

钒钛分离与提取

微波焙烧辅助含钛电炉熔分渣 富钛相分离富集

陈 茅^{1,2}, 李业辉³, 陈布新^{1,2,3}, 扈玫珑^{3*}

(1. 钒钛资源高质化利用四川省重点实验室, 四川 攀枝花 617000; 2. 攀钢集团攀枝花钢铁研究院有限公司, 四川 攀枝花 617000; 3. 重庆大学材料科学与工程学院, 重庆 400024)

摘 要:针对含钛电炉熔分渣中 TiO_2 面临物相复杂难分离、品位偏低、杂质高富集分离难度大的问题,开展了含钛电炉熔分渣微波焙烧联合分选工艺富集钛的研究。系统研究了微波焙烧对熔分渣富钛相(主要为黑钛石)分离富集的影响,优化了微波焙烧、碱浸及浮选联合工艺参数。通过试验和 XRD、SEM-EDS、Zeta 电位等分析结果,结合熔分渣焙烧特性、磨矿效率及浮选回收率,明确了微波焙烧对含钛熔分渣物相、微观形貌及相边界的调控作用。研究表明,含钛电炉熔分渣的最优微波焙烧工艺参数为物料粒度 1~5 mm、微波功率 2 400 W、刚玉坩埚承装、900 °C 保温 20 min,此条件下熔分渣磨矿后 74 μm 颗粒占比从原渣的 63% 提升至 96%,显著提升矿相间解离效率。微波焙烧通过选择性加热产生热应力裂纹,减弱黑钛石与镁铝尖晶石、钛辉石的相界面结合力,为后续含钛相有效分离提供了条件。碱浸工艺条件为 NaOH 质量分数为 20%、碱浸时间 1 h。浮选最佳工艺条件为浮选剂 pH=6、捕获剂油酸钠浓度 30 mg/L。含钛熔分渣经微波焙烧-碱浸-浮选联合工艺处理,浮选产物中黑钛石含量为 94.2%、回收率 85.4%,较原渣相同流程处理结果分别提升 38.2% 和 36.1%,为含钛熔分渣中钛资源有效富集提供了新路线。

关键词:黑钛石;微波焙烧;含钛电炉熔分渣;分离富集;钛资源回收

中图分类号:TF044

文献标志码:A

文章编号:1004-7638(2026)03-0001-09

DOI: 10.7513/j.issn.1004-7638.2026.03.001

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



听
语
音
与
作
者
互
动
聊
科
研

Microwave roasting-assisted separation and enrichment of titanium-enriched phases from titanium-bearing electric furnace smelting slag

CHEN Mao^{1,2}, LI Yehui³, CHEN Buxin^{1,2,3}, HU Meilong^{3*}

(1. Sichuan Provincial Key Laboratory for High-Value Utilization of Vanadium and Titanium Resources, Panzhihua 617000, Sichuan, China; 2. Pangang Group Research Institute Co., Ltd., Panzhihua 617000, Sichuan, China; 3. School of Materials Science and Engineering, Chongqing University, Chongqing 400024, China)

Abstract: Titanium dioxide (TiO_2) in titanium-bearing electric furnace molten slag is characterized by complex mineral phases, low titanium grade, and high impurity content, which greatly increases the difficulty of titanium separation and enrichment. In this work, a combined process of microwave roasting and separation was proposed to realize titanium enrichment from titanium-bearing electric furnace mol-

收稿日期:2026-03-02; 修回日期:2026-03-23; 接受日期:2026-03-26

基金项目:钒钛资源综合利用重点实验室项目“微波辅助钒钛磁铁矿含钛相选择性分离基础研究”(2024P4FZG10)。

作者简介:陈茅,1987 年出生,男,福建莆田人,博士,正高级工程师,长期从事低碳冶金和钒钛磁铁矿高效绿色综合利用研究工作, E-mail: ptchenmao@163.com; *通信作者:扈玫珑,1980 年出生,女,甘肃会宁人,博士,教授,主要从事冶金固废有价资源综合利用、钛合金低成本制备等方面研究, E-mail: hml@cqu.edu.cn。

ten slag. The effects of microwave roasting on the separation and enrichment of titanium-rich phases (mainly anosovite) were systematically investigated, and the process parameters of microwave roasting, alkaline leaching and flotation were optimized. Based on experimental results, grinding efficiency, flotation recovery, and comprehensive analyses of XRD, SEM-EDS, and Zeta potential, the regulatory mechanism of microwave roasting on the phase composition, microstructure, and phase boundary characteristics of titanium-bearing molten slag was clarified. The results show that the optimal microwave roasting parameters are as follows: particle size of 1–5 mm, microwave power of 2 400 W, roasting in a corundum crucible, and heat preservation at 900 °C for 20 min. Under these conditions, the proportion of ground particles finer than 74 μm increases from 63% for the raw slag to 96%, which significantly improves the mineral dissociation efficiency. Microwave roasting generates thermal stress cracks via selective heating, which weakens the interfacial bonding strength between anosovite, magnesia-alumina spinel and titanaugite, thereby providing favorable conditions for the subsequent efficient separation of titanium-bearing phases. The optimal alkaline leaching condition is a NaOH concentration of 20% for 1 h. The best flotation performance is achieved at a slurry pH of 6 and a sodium oleate collector concentration of 30 mg/L. After treatment by the combined microwave roasting–alkaline leaching–flotation process, the anosovite content and recovery rate of flotation concentrates reach 94.2% and 85.4%, which are 38.2% and 36.1% higher than those of the raw slag treated by the same process, respectively. This study provides an effective and feasible technical route for the efficient enrichment and utilization of titanium resources from titanium-bearing molten slag.

