

制备辉钼矿超细微粉试验研究^{*}

郭保万^{1,2}, 李洪潮^{1,2}, 田敏^{1,2}, 张颖新^{1,2}

(1. 中国地质科学院郑州矿产综合利用研究所, 郑州, 450006; 2 国家非金属资源综合利用工程技术研究中心, 郑州, 450006)

摘要:对润滑剂级辉钼矿进行超细粉碎研究, 研究了磨矿浓度、球矿比、球径配比、搅拌转速、水溶分散剂用量、磨矿时间对超细磨矿结果的影响。结果表明: 辉钼矿微粉的细度 $-2\ \mu\text{m} > 90\%$, 达到制备辉钼矿润滑剂的粒度要求。

关键词:辉钼矿; 超细粉碎; 搅拌磨; 磨矿条件

中图分类号: TF125.2^{*}41 文献标识码: B 文章编号: 1001-0076(2008)01-0036-03

Study on Preparation of Ultrafine Molybdenite Powders

GUO Bao-wan, LI Hong-chao, TIAN Min, et al.

(Zhengzhou Institute of Multipurpose Utilization of Mineral Resources, CAGS, Zhengzhou 450006, China)

Abstract: Through experimental studies on ultra-fine grinding of molybdenite, it can be found that there is the effect of density in grinding, the ratio of ball to ore, ball distribution, rotating speed of mill, the consumption of dispersant, grinding time on grinding process. The result also showed the ultrafine molybdenite powder size can be obtained over 90% $-2\ \mu\text{m}$, which meets the size requirement for lubricant manufacturing.

Key words: molybdenite; ultra-fine grinding; stirring mill; grinding condition

辉钼矿 (MoS_2) 含 Mo 59.94%, S 40.06%, 辉钼矿的物理性质为: 分子量 160.07; 密度 $4.80\ \text{g}/\text{cm}^3$; 莫氏硬度 1~1.5; 熔点 $1\ 185^\circ\text{C}$ 。

辉钼矿为典型的层状结构矿物。辉钼矿层内与层间的键性不同, 结合力相差悬殊, 这些都造成了它的晶体具有各向异性的力学特征: 即使施加很小的剪切力, 也能使辉钼矿层间 S-S 分子键断裂, 组成辉钼矿层间的滑移, 这使得辉钼矿不仅以金属、合金与化合物的形式应用于钢铁工业、有色金属工业、化学工业、航空航天工业、原子能工业、农业等^[1], 还可以直接将辉钼矿加工成微粉用于制备润滑剂。辉

钼矿作为润滑剂要求其粒度必须很细, 国外一般要求其粒度必须达到 $-2\ \mu\text{m} > 90\%$, 国内一级品要求 $-1.5\ \mu\text{m} > 80\%$ (ZGB12022-90)^[2]。

本文以润滑剂级辉钼矿为研究对象, 进行湿法超细粉碎试验研究。

1 试验样品的成分

试验样品是由普通商品钼精矿制备的润滑剂级辉钼矿^[3], 其化学成分见表 1。

* 收稿日期: 2007-10-30

基金项目: 国土资源部重点科技计划项目 (编号: 20010206)

作者简介: 郭保万 (1964-), 男, 河南开封人, 副研究员, 硕士, 主要从事矿物材料研究。

表1 润滑剂级辉钼矿的化学成分(%)

成分	Mo	SiO ₂	As*	P	Cu
含量	59.12	0.12	10.2	0.001	0.066
成分	Pb	Bi*	WO ₃	酸不溶	Fe
含量	0.029	26.3	0.022	/	0.26

