

**Осаждение кобальта из производственных растворов выщелачивания окисленных никелевых  
руд с применением 2- нафтола.**

*Гаврилов А.С., младший научный сотрудник*

*Ординарцев Д.П., старший научный сотрудник, к.т.н.*

*Крашенинин А.Г., старший научный сотрудник*

*Петрова С.А., старший научный сотрудник, к.ф-м.н.*

*Федеральное Государственное Бюджетное Учреждение Российской академии наук Институт  
металлургии Уральского отделения Российской Академии Наук, 620016, Екатеринбург, ул. Амундсена,*

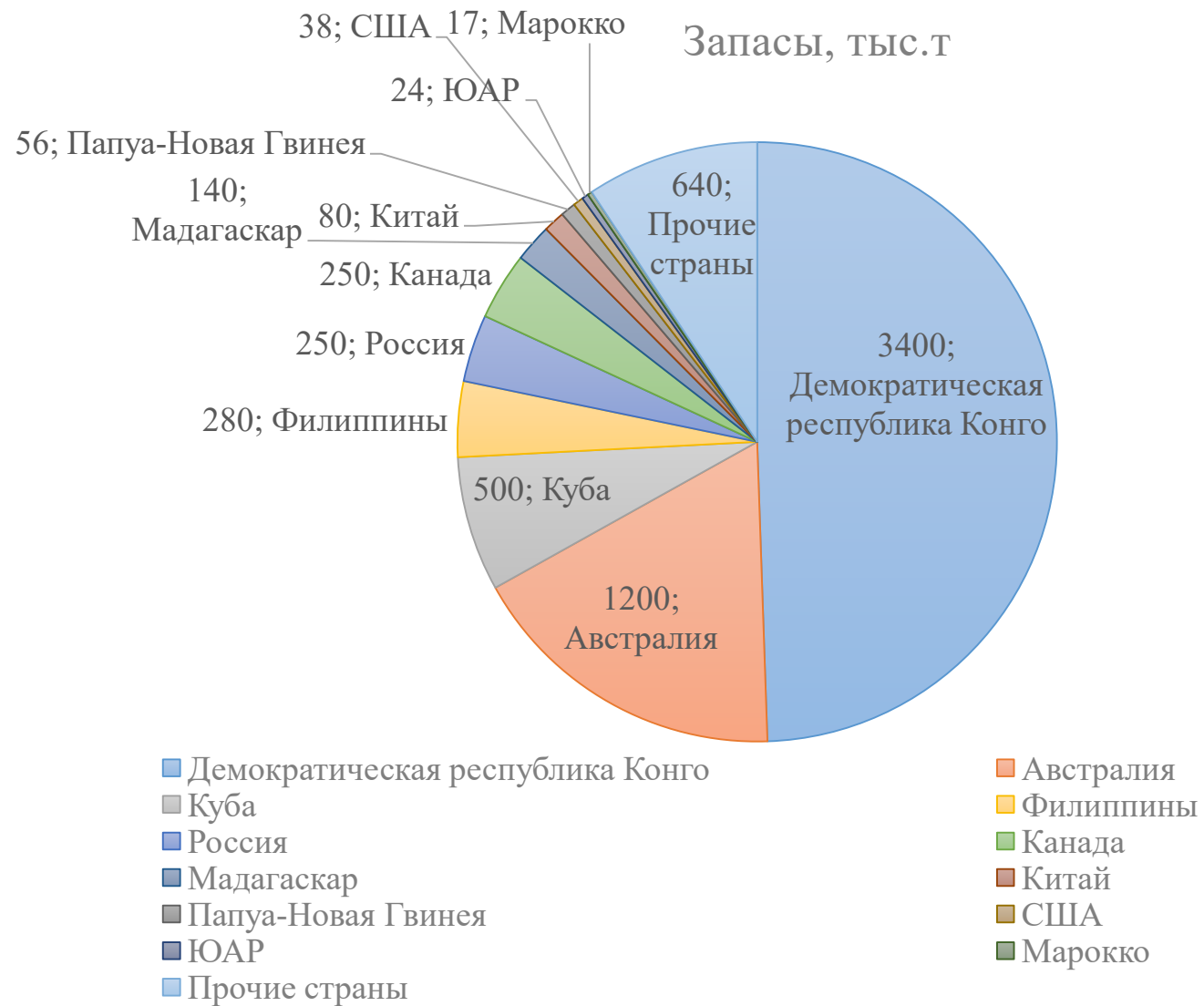


Рис. 1 – Запасы кобальта по данным геологической службы США

■ Латеритные никель-кобальтовые руды

