

УДК 669.243.37

П.Ю. Чувашов, Б.Д. Халезов, Н.А. Ватолин

ПОИСКОВЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПЕРКОЛЯЦИОННОГО ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ ОКИСЛЕННЫХ НИКЕЛЕВЫХ РУД СЕРОВСКОГО МЕСТОРОЖДЕНИЯ

Одним из наиболее перспективных направлений в технологии переработки окисленных никелевых руд является сернокислотное кучное и подземное выщелачивание. В процессе поисковых исследований выщелачивания окисленных никелевых руд Серовского месторождения установлены диапазоны варьирования независимых переменных факторов: кислотности выщелачивающих растворов 10-15 г/дм³; паузы между орошениями 3-4 суток; плотности орошения 100-300 дм³/т руды; осуществление оборотов продукционных растворов до максимально возможной концентрации никеля и кобальта.

Ключевые слова: руда, сернокислотное выщелачивание, раствор, кислотность выщелачивающих растворов, пауза между орошениями, плотность орошения.

Введение

Одним из наиболее перспективных направлений в технологии переработки окисленных никелевых руд (ОНР) является сернокислотное кучное (КВ) и подземное выщелачивание (ПВ) по аналогии с КВ и ПВ медных и медно-цинковых руд [1]. Имитацией этих процессов в лабораторных условиях является перколяционное выщелачивание кусковых ОНР.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

Для исследований выбрана наиболее распространенная железо-магнезиальная ОНР Серовского месторождения (табл. 1, 2 и 3).

Основными компонентами данных проб руды является магний (9,54-14,30%), железо (5,34-5,58) и кремний, из минералов - кварц (15-60%), лизардит (14-20 %) и антигорит (15-40 %). Минералогические исследования выполнены на рентгеновском дифрактометре AXS фирмы Bruker. Отдельные никелевые и кобальтовые

минералы в руде отсутствуют. Эти металлы изоморфно замещают магний и железо в кристаллической решетке серпентинитов [2], в состав которых входят главным образом минералы антигорит и лизардит. Согласно вещественному составу руд можно прогнозировать, что при выщелачивании серпентинитов в растворы будут активно переходить совместно с никелем и кобальтом железо и магний. Последнее должно повлечь повышенный расход кислоты.

Выщелачивали руду в стеклянных перколяторах, соотношение диаметра и высоты которых составляет 1:4. Вес руды в перколяторах по 115 гр. В первой серии опытов начальную концентрацию кислоты в орошающих растворах поддерживали в пределах 16 г/дм³ (рН≈0,8). Плотность орошения (объем выщелачивающего раствора задаваемый на единицу веса руды в перколяторе) в этих опытах поддерживали заведомо завышенной (100 мл на 115 гр. руды) по сравнению с той, которая обычно применяется в практике

Таблица 1

Химический состав ОНР, мас %

	Ni	Co	Mg	Ca	Al	SiO ₂	Fe _{общ}	Fe _{мет}	FeO	Fe ₂ O ₃
Проба №1	1,20	0,02	9,54	1,40	3,53	46,80	5,58	0,50	2,56	4,41
Проба №2	1,41	0,01	14,30	1,16	1,72	43,50	5,34	0,59	1,99	4,57

Таблица 2

Гранулометрический состав проб ОНР

Фракция, мм	Выход, %	
	Проба №1	Проба №2
-18,0 +3,15	72,1	60,0
-3,15 +2,0	7,7	9,0
-2,0 +0,71	8,7	13,7
-0,71 +0	11,5	17,3

Таблица 3

Минералогический состав ОНР (масс. %)

№ пробы	Кварц, α-SiO ₂	Лизардит, (Mg,Al) ₃ [(Si,Fe) ₂ O ₅](OH) ₄	Антигорит, Mg _{3-x} [Si ₂ O ₅](OH) _{4-2x}	Тальк, Mg ₃ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂	Доломит, MgCa(CO ₃) ₂	Актинолит, Ca ₂ (Mg,Fe) ₅ Si ₈ O ₂₂ (OH) ₂	Клинохлор, Mg _{4,882} Fe _{0,22} Al _{1,881} Si _{2,96} O ₁₀ (OH) ₈	Гематит, Fe ₂ O ₃ , FeO
Проба №1	60	14	15	-	3	3	-	5
Проба №2	15	20	40	10	-	5	5	5

