

**В.В. Вахрушев, В.З. Пойлов,
О.К. Косвинцев, К.Г. Кузьминых**

Пермский государственный технический университет

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ ФЛОТОКОНЦЕНТРАТА ХЛОРИДА КАЛИЯ

Изучено влияние параметров ультразвукового воздействия, продолжительности, вида выщелачивающего раствора и температуры на эффективность выщелачивания хлорида натрия из флотоконцентрата. Проведен фотомикроскопический анализ поверхности кристаллов флотоконцентрата после механического выщелачивания и после ультразвукового воздействия.

В настоящее время на флотационных фабриках калийных предприятий для повышения содержания КС1 в продукте флотоконцентрат сильвиновой флотации подвергают операции выщелачивания с введением воды в процесс, что ведет к частичному растворению хлорида калия флотоконцентрата и снижению извлечения КС1. При этом содержание ценного компонента в конечном продукте не превышает 95,98 % [1]. Анализ научной и патентной литературы [2–6] показал, что для повышения степени извлечения хлорида калия из сильвинита может быть использована жидкофазная ультразвуковая (УЗ) обработка.

Целью работы являлось повышение эффективности выщелачивания из флотоконцентрата примесного хлорида натрия и снижение потерь КС1 при выщелачивании. Задачей исследований являлось также установление режима, обеспечивающего эффективное выщелачивание NaCl при незначительном увеличении мелкодисперсной фракции в продукте. Для достижения поставленной цели необходимо было определить оптимальные параметры проведения процесса выщелачивания в зависимости от параметров УЗ-обработки, продолжительности, температуры и вида выщелачивающего раствора.

Объектами исследований служили мелкий (МФК) и крупный (КФК) флотоконцентраты хлорида калия флотофабрики БКРУ-2 г. Березники, отобранные с позиции № 47 (мелкий ФК – продукт 3-й перечистой сильвиновой флотации) и с позиции № 49 (крупный ФК – надрешетный продукт дугового сита).

Для изучения процесса выщелачивания флотоконцентрата использовали лабораторную установку, представленную на рис. 1. Она состояла из УЗ-установки (1–3), термостатируемого реактора с мешалкой (4–6), системы термостатирования (6–8).

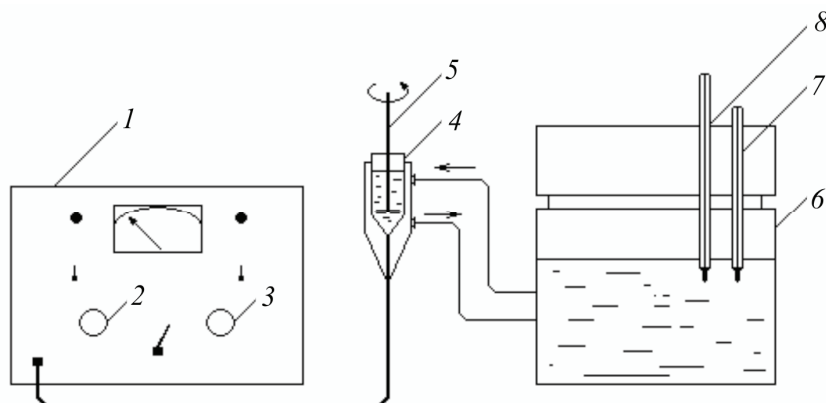


Рис. 1. Схема лабораторной установки для выщелачивания флотоконцентрата при ультразвуковой обработке: 1 – генератор ультразвука; 2 – регулятор мощности; 3 – регулятор частоты ультразвука; 4 – термостатируемый реактор с рубашкой; 5 – пропеллерная мешалка; 6 – термостат; 7 – контрольный термометр; 8 – контактный термометр

Методика проведения выщелачивания заключалась в следующем: в реактор заливали растворяющий щелок и засыпали навеску флотоконцентрата в количестве, необходимом для достижения соотношения фаз Ж/Т=1,0. В реактор помещали мешалку и включали ультразвуковой диспергатор. После выщелачивания суспензию фильтровали при помощи вакуум-насоса на воронке Бюхнера. При необходимости твердую фазу промывали спиртом или ацетоном. Полученную твердую фазу сушили на воздухе, после чего определяли ее гранулометрический состав. Эффективность выщелачивания оценивали по остаточному содержанию хлорида натрия. Кроме того, важным показателем при выщелачивании являлось содержание пылевидной фракции (средний размер частиц <0,063 мм) в полученных образцах.

