

高岭土综合利用的深加工工艺研究

魏永聪 陈亦可 杨少明 丁长荣 洪掌珠

(材料物理化学研究所)

摘要 根据高岭土矿物产品规格要求的多样性,设计并安装了一套多功能的深加工设备,其加工能力约为500T/年。报道了各个加工程序的工艺研究和典型范例的深加工效果。

关键词 高岭土,精制,加工设备

0 前言

高岭土矿源的成因和风化、蚀变及其存在的地质条件的不同,使得天然高岭土矿的粒级分布相差很大。既有大小不一的高岭土颗粒,又有品位较高的微细颗粒(如 $-2\mu\text{m}$)与矿中铁化合物、三水铝、细砂等杂质,相互附着而彼此包裹成大小不均的土团。同时,不同矿的同一粒级或同一个矿不同粒级,其矿相组成、矿物成分和伴存的杂质等也差异甚大。随着科技迅猛的发展,国民经济各部门对高岭土产品的粒级、组成等理化性质的要求越来越高,需求量也日益增大。比如造纸、橡胶工业所需的高岭土产品,就要求有不同规格(表1、2)。

表1 造纸、橡胶工业对高岭土成分的要求

用途	成分(%)									
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	SO ₃	Mn
造纸填料	≥49	≤36	≥0.8	≥0.05	≥0.06	≥0.25	≥2.1	≥0.2	≥2	
造纸涂料	≥48	≤37	≥0.5	≥0.03	≥0.04	≥0.16	≥1.1	≥0.1	≥2	
橡胶Rf ₀ (特级)	≥50	≤34								≥0.0045
橡胶Rf ₀ (四级)	≥70	≤18								≥0.007

本文1990-01-15收到。

表2 造纸、橡胶工业对粒级的要求

用途	粒 级 (um)				
	-2	-5	-10	+10	+44
造纸填料 (%)	>45			<12	<0.05
造纸涂料 (%)	>80			<0.2	<0.02
造纸高级涂料 (%)	>90		>98		0
橡胶填料 (%)			>90		>1
橡胶补强剂 (%)		>95		0	0

我国高岭土资源极为丰富, 尤其福建中小型矿遍及全省, 但高品位的优质矿不多。因此, 在对具体矿各粒级进行系统鉴别的基础上, 制定高岭土分散(或剥离)、分离、粒级分选等深加工生产工艺, 并根据各类矿分选的同粒级产品的理化性质, 或煅烧、活化, 或进行配矿, 生产适用于工业部门所需要的规格化产品, 是有效地综合开发利用高岭土矿产资源的关键。鉴于高岭土是一种较为复杂的天然矿物, 高岭土的深加工设备、工艺流程必须根据矿源的产状、性质的不同而定, 一套工艺流程不仅难以适应于各类高岭土矿的深加工生产, 而且, 即使同一个矿不同层次, 在深加工生产中也需要根据各种情况进行工艺调整。因此, 在拥有高分辨率的带能谱电子显微镜, 程控差热差重热谱仪, X射线分析仪, 原子吸收光谱仪, 粘土化验设备以及粘土分散、分离、粒级分选等完善的粘土鉴别和粘土深加工科研基础上, 研建用一套设备发挥多种功能作用, 即既可根据对高岭土产状、性质的系统鉴别和应用的要求, 变换不同深加工流程, 又可生产小批量供配矿或直接使用的各种规格化产品(符合粒级和矿物成分要求的产品), 这样的高岭土深加工工艺试验车间, 对于大规模开发综合利用高岭土矿产资源是十分必要的。我们结合系统的粘土鉴别研究, 对几个不同类型高岭土矿进行深加工中试生产研究, 生产了小批量(几百公斤)供开发研究使用的规格化产品。

1 研究内容

1.1 研究的预期目标

(1) 用一套可组合适应于高岭土综合利用深加工研究需要的工艺流程。

(2) 可生产供开发应用试验的小批量各种规格化的高岭土产品(造纸涂料、填料, 橡胶补强剂、填料, 精细陶瓷和陶塑复合材料的原材等)年产量500T。

1.2 基本操作单元设置及其功能要求

研究以细状原矿为对象, 以普通化工设备为代用设备。中试车间由以下基本操作单元(工序)组成。

(1) 泡矿除杂、粗工序 ①功能: 泡溶并洗出-50目的泥浆, 筛分出50-120目; 120-200目; -200目(-74um)三种粗产品。或采用606型橡胶除渣器分洗出-44um和+44um两种粗产品。生产能力为200-250Kg/台·h。②工序设置, 见图1。

