



(51) МПК
C22B 23/00 (2006.01)
C22B 1/00 (2006.01)
C22B 3/08 (2006.01)
H05B 6/64 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C22B 23/005 (2023.05); *C22B 1/00* (2023.05); *C22B 3/08* (2023.05); *H05B 6/6479* (2023.05)

(21)(22) Заявка: 2022128959, 08.11.2022

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
08.11.2022

Дата регистрации:
19.09.2023

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 08.11.2022

(45) Опубликовано: 19.09.2023 Бюл. № 26

Адрес для переписки:

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, УрФУ,
 Центр интеллектуальной собственности,
 Маркс Т.В.

(72) Автор(ы):

Лобанов Владимир Геннадьевич (RU),
 Соколов Лев Викторович (RU),
 Польшгалов Сергей Эдуардович (RU),
 Колмачихина Ольга Борисовна (RU),
 Маковская Ольга Юрьевна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
 образовательное учреждение высшего
 образования "Уральский федеральный
 университет имени первого Президента
 России Б.Н. Ельцина" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете

о поиске: RU 2756326 C2, 29.09.2021. RU
 2503731 C1, 10.01.2014. RU 2502811 C1,
 27.12.2013. RU 2453617 C2, 20.06.2012. AL-
 HARAHSHEN M. et al. Microwave-assisted
 leaching - a review., Hydrometallurgy, June 2004,
 v.73, Issues 3-4, p. 189-203. AGACAYAK T. et al.
 Effect of Microwave Heating on the Leaching
 of Lateritic Nickel Ore in Perchloric Acid.,
 Journal of (см. прод.)

(54) Способ переработки окисленной никелевой руды

(57) Реферат:

Изобретение относится к извлечению никеля из окисленных никелевых руд. Переработка окисленной никелевой руды включает получение реакционной смеси, обработку реакционной смеси в СВЧ печи и выщелачивание никеля из продукта обработки реакционной смеси в СВЧ печи. Для получения реакционной смеси руду смешивают с серной кислотой и водой. Реакционную смесь обрабатывают в СВЧ печи и одновременно

выщелачивают никель из продуктов обработки в СВЧ печи в реакторе с механической мешалкой, при этом с помощью насоса осуществляют циркуляцию реакционной смеси из реактора с механической мешалкой через СВЧ печь с возвратом в реактор. Способ позволяет технологически упростить переработку руды и ускорить процесс выщелачивания никеля. 1 з.п. ф-лы, 1 ил.

(56) (продолжение):

the Chemical Society of Pakistan, 30.08.2015.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C22B 23/00 (2006.01)
C22B 1/00 (2006.01)
C22B 3/08 (2006.01)
H05B 6/64 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
C22B 23/005 (2023.05); *C22B 1/00* (2023.05); *C22B 3/08* (2023.05); *H05B 6/6479* (2023.05)

(21)(22) Application: **2022128959, 08.11.2022**

(24) Effective date for property rights:
08.11.2022

Registration date:
19.09.2023

Priority:

(22) Date of filing: **08.11.2022**

(45) Date of publication: **19.09.2023** Bull. № 26

Mail address:

**620002, g. Ekaterinburg, ul. Mira, 19, UrFU, Tsentr
intellektualnoj sobstvennosti, Marks T.V.**

(72) Inventor(s):

**Lobanov Vladimir Gennadevich (RU),
Sokolov Lev Viktorovich (RU),
Polygalov Sergei Eduardovich (RU),
Kolmachikhina Olga Borisovna (RU),
Makovskaia Olga Iurevna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal State Autonomous Educational
Institution of Higher Education Ural Federal
University named after the first President of
Russia B.N.Yeltsin (RU)**

(54) **PROCESSING METHOD FOR OXIDIZED NICKEL ORE**

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: invention relates to the extraction of nickel from oxidized nickel ores. Processing of oxidized nickel ore includes obtaining a reaction mixture, processing the reaction mixture in a microwave oven and leaching of nickel from the product of processing the reaction mixture in a microwave oven. To obtain the reaction mixture, the ore is mixed with sulphuric acid and water. The reaction mixture is processed in a microwave oven and at the same time

nickel is leached from the processing products in the microwave oven in a reactor with a mechanical stirrer, while using a pump, the reaction mixture is circulated from the reactor with a mechanical stirrer through the microwave oven with return to the reactor.

EFFECT: method makes it possible to technologically simplify ore processing and speed up the nickel leaching process.

2 cl, 1 dwg

RU 2 803 695 C1

RU 2 803 695 C1

Изобретение относится к способам извлечения никеля из руд и может быть использовано при переработке окисленных никелевых руд.