■ Стратиморфные кобальтоносные медистые песчаники

■ Сульфидные медно-никелевые руды

■ Другие

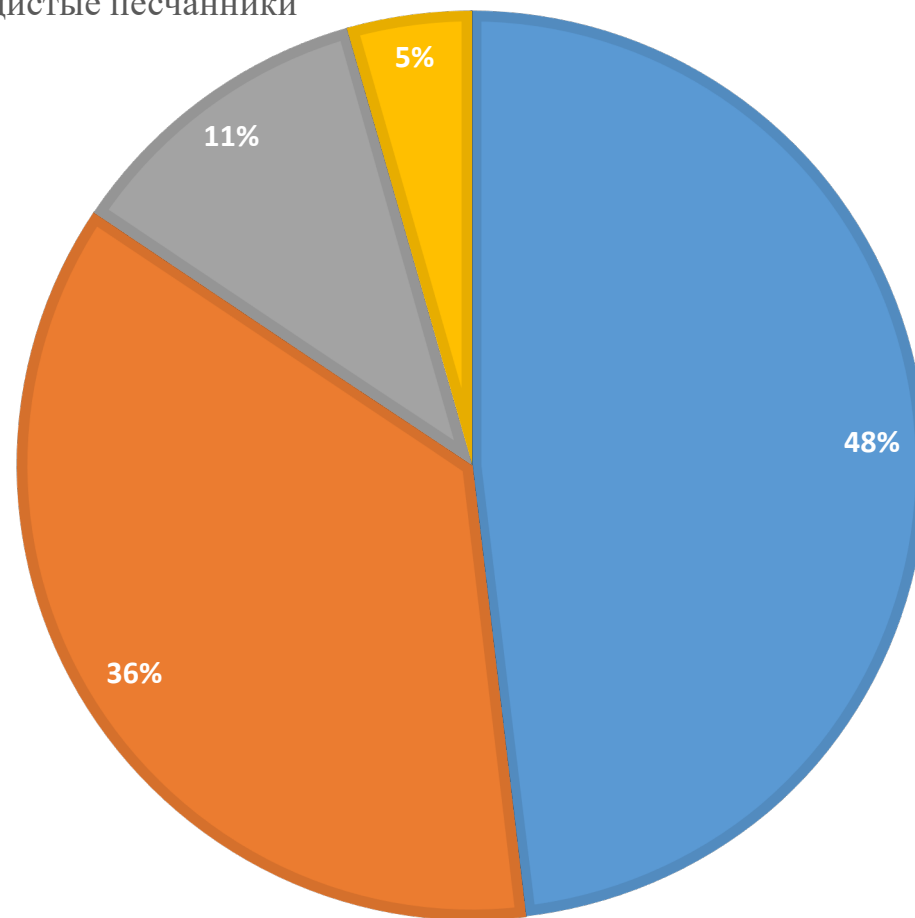


Рис. 2 – Кобальтсодержащие руды

Таблица 1-Химический состав ОНР, мас. %

Ni	Co	Mg	Cu	Al	Si	Fe <sub>общ</sub>	Mn	Cr	Ca
0,98	0,043	8,38	-	3,07	19,47	16,47	0,32	0,1	0,52

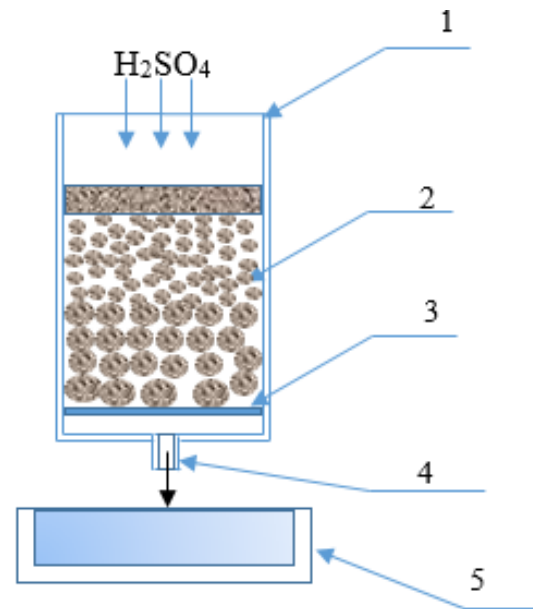


Рис. 3 – Перколятор: 1-корпус перколятора, 2 – руда, 3- ложное днище, 4 – выпускной патрубков, 5- емкость для сбора растворов

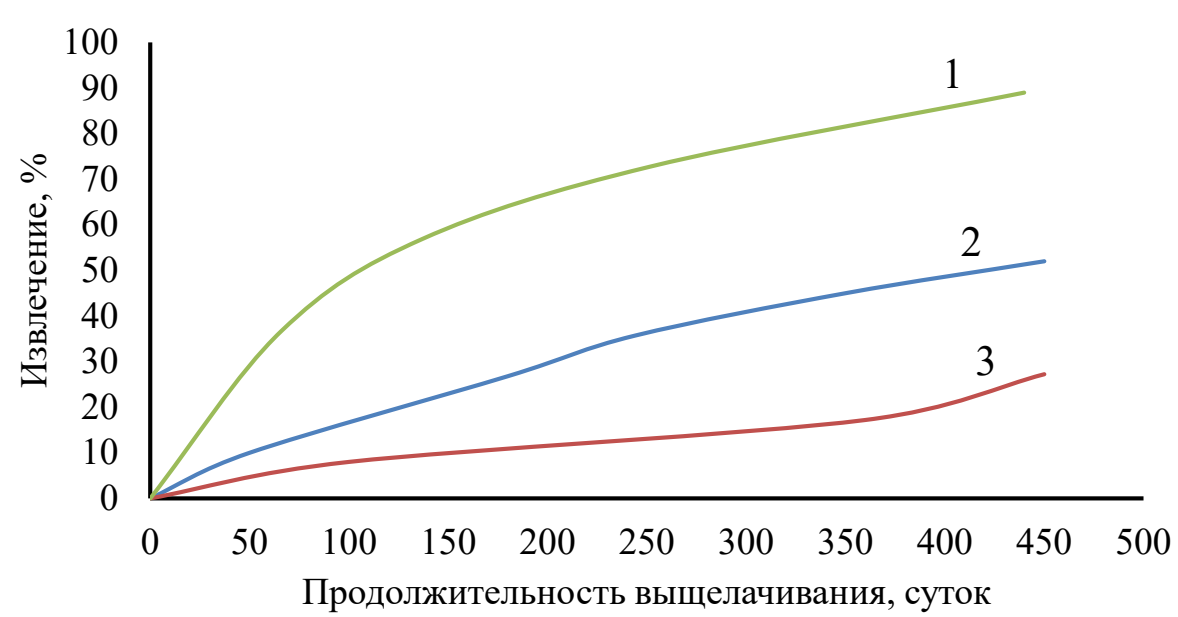


Рис. 4 - Зависимость извлечения никеля от паузы между орошениями: 1) перколятор №1, пауза 1 сутки; 2) перколятор №3, пауза 2 суток; 3) перколятор № 4, пауза 4 суток.

