Записки Ленинградского орденов Ленина и Трудового Красного Знамени горного института,
том XXVIII, 1953 *г.*

МЕТАЛЛУРГИЯ

НОВЫЙ СПОСОБ РАЗДЕЛЕНИЯ МЕДНО-НИКЕЛЕВЫХ ФАЙНШТЕЙНОВ

Проф. И. Н. Масленицкий,
асс. Л. А. Кричевский

Разделение медно-никелевых файнштейнов в общей схеме переработки сульфидных медно-никелевых руд является одной из наиболее сложных и дорогих операций. Из большого количества способов, предложенных для разделения файнштейнов, современная медно-никелевая промышленность, как известно, остановилась на трех, из которых наибольшее распространение получила разделительная плавка файнштейна с сернистым натрием. Однако этот процесс, имеющий примерно шестидесятилетнюю давность, отличается значительной сложностью, к тому же для его осуществления на наших заводах требуются дальнепривозные материалы. Поэтому естественны изыскания более совершенных и более дешевых методов разделения медно-никелевых файнштейнов.

Одной из основных предпосылок при разработке процесса разделения любого материала является наличие данных о его вещественном составе и структуре.

Группа металлургии Ленинградского горного института в процессе разработки технологии передела сульфидных медно-никелевых руд занималась и изучением вещественного состава файнштейна.[1] Однако это изучение проводилось применительно к процессу переработки файнштейна разделительной плавкой.

При изучении шлифов из файнштейна под микроскопом обращает на себя внимание его структура, которая отличается четкой дифференциацией и относительной крупностью выделений слагающих файнштейн компонентов. Такая структура аналогична структуре некоторых руд, успешно обогащаемых на современных фабриках. Это обстоятельство дало основание профессору И. Н. Масленицкому еще в 1942 г. сделать предположение о возможности разделения медно-никелевых файнштейнов методами механического обогащения. Для обоснования и уточнения этой возможности в 1943 г. им были проведены исследования крупности

[1] Лабораторные исследования, результаты которых изложены в настоящей работе проведены группой металлургии Горного института (1943—1951 гг.). Полупромышленные испытания проведены на комбинате Североникель (1946—1949 гг.) и, в порядке творческого содружества, проверены на полузаводской установке Норильского комбината (1949—1950 гг.). Эти испытания осуществлялись объединенными бригадами ЛГИ и соответствующего комбината. Промышленное внедрение нового способа на Норильском комбинате было осуществлено работниками этого комбината при участии авторов.

выделений и взаимной связи структурных составляющих медно-никелевых файнштейнов. Тогда же Л. А. Кричевским были поставлены первые опыты разделения пробы норильского файнштейна методом флотации и получены медные концентраты с содержанием меди 67—68%. В надлежащем объеме работы были развернуты лишь в 1946 г., когда комбинат Североникель согласился с целесообразностью и необходимостью проведения лабораторных исследований и дал возможность осуществить испытания в полупромышленном масштабе. Эти испытания велись с 1947 по 1949 гг. включительно. Кроме того в 1949—1950 гг. были проведены полупромышленные испытания в Норильском комбинате. В обоих случаях в исследованиях принимали участие ведущие инженерно-технические работники комбинатов, а сама работа осуществлялась бригадой Горного института и соответствующего комбината.

Вполне удовлетворительные результаты работы на полупромышленных установках дали основание Норильскому комбинату поставить опыты разделения файнштейна на промышленной установке с суточной производительностью 30 *т*. Установка работала три месяца, за это время было подвергнуто разделению 3000 *т* файнштейна. Процесс разделения файнштейна протекал вполне успешно с показателями не уступающими разделительной плавке.

На основании таких результатов ГУЛГМП МВД СССР и Норильский комбинат с апреля месяца 1951 г. перешел к промышленному освоению флотационного разделения файнштейна и прекратил применение разделительной плавки. В настоящее время Норильский комбинат, осуществляя флотационное разделение всего файнштейна выдаваемого конвертерным отделением, внедрил в производство новый отечественный способ, в результате чего резко были улучшены условия труда и Комбинат освободился от дальнепривозного сульфата натрия.

Настоящая работа представляет краткое изложение большого объема экспериментальной работы, проведенной как в лабораториях Ленинградского горного интитута, так и на установках комбинатов Североникель и Норильского.

I. МИНЕРАЛОГИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОБ ФАЙНШТЕЙНА

Опубликованные в литературе материалы по термическому исследованию систем медь—никель—сера и отдельных двойных систем, совершенно недостаточны для оценки заводских медно-никелевых файнштейнов как объектов обогащения. Работы иностранных исследователей (Фридриха, Борнемана, Гюртреля и Рело, Фогеля и Тона) проводились в разрезе изучения равновесных состояний в двойных системах и в очень незначительной степени затрагивают тройные системы. Эти работы носят отвлеченный от практики характер, процессы плавления и затвердевания расплавов осуществлялись в условиях далеких от условий взаимодействия компонентов в заводском процессе продувки файнштейнов, когда в последнюю стадию проходит интенсивная десульфуризация и наблюдается недостаток серы для связывания всех компонентов файнштейна в сульфиды. В работах заграничных исследователей при изучении равновесий в медно-никелевых сульфидных расплавах обычно вводился избыток серы, что имело результатом образование более богатых серой составляющих, чем это имеет место в продуктах заводского передела.

Советские исследователи (В. Я. Мостович, Б. В. Липин, И. Н. Пискунов и другие) направляли свои работы в сторону изучения образования и расслаивания от сульфидов металлической фазы. Эти работы дали весьма ценные в научном и практическом отношении результаты. Однако для нашей цели они были недостаточны, так как и они не давали ответа на вопрос о химическом составе слагающих файншейн компонентов, характере и крупности их выделений. Для осуществления этой цели было поставлено специальное изучение файнштейнов под микро-

скопом с использованием методики минераграфического исследования руд как объектов обогащения. Такому изучению были подвергнуты образцы от проб Мончегорского и Норильского файнштейнов, отобранных за длительный промежуток времени работы конвертеров, примерно с 1946 по 1949 гг., что дало возможность исключить случайность в отборе проб.

Минераграфическое изучение файнштейнов проводилось следующим образом. От каждой партии файнштейнов отбиралось несколько образцов, из которых готовилось по 5—10 полированных шлифов. Каждый шлиф систематически просматривался под микроскопом. При этом изучалась форма и крупность выделений отдельных составляющих файнштейна, производились оптические наблюдения и химическое диагностическое травление. Такое детальное изучение материала показало, что масса застывшего файнштейна даже для одной плавки бывает чрезвычайно неоднородна по структуре, в особенности для файнштейнов с высоким содержанием меди (при отношении меди к никелю больше 1,5). Отдельные образцы, взятые из различных участков блока застывшего файнштейна, очень часто резко отличаются как по соотношению основных составляющих, так и по форме и крупности их выделений. Однако суммируя результаты просмотра большого количества шлифов для отдельных проб, можно установить общие характерные элементы структуры, свойственные данной пробе файнштейна, полученного при определенном режиме работы конвертора и последующего остывания материала.

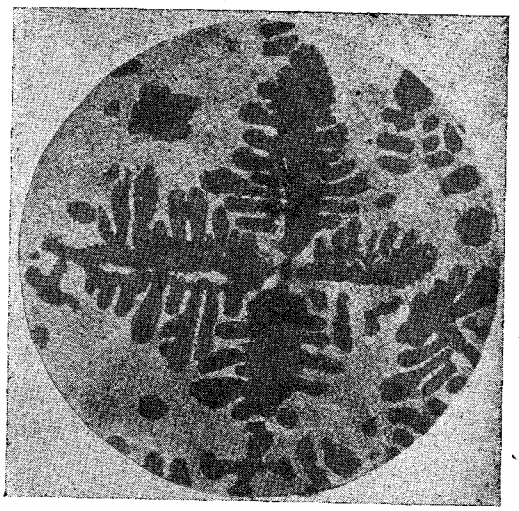
В результате минераграфического анализа образцов файнштейна были констатированы следующие структурные составляющие: сульфид меди (голубовато-серый), сульфоферрит меди (розовато-бурый), никелево-медный (бледнорозовый) и никелово-медно-железный (белый) сплавы. Кроме этих основных составляющих были констатированы выделения магнетита, металлической меди и шлака.

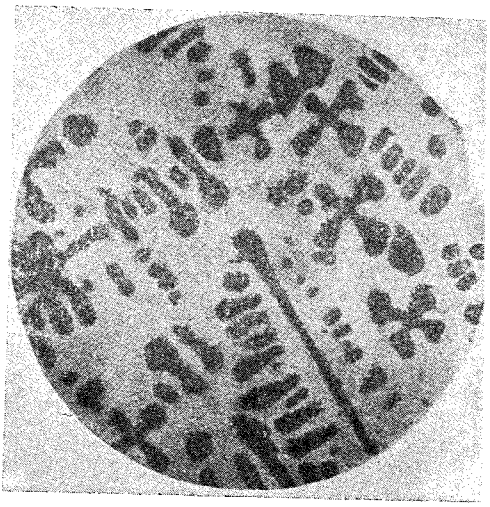
1. Сульфид меди

Основной составляющей во всех пробах файнштейна (50—65% по объему) составляет сульфид меди. Форма и крупность включений его неодинакова для различных проб. Чаще всего сульфид меди представлен в форме хорошо развитых дендритов различной крупности (рис. 1) включений округлой или неправильной формы, иногда ориентированных в одном направлении (рис. 2). Значительно реже наблюдаются мелкие и каплевидные эмульсионные включения (рис. 3).

Цвет сульфида меди голубовато-серый, твердость низкая; отчетливо анизотропен. Разбавленные кислоты (соляная, уксусная и серная), а также раствор едкого калия на него не действуют. При травлении азотной кислотой, как концентрированной, так и разбавленной, выделения сульфида меди синеют. Цвет, твердость, оптические и химические свойства дают полное основание признать сульфид меди идентичным природному минералу халькозину (Cu_2S). Химический анализ этого сульфида, полученного в последующих опытах разделения файнштейна, подтвердил соответствие его состава вышеуказанной формуле.

Однако выделения сульфида меди однородны лишь в пробах маложелезистого (меньше 1% железа) медленно охлажденного файнштейна. При содержании железа около 4% выделения сульфида меди неоднородны по окраске, которая в одном и том же зерне меняется от голубовато-серой до светлокоричневой с пурпуровым оттенком. В светлокоричневых участках выделений сульфида меди при большом увеличении заметны вытянутые образования голубоватого цвета. При травлении концентрированной и разбавленной азотной кислотой светлокоричневые участки поверхности зерен темнеют, а вытянутые образования голубого цвета интенсивно синеют; разбавленные кислоты (серная, соляная,





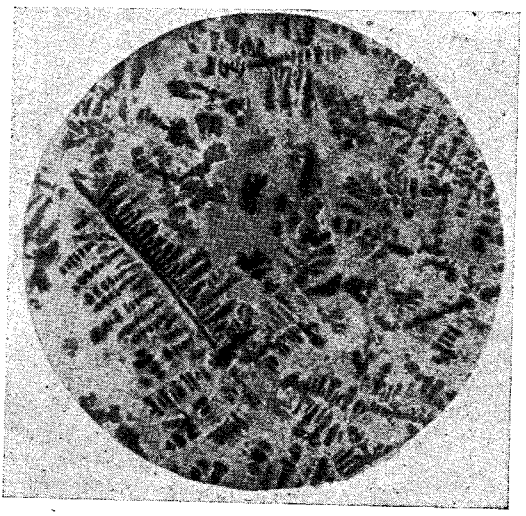


Рис. 1. Выделения сульфида меди в форме дендритов различной крупности. X 80

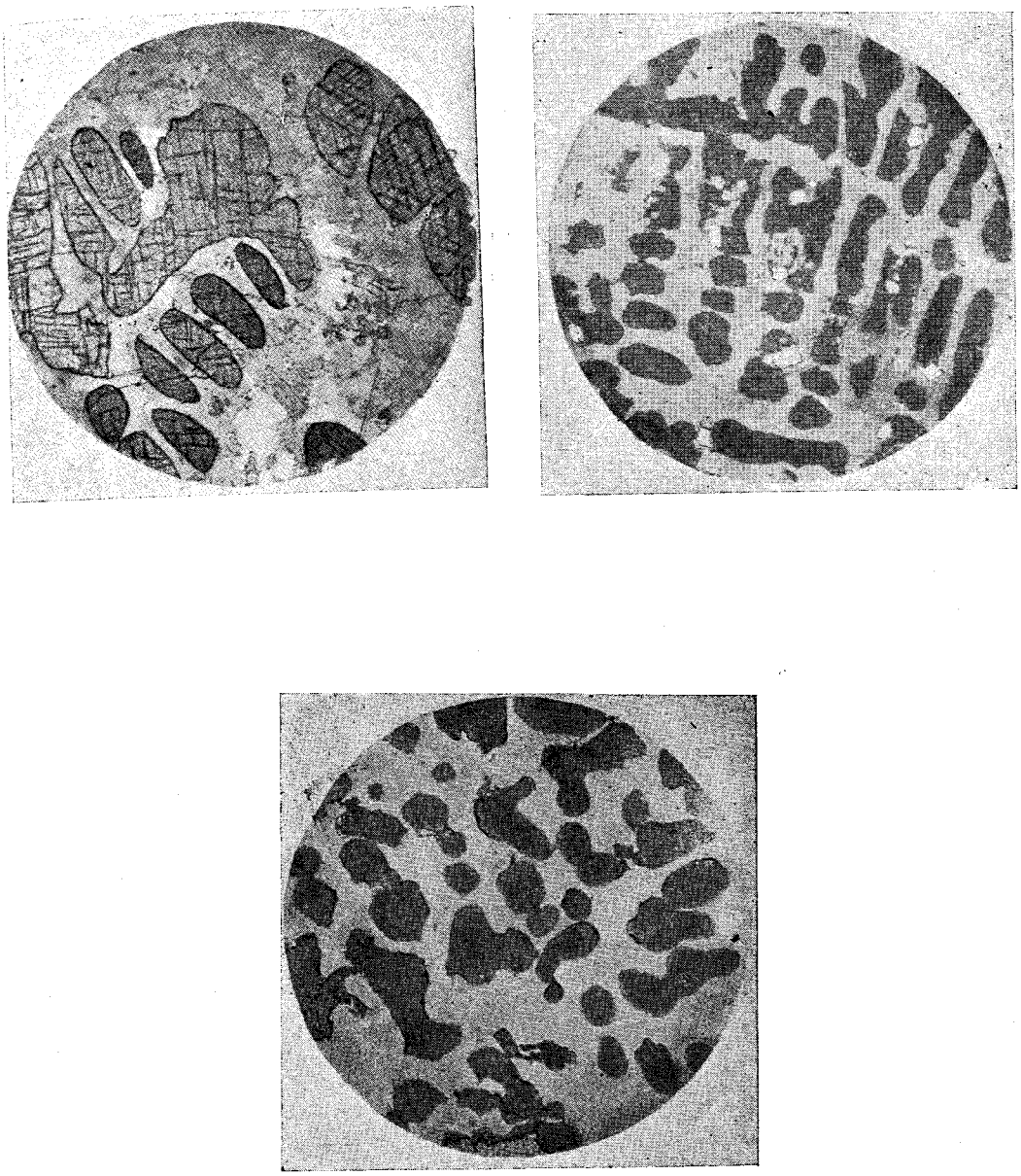
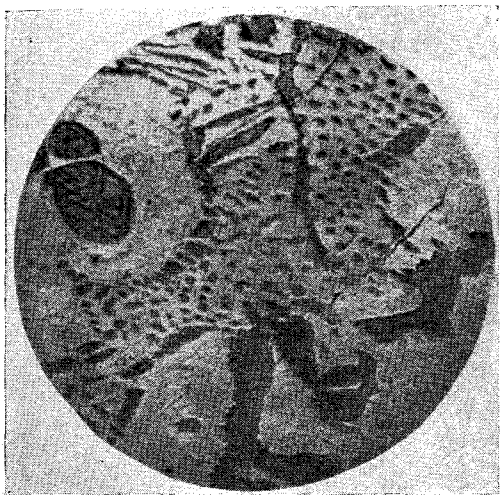
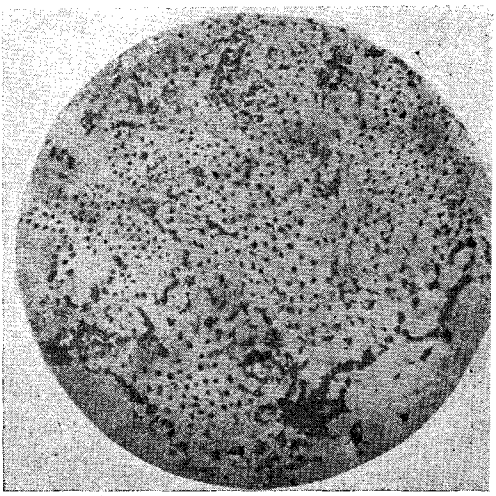


Рис. 2. Выделения сульфида меди округлой и неправильной формы. X 80





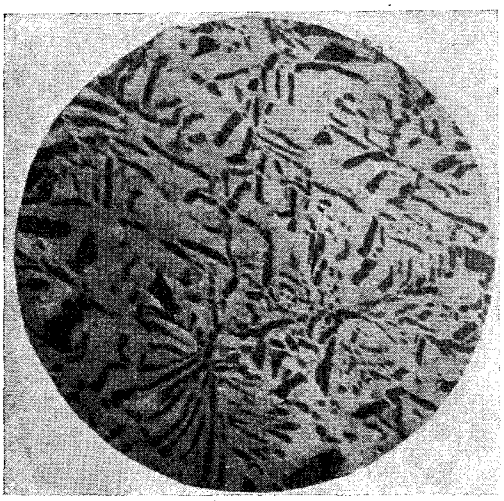


Рис. 3. Мелкие и каплевидные эмульсионные выделения сульфида меди. X 80

уксусная), а также растворы едкого калия не действуют. По совокупности диагностических признаков можно эти выделения коричневатого цвета отнести к несколько обогащенному железом сульфиду меди неоднородного состава, в котором в количественном отношении преобладает халькозин.

2. Сульфоферрит меди

Описанный выше сульфид меди коричневатой окраски в быстро охлажденных пробах файнштейна с высоким содержанием железа (12%) выявляется не только в зернах халькозина, но и обнаруживается в виде большого числа мелких выделений в сульфиде никеля (светложелтая составляющая), образуя с последним субграфические эвтектические срастания. Размер этих выделений колеблется от долей микрона до 30. Твердость этой розовато-бурой составляющей — средняя; концентрирован-

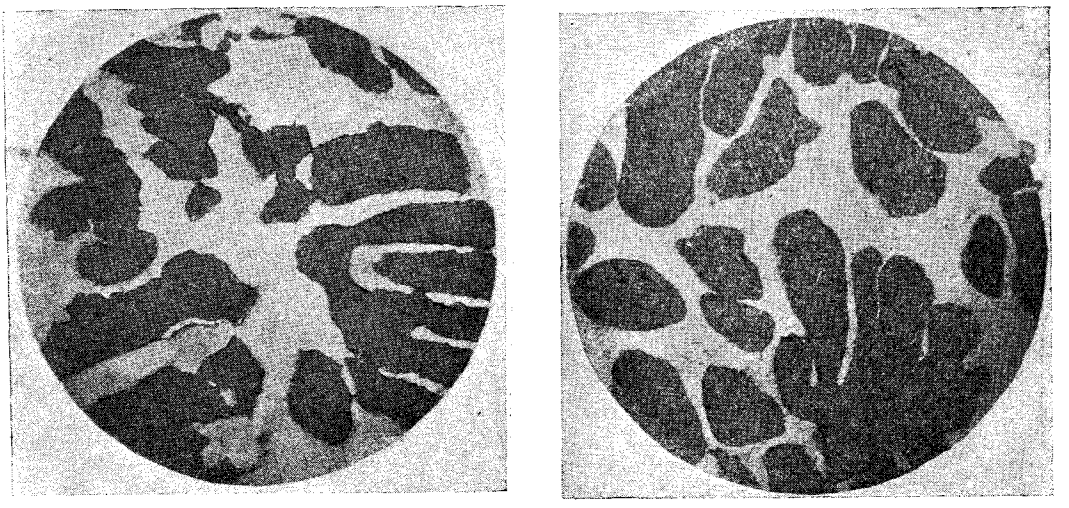


Рис. 4. Выделения сульфоферрита меди. X 80

ная и разбавленная соляная кислота на нее не действует. Исходя из диагностических признаков и факта появления этого компонента в файнштейнах с повышением содержания железа, он может быть отнесен к соединению типа сульфоферрита меди — борниту Cu_5FeS_4. Очень часто в коричневатых (розовобурых) выделениях сульфида меди встречаются вытянутые голубоватые выделения пересекающиеся между собой под разными углами, иногда приближающимися к 90°. Такая решетчатая структура (рис. 4) напоминает «видманштетовые» фигуры, часто наблюдаемые в природных борнитах.

По трактовке, применяемой в рудной минераграфии, решетчатая структура появляется в результате распада при охлаждении твердых растворов халькозина и борнита.

3. Сульфид никеля

Во всех шлифах основным полем, в котором включены выделения всех составляющих файнштейна, является фаза бледножелтого цвета. Очевидно, она затвердевала последней, т. е. имеет самую низкую температуру плавления.

Эта бледножелтая составляющая на воздухе интенсивно желтеет. Под микроскопом цвет ее также бледножелтый, наблюдается интенсивная анизотропия, цвета анизотропии изменяются от розовых до зеленых.

Холодная концентрированная соляная и уксусная кислоты действуют слабо; от концентрированной и разбавленной азотной кислоты выделения составляющей сильно буреют, растворы хлорного железа и едкого калия не действуют. Перечисленные выше оптические и химические свойства этой составляющей файнштейна, а также результаты микрохимических реакций дали основание диагностировать этот компонент как сульфид никеля. Последующий химический анализ выделенных мономинеральных фракций показал, что состав сульфида никеля довольно точно соответствует формуле Ni_3S_2.