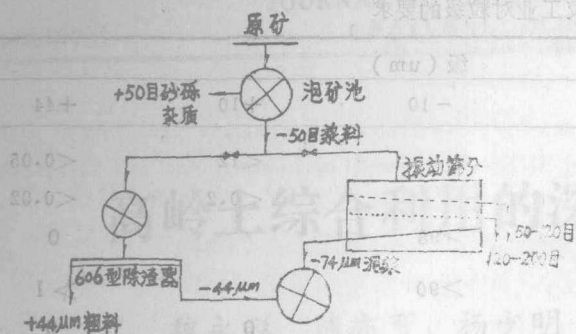


图1 泡矿除杂粗工序

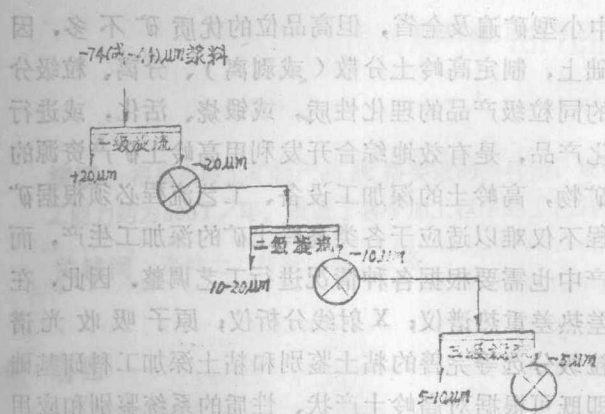


图2 水力旋流分离工序

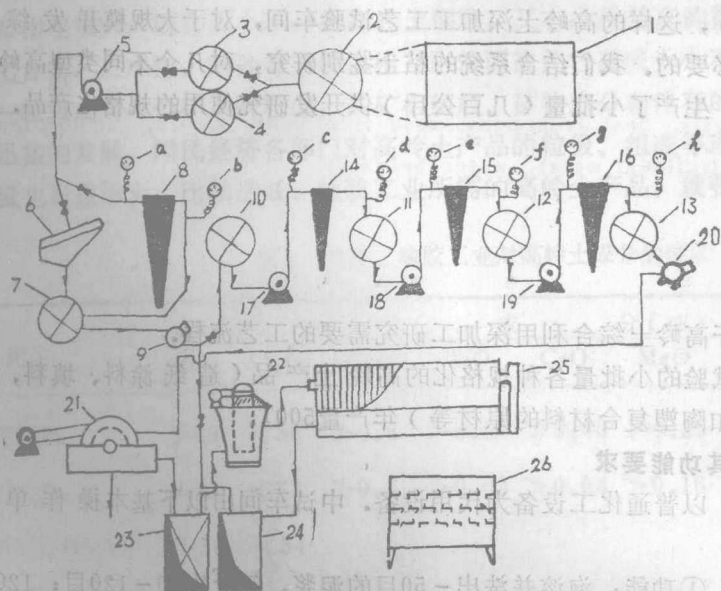


图3 工艺设备布局简图

(2) 粒级粗分工序 ①功能: 从 $-74\mu\text{m}$ (或 $-44\mu\text{m}$) 分离出 $-20\mu\text{m}$ 、 $-10\mu\text{m}$ 、 $-5\mu\text{m}$ $>90\%$ 以及 $10-20\mu\text{m}$ 、 $5-10\mu\text{m}$ 粒级的产品。②分级措施: 根据不同矿源的性质, 加入不同量的分散剂或调 pH, 使之充分分散, 而后用经改造的两支 600 型和一支 600-EX 型的橡胶除渣器组成既可独立又可串联使用的水力旋流分离系统, 并采用不同的喷渣口径和进出口压差而达到所需的分离目的。③工序设置: 见图 2。

(3) 粒级精分工序 通过 WL-350 SA 卧式离心机不同转速 (1800 转/min、2300 转/min、2800 转/min) 和进料浓度及加料量的调整, 可以从 $-10\mu\text{m}$ 级浆料分出 $-2\mu\text{m}$ $>50\%$ 、 $>80\%$ 、 $>95\%$ 的泥精及 $2-10\mu\text{m}$ 级的不同比例的次精泥。