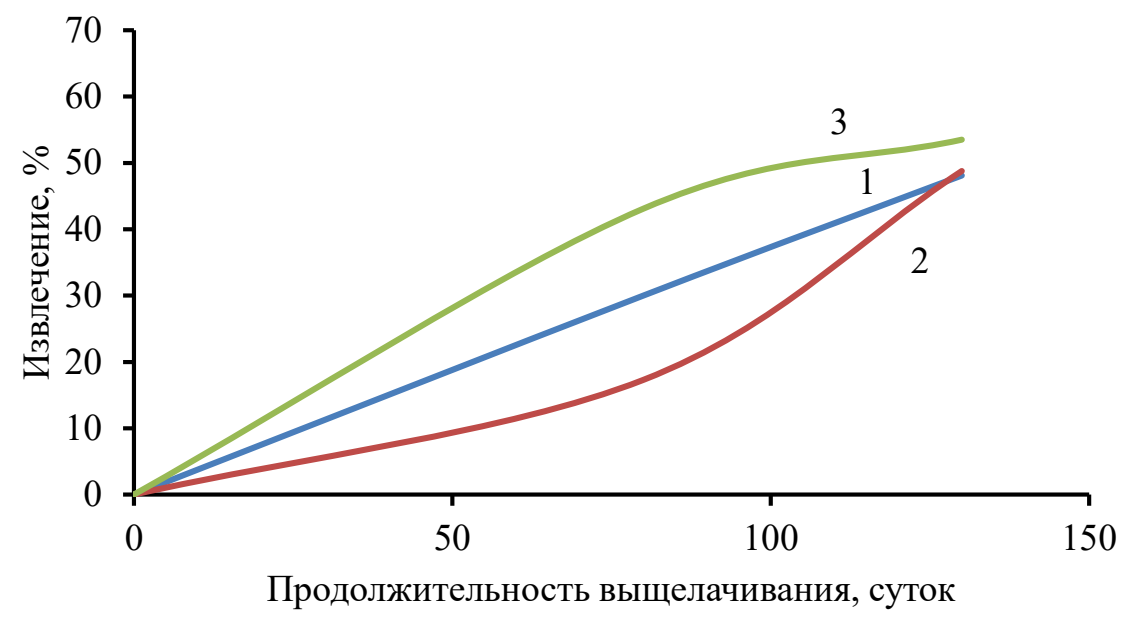


Рис. 5 - Зависимость извлечения никеля от плотности орошения, дм<sup>3</sup>/т: 1)70; 2) 140; 3) 300

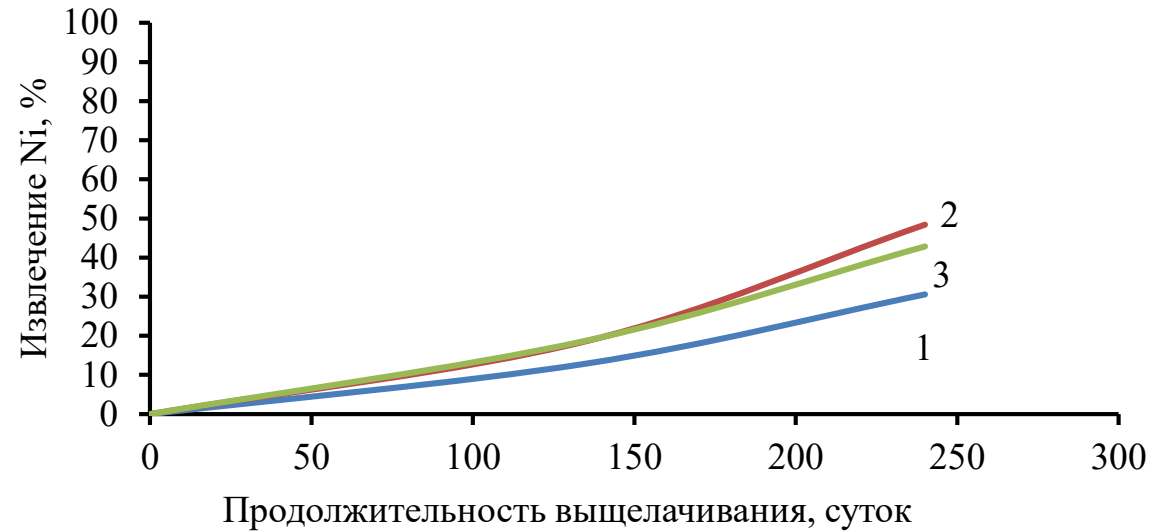


Рис. 6 - Зависимость извлечения никеля от крупности руды: 1)21,5мм; 2) 50 мм; 3) 100 мм

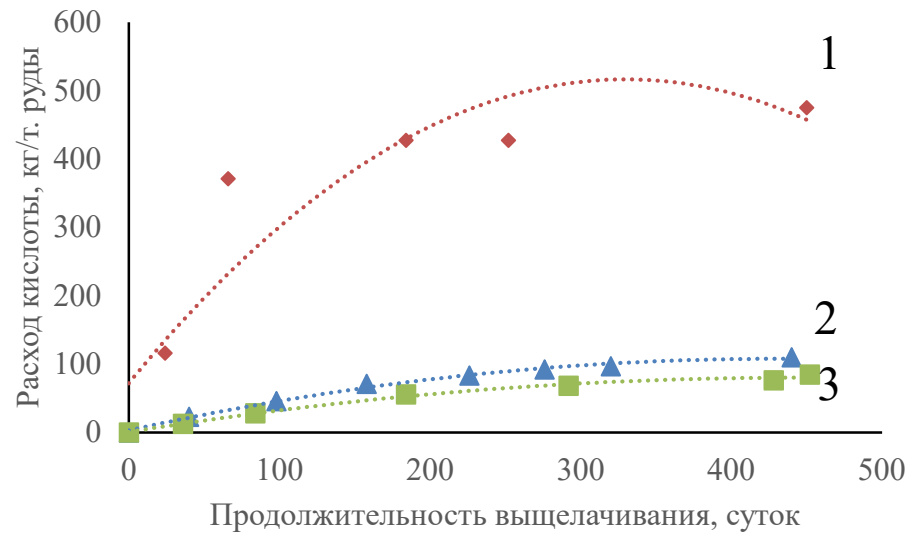


Рис.7- Зависимость расхода кислоты от паузы между орошениями: 1) перколятор №1, пауза 1 сутки; 2) перколятор №3, пауза 2 суток; 3) перколятор № 4, пауза 4 суток.