КВ и ПВ (10-100 дм³ на 1 т. руды) [1]. Паузы между орошениями изменяли от 0 до 5 суток. После каждого орошения отбирали пробу полученного продукционного (головного) раствора для анализа. Оставшийся раствор дополняли до первоначальных значений объема и кислотности. Такой раствор вновь подавали на орошение, наращивая в нем тем самым содержание выщелачиваемых металлов.

Из полученных данных (табл. 4, рис. 1) следует, что максимальное содержание металлов в первом цикле выщелачивания было достигнуто при 10-кратном обороте головных растворов, г/дм³: 0,8 Ni; 0,02 Co; 10,0 Fe; 1,9 Mg.

В пятом цикле темпы выщелачивания и содержание металлов уменьшается (кроме магния) и достигает мак-

симальных значений при 12-кратном обороте растворов, г/дм³: 0,66 Ni; 0,005 Co; 4,60 Fe; 2,63 Mg. Это явление объясняется преимущественным растворением металлов вначале из минералов, находящихся в тонких фракциях и приповерхностных слоях кусков руды. Далее интенсивность выщелачивания и содержание металлов в растворах уменьшается в связи с увеличением диффузионных ограничений, наступающих при проникновении выщелачивающих растворов вглубь кусков руды и редиффузии продуктов реакции в продукционный раствор.

Во втором цикле выщелачивания без доукрепления кислотой оборотных растворов содержание металлов постепенно уменьшается (например, никеля от 0,7 до 0,5 г/дм³) в связи с тем,

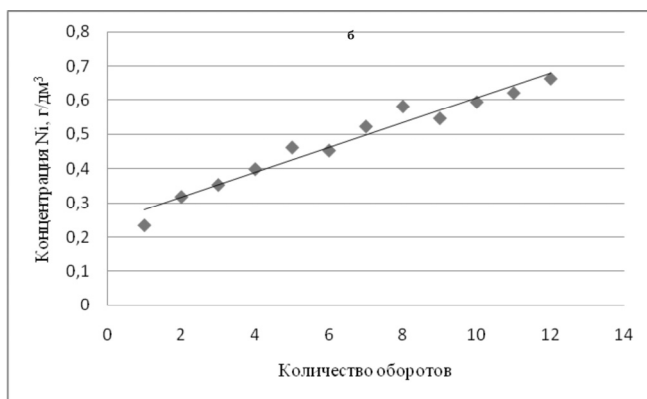
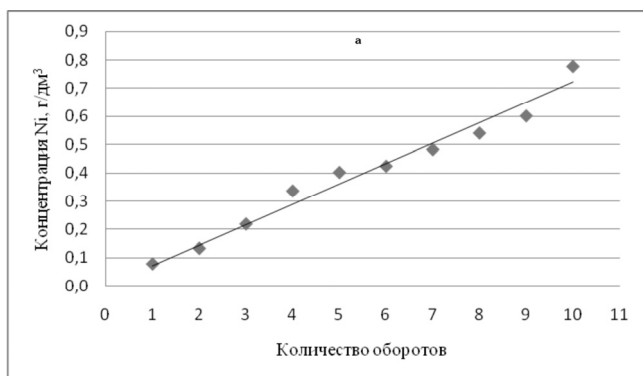


Рис. 1. Зависимость содержания никеля в растворе от количества оборотов выщелачивающих растворов; а, б – первый и пятый циклы выщелачивания соответственно (табл. 4)

что происходит как гидролиз, так и сорбция металлов на развитой поверхности рудной массы из-за повышения рН до 1,90-2,35.