Key words: anosovite; microwave roasting; titanium-bearing electric furnace smelting slag; separation and enrichment; titanium resource recovery

0 引言

我国拥有丰富的钒钛磁铁矿资源,其中钛的利用率相对较低,约 20%^[1]。传统的高炉冶炼钒钛矿时,矿中 50% 的钛全部进入炉渣形成高钛型高炉渣,而选钛尾矿中约有 30% 的钛资源目前尚未利用,造成钛资源极大浪费。随着氢冶金技术的实施,钒钛矿氢还原竖炉联合电炉熔分工艺得到大力发展和研究,相应地产生了含钛熔分渣,其中钛含量约 50%^[2]。电炉熔分渣相较于传统高炉渣来说钛含量进一步提高,但又没有达到直接可利用的量。因此,这类富钛渣中钛的分离富集研究对钛资源二次利用至关重要。

目前,关于含钛高炉渣的利用研究较多,主要包括硫酸、高温选择性结晶分离、碳热还原等工艺^[3]。FARZANEH^[4]根据高炉渣的特性,在 65 °C、液固比 30:1、粒径小于 0.85 mm、2 mol/L 硫酸浸出 2 h 的条件下优化超声 20 min,钛的回收率可以达到 98%。黄先良^[5]通过盐酸法对水淬后的含钛高炉渣进行浸取,通过固液分离后可得到富含钛、铝等有价元素的浸取液,再通过水解、沉淀等方式可制得高纯度金红石型二氧化钛、氧化铝等产品。周学娇^[6]以攀钢所产含钛高炉渣为研究对象,探索了盐酸浓度、温度和固液比对钛元素在渣中富集效果的影响,可将粒度 75 ~ 150 μm 的高炉渣中 96% 左右的钛富集

到渣中。

含钛电炉熔分渣 TiO_2 含量在 50% 左右,钛品位高,杂质少,熔分钛渣中的钛元素主要集中在黑钛石固溶体中,具有更高的利用价值。吴叔嫻等人^[7]通过硫酸分解-水浸法处理攀枝花电炉熔分渣制取锐钛型二氧化钛,所得产物符合涂料用标准且具有较高的着色能力,取得了较好的技术经济效果。杨洋^[8]将 KOH 作为改性剂,以攀钢直接还原-电炉熔分钛渣为试验原料,利用渣碱共熔反应对其进行改性处理,成功地将钛渣中的钛元素选择性地从原来的重钛酸镁富集到偏钛酸钾中,同时渣中镁铝尖晶石和橄榄石转化为易溶于水的铝酸盐和硅酸盐。研究发现,在渣碱比为 1:2.1、煅烧温度 700 °C 及保温时间 1 h 的条件下,所得到的偏钛酸钾的衍射峰最强,且镁铝尖晶石的衍射峰最弱,有效地实现了钛元素的选择性富集及镁铝尖晶石的物相转化。试验证实了较高 K/Ti 比 (K_2O 与 TiO_2 的物质的量比)是生成偏钛酸钾的主要原因。以最佳碱熔条件下得到的共熔渣为原料,经过后续处理,在 850 °C 的条件下合成了六钛酸钾纳米晶须。杨帆^[9]以攀钢所生产的电炉熔炼渣为试验对象,提出了添加 $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 进行活化焙烧—稀磷酸浸出,随后添加 NaOH 进行活化焙烧—水浸出—稀磷酸浸出的工艺路线以制备高品位富钛料。通过对各个环节最佳工艺参数的探索,

发现 $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 能够有效破坏黑钛石固溶体结构,使得 TiO_2 富集于金红石相,最终得到的富钛料 TiO_2 含量达到 93.2%。当前对含钛熔分渣研究较少,且主要以湿法浸出为主要处理手段,酸碱用量需求大,环境压力大,潜在能耗和成本较高。微波由于其加热速度快、物料加热均匀等特点,在矿物焙烧^[10-11]、还原^[12-15] 等方面有广泛的应用。电炉熔分渣中主要的含钛相黑钛石具有良好的吸收微波的特性,

而渣中其他主要物相均是弱吸收微波物质,通过微波加热的方式能够促进吸波相与弱吸波相产生热应力^[16-18],基于此,提出含钛熔分渣微波辅助分离,联合碱浸、浮选工艺,开展了含钛熔分渣中黑钛石的富集研究。

1 试验部分

试验流程如图 1 所示。

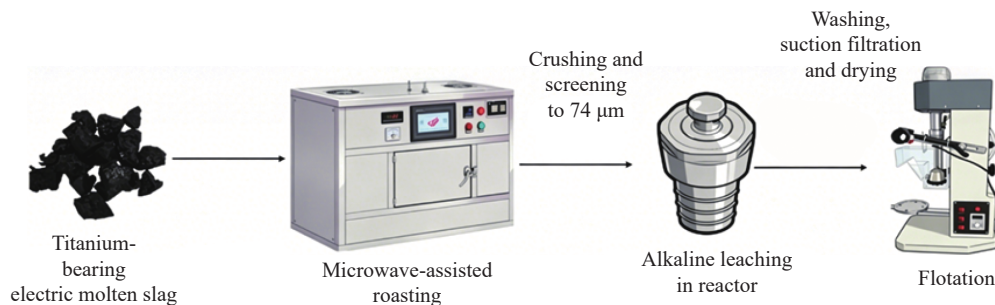


图 1 试验流程

Fig. 1 Experimental flow chart

1.1 试验原料与仪器

表 1 为国内某钢厂提供的含钛电炉熔分渣主要成分及碱度。

试剂中氧化钙、二氧化硅、氧化铝购自成都科隆化学平台有限公司;二氧化钛购自天津众联化学试剂有限公司;氧化镁购自上海阿拉丁生化科技股份有限公司;油酸钠、松油、氢氧化钠、硫酸购自重庆助研佳科技有限公司。所用试剂均为分析纯。

表 1 含钛电炉熔分渣主要成分及碱度

Table 1 Main components and basicity of titanium-bearing electric molten slag %

CaO	SiO ₂	TiO ₂	MgO	Al ₂ O ₃	R
9.3	18.6	43.9	13.0	15.2	0.5

基于表 1 成分和含量,熔分渣主要物相如图 2 所示,XRD 分析结果所示,熔分渣中的主要矿物为黑钛石 (MgTi_2O_5)、镁铝尖晶石 (MgAl_2O_4) 和钛辉石 (Titanaugite)。

