

降低石墨微细鳞片含量的再磨工艺优化研究^①

龙渊^{1,2}, 张国旺^{1,2}, 郭杰³, 刘瑜^{1,2}, 石立^{1,2}, 赵湘^{1,2}

(1.长沙矿冶研究院有限责任公司,湖南长沙410012; 2.湖南金磨科技有限责任公司,湖南长沙410012; 3.中冶国际工程集团有限公司,北京100081)

摘要:对黑龙江某石墨粗精矿进行了立式搅拌磨机再磨试验。以陶瓷球为磨矿介质,研究了磨机转速、介质球直径、磨矿时间等工艺参数对石墨磨矿-浮选效果的影响。结果表明,石墨磨矿的优化工艺参数为:采用慢-快-慢交替的磨机转速,陶瓷介质球直径8~10 mm,磨矿时间5 min,在该优化条件下进行磨矿-浮选开路试验,获得了固定碳含量95.83%、-0.045 mm 粒级含量24.51%、大鳞片(+0.15 mm)含量14.27%的石墨精矿。

关键词:鳞片石墨;再磨;立式搅拌磨;磨机转速;石墨精矿

中图分类号:TD97

文献标识码:A

doi:10.3969/j.issn.0253-6099.2024.02.013

文章编号:0253-6099(2024)02-0052-04

Optimization of Regrinding Process to Reduce Content of Microfine Flake Graphite in Concentrate

LONG Yuan^{1,2}, ZHANG Guowang^{1,2}, GUO Jie³, LIU Yu^{1,2}, SHI Li^{1,2}, ZHAO Xiang^{1,2}

(1. Changsha Research Institute of Mining and Metallurgy Co Ltd, Changsha 410012, Hunan, China; 2. Hunan Jinmill Technology Co Ltd, Changsha 410012, Hunan, China; 3. MCC International Incorporation Ltd, Beijing 100081, China)

Abstract: A vertical stirring mill was introduced for regrinding the graphite concentrate from the rougher in a graphite mine of Heilongjiang Province. Using ceramic ball as the grinding medium, the influences of processing parameters, including rotation speed of mill, diameter of medium ball and grinding time, on the grinding and flotation performances of graphite ore were investigated. The graphite ore was beneficiated adopting an open-circuit flotation process after it was milled with the optimized grinding parameters including alternating (slow-fast-slow) rotation speed, medium ball diameter of 8–10 mm and grinding time of 5 min. The as-obtained graphite concentrate, with the 24.51% in a size fraction of -0.045 mm, has a fixed carbon content of 95.83% and large-flake graphite content of 14.27%.

Key words: flake graphite; regrinding; vertical stirring mill; rotating speed of mill; graphite concentrate

鳞片石墨是一种重要的非金属矿物材料,它具有耐高温、热电导性、抗热震等优良特性,广泛应用于冶金、机械、能源材料、航空航天等工业^[1-2]。黑龙江萝北地区具有丰富的鳞片石墨资源^[3],产出的粒度小于0.15 mm、固定碳含量95%以上的石墨精粉用于制备球形石墨负极材料。制备球形石墨时要求原料石墨精矿微细粒级(-0.045 mm)含量在35%以下^[4]。然而,萝北地区多数选厂生产的石墨精粉里微细粒级含量超过45%,且石墨分级工序控制难度大,严重影响后续球形石墨成球率及产品经济效益。本文从磨选阶段入手,对黑龙江萝北地区石墨进行再磨参数优化研究,减少石墨鳞片破坏现象,降低微细粒级石墨产率,为工业

应用提供技术指导。

1 试验原料及试验仪器

试验原料为黑龙江萝北云山地区的石墨矿。石墨原矿破碎至-3 mm、球磨至-0.074 mm 粒级占60%,然后在煤油用量200 g/t、2号油用量80 g/t条件下浮选,制得石墨粗精矿,用于再磨参数优化试验研究。

石墨粗精矿主要化学成分见表1,粒度分析结果见表2。该粗精矿固定碳含量40.26%,+0.15 mm 粒级含量11.43%,-0.045 mm 粒级含量37.87%。

主要设备及仪器包括立式搅拌磨机(GLM-10L)、浮选机(XFD-3L型及XFD-1.5L型)、真空过滤机(XTLZ-

① 收稿日期:2023-10-26

基金项目:国家重点研发计划(2020YFC1909603)

