

利用铁尾矿制备微晶泡沫玻璃的热处理工艺研究

孙强强^{1,2}, 杨文凯¹, 李兆², 南宁^{1,2}, 崔孝炜^{1,2}

1. 商洛学院 化学工程与现代材料学院, 陕西 商洛 726000;
2. 陕西省尾矿资源综合利用重点实验室, 陕西 商洛 726000

中图分类号: TD926.4⁺.2 文献标识码: A 文章编号: 1001-0076(2020)03-0069-06
DOI: 10.13779/j.cnki.issn1001-0076.2020.03.011

摘要 以商洛某尾矿库现存铁尾矿为主要原料,以废玻璃为增硅剂, CaCO₃ 为发泡剂, TiO₂ 和 CaF₂ 作为复合晶核剂, 采用粉末法二次烧结法制备微晶泡沫玻璃, 研究了发泡工艺和微晶化工艺对其抗压强度、密度以及热导率的影响。结果表明: 在 1 350 °C、保温 2 h 条件下获得了最佳熔制效果的基础玻璃; 铁尾矿掺入质量分数为 40%, 在 900 °C 时发泡 30 min、1 120 °C 微晶化处理 2 h 后, 制得了孔径尺寸为 1.6 ~ 2.0 mm、表观密度为 1.679 g · cm⁻³、抗压强度 27.22 MPa、热导率为 0.107 W · (m · K)⁻¹ 的微晶泡沫玻璃。

关键词 铁尾矿; 微晶泡沫玻璃; 抗压强度; 热导率

引言

商洛地处秦岭深处, 矿物资源储量巨大^[1]。由于前期开放式开采加之当时工艺的限制造成了很多矿物资源的浪费, 矿山废弃物和废渣的积累也越来越多^[2]。目前, 商洛市的尾矿堆积量已近 1.25 亿 t, 其中铁尾矿库堆存量已超过 6 000 万 t, 占全市尾矿总堆存量的 49.1%, 仅商洛柞水大西沟两处铁尾矿库的堆存量就达到 4 876 万 t。然而铁尾矿的综合利用率远低于国内外利用水平, 不仅造成了大量铁资源的浪费, 更对区域经济发展产生巨大的环境压力和安全隐患。因此, 开展铁尾矿资源的综合利用已迫在眉睫^[3-4]。

微晶泡沫玻璃是一种具有隔热、防火、吸声、防潮性能, 含大量封闭气孔结构的高附加值节能材料, 作为保温绝热材料或建筑装饰材料, 广泛应用于建筑、化工、地铁、船舶等多种建筑工程中^[5-10]。微晶泡沫玻璃与尾矿有着相似的主成分, 以尾矿为主要原料配合少量附加料, 经高温熔制及水淬制成基础玻璃, 再在基础玻璃粉中配入一定量的发泡剂、晶核剂, 经发泡、核化、微晶化等工艺, 便制得了气固相均匀共存的尾矿微晶泡沫玻璃^[11-12]。戚昊等^[13]以钼尾矿为基础原料, 碳粉为发泡剂, 采用板状烧结法制得了密度为 0.2 kg · m⁻³, 热导率为 0.089 W · (m · K)⁻¹, 孔径约为 0.8 ~

1.2 mm, 主晶相为钙铁透辉石相的微晶泡沫玻璃, 钼尾矿掺入质量分数达到了 40%。Lin 等^[14]以铅锌尾矿、赤泥、粉煤灰为基础原料, 在 980 °C 烧结制得了体积密度为 0.67 g · cm⁻³、孔隙率为 69.20%、抗压强度为 7.40 MPa 的微晶泡沫玻璃。研究发现, 随烧结温度的升高, 微晶泡沫玻璃制品的性能呈现先增强后减弱的趋势, 在 980 °C 获得最佳性能。Yin 等^[15]以铁尾矿和废玻璃为基础原料, 以 SiC 为发泡剂, 研究了发泡温度对体积密度、孔隙率、吸水率和抗压强度的影响。结果发现, 掺入质量分数 24.5% 的铁尾矿, 在 830 °C 下发泡 30 min, 制成了抗弯强度为 0.53 MPa、体积密度为 0.224 g · cm⁻³ 的微晶泡沫玻璃。目前, 利用金属尾矿制备微晶泡沫玻璃的研究已有诸多报道^[16-18], 但尾矿综合利用率普遍较低, 成品的强度不能满足一般建材标准的需求, 对于保温隔热性能的研究也鲜见报道。

