

doi:10.3969/j.issn.1007-7545.2024.10.022

复杂铂钯精矿制得高冰镍的湿法精炼

高起方¹, 谢铿², 王海北², 邹发夔², 邓彤², 高亮¹,
刘三平², 赵旭², 杨必文², 李达²

(1. 云南黄金矿业集团股份有限公司, 昆明 650200;

2. 矿冶科技集团有限公司, 北京 100160)

摘要:以金宝山铂钯精矿熔炼—吹炼得到的高冰镍为研究对象, 采用一段常压浸出—两段加压浸出湿法冶金工艺处理, 研究镍、钴、铜、铁、硫的浸出行为及贵金属的精炼富集, 考察了浸出终点 pH、浸出温度、液固比、氧分压、反应时间、初始酸度等因素的影响。结果表明: 常压浸出控制条件为浸出温度 70 °C、浸出时间 8 h、液固比 6; 一段加压浸出控制条件为溶液用量 500 mL (H₂SO₄ 10 g/L, Cu 3.19 g/L)、液固比 10、氧分压 0.2 MPa、浸出时间 1 h、反应温度 150 °C; 二段加压浸出控制条件为溶液用量 500 mL (H₂SO₄ 40 g/L)、液固比 10、反应温度 180 °C、氧分压 0.1 MPa, 反应时间 2 h。浸出后, 高冰镍中的镍和铜的浸出率可以达到 99% 以上, 铂、钯基本不被浸出, 金、银、铂、钯总量的富集程度可以达到 88 倍以上。

关键词:铂; 常压浸出; 加压浸出; 选择性分离; 贵金属富集

中图分类号: TF815; TF803.2; TF83 **文献标志码:** A **文章编号:** 1007-7545(2024)10-0172-09

Hydrometallurgical Refining of High-grade Nickel Matte from Complex Platinum-Palladium Concentrates

GAO Qifang¹, XIE Keng², WANG HaiBei², ZOU Fakui², DENG Tong², GAO Liang¹,
LIU Sanping², ZHAO Xu², YANG Biwen², LI Da²

(1. Yunnan Gold Mining Group Co., Ltd., Kunming 650200, China;

2. BGRIMM Technology Group, Beijing 100160, China)

Abstract: Taking the high-grade nickel matte obtained from the smelting and converting of Jinbaoshan platinum-palladium concentrates as the research object, a hydrometallurgical process of one-stage atmospheric pressure leaching followed by two-stage pressure leaching was used to study the leaching behavior of nickel, cobalt, copper, iron and sulfur, as well as the refining and enrichment of precious metals. The effects of leaching endpoint pH value, leaching temperature, liquid-solid ratio, oxygen partial pressure, reaction time, initial acidity and other factors were investigated. The results show that the control conditions for atmospheric pressure leaching are leaching temperature of 70 °C, leaching time of eight hours, liquid-solid ratio of 6, and the control conditions for the first stage pressure leaching are solution dosage of 500 mL (H₂SO₄ 10 g/L, Cu 3.19 g/L), liquid-solid ratio of 10, oxygen partial pressure of 0.2 MPa, leaching time of one hour, and reaction temperature of 150 °C. The control conditions for the second stage pressure leaching are solution dosage of 500 mL (H₂SO₄ 40 g/L), liquid-solid ratio of 10,

收稿日期: 2024-08-28

基金项目: 国家重点研发计划项目(2019YFC1907403)

作者简介: 高起方(1971-), 男, 正高级工程师; 通信作者: 谢铿(1982-), 男, 博士, 正高级工程师

reaction temperature of 180 °C, oxygen partial pressure of 0.1 MPa, and reaction time of two hours. The leaching rate of nickel and copper in high-grade nickel matte can reach more than 99%, and platinum and palladium are basically not leached, and the enrichment degree of total content of Au, Ag, Pt and Pd is more than 88 times.

Key words: platinum; atmospheric leaching; pressure leaching; selective separation; enrichment of precious metals

铂族金属具备高强度、高密度、高熔点、高沸点、耐腐蚀性能,被作为战略性金属,广泛应用于催化剂、传感器、光学、电子等领域^[1-3]。铂族金属资源储量稀少,且分布不均。2023年世界铂族金属探明的总储量为7万t,其中98%以上的资源分布在俄罗斯、津巴布韦、南非等国家^[4]。在我国,铂钯金属矿产资源稀缺,生产主要来源为金川镍矿在冶炼生产过程中产生的副产品,但其年产量仅为3t;另一方面源自于以废汽车催化剂为代表的铂钯二次资源的综合回收,但其回收量也很少。由于我国的资源现状,我国的铂族金属需求广泛依赖于进口,2023年铂族金属的进口量达到了185t^[5-6]。

金宝山低品位铂钯矿床作为我国已探明的最大独立铂钯矿床和仅次于金川镍矿的第二大铂族金属矿山资源,推动其开发利用对于摆脱对外进口现状、实现铂族资源自给自足具有重要意义^[7-9]。从20世纪90年代开始,我国多次把“金宝山铂钯矿的开发利用”列入国家科技攻关项目计划,先后通过选矿分离富集得到了铂钯品位50~80g/t的铂钯精矿,并进行了加压氧化酸浸—加压氰化全湿法工艺和火法—湿法联合工艺等多种方案的试验研究,取得了一些进展,但均没有提出经济合理的技术方案,金宝山铂钯矿一直未能开发利用,处于呆滞状态^[10-15]。其主要原因:1)选矿所得铂钯精矿品位低,作为精矿无法销售,采用单纯选矿手段难以进一步大幅提高铂钯精矿品位;2)直接作为冶金原料,若采用火法处理,由于粗精矿中含有大量蛇纹石等硅酸盐矿物,且镁含量高、铜镍硫含量低,熔炼时渣相黏度高、渣钨分离困难,铂钯易分散,综合回收率低,套用造钨熔炼工艺实施难度很大,经济性差;若采用湿法直接浸出,需消耗大量氧化剂,同时浸出液中铂钯浓度低,回收成本高^[16-18]。

