sub>1</sub> 进行水力旋流分离, 得到小于 100 目重 144g 的二氧化硅粉 H<sub>1</sub> 以及大于 100 目重 149g 的细砂 I<sub>1</sub> (二氧化硅粉 H<sub>1</sub> 和细砂 I<sub>1</sub> 成分见表 1-8 和表 1-9)。
- 4 常压浸出液 B<sub>1</sub> 加压浸出与固液分离。
- [0030] 取 4000g 的 3#, 加入 8000ml 洗涤液 E<sub>1</sub> 制备成二级矿浆, 洗涤液 E<sub>1</sub> 含水量约为 90% 以上。将制备好的二级矿浆通入容积为 17L 的 PARR4557 加压反釜中, 之后再向 PARR4557 加压反釜中加入 3000ml 的常压酸浸滤液 B<sub>1</sub>。反应温度维持在 240℃, 反应持续 30 分钟, pH 值维持在 1.5 间; 反应压力维持在 4Mpa。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 3550g 加压浸出渣 C<sub>1</sub>、9400ml 加压浸出液 D<sub>1</sub>、5480ml 洗涤液 F<sub>1</sub> (加压浸出渣 C<sub>1</sub>、加压浸出液 D<sub>1</sub> 和洗涤液 F<sub>1</sub> 的成分见表 1-4、表 1-5 和表 1-6)。
- [0031] 5 回收铁。
- [0032] 取 300g 加压浸出渣 C<sub>1</sub> 加入盛有 1000ml, 浓度为 10% 碳酸钠溶液的烧杯中, 加热至 60℃ 并搅拌 30 分钟。固液分离并洗涤滤饼、烘干, 得到 290g 赤铁矿 G<sub>1</sub> (赤铁矿 G<sub>1</sub> 成分见表 1-7)。
- [0033] 6 回收镍。
- [0034] 取 500ml 加压浸出液 D<sub>1</sub> 放入烧杯, 搅拌并水浴加热至 85℃, 之后缓慢加入 30% 氧化镁乳液调节 pH 值至 8, 稳定 45 分钟后过滤并洗涤滤饼, 得 6.93g 氢氧化镍(钴) J<sub>1</sub> 和 490ml 沉镍(钴) 后液 K<sub>1</sub> (氢氧化镍(钴) J<sub>1</sub> 和沉镍(钴) 后液 K<sub>1</sub> 成分见表 1-10 和表 1-11)。
- [0035] 7 回收镁。
- [0036] 取 450ml 沉镍后液 K<sub>1</sub> 放入烧杯, 搅拌并水浴加热, 搅拌转速 250r/min, 温度控制为 80℃。加入 5% NaClO 溶液并滴入氧化镁乳液调节 pH 值在 7 范围内。反复交替操作, 当再滴入 NaClO 溶液, pH 值不降反升时, 继续加热 1 小时使二氧化锰晶体长大, pH 值最终为 7.5。冷却至室温后过滤并洗涤滤饼, 得到二氧化锰沉淀除锰后液 450ml。对除锰后液浓缩结晶并降温分离, 得到 75g 硫酸镁 L<sub>1</sub> 和系统尾液 (硫酸镁 L<sub>1</sub> 成分见表 1-12)。
- [0037] 基于残渣的成分含量, 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: 98.51%; 常压酸浸钴浸出率: 96.83%; 加压浸出镍浸出率: 95.66%; 加压浸出钴浸出率: 95.66%。

率 :92. 73 ;总计镍浸出率 96. 38% ;钴浸出率 93. 10% ;铁回收率 >96% ;

[0038] 硫酸消耗 :200Kg • 硫酸 /t • 矿 ;总计渣率 :41g 硅渣 /1000g 红土矿。

[0039] 表 1-1 常压酸浸滤渣 A<sub>1</sub>成分统计表

[0040]

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

[0041] 表 1-2 常压酸浸滤液 B<sub>1</sub>成分统计表

[0042]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	3.96	0.17	42.13	27.21

[0043] 表 1-3 洗涤液 E<sub>1</sub>成分统计表

[0044]

成分	Ni	Co	Fe	MgO	成分	Ni
含量 (g/L)	1.63	0.07	17.73	11.40	含量 (g/L)	1.63

[0045] 表 1-4 加压浸出渣 C<sub>1</sub>成分统计表

[0046]

