含镍废料浸出条件及循环逆流浸出工艺研究①

刘 岩, 王 虹, 蒋贵权, 张广立
(东北大学 材料与冶金学院, 辽宁 沈阳 110004)

摘 要: 研究了含镍废料的酸浸工艺。考察了硫酸浓度、浸出温度、浸出时间及液固比等因素对镍浸出率的影响。设计正交实验 $L_9(3^4)$得到了镍浸出的最佳工艺条件,即硫酸浓度 2.4 mol/L,液固比 4∶1,浸出温度 50 ℃下浸出 1.5 h。采用闭路循环浸出,提高了硫酸的利用率和镍的浸出率。

关键词: 镍; 含镍废料; 回收 ; 循环逆流浸出
中图分类号: TF111 **文献标识码**: A **文章编号**: 0253 - 6099(2006)05 - 0044 - 03

Acid Leaching of a Nickelferrous Spent Material and the Effect of Circular Countercurrent Leaching

LIU Yan, WANG Hong, JIANG Gui-quan, ZHANG Guang-li
(School of Materials and Metallurgy, Northeastern University, Shenyang 110004, Liaoning, China)

Abstract: Sulfuric acid leaching technology of a nickelferrous spent material was studied. The effects of sulfuric acid concentration, leaching temperature, leaching time and liquid/solid ratio on the leaching rate of nickel were investigated. Optimum process parameters, namely, sulfuric acid concentration of 2.4 mol/L, liquid/solid ratio of 4∶1, leaching temperature of 50 ℃ and leaching duration of 1.5 h, were ascertained through orthogonal experiments of $L_9(3^4)$. The utilization ratio of sulfuric acid and the leaching rate of nickel were improved after adopting circular countercurrent leaching.

Key words: nickel; nickelferrous spent material; recovery; circular countercurrent leaching

镍是重要的有色金属,广泛应用于石油化工、国防、冶金、机械、建材等行业。随着全球工业化及高新技术的不断发展,镍在传统工业的需求量不断提高,在新材料领域中具有难以估量的发展潜力。我国镍储量不丰富,未来国内供应面临严峻挑战[1],因此有效回收各种含镍废料具有十分重要的意义[2~3]。本文研究了硫酸酸浸法从含镍废催化剂中回收镍的浸出条件,采用循环逆流浸出提高了硫酸的利用率和镍的浸出率。

1 实验部分

1.1 原料的化学组成

实验原料的主要化学成分见表 1。

表 1 原料化学成分 (质量分数) /%

Ni	Cu	Co	Fe	S	Pb
10.58	7.4	0.021	2.04	2.73	0.035
Zn	Cr	Al_2O_3	CaO	MgO	SiO_2
2.09	3.94	7.79	8.29	2.21	4.28

1.2 实验方法

称取 10 g原料于 500 mL的烧杯中,加入一定量硫酸,在指定温度、液固比的条件下反应,反应结束后进行过滤,渣充分洗涤。以镍浸出率作为浸出工艺的衡量指标。取 100 g原料进行逆流浸出。实验流程如图 1。

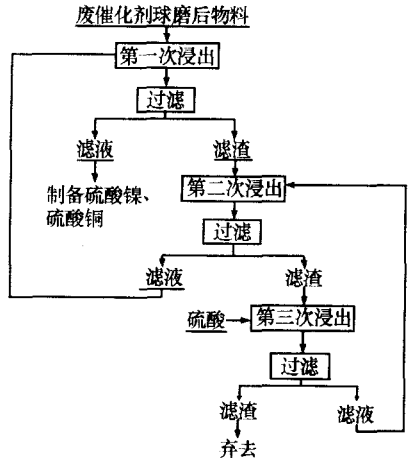


图 1 循环模拟逆流浸出流程

① 收稿日期: 2006-03-14
作者简介: 刘 岩 (1973 -),女,辽宁铁岭人,博士研究生,讲师,主要方向为冶金新技术与资源综合利用。

© 1994-2008 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

2　结果与讨论

2.1　浸出条件对浸出率的影响

2.1.1　硫酸浓度对镍浸出率的影响　在浸出时间 1.5 h、浸出温度 50 ℃、液固比 5 ∶1的条件下,硫酸浓度与镍浸出率之间关系如图 2所示。由图 2可以看出,随着硫酸浓度的增加,镍浸出率增加。