本文针对金宝山铂钯浮选精矿的特点,提出火法造钨—湿法精炼的全流程制备工艺,先将铂钯浮选精矿经过熔炼和吹炼工序处理,制备出高冰镍,随后通过一段常压浸出工序和两段加压浸出工序,将镍、铜等金属提取到浸出液中,将贵金属保留在浸出渣,获得铂钯贵金属富集渣。本工艺优势在于生产

过程中基本上不产生废渣、废水,并且贵金属富集程度高,对于镍、铜等有价金属综合回收效率高。本文重点阐述从经过熔炼和吹炼获得的高冰镍,采用一段常压浸出和两段加压浸出分离镍、钴和铜等有价金属,最终获得贵金属富集渣这一湿法精炼流程。

1 试验

1.1 原料和试剂

试验原料为金宝山铂钯浮选精矿经过熔炼和吹炼后得到的高冰镍,主要成分(质量分数,%):Ni 39.83、Co 0.41、Cu 34.23、Fe 1.97、S 20.05。高冰镍中的硫含量达到20.05%。经过两次球磨之后,测得高冰镍粒径 $-58.258\ \mu\text{m}$ 占比90%(质量分数)。高冰镍的XRD分析如图1所示,高冰镍中的主要物相为硫化物 Ni_3S_2 、 Cu_2S 和镍铁合金 FeNi_3 。

试验所用硫酸为分析纯试剂,纯度为96%~98%(质量分数);硫酸铜为分析纯试剂,纯度为99%(质量分数);氧气为工业级;试验所用加压釜为钛质TZPCF2-10型高压反应釜,容积为2L。

1.2 方法与步骤

高冰镍的湿法精炼流程如图2所示。常压浸出工序是将细磨的高冰镍与不同浓度的硫酸溶液定量配入到烧杯中,在水浴锅内升温至不同的温度,通入空气进行酸性浸出,浸出时间为4~10h,反应结束后,经过抽滤干燥后,得到常压浸出渣。一段加压工序通过称取一定量的经过研磨后的常压浸出渣放入高压反应釜内,按照设定好的硫酸浓度和液固比添加一定量的硫酸溶液,并添加一定量的硫酸铜,装釜密封,程序升温至设定温度,通过开启氧气阀向反应釜内持续通入氧气至设定氧分压并维持在该氧分压,开始计时,反应到达设定温度后,通入冷却水降温,随后泄压开釜,矿浆通过抽滤干燥后,得到第一段加压浸出渣。第二段加压浸出工序通过称取一定量的经过研磨后的第一段加压浸出渣放入高压反应釜内,按照设定好的硫酸浓度添加一定量的硫酸溶液,加压釜的操作同一段加压工序相同,最后浸出矿浆通过抽滤干燥后,得到贵金属富集渣(第二段加压浸出渣)。

