Записки Ленинградского орденов Ленина и Трудового Красного Знамени горного института им. Г. В. Плеханова, т. XLII, вып. 3, 1963 г.

О КОМБИНИРОВАННОЙ ПЕРЕРАБОТКЕ ПРОДУКТОВ С ПОВЫШЕННЫМ СОДЕРЖАНИЕМ СИЛИКАТНОГО НИКЕЛЯ

Г. А. Осолодков, М. Г. Татарская

Наличие в сульфидных медно-никелевых рудах никеля, изоморфно связанного с некоторыми силикатными минералами, иногда предопределяет возможные результаты обогащения таких руд. Извлечение силикатного никеля при флотации невысокое, и значительная часть его теряется в хвостах. По данным М. Н. Годлевского, силикаты медно-никелевых руд, содержащие никель, легко разлагаются кислотами [1]. В связи с этим испытывался комбинированный метод для переработки продуктов с относительно высоким содержанием силикатного никеля. Метод аналогичен предложенному В. Я. Мостовичем для извлечения меди из труднообогатимых окисленных и сульфидно-окисленных медных руд. Процесс выщелачивания руды раствором серной кислоты (0,5—3%), цементации меди железом и флотации цементной меди совместно с сульфидами используется в промышленности. Он экономически эффективен даже при низком содержании меди в исходном материале, когда растворимость минералов породы, определяющая расход кислоты на выщелачивание, не слишком велика. Расход кислоты при переработке медных руд методом Мостовича, по данным США, изменяется для разных руд от 2,5 до 33 *кг* на 1 *т* руды. Для проб отечественных руд он составляет 35—45 *кг/т*, что определяется различной растворимостью породы [2]. Для цементации меди используется губчатое железо или измельченная чугунная стружка: 1,2—2,5 *кг* железа на 1 *кг* меди.

Комбинированная переработка медно-никелевых руд может оказаться целесообразной для отдельных трудно обогатимых промежуточных продуктов обогащения или некондиционных концентратов. С целью выявления условий процесса и ориентировочной оценки его результатов исследовалась комбинированная переработка иловой фракции, выделенной из пробы типичной медно-никелевой руды. Выделенная проба сохранялась для опытов во влажном состоянии. Гранулометрический состав исходного материала был следующим:

Класс крупности, меш.	>65	65—100	100—150	150—200	200—325	325	Исходный продукт
Выход, %:							
частный	0,9	2,0	5,8	8,3	7,3	75,7	100
суммарный	0,9	2,9	8,7	17,0	24,3	100	—

По химическому анализу исходный материал опытов содержал 0,65% меди и 0,53% никеля, в том числе 0,36% никеля сульфидного и 0,17% силикатного, т. е. 32% всего никеля заключалось в форме изоморфной примеси в силикатах.

Кислотная обработка иловой фракции. Навеска исходного материала, содержащая около 50 *г* сухого вещества, обрабатывалась при перемешивании определенным объемом раствора серной кислоты при заданной температуре, постоянной в течение опыта. Объем нагретых растворов периодически компенсировался добавками воды, подогретой до температуры опыта.

Опыты выщелачивания проведены при Т : Ж, равном 1 2, 1 3 и 1 : 4. Концентрация серной кислоты 2, 3 и 5%. Температура растворов 16—18, 50—55, 65—70, 80—85 и 90—95° Продолжительность перемешивания — 1, 2, 3 и 5 часов.

Максимальное извлечение никеля в раствор достигается в каждой серии опытов при продолжительности выщелачивания 1 час. Дальнейшая кислотная обработка приводит к понижению концентрации никеля в растворе, по-видимому, вследствие образования трудно растворимых основных солей никеля при низкой кислотности конечных растворов.

Как видно из табл. 1, кислотная обработка иловой фракции позволяет извлечь в раствор 25—30% никеля, содержащегося в исходном материале, что примерно соответствует относительному содержанию в нем силикатного никеля. При работе с 2-процентным раствором серной кислоты такие результаты достигаются при подогревании раствора до 50—70° Использование 3-процентных растворов серной кислоты позволяет получить те же результаты при комнатной температуре.

Таблица 1

Оптимальные результаты кислотной обработки иловой фракции при выщелачивании в течение 1 часа

Начальная концентрация H_2SO_4, %	Температура, °С	Т : Ж	Раствор после выщелачивания			Остаток от выщелачивания			Содержание Ni в исходном твердом продукте, %	Извлечение Ni в раствор, % от исходного содержания
			Остаточная концентрация H_2SO_4, %	Содержание Ni		Выход, % исходного твердого продукта	Содержание Ni			
				мг/л	% исходного твердого продукта			% исходного твердого продукта		
2	65—70	1 : 2	0,03	700	0,140	94,4	0,42	0,396	0,536	26,1
		1 : 3	0,04	440	0,132	92,6	0,39	0,361	0,493	26,8
3	16—20	1 : 2	Следы	750	0,150	92,4	0,42	0,388	0,538	27,9
		1 : 3	Следы	413	0,124	95,6	0,41	0,392	0,516	24,0
3	65- 70	1 : 2	0,02	660	0,132	94,4	0,39	0,368	0,500	26,4
		1 : 3	0,06	506	0,152	94,0	0,35	0,329	0,481	31,6

