

ФИЛЬТРОВАНИЕ ПУЛЬПЫ КОМПЛЕКСНОЙ ПЕРЕРАБОТКИ ЖЕЛЕЗО-НИКЕЛЕВОГО КОНЦЕНТРАТА – ОТХОДА ПРОИЗВОДСТВА ОКСИДА МАГНИЯ

Н.Л. Мохирева, В.Р. Миролюбов

**ООО "Бергауф Строительные Технологии", г. Екатеринбург,
Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина,
г. Екатеринбург**

Исследованы гранулометрические характеристики осадка, установлен химический состав раствора комплексной переработки железо-никелевого концентрата. Процесс фильтрации проведен с использованием модели камерного и камерно-мембранного фильтр-пресса. Разделение суспензии реализовано с применением камер глубиной 10 и 20 мм. Установлено, что промывка возможна только с использованием слабого раствора HCl ввиду необходимости препятствовать развитию гидролиза солей железа в порах осадка. Предложена схема оптимизации водного баланса процесса промывки. Сформулированы исходные данные для проектирования участка фильтрации цеха комплексной переработки железо-никелевого концентрата. Определены критерии для автоматизации процесса.

Ключевые слова: фильтрация, железо-никелевый концентрат, камерно-мембранный фильтр-пресс, промывка, гидрометаллургия

Filtration of Pulp of Complex Processing of Iron-Nickel Concentrate — a Waste Product of Magnesium Oxide Production

N.L. Mokhireva, V.R. Miroyubov

**"Bergauf Construction Technologies" LLC, 620014 Ekaterinburg, Russia,
Ural Federal University named after the First President of Russia B.N. Yeltsin, 620002 Yekaterinburg, Russia**

The granulometric characteristics of the precipitate were investigated, and the chemical composition of the solution for complex processing of iron-nickel concentrate was established. The filtering process was carried out using a model of a chamber and chamber-membrane filter press. Separation of the suspension was implemented using chambers with a depth of 10 and 20 mm. It was established that washing is possible only with the use of a weak HCl solution due to the need to inhibit the development of hydrolysis of iron salts in the pores of the sediment. A scheme for optimizing the water balance of the washing process is proposed. Initial data are formulated for designing a filtration section of a complex processing plant for iron-nickel concentrate. Criteria for process automation are defined.

Keywords: filtration, iron-nickel concentrate, chamber-membrane filter press, flushing, hydrometallurgy

DOI: 10.18412/1816-0395-2019-10-24-28

Вопросы комплексного использования минерального сырья являются ключевыми и широко обсуждаются в заинтересованных научных и промышленных кругах. Технология солянокислого вскрытия серпентинита, разработанная с целью производства чистого оксида магния, предусматривает получение дополнительных продуктов, в числе которых железистый оксидный пигмент

и никелевый концентрат. В основе технологии — гидрометаллургические процессы, в которых значительное место занимают вопросы фильтрации пульпы. Известны исследования по изысканию эффективных методов разделения [1, 2], позволившие решить задачи фильтрации ряда сложных суспензий, однако остаются проблемы разделения и промывки пульпы, состоящих из полифракцион-

ного тонкодисперсного осадка и многокомпонентного агрессивного, с точки зрения химического состава, маточного раствора. Промывка осадка — ключевой этап в технологии, которая предусматривает получение железистого оксидного пигмента. Отсутствие ясности в отдельных узлах технологического процесса переработки железо-никелевого концентрата влечет неопределенность в во-

просах комплексной автоматизации технологии в целом. Именно поэтому авторы ранее уже обращались к проблеме фильтрования подобных материалов [3]. Целью настоящего исследования является разработка метода эффективного разделения пульпы выщелачивания железоникелевого концентрата — отхода производства оксида магния — с получением данных, позволяющих с достаточной точностью произвести выбор промышленного фильтровального оборудования.

Методика эксперимента

Гранулометрическое распределение по объему содержащейся в пульпе твердой фракции определяли на приборе Analysette 22. Рентгенофазовый анализ воздушно-сухого осадка проводили на рентгеновском дифрактометре PHILIPS 1800. Химический состав жидкой фазы устанавливали с помощью титриметрических методов анализа.

