

На правах рукописи

Рябушкин Максим Игоревич



**РАЗВИТИЕ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ
НИКЕЛЕВОГО ПОРОШКА ТРУБЧАТЫХ ПЕЧЕЙ
ДЛЯ ПОСЛЕДУЮЩЕЙ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ
ПУТЕМ ХЛОРНОГО ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ И
ЭЛЕКТРОЭКСТРАКЦИИ НИКЕЛЯ**

*Специальность 2.6.2. Metallургия черных, цветных
и редких металлов*

**Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук**

Санкт-Петербург – 2024

Диссертация выполнена в Обществе с ограниченной ответственностью «Институт Гипроникель».

Научный руководитель:

доктор технических наук, профессор

Цымбулов Леонид Борисович

Официальные оппоненты:

Садыхов Гусейнгулу Бахлул оглы

доктор технических наук, федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, «Лаборатория проблем металлургии комплексных руд им. академика И.П. Бардина» (лаб. №1), заведующий лабораторией;

Кузас Евгений Александрович

кандидат технических наук, общество с ограниченной ответственностью «Научно-исследовательский центр «Гидрометаллургия», научно-технический отдел, начальник.

Ведущая организация - акционерное общество «Научно-исследовательский и проектный институт обогащения и механической обработки полезных ископаемых «Уралмеханобр», г. Екатеринбург.

Защита диссертации состоится **24 декабря 2024 г. в 15:00** на заседании диссертационного совета ГУ.5 Санкт-Петербургского горного университета императрицы Екатерины II по адресу: 199106, г. Санкт-Петербург, 21-я В.О. линия, д.2, **аудитория № 1163**.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Санкт-Петербургского горного университета императрицы Екатерины II и на сайте www.spmi.ru.

Автореферат разослан 24 октября 2024 г.

УЧЕНЫЙ СЕКРЕТАРЬ
диссертационного совета



НИКОЛАЕВА
Надежда Валерьевна

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

В 2019 году технология получения катодного никеля на АО «Кольская ГМК» была существенным образом изменена и на смену процесса с плавкой восстановленного никелевого порошка на никелевые аноды и последующим их электрорафинированием пришла более современная технология хлорного выщелачивания никелевого порошка с последующей электроэкстракцией с нерастворимыми анодами. Новая технология характеризуется меньшими операционными издержками, более высоким извлечением ценных компонентов, улучшением качества катодного металла и меньшей экологической нагрузкой на окружающую среду.

Первоначально предполагалось, что пирометаллургическая ветка технологии, включающая окислительный обжиг никелевого концентрата от разделения фэйштейна в печах кипящего слоя (КС), восстановительный обжиг огарка в трубчатых вращающихся печах (ТВП) и простейшую схему магнитной сепарации (МС) восстановленного никелевого порошка обеспечит его требуемое качество для последующего хлорного выщелачивания. Однако сразу после пуска новой гидрометаллургической ветки технологии были выявлены проблемы нестабильного качества никелевого порошка. В процессе пускового периода технологии хлорного выщелачивания было установлено, что несмотря на высокую степень металлизации никелевого порошка, направляемого на выщелачивание, достаточно критичными являются и другие критерии его качества. К этим критериям относятся: гранулометрический состав, содержание в порошке SiO_2 и С.

Таким образом, в связи с возросшими требованиями к качеству никелевого порошка, необходимо было произвести верификацию технологии окислительного обжига в печах КС, восстановительного обжига в ТВП, МС восстановленного никелевого порошка, выявить причины получения порошка ненадлежащего качества и подобрать рациональные технологические параметры.

Степень разработанности темы исследования

Значительный вклад в разработку технологии получения никелевого порошка из никелевого концентрата от разделения фэйштейна путем окислительного обжига в печах КС и последующего

твердофазного восстановления в ТВП внесли такие советские, российские и зарубежные ученые как: А.А. Байков, Б.И. Бондаренко, О.А. Есин, П.В. Гельд, Г.И. Чуфаров, А.Ф. Астафьев, Н.И. Гельперин, С.Е. Люмкис., Л.Л. Чермак, Л.Ш. Цемехман, В.В. Клементьев, П.С. Серегин, S. Eketorp, E. Turkdogan, E.A. Utigard.

Однако обзор литературных данных показал, что имеющейся информации недостаточно для понимания того, как получить никелевый порошок необходимого для хлорного выщелачивания качества по гранулометрическому составу и содержанию в нем SiO_2 и С.

Объект исследования. В настоящей работе объектами исследований являются сульфидный никелевый концентрат от разделения файнштейна, а также продукты его пирометаллургической переработки и магнитной сепарации.

Предмет исследования. В настоящей работе предметами исследования являются процессы переработки никелевого концентрата: окислительный обжиг, восстановительный обжиг, магнитная сепарация.

Цель работы – развитие технологии переработки никелевого концентрата от разделения файнштейна с получением никелевого порошка, полностью пригодного для технологии хлорного выщелачивания с последующей электроэкстракцией никеля.

Идея работы – на основе термодинамического моделирования, анализа работы технологических переделов, а также детального исследования фазового состава продуктов технологической схемы выявить и устранить причины:

- нестабильности гранулометрического состава никелевого порошка в зависимости от режимов окислительного и восстановительного обжига;
- накопления SiO_2 в технологической схеме;
- повышенных концентраций SiO_2 и С в никелевом порошке на стадии магнитной сепарации.

Поставленная в диссертационной работе цель достигается посредством решения нижеуказанных **задач**:

1. Выполнить термодинамический анализ окислительного и восстановительного обжига применительно к условиям взаимодействия в промышленных печах.

2. Установить механизм накопления диоксида кремния в технологической цепочке.

3. Уточнить рациональные параметры восстановительного обжига в лабораторных условиях.

4. Определить рациональные параметры процесса окислительного обжига в печах КС и восстановительного обжига в ТВП по результатам промышленных испытаний.

5. Выявить и устранить причины получения никелевого порошка с некондиционным содержанием диоксида кремния и углерода при анализе работы участка МС.

6. Произвести технико-экономическую оценку мероприятий по совершенствованию технологии.

Научная новизна

1. На основе термодинамического моделирования окислительного обжига никелевого концентрата от разделения фэйнштейна и восстановительного обжига образующегося никелевого огарка установлена зависимость тепловых эффектов процессов от исходных технологических параметров (химического состава шихты, параметров дутья и пр.).

2. В результате исследований продуктов технологии пирометаллургической переработки никелевого концентрата от разделения фэйнштейна методами растровой электронной микроскопии и рентгеноспектрального микроанализа установлен механизм накопления в никелевом порошке наиболее проблемной примеси – диоксида кремния.

3. Выявлен механизм образования спеченных конгломератов при восстановительном обжиге огарка в трубчатых вращающихся печах, определена взаимосвязь гранулометрического состава конгломератов и их прочности от параметров процесса.

4. Определена зависимость эффективности магнитной сепарации никелевого порошка и содержания в нем SiO_2 и С от крупности исходного питания, величины магнитной индукции и частоты вращения барабана сепаратора.

