

鳞片石墨选矿实验室管理规范

（征求意见稿）

起草单位：黑龙江省牡丹江农垦奥宇石墨深加工有限公司

联系人：吕国良

联系电话：13946847237

联系邮箱：13946847237@163.com

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 方法原理 3

5 设备、仪器、药剂 3

6 样品采集 4

7 破碎 5

8 磨矿试验 6

9 浮选试验 7

10 结果判定 8

11 平行及稳定试验 8

12 数据处理 9

13 安全要求 9

前 言

本文件按照 GB/T1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由黑龙江省石墨产品标准化技术委员会提出。

本文件由黑龙江省工业和信息化厅归口。

本文件起草单位：黑龙江省牡丹江农垦奥宇石墨深加工有限公司、鸡西市石墨产品质量监督检验检测中心[国家石墨产品质量检验检测中心（黑龙江）]、艾捷达（黑龙江）科技有限公司、萝北奥星新材料有限公司、鸡东县检验检测中心、密山市检验检测中心、黑龙江省牡丹江农垦炭奥石墨烯深加工有限公司、黑龙江省地质矿产实验测试中心。

本文件主要起草人：吕国良、丛媛媛、张春晶、韩军、宋守鑫、韩玉凤、陈瑞、陈赓、刘壮、栾晓乐、张立新、姜综博、张爽、徐妍、商金鹏、李雷、刘玉华、张芳。

鳞片石墨选矿实验室管理规范

1 范围

本文件规定了鳞片石墨实验室选矿试验作业的方法原理、设备、仪器、药剂、样品采集、试样制备、破碎、磨矿试验、浮选试验方法选择、数据处理、安全等方面要求。

本文件适用于鳞片石墨实验室选矿试验，包括可选性及流程试验研究。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 27476.2 检测实验室安全 第2部分：电气因素

GB/T 27476.3 检测实验室安全 第3部分：机械因素

GB/T 33444 固体矿产勘察规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

鳞片石墨矿石可选性试验

研究鳞片石墨矿石性质及可选性差异，在现阶段的选矿技术水平下，根据石墨矿石的物理、化学性质差异，采用基本选矿方法剔除石墨矿石中伴生成分及脉石的难易、伴生的有价值组分综合回收的可能性而开展的试验。重点探索鳞片石墨产品达到合同质量要求或国家标准的最简选矿工艺流程和最终产品的质量极限。

3.2

鳞片石墨选矿试验流程

根据鳞片石墨可选性试验推荐的工艺流程，对鳞片石墨选矿工艺的各影响因素进行条件对比试验，确定各条件的合适参数，并在此基础上进行流程稳定试验验证，为选矿项目可行性研究和工程设计提供依据。

