

การศึกษาวิเคราะห์แยกครีชันที่เกิดขึ้นในบริเวณเขตเกรตอร์
ของเดาดอุ่นนิกเกิตแฟลชเมลติ้ง



นาย เมธ ศุจิวัฒนา

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตร์มหาบัณฑิต
ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. 2539

ISBN 974-634-752-7

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

I 17362386

**ANALYSIS OF ACCRECTIONS FROM THE SETTLER
OF A NICKEL FLASH SMELTING FURNACE**

MR. MAETEE SUJIWATTHANA

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Engineering

Department of Metallurgical Engineering

Chulalongkorn University

1996

ISBN 974-634-752-7

Thesis Title Analysis of Accretions from the Settler of a
 Nickel Flash Smelting Furnace.
By Mr. Maetee Sujiwatthana
Department Metallurgical Engineering
Thesis Advisor Assistant Professor Dr. Chatchai Somsiri

Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in
Partial Fulfillment of the requirements for the Master's Degree/

Santi Thoongsuwan Dean of Graduate School
(Associate Professor Santi Thoongsuwan, Ph.D.)

Thesis Committee

Sumalee Vongchan Chairman
(Sumalee Vongchan, Ph.D.)

Chatchai Somsiri Thesis Advisor
(Assistant Professor Chatchai Somsiri, Ph.D.)

Charkorn Jarupisitthorn Member
(Charkorn Jarupisitthorn, M.E.)

พิมพ์ด้นฉบับทักษิยอวิทยานิพนธ์ภายนอกในกรอบสีเขียวนี้เพียงแผ่นเดียว

เมธี สุจิวนนา : การศึกษาวิเคราะห์แยกครึ่นที่เกิดขึ้นในบริเวณเขตเทลอร์ของเตาถลุงนิกเกิลแฟลช
สมelting (ANALYSIS OF ACCRECTIONS FROM THE SETTLER OF A NICKEL
FLASH SMELTING FURNACE) อาจารย์ที่ปรึกษา : ผศ. ดร. นัตรชัย สมศรี,
101 หน้า, ISBN 974-634-752-7

แยกครึ่นที่ก่อตัวขึ้นในเตาถลุงนิกเกิลแฟลช
สมelting เช่น บริเวณรีแยกชั้นชาฟ (Reaction Shaft), เซตเทลอร์ (Settler) และอัพเทคชาฟ (Uptake Shaft) จากการทดสอบพบว่าแยกครึ่นที่ร่องน้ำไปด้วยเฟสของ $(Ni, Fe)_2SiO_4$ และ โอลิวิน $(2(Mg, Fe)O \cdot SiO_2)$ ในการวิเคราะห์ผุนที่เกิดขึ้นในเตาถลุงพบว่าผุนประกอบด้วยเฟส โอลิวิน (Olivine) และ Fe_3O_4 Spinel ที่มีส่วนผสมของเหล็กในปริมาณต่ำ

การศึกษากลไกในการฟอร์มตัวของแยกครึ่นศึกษาโดยการเปรียบโกรงสร้างและส่วนผสมทางเคมี ระหว่างแยกครึ่นที่ได้จากเตาถลุง ผุนจากเตาถลุง และแยกครึ่นที่สร้างขึ้นในห้องทดลองโดยใช้ผุนที่เก็บมาจากเตาถลุงมาให้ความร้อนแก่ 1523-1723 เคลวิน โดยความคุณความดันออกซิเจนภายในเตาตั้ง (Vertical Tube Furnace) ซึ่งเป็นเดาที่ใช้ในการทดลอง จากการทดลองพบว่าแยกครึ่นที่สร้างจากการทดลองประกอบไปด้วย เฟสของ สารละลายของแม็งของ $(Ni, Mg)_2SiO_4$ และ Fe_3O_4 Spinel ใน การเปรียบเทียบโกรงสร้างและส่วนผสมทางเคมีของวัสดุทั้งสามชนิดที่ให้เห็นว่า แยกครึ่นที่ฟอร์มตัวในเตาส่วนหนึ่งเกิดมาจากผุนที่อยู่ภายใต้เตา ในขั้นแรกแยกครึ่นที่ประกอบไปด้วย Fe_2O_3 Spinel และ โอลิวิน (Olivine) จากนั้น Fe_2O_3 Spinel จะเปลี่ยนไปเป็น $(Ni, Fe)_2SiO_4$ เนื่องมาจากการเพิ่มขึ้นของนิกเกิลในเฟสห้องสองและปฏิกิริยาระหว่าง SiO_2 กับ Fe_3O_4 Spinel.