Загруженная кислота практически расходуется полностью, так что при 3-процентных растворах расход ее в расчете на 1 *т* обрабатываемого материала составляет около 60 *кг* при Т Ж=1 2 и около 90 *кг* при Т Ж=1 3. Для 2-процентных растворов расход кислоты соответственно меньше и составляет 40 *кг* при Т Ж=1 2 и 60 *кг* при Т Ж= =1 3. Таким образом, работа на более разбавленных пульпах резко увеличивает расход кислоты, мало влияя на извлечение. Поэтому целесообразно работать с 2-процентным раствором серной кислоты на пульпах с отношением Т Ж, не превышающим 1 2. В этом случае расход кислоты почти тот же, что при кислотной обработке медных руд.

Применение растворов серной кислоты более высокой концентрации или в большем количестве хотя и позволяет повысить извлечение никеля в раствор, но едва ли может быть экономически выгодным.

Цементация никеля из разбавленных растворов осуществлялась с помощью измельченных чугуна, марганца и ферромарганца. Опыты проводились как над растворами сульфата никеля, так и над выщелачивательными растворами, полученными при обработке иловой фракции

3-процентным раствором серной кислоты при Т Ж = 1 3 и температуре раствора 60—70° в течение 1 часа.

Опыты с чугунной стружкой крупностью 60% — 100 меш показали, что высокое извлечение никеля из раствора (92—98% от исходного его содержания) при начальной его концентрации 1 *г/л* достигается только при очень больших расходах стружки (около 100 *г* на 1 *л* раствора) и высокой температуре раствора (90—95°) Продолжительность цементации 2—3 часа. Использование более тонкой чугунной стружки (100% — 200 меш) позволяет получить те же результаты при расходе стружки около 40 *г* на 1 *л* раствора, температуре раствора 60° и продолжительности цементации 1 час. Этот метод цементации даже при использовании тонкоизмельченного чугунного порошка, очевидно, не может получить практического применения.

Существенно понизить расход цементирующего материала удается при использовании для цементации никеля измельченного марганца. При крупности марганца 100% — 200 меш полное извлечение никеля из разбавленного раствора (1 *г/л*) достигается при расходе марганца 5 *г/л*, температуре раствора 60° и длительности цементации 1 час. Однако этот дорогостоящий материал не может найти практического применения.

Наиболее удобен для цементации никеля ферромарганец. Он стоит примерно в 1,5 раза больше чугуна, а расход его примерно тот же, что и марганца.

Для цементации было использовано несколько образцов ферромарганца с различным содержанием марганца и углерода. Опыты показали, что необходимый для полного извлечения никеля из раствора расход ферромарганца зависит, в первую очередь, от содержания в нем углерода. Расход низкоуглеродистого ферромарганца мало отличается от расхода марганца, а расход высокоуглеродистого ферромарганца приближается к расходу чугунной стружки. Присутствие ионов железа и меди в растворе, как и присутствие остаточной кислоты, существенно не ухудшает результатов цементации, хотя и требует несколько повышенного расхода ферромарганца вследствие потерь на растворение при повышенной кислотности раствора. Типичные результаты опытов цементации приведены в табл. 2.

Таблица

Цементация никеля из сернокислых растворов в течение 1 часа при 60—70°

Исходный материал	Цементирующий материал	Расход, г/л	Содержание Ni в растворе, г/л		Извлечение Ni в осадок, % от содержания его в растворе
			до цементации	после цементации	
Раствор сульфата никеля	Ферромарганец				
	86,6% Mn	6	1,0		100
	78,0% Mn; 1,2% C	8	1,0		100
	72,0% Mn; 6,8% C	30	1,0		100
Раствор от обработки иловой фракции	Марганец	10		0,01	
	Ферромарганец				
	78% Mn; 1,2% C	12—15	1,07	Следы	100
	72% Mn; 6,8% C	60	1,07	0,02	98
	Чугунная стружка	60	1,07	Следы	100

Опыт цементации никеля из кислотной вытяжки в присутствии твердого остатка показал, что и в этих условиях достигается практически полное осаждение никеля из раствора.

Таким образом, весьма удобным цементирующим материалом для выделения никеля из разбавленных растворов является низкоуглеродистый ферромарганец. Расход его сравнительно невысокий, что при низкой стоимости делает возможным его практическое использование.

