

doi: 10.12068/j.issn.1005-3026.2018.10.010

粒度对硼铁矿介电特性及微波加热特征的影响

刘亚静, 姜涛, 王俊鹏, 刘晨辉
(东北大学冶金学院, 辽宁沈阳 110819)

摘要: 采用谐振腔微扰法测定了不同粒度的硼铁矿在频率为 2.45 GHz 和温度为 20 ~ 800 °C 的介电特性, 并测定其在微波场下的升温特征. 结果表明: 随着矿样粒度的减小, 填充层空隙率降低, 其介电特性增强, 微波场中矿样的升温速率加快. 当温度高于 200 °C 时, 矿样发生热分解产生大量微空隙而增大了空隙率, 矿样的介电特性呈下降趋势, 使得微波加热过程中矿样的升温速率降低. 粒度对硼铁矿介电特性和升温特征的影响研究为微波在冶金领域中的应用及节约能耗提供理论依据.

关键词: 硼铁矿; 介电特性; 微波升温特征; 粒度; 升温速率

中图分类号: TF 04 **文献标志码:** A **文章编号:** 1005-3026(2018)10-1418-05

Effect of Particle Size on Dielectric Properties and Microwave Heating Characteristics of Ludwigite

LIU Ya-jing, JIANG Tao, WANG Jun-peng, LIU Chen-hui

(School of Metallurgy, Northeastern University, Shenyang 110819, China. Corresponding author: JIANG Tao, E-mail: jiangt@smm.neu.edu.cn)

Abstract: The cavity perturbation method was used to measure the dielectric properties of ludwigite of different particle sizes at the frequency of 2.45 GHz with the temperature ranging from 20 to 800 °C, and heating characteristics under a microwave field were also measured. The results showed that with the decrease of particle size, the filling layer porosity of the ore sample decreases, while the dielectric properties and the heating rate increase. When the temperature is higher than 200 °C, the thermal decomposition can generate a large number of micro-voids which increases the porosity, and the dielectric properties tend to be decreased, resulting in a reduce of heating rate during microwave heating. The effect of particle size on the dielectric properties and temperature rising characteristics of ludwigite provides a theoretical basis for the application of microwave in the fields of metallurgy and saving energy consumption.

Key words: ludwigite; dielectric properties; microwave heating characteristic; particle size; heating rate

微波能作为一种高效、清洁能源已广泛应用于矿物处理领域, 微波辐射与矿物间的相互作用机理研究成为开发微波技术应用的焦点^[1]. 以物料的介电特性表征物料与微波的相互作用, 因此, 结合材料介电特性的基础研究, 文献[2-4]分别研究了微波场中温度和粒度对钛铁矿介电特性的影响. 其中不同粒度的矿样其介电性能不同, 进而影响矿样在微波场内热源强度的变化. 粒度的确定可以提高物料在微波场的能量利用率, 节约能

耗, 降低成本, 为微波在冶金领域的应用奠定基础^[5].

辽宁凤城硼铁矿矿物种类多, 矿石构造复杂, 嵌布细, 共生关系密切, 属低品位难选矿^[6]. 磨选过程中矿物有效解离难度大, 用机械方法难以有效回收. 基于微波加热的独特优势, 结合微波处理矿物技术, 硼铁矿随温度和粒度变化的介电特性目前还未曾研究, 因此, 本文研究了硼铁矿粉末介电特性与温度和矿样粒度的关系, 以及其在微波

收稿日期: 2017-06-13

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51374052); 辽宁环境科研教育“123工程”资助项目(CEPF2012-123-1-8).

作者简介: 刘亚静(1984-), 女, 河北保定人, 东北大学博士研究生; 姜涛(1973-), 男, 辽宁沈阳人, 东北大学教授, 博士生导师.

场中的升温特征,为微波预处理硼铁矿以辅助其高效磨选提供理论基础.

学成分如表 1 所示. X 射线衍射分析如图 1 所示, 矿石的主要有用矿物为磁铁矿 (Fe_3O_4) 和硼镁石 ($MgBO_2(OH)$), 由 Ca, Mg 等形成的硅酸盐脉石矿物以蛇纹石 ($Mg_3Si_2O_5(OH)_4$) 为主.