Эксперименты по исследованию фильтрования проводились на специально созданной опытной установке, имитирующей фильтровальную камеру фильтр-пресса и при минимальной модернизации — камеру камерно-мембранного фильтр-пресса. Схема установки представлена на рис. 1, схема фильтровального элемента на рис. 2.

Установка фильтрования под давлением состояла из емкости 1 для суспензии и промывной воды, в которую подавался сжатый воздух из баллона 4 посредством редуктора 6, обеспечивающего движущую силу процесса. Для контроля за давлением фильтрования на крышке емкости 1 установили манометр 5. Перепад давления составлял 4–8 атмосфер. Нагретая до 80 °С суспензия из емкости 1 под давлением подавалась в фильтрующую ячейку 2, имитирующую условия фильтрования на камерных и

камерно-мембранных фильтр-прессах. При этом кинетику фильтрования и промывки отслеживали по массе фильтрата, сливаемого в емкость 7, установленную на весах 9. Для управления технологическими операциями установка оснащалась запорной арматурой — краны 3, 8. Фильтрование осуществляли в режиме постоянного перепада давления.

Фильтрующая ячейка (см. рис. 2) содержала резьбовой патрубок 1, приваренный к рамке 2, служащей фильтровальной камерой, а также два фланца 3 и 4. Фланцы имели дренажные элементы 5 и 6 и патрубки отвода фильтрата 7 и 8. Между фланцами 3, 4 и рамкой 2 устанавливали фильтрующие салфетки 9 и 10, вся ячейка герметизировалась с помощью болтов (на рис. 2 не показаны).

Для определения возможности более эффективного течения операций промывки осадка проводили эксперименты, в которых данный процесс совмещали с отжимом осадка мембраной. В таких случаях между фильтрующей салфеткой 10 и фланцем 4 устанавливали дополнительное кольцо 11, снабженное патрубком отвода фильтрата 13, а также подвижный дренажный элемент 12 и эластичную мембрану 14.

В качестве фильтровальной салфетки выбрали ткань с артикулом S2193-L2K2, изготовленную из полипропиленового волокна и обладающую воздухопроницаемостью 6 л/дм² в минуту ± 30 % при перепаде давления 200 Па. Первичная фильтровальная перегородка должна была обеспечивать легкий съем отжатого осадка. В процессе исследования использовали фильтровальные ячейки с глубиной 10 и 20 мм. Выбор данных ячеек был обусловлен стандартным набором камер производителя фильтровального оборудования и высокой величиной гидравлического

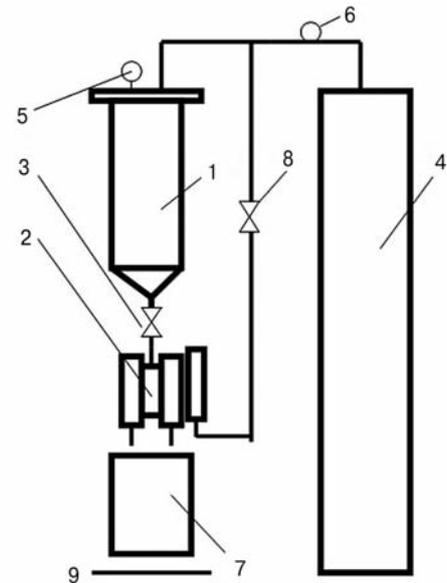


Рис. 1. Установка для исследования фильтрования суспензий:

1 – емкость для фильтруемой суспензии и воды; 2 – фильтрующая ячейка; 3, 8 – запорная арматура; 4 – баллон со сжатым газом; 5 – манометр; 6 – редуктор; 7 – приемная емкость; 9 – весы

Fig. 1. Installation for the study of filtering suspensions:

1 – capacity for filtered suspension and water; 2 – filter cell; 3, 8 – shutoff valves; 4 – cylinder with compressed gas; 5 – pressure gauge; 6 – gear; 7 – receiving capacity; 9 – scales