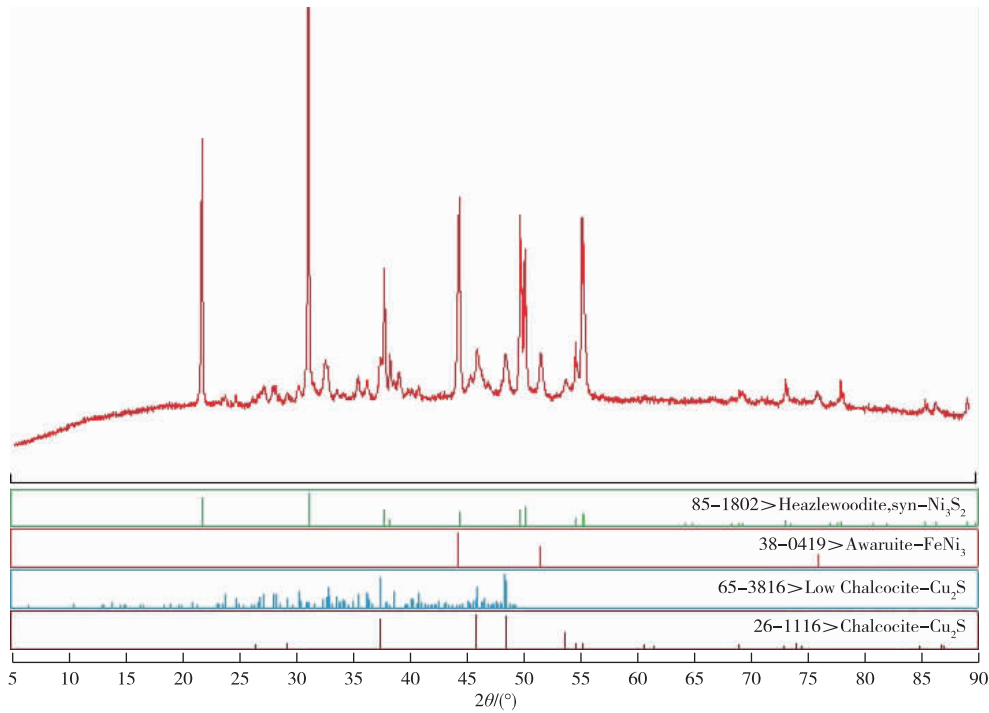


图 1 高冰镍的 XRD 谱

Fig. 1 XRD pattern of high-grade nickel matte

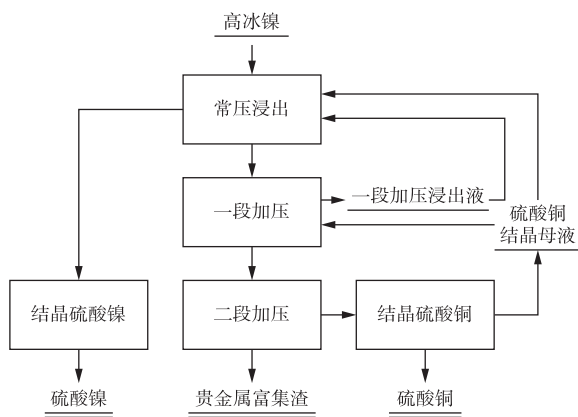


图 2 湿法精炼工艺流程图

Fig. 2 Hydrometallurgical refining process flow chart

1.3 分析检测

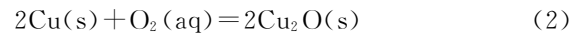
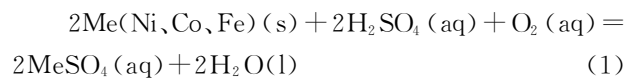
物料中的物相组成采用 X 射线衍射仪 (Rigaku SmartLab 9KW 型) 进行检测; 贵金属含量采用火试金法测定; 物料以及浸出液的铜、镍等元素采用电感耦合等离子发射光谱仪 (ICP-OES, Agilent ICPOES730) 进行分析; 试验过程中的 pH 变化由 pH-3C 数字酸度计进行测量。

2 结果与讨论

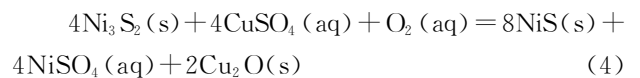
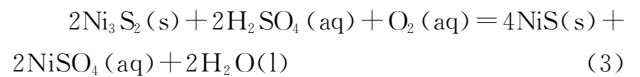
2.1 常压浸出

常压浸出是将细磨的高冰镍与浸出剂定量配

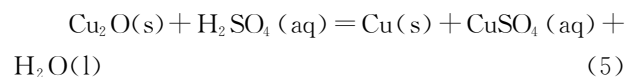
入, 升温充气氧化酸浸。由高冰镍各相组成中合金相(由 Ni、Co、Fe、Cu 组成)与硫酸主要发生氧化反应:



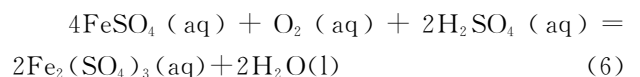
反应(1)和(2)为放热反应, 可促使矿浆温升加快达到预定的要求。当合金相大部分被反应后, Ni₃S₂ 相开始反应。Ni₃S₂ 实际上是由 Ni+2NiS 组成的固熔体, 并不是化合物, 其中 1/3 的镍呈金属态可被酸溶, 故有以下反应:

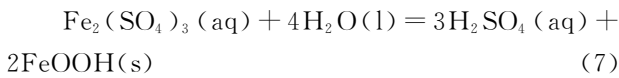


在酸性介质下 Cu₂O 是不稳定的, 会发生歧化反应:



但生成的 Cu 相又按反应(2)和(5)被氧化和歧化。上述反应(1)、(3)、(5)均为消耗硫酸的反应, 因此随着镍的浸出, 溶液的 pH 逐渐上升。当 pH>3 时, 液相中 FeSO₄ 被氧化、水解沉淀:





FeOOH 为 α 型针铁矿或赤铁矿。水解反应所生成的酸又继续与合金相、Ni₃S₂ 相进行反应,使 pH 逐渐升高。当 pH > 6.2 时,浸出液主要含 NiSO₄ 及 CoSO₄。杂质 Cu、Fe ≤ 0.01 g/L 甚至 < 0.001 g/L,常压浸出完成。此时,需要浸出的目标金属是 Ni、Co,其余金属(Fe、Cu 及贵金属)不希望进入溶液而被保留在常压浸出渣中。

在进行高冰镍的加压浸出前,往往需要进行一次常压浸出,其主要目的在于去除高冰镍中的合金相,防止在后续加压浸出工序中金属相被浸出从而产生氢气,在密闭高压的反应器内容易产生爆炸的风险^[19-20]。

图 3 为不同浸出终点 pH 对常压浸出的影响。随着终点 pH 从 0.9 增加到 7,镍浸出率从 50.80% 下降到约 12.26%,钴的浸出率从约 60% 下降到 10%,铁浸出率从约 84.18% 下降到约 6.11%,铜几乎不被浸出,在终点 pH 为 0.9 和 2.2 时,镍浸出率在 50% 左右,基本保持不变。综合考虑,为了达到在保证浸出高冰镍中全部 Ni、Fe 金属相而不浸出硫化相的目的,应控制终点 pH 在 6 左右。