Следует обратить внимание и на такую особенность. В данной пробе руды содержится в 3,8 раза больше железа, чем никеля. Однако в первом цикле выщелачивания концентрация железа в растворе в 10 раз больше, чем никеля. В то же время с каждым последующим циклом выщелачивания отношение содержания железа к никелю постепенно уменьшается. Это свидетельствует о преимущественном растворении на начальных этапах железа, находящегося

в руде в виде хорошо растворимого гетита и гидратного гематита.

Продолжительность данной пробы руды в поисковом режиме составила 88 суток при извлечении, %: 32,9 Ni; 75,5 Fe; 12,0 Mg; \approx 100 Co. Такие темпы выщелачивания следует считать достаточно интенсивными (извлечение никеля 0,38 % в сутки). Данный опыт и все последующие продолжают с целью максимально возможной степени выщелачивания металлов.

Далее для установления величины паузы между орошениями выщелачивали пробу №2 без оборота головных растворов при: уменьшенной плотности орошения – 10 мл на 115 гр. руды и 16 % H_2SO_4 (рН \approx 0,8). Из полученных результатов (табл. 5, рис. 2) следует, что на начальных этапах выщелачивания паузу между орошениями при данных условиях сле-

дует поддерживать в пределах 3-4 суток. Извлечение за 54 суток составило 1,5 %, т.е. 0,03 % в сутки. Скорость выщелачивания в 12,6 раз ниже, чем в предыдущем опыте (табл. 4). Это можно объяснить неравномерным смачиванием руды при 10-кратном уменьшении плотности орошения, следовательно, ухудшением массообмена между твердой и жидкой фазами.

Для сравнения интенсивности выщелачивания проб руды №1 и №2, несколько отличающихся по вещественному составу, на пробе №1 проведены исследования, при тех же режимах, что и на пробе №2. (см. табл. 4).

Таблица 4

186: Данные перколяционного выщелачивания (проба руды №2)

Цикл выщелачивания, №	Количество орошений, №		Задано		Пауза между орошениями, сут.	Продолжительность перколяции раствора, мин	Получено						Примечание
	мл	рН	Выщелачивающий раствор				мл	Продукционный раствор					
			мл	рН	г/дм ³	Ni		Co	Mg	Fe	рН		
1	1	100	0.8	0	0	30	65	0,077	0,0029	0,98	1,62	1,38	Задан первый выщелачивающий раствор
	2	100	0.83	0	0	30	78	0,132	0,0044	1,24	2,45	1,2	
	3	100	0.65	0	0	30	98	0,218	0,0077	1,19	4,03	0,95	
	4	100	0.8	2	2	30	98	0,336	0,0120	1,60	5,31	1,14	
	5	100	0.81	1	1	30	98	0,402	0,0146	1,74	5,76	1,01	
	6	100	0.82	0	0	30	98	0,424	0,0142	-	6,35	1,10	
	7	100	0.82	1	1	30	96	0,483	0,0175	1,71	6,48	1,16	
	8	100	0.84	3	3	30	90	0,541	0,0225	1,90	6,75	1,21	
	9	100	0.78	1	1	30	87	0,602	0,0248	-	7,67	1,18	
	10	100	1.28	1	1	30	98	0,779	0,0220	1,51	9,86	1,54	
	11	100	1.63	3	3	30	90	-	-	-	-	1,82	
	12	100	1.83	0	0	30	99	0,665	0,0210	1,34	7,73	1,90	
	13	100	1.9	2	2	30	99	0,637	0,0190	1,26	6,88	2,20	
	14	100	2.23	0	0	30	98	0,499	0,0160	1,03	5,68	2,21	
	15	100	2.28	5	5	30	93	0,491	0,0160	1,03	4,74	2,35	
2	16	100	0.82	Перерыв в орошении 50 сут.		30	89	0,191	0,0060	0,77	1,15	0,89	Без докращения кислоты той оборотного раствора
	17	100	0.66	2	2	30	93	0,252	0,0079	0,98	1,58	0,83	
	18	100	0.83	4	4	30	93	0,394	0,0110	1,38	2,86	1,1	
	19	100	0.86	3	3	20	93	0,438	0,0120	1,56	3,44	1,03	
	20	100	0.86	6	6	10	95	0,450	0,0130	1,86	3,57	1,04	
3	21	100	0.79	2	2	10	95	0,510	0,0140	2,18	4,16	0,97	Задан второй свежий выщелачивающий раствор
	22	100	0.77	4	4	20	93	0,340	0,0080	1,36	2,49	0,96	
	23	100	0.70	3	3	15	95	0,490	0,0090	1,61	3,06	0,9	
	24	100	0.69	3	3	20	95	0,440	0,0100	1,91	3,31	0,84	
	25	100	0.91	4	4	30	96	0,494	0,0110	2,13	3,69	1,15	
4	16	100	0.82	Перерыв в орошении 50 сут.		30	89	0,191	0,0060	0,77	1,15	0,89	Задан третий свежий выщелачивающий раствор
	17	100	0.66	2	2	30	93	0,252	0,0079	0,98	1,58	0,83	
	18	100	0.83	4	4	30	93	0,394	0,0110	1,38	2,86	1,1	
	19	100	0.86	3	3	20	93	0,438	0,0120	1,56	3,44	1,03	
	20	100	0.86	6	6	10	95	0,450	0,0130	1,86	3,57	1,04	

