# 磁化焙烧对褐铁矿磁性能的影响

# 王建英1、张新龙12、张铁柱1

- (1. 内蒙古科技大学工业技术研究院,内蒙古 包头 014010;
- 2. 内蒙古科技大学矿业研究院,内蒙古 包头 014010)

摘要:针对质量磁化率为  $0.51 \times 10^6$  m³/kg 的固阳难选褐铁矿,采用回转窑进行了磁化焙烧 - 磁选试验,采用振动样品磁强计分析了磁化焙烧前后物料磁性能的变化情况。结果表明:在焙烧温度  $750 \, ^{\circ}$  、配煤量 5%、焙烧时间 40 min、磨矿细度 -0.045 mm 68.74%、磁场强度 0.21 T 条件下,可获得铁品位 60.9%,铁回收率 91.36% 的铁精矿。物料经磁化焙烧后磁性明显增强,随着焙烧温度的升高,物料磁性参数和质量磁化率都随之变大,在 800  $^{\circ}$  时,质量磁化率达到最大值  $42.74 \times 10^{-6}$  m³/kg,随后随之降低,物料磁性参数和质量磁化率随着配煤量的增加而增加,在 7% 时达到最大值,焙烧时间对物料磁性能影响不大。

关键词: 煤泥水; 沉降; 凝聚剂; Zeta 电位

doi:10.3969/j.issn.1000-6532.2018.06.013

中图分类号: TD926.4 文献标志码: A 文章编号: 1000-6532 (2018) 06-0066-07

我国铁矿资源严重不足,主要依赖进口,开发利用难选铁矿资源具有十分重要的意义[1-3]。固阳褐铁矿属于典型的难选高硅型贫褐铁矿。目前,处理该类褐铁矿的主要方法是磁化焙烧,但由于焙烧后生成的磁铁矿要比天然的磁铁矿的剩磁要高,容易形成磁团聚等问题,磁选以后铁精矿品位一直达不到工业要求[4-8]。本文针对固阳褐铁矿进行了磁化焙烧-磁选试验,并进行磁性能研究,旨在揭示焙烧过程中矿物的磁性变化,为有效提高磁选精

矿品位提供理论基础和指导。

### 1 试验

#### 1.1 试验原料

试样原料取自内蒙古包头固阳地区,试样呈 黄褐色、粒度为 0~130 mm 之间。试验前先进行 1 mm 筛分分级,+1 mm 以上的部分使用颚式破碎 机和对辊破碎机破至-1 mm。原矿的化学多元素分析结果见表 1、铁物相分析结果见表 2。

表 1 原矿多元素分析结果 /%

Table 1 Analysis of multi-element analysis of ore

TFe	FeO	SiO <sub>2</sub>	Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	P	S	F	K <sub>2</sub> O	CaO
32.79	1.80	31.72	1.66	0.40	4.64	0.10	2.06	0.03	1.80	0.72

表 2 原矿铁物相的分析结果

Table 2 Analysis results of crude ore phase

物相 名称	磁性 铁	硅酸 铁	硫化 铁	碳酸 铁	赤褐 铁	全铁
含铁量 /%	0.43	0.49	0.12	0.23	31.52	32.79
分布率 /%	1.31	1.49	0.37	0.70	96.12	100.00

由表 1 可知原矿中铁品位为 32.79%,磁性率为 5.49%,经测定原矿的质量磁化率为 0.51×10<sup>6</sup> m³/kg。

### 1.2 试验设备

RK/HY - 1型试验用回转窑、TD 3500型 X 射线衍射仪、VERSALAB型振动样品磁强计和

**收稿日期:** 2017-06-22

基金项目:内蒙古自治区科技重大专项项目(200500201)

作者简介:王建英(1945-),男,教授,主要研究方向为资源综合利用。

EVO18 电子扫描显微镜。

#### 1.3 试验方法

采用回转窑对褐铁矿进行磁化焙烧试验,焙烧矿在回转窑的冷却带自然冷却,使用球磨机进行磨矿,将磨好的矿进行过滤、烘干和取样,使用磁选管进行磁选作业,最后测定磁选精矿铁品位,并计算产率和回收率;采用 X 射线衍射仪对不同温度焙烧矿的物相组成进行分析;采用振动样品磁强计对不同因素、水平焙烧矿的磁性能进行研究;采用扫面电镜观察表面形貌。