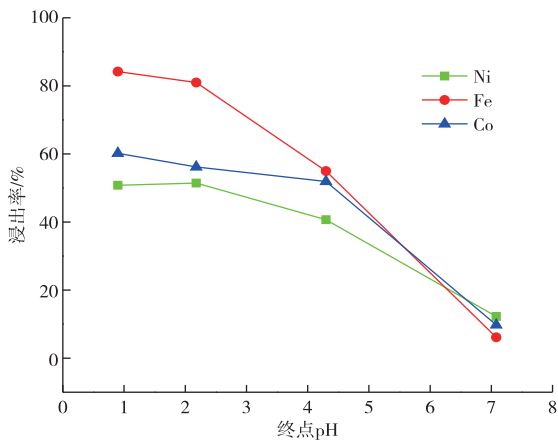


图 3 不同终点 pH 对常压浸出的影响

Fig. 3 Effects of different endpoint pH values on atmospheric leaching

图 4 为不同浸出温度对常压浸出的影响。随着浸出温度从 60 °C 增加到 90 °C,镍浸出率从 41.04% 下降到约 31.17%,钴浸出率从 50.98% 增加到 55.62%,铁浸出率从 6.05% 增加到约 82.37%,铜几乎不被浸出。升高浸出温度,反而不利于镍的常压浸出,但有助于提高铁的浸出。为了保证较高的 Ni 的浸出率,同时获得较低 Fe 的浸出率,并兼顾 Ni 的浸出速率,选择最佳浸出温度为 70 °C。

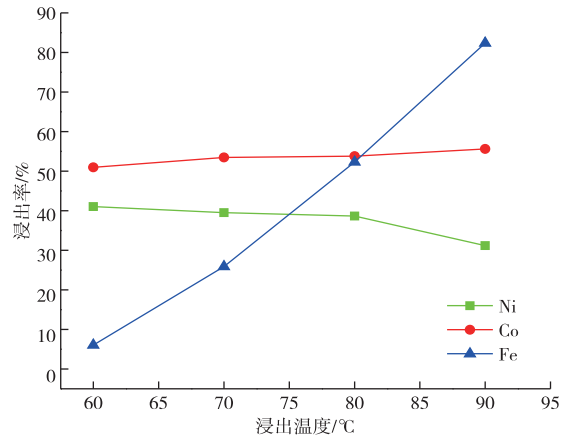


图 4 不同浸出温度对常压浸出的影响

Fig. 4 Effects of different leaching temperatures on atmospheric leaching

表 1 为不同浸出液固比对高冰镍主要元素浸出率的影响。随着液固比的增加,镍的浸出率略微提高,当液固比由 6 增加至 12 时,镍的浸出率由 40.40% 提高至 43.30%,但浸出液中的镍浓度由 28.52 g/L 降低至 14.18 g/L,浸出液中铁浓度由 0.014 g/L 降低至 0.000 9 g/L,鉴于后续镍产品为硫酸镍,为降低后续浓缩工序能耗,浸出液中镍尽量维持在较高浓度,其他离子浓度维持在合理浓度,因此综合考虑,最佳浸出液固比为 6。

在浸出温度 70 °C,浸出时间 8 h,液固比 6 的条件下,进行常压浸出,获得的常压浸出渣的组成为(质量分数, %): Ni 23.55、Co 0.21、Cu 46.28、Fe 1.66、S 23.47。

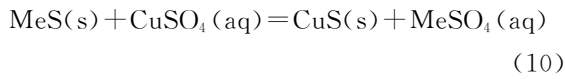
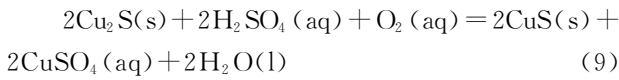
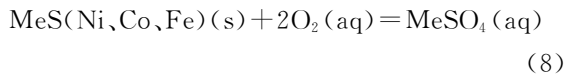
表 1 浸出液固比对高冰镍主要元素浸出率的影响

Table 1 Effects of liquid-solid ratio on leaching rate of high-grade nickel matte

液固比	溶液成分/(g · L ⁻¹)				浸出率(渣计)/%			
	Ni	Co	Cu	Fe	Ni	Co	Cu	Fe
6	28.52	0.35	0.000 7	0.014 0	40.40	52.43	0.43	0.99
8	23.22	0.25	0.001 0	0.000 7	43.13	48.63	—	11.48
10	17.75	0.16	0.000 4	0.000 2	42.80	38.61	0.41	7.58
12	14.18	0.14	0.000 7	0.000 9	43.30	44.11	—	5.23

2.2 第一段加压浸出

第一段加压浸出是用含铜离子的硫酸溶液最大化地将常压浸出渣中硫化相中的可溶镍和钴浸出,达到尽可能高的浸出率,同时尽可能少地浸出铜,将大部分铜、铁、硫及贵金属等富集于终渣中,从而达到选择性浸出的目的^[21]。通过加压浸出,剩余镍矿物大量溶解,而铜矿物在硫酸的作用下反应生成CuSO₄,并与渣中的NiS发生交互反应,使镍被大量浸出。涉及到的反应为式(3)~(5)和(8)~(10):



在溶液用量 500 mL(初始酸度 H₂SO₄ 浓度 10 g/L, Cu 浓度 3.19 g/L),液固比 10,浸出温度 160 °C,反应时间 2 h 的条件下改变试验参数,进行条件试验。

一段加压过程中不同的氧分压对常压浸出渣中镍、钴、铜、铁、硫浸出率的影响试验结果如图 5 所示。结果表明,氧分压从 0 增加至 0.3 MPa,镍和铜的浸出率都逐渐增大,但在氧分压增加至 0.2 MPa 以上后,镍和铜的浸出率增加缓慢。在 0.2 MPa 时钴的浸出率达到最大,为 88.51%,镍和铜的浸出率分别为 86.68% 和 36.31%。因此,最佳的氧分压选择 0.2 MPa。

