

УДК 504.06: 541.18: 622.3

## **ЛАБОРАТОРНЫЕ МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ ЭФФЕКТИВНОСТИ ДЕЙСТВИЯ ФЛОКУЛЯНТОВ**

Д.В. Фролов, аспирант кафедры ОПИ КузГТУ

Научный руководитель: В.С. Фролов, руководитель направления «обогащение углей» ООО БАСФ, Москва

Современные производственные процессы, в том числе и процессы обогащения полезных ископаемых, предусматривают сгущение и обезвоживание шламов.

Целью при этом является оптимальное разделение жидкой и твердой фаз при максимально возможной чистоте жидкой фазы и наиболее низкой влажности сухого вещества твердой фазы.

Для достижения этой цели при сгущении угольно-глинистых суспензий в радиальных сгустителях, а также при обезвоживании шлама на камерных и ленточных фильтр-прессах, дисковых вакуум-фильтрах, центрифугах применяются органические синтетические флокулянты.

Флокулянты ряда MAGNAFLOC® химического концерна BASF отвечают этим многогранным требованиям: оптимальная надежность процесса, максимально возможная чистота осветленной фазы, наибольшее содержание твердого, разумная стоимость полимеров.

Так как обрабатываемые шламы имеют различный состав, флокулянты ряда MAGNAFLOC имеют заряд от высокоанионного через неионогенный до высококатионного.

Диапазон молекулярной массы этих продуктов также очень широк: от низкомолекулярных (ок. 1 млн.) до высокомолекулярных (ок. 27 млн.) [1].

Для подбора наиболее эффективного в экономическом и технологическом смысле продукта необходимы длительные лабораторные испытания.

Лабораторные испытания по применению синтетических флокулянтов делятся на общие и зависящие от применяемого обезвоживающего оборудования.

### **Общие лабораторные испытания.**

Необходимо определить параметры исследуемого шлама или суспензии. При этом исследуются следующие величины: значение CST (время капиллярного всасывания), потери на испарение, уровень pH, температура, содержание сухого вещества.

Эти данные необходимы, чтобы при изменении работы флокулянта можно было сделать выводы о причинах такого изменения.

### **Специальные лабораторные испытания.**

Разделение твердой и жидкой фаз осуществляется с помощью сгустителей, центрифуг, ленточных и камерных фильтр-прессов. Для каждого кон-

кретного случая применения разработан специальный метод лабораторных исследований.

### **Приготовление лабораторных растворов.**

При различных лабораторных опытах применяются, как правило, 0,05-0,1 процентные водные растворы (в пересчете на активное вещество полимера). По способу приготовления различают растворы из твердых полимеров, дисперсий и полимеров на водной основе.

При приготовлении лабораторных растворов из флокулянтов ряда MAGNAFLOC®, важную роль играет смачивание частиц при интенсивном перемешивании, что предотвращает гелеобразование.

Количество полимера, необходимое для растворения, взвешивают на лабораторных весах. Это количество с добавлением примерно половины количества воды, требующегося для приготовления раствора, в течение нескольких секунд осторожно вводится в турбулентный, перемешиваемый поток. Примерно через 60 секунд интенсивного перемешивания продукт достаточно увлажнен и распределен в воде. Затем скорость перемешивания снижают до 100-200 об/мин. Примерно через 10 мин в раствор добавляют оставшееся количество воды и продолжают перемешивание.

Раствор становится однородным после 45 мин созревания, он более не содержит твердых частиц и готов к употреблению.

### **Опыт на образование флокул.**

Этот лабораторный опыт служит для оценки флокуляции шламов и взвесей. На его основании делается предварительный подбор флокулянтов для проведения специальных лабораторных исследований.

В процессе опыта оцениваются структура и размер, образующихся флокул, их стабильность, чистота фильтрата, отделение воды и требуемое количество перемешиваний. Исследование дает также представление о необходимых количествах расхода флокулянта.

Как правило, неорганические взвеси и шламы, такие как, например, гидроксидные шламы, глинистые взвеси, угольные промывные воды, мелкодисперсные суспензии, образуемые при промывке песка и гравия, и т.д., образуют флокулы при обработке преимущественно анионными или неионогенными флокулянтами.