## 2 结果及讨论

#### 2.1 磁化焙烧-磁选试验

### 2.1.1 焙烧温度

在焙烧时间 40 min、配煤量 5% 的条件下, 将焙烧矿磨矿至 -0.074 mm 87%, 在 0.19 T 的磁场 强度下做焙烧温度试验,结果见图 1。

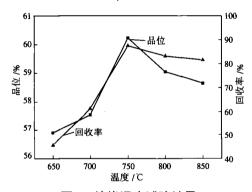


图 1 焙烧温度试验结果

Fig.1 Experiment chart of roasting temperature

由图 1 可知,温度从 650 ℃ 提高至 750 ℃ 的过程中,弱磁选铁精矿的品位从 56.9% 提高至 60.23%,同时回收率从 45.46% 大幅度提高至 87.52%,这表明随着温度的升高,还原反应产生的磁铁矿的比例在不断上升。当温度提高至 850 ℃时,品位和回收率均有小幅度的下降,这是由于温度过高时产生了过还原现象,导致焙烧矿磁性下降。因此 750 ℃ 为较佳焙烧温度。

#### 2.1.2 配煤量

在焙烧温度 750℃、焙烧时间 40 min 的条件下, 将焙烧矿磨矿至 -0.074 mm 87%, 在 0.19 T 的磁场 强度下做焙烧配煤量试验,结果见图 2。

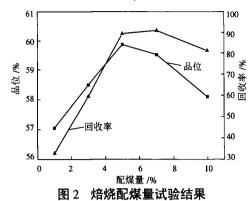


Fig .2 Results of coal blending

由图 2 可知,配煤量较少时,由于还原剂量不足使得弱磁性矿物不能充分地还原成磁铁矿,精矿的回收率很低,随着配煤量的增加,还原成磁铁矿的量不断上升,当配煤量为 7% 时,回收率达到 90% 以上,继续增加配煤量会导致还原剂过剩,使部分磁铁矿过度还原成非磁性的 FeO,致使焙烧矿的磁性下降。因此 5% 为较佳配煤量。

#### 2.1.3 焙烧时间

在焙烧温度 750℃、配煤量 5% 的条件下,将焙烧矿磨矿至 -0.074 mm87%,在 0.19 T 的磁场强度下做焙烧时间(入料从进入加热带至全部流出冷却带)试验,结果见图 3。

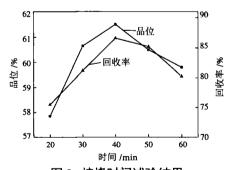


图 3 焙烧时间试验结果 Fig.3 Results of roasting time

由图 3 可知, 焙烧时间从 20 min 增加至 60 min 的过程中, 弱磁选铁精矿品位从 57.85% 提高到 61.5% 又降至 59.8%, 回收率从 75.52% 提高到 86.64% 又降至 80.26%。焙烧时间过短,还原反应未完全进行,褐铁矿还原程度不够,焙烧时间过长,会发生较为明显的过烧现象,导致精矿回收率下降。因此 40 min 为最佳焙烧时间。

#### 2.1.4 磨矿细度

在最佳焙烧条件下,对不同磨矿细度在 0.19 T 的磁场强度下进行了一次磁选试验,结果见图 4。

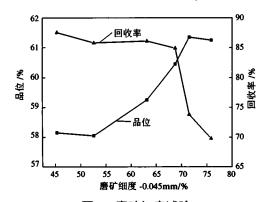


图 4 磨矿细度试验

Fig .4 Results of grinding fineness

由图 4 可知,磨矿细度从 -0.045 mm 45.35% 至 68.74% 的过程中,随着细度的减小,铁精矿品位上升了 2 个百分点,回收率变化不大。继续提高磨矿细度,发现铁品位稍有波动,但铁精矿回收率却出现了大幅度下降。这是由于过磨现象造成有用矿物大量进入磁选尾矿所致。因此 -0.045 mm 68.74%时为较佳磨矿细度。

### 2.1.5 磁场强度

在磨矿细度为 -0.045 mm 68.74% 的条件下, 对不同磁场强度进行了试验、结果见图 5。

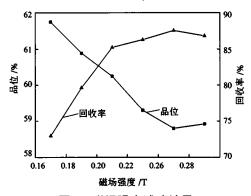


图 5 磁场强度试验结果

Fig .5 Results of magnetic field

由图 5 可知,随着磁场强度的增加,铁精矿品位在不断下降,而回收率则在不断上升,最后二者都逐渐趋于平稳。这是因为在磁场强度过小时,磁选管只能吸附一些纯度较高的强磁性矿物,而磁场强度过大时,还会吸附一些磁性相对较弱