26	100	0,88	3	30	98	0,486	0,0110	2,13	3,70	1,03
27	100	0,73	2	30	97	0,487	0,0100	2,15	3,91	0,85
28	100	0,81	5	30	90	0,540	0,0120	2,42	4,32	1,06
29	100	0,83	2	30	94	0,528	0,0119	2,34	3,31	1,02
30	100	0,82	2	30	95	0,234	0,0041	1,06	1,57	0,92
31	100	0,87	3	30	94	0,318	0,0057	1,46	1,76	0,98
32	100	0,81	2	30	95	0,353	0,0051	1,61	2,29	0,95
33	100	0,80	2	30	92	0,399	0,0067	1,75	2,51	0,95
34	100	0,81	3	30	95	0,462	0,0064	1,96	2,84	0,95
35	100	0,82	2	30	98	0,453	0,0041	1,76	3,74	0,94
36	100	0,87	5	30	93	0,523	0,0045	2,06	4,02	1,04
37	100	0,84	15	30	95	0,582	0,0060	2,30	3,75	1,05
38	100	0,84	3	30	96	0,547	0,0052	2,18	3,52	0,90
39	100	0,77	3	30	98	0,595	0,0051	2,23	4,00	0,92
40	100	0,81	3	30	99	0,622	0,0048	2,50	4,56	0,93
41	100	0,83	4	30	95	0,664	0,0050	2,63	4,60	0,94

5

Задан чет-
вертый све-
жий выщела-
чивающий
растворТаблица 5
Результаты выщелачивания (проба руды №2)

№ стадии выщелачивания	Задано			Получено						
	Выщелачивающий раствор мл	Пауза между орошениями сут.	мл	Продукционный раствор						рН
				Ni	Co	Mg	Fe			
4-9,11	10	0	9,4	0,056- 0,089	0,0005- 0,0010	0,61-1,18	0,81-0,96	≈2		
10	10	4	9	0,153	0,0040	1,23	1,88	≈2		
12-14,21	10	5	9,5	0,103- 0,136	0,0015- 0,0050	1,01-1,30	0,59-0,93	≈2		
17,18,20	10	2	10	0,118- 0,173	0,0042- 0,0061	1,02-1,84	0,69-0,76	≈2		
16,19,23,24	10	3	9,7	0,127- 0,160	0,0033- 0,0049	0,99-1,70	0,38-0,79	≈2		

