

УДК 622.765

ВЛИЯНИЕ ФЛОТАЦИОННЫХ РЕАГЕНТОВ И ТЕМПЕРАТУРНЫХ РЕЖИМОВ СУШКИ ВЛАЖНОГО ФЛОТОКОНЦЕНТРАТА НА ИЗМЕНЕНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ВЫСУШЕННОГО ПРОДУКТА



В. И. МАТВЕЕВ,
заведующий лабораторией сушки и грануляции,
канд. техн. наук
Vladimir.Matveev3@uralkali.com



А. Б. КРАЮХИН,
ведущий научный сотрудник



И. МАКСИМОВ,
научный сотрудник

Филиал АО «ВНИИ Галургии» в Санкт-Петербурге, Россия

Введение

Одним из самых распространенных способов получения гранулированного хлористого калия является прессование высушенного мелкозернистого хлористого калия на валковых прессах с последующим дроблением полученной спрессованной плитки и извлечением целевой (товарной) фракции на стадии классификации [1–3].

Мелкозернистый хлористый калий получают преимущественно флотационным способом с использованием различных реагентов. При этом реагентные режимы на фабриках делятся по сезону на летний и зимний режимы с различными расходами используемых реагентов.

В процессе сушки влажного флотоконцентрата в промышленных печах кипящего слоя (КС) происходит изменение его химического состава за счет температурной обработки материала и частично вследствие уноса пыли на газоочистку.

Остаточное содержание реагентов на поверхности зерен высушенного флотоконцентрата может оказывать влияние на физико-механические свойства материала, а следовательно,

Приведены результаты лабораторных исследований по оценке влияния содержания флотационных реагентов во влажном хлористом калии и температурных режимов его сушки на изменение физико-механических свойств (прессуемость, слеживаемость) высушенного флотоконцентрата, используемого для производства гранулированного хлористого калия.

Показано, что улучшение физико-механических свойств флотационного хлористого калия для прессования возможно за счет повышения на стадии сушки температуры в кипящем слое до 170–200 °С при температуре теплоносителя не менее 550 °С.

Ключевые слова: флотационный хлористый калий, флотационные реагенты, слеживаемость, прессуемость, сушка, лабораторная установка кипящего слоя.

и на процесс прессования при производстве гранулированного хлористого калия.

Целью настоящих исследований являлось определение влияния различных факторов (химический состав исходного материала, температурный режим сушки) на изменение физико-механических свойств высушенных продуктов.

Исследования по влиянию различных факторов на физико-механические свойства (слеживаемость и прессуемость) высушенного материала проводили в научно-исследовательских лабораториях АО «ВНИИ Галургии».

В лаборатории сушки и грануляции были разработаны методика проведения исследований и аппаратурно-технологическая схема лабораторной установки КС для проведения опытов по сушке влажного флотоконцентрата. Монтаж установки выполнен при участии специалистов лаборатории металлургии порошков алюминия Санкт-Петербургского политехнического университета.

Образцы влажного флотоконцентрата после проведения флотации сильвина первичными алкиламинами из калийной руды были подготовлены для выполнения опытов по сушке лабораторией флотации и реагентов.

Опыты по прессованию образцов высушенного флотоконцентрата и определение их физико-механических свойств выполнены лабораторией испытаний и стандартизации продукции.

Подготовка проб для проведения исследований

Для проведения опытов по сушке были подготовлены образцы материалов с различным содержанием реагентов:

- исходный влажный флотоконцентрат;
- дополнительно аминированный влажный флотоконцентрат;
- деаминированный влажный флотоконцентрат (с пониженным содержанием аминов);
- исходный влажный флотоконцентрат, дополнительно обработанный реагентом депрессором (Д).

Характеристика указанных образцов до сушки приведена в табл. 1.

В материале 4 расчетное содержание депрессора составляет 200 % содержания в исходном материале, в том числе 100 % внесено дополнительно.