鉴于目前商洛市尾矿堆存的现状, 本研究以商洛某尾矿库现存铁尾矿为主要原料制备微晶泡沫玻璃, 对发泡及晶化工艺制度进行优化, 获得铁尾矿微晶泡沫玻璃的适宜的热处理工艺参数, 以期为当地的铁尾矿资源的综合利用开辟一条新途径, 同时还能有效缓解铁尾矿给区域环境造成的巨大压力, 对当地尾矿资源化处理有一定借鉴意义。

收稿日期: 2020-03-16

基金项目: 陕西省教育厅重点科学基金项目(17J5036); 陕西省科技厅联合基金项目(2019JLM-49); 商洛市科技计划项目(SK2018-03-02); 陕西省尾矿资源综合利用重点实验室开放基金(2017SKY-WK014)

作者简介: 孙强强(1985-), 男, 河南洛阳人, 博士, 讲师, 从事尾矿资源化利用及析氢电极材料开发研究工作。E-mail: sqq3c118@163.com。

1 试验部分

1.1 试验原料、试剂及设备

基础原料:商洛柞水某铁尾矿库尾矿样品及自商洛金视达玻璃装饰公司回收的废玻璃粉(化学成分分别见表1和表2)。

表1 铁尾矿的化学成分 /%

Composition	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	FeO	TiO ₂	K ₂ O	Na ₂ O	Others
Content	66.00	7.06	1.86	0.25	3.18	4.15	0.67	2.59	0.86	13.38

表2 废玻璃粉的化学成分 /%

Composition	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	TiO ₂	K ₂ O	Ba ₂ O	Others
Content	72.87	3.14	5.81	1.07	1.24	9.35	0.064	1.58	0.39	4.47

主要试剂:三氧化二铝,生石灰,氧化镁,硼砂,碳酸钙,二氧化钛,氟化钙,试剂均为分析纯。

仪器设备:密封式液压力压紧化验制样粉碎机(巩义予华仪器 CPA2006),箱式电阻炉(巩义予华仪器 SHZ-D(Ⅲ)),电热恒温鼓风干燥箱(上海齐欣科技 DHG-9070A),粉末压制成型器(北京东西电子 AA7002A),微机控制电子万能试验机(上海精密仪器仪表 WDW-50),硬度计(上海视特精密仪器 THV-1MD),全自动平板导热系数测定仪(湘潭华丰仪器 DRH-Ⅲ),全自动密度分析仪(贝世德仪器科技 3H-2000TD2)。

1.2 基础玻璃粉的制备

首先对铁尾矿和废玻璃粉进行球磨处理,过200目筛。按一定质量配比进行配料,依次取铁尾矿30%~50%,废玻璃粉25%~30%,CaO 7%~12%,MgO 7%~10%,硼砂12%~18%,混合均匀后放入高温电阻炉内,在1 200~1 400℃熔制1.0~2.5 h。根据熔制效果选取合适的熔制工艺,基础玻璃熔制结束后快速进行水淬处理,将得到的基础玻璃烘干后球磨,过筛200目留待备用。

1.3 微晶泡沫玻璃的制备

按一定质量比例将基础玻璃粉(90%)、发泡剂碳酸钙(3.0%)、助溶剂硼砂(5%)复合晶核剂 TiO₂ + CaF₂(2%)通过机械搅拌混合均匀,加入少量乙醇压制成长方形试块,装入预先铺好脱模纸的刚玉坩埚中。移入高温马弗炉中以10℃·min⁻¹,升温至900℃发泡保温30 min。以10℃·min⁻¹升温至1 000℃核化30 min,再同速率升温至1 050℃晶化2 h,热处理完毕随炉冷却至室温,即可制得微晶泡沫玻璃。用砂轮机