3.3

鳞片石墨矿石

从鳞片石墨矿体中根据采样设计和有关采样规范、规定的要求所采集的、具有代表性的鳞片石墨矿石样品。

3.4

鳞片石墨选矿精矿

在鳞片石墨的选矿作业流程中，目标产品作为鳞片石墨含量最为富集的部分，是选矿作业的核心追求与产出成果。

3.5

鳞片石墨选矿精矿品位

鳞片石墨精矿中有用组分（固定碳）的含量。

3.6

鳞片石墨选矿尾矿

相对鳞片石墨固定碳含量而言，选矿作业中被富集的无用矿物组分。

3.7

鳞片石墨选矿中矿

介于鳞片石墨有用组分（固定碳）精矿与尾矿之间，需进一步处理的鳞片石墨选矿中间产品。

3.8

鳞片石墨选矿合格粒级和过粉碎

鳞片石墨选矿的粒度往往需要同时控制上下限，上限粒度为“粗粒级”，下限粒度为“过粉碎”，处于上下限之间的即为“合格粒级”。

3.9

鳞片石墨选矿最大粒度

鳞片石墨矿石试样 95 % 通过方孔筛时对应的粒度。

3.10

鳞片石墨选矿磨矿石介配比

鳞片石墨矿石磨矿过程中不同规格磨矿介质的质量比。

3.11

鳞片石墨选矿矿石介比

鳞片石墨矿石磨矿过程中入磨试样与磨矿介质的质量比。

3.12

鳞片石墨矿石破碎

采用人工或机械破碎设备将石墨矿石破碎到一定粒度的过程。

3.13

鳞片石墨矿石破碎比

鳞片石墨矿石破碎前后的最大粒度之比。

3.14

鳞片石墨选矿筛分

用筛网把鳞片石墨选矿样品的粒度大小分成不同粒度级别的作业。

3.15

鳞片石墨选矿磨矿

在磨矿设备中，借助于磨球、磨棒、砾石或物料本身等磨矿介质对鳞片石墨矿石的冲击、磨削作用，使鳞片石墨矿石的粒度进一步变小，直至达到或满足目标粒级要求的作业。

3.16

鳞片石墨选矿分级

利用鳞片石墨固体颗粒因粒度不同在介质中具有不同沉降速度的原理，将鳞片石墨矿石颗粒群分为两种或多种粒度级别的过程。

3.17

鳞片石墨矿石选矿浮选

利用鳞片石墨矿石的表面性质差异，在 pH 调整剂、抑制剂、起泡剂、捕收剂等浮选药剂的共同作用下，鳞片石墨矿石被捕收剂选择性吸附形成矿化泡沫，上浮后被浮选机刮板刮出的选矿方法。

3.18

鳞片石墨选矿绝对产率

经选矿得到的鳞片石墨精矿与石墨矿石的质量比，以百分比表示，也称“对原矿产率”。

3.19

鳞片石墨选矿作业产率

鳞片石墨选矿某一作业产出的产品与该作业入选矿石的质量比，以百分比表示，也称“相对产率”。

3.20

鳞片石墨选矿抛尾率

选矿试验中截取尾矿质量与入选矿石的质量比，以百分比表示。

4 方法原理

依据鳞片石墨矿石物理性质、化学性质或物理化学性质的差异，利用相关的物理、化学方法使鳞片石墨与脉石矿物分离。主要采用的工艺方法包括：破碎、磨矿、分级、浮选、烘干、筛分等。

5 设备、仪器、药剂

5.1 设备

5.1.1 鄂式破碎机

试验用鄂式破碎机操控要点应满足表 1 要求。

表 1 试验常用鄂式破碎机操控要点

破碎段数	排矿口调整范围（mm）	基本控制及判据
粗碎	60 ~ 90	a) 破碎比 $i \leq 3.0 \sim 3.5$; b) 最大给矿粒度 $D_{\max} \leq 250 \text{ mm}$
中碎	18 ~ 22	a) 破碎比 $i \leq 3.0 \sim 3.5$; b) 最大给矿粒度 $D_{\max} \leq 100 \text{ mm}$
细碎	6 ~ 9	a) 破碎比 $i \leq 3.0 \sim 4.0$; b) 最大给矿粒度 $D_{\max} \leq 30 \text{ mm}$

5.1.2 对辊破碎机

试验用对辊破碎机操控要点应满足表 2 要求。

表 2 试验常用对辊破碎机操控要点

破碎段数	排矿口调整范围（mm）	基本控制及判据
细碎	1 ~ 6	a) 破碎比控制: $i \leq 4.5 \sim 5.5$; b) 最大给矿粒度: $D_{\max} \leq 6 \text{ mm}$
粉碎	1 ~ 4	a) 破碎比控制: $i \leq 4.5 \sim 5.5$; b) 最大给矿粒度: $D_{\max} \leq 4 \text{ mm}$