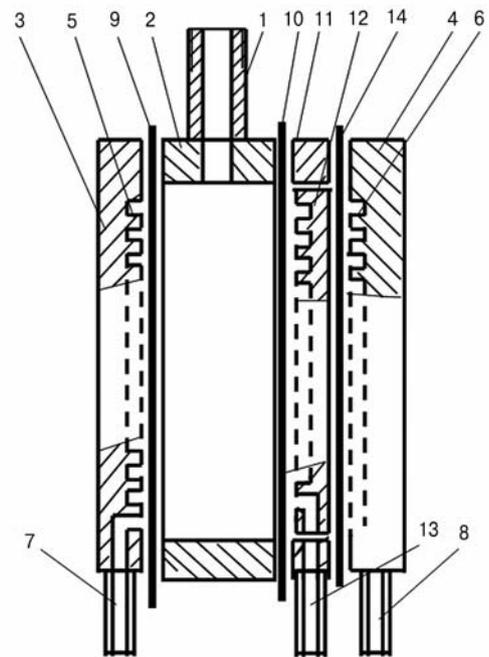


Рис. 2. Схема фильтрующей ячейки:

1 – резьбовой патрубок; 2 – рамка; 3, 4 – фланцы; 5, 6 – дренажные элементы; 7, 8, 13 – патрубки; 9, 10 – фильтрующие салфетки; 11 – дополнительное кольцо; 12 – подвижный дренажный элемент; 14 – эластичная мембрана

Fig. 2. Filter cell layout:

1 – threaded pipe; 2 – frame; 3, 4 – flanges; 5, 6 – drainage elements; 7, 8, 13 – nozzles; 9, 10 – filtering wipes; 11 – an additional ring; 12 – movable drainage element; 14 – elastic membrane

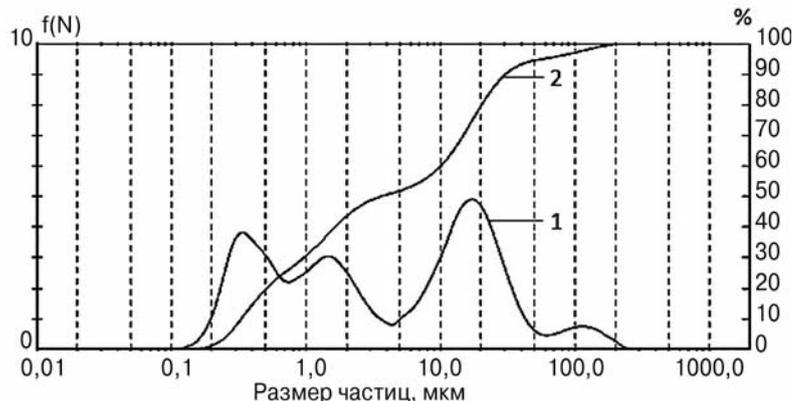


Рис. 3. Гранулометрический состав промытого, отжатого, высушенного на воздухе осадка:

1 – дифференциальное распределение; 2 – интегральное распределение
Fig. 3. The granulometric composition of the washed, pressed, dried in air sediment:

1 – differential distribution; 2 – integral distribution

сопротивления осадка. Площадь фильтровальной ячейки составляла 0,002512 м². Поскольку в ячейке помещалось две салфетки, поверхность фильтрации соответствовала 0,005024 м². Промывку осадка осуществляли подкисленной водой с рН 1,4 и водопроводной водой. В качестве подкисляющего агента выбрали раствор хлористоводородной кислоты для сохранения химического состава промывных вод при их дальнейшем возвращении в технологический процесс на более ранние стадии. В связи с известной проблемой дефицита воды требовалась оптимизация технологии промывки, поэтому объем промывной воды разделяли на четыре равные части. Последовательно в процессе промывки осадка отбирали равные части фильтрата, которые собирали в отдельные сборники и контролировали по содержанию растворимых солей как титриметрическим методом, так и экспресс анализом на общее содержание электролитов с помощью кондуктометрической ячейки. В ходе эксперимента фиксировали время фильтрования и промывки, на основании чего рассчитывали требуемую площадь фильтровальной поверхности [4].

