УДК 622.78

А.В.ОГАРКОВ, М.П.ДАНИЛОВ
Горно-металлургический опытно-исследовательский центр ЗФ ОАО «ГМК «Норильский никель», Норильск

РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ТЕРМИЧЕСКОЙ СЕГРЕГАЦИИ РУДНЫХ СУЛЬФИДНЫХ КОНЦЕНТРАТОВ В РАСПЛАВЕ

Выполнены лабораторные опыты по термической сегрегации в расплаве промышленных пирротинового и никелевого концентратов. Измельчение и магнитная сепарация пульпы позволили разделить продукт на магнитный сплав и хвосты сепарации. Выход магнитного сплава составил 50-60 %, а извлечение компонентов в него достигало, %: Ni 90-94; Co 92-94; S 5-6. Предложена технологическая схема, позволяющая при плавке переводить более 90 % железа из оборотного конвертерного шлака в малосернистый штейн, а затем при магнитно-флотационном разделении охлажденного штейна железо вместе с серой удалять в виде бедного сульфидного продукта. При переработке около 1 млн т/год никелевого концентрата выбросы сернистого ангидрида в атмосферу могут быть снижены по сравнению с действующей технологией на 440 тыс. т/год.

The laboratory experiments on thermal segregation of industrial pyrrhotite and nickel concentrates in melt have been performed. Grinding and magnetic separation of slurry made it possible to separate a product into a magnetic alloy and separation tailings. Magnetic alloy yield amounted to 50-60 %, and recovery of the components into the alloy reached was as follows: Ni 90-94 %; Co 92-94 %; S 5-6 %. A process circuit has been proposed. This circuit allows to extract more than 90 % of iron from recycle converter slag into a low-sulfur matte when smelting and then, in magnetic-flotation separation of the cooled matte, to withdraw iron with sulfur as a poor sulfide product. Sulfur dioxide emissions into the air (while treating about 1 M tons/year of a nickel concentrate) may be decreased by 440 kilotons/year compared to the emissions caused by the currently used technology.

На предприятиях ЗФ ОАО «ГМК «Норильский никель» при пирометаллургической переработке рудных концентратов железо в виде оксидов удаляют в шлаки, а серу в виде сернистого ангидрида выбрасывают в атмосферу. Одной из альтернативных технологий, с пониженным образованием оксидов серы, является процесс термического обогащения рудного концентрата, при котором серу удаляют в виде сульфида железа – троилита. Процесс термического обогащения основан на восстановительном обжиге твердой шихты из пирротинового концентрата и оксидов железа, при котором никель и кобальт выделяются из кристаллической решетки пирротина в железоникелевый сплав. При последующей магнитной сепарации магнитный сплав отделяют от сульфида железа, коллектирующего серу. Исследование с помощью микрозондового и оптического анализов позволило установить, что причиной низкой селективности магнитной сепарации являются малые размеры частиц сплава (до 10 мкм) и наличие большого количества сростков частиц сплава с сульфидами.

Из практики переработки файнштейна известно, что крупные кристаллы металлического сплава и сульфидов получают при замедленной кристаллизации и охлаждении слитков файнштейна. Следовательно, возможно получение более крупных зерен железоникелевого сплава и сульфидов при проведении процесса сегрегации в металлизированном сульфидном расплаве, а не в твердой фазе.

Изучение диаграмм состояния системы Fe – Ni – Cu – S показывает, что при охлаждении металлизированного расплава первым кристаллизуется железоникелевый сплав (S < 1 %). Медь из малосернистого расплава кристаллизуется преимущественно в виде

борнита Cu_5FeS_4. Оставшаяся сера расплава связывается в сульфид железа и выделяется в виде троилита, который обеднен ценными компонентами.

Эту закономерность подтверждает микрозондовый анализ образцов промышленных металлизированных штейнов. Результаты анализа показали, что металлизированные штейны состоят из зерен: пирротиновой фазы, пирротин-пентландитовой фазы, железоникель-кобальтового сплава, борнитовой фазы и вюстита. Было установлено, что по сравнению с зернами пирротина зерна железоникель-кобальтового сплава обогащены никелем в 12 и кобальтом в 10 раз, а зерна борнита обогащены медью в 31 раз.

С целью определения показателей процесса сегрегации сульфидных концентратов в расплаве и были выполнены настоящие исследования. Опыты по термической сегрегации в расплаве проводили на рядовых промышленных концентратах: пирротиновом и пирротин-пентландитовом (никелевом концентрате). Объем производства этих концентратов составляет более 60 % от всей массы рудных концентратов, перерабатываемых на предприятиях ЗФ ОАО «ГМК «Норильский никель».

