



低品位磁铁矿微波连续和 脉冲加热辅助磨矿的对比研究

严妍^{1,2}, 陈楷华^{1,2}, 陈静^{1,2}, 郭胜惠^{1,2,3}

- (1. 昆明理工大学 冶金与能源工程学院, 昆明 650093;
2. 复杂有色金属资源清洁利用国家重点实验室, 昆明 650093;
3. 微波能工程应用和装备技术国家地方联合工程实验室, 昆明 650093)

摘要: 本文以低品位磁铁矿为原料, 通过高温微波箱式炉加热预处理, 对比研究微波连续加热和脉冲加热两种方式对矿石可磨性的影响。以粒度-20+10 mm的矿样作为研究对象, 通过调整微波功率、加热时间、脉宽、周期等参数, 获得两种微波加热方式的最佳条件。结果表明: 连续加热的最佳参数为微波功率1000 W、加热120 s, 可获得粒度-0.075 mm的物料质量分数达87.32%, 比直接磨矿提高了14.32%; 脉冲间歇加热的最佳参数为微波输出功率1000 W、微波加热10 s+间歇30 s、总预处理时间200 s, 可获得粒度-0.075 mm物料质量分数达89.75%, 比直接磨矿高出16.75%。SEM分析表明, 磁铁矿经微波辐射处理, 有用矿物和脉石间产生裂纹, 促进脉石和矿物的分离, 脉冲间歇加热方式的助磨效果比连续处理加热方式更好且能耗更低。

关键词: 微波助磨; 磁铁矿; 脉冲间歇式加热; 连续加热; 磨矿效果

文章编号: 1004-0609(2022)-03-0883-12

中图分类号: TD981

文献标志码: A

引文格式: 严妍, 陈楷华, 陈静, 等. 低品位磁铁矿微波连续和脉冲加热辅助磨矿的对比研究[J]. 中国有色金属学报, 2022, 32(3): 883-894. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-40108

YAN Yan, CHEN Kai-hua, CHEN Jing, et al. Comparative study on microwave-assisted grinding of low-grade magnetite by continuous heating and pulsed heating[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2022, 32(3): 883-894. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-40108

中国铁矿资源贫矿多、富矿少, 磁铁矿作为重要的冶炼原料广泛分布在云南、四川等地。近年来铁矿石需求量逐渐提高, 但国内现有高品位铁矿石产量不能满足钢铁产量的需求, 导致我国的铁矿石大量依赖进口, 因此低品位铁矿石的综合开发成为矿物资源研究的焦点。

我国低品位铁矿石由于具有贫、杂、细等特征, 需要进行细磨和浮选才能达到冶炼要求^[1]。李林^[2]在低品位钒钛磁铁矿原矿破碎至0~20 mm后设

计了一种抛尾、阶段性磨矿的选别工艺, 从而获得回收率为40.56%的合格铁精矿; LI等^[3]用鞍山矿区内铁品位10.60%的含铁尾矿进行试验, 发明了一种将低强度磁选和高强度磁选与流化磁化焙烧相结合的预处理方法, 得到回收率为85.85%的铁精矿。在矿物加工过程中, 磨矿是能耗最高的环节, 磨矿过程中绝大部分输入的能量都转变成矿石的内能, 而直接用于破碎和磨细矿物的能量只占到总能量的1%^[4-8]。李明宇等^[9]用鄂式破碎、圆锥破碎和高压

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51664035)

收稿日期: 2020-12-23; 修订日期: 2021-05-31

通信作者: 郭胜惠, 教授, 博士; 电话: 13888778655; E-mail: shguo78@hotmail.com

辊磨的方法对磁铁矿分别进行磨矿动力学试验和 Bond 球磨功指数试验, 结果得出高压辊磨是最节能的球磨方法, 其 Bond 功指数增量仅 $2.54 \text{ kW} \cdot \text{h/t}$; 汪军等^[10]的试验证明, 常规破碎后的矿石产品经过辊压, 物料的可磨性得到显著改善, 球磨邦德功指数的降幅达 14.96%。由此可知, 提高磨矿工艺的能量使用效率对工业节能降耗及可持续发展有非常重要的意义。

微波是频率为 300 MHz~300 GHz 的电磁波^[11-13]。当微波辐照在介电物质上, 物质内随机分布的极性分子会随着电磁波相位的改变而不断改变偶极取向, 使得相邻极性分子之间产生类似于相互摩擦和碰撞的运动, 在宏观上表现为电磁波能量在物质内部耗散并转化为内能, 最终达到加热的目的。微波加热具有升温速率快、体积加热、选择性加热、加热惯性小等优势, 已广泛应用于碳热还原、土壤修复及固废处理等领域^[14-19]。当微波辐照在矿石上时, 常见的石英等脉石由于不是极性分子, 对微波的吸收作用很弱, 加热升温速率很慢, 而有价矿物如磁铁矿等物质在微波下具有很高的升温速率。合理利用微波在矿石不同组分之间选择性加热的特点, 使有用矿物与脉石之间形成明显的局部温差, 从而产生热应力。当热应力达到一定大小时, 矿物界面上产生裂缝, 从而强化有用矿物的解离, 最终达到降低磨矿能耗的目的^[20-23]。

近三十年来, 许多学者在磨矿预处理中对微波助磨进行了深入研究和探索。WALKIEWICZ 等^[24]通过可磨性测试表明, 微波加热使铁矿石的磨矿难度降低了 10% 至 24%。AMANKWAH 等^[25]对含石英、硅酸盐、铁氧化矿等的金矿进行微波预处理时发现, 微波预处理提高了矿石的可磨度, 其破碎强度和功指数分别降低了 31.2% 和 18.5%。BOBICKI 等^[26-27]提出低品位超镁铁镍矿石的微波预处理, 发现矿浆 pH 为 10 时, 微波功率 1000 W 处理时间 8 min, 可使矿石的直接屈服应力降低了 92%。白立记等^[28]对锡石多金属硫化矿的微波磨矿效果进行了研究, 结果表明脆硫锑铅矿拥有极强的吸波能力, 并且将微波加热后的矿石进行水淬能进一步改善磨矿效果。ROY 等^[29]探究了针铁矿和钛铁矿的微波焙烧后低强度磁选(LIMS)的工艺, 发现钛铁矿相比针铁矿有更好的吸波性, 将二者按照 60:40 的质量比混合进行微波焙烧再磁选, 最终可得到含铁

61.57% 的精矿。诸多研究证明, 利用微波选择性加热的特点可以强化矿石的破碎, 对降低磨矿能耗有巨大应用潜力。

目前, 经过阶段性选矿工艺流程, 低品位铁矿的回收率多数能达到 40%~70%。在整个回收工艺过程中, 球磨过程占据整个回收过程总能耗的 65%~75%, 故磨矿步骤之前的预处理过程至关重要。现已有多种预处理方法, 如热处理、超声波、酸浸和助磨剂处理法等^[30]。微波助磨的研究发展已逐渐成熟, 绝大部分都以连续微波为预处理方法, 故本研究针对现有的微波磨矿的方法提出一种微波脉冲间歇式加热方法。

微波脉冲间歇式加热相比于连续加热有其独特的优越性。当脉冲间歇式加热矿石时, 有价矿物与脉石界面随着加热的启停会周期性地产生热应力, 进一步强化了矿石的解离效果, 还能在停止加热的阶段有效减少能量消耗。本文在现有研究成果基础上, 以我国低品位磁铁矿作为研究对象, 提出一种微波脉冲间歇式加热预处理的方法, 考察了矿石粒径、微波功率、脉宽、周期等因素对矿石可磨细程度的影响, 旨在为研发更加节能的微波加热矿石预处理工艺提供理论和实验依据。

