

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИСПЕРСНОГО СОСТАВА ЭМУЛЬСИИ НА ЛАЗЕРНОМ АНАЛИЗАТОРЕ «ANALYSETTE 22»

Леляева Г.Е. студент гр. ОПс-151, V курс
Вахонина Т.Е., ст. преп. кафедры ОПИ
М.С. Клейн, д.т.н., профессор кафедры ОПИ
Кузбасский государственный технический университет
имени Т.Ф. Горбачева
г. Кемерово

При флотации угольных шламов широко применяются аполярные сорбенты, такие как керосин, термогазойль и другие продукты нефтепереработки. Аполярные сорбенты практически нерастворимы в воде, поэтому важной характеристикой, определяющей флотационную активность используемого реагента, является дисперсность эмульсии флотореагентов в воде. Чем выше дисперсность аполярного реагента, тем меньше размер и больше количества его капель в воде, а, следовательно, увеличивается число столкновений капель реагента с угольной поверхностью и закрепления его на ней. В результате, мелкие капли масла более равномерно и в большем количестве адсорбируются на поверхности угольных частиц, что приводит к увеличению выхода концентрата и сокращению расхода масляного сорбента.

Механизм эмульгирования нерастворимой жидкости в воде заключается в следующем. В аппарате с механическим перемешиванием, содержащем двухфазную систему типа жидкость - жидкость, под воздействием разности динамических напоров происходит деформация и дробление капель, а также их столкновения и коалесценция. Дробление капель может происходить как в ядре турбулентного потока жидкости, так и вблизи твёрдых поверхностей аппарата. Акт дробления капель имеет случайный характер, обусловленный двумя обстоятельствами: случайному характером изменения пульсационной скорости жидкости в окрестности капли и вероятностью нахождения капли в той или иной зоне (зоны характеризуются локальными величинами диссипации энергии) аппарата.

В аппаратах выделяют две зоны - зону мешалки и основную зону аппарата, в пределах этих зон предполагается выполнение условий однородной и изотропной турбулентности [1]. Каждая из выделенных зон характеризуется объёмами и локальными величинами диссипации энергии.

В объёме реального аппарата с механическим перемешиванием распределение диссипации энергии ε_0 весьма неоднородно. Величина диссипации энергии в зоне мешалки на много больше объемной ε_0 . Из этого следует, что размер наибольших капель в основной зоне аппарата в несколько раз больше

аналогичной величины для зоны мешалки, что связано с большей вероятностью дробления больших капель в зоне мешалки, а вероятность дробления наибольших капель в основной зоне аппарата пренебрежимо мала [2].

Так же, для получения мелкодисперсной эмульсии в аппарате с неоднородным распределением диссипации энергии, можно увеличить время эмульгирования, что в свою очередь увеличит вероятности прохождения и дробления капель при их нахождении в зоне турбулентного потока жидкости.

С увеличением интенсивности перемешивания удается добиться вовлечения более вязких углеводородов в объем эмульсии и получить достаточно равномерное распределение дисперсной фазы по объему.

Для определения дисперсности масляных собирателей в воде применяются различные методы: оптический, микроскопический, расчетный и др.

Метод лазерной дифракции сравнительно новый и имеет ряд преимуществ по сравнению с классическими оптическими методами, а именно:

- высокая скорость, точность и автоматизация выполнения анализа, значительное сокращение времени проведения анализа – до 1–3 мин;
- определение крупности капель в широком диапазоне размеров (от 0,05 до 1000 мкм), в т. ч. с использованием любых классификационных шкал.
- устройство прибора и программное обеспечение позволяют рассчитать (построить модель) форму капель, определить расчетные величины среднего арифметического диаметра $D[1,0]$, средний по объему диаметр $D[4,3]$, средний по площади поверхности диаметр $D[3,2]$, отношение которых, вероятно, может быть использовано для идентификации образцов и т. д.;
- высокая точность и воспроизводимость результатов анализа за счет 110 каналов измерения;
- полностью автоматический анализ с наглядным отображением результатов на экране: графики, таблицы, модели, наличие встроенного программного пакета для статистической обработки результатов измерений и др.