1 实验材料、设备和方法

1.1 实验矿样

实验所用的硼铁矿取自辽宁凤城地区,其化

表 1 硼铁矿的化学成分(质量分数)

Table 1 Main chemical components of ludwigite (mass fraction)

TFe	B ₂ O ₃	FeO	MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	S	其他
29.98	8.03	12.87	26.88	12.22	0.65	0.35	0.27	9.75

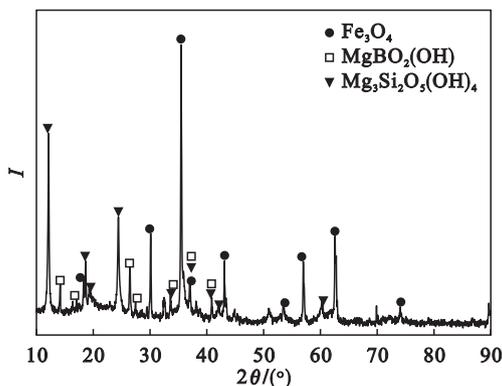


图 1 硼铁矿的 XRD 分析

Fig. 1 X-ray diffraction analysis on ludwigite

1.2 微波加热设备

实验采用的微波加热装置为 MobileLab 系列微波材料学工作站,微波功率为 1,2,3,4 kW, 频率为 2.45 GHz. 取 20 g 矿样装于匣钵内(直径 × 高:80 mm × 65 mm) 放于微波炉中央,设定微波加热功率为 2 kW,热电偶与设备相连插入物料中间记录微波加热过程中物料的温度,得到不同粒度矿样的升温特征曲线. 微波加热设备示意图如图 2 所示.

1.3 介电特性测试设备和实验方法

图 3 是介电特性测试系统示意图^[7]. 测试系统包括:矢量网络分析仪(VNA, E5071C 安捷伦

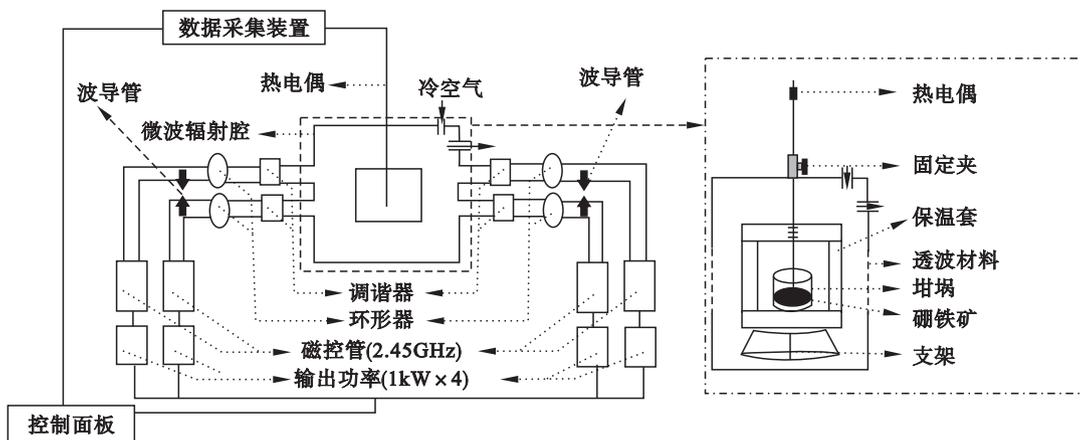


图 2 微波设备示意图

Fig. 2 Schematic diagram of microwave equipment

科技公司)、波导同轴转换头、耦合装置、电磁感应加热装置、石英套管、循环水冷却装置、样品升降装置、圆柱体腔体和计算机软件系统. 微波由矢量网络分析仪从测试端口发射经转换接头和耦合装置,进入测试腔体与样品反应,之后再经耦合装置和转换接头进入网络分析仪的接受端口. 实验过程中待测粉末置于石英管中,将石英管置于包有

石英套管的加热工件中. 待加热到设定测试温度后,快速推动样品移动装置进入谐振腔中,由网络分析仪快速记录谐振频移和品质因数,通过编写的复介电常数程序软件得到被测样品的介电常数和损耗角正切. 每次测量调试设备共振腔的卸载品质因数(QF)约为 10 000,同一温度条件下测试 3 次,持续测量直到收集整个温度范围的数据,记

录和存储测试结果.