1 实验

1.1 实验材料

本实验所采用的低品位矿石来自我国河北省保定市阜平县, 矿石中有用矿物为 Fe_3O_4 (见表 1 和图 1)。将原矿破碎、筛分、缩分后, 取粒度 -0.075 mm 的物料进行化学分析。实验采用的微波装置为昆明理工大学非常规冶金省部共建教育部重点实验室研制的微波高温箱式炉, 功率 0~3000 W 连续可调, 频率为 2450 MHz, 采用行星式球磨机(MSK-SFM-1)对矿物进行研磨。另外, 将磁铁矿镶嵌在树脂中并磨削、抛光制备成光片, 使用金相显微镜分析磁铁矿和脉石的微观结构。不同粒度磁铁矿的显微图像如图 2, 原矿中的磁铁矿与脉石之间存在共生现象, 其共生类型主要为连续型和包裹型, 因此, 有必要通过研磨进一步解离矿物质^[31]。磁铁矿石主要以铁氧化物、脉石和黏土构成, 且嵌布关系较为复杂。粒度 $-4+0.83 \text{ mm}$ 的矿图(见图 2(a))显示, 磁铁矿分布较散, 与少量黏土、脉石和赤铁矿

共生;粒度-10+4 mm的磁铁矿(见图2(b))与黏土形成共生关系,磁铁矿略呈蜂窝状且磁铁矿与黏土包含密切;粒度-20+10 mm的矿图(见图2(c))显示,磁铁矿与赤铁矿连生,赤铁矿呈条状纵横于磁铁矿内部,磁铁矿内包含少量黏土。三种粒度的磁铁矿石中的脉石矿物主要以高岭土为主,其次为石英等。与磁铁矿共生的高岭土以致密状集合体的形式存在,几乎没有磁性。

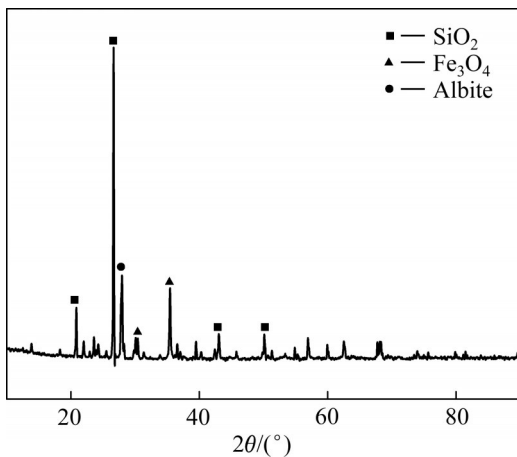


图1 磁铁矿的XRD谱

Fig. 1 XRD pattern of microwave treated ore

表1 不同粒度磁铁矿的主要化学成分

Table 1 Main chemical composition of magnetite with different particle sizes

| Particle size/mm | Mass fraction/% | | | | | |
|------------------|-----------------|-------|-------|------|------|------|
| | O | Si | Fe | Al | Na | Ca |
| -20+10 | 26.88 | 31.09 | 22.79 | 6.51 | 3.27 | 1.21 |
| -10+4 | 34.37 | 22.69 | 30.22 | 5.78 | 2.37 | 1.29 |
| -4+0.83 | 36.80 | 25.74 | 22.96 | 6.43 | 2.39 | 1.52 |

不同粒度下磁铁矿的铁含量如表1所示,从表中可知,粒度-10+4 mm的矿样的铁含量最高,与显微图像(见图2(b))相对应,所含黏土和氧化物较少;并且粒度-10+4 mm的矿石中铁含量最高,采用相同功率的微波进行辐照时,升温速率最快。

1.2 实验方法

实验流程如图3所示,主要包括破碎、筛分、微波加热预处理、球磨、湿筛、烘干等六个步骤。

1.2.1 原矿的破碎和筛分

首先将磁铁矿原矿进行破碎,然后使用孔径为20、10、8、4、0.83和0.27 mm的标准筛对破碎后

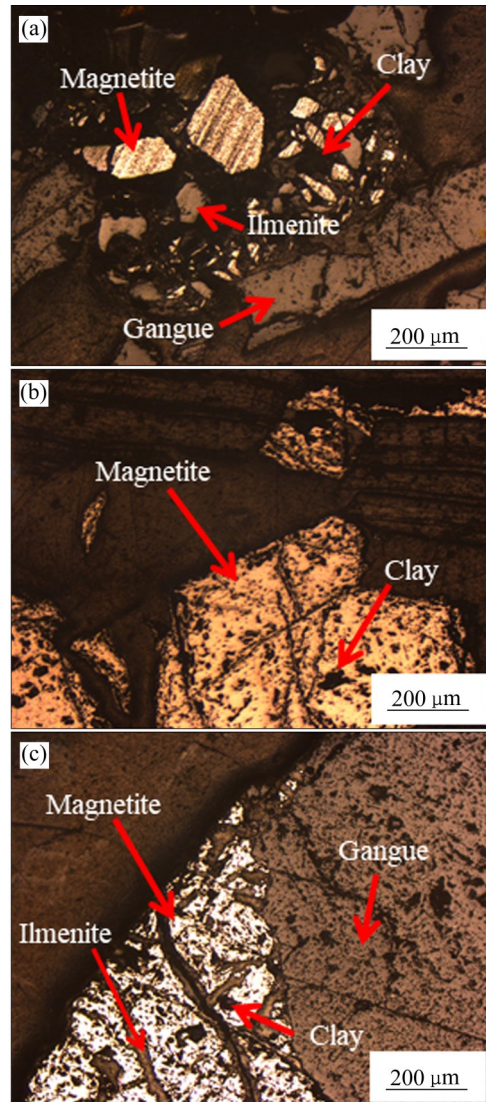


图2 不同粒度磁铁矿原矿显微镜图像

Fig. 2 Microscope images of magnetite ore with different grain sizes: (a) -4+0.83 mm; (b) -10+4 mm; (c) -20+10 mm

的矿石进行振动筛分,将破碎后的矿物筛分成+20 mm、-20+10 mm、-10+4 mm、-4+0.83 mm和-0.83 mm五个粒度区间。为保证实验过程中所取矿样化学成分的均一性,使用缩分器分别对各个粒度的矿样进行缩分处理,将筛分后的矿石根据粒径大小的不同分为质量相等(30 g)的若干份备用。

1.2.2 矿样的微波加热预处理

本实验选取-20+10 mm、-10+4 mm和-4+0.83 mm三种粒度的磁铁矿作为研究对象,主要探究不同微波预处理方式对磨矿的促进作用。每次微波加热实验都取一份30 g的矿样置于陶瓷坩埚中,然后将坩埚放入微波加热设备内对矿样进行加热。加热