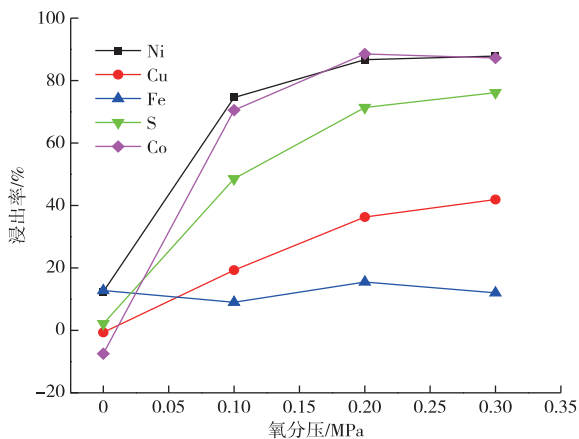


图 5 不同氧分压对浸出率的影响
Fig. 5 Effects of different oxygen partial pressures on leaching rate

一段加压过程中不同反应时间对常压浸出渣中镍、钴、铜、铁、硫浸出率的影响试验结果如图 6 所示。

结果表明,在反应时间 2 h 通氧的条件下镍的浸出率最大,为 86.68%,此时铜的浸出率为 36.31%;在 1 h 通氧的条件下镍的浸出率为 75.75%,铜的浸出率为 9.97%,有效抑制了铜的浸出,较好地实现了镍和铜的选择性浸出。因此,最佳反应时间为 1 h。

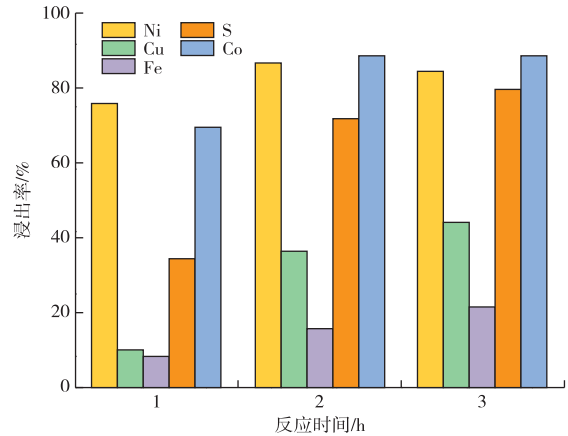


图 6 不同反应时间对浸出率的影响
Fig. 6 Effects of different reaction times on leaching rate

一段加压过程中不同初始酸度对常压浸出渣中镍、钴、铜、铁、硫浸出率的影响试验结果如图 7 所示。结果表明,当初始酸度从 10 g/L 提高至 30 g/L,镍和铜的浸出率都逐渐增大,在初始酸度为 30 g/L 时,镍和铜的浸出率最大,分别为 97.10% 和 62.87%;初始酸度为 10 g/L 时,镍和铜的浸出率分别为 75.75% 和 9.97%,选择性较好,此时渣含镍为 6.76%,渣含铜为 49.32%。因此,最佳的初始酸度为 10 g/L。

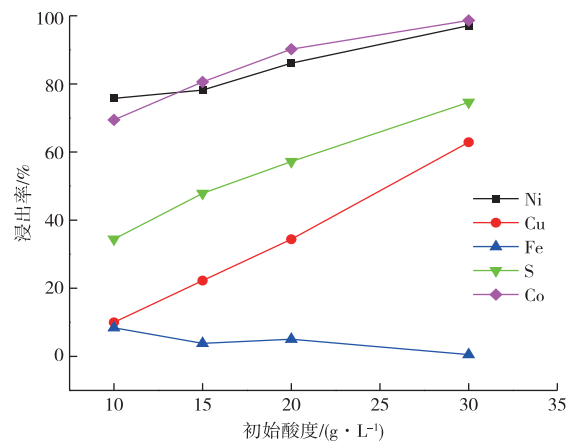


图 7 不同初始酸度对浸出率的影响
Fig. 7 Effects of different initial acidities on leaching rate

一段加压过程中不同反应温度对常压浸出渣中镍、钴、铜、铁、硫浸出率的影响试验结果如图 8 所

示。结果表明,在反应温度为 150 °C 时镍和铜的浸出率分别为 73.99% 和 8.68%,浸出后液的镍铜比也较大,在该条件下选择性较好,此时渣含镍为 7.06%,渣含铜为 48.71%。因此,最佳的反应温度为 150 °C。

根据以上第一段加压浸出条件试验结果,选定如下优化条件开展平行综合条件试验,以验证其重现性:溶液用量 500 mL(H_2SO_4 10 g/L, Cu 3.19 g/L)、液固比 10、氧分压 0.2 MPa、浸出时间 1 h、反应温度 150 °C,试验结果如表 2 所示。在最佳试验条件进行的两组一段加压试验,镍的浸出率分别为 73.99% 和 75.03%,铜的浸出率分别为 8.68% 和 11.04%,铁的浸出率分别为 4.35% 和 4.40%,钴的浸出率分别为 62.40% 和 68.04%,硫的浸出率分别为 35.60% 和 47.79%。在此条件下,通过第一段加压浸出对常压浸出渣中的镍和铜有很好的选择性分离的效果,贵金属元素进一步富集在渣中,进入后续