的矿物,导致精矿品位下降。因此磁场强度 0.21T 为较佳磁场强度。

由以上分析可知,较佳磁化焙烧-磁选工艺条件为焙烧温度 750℃,配煤量 5%,焙烧时间 40 min,磨矿细度 -0.045 mm 的比例 68.74%,磁场强度 0.21 T。在较佳条件下进行一次磁选试验,获得铁精矿品位 60.9%,铁回收率 91.36%。

#### 2.2 磁性能研究

#### 2.2.1 焙烧温度对磁性能的影响

在室温条件下,对不同温度焙烧矿的磁滞回线进行测定,外磁场强度范围为-5000 Oe 到 5000 Oe,测量结果见图 6。不同温度焙烧矿的磁性参数可从图中获得、见表 3。

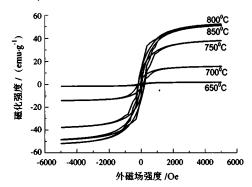


图 6 不同温度下焙烧矿的磁滞回线

Fig .6 Hysteresis loop of calcined ore at different temperatures

表 3 磁参数估算值
Table 3 Estimates of magnetic parameters

		• .	
焙烧温度 /C	饱和磁化 强度 /(emu·g <sup>-1</sup> )	剩余磁化 强度 /(emu·g <sup>-1</sup> )	矫顽力 /Oe
650	-	0.31	172.74
700	16.7	3.32	179.87
750	37.33	11.46	224.8
800	55.27	15.13	225.63
850	53.03	13.89	211.76

由图 6 可知,随着外磁场强度的增加,不同温度下焙烧矿的磁化强度均迅速变大,而后逐渐趋于平稳,除 650 ℃的焙烧矿外,其余均达到磁饱和状态。由于焙烧矿中杂质较多,磁滞回线不是很平滑。由表 3 可知,随着温度的升高,焙烧矿的饱和磁化强度和剩磁均在不断增加,在 800℃时,达到最大值 55.27 emu/g 和 15.13 emu/g,随着温度的继续提高,二者稍有下降。

由磁化焙烧试验分析可知,焙烧温度是影响还原反应速率最重要的因素。图 7 是不同温度下焙烧矿的 XRD 图谱。由图 7 可知,650 ℃时的特征峰主要是顺磁性物质赤铁矿和抗磁性物质石英,所以650 ℃时的焙烧矿不存在磁饱和现象。随着温度的升高,赤铁矿的衍射峰逐渐减弱、消失,磁铁矿的衍射峰逐渐出现、增强,当温度达到850 ℃时,X 衍射图谱中出现了浮氏体的特征峰,说明产生了过还原反应。因为磁铁矿是铁磁性物质,所以随着焙烧矿中磁铁矿含量的增加或减少,焙烧矿的饱和磁化强度和剩磁也随之增加或减少,这与表3的数据结果相一致。

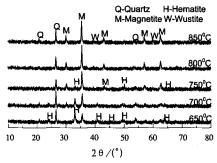


图 7 不同温度下焙烧矿的 XRD

Fig. 7 XRD pattern of calcined ore at different temperatures

由 X 衍射图谱中可知,不同温度焙烧矿中顺磁性物质和铁磁性物质在不断的变化。Honda-Owen 图可以用来表示磁性物质中顺磁质和铁磁质两部分的大小。在一定强度范围内,描绘样品的质量磁化率和外磁场倒数的关系,并对其进行线性拟合,其截距 y 为顺磁质的质量磁化率,斜率为铁磁质的质量磁化率,两者之和为样品的总质量磁化率 <sup>[9-11]</sup>。图 8 是 650 ℃ 时焙烧矿的 Honda-Owen。

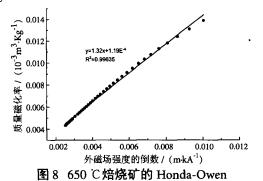


Fig. 8 Honda-Owen diagram of 650°C roasting mine

由图 8 可知其线性拟合方程为:

 $y=1.32x+1.19E^4$  ( $R^2=0.99635$ ); 同理可求得 其它温度下焙烧矿的线性拟合方程。

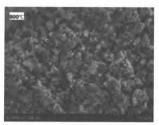
由不同温度焙烧矿的线性拟合方程可求得其顺磁质、铁磁质及总质量磁化率、见表 4。

表 4 不同温度下焙烧矿的质量磁化率
Table 4 Massation rate of calcined ore at different temperatures

