



РЕСПУБЛИКА КАЗАХСТАН

(19) **KZ** (13) **U** (11) **4572**  
(51) *C01G 53/09* (2006.01)  
*C22B 23/02* (2006.01)

МИНИСТЕРСТВО ЮСТИЦИИ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

## ОПИСАНИЕ ПОЛЕЗНОЙ МОДЕЛИ К ПАТЕНТУ

(21) 2019/0921.2

(22) 14.07.2017

(45) 27.12.2019, бюл. №52

(72) Луганов Владимир Алексеевич; Мотовилов Игорь Юрьевич; Чепуштанова Татьяна Александровна; Гусейнова Гюльнара Джалаловна

(73) Некоммерческое акционерное общество "Казахский национальный исследовательский технический университет имени К.И. Сатпаева"

(56) USA 3085054, 09.04.1963

(54) **СПОСОБ КОМПЛЕКСНОЙ ПЕРЕРАБОТКИ БЕДНЫХ ОКИСЛЕННЫХ НИКЕЛЕВЫХ РУД С ПОЛУЧЕНИЕМ ПОРОШКОВ ОКСИДОВ ЖЕЛЕЗА**

(57) Полезная модель относится к металлургической промышленности, а именно, к способам получения цветных металлов и порошковых железосодержащих материалов и может быть использовано для получения порошков оксидов железа и никеля.

Комплексная переработка окисленных никелевых руд гидрометаллургическим способом (солянокислотное выщелачивание), с получением концентрата сульфида никеля, порошков оксидов железа и регенерацией соляной кислоты осуществляется в результате плавки окисленных никелевых руд с пиритом и коксом, выщелачивания металлизированного штейна 3N раствором соляной кислоты, очистки раствора от цветных металлов продуванием сероводородом и осаждением сульфида никеля, кобальта и меди, кристаллизации хлористого железа и высокотемпературный гидролиз кристаллов хлористого железа при температурах 600 - 700°C

Технический результат состоит в возможности перерабатывать бедные окисленные никелевые руды с получением концентрата сульфида никеля, а также получить дополнительную товарную продукцию в виде порошков оксидов железа, и регенерировать соляную кислоту.

(19) KZ (13) U (11) 4572

Полезная модель относится к металлургической промышленности, а именно, к способам получения цветных металлов и порошковых железосодержащих материалов и может быть использовано для получения порошков оксидов железа и никеля.

Существует способ [Патент USA №3085054. Опубликовано: 09.04.1963г. МПК C01G 53/09; C22B 23/00; C22B 3/26; C22B 3/28; C22B3/32; C22B3/38] переработки никель медного штейна, с целью получения сульфида меди и металлического никеля. Процесс включает селективное растворение сульфидов никеля концентрированным раствором соляной кислоты, оставляя большинство сульфидов меди нерастворенными. После отделения раствора хлорида никеля от сульфидов меди, раствор хлорида никеля окисляют воздухом или хлором при добавлении дополнительных количеств хлористого водорода для окисления двухвалентного железа до трехвалентного железа и с образованием анионных хлоридных комплексов различных металлов. Обработанный таким образом насыщенный раствор контактируют с анионообменной смолой или жидким экстрагентом для извлечения тех металлов, которые образуют анионные комплексы хлорида. Дополнительное количество хлористого водорода добавляют к очищенному раствору хлорида никеля для кристаллизации из него хлорида. Металлический никель извлекают из кристаллического хлорида никеля путем электролиза или путем восстановления водородом. Когда электролиз используется для восстановления металлического никеля, газообразный хлор образуется на аноде. В отдельной операции, газообразный хлор вступает в реакцию с водородом и сероводородом, выделяемым во время растворения штейна с образованием хлористого водорода, который рециркулирует в процесс растворения и кристаллизации хлорида никеля. Раствор, остающийся после стадии кристаллизации хлорида никеля, обрабатывают, чтобы выделить из него часть хлористого водорода, и затем обрабатывают для удаления свинца. Очищенный раствор без свинца, содержащий значительные количества никеля, например, более чем 25 грамм на литр, нагревают и возвращают на стадию выщелачивания. Когда металлический никель извлекают путем восстановления водородом используют ту же технологическую схему за исключением того, что при восстановлении хлорида никеля потоком газообразного водорода, получают выходящий поток содержащий водород и хлористый водород, который должен быть переработан с целью регенерации хлористо-водородной кислоты.