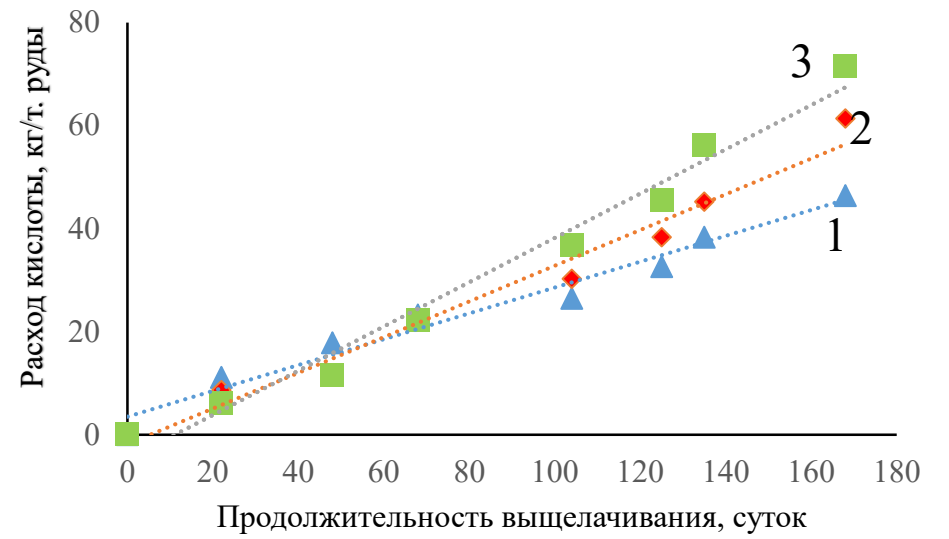


Рис. 8 - Зависимость расхода кислоты при выщелачивании от плотности орошения,  $\text{дм}^3/\text{т}$ : 1)70; 2) 140; 3) 300

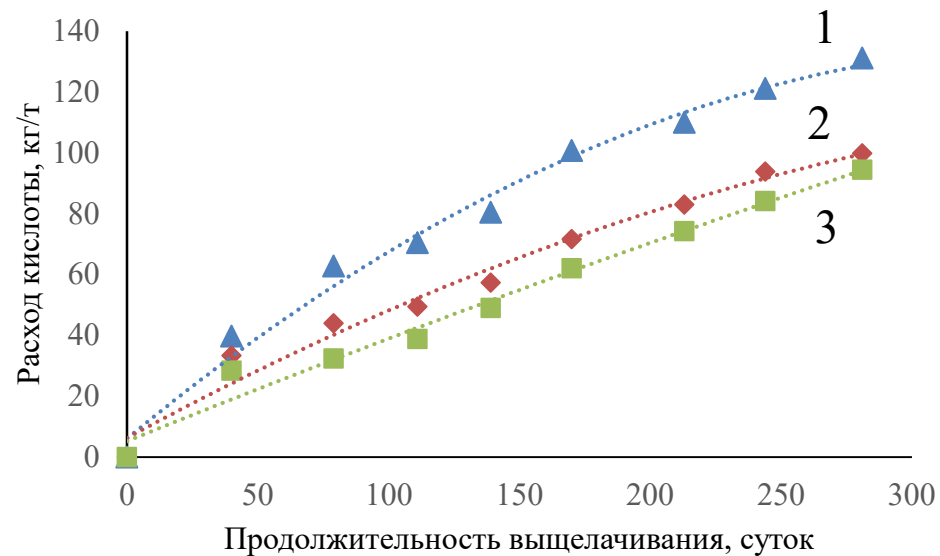


Рис. 9 - Зависимость расхода кислоты при выщелачивании от крупности руды: 1)21,5мм; 2) 50 мм; 3) 100 мм

Таблица 2 – Результаты осаждения кобальта при различной T, °C

№ опыта	T, °C	Содержание элементов, г/дм <sup>3</sup>						
		Ni	Co	Mn	Mg	Al	Fe	pH
Исходный раствор		0,59	0,05	0,3	5,02	1,02	0,001	2,15
1	20	0,506	0,00017	0,236	4,74	0,8	0,004	2,80
2	50	0,585	0,0003	0,275	5,42	0,91	0,006	2,45
3	60	0,58	0,00017	0,26	4,93	0,91	0,0002	2,3