Соответствие паспорту специальности

Полученные научные результаты соответствуют паспорту специальности 2.6.2. Metallургия черных, цветных и редких металлов по следующим пунктам:

- 4. Термодинамика и кинетика металлургических процессов;
- 16. Твердофазные процессы в получении черных, цветных и редких металлов;
- 17. Пирометаллургические процессы и агрегаты.

Теоретическая и практическая значимость

1. Теоретическая значимость работы заключается в установлении зависимости тепловых эффектов процессов окислительного обжига никелевого концентрата и восстановительного обжига никелевого огарка от исходных технологических параметров на основе термодинамического моделирования, в выявлении механизма образования спеченных конгломератов при восстановительном обжиге огарка в трубчатых вращающихся печах, а также в определении зависимости эффективности магнитной сепарации никелевого порошка и содержания в нем диоксида кремния и углерода от крупности исходного питания, величины магнитной индукции и частоты вращения барабана-сепаратора.

2. На основании установленного механизма накопления в технологической схеме диоксида кремния, приводящего к многократному увеличению его концентрации в никелевом порошке и росту выхода остатка хлорного растворения, разработаны мероприятия и определен канал вывода ряда оборотных материалов из технологической схемы производства никеля.

3. В результате выполненных исследований процесса восстановления огарка в трубчатых вращающихся печах в промышленных условиях экспериментально подтверждено избыточное потребление твердого восстановителя. Показано, что его расход может быть снижен на 10% с экономическим эффектом 18,484 млн. руб./год.

4. На основании исследований разработана новая технологическая схема участка магнитной сепарации, позволяющая увеличить извлечение никеля в никелевый порошок с 98,3 до 99,9% и снизить его потери на 359 т/год. При инвестиционных затратах на модернизацию участка в 0,567 млрд. руб. дополнительная стоимость товарной продукции составит 6,455 млрд. руб./год, дисконтированный срок окупаемости – 3,2 года.

5. Получены акты о внедрении результатов проведенного диссертационного исследования от 01.12.2023, подтверждающие реализацию результатов работы.

Методология и методы исследования

Термодинамическое моделирование производилось при использовании программного пакета FactSage. Лабораторные исследования процесса восстановительного обжига проводились в трубчатой печи. Промышленные испытания процессов окислительного обжига в печах КС и восстановительного обжига в ТВП выполнялись на действующем производстве рафинировочного цеха АО «Кольская ГМК». Опытно-промышленные испытания процесса магнитной сепарации проводили на установках НПО «Эрга». Для исследований состава и строения технологических продуктов применялись методы химического анализа, растровая электронная микроскопия (Tescan 5130MM) с системой микроанализа INCA (Oxford Instruments, UK).

Основные защищаемые положения

1. Термодинамическое моделирование окислительного обжига никелевого концентрата и восстановительного обжига огарка позволяет эффективно прогнозировать процессы, происходящие в обжиговых печах и может быть использовано в алгоритмах систем управления этими процессами.

2. Исследование поведения SiO_2 в технологической схеме производства никеля в совокупности с изучением форм его нахождения в продуктах технологических переделов, позволило установить причины, степень накопления и определить каналы вывода нежелательной примеси.

3. Промышленные испытания обжига никелевого концентрата в печах КС и восстановления никелевого огарка в ТВП в широком диапазоне составов и параметров, позволили выявить причины и механизм образования конгломератов и подобрать рациональные технологические параметры ведения процесса на этих переделах.

4. Результаты опытно-промышленных испытаний МС никелевого порошка позволили оптимизировать гранулометрический состав питания, характеристики магнитной сепарации и усовершенствовать технологическую схему введением операции контрольной перемешки, обеспечив существенный рост извлечения никеля.

Степень достоверности результатов исследования подтверждается их соответствием современным представлениям о механизме физико-химических процессов, протекающих при окислении, последующем восстановлении и разделении на магнитную (МФ) и немагнитную фракцию (НМФ) продуктов при переработке никелевого концентрата от разделения фанштейна, применением современных методов исследований, оборудования и программного обеспечения, а также соответствием результатов моделирования и лабораторных исследований результатам, полученным в ходе опытно-промышленных и промышленных испытаний.

Апробация работы

Результаты работы докладывались на международной научной конференции "MELTS" (г. Екатеринбург, 2021 г.), на международной научно-практической конференции «Российская наука в современном мире» (г. Москва, 2024 г.), на международной научно-практической конференции «Научно-технический прогресс: информация, технологии, механизм» (г. Стерлитамак, 2024 г.), заседаниях НТС ПАО «ГМК «Норильский Никель» и АО «Кольская ГМК» (2020-2023 гг.), а также научных семинарах ООО «Институт Гипроникель» (г. Санкт-Петербург, 2023 г.).

Личный вклад автора состоит в анализе существующей ситуации на производстве, постановке исследовательских задач, необходимых для исправления ситуации, обработке, анализе и обобщении полученных результатов исследований, а также подготовке публикаций.

Публикации. Основные результаты диссертации приведены в 9 научных работах, в том числе в 5 статьях, опубликованных в журналах, входящих в международную базу данных и систему цитирования Scopus. Получен 1 патент.

Объем и структура работы. Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, библиографического списка и приложений. Диссертация изложена на 182 страницах машинописного текста, содержит 82 рисунка, 50 таблиц, список литературы из 203 наименований.

Благодарности

Автор выражает глубокую благодарность и искреннюю признательность научному руководителю член.-корр. РАЕН, д.т.н., проф. Цымбулову Л.Б., за творческую помощь при выполнении работы к.т.н., Пахомову Р.А., а также коллективу сотрудников ООО «Институт Гипроникель» за содействие при проведении диссертационного исследования.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность работы, ее научная и практическая ценность, сформулированы цели и задачи исследований, изложены положения, выносимые на защиту.

В первой главе рассмотрена история трансформации технологии переработки никелевого концентрата от разделения фэйштейна, проведен анализ современных представлений о восстановительных процессах, рассмотрены методы магнитной сепарации материалов.

Во второй главе представлено используемое в исследованиях, приборное оборудование, программное обеспечение, лабораторные и укрупненные установки.

Третья глава включает термодинамическое моделирование процессов окислительного и восстановительного обжига.

В четвертой главе приведены результаты лабораторных и промышленных исследований по окислительному и восстановительному обжигу. Изучено влияние доли вводимого восстановителя на процессы накопления SiO_2 и С. Определен механизм и установлены причины образования спеченных конгломератов в ТВП.

Пятая глава посвящена исследованию процесса разделения продукта ТВП методами МС. По результатам разработана технологическая схема, определен экономический эффект от ее реализации.

Заключение отражает общие выводы и рекомендации по результатам исследований и промышленных испытаний в соответствии с поставленными целями и решенными задачами.

Основные результаты отражены в следующих защищаемых положениях:

1. Термодинамическое моделирование окислительного обжига никелевого концентрата и восстановительного обжига огарка позволяет эффективно прогнозировать процессы, происходящие в обжиговых печах и может быть использовано в алгоритмах систем управления этими процессами.

