



## بازیابی و استحصال وانادیوم از کانسنگ آهن چغارت

سید عباس طباطبایی<sup>۱</sup>، غلامحسین قربان کریمی<sup>۲</sup>

دفتر تحقیق و توسعه شرکت سهامی خاص سنگ آهن مرکزی

ایران - بافق

کارشناس ارشد فرآوری مواد معدنی

کارشناس ارشد فرآوری مواد معدنی-پایگاه ملی داده های علوم زمین کشور

### چکیده:

یکی از عمده ترین منابع وانادیوم، سنگ آهن های تیتانیوم و وانادیوم دار است که ذخایر عظیمی از آن در مناطق آهن دار ایران مرکزی وجود دارد و از جمله می توان به ذخیره سنگ آهن چغارت با عیار  $V_2O_5$  % ۰/۵ - ۰/۳ اشاره کرد. جهت بررسی امکان بازیابی و استحصال وانادیوم از کانسنگ آهن چغارت، پس از تهیه نمونه نماینده معدن، در آغاز مطالعات شناسایی وانادیوم از دیدگاه فرآوری صورت گرفت. با انجام مطالعات کانی شناسی و در پی آن به کمک میکروسکوپ الکترونی مشخص شد که وانادیوم کانی مستقل ندارد و به صورت جانشینی به جای آهن سه ظرفیتی، در شبکه منیتیت متمرکز شده است. پس از انجام مطالعات لوله دیویس، درجه آزادی کانی منیتیت وانادیوم دار زیر ۱۵۰ میکرون تعیین شد و در ادامه مشخص شد که روش پرعیار سازی مغناطیسی شدت پایین به شیوه تر، جهت تولید یک کنسانتره منیتیت وانادیوم دار مناسب است. پس از مراحل خردایش، در مرحله پرعیار سازی به کمک دو نوع جداکننده مغناطیسی شدت پایین شامل بلوریون و اریز، در مقیاس آزمایشگاهی و نیمه صنعتی، از کانسنگ با عیار  $V_2O_5$  % ۰/۴، کنسانتره منیتیت با عیار بیش از  $V_2O_5$  % ۰/۴۵ و بازیابی بیش از ۹۴ درصد حاصل گردید. در مرحله استحصال وانادیوم، کنسانتره منیتیت پس از آمیختن با مقدار معین نمک کربنات سدیم و گندله سازی، به مدت زمان معین در دمای حدود  $1000^{\circ}C$  تشویه شده و سپس تحت فرآیند لیچینگ با آب به کمک همزن قرار گرفت. پارامترهای مؤثر بر فرآیند استحصال وانادیوم شامل دمای تشویه، دانه بندی خوراک تشویه، مدت زمان تشویه و غلظت نمک می باشد که مقدار بهینه هر کدام به ترتیب  $1100^{\circ}C$ ، زیر ۱۰۶ میکرون، ۳ ساعت و ۱۳٪ تعیین گردید. در مطالعات اکسیداسیون مشخص شد هر چه اکسیداسیون کنسانتره در طی تشویه کامل تر صورت گیرد، بازیابی وانادیوم بیشتر خواهد بود. در مرحله تشویه نمکی - لیچینگ با آب، از تشویه کنسانتره منیتیت چغارت به جرم ۱ کیلوگرم با عیار ۰/۲۲ درصد وانادیوم، در یک مرحله لیچینگ، محلولی با حجم ۳۰۰۰CC و عیار ۶۰۰ppm وانادیوم و بازیابی بیش از ۸۰ درصد حاصل گردید.



## مقدمه

کشور ما با دارا بودن ذخایر عظیم آهن و انادایوم دار، قابلیت های بالایی جهت تولید این فلز با ارزش دارد و این در حالی است که تاکنون در بهره برداری از ذخایر سنگ آهن کشور به ویژه معدن چغارت، تنها به تولید آهن توجه شده و استحصال و انادایوم به عنوان محصول جانبی هیچ گاه مد نظر قرار نداشته است. در این ارتباط پروژه تحقیقاتی بزرگی با حمایت شرکت سهامی خاص معادن سنگ آهن مرکزی ایران- بافق و با همکاری دانشگاه صنعتی امیر کبیر در مدت ۲ سال گذشته به اجرا در آمده که نتایج ارزشمندی در پی داشته است. مقاله حاضر تلاشی است جهت ارائه گوشه ای از روند این پژوهش که امید می رود مورد استفاده مؤثر واقع گردد.

در مناطق مختلف ایران مرکزی ذخایر عظیمی از سنگ آهن وجود دارد که میزان آن طبق آخرین برآورد ها بالغ بر ۱/۵ میلیارد تن می باشد. در این ناحیه که به ناحیه آهن دار بافق- زرنند موسوم است، ذخیره سنگ آهن چغارت سال ها است که مورد بهره برداری قرار دارد. سنگ آهن چغارت همانند سایر سنگ آهن های ناحیه بافق- زرنند علاوه بر آهن حاوی مقادیر قابل توجهی از فلز و انادایوم است. عیار پنتوکسید و انادایوم در سنگ آهن چغارت بین ۰/۳ تا ۰/۵ درصد متغیر است [۲۱].

## روش و مراحل تحقیق

### نمونه برداری

به منظور انجام مطالعات لازم جهت شناسایی و انادایوم در سنگ آهن چغارت، پیش از هر چیز نیاز به تهیه نمونه نماینده معدن جهت تمرکز مطالعات بعدی بر روی آن بود.

جهت انجام نمونه برداری یک سری مطالعات اولیه پیش از نمونه برداری انجام شد و از نتایج به دست آمده، برنامه نمونه برداری به شرح زیر طراحی گردید:

الف- نمونه برداری از مغزه های گمانه های چغارت که در زمان اکتشافات تفصیلی چغارت در گذشته حفر شده بودند. از این نمونه ها جهت انجام مطالعات شناسایی و انادایوم کمک گرفته شد.

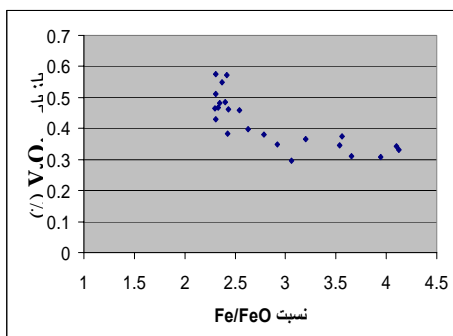
ب- نمونه برداری از کلیه نقاط معدن چغارت جهت تهیه نمونه نماینده معدن به وزن ۵۰۰ کیلوگرم که از آن جهت انجام مطالعات شناسایی و انادایوم و مطالعات بازیابی و استحصال و انادایوم استفاده گردید.