对熔分渣表面形貌及其含量和元素分布进行了检测,如图 3 所示。图 4 为熔分渣主要物相能谱分析,表 2 为主要物相表面元素含量分析。可见熔分渣中 Ti 主要赋存于黑钛石中,其次在钛辉石中。Mg 主要赋存于黑钛石、尖晶石和钛辉石中。Al 主要赋存于尖晶石中,其次为钛辉石和黑钛石。Si 主要赋存于钛辉石中,其次为黑钛石和镁铝尖晶石。Ca 主要赋存于钛辉石中。

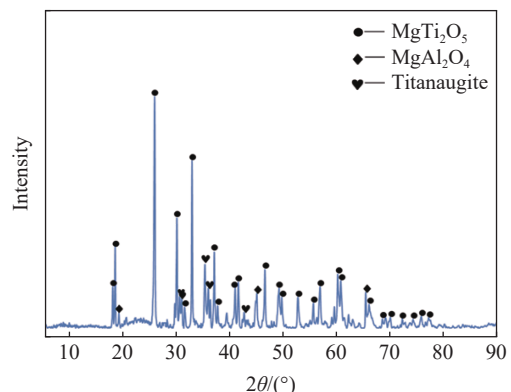


图 2 含钛电炉熔分渣主要物相

Fig. 2 Main phases of titanium-bearing electric furnace smelting slag

1.2 试验仪器与表征手段

试验所用的设备如表 3 所示。

1.3 试验方法

先将含钛电炉熔分渣微波焙烧,分别在 500, 600, 700, 800, 900 °C 保温 10 ~ 30 min,自然冷却后破碎、研磨,筛分出 74 μm 焙烧渣。再取适量筛分出的 74 μm 含钛电炉熔分渣,按碱渣比 5 的比例加入装有质量分数为 10% ~ 30% NaOH 溶液的反应釜中,加热至 160 °C,反应 1 ~ 3 h。将反应后的溶液冷却后洗涤、抽滤、干燥得到碱浸渣,最后进行碱浸渣浮选,浮选挂槽的有效容积为 1 L,叶轮转速为 2 000 r/min,浮选过程 pH 调控通过加硫酸溶液或氢氧化钠溶液实现。室温条件下将碱浸渣加入浮选槽中,搅拌 1 min 后加捕收剂,再搅拌 3 min,加起泡剂搅拌 3 min,刮泡 5 min。

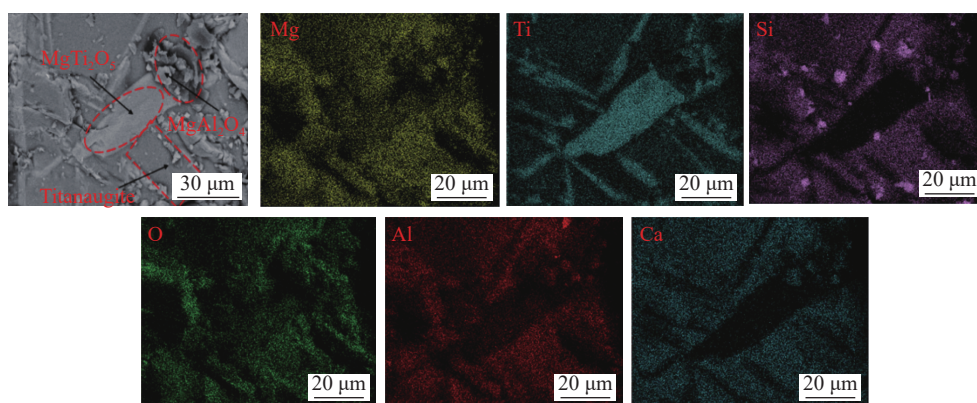
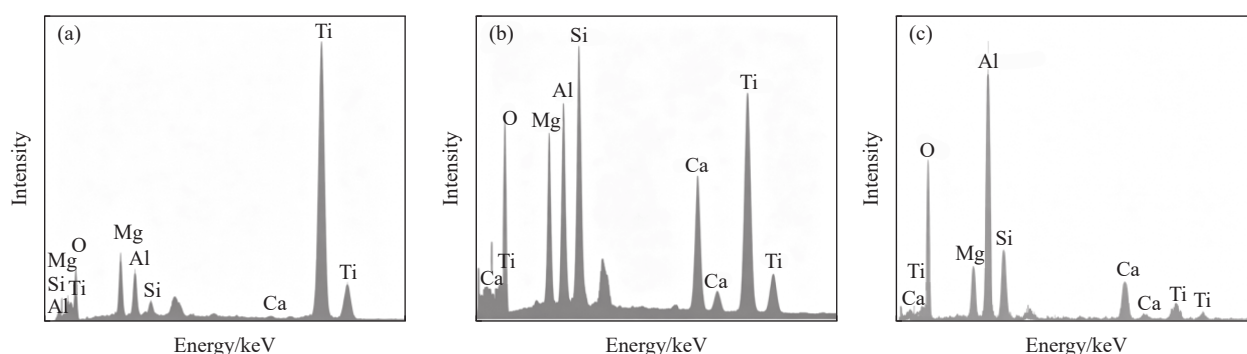


图3 含钛电炉熔分渣 SEM 图及矿物表面元素分布

Fig. 3 SEM images of titanium-bearing electric molten slag and elemental distribution on mineral surfaces



(a) 黑钛石; (b) 钛辉石; (c) 镁铝尖晶石

图4 熔分渣能谱

Fig. 4 EDS spectra of smelting slag

表2 熔分渣主要物相表面元素含量分析

Table 2 Analysis of surface elements content of main phases in smelting slag

Elements	MgTi ₂ O ₅		Titanaugite		MgAl ₂ O ₄	
	w/%	y/%	w/%	y/%	w/%	y/%
O	26.89	48.57	34.34	52.53	41.84	56.93
Mg	7.42	8.80	9.06	9.12	7.20	6.45
Al	5.15	5.49	9.94	9.02	27.17	21.92
Si	1.78	1.83	12.29	10.72	9.50	7.36
Ca	0.27	0.19	10.50	6.41	9.54	5.18
Ti	58.39	35.12	23.88	12.20	4.75	2.16