Термодинамический анализ является важнейшей составной частью разработки новых и совершенствования действующих металлургических процессов. Термодинамические расчеты окислительного обжига никелевого концентрата выполнены для условий, моделирующих процесс обжига в печах КС. Состав никелевого концентрата, % масс: Ni–64,7; Cu–5,2; Fe–2,9; Co–1,4; S–24,0; O–0,6.

Из практики обжига никелевого концентрата в печах КС хорошо известно, что температура обжига должна поддерживаться в пределах 1050 – 1120°C. С применением термодинамического комплекса FactSage выполнена оценка зависимости теплового эффекта обжига от состава шихты (концентрат+оборотная пыль), который изменяли в широком диапазоне, обеспечивая значительные колебания содержания серы в питании: от 15,0 до 18,8% масс. Зависимость теплового эффекта обжига от содержания серы в шихте, загружаемой в печь КС показана на рисунке 1.

Суммарный тепловой эффект процессов значительно изменяется в зависимости от содержания серы в шихте. Температура меняется в широком диапазоне: от 889 до 1135°C. Следовательно, поддерживая содержание серы в шихте в диапазоне 17,1-18,4% можем обеспечить сохранение температурного диапазона (1050-1120°C), который обеспечивает гранулометрический состав огарка, удовлетворяющий требованиям для последующего восстановительного обжига. При температуре ниже 1050°C процесс характеризуется повышенным пылевыносом и большим выходом мелких фракций огарка (отсутствие агломерации). При температуре выше 1120°C процесс агломерации получает существенное развитие с образованием нежелательных конгломератов, вплоть до получения подовой настыли.

Так как S в шихте печей КС зависит от соотношения никелевого концентрата, оборотной пыли и оборотов гидromеталлургии, может быть рекомендован способ управления процессом, включающий:

- контроль содержания серы в шихте с применением потокового онлайн анализатора;

- программу-советчик управления процессом, основанную на алгоритме термодинамического моделирования, рассчитывающего в режиме онлайн материальный и тепловой баланс процесса на основе данных потокового анализатора.

Как и для печей КС, поддержание температуры в определенных пределах важно и для восстановительного обжига огарка в печах ТВП. Оптимальным является диапазон 1050-1150°C. Состав никелевого огарка для термодинамического моделирования был следующим: % масс: Ni – 66,6; Cu – 4,9; Fe – 3,6; Co – 1,7; S – 0,02; SiO₂–0,38; MgO–0,02; CaO–0,05; Al₂O₃ – 0,1. Производительность по огарку – 15 т/час, производительность по углю варьировали в пределах от 1,4 до 2,9 т/ч. На рисунке 2 представлены результаты расчета восстановительного обжига от расхода угля и содержания СО в отходящих газах.

Как видно из представленных графиков, расход угля, и содержание СО в отходящих газах оказывает значительное влияние на тепловой эффект процесса. Поскольку оба параметра являются контролируемыми в условиях действующего производства, на основе термодинамического моделирования может быть разработан алгоритм эффективного управления температурным режимом ТВП.

2. Исследование поведения SiO₂ в технологической схеме производства никеля в совокупности с изучением форм его нахождения в продуктах технологических переделов, позволило установить причины, степень накопления и определить каналы вывода нежелательной примеси.

Ключевыми требованиями, предъявляемыми новой технологией хлорного выщелачивания к никелевому порошку, стало поддержание заданного гранулометрического состава в определенных пределах, а также минимизация содержаний SiO₂ и С в магнитной фракции порошка. Основные требования к восстановленному порошку представлены в таблице 1. Среди шлакообразующих компонентов SiO₂ является наиболее проблемной примесью.

Анализ составляющих шихты печей КС и ТВП показал, что SiO₂ в технологическую цепочку поступает по трем основным кана-

лам: с никелевым концентратом, с оборотными материалами, вводимыми в КС и с твердым восстановителем в ТВП. Аналитические методы позволили оценить общую долю SiO_2 , вносимого в технологический процесс, а исследования продуктов методами РЭМ и РСМА позволили определить фазовый состав и размеры частиц, содержащих SiO_2 . В таблице 2 представлено распределение содержания SiO_2 в продуктах и исходных материалах.

По результатам проведенной работы определены несколько типов и форм силикатной составляющей, участвующей в обороте (см. рисунок 3).

К основным типам силикатной составляющей относятся:

Тип I - шлаковые частицы, пришедшие вместе с никелевым концентратом в переработку, незначительно обогащены цветными металлами;

Тип II - частицы зольной составляющей без явных признаков плавления и не содержащие примеси цветных металлов;

Тип IIIa - плавленные структуры не гомогенизированного шлака с примесями цветных металлов, крупностью не более 10 мкм.

Тип IIIб - крупные плавленные частицы шлака. В сравнении с **Тип IIIa** обогащены оксидами Fe, Ni, Cu, Co;

Тип IV - частицы восстановителя высокой чистоты или с включениями зольной составляющей углей.

На схеме показано, что часть немагнитных частиц попадает в готовый магнитный продукт. В пробе магнитной фракции встречаются типы IIIa (основной), II, IIIб и IV, которые при хлорном растворении накапливаются в оборотных продуктах гидрометаллургического передела и передаются обратно в печи КС. В свою очередь оборотные продукты в печи КС подвергаются тепловому воздействию и превращаются из обособленных частиц в крупные плавленные силикаты и гетерогенные фазы, содержащие цветные металлы. При этом фракционный состав последних может не превышать первых микрон. В результате SiO_2 накапливается в технологической схеме. Результаты расчетов накопления SiO_2 показаны на рисунке 4.

Как видно из графика, если все оборотные продукты и НМФ трубчатых печей возвращаются в печи КС и ТВП, то содержание SiO_2

в никелевом порошке стабилизируется на уровне 4,5%, а выход оборотов гидрометаллургических переделов – на уровне 8,5-9%, что существенно выше регламентных показателей.

Таким образом, необходимо полностью исключить из оборота НМФ, используемую повторно в качестве восстановителя, и основные оборотные материалы с высоким содержанием SiO₂. Каналом вывода для оборотов и НМФ стало головное плавильное производство ПАО ГМК «Норильский Никель» - Надеждинский завод.

3. Промышленные испытания обжига никелевого концентрата в печах КС и восстановления никелевого огарка в ТВП широком диапазоне составов и параметров, позволили выявить причины и механизм образования конгломератов и подобрать рациональные технологические параметры ведения процесса на этих пирометаллургических переделах.

Подбор рациональных условий работы печей КС и ТВП осуществляли в результате промышленных испытаний при изменении состава сырья и технологических параметров. Акцент в испытаниях сделан на выявление причин спёкообразования.

На образование спёков в ТВП в значительной мере влияет работа предыдущего передела – печей КС и гранулометрический состав поступающего огарка. На рисунке 5 представлено изменение доли мелких классов (-0,2 мм) в огарке печей КС в зависимости от изменения содержания серы в шихте, поступающей на обжиг.