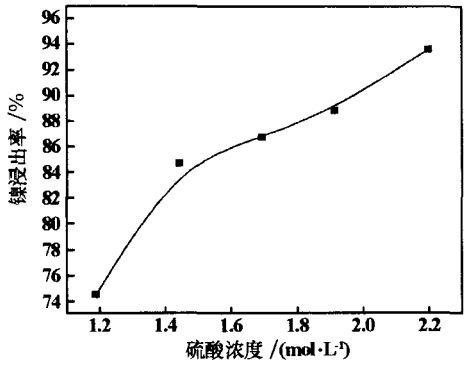


图 2　硫酸浓度对镍浸出率的影响

2.1.2　温度对浸出率的影响　在硫酸浓度 2.2 mol/L、浸出时间 1.5 h、液固比 5 ∶1的条件下,温度与镍浸出率之间关系如图 3所示。由图 3可以看出,镍浸出率随着温度升高先增加后降低。当浸出温度为 70 ℃时镍浸出率达到最大值 96.5%;温度继续升高,镍浸出率降低。这是由于随着温度的升高,溶液挥发量增加,实际液固比减小,造成溶解不完全,同时温度升高,金属离子水解加剧,因而镍浸出率有所降低。

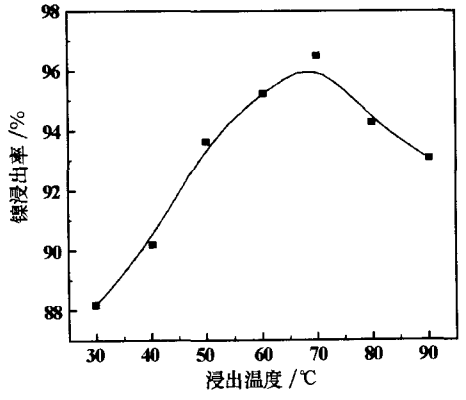


图 3　温度对镍浸出率的影响

2.1.3　浸出时间对浸出率的影响　在硫酸浓度 2.2 mol/L、浸出温度 50 ℃、液固比 5 ∶1的条件下,浸出时间与镍浸出率之间关系如图 4所示。从图 4可以看出,增加浸出时间有利于镍的浸出,但镍浸出率的增长速度随浸出时间的延长而趋向减缓。

2.1.4　硫酸用量一定时液固比对镍浸出率的影响　在浓硫酸用量为 6 mL、浸出时间 1.5 h、浸出温度 50 ℃的条件下,液固比与镍浸出率之间关系如图 5所示。由图 5

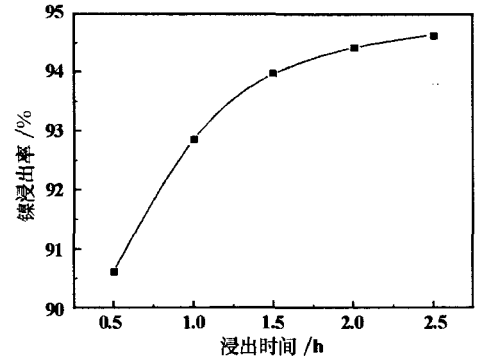


图 4　浸出时间对镍浸出率的影响

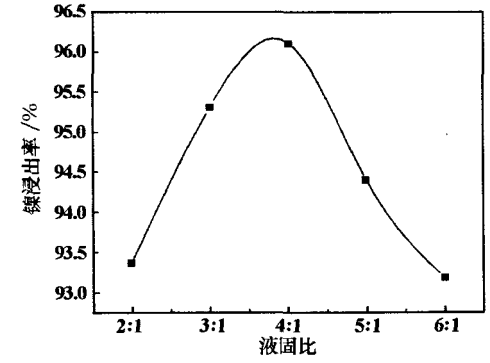


图 5　硫酸用量一定时液固比对镍浸出率的影响

可以看出,随着液固比的增加浸出率是先增加后减小,当液固比为 4 ∶1时镍浸出率达到最大值 96.45%。这是因为在液固比较低时,原料溶解不完全,因此浸出率较低;随着液固比的增加,原料溶解趋于完全,浸出率也随之升高;当液固比继续增加,硫酸浓度降低,因此浸出率反而降低。

2.1.5　硫酸浓度不变时液固比对镍浸出率的影响　在浸出时间 1.5 h、浸出温度 50 ℃、硫酸浓度 2.4 mol/L的条件下,液固比与镍浸出率之间关系如图 6所示。从图 6可以看出,随着液固比的增加,原料溶解越完全,镍浸出率越高,当液固比达到 4 ∶1时,镍浸出率达到 97.87%;之后,随着液固比的增加,镍浸出率增长缓慢,这是由于逐渐趋于反应完全之故。