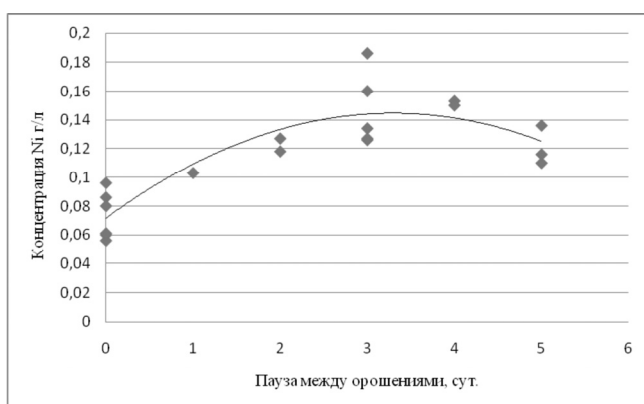


Рис. 2. Зависимость концентрации Ni в растворе от паузы между орошениями

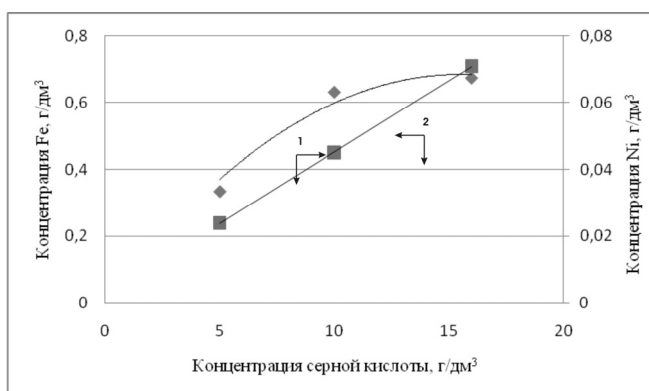


Рис. 3. Зависимость концентрации Ni (1) и Fe (2) в продукционном растворе от исходной концентрации H_2SO_4

Из результатов (табл. 6) следует, что в течение 100 суток выщелачивания получено извлечение, %: 25,01 Ni; 60,92 Co; 47,85 Fe; 27,06 Mg. Интенсивность выщелачивания никеля, как основной составляющей руды, составила 0,25 % в сутки, что несколько меньше, чем при выщелачивании пробы №2.

При выщелачивании пробы руды №1 без оборота продукционных растворов преследовали цель оце-

нить влияние концентрации серной кислоты на интенсивность извлечения металлов (табл. 7, рис. 3).

В течение 90 суток выщелачивания извлечено, %: 13,93 Ni; 33,12 Co; 29,16 Fe; 15,06 Mg. За это же время при обороте головных растворов темпы извлечения металлов даже несколько выше (табл. 6), чем без оборота (табл. 7). Это означает, что обороты головных растворов на начальных этапах позволяют повысить содержание металлов в растворе без потери темпов выщелачивания. Повышение концентрации серной кислоты до 15 г/дм³ (рН≈0,9) приводит к значительной интенсификации выщелачивания как никеля и кобальта, так и сопутствующих элементов – железа и магния. Причем до концентрации кислоты 10 г/дм³ темпы выщелачивания наиболее ценных компонентов – никеля и кобальта опережают извлечение железа, то при более высоких концентрациях кислоты картина противоположная. Отсюда вывод, если железо и магний нежелательно извлекать и затрачивать на них кислоту, считая их элементами пустой породы, тогда за оптимальную кислотность следует принимать 10 г/дм³.

Заключение

В процессе поисковых исследований перколяционного выщелачивания ОНР Серовского месторождения установлены диапазоны варьирования

Таблица 6

Результаты перколяционного выщелачивания (проба руды №1)