Для опытов готовили шихту из концентрата, окиси железа марки Ч и древесного угля. Металлизацию штейна при плавке регулировали дозировкой в шихту окиси железа и древесного угля. Шихту плавили в алундовых тиглях под керамическими крышками, выдерживали расплав 30 мин при 1300 °С для гомогенизации и охлаждали со скоростью 50 °С/ч. Полученные слитки дробили до крупности −5 мм и измельчали в стержневой мельнице с периодической классификацией на сите 0,045 мм. По окончании измельчения ковкие частицы сплава класса +0,045 мм присоединяли к классу −0,045 мм, а пульпу сепарировали на магнитном анализаторе УМ-1Т при напряженности магнитного поля 16-80 тыс.А/м. Магнитный концентрат и хвосты взвешивали и анализировали на содержание цветных металлов, железа и серы. Рассчитанные по результатам химического анализа и массе продуктов показатели процесса термической сегрегации в расплаве пирротинового и никелевого концентратов после разделения их магнитной сепарацией представлены в таблице.

Выход магнитного сплава в опытах достигал 60 %, а извлечение компонентов в магнитный концентрат составило, %: Ni 90-94; Co 92-94; S 5-6. Магнитный сплав представлял собой ковкие частицы неправильной формы размерами 1-9 мм, что позволяло бо́льшую часть сплава выделять в ходе измельчения и классификации пульпы на сите.

Показатели процесса термической сегрегации в расплаве пирротинового и пирротин-пентландитового концентратов

Показатель	Выход от суммы сплав + штейн, %	Массовая доля компонентов в продукте, %					Извлечение в продукт от суммы сплав + штейн, %				
		Ni	Cu	Co	Fe	S	Ni	Cu	Co	Fe	S
Никелевый концентрат		4,84	2,35	0,179	39,38	24,79					
Продукты магнитной сепарации											
Магнитный сплав	60,2	3,44	0,75	0,13	92,96	0,87	93,7	42,2	94,2	66,6	4,6
Сульфидные хвосты	39,8	0,35	1,56	0,01	70,42	27,10	6,3	57,8	6,0	33,4	95,4
Коэффициент распределения металлов между сплавом и хвостами		9,87	0,48	10,42	1,32	0,032					
Пирротиновый концентрат		3,17	1,53	0,146	44,6	27,6					
Продукты магнитной сепарации											
Магнитный сплав	50,6	2,87	0,45	0,13	94,59	1,57	90,4	29,6	91,9	58,4	5,7
Сульфидные хвосты	49,4	0,31	1,10	0,01	69,05	26,70	9,6	70,4	8,1	41,6	94,3
Коэффициент распределения металлов между сплавом и хвостами		9,17	0,41	11,10	1,37	0,059					

Масса серы в магнитном сплаве составляла от 200 до 455 кг на 1 т цветных металлов, что близко к значению этого показателя в промышленном файнштейне (около 340 кг на 1 т цветных металлов). На основании проведенных исследований предложена следующая технологическая схема.

Концентрат после операций сгущения и фильтрации окатывают, подвергают сушке и используют в качестве компонента шихты. Шихту из окатышей, угля, жидкого и твердого феррит-кальциевого конвертерного шлака плавят в печах рудно-термической плавки (РТП), получая малосернистый штейн (15-20 % серы) и отвальный шлак. Выход железа в малосернистый штейн при плавке превышает 90 %, что обеспечивает получение бедных шлаков, %: Ni < 0,05; Cu < 0,07 и Co < 0,01. Массовая доля окиси кальция в шлаке достигает 30 %. Это позволяет при грануляции получать шлак, обладающий вяжущими свойствами, который пригоден для использования в закладочных бетонных смесях вместо цемента.

Малосернистый штейн охлаждают, измельчают, подвергают магнитной сепарации и флотации, после которых получают три продукта: бедный сульфидный продукт (в который извлекают до 95 % серы); борнитовый медный концентрат и железоникелевый сплав (в который извлекают: 90-94 % Ni и Co и более 98 % платиновых металлов).

Железоникелевый сплав направляют на конвертирование. Процесс конвертирования железоникелевого сплава будет протекать без образования сернистого ангидрида, поскольку вся масса серы сплава прочно связана в сульфиды цветных металлов и полностью переходит в файнштейн. Процесс конвертирования железоникелевого сплава сопровождается выделением большого количества тепла, которого достаточно для использования известняка в качестве флюса и получения оборотного феррит-кальциевого конвертерного шлака.

Все пирометаллургические операции выполняют на действующем оборудовании никелевого завода. Для выполнения охлаждения, дробления, измельчения, магнитного и флотационного разделения штейна потребуется приобретение дополнительного оборудования и строительство производственных помещений.

По результатам лабораторных испытаний выполнен технологический расчет, который показал, что плавильных мощностей никелевого завода достаточно для переработки около 1 млн т/год никелевого концентрата. В этом случае выбросы сернистого ангидрида в атмосферу могут быть снижены по сравнению с переработкой никелевого концентрата по действующей технологией на 440 тыс.т/год.

Эффективность внедрения технологии на никелевом заводе состоит в снижении затрат на строительство цеха по утилизации сернистого ангидрида. Дополнительный положительный эффект может быть получен при использовании гранулированного высококальциевого шлака печей РТП в качестве замены цемента при приготовлении бетонных смесей для закладки горных выработок.