表3 试验主要设备

Table 3 Main experimental equipment

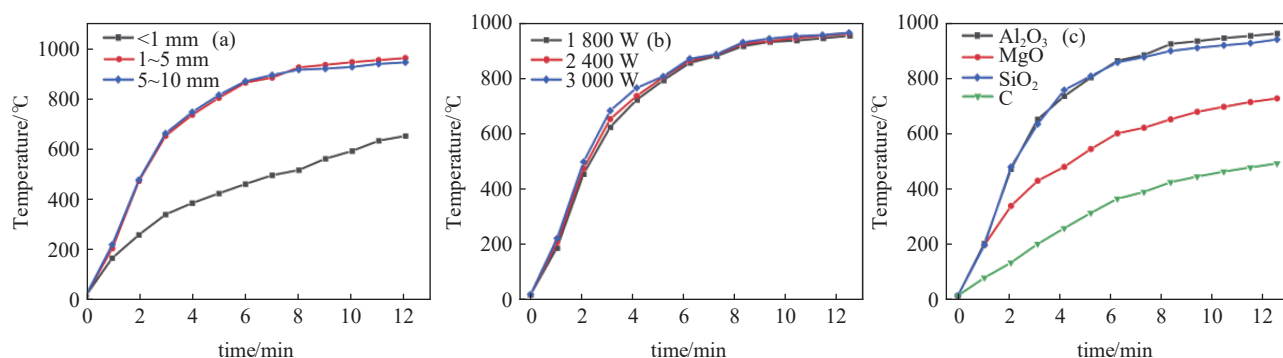
Equipment/ device	Specification and model	Manufacturer
Microwave high-temperature experimental furnace	LY-6KW-XS	Shanghai Longyu Microwave Equipment Co., Ltd.
MoSi ₂ rod high-temperature tube furnace	Self-made	
Flotation machine	XFD-1L	
X-ray diffractometer	D/max2500 PC	Rigaku
Scanning electron microscope	TESCAN VEFA II	Tescan
Constant temperature drying oven	DHG-9245A	Shanghai Yiheng Scientific Instrument
Electronic balance	JA2003N	Shanghai Precision Scientific Instrument
Planetary ball mill	Retch PM100	NETZSCH
X-ray fluorescence spectrometer	ZSX Primus III+	Rigaku
Zeta potential analyzer	Zetasizer Nano ZS90	Malvern Panalytical
Water bath kettle	SN-HWS-2	

2 结果与讨论

2.1 熔分钛渣微波焙烧特性及焙烧工艺参数优化

粒度、功率、坩埚对熔分钛渣微波焙烧特性的影响如图5所示。图5(a)所示为不同粒度含钛电炉熔分渣在微波场下的吸波升温曲线。初期物料吸收微波能量后快速升温,随着温度升高,物料的介电性能逐渐稳定,升温速率减缓并最终达到热平衡状态。当含钛电炉熔分渣粒度小于1 mm时,吸波升温效果较差,经过12 min微波辐射后温度约600℃,主要原因是细颗粒物料堆积密度大,颗粒间空隙小,仅颗粒表面吸收微波能量,内

部因电磁场衰减难以被有效加热,能量耦合效率低,单位质量物料产的热量更少。粒度在1~5 mm的含钛电炉熔分渣在微波辐射下具有显著的升温效果,经过12 min微波辐射后最终温度达到957℃。含钛电炉熔分渣粒度增大至5~10 mm后发现升温效果和1~5 mm升温效果相当,最终温度约为945℃。这是因为1~5 mm和5~10 mm的颗粒级配合理,颗粒间存在适宜的空隙,微波可顺利穿透并与物料充分作用,同时物料的比表面积适中,既能保证足够的微波吸收位点,又能避免细颗粒团聚导致的传热受阻问题。选用1~5 mm物料做为后续试验所用粒度。



(a) 粒度对熔分渣吸波特性的影响; (b) 功率对熔分渣吸波特性的影响; (c) 坩埚材质对熔分渣吸波特性的影响

图5 粒度、功率、坩埚对熔分钛渣微波焙烧特性的影响

Fig. 5 Influence of particle size, power and crucible on microwave roasting characteristics of molten-separated titanium slag

图5(b)为不同微波功率(1 800、2 400、3 000 W)焙烧时含钛电炉熔分渣的温度随时间变化曲线。可见,增大微波功率对含钛电炉熔分渣的升温过程和升温速率影响不大,只有在快速升温阶段高的微波功率下可达到略高的温度,但对渣样最终温度影响不大。后续研究过程微波功率确定为2 400 W,以保证焙烧效率,同时避免过高功率带来的能耗浪费。

图5(c)为不同坩埚材质对微波焙烧含钛电炉熔分渣升温过程与时间的关系曲线。由图中可以看出,使用刚玉坩埚与石英坩埚为盛渣容器时含钛电炉熔分渣升温速度快,微波焙烧12 min后温度可达950℃左右。氧化镁坩埚相对刚玉坩埚和石英坩埚次之,含钛熔分渣最终温度约为725℃。石墨坩埚所盛熔分渣升温效果最差,微波焙烧12 min后温度仅为492℃。这是因为不同坩埚材质介电损耗有差异,刚玉和石英的介电损耗极低,属于微波透明材料,不会吸收微波能量;氧化镁的介电损耗适中,会吸收少量微波能量;而石墨属于良导体,介电损耗极大,会强烈吸收微波能量并转化为自身热量。因此,后续试验优先选用刚玉坩埚作为承装容器。