5.1.3 锤式破碎机

破碎腔：0250 mm × 360 mm, 最大进料粒度 150 mm, 出料粒度 3 mm、6 mm、8 mm、13 mm。

5.1.4 棒磨机

规格：0200 mm × 240 mm/0500 mm × 700 mm, 最大给料粒度 3.2 mm、10 mm, 产物粒度 - 0.71 mm。

5.1.5 球磨机

规格：0300 mm × 400 mm/024 0mm × 300 mm, 最大给料粒度 2 mm, 产物粒度 - 0.71 mm。

5.1.6 标准振筛机

规格：Φ200 mm, 振幅 0 mm ~ 3 mm, 振动次数 1400 次/min。

5.1.7 浮选机

5.1.7.1 流程试验规格：XFD - 0.5 L、0.75 L、1.5 L。

5.1.7.2 半工业试验（扩大连续试验）规格：7 L - 4 槽、12 L - 4 槽。

5.2 药剂

5.2.1 脂肪酸类浮选剂

$C_{(n)}H_{(2n+1)}COOH$, 饱和脂肪酸, 工业级。

5.2.2 胺类浮选剂

RNH_2 , 烷基伯胺, 工业级。

5.2.3 石灰

$Ca(OH)_2$ 、 CaO , 工业级。

6 样品采集

6.1 样品采集代表性影响因素

按照 GB/T33444 要求确定样品采集代表性影响因素。

6.2 样品采集量

按公式 (1) 计算：

$$Q=KD^2 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

Q—最少取样质量，单位千克 (kg)；

K—复杂程度系数，一般取 0.1；

D—样品达到 95%通过率时最大块度，单位毫米 (mm)。

6.3 根据鳞片石墨选矿试验方案要求制定矿样制备流程

6.3.1 试样混匀和缩分

6.3.1.1 混匀和缩分：混匀一般采用堆锥法，混匀次数 ≥ 3 次；缩分一般采用四分法或分样器缩分。

6.3.1.2 其它制样方法：可以根据砂（粉）样的存储方式，混匀摊薄后，采用圆管布点取样法；或对袋装样品采用扦插取样法取得试样。

6.3.1.3 试样制备过程中应留足备样。

6.3.2 常规试验制样示例

6.3.2.1 破碎样：粗、中、细碎样一般控制在 ≤ 100 mm、30 mm 和 10 mm 以下。

6.3.2.2 磨矿样： $D_{\max}$ 一般控制在 ≤ 10 mm 或 3.2 mm 以下。

6.3.2.3 粉碎样： $D_{\max}$ 可根据需要控制在 0.71 mm、0.6 mm、0.5 mm 和 0.3 mm。

6.3.2.4 试样制备过程中应根据实际试验要求留足备样。

6.3.3 样品分类与标识

制备好的试样和备用样应分别包装，并注明样品编号、名称、制样日期等信息。

7 破碎

7.1 粉碎

7.1.1 粉碎前工作

7.1.1.1 清理杂质，设备检查，空转试机，并调整排矿口尺寸。

7.1.1.2 当矿样中合格粒级含量达到 $\geq 25\%$ 以上时，破碎前建议进行预先筛分。

7.1.1.3 根据矿石性质及后续试验需要确定破碎段数和破碎比，破碎比一般控制在 3.0 ~ 4.5。

7.1.2 粗碎作业

7.1.2.1 采用颚式破碎机进行粗碎，最大进料粒度建议 ≤ 250 mm，破碎比控制在 3.0 ~ 3.5。

7.1.2.2 进行粒度筛分析，绘制粗碎粒度曲线。

7.1.2.3 留足备样。

7.1.3 中碎作业

7.1.3.1 根据粗碎产品中合格粒级含量确定是否预先筛分。

7.1.3.2 根据入料最大颗粒选用适当规格（颚式）破碎机，破碎比一般控制在 3.0 ~ 3.5。

7.1.3.3 进行粒度筛分析，绘制中碎粒度曲线。

7.1.3.4 留足备样。

7.1.4 细碎作业

7.1.4.1 应根据中碎产品中合格粒级含量确定是否预先筛分。

7.1.4.2 根据入料最大颗粒选用适当规格（颚式）破碎机，破碎比一般控制在 3.5 ~ 4。

7.1.4.3 进行粒度筛分析，绘制细碎粒度曲线。

7.1.4.4 试样制备并留足备样。

7.1.5 破碎作业

7.1.5.1 应根据细碎产品中合格粒级含量确定是否预先筛分。

7.1.5.2 根据入料最大颗粒选用适当规格对辊破碎机，破碎比一般控制在 4.5 ~ 5.5。

7.1.5.3 进行粒度筛分析，绘制破碎粒度筛析曲线，并给出实际破碎比。

7.1.5.4 试样制备并留足备样。

8 磨矿试验

8.1 试验说明

考虑到鳞片石墨粒度需同时控制上下限的特殊要求，粒度控制在 1.0 mm ~ 0.074 mm(20 目 ~ 200 目)建议采用棒磨；-0.074 mm (-200 目)的建议采用球磨。本文件以 $\Phi 200$ mm $\times$ 240 mm 棒（球）磨机，钢棒（球）磨介，1000 g 试样为例。