ศูนย์วิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา วิศวกรรมโลหกรรม
สาขาวิชา วิพากกรรมโลหกรรม
ปีการศึกษา 2539

ลายมือชื่อนิสิต เมธี สุจิวนนา
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

C518651 MAJOR METALLURGICAL ENGINEERING

KEY WORD: ACCRETION/FLASH SMELTING FURNACE/DEPOSITED

MATERIAL/METAL OXIDE

MAETEE SUJIWATTHANA : ANALYSIS OF ACCRECTIONS FROM THE SETTLER OF A NICKEL FLASH SMELTING FURNACE, THESIS

ADVISOR : ASST. PROF. CHATCHAI SOMSIRI, Ph.D. 101 PP.

ISBN 974-634-752-7

Accretions from beneath the reaction shaft and the settler of a nickel flash smelting furnace were subjected to chemical, optical microscope and scanning electron microscope analysis. Accretions are deposited materials which build-up on the reaction shaft, uptake shaft throat and walls of flash furnace.

The accretions consisted mainly of $(\text{Ni}, \text{Fe})_2\text{SiO}_4$, and olivine $2(\text{Mg}, \text{Fe})\text{O} \cdot \text{SiO}_2$. Dust collected from the Kalgoorlie Nickel Flash Furnace was investigated by optical and scanning electron microscope and contained $(\text{Ni}, \text{Fe})_2\text{SiO}_4$, spinel and olivine with a low iron content. The mechanism of accretion formation was studied by heating dust from the Kalgoorlie flash furnace over the temperature range 1523 to 1723 K at known oxygen pressures which were controlled by CO/CO₂ gas mixtures. The results showed that temperature and oxygen pressure have an effect on the composition of the Fe₃O₄ spinel and orthosilicate, especially the iron, nickel and silica contents. The composition of these accretions consisted of small grains of Fe₃O₄ spinel and a solid solution series of $(\text{Ni}, \text{Mg})_2\text{SiO}_4$.

Comparison of the laboratory accretion, furnace dust and accretion samples indicated that the furnace accretion was probably formed by the dust sticking to the wall of the flash furnace. The original accretion should be a Fe₃O₄ spinel and olivine. During formation, the Fe₃O₄ spinel was probably altered to be $(\text{Ni}, \text{Fe})_2\text{SiO}_4$ because of the addition of nickel oxide, and the reaction with SiO₂ in olivine.

วิศวกรรมโลหการ
ภาควิชา.....
สาขาวิชา.....
ปีการศึกษา.....
2539

ลายมือชื่อนิสิต.....
นายมีชื่อ.....
.....
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....
.....
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....
.....



ACKNOWLEDGEMENTS

Many others have contributed greatly to the completion of his thesis and in particular he would like to thank:

Dr. Neil B. Gray, Dr. Andrew Kyllo, Assistant Professor Dr. Chatchai Somsiri, Dr. Sumalee Vongchan, and Charkorn Jarupisitthorn for their enthusiasm, experience, invaluable advice, and friendship as supervisors during the period of this project.

Waugh, J. A. for her samples and information, invaluable advice, and suggestion during the period of this project.

Technical services team at G.K. Williams Cooperative Reserve Centre for their technical assistance during the course of this work.