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>	S
含量 (%)	0.057	0.013	63.10	0.022	2.794	1.073

[0047] 表 1-5 加压浸出滤液 D<sub>1</sub>成分统计表

[0048]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	5.93	0.73	1.67	15.11

[0049] 表 1-6 洗涤液 F<sub>1</sub>成分统计表

[0050]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	2.54	0.26	1.26	6.68

[0051] 表 1-7 赤铁矿 G<sub>1</sub>成分统计表

[0052]

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

[0053] 表 1-8 二氧化硅粉 H<sub>1</sub>成分统计表

[0054]

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

[0055] 表 1-9 细砂 I<sub>1</sub>成分统计表

[0056]

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

[0057] 表 1-10 氢氧化镍 ( 钴 ) J<sub>1</sub>成分统计表

[0058]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (%)	42.38	5.13	0.79	2.34

[0059] 表 1-11 沉镍后液 K<sub>1</sub>成分统计表

[0060]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	0. 024	0. 006	0. 002	25. 36

[0061] 表 1-12 硫酸镁 L<sub>1</sub>成分统计表

[0062]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (%)	0. 025	0. 003	0. 002	15. 11

[0063] 实施例 2

[0064] 1 洗选分级。

[0065] 以 80 目为洗选分级标准对 4# 进行洗选分级, 得到 80 以上的 5# ;80 目以下的 6#。

[0066] 2 制备矿浆。

[0067] 称取 500kg 重量的 5#, 与 500L 的水混合得到一级矿浆;

[0068] 3 浓硫酸常压浸出与固液分离, 回收硅。

[0069] 将步骤 2 中制备的一级矿浆加热到 60℃, 将浓硫酸加热到 100℃;

[0070] 将加热的一级矿浆与浓硫酸通入常压双螺旋反应器进行搅拌混合;

[0071] 将搅拌混后的混合物倒入水溶罐进行反应, 反应 10 分钟后, 水溶罐会形成酥松的蜂窝状膏体;

[0072] 在水溶罐中加入 1500kg 的水与蜂窝状膏体混合, 匀速搅拌 70 分钟, 得到混合溶液。将混合溶液泵入板框压滤机进行固液分离和滤渣洗涤, 得到 230Kg 常压浸出渣 A<sub>2</sub>, 1400L 常压浸出液 B<sub>2</sub>, 1180L 洗涤液 E<sub>2</sub>( 其中常压酸浸滤渣 A<sub>2</sub>、常压酸浸滤液 B<sub>2</sub>、洗涤液 E<sub>2</sub> 的成分见表 2-1、表 2-2、表 2-3)。

[0073] 取 300g 常压浸出渣 A<sub>2</sub>进行水力旋流分离, 得到小于 100 目重 156g 的二氧化硅粉 H<sub>2</sub>以及大于 100 目重 138g 的细砂 I<sub>2</sub> ( 二氧化硅粉 H<sub>2</sub> 和细砂 I<sub>2</sub> 成分见表 2-8 和表 2-9)。

[0074] 4 常压浸出液 B<sub>1</sub>加压浸出与固液分离。

[0075] 取 4000g 的 6#, 加入 8000ml 洗涤液 E<sub>2</sub>制备成二级矿浆, 洗涤液 E<sub>2</sub>含水量约为 90% 以上。将制备好的二级矿浆通入容积为 17L 的 PARR4557 加压反釜中, 之后再向 PARR4557 加压反釜中加入 3000ml 的常压酸浸滤液 B<sub>2</sub>。反应温度维持在 150℃, 反应持续 60 分钟, pH 值维持在 0. 5 间; 反应压力维持在 1. 5Mpa。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 3565g 加压浸出渣 C<sub>2</sub>、9500ml 加压浸出液 D<sub>2</sub>、5500ml 洗涤液 F<sub>2</sub>( 加压浸出渣 C<sub>2</sub>、加压浸出液 D<sub>2</sub> 和洗涤液 F<sub>2</sub> 的成分见表 2-4、表 2-5 和表 2-6)。