Первоначально необходимо было определить влияние параметров УЗ-обработки (частоты, интенсивности и продолжительности) на содержание пылевидной фракции. Параллельно отслеживали остаточное содержание NaCl. Частота УЗ-обработки составляла 22 и 44 кГц, при трех режимах интенсивности и продолжительности процесса. В качестве выщелачивающего агента использовали оборотный неразбав-

ленный щелок флотофабрики БКРУ-2. На рис. 2 представлены кривые гранулометрического состава при различных режимах выщелачивания и максимальной продолжительности проведения процесса выщелачивания.

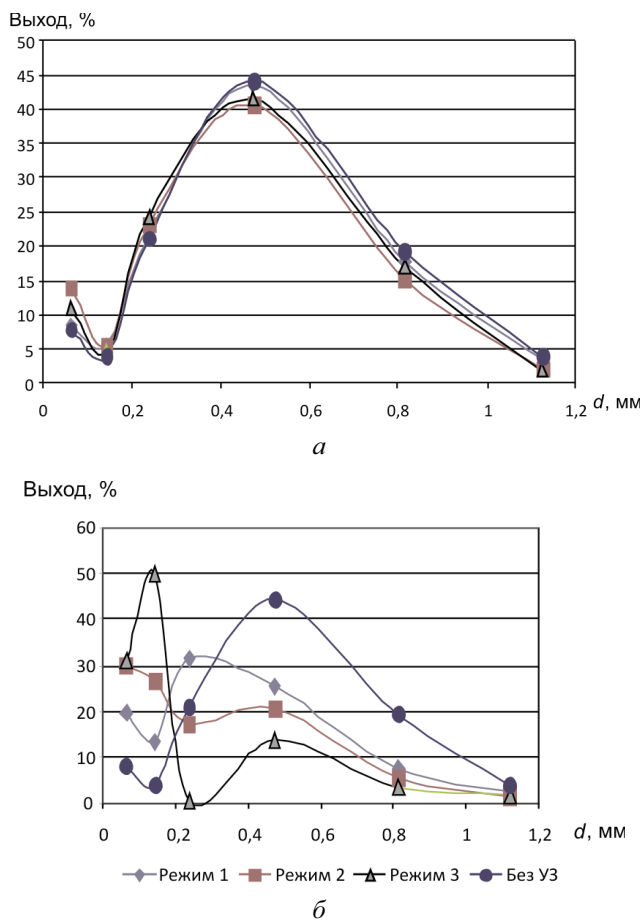


Рис. 2. Гранулометрический состав МФК при различных режимах выщелачивания и максимальной продолжительности:
 a – частота 44 кГц; b – частота 22 кГц

Видно, что при использовании УЗ-обработки частотой 22 кГц, независимо от интенсивности, происходит образование значительного количества пылевидной фракции. Следовательно, для выщелачивания МФК данный режим использовать технологически нецелесообразно независимо от остаточного содержания хлорида натрия. Сопоставимое количество пылевидной фракции образуется при использовании УЗ-обработки частотой 44 кГц и низкой интенсивности (режим 1). Сле-

довательно, целесообразно использовать мягкий режим выщелачивания ФК при частоте 44 кГц, обеспечивающий минимальное измельчение частиц флотоконцентрата.

Важной характеристикой товарного продукта является содержание в нем примесей. Содержание NaCl в исходном мелком флотоконцентрате, а также в МФК после выщелачивания с УЗ-обработкой и без УЗ-обработки представлено в табл. 1.

Таблица 1

Содержание хлорида натрия в мелком флотоконцентрате до и после выщелачивания (в насыщенном растворе флотофабрики БКРУ-2)

Показатель	Режим выщелачивания ФК										Исходный МФК
	0	22	0	44	22	0	44	44	22	22	
Частота, кГц	0	22	0	44	22	0	44	44	22	22	
Режим интенсивности	–	2	–	1	3	–	1	3	1	3	
Продолжительность процесса	Малая		Средняя			Максимальная					–
Остаточное содержание NaCl во ФК	3,67	3,55	4,51	3,56	4,19	4,46	3,79	3,77	3,79	4,04	4,52

Как видно из полученных данных, применение УЗ-обработки позволяет незначительно повысить эффективность выщелачивания хлорида натрия по сравнению с механическим проведением данного процесса.

Представляло интерес выявить влияние вида выщелачивающего раствора на эффективность выщелачивания флотоконцентрата и снижение потерь KCl. Для этого проводили опыты с МФК в насыщенных растворах хлорида калия (приготовлен из циклонной пыли сушильного отделения БКРУ-2) и оборотном щелоке БКРУ-2. Содержание компонентов во ФК после выщелачивания МФК представлено в табл. 2.