(4) 脱水、干燥工序 采用 460 型滤泥机生产含水率 $27-30\%$ 的各种规格化产品的泥饼; 或烘、晒生产干土产品。

1.3 实验车间工艺设备布局

如图 3 所示。图中, 1 为 $1200 \times 70 \times 500$ 原矿料池; 2 为 $\phi 1000 \times 1000$ 泡矿池; 3 和 4 为 $\phi 1000 \times 1000$ 粗浆槽; 5 为 IBN 离心式泥浆泵; 6 为 370×750 振动筛; 7 为中间粗料槽; 8 为 606 型橡胶除渣器; 9 为 PQX-25 单相潜水电泵; 10, 11, 12, 13 为带搅拌机的各级旋流组料槽; 14, 15 为 600 型橡胶除渣器; 16 为 600-EX 橡胶除渣器; 17, 18, 19 为 IBN-27 离心泵; 20 为 3WZ-40 型移动泵; 21 为 WL-350SA 卧式螺旋卸料沉降离心机; 22 为 GM-62 单缸柱塞泵; 23 为 $\phi 1200 \times 1700$ 精泥贮料

器; 16 为 600-EX 橡胶除渣器; 17, 18, 19 为 IBN-27 离心泵; 20 为 3WZ-40 型移动泵; 21 为 WL-350SA 卧式螺旋卸料沉降离心机; 22 为 GM-62 单缸柱塞泵; 23 为 $\phi 1200 \times 1700$ 精泥贮料

池; 24为 $\phi 1200 \times 1700$ 多用料池; 25为460型铝合金滤泥机; 26为101 \times 4型烘箱; a, b, c, d, e, f, g, h分别为除渣器进出口压力表。

2 中试结果及讨论

2.1 中试的高岭土矿样成分(表3)

矿 样	成 分 (wt%)						原矿中粒级 (%)	
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	-74 μ m	-2 μ m
伏 口	58.8	26.8	1.58	0.082	0.28	2.3	34.3	7.9
A ₂	47.8	37.0	0.27	0.26	0.46	0.95	91.2	31.1

2.2 各工序中试结果及讨论

(1) 泡矿除杂、粗工序: 除杂、粗中试结果见表4。

表4 -74 μ m粗选结果			
淘洗率 (%)	矿 样	备 注	
	伏 口	A ₂	
小 试	34.3	97.2	小试为5 kg/h
中 试	34.0	96.0	中试为250 kg/h

从表4得知, 中试除杂, 粗效果既好又快。

(2) 水力旋流分选结果及讨论 ①分散方法的比较及讨论: 将15%的-74 μ m粗矿浆分别采用以下方法进行分散, 用沉降天平测其粒度分布, 比较其分散效果, 结果见表5。其中A为在100r/min下搅拌7 h; B为调土浆pH 7-9, (100r/min) 搅1 h; C为土浆加0.1g/100g土的分散剂, 调pH为8-9, (100r/min) 搅1 h。

表5 分散方法与分散效果比较

矿 样	分散方法	粒 度 分 布 (%)		
		-20 μ m	-10 μ m	-5 μ m
伏 口	A	<5	0	0
伏 口	B	79.7	70.0	54.2
伏 口	C	78.1	76.0	49.0
A ₂	A	<10	0	0
A ₂	B	22.8	15.0	10.1
A ₂	C	95.7	88.1	68.8

据表5讨论如下: (i) 低速的机械搅拌, 基本上不分散, 这说明天然高岭土的细颗粒通常与矿中的杂质附着而相互聚集为较大的土团, 单纯靠机械搅是无法使其较好的分散。 (ii) 不同类型高岭土有其相应的分散剂及分散条件, 必须根据具体矿的产状、性质的鉴别而决定。

②用不同方法分散的矿浆进行水力旋流分级分离的效果比较: 15%-74 μm 的伏口土浆, 经用以下方法分散后, 分别于600型橡胶除渣器进行水力旋流分级分离, 各取细样分析比较-10 μm 的百分数, 见表6。表中A为原矿浆; B为原矿浆在100转/min下搅拌1 h; C为原矿浆+0.18/100g土的分散剂, pH为7-9, 搅拌1 h(100转/min)

表6 旋流分级与分散方法关系

分散方法	除渣器压差 ΔP^* (Mpa)	±10 μm 含量 (%)		-10 μm 分离率 (%)
		+10 μm	-10 μm	
A		33.4	66.6	
B	0.1	23.0	77.0	79.7
C	0.1	16.5	83.5	89.3

* $\Delta P = P_{\text{入口}} - P_{\text{细样出口}}$

结果说明: (i)先经化学分散后进行水力旋流分级的效果比先进行水力旋流分级后, 再经化学分散的效果显著。(ii)电镜形貌观察发现, 先分散后分级的细料中绝大部为-10 μm 颗粒, 而先分级后分散的细料中大部分为20 μm 左右的土团粒。(iii)从表6 B, C中得知, 这种除渣器一次旋流, 可以从-74 μm 中分选出大部分为-20 μm 的预粒, 同时初步表明, 对这类矿, 化学药剂分散主要作用于20 μm 左右的土团。