На практике наибольшее распространение при переработке окисленной никелевой руды получил пирометаллургический способ - плавка с получением фанштейна или ферроникеля /1. Резник И.Д., Ермаков Г.П., Шнеерсон Я.М. Никель. М.: ООО "Наука и технологии", 2001. Т.2: Окисленные никелевые руды, стр.3 85-3 88/. В существующих условиях плавка исходной руды с содержанием никеля менее 1% в традиционных режимах экономически не оправдана.

Прямое выщелачивание никеля из окисленных руд кислотными и щелочными растворами не обеспечивает приемлемого извлечения никеля в раствор. Причинами неполного выщелачивания являются минералогические свойства руды. В категории окисленных никелевых руд значительную долю составляют руды магнезиального и железисто-магнезиального технологического типа со средним содержанием в мас. %: 20-50 SiO₂; 10-25 MgO; 10-30 Fe₂O₃ + FeO; 2-6 Al₂O₃; 0,2-0,5 MnO; 0,6-1,2 Ni; 0,01-0,04 Co. Основными фазовыми составляющими таких руд являются серпентин Mg₆[Si₄O₁₀](OH)₈, монтмориллонит Mg₃Al₂Fe₂³⁺[Si₄O₁₀](OH)₄·nH₂O, кварц SiO₂. В серпентинах никель входит в структуру минерала изоморфно в виде иона металла, а в кристаллическую структуру монтмориллонита изоморфно входит в форме оксида NiO. Указанные никельсодержащие фазы в умеренных условиях растворяются с большими затруднениями.

Известны различные варианты активации выщелачивания окисленных никелевых руд. При использовании способа автоклавного сернокислотного выщелачивания никеля и кобальта из окисленных руд /2. Zubryckij N., Evans D.J.I., Mackiw V.N. Preferential sulfation of nickel and cobalt in lateritic ores // Journal of metals. 1965. May. P. 478-486/, на заводе Моа Бей пульпу, содержащую 45% руды, подогревают в нагревательных колоннах острым паром, а затем выщелачивают в цепочке из четырех паролифтных автоклавов. Обработку ведут растворами серной кислоты при температуре 240-250°C (давление около 4,0 МПа). Перемешивание в автоклавах осуществляют острым паром. Недостатки процесса: высокая стоимость аппаратуры для автоклавного выщелачивания, сложность эксплуатации автоклавов.

Известны комбинированные технологии, первым подготовительным этапом которых является высокотемпературная обработка руды – восстановительный, хлорирующий, сульфидирующий обжиг, целью которого является изменение физико-химических свойств руды и последующее извлечение целевых металлов обогатительными или гидрометаллургическими методами. В частности, способ переработки окисленных никелевых руд /1/ включает восстановительный обжиг руды с селективным восстановлением никеля и кобальта и последующим выщелачиванием огарка аммиачно-карбонатным раствором в присутствии кислорода с переводом цветных металлов в раствор (процесс Карона). К недостаткам технологии относят повышенные затраты на измельчение и обжиг, недостаточно высокое извлечение никеля и кобальта в раствор.

В другой группе методов предложено в качестве способа предварительной подготовки использовать высокотемпературную сульфатизацию, которая заключается в смешивании руды с серной кислотой, термической обработке смеси и последующем выщелачивании металлов из продукта сульфатизации /3. Патент РФ № 2596510 МПК С22В23/00; 4.

Патент РФ №2287597, МПК⁷ С22В23/00/. В этих случаях руду распульповывают в воде, пульпу смешивают с заданным количеством концентрированной серной кислоты,

полученную реакционную массу гранулируют и обжигают при температуре до 700-750°C, выщелачивают из огарка растворимые сульфаты и осаждают из раствора сульфиды никеля и кобальта. При использовании подобных методов достигается весьма высокое извлечение никеля и кобальта в продуктивные растворы. Недостатки способа - сложность подготовки шихты руды с серной кислотой к прокатке и относительно невысокое извлечение никеля из богатых окисленных руд. В условиях невысокого содержания никеля в окисленных рудах (менее 1%) и стабильно низкой цены товарного никеля использование технологии по способу прототипа не обеспечивает требуемой рентабельности.

Известен способ переработки окисленной никелькобальтовой руды /5. РФ № 2756326 от 0.09.2021, бюл. №25/, выбранный прототипом и включающий смешение руды с серной кислотой, термическую обработку смеси в СВЧ печи при температуре 200-250°C в течение 10 -15 минут в атмосфере водяного пара и последующее выщелачивание водой никеля и кобальта из продукта термической обработки. Проведение термической обработки с использованием СВЧ энергии в атмосфере водяного пара позволяет сократить требуемую продолжительность взаимодействия серной кислоты и руды, а также уменьшить удельные затраты на переработку сырья.