对不同温度与保温时间下微波焙烧后的含钛熔分渣研磨、筛分,并统计颗粒<74 μm的占比($W_{0.074mm}$),如图6所示。

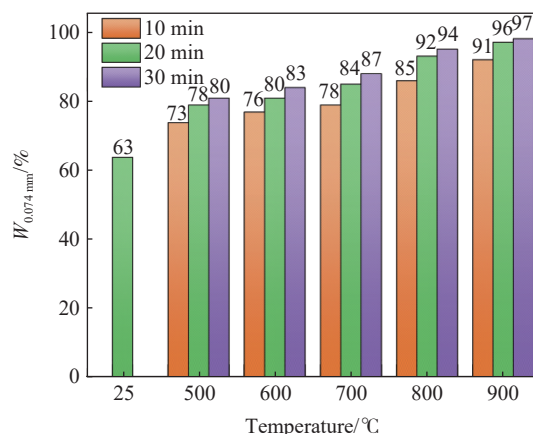


图6 不同温度和保温时间对微波焙烧熔分渣后磨选粒径<74 μm占比的影响

Fig. 6 Effects of temperature and holding time on the proportion of <74 μm ground products from microwave-roasted melting-separation slag

微波焙烧含钛熔分渣时,温度与保温时间均对渣的磨选解离效率有显著影响。相同温度下保温时间越

长,熔分渣磨细粒度中小于 $74\ \mu\text{m}$ 颗粒占比越大,其中 $900\ ^\circ\text{C}$ 保温 $30\ \text{min}$ 时 $<74\ \mu\text{m}$ 颗粒占比达 97% ,较未微波焙烧时所得 $<74\ \mu\text{m}$ 颗粒的占比提升 34% 。

2.2 微波焙烧对含钛熔分渣物相、形貌以及相边界的影响

图 7 为微波焙烧至不同温度并保温 $20\ \text{min}$ 后含钛熔分渣的 XRD 物相,保温温度分别为 500 、 600 、 700 、 800 、 $900\ ^\circ\text{C}$,由图 7 可知,不同微波焙烧温度保温熔分渣的物相没有变化。

图 8 所示为不同微波焙烧温度保温后含钛熔分渣的形貌。原渣中黑钛石呈针状分布,当温度高于 $800\ ^\circ\text{C}$ 后含钛熔分渣中黑钛石产生聚集长大呈块状分布。

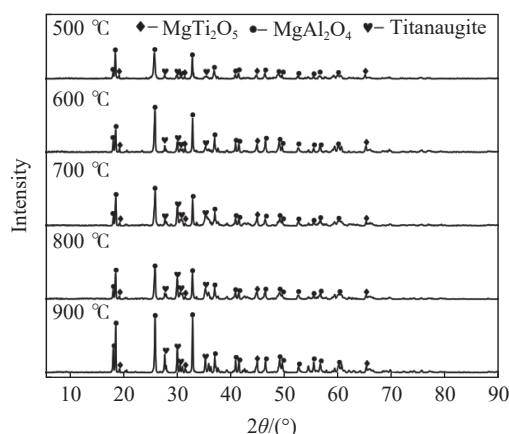
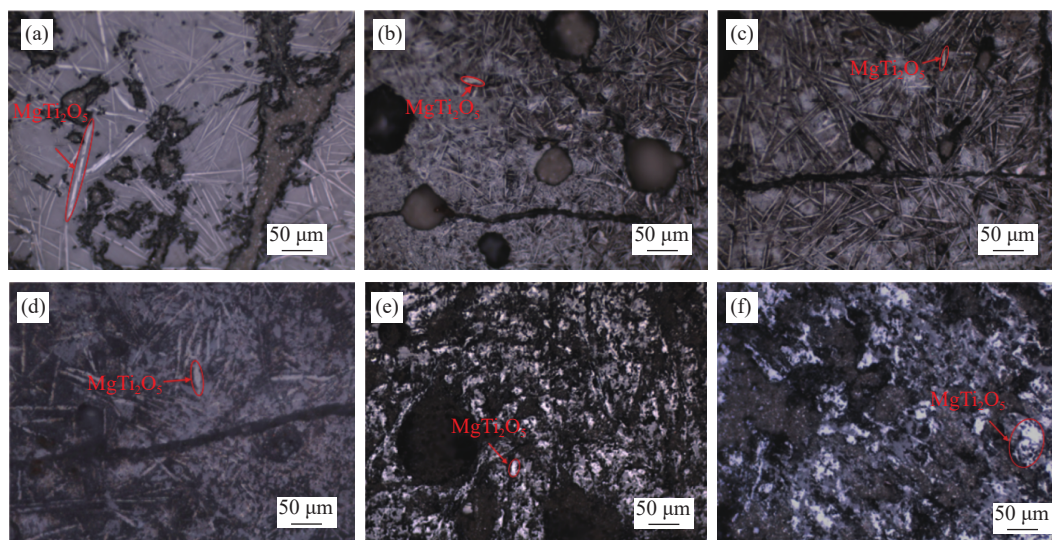


图 7 微波焙烧不同温度保温时含钛熔分渣物相
Fig. 7 Phases of titanium-bearing smelting slag under microwave roasting at different isothermal temperatures

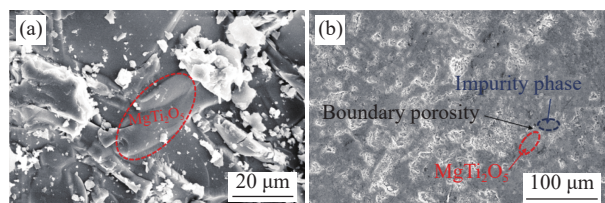


(a) 原渣; (b) $500\ ^\circ\text{C}$; (c) $600\ ^\circ\text{C}$; (d) $700\ ^\circ\text{C}$; (e) $800\ ^\circ\text{C}$; (f) $900\ ^\circ\text{C}$

图 8 微波焙烧不同温度保温时含钛熔分渣矿相

Fig. 8 Mineral phases of titanium-bearing smelting slag after microwave holding sintering at different temperatures

图 9 为含钛电炉熔分渣微波焙烧前后的表面电镜扫描形貌。其中,图 9(a) 为原含钛熔分渣表面扫描形貌,图 9(b) 为经过微波 $900\ ^\circ\text{C}$ 焙烧 $20\ \text{min}$ 后含钛电炉熔分渣表面扫描形貌。由图 9 可以发现,含钛熔分渣经微波焙烧后黑钛石相与杂质相间处出现了疏松边界。