Thank also to all postgraduate students at G.K. Williams Cooperative Research Centre who made him feel welcome.

He would also like to acknowledge financial assistance provided by the Chulalongkorn University, National Science and Technology Development Agency, and Department of Metallurgical Engineering, Faculty of Engineering, Chulalongkorn University.

LIST OF CONTENTS

ABSTRACT (IN THAI)	iv
ABSTRACT (IN ENGLISH)	v
ACKNOWLEDGMENTS	vi
LIST OF CONTENTS	vii
LIST OF TABLES	x
LIST OF FIGURES	xi
CHAPTER 1 INTRODUCTION.....	1
CHAPTER 2 LITERATURE REVIEW	5
2.1 OUTOKUMPU FLASH SMELTING FURNACE	5
2.2 THE CONCENTRATE BURNER	7
2.3 CHEMICAL REACTION IN FLASH SMELTING.	10
2.4 OXYGEN PARTIAL PRESSURE IN FLASH SMELTING	13
2.5 CHEMISTRY OF ACCRETIONS AND PREVIOUS EXPERIMENTS.	18
2.6 METAL OXIDE SYSTEMS RELEVANT TO ACCRETIONS.....	20
2.7 SUMMARY	22
CHAPTER 3 OBJECTIVES	27
CHAPTER 4 EXPERIMENTAL METHOD	28
4.1 THE ACCRETION SAMPLE CODE.....	28
4.2 PREPARATION OF SAMPLES	29

4.3 RECREATED LABORATORY ACCRECTIONS.....	29
CHAPTER 5 EXPERIMENTAL RESULTS	34
5.1 INTRODUCTION	34
5.2 MICROSTRUCTURE OF ACCRETION SAMPLES FROM KALGOORLIE	34
5.2.1 ACCRETION SAMPLES FROM G-BURNER PORT	34
5.2.2 ACCRETION SAMPLES FROM H-BURNER PORT	35
5.2.3 ACCRETION SAMPLES FROM APPENDAGE.	36
5.3 MICROSTRUCTURE OF THE DUST SAMPLES FROM KALGOORLIE.....	36
5.4 SEM RESULTS FROM KALGOORLIE ACCRETION SAMPLES.....	43
5.4.1 G-3 BURNER PORT SAMPLE	43
5.4.2 CHEMICAL COMPOSITION AND MICROSTRUCTURE OF THE LAMELLAR STRUCTURE IN.....	45
5.4.3 CHEMICAL COMPOSITION OF THE H-BURNER PORT ACCRETION.....	45
5.5 CHEMICAL COMPOSITION OF THE DUST SAMPLES	47
5.6 THE OPTICAL MICROSTRUCTURE OF LABORATORY ACCRETIONS.....	49
5.7 THE INVESTIGATION OF LABORATORY ACCRETIONS USING SEM.....	55
CHAPTER 6 DISCUSSION	57
6.1 INTRODUCTION	57
6.2 THE ACCRETION COMPOSITION FROM KALGOORLIE NICKEL FLASH SMELTING.....	57
6.3 COMPOSITION OF DUST FROM KALGOORLIE	

FLASH FURNACE.....	62
6.4 COMPOSITION OF LABORATORY ACCRETION	66
6.4.1 COMPOSITION OF LABORATORY ACCRETION.....	66
6.4.2 EFFECT OF OXYGEN POTENTIAL ON ACCRETION MICROSTRUCTURE	70
6.4.3 EFFECT OF TEMPERATURE ON LABORATORY ACCRECTIONS.....	71
6.4.5 CORRELATING STRUCTURE BETWEEN DUST, FURNACE AND LABORATORY ACCRECTIONS.....	75
6.5 SUMMARY	80
CHAPTER 7 CONCLUSION AND RECOMMENDATION	82
7.1 INTRODUCTION	82
7.2 CONCLUSION	82
7.3 RECOMMENDATIONS FOR FUTURE WORK.....	84
REFERENCES	86
APPENDIX.....	90
APPENDIX A METHOD OF CONTROLLING OXYGEN PRESSURE	91
APPENDIX B ACCRETION MICROSTRUCTURE	96
BIOGRAPHY.....	101