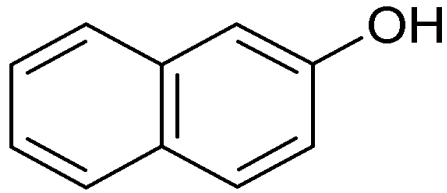


Рис. 10 - 2-Нафтол

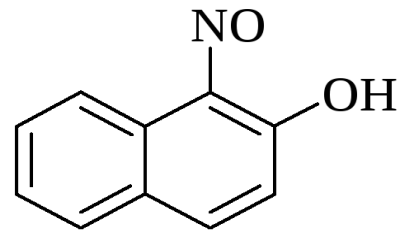


Рис. 11- 1-Нитрозо-2-нафтол

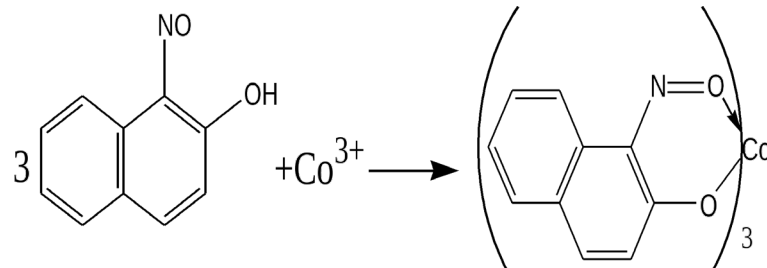


Рис. 12 - Нитрозоафталат кобальта

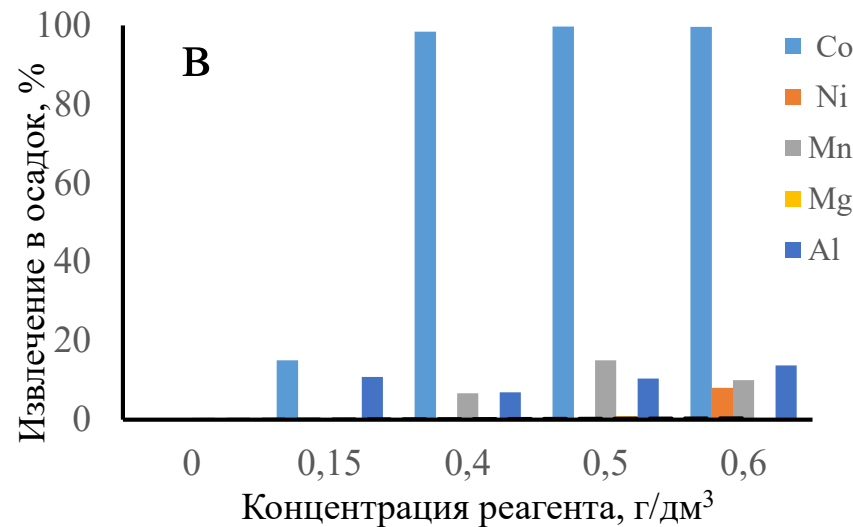
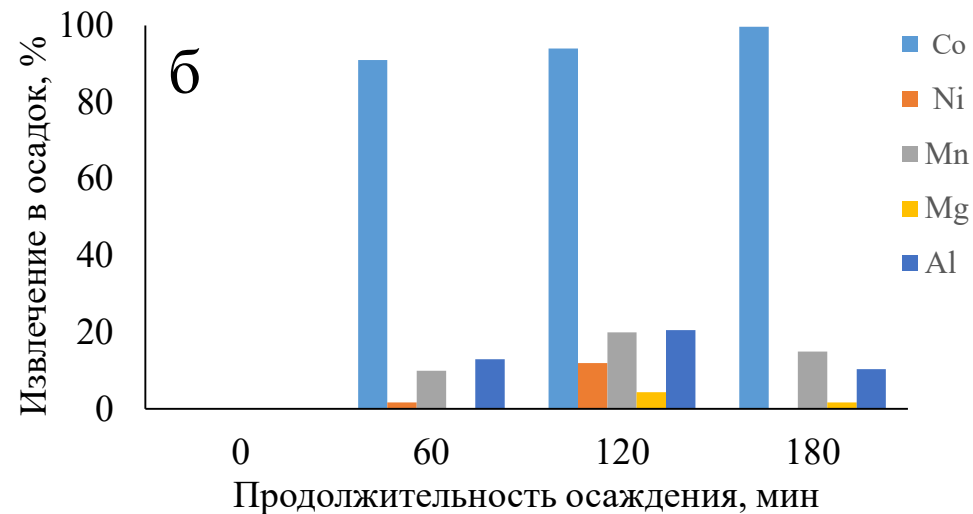
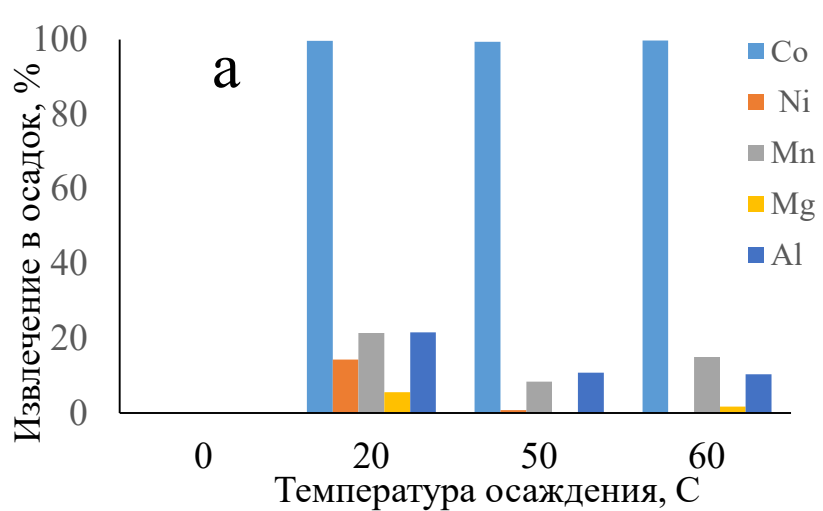


Рис. 13- Зависимость осаднения кобальта: а) от продолжительности, б) от температуры, в) от концентрации реагента



Таблица 3 – Условия промывки

T, °C	T:Ж	pH	t, мин
25	1:10	15% p-p HCl	180

Таблица 4 – Результаты химического анализа осадка кобальта до и после промывки

	Содержание элементов, мас. %						
	Ni	Co	Mn	Mg	Al	Fe	m, г
Исходный осадок	2,6	6,47	0,044	0,68	0,48	1,28	4,8
Остаток	0,27	7,18	0,01	0,1	0,053	0,054	3,22