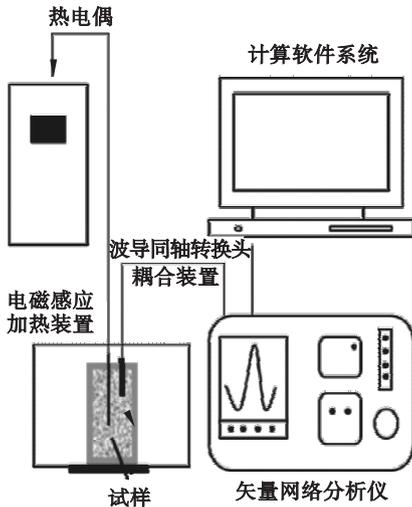


图 3 介电特性测试系统示意图

Fig. 3 Schematic diagram of dielectric properties measurement system

2 结果与讨论

2.1 硼铁矿的热重分析

图 4 为硼铁矿的 TG - DTA 曲线图,由图 4 可知:硼铁矿热重变化分 3 个阶段:第一阶段从室温到 200 °C,矿物失重率约为 0.73%,由于失重量较小,在 DTA 曲线上未见对应的吸热峰,主要为矿石表面吸附水的散失所致.第二阶段为 200 ~ 500 °C,在 DTA 曲线上有一个小而宽的吸热峰,峰温为 389.09 °C,与其相应的 TG 曲线上有一个失重峰,分析认为是部分蛇纹石和硼镁石脱水,造成矿样失重率约为 0.79%.第三阶段为 500 ~ 700 °C,在 DTA 曲线上约 677.66 °C 存在一个窄而深的吸热峰,TG 曲线上呈现出快速明显的失重,失重率约为 5.61%.在此温度范围内,矿石中的蛇纹石失去全部结构水生成镁橄榄石 (Mg_2SiO_4) 和石英 (SiO_2),硼镁石 ($MgBO_2(OH)$) 失去结构水分解成遂安石 ($Mg_2B_2O_5$),从而造成矿样的显著失重.其中约在 827.39 °C 有一个放热峰,为蛇纹石脱水后生成的镁橄榄石重结晶的放热效应.发生的反应为^[8-9]

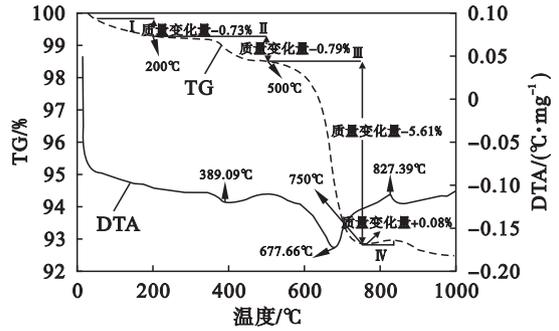
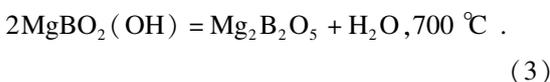
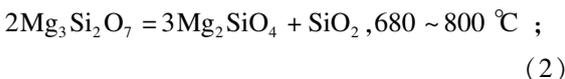
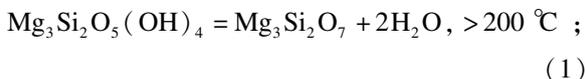


图 4 硼铁矿的 TG - DTA 曲线

Fig. 4 TG-DTA curves of ludwigite

2.2 不同粒度的硼铁矿介电特性随温度的变化

硼铁矿粉体随着温度变化时其介电特性的变化如图 5 所示.由图 5 可知,粒度为 $-48\text{ }\mu\text{m}$ 的硼铁矿介电损耗因子和介电损耗角正切的测定值均高于粒度较大的矿粉,说明粒度小的矿样介电性能更好更利于微波能转化为热能.