③三级串联水力旋流分级效果: (i)试产条件: 10-20%的-74 μm 伏口土浆+0.1g/100g土分散剂, 调pH为7-9, 搅拌1 h(100转/min), 以600型橡胶除渣器为第一、二级, 600-EX橡胶除渣器为第三级, 前级分离细料为后级旋流原料。三级旋流分离结果见表7。

表7 三级水力旋流分离效果

旋流级数	$\Delta P = P_{\text{入}} - P_{\text{出}}$ (Mpa)	分 离 细 料		-10 μm 分离率 (%)
		固含量 (Wt%)	-10 μm (%)	
原样		10-20	61.6	100
一级	0.1	9.2	80.5	85.3
二级	0.2	7.4	98.4	80.7
三级	0.16	6.4	100	66.0

从表7中得知: (i)经两级水力旋流可从-74 μm 中分选出80%左右的-10 μm 接近100%的精泥, 同时说明此类除渣器若不经改进, 其极限分选粒级为10 μm 左右。(ii)旋流分选原料的固含量以小于20%为宜。

(3)精选工序——离心分选效果 ①离心分选试样: 以第二级水力旋流分选的细料, 分别配制A, B两种不同的离心分选试样, 试样有关参数见表8。

表 8 精选试样有关参数

试样	固含量 (Wt%)	粒 度 分 布	
		- 10um (%)	- 2 um
A	<10	100	67.4
B	>10	100	39.5

②离心分选试产结果：
离心机转速、进料量与粒级分选关系见表 9。

③讨论：(i)在原料浓<15%下，通过转速、加料量、原料浓度等参数的配合

表 9 离心机转速、进料量与分选效果

试样	进料量 (L/min)	1800r/min			2300r/min			2800r/min		
		浓度 (wt%)	- 2um (%)	- 2um (%)	浓度 (wt%)	- 2um (%)	- 2um (%)	浓度 (wt%)	- 2um (%)	- 2um (%)
A	Q*	3.07	96.2	48.5	2.24	98.3	36.1	1.76	98.6	28.7
A	1.5Q	3.64	96.1	57.5	3.03	98.9	49.7	2.40	99.1	39.7
A	2.0Q	4.06	92.7	62.4	3.19	99.5	57.9	3.19	98.0	52.6
A	2.5Q	4.14	92.6	64.0	3.50	96.9	56.6			
B	Q	3.03	99.5	52.0	3.12	99.7	51.8	1.79	99.0	26.9
B	1.5Q	4.47	95.1	75.1	4.39	100	74.6	3.53	97.6	53.7
B	2.0Q	4.94	87.0	75.9	4.61	95.1	74.9	3.81	97.3	57.9
B	2.5Q	5.19	86.6	80.3	4.73	89.7	73.5	4.05	93.4	53.6

Q* - 某一单位进料量 (L/min)

调整，该离心机可以生产 - 2 um>90%的几种规格化的高岭土产品。(ii)在相同进 料 浓 度下，转速越高，- 2 um的含量越高，但 - 2 um精泥的产量相对的较低。(iii)进料量大，精泥中 - 2 um含量相对的较差，但精泥的产率相对的提高，尤其低转速时更显著。(iv) - 2 um级含量低的原料，其分选浓度应适当提高些，但应根据矿的性质而定，不宜超过一定值。

(4)脱水干燥试产结果 - 2 um级精泥的压滤浓度属超细微粒过渡的研究 课题，目前工业上用的板框泥压机由于紧固件及滤片与板框等吻合精度较差，以及滤布密集度不高，难以直接应用于 - 2 um级泥饼的生产。为此，试产中采取以下措施，基本上解决了上述问题，直接生产出 - 2 um结合水率30%左右的精泥饼 (80Kg/次)。主要措施：(i)采用热封口法处理滤布口毛刺问题，并用某种油泥解决滤片紧固件精度，以及滤片、板框、滤布三者接触处的吻合问题。(ii)采用某种高聚物进行滤布处理，解决滤布密集问题。 - 2 um精泥的过滤干燥问题正在进一步研究中。