Рост мелких классов в огарке печи КС находится в противофазе с серой в шихте, так как со снижением содержания серы, снижается температура в печи и, следовательно, ухудшается агломерация (укрупнение) частиц огарка. Содержание серы в шихте регулируется, загрузкой в печь КС оборотной пыли, характеризующейся существенно более низкой концентрацией серы, чем концентрат.

Рост выхода тонких фракций огарка (-0,2 мм) приводит к увеличению спёков в ТВП, что проиллюстрировано на рисунке 6, где показан рост объема спёков, который соответствует периодам увеличения выхода тонких классов (-0,2 мм) в огарке, свыше 6%отн.

На рисунке 6 благоприятным интервалом является период с 19.07.21 16:00 по 21.07.21 12:00, где образование спёков не превышало 1 т/ч, а доля тонких классов в огарке КС не превышала

2-4% отн. К увеличенному спёкообразованию относятся периоды, где выход конгломератов превышает 2 т/ч при производительности ТВП по металлическому порошку 11,5-13,5 т/ч.

Помимо роста спёков в отмеченных на рисунке 6 периодах, анализ гранулометрического состава металлизированного порошка показал, что рост спёков сопровождался и возрастанием тонких классов в металлизированном порошке свыше 10% отн. Микроструктуры спеченной массы представлены на рисунке 7.

Анализ микроструктур образцов конгломератов показал несколько механизмов спекания металлических частиц ты:

1. Связывание металлического порошка плавленной силикатной массой на основе оксидов кремния и алюминия в соотношении 2,5/1-3,5/1 с добавками оксида натрия (см. рисунок 7 б).

2. Образование не гомогенизированной плавленной силикатной массы, схожей с продуктами гидрометаллургии, которая содержит оксиды натрия и загружается в печь КС (см. рисунок 7 в).

3. Прямое сплавление металла на загрузке ТВП за счет локального перегрева при избытке восстановителя (см. рисунок 7 г).

Избыток восстановителя, его интенсивное горение, а также рост температуры в ТВП способствует развитию образования конгломератов. Такой вывод согласуется с наблюдениями в процессе промышленного эксперимента, а также по результатам исследований методами РЭМ и РСМА и произведенным термодинамическим расчетам тепловой работы ТВП. Последние показали значительный рост температуры с увеличением расхода угля.

Наиболее стабильным составом продуктов ТВП является период с 19.07 по 21.07, который сопровождался контролируемым снижением расхода угля при сохранении показателей степени металлизации порошка не ниже 96% отн., результаты на рисунке 8.

Представленные данные показывают, что возможно сохранить степень металлизации на уровне 96% отн., при рационализации подачи угля. Это приводит к снижению выхода НМФ до 2-4% отн., а СО в отходящих газах поддерживается на уровне 01-0,4% об. По результатам испытаний сформированы следующие рекомендации:

По окислительному обжигу. Вести контроль равномерной загрузки оборотной пыли и оборотов для поддержания серы в шихте не

менее 17% масс., что обеспечит эффективное укрупнение тонких классов оборотов и снизит количество конгломератов в ТВП.

По восстановительному обжигу. Контроль за расходом подаваемого угля. Установлено, что избыточный расход угля (2,3 т/ч) не влияет на степень металлизации, но:

- увеличивает температуру в печи и, следовательно, растет выход спеченных конгломератов;

- увеличивает выход НМФ и снижает качество МФ за счет увеличения содержания в ней С и золы угля (SiO_2).

Уточнение параметров работы печей КС и ТВП позволит снизить долю мелких классов в огарке печей КС с 10-12% до 2-4% и выход спеченных конгломератов с 20-25% до 5-6%, что в сочетании с совершенствованием схемы магнитной сепарации обеспечит требуемое качество никелевого порошка.

4. Результаты опытно-промышленных испытаний МС никелевого порошка позволили оптимизировать гранулометрический состав питания, характеристики магнитной сепарации и усовершенствовать технологическую схему введением операции контрольной перечистки, обеспечив существенный рост извлечения никеля.

Для отделения никелевого порошка в рафинировочном цехе АО «Кольская ГМК» применяется сухая магнитная сепарация (МС). Технологический аудит действующей схемы МС показал, что она неэффективна. Для оценки работы основной магнитной сепарации и подбору рациональной технологической схемы использовалась проба никелевого порошка ТВП, содержащая, % масс.: Ni – 79,6; Cu – 4,8; Fe – 3,7; S – 0,036; C -1,4; SiO_2 – 0,98.

В ходе опытно-промышленных испытаний проба каждого класса крупности подвергалась МС в магнитных полях с индукцией барабана сепаратора: 0,18 Тл; 0,12 Тл; 0,08 Тл. На рисунке 9 представлена общая схема экспериментов 1-го и 2-го этапов исследования.

Результаты тестов показывают снижение извлечения Ni в магнитный продукт со снижением магнитной индукции в независимости от крупности питания. При этом снижение магнитной индукции повышает эффективность удаления SiO_2 , в тоже время рост крупности пи-

тания снижается эффективность удаления SiO_2 и С. В среднем, снижение эффективности разделения при повышении крупности с 0,5 мм до 1 мм снижается на 1-2% для С и на 2-4% для SiO_2 и с 0,5 мм до 2 мм снижается на 5-7% для С и на 0-4% для SiO_2 . Результаты основной магнитной сепарации показали, что применение одностадийной схемы работы не позволяет получать высококачественный продукт, с высоким извлечением никеля, необходим передел контрольной сепарации.

Испытания по работе контрольной магнитной сепарации проводились в три этапа. На первом этапе имитировали работу текущей схемы переработки, но с контрольной сепарацией. На втором этапе проверялась работа двухстадийной схемы переработки при классе крупности -1,0 мм. На третьем этапе проводились исследования с классом крупности -2,5 мм. Химический состав исследуемых проб трех этапов представлен в таблице 3.

Сравнение показателей работы обогатительных аппаратов при разделении на два продукта (МФ и НМФ) проводилось исходя из эффективности обогащения E по формуле Ханкока-Луйкена (1):

$$E = (\varepsilon - \gamma_k) / (100 - \alpha) \cdot 100 \quad (1)$$

Где ε – извлечение целевого компонента в концентрат, %; γ_k – выход концентрата, %; α – содержание целевого компонента в исходном питании, %.

Результаты балансовых расчетов и эффективность процесса разделения балластных частиц представлены на рисунках 10-12.

Как видно из рисунка 10, показатели разделения основной МС существенно ухудшаются при переходе на класс крупности -10 мм, доля С в МФ растет в 3-5 раз до содержания 0,6% масс., а показатели эффективности удаления С и SiO_2 снижаются с 97,5% отн. и 50,6% отн. до 87,7% отн. и 30,5% отн., соответственно. В тоже время отмечается рост концентрации Ni в НМФ при уменьшении крупности исходного питания, извлечение никеля в МФ снижается с 99,9% отн. до 98,0% отн. при переходе на класс крупности -1 мм.