的第二段加压浸出工序进一步富集,所得的结果复现程度高。

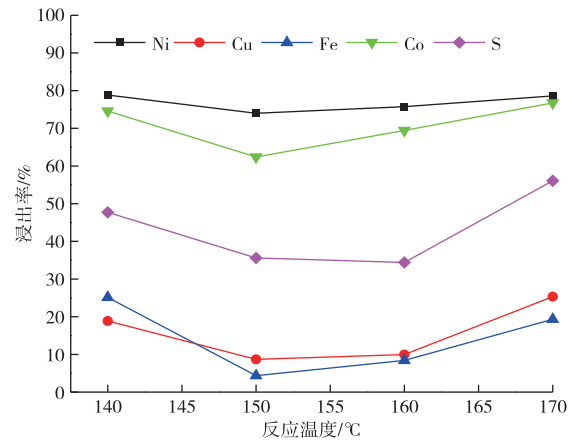


图 8 不同反应温度对浸出率的影响

Fig. 8 Effects of different reaction temperatures on leaching rate

表 2 一段加压浸出平行试验结果

Table 2 Parallel test results of the first stage pressure leaching

编号	渣率/%	渣元素组成/%					浸出率(渣计)/%				
		Ni	Cu	Fe	Co	S	Ni	Cu	Fe	Co	S
1	86.76	7.06	48.71	1.83	0.091	17.42	73.99	8.68	4.35	62.40	35.60
2	81.80	7.19	50.33	1.94	0.082	14.98	75.03	11.04	4.40	68.06	47.79

2.3 第二段加压浸出

第二段加压浸出是将洗涤过的第一段加压浸出渣,入釜后在高温高压的条件下,使有价金属尽可能地被浸出出来,使得贵金属保留在渣中,从而达到贵金属富集的作用。浸出过程中, NiS、CoS 的浸出按照式(1)进行,氧化铁的溶解和氧化水解反应按照式(6)、(7)进行, CuS 的浸出反应为:



在溶液用量 500 mL、液固比 10、反应温度 180 °C、氧分压 0.5 MPa、反应时间 2 h、初始酸度 40 g/L 的条件下改变条件参数,进行条件试验。

第二段加压浸出过程中不同初始酸度对第一段加压浸出渣中镍、钴、铜、铁、硫浸出率的影响试验结果如图 9 所示。图 9 中铁的浸出率为负值系检测过程可能存在误差,实际检测渣中的铁含量偏高,可以认为在此条件下铁基本上不被浸出。结果表明,初始酸度为 20 g/L 时,镍和铜的浸出率分别为 78.28% 和 52.05%,当初始酸度增大至 40 g/L 后,镍和铜的浸出率分别增加至 99.77% 和 99.68%。初始酸度对浸出效果的影响较大,因此,最佳的始酸浓度为 40 g/L。

第二段加压浸出过程中不同氧分压对第一段加压浸出渣中镍、钴、铜、铁、硫浸出率的影响试验结果如表 3 所示。在氧分压为 0.1 MPa 时,各元素的浸出率与氧分压为 0.5 MPa 时较为接近,反应效果更好,镍、铜、铁、钴、硫的浸出率分别为 99.83%、99.52%、31.68%、99.10%、99.01%,此时渣率为 3.94%。因此,最佳的氧分压为 0.1 MPa。

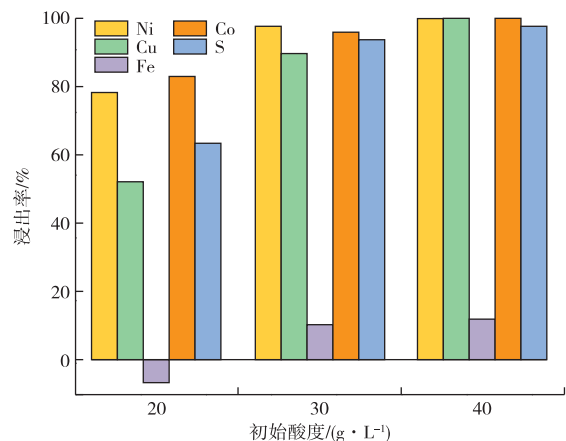


图 9 不同初始酸度对浸出率的影响

Fig. 9 Effects of different initial acidities on leaching rate

表3 不同氧分压试验结果

Table 3 Test results of different oxygen partial pressures

氧分压/MPa	渣率/%	渣元素含量/%					浸出率(渣计)/%				
		Ni	Cu	Fe	Co	S	Ni	Cu	Fe	Co	S
0.1	3.94	0.31	6.01	40.23	0.018	4.30	99.83	99.52	31.68	99.10	99.01
0.5	4.54	0.36	3.47	45.23	0.006	9.89	99.77	99.68	11.49	99.66	97.37

第二段加压浸出过程中不同反应温度对第一段加压浸出渣中镍、钴、铜、铁、硫浸出率的影响试验结果如表4所示。当反应温度从170℃升高至180℃时,铜和硫的浸出率分别提高15.5和22.64个百分点,渣率降低12.12个百分点,为3.94%,与反应温度170℃相比渣率降低了75.47%,此时滤液pH为1.45。因此,最佳的反应温度取180℃。

根据以上第二段加压浸出条件试验结果,选定如下优化条件,开展两组平行的综合条件试验,以验证其重现性:溶液用量500 mL(H₂SO₄ 40 g/L)、液固比10、反应温度180℃、氧分压0.1 MPa、反应时间2 h。平行试验结果如表5所示。平行试验的渣率均达到了小于4%,镍和铜的浸出率达到了99%以上,其复现程度较高,因而确定该试验条件为最佳条件参数。