Расчет удельной производительности фильтрации определяли с помощью уравнения, которое имеет вид:

$$Q_{\phi} = V_{\phi} \cdot 60 / f T_{\Sigma},$$

где Q_{ϕ} — удельная производительность фильтр-пресса по фильтрату (маточному раствору) м³/м²·ч; V_{ϕ} — объем фильтрата, м³; f — поверхность фильтрования, м²; T_{Σ} — суммарное время цикла фильтрования и промывки, мин.

Результаты расчета производительности фильтр-пресса, выполненные для различных толщин рамки, позволили установить оптимальную ее толщину как такую, при которой обеспечивается максимальная производительность и тем самым определили требуемую глубину камеры фильтровальной плиты.

Выбранное значение производительности использовали для определения необходимой поверхности фильтрования.

Результаты и их обсуждение

Гранулометрическое распределение по объему содержащейся в пульпе твердой фракции продемонстрировало наличие полидисперсного осадка с тремя выраженными группами частиц. Первая

группа с частицами от 0,1 до 0,6 мкм, вторая — от 0,6 до 5 мкм и третья группа от 7 до 50 мкм. Размер 90 % зерен осадка не превысил 30 мкм (рис. 3).

Рентгенофазовый анализ воздушно-сухого осадка показал преимущественное присутствие гидратированных соединений железа и алюминия, представленных фазами гетита и бемита. Химический анализ жидкой фазы пульпы выявил наличие хлоридов металлов и свободной соляной кислоты с концентрацией, г/л: MgCl₂ — 65,7; AlCl₃ — 13,8; NiCl₂ — 6,4; CaCl₂ — 3,86; FeCl₂ — 2,01, HCl — 1,4. Соотношение твердой и жидкой фаз в исследуемой пульпе составило 1:4. Таким образом, исследователи столкнулись с задачей обеспечить полный цикл разделения пульпы, состоящей из полидисперсного тонкого осадка, обладающего высокой величиной гидравлического сопротивления, и агрессивного раствора хлоридов металлов. По результатам исследования состава и структуры пульпы было принято решение разделять потоки посредством камерного и камерно-мембранного фильтр-пресса при постоянном перепаде давления от 4 до 8 атм. Фильтрование с помощью вакуум-фильтра представлялось невозможным ввиду недостаточной величины движущей силы.

Основными достоинствами фильтр-пресса являются: сравнительно высокая способность к обезвоживанию пульпы, обеспечение глубокой промывки осадка, возможность исполнения аппарата из коррозионноустойчивых материалов, способных работать в условиях агрессивных сред. Фильтр-прессы, оснащенные эластичными мембранами, дополнительно позволяют избежать растрескивания высокодисперсного осадка в ходе промывки и достичь улучшенных характеристик по остаточной влажно-

сти. Процесс съема осадка в промышленном масштабе реализуется посредством автоматизированного встряхивания камер, вследствие чего промытый и отжатый осадок самостоятельно перемещается в приемную ёмкость, таким образом, достигается полная автоматизация фильтровального передела.

Установлено, что разделение суспензии с использованием ячейки глубиной 10 и 20 мм происходит одинаково эффективно, о чем свидетельствуют данные табл. 1. Лимитирующей стадией технологического процесса является промывка осадка. В случае использования воды (серии экспериментов 1–10 и 10–20) фильтрующие капилляры осадка закупориваются продуктами гидролиза хлоридов металлов и процесс полностью останавливается. Применение для промывки осадка воды, подкисленной до значения pH 1,4, позволяет осуществить промывку. Время процесса при использовании ячейки глубиной 20 мм изменяется непропорционально увеличению объема отфильтрованной суспензии. Опытные данные показывают, что целесообразнее использовать фильтрующую камеру глубиной 10 мм, поскольку толщина слоя осадка существенно влияет на кинетику его промывки.