Органические взвеси и сгущенные шламы, такие как активный ил, сапропель, а также мелкодисперсные глинистые суспензии обрабатываются, как правило, катионными флокулянтами.

Для проведения опыта на образование флокул используются лабораторные растворы, приготовление которых описано выше.

В качестве необходимого оборудования используются мерные стаканы объемом 250 мл, мерные пипетки, мерные цилиндры объемом 100 мл.

В ходе опыта, с помощью мерного цилиндра отмерить 100 мл исследуемой пробы и перелить в мерный стакан объемом 250 мл. В другой стакан дозируется тестируемый флокулянт в количестве, соответствующем содержанию сухого вещества в пробе. Затем взвесь или шлам смешивается с флоку-

лянтном путем равномерных переливаний из стакана в стакан до тех пор, пока не прекратится образование флокул. Чтобы оценить структуру и стабильность флокул, переливания из стакана в стакан повторяют в более энергичном режиме.

Для определения необходимой дозировки рекомендуется применять продукт средней ионогенности. Повышая или понижая дозировку, можно достичь оптимального количества, применяемого флокулянта. После определения оптимальной дозировки все тестируемые флокулянты исследуются по этому методу.

### **Опыт по центрифугированию шлам.**

Шламы и взвеси часто обезвоживаются или сгущаются с помощью центрифуг. В этом случае из-за возникающей высокой центробежной силы предъявляются особые требования к стабильности флокул, а, значит, и к флокулянтам.

Флокулянты, подобранные в ходе опыта на образование флокул, исследуются по методике центрифугирования в комбинации с опытом на фильтрацию, чтобы определить их техническое соответствие конкретному случаю применения. Этот метод исследований дает представление об ожидаемой стабильности флокул в той степени, как она необходима для обезвоживания шлама с помощью центрифуги.

В качестве оборудования используется: прибор для теста на фильтрацию (типа АСМ); мерный цилиндр (250 мл), шприцы для раствора флокулянта и воды, секундомер, Tefal Quick Foodmaster Typ 8502, таймер, мерные стаканы.

В нижнюю часть Quick Foodmaster (прозрачный резервуар) наливается раствор флокулянта (0,20 % активного вещества) в количестве, необходимом для обработки 200 мл шлама (как определено в предварительных тестах). Затем раствор разбавляется водой до объема 50 мл. В конце добавляется 200 мл исследуемого шлама. Затем вставляются лопасти мешалки, верхняя крышка, подсоединяется привод, и таймер устанавливается на 3 сек.

После окончания работы прибора отсоединяется привод, снимаются верхняя крышка и лопасти мешалки, и флокулированная проба переливается в прибор для опыта на фильтрацию, одновременно включается секундомер. Ровно через 30 сек. находящийся под прибором мерный цилиндр вынимается и фиксируется количество полученного фильтрата. Полученное значение вносится в таблицу результатов. Все использованные емкости приборов тщательно промываются водой и готовятся для дальнейших исследований. В следующем тесте дозировка увеличивается на 25 г активного вещества на м<sup>3</sup> шлама. Если при этом будет получен больший объем фильтрата, чем в предыдущем опыте, серия опытов с повышением дозировки флокулянта (на 25 г активного вещества на м<sup>3</sup> шлама в каждом последующем измерении) продолжается до тех пор, пока объем фильтрата не станет меньше, чем в предыдущем опыте. Если объем фильтрата, полученный во 2-ом опыте меньше, чем в 1-ом, то дозировку необходимо уменьшать на 25 г активного веще-

ства на м<sup>3</sup> шлама в каждом последующем опыте до тех пор, пока повышается объем получаемого фильтрата.

Флокулянты, подобранные в ходе опыта на образование флокул исследуются по методике центрифугирования в комбинации с CST-тестом, чтобы определить их техническое соответствие конкретному случаю применения. Этот метод исследований дает представление об ожидаемой стабильности флокул в той степени, как она необходима для обезвоживания шлама с помощью центрифуги.

### **Опыт фильтрации шламов на CST.**

В приборе, измеряющем CST (скорость капиллярного всасывания), используется капиллярная впитывающая способность специальной фильтровальной бумаги, что позволяет исследовать способность шлама к обезвоживанию. Отделившаяся от шлама вода смачивает размеченные участки бумаги за определенное время, которое фиксируется прибором CST в секундах. При оптимальном кондиционировании шлама вода из-за образования больших стабильных флокул плохо отделяется и дает низкие значения CST, в то время как высокие значения CST соответствуют неудовлетворительным условиям обезвоживания.