8.2 试验准备

8.2.1 清理磨机杂物，检查磨机运转状况并调整至设备正常工作状态。

8.2.2 试样预先筛分：当入磨物料中的合格粒级含量 $\geq 25\%$ 时，需进行预先筛分。

8.2.3 按要求备好磨介。

8.3 单因素磨矿条件试验

8.3.1 磨矿时间试验

8.3.1.1 固定条件：填充率 45%，矿介比 1:12，介配比 3:5:2，磨矿浓度 50%。

8.3.1.2 对不同磨矿时间的产物进行粒度分析。

8.3.1.3 以磨矿效率指数 ξ 出现拐点为第一判据确定磨矿时间。

8.3.2 介配比试验

8.3.2.1 固定条件：填充率 45%，矿介比 1:12，磨矿浓度 50%，磨矿时间按 8.3.1.3 得到的最佳磨矿时间。

8.3.2.2 对不同介配比的磨矿产物进行粒度分析。

8.3.2.3 以磨矿效率指数 ξ 出现拐点为第一判据确定介配比。

8.3.3 矿介比试验

8.3.3.1 固定条件：入磨试验 1000 g，磨矿浓度 50%，磨矿时间按 8.3.1.3 得到的最佳磨矿时间，介配比按 8.3.2.3 得到的最佳介配比。

8.3.3.2 试验中应注意磨机的允许负荷，随矿介比的增大（例：1:4 增大至 1:12），填充率会逐渐升高，但最高应 $\leq 45\%$ 。

8.3.3.3 对不同矿介比的磨矿产物进行粒度分析。

8.3.3.4 以磨矿效率指数 ξ 出现平滑趋势或拐点为第一判据确定矿介比。

8.3.4 磨矿浓度试验

- 8.3.4.1 固定条件：采用 8.3.1.3 得到的最佳磨矿时间，8.3.2.3 得到的最佳介配比，8.3.3.4 得到的最佳矿介比。
- 8.3.4.2 一般试验 40 % ~ 60 % 浓度，并对磨矿产物进行粒度分析。
- 8.3.4.3 以磨矿效率指数 ξ 出现平滑趋势或拐点为第一判据确定磨矿浓度。