作者简介:龙渊(1989—),男,湖南永州人,硕士,高级工程师,主要从事石墨再磨技术及细磨/超细磨设备研究与推广。E-mail:355017282@qq.com

Φ260/Φ200)、数显鼓风干燥箱(GZX-9240MBE)、泰勒筛(Φ200×50型)、超声波清洗机(HT-1000型)等。依照国标 GB 3251—2008《石墨化学分析方法》测试分析固定碳含量。

表 1 石墨粗精矿主要化学成分(质量分数) %

TC	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O
41.33	36.83	8.74	4.53	1.61	0.72
Na ₂ O	TFe	S	P	TiO ₂	FC
0.23	3.45	1.24	0.03	0.17	40.26

表 2 石墨粗精矿粒度筛分分析结果

粒度/mm	产率/%	负累计产率/%
+0.15	11.43	100.00
-0.15+0.075	30.92	88.57
-0.075+0.045	19.78	57.65
-0.045	37.87	37.87

2 粗精矿再磨参数优化试验研究

采用 GLM-10L 立式搅拌磨机作为实验室再磨设备,采用密度 3.2 g/cm³、直径 4~6 mm 的陶瓷球^[5]作为磨矿介质,进行磨矿参数优化研究。

2.1 磨机转速对比试验

在石墨的磨矿参数中,磨机转速是石墨精粉粒度分布较为重要的影响因素之一^[6]。对于石墨而言,磨机转速过高易造成石墨鳞片破坏、变细,设备磨损也会加快。按图 1 所示流程,在磨矿浓度 20%、磨矿时间 5 min 条件下,进行了磨机转速对比试验,再磨 1 产品粒度分布结果与浮选 1 精矿产品筛分结果见表 3。

从表 3 可以看出,随着磨机转速提高,再磨 1 产品 -0.045 mm 粒级含量从 46.28% 提升到 58.47%, +0.15 mm 粒级含量从 10.19% 下降到 5.76%,说明磨机转速越高,对石墨鳞片的破坏越大,细粉产生量增多。但浮选 1 精矿产品 +0.15 mm 粒级含量相应升高, -0.045 mm 细粒级含量有所降低。原因是在磨矿过程中,鳞片边缘的脉石被擦洗下来,变成细粒产品,浮选过程中,细粒级且夹带脉石的产品不易上浮而进入中矿产品中,浮选精矿产品粒度变粗。

按图 1 所示流程进行 7 次磨矿、8 次浮选,7 次磨矿使用相同的磨机转速,所得磨矿产品与浮选精矿产品粒度分析结果见图 2,最终石墨精矿选别指标及粒度筛析结果见表 4。

从图 2 可知,各段浮选精矿产品比磨矿产品 -0.045 mm 粒级含量低、+0.15 mm 粒级含量有所增加,

主要原因是磨矿过程中产生的细粒级进入中矿中,但磨机转速越大,精矿产品中 -0.045 mm 粒级含量越高。由表 4 可以看出,每段磨矿采用相同的磨机转速,磨机转速超过 160 r/min 时,浮选最终精矿产品固定碳含量都能达到 95% 以上。随着磨机转速提高,最终精矿产品中 +0.15 mm 粒级含量降低、-0.045 mm 细粒级含量增加。磨机转速 120 r/min 时,精矿产品中 +0.15 mm 粒级含量最高(16.63%)、-0.045 mm 粒级含量最低(23.24%),