В качестве основного недостатка способа-прототипа следует отметить технологическую сложность, выражающуюся в двухстадийности переработки руды.

На первой стадии проводят термическую обработку смеси руды и концентрированной серной кислотой, на второй стадии продукт термической обработки смешивают с водой и проводят выщелачивание никеля и кобальта. Примечательно, что длительность термической обработки составляет 10-15 минут, а продолжительность последующего выщелачивания при умеренных условиях еще 45-60 минут. Кроме того, СВЧ обработка по известному способу проводится в атмосфере пара. Необходимость целевой генерации пара существенно повышает удельные затраты энергии на переработку руды.

Техническая проблема, на решение которой направлен предлагаемый способ, заключается в технологической сложности и повышенных удельных энергозатратах.

Технический результат обеспечивается изменением свойств реакционной смеси и очередности технологических операций.

Технический результат достигается при использовании способа переработки окисленной никелевой руды, включающий смешение руды с серной кислотой с получением реакционной смеси, обработку реакционной смеси в СВЧ печи, выщелачивание никеля из продукта обработки реакционной смеси в СВЧ печи. В отличие от прототипа руду смешивают с водным раствором серной кислоты, реакционную смесь обрабатывают в СВЧ печи и одновременно выщелачивают никель из продуктов обработки в СВЧ печи в реакторе с механической мешалкой, при этом с помощью насоса осуществляют циркуляцию реакционной смеси из реактора с механической мешалкой через СВЧ печь с возвратом в реактор. Согласно предлагаемому способу термическую обработку реакционной смеси руды и водного раствора серной кислоты проводят в СВЧ печи при температуре 95-100°C, при этом общая длительность термической обработки реакционной смеси и выщелачивания никеля составляет 30-45 минут.

Сущность изобретения поясняется фигурой 1 (таблица), где приведены результаты опытов, проведенных в сопоставимых условиях.

Доказательствами определяющего влияния отличительных признаков предлагаемого способа на достижение технического результата служит совокупность теоретических основ и результатов специальных исследований.

Основные проблемы при выщелачивании никеля и кобальта из окисленных руд связаны с химическим упорством минералов, в состав которых входят эти металлы. По литературным данным при использовании умеренных параметров выщелачивание никеля и кобальта протекает с низкой скоростью. Приведенные в описаниях аналогов и прототипа методы активации направлены, прежде всего, на интенсификацию разложения упорных никельсодержащих минеральных фаз.

Ранее установлено, что СВЧ энергия оказывает сильное активирующее действие на сульфатизацию упорных никельсодержащих фаз. Проникающее волновое воздействие резко интенсифицирует массообмен в изучаемой системе, что приводит к разрушению труднорастворимых соединений и образованию простых солей, хорошо растворяемых на последующей стадии выщелачивания. В атмосфере пара усиливается только процесс разложения упорных соединений. Другими словами, в способе прототипа на стадии СВЧ обработки реакционной смеси происходит лишь трансформация труднорастворимых соединений, но при недостатке воды в смеси собственно растворения с переходом никеля в раствор не наблюдается.

Повышенный расход энергии на стадии термической СВЧ обработки во многом связан с затратами на испарение воды, изначально присутствующей в реакционной смеси. Задачей предлагаемого способа является проведение СВЧ обработки совместно с выщелачиванием без энергозатрат на испарение. Известно, что при обработке гетерогенных систем, в частности пульпы, состоящей из кислого раствора и твердых минеральных частиц, проявляется СКИН-эффект, суть которого заключается в приоритетном нагреве твердой поверхности. Водная фаза, контактирующая с поверхностью частиц руды, под действием СВЧ энергии за короткое время, измеряемое секундами, нагревается до температуры кипения. В этой ситуации в поверхностном слое растворимых частиц руды формируются условия, близкие к автоклавным. При достаточном количестве водного раствора кислоты происходит не только разложение исходных труднорастворимых соединений, но и растворение образующихся вторичных никельсодержащих соединений. В основном объеме жидкой фазы перегрев за короткое время не происходит, и по факту «автоклавные режимы» достигаются только в зоне нужных превращений.