对微晶泡沫玻璃试样进行刨磨,再按照建筑材料行业标准 JC/T 647—2014 对样品的抗压强度、表观密度及热导率进行测试。

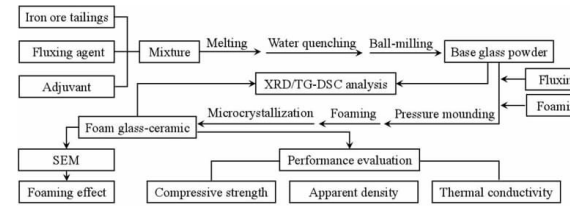


图1 微晶泡沫玻璃制备工艺流程

Fig. 1 Flow diagram of preparation of foam glass-ceramics

2 分析与讨论

2.1 基础玻璃的熔制

基础玻璃的熔制过程中熔融状态玻璃相的流动性和均匀性均会直接影响后续制备微晶泡沫玻璃的发泡过程中封闭微孔的形成,确定最佳基础玻璃熔制条件尤其关键。将原始混合料置于高温炉内按既定热处理制度进行熔制,改变熔制温度和熔制时间,不同熔制温度和保温时间条件下熔制结果见表3、表4所示。

表3 不同熔制温度下得到熔制效果

Table 3 The characteristics of the base glass at different melting temperatures

Melting temperature	Melting time	Evaluation of melting results
1 200℃	2 h	Refractory and more impurities particles on the surface
1 250℃	2 h	A degree of fluidity, but still more particles
1 300℃	2 h	High viscosity, less particulate matter
1 350℃	2 h	Small viscosity, good fluidity, no surface particles and no bubbles
1 400℃	2 h	Good fluidity and large bubbles in fluid and surface layer

表4 不同熔制时间下得到的基础玻璃效果

Table 4 The characteristics of the base glass at different melting time

Melting time	Melting temperature	Evaluation of melting results
1 h	1 350℃	Viscous with little fluidity
1.5 h	1 350℃	Low viscosity and poor uniformity
2 h	1 350℃	Small viscosity, good fluidity, uniform fluid, no bubbles
2.5 h	1 350℃	Good fluidity with bubbles of different sizes in the fluid

从表3和表4中可以看出,在熔制温度设定为1 350℃,熔制时间设定为2 h的条件下,获得的玻璃相黏度小、流动性好,流体均匀且无气泡,熔制效果最好。基础玻璃熔制参数以熔制温度1 350℃、保温2 h为宜。

2.2 形貌分析

为直观分析制备微晶泡沫玻璃样品的发泡效果,对打磨后的微晶发泡玻璃试样进行 SEM 测定,比较了同条件下未经发泡的微晶玻璃试样的微孔形貌,结果见图 2。

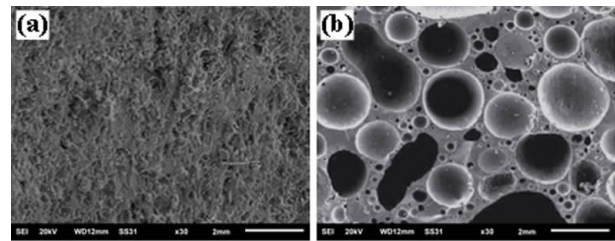


图 2 试样的微观形貌图(a - 微晶玻璃, b - 微晶泡沫玻璃)
Fig. 2 SEM images of the test samples (a - basic glass, b - foam glass - ceramics)

由图 2a 可知,基础玻璃直接热处理形成的微晶玻璃内部由烧结实心体构成没有微孔结构形成。对比图 2b 可以发现,以 CaCO_3 为发泡剂制成的微晶泡沫玻璃内部呈现规则分布的圆形气孔,相互之间紧密相连,孔径基本保持在 1.6 ~ 2.0 mm,同时具有适中的孔壁。这是因为发泡剂 CaCO_3 的分解温度与基础玻璃转变温度较为接近,玻璃相转化过程中碳酸钙分解产生了大量的 CO_2 气体,玻璃相形成速率与气体分解速率相匹配,确保气泡被包裹、固化。但因为 CaCO_3 的分解温度稍低于玻璃转变温度,先于玻璃相软化前已产生气泡,累积后引起部分气泡出现穿孔现象,最终在试样内部形成了大小不一的圆形封闭气孔,呈现预期的发泡效果。