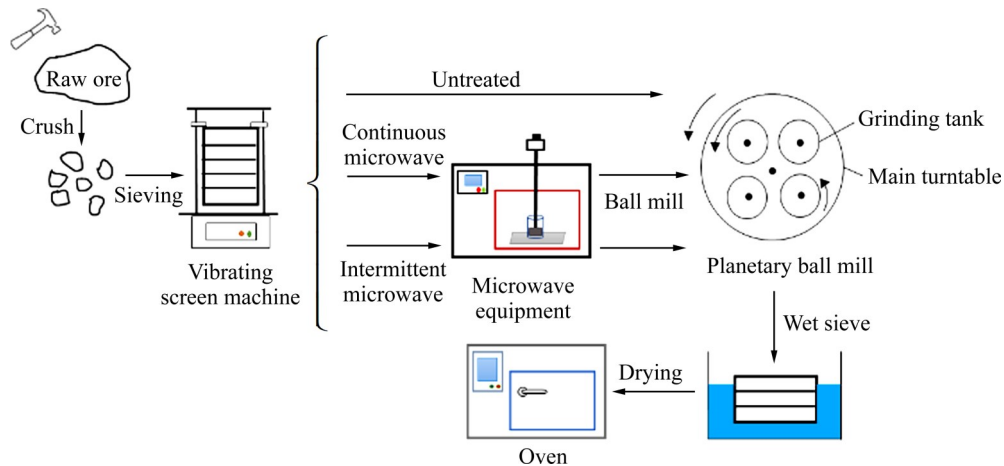


图3 实验流程简图

Fig. 3 Schematic diagram of test process

过程中采用热电偶对矿样的温度进行实时检测,并确保热电偶与矿样充分接触。

为了探索不同微波加热方式对磨矿效果的影响,分别采用连续加热和脉冲加热两种方式对铁矿石进行处理。微波连续加热实验采用功率为250~2000 W的微波对矿样连续辐照30~300 s,加热结束后矿样自然冷却。微波脉冲加热实验同样采用功率为250~2000 W的微波对矿样进行辐照,采用加热10~50 s后暂停加热10~50s,如此往复操作至总预处理时间达到120~320 s;微波加热结束之后同样使矿石自然冷却。

1.2.3 矿样的磨矿效果测定

本实验将不同微波加热方式预处理得到的矿样,用行星式球磨机进行干磨,球磨参数为转速400 r/min、球料质量比15:1、研磨时间5 min。将球磨完的矿样放在水中使用0.15、0.075和0.038 mm的标准筛进行湿筛,然后取筛上物置于105 °C的烘箱中进行烘干处理2 h。考虑生产实践的需求,以筛分之后粒度-0.075 mm的物料质量分数 w 作为磨矿效果的评价指标:

$$W = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \quad (1)$$

式中: m_1 表示筛分后粒度+0.075 mm的物料的质量, g; m 表示筛分前矿样总质量, g。

1.3 分析与检测

原矿中各种化学成分(见表1)使用X射线荧光光谱(XRF, PANalytical, AxiosMAX, Netherlands)

进行分析。磁铁矿矿样的整体矿物和化学组成(见图1)使用X'Pert3粉末X射线衍射仪(Rotating anode, Panaco)进行测定。矿相分析是将30 g粒度-20+10 mm的磁铁矿镶嵌在树脂中,并将矿样进行磨削、抛光,使用金相显微镜(卡尔蔡司(上海)管理有限公司,型号Axio Vert.A1)进行观察。此外,使用了扫描电子显微镜(SEM, PANalytical, AxiosMAX, Netherlands)观察微波加热前后有价矿物与脉石之间微观界面上的变化。

2 结果与分析

根据微波的选择性加热的特点,本文分别使用连续加热和脉冲间歇式加热两种方式对矿石进行预处理,并对比研究了不同参数下两种微波加热方式对磨矿效果的影响规律。

2.1 原矿的磨矿效果

为了体现微波加热预处理对矿石可磨性的促进作用,首先分别对30 g粒度为-20+10 mm、-10+4 mm和-4+0.83 mm的原矿进行球磨和筛分,根据式(1)计算粒度-0.075 mm的物料质量分数 w 。为了保证数据的可靠性,每个实验都进行三次并取平均值。计算结果表明,粒度分别为-20+10 mm、-10+4 mm和-4+0.83 mm的原矿矿样,经球磨后粒度-0.075 mm的物料质量分数 w 分别为73.00%、92.29%、94.08%。

2.2 微波连续加热对磨矿的影响

2.2.1 矿样升温特性曲线

矿石在微波辐照下的升温速率对助磨效果影响较大,因此研究三种不同粒度磁铁矿矿样的连续微波加热特性。分别取30 g不同粒度的磁铁矿,在微波功率1000 W下加热300 s,其升温特性曲线如图4所示。从图4可知,在初始加热阶段,三种矿样的升温速率都较为缓慢,而加热25 s后,三种矿样的升温速率均有所提升;其中粒度-10+4 mm的矿样升温速率最高,加热300 s后物料温度可达154 ℃。相比之下,粒度-20+10 mm和-4+0.83 mm的矿样升温速率较为缓慢,加热300 s后物料温度分别为89 ℃和93 ℃。这些结果表明,微波连续加热对小粒度的矿石更加有效。这可以解释为磁铁矿含铁量不高,矿石粒度越大,硅酸盐类脉石的粒度也越大,微波穿透脉石的能力逐渐下降,且脉石几乎不吸波;矿石粒度越小,颗粒间的孔隙越来越小,矿石内部的热量得到更好的集中,导致矿石温度升高。在整个微波加热过程中,三种粒度的矿样均保持较为稳定的升温速率,但由于原矿中磁铁矿的含量较低,三种粒度的矿样均没有体现出良好的升温特性。

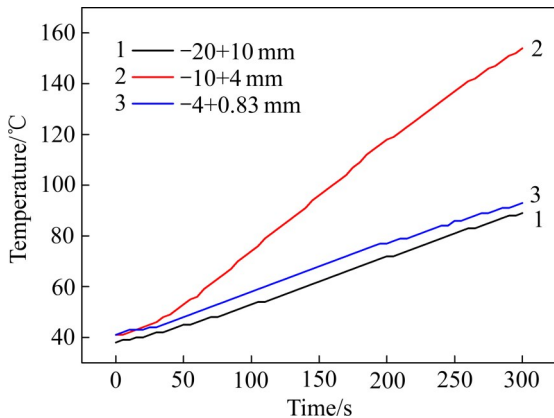


图4 不同粒度矿物升温特性曲线

Fig. 4 Temperature rise characteristic curves of minerals with different particle sizes

2.2.2 粒度对微波连续磨矿的影响

分别取粒度-20+10 mm、-10+4 mm和-4+0.83 mm的磁铁矿各30 g,在额定功率1000 W,微波辐照时间为120 s的条件下进行微波加热实验,考察原矿粒度对磨矿产品中粒度-0.075 mm的物料质量分数 w 的影响。由表2数据可知,随着原矿粒度的

减小,粒度-0.075 mm的物料质量分数 w 逐渐增大;虽然粒度-4+0.83 mm的矿样磨矿效果最佳,但是对比未经过微波预处理的原矿,其粒度-0.075 mm的物料质量分数 w 只提升了0.26%;粒度-10+4 mm的矿样经过微波处理后,磨矿效果下降, w 甚至降低了4.69%;相比之下,粒度-20+10 mm的矿样经过微波加热预处理后的磨矿效果是最理想的,其粒度-0.075 mm的物料质量分数 w 提高了8.69%。实验结果说明,矿样粒度对微波加热辅助磨细的效果有很大影响,当矿石的粒度较小时,部分有用矿物已经与脉石分离,从而限制了微波加热预处理对矿物可磨性的提升作用。综合实验数据,得出微波辅助磨矿对粒度-20+10 mm的矿样效果最佳,因此后续的实验均采用粒度-20+10 mm的矿样作为研究对象。

表2 矿样粒度对微波助磨的影响

Table 2 Influence of particle size of ore sample on microwave grinding aid

| Particle size/ mm | w/% | |
|----------------------|---------|-----------------|
| | Raw ore | After microwave |
| -20+10 | 73.00 | 81.69 |
| -10+4 | 92.29 | 87.60 |
| -4+0.83 | 94.08 | 94.34 |