В дополнительно наработанных образцах (материалы 6, 7, 8, 9 и 10) на 15 % было увеличено содержание эмульсии амина в исходном образце (при различном содержании аполлярного реагента (АР) и вспенивателя (ВС) в эмульсии относительно амина) и депрессора – т. е. смоделировано сезонное увеличение расхода реагентов в «летний» период. Также наработан образец материала, дополнительно обработанный раствором метасиликата натрия (МСН), тем самым смоделирована обработка влажного флотоконцентрата до сушки. Расход был задан исходя из существующей практики обработки влажного флотоконцентрата раствором МСН на промышленных объектах.

Таблица 1. Характеристика образцов материала для проведения исследований (влажный концентрат до сушки)

Материал	Характеристика материала	Содержание	
		H ₂ O _{общ} % (масс.)	Амины первичные, процент от содержания в исходном материале
1	Исходный	4,40	100
2	Деаминированный	3,78	38
3	Дополнительно аминированный	3,37	368
4	Дополнительно обработанный Д	3,40	78
5	Исходный (повтор.)	3,9	100
6	Исходный с увеличенным расходом эмульсии амина (АР – 20 % и ВС – 20 %)	3,9	112
7	Исходный с увеличенным расходом эмульсии амина (АР – 30 % и ВС – 20 %)	3,9	112
8	Исходный с увеличенным расходом эмульсии амина (АР – 30 % и ВС – 30 %)	3,9	112
9	Исходный с увеличенным расходом Д на 15 %	3,9	98
10	Исходный с обработкой раствором МСН	3,9	58

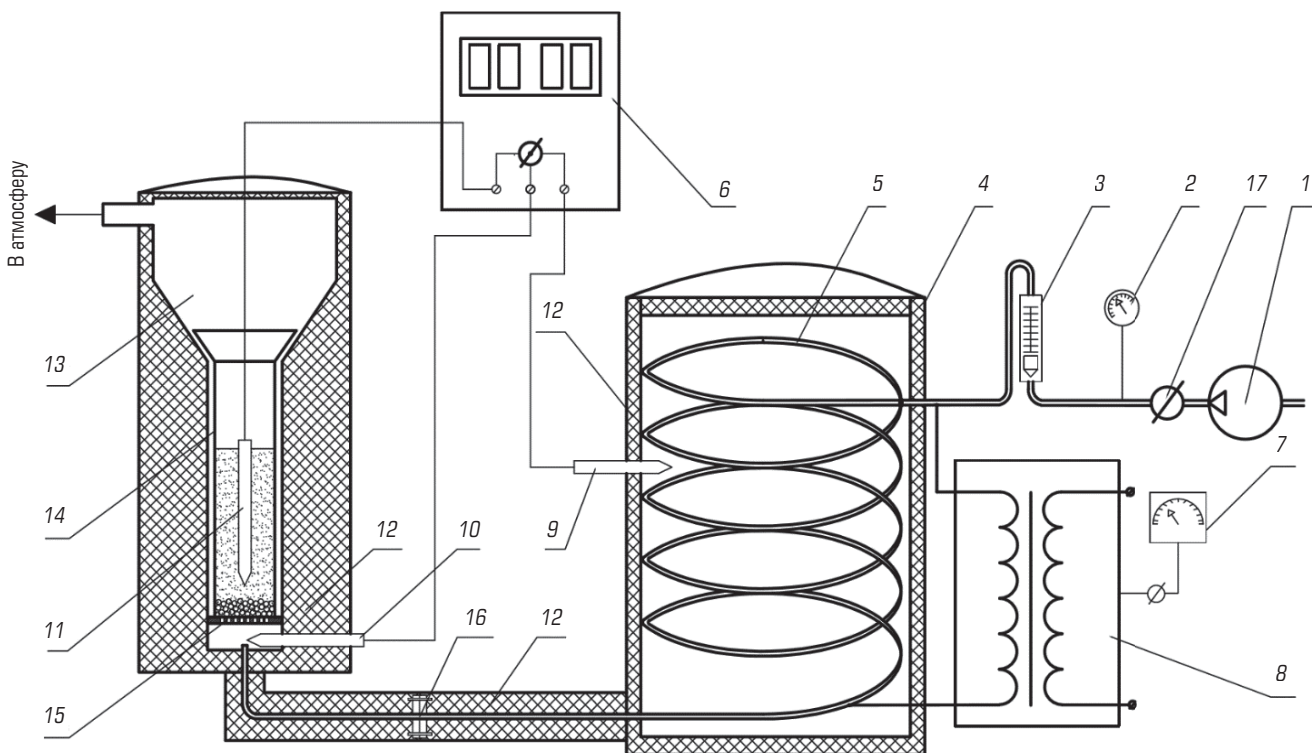


Рис. 1. Принципиальная схема лабораторной установки кипящего слоя:

1 – компрессор; 2 – манометр; 3 – ротаметр; 4 – кожух нагревателя; 5 – трубчатая спираль; 6 – приборная панель; 7 – амперметр; 8 – вариатор; 9, 10, 11 – термопары; 12 – тепло-изоляция; 13 – внешняя обечайка реактора; 14 – реактор кипящего слоя, внутренний диаметр 60 мм; 15 – газораспределительная решетка с отверстиями диаметром 2,7 мм; 16 – фланцевое соединение; 17 – регулирующий вентиль

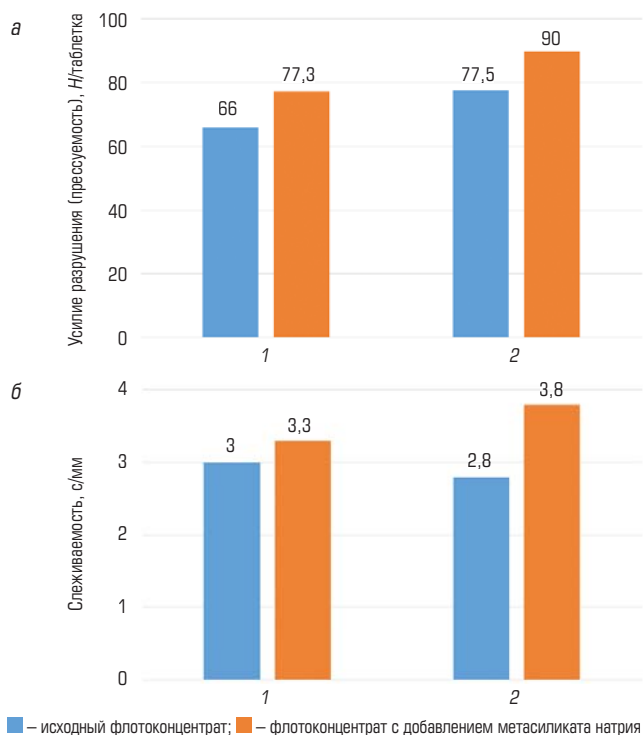


Рис. 2. Изменение усилия разрушения (прессуемости) (а) и слеживаемости (б) флотоконцентрата в зависимости от температурного режима сушки и добавления метасиликата натрия:

1 – температура в слое 150 °С, температура теплоносителя 310–315 °С; 2 – температура в слое 150 °С, температура теплоносителя 546–550 °С

Методика проведения опытов по сушке и определению физико-механических свойств высушенного материала

Опыты по сушке влажных флотационных материалов были проведены на лабораторной установке КС (рис. 1).

Теплоносителем являлся воздух, который подавали от компрессора в реактор через электрический калорифер. Температуру теплоносителя регулировали при помощи вариатора, подключенного к спирали, путем изменения напряжения.

Опыты проводили при различных задаваемых параметрах сушки. Температуру теплоносителя задавали 300 и 550 °С, что соответствует температурам теплоносителя существующих установок КС без внутренней футеровки (от топки до газораспределительной решетки) и с внутренней футеровкой (топки, газохода от топки до печи КС, а также самой печи КС) соответственно.

Температуру в КС задавали 150–200 °С, что соответствует верхним границам рабочего интервала температур кипящего слоя существующих установок КС для сушки флотоконцентрата.

Для уменьшения выноса пыли скорость теплоносителя изменяли по ходу проведения опытов. Для каждого образца исследуемого материала эмпирически были определены скорости теплоносителя, обеспечивающие минимальный пылевывос и устойчивое кипение как при загрузке влажного материала в реактор,

так и при сушке и нагреве материала до заданной температуры. Загрузку осуществляли по достижении температуры в реакторе 60 °С при скорости теплоносителя 1,4–2,5 м/с; по достижении температуры в кипящем слое 95–100 °С скорость теплоносителя снижали до 0,5–1,8 м/с.

