УДК 622.765

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

ПРИМЕНЕНИЕ ПЕННОЙ ФЛОТОЭКСТРАКЦИИ ДЛЯ ОЧИСТКИ СТОЧНЫХ ВОД И ПОЛУЧЕНИЯ ЧИСТОГО СУЛЬФАТА НИКЕЛЯ

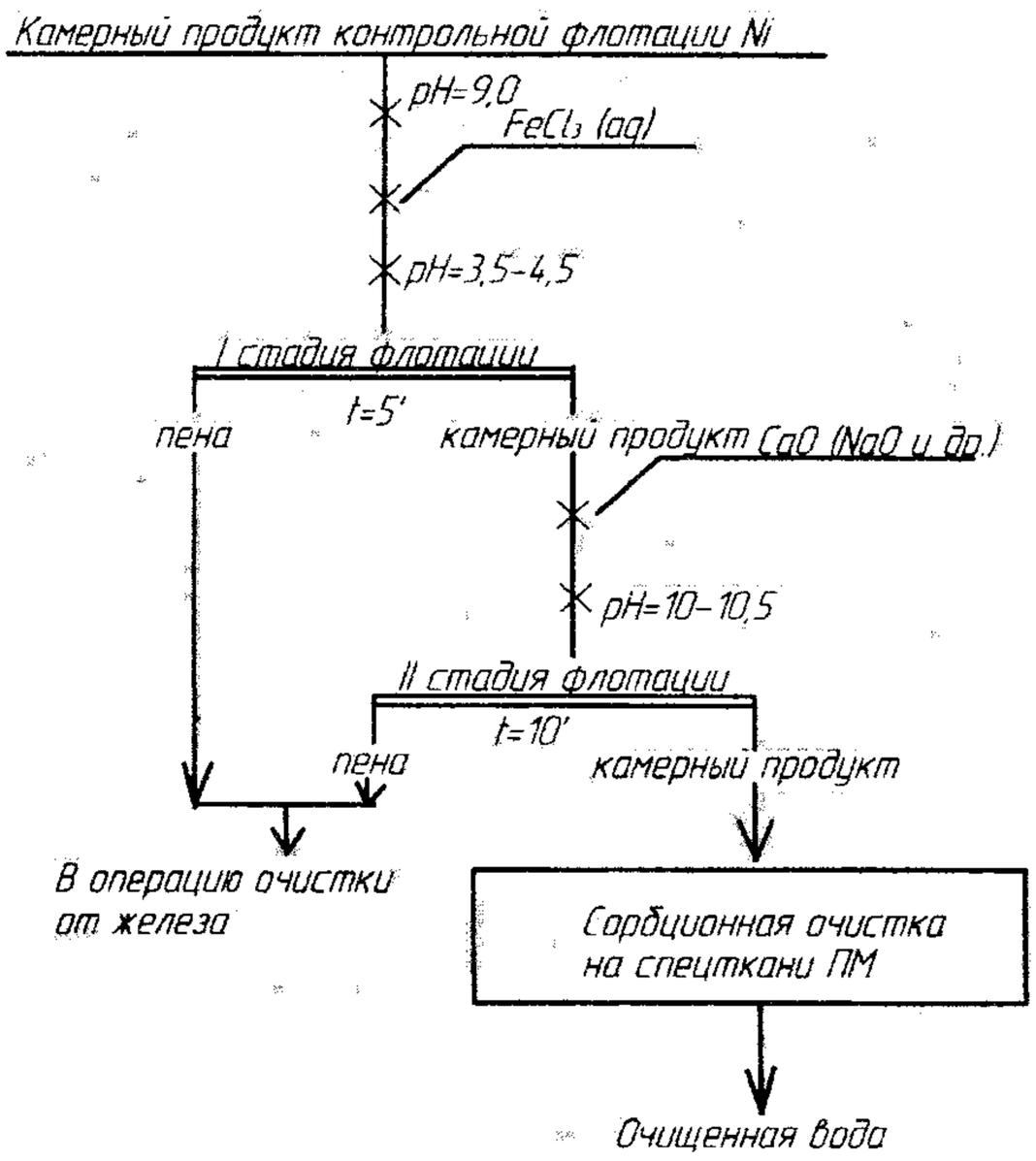
Описана разработанная и опробованная на разовой технологической пробе принципиальная технологическая схема получения чистого сульфата никеля (никелевого купороса высших сортов) из сточных вод комбината «Североникель». Сточные воды комбината можно охарактеризовать как относительно бедные растворы, пригодные для получения в процессе их переработки никеля в виде товарной продукции – семиводного никелевого купороса. Предлагаемая технология включает следующие основные операции: окислительный гидролиз для очистки от Fe, Al и др.; очистку от Co; пенную флотоэкстракцию; контрольную флотацию; операции по разделению водной и органической фаз; реэкстракцию никеля; регенерацию экстрагента и кристаллизацию сульфата никеля. Полученный никелевый купорос соответствует требованиям ГОСТа для купоросов никеля высших сортов. Выполненное предварительное технико-экономическое обоснование показало, что процесс очистки воды является беззатратным ввиду получения прибыли от реализации получаемой товарной продукции.

