高效石墨浮选剂的合成

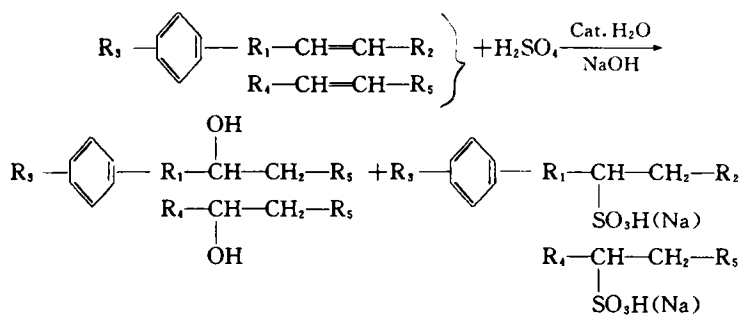
金　婵*　薛　玉　汪　进　刘欣荣　　秦英海
（哈尔滨工业大学应用化学系　哈尔滨 150001）　　（大庆石化总公司　大庆）

关键词　石墨，浮选剂，合成，混合烃

由于石墨具有良好的力学性能、导电、高熔点等性质，广泛用于原子能、宇航和民用工业. 隐晶质石墨属于微晶集合体，杂质嵌于微晶之间，难于去除[1,2]. 国内一直使用煤油作捕收剂，二号油（萜烯醇）作起泡剂[3,4]进行浮选. 经浮选的石墨产品品位低于 85%，回收率低于 65%.

我们利用大庆石油生产的副产物混合烃，加其它辅助成分，合成一种石墨浮选剂，效果较好，可使隐晶质石墨浮选的品位由 85%提高到 93%，回收率由 65%提高到 85%.

混合烃中含有饱和烃、不饱和烃和芳烃. 这些组分在催化剂作用下，控制引入磺酸基和羟基，合成的混合物对石墨浮选有捕集和起泡的双重作用. 新浮选剂合成过程中，各种条件及优化性能的选择，使浮选剂有良好的浮选效果. 其合成路线如下：



其中 $R_1 \sim R_5$ 为烷基

合成物中含有芳基磺酸盐、烷基磺酸盐、脂肪醇和芳香醇.

合成药品与测试仪器：混合烃（大庆石化总公司），催化剂（路易斯碱，自制），硫酸和氢氧化钠 AR；Nicolet 5DXC-FTIR 红外光谱仪.

将混合烃加热至 45℃，加入催化剂路易斯碱（BN），在搅拌下滴入硫酸，反应 3 h. 然后加水，并加热至 90 ℃，再加氢氧化钠，反应 2 h. 放入分液漏斗中进行分离. 芳烃不饱和物按上述条件反应后，再以适当比例复配，制成复合型石墨浮选剂.

结果与讨论

由于反应物中含有多种可与硫酸作用的活性基团，因此控制指定基团的反应比例是合成的关键. 研究表明，硫酸的浓度及用量将直接影响最终产物的浮选效果，从图 1 可见，硫酸的浓度为 60%，用量为 0.8（硫酸与反应物的摩尔比）时，浮选率达最佳值. （图中浮选率为品位与回收率的综合指标，以 100%计）.

所选的催化剂应能与硫酸作用，控制硫酸与混合烃的反应，使硫酸主要作用于混合烃的指

1995-05-09 收稿，1995-10-06 修回

定基团. 我们选择了路易斯碱(BN)作催化剂,并研究了BN的活性[5,6]、用量及工艺条件对产物的影响. 研究结果表明:BN用量为硫酸的25%,活性炭的用量为BN的45%时,浮选效果最佳.

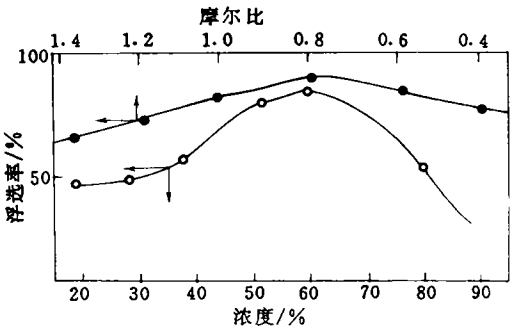


图1 硫酸的浓度和用量对浮选效率的影响

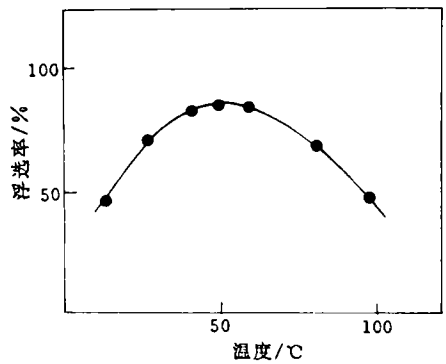


图2 温度对浮选效率的影响

反应时间过长,会引起烃类的聚合及其它副反应,时间过短,产物达不到预期的浮选能力. 实验表明:在同样的反应条件下,当反应时间为3 h时,产物的浮选效果最好.