[0076] 5 回收铁。

[0077] 取 300g 加压浸出渣 C<sub>2</sub>加入盛有 1000ml, 浓度为 10% 碳酸钠溶液的烧杯中, 加热至 60℃ 并搅拌 30 分钟。固液分离并洗涤滤饼、烘干, 得到 294g 赤铁矿 G<sub>2</sub>( 赤铁矿 G<sub>2</sub> 成分见表 2-7)。

[0078] 6 回收镍。

[0079] 取 500ml 加压浸出液 D<sub>2</sub>放入烧杯, 搅拌并水浴加热至 85℃, 之后缓慢加入 30% 氧化镁乳液调节 pH 值至 8, 稳定 45 分钟后过滤并洗涤滤饼, 得 7. 39g 氢氧化镍 ( 钴 ) J<sub>2</sub> 和 500ml 沉镍 ( 钴 ) 后液 K<sub>2</sub>( 氢氧化镍 ( 钴 ) J<sub>2</sub> 和沉镍 ( 钴 ) 后液 K<sub>2</sub> 成分见表 2-10 和表 2-11)。

[0080] 7 回收镁。

[0081] 取 450ml 沉镍后液 K<sub>2</sub>放入烧杯, 搅拌并水浴加热, 搅拌转速 250r/min, 温度控制为 80℃。加入 5% NaClO 溶液并滴入氯化镁乳液调节 pH 值在 7 范围内。反复交替操作, 当

再滴入 NaClO 溶液, pH 值不降反升时, 继续加热 1 小时使二氧化锰晶体长大, pH 值最终为 7.5。冷却至室温后过滤并洗涤滤饼, 得到二氧化锰沉淀除锰后液 450ml。对除锰后液浓缩结晶并降温分离, 得到 75g 硫酸镁 L<sub>2</sub> 和系统尾液 (硫酸镁 L<sub>2</sub> 成分见表 2-12)。

[0082] 常压酸浸镍浸出率 :97.63%; 常压酸浸钴浸出率 :95.47%。加压浸出镍浸出率 :94.57%; 加压浸出钴浸出率 :93.16%。总计镍浸出率 95.29%; 钴浸出率 93.04%。铁回收率 >96%。硫酸消耗 :200Kg • 硫酸 /t • 矿。总计渣率 :92.0g 硅渣 /1000g 红土矿。

[0083] 表 2-1 常压酸浸滤渣 (A<sub>2</sub>) 成分统计表

[0084]

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>
含量 (%)	0.083	0.014	2.00	1.50	83.36

[0085] 表 2-2 常压酸浸滤液 (B<sub>2</sub>) 成分统计表

[0086]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	4.06	0.34	38.84	18.96

[0087] 表 2-3 洗涤液 (E<sub>2</sub>) 成分统计表

[0088]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	1.63	0.07	21.65	7.82

[0089] 表 2-4 加压浸出渣 (C<sub>2</sub>) 成分统计表

[0090]

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>	S
含量 (%)	0.082	0.006	62.91	0.034	2.428	1.243

[0091] 表 2-5 加压浸出滤液 (D<sub>2</sub>) 成分统计表

[0092]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	6.38	0.37	1.15	10.75

[0093] 表 2-6 洗涤液 (F<sub>2</sub>) 成分统计表

[0094]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	2.76	0.15	0.47	4.83

[0095] 表 2-7 赤铁矿 (G<sub>2</sub>) 成分统计表

[0096]

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

[0097] 表 2-8 二氧化硅粉 (H<sub>2</sub>) 成分统计表

[0098]

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

[0099] 表 2-9 细砂 (I<sub>2</sub>) 成分统计表

[0100]

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

[0101] 表 2-10 氢氧化镍 (钴) (J<sub>2</sub>) 成分统计表

[0102]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (%)	43.17	2.48	1.23	2.84

[0103] 表 2-11 沉镍后液 ( $K_2$ ) 成分统计表

[0104]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	0.027	0.003	0.001	18.36

[0105] 表 2-12 硫酸镁 ( $L_2$ ) 成分统计表

[0106]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (%)	0.009	0.001	0.002	14.38

[0107] 实施例 3

[0108] 本实施例的 1、2、3 步骤同实施例 1 相同, 即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# 新喀低硅镁矿换成了 6# 印尼低硅镁矿。