LIST OF TABLES

1.1 NICKEL CONCENTRATE FLASH SMELTERS	3
1.2 EXAMPLE OF NICKEL AND COPPER FLASH SMELTING CONCENTRATES	4
2.1 CHEMICAL REACTION IN REACTION SHAFT.....	12
4.1 THE ETCHANTS USED IN MICROSTRUCTURE EXAMINATION.....	31
4.2 TEMPERATURE AND GAS COMPOSITION USED IN EXPERIMENTS	32
5.1 THE CHEMICAL COMPOSITION OF G-3 BURNER PORT SAMPLE	43
5.2 CHEMICAL COMPOSITION OF THE LAMELLAR STRUCTURE	45
5.3 CHEMICAL COMPOSITION OF H-BURNER PORT SAMPLE.	46
5.4 CHEMICAL COMPOSITION OF THE DUST PARTICLE IN FIGURE 5.11... .	46
5.5 CHEMICAL COMPOSITION OF THE STRUCTURES IN FIGURE 5.14.....	47
5.6 CHEMICAL COMPOSITION OF 1353-40 SAMPLE.	54
5.7 CHEMICAL COMPOSITION OF 1403-40 SAMPLE	56
6.1 COMPARISON RATIO OF % ELEMENT IN SPINEL/ORTHO Silicate AS A FUNCTION OF TEMPERATURE	73
6.2 COMPARISON OF SPINEL AND OLIVINE PHASES OF FLASH FURNACE, LABORATORY ACCRETIONS AND DUST PARTICLES	78
6.3 COMPARISON RATIO OF % ELEMENT IN SPINEL/OLIVINE	78
A1 THE COMPOSITION OF CO/CO ₂ GAS MIXTURE USING IN THIS EXPERIMENT	91

LIST OF FIGURES

1.1 OUTOKUMPU FLASH FURNACE	2
1.2 INCO FLASH FURNACE.....	2
2.1 SCHEMATIC DRAWING OF THE ORIGINAL OUTOKUMPU FLASH SMELTING CIRCUIT	8
2.2 COMPARISON BETWEEN THE ORIGINAL AND INTEGRATED FLASH FURNACE LAYOUTS.....	8
2.3 CONVENTIONAL TYPE CONCENTRATE BURNER.....	9
2.4 NEW TYPE OF CONCENTRATE BURNER WITH REGULATOR	9
2.5 MODIFIED VENTURI TYPE BURNER.....	11
2.6 FLASH SMELTING FURNACE SHOWING LOCATION OF EMF MEASUREMENTS.....	11
2.7 REACTION MECHANISM IN REACTION SHAFT.....	15
2.8 SCHEMATIC DIAGRAM OF OXYGEN POTENTIAL VARIATION ALONG THE FURNACE	16
2.9 VARIATION OF OXYGEN PRESSURE AT 1523 K WITH DEPTH FROM THE SLAG SURFACE.	16
2.10 INFLUENCE OF RECYCLE DUST ON OXYGEN PRESSURE.....	17
2.11 TERNARY DIAGRAM OF SYSTEM Fe-Ni-O	24
2.12 TERNARY DIAGRAM OF SYSTEM Fe-Ni-O AT 1277 K	25