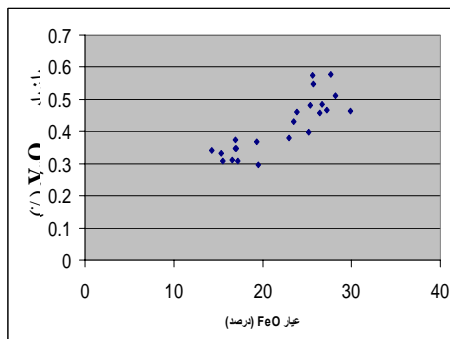
## بررسی آنالیز شیمیایی نمونه ها

با آنالیز شیمیایی نمونه های مختلف سنگ آهن معدن چغارت، مشخص شد که ارتباط قابل توجهی بین بالا رفتن عیار  $\text{FeO}$  با افزایش عیار وانادیوم وجود دارد. نتایج به دست آمده به شرح زیر است:

- ۱- با افزایش درصد  $\text{FeO}$ ، درصد  $\text{V}_2\text{O}_5$  در کانسنگ افزایش پیدا می کند. به این ترتیب می توان گفت احتمالاً در کانسنگ آهن چغارت،  $\text{V}_2\text{O}_5$  همراه با کانی های آهن دار تمرکز پیدا کرده است (شکل ۱).
- ۲- نسبت  $\text{Fe/FeO}$  معرف میزان منیئیتی بودن کانسنگ آهن است. در واقع اگر نسبت  $\text{Fe/FeO}$  به عدد  $2/33$  نزدیک شود، درصد منیئیت سنگ افزایش پیدا می کند که در بلور منیئیت خالص این نسبت برابر با  $2/33$  خواهد بود. با توجه به نمودار شکل ۲ مشاهده می گردد کاهش نسبت  $\text{Fe/FeO}$ ، به شدت



شکل ۲- نمودار تغییرات عیار  $\text{V}_2\text{O}_5$  با تغییر نسبت  $\text{Fe/FeO}$  در کانسنگ آهن چغارت [۱]



شکل ۱- نمودار تغییرات عیار  $\text{V}_2\text{O}_5$  با تغییر درصد  $\text{FeO}$  در کانسنگ آهن چغارت [۱]

موجب افزایش درصد  $\text{V}_2\text{O}_5$  شده است. بنابراین به نظر می رسد که در کانسنگ های آهن چغارت، عنصر وانادیوم احتمالاً در کانی منیئیت تمرکز پیدا کرده است (شکل ۲).

## مطالعات کانی شناسی میکروسکوپی

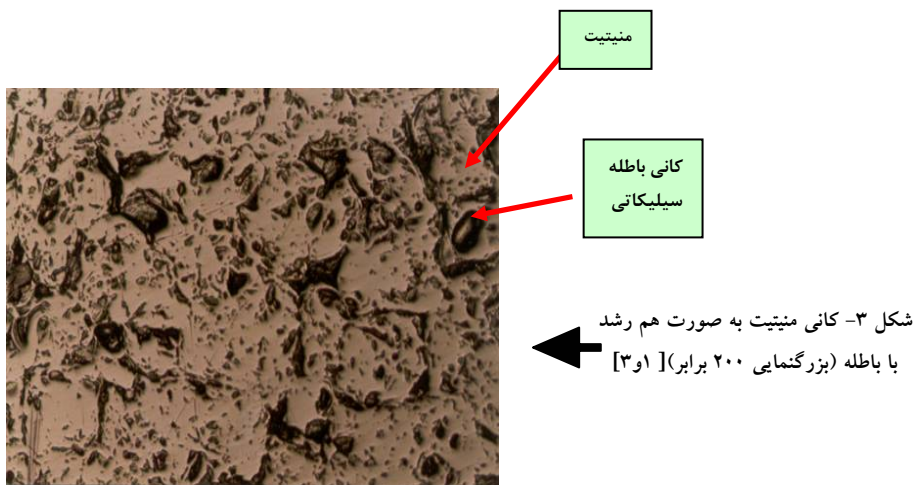
مطالعات کانی شناسی میکروسکوپی پس از تهیه مقاطع صیقلی و نازک از نمونه های کانسنگ آهن چغارت انجام گردید (شکل ۳). با انجام این مطالعات نتایج زیر حاصل گردید:

- ۱- کانی غالب در کانسنگ آهن چغارت منیئیت می باشد که سطوح آن در بعضی موارد مارتییتی شده و همراه با هماتیت است. احتمالاً هیچ نوع کانی مستقل وانادیوم دار در کانسنگ آهن چغارت وجود ندارد و با توجه به مطالعات سایر پژوهشگران بر روی ذخایر تیتانومنیئیت جهان، به نظر می رسد این عنصر به صورت جانشینی



وارد شبکه کانی‌های دیگر به ویژه منیتیت و همتایت شده است که نیاز به مطالعه بیشتر به کمک میکروسکوپ الکترونی SEM احساس می‌گردد.

۲- باطله‌های سیلیس‌دار شامل سیلیکات‌ها و همچنین فسفات و کلسیت می‌توانند در مرحله استحصال وانادیوم از کنسانتره تولید شده مشکلات زیادی ایجاد کنند که حتی‌الامکان می‌بایست آنها را از کنسانتره حاوی وانادیوم جدا نمود. به علت نحوه کانی‌سازی پیچیده منیتیت و درگیری شدید این کانی با کانی‌های باطله، حضور مقادیری از عناصر و ترکیبات مزاحم همچون  $\text{CaO}$ ،  $\text{P}_2\text{SiO}_7$  در کنسانتره وانادیوم که در مراحل بعد تولید خواهد شد، پیش‌بینی می‌گردد.



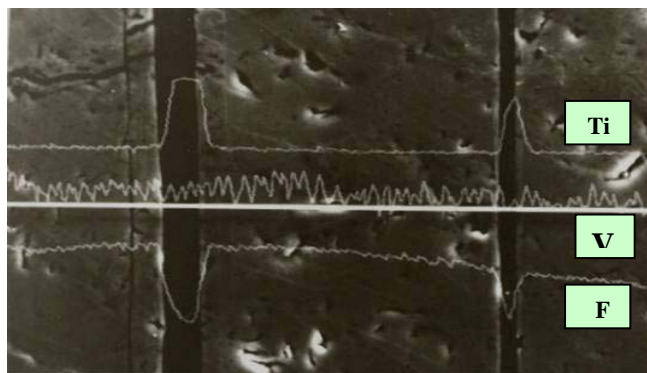
شکل ۳- کانی منیتیت به صورت هم رشد با باطله (بزرگنمایی ۲۰۰ برابر) [۳۱]

نتایج این مرحله از مطالعات باید با انجام آزمایش‌های دقیق‌تر بررسی می‌گردید که به این منظور از میکروسکوپ الکترونی کمک گرفته شد.

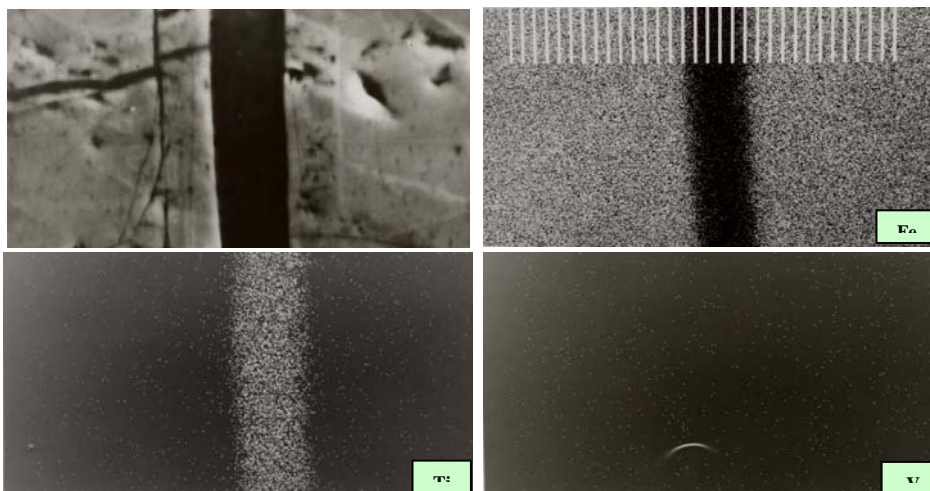
### مطالعات کانی‌شناسی به کمک میکروسکوپ الکترونی