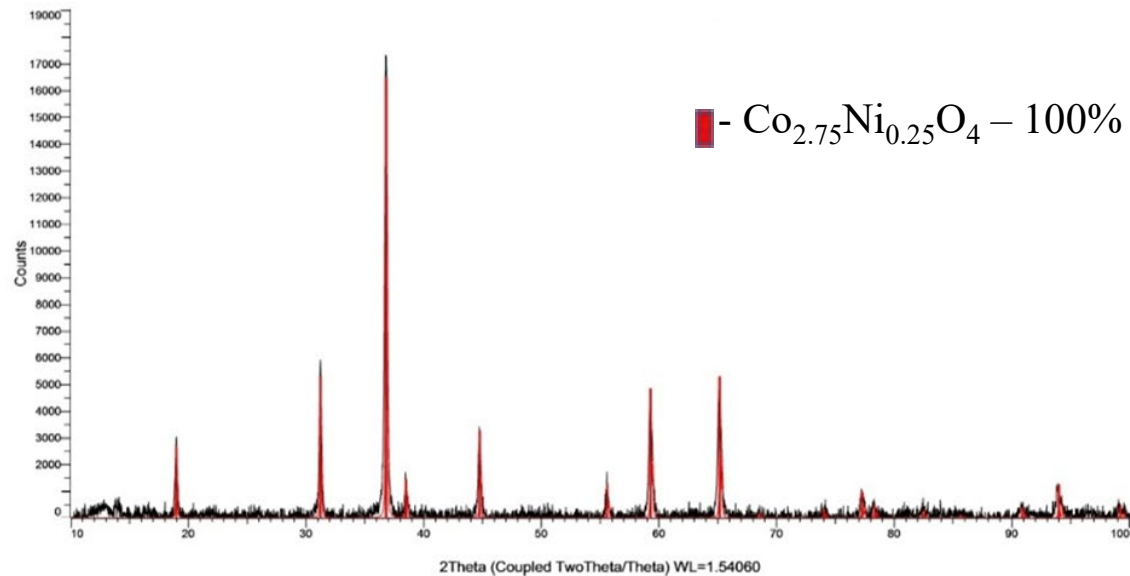


Рис. 14 – Рентгенограмма кобальтового огарка, полученного при  $T = 700^\circ\text{C}$

Согласно литературным данным величины произведений растворимости сульфидов никеля, кобальта, железа, магния и марганца значительно разнятся, следовательно, возможно селективное осаждение никеля из раствора [59, 77].

$$\text{NiS} = 3 \cdot 10^{-28}$$

$$\text{MnS} = 5,6 \cdot 10^{-16}$$

$$\text{FeS} = 3,7 \cdot 10^{-19}$$

$$\text{MgS} = 2 \cdot 10^{-15}$$

В качестве сульфидсодержащего реагента для осаждения никеля из растворов был выбран гидросульфид натрия, который представляет собой отход химического производства, содержащий до 18 % серы. Расчет необходимого количества реагента вели на осаждение никеля по реакции:

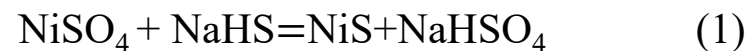


Таблица 5 – Исходный раствор и маточный раствор после осаждения никеля

	Ni	Co	Mn	Mg	Al	Fe	pH
Исходный раствор	0,58	0,00017	0,28	4,95	0,97	0,0002	2,30
Маточный раствор	0,001	0,001	0,25	4,8	0,92	0,0002	4,1