焙烧	质量磁	质量磁化率 (×10 <sup>-6</sup> m³/k		
温度 /℃	总共	顺磁	铁磁	
650	1.44	0.12	1.32	
700	12.05	0.96	11.09	
750	40.9	3.95	36.95	
800	42.74	4.07	38.67	
850	33.89	2.75	31.14	

由表 4 可知,随着温度的升高,焙烧矿的总体质量磁化率迅速增长并逐渐趋于稳定,在 800 ℃时达到最大值 42.74×10-6 m³/kg,随着温度的继续升高,焙烧矿的质量磁化率明显开始下降,这与不同温度焙烧矿的饱和磁化强度和剩余磁化强度的变化规律相一致。顺磁部分的质量磁化率按照 X 衍射图谱的物相变化规律应该随温度的升高而减小,但试验结果却不同,导致这种差异的原因可能是原料中存在的 Al、Na、 K 等氧化物在反应过程中生成了磁性物质。

结合图 7 不同温度下焙烧矿的 X 衍射图谱可知,随着温度的上升,焙烧矿中的顺磁性物质赤铁矿逐渐转变为铁磁性物质磁铁矿,当温度达到850 ℃时,焙烧矿产生过还原反应,局部发生熔融烧结,导致磁铁矿的含量大幅度减少。图 9 是 800 ℃和850 ℃时焙烧矿的 SEM 照片,从图 9 中可以明显的看出800 ℃时,焙烧矿的结构较为松散,矿物表面有许多细小的空洞,而850 ℃时,焙烧矿中有用矿物与脉石黏结在一起,发生熔融烧结,导致焙烧矿质量磁化率大幅度下降。



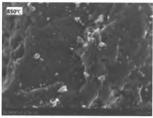


图 9 800 ℃和 850 ℃时焙烧矿的 SEM 照片 Fig.9 SEM images of calcined ore at 800℃ and 850℃

#### 2.2.2 配煤量对磁性能的影响

在室温条件下,对不同配煤量焙烧矿的磁滞回线进行测定,外磁场强度范围为-5000 Oe 到5000 Oe,测量结果见图 10。不同配煤量焙烧矿的磁性参数可从图中获得,见表 5。

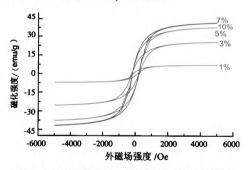


图 10 不同配煤量下焙烧矿的磁滞回线 Fig .10 Hysteresis loop of calcined ore under different coal

表 5 磁参数估算值

Table 5 Estimates of magnetic parameters

blending

配煤量/%	饱和磁化强度 /(emu·g <sup>-1</sup> )	剩余磁化强度 /(emu·g <sup>-1</sup> )	矫顽力 /Oe
1	7.17	1.58	144.96
3	25.44	7.21	205.04
5	39.95	11.60	212.58
7	41.97	11.90	190.48
10	41.61	11.49	198.12

由图 10 可知,随着外磁场强度的增加,不同配煤量下焙烧矿的磁化强度均迅速变大,而后逐渐趋于平稳,均达到磁饱和状态,7% 和 10% 配煤量的磁滞回线几乎重叠。由表 5 可知,随着配煤量的增加,焙烧矿的饱和磁化强度和剩磁均在不断增加,在配煤量为 7% 时,达到最大值 41.97 emu/g和 11.90 emu/g,继续增加配煤量几乎没有影响。

图 11 是配煤量 1% 时焙烧矿的 Honda-Owen 图。

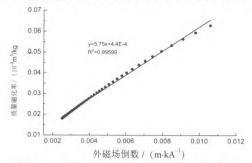


图 11 1% 配煤量焙烧矿的 Honda-Owen Fig .11 Honda-Owen diagram of 1% coal blending

由图可知其线性拟合方程为:

 $y=5.75x+4.4E^{-4}$  ( $R^2=0.99599$ ); 同理可求得其它配煤量下焙烧矿的线性拟合方程。

 $3\% y=19.12x+1.95E^{-3} (R^2=0.99278)$ 

5%  $y=30.14x+2.98E^{-3}$  (R<sup>2</sup>=0.99512)

7%  $y=31.90x+3.09E^{-3}$  (R<sup>2</sup>=0.99383)