A basic technological diagram of pure nickel sulphate (first-class nickel vitriol) recovery from wastewater of the «Severonickel» industrial complex developed and tested according to a snap technological sample is described. Wastewater of the plant can be characterised as a relatively weak solution suitable for nickel recovery in the form of a commercial produce – heptaaqua nickel vitriol as a result of its processing. The technology suggested includes the following basic operations: oxidising hydrolysis to dispose of Fe, Al, etc.; disposal of Co; foam floatation extraction; control floatation; procedures to separate aqueous and organic phases; nickel re-extraction; extract regeneration and nickel sulphate crystallisation. Recovered nickel vitriol meets the all-Union State Standard requirements for first-class nickel vitriol. A carried out preliminary feasibility study showed that wastewater purification is a no-cost-required process considering profits gained from sales of the recovered commodity.

При разработке комбинированной многооперационной технологической схемы для переработки никельсодержащих сточных вод комбината «Североникель» в качестве экстрагента использован 0,5н. раствор нафтеновой кислоты в керосине. Испытанная партия дистиллированной нафтеновой кислоты имела молекулярный вес 220 г/моль. Константа диссоциации кислоты $pK_d \approx 5,1$.

Сбросные воды предприятия содержат примерно (по результатам выполненного химического анализа отобранной разовой технологической пробы) 0,8 г/л никеля, 10 мг/л меди, 5 мг/л кобальта, 6 г/л железа, $\sum(Ca + Mg) \simeq 0,7$ г/л и анионы SO_4^{2-} и Cl^-. Соответственно сточные воды комбината можно охарактеризовать как относительно бедные растворы, пригодные для получения в процессе их переработки никеля в виде товарной продукции – семиводного никелевого купороса.

Ранее для оптимального протекания процесса пенной флотоэкстракции необходимым считалось соотношение 2,5 моля нафтеновой кислоты на 1 моль никеля, но в данном случае процесс был успешно реализован при соотношении 1 моль нафтеновой кислоты на 1 моль никеля, так как с увеличением pH требуемый расход нафтеновой кислоты снижается и при pH = 8÷8,3 отвечает полуэквивалентному расходу. Такой расход кислоты соответствует образованию в органической фазе не среднего, а основного нафтената никеля. Данное обстоятельство позволило увеличить константу пенной флотоэкстракции, характеризующую процесс разделения фаз, со значения, не превышающего 20, до 130.



Технологическая схема очистки
камерного продукта контрольной флотации Ni

В результате исследований было установлено, что сбросные воды содержат железо, частично представленное двухвалентной формой, а также в малых количествах другие нежелательные компоненты (Al и др.). Поэтому в качестве первого технологического приема обработки сточной воды предложен окислительный гидролиз, осуществляемый при непрерывной подаче воздуха, подогреве до 60-70 °C и создании pH ≃ 5÷6 с целью осаждения железа и других нежелательных компонентов.

Содержание кобальта в сбросных водах незначительно, и следующей операцией является очистка от кобальта путем окисления двухвалентной формы в трехвалентную гипохлоритом натрия или газообразным хлором с целью осаждения его в виде гидроксида при соответствующем pH гидратоосаждения. Обе эти операции позволяют снизить содержание железа и кобальта до аналитического нуля.

Полученный раствор подвергается сгущению и последующей фильтрации с целью вывода из оборота отвального кека, содержащего в незначительных количествах Co, Cu, Ni Fe и другие нежелательные компоненты. Следующим технологическим процессом является пенная флотоэкстракция никеля, осуществляемая в однокамерной флотационной машине при pH ≃ 8÷8,3, с целью получения основного нафтената никеля в органической фазе.

Камерный продукт, прошедший контрольную флотацию никеля, подвергается флотационно-сорбционной очистке, а затем сбрасывается в водоем как очищенная до соответствующих конкреций сточная вода. Пенный продукт после необходимой обработки поступает на разделение водной и органической фаз. Из органической фазы после промывки от примесей при температуре 60-70 °C производится реэкстракция никеля при pH ≃ 3,5÷4. Водная фаза, прошедшая промывку керосином при температуре 60-70 °C, поступает на кристаллизацию при более низкой температуре (15-20 °C) с получением семиводного никелевого купороса высших сортов. Из полученного при реэкстракции никеля органической фазы регенерируется экстрагент (нафтеновая кислота) при pH ≃ 1, который вновь поступает в процесс. Выделенная при регенерации водная фаза нейтрализуется до соответствующих значений pH и подвергается фильтрации с получением отвального кека и раствора, который в дальнейшем проходит очистку от железа. Камерный продукт контрольной флотации никеля (см. рисунок) проходит последовательную флотационную и сорбционную очистку на спецткани ПМ с получением сточной воды, которая содержит менее 0,01 г/л Ni, 0,001 г/л Cu, 0,01 г/л Fe, 0,0001 г/л нафтеновой кислоты и 0,00001 г/л нефтепродуктов и соответствует требованиям, предъявляемым к сбросовым водам.

Научные руководители: профессор, д.т.н. *Н.Н.Воронин*
профессор, д.х.н. *И.А.Дибров*