表4 不同反应温度试验结果

Table 4 Test results at different reaction temperatures

温度/℃	渣率/%	渣元素含量/%					浸出率(渣计)/%				
		Ni	Cu	Fe	Co	S	Ni	Cu	Fe	Co	S
170	16.06	0.22	48.86	11.80	0.013	24.98	99.51	84.02	18.32	97.36	76.47
180	3.94	0.31	6.01	40.23	0.018	4.30	99.83	99.52	31.68	99.10	99.01

表5 二段加压浸出平行试验结果

Table 5 Parallel test results of the second stage pressure leaching

编号	渣率/%	渣元素含量/%					浸出率(渣计)/%				
		Ni	Cu	Fe	Co	S	Ni	Cu	Fe	Co	S
1	3.94	0.31	6.01	40.23	0.018	4.30	99.83	99.52	31.68	99.10	99.01
2	2.06	0.25	4.18	43.80	0.008	1.53	99.93	99.82	49.89	99.81	99.82

对精矿以及渣率为2.06%的贵金属富集渣中的贵金属元素进行检测,结果如表6所示。第二段加压浸出渣中金含量为3 865.50 g/t,银含量为13 701.07 g/t,铂含量为21 458.28 g/t,钯含量为31 658.53 g/t,贵金属基本保留在贵金属富集渣中,金、银、铂、钯总量相比高冰镍中的含量富集程度在88.33倍。可以看到在高冰镍经过常压浸出和两段加压浸出流程后,对高冰镍中的贵金属有良好的富集作用。

表6 第二段加压浸出渣和高冰镍中贵金属分析结果

Table 6 Analysis results of precious metals in secondary leaching residue and high-grade nickel matte

元素	/(g · t ⁻¹)		
	高冰镍	贵金属富集渣	富集倍数*
Au	42.53	3 865.50	90.89
Ag	179.90	13 701.07	76.16
Pt	227.50	21 458.28	94.32
Pd	350.27	31 658.53	90.38
合计	800.20	70 683.38	88.33

注:*富集倍数无单位。

得到的贵金属富集渣,可采用火法的回收工艺,

在高温下进行一系列的还原氧化操作,使富集渣中残余的少部分铁、铜等金属与贵金属分离从而实现贵金属进一步捕集;或是采用湿法的工艺流程,利用不同组元在特定溶剂中的溶解差异,使其中目标贵金属选择浸出进入溶液,再采用置换或分步沉淀等手段分别回收其中的金、银、铂、钯等金属。

3 结论

1)采用常压浸出工艺,可以将高冰镍中的金属合金相浸出;再采用两段加压浸出工艺,可以有效地将镍和铜分离,实现镍和铜的分段回收,使得贵金属被保留在渣中,渣中的贵金属品位大大提高。

2)第一段加压浸出控制反应条件为溶液用量500 mL(H₂SO₄ 10 g/L,Cu 3.19 g/L)、液固比10、氧分压0.2 MPa、浸出时间1 h、反应温度150℃,镍浸出率为75.03%,铜浸出率为11.04%,可实现镍铜的浸出分离;第二段加压浸出控制反应条件为:溶液用量500 mL(H₂SO₄ 40 g/L)、液固比10、氧分压0.1 MPa、反应时间2 h、反应温度180℃,可实现剩余的铜和少部分镍的浸出,镍的浸出率可以达到