 $10\% \text{ y=}31.44\text{x+}3.12\text{E}^{-3} \text{ (R}^2=0.99342)$ 

由不同配煤量焙烧矿的线性拟合方程可求得其顺磁质、铁磁质及总质量磁化率,列于表 6。

由表可知,随着配煤量的增加,焙烧矿的总体质量磁化率迅速增长并逐渐趋于稳定,在 7% 时达到最大值 34.99×10<sup>-6</sup> m³/kg, 这与不同配煤量下焙烧矿的饱和磁化强度和剩余磁化强度的变化规律相一致,当配煤量达到 5% 时,继续增加配煤量对焙烧矿的质量磁化率影响很小。

表 6 不同配煤量下焙烧矿的质量磁化率
Table 6 Massation rate of calcined ore under different coal

blending 质量磁化率 (10-6m3-kg-1) 配煤量 /% 总共 顺磁 铁磁 1 6.19 0.44 5.75 3 21.07 1.95 19.12 5 33.12 2.98 30.14 7 34.99 3.09 31.90 10 34.56 3.12 31.44

#### 2.2.3 焙烧时间对磁性能的影响

在室温条件下,对不同焙烧时间焙烧矿的磁滞回线进行测定,外磁场强度范围为-5000 Oe 到5000 Oe,测量结果见图12。不同焙烧时间焙烧矿的磁性参数可从图12中获得,见表7。

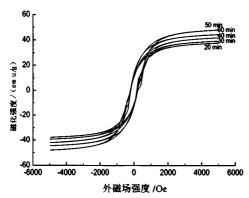


图 12 不同时间下焙烧矿的磁滞回线

Fig .12 Hysteresis loop of the calcined ore at different times

表 7 磁参数估算值

Table 7 Estimates of magnetic parameters

还原 时间 /min	饱和磁化 强度 /(emu·g <sup>-1</sup> )	剩余磁化 强度 /(emu·g <sup>-1</sup> )	矫顽力 /Oe
20	37.83	10.64	204.82
30	39.32	11.21	208.67
40	41.90	11.90	212.58
50	48.11	13.15	211.72
60	44.46	12.43	193.47

由图 12 可知,随着外磁场强度的增加,不同焙烧时间焙烧矿的磁化强度均迅速变大,而后逐渐趋于平稳,均达到磁饱和状态。由表 7 可知,随着焙烧时间的增加,焙烧矿的饱和磁化强度和剩磁缓慢增加,在 50 min 时,达到最大值 48.11 emu/g 和13.15 emu/g,而后略微下降。

图 13 是焙烧时间 20 min 焙烧矿的 Honda-Owen。

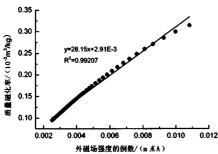


图 13 20 min 焙烧矿的 Honda-Owen Fig.13 Honda-Owen graph of 20 min roasting ore 由图 13 可知其线性拟合方程为:

 $y=28.15x+2.91E^{-3}$  ( $R^2=0.99207$ ) ; 同理可求得 其它时间下焙烧矿的线性拟合方程。

30min y=29.34x+3.09E<sup>-3</sup> (R<sup>2</sup>=0.99226) 40min y=31.07x+3.32E<sup>-3</sup> (R<sup>2</sup>=0.99169) 50min y=35.11x+4.04E<sup>-3</sup> (R<sup>2</sup>=0.99006) 60min y=34.15x+3.18E<sup>-3</sup> (R<sup>2</sup>=0.99243)

由不同时间焙烧矿的线性拟合方程可求得其顺磁质、铁磁质及总质量磁化率、见表 8。

表 8 不同还原时间下焙烧矿的质量磁化率
Table 8 Massation rate of calcined ore at different reduction times

	*****		
还原时间	质量磁	化率 / (10 <sup>-6</sup> m	<sup>3</sup> ·kg <sup>-1</sup> )
/min	总共	顺磁	铁磁
20	31.06	2.91	28.15
30	32.43	3.09	29.34
40	34.39	3.32	31.07
50	39.15	4.04	35.11
60	37.33	3.18	34.15

由表可知,随着焙烧时间的延长,焙烧矿的总体质量磁化率略微增加,变化幅度不大,在 50 min时达到最大值 39.15×10<sup>-6</sup> m<sup>3</sup>/kg,与其饱和磁化强度和剩余磁化强度的变化规律相一致,表明焙烧时间对质量磁化率的影响不大。

通过对不同试验因素下焙烧矿磁性能的研究, 发现质量磁化率最大的条件与最佳磁化焙烧条件 并不一致,但相差不大,产生这种差距的原因可 能是受到磁团聚的影响,需要进一步的试验探索 研究。

# 3 结 论

- (1) 较佳磁化焙烧 磁选工艺条件: 焙烧温度 750℃、配煤量 5%、焙烧时间 40 min、磨矿细度 -0.045 mm 的比例 68.74%、磁场强度 0.21 T, 可获得铁品位 60.9%、铁回收率 91.36% 的铁精矿。
- (2) 焙烧矿质量磁化率随焙烧温度的升高而变大,在800℃时达到最大值42.74×10<sup>-6</sup> m³/kg,随后大幅度的下降。随着配煤量的增加,焙烧矿质量磁化率也随之增加,在7%时达到最大值,继续增加配煤量对其影响很小。不同焙烧时间焙烧矿的质量磁化率变化幅度不大。
- (3) 焙烧矿质量磁化率与焙烧矿中强磁性矿物的含量成正比,质量磁化率越大,焙烧矿中强磁性矿物的含量也就越高,同时焙烧矿也较容易达到磁饱和状态。

## 参考文献:

- [1] 谢兴中,王毓华. 褐铁矿选矿研究现状与思考 [J]. 金属矿山,2010, V39(1):6-10.
- [2] 明星, 李艳军, 刘金长, 等. 某强磁预选精矿悬浮焙烧试验研究[J]. 矿产综合利用, 2017(1):50-53.
- [3] 余永富,陈雯,洪志刚,等.褐铁矿、菱铁矿类难处理矿石闪速磁化焙烧及工程转化研究[J].矿冶工程,2016,36(z):1-9.
- [4] 王儒, 韩跃新, 李艳军, 等. 鲕状赤铁矿悬浮焙烧的磁性研究[J]. 东北大学学报: 自然科学版, 2015, 36(7):1024-1028.
- [5] 罗德璋, 磁团聚重选法 [J]. 矿产综合利用, 1988(1):3-13.
- [6] 黄晓燕,郭珊杉,李槐华,等.人工磁铁矿和天然磁铁矿 磁性及磁选行为研究[J].矿冶工程,2012,32(2):30-33.

- [7] 陈超, 李艳军, 张裕书, 等. 鲕状赤铁矿悬浮焙烧试验研究 [J]. 矿产综合利用, 2013(6):30-34.
- [8]Cui Z, Liu Q, Etsell T H. Magnetic properties of ilmenite, hematite and oilsand minerals after roasting[J]. Minerals Engine ering, 2002, 15(12):1121-1129.
- [9] Waters K, Rowson N, Greenwood R, et al. Characterising the effect of microwave radiation on the magnetic properties of pyrite[J]. Separation and Purification Technology. 2007, 56(1): 9-17.
- [10]Barani K, Koleini S M J, Rezaei B. Magnetic properties of an iron ore sample after microwave heating[J]. Separation and Purification Technology. 2011, 76(3): 331-336.
- [11] Handley RCO. Modern Magnetic Materials: Principles and Applications [M]. John Wiley & Sons, 1999.

## Effect of Magnetization Roasting on Magnetic Properties of Limonite

Wang Jianying<sup>1</sup>, Zhang Xinlong<sup>1,2</sup>, Zhang Tiezhu<sup>1</sup>

(1.Institute of Industrial Technology Research of Inner Mongolia University of Science and Technology, Baotou, Inner Mongolia, China; 2.Institute of Mining of Inner Mongolia University of Science and Technology, Baotou Inner Mongolia, China)

**Abstract:** In view of the refractory limonite ores from Guyang with the quality of magnetic susceptibility for  $0.51 \times 10^{-6} \, \text{m}^3$  / Kg, the magnetic roasting-magnetic separation experiment was carried out in rotary kiln, and the magnetic properties of materials before and after magnetization roasting were analyzed by vibrating sample magnetometer. The results show that iron concentrate grading 60.9% Fe at the recovery of 91.36% could be obtained at a temperature of 750% for 40 min with the following conditions including coal dust at 5%, grinding fineness of-0.045 mm 68.74% and magnetic field of 0.21T. The magnetic property of the material is obviously increased after magnetizing roasting. The magnetic parameters and mass susceptibility of the materials increase with the increase of the roasting temperature, the mass susceptibility reached a maximum of  $42.74 \times 10^{-6} \, \text{m}^3$  / Kg at 800%, and then decrease. The magnetic parameters and mass magnetization of the materials increase with the increase of coal blending, reach the maximum at 7%. The roasting time has little effect on the magnetic properties of the materials.

Keywords: Limonite; Magnetic property; Hysteresis loop; Mass susceptibility;