2.3 基础玻璃与微晶泡沫玻璃的物相分析

采用 X 射线衍射对基础玻璃及微晶泡沫玻璃成品的晶相结构进行测试,结果如图 3 所示。

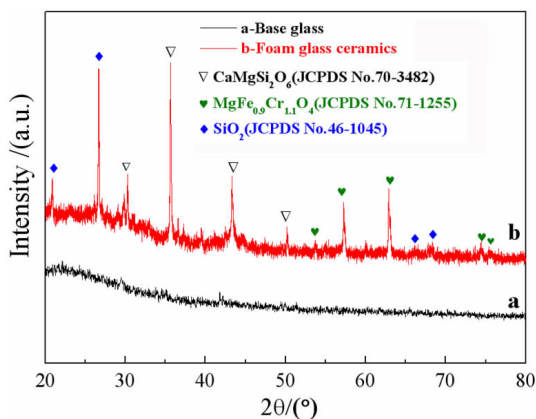


图 3 基础玻璃及微晶泡沫玻璃试样的 XRD 图谱
Fig. 3 XRD patterns of basic glass and foam glass - ceramics

基础玻璃的 XRD 图谱,曲线 b 为经发泡、微晶化后制备微晶泡沫玻璃的 XRD 图谱。对比图 3a、b 曲线发现,发泡晶化热处理前基础玻璃 XRD 图谱并没有显著的衍射峰出现,整体趋于平滑,表明经熔制后的基础玻璃物相主要由非晶态物质组成;对比二次热处理后微晶泡沫玻璃试样的 XRD 图谱,许多显著的衍射峰出现,而且峰型尖锐,说明基础玻璃在发泡微晶化处理以后,有大量高结晶度、晶型良好的晶相生成。

采用 MDI Jade5 标准卡片精准标定了不同晶体结构的物相。发现在 29.9° 、 30.3° 、 36.2° 、 43.7° 、 51.1° 等处均出现了显著的透辉石相 ($\text{CaMg}(\text{SiO}_3)_2$) (JCPDS No. 70 - 3482) 的特征衍射峰,同时还出现了次晶相 SiO_2 (JCPDS No. 46 - 1045) 和 $\text{MgFe}_{0.9}\text{Cr}_{1.1}\text{O}_4$ (JCPDS No. 71 - 1255),表明制得的试样属于钙镁硅型微晶泡沫玻璃。谱图中高而尖锐衍射峰的形成是由于铁尾矿的大量掺入、发泡剂 CaCO_3 的热分解以及晶核剂 TiO_2 的引入,给混合体系带来大量高价态阳离子氧化物 Fe_2O_3 、 CaO 、 TiO_2 ,促进了微晶化过程的晶体析出,从而增强了衍射峰的强度。

2.4 基础玻璃配合料的热失重差热(TG - DSC)分析

为探究基础玻璃配合料在高温下的物理、化学行为,测定了其在室温至 1400°C 的 TG - DSC 曲线(见图 4)。由图中可知,在 $20^\circ\text{C} \sim 1400^\circ\text{C}$,失重曲线有两次轻微的下陷趋势,这主要是由混合料中的水分的蒸发以及发泡剂热分解气体产物的逸出造成的。对应的 DSC 曲线可以观察到,在 281.8°C 处出现一个小的吸热峰,表明了矿物结晶水分的吸热蒸发过程,也恰好对应了 TG 曲线的第一个失重过程。在 856.8°C 处出现一个显著的吸热峰,这是由于发泡剂 CaCO_3 开始吸热分解^[11],产生 CO_2 气体从尚未软化的物料颗粒间隙逸出造成的,同时伴随着 TG 曲线的第二个显著失重过程。