(a) 原渣; (b) 焙烧渣

图 9 微波加热前后含钛熔分渣表面形貌

Fig. 9 Surface morphology of titanium-bearing smelting slag pre- and post-microwave heating

2.3 微波焙烧对熔分渣含钛物相分离的影响

图 10 为含钛熔分渣中主要物相(黑钛石、镁铝尖晶石、钛辉石)在纯体系及加油酸钠($30\ \text{mg/L}$)体系下的 Zeta 电位随 pH 变化的关系。

由图 10 可知,在 pH 低于 6.1 的体系中黑钛石表面 zeta 电位为正,加入油酸钠后 zeta 电位发生负移至 pH 为 4.5 处。钛辉石零点电位在加入油酸钠前后 pH 分别为 6.1 和 3.5 。镁铝尖晶石零点电位在加入油酸钠前后 pH 分别为 6.7 和 4.9 。Zeta 电位的负移表明油酸钠阴离子成功吸附在三种矿物表面,这是因为油酸钠在水溶液中解离出的油酸根离子($\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{COO}^-$)与矿物表面的正电位点发生静电吸附。电位的下降说明油酸钠在矿物表面发生了吸附,不同 pH 条件下黑钛石、钛辉石和镁铝尖晶石的吸附

效果不同,在 $\text{pH}=6$ 时,总体上为:钛辉石>黑钛石>镁铝尖晶石,在 $\text{pH}=6$ 时,钛辉石与油酸钠的吸附效果减弱,黑钛石表面与油酸钠的吸附作用增强,镁铝尖晶石与油酸钠吸附效果最弱。

为了富集熔分渣中的含钛相,先对微波焙烧后熔分渣进行碱浸处理,碱浸工艺参数液固比为 5, NaOH 的质量分数为 20%,碱浸温度为 $160\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。图 11(a) 为在不同碱浸时间(1、2、3 h)后滤渣的 XRD 图谱,可见当碱浸时间为 1 h 时渣中钛辉石和镁铝尖晶石去除效果较好。因此确定碱浸时间为 1 h。再固定碱渣比为 5, $160\text{ }^{\circ}\text{C}$ 碱浸 1 h,可获得不同碱浓度下的除杂效果,图 11(b) 为不同质量分数 NaOH 碱浸后的物相,可以看出,当 NaOH 质量分数为 10% 时,浸出渣中仍有钛辉石和镁铝尖晶石相,当 NaOH 质量分数为 20% 时,浸出渣中没有了明显的钛辉石和镁铝尖晶石相,为减少 NaOH 使用量,从而达到降低成本的目的,在该工艺条件下确定最佳碱浓度为 20%。

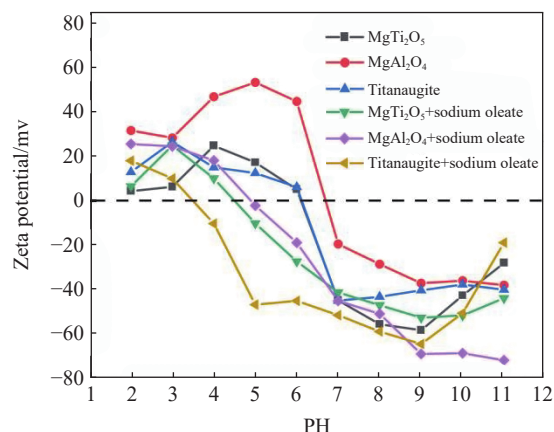
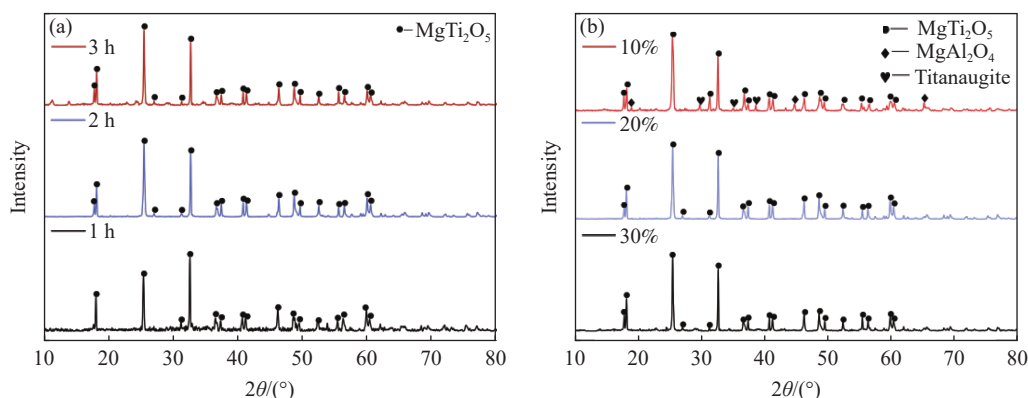


图 10 熔分渣中主要物相与油酸钠吸附前后 zeta 电位与 pH 值的关系

Fig. 10 Zeta potential-pH dependence of main phases in smelting slag pre- and post-sodium oleate adsorption

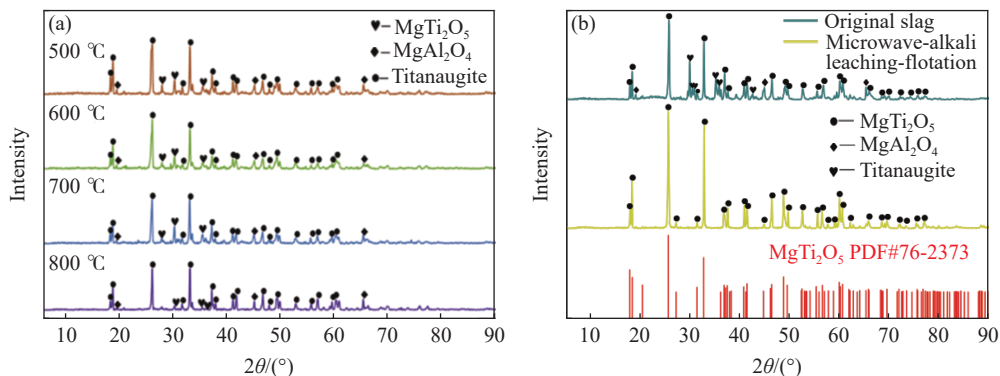
对不同温度微波焙烧后磨细熔分渣进行碱浸、浮选,浮选出的渣样进行 XRD 物相检测后,结果如图 12 所示。