После достижения заданной температуры в кипящем слое 150–200 °С реактор вынимали из обечайки, высушенный продукт выгружали из реактора.

Полученные пробы высушенного флотоконцентрата использовали для проведения опытов по определению физико-механических свойств продукта.

Поскольку технологический процесс грануляции полностью не моделируется на лабораторном оборудовании, для оценки изменения трендов физико-механических свойств были выбраны показатели слеживаемости и прессуемости. Данные показатели зависят от свойств вещества и могут служить критериями для качественно-количественной оценки физико-механических свойств исследуемого материала.

Показатель слеживаемости для образцов устанавливали в соответствии с существующей инструкцией по определению показателя слеживаемости мелкозернистых кристаллических продуктов.

Методика определения прессуемости высушенного материала была специально разработана для данных исследований. Она основана на определении усилия разрушения прессата (спрессованных таблеток). Измерения выполняли при температуре окружающего воздуха от +18 до +25 °С и относительной влажности воздуха от 30 до 80 %. Усилие прессования таблеток (прессата) первоначально подбирали таким, чтобы усилие, при котором происходит разрушение прессата из исходного продукта, находилось приблизительно в середине шкалы прибора, на котором таблетка в дальнейшем будет подвергнута разрушению. Спрессованные таблетки имели диаметр 16 мм и толщину 3,15 мм (масса одной таблетки 1,1 г). Для определения усилия разрушения спрессованную таблетку устанавливали на ребро на столик прибора ИПГ-1М, и усилие разрушения таким образом прикладывали по диаметру таблетки. За результат измерения было принято среднее арифметическое из 10 определений.

Результаты проведенных опытов

На рис. 2 приведено изменение показателей прессуемости и слеживаемости высушенного флотоконцентрата в зависимости от температурного режима сушки и добавления метасиликата натрия.

Как следует из рис. 2, добавление метасиликата натрия для связывания хлоридов магния и кальция в исходном продукте несколько повышает показатели слеживаемости и прессуемости материала, что делает оправданным использование данного реагента в технологии получения высушенного сырья для производства гранулированного хлористого калия. Повышение температуры теплоносителя с 310–315 до 546–550 °С дополнительно повышает прессуемость материала. С учетом погрешности определения показатель слеживаемости практически не изменяется.

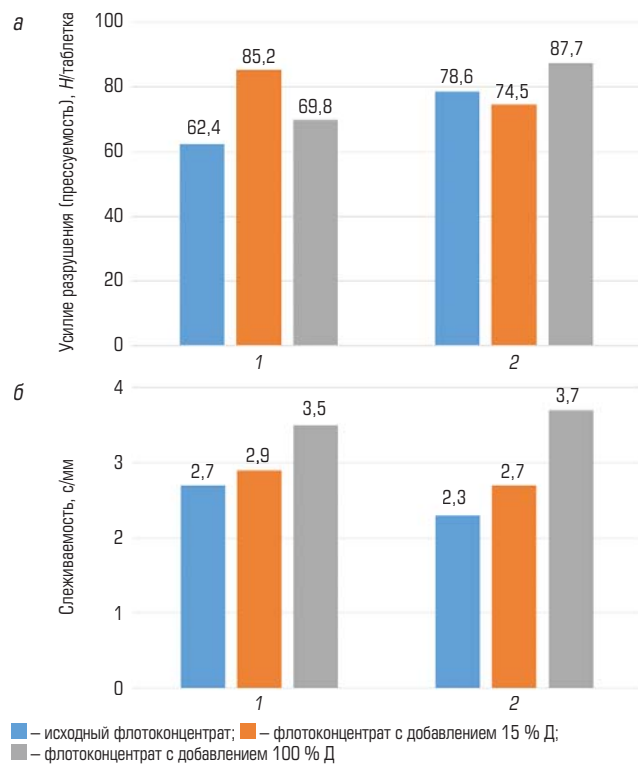


Рис. 3. Изменение прессуемости (а) и слеживаемости (б) флотоконцентрата в зависимости от температурного режима сушки и добавления депрессора (Д):

1 – температура в слое 150–151 °С, температура теплоносителя 301–315 °С; 2 – температура в слое 150–151 °С, температура теплоносителя 546–562 °С

На рис. 3 показано изменение показателей прессуемости и слеживаемости высушенного флотоконцентрата в зависимости от температурного режима сушки и добавления депрессора.