2.2.3 加热时间对微波磨矿的影响

以粒度-20+10 mm的磁铁矿为原料,分别取30 g矿样在1000 W微波功率下加热30 s、60 s、120 s、180 s和300 s,探究加热时间对磨矿效果的影响。由图5可知,矿石的可磨性随着微波预处理时间的延长先增大后减小,最佳的预处理时间为120 s。在该条件下获得的粒度-0.075 mm的物料质量分数 w 达到87.32%。结合图4可知,在微波加热过程中,矿样的升温速率一直趋于稳定,证明在低温情况下物料的吸波性能没有发生改变。物料的吸波性能与介电特性有关,吸波能力较好的物料介电常数较大,在微波作用下,温度上升速度较快。微波加热120 s后,随着微波加热时间的延长,粒度-0.075 mm的物料质量分数 w 随之下降。对于含铁氧化物(Fe_3O_4)矿石,其介电常数在低温下较低,随着温度升高,介电常数缓慢增加。故微波辐照的时间越长,对磁铁矿的相变影响会越大,从而影响到微波助磨的效果。磁铁矿在微波辐射下会吸收

热量, 温度升高, 膨胀; 脉石吸波性能差, 温度上升缓慢, 几乎不膨胀。磁铁矿与脉石温度上升速率差别较大, 在热胀冷缩效应下产生膨胀的效果也相差较大; 磁铁矿加热时间过长会导致相变, 生成赤铁矿等, 且吸波时间过长会降低铁矿石的磁化率, 有用矿物的吸波能力也有所下降, 从而减弱了热应力, 削弱了微波预处理的效果。因此, 后续连续加热实验选用 120 s 作为微波加热预处理的时间。

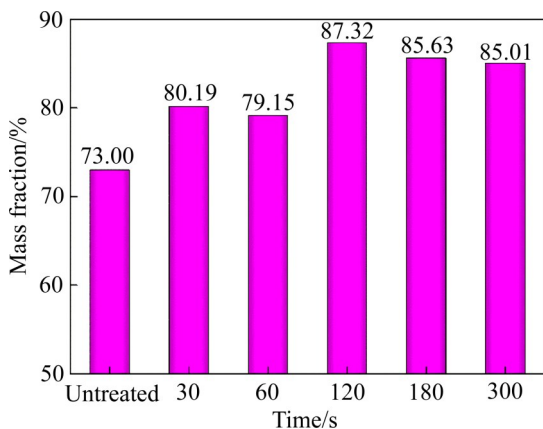


图5 不同加热时间对磨矿效果的影响

Fig. 5 Influence of different heating time on grinding effect

用 1000 W 微波连续加热 180 s 后, 磁铁矿矿样的主要成分为含铁氧化物, 其抛光面如图 6 所示。由图 6(a) 可知, 微波加热前的磁铁矿表面较为光滑, 成分简单, 主要是 Fe_3O_4 ; 由图 6(b) 可知, 微波加热后的磁铁矿矿物内部微观结构有明显变化, 微波加热后的矿样相比原矿, 纹理更加复杂交错, 但并没有看出烧结的现象。

由图 6(b) 还可以看出, 微波加热后, 磁铁矿矿相发生变化, 产生了许多赤铁矿, 很多细小的脉石与赤铁矿紧密连接在一起。随着微波加热时间的延长, 粒度 -0.075 mm 的物料质量分数 w 有所下降, 这是因为微波加热时间越长, 磁铁矿在微波加热过程中会生成的赤铁矿 (Fe_2O_3) 越多, 赤铁矿与脉石紧密相连, 破碎难度加大, 从而在磨矿过程中降低了可磨性。微波加热前后磁铁矿矿样的化学分析如表 3 所示。从表 3 中看出, 微波加热前后磁铁矿 Fe 含量始终保持在 22.80% 左右, 并无明显变化。

2.2.4 微波功率对磨矿效果的影响

微波输出功率对被加热物质的升温速率也有重

表3 粒度 $-20+10 \text{ mm}$ 的矿样在微波加热前后的化学成分

Table 3 Chemical composition of ore sample with $-20+10 \text{ mm}$ in particle size before and after microwave heating

| Element | Mass fraction/% | |
|---------|-----------------|-----------------|
| | Raw ore | After microwave |
| O | 26.88 | 32.80 |
| Si | 31.09 | 25.74 |
| Fe | 22.79 | 22.96 |
| Al | 6.51 | 6.43 |
| Na | 3.27 | 2.39 |
| Ca | 1.21 | 1.52 |

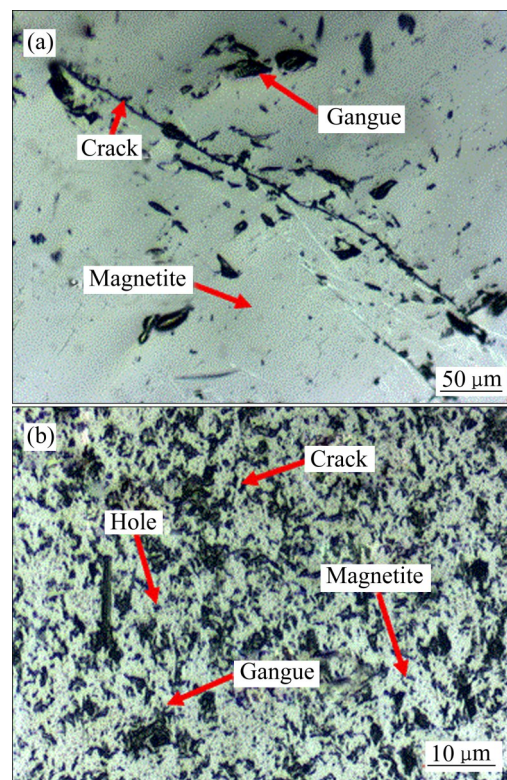


图6 磁铁矿微波加热前后金相显微镜图

Fig. 6 Metallographic microscope images of magnetite before(a) and after(b) microwave heating

要影响。以 30 g 粒度 $-20+10 \text{ mm}$ 的矿石为原料, 分别使用 250、500、1000、1500 和 2000 W 的微波加热 120 s, 探究微波输出功率对磨矿效果的影响, 实验结果如图 7 所示。由图 7 可知, 所有微波预处理矿样的可磨性均高于原矿, 而粒度 -0.075 mm 的物料质量分数 w 随着微波功率的提升先增大后减小。随着微波功率从 250 W 增加到 1000 W, 粒度 -0.075 mm 的物料质量分数 w 也从 83.46% 提升至 87.32%。这说明随着微波功率的升高, 磁铁矿矿相

与脉相之间受微波影响产生热应力, 裂隙变大, 从而促进了矿石的破碎, 提高了磨矿效果。但是在微波功率达到 1000 W 之后, 继续增大微波输出功率反而导致磨矿效果的下降, 说明微波功率并非越大越好。微波功率水平越高, 矿石强度下降的速度越快^[32]; 在微波功率达到 1000 W 之后, 矿石内部破碎程度有所下降。在本实验中, 对于相同粒度和质量的磁铁矿, 提供适宜的微波加热功率可以达到最佳的助磨效果, 而过高的微波功率不利于提高磨矿效果, 且增大了能量消耗。综上所述, 连续微波加热的最佳处理条件为粒度 -20+10 mm、时间 120 s、功率 1000 W, 在该条件下取得的磨矿效果最优, 即 w 是 87.32%。