物料粒度不同,其填充层的空隙率也就不同,粒度小其填充层的空隙率就越小,将不同粒度的物料填充层看作是不同的空隙率的均匀介质,由此物料介电损耗与空隙率的关系为^[10]

$$\varepsilon'' = \frac{\kappa \cdot S(1 - \theta)}{2\pi f \varepsilon_0 l}. \quad (4)$$

式中: κ 为比例系数; S 为容器横截面积; θ 为粉体填充层空隙率; f 为微波频率; l 为长度; ε_0 为真空中介电常数.

由式(4)可知,当 f 一定时,矿样的介电损耗由物料填充层的空隙率决定,空隙率越小则矿样的介电损耗越大.由图 5 可知,粒度越小的物料,其介电损耗值越大,粉体填充层的空隙率也越小.因此,矿样的粒度与物料填充层的空隙率有关,矿样粒度越小,粉体填充层的空隙率越小,介电损耗也就越大.

由温度对硼铁矿粉体介电特性的影响曲线^[11]结合图 4 硼铁矿的热重分析可知,在温度高于 200 °C 时矿石中蛇纹石和硼镁石失去结构水,造成矿石内部产生大量微空隙,增大矿样空隙率,同时产物为弱吸波性物质^[12],因此,在 200 °C 以后矿样介电特性呈降低趋势.

2.3 微波场中不同粒度的硼铁矿的升温特征

微波场中不同粒度硼铁矿的升温曲线如图 6 所示.由图 6 可知,矿样的粒度越小升温速率越快,温度高于 200 °C 之后继续微波加热,矿样的升温速率减缓.根据图 5 中粒度和温度对微波场中硼铁矿的介电特性的影响关系可知,矿样的粒度越小矿样的介电损耗越大,因而粒度小的矿样在

微波场中的微波吸收能力及微波能转化为热能的能力增强,其升温速率就越快.当温度高于 200 °C 后矿样的介电特性下降,微波能转化能力降低,矿样的升温速率减缓,矿样的微波加热特征与图 5 的粒度和温度对矿样介电特性的关系一致^[13-14].

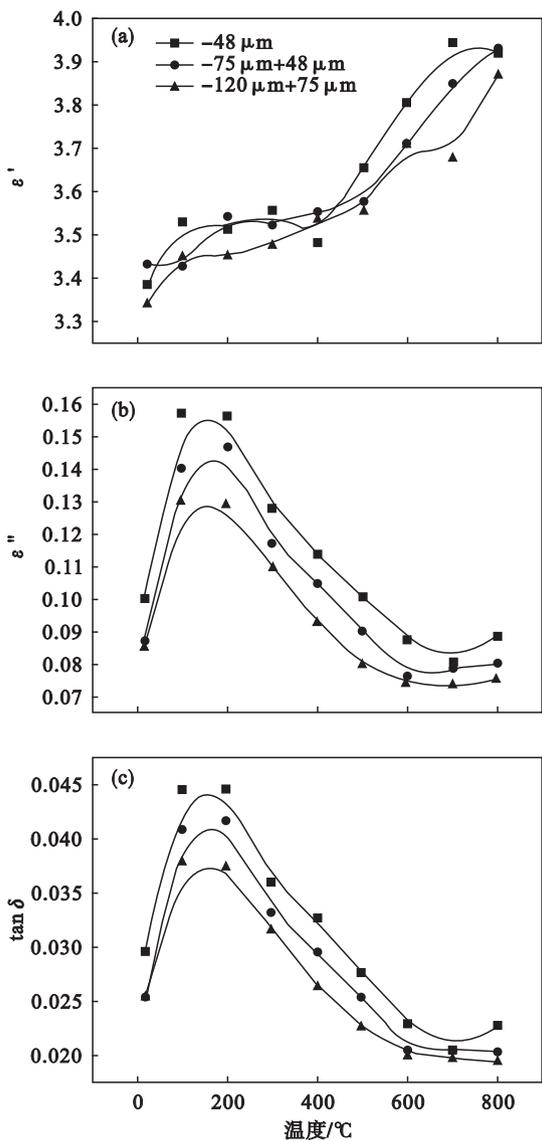


图 5 在 2.45 GHz 下不同粒度的硼铁矿介电特性随温度的变化曲线

Fig. 5 Variation of dielectric properties of different particle size ludwigite at 2.45 GHz with temperature