Оценку дисперсности эмульсии осуществляли на лазерном дифракционном анализаторе «Analysette 22», использующем физический принцип дифракции электромагнитных волн, при котором параллельный свет лазера рассеивается под фиксированными пространственными углами, зависящими от размера и оптических свойств частиц. Линзы фокусируют рассеянный концентрический свет на фокусную плоскость, где детектор измеряет спектр Фурье (распределение световой энергии). Программное обеспечение позволяет вычислять распределение размеров частиц с помощью комплекса математических методов в соответствии с теорией Фраунгофера или теории Ми. Основным устройством прибора является измерительный блок, который содержит лазер, многоэлементный детектор, ванну из нержавеющей стали для проб, измерительную ячейку, соединенную с ванной гибкими шлангами и установленную на перемешивающее устройство, позволяющее ячейке перемещаться в оба крайних положения. При увеличении расстояния между измерительной ячейкой и детектором можно измерять более крупные частицы, а уменьшение расстояния позволяет измерение частиц размера меньше микро-

на без сложных линзовых систем. Ванна снабжена источником ультразвука, механической мешалкой и центробежным насосом для создания высокой скорости потока измеряемой эмульсии в измерительную ячейку и обратно.

В качестве рабочей жидкости в блоке диспергирования использовалась дистиллированная вода. Количество измеряемого образца эмульсии в блоке мокрого диспергирования определяется срабатыванием детектора насыщения, порог которого установлен в диапазоне от 7 до 10 %. Для повышения точности измерений на каждой пробе эмульсии проводили последовательное пятикратное сканирование с включением ультразвука для очистки поверхности.

При помощи диспергирующего устройства эмульсия подается в измерительную ячейку и проходит сквозь лазерный луч. Свет, рассеянный пропорционально размеру капель, посредством линзы фокусируется на детектор. По распределению рассеянного света при помощи математики рассчитывают распределение капель по их размерам. В результате получают объемные доли, соответствующие эквивалентным диаметрам при лазерной дифракции.

Различают два способа оценки результатов измерений:

- накопительная кривая распределения $Q_3(x)$ указывает на стандартизированное общее распределение количества всех капель с эквивалентным диаметром меньше и равны x . Каждая точка распределения на кумулятивной кривой показывает количественную составляющую суммы всех частиц между x_{min} и x .

- кривая плотности распределения $dQ_3(x)$ является первой производной $Q_3(x)$. Часто она имеет форму колокола и носит одномодальный характер распределения, однако кривые плотности распределения могут быть с двумя или более пиков и носить бимодальный характер распределения.

На рис.1, показан пример графического дифференцирования.

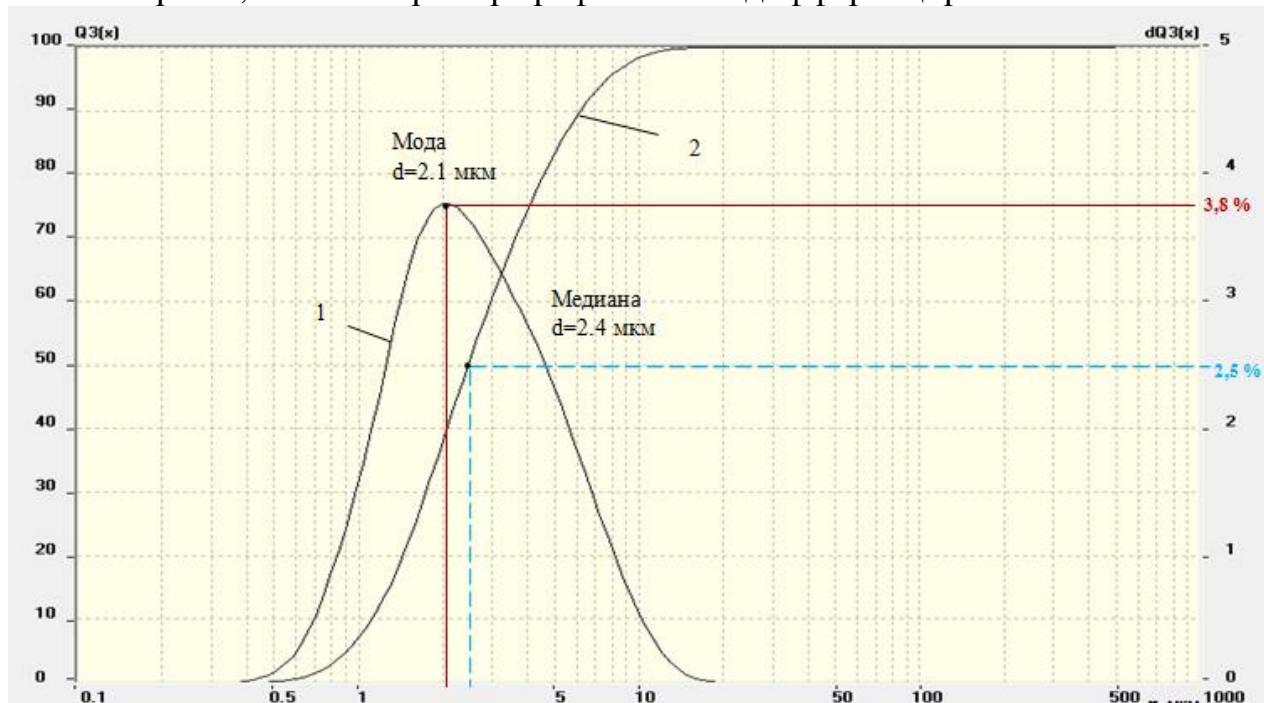


Рис. 1. Графическое представление результатов измерений
1- дифференциальная кривая; 2 – интегральная кривая.