Недостатком этого способа является многостадийность процесса, необходимость применения процесса экстракции для очистки никельсодержащего раствора, окисление двухвалентного хлорида железа до трехвалентного.

Существует способ [Патент USA №4214901. Опубликовано: 29.07.1980г. МПК C22B 23/025; C22B 23/0423; C22B 23/043; C22B 23/0453; C22B 23/025; C22B 23/0423; C22B 23/043; C22B 23/0453;

C22B 3/0012; C22B 3/0016; C22B 3/0068; C22B 3/24] извлечения никеля из штейна состоящего из сульфидов никеля, кобальта, меди и железа. Сульфидный материал выщелачивают 3N нормальным раствором соляной кислоты, который обеспечивает извлечение в раствор хлорида никеля. Продуктивный раствор хлорида никеля контактируют с жидким органическим экстрагентом для очистки от других металлов. Рафинат хлорида никеля сначала концентрируют и затем подают в гидролизный блок с высокой температурой, где хлорид никеля окисляется до чистого оксида никеля, а в парогазовой фазе образуется хлористый водород. Горячий газообразный поток из установки гидролиза сначала пропускают через рафинат хлорида никеля для нагревания раствора, и для испарения воды из него. После прохождения через раствор хлорида никеля, газовый поток пропускают через поглотитель воды для выработки соляной кислоты, которая возвращается на стадию выщелачивания штейна.

Недостатком этого способа является многостадийность процесса, необходимость применения процесса экстракции для очистки никельсодержащего раствора.

Задача полезной модели состоит в разработке способа комплексной переработки окисленных никелевых руд гидрометаллургическим способом (солянокислотное выщелачивание), с получением концентрата сульфида никеля, порошков оксидов железа и регенерацией соляной кислоты.

Технический результат состоит в возможности перерабатывать бедные окисленные никелевые руды с получением концентрата сульфида никеля, который может быть переработан по стандартной конвертерной технологии на металлический никель, а также получить дополнительную товарную продукцию в виде порошков оксидов железа, и регенерировать соляную кислоту.

Технический результат достигается заявляемым способом, включающим плавку окисленных никелевых руд с пиритом и коксом в соотношении 50:45:5, 65:30:5, 75:20:5 на металлизированный штейн, выщелачивание металлизированного штейна 3N раствором соляной кислоты, отделение жидкой фазы от твердой, очистку раствора от цветных металлов продуванием сероводородом (который выделяется на стадии выщелачивания штейна) и осаждением сульфида никеля, кобальта и меди, упаривание раствора с использованием тепла парогазовой фазы, которая образуется на стадии высокотемпературного гидролиза и кристаллизации хлористого железа, высокотемпературный гидролиз кристаллов хлористого железа при температурах 600 - 700°C с получением порошков оксидов железа и концентрации паров соляной кислоты из парогазовой фазы (фиг.).

Способ осуществляется по следующей технологической цепочке:

1. Плавка на бедный металлизированный штейн. Плавка проводится в графитовых тиглях при соотношении в шихте - окисленная никелевая руда:

пиритный концентрат: углерод = 50:45:5, 65:30:5, 75:20:5.

Навеска шихты крупностью 2 мм загружается в тигель и помещается в печь. Температуру в печи медленно поднимают до 1500°C и поддерживают на этом уровне в течении 40 минут. Полученный штейн отделяют от шлака. Охлаждение штейна проводят в воде с получением гранул диаметром менее 7 мм.

2. Выщелачивание штейна соляной кислотой. Выщелачивание проводят 3 N раствором соляной кислоты в стеклянных колбах с обратным холодильником и мешалкой при температурах 100°C и продолжительности 30 мин.

3. Очистку продуктивного раствора от цветных металлов. Очистку проводят безавтоклавно в стеклянных колбах с обратным холодильником и мешалкой при температуре 90°C и продолжительности 2 часа, в которые подается сероводород. При выделении сульфидов цветных металлов образуется свободная соляная кислота. Для ее нейтрализации в раствор подается металлический чугун.

4. Кристаллизация хлористого железа. Очищенный раствор хлористого железа подвергается кристаллизации в стеклянных колбах с мешалкой, путем его упаривания до 30% по объему за счет тепла парогазовой фазы получаемой на стадии высокотемпературного гидролиза и от тепла внешнего теплоносителя до появления первых кристаллов, и охлаждают раствор до 22°C. Образующиеся кристаллы хлористого железа отфильтровываются от маточного раствора, который возвращают на стадию выщелачивания.

