УДК 669.24, 622.765

П.Н.ДЕВЯТКИН
Металлургический факультет,
аспирант кафедры общей и физической химии

РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ СПОСОБА РАЗДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ И МЕДИ В РАСТВОРАХ

Разработан и исследован способ разделения никеля и меди в процессе переработки сточных вод, содержащих никель и микропримеси меди. Способ предусматривает коллективную пенную флотоэкстракцию никеля и меди раствором нафтеновой кислоты в керосине с последующей селективной реэкстракцией никеля из полученной органической фазы пенного продукта. Определены оптимальные условия селективной реэкстракции: температура 70 °С и pH = 3,75÷4,25. В этих условиях коэффициент разделения никеля и меди достигает 140-145, что позволяет получить после кристаллизации товарный никелевый купорос, отвечающий по содержанию меди марке Ч ГОСТ 4465-74.

The method of separating nickel from the microimpurity of copper in sewage water has been developed and investigated during the process of sewage treatment. The method provides the collective froth flotoextraction of nickel and copper with the solution of naphthenic acid in kerosene. It also provides the subsequent reextraction of nickel from the obtained organic phase of a frothy product. Optimum conditions for the selective reextraction were determined as temperature 70 °C, and pH = 3,75÷4,25. At this temperature and pH, the factor of separation of nickel from copper is equal to 140-145. The method creates after crystallization the marketable nickel (II) sulphate hydrated, which is adequate under the contents of copper to brand mark «Pure» of the appropriate GOST 4465-74 (all-Union State Standard).

Отдельные предприятия цветной металлургии сталкиваются с необходимостью извлечения никеля из растворов, содержащих микропримеси меди. Целью данной работы являлась разработка способа разделения никеля и меди с получением товарной продукции в виде соответствующих кристаллогидратов высших сортов. Наиболее благоприятной областью применения способа является переработка относительно бедных никельсодержащих растворов и сбросных вод, например растворов после электролиза никеля.

Для предварительного выделения никеля и меди из раствора использован относительно новый метод пенной флотоэкстракции. Пенная флотоэкстракция представляет собой обычную жидкостную экстракцию извлекаемого компонента с последующей пенной флотацией образующегося экстракта и реализуется в одном технологическом аппарате – флотационной машине*. При извлечении меди и никеля используется в качестве экстрагента раствор нафтеновой кислоты в керосине при разных значениях pH. Согласно экстракционным технологиям переработки растворов, содержащих ионы меди и никеля в сопоставимых количествах, первоначально извлекают медь при pH = 5,0÷5,5, а затем при повышении щелочности водного раствора до pH = 6,5÷7,0 никель. Полученные селективные медь- и никельсодержащий экстракты перерабаты-

* *Дибров И.А.* Классификация флотационных процессов в гидрометаллургии и очистке сточных вод / И.А.Дибров, Н.Н.Воронин, А.А.Клемятов // Обогащение руд. 1999. № 5.

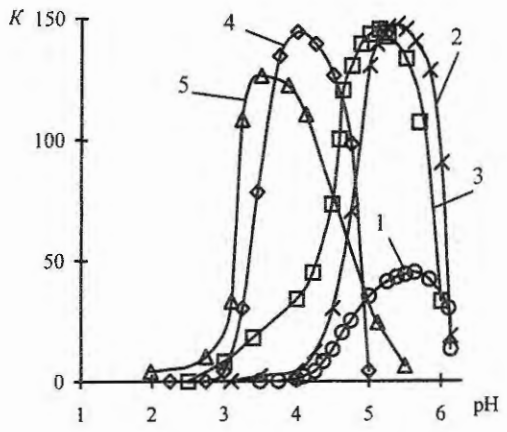


Рис.1. Влияние pH на коэффициент разделения K в процессе селективной реэкстракции никеля при разных температурах

1, 2, 3, 4 и 5 – при T, равной 20, 50, 60, 70 и 80 °С соответственно

вают по стандартной технологии с получением товарной продукции в виде купоросов соответствующих металлов высших сортов*. Однако pH экстракции растворов с высоким отношением содержания никеля к меди (более 100) очень близки, что не позволяет достичь селективного извлечения металлов. Поэтому после пенной флотоэкстракции меди и никеля из исходного раствора разделение никеля и меди осуществляется в процессе экстракционной переработки полученной органической фазы пенного продукта за счет селективной реэкстракции никеля.

Экспериментальная часть работы проведена на синтетическом сульфатном растворе, содержащем примерно 0,7 г/л никеля, 2 мг/л меди и 1 г/л сульфата натрия и моделирующем сбросные воды цеха электролиза никеля комбината «Североникель» после их предварительной очистки от железа и кобальта. Опыты ставили по схеме, предусматривающей следующую последовательность технологических операций:

• коллективная пенная флотоэкстракция никеля и меди;

• разделение полученного пенного продукта на органическую фазу и водный раствор;

• селективная реэкстракция никеля из органической фазы пенного продукта.