با تهیه مقاطع صیقلی از کانسنگ آهن چغارت و ایجاد پوششی از لایه نازک طلا بر روی آن، به کمک دستگاه میکروسکوپ الکترونی از نوع ژائول امکان تهیه تصاویر BSE و نیز بررسی توزیع عناصر در نقاط مشکوک نمونه در ابعاد بسیار ریز فراهم شد (شکل ۴). با ترسیم نقشه توزیع عناصر آهن، وانادیوم و تیتانیوم می‌توان به نحوه کانی‌سازی دقیق این عناصر در داخل سنگ آهن چغارت پی برد (شکل ۵). با انجام آزمایش کانی‌شناسی به کمک میکروسکوپ الکترونی نتایج زیر حاصل گردید:

- ۱- آهن در کانی منیتیت، تیتانیوم در تیغه های ایلمنیت و وانادیوم در کل شبکه بلور منیتیت (شامل تیغه های ایلمنیت) تمرکز یافته است.
- ۲- در شبکه منیتیت جانشینی تیتانیوم هم مشاهده می گردد که به نظر می رسد مقدار آن کمی از جانشینی وانادیوم بیشتر باشد.



شکل ۴- تصویر BSE از دو تیغه ایلمنیت در داخل کانی منیتیت چغارت همراه با آنالیز خطی جهت تعیین تغییرات عناصر آهن، وانادیوم و تیتانیوم (بزرگنمایی ۱۰۰۰ برابر) [۳۱]



شکل ۵- نقشه توزیع عناصر Fe, Ti و V در کانی منیتیت چغارت و تیغه ایلمنیت درون آن (بزرگنمایی ۲۵۰۰ برابر) [۳۱]



## مطالعات دانه بندی

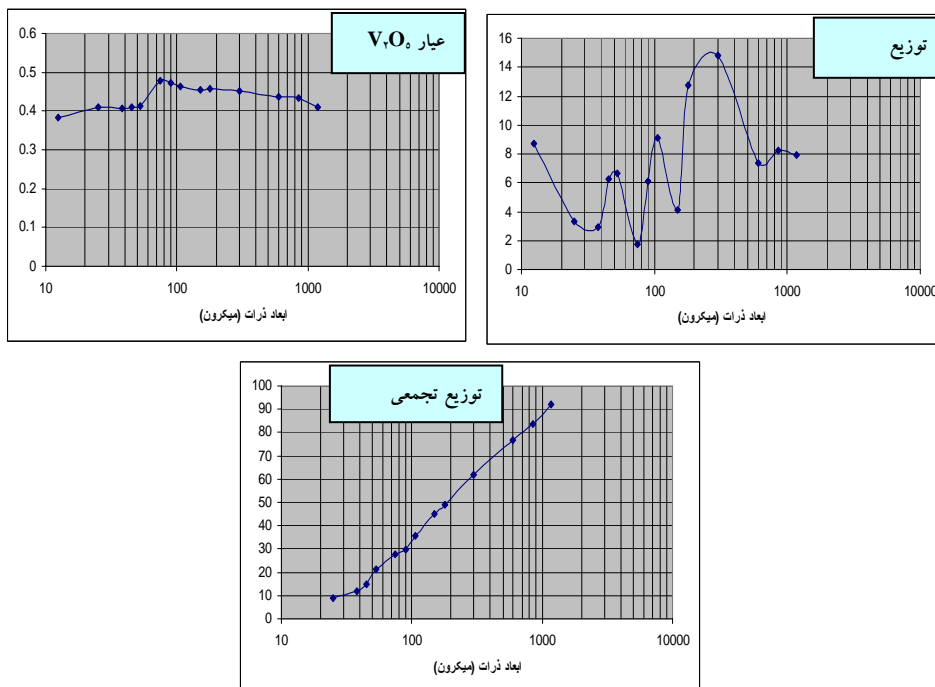
مطالعات دانه بندی به روش تجزیه سرندي تر انجام شد. پيش از انجام آزمایش تجزیه سرندي تر، ابتدا حداقل وزن نمونه لازم به کمک فرمول جی برآورد گردید که حدود ۵ کیلوگرم بود [۴ و ۱]. سپس با انجام آزمایش تجزیه سرندي تر و توزین و آنالیز شیمیایی هر بخش دانه بندی به دست آمده و ترسیم نمودارهای عیار و توزیع ابعادی و انادایوم (شکل ۶) و سایر عناصر، نتایج زیر حاصل گردید:

۱- با کاهش ابعاد ذرات از دامنه ۱۱۸۰ میکرون تا ۷۵ میکرون، عیار  $V_2O_5$  افزایش قابل توجهی پیدا می کند. احتمالاً علت این امر را می توان به آزاد شدن کانی منیتیت از کانی های باطله در این دامنه ابعادی نسبت داد و می توان گفت در این بخش ها منیتیت بیشتری وجود دارد.

۲- با کاهش ابعاد ذرات در دامنه بین ۷۵ میکرون تا ۲۵ میکرون، روند یاد شده در بند قبل معکوس می گردد و عیار  $V_2O_5$  دچار کاهش قابل توجه می گردد. علت این کاهش علیرغم افزایش آزاد شدن ذرات کانی منیتیت از کانی های باطله، احتمالاً می تواند ناشی از تمرکز بیش از حد کانی های باطله در این دامنه ابعادی باشد. در ابعاد زیر ۲۵ میکرون عیار  $V_2O_5$  دچار کاهش شدیدتری می شود که علت را می توان احتمالاً به تمرکز کانی های باطله در این دامنه ابعادی نسبت داد.

۳- افزایش یا کاهش عیار و انادایوم همواره از روند افزایش و کاهش عیار  $Fe$  و  $FeO$  پیروی می کند و می توان این دو عنصر را همراه هم دانست. از طرف دیگر به همین شکل افزایش یا کاهش عیار  $TiO_2$  از روند افزایش و کاهش عیار  $P$  پیروی می کند و می توان این دو عنصر را همراه هم و در درون کانی های باطله دانست.

۴- با توجه به نحوه توزیع عناصر به خصوص و انادایوم در بخش های مختلف دانه بندی، قبل از پرعیارسازی جدا ساختن هیچ بخش ابعادی حتی نرمه ها از سایر بخش ها پیشنهاد نمی شود. چرا که توزیع عناصر در همه بخش ها تقریباً یکسان است.