Представленные на рисунке 11-12 результаты показывают, что при работе основной сепарации на 0,12 Тл показатели разделения несколько выше, чем при использовании более сильного магнитного поля 0,18 Тл, т.е. эффективность удаления С и SiO_2 выше при

сохранении показателей разделения никеля. Изменение скорости вращения барабана контрольной сепарации практически не влияет на показатели разделения. На основании выполненных исследований разработана двухстадийная схема магнитной сепарации (см. рисунок 13).

Анализ данных позволяет оценить годовые показатели переработки никелевого порошка, определить доли потерь и произвести сравнение текущей и перспективных схем МС, результаты расчетов представлены в таблице 4.

Таким образом, в результате совершенствования схемы МС и введения дополнительной контрольной перемычки сумма безвозвратных потерь никеля снизится на 359 т/год.

В сочетании с совершенствованием технологий окислительного и восстановительного обжига модернизация участка магнитной сепарации позволит увеличить выпуск товарной продукции в стоимостном выражении на 6,455 млрд. руб./год при затратах в 0,567 млрд. руб. и дисконтированном сроке окупаемости – 3,2 года.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Диссертация предлагает решение актуальной научной задачи по развитию технологии получения никелевого порошка, полностью пригодного для последующей переработки по технологии хлорного выщелачивания. В рамках данного исследования был проведен комплекс теоретических и экспериментальных исследований процессов окислительного обжига никелевого концентрата, восстановительного обжига огарка и магнитной сепарации никелевого порошка.

По результатам выполнения диссертационной работы сделаны следующие выводы и рекомендации:

1. Выполнен термодинамический анализ окислительного обжига никелевого концентрата и восстановительного обжига огарка с получением никелевого порошка. Установлена зависимость между тепловым эффектом процесса и содержанием серы в шихте для обжига в печах КС и тепловым эффектом процесса, и расходом угля для обжига в печах ТВП. Показано, что на основе термодинамического моделирования может быть разработан алгоритм эффективного управления температурными режимами печей КС и ТВП.

2. Изучено поведения SiO_2 в технологической цепи: «окислительный обжиг-восстановительный обжиг-магнитная сепарация». Определены основные источники поступления SiO_2 в технологический процесс. На основании исследований продуктов технологической схемы методами РЭМ-РСМА установлен механизм и степень накопления SiO_2 в никелевом порошке. Показано, что при отсутствии канала вывода оборотов из технологической схемы содержание SiO_2 в магнитной фракции никелевого порошка может вырасти до 4,5% масс., а выход оборотов - до 8-9%, т.е. многократно выше регламентных значений. В связи с этим даны рекомендации по каналам вывода оборотных материалов из технологической схемы.

3. В результате промышленных испытаний в технологической цепи: «окислительный обжиг – восстановительный обжиг» сформулированы следующие рекомендации по рациональному ведению процесса:

3.1 Контроль за равномерностью подачи оборотных материалов с целью обеспечения содержания серы в шихте печей КС не менее 17%, что обеспечит эффективную агломерацию тонких классов оборотных материалов и снижение выхода спеченных конгломератов.

3.2 Контроль за расходом подаваемого угля. Целесообразно отказаться от практики избыточного расхода угля, так как это:

- увеличивает температуру в печи и, следовательно, растет выход спеченных конгломератов;

- увеличивает выход немагнитной фракции и снижает качество магнитной фракции за счет роста содержания в ней С и SiO_2 .

Установлено, что расхода угля может быть снижен минимум на 10% отн., без снижения степени металлизации, что дает экономию 18,484 млн. руб./год.

Оптимизация параметров работы печей КС и ТВП на основе сформулированных рекомендаций позволит снизить долю мелких классов в огарке печей КС с 10-12% до 2-4% и выход спеченных конгломератов с 20-25% до 5-6%, что в сочетании с совершенствованием схемы магнитной сепарации позволит стабилизировать технологический процесс хлорного выщелачивания N порошка.

4. На основании проведенных опытно-промышленных испытаний магнитной сепарации предложена новая технологическая

схема, включающая основную и контрольную магнитную сепарацию. Рекомендуемыми параметрами новой схемы являются:

- крупность питания -2,5 мм;
- поле магнитной индукции основной сепарации 0,12 Тл при частоте вращения барабана 90 об/мин;
- поле магнитной индукции контрольной сепарации 0,18 Тл при частоте вращения барабана в пределах 55-75 об/мин.

При рекомендуемых параметрах извлечение Ni в МФ составляет 99,9%, показатели эффективности удаления C и SiO₂ в немагнитную фракцию 95,3% отн. и 32,2 % отн., соответственно, что обеспечивает их регламентные содержания в никелевом порошке.

Предложенные усовершенствования пирометаллургических переделов и магнитной сепарации показали свою высокую инвестиционную привлекательность. При инвестиционных затратах в 0,567 млрд. руб. дополнительная стоимость продукции составит 6,455 млрд. руб./год, дисконтированный срок окупаемости – 3,2 года.

5. Основные задачи, сформулированные в работе, решены полностью, достигнута цель проводимого исследования.

6. Дальнейшее развитие технологии получения никелевого порошка должно быть направлено на разработку алгоритмов и последующую автоматизацию систем управления печами КС и ТВП, что позволит стабилизировать происходящие в печах процессы и улучшить достигнутые в настоящем исследовании технологические показатели.

СПИСОК ОСНОВНЫХ РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Публикации в изданиях, входящих в международную базу данных и систему цитирования Scopus:

1. **Рябушкин, М.И.** Поведение SiO₂ при реализации новой технологии переработки никелевого концентрата от разделения фанштейна на предприятии АО «Кольская ГМК» / М.И. Рябушкин, Р.А. Пахомов Л.Б. Цымбулов, Ю.А. Савинова // -М. изд. «Руда и Металлы». - Цветные металлы. - 2021. - № 12. - С. 14-24.

2. **Рябушкин, М.И.** Анализ работы и модернизация участка магнитной сепарации в новой технологии переработки никелевого концентрата в АО «Кольская ГМК». Часть 1 / М.И. Рябушкин,

А.Л. Романов, Р.А. Пахомов Л.Б. Цымбулов // -М. изд. «Руда и Металлы». - Цветные металлы. - 2022. - № 3. - С. 60-68.

3. **Рябушкин, М.И.** Анализ работы и модернизация участка магнитной сепарации в новой технологии переработки никелевого концентрата в АО «Кольская ГМК». Часть 2 / М.И. Рябушкин, А.Л. Романов, Р.А. Пахомов Л.Б. Цымбулов // -М. изд. «Руда и Металлы». - Цветные металлы. – 2022. - № 4. - С. 12-19.

4. **Рябушкин, М.И.** Термодинамическое моделирование окислительного обжига никелевого концентрата от разделения фэйштейна в печах кипящего слоя / В. А. Попов, М.И. Рябушкин, Р.А. Пахомов, Л. Ш. Цемехман // -М. изд. «Руда и Металлы». - Цветные металлы. -2022. - № 4. – С. 20-26.