(a) 不同碱浸时间; (b) 不同碱浸浓度

图 11 不同碱浸条件下浸出熔分渣物相变化

Fig. 11 Phase changes of leached smelting slag under different alkaline leaching conditions



(a) 500 ~ 800 $^{\circ}\text{C}$ 碱浸浮选主要物相; (b) 900 $^{\circ}\text{C}$ 碱浸浮选与原渣主要物相

图 12 微波焙烧含钛电炉熔分渣碱浸浮选后渣中主要物相

Fig. 12 Main phases in slag after alkaline leaching-flotation of microwave roasted titanium-bearing electric furnace smelting slag

图12(a)为熔分渣500~800℃保温焙烧后经碱浸、浮选后的XRD图谱,可见钛辉石和镁铝尖晶石的衍射峰依旧存在,从图12(b)可知,通过微波900℃保温焙烧,再经过碱浸后能够有效地去除含钛电炉熔分渣中的钛辉石和镁铝尖晶石,这是因为900℃焙烧后,镁铝尖晶石和钛辉石的晶体结构被破坏,晶格能降低,与氢氧化钠的反应活性显著提高。而低温焙烧时,渣中主要物相矿物结构稳定,碱浸效果不理想。这表明在碱浸条件下经过900℃微波焙烧处理后的含钛熔分渣中钛辉石和镁铝尖晶石分离好,钛富集效果最佳。

图13所示为不同温度微波焙烧含钛电炉熔分渣碱浸浮选后熔分渣中黑钛石含量及其回收率结果。

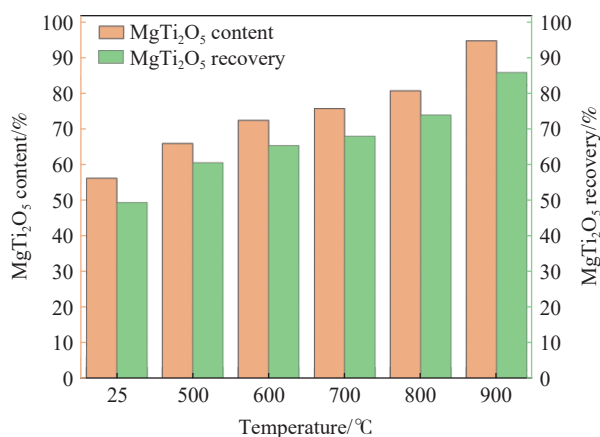


图13 含钛熔分渣微波焙烧-碱浸-浮选后渣中黑钛石含量及其回收率

Fig. 13 Anosovite content and recovery in slag after microwave roasting-alkaline leaching-flotation of titanium-bearing smelting slag

由图13可以看出,未经过微波焙烧的含钛电炉熔分渣原渣经过碱浸-浮选处理后熔分渣中黑钛石的含量为56%,回收率为49.3%。微波焙烧温度在500~900℃经过碱浸-浮选后熔分渣中黑钛石的回

收效果显著提升,且随着焙烧温度的增加而提高。900℃微波焙烧经碱浸、浮选后熔分渣中黑钛石的含量为94.2%,相对原渣含量提高了38.2%,回收率达到了85.4%,相比原渣回收率提高了36.1%,浮选渣中黑钛石相分离富集效果明显。

3 结论

以钒钛磁铁矿竖炉还原-电炉熔分富氢还原后含钛电炉熔分渣为原料,开展了微波焙烧对熔分中含钛相(主要为黑钛石)分离富集的影响。为含钛电炉熔分渣资源化有效利用提供技术路线。主要结论如下:

1)含钛电炉熔分渣微波焙烧的最佳工艺参数为物料粒度1~5mm,微波功率2400W,盛放容器为刚玉坩埚。含钛熔分渣经过微波焙烧、900℃保温30min的处理,熔分渣磨选后小于74μm颗粒占比从原渣磨选的63%提升至97%,矿相间解离效率提升。

2)微波的选择性加热使含钛熔分渣中强吸波的黑钛石与弱吸波的镁铝尖晶石、钛辉石间产生显著温度梯度,进而引发热应力裂纹,导致相界面结合力减弱,为熔分渣含钛相的分离富集提供了可能。

3)提出了含钛电炉熔分渣中含钛相分离富集的工艺路线及其优化工艺参数,熔分渣微波焙烧联合浮选工艺可实现渣中黑钛石含量由原渣的43.9%提升至71.3%,回收率达53.5%。微波焙烧-碱浸-浮选工艺处理含钛熔分渣的最佳工艺参数为微波焙烧温度900℃,氢氧化钠质量分数为20%,碱浸时间1h,浮选试验表明,在pH=6、油酸钠浓度30mg/L的条件下,最终浮选渣中黑钛石含量可达94.2%,回收率为85.4%,可有效分离含钛熔分渣中钛辉石与镁铝尖晶石等杂质。

参考文献

- [1] LONG Y, ZHANG X J, LI S L, *et al.* Study on influencing factors of TiC preparation by high-temperature carbonization of titanium-bearing blast furnace slag[J]. Journal of Chongqing University of Technology (Natural Science), 2017, 31(8): 93-97,119.
(龙雨, 张新建, 李书兰, 等. 含钛高炉渣高温碳化制备 TiC 影响因素研究[J]. 重庆理工大学学报(自然科学), 2017, 31(8): 93-97,119.)
- [2] PIAO R X, MA L, YANG S L, *et al.* Research on application technical route of titanium slag prepared by direct reduction and smelting separation of vanadium-titanium iron concentrate[J]. Iron Steel Vanadium Titanium, 2017, 38(6): 13-22.
(朴荣勋, 马兰, 杨绍利, 等. 钒钛铁精矿直接还原熔分钛渣应用技术路线研究[J]. 钢铁钒钛, 2017, 38(6): 13-22.)
- [3] ZHANG Q S, GAO L K, CHEN X M, *et al.* Research progress of titanium extraction technology from titanium-bearing blast