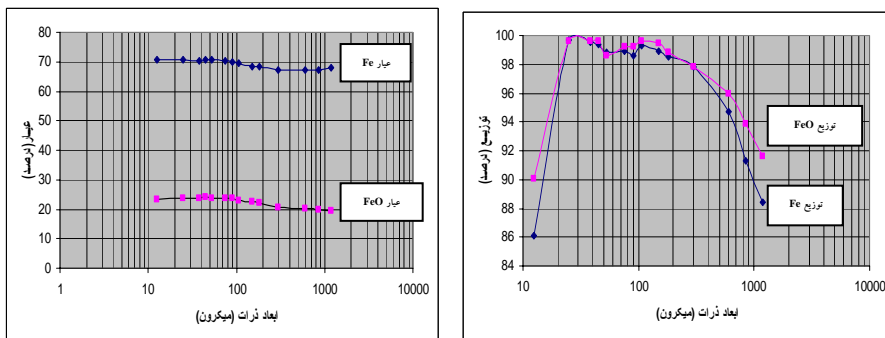
شکل ۶- نمودار تغییرات عیار، توزیع و توزیع تجمعی عبور کرده  $V_2O_5$  با توجه به تغییر ابعاد ذرات در آزمایش دانه بندی به روش تجزیه سرنندی تر(اعداد محور قائم بر حسب درصد می باشد) [ ۱ ]

## مطالعات لوله دیویس و تعیین درجه آزادی

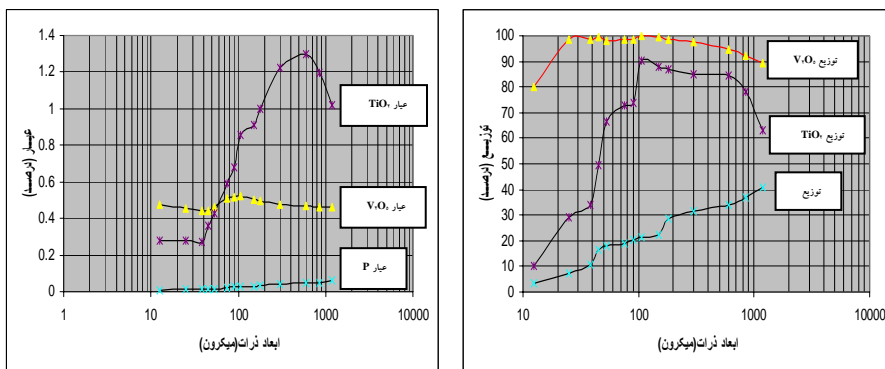
با توجه به این که کانی اصلی وانادیوم دار در نمونه سنگ آهن چغارت منیتیت است، یکی از راه های جداسازی این کانی در هر بخش به منظور تعیین درجه آزادی، استفاده از لوله دیویس می باشد. در طی این مطالعات ابتدا از هر بخش ابعادی از ذرات منیتیت، نمونه معرف تهیه شده و بر روی آن آزمایش لوله دیویس صورت گرفت. پس از آنالیز شیمیایی نمونه های بخش مغناطیسی و غیر مغناطیسی به دست آمده از هر بخش ابعادی و ترسیم نمودارهای عیار و توزیع ابعادی (شکل ۷ و ۸) نتایج زیر حاصل گردید:

۱- با کاهش ابعاد ذرات از ۱۱۸۰ میکرون تا (۱۰۶+۱۵۰-) میکرون، در بخش مغناطیسی عیار  $V_2O_5$  دچار افزایش شده و به مقدار ماکزیمم خود می رسد و سپس از این ابعاد تا ابعاد ۷۵ میکرون همچنان در ماکزیمم مقدار خود ثابت می ماند، لیکن از ابعاد ۷۵ میکرون به پایین مقدار آن دچار کاهش می گردد. افزایش اولیه را

می توان به علت تمرکز وانادیوم در کانی منیتیت (بخش مغناطیسی) دانست. لیکن علت کاهش بعدی احتمالاً ناشی از درگیری نرمه های غیرمغناطیسی در بخش مغناطیسی است که موجب کاهش عیار وانادیوم می گردد.



شکل ۷- نمودار تغییرعیار و توزیع Fe و FeO در بخش مغناطیسی با تغییر ابعاد ذرات در آزمایش لوله دیویس [ ۱ ]



شکل ۸- نمودار تغییرعیار و توزیع  $P$  و  $TiO_2$ ,  $V_2O_5$  در بخش مغناطیسی با تغییر ابعاد ذرات در آزمایش لوله دیویس [ ۱ ]

۲- با کاهش ابعاد ذرات توزیع  $V_2O_5$  در بخش مغناطیسی افزایش می یابد که این میزان افزایش تا ابعاد ۱۵۰ میکرون سرعت سریع تری دارد و به مقدار ماکزیمم می رسد. از ابعاد ۱۵۰ میکرون تا ۲۵ میکرون توزیع این ترکیب در ماکزیمم مقدار خود باقی می ماند و در ابعاد ۲۵- میکرون به یکباره دچار کاهش می گردد. علت





افزایش سریع اولیه تا ابعاد ۱۵۰ میکرون ناشی از آزاد شدن تدریجی کانی منیتیت از سایر کانی‌ها و تمرکز آن در بخش مغناطیسی است. از ابعاد ۱۵۰ میکرون تا ۲۵ میکرون نمونه کانسنگ کاملاً آزاد است، لیکن در ابعاد زیر ۲۵ میکرون اولاً به علت درگیری نرمه‌ها در بخش مغناطیسی احتمالاً به علت لخته‌شدگی و نیز به علت غلبه جریان آب بر نیروی اعمال شده به نرمه‌های منیتیت در اثر میدان مغناطیسی و انتقال آنها به بخش باطله غیرمغناطیسی میزان توزیع این ترکیب کاهش پیدا می‌کند.

۳- درجه آزادی کانی منیتیت و انادیوم دار زیر ۱۵۰ میکرون می باشد.

۴- روش پر عیار سازی مغناطیسی شدت پایین به شیوه تر مناسب ترین روش برای پر عیار سازی کنسانتره منیتیت و انادیوم دار از کانسنگ آهن چغارت می باشد.

### مطالعات پر عیار سازی اولیه

به منظور آماده‌سازی نمونه سنگ آهن چغارت جهت عملیات پرعیار سازی اولیه، اولین گام رساندن ابعاد نمونه تا زیر ابعاد درجه آزادی به هدف آزاد سازی کانی منیتیت از گانگ همراه می‌باشد. در این مرحله نمونه ۱۳۰ کیلوگرمی نماینده معدن چغارت که ۱/۴ نمونه نماینده معدن چغارت می‌باشد، پس از خردایش تا ابعاد زیر ۱۵۰ میکرون برای انجام عملیات پرعیار سازی مغناطیسی به کمک جداکننده اریز در مقیاس نیمه‌صنعتی آماده شد. هدف از عملیات نیمه صنعتی، تولید کنسانتره منیتیتی و انادیوم‌دار به منظور انجام آزمایشهای تشویه - لیچینگ در مرحله استحصال و انادیوم بود.

نتایج این مرحله از مطالعات به شرح زیر می باشد:

۱- مدار پرعیار سازی مغناطیسی شدت پایین به شیوه تر، شامل یک مرحله جدایش اولیه به عنوان مرحله رافر جهت افزایش بازیابی، یک مرحله جدایش ثانویه بر روی کنسانتره مرحله اول به عنوان مرحله شستشو جهت افزایش عیار و یک مرحله جدایش مجدد بر روی باطله مرحله اول به عنوان مرحله رمتق گیری جهت جلوگیری از اتلاف مواد و بازیابی، می باشد.

۲- با انجام عملیات پرعیار سازی اولیه به روش مغناطیسی شدت پایین به شیوه تر در مقیاس آزمایشگاهی و نیمه صنعتی، کنسانتره منیتیت با بیش از ۹۴ درصد بازیابی و انادیوم و عیار بیش از ۰/۴۵ درصد حاصل گردید (شکل ۹).