По графикам рисунка 1 можно определить два параметра, которые часто используются для характеристики распределения экспериментальных результатов:

- медиана показывает значение размера капель в количестве менее 50% и долю капель медианного размера;
- мода показывает размер капель, при котором кривая q достигает своего максимума и долю капель модального размера.

Построение интегральной кривой 2 проводят откладывая на графике значения $Q3_i$ для всех фракций, начиная с наименьшего размера капель, а на оси абсцисс - их размер r_i . Дифференциальную кривую 1 строят после аналитического или графического дифференцирования интегральной кривой распределения.

При проведении экспериментальных исследований по определению дисперсного состава эмульсии методом лазерной дифракции в качестве масляных реагентов использовали моторное масло. Эмульсия готовилась в прямоугольной камере при объемной концентрации дисперсной фазы $\varphi = 0,12\%$ путем перемешивания турбинной мешалкой диаметром $d_m = 34$ мм. Проба исследуемой эмульсии отбиралась после отстаивания через определенный интервал времени шприцом из объема.

При проведении исследований изучалось влияние на дисперсность эмульсии интенсивности перемешивания при числе оборотов мешалки 1000, 2500 и 4000 мин^{-1} . Результаты измерений дисперсного состава эмульсий масла показаны на рис. 2 и в табл.1.

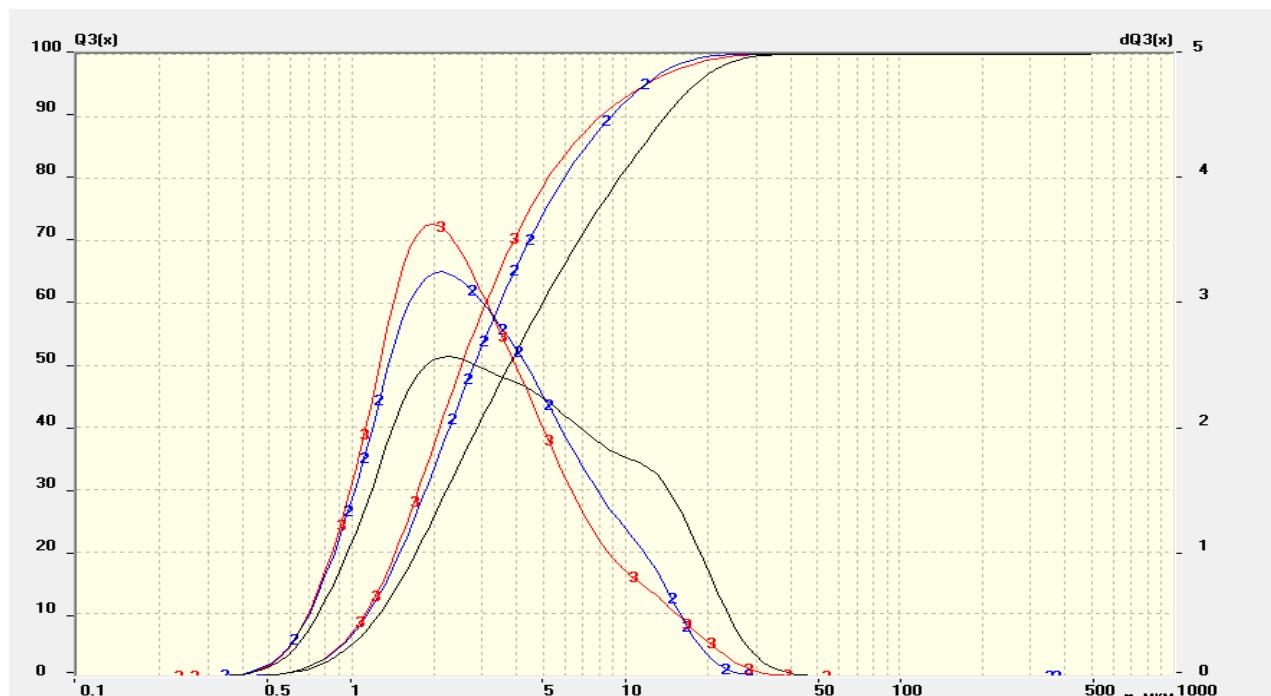


Рис. 2. Результаты измерений дисперсного состава эмульсии масла при различных оборотах мешалки (мин^{-1}): 1- 1000; 2 – 2500; 3 – 4000.