Анализ данных содержания растворимых солей *C* в четырех равных частях промытых вод, представленный в табл. 2, подтверждает вывод о необходимости применять камеру с минимальной стандартной глубиной 10 мм, поскольку процесс промывки на ячейке глубиной 20 мм показал свою неэффективность. В последнем случае, при толщине слоя осадка 20 мм, из-за высокого сопротивления слоя осадка не удалось пропустить количество воды, достаточное для получения осадка с допустимыми характеристика-

Таблица 1. Параметры фильтрации суспензии железоникелевого концентрата после промывки водой и раствором HCl

Table 1. Filtration parameters of a suspension of iron-nickel concentrate after washing with water and a solution of HCl

№ серии эксперимента	Толщина ячейки камеры, мм	Исполнение фильтр-пресса	Время, мин		pH воды для промывки осадка	Объем фильтрата, мл
			фильтрации	промывки		
1–10	20	Камерный	71	–	7,14	140
10–20	20		69	–	7,05	140
20–30	20		67	610	1,38	140
30–40	20		70	605	1,42	140
40–50	20		69	650	1,41	140
50–60	10		20	255	1,41	70
60–70	10		22	240	1,40	70
70–80	10	21	235	1,42	70	
80–90	10	Камерно-мембранный	21	265	1,40	70
90–100	10		22	263	1,40	70

ми по содержанию растворимых солей.

По данным характеристик воды после промывки в серии экспериментов 50–60, 60–70 и 70–80 видно, что в ходе промывки произошло растрескивание осадка, вследствие чего вода прошла сквозь трещины, а не фильтрующие капилляры, захватив с собой минимальное количество солей. Факт растрескивания осадка подтверждается также более коротким временем промывки, затраченным в серии экспериментов 50–60, 60–70 и 70–80 по сравнению

с сериями 80–90 и 90–100 (см. табл. 1). Растрескивание осадка удалось предотвратить путем поджатия осадка подвижной мембраной в серии экспериментов 80–90 и 90–100.

В соответствии с проектным заданием по производительности участка комплексной переработки железоникелевого концентрата расход по фильтрату составляет 3,4 м³/ч. Расчетным путем установлено, что для обеспечения заданной производительности по фильтрату требуется на участке

Таблица 2. Характеристика фильтрата после промывки осадка по содержанию растворимых солей

Table 2. Characterization of the filtrate after washing the precipitate by the content of soluble salts

№ серии эксперимента	Толщина ячейки камеры, мм	C, г/л				
		1 фильтрат		2 фильтрат	3 фильтрат	4 фильтрат
		MgCl ₂	NiCl ₂	MgCl ₂	MgCl ₂	MgCl ₂
1–10	20	–	–	–	–	–
10–20	20	–	–	–	–	–
20–30	20	62,4	4,7	33,2	–	–
30–40	20	55,1	4,5	32,5	–	–
40–50	20	58,1	5,0	33,1	–	–
50–60	10	49,5	5,5	38,3	5,0	0,9
60–70	10	56,1	5,0	46,1	4,5	0,5
70–80	10	60,5	5,6	40,3	6,0	0,8
80–90	10	53,6	5,7	45,2	23,8	10,6
90–100	10	63,4	6,0	39,5	22,1	9,5

фильтрации пульпы размещать камерно-мембранные фильтр-прессы с общей фильтровальной поверхностью не менее 1163 м², что соответствует двум стандартным фильтровальным машинам фирмы DIEMME. Стадия промывки протекает более эффективно с использованием воды, подкисленной до значения pH 1,4. Промывные воды следует разделять на четыре части, первая из которых по содержанию солей соответствует маточному раствору, а три другие разбавлены и могут быть возвращены на более ранние стадии технологического процесса. Влажность отжатого мембранами осадка составляет 49–51 %. Опытным путем установлено, что количество воды, затрачиваемое на промывку, характеризуется соотношением: 1 часть влажного осадка к 1 части воды для промывки.

Выводы

1. Камерно-мембранное исполнение фильтр-пресса оптимально для фильтра-

ции пульпы комплексной переработки железо-никелевого концентрата, поскольку позволяет избежать образования микротрещин в слое осадка, осуществив эффективную промывку материала и достичь максимальной производительности аппарата по фильтрату.

2. Оптимальная толщина отфильтрованного осадка из условия достижения максимально возможной производительности фильтр-пресса составляет 10 мм.

3. Критериями выбора фильтровальной ткани для исследуемой пульпы являются: воздухопроницаемость 6 л/дм² в минуту ± 30 %, устойчивость материала в кислых средах и легкий съем осадка.

4. Детали фильтр-пресса, контактирующие с разделяемой суспензией, рекомендовано изготавливать из полипропилена ввиду высокой агрессивной способности последней.