[0109] 4 常压浸出液加压浸出与固液分离。

[0110] 取 4000g 的 6#, 加入 8000ml 洗涤液  $E_3$  制备成二级矿浆, 洗涤液  $E_3$  含水量约为 90% 以上。将制备好的二级矿浆通入容积为 17L 的 PARR4557 加压反釜中, 之后再向 PARR4557 加压反釜中加入 3000ml 的常压酸浸滤液。反应温度维持在 225℃, 反应持续 45 分钟, pH 值维持在 1 间; 反应压力维持在 2.9Mpa。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 3440g 加压浸出渣  $C_3$ 、9430ml 加压浸出液  $D_3$ 、5540ml 洗涤液  $F_3$  (加压浸出渣  $C_3$ 、加压浸出液  $D_3$ 、洗涤液  $F_3$  的成分见表 3-1、表 3-2 和表 3-3)。

[0111] 5 回收铁。

[0112] 取 300g 加压浸出渣  $C_3$  加入盛有 1000ml, 浓度为 10% 碳酸钠溶液的烧杯中, 加热至 60℃ 并搅拌 30 分钟。固液分离并洗涤滤饼、烘干, 得到 291g 赤铁矿  $G_3$  (赤铁矿  $G_3$  成分见表 3-4)。

[0113] 6 回收镍。

[0114] 取 500ml 加压浸出液  $D_3$  放入烧杯, 搅拌并水浴加热至 80℃, 之后缓慢加入 30% 氧化镁乳液调节 pH 值至 7.5, 稳定 45 分钟后过滤并洗涤滤饼, 得 7.67g 氢氧化镍 (钴)  $J_3$  和 490ml 沉镍 (钴) 后液  $K_3$  (氢氧化镍 (钴)  $J_3$  和沉镍 (钴) 后液  $K_3$  成分见表 3-5、表 3-6)。

[0115] 7 回收镁。

[0116] 取 450ml 沉镍后液  $K_3$  放入烧杯, 搅拌并水浴加热, 搅拌转速 250r/min, 温度控制为 80℃。加入 5%  $NaClO$  溶液并滴入氧化镁乳液调节 pH 值在 7 范围内。反复交替操作, 当再滴入  $NaClO$  溶液, pH 值不降反升时, 继续加热 1 小时使二氧化锰晶体长大, pH 值最终为 7.5。冷却至室温后过滤并洗涤滤饼, 得到二氧化锰沉淀除锰后液 420ml。对除锰后液浓缩结晶并降温分离, 得到 58g 硫酸镁  $L_3$  和系统尾液 (硫酸镁  $L_3$  成分见表 3-7)。

[0117] 基于残渣的成分含量, 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: 95.66%; 加压浸出钴浸出率: 96.12%。总计镍浸出率 96.30%; 钴浸出率 96.26%。铁回收率 >96%。硫酸消耗: 200Kg • 硫酸 / t • 矿。总计渣率: 82.0g 硅渣 / 1000g 红土矿。

[0118] 表 3-1 加压浸出渣 ( $C_3$ ) 成分统计表

[0119]

成分	Ni	Co	Fe	MgO	$SiO_2$	S
含量 (%)	0.067	0.004	62.82	0.027	2.493	1.276

[0120] 表 3-2 加压浸出滤液 ( $D_3$ ) 成分统计表

[0121]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	6.46	0.35	0.98	12.91

[0122] 表 3-3 洗涤液 ( $F_3$ ) 成分统计表

[0123]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	2.72	0.16	0.37	4.33

[0124] 表 3-4 加压浸出渣 ( $G_3$ ) 成分统计表

[0125]

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>	S
含量 (%)	0.058	0.006	62.27	0.021	2.386	0.287

[0126] 表 3-5 氢氧化镍 (钴) ( $J_3$ ) 成分统计表

[0127]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (%)	42.11	2.24	1.04	2.43

[0128] 表 3-6 沉镍后液 ( $K_3$ ) 成分统计表

[0129]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	0.017	0.003	0.001	21.08

[0130] 表 3-7 硫酸镁 ( $L_3$ ) 成分统计表

[0131]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (%)	0.021	0.002	0.002	14.68

[0132] 实施例 4

[0133] 本实施例的 1、2、3 步骤同实施例 2 相同, 即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# 印尼低硅镁矿换成了 3# 新喀低硅镁矿。