注:As、Bi为10⁻⁶。

2 辉钼矿超细粉碎试验

采用湿法工艺对辉钼矿的超细粉碎进行试验研究,以期获得-2 μm > 90%的辉钼矿超微细磨产品。试验样品采用由Mo品位46.39%的商品钼精矿制备的润滑剂级辉钼矿,粒度-20 μm 35.06%。超细粉碎试验设备为周期式搅拌磨。超细粉碎介质采用硬度达到9.0的氧化铝球(刚玉球),以减少磨矿介质对辉钼矿的污染。分散剂采用水溶性有机分散剂H-04作为辉钼矿的分散剂,它在过滤脱水时经过多次洗涤可去除绝大部分,减少了对辉钼矿微粉的污染,保证辉钼矿微粉的质量。超细磨矿试验进行了磨矿浓度、球矿比、球径配比、搅拌转速、助磨剂用量、磨矿时间等条件试验。

2.1 超细粉碎浓度试验

通过辉钼矿超细粉碎的预试验确定了固定的工艺条件。

超细磨矿的固定工艺条件:磨矿介质为氧化铝球,球矿比18:1,球径(mm)配比(5~3):(3~2)=1:1,搅拌转速1 000 r/min,水溶性有机分散剂H-04用量1%,磨矿时间1 h,磨矿浓度分别为40%、50%、60%,超细磨矿浓度试验结果见表2。

表2 磨矿浓度试验结果

磨矿浓度(%)	40	50	60
-2 μm 含量(%)	67.8	70.7	69.9
-5 μm 含量(%)	88.6	90.1	90.8
-10 μm 含量(%)	92.4	97.3	94.5
-20 μm 含量(%)	94.0	98.8	97.0
-30 μm 含量(%)	97.8	99.5	98.6
-40 μm 含量(%)	100.00	100.00	100.00
平均粒径(μm)	1.47	1.41	1.43

由表2试验结果可知:随着磨矿浓度的不断增加,磨矿细度相应提高。当浓度达到50%后,再增加磨矿浓度,磨矿效率下降,磨矿细度也随之下降。

因此,磨矿浓度50%较为合适。

2.2 辉钼矿超细粉碎球矿比试验

固定工艺条件:超细磨矿浓度50%,其余同前,变更球矿比为9:1、18:1、36:1,超细磨矿球矿比试验结果见表3。

表3 超细磨矿球矿比试验结果

球矿比	9:1	18:1	36:1
-2 μm 含量(%)	51.5	70.7	57.7
-5 μm 含量(%)	77.0	90.1	82.2
-10 μm 含量(%)	83.4	97.3	87.4
-20 μm 含量(%)	90.7	98.8	91.4
-30 μm 含量(%)	95.9	99.5	98.0
-40 μm 含量(%)	100.00	100.00	100.00
平均粒径(μm)	1.94	1.41	1.73

由表2试验结果可知:随着球矿比的增加,磨矿效率提高,球矿比增加到18:1后,磨矿效率下降,所以球矿比选择18:1比较合适。

2.3 辉钼矿超细粉碎球径配比试验

固定工艺条件:磨矿浓度50%,球矿比18:1,其余同前,变更磨矿介质球径(mm)配比为(5~3):(3~2)比例分别为1:1、2:1、3:1,超细磨矿球径比试验结果见表4。

表4 磨矿球径(mm)配比试验结果

球径配比(5~3):(3~2)	1:1	2:1	3:1
-2 μm 含量(%)	70.7	76.4	62.5
-5 μm 含量(%)	90.1	89.8	87.1
-10 μm 含量(%)	97.3	93.2	89.7
-20 μm 含量(%)	100.00	100.00	100.00
平均粒径(μm)	1.41	1.31	1.60

由表4试验结果可知:磨矿球径配比以(5~3):(3~2)=2:1效果最好,这是因为辉钼矿呈片状结构,所以大球径比小球径起的磨剥作用更显著。但是当大球径与小球径的配比>2:1后,磨矿效率下降,说明球径配比与入磨物料粒度分布不匹配。因此,超细磨矿的球径(mm)配比为(5~3):(3~2)=2:1比较合适。