99.93%,铜的浸出率可以达到99.82%,铂钯等贵金属基本不浸出,剩余渣率可达到4%以下,金、银、铂、钯总量富集程度相比高冰镍达到88倍以上。

参考文献

- [1] 吴祖璇,刘贵清,王芳,等.铂及其化合物的制备与应用[J].中国资源综合利用,2024,42(6):141-143.
WU Z X, LIU G Q, WANG F, et al. Preparation and application of platinum and its compounds[J]. China Resources Comprehensive Utilization, 2024, 42(6): 141-143.
- [2] 滕建中,马永.铂及其合金在硼硅酸盐玻璃中的应用[J].玻璃,2024,51(3):19-24.
TENG J Z, MA Y. Application of platinum and its alloys in borosilicate glass[J]. Glass, 2024, 51(3): 19-24.
- [3] TANG H M, PENG Z W, TANG R, et al. Platinum-group metals: demand, supply, applications and their recycling from spent automotive catalysts[J]. Journal of Environmental Chemical Engineering, 2023, 11(5): 110237. DOI:10.1016/j.jece.2023.110237.
- [4] 王丰翔,李晓明,栾卓然,等.全球铂族金属资源分布、供需及消费格局[J].地质通报,2022,41(10):1829-1846.
WANG F X, LI X M, LUAN Z R, et al. Global PGEs resource distribution, supply and demand and consumption trends[J]. Geological Bulletin of China, 2022, 41(10): 1829-1846.
- [5] 张深根,何学峰,史志胜,等.铂族金属循环利用技术开发现状及展望[J].中国工程科学,2024,26(3):120-130.
ZHANG S G, HE X F, SHI Z S, et al. Recycling of platinum group metals: development status and prospect[J]. Strategic Study of CAE, 2024, 26(3): 120-130.
- [6] 丁云集,张深根.废催化剂中铂族金属回收现状与研究进展[J].工程科学学报,2020,42(3):257-269.
DING Y J, ZHANG S G. Status and research progress on recovery of platinum group metals from spent catalysts[J]. Chinese Journal of Engineering, 2020, 42(3): 257-269.
- [7] 陈赐云,文书明,丰奇成,等.金宝山低品位难处理铂钯矿综合利用现状[J].矿产保护与利用,2013(1):50-54.
CHEN C Y, WEN S M, FENG Q C, et al. Comprehensive utilization status of low grade and refractory platinum-palladium ores from Jinbaoshan of Yunnan[J]. Conservation and Utilization of Mineral Resources, 2013(1): 50-54.
- [8] LIU S Q, TONG X, SONG B X, et al. Mineralogy study on a low-grade Cu-Ni-PGM sulfide ore in Jinbaoshan, China[J]. Minerals & Metallurgical Processing, 2012, 29(3): 172-176.
- [9] 马言胜,陶琰,朱飞霖,等.金宝山铂-钯矿和力马河镍矿的硫同位素组成特征及地质意义[J].矿物岩石地球化学通报,2009,28(2):123-127.
MA Y S, TAO Y, ZHU F L, et al. The sulfur isotopic characteristics and geological significance of Jinbaoshan Pt-Pd deposit and Limahe nickel deposit[J]. Bulletin of Mineralogy Petrology and Geochemistry, 2009, 28(2): 123-127.
- [10] 刘志强,王伍,曹洪杨,等.低品位铂钯精矿的富氧压浸出[J].中国有色金属学报,2016,26(1):223-232.
LIU Z Q, WANG W, CAO H Y, et al. Oxygen pressure leaching of low-grade Pt-Pd concentrate[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2016, 26(1): 223-232.
- [11] 刘时杰,杨茂才,汪云华,等.云南金宝山铂钯矿资源综合利用工艺研究[J].贵金属,2012,33(4):1-8.
LIU S J, YANG M C, WANG Y H, et al. A new process engineering for comprehensive exploitation of the Jinbaoshan Pt-Pd ore resources, Yunnan province, China[J]. Precious Metals, 2012, 33(4): 1-8.
- [12] RAO S, LIU Z Q, QIU X Y, et al. Oxygen pressure leaching-flotation joint process for Jinbaoshan platinum group minerals[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2019, 29(5): 1090-1098.
- [13] 黄昆,陈景,陈奕然,等.加压氰化全湿法处理低品位铂钯浮选精矿工艺研究[J].稀有金属,2006,30(3):369-375.
HUANG K, CHEN J, CHEN Y R, et al. Hydrometallurgical pressure cyanide leaching process for treating low-grade Pt-Pd flotation concentrates[J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2006, 30(3): 369-375.
- [14] 陈景,黄昆,陈奕然,等.加压氰化处理铂钯硫化浮选精矿全湿法新工艺[J].中国有色金属学报,2004,14(增刊1):41-46.
CHEN J, HUANG K, CHEN Y R, et al. Pressure cyanide hydrometallurgical process for treatment of Pt-Pd sulfide flotation concentrates[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2004, 14(Suppl. 1): 41-46.
- [15] 赵家春,汪云华,王靖坤,等.从铂钯精矿中氯化浸出Au、Pt、Pd[J].贵金属,2012,33(1):45-48.
ZHAO J C, WANG Y H, WANG J K, et al. Chloridizing leaching of Au, Pt and Pd from platinum and palladium concentrate[J]. Precious Metals, 2012, 33(1): 45-48.

- [16] 杨玉珠,简胜,张旭东,等. 金宝山铂钯矿选矿工艺研究[J]. 矿冶工程,2011,31(5):39-42.
YANG Y Z, JIAN S, ZHANG X D, et al. Study on mineral processing technique of platinum-palladium ore in Jinbaoshan area[J]. Mining and Metallurgy Engineering, 2011,31(5):39-42.
- [17] CI Y C, SHU M W, QI C F, et al. Comprehensive utilization status of low grade and refractory platinum-palladium ores from Jinbaoshan of Yunnan[J]. Advanced Materials Research, 2013, 2695 (807/808/809): 2309-2316.
- [18] 刘敏. 云南金宝山铂钯矿矿石的工艺矿物学研究[J]. 矿产综合利用,2004(1):23-27.
LIU M. Process mineralogy of Jingbaoshan platinum-palladium ore, Yunnan[J]. Multipurpose Utilization of Mineral Resources,2004(1):23-27.
- [19] 蒋航宇. 高冰镍硫酸选择性浸出工艺的生产实践[J]. 新疆有色金属,1996,19(4):24-29.
JIANG H Y. Production practice of selective leaching process of high ice nickel with sulfuric acid [J]. Xinjiang Nonferrous Metals,1996,19(4):24-29.
- [20] 姜惠云,盛祖贵. 二段常压浸出在阜冶的生产实践[J]. 新疆有色金属,2009,32(增刊1):147-148.
JIANG H Y, SHENG Z G. Production practice of second stage atmospheric pressure leaching in Fuye[J]. Xinjiang Nonferrous Metals, 2009, 32 (Suppl. 1): 147-148.
- [21] 谢铿,王海北,马育新,等. 高冰镍浸出渣冶金过程多金属走向行为探究[J]. 有色金属(冶炼部分),2021(12):20-27.
XIE K, WANG H B, MA Y X, et al. Exploration on multi-metal distribution behavior in metallurgical process of leaching residue of high nickel matte[J]. Nonferrous Metals(Extractive Metallurgy),2021(12):20-27.