Предлагаемый способ предусматривает принудительную циркуляцию реакционной смеси в контуре СВЧ печь - реактор с механической мешалкой. При оптимальной скорости циркуляции реакционной смеси в контуре СВЧ печь - реактор пульпа (реакционная смесь) находится в зоне действия СВЧ в течение времени, при котором температура смеси близка, но не превышает 100°C. Важно, что достигается интенсивное разложение труднорастворимых соединений с одновременным переходом никеля в раствор, но испарение воды не происходит.

На достижение указанных выше целей в определяющей степени влияют признаки, указанные в отличительной части формулы:

- одновременное проведение термической обработки и выщелачивания, рекомендуемый диапазон температуры при СВЧ обработке 95-10°C позволяют технологически упростить процесс, сократить удельный расход энергии и продолжительность процесса в целом;

- длительность обработки руды по предлагаемому способу дольше 45 минут положительного результата не приносит, а при длительности менее 30 минут заметно уменьшается извлечение никеля в раствор.

Оптимальные значения удельного расхода и концентрации серной кислоты, а также соотношения жидкой и твердой фаз при переработке никелевой руды в определяющей

степени зависят от свойств руды и не могут быть приведены в качестве отличительных признаков.

Примером реализации предложенного способа служат результаты следующих опытов.

В качестве объекта исследований использовали сухую, измельченную до крупности – 0,2 мм, окисленную никелевую руду с содержанием никеля 0,9% одного из месторождений Урала. Навески руды массой по 100 г смешивали с водным раствором серной кислоты 100 г/л в пропорции Ж:Т=5:1. Дозировку кислоты выбрали по результатам предварительной оценки кислотоемкости руды. Полученную смесь помещали в реактор с механической мешалкой. Реактор снабжен циркуляционным перистальтическим насосом, прокачивающим реакционную смесь (пульпу) по СВЧ прозрачному каналу из фторопласта через лабораторную СВЧ печь. Из СВЧ печи пульпа самотеком возвращалась в реактор. При работающем циркуляционном насосе проводили циркуляцию пульпы в течение заданного времени при заданной температуре. Температуру пульпы на выходе из СВЧ печи измеряли термометром сопротивления и регулировали изменением потребляемой мощности СВЧ печи. О превышении температуры выше 100°C судили по интенсивному парообразованию в контуре циркуляции.

В опытах с помощью лабораторного ваттметра контролировали расход электроэнергии.

По завершении опытов растворы анализировали на содержание никеля и оценивали степень извлечения.

Для сравнения проведены опыты по условиям способа прототипа.

Результаты приведены в таблице (фиг. 1).

Сравнительный анализ технических решений, в т.ч. способа, представленного в качестве прототипа, и предлагаемого изобретения, позволяет сделать вывод, что именно совокупность заявленных признаков обеспечивает достижение необходимого технического результата. Реализация предложенного способа дает возможность проводить выщелачивание никеля из окисленной руды в одну стадию, сократить продолжительность в 1,5-2 раза, а энергозатраты в 2-3 раза.

(57) Формула изобретения

1. Способ переработки окисленной никелевой руды, включающий получение реакционной смеси, обработку реакционной смеси в СВЧ печи, выщелачивание никеля из продукта обработки реакционной смеси в СВЧ печи, отличающийся тем, что для получения реакционной смеси руду смешивают с серной кислотой и водой, реакционную смесь обрабатывают в СВЧ печи и, одновременно, выщелачивают никель из продуктов обработки в СВЧ печи в реакторе с механической мешалкой, при этом с помощью насоса осуществляют циркуляцию реакционной смеси из реактора с механической мешалкой через СВЧ печь с возвратом в реактор.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что обработку реакционной смеси руды и водного раствора серной кислоты проводят в СВЧ печи при температуре 95-100°C, при этом общая длительность обработки реакционной смеси и выщелачивания никеля составляет 30-45 мин.

Результаты экспериментов

| | Вариант | Продолжительность обработки мин | Температура пульты на стадии СВЧ обработки, °C | Извлечение Ni в р-р | Расход эл-энергии, Вт * час/ кг |
|---|---------------------|--|---|---------------------|---|
| 1 | Предлагаемый способ | 25 | 80 | 88 | 130 |
| 2 | | 30 | 90 | 92 | 175 |
| 3 | | 40 | 95 | 93 | 196 |
| 4 | | 45 | 100 | 93 | 207 |
| 5 | | 50 | Парообразо вание | 94 | 390 |
| 7 | Способ прототип | СВЧ обработка в атмосфере пара 15 минут и выщелачиван ие суммарно 1,3 часа | 250 °C | 92 | 570 На СВЧ обработку, генерацию пара и выщелачиван ие |

Фиг.1