2.13 THE SYSTEM FeO-MgO-Fe ₂ O ₃ -SiO ₂ WITH DECREASING OXYGEN PRESSURE	26
4.1 LOCATION OF COLLECTED ACCRETION SAMPLES IN FLASH FURNACE	31
4.2 SCHEMATIC OF THE VERTICAL TUBE FURNACE.....	33
5.1 MICROSTRUCTURE OF G-3 SAMPLE	37
5.2 INCLUSION IN G-3 SAMPLE.....	37
5.3 LAMELLAR STRUCTURE IN G-BURNER PORT SAMPLE	38
5.4 MICROSTRUCTURE OF G-4 SAMPLE.....	38
5.5 MICROSTRUCTURE OF G-4 SAMPLE.....	39
5.6 MICROSTRUCTURE OF H-BURNER PORT SAMPLE	39
5.7 DENDRITIC STRUCTURE AND FINE DENDRITIC STRUCTURE OF H-BURNER PORT SAMPLE.....	40
5.8 MICROSTRUCTURE OF APPENDAGE SAMPLE.....	40
5.9 DENDRITIC STRUCTURE IN APPENDAGE SAMPLE.....	41
5.10 MICROSTRUCTURE OF DUST SAMPLE	41
5.11 DENDRITIC STRUCTURE IN DUST PARTICLES	42
5.12 DENDRITIC INTERGROWTHS IN DUST PARTICLES.....	42
5.13 MICROSTRUCTURE OF G-3 SAMPLE, (SEM)	44
5.14 MICROSTRUCTURE OF DUST PARTICLE, (SEM).....	48
5.15 MICROSTRUCTURE OF 1353-40 SAMPLE	51
5.16 COLUMNAR STRUCTURE AND DENDRITIC STRUCTURE IN 1353-40 SAMPLE	51

5.17 MATRIX OF LIGHT PHASES IN THE 1353-55 SAMPLE	52
5.18 DENDRITIC STRUCTURE AROUND THE PORES IN THE 1353-55 SAMPLE	52
5.19 MICROSTRUCTURE OF 1353-60 SAMPLE	53
5.20 MATRIX OF MAJOR PHASES AND DENDRITIC STRUCTURE AROUND THE PORES IN 1403-40 SAMPLE.	53
5.21 MICROSTRUCTURE OF 1403-50 SAMPLE.	54
6.1 SYSTEM FeO-MgO-SiO ₂	61
6.2 THE EFFECT OF NICKEL ADDITION TO FeO-Fe ₂ O ₃ -SiO ₂ SYSTEM.	61
6.3 CaO-FeO-SiO ₂ SYSTEM.....	64
6.4 FeO-Al ₂ O ₃ -SiO ₂ SYSTEM	64
6.5 CaO-Al ₂ O ₃ -SiO ₂ SYSTEM.....	65
6.6 Cu ₂ S-Ni ₃ S ₂ PHASE DIAGRAM.	65
6.7 PATH OF GAS FLOW IN KALGOORLIE FURNACE.....	68
6.8 THE SYSTEM Mg ₂ SiO ₄ - FAYALITE	68
6.9 THE PSEUDOTERNARY OF NiO-MgO-SiO ₂ SYSTEM	69
6.10 STRUCTURE WHICH IS BELIEVED TO BE FAYALITE.....	69
6.11 Fe-Ni-Si-O SYSTEM AT 1200 °C.....	74
6.12 THE SCHEMATIC DIAGRAM OF FORMATION OF ACCRETION PHASES	79
B1 MICROSTRUCTURE OF G-3 SAMPLE.	97
B2 NICKEL METAL FORMED IN THE METAL SULPHIDE, G-3 SAMPLE.....	97

B3	MICROSTRUCTURE OF G-3 SAMPLE SHOWS THE LAMELLAR STRUCTURE	98
B4	UNKNOWN STRUCTURE IN G-4 SAMPLE.....	98
B5	DENDRITIC STRUCTURE OF SPINEL IN G-4 SAMPLES	99
B6	TERNARY EUTECTIC STRUCTURE OF $\text{FeO}-\text{Fe}_2\text{SiO}_4-\text{Fe}_2\text{O}_3$	99
B7	NICKEL METAL FORMED RIMS AROUND MAGNETITE-SPINEL, H-34 SAMPLES	100
B8	WUSTITE IN MAGNETITE-SPINEL, H-34 SAMPLES.	100

ศูนย์วิทยบรังษยการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย