

包头2号矿体选冶经济高效流程的开发*

杨世山¹⁾ 沈更生¹⁾ 李治全¹⁾ 曹永仙²⁾

1) 北京科技大学冶金系, 北京 100083

2) 中国科学院力学所, 北京 100080

摘要 采用包头2号矿体的重选粗精矿(含 Nb_2O_5 1.6%~1.8%),用磁化焙烧-磁选-交流等离子冶炼工艺流程,可获得低磷中级铌铁(含铌22%~32%, $\text{Nb}/\text{P}>30$),铌收率61.1%。同时获得含铌铁精矿($\text{TFe}>60\%$, $\text{Nb}_2\text{O}_5 \sim 1.0\%$),流程短效率高而经济。

关键词 磁化焙烧,磁选,等离子熔炼,铌铁/铌冶金

中图分类号 TF803.124, TF841.6

New Combined Process of Niobium Enrichment from No.2 Ore Body of Baotou Niobium-Bearing Iron Ore*

Yang Shishan¹⁾ Shen Su¹⁾ Li Zhiquan¹⁾ Cao Yongxian²⁾

1) Department of Metallurgy, USTB, Beijing, 100083, PRC

2) Institute of Mechanics, The Chinese Academy of Sciences, Beijing, 100080, PRC

ABSTRACT A new combined magnetizing roasting-separation-smelting process of niobium enrichment from No.2 ore body of Baotou niobium-bearing iron ore has been developed. Using magnetizing roasting-magnetic separation-plasma smelting, a kind of middle grade ferroniobium of 22%~32%Nb and $\text{Nb}/\text{P}>30$ has been obtained and total niobium recovery ratio is 61.1%. This combined process has great economical potential because of its shorter flowsheet and more efficient operation.

KEY WORDS magnetizing roasting, magnetic separation, plasma smelting, ferroniobium, niobium metallurgy

包头白云鄂博矿东部接触带2号矿体属白云石型含铌共生矿,铌主要以高含铌矿物如铌钙矿(占78.23%)、黄绿石、铌铁矿为主。此矿体铌品位为主东矿的1.5倍,且矿物组成相单一,颗粒嵌布较粗,是最易选矿回收的矿石。因此,包头2号矿体提铌的选冶难度较小。优先开发2号矿体的铌资源,是尽快解决包头铌资源综合利用的一条经济的捷径。包钢矿山所对2号矿选冶流程进行的工作详见有关专题材料。本工作从选矿获得的重选粗精矿出发,研究开发出重选粗精矿磁化焙烧-磁选-等离子冶炼低磷中级铌铁工艺。

1 磁化焙烧及磁选工艺研究

1994-06-10 收稿 第一作者 男 32岁 硕士 副教授

* 国家八·五攻关项目

1.1 原料成分分析

重选粗精矿是用摇床将比重较小的脉石矿物与比重较大的铁矿物和铌矿物分离开所得的精矿,其成分如表1.与原矿含 Nb_2O_5 0.26%和 TFe 7.10%相比,铌和铁分别富集了6~8倍.重选工序的铌收率达65%左右^[1].

表1 2号矿重选粗精矿成分

成分	Nb_2O_5	P_2O_5	TFe	REO	SiO_2	CaO	MgO	MnO	TiO_2
含量/%	1.8	2.15	57.75	2.20	2.85	7.34	7.40	0.96	0.32

重选粗精矿进一步富集铌的关键是分离铌矿物和占80%的铁矿物.直接用磁选处理重选粗精矿,可得到含 Nb_2O_5 5%左右的富铌物料,铌收率为50%~60%.对这种富铌物料的物相观察表明,赤铁矿和褐铁矿占40%~50%,磁铁矿占2-3%.再对磁选前的重选粗精矿进行物相观察,表明铁矿物中磁铁矿(Fe_3O_4)占60%左右,赤铁矿(Fe_2O_3)和褐铁矿($2Fe_2O_3 \cdot 3H_2O$ 量较少)占40%左右.说明直接磁选未将弱磁性的铁矿物(赤铁矿、褐铁矿)与铌矿物分离,因而提出先磁化焙烧再磁选的工艺.

1.2 焙烧原理及实验方案

赤铁矿和褐铁矿等弱磁性的铁氧化物,在还原条件下加热到一定温度,可转变成磁铁矿,其还原焙烧过程可按铁矿物焙烧图^[1]来确定.

褐铁矿加热到300~400℃时开始脱水,600℃左右脱水即告结束,转变成赤铁矿;赤铁矿在还原气氛中加热到400℃时,还原反应即开始进行,并显示出磁性增强,但还原速度慢.工业上常把赤铁矿还原温度控制在550℃左右,可在较短时间内完全还原为磁铁矿;磁铁矿在无氧气氛中迅速冷却时组成不变,若在400℃以下的空气中冷却,则转变成强磁性的 $\gamma-Fe_2O_3$,若在400℃以上的空气中冷却,则转变成弱磁性的 $\alpha-Fe_2O_3$;当焙烧制度控制得不好,赤铁矿还原未在 Fe_3O_4 处终止,就发生过还原,可产生强磁性金属铁或弱磁性的浮士体即 Fe_3O_4-FeO 固溶体.

因此,确定了温度(500~750℃)、焙烧气氛(CO为30~100%)、焙烧时间(40~80 min)、料重(20~60g)等因素的磁化焙烧正交试验方案(见表2).根据正交试验结果确定了1kg的扩大试验的工艺参数,进行了12炉试验,将磁选尾矿送交流等离子炉冶炼.

磁选经过磁场强度在 $0.3 \sim 1.0 \times 10^5 A/m$ 的探索试验,选择出铌富集好回收率高的参数.

1.3 试验装置及方法

探索试验和条件试验的装置如图1所示.实验室扩大试验是2kg级的回转窑装置,其附属供气系统参照图1配置.

探索试验和条件试验是用透气坩埚在固定床条件下进行的.焙烧温度选择工业生产中还原磁化焙烧温度的上下限,即450~800℃;焙烧气氛用转炉煤气(除去 CO_2 后,CO含量近100%)和高炉煤气(除去 CO_2 后,CO含量约30%).从还原能力看,这两种煤气不去 CO_2 也完全可用于还原磁化焙烧;料重(或料层厚度,按本实验条件为每10g料厚

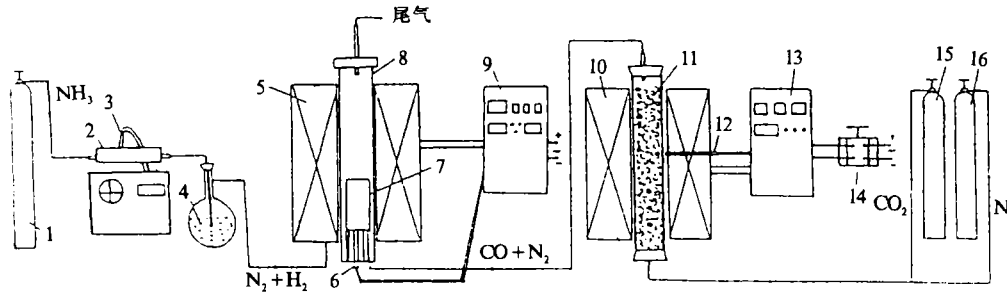


图1 磁化焙烧探索试验及条件试验装置图

1.NH₃瓶 2.氨分解炉 3.镍铬-镍硅热电偶 4.水 5.钼丝炉 6.12.单铂铑热电偶 7.坩埚
8,11.刚玉管 9,13.DWK-702精密控温仪 10.CO发生炉 14.手动变压器 15.CO₂瓶、16.N₂瓶
1mm)和恒温时间在预实验中选用20~40g、30min可得到较好的磁化焙烧效果。

试验方法是称量好的矿粉放入坩埚摇动,使厚度均匀,然后放入钼丝炉,以10~15℃/min速度升温至预定温度,恒温到预定时间后停电降至室温.整个过程按要求成分通入还原气。

1.4 试验结果及分析

(1) 磁选尾矿铌品位和铌收率分析

根据表2数据可算出,磁选精矿中铁的收率为99.6%~87.3%,平均为96.2%,可见铁在精矿和尾矿中的分离是相当好的.但铌的收率只有41.0%~70.4%,平均为57.3%.这表明铌矿物和铁矿物之间存在着包裹、连晶等复杂关系.当焙烧后矿物磁性升高时铌收率降低,被磁铁矿带入的铌矿物增多.与重选粗精矿直接磁选相比,磁选尾矿的铌收率可提高7%以上.焙烧使铌矿物的嵌连有一定程度的解离。

从表2数据还可看出,在磁选尾矿Nb₂O₅含量较高时仍含有一定数量的铁.由于冶炼铌铁时对铁的需要,进一步降低磁选尾矿中铁含量是不经济的,对铌含量的提高程度也有限,还使铌矿物带入磁选精矿,降低铌收率。

(2) 磁化焙烧的合理工艺参数

不同焙烧因素对磁选尾矿中Nb₂O₅含量($C_{Nb_2O_5}$)和铌收率(η_{Nb})的影响可知,焙烧温度 $T_{焙烧}$ 对两者都有显著影响,625℃时 $C_{Nb_2O_5}$ 和 $\eta_{Nb_2O_5}$ 均最高;焙烧气氛在100%CO时,尾矿中 $C_{Nb_2O_5}$ 最高、 $\eta_{Nb_2O_5}$ 却最低,CO为30%时两者都比较高;焙烧时间为1h时,尾矿中 $C_{Nb_2O_5}$ 最高,但 $\eta_{Nb_2O_5}$ 最低,不过 $\eta_{Nb_2O_5}$ 的显著性排在第4位;料重或料层厚度影响较小.因此确定扩大工艺试验参数为:焙烧温度625℃,焙烧气氛30%CO、70%N₂,焙烧时间60min。

(3) 焙烧产物中Fe₃O₄含量和还原程度对磁选尾矿中 $C_{Nb_2O_5}$ 和 $\eta_{Nb_2O_5}$ 的影响

铁矿石磁化焙烧的目的是获得高品位铁精矿.一般来说,焙烧后产物中Fe₃O₄含量越高,磁选精矿中铁品位就越高,铁收率也越高.对于2号矿重选粗精矿来说,磁化焙烧目的在于获得铌品位高和铌收率高的磁选尾矿,焙烧产物中Fe₃O₄高并不一定能保证铁和铌分离效果最好。

表2 磁化焙烧正交试验及焙烧产物的磁选分离试验结果

试验序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9
试验条件									
焙烧温度/℃	500	500	500	625	625	625	750	750	750
焙烧气氛/CO%	30	70	100	30	70	100	30	70	100
焙烧时间/min	80	40	60	60	80	40	40	60	80
料重/g	40	20	60	20	60	40	60	40	20
重量									
焙烧后/g	39.93	19.66	58.70	19.33	53.45	38.22	57.15	32.91	18.39
磁选尾矿/g	8.65	4.30	6.39	2.57	7.75	4.60	6.67	4.10	2.25
磁选精矿/g	30.38	15.36	52.31	16.76	45.70	33.62	50.48	28.81	16.14
磁选成分									
Nb ₂ O ₅	6.02	6.11	7.46	9.34	7.20	9.38	8.38	8.62	8.42
Fe ₃ O ₄	1.74	0.58	2.50	2.32	1.16	2.22	6.36	0.96	5.74
自由Fe ₂ O ₃	39.69	39.30	0.00	23.53	9.57	0.00	0.00	0.00	0.00
自由FeO	0.00	0.00	0.18	0.00	0.00	1.52	8.08	7.74	14.04
% MFe	微	微	微	微	微	微	微	微	微
磁选精矿成分									
Nb ₂ O ₅	0.72	0.86	1.31	0.75	0.74	0.96	0.98	1.13	1.29
Fe ₃ O ₄	60.19	62.74	78.72	68.99	56.71	72.79	63.09	41.96	34.51
自由Fe ₂ O ₃	19.06	15.23	0.05	15.53	23.26	0.00	0.00	0.00	0.00
自由FeO	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	9.55	14.93	25.93	45.70
% MFe	微	微	微	微	2.90	0.13	1.02	11.95	微
焙烧后成分									
Fe ₃ O ₄	47.24	49.14	70.42	60.13	48.66	64.30	56.47	38.10	30.99
自由Fe ₂ O ₃	23.63	20.49	0.04	16.59	21.28	0.00	0.00	0.00	0.00
自由FeO	0.00	0.00	0.02	0.00	0.00	8.59	14.13	23.66	41.83
% MFe	微	微	微	微	2.48	0.11	0.90	10.46	微
铌收得率 $\eta_{\text{Nb}_2\text{O}_5}/\%$	70.40	66.50	41.0	65.60	62.30	57.20	53.0	52.10	47.70

从图2可见,500℃时,焙烧产物中Fe₃O₄含量增加,磁选尾矿中Nb₂O₅含量增加,但铌收率下降;625℃时,随Fe₃O₄含量增加,磁选尾矿中Nb₂O₅含量增加,铌收率则先上升后下降;而750℃时Fe₃O₄含量对两者影响不明显.总之,这种磁化焙烧不要求产物中Fe₃O₄含量最高.

结合表2可看出,在500℃还原不足时,产物中仍有部分自由Fe₂O₃,尾矿中铌收率较高.当只有Fe₃O₄时,铌收率却最低,说明该部分Fe₂O₃与铌矿物呈嵌连、包裹状,变成Fe₃O₄后被磁选带走了铌矿物.在625℃和750℃时发生过还原,产物中出现金属铁和浮士体.虽然尾矿中Nb₂O₅含量较高,铌

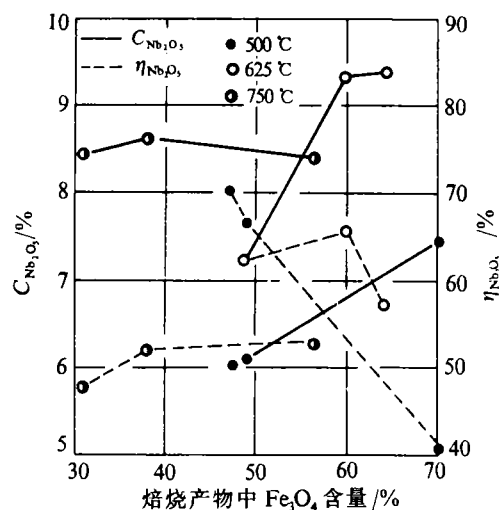


图2 焙烧产物中Fe₃O₄含量与磁选尾矿中Nb₂O₅含量和 $\eta_{\text{Nb}_2\text{O}_5}$ 的关系

收率却偏低,这也与磁选金属铁时夹带铌矿物有关.

综上所述可以得出,磁化焙烧重选粗精矿在于一定程度的磁化,同时使铁矿物与铌矿物尽可能解离,才能获得较高的铌品位和铌收率.

2 等离子炉冶炼低磷中级铌铁

等离子冶炼用中科院力学所 150kW 三相交流工频等离子炉.

所用铌精矿来自回转窑焙烧后的磁选尾矿,成分见表 3. 将铌精矿与一定比例的碳粉、熔剂(石灰或硅石,萤石)及适量的铁料混匀、加水玻璃造球.干燥后加入石墨坩埚进行冶炼装炉后封炉,送水、送电、起弧和通 H₂ 气.产生的等离子体温度控制在 5 600 ~ 7 000 ℃ 范围,冶炼温度为 2 500 ~ 3 000 ℃,冶炼时间约 9 ~ 10 min.得到的铌铁与渣是很容易分开的,挥发的磷经收集不会对环境造成污染.此工艺对铌精矿的品位、粒度、形状等均没有严格要求.工艺控制在于降低能耗,获得优质铌铁.冶炼的铌铁成分见表 4.

表 3 铌精矿成分及各成分的收率

成分	Nb ₂ O ₅	SiO ₂	CaO	P ₂ O ₅	TFe	MnO
x/%	8.24	6.50	24.35	2.76	17.18	1.13
收率/%	66.21	26.0	37.8	14.8	3.4	13.4

表 4 铌铁成分和收率 /%

Nb	P	C	Mn	Nb/P	去磷率/ %	铌收率/ %
25.80、	0.75	4.69	0.62	34.40	81.94	92.28

由表3和表4可看出,铌冶炼富集比为4.48,冶炼铌收率>90%,除磷率为81.94%.渣中铌含量<1.1%,铌冶炼平衡率为98.7%.

还进行过冶炼前的湿法除磷试验,试验过碱法和酸法.初步结果以盐酸处理效果好,后用等离子冶炼的铌铁品位达到32.01%.但湿法除磷的效果未显示出来,有待于进一步研究.

3 包头 2 号矿体提 Nb 选冶流程及分析

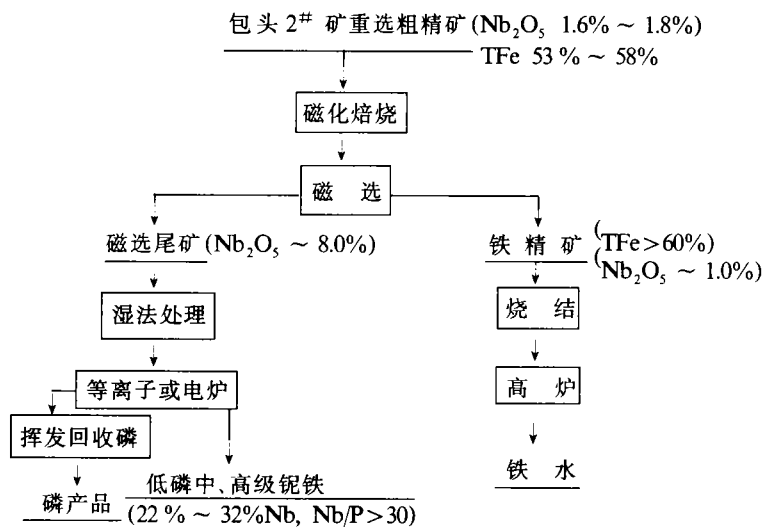


图 3 包头 2 号矿体提铌选冶流程框图

对包头 2 号矿体的重选粗精矿, 用磁化焙烧—磁选—交流等离子冶炼工艺流程, 进行了实验室规模的小型 and 扩大试验, 获得低磷中级铌铁。该流程铌收率 61.1%, 框图如图 3 所示。

此流程是针对原料特性分析提出的, 经小型试验证实是有效和经济的。

(1) 工艺流程较简单易行。选矿工艺省去浮选在经济上和产品质量上都是有利的; 采用低温磁化焙烧, 包钢有回转窑设备; 冶炼工艺中减少多次电炉熔炼, 既可节约设备投资又能节约电能, 有很好的经济效益。

(2) 交流等离子炉冶炼铌铁中的脱磷, 对提高铌铁质量、铌回收率和减少环境污染有明显优点。

致谢: 参加此项工作的还有: 董一诚、范鹏、周渝生、高连让、赵素琴、徐永香。

参 考 文 献

- 1 黑色金属矿选矿石试验编写组. 黑色金属矿石选矿试验. 北京: 冶金工业出版社, 1978. 188~190