### مطالعات استحصال و انادیوم از کنسانتره منیتیت چغارت

در مطالعات نگارنده وبا بررسی تحقیقات پژوهشگران در سطح جهان مشخص شد که عمده ترین روش برای استحصال و انادیوم از کنسانتره های منیتیت و انادیوم دار ، روش تشویه نمکی- لیچینگ با آب می باشد [۱،۵،۶،۷،۸،۹،۱۰،۱۱،۱۲،۱۳].



در این روش مراحل زیر صورت می گیرد:

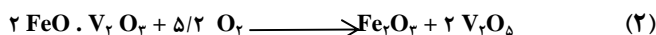
۱- در مرحله اول کنسانتره منیتیت ریزدانه با یک نمک سدیم دار مانند  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  مخلوط می شود و پس از فرآیند گندله سازی به صورت گندله درمی آید.

۲- در مرحله دوم با حرارت دادن مخلوط منیتیت و نمک در حضور اکسیژن که معمولاً در سیستم دمیده می شود، با گذشت زمان واکنش های زیر صورت می گیرد:

الف- اکسیداسیون منیتیت که معمولاً از دمای ۴۰۰ درجه تا ۶۰۰ درجه آغاز می شود:

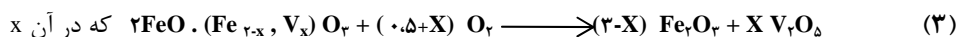


با توجه به حضور وانادیوم در منیتیت واکنش زیر همانند واکنش بالا صورت خواهد گرفت:



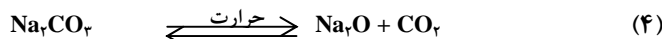
در طی این فرآیند آهن از درجه اکسیداسیون ۲ به ۳ و وانادیوم از درجه اکسیداسیون ۳ به ۵ تبدیل می شود.

پس برای کنسانتره منیتیت چغارت می توان واکنش زیر را در فرآیند اکسیداسیون نوشت:

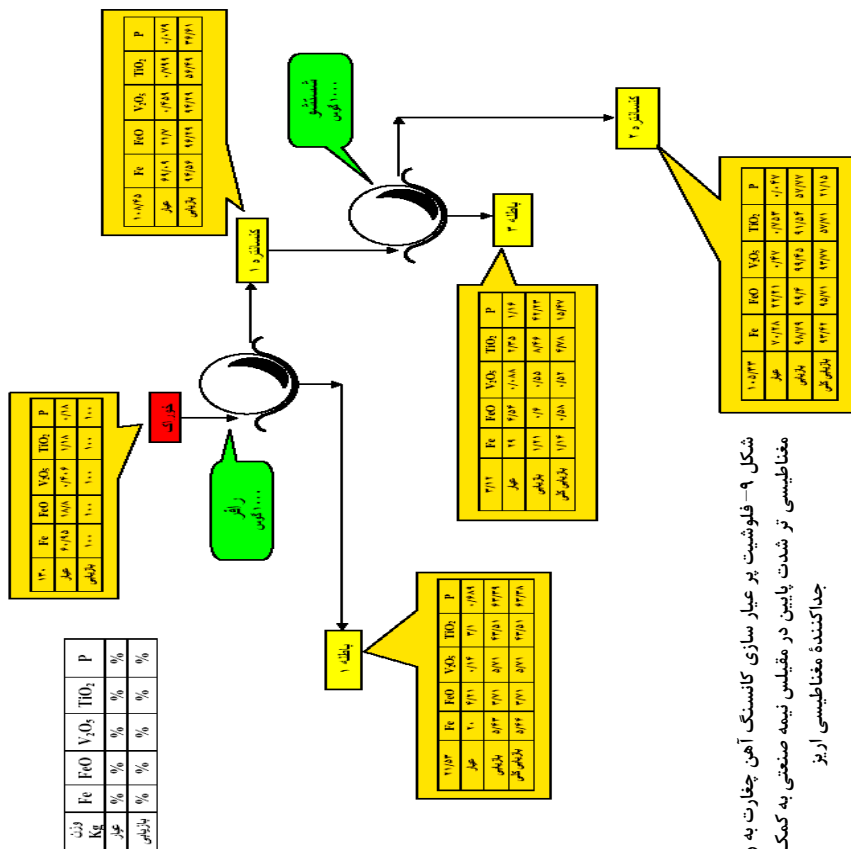


از مقدار نزدیک به صفر تا نزدیک به ۲ متغیر است.  $(x \in ]0, 2])$

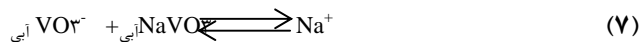
ب- اکسیداسیون نمک سدیم دار برای کربنات سدیم می توان نوشت:



ج- در مرحله سوم در اثر ترکیب شدن اکسید سدیم و اکسید وانادیوم، نمک های وانادات سدیم تشکیل می گردند. این نمک ها در آب قابل حل هستند و می توانند در مرحله لیچینگ از منیتیت اکسید شده، جدا گردند.



۳- پس از تشویه نمکی کنسانتره منیتیت وانادیوم دار در دمای بالا، که موجب تشکیل وانادات های سدیم می گردد، در مرحله بعد جهت استحصال وانادیوم، از فرآیند لیچینگ با آب استفاده می گردد. وانادات های سدیم همگی در آب قابل حل هستند. با حل شدن متوانادات سدیم - مهم ترین وانادات تشکیل شده در طی تشویه- در آب واکنش زیر روی می دهد [۱،۵،۶،۷،۸،۹،۱۰،۱۱،۱۲،۱۳]:





حلالیت نمک متاوانادات سدیم در آب برابر با ۱۱۲ gr/lit است [۱۲].

### نحوه انجام آزمایش ها

در هر آزمایش ابتدا نمونه خوراک کنسانتره منیتیت به وزن ۱ کیلوگرم با وزن معینی از نمک کربنات سدیم آمیخته می شد. سپس مخلوط حاصل به دستگاه گندله سازی انتقال می یافت و با افشاندن آب گندله سازی آغاز می شد. روند فوق تا آنجا تکرار می گردید که تمام نمونه به گندله هایی به ابعاد ۴ mm تا ابعاد ۱ cm تبدیل گردند. سپس گندله های به محفظه تشویه منتقل شده و پس از انتقال محفظه به کوره با تنظیم دما به مقدار دلخواه و نیز دمیدن اکسیژن، عملیات تشویه آغاز می شد (شکل ۱۰). پس از رسیدن دما به دمای مطلوب که در طی آزمایش ها معمولاً ۸۰۰-۱۱۰۰°C بود، نمونه به مدت زمان معین که بسته به طراحی آزمایش، بین ۳-۱ ساعت می باشد، در کوره می ماند. در پایان این مدت دمای کوره کاهش یافته و در حدود ۶۵۰°C تنظیم می گردید و به مدت ۰/۵ ساعت در دمای مورد نظر نگه داشته می شد. در پایان عملیات تشویه وزن گندله ها W تعیین شده و به عنوان وزن خوراک عملیات لیچینگ، در نظر گرفته می شد. در مرحله لیچینگ با رساندن دمای آب (حدود ۳ تا ۴ لیتر) به حدود ۹۵-۸۰ درجه سانتیگراد، همزن در داخل بشر روشن شده و با ریختن نمونه ها داخل سلول، به مدت ۳ ساعت عملیات لیچینگ انجام گردید. پس از پایان عملیات لیچینگ، به کمک صافی و فیلتر، بخش جامد از محلول حاصل از لیچینگ جدا شده و پس از یادداشت حجم محلول حاصل V، نمونه ای به حجم حدود ۱۰۰cc از آن تهیه می شد تا مورد آنالیز شیمیایی قرار گیرد.