5. **Рябушкин, М.И.** Анализ работы пирометаллургического участка по получению металлизированного никелевого порошка на АО «Кольская ГМК» / М.И. Рябушкин, Р.А. Пахомов Л.Б. Цымбулов, С.С. Озеров // -М. изд. «Руда и Металлы». - Цветные металлы. -2022. - № 11. - С. 17-25.

Патент:

6. Патент № 2 789 528 Российская Федерация, МПК C22B 11/00 (2006.01); C22B 7/00 (2006.01); C22B 3/04 (2006.01); C22B 1/06 (2006.01); B03D 1/012 (2006.01). Способ переработки промпродуктов, содержащих драгоценные металлы, полученных при производстве катодного никеля (варианты): № 2022118403: заявл. 06.07.2022: опубл. 06.02.2023 / М.А. Ласточкина, Т.В. Вергизова, А.Ю. Четверкин, М.И. Калашникова, **М.И. Рябушкин** // заявитель Публичное акционерное общество «Горно-металлургическая компания «Норильский никель», Общество с ограниченной ответственностью «Институт Гипроникель», Акционерное общество «Кольская горно-металлургическая компания». - 18 с.: ил.

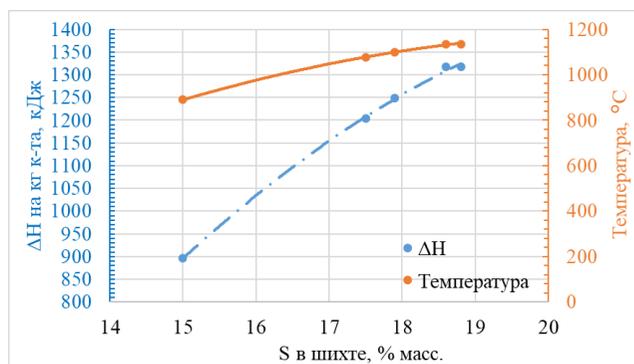


Рисунок 1 – Зависимость теплового эффекта обжига от содержания серы в шихте, загружаемой в печь КС

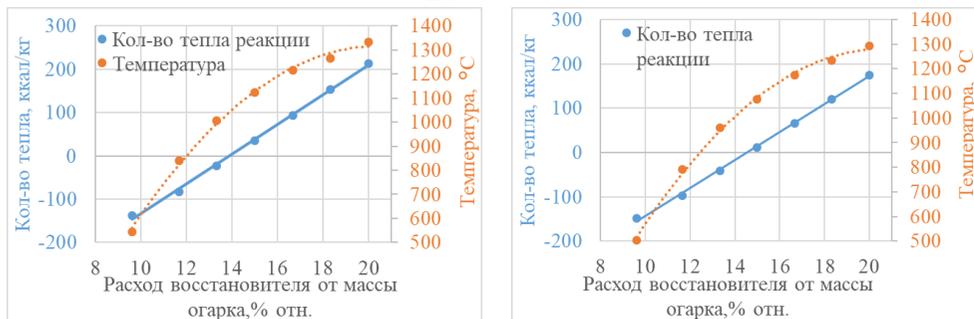


Рисунок 2 – Зависимость теплового эффекта и температуры обжига от процента твердого восстановителя при концентрации в отходящих газах: а-СО=1,5% об.; б-СО=3,0% об.

Таблица 1 - Требования к восстановленному никелевому порошку

Компонент	Разм-ть	Требование к продукции (регламентные показатели)
Ni	% масс.	86,50
SiO ₂		0,61
C		0,11
Степень металлизации	% отн.	не менее 96,6
Крупность порошка	мм	-2,5+0,2

Таблица 2 – Распределение SiO₂ в продуктах рафинировочного цеха

Статья	Разм-ть	Ник. конц-т	Оборот. мат-лы	Тверд. восс-ль
Содержание SiO ₂	% масс.	0,16	0,38-0,66 (0,47)	1,0-1,3 (1,15)
Распределение SiO ₂ по переделам	% отн.	13,9	27,0	59,1

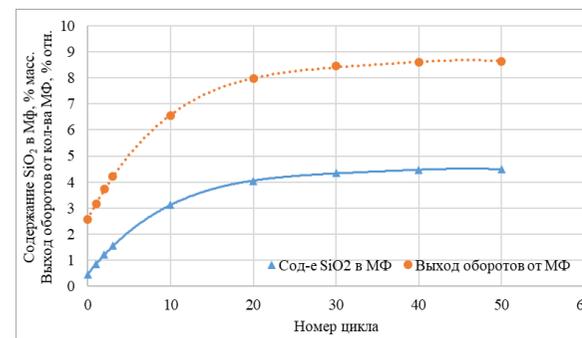


Рисунок 4 – Зависимость содержания SiO₂ в магнитной фракции (МФ) и выхода оборотов гидрометаллургических переделов (% отн. от количества МФ) в зависимости от итерации

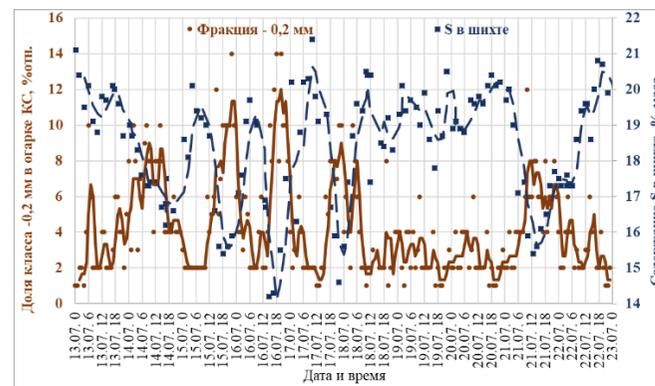


Рисунок 5 - Доля тонкого класса (-0,2мм) в печи КС, и содержание серы в шихте, поступающей на окисление в печи КС

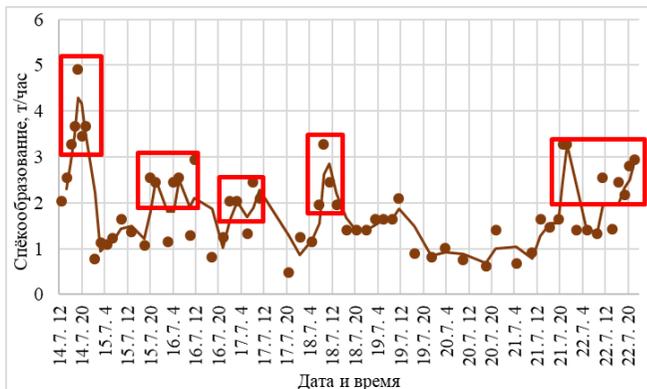


Рисунок 6 – Выгрузка спеченной массы из трубчатой печи в период промышленных испытаний