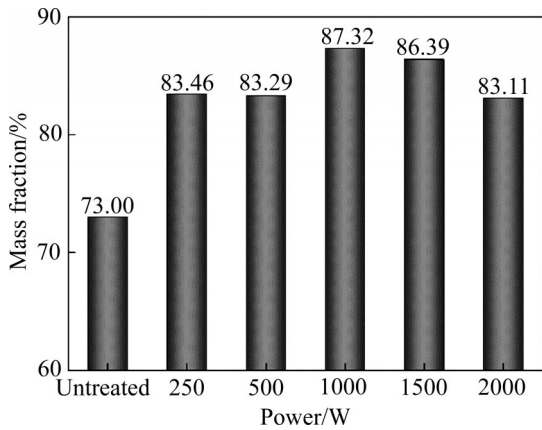


图 7 微波功率对磨矿效果的影响
Fig. 7 Influence of microwave power on grinding effect

2.3 脉冲微波加热对磨矿的影响

微波脉冲间歇式加热是微波加热中一种独特的方式。该方式以“加热区间-间歇区间”为一个周期, 并按照该周期循环往复地进行加热。在微波脉冲加热过程中, 微波装置按图 8 所示输出微波能, 即在 BC 段以适当的微波输出功率对矿石进行加热, DE 段停止加热, 以“A→B→C→D→E”为一个周期循环往复。根据微波脉冲加热的特点, 本文主要研究了微波加热脉冲宽度、间隔时间、微波功率、预处理总时间对磨矿效果的影响, 并与连续加热预处理取得的磨矿效果进行对比。

2.3.1 微波脉宽对磨矿效果的影响

根据 2.2 节的研究结果, 粒度 -20+10 mm 的磁铁矿在功率 1000 W 加热 120 s 时能达到最佳的磨矿效果。为与连续加热的效果进行对比, 同样使用功

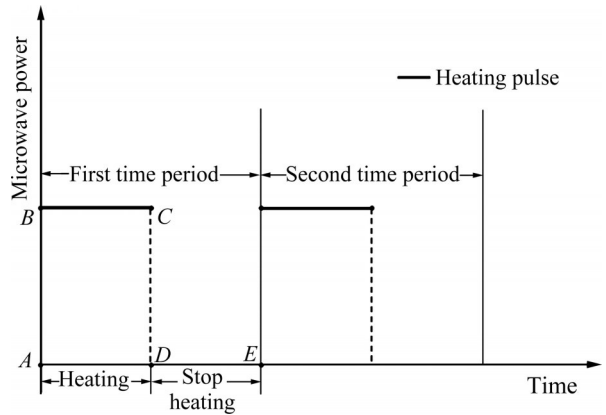


图 8 微波脉冲加热曲线
Fig. 8 Microwave pulsed heating curve

率为 1000 W 的微波对 30 g 矿样进行加热, 设定预处理总时间为 120 s, 并以 60 s 为一个加热周期重复操作两次, 分别控制加热脉冲宽度为 10 s、20 s、30 s 和 50 s, 对应间隔时间 50 s、40 s、30 s 和 10 s, 探究不同微波脉宽对磨矿效果的影响, 结果如图 9 所示。由图 9 可知, 加热脉宽为 10 s 时磨矿效果最好 ($w=78.73%$), 延长微波脉宽反而使粒度 -0.075 mm 的物料质量分数 w 降低。说明增大脉冲宽度并不会提升磁铁矿的可磨性, 而短时间的脉冲加热会给矿石颗粒一种刺激反应, 使得有用矿石在极短的时间内快速升温并产生热应力。周期性的加热使热应力周期性地产生, 从而提升有用矿石与脉石之间产生裂隙的程度。虽然使用该方法进行预处理仅使矿石的磨矿效果相比于原矿 ($w=73.00%$) 稍好, w 提高了 5.73%, 但由于使用间歇加热方法, 在 120 s 的预处理总时间内微波只输出了 20 s, 因此与连续加热 120 s 的磨矿效果 ($w=87.32%$) 有一定差距。钟诚斌等^[33]在相关研究中也着重提到此结论。

2.3.2 周期长度对磨矿效果的影响

根据 2.3.1 节的结果, 同样以 30 g 粒度 -20+10 mm 的矿样作为研究对象, 固定微波脉宽为 10 s、预处理总时间 120 s 以及微波功率 1000 W, 探究单个循环周期的时间分别为 20 s、30 s、40 s、60 s 时, 脉冲周期对磨矿效果的影响, 结果如表 4 所示。由表 4 可知, 当间歇时间从 10 s 延长到 30 s 时, 可以使磨矿效果提高, w 从 72.96% 逐步提升至 84.77%, 说明适当延长间歇时间有利于强化矿石的解离; 但是将间隔时间延长至 50 s 时, 磨矿效果降低, 这是因为过长的间隔时间使得磁铁矿吸收微波

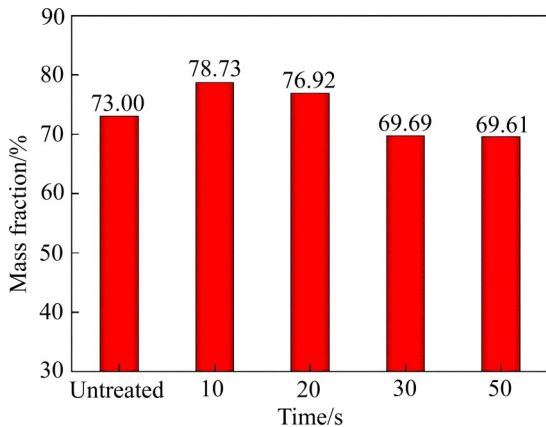


图9 脉宽对磨矿效果的影响

Fig. 9 Effect of pulse width on grinding effect

产生的热量大量传递至脉石或向辐射到空气中，减小了有价矿物和脉石之间的温差，从而削弱了热应力的产生。由实验结果可知，微波脉宽10 s、间歇时间30 s为最佳间歇加热方式。用该加热方式对矿样进行三个周期的处理(总时间120 s)可使磨矿效果达到最佳， $w=84.77\%$ 。虽然该加热方式的磨矿效果略低于微波连续加热120 s的磨矿效果，但是采用微波脉冲加热方式时微波工作的时间仅为30 s，相比于连续加热方式可以节约75%的能耗，节能效果显著。

表4 微波脉冲周期对磨矿效果的影响

Table 4 Influence of microwave pulsed period on assisted grinding effect

| Pulse period/s | $w/\%$ |
|----------------|--------|
| Untreated | 73.00 |
| 20 | 72.96 |
| 30 | 82.76 |
| 40 | 84.77 |
| 60 | 78.73 |

2.3.3 脉冲功率对磨矿效果的影响

结合2.3.1节和2.3.2节的结果可知，对30 g粒度 $-20+10\text{ mm}$ 的矿样进行微波脉冲间歇加热预处理，在固定总时间为120 s的前提下最佳脉冲方式为加热10 s、间隔30 s。在此基础之上，分别控制微波功率为500 W、1000 W、1500 W、2000 W，探究微波功率对磨矿效果的影响，结果如表5所示。由表5可知，当微波功率为500 W时，粒度 -0.075 mm 的物料质量分数 w 仅为75.90%，但是