药剂单位: g/t

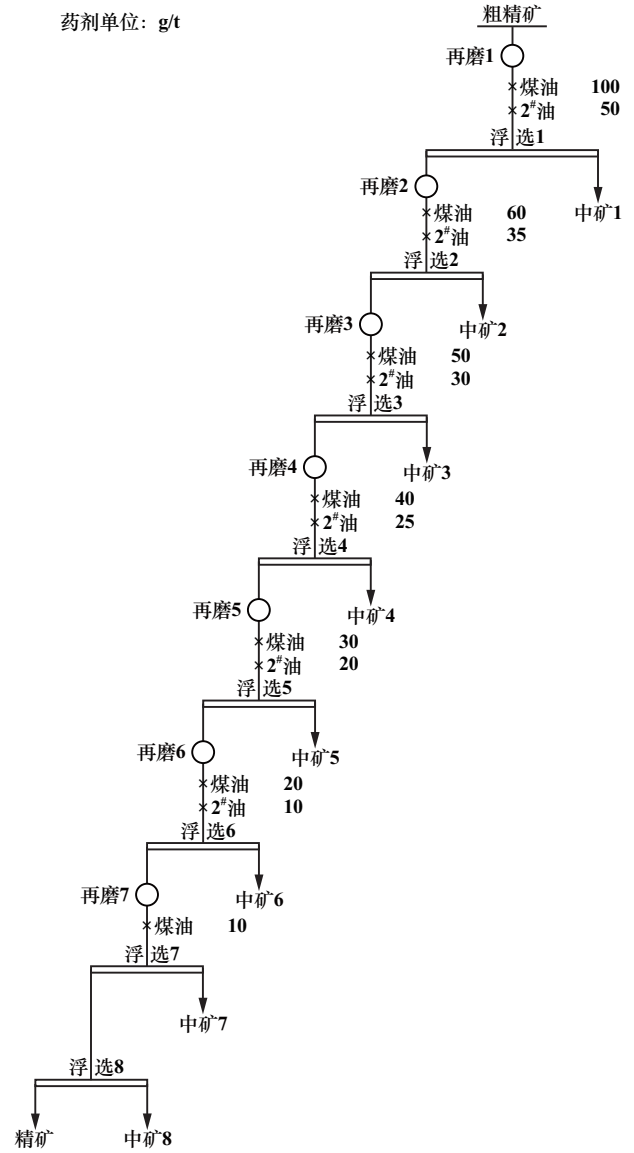


图 1 石墨粗精矿再磨-浮选流程

表 3 再磨 1 磨机转速对磨矿产品与浮选精矿产品粒度的影响

再磨 1 磨机转速/ (r · min ⁻¹)	再磨 1 产品粒级含量/%		浮选 1 精矿产品粒级含量/%	
	+0.15 mm	-0.045 mm	+0.15 mm	-0.045 mm
120	10.19	46.28	15.89	30.41
160	9.24	47.78	13.94	32.21
200	7.66	51.75	11.42	32.26
240	5.76	58.47	8.38	41.33

