



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

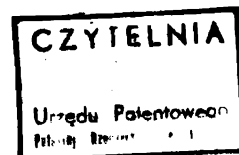
Int. Cl.² C22B 15/08
C22B 23/04

Zgłoszono 14.11.78 (P. 210953)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono 22.10.79

Opis patentowy opublikowano 31.05.1982



Twórcy wynalazku: Władysława Mulak, Janusz Laskowski, Andrzej Łuszczkiewicz

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Wrocławska, Wrocław (Polska)

**Sposób ługowania niklu, kobaltu i miedzi
z koncentratu siarczkowego**

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób ługowania niklu, kobaltu i miedzi z koncentratu siarczkowego, zwłaszcza koncentratu wydzielonego w formie półproduktu w przeróbce rud tytanomagnetytowych.

Rudy tytanomagnetytowe pochodzące ze złóż pierwotnych zawierają pewną ilość minerałów siarczkowych. Ze względu na wymagania stawiane koncentratom magnetytowym i ilmenitowym istnieje konieczność wydzielania z krajowych rud tytanomagnetytowych siarczków w postaci koncentratów flotacyjnych.

Znane sposoby ługowania niklu, kobaltu i miedzi z siarczkowych koncentratów oparte są na ciśnieniowym ługowaniu amoniakalnym lub kwaśnym w podwyższonych temperaturach. Ciśnieniowe ługowanie amoniakalne polega na ługowaniu koncentratów zawierających w procentach wagowych 10–14 Ni, 0,3–0,4 Co, 1–2 Cu, 33–40 Fe i 28–34 S za pomocą wodnych roztworów amoniaku w temperaturach od 353 do 368 K pod ciśnieniem powietrza około 1013,25 kPa. Roztwór po ługowaniu poddawany jest oczyszczaniu od jonów miedzi przez wydzielenie CuS, następnie z roztworu wydzielany jest nikiel i kobalt na drodze selektywnej redukcji wodoru w temperaturze 278 K i pod ciśnieniem 4255,65 kPa.

Ciśnieniowe ługowanie kwaśne oparte jest na ługowaniu koncentratu zawierającego 55,1% wagowych Ni: 5,9% wagowych Co kwasem siarkowym w temperaturze 448 K pod ciśnieniem 1545,37 kPa. Roztwór po ługowaniu oczyszczany jest, przez dobór wartości pH, od jonów żelaza, chromu, glinu, miedzi, ołowiu, cynku i następnie z oczyszczonego roztworu wydziela się selektywnie nikiel i

2

kobalt na drodze redukcji wodorem o temperaturze 478 K i pod ciśnieniem 4255,65 kPa. Znane sposoby nadają się do koncentratów bogatych w nikiel, o zawartości powyżej 10% wagowych niklu z uwagi na stosowanie procesów ciśnieniowych.

Sposób według wynalazku polega na tym, że koncentrat zawierający przeciętnie w procentach wagowych od 0,4–2,0 Ni, 0,1–0,5 Co, 0,7–4,0 Cu i 15,0–32,5 Fe ługuje się pod normalnym ciśnieniem roztworem kwasu siarkowego o stężeniu powyżej 5 procent wagowych z dodatkiem dwuchromianu sodu lub potasu w ilości od 30 do 150 kg/m³. Ługowanie prowadzi się w temperaturze od 333 do 353 K w czasie od 1,8 do 3,6 Ks, przy stosunku fazy stałej do cieklej 1:3. Z roztworu po ługowaniu usuwa się żelazo przez wytrącanie jarosytu w autoklawie w temperaturze od 423 do 473 K, a następnie wydziela się miedź, nikiel, kobalt na drodze elektrolizy przeponowej regenerując jednocześnie zużyte jony chromu VI.

Sposób według wynalazku charakteryzuje się wysokim uzyskiem w roztworze po ługowaniu niklu, kobaltu i miedzi rzędu 98% oraz niewielkim przejściem do roztworu żelaza (ok. 50%). W innych metodach kwaśnych żelazo prawie całkowicie przechodzi do roztworu co stwarza duże trudności przy przeróbce i regeneracji roztworów po ługowaniu.

Przedmiot wynalazku jest bliżej objaśniony w przykładach wykonania.