Данные табл. 2 показывают, что применение для выщелачивания флотоконцентрата насыщенного раствора циклонной пыли хлорида калия позволяет повысить содержание KCl в конечном продукте на 4,2 % за счет снижения содержания хлорида натрия с 4,14 до 0,88 %. Использование неразбавленного оборотного раствора флотофабрики БКРУ-2 для выщелачивания имеет меньшую эффективность, так как этот раствор содержит большое количество хлорида натрия (18,2–18,99 %). Хлорид натрия адсорбируется на мелких частицах ФК, что существенно повышает остаточное количество NaCl в МФК.

Таблица 2

**Содержание KCl и NaCl во ФК после выщелачивания
в различных растворах при средней продолжительности процесса**

Компо- нент	Содержание компонента во ФК, %				
	Исходный ФК	Выщелачивающий агент – насыщенный раствор циклонной пыли KCl		Выщелачивающий агент – насыщенный раствор БКРУ-2	
		Без УЗ	УЗ 44 кГц, режим 3	Без УЗ	УЗ 44 кГц, режим 3
KCl	93,1	97,31	97,14	91,22	94,66
NaCl	4,14	0,88	0,83	2,9	3,86

Поскольку в условиях действующего производства выщелачивание проводят при добавлении воды к пульпе, то представляло интерес проанализировать влияние разбавленных растворов БКРУ-2 и хлорида калия на эффективность процесса. Выбраны следующие условия выщелачивания ФК: выщелачивание в разбавленном растворе флотофабрики БКРУ-2 и в растворе циклонной пыли KCl; максимальная длительность процесса; частота ультразвука – 44 кГц; интенсивность УЗ-обработки – режим 1. Объект исследований – мелкий и крупный флотоконцентраты. Остаточное содержание примесного хлорида натрия представлено в табл. 3.

Таблица 3

**Остаточное содержание хлорида натрия во ФК после
выщелачивания при максимальной длительности процесса**

Выщелачиваю- щий раствор	Содержание NaCl, %			
	Крупный ФК		Мелкий ФК	
	Без УЗ	УЗ-обработка	Без УЗ	УЗ-обработка
Разбавленный оборотный шелок БКРУ-2	4,40	5,61	3,09	2,76
Разбавленный раствор хлорида калия	1,35	1,06	0,60	0,45

По данным табл. 3 видно, что применение в качестве выщелачивающего агента разбавленного раствора хлорида калия, по сравнению с выщелачивающим раствором флотофабрики, позволяет снизить содержание примесного хлорида натрия (без УЗ-обработки) в крупном ФК с 4,40 до 1,35 %, а в мелком ФК с 3,09 до 0,6 %.

При использовании ультразвуковой обработки эффективность выщелачивания возрастает только при использовании разбавленного раствора циклонной пыли. При этом остаточное содержание хлорида натрия снижается в крупном ФК до 1,06 %, а в мелком ФК до 0,45 %. Использование для выщелачивания крупного ФК разбавленного раствора флотофабрики БКРУ-2 с УЗ-обработкой привело к повышению остаточного содержания хлорида натрия (с 4,4 до 5,6 %), что может быть объяснено измельчением частиц ФК и увеличением на них адсорбции хлорида натрия из раствора флотофабрики БКРУ-2, имеющего повышенное содержание NaCl.

Таким образом, наибольшее влияние на эффективность выщелачивания хлорида натрия из ФК оказывает состав выщелачивающего раствора. Замена выщелачивающего раствора разбавленным раствором хлорида калия позволяет снизить содержание примесного хлорида натрия в крупном ФК с 4,4 до 1,35, в мелком ФК с 3,09 до 0,6%. При этом применение ультразвуковой обработки на стадии выщелачивания позволяет повысить эффективность выщелачивания и снизить остаточное содержание хлорида натрия в крупном ФК до 1,06 %, а в мелком ФК до 0,45 %. Выщелачивание ФК в разбавленном растворе циклонной пыли практически исключает растворение флотоконцентрата, т.е. исключает потери хлорида калия при выщелачивании.

В связи с сезонными колебаниями температуры проведены опыты по выщелачиванию при температурах в интервале 15–40 °С. Длительность выщелачивания ФК составляла 4 мин. Остаточное содержание хлорида натрия во флотоконцентрате представлено в табл. 4.