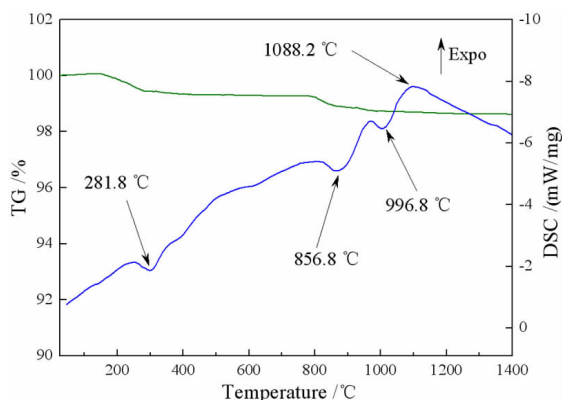


图 4 基础玻璃混合料的热失重 - 差热(TG - DSC)曲线
Fig. 4 TG - DSC curves of basic glass mixture

图 3 中曲线 a 是在最优熔制参数条件下制备得到

在 950 °C ~ 1 200 °C 之间出现了明显的吸热—放热过程,在 996.8 °C 处的吸热峰,表明了玻璃相的转变温度(T_g)。而核化温度一般较 T_g 高约 50 °C^[19],故而可选择 1 050 °C 作为微晶化过程的成核温度。在 1 088.2 °C 处出现一个宽大的放热峰,表明试样中晶相发生转变,开始在泡沫玻璃内部形成了大量微晶,与发泡过程形成的气孔交织互联后形成微晶泡沫玻璃,有助于显著改善材料的机械性能。

2.5 发泡工艺对微晶玻璃机械性能的影响

为了获得理想的发泡效果,对发泡过程的工艺制度进行了优化。研究了发泡温度(840、860、880、900、910 °C)及发泡保温时间(10、20、30、40、50 min)对微晶泡沫玻璃机械性能的影响,结果见图 5。

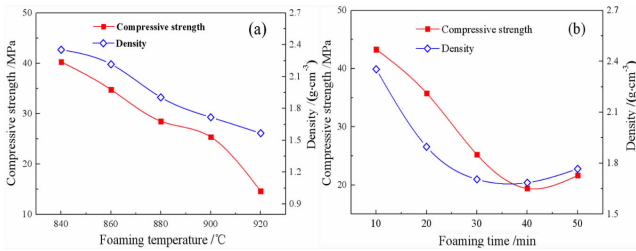


图 5 发泡工艺制度对微晶泡沫玻璃性能的影响(a - 发泡温度,b - 发泡时间)

Fig. 5 Effects of foaming process parameters on the properties of foam glass - ceramics(a - foaming temperature, b - foaming time)

从图 5 可知,微晶泡沫玻璃试样的抗压强度和表观密度均随发泡温度的升高呈现逐渐降低的趋势,随发泡时间的增加呈现先降低后轻微递增的趋势。根据图 4a 的 DSC 曲线可知,在 850 °C 时 CaCO_3 已经开始吸热分解,当发泡温度由 840 °C 升至 900 °C 时, CaCO_3 的分解速率加快,伴随着大量气泡的生成,大量玻璃相在混合体系内形成,充分包裹气泡后,便获得了优良发泡效果的微晶泡沫玻璃,900 °C 时抗压强度达到 25.41 MPa。当发泡温度升至 920 °C, CaCO_3 剧烈分解,大量气泡集聚,在玻璃相内部形成连通孔,使得试样抗压强度急剧下降。与此同时,整个升温过程,试样的表观密度随之减小,900 °C 以后下降趋势逐渐平缓。

当发泡保温时间在 10 ~ 30 min 时,随着时间的递增, CaCO_3 分解充分,产生的大量气泡,被形成的液相玻璃体包裹后,在试样中形成大量封闭气孔^[20],泡沫玻璃体的抗压强度和表观密度便随之降低。当发泡时间持续增加,大量气泡集聚,来不及被固化便相互吞并形成大气泡,当气泡压力持续增大,超过玻璃体的表面张力后,便从玻璃体中逸出,发生气孔孔壁坍塌,玻璃体反而变得更加密实,导致试样抗压强度及表观密度出现增大的趋势。在因此,基础玻璃配合料的发泡温度及发泡时间分别以 900 °C 和 30 min 为宜。

2.6 晶化工艺制度对微晶玻璃性能的影响

泡沫玻璃的微晶化直接决定了微晶玻璃成品的力学及热传导性能。为获得高强度的微晶泡沫玻璃,对晶化工艺制度进行了优化,研究了晶化温度(1 080、1 100、1 120、1 140、1 160 °C)及晶化时间(1、1.5、2.0、2.5、3.0 h)对微晶泡沫玻璃性能的影响,结果见图 6。