2.4 辉钼矿超细粉碎搅拌转速试验

固定工艺条件:磨矿浓度50%,球矿比18:1,球径(mm)配比(5~3):(3~2)=2:1,其余同前。

变更搅拌转速分别为 800 r/min、1 000 r/min、1 200 r/min,超细搅拌转速试验结果见表 5。

表 5 搅拌转速试验结果

搅拌转速(r/min)	800	1000	1200
-2 μm 含量(%)	67.8	76.4	76.4
-5 μm 含量(%)	83.6	89.8	89.9
-10 μm 含量(%)	89.2	93.2	93.2
-20 μm 含量(%)	100.00	100.00	100.00
平均粒径(μm)	1.47	1.31	1.31

由表 5 试验结果可知:随着超细搅拌转速的增加磨矿效率不断提高,当搅拌转速达到 1 000 r/min 后再增加转速,磨矿细度不再提高,因此搅拌转速 1 000 r/min 较为合适。

2.5 辉钼矿超细粉碎分散剂用量试验

为提高超细磨矿的效率,在尽可能不影响辉钼矿质量的前提下,添加水溶性有机分散剂 H-04,它在脱水过滤时通过多次洗涤可除去绝大部分。

固定工艺条件:磨矿浓度 50%,球矿比 18:1,球径(mm)配比(5~3):(3~2)=2:1,搅拌转速为 1 000 r/min,磨矿时间为 1 h,分散剂用量为 0.5%、1.0%、1.5%,超细磨矿分散剂用量试验结果见表 6。

表 6 超细磨矿助磨剂用量试验结果

助磨剂用量(%)	0	0.5	1.0	1.5
-2 μm 含量(%)	74.6	80.4	82.8	75.0
-5 μm 含量(%)	89.8	93.5	93.0	92.4
-10 μm 含量(%)	100.00	100.00	100.00	100.00
平均粒径(μm)	1.31	1.24	1.21	1.30

由表 6 试验结果可知:随着助磨剂用量的增加,超细磨矿的细度提高,但是当助磨剂用量达到 1.0% 后,再增加助磨剂用量,磨矿效率下降,因此磨矿助磨剂用量为 1.0% 较合适。

2.6 辉钼矿超细粉碎时间试验

固定工艺条件:磨矿浓度 50%,球矿比 18:1,球径(mm)配比(5~3):(3~2)=2:1,搅拌转速为 1 000 r/min,分散剂用量 1.0%,变更磨矿时间分别为 1 h、4 h、7 h、10 h、13 h,超细磨矿时间试验结果见表 7。

表 7 超细磨矿时间试验结果

磨矿时间(h)	1	4	7	10	13
-2 μm 含量(%)	82.8	86.1	88.2	90.5	91.4
-5 μm 含量(%)	93.0	94.9	95.9	96.6	97.6
-10 μm 含量(%)	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
平均粒径(μm)	1.21	1.16	1.13	1.10	1.09

由表 7 试验结果知:随着磨矿时间提高,磨矿细度相应增加,当磨矿时间增加到 10 h 后,超细磨矿细度达到 -2 μm 90.5%,所以磨矿时间为 10 h 较为合适。

3 结论

通过对辉钼矿超细粉碎试验研究过程中磨矿浓度、球矿比、球径配比、搅拌转速、分散剂用量、磨矿时间等影响超细粉碎的因素进行研究,确定了最佳工艺条件,可以获得 -2 μm 90.5%,平均粒径 1.10 μm 的润滑剂级辉钼矿超微细产品。辉钼矿微粉达到了制备润滑剂的粒度要求。

参考文献:

- [1] 林春元,程秀俭. 钼矿选矿与深加工[M]. 北京:冶金工业出版社,1996. 49-55.
- [2] 董允杰. 国内外钼化学制品概况[J]. 中国钼业,2003, (1):11.
- [3] 郭保万,李洪潮,田敏,等. 润滑剂级辉钼矿制备工艺研究[J]. 矿产综合利用,2004, (8):11-14.