[0134] 4 常压浸出液加压浸出与固液分离。

[0135] 取 4000g 的 6#, 加入 8000ml 洗涤液  $E_4$  制备成二级矿浆, 洗涤液  $E_4$  含水量约为 90% 以上。将制备好的二级矿浆通入容积为 17L 的 PARR4557 加压反釜中, 之后再向 PARR4557 加压反釜中加入 3000ml 的常压酸浸滤液。反应温度维持在 233℃, 反应持续 49 分钟, pH 值维持在 1.2 间; 反应压力维持在 3.23Mpa。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 3470g 加压浸出渣  $C_4$ 、9460ml 加压浸出液  $D_4$ 、5380ml 洗涤液  $F_4$  (加压浸出渣  $C_4$ 、加压浸出液  $D_4$ 、洗涤液  $F_4$  的成分见表 4-1、表 4-2 和表 4-3)。

[0136] 5 回收铁。

[0137] 取 300g 加压浸出渣  $C_4$  加入盛有 1000ml, 浓度为 10% 碳酸钠溶液的烧杯中, 加热至 60℃ 并搅拌 30 分钟。固液分离并洗涤滤饼、烘干, 得到 291g 赤铁矿  $G_4$  (赤铁矿  $G_4$  成分见表 4-4)。

[0138] 6 回收镍。

[0139] 取 500ml 加压浸出液  $D_4$  放入烧杯, 搅拌并水浴加热至 80℃, 之后缓慢加入 30% 氧化镁乳液调节 pH 值至 7.3, 稳定 45 分钟后过滤并洗涤滤饼, 得 6.80g 氢氧化镍 (钴)  $J_4$  和 500ml 沉镍 (钴) 后液  $K_4$  (氢氧化镍 (钴)  $J_4$  和沉镍 (钴) 后液  $K_4$  成分见表 4-5、表 4-6)。

[0140] 7 回收镁。

[0141] 取 450ml 沉镍后液 K<sub>4</sub> 放入烧杯, 搅拌并水浴加热, 搅拌转速 250r/min, 温度控制为 80℃。加入 5% NaClO 溶液并滴入氧化镁乳液调节 pH 值在 7 范围内。反复交替操作, 当再滴入 NaClO 溶液, pH 值不降反升时, 继续加热 1 小时使二氧化锰晶体长大, pH 值最终为 7.5。冷却至室温后过滤并洗涤滤饼, 得到二氧化锰沉淀除锰后液 430ml。对除锰后液浓缩结晶并降温分离, 得到 58g 硫酸镁 L<sub>4</sub> 和系统尾液 (硫酸镁 L<sub>4</sub> 成分见表 4-7)。

[0142] 基于残渣的成分含量, 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: 95.66%; 加压浸出钴浸出率: 96.12%。总计镍浸出率 96.30%; 钴浸出率 96.26%。铁回收率 >96%。硫酸消耗: 200Kg • 硫酸 / t • 矿。总计渣率: 82.0g 硅渣 / 1000g 红土矿。

[0143] 表 4-1 加压浸出渣 (C<sub>4</sub>) 成分统计表

[0144]

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>	S
含量 (%)	0.071	0.015	62.82	0.047	2.86	1.272

[0145] 表 4-2 加压浸出滤液 (D<sub>4</sub>) 成分统计表

[0146]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	5.83	0.63	1.21	10.15

[0147] 表 4-3 洗涤液 (F<sub>4</sub>) 成分统计表

[0148]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	2.58	0.28	1.10	4.47

[0149] 表 4-4 赤铁矿 (G<sub>4</sub>) 成分统计表

[0150]

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>	S
含量 (%)	0.066	0.012	63.13	0.056	2.91	0.254

[0151] 表 4-5 氢氧化镍 (钴) (J<sub>4</sub>) 成分统计表

[0152]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (%)	42.78	4.14	0.89	2.12

[0153] 表 4-6 沉镍后液 (K<sub>4</sub>) 成分统计表

[0154]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	0.019	0.002	0.001	18.64

[0155] 表 4-7 硫酸镁 (L<sub>4</sub>) 成分统计表

[0156]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (%)	0.025	0.003	0.001	15.02