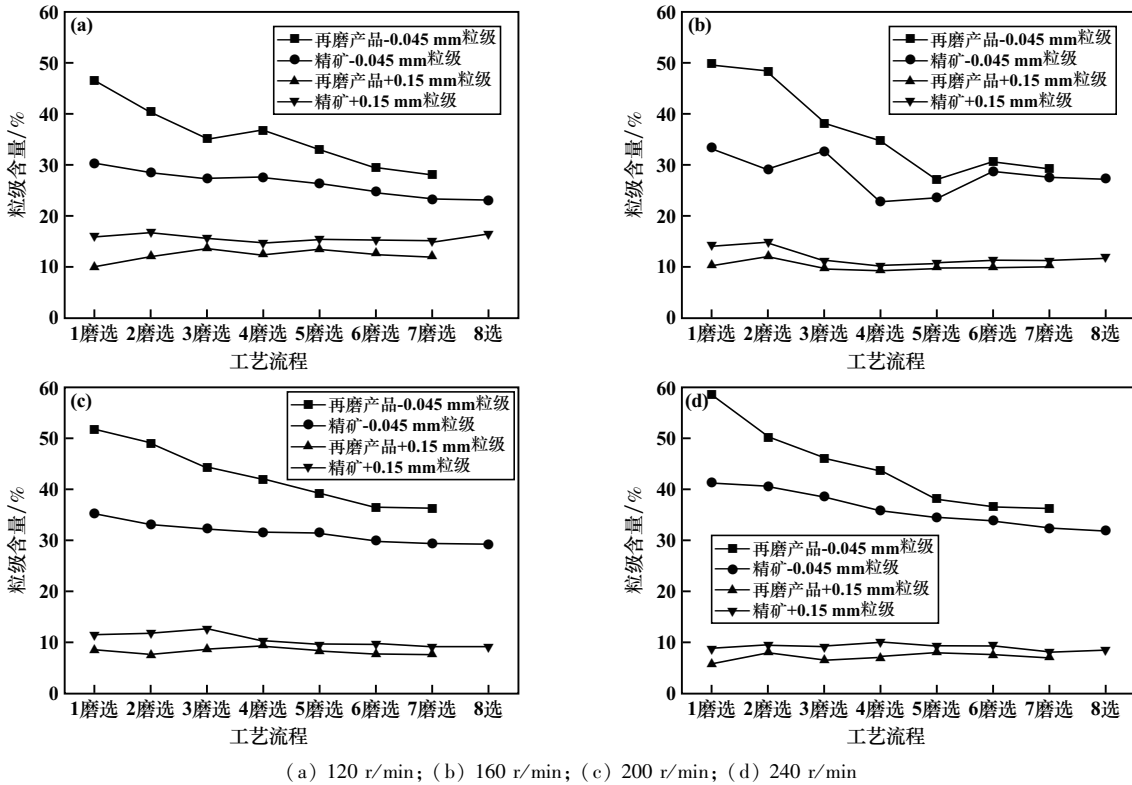


图2 7次磨矿-8次浮选各磨矿产品和浮选精矿产品粒度分析结果

表4 不同磨机转速下最终精矿选别指标及粒度分析结果

磨机转速/ ($r \cdot \min^{-1}$)	产率/%	固定碳 含量/%	粒级含量/%	
			+0.15 mm	-0.045 mm
120	28.67	93.14	16.63	23.24
160	27.39	95.25	12.63	26.54
200	26.40	95.83	9.23	29.24
240	25.06	96.68	8.58	31.84

但精矿固定碳含量未能达到95%；磨机转速240 r/min时，固定碳含量虽达到了95%以上，但精矿产品中-0.045 mm粒级含量达31.84%，产生了过磨。因此磨机转速需适当加强。

2.2 快慢交替磨机转速优化试验

在石墨各段磨矿-浮选过程中，浮选精矿中脉石含量不同。脉石含量越多，磨矿对石墨鳞片的损伤越高^[7]。在不同磨矿-浮选阶段采用不同磨机转速进行磨矿，能有效减少石墨鳞片的破坏，也能减少石墨的过磨。采用不同磨机转速对不同磨矿段进行优化试验，各段磨机转速见表5，试验流程同图1，各段磨矿产品与浮选精矿产品粒度分析结果见图3。采用快慢交替的磨机转速进行磨矿-浮选，7次磨矿、8次浮选最终石墨精矿产率27.08%、固定碳含量95.54%、+0.15 mm粒级含量13.36%、-0.045 mm粒级含量25.25%，较采用单一磨机转速指标更优。

表5 快慢交替磨机转速优化试验参数

再磨段数	磨机转速/($r \cdot \min^{-1}$)
1	120
2	140
3	150
4	160
5	200
6	160
7	140

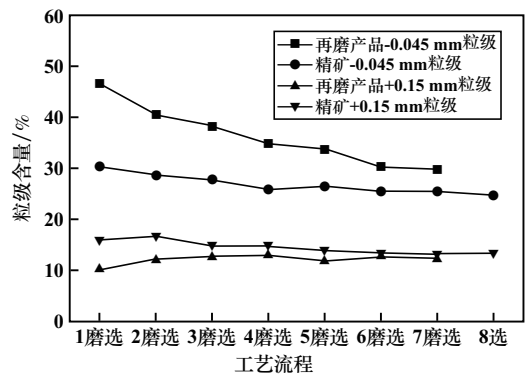


图3 快慢交替磨矿产品与浮选精矿产品粒度分析结果

综上所述，采用磨机转速慢-快-慢交替的磨矿方式，对萝北石墨有效解离与产品粒度分布有良好的提升作用。后续采用磨机转速慢-快-慢交替的磨矿方式

进行磨矿。

2.3 介质球直径对比试验

根据前述试验原则与操作方法,采用直径4~6 mm、6~8 mm、8~10 mm、10~12 mm规格的陶瓷球作为磨矿介质,采用慢-快-慢交替磨矿工艺,磨矿时间5 min,按图1所示流程进行磨矿-浮选对比试验,最终精矿选别指标及粒度分析结果见表6。

表6 不同介质球直径条件下最终精矿选别指标及粒度分析结果

介质球直径/ mm	产率/%	固定碳 含量/%	粒度含量/%	
			+0.15 mm	-0.045 mm
4~6	27.08	95.54	13.36	25.25
6~8	28.38	95.62	14.27	24.51
8~10	28.28	95.27	15.02	23.89
10~12	29.67	94.34	15.35	23.11