В процессе исследований определялся оптимальный режим коллективной пенной флотоэкстракции и селективной реэкстракции никеля. Коллективную пенную флотоэкстракцию целесообразно проводить при расходе 1,1 моль нафтеновой кислоты на моль никеля и pH = 7,8÷8,25, регулируемом расходом извести. В этих условиях извлечение никеля достигает 99,1-99,5 %. Разделение никеля и меди реализуется в процессе селективной реэкстракции никеля серной кислотой при определенных pH и температуре. Результаты разделения оценивались коэффициентом разделения K, который представляет собой отношение коэффициентов распределения никеля и меди $D^{(Ni)}/D^{(Cu)}$ в процессе реэкстракции, которые, в свою очередь, есть отношение содержаний компонента в водной и органической фазах.

После несложных преобразований можно показать, что коэффициент разделения связан с извлечением никеля (ε^{Ni}) и меди (ε^{Cu}) в реэкстракт соотношением

$$K = \frac{\varepsilon^{Ni}(1-\varepsilon^{Cu})}{\varepsilon^{Cu}(1-\varepsilon^{Ni})}.$$

Полученные экспериментальные зависимости $K = f(\text{pH})$ при различных температурах (рис.1) характеризуются наличием максимума при определенных значениях $\text{pH} = \text{pH}_{max}$, зависящих от температуры T. Связь зависимостей $\text{pH}_{max} = f(T)$ и $K_{max} = f(T)$ (здесь K_{max} – максимальное значение коэффициента разделения, отвечающее $\text{pH} = \text{pH}_{max}$) приведена на рис.2. С увеличением температуры от 20 до 80 °С pH_{max} уменьшается от 5,7 до 3,5, а K_{max} в интервале температур 20-50 °С резко возрастает (от 43 до 147) и затем несколько снижается (до 127).

Оптимальный режим селективной реэкстракции никеля должен обеспечивать высокий коэффициент разделения при возможно большем извлечении никеля в

* *Берестовой А.М.* Экстракция цветных металлов из растворов нафтеновой кислотой / А.М.Берестовой, О.Л.Белькова, В.Д.Демидов // Известия вузов. Цветная металлургия. 1985. № 2.

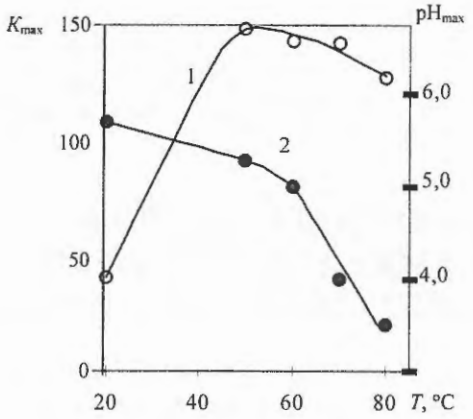


Рис.2. Влияние температуры на K_{max} и pH_{max} в процессе селективной реэкстракции никеля

1 – $K_{max} = f(T)$; 2 – $pH_{max} = f(T)$

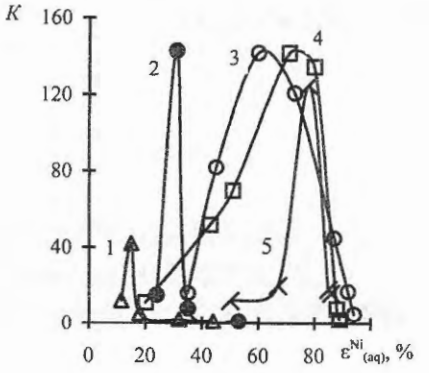


Рис.3. Зависимость коэффициента разделения K в процессе селективной реэкстракции никеля от извлечения никеля в водную фазу $\varepsilon^{Ni}_{(aq)}$ при разных температурах

1, 2, 3, 4 и 5 – при T, равной 20, 50, 60, 70 и 80 °С соответственно

реэкстракт. Зависимости коэффициента разделения от извлечения никеля в реэкстракт при разных температурах приведены на рис.3.

Как следует из приведенных данных, с увеличением температуры возрастает извлечение никеля, отвечающее максимальной величине коэффициента разделения. Оптимальная температура процесса примерно 70 °С, так как в этих условиях оба технологических показателя (K и ε^{Ni}), достаточно высоки и обеспечивают наилучшую эффективность селективной реэкстракции никеля. При этой температуре оптимально pH = 4 (см. рис.1, кривая 4 и рис.2, кривая 2). Если не учитывать дополнительного положительного эффекта очистки от меди в процессе кристаллизации никелевого купороса, то по технологическим показателям селективной реэкстракции никеля можно установить содержание меди в товарном сульфате никеля по уравнению*

$$\alpha^{Cu} = \frac{0{,}209\gamma}{\varepsilon^{Ni} + K(1-\varepsilon^{Ni})},$$

где γ – отношение содержаний меди и никеля в органической фазе пенного продукта коллективной пенной флотоэкстракции; 0,209 – содержание никеля в $NiSO_4 \cdot 7H_2O$; ε^{Ni} – извлечение никеля в реэкстракт.

Расчеты показывают, что в рекомендованном режиме селективной реэкстракции никеля (T = 70 °С, pH = 3,75÷4,25) может быть получен товарный никелевый купорос с $\alpha^{Cu} \le 0{,}002$ %, что удовлетворяет требованиям ГОСТ 4465-74 на никель сернокислый ($NiSO_4 \cdot 7H_2O$) марки Ч.

* Вывод данного расчетного уравнения для сокращения объема статьи не приводится.

Научный руководитель д.т.н. проф. *Н.Н.Воронин*