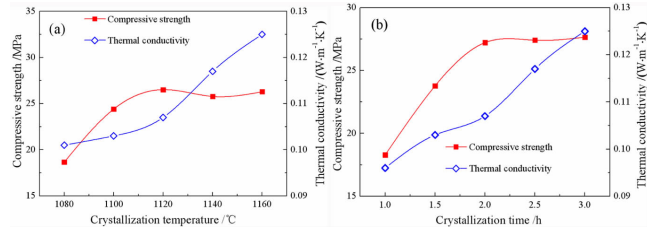


图 6 微晶化工艺制度对微晶泡沫玻璃性能的影响(a - 晶化温度,b - 晶化时间)

Fig. 6 Effects of microcrystallization parameters on the properties of foam glass - ceramics

由图 6a 可知,试样的抗压强度随晶化温度和晶化时间的增加均呈现先快速递增后趋于平缓的趋势,而试样的热导率随两者均呈现持续增加的趋势。低的晶化温度下玻璃析晶不充分影响试样的抗压强度较低,随着温度升高,玻璃微晶化过程的成核速率增加,在复合晶核剂 TiO_2 和 CaF_2 作用下生成大量晶核,促进微晶结构的形成。温度过高, TiO_2 反而会促进玻璃体分相,破坏原有微晶化结构,不利于试样强度的提升。在 1 120 °C 时,试样强度达到最大值 26.52 MPa。同时,随着晶化时间的递增,核化阶段形成的大量晶核快速长大,在泡沫玻璃气孔间隙的玻璃体中形成大量微晶,时间越长,晶体生长越大,试样抗压强度就越来越大,晶化 2 h 后获得最大抗压强度 27.22 MPa。随着晶化时间进一步增加,核化过程产生的晶核数量一定,晶粒尺寸越来越大,反而与气孔间隙的玻璃体出现相分离,导致试样强度降低。

玻璃相的导热系数远大于封闭气孔中气体的导热系数,热量在微晶泡沫玻璃中的传递主要通过孔壁等实心烧结体完成传导。随着晶化温度及保温时间的增加,玻璃相中大量微晶形成,气泡压力难以克服气泡膨胀的阻力,大大限制了封闭气孔的尺寸,导致孔壁变厚,热导率便随之呈现持续递增的趋势。在 1 120 °C 晶化保温 2 h,微晶泡沫玻璃获得最大的抗压相当强度(27.22 Mpa),同时还保有适中的热导率($0.107 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$),测试的表观密度也仅为 $1.679 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ 。因此,晶化温度与保温时间选择为 1 120 °C 和 2 h 为宜。

2.7 铁尾矿掺入质量分数对微晶玻璃性能的影响

为提高铁尾矿的利用率,比较了不同铁尾矿掺入质量分数(30%、35%、40%、45%、50%)制得微晶泡沫

玻璃的抗压强度、表观密度,测试结果如图7所示。

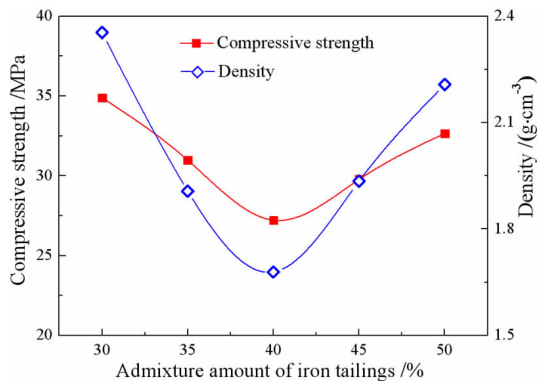


图7 铁尾矿掺入质量分数对微晶泡沫玻璃性能的影响
Fig. 7 Effects of the content of iron tailings on the properties of foam glass - ceramics