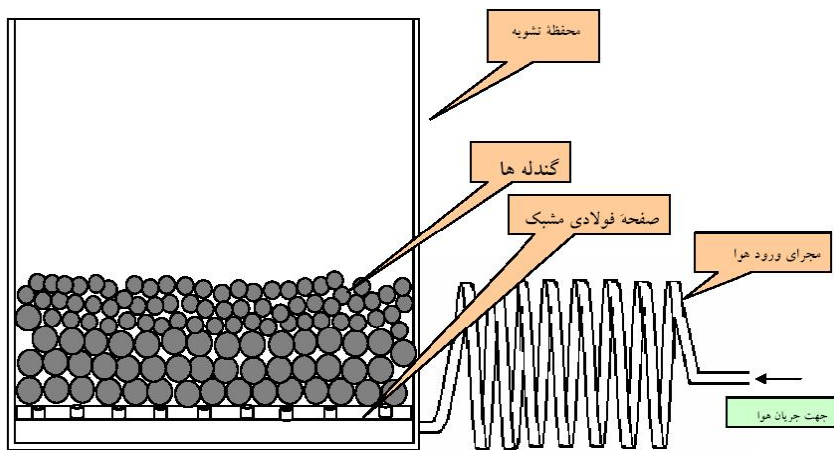
### روش آنالیز شیمیایی و تعیین بازیابی وانادیوم

به منظور آنالیز شیمیایی محلول ها روش جذب اتمی برگزیده شد که از دقت بسیار بالایی برخوردار است.

به منظور تعیین بازیابی فرآیند تشویه نمکی - لیچینگ از رابطه زیر استفاده شد:

$$R \% = \frac{0.0004545 V \times A}{m} \times 100 \quad (9)$$

که در آن m جرم نمونه تشویه شده با در نظر گرفتن افت های جرمی در طی عملیات بر حسب گرم، V حجم محلول حاصل از لیچینگ بر حسب cc و A عیار وانادیوم محلول بر حسب ppm می باشد.



شکل ۱۰- شکل محفظه تشویه همراه با مجرای ورود هوا [۱]

## آزمایش مقدماتی

در این مرحله با توجه به شناسایی روش کار و با توجه به نتایج مطالعات سایر پژوهشگران، اولین آزمایش مطابق روش توصیف شده و در شرایط زیر صورت گرفت:

غلظت کربنات سدیم ۱۵٪، دمای تشویه  $1100^{\circ}\text{C}$ ، ابعاد ذرات  $75\ \mu\text{m} < d_{99}$  و مدت زمان تشویه ۳/۵ ساعت، دمای لیچینگ  $80^{\circ}\text{C}$ ، زمان لیچینگ ۳ ساعت و تعداد مراحل لیچینگ ۲ مرحله.

پس از دو مرحله لیچینگ گندله‌های تشویه شده با وزن ۱۰۰۰ گرم، در مرحله اول  $3000^{\circ}\text{C}$  محلول با عیار وانادیوم  $531\ \text{ppm}$  و در مرحله دوم  $2000^{\circ}\text{C}$  محلول با عیار وانادیوم  $173\ \text{ppm}$  حاصل گردید. بازیابی وانادیوم پس از مرحله اول و دوم لیچینگ به ترتیب ۷۸/۳۹ درصد و ۱۲/۰۲ درصد به دست آمد. بازیابی کلی فرآیند تشویه نمکی - لیچینگ کنسانتره منیتیت چفارت به صورت زیر محاسبه گردید:

$$R = R_1 + R_2 = 78/39 + 12/0.2 = 90/41 \%$$

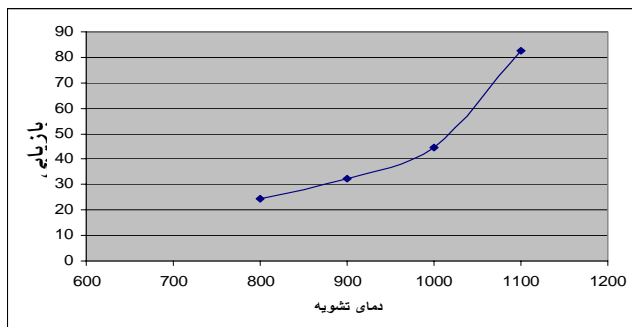
که عدد بسیار جالب توجه و مطلوبی می‌باشد.



## شناسایی اثر پارامترهای مختلف بر روی بازیابی فرآیند استحصال وانادیوم

### الف- تاثیر دمای فرآیند تشویه

در این سری آزمایش ۴ نمونه به ترتیب در دمای  $800^{\circ}\text{C}$ ،  $900^{\circ}\text{C}$ ،  $1000^{\circ}\text{C}$  و  $1100^{\circ}\text{C}$  در شرایط مندرج در شکل ۱۳ مورد آزمایش قرار گرفتند و بازیابی مربوط به هر کدام، پس از تعیین عیار محلول حاصل از لیچینگ تعیین شد. لازم به ذکر است پس از تشویه هر نمونه در دمای مربوطه، به مدت  $0/5$  ساعت نیز در دمای  $650^{\circ}\text{C}$  نگه داشته و سپس کاملاً سرد گردید. نتایج این سری آزمایش و نمودار مربوط به آن در شکل ۱۱ مشاهده می‌گردد.



مدت زمان تشویه:  $1/75$  ساعت  
 غلظت نمک در خوراک تشویه:  $11/12\%$   
 دمای لیچینگ:  $90^{\circ}\text{C}$   
 زمان لیچینگ: ۳ ساعت  
 دانه بندی خوراک تشویه:  $d_{99} < 150 \mu\text{m}$   
 دور همزن:  $1000$  دور در دقیقه  
 تعداد مراحل لیچینگ: یک مرحله  
 شکل ۱۱- نمودار تغییرات بازیابی فرآیند استحصال وانادیوم به روش تشویه نمکی- لیچینگ با آب در اثر تغییر دما [۱]

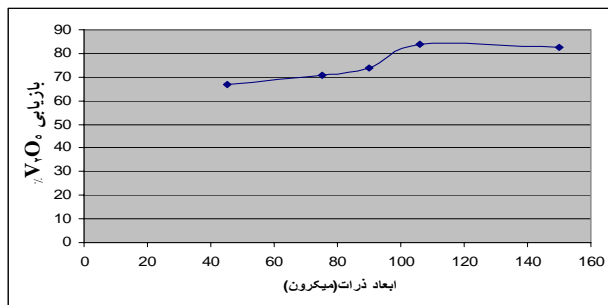
### ب- تاثیر دانه بندی ذرات خوراک تشویه

پیش از این سری آزمایش، پارامتر دما بهینه سازی شده و مقدار بهینه آن  $1100^{\circ}\text{C}$  به دست آمده است. در این سری آزمایش ۴ نمونه با شرایط مندرج در شکل ۱۲ مورد آزمایش قرار گرفتند. دانه بندی ذرات در هر آزمایش به ترتیب زیر بود:  
 آزمایش اول:  $d_{99} < 106 \mu\text{m}$ ، آزمایش دوم:  $d_{99} < 90 \mu\text{m}$ ، آزمایش سوم:  $d_{99} < 75 \mu\text{m}$   
 و آزمایش چهارم:  $d_{99} < 45 \mu\text{m}$ .  
 نتایج این سری آزمایش و نمودار مربوط به آن در شکل ۱۲ مشاهده می‌گردد.