Анализ полученных результатов измерений дисперсности эмульсий масла показывает, что с увеличением интенсивности перемешивания дисперсность эмульсий повышается: среднеарифметический диаметр капель $D[1,0]$ уменьшается с 5,9 до 3,8 мкм, а поверхностно-объемный диаметр капель $D[]$ – с 2,8 до 2,2 мкм. Характер распределения дисперсного состава эмульсий для всех проб одномодальный. При этом значение моды снижается с 2,3 до 2 мкм, а количество капель модального размера растет с 2,6 до 3,6 %. Аналогичные закономерности характерны и для медианных значений.

Таблица 1

Результаты измерений дисперсности эмульсий масла

Обороты, мин ⁻¹	Мода		Медиана		Диаметр капель, мкм	
	мкм	%	мкм	%	$D[1,0]$	$D[3,2]$
1000	2,26	2,57	3,76	2,39	5,9	2,8
2500	2,11	3,25	2,8	3,15	4,05	2,3
4000	2,0	3,63	2,41	3,47	3,8	2,2

Результаты измерений дисперсного состава эмульсий масляных собирателей можно использовать для определения оптимальных режимов эмульгирования флотореагентов с целью повышения эффективности флотации угольных шламов. Известно, что распределение капель масла по крупности во флотационной пульпе влияет на многие показатели взаимодействия капель с частицами твердой фазы [4]. Вероятность адсорбции капель микронного размера на минеральной поверхности крайне низкая, и кроме того, они могут поглощаться в поры и трещины не образуя масляных пленок на поверхности. Оптимальным размером капель при флотации угля можно считать диапазон их крупности от 3-5 мкм до 10-20 мкм в зависимости от гранулометрического состава твердой фазы, флотируемости угля и других характеристик флотационной пульпы. Присутствие в пульпе большого количества крупных капель нежелательно, так как в них сосредотачивается большая часть дисперсной фазы, сокращается число обработанных реагентом частиц и нарушается селективность процесса. В тоже время, при перемешивании пульпы может происходить передача масла с частицы на частицу при их столкновении [5], но для этого необходима хорошая подготовка пульпы перед флотацией, например процесс масляной аэроагломерации [6].

В табл. 2 показано распределение масляных капель по классам крупности при различной интенсивности перемешивания, рассчитанное по результатам измерений дисперсного состава эмульсий масляных собирателей. С изменением скорости перемешивания происходит перераспределение доли капель дисперсной фазы по классам крупности, что позволяет подобрать необходимый режим эмульгирования для решения конкретных задач.

Таблица 2

Распределение масляных капель по классам крупности

Обороты, мин ⁻¹	Доля капель класса, %				
	0-3 мкм	3-6 мкм	6-10 мкм	10-20 мкм	> 20 мкм
1000	41,9	25,34	15,11	15,09	2,56
2500	53,76	27,3	11,9	6,8	0,21
4000	59,1	25,41	9,02	5,78	0,7

Таким образом, использование лазерного дифракционного анализатора «Analysette 22» для оценки дисперсности эмульсий масляных реагентов полезно при проведении теоретических и технологических исследований с целью интенсификации процесса флотации угольных шламов.

Список литературы:

1. Брагинский Л. Н. Перемешивание в жидких средах. Физические основы и методы расчёта / Л. Н. Брагинский, В. М. Барабаш, В. И. Бегачёв // Л.: Химия. - 1984. - 336 с.
2. Шмидт А.А. Вероятность дробления и устойчивости капель в ядре турбулентного потока жидкости в условиях однородной и изотропной турбулентности и в аппарате с перемешиванием / А.А. Шмидт, П. Г. Ганин // Сорбционные и хроматографические процессы. - 2008. - Т. 8. - № 6. -С. 921-930.
3. Международный стандарт ISO 13320-1 "Анализ размеров частиц - методы лазерной дифракции"
4. Мелик-Гайказян В. И. К эмульсированию масляных флотореагентов в промышленных условиях и оценке дисперсности получаемой эмульсии / В. И. Мелик-Гайказян, А.А. Байченко, В.В. Ворончихина // Кокс и химия. - 1964. - № 3. -С. 9-13.
5. Мелик-Гайказян В.И. О механизме закрепления эмульсированных аполярных реагентов на угольных частицах при флотации / В.И. Мелик-Гайказян, В.В. Ворончихина, И.Н. Плаксин // Кокс и химия. – 1967. – № 10. – С. 7-9.
6. Клейн, М. С. Очистка шламовых вод углеобогащения с использованием селективной сепарации шламов масляными реагентами / М. С. Клейн // Уголь, 2005. – № 9. – С. 43–45.