温度过高时,粘度急剧上升,产物丧失浮选能力. 控制在45～60 ℃时,浮选率最高(见图2).

在H_2O/NaOH作用下,磺酸基被羟基取代. 控制引入羟基的比例,使产物中含有部分羟基,部分磺酸基,则产物具备起泡和捕收的双重性能. 当温度控制在90 ℃,时间以2 h为宜.

合成产物是一个混合物. 用于石墨浮选时,使石墨晶体上附着的泥土分离下来,并将除去杂质的石墨浮于表层,达到浮选的目的. 混合物中不同组分起的作用因结构而异. 为提高浮选率,于混合物中复配芳基磺酸盐,以调节各组分的比例. 实验表明,加入少量芳基磺酸盐,复合组分的浮选率明显提高.

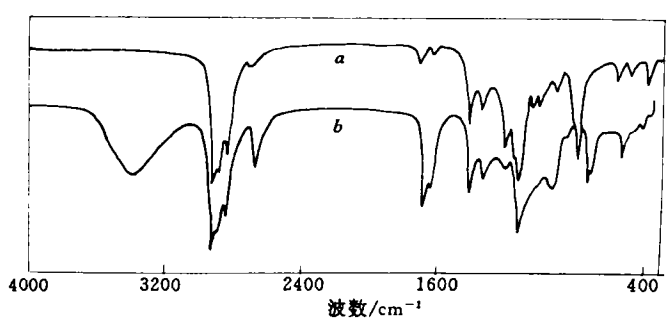


图3 反应物和产物的红外光谱

a. 反应物;*b*. 产物

图3为反应物和合成物的红外光谱. *a*谱在3400 cm^{-1}处无吸收,而*b*谱在此区域却有明显的吸收,说明已有羟基存在于产物中. 此外1080～1010,2600,700 cm^{-1}处的吸收分别归于S=O的对称伸缩振动,S−H的对称伸缩振动以及C−S的对称伸缩振动[7]. 对比*a*、*b*谱可以看出产物中含有羟基和磺酸基.

参 考 文 献

1 Fuerstenau M C. *Floatation*,1976;**1**:1

2 胡为柏. 浮选. 北京:冶金工业出版社,1983

3 李正忻. *矿产保护与利用*,1990;**2**:41

4 芦寿慈编著. 现代浮选理论及工艺. 武汉:武汉钢铁学院出版社,1981

5 Bronislaw J. *J Colloid Interface Sci*,1983;(2):32

6 Birdi K S. *J Colloid Interface Sci*,1982;(1):88
7 王宗时,何欣翔,孙殿卿编. 实用红外光谱学. 北京:石油化学工业出版社,1978:211～213

Synthesis of Highly Effective Floating Agent for Graphite

Jin Chan*, Xue Yu, Wang Jin, Liu Xinrong
(*Department of Applied Chemistry, Harbin Institute of Technology, Harbin* 150001)
Qin Yinghai
(*Daqing Petroleum Chemistry Incorporation, Daqing*)

Abstract A highly effective floating agent for graphite was synthesized with mixed hydrocarbons (by-products of petroleum) and some addendum agents. This floating agent increases the quality grade of floatation from 85% to 93% and recovery from 65% to 85%. Meanwhile, the relationship between the synthesized product and floatation efficiency was investigated. The structure of the product was determined by FTIR spectra.

Keywords graphite, floating agent, sythesis, mixed hydrocarbon

国际标准刊号:ISSN 1002-154X
国内统一刊号:CN32-1320/TQ

《化工时刊》杂志简介

《化工时刊》1987 年创刊,由南京信业集团股份有限公司与东南大学主办的国内首创综科技、经济、市场信息于一体的大化工科技与信息月刊。本刊提供信息面广量大、及时、准确、价值高,覆盖化学化工各个方面以及与之密切联系的医药、石油、冶金、建材、生物技术等学科。

《化工时刊》为企业、研究机构的规划开发、决策与生产经营服务,为大专院校的学科发展与人才培训服务,兼办科技咨询和广告。

《化工时刊》国内订户遍及各省市。创刊 8 年来,深受国内各有关厂矿企业,科研院校的领导、科技工作者、经营管理人员和高校师生的欢迎。本刊将一如既往,继续为广大读者服务。

《化工时刊》承接国内外化工及相关行业的各类广告,价格合理,重视客户的宣传需求,并提供优质服务。《化工时刊》杂志为电脑激光照排,胶版印刷。彩色广告使用进口双面铜版纸,并用德国进口彩印机印刷,印制精美。

《化工时刊》为月刊,大 16 开,48 页,每月中旬出版,国内外公开发行。1996 年国内定价:8 元/本,全年合计:96 元。