Флотация цементного никеля и никеля из остатков кислотной обработки иловой фракции. Для подбора условий флотации цементного никеля проведены опыты флотации порошка ферромарганца после обработки его в течение 1 часа раствором сульфата никеля различной концентрации при 60° Начальная концентрация сульфата никеля при цементации 1,2 и 0,6 *г/л*. Количество ферромарганца при цементации 12 *г/л*. Отношение Т : Ж при флотации (начальное) 1 120.

Наиболее высокие из испытанных реагентов результаты флотации цементного никеля дал амиловый диксантоген при расходе его 250 *г/м*^{3} В качестве вспенивателя применялся ксиленол 40 *г/м*^{3} пульпы.

В табл. 3 приведены результаты нескольких типичных опытов флотации цементного никеля, выделенного ферромарганцем из растворов с разной концентрацией никеля и соответственно различным содержанием его в цементном осадке.

Таблица 3

Флотация цементного никеля амиловым диксантогеном в течение 15 *мин*

Продукт	Выход,	Содержание Ni,	Извлечение Ni,
Концентрат	71,0	2,70	90,4
Хвосты	29,0	0,70	9,6
Исходный	100,0	2,12	100,0
Концентрат	63	0,85	85
Хвосты	37	0,26	15
Исходный	100	0,63	100
Концентрат	72	0,87	90
Хвосты	28	0,28	10
Исходный	100	0,70	100

В оптимальных условиях кислотной обработки иловой фракции концентрация никеля в растворах около 1 *г/л*. Из таких растворов последующее извлечение цементного никеля в концентрат с содержанием порядка 2—2,5% достигает 90%.

Для ориентировочного суждения об общих результатах комбинированного процесса было поставлено несколько опытов флотации остат-

Таблица 4

Флотация остатков от кислотного выщелачивания иловой фракции рудной мелочи
Начальная плотность пульпы 9,4% твердого. Бутиловый ксантат 60 *г/м*^{3}, Флотационное масло 40 *г/м*^{3}

Реагенты, *г/м*^{3} пульпы		Продукт	Выход, %	Содержание,		Извлечение, %	
$CuSO_4$	NaHS			Ni	Cu	Ni	Cu
Нет	Нет	Концентрат	4,76	1,08	0,84	13,0	19,9
		Хвосты	95,24	0,36	0,57	87,0	80,1
		Исходный	100,00	0,39	0,68	100,0	100,0
50	100	Концентрат	20,17	1,53	3,38	77,1	93,9
		Хвосты	79,83	0,115	0,055	22,9	6,1
		Исходный	100,00	0,40	0,72	100,0	100,0

ков после кислотного выщелачивания силикатного никеля с целью извлечения сульфидов никеля и меди. Остатки выщелачивания в этих опытах были отделены от растворов, дважды промыты водой и профлотированы (табл. 4).

Применение активаторов при флотации остатков от кислотного выщелачивания иловой фракции дает вполне удовлетворительные результаты разделения.

Приведенные данные позволяют установить ориентировочные результаты комбинированной переработки иловой фракции. В качестве исходных данных для расчета могут быть приняты следующие показатели: 1) извлечение никеля в раствор при кислотной обработке иловой фракции — 25% исходного; 2) извлечение растворенного никеля в окончательный концентрат — 90% от операции; 3) извлечение никеля, содержащегося в остатках от кислотного выщелачивания, — 80% от операции. Общее извлечение никеля при комбинированной переработке иловой фракции, по этим данным, составляет примерно 83% от металла в исходном материале. Из них за счет флотации цементного никеля извлекается 22,5% (25×0,9) и за счет флотации никеля, содержащегося в остатках от выщелачивания, 60% (75×0,8). При уточнении условий отдельных операций комбинированной переработки извлечение никеля в окончательный концентрат, возможно, будет несколько выше рассчитанного.

ВЫВОДЫ

Показана принципиальная возможность применения комбинированного процесса выщелачивания, цементации и флотации для переработки продуктов с относительно высоким содержанием силикатного никеля.

Установлены ориентировочные показатели отдельных операций.

Предлагаемый метод перспективен при отдельной обработке труднообогатимых промежуточных продуктов фабрик, перерабатывающих медноникелевые руды с целью повышения общего извлечения из них никеля.

Полученные результаты указывают на необходимость постановки дальнейших, более широких исследований.

ЛИТЕРАТУРА

1. Годлевский М. Н. О содержании силикатного никеля в сульфидных медно-никелевых рудах Норильского района. Бюлл. техн. информ. Норильского горно-металлургич. комбината, 1957, № 3—4.

2. Митрофанов С. И. Комбинированный процесс обогащения и гидрометаллургической переработки окисленных медных руд по методу проф. В. Я. Мостовича. Бюлл. Центр. ин-та информ. цветной металлургии, 1956, № 5.

3. Осолодков Г. А. Анализ результатов промышленной флотации минерального сырья. Зап. ЛГИ, 1950, т. XXIV