- furnace slag[J]. Chemical Minerals and Processing, 2023, 52(12): 28-36.
(张青松, 高利坤, 陈晓鸣, 等. 含钛高炉渣提钛技术研究进展[J]. 化工矿物与加工, 2023, 52(12): 28-36.)
- [4] FARZANEH V, FERESHTEH R, RASOULK N. Recovery of titanium from blast furnace slag[J]. Industrial & Engineering Chemistry Research, 2013, 52(4): 1723-1730.
- [5] HUANG X L, ZHONG S, TANG S Y, *et al.* Preparation of high-purity rutile titanium dioxide by hydrochloric acid leaching of water-quenched titanium-bearing blast furnace slag[J]. Iron Steel Vanadium Titanium, 2023, 44(3): 23-32.
(黄先良, 钟山, 唐思扬, 等. 盐酸法浸出水淬含钛高炉渣制备高纯金红石型二氧化钛[J]. 钢铁钒钛, 2023, 44(3): 23-32.)
- [6] ZHOU X J, ZHAO H G, WANG Q, *et al.* Study on acidolysis behavior of titanium-bearing blast furnace slag[J]. Light Metals, 2016(6): 40-43, 49.
(周雪娇, 赵红光, 王桥, 等. 含钛高炉渣酸解行为研究[J]. 轻金属, 2016(6): 40-43, 49.)
- [7] WU S X, LIU Y Z, DONG S F, *et al.* Preparation of anatase titanium dioxide for coatings from Panzhihua smelting separation slag by sulfuric acid method[J]. Paint & Coatings Industry, 1985(5): 19-22.
(吴叔炯, 刘幼璋, 董少峰, 等. 攀枝花熔分渣硫酸法制涂料用锐钛型二氧化钛[J]. 涂料工业, 1985(5): 19-22.)
- [8] YANG Y, LI Y, GUO M, *et al.* Selective enrichment of Ti element and phase transformation law of $MgAl_2O_4$ during alkaline melting of titanium-bearing electric furnace smelting separation slag[J]. Chinese Journal of Engineering Science, 2015, 37(1): 78-85.
(杨洋, 李杨, 郭敏, 等. 含钛电炉熔分渣碱熔过程中 Ti 元素的选择性富集及 $MgAl_2O_4$ 的物相转化规律[J]. 工程科学学报, 2015, 37(1): 78-85.)
- [9] YANG F. Study on preparation of high-grade titanium-rich material from titanium slag[D]. Shenyang: Northeastern University, 2014.
(杨帆. 由钛渣制备高品位富钛料的研究[D]. 沈阳: 东北大学, 2014.)
- [10] MA H, CHEN T J, YUAN Y Z. Phase and microstructure changes during microwave magnetization roasting of specularite[J]. Iron Steel Vanadium Titanium, 2015, 36(4): 128-133.
(马浩, 陈铁军, 袁益忠. 镜铁矿微波磁化焙烧过程物相与微观结构变化[J]. 钢铁钒钛, 2015, 36(4): 128-133.)
- [11] WANG X Y, ZHANG W, XING H W, *et al.* Effect of composite dephosphorization agent on microwave roasting process of high-phosphorus iron ore[J]. Iron Steel Vanadium Titanium, 2016, 37(6): 109-112, 119.
(王晓远, 张伟, 邢宏伟, 等. 复合脱磷剂对微波焙烧高磷铁矿过程的影响[J]. 钢铁钒钛, 2016, 37(6): 109-112, 119.)
- [12] LI Y, LEI Y, PENG J H, *et al.* Experimental study on microwave reduction of titanium concentrate activated by ball milling[J]. Iron Steel Vanadium Titanium, 2010, 31(4): 7-11.
(李雨, 雷鹰, 彭金辉, 等. 钛精矿球磨活化微波还原试验[J]. 钢铁钒钛, 2010, 31(4): 7-11.)
- [13] HUANG M Y, PENG J H, ZHANG S M, *et al.* A new process for preparing titanium-rich material by microwave heating reduction of titanium concentrate[J]. Iron Steel Vanadium Titanium, 2005, 26(3): 24-28.
(黄孟阳, 彭金辉, 张世敏, 等. 微波加热还原钛精矿制取富钛料新工艺[J]. 钢铁钒钛, 2005, 26(3): 24-28.)
- [14] AI L Q, ZHANG Y L, ZHU Y H. Study on dephosphorization of converter steel slag by microwave carbothermal reduction[J]. Iron Steel Vanadium Titanium, 2015, 36(6): 63-67.
(艾立群, 张彦龙, 朱伟姮. 微波碳热还原转炉钢渣脱磷研究[J]. 钢铁钒钛, 2015, 36(6): 63-67.)
- [15] LEI Y, LI Y, PENG J H, *et al.* Microwave carbothermal reduction of Panzhihua low-grade titanium concentrate[J]. Iron Steel Vanadium Titanium, 2015, 36(6): 1-6.
(雷鹰, 李雨, 彭金辉, 等. 微波碳热还原攀枝花低品位钛精矿[J]. 钢铁钒钛, 2010, 31(4): 1-6.)
- [16] WEI W, CHEN X W, ZONG Z Y, *et al.* Study on the electromagnetic-thermal-mechanical coupling damage of concrete under microwave irradiation[J]. Journal of Building Engineering, 2024, 98: 111061.
- [17] GLOWNIAN S, SZCZESNIAK B, CHOMA J, *et al.* Advances in microwave synthesis of nanoporous materials[J]. Adv Mater, 2021, 33(48): e2103477.
- [18] CHARIKINYA E, FULLER M E, FORBES D V. X-ray computed tomography visualisation and quantification of microwave induced cracks in particles[J]. Minerals Engineering, 2010, 23(13): 1161-1168.