3 伏口、A₂高岭土深加工试产产品质量

经各工序分选后，几种规格化产品的成分见表10。

表10 规格化产品成分

矿 称	粒度 (um)	SiO ₂	AlO ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO
伏	74	58.8	26.8	1.58	0.083	0.28	2.3
口	10-44	73.7	20.8	0.93	0.065	0.40	2.2
高	5-10	62.8	29.4	1.15	0.11	0.58	2.4
岭	2-5	/	/	/	/	/	/
土	-2	49.4	38.9	2.01	0.085	0.11	2.4
A	74	47.8	37.0	0.27	0.26	0.46	0.95
(高)	10-44	52.0	32.9	0.32	0.33	0.57	1.67
岭	5-10	48.1	36.6	0.25	0.42	0.23	1.69
土	2-5	46.2	38.3	0.17	0.28	0.94	0.42
	-2	45.6	39.6	0.31	0.11	0.65	0.47

结果与实验室分析、鉴别基本上符合,这说明:中试实验车间各工序分散分离、粒级分选效果是好的,基本达到多功能深加工工艺的设计目的。

4 试产中有关简捷的检测方法

4.1 土浆固含量检测法

采用测一定体积浆料重量,通过计算求其固含量,代替繁杂又花时间的取样烘干差重法。计算公式:

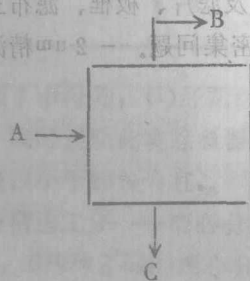
$$X(Wt\%) = \frac{2.6(W - V \cdot d)}{(2.6 - d) \times W} \times 100\%$$

式中, W 为 V 体积的土浆重量 (g); V 为土浆体积 (ml); d 为介质密度 (g/ml); 2.6 为高岭土密度 (g/ml)。

采用烘干差重法核对,结果吻合。

4.2 物料衡算简捷计算法

某粒级分选流程 (如水力旋流器、离心分离机等) 示意图见图 4。



A 为分选浆料; B 为分选的细浆料; C 为分选的粗浆料。

根据物料平衡:

$$W_A = W_B + W_C$$

$$W_A \cdot (Wt\%)_A = W_B \cdot (Wt\%)_B + W_C \cdot (Wt\%)_C$$

$$W_B = \frac{W_A [(Wt\%)_A - (Wt\%)_C]}{(Wt\%)_B - (Wt\%)_C}$$

$$W_c = \frac{W_A [(Wt\%)_A - (Wt\%)_B]}{(Wt\%)_C - (Wt\%)_B}$$

式中, W_A 、 W_B 、 W_C 分别为分选浆料、细浆料和粗浆料重(Kg); $(Wt\%)_A$ 、 $(Wt\%)_B$ 、 $(Wt\%)_C$ 分别为分选浆料、细浆料和粗浆料的固含量(重量百分浓度),可采用以上快速法测定。

再通过对分选料、细料、粗料的粒度分布测定,则可进行各分选粒级的物料计算。

5 评估

通过试车及几个不同类型高岭土矿深加工试产研究,可说明以下四点。①各工序设置、布局合理,使用灵活,各代用设备经改进或工艺参数调整后,基本符合设计要求。②可适应高岭土矿的不同产状、性质而进行多变的深加工生产工艺研究。并已研究制定了伏口、 A_2 、 B_2 等不同类型高岭土矿的深加工生产工艺,同时根据科研和工业上所需的规格化产品,已试产出百公斤级的几种高岭土产品。③可作为粘土深加工教学实习、科研小批量生产的三结合基地。④可为各类型高岭土矿综合利用提供可行性的深加工生产工艺和方案、设备配套选型以及生产经济核算等资料。

参 考 文 献

- [1] 张锡秋,高岭土,轻工业出版社,(1988)。
- [2] 王定芝,高岭土选矿和深加工外理,非金属矿,6(1988)。
- [3] 王定芝,高岭土填料深加工新工艺,国外非金属,2(1986)。
- [4] 崔超昭译,高岭土选矿(一),非金属矿,4(1984)。
- [5] 崔超昭译,高岭土选矿(一)、(二)·非金属矿,1-2(1985)。

Elaboration of kaolin for Its Comprehensive Utilization

Wei Yongcong Chen Yike Yang Shaoming

Ding Changrong Hong Changchu

(Institute of Material Physical Chemistry)

Abstract A set of multifunctional processing units for the elaboration of kaolin are designed and mounted so as to suit the diversity of kaolin minerals and the specification standards of kaolin products. This set of units have a processing capability amounting to 500 tons per year. The technologies of all the processing programs and the typical examples of the effects of elaboration are emphasized in this paper.

Key words kaolin, elaboration, processing units