Цикл выщелачивания, №	Количество орошений, №	Задано		Пауза между орошениями, сут.	Продолжительность перколяции раствора, мин	Получено						Примечание
		Выщелачивающий раствор				Продукционный раствор						
		мл	pH			мл	Ni	Co	Mg	Fe	pH	
1	1	100	0,88	0	30	-	0,107	0,0024	0,67	0,79	1,30	Задан первый выщелачивающий раствор
	2	100	0,80	1	30	80	0,134	0,0052	0,76	1,25	1,05	
	3	100	0,78	3	10	83	0,165	0,0133	1,23	2,68	1,16	
	4	100	0,78	1	10	90	0,273	0,0190	1,62	4,76	1,20	
	5	100	0,82	2	10	90	0,370	0,0200	1,44	6,74	1,06	
	6	100	0,82	4	10	92	0,424	0,0210	1,55	6,61	1,10	
	7	100	0,82	2	10	97	0,463	0,0210	1,61	6,33	1,05	
	8	100	0,81	4	10	98	0,500	0,0250	1,90	6,73	1,15	
2	9-18	100	0,82	2	10	97	0,530	0,0250	1,90	6,90	1,00	Задан второй выщелачивающий раствор
	19-25	100	0,82	2	20	96	0,340	0,0120	3,67	1,81	0,98	
3	26-33	100	0,79	3	15	96	0,231	0,0083	2,94	0,87	0,90	Задан третий выщелачивающий раствор
	34-45	100	0,82	3	15	98	0,217	0,0067	2,58	1,33	0,93	

Таблица 7

Результаты перколяционного выщелачивания (проба руды №1)

Цикл выщелачивания, №	Задано			Пауза между орошениями, сут.	Продолжительность перколяции раствора, мин	Получено					
	Исходная концентрация кислоты, г/дм ³	Выщелачивающий раствор				Продукционный раствор					
		мл	pH			мл	Ni	Co	Mg	Fe	pH
1	16	100	0,80	3	25	95	0,068	0,0029	0,55	0,71	1,09
2	10	100	0,90	3	14	97	0,063	0,0021	0,49	0,45	1,11
3	5	100	1,05	3	15	98	0,033	0,0011	0,36	0,24	1,37

независимых переменных факторов: кислотности выщелачивающих растворов 10-15 г/дм³; паузы между орошениями 3-4 суток; плотности орошения 100-300 дм³/т руды; осуществление оборотов производственных растворов до максимально воз-

можной концентрации никеля и кобальта.

Данные величины являются исходными для дальнейшего матричного планирования экспериментов по Боксу-Уилсону при оптимизации режимов выщелачивания ОНР.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Халезов Б.Д. Исследование и разработка технологии кучного выщелачивания медных и медно-цинковых руд. Дис. Док. Тех. Наук. – Екатеринбург. 2009. 548 с.

2. Машенко В.Н., Книсс В.А., Кобелев В.А. и др. Подготовка окисленных никелевых руд к плавке. Екатеринбург. 2005. 131 с. **ГИАЗ**

КОРОТКО ОБ АВТОРАХ

Ватолин Николай Анатольевич – академик, доктор технических наук, советник РАН, Vatolin@imet.mplik.ru,

Халезов Борис Дмитриевич – доктор технических наук, старший научный сотрудник, bdchalezov@yandex.ru,

Чувашов Павел Юрьевич – аспирант Pavel.horeca@mail.ru.
УРАН Институт металлургии Уральского отделения РАН.



РУКОПИСИ, ДЕПОНИРОВАННЫЕ В ИЗДАТЕЛЬСТВЕ «ГОРНАЯ КНИГА»

ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ГЕОТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ

СПОСОБОВ ДОБЫЧИ УГЛЯ В РОССИИ (№851/12-11 от 12.10. 2011), 4 с.

Белов А.В. – кандидат технических наук, доцент кафедры Горного дела и комплексного освоения георесурсов,

Гребенюк И.В. – аспирант кафедры Горного дела и комплексного освоения георесурсов

Маликов А.С. – магистр горного дела и технологии

Дальневосточный федеральный университет, rectorat@dvfu.ru

Представлены комбинированные геотехнологические методы освоения угольных месторождений на основе способов скважинной гидродобычи, добычи угольного метана и подземной газификации угля. Приводится перспективность применения данных способов для отработки угольных месторождений в России.

Belov. A.V., Grebenuk I.V., Valikov A.S. **PROSPECTS OF DEVELOPMENT OF GEOTECHNOLOGICAL WAYS OF COAL MINING IN RUSSIA**

In the article perspective geotechnological methods of mining operations, including UCG methods, borehole mining, coal bed methane and their combination are described. Ways are perspective for working of coal deposits in Russia.