Используется измеритель CST с вспомогательными материалами, измерительная ячейка с диаметром дна 10 мм, мерные стаканы (250 мл), мерный цилиндр (100 мл), секундомер, мешалка 1 000 об/мин и мешалка для разрушения флокул.

Исследуемая проба (100 мл) смешивается с раствором флокулянта (0,10 - 0,20 % активного вещества) в количестве, необходимом для обработки 200 мл шлама (как определено в предварительных исследованиях), и в течение 10 секунд обрабатывается с помощью мешалки при скорости 100 об/мин. Затем появляются результаты CST-измерений исследуемой пробы.

Та же самая проба обрабатывается в течение еще 10 секунд, затем повторяется измерение CST. Перед третьим и, если необходимо, четвертым замером проба обрабатывается в течение 10 или 30 секунд.

При правильной дозировке флокулянта эти три или четыре значения образуют восходящую линию. Пологая линия указывает на высокую стабильность флокул, крутая линия обозначает низкую стабильность. При одинаковом поведении нескольких продуктов различие между ними можно выявить, уменьшая дозировку продукта.

### **Опыт по фильтрации шламов.**

Данный метод используется для подбора флокулянтов для процессов обезвоживания или сгущения на ленточных и камерных фильтр-прессах и аналогичном оборудовании. В подобных случаях большое значение приобретают быстрое отделение воды с низким содержанием твердого, высокая стабильность флокул и высокое содержание твердого вещества в осадке.

Для подбора продукта исследуется процесс кондиционирования по методу фильтрации с помощью ситовой ленты. Этот метод позволяет судить о

фильтрации, стабильности кека, качестве фильтрата и отделении кека от лент.

Необходимым оборудованием для данного опыта является: прибор для фильтрования, гиря 10 кг, мерные цилиндры 500 и 250 мл, мерный стакан 1 л, секундомер.

К 500 мл исследуемого шлама добавляется ранее подобранный флокулянт (0,1% раствор) и перемешивается осторожным переливанием до полного образования флокул. Флокулированный таким образом шлам подвергается нагрузке путём энергичных переливаний определенное количество раз (например, 4 раза), затем фильтруется через стандартное сито, площадь фильтра 150 см<sup>2</sup>. Речь идет о стандартном сите, которое обычно применяется на фильтр-прессах.

Во время фильтрации фиксируется время, необходимое для получения 100 мл фильтрата. Кроме того, замеряется количество фильтрата через 60 секунд. В отличие от первого замера (время для получения 100 мл фильтрата), в данном случае вычитается объем раствора флокулянта, примененного для флокуляции исследуемого шлама.

Через 90 секунд исследуемая проба вынимается и визуально оценивается стабильность осадка. Через 120 секунд устанавливается второе значение объема фильтрата нетто.

Для испытаний на обезвоживание образовавшийся кек отжимается в течение 180 секунд с помощью 10 кг гири. Затем замеряется общее количество фильтрата нетто. После отжима оценивается отделение кека от сита.

В случае сгущения отжим кека не производится, а фильтрация продолжается в течение еще 180 секунд, затем производится замер общего количества фильтрата нетто. Если процесс обезвоживания идет активно, интервалы времени между замерами должны быть существенно сокращены.

И в одном и в другом случае после окончания опыта должна быть произведена оценка фильтрата на чистоту и содержание твердых частиц. Быстрая и высокая отдача фильтрата свидетельствует о хорошем протекании процесса обезвоживания, как это необходимо для сгущения и обезвоживания в промышленных условиях. При корректном проведении тестов остаются, как правило, один или два продукта, которые подходят для обезвоживания или сгущения и демонстрируют наивысшие технологические показатели при наибольшей экономической эффективности.

Приведённые в статье методики, позволяют правильно выбрать флокулянт, который будет наиболее эффективен в каждом конкретном методе обезвоживания.

### **Список литературы:**

1. Frolov V.S. Application of Magnafloc Flocculants in the Process of Thickening and Dewatering at Coal Preparation Plants// XVII. International COAL preparation congress (1-6 october 2013.). – Istanbul, Turkey. - P. 449-452.