当微波功率提升至1000 W和1500 W时，粒度 -0.075 mm 的物料质量分数 w 能分别达到84.77%和83.35%。这说明在较高功率下微波脉冲加热能促进矿石的解离，降低矿石的硬度和强度，进而提升磨矿效果^[34-36]。然而，当微波功率达到2000 W时，磨矿效果降低了。这是因为被加热的矿样质量仅为30 g，且矿石中具有强吸波能力的磁铁矿含量很低，造成了微波加热过程中负载阻抗的失配，从而导致微波被负载反射^[37]；而且使用微波脉冲加热方式处理时，微波功率输出的总时间仅为30 s，进一步限制了微波对矿石的有效加热。综上所述，采用微波脉冲加热方法处理30 g物料时，最佳微波功率是1000 W。

表5 微波功率对磨矿的影响

Table 5 Influence of microwave power on grinding effect

| Power/W | $w/\%$ |
|-----------|--------|
| Untreated | 73.00 |
| 500 | 75.90 |
| 1000 | 84.77 |
| 1500 | 83.35 |
| 2000 | 68.54 |

2.3.4 脉冲间歇式加热总时间对磨矿效果的影响

上述研究确定了微波脉冲间歇式加热的最佳脉冲周期和输出功率，由于微波辐照总时间较短，未能达到连续加热120 s的磨矿效果，因此本节探究延长微波脉冲加热预处理的总时间对强化矿石解离的效果，实验结果如图10所示。由图10可知，预处理总时间为200 s时，磨矿效果最佳，粒度 -0.075 mm 的物料质量分数达到89.75%；预处理总时间延长至240 s时，磨矿效果降低， $w=81.89\%$ ，下降了7.86%；预处理总时间进一步延长至320 s时， w 降低至79.32%。造成该结果的原因是预处理总时间过长导致磁铁矿和脉石之间的温差减小，不利于有价矿石与脉石两相界面上裂纹的产生。但是适当增加微波脉冲加热的循环次数能有效促进磁铁矿的解离。综上所述，微波脉冲间歇式加热辅助磨矿的最佳工艺参数为：预处理总时间200 s，微波功率1000 W，微波脉冲加热时间10 s，间隔30 s。在此条件之下可以得到最佳磨矿效果，即粒度 -0.075 mm 的物料质量分数 w 最高达89.75%。

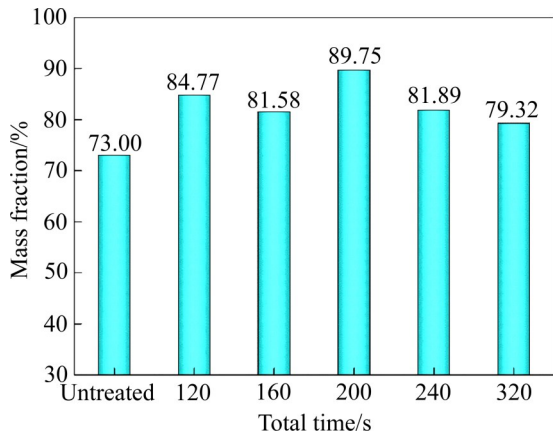


图 10 加热总时间对磨矿效果的影响

Fig. 10 Influence of total heating time on grinding effect

2.4 微波加热辅助的作用机理

为证明微波加热预处理可使有价矿物和脉石的界面产生裂缝, 取粒度 $-20+10\text{ mm}$ 的磁铁矿作为矿样, 使用SEM分别观察原矿和使用两种最佳微波加热方式处理后的矿物, 结果如图11所示。由图11(a)可见, 未处理的原矿中, 磁铁矿和脉石结合紧密; 由图11(b)可见, 微波连续加热后的矿样中, 磁铁矿与脉石两相的界面上呈现出裂缝; 由图11(c)可见, 微波脉冲间歇式加热后的矿样中, 磁铁矿与脉石两相的界面上呈现出明显的裂缝。另外, 微波辐射的吸收取决于矿石成分的介电特性。磁铁矿中 有用矿物的主要成分为 Fe_3O_4 , 介电常数较高; 脉石的主要成分为石英, 介电常数很低, 几乎不吸收微波。吸收性强的矿物容易被微波加热, 从而导致不同矿物之间产生温度差异和体积膨胀差异^[38]。由此可见, 微波加热预处理对磁铁矿的解离具有显著的促进作用, 介电特性的差异使得磁铁矿成分在微波辐射下的选择性加热, 进而提高了矿石的可磨性, 达到降低磨矿能耗的目的。

3 结论

1) 使用微波连续加热方式对 30 g 粒度 $-20+10\text{ mm}$ 的磁铁矿矿样进行处理时, 使用功率为 1000 W 的微波对矿石处理 180 s , 得到粒度 -0.075 mm 的物料质量分数最大, $w=87.32\%$, 相比原矿直接磨矿的 w 提高了 14.32% ;

2) 当采用微波脉冲间歇式加热对 30 g 粒度为 $-20+$

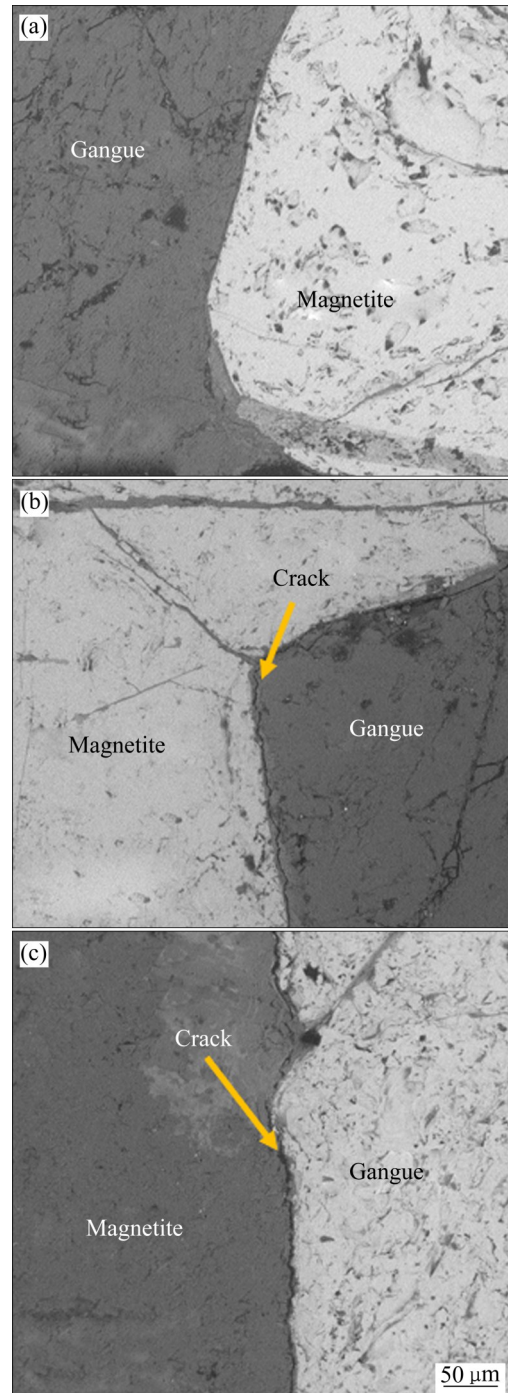


图 11 微波加热前后磁铁矿中的裂隙

Fig. 11 Cracks in magnetite before and after microwave heating: (a) Untreated; (b) Continuous heating; (c) Pulsed intermittent heating

10 mm 的磁铁矿矿样进行处理时, 最佳微波输出功率为 1000 W , 控制微波对物料加热 10 s 然后间隔 30 s , 如此往复操作五次直至预处理总时间达到 200 s , 可以获得最佳的磨矿效果, $w=89.75\%$, 相比原矿直接磨矿的 w 提高了 16.75% 。并且, 采用微