5. Высокотемпературный гидролиз хлорида железа (II) с получением порошков оксида железа и регенерацией соляной кислоты. Высокотемпературный гидролиз проводят в трубчатой печи, в качестве реактора используют кварцевую трубу диаметром 45 мм с обоих концов закрытую резиновыми пробками с отверстиями для ввода, и отвода газов из реакционного пространства. Кристаллы хлористого железа помещают в кварцевую трубу при температуре в реакторе 600 - 700°C и выдерживают в течении 30 минут. В твердой фазе образуются оксиды железа, а из парогазовую фазы концентрируют соляную кислоту.

Пример 1: 100 г никелевой руды смешиваются с 90 г пиритного концентрата и 10 г кокса, проводится плавка при 1500°C в течении 40 минут на металлизированный штейн, в который извлекается никель и железо, штейн выпускается в воду с получением гранул крупностью менее 7 мм.

Полученные гранулы выщелачиваются 3N раствором соляной кислотой, в раствор выщелачивания извлекается железо и никель, очистку от никеля проводят сероводородом выделяющимся на стадии выщелачивания,

очищенный раствор упаривается за счет тепла парогазовой фазы получаемой на стадии высокотемпературного гидролиза и из него при температуре 22°C кристаллизуется хлористое железо, маточный раствор возвращается на стадию кристаллизации, полученные кристаллы подвергают высокотемпературному гидролизу при температурах 600 - 700°C, в твердой фазе образуется порошок оксидов железа с преобладающей долей магнетита, из парогазовой фазы концентрируют соляную кислоту (табл.).

Пример 2: 130 г никелевой руды смешиваются с 60 г пиритного концентрата и 10 г кокса, проводится плавка при 1500°C в течении 40 минут на металлизированный штейн в который извлекается никель и железо, штейн выпускается в воду с получением гранул крупностью менее 7 мм. Полученные гранулы выщелачиваются 3N раствором соляной кислотой, в раствор выщелачивания извлекается железо и никель, очистку от никеля проводят сероводородом выделяющимся на стадии выщелачивания, очищенный раствор упаривается за счет тепла парогазовой фазы получаемой на стадии высокотемпературного гидролиза и из него при температуре 22°C кристаллизуется хлористое железо, маточный раствор возвращается на стадию кристаллизации, полученные кристаллы подвергают высокотемпературному гидролизу при температурах 600 - 700°C, в твердой фазе образуется порошок оксидов железа с преобладающей долей магнетита, из парогазовой фазы концентрируют соляную кислоту (табл.).

Пример 3: 150 г никелевой руды смешиваются с 40 г пиритного концентрата и 10 г кокса, проводится плавка при 1500°C в течении 40 минут на металлизированный штейн в который извлекается никель и железо, штейн выпускается в воду с получением гранул крупностью менее 7 мм. Полученные гранулы выщелачиваются 3N раствором соляной кислотой, в раствор выщелачивания извлекается железо и никель, очистку от никеля проводят сероводородом выделяющимся на стадии выщелачивания, очищенный раствор упаривается за счет тепла парогазовой фазы получаемой на стадии высокотемпературного гидролиза и из него при температуре 22°C кристаллизуется хлористое железо, маточный раствор возвращается на стадию кристаллизации, полученные кристаллы подвергают высокотемпературному гидролизу при температурах 600 - 700°C, в твердой фазе образуется порошок оксидов железа с преобладающей долей магнетита, из парогазовой фазы концентрируют соляную кислоту (табл.).

Таблица

Результаты по заявленному способу

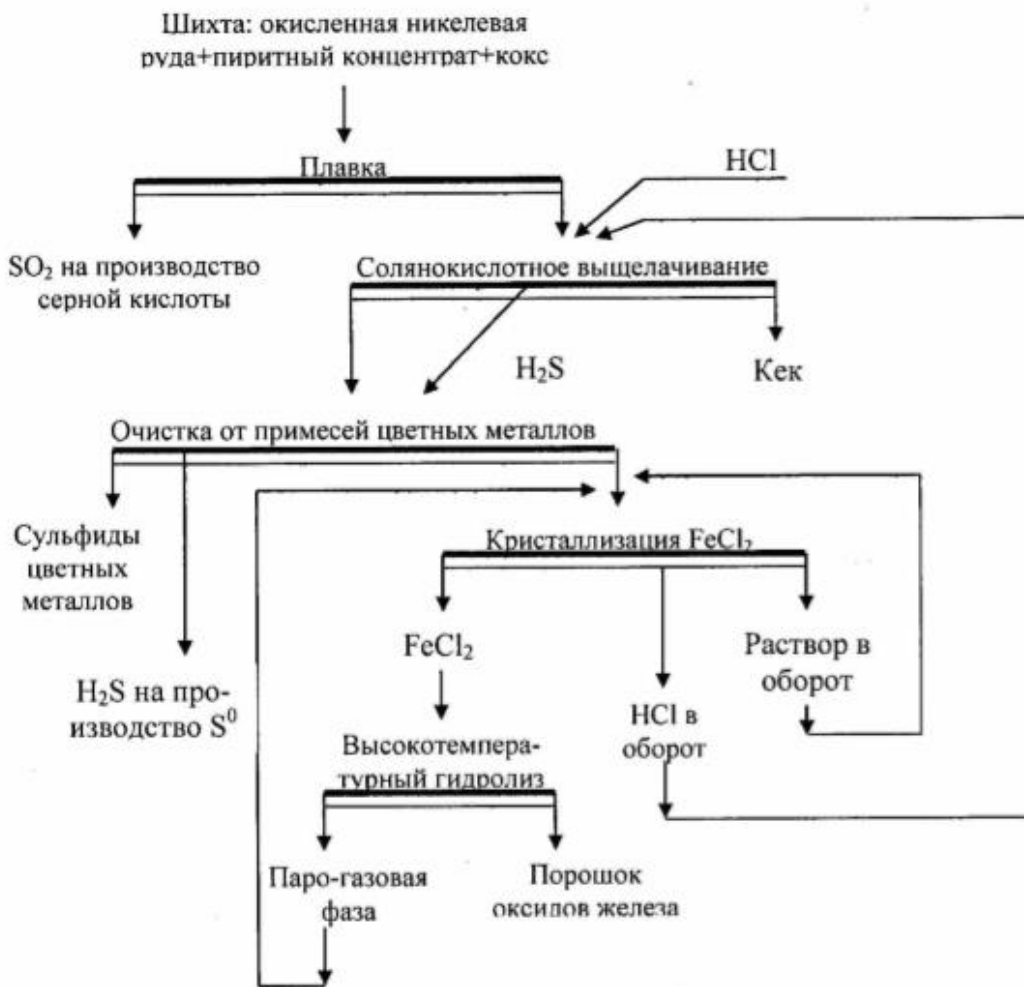
№ пример	Соотношение никелевая руда:	Концентрация соляной	Сквозное извлечение	Сквозное извлечение	Температура гидролиза,	Фазовый состав
----------	-----------------------------	----------------------	---------------------	---------------------	------------------------	----------------

а	пирит: кокс	кислоты	никеля, %	железа, %	°С	Фаза	%
1	50:45:5	3N	93,1	97,2	600	Magnetite	64
						Hematite	36
2	65:30:5	3N	91,8	95,4	650	Magnetite	62,3
						Hematite	37,7
3	75:20:5	3N	90,5	92,6	700	Magnetite	61
						Hematite	39

### ФОРМУЛА ПОЛЕЗНОЙ МОДЕЛИ

Способ комплексной переработки бедных окисленных никелевых руд с получением порошков оксидов железа, включающий получение штейна, в который извлекается никель, выщелачивание штейна 3 N раствором соляной кислоты, отделение жидкой фазы от твердой, упаривание и кристаллизацию, высокотемпературный гидролиз с получением порошков и регенерация из парогазовой фазы соляной кислоты, *отличающийся* тем, что

проводят плавку окисленных никелевых руд с пиритом и коксом в соотношении 50:45:5, 65:30:5, 75:20:5 на металлизированный штейн, очистку раствора от цветных металлов проводят продуванием сероводородом и осаждением сульфидов никеля кобальта и меди (которые перерабатываются по стандартной конвертерной технологии), кристаллизацию хлористого железа, высокотемпературный гидролиз кристаллов хлористого железа с получением порошков оксидов железа.



Фиг.

Верстка Ф. Сопаква  
Корректор Г. Косанова