4. Никелево-медный сплав

Почти во всех шлифах файнштейна была констатирована и иногда в значительных количествах (до 20%) бледнорозовая составляющая в форме кристаллов прямоугольного очертания. От сульфида никеля этот компонент отличается бледнорозовым оттенком; твердость средняя, сильно магнитен, изотропен. При травлении разбавленной и концентри-

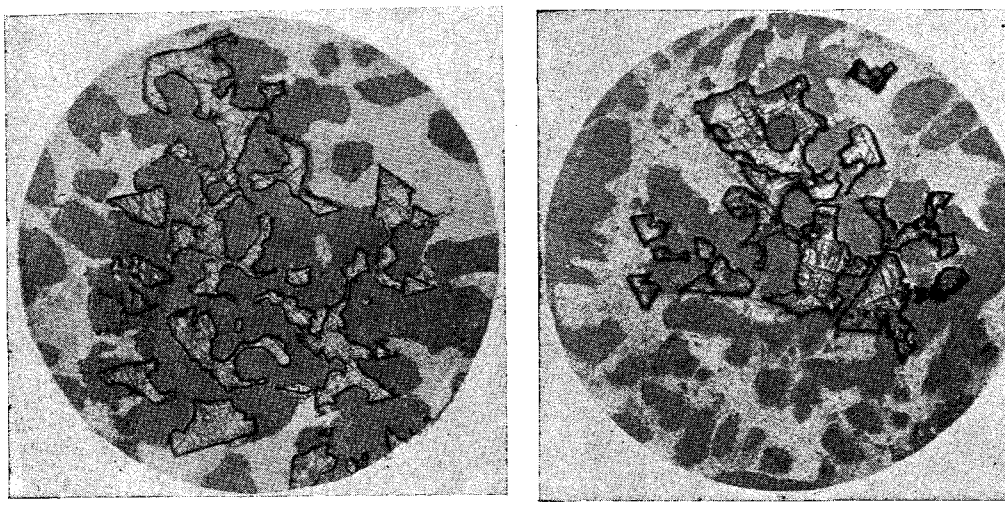


Рис. 5. Выделения никелево-медного сплава в сростании с сульфидом меди. X 80

рованной соляной кислотой выявляется зернистая структура. От концентрированной и разбавленной азотной кислоты выделения буреют, затем чернеют; серной кислотой и раствором едкого калия не травятся. Судя по микрохимическим реакциям и другим диагностическим признакам, эти хорошо образованные кристаллы следует считать за выделения металлического сплава — твердого раствора меди и никеля с переменным соотношением металлов. При последующих химических анализах выделенных магнитных фракций чаще всего это соотношение меди к никелю составляло 1 : 3, иногда отклоняясь при изменении содержания меди в файнштейне.

В пробах железистого файнштейна в эвтектической смеси сульфида никеля и сульфоферрита меди в небольшом количестве в форме мелких включений обнаружены мелкие выделения белого цвета, не окисляющиеся даже при длительном контакте с воздухом. Твердость этих выделений низкая, они сильно магнитны, изотропны. Разбавленная и концентрированная соляная кислота на них почти не действует лишь выявляет зернистую структуру. Аналогичное действие оказывает концентрированная и разбавленная азотная кислота. По совокупности всех диагностических признаков этот компонент следует также считать никелевым сплавом более бедным медью, но содержащим железо.

Никелево-медный сплав, как указывалось выше, в файнштейне встречается в большинстве случаев в форме дендритовых образований и отдельных идиоморфных кристаллов с прямоугольными очертаниями, часто дающими при полировке в срезе квадраты, прямоугольники и неполные формы (рис. 5). Иногда никелево-медный сплав образует формы тесного срастания с сульфидом меди. В пробах медленно охлажденного файнштейна в выделениях сплава после травления разбавленной азотной кислотой отчетливо выявляется зональная структура (рис. 6).

Дендритная форма выделений никелево-медного сплава и правильная форма отдельных кристаллов указывают на первичность выделений сплава из расплава. Тесное срастание сплава с дендритами меди, наблюдаемое в некоторых пробах богатых медью файнштейнов, дает основание считать, что в этом случае имела место одновременная кристаллизация сульфида меди и никелево-медного сплава. Отчетливо выраженная зональная структура указывает на ступенчатую кристаллизацию сплава. По мнению некоторых авторов, зональность выделяющихся кристаллов

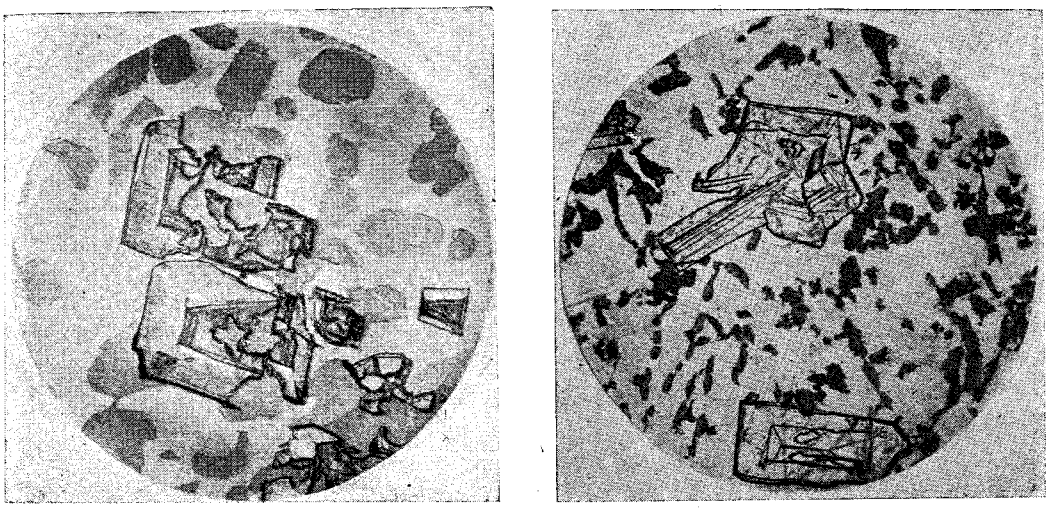


Рис. 6. Выделения никелево-медного сплава в сульфиде никеля. X 80

объясняется тем, что при выделении из расплава кристаллов различного состава (в нашем случае сульфида меди и сплава) концентрация компонентов в расплаве быстро меняется, поэтому между твердой и жидкой фазой равновесие не успевает установиться. В результате никелево-медный сплав наростает на первичном кристалле слоями переменного состава.

Сильная магнитность никелево-медного сплава дала основание предположить возможность его выделения магнитной сепарацией после соответствующего измельчения. Тесное срастание сплава и сульфида меди, констатированное в некоторых пробах файнштейна и показанное выше на микрофотографиях, указывает на трудность выделения чистых фракций сплава, так как даже при интенсивном и тонком измельчении часть сульфида неизбежно остается в сростках.

5. Прочие включения

Во многих шлифах из файнштейна под микросокопом была обнаружена в небольших количествах (1%) металлическая медь в форме каплевидных, реже полосчатых включений или в сульфиде меди, или в эвтектической смеси сульфида никеля и сульфоферрита меди. Часто металлическая медь обнаруживается в газовых пустотах.

Магнетит встречен в пробах файнштейна в незначительных количествах. Обычно его выделения наблюдаются в шлаковых включениях в форме мелких хорошо образованных кристаллов кубической системы. В одной из проб файнштейна комбината Североникель количество магнетита оказалось значительным (5%) по объему. Здесь он наблюдается или в виде мелких кристаллов более или менее равномерно распределенных в сульфиде никеля, или в виде крупных кристаллов ассоциированных с сульфидом меди (рис. 7). Иногда кристаллы магнетита вытягиваются в шлифе строго по прямой линии.

Таким образом, проведенными минераграфическими исследованиями был уточнен состав и основные константы составляющих файнштейн компонентов. Из полученных результатов видно, что основными компонентами рядовых заводских файнштейнов являются сульфид меди по всем химическим и физическим свойствам идентичный природному минералу халькозину Cu_2S, сульфид никеля Ni_3S_2 и никелево-медный сплав переменного состава, обладающий резко выраженными магнитными

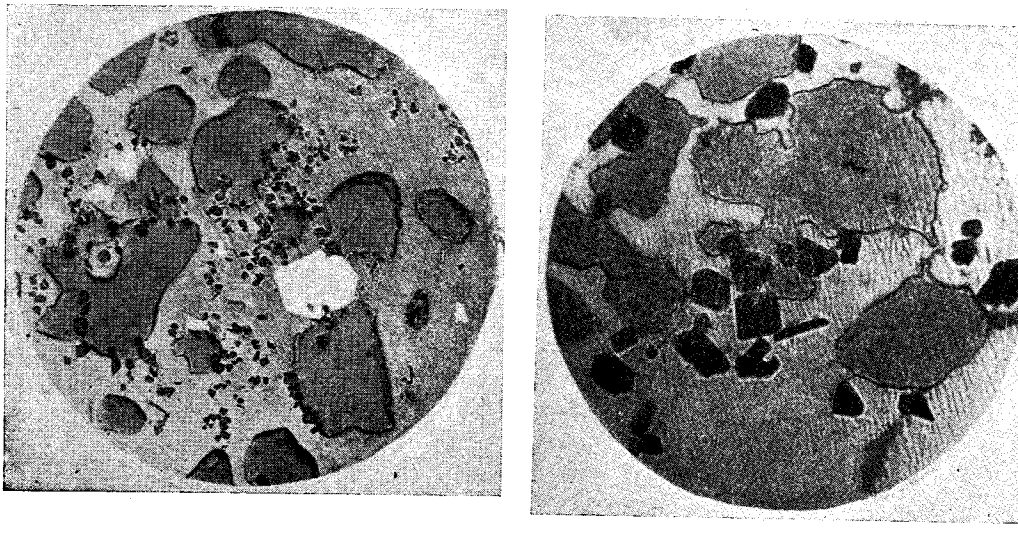


Рис. 7. Выделения магнетита. X 280

свойствами. В пробах файнштейнов, имеющих повышенное содержание железа, находится в значительных количествах сульфоферрит меди аналогичный природному минералу борниту Cu_5FeS_4. Структура файнштейнов и взаимная связь, слагающих его компонентов, очень похожа на структуру многих полиметаллических руд.

Последующие химические исследования не только полностью подтвердили выводы минераграфического анализа, но и позволили выявить связь металлов спутников с основными составляющими файнштейна.

II. ХИМИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ФАЙНШТЕЙНОВ

1. Состав и количественные соотношения компонентов

Из различных проб файнштейнов Североникеля и Норильска в лабораторных условиях методами механического обогащения были получены максимально чистые мономинеральные фракции. Просмотр под микроскопом шлифов из этих фракций показал, что они содержат свыше 90% основной составляющей. Для уточнения состава этих составляющих мономинеральные фракции были подвергнуты химическому анализу, результаты которого приведены в табл. 1.

Таблица 1

Фракция	Содержание, %				Расчетное содержание, %	
	Cu	Ni	Fe	S	Cu_2S	Ni_3S_2
Медная сульфидная	76,50	1,28	0,07	19,97	96	1,7
	76,52	1,27	0,07	20,03	96	1,7
	73,58	2,92	1,38	20,89	92	4,0
	74,94	2,65	0,80	20,57	94	3,6
	73,96	3,44	0,60	19,90	93	4,7
Никелевая сульфидная	1,38	68,30	0,39	25,61	1,7	94
	1,71	68,27	0,72	24,93	2,1	94
	1,37	68,88	0,72	25,40	1,7	95
	1,57	70,12	1,05	25,02	2,0	96
	1,48	69,57	1,21	25,27	1,8	95
	1,45	69,21	1,49	23,45	1,8	95
	1,51	68,79	1,93	24,10	1,9	93
Никелево-медный сплав	29,10	67,80	0,50	1,531	7,5	—
	26,50	66,80	1,84	2,65	13,0	—
	29,40	70,00	—	0,90	4,5	—
	28,90	69,90	—	2,30	11,5	—
	29,60	68,90	—	2,10	10,5	—

Как видно из приведенных результатов химического анализа, выделенные фракции, действительно, оказались достаточно чистыми и состав их соответствует соединениям, установленным под микроскопом на основании диагностических признаков: сульфид меди — Cu_2S, сульфид никеля — Ni_3S_2. Никелево-медный сплав в соответствии с результатами минераграфического анализа содержит в сростках около 10% сульфида меди, что дает основание считать отношение меди к никелю в твердом металлическом растворе около 1 : 3. Такой никелево-медный сплав имеет температуру плавления в пределах 1350—1400° С. Если сопоставить температуру плавления такого сплава с температурой плавления сульфида меди — 1127° С и сульфида никеля — 787° С, то также получается подтверждение результатов минераграфического анализа о порядке кристаллизации составляющих медно-никелевых файнштейнов. Металлический сплав выделяется первым и в жидком расплаве дает хорошо образованные кристаллы кубической системы, следующим по порядку выделяется сульфид меди обычно в форме ветвистых дендритов и последним кристаллизуется сульфид никеля, заполняющий промежутки между кристаллами сплава и сульфида меди. Такой порядок кристаллизации типичен для менее медистых файнштейнов комбината Североникеля. Для файнштейнов Норильского комбината, более богатых медью, порядок кристаллизации составляющих будет иным. Вслед за первыми кристаллами сплава, а иногда и одновременно с ними, начинает кристаллизоваться сульфид меди. Такой порядок кристаллизации имеет результатом образование более сложных форм срастания сульфида меди и сплава.

Сопоставляя результаты минераграфического и химического анализов, можно с достаточной точностью рассчитать вещественный состав отдельных проб файнштейна и, тем самым установить количественные соотношения отдельных компонентов. Пример результатов расчета состава четырех проб файнштейна комбината Североникель дан в табл. 2 (1946 г.).

Из приведенных в таблице результатов видно как изменяется в процессе продувки вещественный состав файнштейна — убывает до полного отсутствия сульфоферрит меди, увеличивается содержание никелево-мед-

[1] В выделенной фракции сплава под микроскопом в сростках был констатирован преимущественно сульфид меди.

ного сплава и в заметных количествах появляется магнетит. Эти результаты химического и минераграфического анализов дают указание на возможность изменения, путем регулировки режима процесса бессемерования, вещественного состава файнштейна в благоприятном отношении для последующего разделения его методами механического обогащения за счет упрощения структуры и лучшей дифференциации слагающих компонентов.

Таблица 2

Проба	Содержание, %									
	Cu	Ni	Fe[1]	S	Cu_2S	Cu_4FeS_3	Ni_3S_2	Ni—Cu сплав	Cu	Fe_3O_4
Проба файнштейна (недодутая)	24,14	35,21	11,08	28,97	58—61	15	23—20	3	1	Незначительное количество
Проба файнштейна	29,59	42,77	4,25	23,19	59—63	нет	30—34	7	Незначительное количество	Незначительное количество
Проба рядового файнштейна (центр блока)	31,06	48,92	0,34	69,32	58—62	нет	22	16—20	Незначительное количество	Около 5
Проба рядового файнштейна (края блока)	—	—	—	—	57—61	нет	24	15—19	Незначительное количество	—

2. Связь металлов спутников с составляющими файнштейна

Распределение металлов спутников меди и никеля в файнштейне между его составляющими, несомненно, представляет большое практическое значение. Поскольку в файнштейне наряду с сульфидами меди и никеля присутствует в значительных количествах богатый никелем металлический сплав, естественно было предположить, что в нем будут концентрированы все благородные металлы. Для такого предположения имеются следующие основания: платина и палладий имеют наивысшую температуру плавления (не считая магнетита) и поэтому должны были бы кристаллизоваться первыми, однако, при наличии в файнштейне несмешивающегося с сульфидами жидкого никелево-медного сплава платиноиды, несомненно, растворятся в нем, так как с медью и никелем и платина и палладий образуют твердые растворы. С другой стороны, если бы платина и палладий даже выкристаллизовались, то они явились бы центрами кристаллизации для сплава. Проверка концентрации благородных металлов в сплаве была осуществлена химическим анализом практически чистых мономинеральных фракций. И, следовательно, вся задача сводилась лишь к химико-аналитическим операциям. Для этого необходимо было, прежде всего, разработать методику определения платиноидов в продуктах с высоким содержанием меди и никеля.

А. Методика определения платиноидов [2]

Рядовые файнштейны Североникеля, с которыми проводилась основная часть лабораторной экспериментальной работы, имели относительно невысокие содержания платиноидов (порядка 50—75 *г/т*). Поэтому для

[1] Химическим анализом определялось железо растворимое в азотной кислоте, т. е. в основном сульфидное.

[2] Разработана доцентом, кандидатом химических наук П. В. Фалеевым.

надежности их определения особенно в тех фракциях, в которых ожидалось резкое понижение содержания платиноидов, оказалось необходимым пользоваться навесками материала, значительно превышающими обычно применяемые в практике не только обычного химического, но и пробирного анализа. Проведение тигельных плавок и последующих операций шерберования и купелирования, несомненно было бы громоздким, длительным и связано с потерями платиноидов в медистых и никелевых шлаках. Поэтому было решено отказаться от сухого пути концентрации платиноидов в серебряном корольке и применить мокрый химический метод.

Навеска анализируемого материала (100—500 *г* в зависимости от предполагаемого содержания платиноидов), прежде всего, подвергалась окислительному обжигу при температуре 850° С. Обожженный продукт для перевода в раствор основной массы меди и никеля сульфатизировался крепкой серной кислотой. Эта операция проводилась на песчаной бане при температуре 220° С в течение трех часов в фарфоровых чашках закрытых покровными стеклами. Продукт сульфатизации выщелачивался водой. Поскольку при растворении солей в раствор добавлялось в качестве цементатора 3—5 *г* предварительно отделенного материала исходной навески палладий в раствор не переходил. Полученные растворы интенсивно взбалтывались с металлической ртутью. Нерастворимый остаток после сульфатизации растворялся в царской водке, вторичный остаток сплавлялся с кислым сернокислым калием. Объединенные растворы упаривались до паров серной кислоты и после этого платиновые металлы в них осаждались также металлической ртутью. Все дальнейшие операции выделения и разделения платиноидов проводились по общепринятой прописи анализа платиновых шлихов.

Б. Связь платиноидов с компонентами файнштейна

Располагая достаточно удобной и надежной методикой анализа и имея опыт выделения из файнштейна практически чистых мономинеральных фракций, можно было с достаточной уверенностью приступить к изучению связи платиноидов с сульфидами и металлической фазой. Необходимо отметить, что в целях проверки результатов на максимальном количестве фракций в большинстве опытов мы ограничились установлением распределения лишь основного металла платиновой группы — палладия. Такое упрощение анализов было допущено на том основании, что всеми предыдущими работами группы металлургии Ленинградского горного института была неоднократно доказана полная согласованность поведения платины и палладия в процессе металлургического передела.

Проведенные химические анализы прежде всего показали, что содержание платиноидов в отдельных пробах файнштейна комбинатов Североникель и Норильского колебалось довольно в широких пределах. Так, содержание платиноидов в файнштейнах Североникель было от 50 до 85 *г/т*, в файнштейнах Норильского комбината от 350 до 500 *г/т*.

Содержание платиноидов в никелево-медном сплаве (магнитная фракция) соответственно колебалась в зависимости от содержания в исходном файнштейне и от чистоты сплава, наличия в нем серы. При хорошо раскристаллизованном (медленно охлажденном) файнштейне и соответственно при отсутствии в выделенном крупном сплаве заметных количеств сростков сульфидов, содержание платиноидов в сплаве, выделенном из файнштейнов Североникеля, доходит до 800 *г/т*, что примерно является десятикратной концентрацией. В сплавах, выделенных из наиболее богатых платиноидами Норильских файнштейнов, содержание платиноидов доходит до 5000 *г/т*, т. е. имеет место примерно такая же десятикратная концентрация платиноидов по сравнению с исходным материалом.

Содержание платиноидов в сульфидных фракциях оказалось крайне незначительным. В некоторых наиболее чистых сульфидных фракциях содержание платиноидов не могло быть установлено даже при анализе 1 *кг* навесок. Это дает основание считать, что в процессе металлургического передела в стадии бессемерования платиноиды полностью переходят в металлическую фазу. Это имеет место в некоторых случаях уже при плавке на штейн, в котором очень часто из-за недостатка серы в шихте образуется металлическая фаза в виде железо-никелевого сплава.

При выделении сульфидных фракций практически не удается освободиться от некоторого, хотя бы и небольшого, количества сростков мелких кристаллов сплава с сульфидами. Поэтому в выделенных сульфидных фракциях обычно все-таки констатируется небольшое содержание платиноидов. Так, в сульфиде никеля, выделенном из файнштейнов комбината Североникель содержание платины в некоторых случаях доходило до 1 *г/т*, а палладия до 10 *г/т*. В сульфиде меди содержание платины было неуловимо низкое, а палладия до 4 *г/т*. В сульфидных фракциях, выделенных из Норильского файнштейна, вследствие более высокого их содержания в сплаве, количество платиноидов в сульфиде никеля, доходит до 15—30 *г/т*, а в сульфиде меди до 5—8 *г/т*.

Исходя из содержания платиноидов в пробах файнштейна, выхода металлических фракций и содержания в них платиноидов, на основании полученных результатов можно уверенно констатировать, что платиновые металлы практически полностью концентрируются в металлической фазе файнштейна и извлечение их в металлическую медно-никелевую фракцию будет определяться полнотой отделения металлической фазы.

В. Связь кобальта с компонентами файнштейна

Исследование связи кобальта с составляющими файнштейна было проведено на мономинеральных фракциях, выделенных из проб файнштейна комбината Североникель. Позже при полупромышленных испытаниях на комбинатах Североникель и Норильском были поставлены специальные опыты с учетом количественного распределения кобальта между продуктами обогащения. Результаты химических анализов на кобальт фракций некоторых проб файнштейна комбината Североникель приводятся в табл. 3.

Таблица 3

Пробы, из которых выделялись фракции	Содержание Co, %		
	Ni—Cu сплав	Ni_3S_2	Cu_2S
Маложелезистый медленно охлажденный файнштейн (1946 г.)	1,29	0,91	0,23
Маложелезистый файнштейн, охлаждавшийся в обычных заводских условиях (1949 г.)	1,78	1,42	0,18
Маложелезистый файнштейн, охлаждавшийся замедленно (1949 г.)	1,89	1,37	0,11
Железистый файнштейн (железа 4,5%), охлаждавшийся замедленно	1,62	1,23	0,13

Полученные результаты однозначно показывают, что в отличие от платиноидов кобальт в файнштейне связан не только с никелево-медным сплавом, но и с сульфидом никеля. Концентрация кобальта в никелево-медном сплаве выше, чем в сульфиде никеля; в медной сульфидной фракции содержание кобальта резко пониженное. Можно предположить, что в этой составляющей кобальт связан не с самим сульфидом меди, а с включенными в нем в виде сростков никелево-медным сплавом

и сульфидом никеля, не освобожденными при измельчении. Исходя из выхода медной сульфидной фракции (25%) можно считать, что химически и механически с сульфидом меди связано менее 10% кобальта. Последующие полупромышленные испытания уточнили эту цифру.