由图7可知,试样的抗压强度和表观密度随铁尾矿掺入质量分数的增加均呈现先减小后增大的趋势。铁尾矿掺入质量分数为30%~40%时,基础玻璃配合料中 Fe_2O_3 含量也逐渐增大, Fe_2O_3 作为一种玻璃结构变质剂,可通过增加玻璃结构中的非桥氧键,降低玻璃转变温度^[21]。相同熔制温度下高含量铁尾矿的试料形成更多玻璃相,与 CaCO_3 分解产生的大量 CO_2 气泡混合、包裹后,大大增加了微晶泡沫玻璃内部的气孔密度。同时,配合料中 K_2O 含量的增加也大大降低了玻璃体的表面张力^[22],有助于气泡的膨胀,形成了许多大尺寸的连通气孔,试样的强度和密度便随之减小。当铁尾矿掺入质量分数增至40%~50%时,基础玻璃配合料中的 Al_2O_3 含量也随之增大,熔体中的 Al^{3+} 有助于 $[\text{AlO}_4]$ 玻璃网络体的形成,显著增大了玻璃熔体的黏度,反而不利于小气泡的膨胀长大,导致试样内部的气孔收缩、泡壁增厚^[13],进而引起试样的强度和密度反而变大。当铁尾矿掺入质量分数为40%时,获得了最小的表观密度 $1.679 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$,同时还保有较高的抗压强度 27.22 Mpa 。

3 结论

(1) 掺入40%的铁尾矿,采用二次烧结法获得了表观密度为 1.679 g/cm^3 、抗压强度为 27.22 MPa 、热导率为 $0.107 \text{ W/(m} \cdot \text{K)}$ 的高性能微晶泡沫玻璃。

(2) 形貌测试发现,试样内部形成了大量尺寸不一、孔径在 $1.6 \sim 2.0 \text{ mm}$ 的封闭气孔结构,物相分析表明,标准透辉石 $\text{CaMg}(\text{SiO}_3)_2$ 构成了微晶泡沫玻璃的主晶相,同时还夹杂有少量的次晶相 SiO_2 和 $\text{MgFe}_{0.9}\text{Cr}_{1.1}\text{O}_4$ 。

(3) 在工艺制度的优化过程发现,基础玻璃在 $1350 \text{ }^\circ\text{C}$ 熔制2h获得了理想的熔制效果。发泡温度过高会导致玻璃相黏度降低,造成微晶泡沫玻璃内部出现气孔连通,降低试样机械强度。晶化过程温度过

高或保温时间过长,晶核剂 TiO_2 易引起玻璃体分相,使试样抗压强度降低。因此,优选的发泡工艺为 $900 \text{ }^\circ\text{C}$ 发泡保温30min,晶化工艺为 $1200 \text{ }^\circ\text{C}$,晶化保温2h。

参考文献:

- [1] 张景书. 商洛市尾矿资源综合利用现状及其对策[J]. 商洛学院学报, 2013, 27(4): 3-7.
- [2] 刘淑鹏, 张小伟. 我国金属矿山尾矿综合利用现状及对策[J]. 中国资源综合利用, 2020, 38(3): 75-78.
- [3] 王海军, 薛亚洲. 我国矿产资源节约与综合利用现状分析[J]. 矿产保护与利用, 2017(2): 1-5.
- [4] 吕绍伟, 姜屏, 钱彪, 等. 铁尾矿砂力学特性及再生利用研究进展[J]. 硅酸盐通报, 2020, 39(2): 466-470.
- [5] 张泽平, 李珠, 董彦莉, 等. 建筑保温节能墙体的发展现状与展望[J]. 工程力学, 2007, 24(z2): 121-128.
- [6] MUGONI C, MONTORSI M, SILIGARDI C, et al. Design of glass foams with low environmental impact [J]. *Ceramics International*, 2014, 41(3): 3400-3408.
- [7] XUAN W, NA X, ZHI D Y, et al. Preparation and characterization of novel foamed porous glass - ceramics [J]. *Transition Metal Chemistry*, 2015, 103(2): 90-100.
- [8] 于乔, 姜妍彦, 王承遇. 泡沫玻璃与固体废弃物的循环利用[J]. 材料导报, 2009, 23(1): 93-96.
- [9] 范明德, 屈培真. 吸声微晶泡沫玻璃制品及应用[J]. 噪声与震动控制, 1993(3): 26-29.
- [10] 徐博, 曹建尉, 梁开明. ZnO 和 CaO 含量对 $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系泡沫微晶玻璃析晶与发泡的影响[J]. 无机材料学报, 2012, 27(2): 191-194.
- [11] 舒明勇, 尹海英. 利用选钛尾矿制备微晶泡沫玻璃及其性能研究[J]. 钢铁钒钛, 2017, 38(4): 74-81.
- [12] ZHANG Q, HE F, SHU H, et al. Preparation of high strength glass ceramic foams from waste cathode ray tube and germanium tailings [J]. *Construction and Building Materials*, 2016, 111: 105-110.
- [13] 戚昊, 何峰, 张雨笛, 等. 利用CRT屏玻璃制备板状泡沫玻璃[J]. 环境工程学报, 2013, 7(6): 2327-2332.
- [14] LIU T Y, LIN C W, LIU J L, et al. Phase evolution, pore morphology and microstructure of glass ceramic foams derived from tailings wastes [J]. *Ceramics International*, 2018, 44(12): 14393-14400.
- [15] YIN H, MA M, BAI J, et al. Fabrication of foam glass from iron tailings [J]. *Materials Letters*, 2016, 185: 511-513.
- [16] 张雪峰, 陈志强, 贾晓林. 以山西铜尾矿为主要原料制备泡沫玻璃的研究[J]. 中国陶瓷, 2016, 52(1): 64-70.
- [17] XI C P, ZHENG F, XU J H, et al. Preparation of glass - ceramic foams using extracted titanium tailing and glass waste as raw materials [J]. *Construction and Building Materials*, 2018, 190: 896-909.
- [18] LIU T Y, LIN C W, LIU P, et al. Preparation and characterization of partially vitrified ceramic material [J]. *Journal of Non - Crystalline Solids*, 2019, 505: 92-101.
- [19] 肖兴成, 江伟辉, 王永兰, 等. 钛渣微晶玻璃微晶化工艺的研究[J]. 玻璃与搪瓷, 1998, 27(2): 7-11.
- [20] WU L, ZHAO Y H, CHEN R F, et al. Influence of the heat treatment on the structure and property of the foam glass [J]. *Applied Mechanics and Materials*, 2014, 488-489: 90-93.
- [21] EFTEKHARI YEKTA B, HAMNABARD Z. Sintering and crystallization behavior of machinable fluorophlogopite - gehlenite glass - ceramic [J]. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 2009, 6(1): 72-79.

[22] 马明鑫. 铁尾矿泡沫玻璃制备及添加量研究[D]. 西安: 陕西科技大学, 2017.

Research on Heat Treatment Process of Foam Glass – ceramics From Iron Tailings

SUN Qiangqiang^{1,2}, YANG Wenkai¹, LI Zhao², NAN Ning^{1,2}, CUI Xiaowei^{1,2}

1. School of Chemical Engineering and Modern Materials, Shangluo 726000, Shaanxi, China ;

2. Shaanxi Key Laboratory of Comprehensive Utilization of Tailings Resources, Shangluo 726000, Shaanxi, China

Abstract: The foam glass – ceramics were prepared by sintering method using the iron tailings from a tailings pond in Shangluo area as the main raw material, waste glass as silicization agent, calcium carbonate as foaming agent, titanium dioxide and calcium fluoride as composite crystal nucleating agents. The effects of key parameters in foaming and micro-crystallization process on its compressive strength, density and thermal conductivity were discussed. Results showed that when the content of iron tailings is 40% , foamed for 30 min at 900 °C and then crystallized at 1150 °C for 2 h, the high – strength foam glass ceramics was prepared with average pore diameter of 1.6 ~ 2.0 mm, the apparent density of 1.679 g · cm⁻³, the compressive strength of 27.22 MPa and the thermal conductivity of 0.107 W/(m · k).

Key words: iron tailings; foam glass – ceramics; compressive strength; thermal conductivity

引用格式: 孙强强, 杨文凯, 李兆, 南宁, 崔孝炜. 利用铁尾矿制备微晶泡沫玻璃的热处理工艺研究[J]. 矿产保护与利用, 2020, 40(3): 69 – 74.

Sun QQ, Yang WK, Li Z, Nan N and Cui XW. Research on heat treatment process of foam glass – ceramics from iron tailings[J]. Conservation and utilization of mineral resources, 2020, 40(3): 69 – 74.

投稿网址: <http://kcbh.cbpt.cnki.net>

E – mail: kcbh@chinajournal.net.cn