由表6可以看出,在慢-快-慢交替磨矿方式下,介质球直径10 mm以下时,精矿固定碳品位能达到95%以上;而采用直径10~12 mm介质球,因介质球直径大,球与球之间间隙较大,磨矿捕捉擦洗效果相对偏弱,最终精矿固定碳含量只有94.34%。在一定范围内,介质球尺寸越大,精矿产品细粒级含量相对越少,采用直径10~12 mm介质球时,精矿中+0.15 mm含量增至15.35%,且-0.045 mm含量降至23.11%;但相同磨机速度下,介质球直径越大,介质球之间的间隙越多,在石墨磨矿过程中,解离程度不够,造成浮选产品固定碳含量降低。采用直径8~10 mm介质球磨矿,精矿固定碳含量能达到95%以上,且-0.045 mm含量不到24%,+0.15 mm粒级含量达到15%以上,因此选择直径8~10 mm陶瓷球作为磨矿介质较为适宜。

2.4 磨矿时间优化试验

采用直径8~10 mm陶瓷球为磨矿介质,采用慢-快-慢交替的磨机转速,按图1所示流程,进行了磨矿时间(7段磨矿采用相同的磨矿时间)对比试验,结果见表7。

表7 不同磨矿时间下最终精矿选别指标及粒度分析结果

磨矿时间/ min	产率/%	固定碳 含量/%	粒度含量/%	
			+0.15 mm	-0.045 mm
3	29.95	93.67	16.66	22.79
4	29.46	95.25	15.18	23.94
5	28.38	95.83	14.27	24.51
6	26.96	96.68	12.26	27.68

由表7可以看出,采用慢-快-慢交替磨机转速,随着磨矿时间增加,浮选最终精矿固定碳含量增高。在一定范围内,磨矿时间越短,精矿产品细粒级含量相对越少,每段磨矿时间均为3 min时,精矿中+0.15 mm粒级含量增至16.66%,且-0.045 mm粒级含量降至22.79%;但结合浮选效果,磨矿时间太短,解离程度不够,造成固定碳含量低。采用每段磨矿时间5 min进行磨矿,精矿固定碳含量达到95.83%, -0.045 mm粒级含量24.51%, +0.15 mm粒级含量14.27%。综合比较,每段磨矿时间5 min为宜。

3 结 论

对黑龙江萝北石墨进行了磨矿参数优化研究及开路浮选试验,得到以下结论:

1) 因不同阶段石墨精矿固定碳含量不同,采用慢-快-慢交替的磨机转速磨矿并结合浮选,可获得固定碳含量95.54%、-0.045 mm粒级含量25.25%、+0.15 mm粒级含量13.36%的石墨精矿,比单一磨机转速磨矿-浮选指标更优。

2) 在一定磨机转速下,选择直径8~10 mm陶瓷球为磨矿介质、磨矿时间5 min,可以获得固定碳含量95.83%、-0.045 mm粒级含量24.51%、大鳞片(+0.15 mm)含量14.27%的石墨精矿。研究结果可为现场工业生产提供技术支撑。

参考文献:

- [1] 屈 鑫,张凌燕,李希庆. 保护石墨大鳞片的分级磨浮新工艺研究[J]. 非金属矿, 2015,38(2):53-55.
- [2] 康 健,黄 鹏,刘 爽,等. 从磨矿性能角度解决大鳞片石墨的保护问题[J]. 矿冶工程, 2020,40(2):55-59.
- [3] 张志博,马新春,相 雷,等. 黑龙江省萝北县七马架石墨矿选矿试验研究[J]. 非金属矿, 2023,46(2):79-83.
- [4] 何 鹏. 气流涡旋微粉机流场分析及石墨球化关键参数研究[D]. 长沙:长沙矿冶研究院有限责任公司, 2021.
- [5] 龙 渊,张国旺,肖 骁,等. 石墨再磨介质球对比试验研究[J]. 矿冶工程, 2022,42(5):51-53.
- [6] 李 闯,孙传尧,许鹏云,等. 鳞片石墨在不同磨矿方式下产品特性研究[J]. 炭素技术, 2020,39(3):30-35.
- [7] 龙 渊. 保护石墨大鳞片的立式搅拌磨再磨工艺优化研究[D]. 长沙:长沙矿冶研究院有限责任公司, 2014.

引用本文: 龙 渊,张国旺,郭 杰,等. 降低石墨微细鳞片含量的再磨工艺优化研究[J]. 矿冶工程, 2024,44(2):52-55.