### ج- تاثیر مدت زمان فرآیند تشویه

با توجه به نتایج دو سری آزمایش پیشین، در این مرحله تأثیر مدت زمان تشویه بر بازیابی فرآیند مورد مطالعه قرار گرفت. پیش از این مرحله، پارامتر دما و دانه‌بندی بهینه‌سازی شده است و مقدار دمای بهینه  $1100^{\circ}\text{C}$  و دانه‌بندی مطلوب  $150 \mu\text{m} < d_{99}$  می‌باشد که باید آنها را در این مقادیر ثابت نگه داشت. لیکن به منظور جلوگیری از غلبه اثر دانه‌بندی و دما بر تأثیر مدت زمان تشویه، دانه‌بندی از حالت بهینه خارج شده و تا زیر ۷۵ میکرون پایین می‌آید. در این شرایط اثر مدت زمان تشویه می‌تواند خود را نشان دهد. در این سری آزمایش ۴ نمونه با شرایط مندرج در شکل ۱۵ تشویه شدند.



دمای لیچینگ:  $90^{\circ}\text{C}$

دمای تشویه:  $1100^{\circ}\text{C}$

زمان لیچینگ: ۳ ساعت

مدت زمان تشویه: ۲ ساعت

دور همزن: ۱۰۰۰ دور در دقیقه

غلظت نمک در خوراک تشویه: ۱۳٪

تعداد مراحل لیچینگ: یک مرحله

شکل ۱۲- نمودار تغییرات بازیابی فرآیند استحصال وانادیوم به روش تشویه نمکی- لیچینگ با آب

در اثر تغییر دانه بندی خوراک [۱]

مدت زمان تشویه در آزمایش اول ۱ ساعت، آزمایش دوم ۲ ساعت، آزمایش سوم ۳ ساعت و آزمایش چهارم ۳/۵ ساعت بود. نتایج این سری آزمایش و نمودار مربوط به آن در شکل ۱۳ مشاهده می‌گردد.

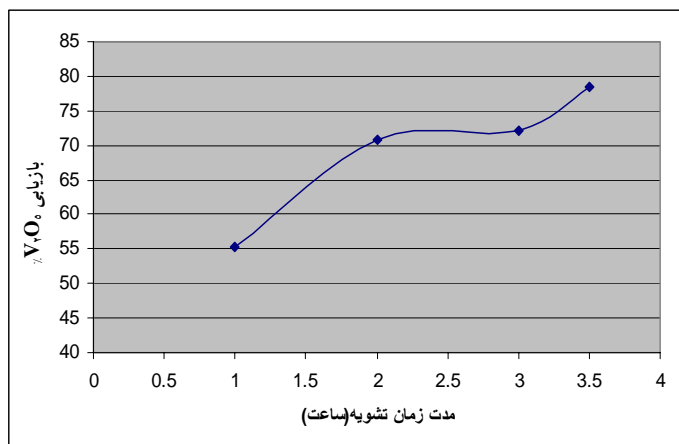
### د- تاثیر غلظت نمک در خوراک تشویه

پیش از این مرحله پارامترهای دمای تشویه، دانه‌بندی خوراک و مدت زمان تشویه مورد مطالعه قرار گرفته بود. به منظور جلوگیری از غلبه اثر پارامترهای دانه‌بندی خوراک و مدت زمان تشویه بر تاثیر غلظت نمک، به جز دمای تشویه که در مقدار بهینه خود ثابت نگه داشته شد، سایر پارامترها در مقداری نزدیک به مقدار



بهینه خود ثابت ماندند. در این سری آزمایش ۴ نمونه با شرایط مندرج در شکل ۱۴ تشویه شدند. غلظت نمک در خوراک تشویه در هر آزمایش به قرار زیر بود:

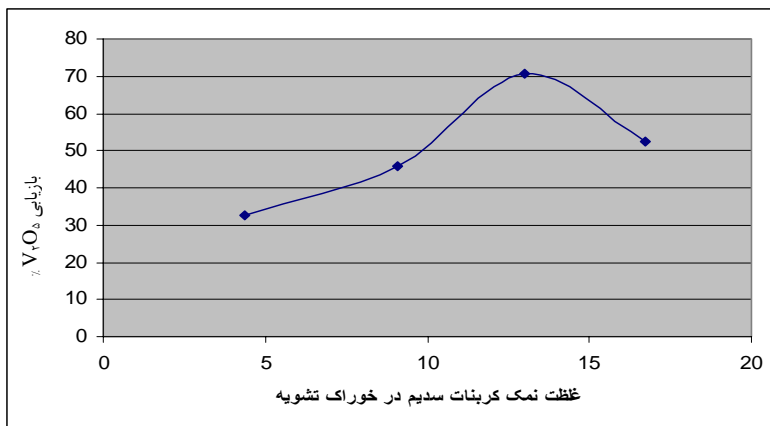
۱- آزمایش اول ۴/۳۵ درصد، آزمایش دوم ۹/۱ درصد، آزمایش سوم ۱۳ درصد، آزمایش چهارم ۱۶/۷ درصد. نتایج این سری آزمایش و نمودار مربوط به آن در شکل ۱۴ مشاهده می‌گردد..



دمای تشویه:  $110^{\circ}\text{C}$       دمای لیچینگ:  $90^{\circ}\text{C}$   
 دانه بندی خوراک تشویه:  $d_{99} < 75 \mu\text{m}$       زمان لیچینگ: ۳ ساعت  
 غلظت نمک در خوراک تشویه: ۱۳٪      دور همزن: ۱۰۰۰ دور در دقیقه  
 تعداد مراحل لیچینگ: یک مرحله

شکل ۱۳- نمودار تغییرات بازیابی فرآیند استحصال وانادیوم به روش تشویه نمکی- لیچینگ با آب در اثر تغییر مدت زمان تشویه [۱]





دمای تشویه:  $1100^{\circ}C$       دمای لیچینگ:  $90^{\circ}C$   
 دانه بندی خوراک تشویه:  $d_{99} < 75 \mu m$       زمان لیچینگ: ۳ ساعت  
 مدت زمان تشویه: ۲ ساعت      دور همزن: ۱۰۰۰ دور در دقیقه  
 تعداد مراحل لیچینگ: یک مرحله

شکل ۱۴- نمودار تغییرات بازیابی فرآیند استحصال وانادیوم به روش تشویه نمکی- لیچینگ با آب در اثر تغییر غلظت نمک کربنات سدیم در خوراک تشویه [۱]

از مجموع این ۴ سری آزمایش می توان نتیجه گرفت که افزایش دمای فرآیند تشویه تا  $1100^{\circ}C$ ، کاهش ابعاد ذرات خوراک تشویه تا  $106 \mu m < d_{99}$ ، افزایش مدت زمان تشویه تا ۳/۵ ساعت و افزایش غلظت نمک کربنات سدیم تا ۱۳ درصد، موجب افزایش بازیابی وانادیوم تا ۸۰٪ می گردند.