5. Требуемая поверхность фильтрации составляет 1163 м² при производительно-

сти по фильтрату 3,4 м³/ч, что соответствует двум стандартным фильтровальным машинам фирмы DIEMME.

6. Количество воды, затрачиваемое на промывку, примерно равно массе влажного отжатого осадка.

7. Показатель pH воды, подаваемой для промывки, должен соответствовать 1,4, чтобы исключить вероятность гидролиза солей металлов в порах осадка.

8. Следует осуществлять четырехкратную промывку осадка с разделением потока промывных вод на четыре части, первую из которых объединять с маточным раствором, а три другие отправлять на разбавление кислоты в "голову" технологического процесса, что позволит оптимизировать водный баланс реализуемой технологии.

9. Установлено, что электропроводность фильтрата после промывки пропорциональна концентрации MgCl₂. Выявленная закономерность может быть применена для автоматизации этапа разделения промывных вод.

Литература

1. Владимиров А.С., Катыхов С.Ф., Теслюк Л.М. Исследование фильтрации продуктов соляно-кислотного разложения серпентинитовых отходов. Химическая технология. 2014. Т. 15. № 10. С. 631–634.
2. Белоглазов И.Н., Голубев В.О., Тихонов О.Н., Куукка Ю., Яскеляйнен Эд. Фильтрация технологических пульп. М., ФГУП ИД "Руда и металлы", 2003. 320 с.
3. Хохлун Н.Л., Миролюбов В.Р. Фильтрация пульпы после солянокислого выщелачивания железоникелевого концентрата. Матер. XV Международ. науч.-практ. конф. студентов и молодых ученых имени профессора Л.П. Кулёва "Химия и химическая технология в XXI веке". Томск, Изд-во Томского политехнического университета, 2014. Т. 1. С. 108–110.
4. Белоглазов И.Н., Голубев В.О. Основы расчета фильтровальных процессов. М., ФГУП ИД "Руда и металлы", 2002. 200 с.

References

1. Vladimirov A.S., Katyshev S.F., Teslyuk L.M. Issledovanie fil'tratsii produktov solyano-kislotnogo razlozheniya serpentinitovykh otkhodov. Khimicheskaya tekhnologiya. 2014. T. 15. № 10. S. 631–634.
2. Beloglazov I.N., Golubev V.O., Tikhonov O.N., Kuukka Yu., Yaskelyainen Ed. Fil'trovaniye tekhnologicheskikh pul'p. M., FGUP ID "Ruda i metally", 2003. 320 s.
3. Khokhlun N.L., Miroyubov V.R. Fil'tratsiya pul'py posle solyanokislogo vyshchelachivaniya zhelezonikelevogo kontsentrata. Mater. XV Mezhdunar. nauch.-prakt. konf. studentov i molodykh uchenykh imeni professora L.P. Kuleva "Khimiya i khimicheskaya tekhnologiya v XXI veke". Tomsk, Izd-vo Tomskogo politekhnicheskogo universiteta, 2014. T. 1. S. 108–110.
4. Beloglazov I.N., Golubev V.O. Osnovy rascheta fil'troval'nykh protsessov. M., FGUP ID "Ruda i metally", 2002. 200 s.

Н.Л. Мохирева – начальник исследовательского центра, ООО «Бергауф Строительные Технологии», 620014 Россия, г. Екатеринбург, ул. Шейнкмана 75, e-mail: khokhlun@mail.ru • В.Р. Миролюбов – канд. хим. наук, доцент, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, 620002 Россия, г. Екатеринбург, ул. Мира 19, e-mail: v.r.mirolyubov@urfu.ru

N.L. Mokhireva – Head of the Research Center, "Bergauf Construction Technologies" LLC, 620014 Russia, Ekaterinburg, Scheinkman Str. 75, e-mail: khokhlun@mail.ru • V.R. Miroyubov – Cand. Sci. (Chem.), Associate Professor, Ural Federal University named after the First President of Russia B.N. Yeltsin, 620002 Russia, Yekaterinburg, Mira Str. 19, e-mail: v.r.mirolyubov@urfu.ru