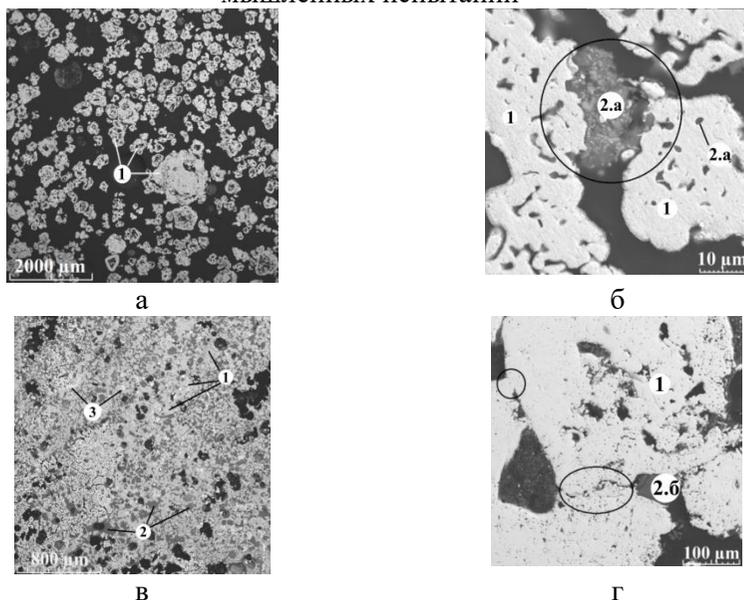


Рисунок 7 – Изображение микроструктуры проб спёков
 а – общий вид пробы; б – тип связи отдельных частиц силикатным связующим; в – сплавление отдельных частиц; г – гетерогенная силикатная масса. (1 – металлическая фаза; 2а – плавленые силикатные массы; 2б – реликтовые силикатные минералы без признаков плавления, 3 – силикаты на основе никеля)

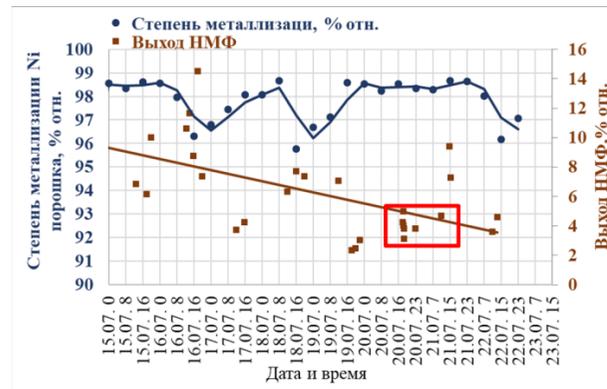


Рисунок 8 – Остаточное содержание немагнитной фракции в ТВП, степень металлизации металлического порошка

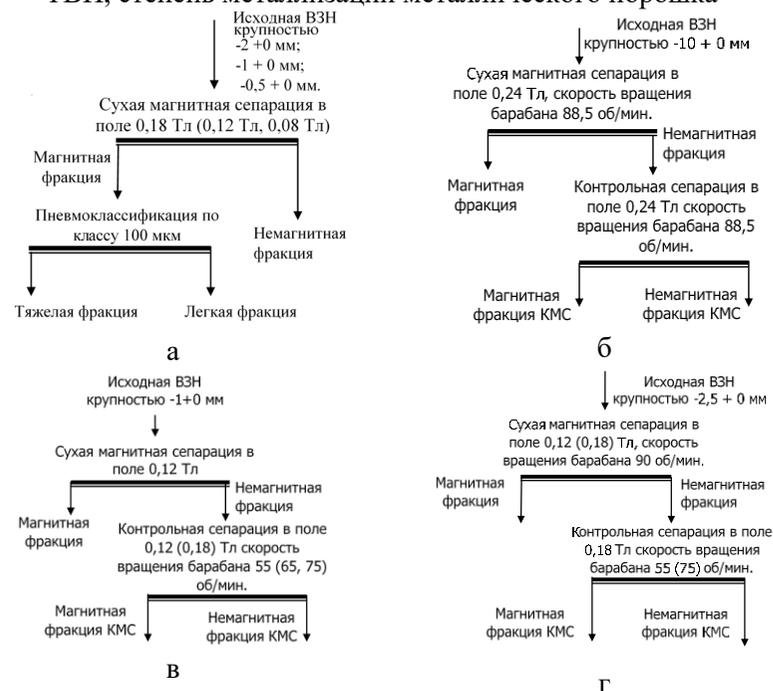


Рисунок 9 – Схема экспериментов по определению параметров работы основной (а) и контрольной (б-г) сепарации: а – этап 1, б – этап 2 класс -10 мм; в – этап 2, класс -1,0 мм; г – этап 2, класс -2,5 мм

Таблица 3 – Содержание основных компонентов в пробах этапов 1-3

Этап	Класс круп-ти, мм	% масс.						
		Ni _{общ.}	Ni _{мет.}	Cu	Fe	S	C	SiO ₂
1	0-10,0	81,42	80,56	4,99	4,25	0,05	4,65	0,81
2	0-1,0	81,58	80,43	5,78	4,29	0,08	4,03	1,00
3	0-2,5	81,90	80,46	5,05	4,25	0,03	4,49	0,84

Таблица 4– Сравнительные показатели работы двух участков магнитной сепарации

Наименование	Размерность	Сущ. схема	Предлагаемая схема
Годовой объем производства никеля	т	130000	130000
Содержание Ni в МФ	% масс	85,4	85,08
Содержание Ni в НМФ	% масс	17,56	1,78
Доля МФ	% отн.	91,47	95,35
Доля НМФ	% отн.	8,53	4,65
Содержание SiO ₂ в МФ	% масс.	0,75	0,6
Содержание SiO ₂ в НМФ	% масс.	6,31	9,03
Содержание С в М МФ	% масс.	0,23	0,11
Содержание С в НМФ	% масс.	65,84	83,09
Крупность >5 мм	% отн.	9,63	100 (-2,5 мм)
Потери никеля с НМФ (оборот)	% отн.	1,88	0,10
Потери никеля с НМФ (оборот)	т/год	2493	133
Безвозвратные потери никеля в результате оборотного производства	т/год	379	20
Разница потерь Ni	т/год		359

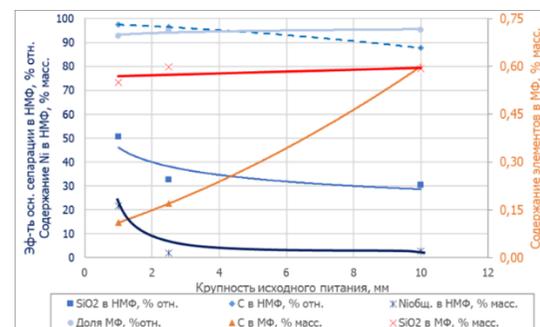


Рисунок 10 – Эффективность основной магнитной сепарации в зависимости от крупности исходного питания