[0157] 实施例 5

[0158] 本实施例的 1、2、3 步骤同实施例 1 相同, 即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# 新喀低硅镁矿换成了 4# 印尼红土矿。

[0159] 4 常压浸出液加压浸出与固液分离。

[0160] 取 4000g 的 4#, 加入 8000ml 洗涤液 E<sub>5</sub> 制备成二级矿浆, 洗涤液 E<sub>5</sub> 含水量约为 90% 以上。将制备好的二级矿浆通入容积为 17L 的 PARR4557 加压反釜中, 之后再向 PARR4557

加压反釜中加入 3000ml 的常压酸浸滤液。反应温度维持在 230℃, 反应持续 51 分钟, pH 值维持在 1.1 间; 反应压力维持在 3.6Mpa。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 3750g 加压浸出渣 C<sub>5</sub>、9350ml 加压浸出液 D<sub>5</sub>、5920ml 洗涤液 F<sub>5</sub>(加压浸出渣 C<sub>5</sub>、加压浸出液 D<sub>5</sub>、洗涤液 F<sub>5</sub>的成分见表 5-1、表 5-2 和表 5-3)。

[0161] 5 回收铁。

[0162] 取 300g 加压浸出渣 C<sub>5</sub>加入盛有 1000ml, 浓度为 10% 碳酸钠溶液的烧杯中, 加热至 60℃并搅拌 30 分钟。固液分离并洗涤滤饼、烘干, 得到 290g 赤铁矿 G<sub>5</sub>(赤铁矿 G<sub>5</sub>成分见表 5-4)。

[0163] 6 回收镍。

[0164] 取 500ml 加压浸出液 D<sub>5</sub>放入烧杯, 搅拌并水浴加热至 80℃, 之后缓慢加入 30% 氧化镁乳液调节 pH 值至 7.1, 稳定 45 分钟后过滤并洗涤滤饼, 得 7.10g 氢氧化镍(钴) J<sub>5</sub>和 480ml 沉镍(钴)后液 K<sub>5</sub>(氢氧化镍(钴) J<sub>5</sub>和沉镍(钴)后液 K<sub>5</sub>成分见表 5-5、表 5-6)。

[0165] 7 回收镁。

[0166] 取 450ml 沉镍后液 K<sub>5</sub>放入烧杯, 搅拌并水浴加热, 搅拌转速 250r/min, 温度控制为 80℃。加入 5% NaClO 溶液并滴入氧化镁乳液调节 pH 值在 7 范围内。反复交替操作, 当再滴入 NaClO 溶液, pH 值不降反升时, 继续加热 1 小时使二氧化锰晶体长大, pH 值最终为 7.5。冷却至室温后过滤并洗涤滤饼, 得到二氧化锰沉淀除锰后液 440ml。对除锰后液浓缩结晶并降温分离, 得到 58g 硫酸镁 L<sub>5</sub>和系统尾液(硫酸镁 L<sub>5</sub>成分见表 5-7)。

[0167] 基于残渣的成分含量, 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: 94.98%; 加压浸出钴浸出率: 92.78%。总计镍浸出率 95.52%; 钴浸出率 92.83%。铁回收率 >96%。硫酸消耗: 200Kg • 硫酸 / t • 矿。总计渣率: 82.0g 硅渣 / 1000g 红土矿。

[0168] 表 5-1 加压浸出渣 (C<sub>5</sub>) 成分统计表

[0169]

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>	S
含量 (%)	0.087	0.016	53.87	0.038	11.171	1.194

[0170] 表 5-2 加压浸出滤液 (D<sub>5</sub>) 成分统计表

[0171]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	6.03	0.75	1.34	10.45

[0172] 表 5-3 洗涤液 (F<sub>5</sub>) 成分统计表

[0173]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	3.17	0.39	0.98	5.50

[0174] 表 5-4 赤铁矿 (G<sub>5</sub>) 成分统计表

[0175]

成分	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>	S
含量 (%)	0.079	0.017	53.82	0.031	12.565	0.356

[0176] 表 5-5 氢氧化镍(钴) (J<sub>5</sub>) 成分统计表

[0177]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (%)	42.34	5.04	0.94	2.11

[0178] 表 5-6 沉镍后液 (K<sub>5</sub>) 成分统计表

[0179]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (g/L)	0.016	0.001	0.001	18.56
成分	Ni	Co	Fe	MgO