Как следует из рис. 3, а, в исследуемых пределах указанных параметров на прессуемость материала практически не влияет ни расход депрессора, ни температурный режим сушки. Таким образом, возможное повышение депрессора в цикле сильвиновой флотации не сказывается на процессе прессования получаемого флотоконцентрата.

С учетом погрешности определения слеживаемости можно сказать, что данный показатель также не изменяется (см. рис. 3, б).

На рис. 4 приведено изменение показателей прессуемости и слеживаемости высушенного флотоконцентрата в зависимости от температурного режима сушки и увеличения содержания первичных аминов.

Как следует из рис. 4, а, добавление первичных аминов в количестве 15 % к исходному флотоконцентрату практически не сказывается на прессуемости материала.

Соотношение в эмульсии АР и ВС сказывается незначительно. Повышенное значение прессуемости при соотношении АР:ВС = 1 (см. опыт 3, рис. 4, а) при температуре в слое 150 °С, очевидно, связано с погрешностью измерений. Изменение

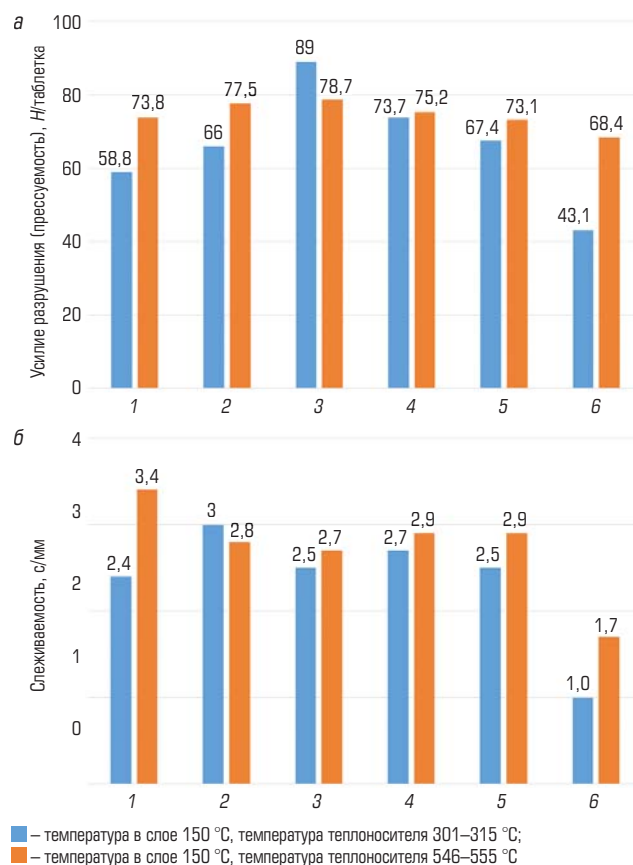


Рис. 4. Изменение прессуемости (а) и слеживаемости (б) флотоконцентрата в зависимости от температурного режима сушки и добавления первичных аминов (с различным соотношением в эмульсии аполярного реагента и вспенивателя):

1, 2 – исходный флотоконцентрат; 3 – расход амина увеличен на 15 % (АР-20 %, ВС-20 %); 4 – расход амина увеличен на 15 % (АР-30 %, ВС-20 %); 5 – расход амина увеличен на 15 % (АР-30 %, ВС-30 %); 6 – расход амина увеличен на 370 %

температуры теплоносителя с 300 до 550 °С положительно сказывается на прессуемости материала.