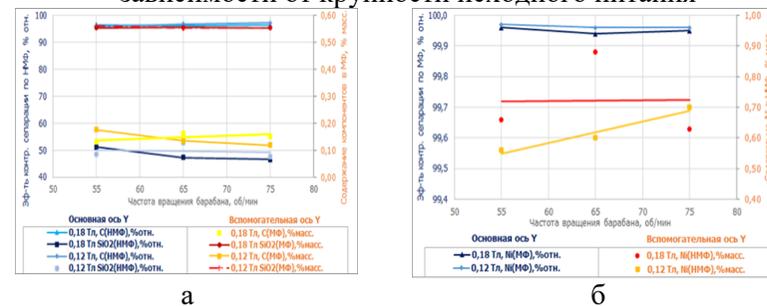


Рисунок 11 – Эффективность контрольной магнитной сепарации в зависимости от частоты вращения барабана для класса крупности -1 мм. а – поведение SiO₂ и С; б – поведение Ni

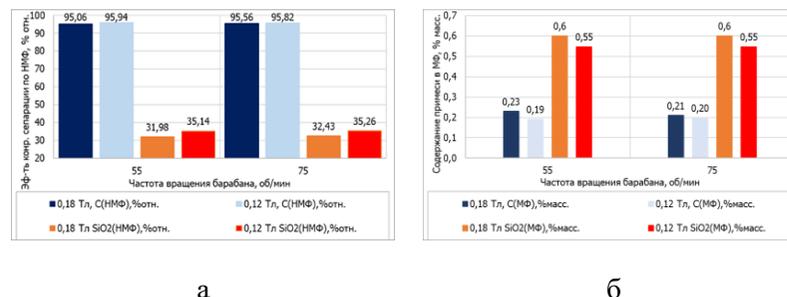


Рисунок 12 – Эффективность контрольной магнитной сепарации в зависимости от частоты вращения барабана для класса крупности -2.5 мм. а – поведение SiO₂ и С в НМФ; б – содержание SiO₂ и С в МФ

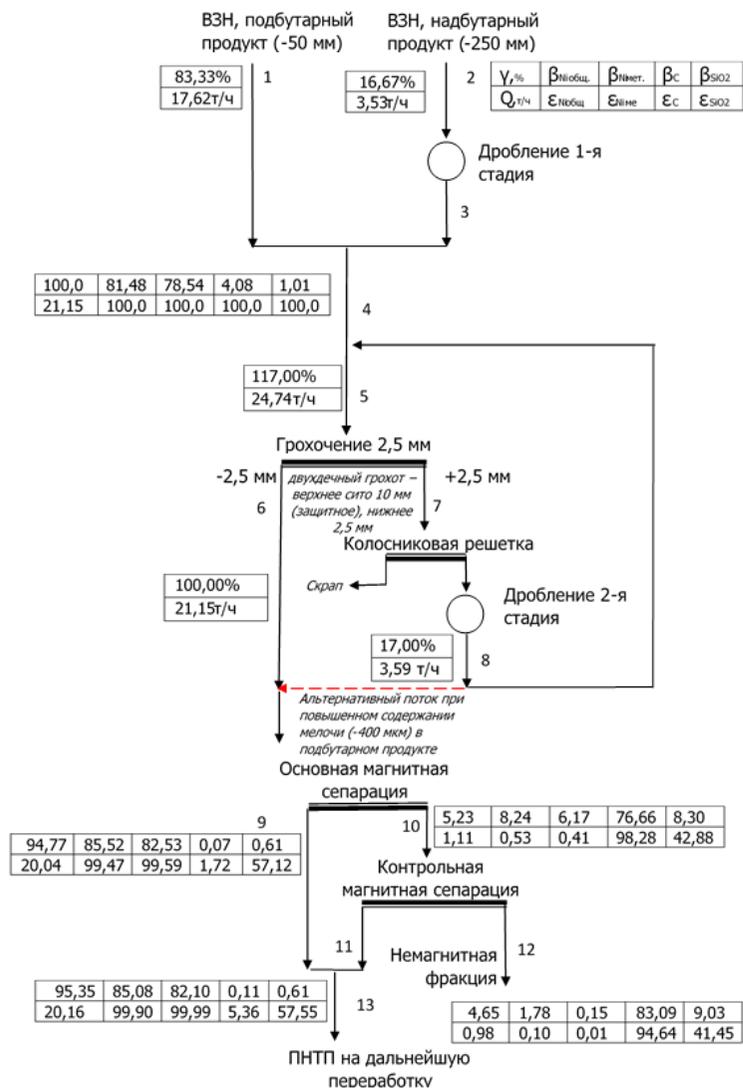


Рисунок 13 – Усовершенствованная качественно-количественная схема МС

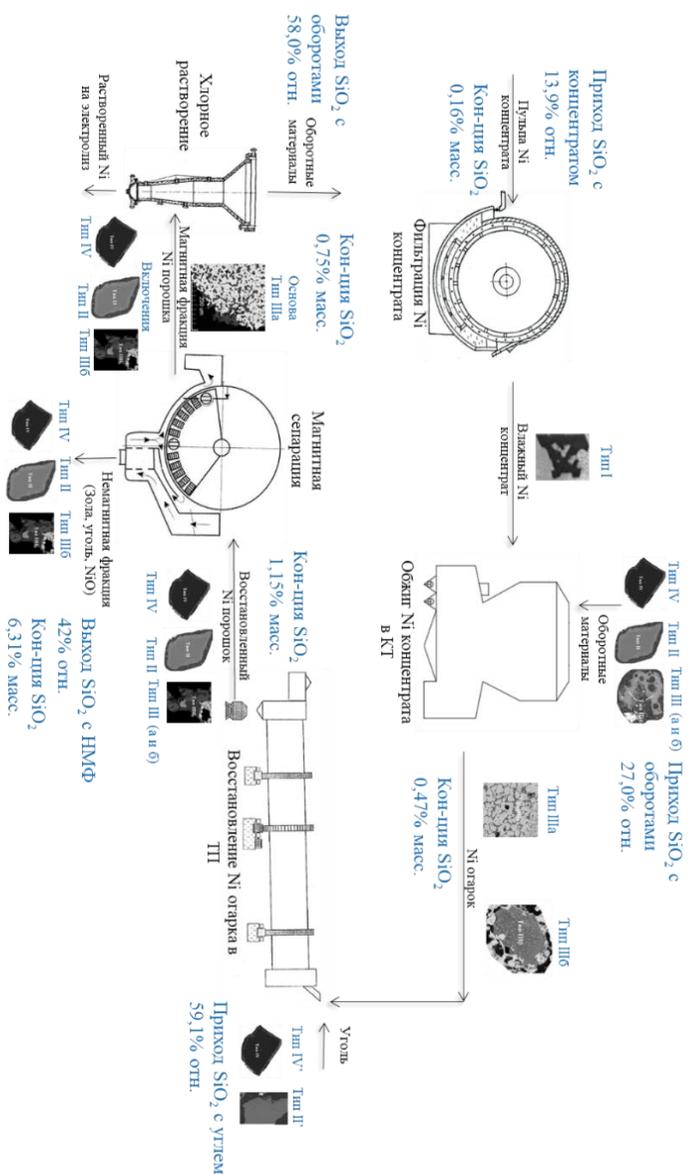


Рисунок 3 – Схема движения диоксида кремния при переработке никелевого концентрата