(a) —介电常数 (ϵ') ; (b) —介电损耗因子 (ϵ'') ;
(c) —损耗角正切 ($\tan\delta$).

另外,在不考虑对周围环境的热损失的情况下,物质在微波场中的升温速率为^[15]

$$\frac{dT}{dt} = \frac{\kappa \cdot S(1 - \theta) E^2}{\rho C_p l} \quad (5)$$

式中: ρ 为物质的表现密度; E 为电场强度; C_p 为定压比热容.由式(5)可知:物料填充层的空隙率与其升温速率成反比关系,即矿样粒度越小其填

充层的空隙率越小,其升温速率也就越快.同时,矿样的升温速率越快,矿样填充层的空隙率越小,矿样的粒度也就越小,介电损耗随之越大.

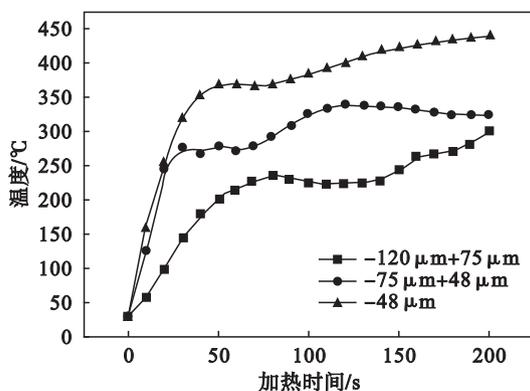


图 6 微波场中不同粒度硼铁矿的升温特征
Fig. 6 Temperature rising characteristics of different particle size ludwigite under microwave radiation

3 结 论

1) 对于粒度为 $-120 \mu\text{m} + 75 \mu\text{m}$, $-75 \mu\text{m} + 48 \mu\text{m}$, $-48 \mu\text{m}$ 的硼铁矿,其介电特性随着粒度的减小而增大,粒度为 $-48 \mu\text{m}$ 的硼铁矿的介电特性最好,并且在温度高于 200 °C 之后矿样的介电特性均呈下降趋势.根据粒度与空隙率的机理推导及热重分析认为由于粒度的减小,粉体填充的空隙率减小,介电特性随之增大;温度高于 200 °C 之后矿样热分解产生大量微空隙,同时产物属于弱吸波性物质,介电特性呈下降趋势.

2) 硼铁矿在微波场中的升温速率与其介电特性有关,随着介电损耗的增大矿样的升温速率加快;温度高于 200 °C 之后矿样介电特性下降,其矿样升温速率降低.矿样的粒度越细,填充层的空隙率越小,矿样的升温速率也就越快,介电损耗也随之越大.

参考文献:

[1] Lovás M, Kováčová M, Dimitrakīs G, et al. Modeling of microwave heating of andesite and minerals[J]. *International Journal of Heat & Mass Transfer*, 2010, 53 (17/18) : 3387 - 3393.

[2] 黄梦阳,张世敏,彭金辉,等.微波场中钛精矿不同粒度微波吸收特性研究[J]. *金属矿山*, 2007(7) : 42 - 63.
(Huang Meng-yang, Zhang Shi-min, Peng Jin-hui, et al. Study on different particle size of titanium concentrate microwave absorption property [J]. *Metal Mine*, 2007(7) : 42 - 63.)

[3] Viswanth R P, Seshdri A T. The ferroelectric characteristics in Fe-Ti-O system[J]. *Solid State Communications*, 1991, 92 (10) : 831 - 842.