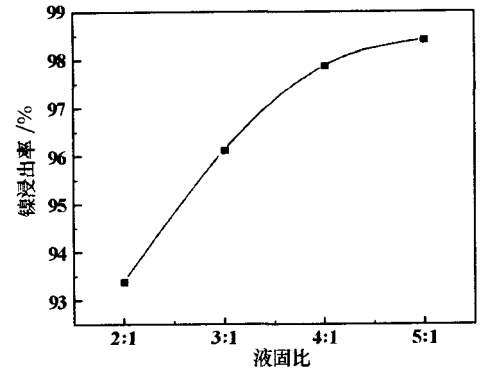


图 6　硫酸浓度一定时液固比对镍浸出率的影响

© 1994-2008 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

2.2 浸出过程的正交实验

以镍浸出率为衡量指标,确定浸出的最佳工艺条件,通过 A、B、C、D因素及其水平数的设定,进行正交试验[4]:

A因素 ——硫酸浓度 (mol/L): 1.4, 1.9, 2.4;

B因素 ——浸出温度 (℃): 30, 50, 70;

C因素 ——硫酸用量一定的液固比: 2∶1, 4∶1, 6∶1;

D因素 ——浸出时间 (h): 0.5, 1, 1.5。

正交试验结果的极差分析见表 2。

表 2 正交试验设计 $L_9(3^4)$和实验结果

编号	因素				浸出率/%
	A	B	C	D	
1	1	1	1	1	73.55
2	1	2	2	2	77.29
3	1	3	3	3	76.2
4	2	1	2	3	83.31
5	2	2	3	1	85.5
6	2	3	1	2	83.8
7	3	1	3	2	96.3
8	3	2	1	3	98.12
9	3	3	2	1	97.88
K_1	75.68	84.39	85.17	85.64	
K_2	84.20	86.97	86.16	85.80	
K_3	97.43	85.96	85.27	85.88	
R	21.75	2.59	0.99	0.24	

由极差分析可知,影响镍浸出率的主要因素为硫酸浓度,其次为浸出温度、液固比和浸出时间。在设定的条件范围内,浸出的最佳工艺条件为 $A_3B_2C_2D_3$,即硫酸浓度 2.4 mol/L,温度 50 ℃,浸出时间 1.5 h,液固比 4∶1。

2.3 循环逆流浸出

所谓的循环逆流浸出就是用第 2次浸出液来浸出原料,用第 3次浸出液浸出第 1次浸出的滤渣一直到最后一次的滤渣用新酸浸出。通过逆流浸出既可以富集镍,又可以最大效率的利用酸 (新酸走完整个流程),还利于工业化。

为了降低酸的浓度,减小对设备的腐蚀,逆流浸出的试验条件设定为:硫酸浓度为 1.9 mol/L,浸出温度为 50 ℃,液固比为 6∶1,浸出时间 0.5 h。逆流模拟实验镍的浸出情况见表 3所示。

表 3 逆流模拟的浸出率

次数	镍回收率/%
第 1次浸出	85.5
第 2次浸出	10.54
第 3次浸出	2.11
第 4次浸出	0.41

第 4次浸出率仅为 0.41%,没有实际意义,舍弃第 4步浸出保留前 3步浸出工序。累计浸出率为 98.15%。由此可见采用逆流循环浸出方法可以提高硫酸的利用率,有利用实际工业生产。

3 结 语

1) 影响镍浸出率的因素依次是硫酸浓度、浸出温度、液固比和浸出时间。浸出的最佳工艺条件为硫酸浓度 2.4 mol/L,温度 50 ℃,浸出时间 1.5 h,液固比 4∶1。

2) 采用循环逆流浸出工艺可以提高硫酸的利用率和镍的浸出率,有利于工业生产。

参考文献:

[1] 张 莓. 我国镍的供应面临挑战 [J]. 资源形势与投资环境, 2004, 10: 23 - 27.

[2] 胡宝兰. 含镍废料的综合利用研究 [D]. 合肥: 合肥工业大学, 2004.

[3] 兰兴华. 再生镍回收简况 [J]. 世界有色金属, 2004(1): 51 - 52.

[4] 天津大学化工技术基础实验教研室. 化工基础实验技术 [M]. 天津: 天津大学出版社, 1999.

© 1994-2008 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net