Таблица 6 - Никелевый осадок, мас. %

Ni	Co	Mn	Mg	Fe	Al	S
29,9	0,03	0,24	1,27	0,33	0,22	22,3

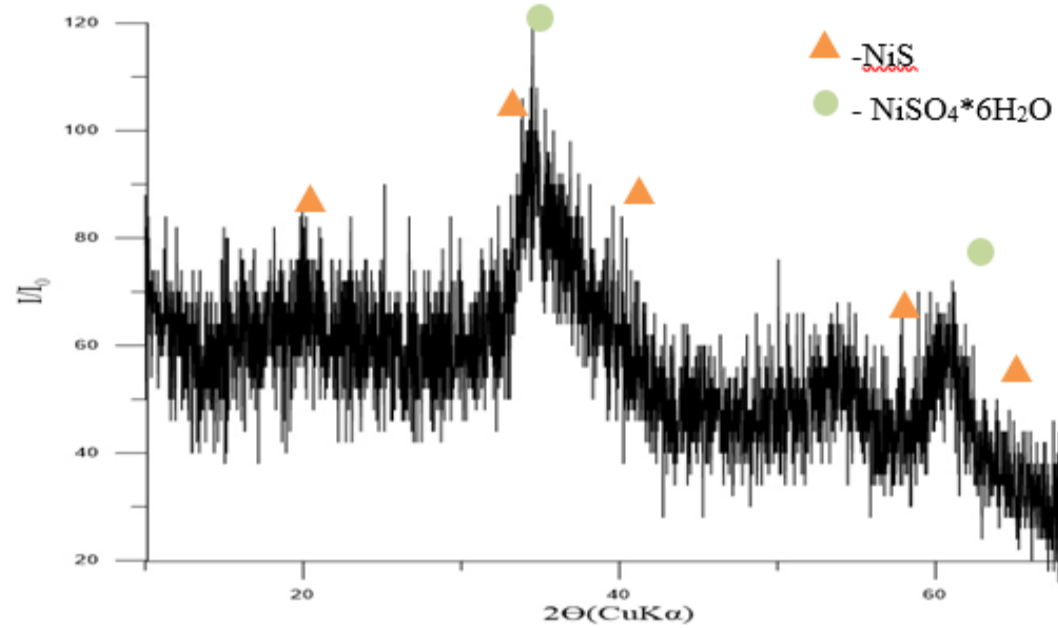


Рис. 15 – Никелевый осадок

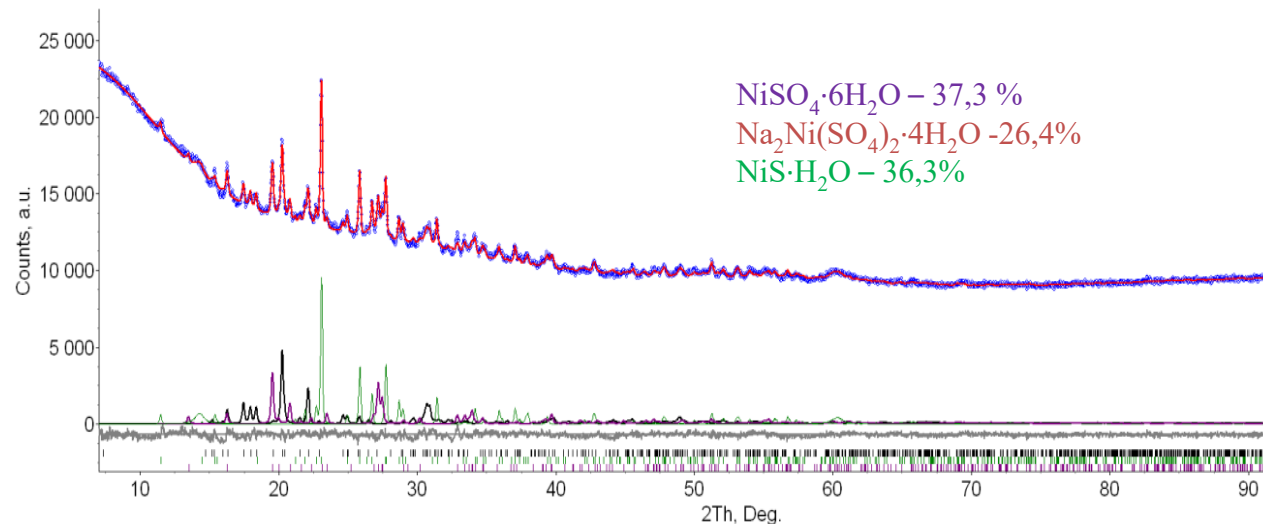
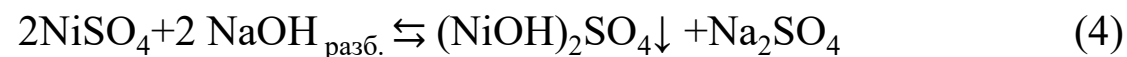
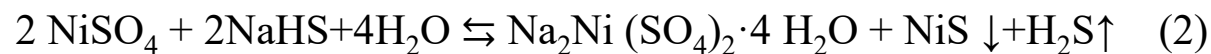


Рис. 16 – Наблюдаемая (синие точки) и расчетная (красная линия) дифрактограмма, разностная кривая (серая), профили и штрих-диаграммы сосуществующих фаз по результатам полнопрофильного анализа (по методу Ритвельда)

Таблица 7- Параметры элементарных ячеек основных сосуществующих фаз и количественный состав по результатам полнопрофильного анализа

Phase Name	Пр.гр.	a, Å	b, Å	c, Å	$\beta$ , °	V, Å <sup>3</sup>	Wt% Rietveld	R <sub>B</sub> , %
NiSO <sub>4</sub> •6H <sub>2</sub> O	C2/c	9,978(3)	7,218(2)	24,319(5)	98,50(1)	1732,2(7)	37,3(2)	0,502
Na <sub>2</sub> Ni(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> •4H <sub>2</sub> O	P2 <sub>1</sub> /c	5,536(2)	8,211(3)	11,073(3)	100,72(2)	494,5(2)	26,4(2)	0,527
NaNiS•H <sub>2</sub> O	Fddd	10.453(1)	12.851(1)	24,464(2)		3286,2(5)	36,3(2)	0,398

На основании данных рентгенофазового анализа никелевых осадков, полученных из модельного и технологического растворов, можно предположить, что осаждение никеля из растворов происходит по реакциям (2-4):



Согласно литературным источникам сульфид никеля окисляется при температуре 800 °С по реакции (5), разложение сульфата никеля происходит при температуре выше 840°С по реакции (6) [39].

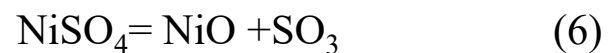


Таблица 8 - Результаты обжига, мас. %

№ оп.	T, °C	Длительность, мин.	Ni	Co	Mn	Mg	Fe	Al	S
Исходный осадок			29,9	0,03	0,24	1,27	0,33	0,22	22,3
1	1180	120	65,3	0,11	0,57	3,6	0,9	2,05	0,072
2	1180	180	65,9	0,1	0,6	3,8	1	2	0,043