波脉冲间歇式的加热方法对磁铁矿进行预处理, 虽然预处理总时间比连续加热增加了 80 s, 但微波加热时间减少了 70 s, 粒度-0.075 mm 的物料质量分数 w 相比微波连续加热方式时的 w 提高了 2.43%, 在节约能耗的同时又提高磨矿效果。

3) 对比微波前后矿石的 SEM 图像, 观察到经过微波加热预处理后, 磁铁矿与脉石两相的界面产生明显裂纹, 证明合理利用微波选择性加热磁铁矿的特性, 可以有效促进矿物的解离, 提高矿石的可磨性, 达到降低磨矿能耗的目的。

REFERENCES

- [1] 刘剑军, 卢东方, 王毓华, 等. 风力作用下的干式磁选机对磁铁矿预选的影响[J]. 中国有色金属学报, 2020, 30(10): 2482-2491.
LIU Jian-jun, LU Dong-fang, WANG Yu-hua, et al. Effect of dry magnetic separator on pre-selection of magnetite under wind power[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2020, 30(10): 2482-2491.
- [2] 李林. 攀枝花低品位钒钛磁铁矿综合回收铁、钛试验研究[J]. 矿产保护与利用, 2015(2): 27-32.
LI Lin. Experimental research on comprehensive recovery of iron and titanium from the low grade vanadium titanium magnetite ore in Panzhihua[J]. Conservation and Utilization of Mineral Resources, 2015(2): 27-32.
- [3] LI Wen-bo, HAN Yue-xin, LIU Xiao, et al. Effect of fluidized magnetizing roasting on iron recovery and transformation of weakly magnetic iron mineral phase in iron tailings[J]. Physicochemical Problems of Mineral Processing, 2019, 55(4): 906-916.
- [4] 王俊鹏, 姜涛, 刘亚静, 等. 微波预处理对钒钛磁铁矿磨矿动力学的影响[J]. 东北大学学报(自然科学版), 2019, 40(5): 663-667.
WANG Jun-peng, JIANG Tao, LIU Ya-jing, et al. Effects of microwave pretreatment on the grinding kinetics of vanadium titano-magnetite[J]. Journal of Northeastern University (Natural Science), 2019, 40(5): 663-667.
- [5] 寇青军, 方建军, 张铃, 等. 微波技术在矿石粉碎中应用的研究进展[J]. 矿产保护与利用, 2019, 39(4): 172-178.
KOU Qing-jun, FANG Jian-jun, ZHANG Ling, et al. Research progress in the application of microwave technology in ore crushing[J]. Conservation and Utilization of Mineral Resources, 2019, 39(4): 172-178.
- [6] 付润泽, 朱红波, 彭金辉, 等. 采用微波助磨技术处理惠民铁矿的研究[J]. 矿产综合利用, 2012(2): 24-27.
FU Run-ze, ZHU Hong-bo, PENG Jin-hui, et al. Microwave-assisted grinding of Huimin iron ore[J]. Multipurpose Utilization of Mineral Resources, 2012(2): 24-27.
- [7] 聂琪, 戈保梁, 张晋禄, 等. 微波助磨技术处理某钼矿[J]. 矿产综合利用, 2019(1): 39-43, 27.
NIE Qi, GE Bao-liang, ZHANG Jin-lu, et al. Microwave-assisted grinding of a molybdenum ore[J]. Multipurpose Utilization of Mineral Resources, 2019(1): 39-43, 27.
- [8] 黄子杰, 孙伟, 高志勇. 磨矿对矿物表面性质和浮选行为的影响[J]. 中国有色金属学报, 2019, 29(11): 2671-2680.
HUANG Zi-jie, SUN Wei, GAO Zhi-yong. Effects of grinding on mineral surface properties and flotation behaviors[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2019, 29(11): 2671-2680.
- [9] 李明宇, 陈婉晴, 程一存, 等. 破碎方式对某磁铁矿石磨矿速度和 Bond 球磨功指数的影响[J]. 金属矿山, 2020(9): 142-146.
LI Ming-yu, CHEN Wan-qing, CHENG Yi-cun, et al. The influence of crushing modes on grinding speed and ball mill work index of the magnetite iron ore[J]. Metal Mine, 2020(9): 142-146.
- [10] 汪军, 陈来保, 朱圣林, 等. 高压辊磨机对某选铜厂磨矿作业影响的研究[J]. 现代矿业, 2020(6): 128-130.
WANG Jun, CHEN Lai-bao, ZHU Sheng-lin, et al. Research of influence for HPGR on grinding operation[J]. Modern Mining, 2020(6): 128-130.
- [11] 刘全军, 熊燕琴. 微波在铁矿石选择性磨细中的应用机理研究[J]. 云南冶金, 1997, 26(3): 25-28.
LIU Quan-jun, XIONG Yan-qin. Study on the application mechanism of microwave in selective grinding of iron ore[J]. Yunnan Metallurgy, 1997, 26(3): 25-28.
- [12] 喻清, 丁德馨, 张炬, 等. 微波辐照技术在矿业中的应用现状及发展趋势[J]. 黄金科学技术, 2017, 25(1): 112-120.
YU Qing, DING De-xin, ZHANG Ju, et al. Application status and development trend of microwave radiation technology in mining[J]. Gold Science and Technology, 2017, 25(1): 112-120.
- [13] 侯明, 李军, 杨黎, 等. 脉冲微波助磨工艺参数对钽铁矿升温性能的影响研究[J]. 黄金科学技术, 2020, 28(4): 595-602.
HOU Ming, LI Jun, YANG Li, et al. The study of effect of pulsed microwave assisted grinding process parameters on the ilmenite heating performance[J]. Gold Science and Technology, 2020, 28(4): 595-602.
- [14] 任伟. 磁铁精矿的微波烧结研究[D]. 重庆: 重庆大学, 2006: 3-13.
REN Wei. Study on microwave sintering of magnetite