### نتیجه گیری

- ۱- وانادیوم به عنوان فلزی مقاوم با کاربردهای گسترده در صنعت از منابع گوناگون به روش های سرباره سازی، تشویه نمکی- لیچینگ با آب و لیچینگ اسیدی قابل استحصال است.
- ۲- در ذخایر فراوان کانسنگ آهن در مناطق مرکزی ایران حضور عنصر وانادیوم چشم گیر است که از جمله می توان به کانسنگ آهن چغارت با عیار  $V_2O_5$  ۰/۴-۰/۲٪ اشاره کرد.
- ۳- پس از تهیه نمونه نماینده معدن چغارت در مرحله نمونه برداری، مطالعات شناسایی وانادیوم از دیدگاه فرآوری انجام شد که در مراحل بررسی های کانی شناسی مشخص گردید وانادیوم هیچ کانی مستقلی ندارد و



در شبکه کانی منیتیت به صورت جانشینی به جای آهن ۳ ظرفیتی متمرکز شده است. این مطلب به کمک مطالعات میکروسکوپ الکترونی ثابت شد. در آزمایش‌های انجام شده به کمک لوله دیویس، درجه آزادی کانی منیتیت وانادیوم‌دار زیر ۱۵۰ میکرون تعیین شد و آشکار گردید که با استفاده از روش پرعیار سازی مغناطیسی شدت پایین به شیوه تر، امکان تولید یک کنسانتره منیتیت وانادیوم دار وجود دارد.

۴- در مراحل پر عیار سازی اولیه کانسنگ آهن چگارت با عیار  $V_2O_5$  ۰/۴٪، پس از مطالعات خردایش و دانه‌بندی که ماهیت سخت و نرم‌زایی کانسنگ آشکار گردید، به کمک جداکننده‌های مغناطیسی شدت پایین بلوریوم و اریز به شیوه تر، کنسانتره منیتیت با عیار بیش از  $V_2O_5$  ۰/۴۵٪ و بازیابی بیش از ۹۴ درصد حاصل گردید.

۵- در مطالعات استحصال وانادیوم به روش تشویه نمکی- لیچینگ با آب، پارامترهای مؤثر برفرآیند شامل دمای تشویه، دانه‌بندی خوراک تشویه، مدت زمان تشویه و غلظت نمک در خوراک تشویه شناسایی شد که مقدار بهینه هر کدام به ترتیب  $1100^{\circ}C$ ، زیر ۱۰۶ میکرون، ۳ ساعت و ۱۳ درصد به دست آمد. در این مرحله با انجام عملیات تشویه نمکی - لیچینگ با آب بر روی نمونه کنسانتره منیتیت چگارت با عیار ۰/۲۲٪ محلولی به حجم ۳۰۰۰ cc و عیار ۶۰۰ ppm به دست آمد که بازیابی فرآیند بیش از ۸۰ درصد می باشد. ضمناً مشخص شد هر چه میزان اکسیداسیون کنسانتره منیتیت بیشتر باشد، بازیابی وانادیوم بیشتر خواهد بود.

## مراجع:

- [۱] طباطبایی شیرازانی، سید عباس؛ رضایی، بهرام؛ کشاورز، اسکندر؛ "بررسی امکان بازیابی وانادیوم از سنگ آهن معدن چگارت"، پایان نامه کارشناسی ارشد فرآوری مواد معدنی، دانشکده مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه صنعتی امیر کبیر، ۱۳۸۲، ص ۲۲۷-۱
- [۲] جعفرزاده، اسدأ.، رضوی دامغانی، میر بهزاد، "اکتشاف و محاسبه ذخیره آهن"، مرکز انتشارات صنعت فولاد، بهار ۱۳۷۱، صفحه ۱۵-۵ و ۱۳۵-۱۳۳
- [۳] قربان کریمی، غلامحسین، رضایی، بهرام، هزارخانی، اردشیر، "شناسایی تیتانیوم و وانادیوم کانسنگ چگارت از دیدگاه فرآوری"، پایان نامه کارشناسی ارشد فرآوری مواد معدنی، دانشکده مهندسی معدن، متالورژی و نفت، دانشگاه صنعتی امیرکبیر، ۱۳۸۲، ص ۹۰-۱
- [۴] حسنی پاک، علی اصغر، نمونه برداری معدنی"، انتشارات دانشگاه تهران، ۱۳۷۱، صفحه ۱۱۵-۱۰۷
- [۵] Jena, B.C. & et. al., "Extraction of titanium, vanadium, and iron from titanomagnetite deposits at pipestone lake, monitoba, Canada", Mineral Engineering, Vol. ۸, No. ۱/۲, ۱۹۹۵, PP. ۱۵۹-۱۶۸



- [۶] Kanta Rao. P. , Bhaskara Sarma , P.V.R. , Tripathy , A.K. ,Jena , P.K. , "*Extraction of vanadium as high purity vanadium pentoxide from vanadium bearing titaniferous magnetites*", Transactions of Institution of Mining and Metallurgy , Section C , Vol.۸۸, ۱۹۷۹ , PP. C۱۸۷ – C۱۹۰.
- [۷] Goddard , J.B. , Fox ,J.S. ,"*Salt roasting of vanadium ores*", in ,"*Extractive Metallurgy of Refractory Metals*", the Metallurgical Society of AIME ,۱۹۸۱ ,PP. ۱۲۷-۱۴۵
- [۸] Gabra, G. , Malinnsky , I. ,"*A comparative study of the extraction of vanadium from titaniferous magnetite and slag*" , in ,"*Extractive Metallurgy of Refractory Metals*" , the Metallurgical Society of AIME ,۱۹۸۱ , PP. ۱۶۷-۱۸۹
- [۹] Xiao Songwen , liang Jing dong ,"*The advances in the vanadium extraction by roasting in the presence of sodium salts* ", Mining and Metallurgical Engineering ,Vol. ۱۴ , szNo.۲ ,۱۹۹۴ , PP.۵۳-۵۵
- [۱۰] Burwell ,B. ,"*Extractive metallurgy of vanadium* ", Journal of Metals ,Vol.۱۲, No. ۸, Aug. ۱۹۶۱ , PP. ۵۶۲-۵۷۰
- [۱۱] Srinivasa Rao, k. , Sarma ,P.V.R.B. ,Sahoo, P.k.,"*Roasting of vanadium bearing titaniferous magnetites ,optimization by factorial design* ", Transactions of the Indian Institution of Metals ,Vol. ۵۲ , No.۱ , ۱۹۹۹ , PP.۷-۱۱
- [۱۲] Cole , S.C. ,Breitenstein , J.S. , "*Recovery of vanadium from titaniferous magnetite* " ,American Institute of Mining and Metallurgical Engineers , Transactions ,Vol. ۱۹۱, Metals Branch,۱۹۵۱, PP. ۱۱۳۳-۱۱۳۹
- [۱۳] Teixeira da Silva , F., Ogasawara ,T., "*Salt roasting – water leaching of complex vanadium ores: a thermodynamic approach*", Transactions of Institution of Mining and Metallurgy, Section C, PP. C۱۸۴-C۱۸۷
- [۱۴] "*Vanadium and some vanadium salts*", ICPS International Programme on chemical Safety , Health and Safety Guide , No. ۴۲ , United Nations Environment Programme ,World Health <http://www.inchem.org/documents/hsg/hsg/hsg.۴۲.htm>Organizatton , Geneva, ۱۹۹۰ ,