[0180] 表 5-7 硫酸镁 ( $L_5$ ) 成分统计表

[0181]

成分	Ni	Co	Fe	MgO
含量 (%)	0.014	0.002	0.002	14.69
成分	Ni	Co	Fe	MgO

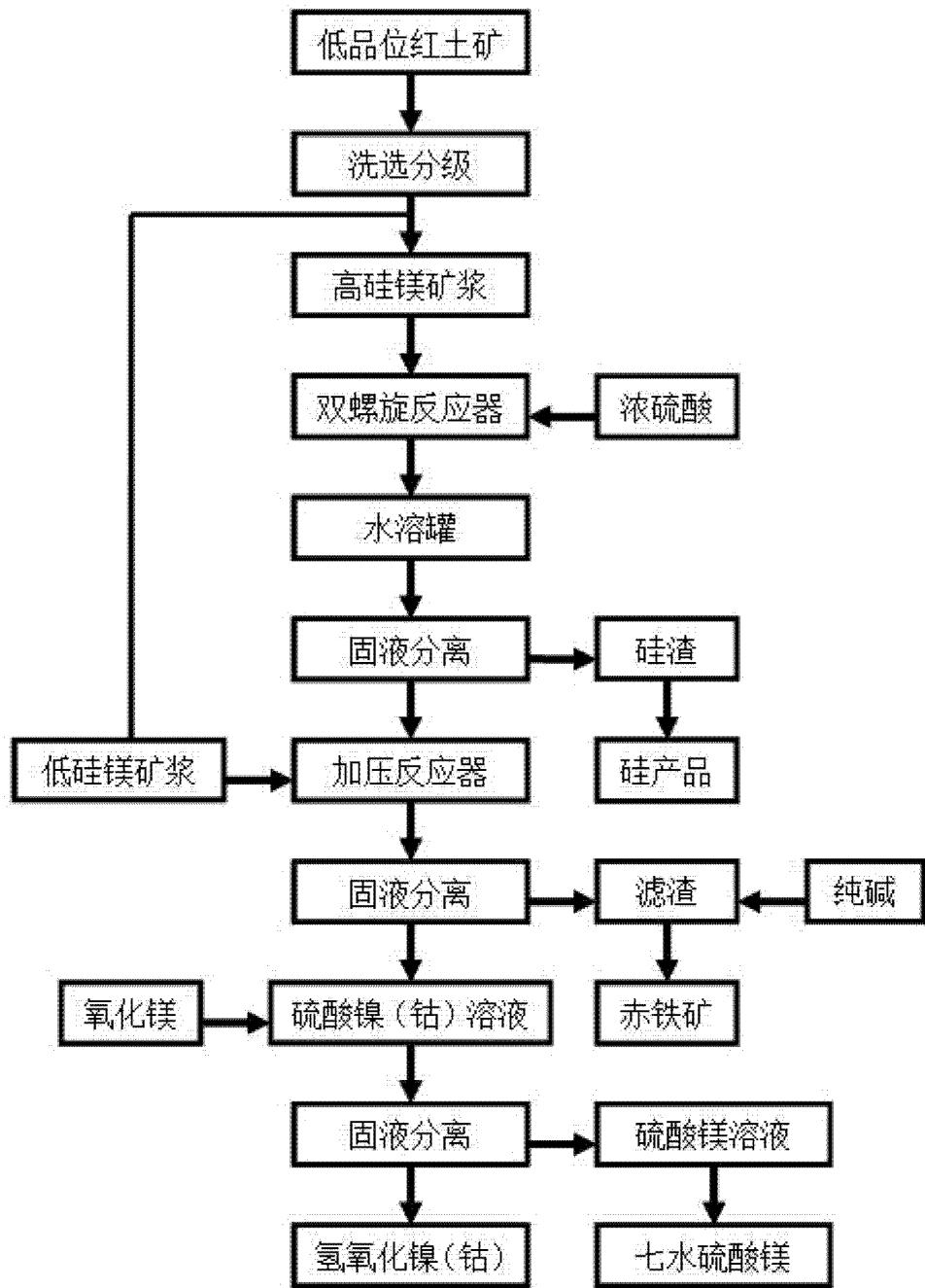


图 1