Иными словами, сезонное увеличение расхода амина на стадии сильвиновой флотации не должно приводить к заметному снижению показателей прессования. Изменение состава эмульсии амин-аполярный реагент-вспениватель, используемой на стадии сильвиновой флотации, также не влияет на прессуемость высушенного флотоконцентрата.

При увеличении первичных аминов до 370 % исходного содержания прессуемость резко снижается. Начинает заметно сказываться изменение температуры теплоносителя. Аналогично прессуемости изменение слеживаемости заметно меняется только при добавлении амина 370 % (см. рис. 4, б).

В табл. 2 приведены дополнительные данные по опытам с сушкой материалов с различным исходным содержанием аминов и температурой в кипящем слое 200 °С.

Как следует из данных табл. 2, повышение прессуемости материала достигается при увеличении температуры теплоносителя с 300 до 550 °С, а также повышении температуры в кипящем слое с 150 до 200 °С.

Можно сделать вывод, что повышение температуры материала в кипящем слое и увеличение температуры теплоносителя в большей степени сказываются на прессуемости материала, чем содержание аминов в исходном продукте. По-видимому, это связано с возможностью удаления избыточного содержания амина при повышении температуры теплоносителя до 550 °С и температуры в кипящем слое до 200 °С.

В целом по выполненным опытам можно отметить заметный разброс данных по показателю слеживаемости, обусловленный высокой погрешностью метода. Более подходящим для подобных исследований представляется использование показателя прессуемости.

Заклучение

На лабораторных установках в научно-исследовательских лабораториях АО «ВНИИ Галургии» проведены комплексные исследования по изучению влияния различных факторов на физико-механические характеристики сырья для получения гранулированного хлористого калия.

Получены образцы хлористого калия с различным содержанием флотационных реагентов, моделирующие различные режимы работы флотационной фабрики. Выполненные исследования по сушке и прессованию полученных образцов показали, что:

- при увеличении температуры теплоносителя и температуры в кипящем слое прессуемость высушенного продукта повышается;
- сезонное изменение концентрации аминов (увеличение на 15 %) практически не сказывается на изменениях показателей слеживаемости и прессуемости;
- добавление депрессора в материал в расчетном количестве 200 % исходного готового продукта практически не приводит к снижению показателей слеживаемости и прессуемости в высушенном материале.

Результаты выполненных исследований применительно к получению гранулированного хлористого калия показывают,

Таблица 2. Прессуемость высушенного флотоконцентрата в зависимости от температурного режима сушки и содержания первичных аминов в материале до сушки

Материал	Температура в кипящем слое, °С	Температура теплоносителя, °С	Усилие разрушения (прессуемость), Н/таблетка
1 (исходный)	150	305–308	58,8
	200	300–312	65,5
	150	550	73,8
	200	551–560	79,7
2 (деаминированный)	150	298–304	57,2
	200	540–546	77,7
3 (дополнительно аминированный)	150	301–308	43,1
	200	304–312	57,2
	150	550–555	68,4
	200	550–555	91,1
Среднее по материалам 6, 7, 8 (расход амина увеличен на 15 %)	150	303–315	70,6
	150	553–555	75,7

что улучшение физико-механических свойств материала для прессования возможно за счет повышения на стадии сушки температуры в кипящем слое до 170–200 °С при температуре теплоносителя не менее 550 °С. При промышленном производстве данные температурные режимы сушки позволят в значительной мере нивелировать влияние остаточных флотационных реагентов в хлористом калии (например, при изменении реагентного режима работы флотационной фабрики) на процесс прессования.

Наиболее эффективно такие режимы сушки могут быть использованы на промышленных печах КС, имеющих футеровку подрешетного пространства печи, а также газохода от топки до печи.

Библиографический список

1. Кочетков В. Н. Гранулирование минеральных удобрений. – М.: Химия, 1975. – 224 с.
2. Кувшинников И. М. Минеральные удобрения и соли: свойства и способы их улучшения. – М.: Химия, 1987. – 256 с.
3. Козел З. Л., Рогозин М. Д., Гойко Н. А., Захарова Ю. М. Исследование физико-механических свойств хлористого калия // Горный журнал. 2007. № 8. С. 86–88. [ГЖ](#)



Калий хлористый