- concentrates[D]. Chongqing: Chongqing University, 2006: 3-13.
- [15] 高琦, 庞建明, 马永宁, 等. 微波处理低品位锰矿冶炼硅锰合金试验研究[J]. 有色金属(冶炼部分), 2019(8): 81-84.
GAO Qi, PANG Jian-ming, MA Yong-ning, et al. Experimental study on smelting Si-Mn alloy by microwave heating of low-grade manganese ore[J]. Nonferrous Metals (Extractive Metallurgy), 2019(8): 81-84.
- [16] 蔡卫权, 李会泉, 张懿. 微波技术在冶金中的应用[J]. 过程工程学报, 2005, 5(2): 228-232.
CAI Wei-quan, LI Hui-quan, ZHANG Yi. Recent development of microwave radiation application in metallurgical processes[J]. The Chinese Journal of Process Engineering, 2005, 5(2): 228-232.
- [17] OGHEAEI M, MIRZAEI O. Microwave versus conventional sintering: A review of fundamentals, advantages and applications[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2010, 494(1/2): 175-189.
- [18] 马爱元, 郑雪梅, 孙成余, 等. 微波技术在材料制备与矿物冶金中的应用[J]. 稀有金属, 2020, 44(10): 1094-1107.
MA Ai-yuan, ZHENG Xue-mei, SUN Cheng-yu, et al. Application of microwave technology in mineral metallurgy and material preparation[J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2020, 44(10): 1094-1107.
- [19] MA Zhi-yuan, LIU Yong, ZHOU Ji-kui, et al. Recovery of vanadium and molybdenum from spent petrochemical catalyst by microwave-assisted leaching[J]. International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials, 2019, 26(1): 33-40.
- [20] 王晓辉, 彭金辉, 夏洪应, 等. 云南惠民铁矿微波磁化焙烧工艺[J]. 中南大学学报(自然科学版), 2012, 43(6): 2043-2047.
WANG Xiao-hui, PEENG Jin-hui, XIA Hong-ying, et al. Microwave magnetization roasting for iron ore of Huimin in Yunnan Province[J]. Journal of Central South University (Science and Technology), 2012, 43(6): 2043-2047.
- [21] 乔兰, 郝家旺, 李占金, 等. 基于微波加热技术的硬岩破裂方法探究[J]. 煤炭学报, 2021, 46(S1): 241-252.
QIAO Lan, HAO Jia-wang, LI Zhan-jin, et al. Research on the method of hard rock cracking based on microwave heating technology[J]. Journal of China Coal Society, 2021, 46(S1): 241-252.
- [22] 廖雪峰, 刘钱钱, 胡途, 等. 响应曲面法优化钛铁矿微波辅助磨矿研究[J]. 矿产保护与利用, 2016(3): 40-44.
LIAO Xue-feng, LIU Qian-qian, HU Tu, et al. Experimental investigation on microwave assisted grinding of ilmenite optimized by response surface method[J]. Conservation and Utilization of Mineral Resources, 2016(3): 40-44.
- [23] 刘汉文. 微波照射下矿物和岩石升温特性与弱化效果研究[D]. 南京: 南京大学, 2018: 3-11.
LIU Han-wen. Study on temperature rising and weakening effect of minerals and rocks under microwave irradiation[D]. Nanjing: Nanjing University, 2018: 3-11.
- [24] WALKIEWICZ J W, CLARK A E, MCGILL S L. Microwave-assisted grinding[J]. IEEE Transactions on Industry Applications, 1991, 27(2): 239-243.
- [25] AMANKWAH R K, OFORI-SARPONG G. Microwave heating of gold ores for enhanced grindability and cyanide amenability[J]. Minerals Engineering, 2011, 24(6): 541-544.
- [26] BOBICKI E R, LIU Q X, XU Z H. Effect of microwave pretreatment on ultramafic nickel ore slurry rheology[J]. Minerals Engineering, 2014, 61: 97-104.
- [27] BOBICKI E R, LIU Q X, XU Z H. Microwave heating of ultramafic nickel ores and mineralogical effects[J]. Minerals Engineering, 2014, 58: 22-25.
- [28] 白立记, 苏秀娟, 何春林, 等. 锡石多金属硫化矿微波助磨研究[J]. 矿产保护与利用, 2019, 39(1): 28-34.
BAI Li-ji, SU Xiu-juan, HE Chun-lin, et al. Study on microwave assisted grinding of cassiterite-polymetallic sulfide ore[J]. Conservation and Utilization of Mineral Resources, 2019, 39(1): 28-34.
- [29] ROY S K, NAYAK D, DASH N, et al. Microwave-assisted reduction roasting—magnetic separation studies of two mineralogically different low-grade iron ores[J]. International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials, 2020, 27(11): 1449-1461.
- [30] 程翔宇, 钱功明, 蔡先炎, 等. 复杂难选铁矿石预处理方法的研究进展[J]. 金属矿山, 2020(12): 1-11.
CHENG Xiang-yu, QIAN Gong-ming, CAI Xian-yan, et al. The research progress of pretreatment technology for complex refractory iron ore[J]. Metal Mine, 2020(12): 1-11.
- [31] SUN Yong-sheng, ZHOU Wen-tao, HAN Yue-xin, et al. Strengthening liberation and separation of magnetite ore via magnetic pulse pretreatment: An industrial test study[J]. Advanced Powder Technology, 2020, 31(5): 2101-2109.
- [32] LU G M, FENG X T, LI Y H, et al. Experimental investigation on the effects of microwave treatment on basalt heating, mechanical strength, and fragmentation[J]. Rock Mechanics and Rock Engineering, 2019, 52(8): 2535-2549.
- [33] 钟诚斌. 微波辅助磨矿对稀土矿物解离度的影响[D]. 武汉: 武汉工程大学, 2017: 53-56.
ZHONG Cheng-bin. The liberation effect of rare earth ore by microwave treatment on grinding system[D]. Wuhan: Wuhan Institute of Technology, 2017: 53-56.

- [34] JONES D A, KINGMAN S W, WHITTLES D N, et al. The influence of microwave energy delivery method on strength reduction in ore samples[J]. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 2007, 46(4): 291–299.
- [35] GUO S H, LI W, PENG J H, et al. Microwave-absorbing characteristics of mixtures of different carbonaceous reducing agents and oxidized ilmenite[J]. *International Journal of Mineral Processing*, 2009, 93(3/4): 289–293.
- [36] WANG Y M, YUAN Z F, GUO Z C, et al. Reduction mechanism of natural ilmenite with graphite[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2008, 18(4): 962–968.
- [37] 钟立松, 王贤友, 黄启先. 微波炉阻抗匹配调整探讨[J]. *真空电子技术*, 2013(5): 26–29.
ZHONG Li-song, WANG Xian-you, HUANG Qi-xian. Discussion on the adjustment of the microwave impedance matching[J]. *Vacuum Electronics*, 2013(5): 26–29.
- [38] LIU Chen-hui, ZHANG Li-bo, PENG Jin-hui, et al. Effect of temperature on dielectric property and microwave heating behavior of low grade Panzhihua ilmenite ore[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2013, 23(11): 3462–3469.

Comparative study on microwave-assisted grinding of low-grade magnetite by continuous heating and pulsed heating

YAN Yan^{1,2}, CHEN Kai-hua^{1,2}, CHEN Jing^{1,2}, GUO Sheng-hui^{1,2,3}

(1. Faculty of Metallurgical and Energy Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China;

2. State Key Laboratory of Clean Utilization of Complex Non-ferrous Metal Resources, Kunming 650093, China;

3. National and Local Joint Engineering Laboratory for Microwave Energy Engineering Application and Equipment Technology, Kunming 650093, China)

Abstract: In this paper, the raw material, low-grade magnetite, was pre-treated by microwave continuous heating and pulsed heating, respectively, in high-temperature microwave box furnace to compare the different effects of each methods on the improvement of grindability. The sample with a particle size of $-20+10$ mm was mainly selected as the research object. The results show that, by adjusting the parameters of microwave power, heating time, pulse width and pulse period, the best conditions for continuous microwave heating are microwave power of 1000 W and heating for 120 s, the mass fraction of materials with particle size of -0.075 mm can reach 87.32%, which is 14.32% higher than that of direct grinding. The optimum parameters for pulsed heating are microwave power of 1000 W, microwave heating for 10 s+intermittent for 30 s, and total pretreatment time for 200 s, the mass fraction of materials with particle size of -0.075 mm can reach 89.75%, which is 16.75% higher than that of direct grinding. The SEM analysis shows that the microwave radiation treatment of magnetite concentrate produces cracks between valuable minerals and gangue, which promotes the separation of gangue and minerals. In summary, the microwave pulsed heating treatment of ore has a better grinding aid effect and lower energy consumption than the microwave continuous heating treatment.

Key words: microwave-assisted grinding; magnetite; pulsed heating; continuous heating; grinding effect

Foundation item: Project(51664035) supported by the National Natural Science Foundation of China

Received date: 2020-12-23; **Accepted date:** 2021-05-31

Corresponding author: GUO Sheng-hui; Tel: +86-13888778655; E-mail: shguo78@hotmail.com

(编辑 何学锋)