III. ФОРМА И КРУПНОСТЬ ВЫДЕЛЕНИЙ СУЛЬФИДА МЕДИ И СПЛАВА В ЗАВИСИМОСТИ ОТ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА В ФАЙНШТЕЙНЕ И УСЛОВИЙ ЕГО ОХЛАЖДЕНИЯ

Крупность и форма выделений, кристаллизующихся из расплава при его охлаждении, зависит от температуры плавления отдельных составляющих их количественных соотношений в расплаве и от скорости охлаждения расплава. Температура плавления выделений определяется химическим составом выделяющихся веществ, наличием в расплаве других составляющих, могущих давать более сложные выделения с более высокой или более низкой температурой плавления. Поэтому естественно, что в различных пробах файнштейна в зависимости от их состава и условий охлаждения констатировались неодинаковые формы и крупности выделений составляющих.

1. Крупность сульфида меди и сплава в пробах файнштейна комбината Североникель (1946 г.)

Первые пробы файнштейна комбината Североникель по химическому составу уже были охарактеризованы выше. Они были отобраны в разные стадии продувки и поэтому отличались по содержанию железа (от 12 до 1%). Кроме того условия отбора проб были также неодинаковыми. Пробы с повышенным содержанием железа (1 и 2) отбирались вычерпыванием небольшим ковшем из конвертотра и вследствие малой массы материала быстро остывали. Пробы додутого файнштейна с небольшим содержанием железа отбирались от всей вылитой в песчаную яму и застывшей большой массы файнштейна и поэтому охлаждавшейся более медленно. Проба, взятая из центральной части плиты (3) охлаждалась толстым слоем, т. е. более медленно, чем проба, взятая от края плиты (4).

На основании замеров крупности и подсчетов было установлено, что в быстроохлажденных пробах железистого (недодутого) файнштейна и в пробе маложелезистого файнштейна из краевых тонких частей плиты характеристики крупности выделений сульфида меди довольно близки. Основная масса включений сульфида меди лежит в пределах 10—50 μ (325 *меш*). Такая крупность выделений указывает на то, что для этих проб условия кристаллизации сульфида меди были примерно одинаковыми и неблагоприятными для роста выделений. В пробе, взятой из центральной толстой плиты застывшего файнштейна, основная масса выделений сульфида меди имеет крупность 50—200 μ.

Никелево-медный сплав, имеющий самую высокую температуру плавления по сравнению с другими составляющими файнштейна, кроме магнетита и платиноидов, в большинстве случаев выделяется первым. Поэтому для него условия кристаллизации в жидком расплаве наиболее благоприятны. В результате этого в пробах, взятых как с краев плиты, так и из центральной части, основная масса кристаллов сплава имеет крупность 100—300 μ, т. е. выше чем для сульфида меди. В пробах железистого файнштейна, имевших небольшие количества сплава и к тому же охлаждавшихся значительно быстрее, кристаллы сплава значительно мельче, их основная масса лежит в интервале крупности 10—50 μ.

Эти результаты минераграфического анализа четко подтвердили зависимость крупности выделений составляющих файнштейн и его структуры от скорости охлаждения расплава при остывании. Замедление скорости остывания имеет результатом укрупнение его составляющих и поэтому имеется возможность регулировать крупность выделений в жела-

тельном направлении путем замедления скорости остывания расплавленной массы файнштейна. Для проверки такой возможности на комбинате Североникель была отобрана проба нормально додутого маложелезистого файнштейна, застывавшего после выпуска из конвертора под 250 *мм* слоем песка засыпанного сразу на поверхность расплавленной массы. И хотя такая засыпка не обеспечивала полной изоляции файнштейна и значительного замедления скорости остывания, все-таки она отчетливо сказалась на крупности кристаллов сульфида меди и никелово-медного сплава.

Минераграфический анализ такой пробы замедленно охлажденного файнштейна показал, что выделения меди значительно укрупнились и достигли 500 μ. Средняя крупность выделений сульфида меди составляла 250—300 μ, т. е. почти в три раза выше, чем в файнштейне, остывшем в обычных заводских условиях. То же самое можно сказать и относительно кристаллов никелево-медного сплава, крупность которых достигла 450—500 μ, составляя в среднем 250—300 μ.

Таким образом, минераграфические исследования проб файнштейнов показали возможность укрупнения слагающих файнштейн структурных компонентов путем замедления скорости его остывания.

2. Изменение формы и крупности выделений сульфида меди и сплава путем нагрева твердого файнштейна

Для выяснения возможности изменения структуры файнштейна путем нагрева (термической обработки) уже застывшего файнштейна были взяты те же три пробы файнштейна комбината Североникель (1—3), охарактеризованные выше. С целью констатации происшедших в процессе термической обработки структурных изменений был принят минералогический анализ. Из исходного материала изготовлялись полированные шлифы, такие же шлифы были изготовлены и из материала, подвергавшегося нагреву и медленному охлаждению. Нагрев производился в течение 10 часов при температуре 760°С (т. е. ниже, чем температура плавления наиболее легкоплавкой составляющей — сульфида никеля) в плотно закрытом тигле, вставленном во второй тигель и окруженном кусочками древесного угля для создания восстановительной атмосферы. Остывание тиглей вместе с печью производилось в течение 8 часов. Как и следовало ожидать, такая термическая обработка вызвала четко констатированные под микроскопом, заметные изменения в структуре файнштейна.

Проба железистого быстроохлажденного файнштейна (1), как было показано выше, отличается нечеткой дифференциацией и малыми размерами выделений сульфида и сульфоферрита меди, находящегося в форме мелких эвтектических срастаний с сульфидом никеля. Средняя крупность (ширина) ветвистых выделений сульфида меди составляет около 25 μ.

Такую нечетную дифференциацию структурных компонентов этой пробы файнштейна следует, видимо, объяснить, в первую очередь, повышенным содержанием в нем железа. Сближение температур плавлений выделений, вследствие вхождения части сульфида железа в сульфиды меди и никеля в форме твердых растворов и быстрое охлаждение материала (закалка структуры) дают эвтектическую структуру выделений сульфидов.

После нагрева образца этого файнштейна при 760° С и медленного охлаждения структура файнштейна сильно изменилась. Дендриты сульфида и сульфоферрита меди стянулись в выделения округлой и неправильной формы с преобладающими размерами 50—75 μ. Эвтектические червеобразные выделения сульфоферрита меди также стянулись в более крупные выделения буро-песочного цвета. Такое изменение структуры, видимо, можно объяснить, в первую очередь, размягчением и перекри-

сталлизацией сульфида никеля нагретого близко к температуре его плавления. В процессе перекристаллизации сульфида никеля инородные сульфиды выталкиваются и сжимаются в более крупные агрегаты.

Быстроохлажденная проба файнштейна, взятая перед концом продувки (2) отличается от предыдущей пробы значительно меньшим содержанием железа и поэтому имеет более четкую дифференциацию структурных компонентов. Она в основном состоит только из трех компонентов. Однако быстрое охлаждение имело результатом недостаточно высокую крупность выделений сульфида меди, имеющего преобладающую крупность в интервале 20—50 μ (рис. 8). Кроме того эти выделения меди очень часто содержат внутренние включения сульфоферрита меди. Вместе с тем в пробе уже появляется в заметных количествах никелево-медный сплав в форме кристаллов прямоугольного очертания с преобладающей крупностью 25—30 μ.

После нагрева в тех же условиях, как и для пробы 1, структура этой пробы файнштейна претерпела более резкие изменения (рис. 9).

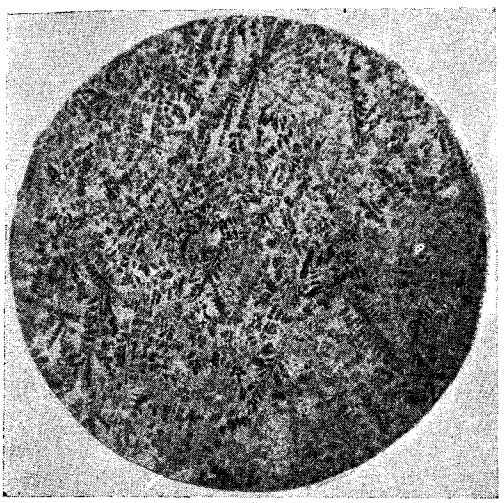


Рис. 8. Структура быстроохлажденного файнштейна. X 80

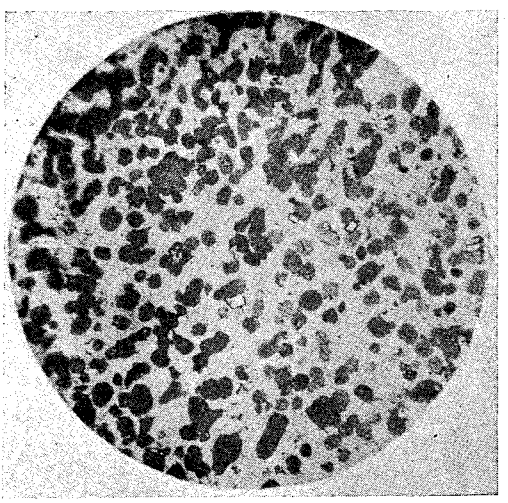


Рис. 9. Структура файнштейна, подвергнутого нагреву. X 80

Выделения сульфида меди укрупнились в среднем до 75—100 μ. Крупность кристаллов сплава изменилась в меньшей степени, хотя встречены отдельные кристаллы, достигающие иногда 100 μ.

Эта же проба, подвергнутая нагреву при температуре 600° С в течение 18 часов (вместо 10 часов при температуре 760° С) показала более заметное укрупнение выделений сульфида меди — до 175 μ. Как при 760° С, так и при 600° С было констатировано появление на границах зерен сульфида меди мелких кристаллов никелево-медного сплава. Это получается, повидимому, в результате «самоочистки» сульфида меди при перекристаллизации. Увеличенные ранее при одновременной кристаллизации сульфида меди и сплава мелкие кристаллы последнего были вытеснены перекристаллизовавшимся сульфидом меди на периферию.

Проба маложелезистого файнштейна, охлаждавшегося в обычных заводских условиях (3) имела наиболее четко дифференцированную структуру по сравнению с другими пробами. Главная масса выделений сульфида меди лежит в пределах 125—150 μ, отдельные кристаллы сплава достигают примерно такой же крупности, хотя основная масса их лежит в пределах 50—120 μ. После нагрева при 760° С и для этой пробы наблюдается укрупнение зерен

сульфида меди, то же происходит и с кристаллами сплава. И в этом случае характерно появление мелких кристаллов сплава на периферии выделений сульфида меди.

Таким образом, можно считать установленным, что длительный нагрев при температуре 600—760° С и последующее медленное охлаждение файнштейна резко сказывается на его структуре. Даже для быстроохлажденного железистого материала такая термическая обработка имеет результатом заметное укрупнение размеров включений структурных составляющих файнштейна. Однако для богатого железом (10%) файнштейна, эта структура оказывается недостаточно благоприятной для последующего разделения этих составляющих. Более четкая дифференциация включений после термической обработки происходит лишь в маложелезистых (4%) файнштейнах и, в особенности, для нормально додутых, содержащих железа около 1%.

На основании минераграфического изучения проб файнштейнов, отобранных в разные этапы продувки, а также изучения структуры термообработанных образцов тех же проб можно уверенно считать, что укрупнение размеров слагающих файнштейн выделений структурных компонентов можно осуществлять двумя путями: или замедленным охлаждением в процессе застывания файнштейна или последующим длительным нагревом в интервале температур 600—760° С.

3. Характеристика проб файнштейна, подвергнутых лабораторным и полупромышленным испытаниям

Лабораторные и полупромышленные испытания разделения файнштейнов методами механического обогащения проводились почти непрерывно с 1946 по 1950 гг. За это время было испытано свыше 60 различных проб файнштейнов комбинатов Североникель и Норильского. Эти пробы отличались одна от другой как по содержанию железа (степени додувки при бессемеровании), так и по структуре (условиям охлаждения). Привести результаты минераграфического анализа всех образцов не представляется возможным, да и не является необходимым. Поэтому мы даем характеристику лишь объектов основных испытаний, причем останавливаемся, главным образом, на крупности выделений сульфида меди и никелево-медного сплава, фактора, являющегося наиболее важным для разделения файнштейнов методом механического обогащения.

А. Пробы файнштейнов комбината Североникель

Испытания проб файнштейнов Североникель проводились в три этапа. Первые лабораторные исследования в 1946—1947 гг. велись на четырех пробах (1—4), детально описанных в начале настоящей работы. Полупромышленные испытания 1948 г. по неполной схеме (разделение сульфидной части) велись на пробах — I—IV. Наконец, заключительные испытания по развернутой схеме в 1949 г. были осуществлены на 15 пробах. Вещественный состав всех этих проб был очень близким, отличие заключалось в основном в структуре и крупности выделений сульфида меди и никелево-медного сплава.

Так, в пробах I—IV, подвергавшихся полупромышленным испытаниям в 1948 г., выделяется проба 1, содержавшая повышенное количество железа (около 1,7%). В этой пробе содержание никелево-медного сплава было наименьшее и он оказался в форме кристаллов средней крупности (около 100 μ). Проба IV по структуре и крупности выделений оказалась близкой к пробе 1, но отличалась более высоким содержанием никелево-медного сплава. Остывшие в сравнительно близких условиях пробы II и III, естественно, оказались близкими и по структуре. Выделения сульфида меди в форме дендритов и округлых выделений в них имеют размеры в пределах 50—200 μ. Кристаллы сплава достигают иногда размеров 1—2 *мм*.

Пробы файнштейнов, подвергавшиеся испытаниям на полупромышленной установке комбината Североникель в 1949 г. [1], отличались от ранее испытывавшихся вариаций в содержании железа (от 0,6 до 4,5%). Кроме того, отбор проб производился от материала остывавшего в различных условиях: некоторые партии файнштейна остывали в обычных заводских условиях, т. е. в песчаных ямах слоем 250—300 *мм*; некоторые пробы отбирались в жидком виде и медленно охлаждались в ошлакованных ковшах с засыпкой поверхности еще жидкого файнштейна 200—300 *мм* слоем песка. Поэтому, как и следовало ожидать, форма и крупность выделений основных структурных составляющих и их взаимная связь (характер срастания) в отдельных пробах отличались.

Пробы маложелезистого медленно охлаждавшегося файнштейна отличаются крупными выделениями сульфида меди, часто образующего дендриты. В таких пробах преобладающая крупность основной массы — включений сульфида меди, лежит в пределах 100—200 μ, иногда ширина ветвей дендритов достигает 450 μ и даже более.

Никелево-медный сплав в таких пробах выделился в виде крупных кристаллов прямоугольного очертания крупностью 100—120 μ. Сплав включен или непосредственно в сульфиде никеля или образует тесно сросшиеся агрегаты с сульфидом меди.

Пробы файнштейна, охлаждавшегося в обычных заводских условиях отличаются меньшей крупностью выделений сульфида меди 50—120 μ; выделения сплава более мелкие 50—75 μ, они окаймляют выделения сульфида меди, иногда находятся внутри их. В виде самостоятельных выделений в сульфиде никеля сплав встречается редко, иногда он образует совместные агрегаты с сульфидом меди до 30 μ.

Структура файнштейнов с повышенным содержанием железа (4,5%) отличается от структуры файнштейнов с содержанием железа менее 1% более сложной структурой и меньшей крупностью включений. Для железистых файнштейнов, как было показано выше, замедление охлаждения резко сказывается в отношении более четкой дифференциации структурных составляющих. Но даже и в случае замедленного охлаждения железистого файнштейна крупность выделений сульфида меди и, в особенности, никелево-медного сплава получается ниже по сравнению с маложелезистыми файнштейнами.

Таким образом, минераграфический анализ большого числа шлифов из файнштейнов комбината Североникель показал, что они имеют вполне благоприятную структуру для возможностей разделения никелевых и медных составляющих методами механического обогащения. Замедленное охлаждение во всех случаях имеет результатом укрупнение размеров этих составляющих и обеспечивает их более четкую дифференциацию.

Б. Пробы файнштейнов Норильского комбината

Лабораторные и полупромышленные испытания разделения Норильских файнштейнов проводились на следующих семи пробах (табл. 4).

Повышенное содержание меди в Норильских файнштейнах в случае замедленного охлаждения расплава в ковше имеет результатом расслаивание сульфида меди и сульфида никеля. Поэтому структура этих файнштейнов отличается неоднородностью. Макроскопически, а тем более под микроскопом, иногда встречаются сплошные поля сульфида меди и сульфида никеля. Но несмотря на расслаивание и неоднородность структуры Норильских файнштейнов, характер и форма выделений основных составляющих (сульфид меди и никелево-медный сплав) оказались такими же, как и в файнштейнах Североникеля, отличие было лишь в количественном соотношении структурных компонентов.

[1] Пробы от плавок 89, 152, 203, 262, 265, 269 и т. д.

Таблица 4

Номер пробы	Условия получения охлаждения	Содержание, %	
		Cu	Ni
1—Н[а]	Охлаждение в обычных заводских условиях в песчаной яме	44,11	30,70
1—Н	Охлаждение в футерованном ковше	31,45	44,20
2—Н	Охлаждение в футерованном ковше	40,02	34,30
3—Н	Охлаждение в обычных заводских условиях	42,63	33,84
4—Н	Охлаждение в футерованном ковше. Для опытов отобран материал, обогащенный сульфидом меди	52,57	28,69
5—Н	Сульфидирован в ковше	39,86	33,22
6—Н	Охлаждение в обычных заводских условиях	44,81	32,15

Образец файнштейна, охлаждавшегося в обычных заводских условиях (проба I—Н[а]), показал типичную структуру смеси трех составляющих (рис. 10). Выделения сульфида меди (темносерые включения) имеют вытянутую форму и преобладающие размеры 70 × 200 μ. Сульфид никеля заполняет промежутки между выделениями сульфида меди. Выделения сплава имеют обычно прямоугольные очертания и крупность 30—50 μ.

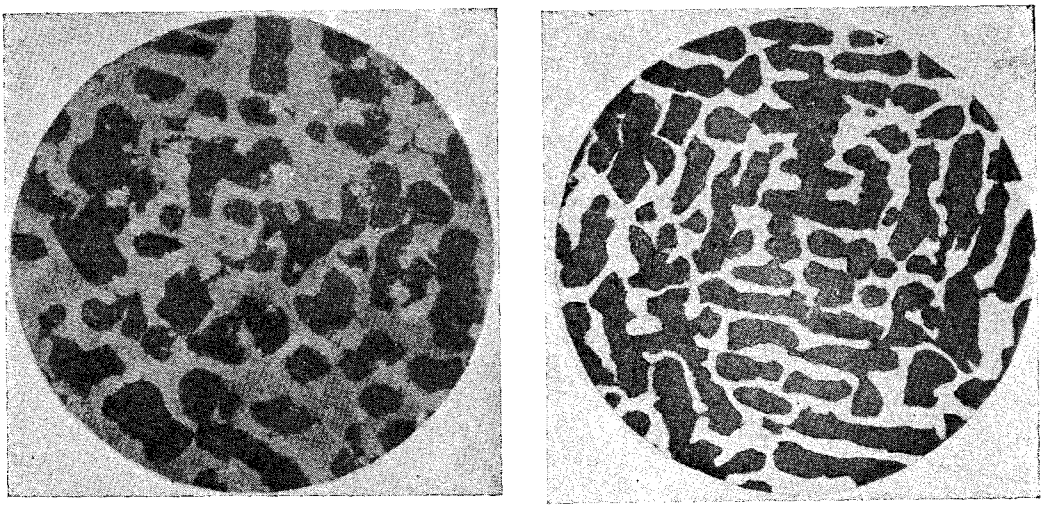


Рис. 10. Структура высокомедистого файнштейна, охлаждавшегося в обычных заводских условиях. X 80

Структура образца файнштейна, медленно охлажденного в ковше (проба I—Н), заметно отличается от структуры рядового файнштейна вследствие расслаивания. В шлифе пробы из верхнего слоя блока основная часть поля заполнена сульфидом меди, сульфид никеля (светлая составляющая) заполняет лишь небольшие промежутки между крупными дендритами сульфида меди, выделения сплава спорадические. Нижний слой файнштейна имеет обычную структуру, аналогичную структуре файнштейнов Североникеля, так как в этом слое соотношение меди к никелю составляет примерно 1 : 1. Выделения сульфида меди имеют

размеры 500—700 μ, промежуточные поля сульфида никеля также достигают значительных размеров. То же можно сказать и относительно никелево-медного сплава. Он выделился в форме крупных кристаллов (300—400 μ), в которых иногда имеются включения сульфида меди.

Охлаждавшаяся в футерованном ковше проба файнштейна (2-Н) характеризуется наличием крупных выделений сульфида меди, промежутки между которыми заполнены сульфидом никеля. Выделения сплава обычные. В отдельных участках застывшего файнштейна наблюдалось резкое понижение содержания меди и в шлифах все поле было представлено сульфидом никеля, в котором сульфид меди был в форме мелких включений единичных зерен. Для этой пробы характерно наличие значительного количества магнетита в форме мелких кристаллов, иногда густо включенных в выделениях сульфида меди и никеля.

Две другие пробы (3-Н и 6-Н), охлаждавшиеся толстым слоем в песчаной яме, по структуре оказались близкими к предыдущей пробе (2-Н).

На микрофотографиях (рис. 11) показана форма крупных выделений сульфида меди в этих пробах.

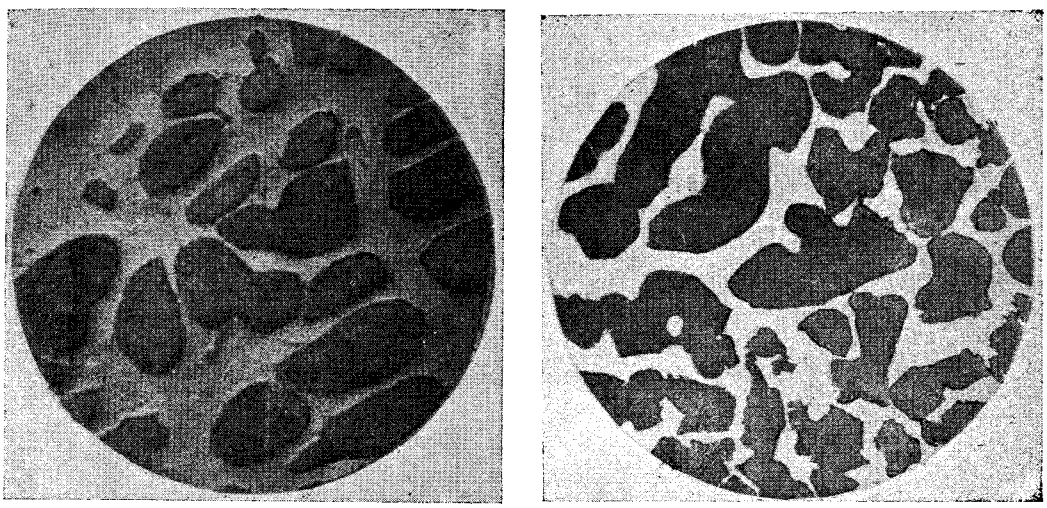


Рис. 11. Структура файнштейна, охлаждавшегося замедленно. X 80

Проба 4-Н отбиралась следующим образом. После медленного охлаждения файнштейна в футерованном ковше, вызвавшего заметное расслаивание, файнштейн был раздроблен на куски 50—75 *мм* и из него был отобран материал, по внешнему виду обогащенный сульфидом меди. В шлифах под микроскопом было констатировано преобладание выделений меди в форме дендритов и округлых зерен с небольшими промежутками, заполненными сульфидом никеля.

Несколько своеобразной по составу оказалась проба файнштейна, сульфидированная в ковше (5-Н). Она, прежде всего, отличается ничтожным содержанием металлической фазы, представленной спорадическими мелкими кристаллами никелево-медного сплава. Выделения сульфида меди в большинстве случаев представлены ветвистыми дендритами (рис. 12), а иногда узкими пластинчатыми выделениями. Сульфид никеля в этой пробе обнаруживает отчетливую неоднородность, видимо, за счет поглощения избыточной серы и образования наряду с Ni_3S_2 сульфидов никеля более богатых серой. Таким образом, структура сульфидированного файнштейна представлена четко дифференцированными выделе-



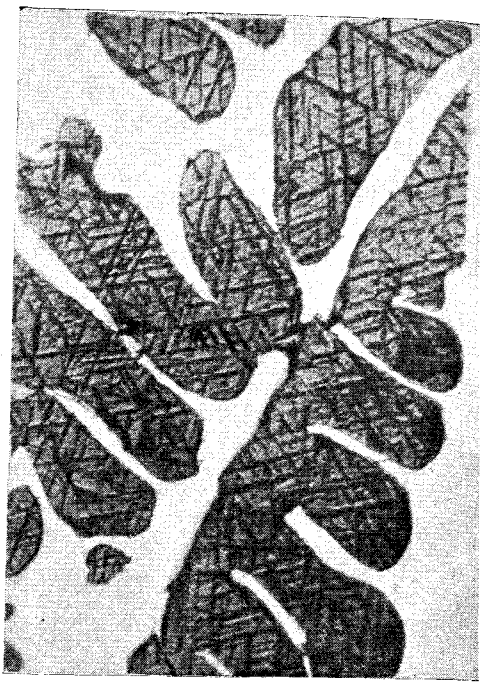






Рис. 12. Структура сульфидированного файнштейна, охлаждавшегося в ковше

ниями, разделение которых после измельчения, вероятно, не будет представлять особых трудностей.

В. Характеристика крупности структурных компонентов файнштейна

Из приведенных результатов минераграфического анализа большого количества образцов файнштейна видно, что крупность выделений сульфида меди и никелево-медного сплава варьирует в широких пределах в зависимости от условий получения и охлаждения файнштейна. Фактор крупности подлежащих разделению слагающих файнштейн компонентов имеет основное значение для последующих операций обогащения. В частности, для установления необходимой степени измельчения с целью разъединения сростков компонентов, далеко недостаточно иметь данные о размерах их включений по среднему диаметру, обычно определяемому

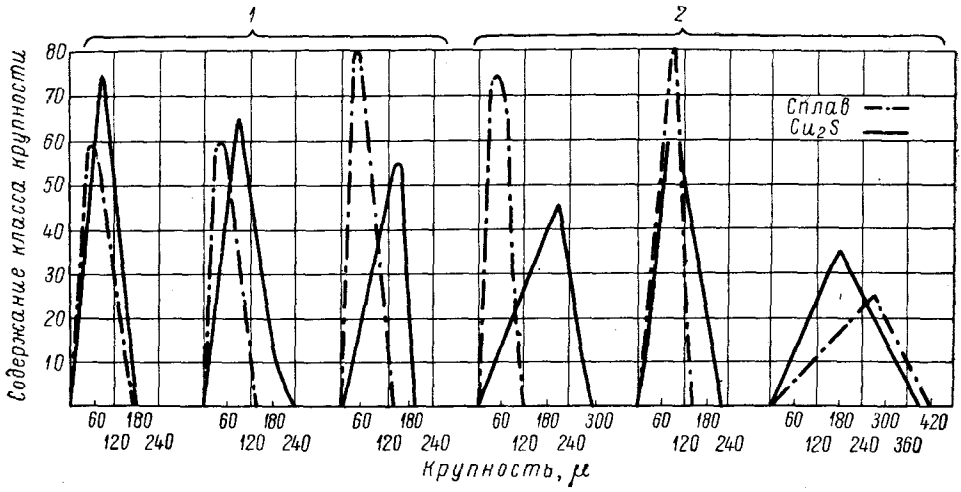


Рис. 13. Распределение по крупности компонентов в файнштейнах:
1—файнштейны, охлажденные в обычных заводских условиях; *2*—файнштейны медленно охлажденные

под микроскопом. Более точным является определение минимальных размеров (в нашем случае минимального размера ширины ветвей дендритов сульфида меди) или размера меньшего диаметра в случае округлых включений. Приняв такую методику определения минимальных размеров отдельных включений в файнштейн, проводились замеры почти во всех шлифах из образцов файнштейнов, подвергнутых полупромышленным испытаниям.

Полученные результаты показывают, что в файнштейнах, охлаждавшихся в обычных заводских условиях, крупность основной массы включений сульфида меди лежит в пределах 60—120 μ. Примерно, в таких же интервалах находится в большинстве образцов и крупность кристаллов никелево-медного сплава. Однако в некоторых пробах значительная часть выделений сплава бывает мельче, крупность их лежит в интервале 30—90 μ. Но, в общем, для большинства рядовых проб файнштейна кривые распределения крупности включений сульфида меди и сплава могут быть сведены к трем типам, представленным на рис. 13 (левые графики).

В файнштейнах, охлаждавшихся замедленно в яме под слоем песка или в футерованном ковше с засыпкой поверхности песком, как было показано, крупность выделений сульфида меди и сплава резко увеличивается. Основная масса включений сульфида меди (в зависимости от скорости охлаждения) лежит в пределах крупности 120—180 μ и часто в интервале 180—240 μ. В пробах медленно охлажденного файнштейна с повышенным содержанием железа иногда средние размеры ширины

ветвей дендритов приближались к размерам типичным для файнштейнов, охлаждавшихся в обычных заводских условиях и лежали в интервале крупности 60—120 μ (пробы 262, 272, 282).

Крупность выделений никелево-медного сплава в медленно охлажденных файнштейнах чаще всего была в пределах 100—180 μ, иногда достигая крупности 180—360 μ.

В железистых файнштейнах она обычно была ниже и лежала в интервале крупности 60—120 μ.

Сводные кривые распределения по крупности структурных компонентов медленно охлажденных файнштейнов даны на рис. 13 (правые графики).

Суммируя результаты минераграфического и химического исследований медно-никелевых файнштейнов, с точки зрения возможности их разделения методами механического обогащения, можно придти к следующим выводам.

Состав, форма и крупность выделений основных составляющих файнштейна определяются степенью его десульфуризации и условями последующего охлаждения. В маложелезистых файнштейнах (нормально додутых и с содержанием железа менее 1%) при медленном охлаждении и застывании сульфид меди типа халькозина и никелево-медный сплав выделяются в форме крупных включений, достигающих размеров 100—300 μ. Состав этих составляющих дает основания применению для их выделения флотационного процесса для сульфида меди и электромагнитной сепарации для никелево-медного сплава. Неблагоприятным фактором для извлечения из файнштейна сульфида меди в некоторых случаях является весьма развитые межфазные границы дендритов сульфида меди, сульфида никеля и сплава. Вследствие этого, несмотря на значительные общие размеры дендритов сульфида меди, освобождение его из сростков с другими составляющими возможно лишь при измельчении всей массы файнштейна до размеров, отвечающих размерам ширины ветвей дендритов, т. е. до 50—75 μ (—200 и —325 меш). Благоприятным фактором для разделения является полное отсутствие или небольшое количество мелких эмульсионных включений сульфида меди в сульфиде никеля.

Аналогичные выводы можно сделать и в отношении никелево-медного сплава. Часть его всегда кристаллизуется одновременно с сульфидом меди, что имеет результатом образование весьма сложных и тесных срастаний сплава с сульфидом меди, полностью не разъединяемых даже при тонком измельчении (—325 меш). Поэтому в магнитном продукте неизбежно присутствие некоторых количеств сульфида меди (до 10—12%). Важным обстоятельством для применения методов механического обогащения при разделении файнштейнов является, установленная химическим исследованием, концентрация в сплаве всех благородных металлов, содержащихся в исходном файнштейне.

Файнштейны, содержащие повышенное количество железа, имеют более сложную структуру и состав. В них появляется дополнительная составляющая — сульфоферрит меди, по химическому составу и свойствам близкая минералу борниту. В быстро охлажденных файнштейнах сульфоферрит меди образует тонкие эвтектические срастания с сульфидом никеля, разделение которых вряд ли практически осуществимо даже при весьма тонком измельчении. Замедленное охлаждение таких файнштейнов или термическая обработка дают укрупнение выделений сульфоферрита меди и более четкую дифференциацию всех структурных составляющих файнштейна, что позволяет рассчитывать на возможность разделения методами механического обогащения и файнштейнов с повышенным содержанием железа.

На основании изложенного выше, можно сделать вывод, что медно-никелевые файнштейны, с точки зрения их структуры и состава,

являются не более сложным объектом для механического обогащения, чем природные минеральные образования. Больше того, структуру медно-никелевых файнштейнов можно регулировать в благоприятном направлении путем вариации условий получения и последующего охлаждения, чего нельзя делать с природными минеральными образованиями. Все это дало основание рассчитывать на возможность успешного разделения медно-никелевых файнштейнов методами механического обогащения, что и было подтверждено последующими лабораторными и полупромышленными испытаниями.

IV. РАЗДЕЛЕНИЕ ФАЙНШТЕЙНОВ МЕТОДАМИ МЕХАНИЧЕСКОГО ОБОГАЩЕНИЯ

Результаты химических и минераграфических исследований показывают, что файнштейны представляют ассоциацию четко индивидуализированных включений структурных компонентов. Эти компоненты: сульфид меди, сульфид никеля и медно-никелевый сплав, в соответствии с различием их физико-химических свойств, могут поддаваться разделению методами механического обогащения. Для выделения меди был применен флотационный процесс, а для выделения сплава — магнитная сепарация.

Испытания по разделению файнштейна проводились по обычной методике, а полученные результаты представлены общепринятыми таблицами содержания и распределения металлов в продуктах обогащения.

С целью более глубокого анализа результатов основных опытов разделения файнштейнов оценка флотируемости минерала, а также селективности процесса производилась по методу, рекомендованному профессором К. Ф. Белоглазовым. Для сопоставления результатов опытов применялись:

а) изменение величины $\lg \frac{1}{1-\varepsilon}$,

где ε извлечение компонента, выраженное в долях единицы;

б) показатель селективности процесса $S = \frac{\lg \frac{1}{1-\varepsilon_1}}{\lg \frac{1}{1-\varepsilon_2}}$,

где ε_1 и ε_2 извлечения в концентрат разделяемых минералов.

При исследовании возможности разделения файнштейнов методами механического обогащения в лабораторных и полузаводских условиях было испытано более 60 проб файнштейнов (общим весом около 80 *т*) различных по составу и скорости охлаждения. Как показали опыты, поведение файнштейна в процессе обогащения зависит от содержания в нем железа. Поэтому все испытанные пробы разбиты на две группы по содержанию железа.

1. Маложелезистые файнштейны

Эти пробы с содержанием железа меньше 1%, как было показано выше, отличаются повышенным содержанием медно-никелевого сплава и более крупной кристаллизацией компонентов. Сплав ковкий, наиболее крупная его часть после измельчения файнштейна легко выделяется на сите 200 меш. Ковкость сплава проявляется очень малым изменением выхода класса 200 меш при увеличении продолжительности измельчения сверх известного предела. Для установления действительной степени измельчения сульфидной части файнштейна необходимо предварительное выделение частиц сплава магнитной сепарацией.

2. Маломедистые файнштейны

Для исследования разделения файнштейнов методами механического обогащения в комбинате Североникель, в разное время работы плавильного цеха, были отобраны пробы нормально додутых файнштейнов при различных условиях охлаждения (табл. 5).

Таблица 5

Номер плавки	Содержание, %				
	Cu	Ni	Co	Fe	S
3	31,06	48,92	—	0,34	19,32
II	32,00	45,12	—	0,30	20,68
III	34,43	42,11	—	0,72	20,64
IV	34,46	42,21	—	0,24	20,48
34	38,88	41,20	0,88	1,42	22,52
41	31,52	44,60	0,88	0,72	21,34
42	35,72	41,40	0,85	0,89	22,00
43	37,32	39,10	0,86	0,86	21,64
45	33,44	42,34	0,87	0,94	22,03
48	34,14	41,40	0,86	0,59	21,81
49	33,24	43,20	0,83	0,83	22,52
72	25,56	47,66	0,94	0,71	21,01
89	32,84	42,46	0,81	1,01	21,49
152	37,97	39,38	0,61	0,67	—

Пробы от плавок 3 и с IV по 152 охлаждались в обычных заводских условиях в песчаной яме при толщине плиты 200—250 *мм* и весе плиты 8 *т*. Пробы от плавок II, III охлаждались также в песчаной яме под слоем песка около 250 *мм*, при толщине плиты 200—250 *мм* и весе ее приблизительно 8 *т*. Кроме того, от плавки 89 была отобрана проба (около 10 *т*), остывавшая в футерованном в один кирпич ковше.

А. Лабораторные исследования

Для лабораторных опытов пробы файнштейна дробились на щековых дробилках и валках до 1 *мм*. Измельчение перед флотацией производилось в шаровой мельнице при т : ж : ш = 1 : 0,5 : 7. Флотация проводилась в аппаратах с механической аэрацией. Основная флотация проводилась в аппарате емкостью 1000 $см^3$, а перечистная — 350 $см^3$, при окружной скорости импелера 250—270 *м/мин*. Известь загружалась в сухом виде, а все остальные реагенты вводились в виде водных растворов. Исключение составляют пенообразователи подаваемые в пульпу в виде спиртовых растворов.

При проведении опытов флотации было проверено влияние на показатели разделения: крупности измельчения, расхода реагентов — извести, едкого натра, кальцинированной соды, соснового масла, крезола и бутилового ксантата (при порционной и единовременной загрузке). Проведенные опыты показали, что лучшие результаты разделения получаются при измельчении сульфидной части файнштейна до —325 меш и высоких значениях pH равных приблизительно 12, создаваемых, как известью, так и щелочью. Применение крезола вместо соснового масла позволяет получить более чистый ценный продукт — медный концентрат. Для выделения сплава продукты флотации перечищались ручным магнитом.

Опыты флотации с расходом бутилового ксантата от 80 до 330 *г/т* (пробы II, III и IV) показали, что лучшие результаты были получены при общем расходе ксантата 210—260 *г/т*.

Пробы медленно охлажденного файнштейна дают лучшие результаты разделения при более высоком расходе ксантата, а остывшие в заводских условиях при его пониженном расходе. В этих условиях флотации можно получить продукты, указанные в табл. 6.

Таблица 6

Продукт	Содержание, %		Распределение, %	
	Cu	Ni	Cu	Ni
Медный концентрат	70—73	7— 5	68—48	7— 3
Никелевый концентрат	2—10	62—69	3—10	50—65
Промежуточный продукт	38—60	32—15	12—35	7—17

Состав выделенного сплава колеблется в следующих пределах: меди 20—22% и никеля 68—74% при содержании серы 2—7%. Зависимость показателей разделения от расхода ксантата выражается более четко

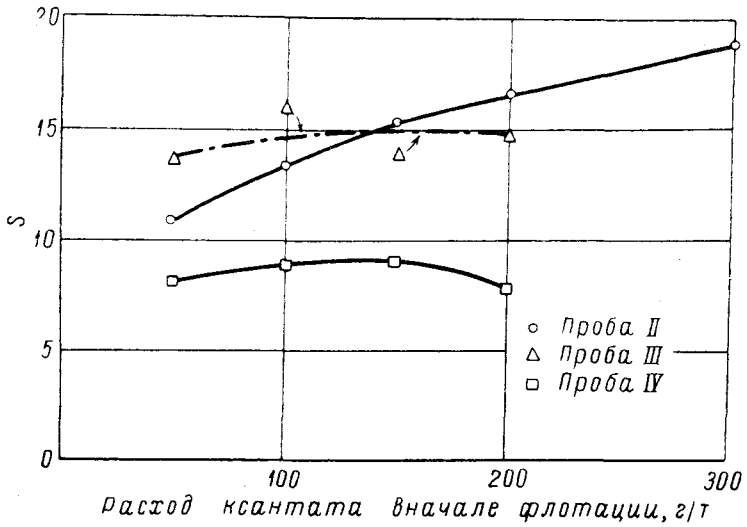


Рис. 14. Показатель селективности для медных концентратов

при рассмотрении основной флотации сульфидной части файнштейна (рис. 14, 15). При увеличении расхода ксантата с 80 до 180—230 *г/т* показатель селективности для медного концентрата удваивается при значительном увеличении извлечения меди, а для никелевого концентрата увеличивается почти в четыре раза.

Удлинение времени основной флотации до 15—20 мин. позволяет значительно повысить извлечение меди в медный концентрат, почти не снижая его качества. Содержание меди в никелевом концентрате, при этом снижается до 1,5—2,5%, а показатель селективности для никелевых концентратов возрастет с 30 до 70.

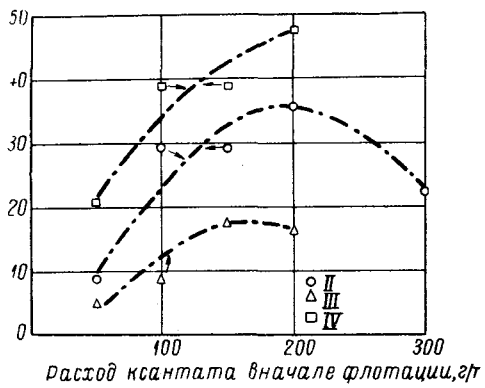


Рис. 15. Показатель селективности для никелевых концентратов

Для проверки устойчивости полученных результатов разделения были проведены, в одинаковых условиях, опыты обогащения на десяти пробах охлажденного в заводских условиях файнштейна.

Результаты[1] этих опытов показывают, что показатели разделения

[1] Для каждой пробы технологические показатели представлены средневзвешенными показателями двух параллельных опытов.

для 9 проб из десяти близки. Пределы колебания показателей разделения не превышают погрешности лабораторного эксперимента принятого масштаба (табл. 7).

Таблица 7

Продукт	Содержание, %		Распределение, %	
	Cu	Ni	Cu	Ni
Медный концентрат	70—74	4— 7	70—86	3— 7
Никелевый концентрат	2— 6	65—70	2— 8	56—71
Сплав	14—24	58—71	7—12	18—25
Промежуточный продукт	10—55	20—60	2—17	4—14
Никелевый концентрат + сплав	—	—	—	80—92

Результаты лабораторных и полузаводских опытов разделения одной и той же пробы показывают, что показатели разделения полузаводских опытов значительно выше.

Несколько отличаются, от приведенных выше, результаты разделения пробы файнштейна с повышенным (около 4%) содержанием железа. Полученные при разделении этой пробы результаты характерны для железистых файнштейнов, изучению разделения которых посвящен специальный раздел настоящей работы.

В условиях выработанного режима были проведены опыты разделения файнштейна завода Печенга-Никель. Соотношение меди к никелю в этих файнштейнах — около 0,5. Результаты разделения наиболее типичных опытов этого файнштейна приведены в табл. 8.

Таблица 8

Продукт	Содержание, %		Распределение, %	
	Cu	Ni	Cu	Ni
Медный концентрат	68,70	9,36	62,0	4,6
Никелевый концентрат	5,22	66,54	8,6	59,2
Сплав	23,15	66,54	19,2	29,7
Промежуточный продукт	37,10	38,40	10,1	6,5
Исходный материал по расчету	26,89	50,09	100,0	100,0

Таким образом, при разделении файнштейнов Печенга—Никель получаются продукты близкие по составу и показателям разделения к получаемым при разделении файнштейнов комбината Североникель.

При проведении лабораторных опытов флотации, наравне с конечными продуктами разделения, получались промежуточные продукты. Минераграфические исследования этих продуктов показали, что одновременно с некоторым количеством сростков в промежуточных продуктах присутствуют свободные зерна сульфидов. Для понижения выхода промежуточного продукта в лабораторных опытах испытаны:

а) отмывка пенного продукта водой с последующей перечисткой флотацией;

б) отмывка пенного продукта растворами сульфида натрия с последующей отмывкой водой и флотационной перечисткой;

в) доизмельчение промежуточного продукта с последующей флотацией;

г) флотация переплавленного промежуточного продукта.

Отмывка медного концентрата водой с последующей флотационной перечисткой дает некоторое снижение выхода оборотного продукта.

Обработка медного концентрата растворами сернистого натрия мало сказывается на результатах перечистной флотации и не имеет преимуществ перед отмывкой водой.

Доизмельчение промежуточного продукта с последующей его флотацией и объединением соответствующих продуктов показывает небольшое повышение извлечения меди в медный концентрат.

Флотация переплавленного промежуточного продукта и объединение соответствующих продуктов дает удовлетворительные результаты, которые приведены в табл. 9.

Таблица 9

Продукт	Выход, %	Содержание, %		Распределение, %	
		Cu	Ni	Cu	Ni
Объединенный медный концентрат	29,3	70,5	7,45	73,5	4,5
Объединенный никелевый концентрат	48,3	4,5	66,00	7,5	66,0
Объединенный сплав	22,4	23,5	65,00	19,0	29,5

Лабораторные опыты, проведенные на 15 пробах, отобранных от различных плавок с различным составом файнштейна, показали:

а) вполне надежные и устойчивые показатели разделения;

б) возможность получения при разделении продуктов, состав которых приведен в табл. 10;

Таблица 10

Продукт	Содержание, %	
	Cu	Ni
Сульфидный медный концентрат	69—74	4— 8
Сульфидный никелевый концентрат	2— 6	65—69
Сплав (магнитный продукт)	14—25	58—72
Промежуточный продукт	10—50	20—60

в) промежуточнный продукт после переплавки может быть разассигнован при незначительном снижении качества сульфидных концентратов. Качество сульфидных концентратов (особенно никелевого) легко регулируется при флотационном процессе;

г) распределение кобальта одинаково с распределением никеля. Потери никеля и кобальта в медных концентратах составляют 4—8% каждого;

д) из замедленно охлажденных файнштейнов, по сравнению с обычно охлажденными, получается лучший по качеству медный концентрат. Никелевый концентрат содержит повышенное количество меди. Однако незначительное увеличение расхода ксантата или увеличение времени флотации позволяет значительно снизить содержание меди в никелевом концентрате;

е) распределение палладия несколько отличается от распределения кобальта. Основное количество палладия, а, следовательно, и платиноидов (более 90%) концентрируется в сплаве. Потери платиноидов в медном концентрате невелики.

Б. Полупромышленные испытания

Полупромышленные испытания разделения маломедистых файнштейнов проводились в исследовательском цехе комбината Североникель.

Разделение сульфидной части. Отсутствие электромагнитных сепараторов, второй мельницы и вспомогательного оборудования на имеющейся полузаводской установке комбината Североникель позволило, в первый период работы, проверить в укрупненном масштабе только флотационное разделение сульфидной части файнштейна. В течение четырех месяцев 1948 г. были испытаны 2 пробы медленно охлажденного файнштейна и одна охлажденная в обычных заводских усло-

виях общим весом 15 *т*. Минераграфическая характеристика этих проб (II, III и IV) приведена выше (табл. 5).

Материал перед флотацией дробился до 10 *мм* на щековых дробилках и доводился до крупности 1,2 *мм* на валках. Этот материал поступал в мокрое измельчение в шаровую мельницу 750 × 330 *мм* при 55—60 *об/мин*, работавшую в замкнутом цикле с реечным классификатором длиной 3000 *мм*, шириной 300 *мм*. Измельчение регулировалось на выдачу материала в сливе классификатора крупностью 90—95% — 325 меш. Работа мельницы в замкнутом цикле с классификатором характеризуется, приведенными в табл. 11, ситовыми анализами продуктов измельчения и классификации при содержании твердого в сливе классификатора 30—32%.

Таблица 11

Продукт	Результаты ситового анализа, %			
	+100 *меш*	−100+200 *меш*	−200+325 *меш*	−325 *меш*
Слив мельницы	33—35	11—22	16—22	30—34
Пески классификатора	33—38	13—14	20	25—28
Слив классификатора	—	0,5— 1	2—11	89—96

Работу измельчения затрудняло накопление, в циркулирующей нагрузке, медно-никелевого сплава. Для поддерживания циркулирующей нагрузки в назначенных пределах приходилось через определенные промежутки снимать часть песков классификатора в количестве 20—25% от всей массы перерабатываемого файнштейна. В качестве приближенного метода опробования на содержание сплава в продуктах измельчения была применена магнитная сепарация. В результате такого опробования было установлено распределение компонентов для двух проб медленно и обычно охлажденных (табл. 12).

Таблица 12

Продукт измельчения	III проба (медленно охлажденная)				IV проба			
	сульфид		сплав		сульфид		сплав	
	выход, %	распределение, %	выход, %	распределение, %	выход, %	распределение, %	выход, %	распределение, %
Слив классификатора	67,2	82	5,5	31	73,4	87	5,6	37
Пески классификатора	15,0	18	12,3	69	11,3	13	9,7	63

Из приведенных результатов видно, что в слив классификатора и далее во флотацию поступало 82—87% сульфидной массы файнштейна.

Минералогическим анализом было установлено, что сплав накапливающийся в песках классификатора представлен довольно сложными сростками с сульфидами меди. Для проверки возможности выделения, максимально освобожденного от сульфидов, сплава были проведены опыты доизмельчения песков классификатора в той же мельнице в открытом цикле. Результаты этих опытов приведены в табл. 13.

Приведенные цифры свидетельствуют о весьма интенсивном измельчении сульфидов. Магнитная сепарация и просмотр под микроскопом продуктов доизмельчения показали, что сплав при этом практически отделяется от сульфидов. Содержание серы в нем падает до 3—5%.

Готовый продукт измельчения — слив классификатора — насосом подавался в агитатор, откуда самотеком поступал во флотомашину. Флотация проводилась во флотомашине, состоящей из 8—9 камер емкостью 8 *л* каждая.

Таблица 13

Продукт	Выход класса, %			
	+100 *меш*	−100+200 *меш*	−200+325 *меш*	−325 *меш*
Исходный материал (пески классификатора)	32,8	14,1	25,6	27,5
Слив мельницы при питании 100% от исходного	21,2	9,6	20,1	49,6
Слив мельницы при питании 20% исходного	21,6	9,9	16,9	51,6

При разделении сульфидной части файнштейна было испытано несколько схем флотации. Эти схемы отличались друг от друга количеством перечисток полупродуктов флотации. Также были проведены опыты с доизмельчением полупродуктов. Результаты разделения с выводом оборотного продукта приведены в табл. 14.

Таблица 14

Продукт	Содержание, %		Распределение, %	
	Cu	Ni	Cu	Ni
Медный концентрат	71—74	5— 7	60—80	3— 6
Никелевый концентрат	4— 8	64—66	6—10	79—86
Промежуточный продукт	32—53	25—44	9—33	8—17

Замкнутый цикл флотации дал результаты, указанные в табл. 15.

Таблица 15

Продукт	Содержание, %		Распределение, %	
	Cu	Ni	Cu	Ni
Медный концентрат	69—70	5—8	90	10
Никелевый концентрат	6— 8	65	10	90

На основе проведенных опытов можно сделать следующие выводы.

1. Результаты полупромышленных испытаний флотационного разделения трех проб файнштейна полностью подтвердили выводы лабораторных исследований о разделении сульфидов меди и никеля.

2. Минераграфическим анализом установлено наличие значительного количества свободных зерен: сульфидов никеля и меди, а также частиц мелкого сплава в промежуточном продукте и особенно в никелевом концентрате. Полученные результаты разделения нельзя считать предельными. Надлежащий режим флотации и введение магнитной сепарации несомненно должны повысить качество разделения.

3. Результаты полузаводских испытаний показали возможность разделения файнштейна, охлажденного в обычных заводских условиях, с приемлемыми показателями разделения, что находится в полном согласии с данными минераграфических анализов, показывающих примерно одинаковую крупность включений во всех трех пробах.

Разделение файнштейна. Разделение файнштейна по полной схеме — флотация и электромагнитная сепарация — проводилось в 1949 г. на переоборудованной установке комбината Североникель. В технологическую схему разделения предполагалось включить два электромагнитных сепаратора. Однако к началу работы удалось изготовить только один сепаратор, второй был закончен лишь к концу испытаний. Отсутствие второго магнитного сепаратора не позволило улавливать тонкий сплав, вынесенный в слив классификатора перед флотацией. При анализе результатов разделения сульфидной части,

приведенных ниже в этом разделе, в пробах для химического анализа сплав выделялся ручным магнитом, а для «балансовых проб» продукты флотации накапливались в течение 5—6 восьмичасовых смен и пропускались через магнитный сепаратор, размыкающий цикл тонкого измельчения. При производительности сепаратора до 30—40 *кг/час* (ширина ленты 30 *мм*, скорость 30 *м/мин*) сплав выделялся нацело. Более форсированный пропуск материала, как показали опыты, имеет результатом недоизвлечение сплава (5—10%) из сульфидных продуктов. Поэтому извлечение сплава в этом случае падает соответственно до 90—95%. Это указывает на необходимость перечистки немагнитного продукта.

Разделение файнштейна проводилось по схеме замкнутого цикла с возвратом промежуточного продукта в голову флотации, а в полузамкнутом цикле флотации выводился от перечистки медного концентрата.

Файнштейн перед обогащением дробился на щековых дробилках, валках и доводился до крупности 1,2—1,5 *мм*. Дробленный материал поступал в мокрое измельчение в стержневую мельницу (750 × 330 *мм* при 55—60 *об/мин*), работавшую в полузамкнутом цикле с реечным классификатором длиной 3000 *мм* и шириной 300 *мм*. Часть циркулирующей нагрузки (50% от исходного) направлялась в шаровую мельницу (таких же размеров), слив из которой поступал на мокрый магнитный сепаратор для выделения медно-никелевого сплава. Измельчение регулировалось на выдачу материала крупностью 100% — 325 меш. При содержании твердого в сливе классификатора 30—31%, работа мельниц в замкнутом цикле с классификатором характеризуется ситовыми анализами продуктов измельчения и классификации, приведенными в табл. 16.

Таблица 16

Продукт	Результаты ситового анализа, %			
	+100 *меш*	−100+200 *меш*	−200+325 *меш*	−325 *меш*
Слив стержневой мельницы	32—34	14—16	17—18	36— 38
Пески классификатора	32—35	16—18	19—20	32— 34
Слив классификатора	—	—	1— 0	99—100

Следовавшая за измельчением агитация проводилась в обычной пропелерной мешалке, а флотация в двенадцатикамерной флотомашине с емкостью камер 8 *л* каждая.

Для выяснения влияния крупности выделений сульфида меди и сплава были подвергнуты разделению пробы файнштейна (табл. 17).

Таблица 17

Номер плавки	Содержание, %					Ni:Cu
	Cu	Ni	Co	Fe	S	
152	39,38	37,97	0,61 1,01	0,67	—	0,97
89/I	32,97	42,10	0,80	1,26	21,06	1,27
89/II	32,97	42,75	0,93	1,69	20,64	1,30

Пробы 89/I и 152 весом около 8 *т* каждая охлаждались в обычных заводских условиях в песчаной яме при толщине плиты 200—250 *мм*. Проба 89/II из той же плавки, что и проба 89/I и примерно такого же веса охлаждалась в футерованном в один кирпич ковше.

Разделение файнштейна остывавшего в обычных заводских условиях. Лабораторные опыты флотации этой пробы файнштейна показали возможность полученния удовлетворительных

результатов с выводом небольшого количества оборотного продукта. Поэтому полузаводские испытания разделения файнштейна были начаты по схеме с полузамкнутым циклом флотации.

Разделение файнштейна с выводом промежуточного продукта медной флотации проводилось по схеме с получением четырех продуктов: никелево-медный сплав — магнитный продукт, медный концентрат — пенный продукт, никелевый концентрат — хвосты флотации и промежуточный продукт от перечистки медного концентрата — оборот (табл. 18).

Таблица 18

Продукт	Содержание, %		Распределение, %	
	Cu	Ni	Cu	Ni
Медный концентрат	70—75	7— 2	95—84	9— 2
Никелевый концентрат	1,7—2,0	65—69	2— 5	77—88
Промежуточный продукт	10—25	60—45	2— 4	13—15

Распределение металлов по четырем продуктам разделения приведено в табл. 19.

Таблица 19

Продукт	Содержание, %					Распределение, %				
	Cu	Ni	Co	Fe	S	Cu	Ni	Co	Fe	S
Медный концентрат	72,0	4,9	0,13	0,7	20,8	87,2	4,6	5,8	22,8	40,4
Промежуточный продукт	11,4	58,7	1,2	1,3	24,8	3,2	13,0	13,0	10,6	11,2
Никелевый концентрат	1,7	68,3	1,3	0,7	24,9	2,0	61,4	55,8	23,4	45,8
Сплав	19,5	68,4	1,8	3,9	4,2	7,6	21,0	25,4	43,2	2,6

Извлечение никеля и следующего за ним кобальта в сплав и сульфидный никелевый концентрат составляет свыше 80%, в оборотном продукте никеля и кобальта остается около 13% каждого. Потери их в медном концентрате, при высоком качестве последнего невелики и колеблются в пределах 3—5%.

Интересно отметить, что повышение расхода ксантата до 1000—1100 *г/т* значительно повышает прямое извлечение в медный концентрат меди до 95%, практически не понижая качества концентрата. В промежуточном продукте, при этом расходе ксантата, наблюдается относительно невысокое содержание меди. Присоединение этого промежуточного продукта к никелевому концентрату незначительно понизит его качество и позволит получить объединенный продукт с примерным содержанием меди 3% и никеля 67%. Разассигнование промежуточного продукта в замкнутом цикле флотации несомненно позволит получить продукты флотации, по качеству не ниже приведенных.

В процессе проведения полузаводских опытов разделения было отмечено, что при принятом расходе водного раствора крезола для получения приемлемых результатов разделения требуется повышенный расход ксантата, против расхода его в лабораторных опытах. Доцентом Г. В. Иллювиевой было отмечено, что при замене спиртового раствора крезола водным результаты флотации ухудшаются.

Для выяснения зависимости результатов флотации от способа подачи крезола на этой же пробе файнштейна были проведены лабораторные опыты основной флотации:

а) водным однопроцентным раствором крезола при расходе его 75—450 *г/т*;

б) спиртовым 20-процентным раствором крезола при расходе его 75 *г/т*;

в) неразведенным крезолом при расходе его 75 *г/т*.

При этом было израсходовано: ксантата 300, 600, 900 и 1200 *г/т*; мелкого едкого натра 4 *кг/т*.

Измельчение 50 мин. крупность сульфидной части 100% — 325 меш.

Продукты флотации перечищались ручным магнитом и расчет результатов производился только на сульфидную часть.

Полученные результаты (рис. 16—19) позволили сделать следующие выводы.

1. Равные расходы крезола, введенного в виде спиртового раствора, водного и нерастворенного, различно сказываются на результатах флотации. Скорость флотации, а также показатели разделения, в принятых для лабораторных опытов условиях резко понижаются при замене спиртового раствора крезола водным или неразведенным крезолом. Анализы никелевых концентратов, полученных при расходе ксантата 300 *г/т* и крезола 75 *г/т* приведены в табл. 20.

Таблица 20

Реагент	Содержание, %		Извлечение в никелевый концентрат, %	
	Cu	Ni	Cu	Ni
Спиртовой раствор крезола	4,54	66,00	6,2	79,3
Водный раствор крезола	26,37	44,80	57,7	91,9

2. Для получения равноценных результатов флотации (рис. 20) при разных способах введения крезола в пульпу (при прочих равных условиях) необходимо соблюдать условия, указанные в табл. 21.

Таблица 21

Способ разведения крезола	Расход крезола, *г/т*	Расход ксантата, *г/т*	Продолжительность флотации, мин.
Спиртовой раствор	75	300	15
Неразведенный	75	1200	25
Водный раствор	75	1200	25
Водный раствор	450	300	35

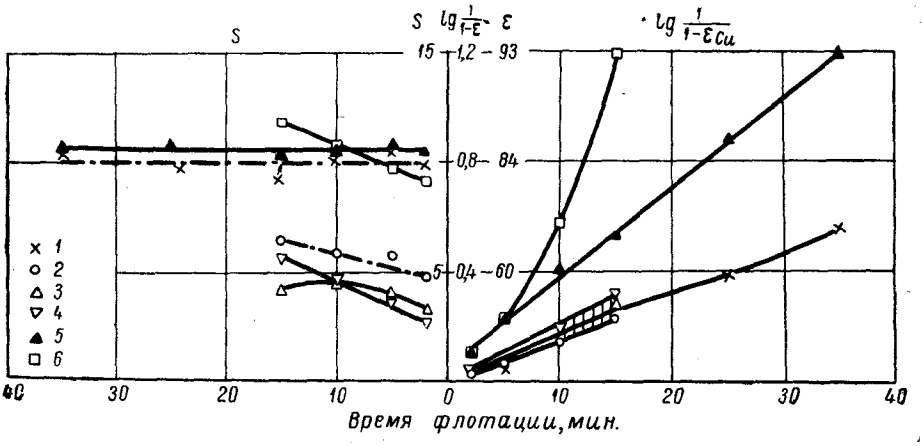


Рис. 16. Зависимость результатов флотации от подачи крезола при расходе ксантата 300 *г/т*:

1—крезол неразведенный 75 *г/т*; *2*—водный раствор крезола 75 *г/т*; *3*—то же 150 *г/т*; *4*—то же 200 *г/т*; *5*—то же 450 *г/т*; *6*—спиртовой раствор крезола 75 *г/т*

Таким образом, при работе с водными растворами крезола (при расходе его 75 *г/т*) необходим расход ксантата 1200 *г/т*. При расходе ксантата 300 *г/т* требуется 450 *г/т* водного раствора крезола. Показатель селективности *S* получается более высоким в случае применения крезола 75 *г/т* и расходе ксантата 1200 *г/т*. При применении водного раствора крезола показатель селективности *S*, в пределах испытанных расходов ксантата повышается.

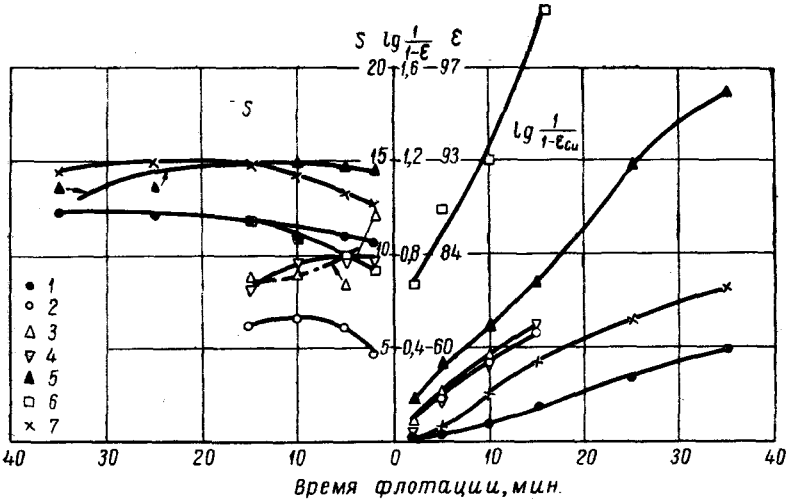


Рис. 17. Зависимость результатов флотации от подачи крезола при расходе ксантата 600 *г/т*:

1—без крезола; *2*—водный раствор крезола 75 *г/т*; *3*—то же 150 *г/т*; *4*—то же 200 *г/т*; *5*—то же 450 *г/т*; *6*—спиртовой раствор крезола 75 *г/т*; *7*—неразведенный крезол 75 *г/т*

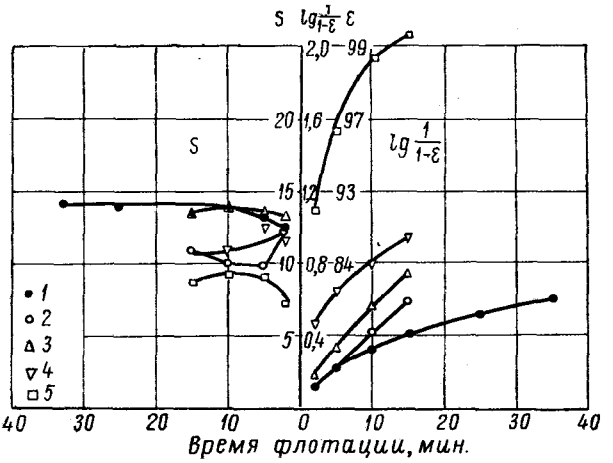


Рис. 18. Зависимость результатов флотации от подачи крезола при расходе ксантата 900 *г/т*:

1—без крезола; *2*—водный раствор крезола 75 *г/т*; *3*—то же 150 *г/т*; *4*—то же 200 *г/т*; *5*—спиртовой раствор крезола 75 *г/т*

Резкое снижение результатов флотации, при введении водных растворов крезола, лежащих значительно ниже пределов его растворимости, можно объяснить осмоленностью крезола и тем, что эта осмоленная часть нерастворима в водной среде.

3. Скорость флотации и показатели селективности зависят также от места подачи ксантата. На рис. 21 показано, как резко возрастает скорость флотации при одновременном снижении показателя селективности S, от загрузки ксантата в мельницу.

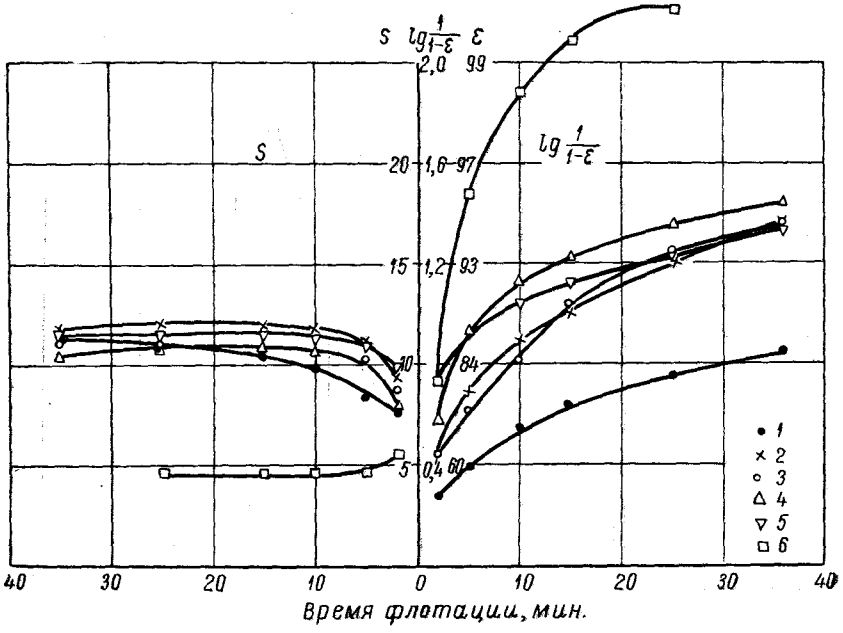


Рис. 19. Зависимость результатов флотации от подачи крезола при расходе ксантата 1200 г/т:

1—без крезола; *2*—неразведенный крезол 75 *г/т*; *3*—водный раствор крезола 75 *г/т*; *4*—то же 150 *г/т*; *5*—то же 200 *г/т*; *6*—спиртовой раствор крезола 75 *г/т*

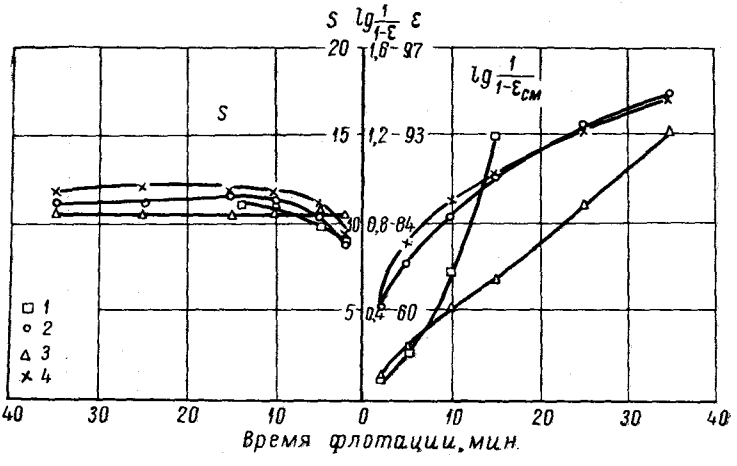


Рис. 20. Зависимость результатов флотации от подачи крезола:

1—спиртовой раствор крезола 75 *г/т*, ксантат 300 *г/т*; *2*—водный раствор крезола 75 *г/т*, ксантат 1200 *г/т*; *3*—то же 450 *г/т*, ксантат 300 *г/т*; *4*—крезол неразведенный 75 *г/т*, ксантат 1200 *г/т*

Кроме того при проведении полузаводских опытов плотность пульпы в основной флотации была выше, чем в лабораторных опытах, что при одном и том же расходе едкого натрия, значительно повышало его концентрацию. Предполагалось, что повышенная концентрация едкого натрия, депрессируя сульфид никеля, одновременно тормозит флотацию

сульфида меди. Для проверки на полузаводской установке были проведены опыты флотации при расходе щелочи 2,3 и 4 *кг/т* и расходе ксантата от 250 до 1200 *г/т*. Однако оказалось, что изменения в расходе щелочи не вызывают предполагаемого изменения в расходе ксантата (рис. 21). Приемлемые результаты разделения, даже в случае наиболее низкого расхода щелочи, получаются при расходе ксантата свыше 800—900 *г/т*. Эти результаты позволили наметить для дальнейших полупромышленных исследований два пути получения более высоких результатов разделения: увеличение расхода крезола до 450 *г/т*, либо ксантата до 900—1200 *г/т*. Ограниченное наличие крезола не позволило повысить его расход. Дальнейшие полупромышленные испытания проводились при расходе ксантата около 1000 *г/т*. И, хотя такой повышенный расход ксантата в данном случае не является решающим моментом, в дальнейшем этот вопрос необходимо уточнить, как в отношении возможностей снижения расхода ксантата, так и в отношении замены его другим реагентом.

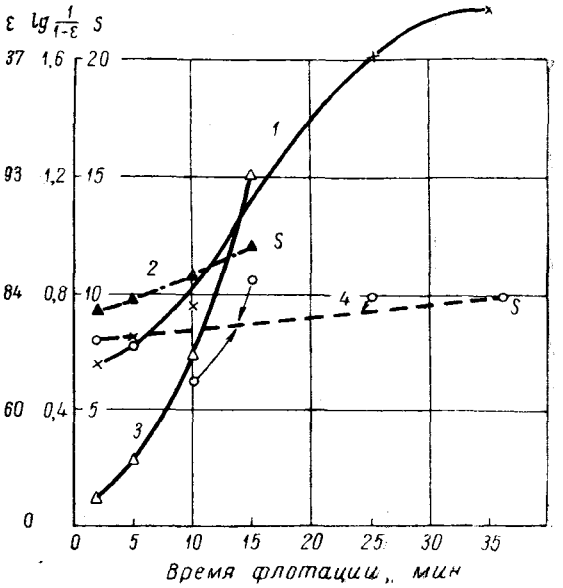


Рис. 21. Влияние места подачи ксантата на скорость флотации:

1—загрузка ксантата 300 *г/т* в мельницу; *2*—ксантат во флотации; *3*—загрузка ксантата во флотацию; *4*—ксантат в мельнице

Разделение в замкнутом цикле флотации. При работе по этой схеме промежуточный продукт, получаемый при перечистке медного концентрата, возвращался в голову основной флотации. В результате разделения, в этом случае, получалось только три продукта. Из результатов разделения сульфидной части (слива классификатора) видно, что схема дает показатели, приведенные в табл. 22.

Таблица 22

Продукт	Содержание, %		Распределение, %	
	Cu	Ni	Cu	Ni
Медный концентрат	71—72	6— 7	95—96	7— 8
Никелевый концентрат	2,3—2,8	65—66	3— 4	92—93

Таким образом, повышая на 1% содержание меди в никелевом концентрате, при практически неизменном медном продукте удается разассигновать промежуточный продукт. В результате этого, прямое извлечение никеля повышается на 12—13%. Извлечение меди при замкнутом цикле флотации также значительно повышается. Суммарное извлечение меди и никеля в два сульфидных концентрата составляет 187—189%. Распределение металлов по трем продуктам дает результаты, указанные в табл. 23.

Из приведенных результатов (шесть восьмичасовых смен) видно, что извлечение никеля и кобальта в сплав и сульфидный никелевый концентрат получается выше 90% для каждого. Потери их в медном кон-

Таблица 2

Продукт	Выход, %	Содержание, %					Распределение, %				
		Cu	Ni	Co	Fe	S	Cu	Ni	Co	Fe	S
Медный концентрат	40,8	71,60	6,01	0,18	0,69	20,72	88,9	5,7	7,6	21,8	40,
Никелевый концентрат	46,0	2,52	68,11	1,42	1,04	25,58	3,5	73,1	68,0	37,5	56,
Сплав	13,2	19,36	68,27	1,78	3,95	4,40	7,6	21,2	24,4	40,7	2,

центрате невелики, хотя и несколько выше, чем при флотации с выводом оборотного продукта. Показатели разделения по меди получаются также достаточно высокие.

Разделение замедленно охлажденного файнштейна. Обработка по схеме с выводом промежуточного продукта флотации. При проведении лабораторных

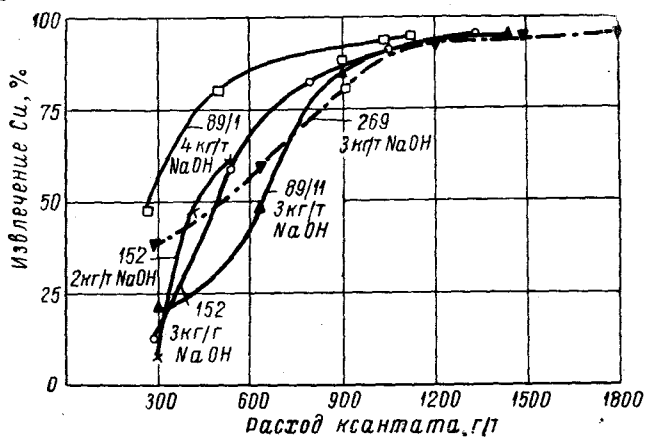


Рис. 22. Зависимость извлечения Cu от расхода ксантата

опытов разделения медленно охлажденного файнштейна было отмечено, что для получения хороших результатов разделения требуется несколько повышенный расход ксантата. Полузаводские опыты (рис. 22) показали, что в принятых условиях флотации требуется расход ксантата не менее 1000 *г/т*. При этом расходе ксантата можно получить продукты разделения, приведенные в табл. 24.

Таблица 24

Продукт	Содержание, %		Распределение, %	
	Cu	Ni	Cu	Ni
Медный концентрат	73—75	4—2	91—94	5
Никелевый концентрат	1,8—2	68	2	73
Промежуточный продукт	6—9	65—62	2—4	22—25

Эти результаты позволили поставить длительные опыты флотации в полузаводском масштабе.

Из результатов пятнадцати восьмичасовых смен видно, что при установленном режиме флотации (расход ксантата 1100 *г/т*) можно уверенно получать распределение сульфидной части файнштейна, которое указано в табл. 25.

Распределение файнштейна по 4 продуктам разделения приведено в табл. 26.

Таблица 25

Продукт	Содержание, %		Распределение, %	
	Cu	Ni	Cu	Ni
Медный концентрат	75—72	3—4	90—94	3—4
Никелевый концентрат	1,4—1,7	69—67	2—2,5	75—84
Промежуточный продукт	18—10	41—60	7—4	12—20

Таблица 26

Продукт	Выход, %	Содержание, %					Распределение, %				
		Cu	Ni	Co	Fe	S	Cu	Ni	Co	Fe	S
Сплав +3 *мм*	1,0	16,40	73,80	2,06	2,65	3,55	0,5	1,7	2,3	2,1	0,2
Сплав —3 *мм*	13,5	17,98	68,88	1,91	5,06	2,38	7,5	21,6	29,7	52,3	1,6
Медный концентрат	38,2	73,96	3,44	0,09	0,60	19,19	86,7	3,0	3,9	17,4	37,3
Никелевый концентрат	37,5	1,37	68,88	1,17	0,72	25,40	1,6	60,4	50,3	20,6	48,6
Промежуточный продукт	9,8	12,16	57,87	1,23	1,02	24,67	3,7	13,3	13,8	7,6	12,3
Исходный по расчету	100,0	32,48	42,81	0,87	1,31	19,66	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Исходный по анализу	—	32,25	42,59	0,92	1,79	21,40	—	—	—	—	—

Из табл. 26 видно, что извлечение никеля и кобальта в сплав и сульфидный никелевый концентрат получается выше 80% и в оборотный продукт 13%. Содержание меди в никелевом концентрате низкое (1,49), также невелики потери никеля и кобальта в медном концентрате. Содержание и извлечение меди в медном концентрате достаточно высокое.

Разделение в замкнутом цикле флотации проводилось по той же схеме, как и для нормально охлажденного файнштейна. При проведении опытов в условиях флотационного режима пробы 89/I было отмечено повышенное содержание меди в никелевом концентрате (в хвостах флотации) и более высокое содержание меди в медном концентрате: 74—75% против 71—72% для пробы 89/I. Повышение плотности пульпы в перечистной медной флотации с 20% твердого до 26—28% позволило снизить содержание меди в никелевом концентрате с 4 до 2,4—2,8%, т. е. довести его до содержания, близкого к полученному при разделении файнштейна, охлажденного в обычных условиях.

При разделении сульфидной части медленно охлажденного файнштейна можно получить показатели, приведенные в табл. 27.

Таблица 27

Продукт	Содержание, %		Распределение, %	
	Cu	Ni	Cu	Ni
Медный концентрат	70—73	4—6	95—96	4—7
Никелевый концентрат	2,4—2,8	66—67	4—5	93—96

Из таблицы видно, что суммарное извлечение металлов в два конценнтрата близко 190%.

Извлечение никеля и кобальта в сплав и сульфидный никелевый концентрат обычно выше 95% при содержании меди в никелевом концентрате (по показателям лучших смен) 2—2,5%.

Потери никеля и кобальта в медном концентрате также невелики Показатели для медного концентрата получаются достаточно высокие Сводные показатели разделения в замкнутом цикле флотации указаны в табл. 28.

Таблица 2

Продукт	Содержание, %				Распределение, %			
	Cu	Ni	Co	Fe	Cu	Ni	Co	Fe
Медный концентрат	72—75	2—4	0,1	0,7	86—90	2—4	5	19
Никелевый концентрат	2—4	65—67	1,4	1,0	3—6	73—74	66	33
Сплав	18—19	69—71	2,0—2,1	4,9	7—8	24- 25	29	48

Минераграфический анализ никелевых и медных концентратов показал, что в них находится незначительное количество зерен других сульфидов и сростков минералов. Результаты этого анализа дали основание предполагать, что разделение медленно охлажденного, более четко раскристаллизованного файнштейна методами механического обогащения будет возможно проводить при более крупном измельчении, чем для рядового заводского файнштейна. Для выяснения этого вопроса были проведены опыты флотации с различной плотностью пульпы в сливе классификатора: 30, 35 и 40% твердого. Каждый опыт длился в течение двух восьмичасовых смен.

Из результатов этих опытов видно, что уже незначительное увеличение крупности помола от 99—100 до 96—97% — 325 меш влечет за собой увеличение содержания меди в никелевом концентрате с 2,5 до 4%, почти не сказываясь на качестве медного концентрата. Таким образом, медленное охлаждение файнштейна не дает возможности повысить крупность измельчения без заметного снижения качества показателей. Это, видимо, объясняется сложностью взаимного прорастания даже крупных выделений сульфидов меди и никеля.

На основании полученных на полупромышленной установке результатов электромагнитного и флотационного разделения проб рядового заводского и замедленно охлажденного файнштейна можно сделать следующие выводы.

1. Сульфидная часть файнштейна при отрегулированном процессе устойчиво разделяется на медный и никелевый концентраты. При флотации с выводом оборотного продукта получаются результаты, приведенные в табл. 29.

Таблица 29

Продукт	Способ охлаждения	Содержание, %		Распределение, %	
		Cu	Ni	Cu	Ni
Медный концентрат	Нормальный	70—72	4—7	95—90	5—8
	Замедленный	72—75	3—4	95—93	3—4
Никелевый концентрат	Нормальный	1,7—1,8	67—68	2—2,5	77—88
	Замедленный	1,4—1,7	68	2—2,2	75—84

2. При флотации в замкнутом цикле результаты разделения отличаются незначительным повышением содержания меди в никелевом концентрате (табл. 30).

3. Результаты флотации проб файнштейна в открытом и замкнутом цикле показывают неизменность качества медных концентратов вне зависимости от условий охлаждения. Содержание и потери никеля, а следовательно, и кобальта в медных концентратах при флотации медленно охлажденного файнштейна ниже, чем при флотации файнштейна охлажденного в заводских условиях. Это имеет место как в замкнутом, так и в открытом цикле флотации.

Таблица 30

Продукт	Способ охлаждения	Содержание, %		Распределение, %	
		Cu	Ni	Cu	Ni
Медный концентрат	Нормальный	71—72	6—7	95—96	7—8
	Замедленный	70—73	4—6	95—96	4—7
Никелевый концентрат	Нормальный	2,5—2,8	65—66	3—4	92—93
	Замедленный	2,4—2,8	66—67	3,5—4	93—96

4. Содержание меди, никеля и кобальта в сплаве для обоих случаев практически одинаково. В сплаве, выделенном из файнштейна охлажденного в заводских условиях, наблюдается некоторое повышение содержания серы. Выход сплава при разделении файнштейна, полученного в условиях замедленного охлаждения, незначительно выше.

3. Файнштейны с повышенным содержанием меди

Для проверки возможности разделения файнштейнов с повышенным содержанием меди, получаемых Норильским комбинатом, было отобрано 7 проб общим весом 25 *т*, с разным соотношением меди к никелю (табл. 31).

Таблица 31

Номер пробы	Содержание, %					Cu : Ni
	Cu	Ni	Co	Fe	S	
2—Н	40,02	34,30	0,25	2,35	19,66	1,2
3—Н	42,63	33,84	0,24	0,94	19,85	1,2
5—Н	39,86	33,22	0,25	1,51	24,40	1,2
6—Н	44.81	32,15	0,14	0,41	19,83	1,4
1—Н 1—Н[а]	47,11	30,70	0,30	0,44	20,63	1,5
4—Н	52,57	28,69	0,12	0,54	16,24	1,8

Проба 4—Н представляет верхний слой остывшего в ковше файнштейна, отобранная ручной сортировкой после дробления.

Проба 5—Н — файнштейн обогащенный серой. По предложению инженеров Терпогосова В. В. и Ильичева Г. В., расплавленный файнштейн был вылит в рюмку с серой. Остывал расплав в той же рюмке.

Остальные пробы представляют собой нормальный файнштейн, выдаваемый плавильным цехом Норильского комбината. Плавка, от которой отобраны проба 2 и 3, несколько передута, кроме того, проба 2 обогащена железом за счет ошлакованного ковша, чем возможно и объясняется повышенный выход магнитного продукта. Пробы 1—Н и 2—Н остывали в ошлакованном ковше при весе пробы 6—8 *т*, а пробы 1—Н , 3—Н и 6—Н в обычных заводских условиях — в песчаной яме при толщине плиты 250—300 *мм*.

Работа по разделению этих семи проб файнштейна проводилась на полупромышленной установке комбината. В схему, имеющейся флотационной установки, был включен, изготовленный в цехах комбината, мокрый электромагнитный сепаратор. Отсутствие вспомогательного оборудования не позволило улавливать тонкий сплав вынесенный в слив классификатора перед флотацией. При анализе результатов разделения сульфидной части в пробах медного концентрата для химического анализа сплав выделяется ручным магнитом, а для балансовых проб продукты флотации отбирались в течение 5—10 восьмичасовых смен и пропускались через один и тот же магнитный сепаратор.

Разделение файнштейнов производилось по одной и той же принципиальной схеме (рис. 23). Упрощенная схема отличается от основной отсутствием магнитной сепарации сульфидных концентратов. Отсутствие второй мельницы необходимого размера не позволило непрерывно, в процессе работы, выделять сплав из цикла измельчения. Сплав в течение рабочей недели накапливался в циркуляционной нагрузке тонкого измельчения. За 4—6 часов до остановки прекращалась подача файнштейна в мельницу и во флотацию поступал материал за счет измельчения циркуляционной нагрузки. После остановки флотации, оставшаяся циркуляционная нагрузка, содержащая приблизительно 90% сплава, направлялась на мокрую магнитную сепарацию.

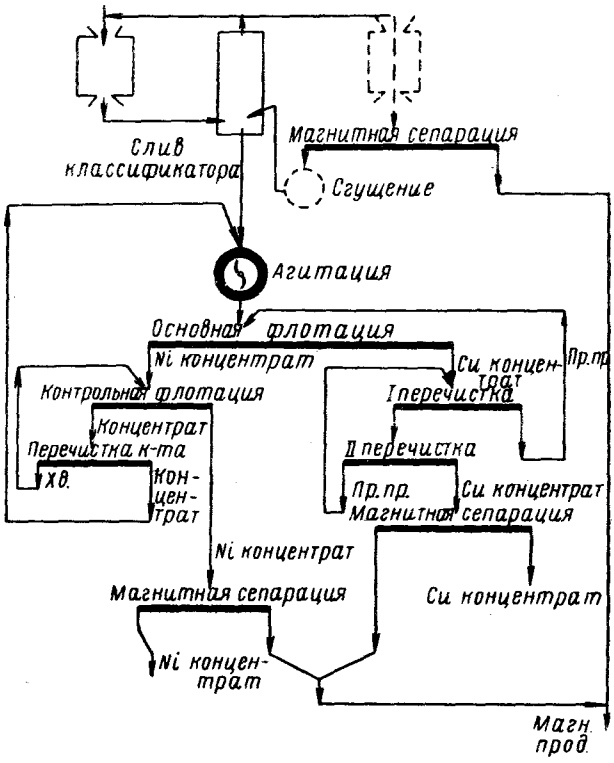


Рис. 23. Качественная схема

Файнштейн перед флотацией дробился вручную на щековой дробилке и валках, доводился до крупности—1,5 *мм*. Дробленый материал (около 500 *кг*/24 час.) поступал в мокрое измельчение в стержневой мельнице 630 × 300 *мм*, при 55—60 *об/мин.* и загрузке стержней приблизительно 150 *кг*, работавшей в замкнутом цикле со спиральным классификатором длиной 1840 *мм*, диаметром спирали 200 *мм* и числом оборотов 16—18 в минуту. Слив классификатора регулировался на выдачу материала 95—100% — 325 меш при содержании твердого 30%. Слив классификатора подавался в агитатор, откуда самотеком поступал во флотацию. Флотация проводилась в двух шестикамерных машинах с емкостью каждой камеры у одной машины 8, а у другой 9 *л*. Распределение камер флотомашины и их емкость по операциям флотации приведены в табл. 32.

Таблица 32

Операция	Число камер	Рабочая емкость, л
Основная флотация	3	24
I перечистка медного концентрата	2	16
II перечистка медного концентрата	1	8
Контрольная флотация	5	45
Перечистка концентрата контрольной флотации	1	9

А. Влияние скорости охлаждения

Для выяснения влияния скорости охлаждения файнштейна на результаты его флотационного разделения были отобраны от двух плавок файнштейна по две пробы. Одна проба от каждой плавки, весом 4—6 *т*, охлаждалась в ковше, а другая, того же веса, в песчаном прудке при толщине плиты 250—350 *мм*.

Разделение файнштейнов, остывавших в обычных заводских условиях. Лабораторные опыты разделения, проведенные на пробе охлажденного в обычных условиях файнштейна, показали возможность получения продуктов при относительно небольшом выходе оборотного продукта (табл. 33).

Таблица 33

Продукт	Cu, %	Ni, %
Никелевый концентрат	3	65
Медный концентрат	72	5
Сплав	26	64

При проведении полузаводских опытов в замкнутом цикле флотации в результате разделения получалось только три продукта: два сульфидных концентрата и сплав. Из результатов разделения сульфидной части трех проб файнштейна видно получение сульфидных концентратов, приведенных в табл. 34.

Таблица 34

Продукт	Содержание, %		$\beta_1 : \beta_2$	Распределение, %	
	Cu	Ni		Cu	Ni
Медный концентрат	71—74	6—4	13—20	94—98	9—13
Никелевый концентрат	2—4	68—66	18—35	1—3	86—91

Таким образом, при высоком соотношении меди к никелю в медном концентрате и никеля к меди в никелевом, получены высокие показатели разделения. Суммарное извлечение меди и никеля в соответствующие концентраты колеблется в пределах 180—185%.

Из результатов разделения файнштейна на три продукта по упрощенной схеме, т. е. без магнитной сепарации сульфидных концентратов, следует, что можно получить продукты разделения высокие по качеству и, что потери никеля в медном концентрате не превышают 6—9%, а кобальта 10—15% (табл. 35).

Таблица 35

Продукт	Выход, %	Содержание, %			Распределение, %		
		Cu	Ni	Co	Cu	Ni	Co
Сплав	10—13	27—30	66—67	0,3—0,6	6—8	20—26	23—25
Никелевый концентрат	33—35	2,4—3,8	67—68	0,3—0,5	2—3	68—71	60—66
Медный концентрат	54—55	71—74	6—4	0,04—0,05	89—92	6—9	11—15

Магнитная сепарация медного и никелевого концентратов выделяет магнитные продукты, указанные в табл. 36.

Минераграфический анализ этих продуктов показал, что они в подавляющем большинстве представлены сростками сульфидов с магнетитом и тонкими частицами сплава.

Присоединение этих продуктов к крупному сплаву, выделенному из

Таблица 36

Продукт	Cu	Ni	Co	Fe	S	Сумма Pt+Pd
Из медного концентрата	55—56	15—18	—	4,5—4,9	17—18	414 (?)
Из никелевого концентрата	3,8—4,3	59—64	0,4—0,6	4,7—7,5	20—23	282

цикла измельчения, повышает содержание серы в нем с 2—3 до 7—9% иногда и выше, а также значительно повышается содержание железа за счет магнетита.

При магнитной сепарации сульфидных концентратов можно получить продукты, указанные в табл. 37.

Таблица 37

Продукт	Выход, %	Содержание, %			Распределение, %		
		Cu	Ni	Co	Cu	Ni	Co
Сплав	17—18	33—35	54—56	0,3—0,4	13—14	28—29	31—32
Медный концентрат	50—53	71—74	6—4	0,08—0,04	84—85	6—8	9—12
Никелевый концентрат	30—31	1,5—3,5	67—68	0,3—0,4	1—2	63—65	58—60

Из таблицы видно, что в этом случае значительно повышается выход сплава с возрастанием в нем содержания серы и меди. Преимущество этой схемы — практически полное извлечение платиноидов в сплав. Состав флотационных концентратов при перечистке их магнитной сепарацией мало меняется.

Результаты проведенных исследований показывают полную возможность разделения рядовых заводских файнштейнов, с повышенным содержанием меди и содержанием железа менее 1%, с получением высоких по качеству концентратов и высокими показателями разделения. Показатели разделения, при равных по качеству концентратах, зависят от соотношения меди к никелю в исходном, так как потери никеля в медном концентрате тем выше, чем выше выход медного концентрата, а выход медного концентрата находится в прямой зависимости от этого соотношения.

Разделение замедленно охлажденных файнштейнов. Лабораторные опыты разделения, проведенные на пробе (1—Н) охлажденного в ковше файнштейна, показали возможность получения продуктов, указанных в табл. 38.

Таблица 38

Продукт	Cu, %	Ni, %	Co, %	S, %
Никелевый концентрат	1,2—2,3	69 6	0,46	26,0
Медный концентрат	73—77	1,8	0,03	20,6
Сплав	22,8	68,9	0,62	4,3

Выход оборотного продукта в этих условиях оказался небольшим.

Полузаводские опыты разделения замедленно охлажденного файнштейна проводились на двух пробах (1—Н и 2—Н), охлажденных в ковше, весом 4—6 *т* каждая. Результаты разделения сульфидной части файнштейна показывают возможность получения концентратов с показателями разделения, приведенными в табл. 39.

Таблица 39

Продукт	Содержание, %		$\beta_1 : \beta_2$	Распределение, %	
	Cu	Ni		Cu	Ni
Медный концентрат	*70—73*	*4—6*	*15—19*	*96—98*	*7—16*
Никелевый концентрат	3—4	63—66	23—26	2—4	84—93

При разделеннии файнштейна по упрощенной схеме, т. е. без магнитной сепарации сульфидных концентратов получаются продукты с показателями разделения, указанными в табл. 40.

Таблица 40

Продукт	Выход, %	Содержание, %			Распределение, %		
		Cu	Ni	Co	Cu	Ni	Co
Сплав	10	26	67	0,6	6	19	21
Никелевый концентрат	40	3,3	63	0,5	4	74	70
Медный концентрат	50	72	5	0,05	90	7	9

При разделении этого типа файнштейна получаются показатели близкие к полученным при разделении файнштейна охлажденного в заводских условиях.

Из замедленно охлажденных файнштейнов этого типа при магнитной сепарации сульфидных концентратов получаются продукты с распределением, приведенным в табл. 41.

Таблица 41

Продукт	Выход, %	Содержание, %			Распределение, %		
		Cu	Ni	Co	Cu	Ni	Co
Сплав	12—30	28—33	61—43	0,4	7—25	25—37	50
Никелевый концентрат	29—30	2,5—2,6	67—68	0,4	1,8—1,9	58—66	44
Медный концентрат	40—60	73—74	4—5	0,04—0,07	91—74	10—5	6

Выход сплава 30%, полученный при разделении пробы 2—Н, не является характерным, так как ковш, подготовленный для охлаждения этой пробы был ошлакован железистым шлаком и остывавший файнштейн обогатился магнетитом [1], повлекшим увеличение магнитного продукта почти вдвое против обычного его выхода.

Кроме перечисленных проб была подвергнута обогащению проба 4—Н. Эта проба не является типичной для плавильного цеха комбината вследствие низкого содержания серы (16%) и высокого выхода сплава. Интерес представляет вопрос разделения сульфидной части (слив классификатора) этой пробы, в которой соотношение меди к никелю около четырех. В процессе флотационного разделения этой пробы выяснилось, что для получения приемлемых продуктов обычного расхода ксантата недостаточно. Постепенное увеличение дозировки ксантата позволило значительно улучшить качество получаемых продуктов.

Достигнутые результаты разделения сульфидной части файнштейна могут быть охарактеризованы показателями, приведенными в табл. 42.

[1] Минераграфический анализ магнитного продукта, полученного в результате магнитной сепарации медного и никелевого концентратов, показал, что этот продукт в основном представлен сульфидами с тонкими включениями магнетита и сплава.

Таблица

Продукт	Содержание, %		$\beta_1 : \beta_2$	Распределение, %	
	Cu	Ni		Cu	Ni
Медный концентрат	75—76	1—2	75—38	96—98	5—7
Никелевый концентрат	6—7	63—64	9—11	2—4	93—95
Слив классификатора	60—57	15—18	4—3	—	—

Распределение металлов по трем продуктам при проведении разделе ния по упрощенной и полной технологической схеме показано в табл. 4

Таблица

Продукт	Содержание, %			Распределение, %		
	Cu	Ni	Co	Cu	Ni	Co
Никелево-медный сплав	29,10	67,80	0,20	12,1	52,5	38,0
Никелевый концентрат	5,87	65,26	0,25	2,2	44,8	41,4
Медный концентрат	76,50	1,28	0,04	85,7	2,7	20,6

Разделение с магнитной сепарацией сульфидных концентратов при ведено в табл. 44.

Таблица 4

Продукт	Содержание, %			Распределение, %		
	Cu	Ni	Co	Cu	Ni	Co
Никелево-медный сплав	37,56	52,29	0,17	23,1	59,7	49,1
Никелевый концентрат	4,87	66,12	0,22	1,5	38,0	32,2
Медный концентрат	76,52	1,27	0,04	75,4	2,3	18,7

Показатели разделения в этом случае значительно занижены необычайно высоким выходом сплава, что, вероятно, обязано передуву файнштейна.

Приведенные данные свидетельствуют о технической возможности разделения файнштейнов с высоким соотношением меди к никелю, с приемлемым составом получаемых продуктов и высокими показателями разделения.

Полупромышленные опыты разделения файнштейнов с повышенным содержанием меди, охлажденных как в обычных условиях, так и замедленно, показывают следующие результаты.

1. Сульфидная часть файнштейна при отрегулированном процессе устойчиво разделяется на медный и никелевый концентраты,

2. Содержание и потери никеля, а следовательно, и кобальта в медных концентратах получаемых при флотации медленно охлажденных файнштейнов несколько ниже, чем при флотации файнштейнов охлажденных в обычных условиях,

3. Полученные продукты разделения по своему составу близки продуктам, полученным в результате разделения файнштейнов комбината Североникель.

Б. Разделение сульфидированного файнштейна

По предложению Норильского комбината было испытано разделение файнштейна с повышенным содержанием серы и незначительным содержанием сплава. Для получения такого материала в рюмку, в которую предварительно загрузили около 200 *кг* серы, было залито 2 *т* нормального файнштейна и образовавшийся сернистый расплав был оставлен остывать. В результате этой операции получился материал с содержа-

нием серы 24,4% и медно-никелевого сплава 0,1%. Повышенное содержание железа в пробе (1,5%) и относительно малая масса остывшего материала сказались на раскристаллизации файнштейна и, собственно, на результатах последующей флотации. Реагентный режим, принятый при флотации нормальных файнштейнов, не позволил получить высоких показателей разделения. Лишь при повышенном расходе щелочи повлекшем, в свою очередь, увеличение расхода ксантата были получены приемлемые результаты разделения, приведенные в табл. 45.

Таблица 45

Продукт	Содержание, %		Распределение, %	
	Cu	Ni	Cu	Ni
Медный концентрат	67—69	4—8	96—97	7—12
Никелевый концентрат	2,5—3,3	66—67	3—4	88—93
Слив классификатора	38—39	32—33	—	—

Минералогический анализ медных концентратов, проведенный старшим минералогом Геологического Управления Норильского комбината О. М. Лобачевой, показал наличие довольно сложных сростков медных и никелевых минералов, чем и объясняется относительно высокое содержание никеля в медном концентрате.

Распределение основных компонентов приведено в табл. 46.

Таблица 46

Продукт	Выход, %	Содержание, %				Распределение, %			
		Cu	Ni	Co	Pt+Pd, *г/т*	Cu	Ni	Co	Pt+Pd, *г/т*
Сплав	0,1	31,58	57,01	0,26	1 520	0,1	0,2	0,1	0,3
Никелевый концентрат	45,5	2,84	67,02	0,43	621	3,2	92,4	87,8	57,1
Медный концентрат	54,4	70,62	4,50	0,05	388	96,7	7,4	12,1	42,6

Приведенные результаты свидетельствуют о принципиальной возможности разделения файнштейнов с повышенным содержанием серы на два продукта. Выход сплава в этом случае незначителен и не сказывается на показателях разделения. Кроме того концентрация платиноидов в сплаве невелика. Платиноиды распределяются в основном между сульфидными концентратами. Ограниченное количество сульфидированного файнштейна не дало возможности проверить полученные результаты при более длительной работе установки.

Результаты полупромышленных испытаний по разделению файнштейнов с повышенным содержанием меди полностью подтверждают данные, полученные предшествующими работами Ленинградского горного института и свидетельствуют о том, что:

1) разделение проходит с хорошими показателями надежно и устойчиво;

2) сульфидные концентраты, полученные при разделении всех испытанных проб, близки по составу (рис. 24);

3) потери никеля в медных концентратах, при примерно одинаковом составе сульфидных концентратов, пропорциональны выходу медного концентрата (рис. 25), в свою очередь зависящего от соотношения меди к никелю.

4. Железистые файнштейны

В целях повышения извлечения кобальта в файнштейн, представляет несомненный интерес изучение возможности разделения железистых недодутых файнштейнов. Для исследований были отобраны, в плавильном

цехе комбината Североникель, пробы недодутых файнштейнов, охлажденных в разных условиях (табл. 47).

Пробы от плавок 1—1 остывали в песчаной яме, причем пробы 192 и 196 остывали в плите при относительно большой массе 6—7

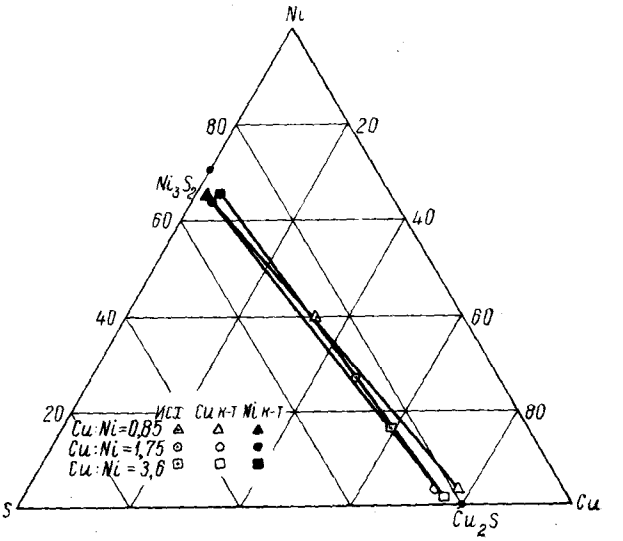


Рис. 24. Разделение сульфидной части файнштейна в зависимости от соотношения Cu : Ni

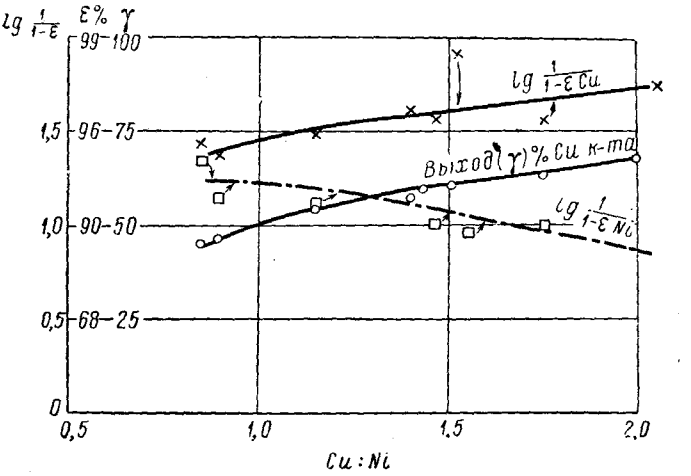


Рис. 25. Зависимость показателей разделения от Cu : Ni

а пробы от плавок 101, 102, 108, 138 и 1 остывали в небольшом количестве 150—200 *кг* каждая. Пробы от плавок 203—282 остывали в ошлакованном ковше при весе пробы от 1,5 до 4 *т*. От плавки 203, кроме того, была отобрана еще одна проба из песчаной ямы при толщине плиты 150—250 *мм* и весе 6—7 *т*.

Отобранные пробы файнштейнов были подвергнуты разделению флотацией и электромагнитной сепарацией в лабораторных и полузаводских условиях.

А. Лабораторные исследования

Лабораторные опыты разделения железистых файнштейнов были проведены в условиях близких к вышеописанным в опытах с нормаль-

Таблица 47

Номер плавки	Содержание, %			
	Cu	Ni	Fe	S
1	35,70	38,70	1,69	22,85
101	31,77	43,06	1,80	21,93
102	31,60	42,66	1,89	21,96
192	32,21	42,73	1,90	—
196	32,84	43,22	1,82	—
108	30,14	45,89	3,98	—
138	38,14	36,02	4,14	23,39
1	24,14	35,21	11,08	28,97
282	29,86	45,70	1,32	21,61
269	33,51	41,13	1,49	20,45
267	34,65	40,52	1,77	21,69
288	34,14	40,42	1,88	21,93
276	33,77	41,23	1,94	21,38
281	28,22	44,97	1,99	22,56
262	25,83	44,45	2,98	20,98
272	31,75	41,01	3,48	21,62
265	28,87	43,65	3,11	21,99
203	27,84	42,53	—	21,63

ными файнштейнами. Эти опыты показали, что результаты разделения зависят от содержания железа и ухудшаются с увеличением последнего. В файнштейнах с повышением содержанием железа резко понижается прямое извлечение и содержание меди в медных концентратах при одновременном увеличении содержания никеля. Соотношение меди к никелю в медных концентратах, полученных из этих файнштейнов, значительно ниже, чем в аналогичных концентратах, полученных при разделении маложелезистых файнштейнов. Хорошие по составу никелевые концентраты относительно легко получаются при содержании железа в файнштейнах приблизительно 4%.

Низкие результаты разделения объясняются, в первую очередь, тонкой структурой срастания компонентов и более сложным минералогическим составом — наличием тонко диспергированных сульфоферритов меди.

Возможность повышения крупности выделений, за счет более медленного охлаждения исходного расплава, не вызывает сомнений. Проведенные лабораторные опыты обогащения перекристаллизованного материала подтвердили это предположение. Даже проба 1, с содержанием железа около 11%, практически не поддававшаяся разделению, после расплавления и замедленного охлаждения, показала значительное улучшение в результатах разделения.

Чтобы проследить влияние крупности выделений были специально приготовлены пробы замедленно охлажденных файнштейнов. С этой целью при отборе проб недодутых файнштейнов, от плавки 108 было залито в песчаную яму небольшое количество (150—200 *кг*) расплавленного файнштейна и засыпано сверху слоем песка 250—300 *мм*, что дало некоторое замедление охлаждения. От плавки 203 проба весом 3—4 *т* была залита в ошлакованный ковш, что дало еще более замедленное остывание. Опыты флотации этих проб в ранее принятых условиях показали также значительное повышение показателей разделения.

Таким образом, увеличение крупности слагающих файнштейн компонентов позволило при разделении пробы, отобранной от плавки 203, получить вполне приемлемые по качеству сульфидные медный и никелевый концентраты. При разделении файнштейна (от плавки 108), замедленное остывание которого происходило быстрей пробы от плавки 203, получен примлемый по качеству медный концентрат, а содержание меди в никелевом концентрате осталось высоким. Повышение расхода ксан-

тата до 400 *г/т* и выше дало понижение содержания меди в никелевс концентрате до 4% и ниже, практически не меняя качества медно концентрата.

Приведенные результаты с достаточной убедительностью показываю что для получения приемлемых результатов при разделении железисть файнштейнов методами механического обогащения необходимо заме, ленное охлаждение, способствующее образованию более крупных выд лений сульфидов и сплава.

Полузаводские опыты разделения недодутых файнштейнов полность подтвердили эти выводы.

Б. Полупромышленные испытания

Полупромышленные испытания разделения недодутых файнштейно проводились на полузаводской установке комбината Североникель.

Отсутствие электромагнитных сепараторов, второй мельницы, а такж вспомогательного оборудования в 1948 г. позволило проверить в укруп ненном масштабе только флотационное разделение сульфидной част железистых файнштейнов.

Для исследований была отобрана проба (1) файнштейна с содержа нием железа 1,7%. Расплавленный файнштейн был залит в песчанук яму и на уже застывшую темную поверхность сделана засыпка песком толщиной 250 *мм*. Такая изоляция песком мало способствовала медлен ному охлаждению тем более, что сама масса остывшего файнштейна была невелика (толщина 75—125 *мм*).

Лабораторные опыты основной флотации, проведенные на материале этой пробы, показали, что при обычном реагентном режиме легко получается хороший никелевый концентрат. При извлечении никеля в никелевый концентрат 75% можно получить продукт с содержанием меди в нем 5,5% и никеля 68%. При снижении извлечения никеля до 70% можно получить никелевый концентрат с содержанием меди до 3%. Качество медного концентрата, даже в первые минуты флотации, остается низким. Введением перечисток понизить содержание никеля в нем также не удалось. Результаты этих опытов вполне согласуются с приведенными ранее результатами лабораторных исследований железистых файнштейнов.

Полупромышленные опыты проводились по двум принципиальным схемам:

а) с выводом промежуточного продукта,

б) в замкнутом цикле флотации.

В результате испытаний по этим схемам были получены продукты, приведенные в табл. 48

Приведенные результаты показывают, что при разделении этого типа файнштейнов вполне возможно получение приемлемых сульфидных никелевых концентратов. Однако качество медных концентратов невысокое. Содержание никеля в медных концентратах не падает ниже 9%.

Просмотр под микроскопом медных концентратов показал, что сульфиды никеля в них представлены сростками лишь на 30—50% и не менее половины общего количества сульфидов никеля находится в виде мелких свободных зерен. Возможно, что при надлежащем флотационном режиме большая часть таких свободных зерен не попадет в медный концентрат и, тем самым, улучшит его качество. Но на данной ступени изученности этого процесса повысить качество медного концентрата, при разделении этого типа файнштейнов, даже за счет значительного снижения извлечения меди не удалось.

Разделение замедленно остывших файнштейнов. Для проверки результатов разделения, полученных при проведении лабораторных опытов с замедленно охлажденными недодутыми файнштейнами, были отобраны пробы от десяти разных плавок недодутых файн-

Таблица 48

Серия	Продукт	Выход, %	Содержание, %		Распределение, %	
			Cu	Ni	Cu	Ni
Только основная флотация	Медный концентрат	54—66	52—60	9—12	~96	30—20
	Никелевый концентрат	45—34	~3	~70	~4	70—80
Схема 1	Медный концентрат	40	66—64	9—11	~75	~5
	Никелевый концентрат	40—45	5—6	67—68	~5	~75
	Промежуточный продукт	12—18	35—37	—	~20	12—18
Схема 2	Медный концентрат	~50	62—65	10—13	85—90	~20
	Никелевый концентрат	~50	7—9	63—64	15—10	77—80

штейнов. При отборе проб расплавленной файнштейн заливался в ошлакованный ковш, в котором и остывал. Детальные исследования возможности разделения были проведены на пробе, отобранной от плавки 203, а остальные пробы перерабатывались в выработанных условиях в течение шести восьмичасовых смен каждая.

По данным химического анализа исследуемая проба (от плавки 203) имела состав, указанный в табл. 49.

Таблица 49

Cu, %	Ni, %	Fe, %	Co, %	S, %
27,22	43,44	4,52	0,96	21,54

Исследования этой пробы также, как и в случае испытания рядовых нормально додутых файнштейнов, проводились в открытом и замкнутом циклах флотации.

Разделение с выводом оборотного продукта флотации. По этой схеме установка проработала на пробе железистого файнштейна тринадцать восьмичасовых смен. Результаты работы показали, что при разделении сульфидной части файнштейна можно получить показатели, приведенные в табл. 50.

Таблица 50

Продукт	Содержание, %		Распределение, %	
	Cu	Ni	Cu	Ni
Медный концентрат	66—68	5—4	95—93	5—3
Никелевый концентрат	1,3—1,6	66—68	2—3	85—80
Промежуточный продукт	6—20	60—45	4—10	15—20

Из полученных результатов видно, что суммарное извлечение никеля и кобальта в сплав и никелевый концентрат получается выше 85%, потери этих металлов в медном концентрате не превышают 5%, качество медных концентратов и извлечение меди в них высоки. Выход оборотного продукта при небольшом содержании меди составляет приблизительно 10%.

Для проверки устойчивости полученных результатов были проведены опыты разделения проб файнштейна, отобранных от различных плавок, т. е. с разной степенью додувки, отличающихся как по содержанию основных металлов и серы, так и железа. Каждая проба весом 1,5—2,5 т отбиралась в ошлакованный ковш, в котором и остывала.

Состав испытанных проб колеблется в пределах, указанных в табл. 51.

Таблица 51

Cu, %	Ni, %	Co, %	Fe, %	S, %
От 26	40	0,8	1,4	21
до 36	45	1,0	3,6	22

Результаты химического анализа этих проб приведены выше. Разделение их проводилось по схеме и реагентном режиме, принятом для ранее испытанных проб. Каждая проба подвергалась испытанию в непрерывном процессе длительностью 6—9 восьмичасовых смен.

На основе проведенных испытаний было установлено, что методами механического обогащения можно получить продукты с показателями разделения, указанными в табл. 52.

Таблица 52

Продукт	Содержание, %				Распределение, %			
	Cu	Ni	Co	Fe	Cu	Ni	Co	Fe
Медный концентрат	68—75	3—5	0,1—0,15	0,6—4,0	69—75	3—5	3—5	12—37
Промежуточный продукт	7—32	40—68	0,8—1,5	1—3	3—7	7—19	8—19	6—12
Никелевый концентрат	1,4—1,9	66—70	1,2—1,4	0,7—2,7	2—3	56—73	52—69	18—37
Сплав	16—20	58—70	1,4—1,9	4—11	6—12	14—23	16—30	32—51

Эти результаты (рис. 26—28) мало чем отличаются от приведенных ранее. Присоединение всего промежуточного продукта (расчетное) к никелевому концентрату показывает возможность при флотации в замкнутом цикле получения результатов аналогичных показателям при разделении проб 89/I, 89/II и 203/II.

Некоторое незначительное понижение содержания меди и никеля в соответствующих концентратах, полученных из проб железистых файнштейнов, возможно следует отнести за счет сульфоферритов, меди и никеля.

Потери никеля и кобальта в медных концентратах колеблются в пределах 3—5%. Эти потери могут быть понижены за счет получения более богатых медью медных концентратов, а следовательно, и за счет увеличения выхода оборотного продукта.

Таким образом, испытания разделения отдельных проб, взятых в разное время работы конверторного отделения плавильного цеха и отличающихся химическим составом, показали устойчивость результатов и надежность разделения файнштейнов методами механического обогащения.

Разделение в замкнутом цикле флотации. Полузаводские опыты разделения железистого файнштейна в замкнутом цикле флотации проводились в течение шести восьмичасовых смен. При разделении сульфидной части файнштейна получены показатели, приведенные в табл. 53.

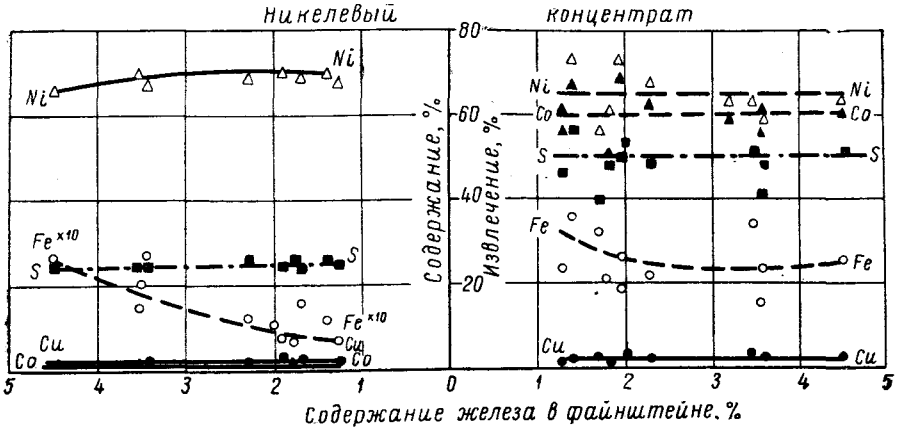


Рис. 26. Зависимость показателей разделения файнштейна от содержания железа в никелевом концентрате

Таблица 53

Продукт	Содержание, %		Распределение, %	
	Cu	Ni	Cu	Ni
Медный концентрат	66—68	5—3	96—90	6—3
Никелевый концентрат	2,3—2,8	66—68	5—6	94—96

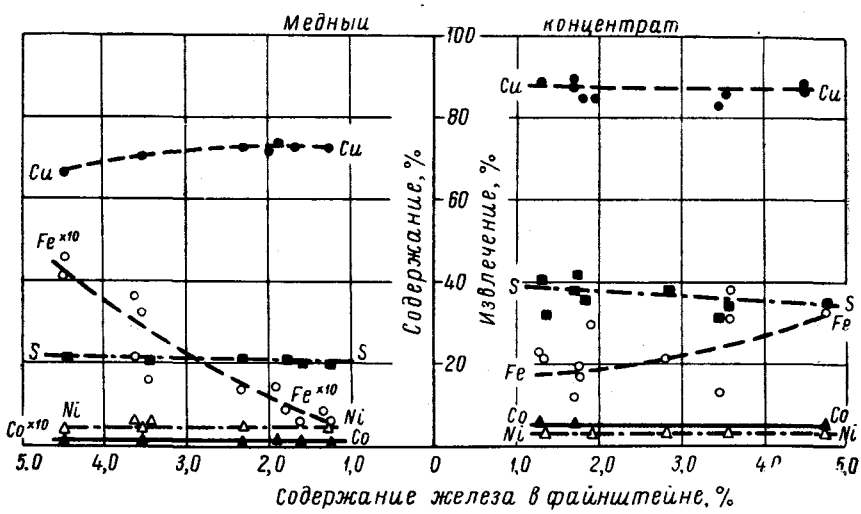


Рис. 27. Зависимость показателей разделения файнштейна от содержания железа в медном концентрате

Таким образом, суммарное извлечение металлов в сульфидные концентраты составляет приблизительно 190% при хороших показателях селекции и соотношении Ni : Cu в сливе классификатора 1,5; в медном концентрате 0,07; в никелевом концентрате 24.

Следует отметить, что оборот промежуточного продукта, полученного при перечистках медного концентрата почти не сказывается на качестве медных концентратов и лишь повышает содержание меди в никелевых концентратах против полученных в открытом цикле флотации с 1,3—1, до 2,3—2,8%. При этом как при железистых, так и при нормально охлажденных файнштейнах прямое извлечение никеля повышается на 15—20%.

Из распределения металлов по трем продуктам разделения видно, что результаты разделения железистого, замедленно охлажденного файн-

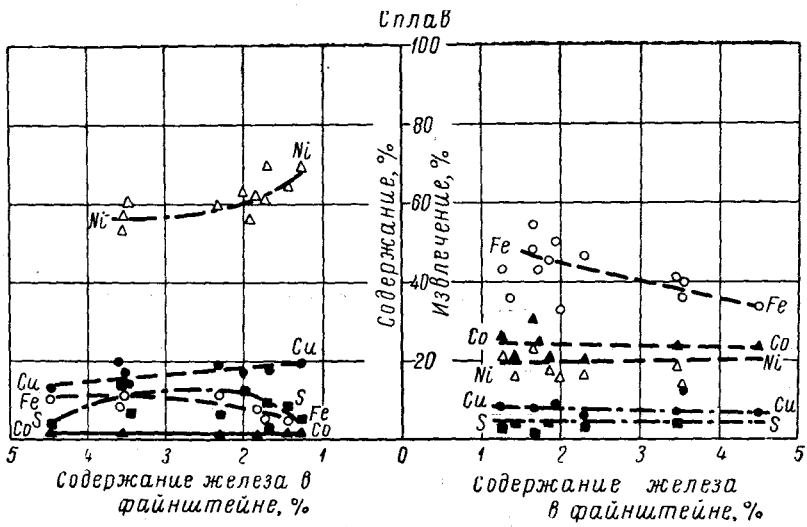


Рис. 28. Зависимость показателей разделения файнштейна от содержания железа в сплаве

штейна, отличаются от результатов разделения маложелезистого файнштейна только некоторым пониженным содержанием меди в медном концентрате и никеля в никелевом.

Суммарное извлечение никеля и кобальта в сплав и никелевый концентрат составляет 95% каждого при незначительных потерях металлов в медном концентрате. Отношение содержаний меди и никеля в медном концентрате получается выше 14 при извлечении меди порядка 88%.

На основании полученных результатов разделения файнштейнов с содержанием железа от 1,2 до 5% можно сделать следующие выводы.

1. При разделении файнштейнов с содержанием железа от 1,2 до 4% и остывавших в нормальных заводских условиях можно получить хорошие по качеству никелевые, но неудовлетворительные по качеству медные концентраты.

2. При разделении замедленно охлажденных файнштейнов с содержанием железа от 1,2 до 4% в открытом цикле флотации возможно получение прямого извлечения меди в медный концентрат 84—89%, извлечение никеля и кобальта в объединенный продукт (сплав) и сульфидный никелевый концентрат доходит до 88—90% для каждого металла, при высококачественных концентратах.

3. При разделении этого типа файнштейнов в замкнутом цикле флотации несколько повышается содержание меди (до 2,8%) в никелевых концентратах при извлечении никеля и кобальта в сплав и никелевый концентрат до 95—96%.

4. Приведенные результаты свидетельствуют о категорической необходимости замедленного охлаждения при разделении железистых файнштейнов.

5. Поведение металлов спутников при разделении файнштейна

Минераграфические и химические исследования файнштейнов, а также продуктов их разделения, показали благоприятное с технологической точки зрения поведение металлов спутников (кобальт, платиноиды) при разделении файнштейна на три продукта: медный и никелевый сульфидные концентраты и металлический сплав.

А. Поведение кобальта

Приведенные выше результаты разделения медно-никелевых файнштейнов как маложелезистых, так и с повышенным содержанием железа показали, что кобальт следует за никелем. Сказанное наглядно иллюстрируется рис. 29, где повышенному содержанию меди в медных концентратах соответствует пониженное содержание никеля и кобальта и наоборот. При разделении в замкнутом цикле флотации кобальт концентрируется в сплаве и сульфидном никелевом продукте. Так при разделении маложелезистых файнштейнов комбината Североникель получаются результаты, указанные в табл. 54.

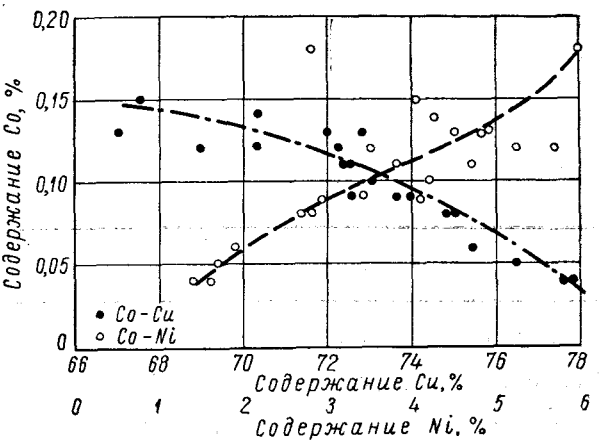


Рис. 29. Взаимосвязь содержания Co с Cu и Ni в медных концентратах

В случае разделения медленно охлажденных файнштейнов с повышенным содержанием железа распределение кобальта остается аналогичным (табл. 55).

Таблица 54

Продукт	Содержание, %		Распределение, %	
	Co	Ni	Co	Ni
Медно-никелевый сплав	1,8—1,9	68—70	24—29	21—23
Никелевый концентрат	1,3—1,4	67—68	67—68	72—73
Медный концентрат	0,11—0,18	4—6	5—8	4—6

Таблица 55

Продукт	Содержание, %		Распределение, %	
	Co	Ni	Co	Ni
Медно-никелевый сплав	1,6	70	26	22
Никелевый концентрат	1,2	65—68	69	74
Медный концентрат	0,13	3—5	5	3

Таким образом, извлчение кобальта в сплав и никелевый концентрат составляет 92—95%.

При разделении файнштейна Норильского комбината распределен кобальта, благодаря повышенному содержанию меди в файнштейн получается несколько иным (табл. 56).

Таблица

Продукт	Выход, %	Содержание, %	Распределение, %
		Co	Co
Медно-никелевый сплав	10—22	0,60—0,20	21—38
Никелевый концентрат	19—40	0,47—0,25	41—70
Медный концентрат	50—59	0,05—0,04	9—21

Наиболее высокие потери кобальта в медном концентрате (21%), при очень низком содержании, соответствуют выходу этого концентрата (приблизительно 60%).

При разделении по полной технологической схеме, т. е. с перечисткой сульфидных концентратов магнитной сепарацией получаются результаты приведенные в табл. 57.

Таблица 57

Продукт	Выход, %	Содержание, %	Распределение, %
		Co	Co
Медно-никелевый сплав	16—30	0,42—0,17	31—50
Никелевый концентрат	16—31	0,45—0,22	32—60
Медный концентрат	40—54	0,03—0,05	6—19

Содержание кобальта в медных концентратах практически одинаковое, а потери кобальта в этих концентратах пропорциональны их выходам.

Приведенные результаты еще раз свидетельствуют о приуроченности кобальта к никелю и о возможности извлекать в никелевый концентрат и сплав приблизительно 95% кобальта при соотношении меди к никелю в исходном файнштейне менее единицы. В случае более медистых файнштейнов, при равном практически содержании кобальта в медном концентрате, потери его в этом концентрате увеличиваются.

Б. Поведение платиноидов

Для установления распределения платиноидов при разделении медно-никелевых файнштейнов были проанализированы на платиноиды продукты разделения балансовых опытов при обогащении проб файнштейнов, получаемых в комбинатах Североникель и Норильском. Результаты исследований приведены ниже.

1. Распределение платиноидов в продуктах разделения файнштейнов комбината Североникель

Для выяснения влияния скорости охлаждения на распределение платиноидов при механическом обогащении файнштейнов были проанализированы продукты разделения двух проб файнштейна, отобранных от одной плавки. Одна проба охлаждалась в заводских условиях, а другая замедленно в ковше. Кроме того были проанализированы продукты разделения медленно охлажденного файнштейна с повышенным содержанием железа.

Результаты анализа этих продуктов показывают (при разделении файнштейнов комбината Североникель) распределение платиноидов по продуктам (табл. 58).

Таблица 58

Продукт	Содержание, г/т		Распределение, %	
	Pt	Pd	Pt	Pd
Никелево-медный сплав	40—100	478—682	96—98	92—99
Никелевый концентрат	не анализировано	следы—13	—	до 8
Медный концентрат		1—4	—	1

Анализ продуктов разделения проб замедленно охлажденного файнштейна и охлажденного в заводских условиях показал некоторое повышение извлечения платиноидов в никелево-медный сплав, полученный из медленно охлажденного файнштейна.

2. Распределение платиноидов в продуктах разделения файнштейнов Норильского комбината

Разделение файнштейнов Норильского комбината проводилось по двум вариантам одной принципиальной технологической схемы:

1. По упрощенной схеме, без магнитной сепарации сульфидных концентратов. В этом случае магнитный продукт выделялся только из песков классификатора, в которые переходила наиболее крупная часть сплава, накапливающаяся в цикле измельчения. Этот сплав содержит минимальное количество сростков с сульфидами и содержание серы в нем не превышает 2—3%. Разделяя файнштейн по этому варианту схемы можно получить результаты по сумме платиноидов, приведенные в табл. 59.

Таблица 59

Продукт	Содержание, г/т	Распределение, %
	Pt+Pd	Pt+Pd
Никелево-медный сплав	1630—5120	84—97
Никелевый концентрат	38—150	2—14
Медный концентрат	13—17	1—3

Относительно пониженное содержание платиноидов (1630 *г/т*) и повышенное извлечение (97%) падает на сплав, полученный из пробы передутого файнштейна, содержание серы в котором 16%, а выход крупного сплава составил 22%. Наиболее высокое содержание платиноидов (5 *кг/т*) получено в сплаве, выделенном из пробы файнштейна с наиболее высоким содержанием платиноидов (0,5 *кг/т*) в исходном файнштейне. Среднее содержание платиноидов, по остальным пробам, в сплаве составляет 3 *кг/т* при выходе его приблизительно 10%.

2. При разделении по полной технологической схеме, т. е. с магнитной сепарацией сульфидных концентратов, извлечение платиноидов возрастает при одновременном увеличении выхода сплава и повышении содержания серы в нем до 7—13% (табл. 60).

Таблица 60

Продукт	Содержание, г/т	Распределение, %
	Pt+Pd	Pt+Pd
Никелево-медный сплав	1010—3030	95—98
Никелевый концентрат	16—26	1—4
Медный концентрат	6—9	1—2

Относительно пониженное содержание в сплаве платиноид (1010 *г/т*) получено при разделении той же пробы (4-Н). Среднее содержание платиноидов в сплаве, получаемом при разделении файнштейнов по этой схеме, следует считать приблизительно 1300 *г/т*.

Поведение платиноидов при разделении сульфидированного файнштейна (проба 5-Н) получается совершенно иное. Выход сплава в этом случае ничтожен. Платиноиды, как это видно из табл. 61, практически поровну распределяются по сульфидным концентратам. [1]

Таблица

Продукт	Содержание, *г/т*	Распределение, %
	Pt+Pd	Pt+Pd
Никелево-медный сплав	1520	0,3
Никелевый концентрат	621	57,1
Медный концентрат	388	42,6

Приведенные данные с несомненностью свидетельствуют о приуроченности платиноидов к металлической фазе файнштейна.

3. Проблема переработки никелево-медного сплава

Как показали многочисленные результаты лабораторных и полупромышленных испытаний в никелево-медном сплаве концентрируются практически все платиноиды и от 30 до 50% кобальта. Такая концентрация ценных спутников является чрезвычайно благоприятной, так как она может облегчить и повысить их извлечение.

Однако повышенное содержание меди в сплаве (приблизительно 20%) усложняет его переработку. Принципиально возможны следующие пути переработки сплава.

1. Электролиз сплава. При этом благородные металлы сконцентрируются в анодном шламе, кобальт перейдет в раствор. Недостаток этого пути переработки — большие расходы никеля на очистку растворов от меди.

2. Снижение содержания меди в сплаве путем окислительного обжига и последующего выщелачивания большей части меди раствором серной кислоты. Недостаток способа — введение дополнительных операций обжига и выщелачивания.

3. Уменьшение количества сплава и некоторое снижение содержания меди в нем путем сульфидирования переплавкой с серой. Недостатком способа является необходимость расходывания элементарной серы, которая в процессе сульфидирования будет в значительной части бесполезно выгорать.

4. Обработка сплава карбонильным процессом. При этом можно получать сразу качественный никель, а в остатке вместе с медью будут сконцентрированы все платиноиды.

Все эти способы были испытаны и дали вполне удовлетворительные технологические показатели разделения сплава. Наиболее обещающим является процесс карбонильной обработки сплава. В настоящее время Институт Гипроникель ведет детальные укрупненные испытания для получения технологических показателей, могущих быть положенными в основу технологического проекта.

V. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Химическое и минераграфическое исследования вещественного состава и крупности выделений структурных составляющих медно-никеле-

[1] Наличие большого количества платиноидов в сульфидных продуктах следует объяснить эмульсионными включениями сплава в сульфидах.

вых файнштейнов дали основание для предположения о возможности их разделения методами механического обогащения на три продукта: медный сульфидный, никелевый сульфидный и никелево-медный сплавы. В последнем установлена практически полная концентрация платиноидов.

2. Проведенными в течение ряда лет лабораторными и полупромышленными испытаниями проб файнштейнов, отобранных на наших заводах при различном режиме работы конверторов, доказана техническая возможность разделения файнштейна флотацией и электромагнитной сепарацией с высокими и вполне устойчивыми показателями.

3. В процессе работы установлено, что для разделения файнштейнов необходимы: степень измельчения (по сливу классификатора) до 100%—325 меш., время агитации, основной флотации и перечисток по 20—30 минут. Расход реагентов зависит в значительной степени от условий подачи их в пульпу. В среднем можно принять: расход ксантата 1—1,5 *кг/т*, крезола 50 *г/т*. В случае подачи крезола в виде 20% спиртового раствора (75 *г/т*) расход ксантата может быть снижен до 0,3 *кг/т*. Расход щелочи в измельчение 3—4 *кг/т*, а во второй перечистке медного и никелевого концентратов — 2 *кг/т*.

4. Рядовые заводские файнштейны, охлаждавшиеся в обычных условиях конверторных цехов, разделяются флотацией удовлетворительно. Однако несколько более высокие и, самое главное, более устойчивые результаты получаются при обработке материала, остывавшего в условиях замедленного охлаждения.

5. При флотационном и электромагнитном разделении маложелезистых файнштейнов, содержавших железа менее 1%, а меди и никеля примерно в равных соотношениях (1 : 1; 0,8 : 1), в замкнутом цикле обработки получаются показатели, приведенные в табл. 62.

Таблица 62

Продукт	Выход %	Содержание, %			Распределение, %		
		Cu	Ni	Co	Cu	Ni	Co
Медный концентрат	45—46	72—73	4 – 6	0,11—0,18	89 – 90	4—6	5—8
Никелевый концентрат	40—41	2—3	67—68	1,3—1,4	3—4	72—73	67 – 68
Никелево-медный сплав	13—14	18—19	68—70	1,8—1,9	7—8	21—23	28—24

Таким образом, получается медный концентрат с соотношением меди к никелю около 14 при извлечении меди в нем до 90%. Никель и кобальт концентрируются в никелевом сульфидном продукте и сплаве. Никелевый сульфидный концентрат имеет отношение никеля к меди свыше 20.

6. При разделении файнштейнов с более высоким отношением меди к никелю (1,5 : 1; 2,0 : 1) в замкнутом цикле обработки, потери никеля в медных концентратах возрастают пропорционально выходу медного концентрата (табл. 63).

Таблица 63

Продукт	Выход %	Содержание, %			Распределение, %		
		Cu	Ni	Co	Cu	Ni	Co
Медный концентрат	50—59	71—74	4—6	0,03—0.04	85—90	6—10	6—12
Никелевый концентрат	29—31	2 – 4	67—68	0,26 – 0,47	1—2	63—66	51 – 60
Никелево-медный сплав	12—18	28—35	54—62	0,26—0,42	7—14	25—29	31—41

Следовательно, и при обогащении более медистых файнштейнов, медные и никелевые концентраты получаются высокого качества. Прямое

извлечение меди в медном концентрате остается около 90%, а ник в соответствуюших концентратах 90—94%. Извлечение кобальта значительно пониженном исходном содержании его составляет 88—9(

7. Железистые (недодутые) файнштейны с содержанием железа 4% отличаются более сложным вещественным составом и менее чет дифференциацией структурных составляющих. Их разделение метода механического обогащения возможно лишь при условии замедленн охлаждения, что способствует укрупнению слагающих файнштейн стр турных компонентов. При этом условии железистые файнштейны мо быть разделены методами механического обогащения с показателя приведенными в табл. 64.

Таблица

Продукт	Выход, %	Содержание, %			Распределение, %		
		Cu	Ni	Co	Cu	Ni	C
Медный концентрат	35	66—68	3—5	0,13	88	3	5
Никелевый концентрат	51	2,5—3,0	65—68	1,2	5	74	69
Никелево-медный сплав	13—15	12	70	1,6	7	22	26

8. При разделении файнштейнов методами механического обогащ ния платиновые металлы в основном нацело (свыше 90%) концентр руются в магнитном продукте — никелево-медном сплаве. Такая концен трация ценных спутников в продукте с небольшим выходом (15%) п зволяет упростить и повысить извлечение платиновых металлов пр переделе файнштейна.

Уменьшение количества никелево-медного сплава для последующег передела может быть осуществлено путем его сульфидирования и после дующего повторного обогащения. Сульфидирование путем сплавлени сплава с элементарной серой или с роштейном позволят сократить коли чество сплава в любых пределах.

Под руководством профессора Н. С. Грейвера в Ленинградском гор ном институте были проведены опыты гидрометаллургической обработк сплава, показавшие возможность удаления из него значительной част меди. Одновременно Институтом Гипроникель была разработана и про ведена схема переработки сплава карбонил процессом. Таким образом техническая возможность переработки сплава и извлечение платиноидов в настоящее время не вызывают сомнений.

9. В результате проведенных лабораторных и полупромышленных исследований был разработан новый отечественный метод разделения медно-никелевых файнштейнов, более эффективный и, несомненно, более дешевый по сравнению с применяемыми в настоящее время.

С 1951 г. новый способ внедрен на Норильском комбинате, где уже более года файнштейны успешно разделяются методом флотации. Внедрение этого процесса на Норильском комбинате полностью подтвердило все результаты исследований и дало значительный экономический эффект.