Przykład I. 100 kg koncentratu zawierającego w procentach wagowych: 1,72 niklu, 0,50 kobaltu, 3,45 miedzi, 31,51 żelaza oraz 27,67 siarki ługuje się pod nor-

malnym ciśnieniem dziesięcioprocentowym roztworem kwasu siarkowego z dodatkiem dwuchromianu sodu w ilości 150 kg/m^3 roztworu kwasu siarkowego w temperaturze 333 K w czasie $1,8 \text{ ks}$ przy stosunku fazy stałej do ciekłej równym $1:3$. W czasie ługowania nikiel, kobalt, miedź i częściowo żelazo przechodzą do roztworu. Roztwór po ługowaniu zawiera $5,61 \text{ kg/m}^3$ niklu, $11,21 \text{ kg/m}^3$ miedzi, $1,06 \text{ kg/m}^3$ kobaltu, $52,50 \text{ kg/m}^3$ żelaza oraz 17 kg/m^3 chromu III i 23 kg/m^3 chromu VI. Wartość pH roztworu wynosi około 1. W wyniku ługowania do roztworu ługującego przechodzi zatem 98% wagowych niklu, 97% wagowych kobaltu, 98% wagowych miedzi oraz 50% wagowych żelaza ilości znajdującej się uprzednio w koncentracie wyjściowym. Roztwór ten po uprzednim wydzieleniu żelaza w postaci jarosytu sodu w temperaturze $423\text{--}473 \text{ K}$ poddaje się elektrolizie przeponowej wydzielając kolejno miedź, nikiel, kobalt i jednocześnie regeneruje zużyte jony chromu VI.

Przykład II. 100 kg koncentratu zawierającego w procentach wagowych: 1,72 niklu, 0,50 kobaltu, 3,45 miedzi, 31,51 żelaza oraz 27,67 siarki ługuje się pod normalnym ciśnieniem dziesięcioprocentowym roztworem kwasu siarkowego z dodatkiem dwuchromianu sodu w ilości 30 kg/m^3 w temperaturze 343 K w czasie $3,6 \text{ ks}$ przy stosunku fazy stałej do ciekłej równym $1:3$.

W czasie ługowania nikiel, kobalt, miedź i częściowo żelazo przechodzą do roztworu. Roztwór po ługowaniu zawiera: $5,39 \text{ kg/m}^3$ niklu, $9,20 \text{ kg/m}^3$ miedzi, $1,50 \text{ kg/m}^3$ kobaltu, $63,02 \text{ kg/m}^3$ żelaza oraz 10 kg/m^3 chromu III i 5 kg/m^3 chromu VI. Wartość pH roztworu wynosi ok. 2. W wyniku ługowania do roztworu ługującego przechodzi zatem 94% wagowych niklu, 90% wagowych kobaltu, 80% wagowych miedzi i 60% wagowych żelaza ilości znajdującej się uprzednio w koncentracie wyjściowym. Roztwór ten po uprzednim wydzieleniu żelaza w postaci jarosytu sodu w temperaturze $423\text{--}473 \text{ K}$ poddaje się elektrolizie przeponowej wydzielając kolejno miedź,

nikiel, kobalt i jednocześnie regenerując zużyte jony chromu VI.

Przykład III. 100 kg koncentratu zawierającego w procentach wagowych: 1,72 niklu, 0,50 kobaltu, 3,45 miedzi, 31,51 żelaza oraz 27,67 siarki ługuje się pod normalnym ciśnieniem pięcioprocentowym roztworem kwasu siarkowego z dodatkiem dwuchromianu sodu w ilości 45 kg/m^3 w temperaturze 353 K w czasie $3,6 \text{ ks}$ przy stosunku fazy stałej do ciekłej równym $1:3$. W czasie ługowania nikiel, kobalt, miedź i częściowo żelazo przechodzą do roztworu. Roztwór po ługowaniu zawiera: $4,58 \text{ kg/m}^3$ niklu, $5,75 \text{ kg/m}^3$ miedzi, $1,16 \text{ kg/m}^3$ kobaltu, $31,5 \text{ kg/m}^3$ żelaza oraz 13 kg/m^3 chromu III i 2 kg/m^3 chromu VI.

Wartość pH roztworu wynosi około 2,5. W wyniku ługowania do roztworu ługującego przechodzi zatem 80% wagowych niklu, 70% wagowych kobaltu, 50% wagowych miedzi oraz 30% wagowych żelaza ilości znajdującej się uprzednio w koncentracie wyjściowym. Roztwór ten po uprzednim wydzieleniu żelaza w postaci jarosytu sodu w temperaturze $423\text{--}473 \text{ K}$ poddaje się elektrolizie przeponowej wydzielając kolejno miedź, nikiel, kobalt i jednocześnie regenerując zużyte jony chromu VI.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób ługowania niklu, kobaltu i miedzi z koncentratu siarczkowego, a zwłaszcza koncentratu zawierającego od 0,4 do 2,0% wagowych Ni, od 0,1 do 0,5 wagowych Co, od 0,7 do 4,0% wagowych Cu, i od 1,50 do 32,5% wagowych Fe, **znamienny** tym, że koncentrat ługuje się pod normalnym ciśnieniem roztworem kwasu siarkowego o stężeniu od 5 do 10 % wagowych z dodatkiem dwuchromianu sodu lub potasu w ilości od 30 do 150 kg/m^3 w temperaturze od 333 K do 353 K , w czasie od 1,8 do $3,6 \text{ Ks}$ i stosunku fazy stałej do ciekłej $1:3$, po czym z roztworu wydzielą się metale znanymi sposobami.