8.3.5 验证或调优试验

通过上述单因素磨矿条件试验，在考虑返砂影响的前提下，进行至少 3 个闭路磨矿验证或调优试验，验证磨矿试验参数及结果的合理性。

8.4 磨矿条件判据

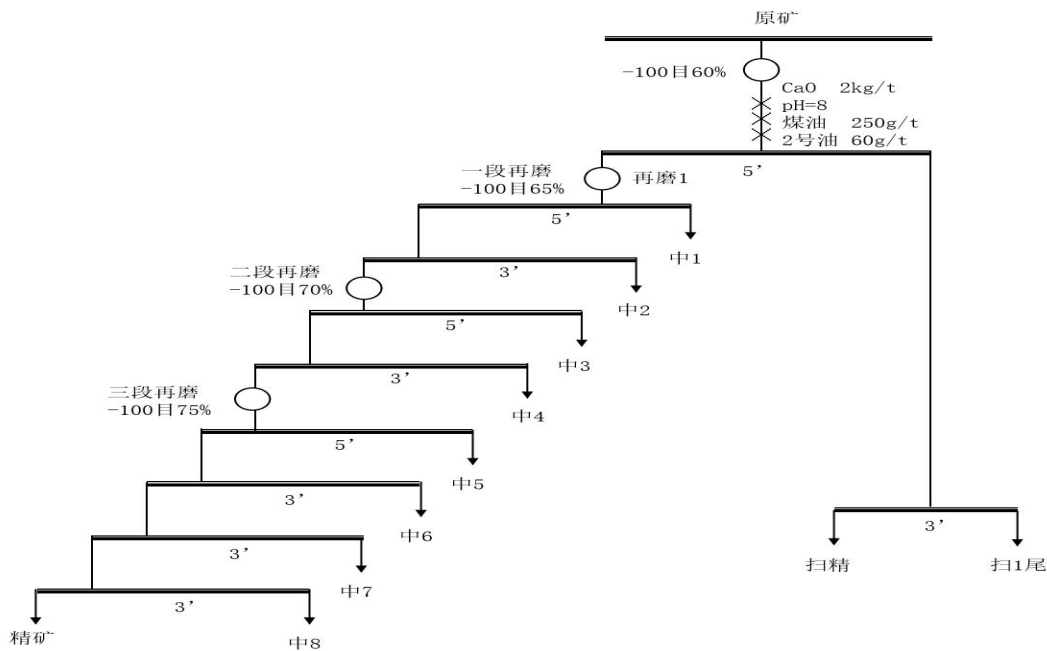
- 8.4.1 分别以磨矿时间、介配比、矿介比、磨矿浓度为横坐标，以磨矿效率指数 ξ 为纵坐标绘制曲线，当曲线出现拐点或平滑趋势时即为最佳条件。
- 8.4.2 以磨矿产物中的“过粉碎”和“粗粒级”含量为第二考虑因素：“过粉碎”越少越好，“粗粒级”返砂一般控制在 10 % 左右。

9 浮选试验

鳞片石墨浮选以 pH 调整剂分类，包括“中性浮选、碱性浮选”等，从流程上可以分为“一步法直浮、多段浮选”等。

9.1

9.2 鳞片石墨实验室选矿流程图



鳞片石墨实验室选矿流程图

注：本流程图为一次球磨，三次再磨，八次精选，pH 值调整剂为 CaO 剂 pH 值为 8，捕收剂为煤油，起泡剂为 2 号。

9.3 试验准备

检查浮选机叶轮、定子磨损是否在正常范围，主轴转速是否可调，吸气或充气系统是否正常，确认无误后，对浮选机进行清洗，确保不受药剂污染。

9.4 浮选药剂制度试验

对于“一步法”浮选流程，包括：中性一步法（正/反）浮选，首先进行浮选药剂制度试验。

9.5 单因素试验

固定其它因素，分别进行捕收剂用量及配比、抑制剂用量、pH 调整剂、起泡剂用量等单因素试验。

9.6 正交试验

为揭示浮选药剂之间的交互影响，可以进行正交试验确定浮选药剂制度。

9.7 浮选参数试验

应进行浮选温度、调浆时间、浮选时间、充气量等参数试验，研究浮选参数对浮选结果的影响。

9.8 浮选流程比对试验

根据产品质量要求，结合矿物性质和属地环保要求，进行浮选流程对比试验。试验流程应包括“中性一步法（正/反）浮选、多段浮选等。

9.9 药剂水循环试验

分别进行药剂水循环量及循环次数试验，确定药剂水循环对浮选效果的影响，并为污水处理提供基础数据。

9.10 适应性试验

试验项目建设当地浮选用水、气候条件等对浮选性能的影响，为设计建厂提供依据。

10 结果判定

10.1 依据浮选精矿有用、有害成分含量和产率判定试验效果。

10.2 依据浮选尾砂目标成份的含量和产率判断浮选效果。

10.3 浮选成本因素考虑，作为浮选流程方案选用判据。

11 平行及稳定试验

试验流程及参数确定后，可选性试验时，应进行平行试验，平行试验次数应不小于 2 次；流程试验时，应进行稳定试验，稳定试验次数应不小于 3 次。

12 数据处理

试验中涉及的数值按 GB/T 8170 修约至小数点后两位。

13 安全要求

与电气因素有关的安全要求按 GB/T 27476.2 执行，与机械因素有关的安全要求按 GB/T 27476.3 执行。