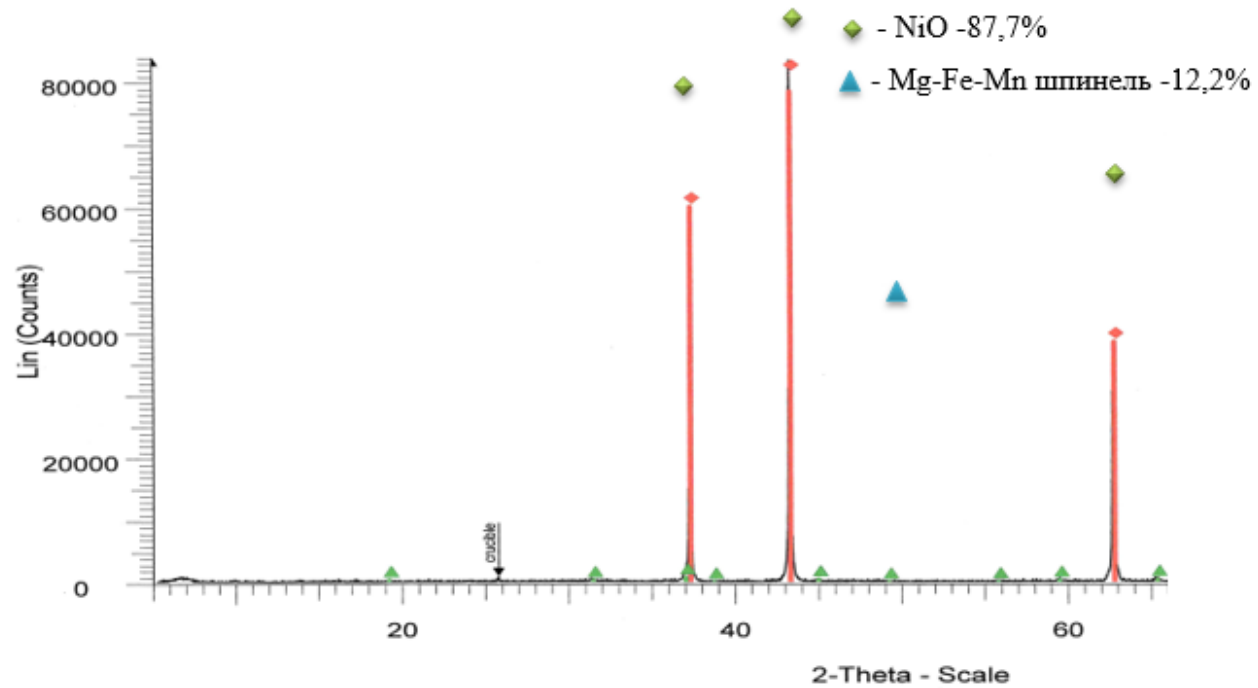


Рис. 17 – Никельсодержащий огарок

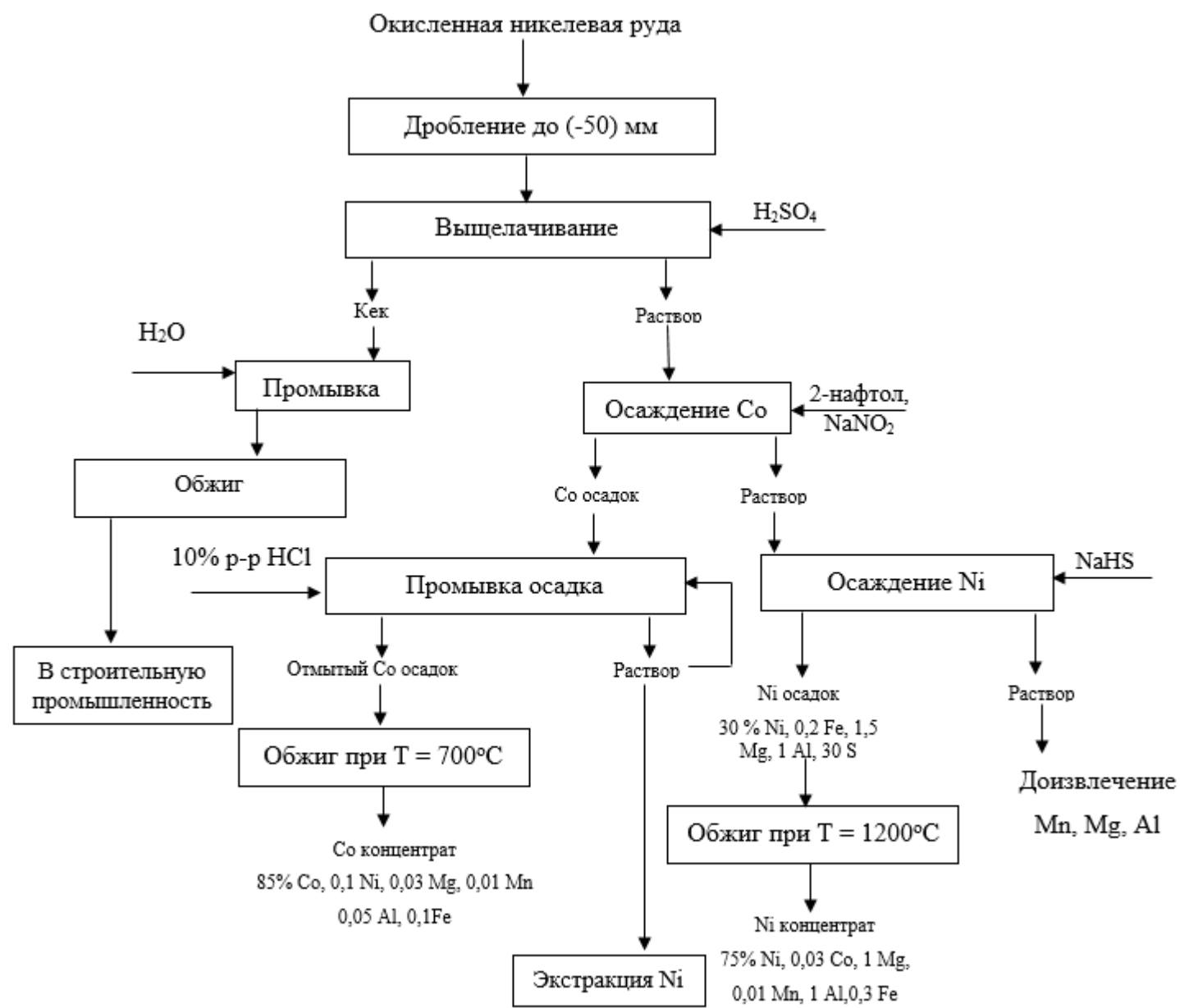


Рис. 18- Технологическая схема переработки ОНР

## Выводы

1. В качестве селективного способа извлечения кобальта из производственных растворов выщелачивания ОНР применено осаждение 2-нафтолом в присутствии нитрида натрия. Наилучшие показатели по извлечению кобальта получены в результате осаждения в течении 180 минут при  $T = 60^{\circ}\text{C}$  и соотношении кобальта, 2- нафтола и нитрита натрия 1:10:6. При данных условия получен осадок содержащий 6% кобальта.
2. Выщелачивание кобальтсодержащего осадка 15%-м раствором соляной кислоты в течение 180 минут позволяет удалить большинство примесей из осадка. Полученный остаток содержал, мас. %: 7,2 Co и 0,27 Ni. В результате обжига остатка от выщелачивания при  $T = 700^{\circ}\text{C}$  получен огарок, содержащий 67 % Co и 6% Ni, который может быть пригоден для дальнейшей переработки пирометаллургическими способами.
3. Из маточного раствора после осаждения кобальта проведено осаждение никеля гидросульфидом натрия. Достигнуто 98 %-е извлечение никеля и получен осадок, содержащий, мас. %: 29 Ni, 0,03 Co и 22,3 S.
4. Для удаления серы проведен обжиг никельсодержащего осадка. В результате обжига в течение 180 минут при  $T = 1180^{\circ}\text{C}$  достигнуто практически полное удаление серы и получен огарок, содержащий 87% NiO.
5. Представлена технологическая схема переработки ОНР, основанная на кучном выщелачивании с последующим извлечением никеля и кобальта в отдельные товарные полупродукты.