Таблица 4

Остаточное содержание NaCl после выщелачивания ФК при различных температурах

Температура, °С	Содержание NaCl после выщелачивания ФК, %			
	Крупный ФК		Мелкий ФК	
	Без УЗ-обр.	УЗ-обр., 44 кГц, режим 2	Без УЗ-обр.	УЗ-обр., 44 кГц, режим 2
Минимальная	1,81	0,6	0,56	0,54
Средняя	1,71	1,02	0,7	0,48
Максимальная	1,54	0,87	0,62	0,53

Из табл. 4 видно, что с повышением температуры с 15 до 40 °С (без УЗ-обработки) остаточное содержание NaCl в крупном и мелком ФК снижается, что свидетельствует о повышении эффективности выщелачивания. Лучшие показатели выщелачивания наблюдаются для крупного флотоконцентрата при минимальной температуре и ультразвуковой обработке, а для мелкого флотоконцентрата – при средней температуре и использовании ультразвука.

С целью определения влияния ультразвуковой обработки на кристаллы флотоконцентрата проведен фотомикроскопический анализ состояния поверхности кристаллов ФК до и после выщелачивания (рис. 3).

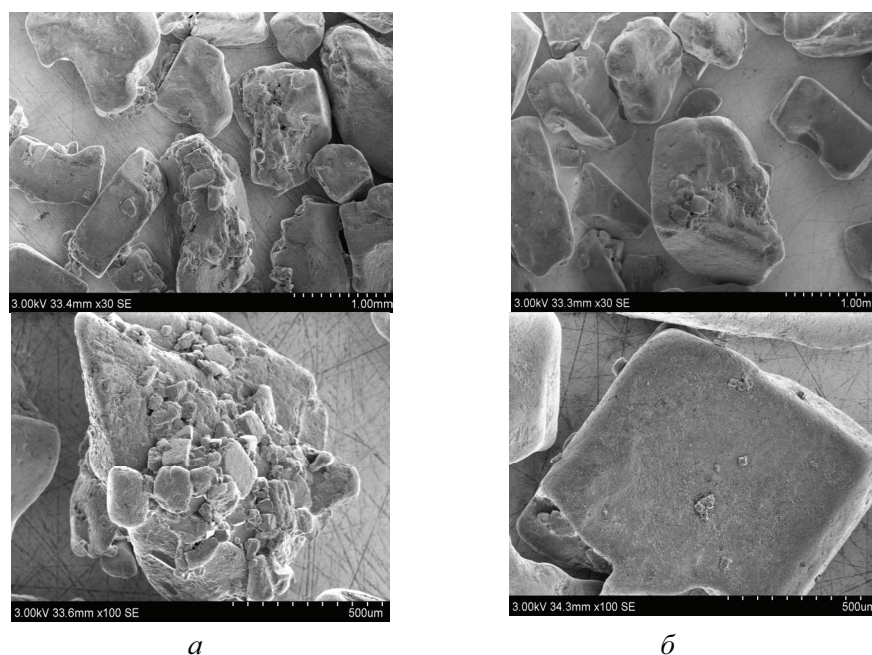


Рис. 3. Состояние поверхности кристаллов флотоконцентрата после выщелачивания (увеличение в 30 и 100 раз): *a* – после механического выщелачивания; *б* – после выщелачивания с УЗ-обработкой

Замечено, что при использовании ультразвуковой обработки поверхность кристаллов очищается от примесей нерастворимых веществ, происходит скругление ребер кристаллов. Частицы хлорида калия приобретают более компактную форму. Микронеровности на поверхности частиц сглаживаются и частицы приобретают округлую форму.

Выводы:

1. В результате исследования влияние частоты ультразвукового воздействия на гранулометрический состав флотоконцентратов установлено, что снижение частоты с 44 до 22 кГц приводит к значительному изменению фракционного состава и увеличению количества пылевидной фракции в конечном продукте.

2. Установлено влияние вида выщелачивающего раствора на остаточное содержание хлорида натрия в конечном продукте. Наилучшие результаты по снижению остаточного содержания NaCl получены при использовании в качестве выщелачивающего агента разбавленного раствора хлорида калия и при УЗ-обработке.

3. Определено влияние температуры на остаточное содержание хлорида натрия в конечном продукте при выщелачивании с использованием разбавленного раствора хлорида калия. При изменении температуры от 15 до 40 °С остаточное содержание хлорида натрия резко снижается в КФК при использовании УЗ-обработки. Для МФК не отмечено значительного различия в содержании NaCl при механическом и ультразвуковом выщелачивании.

4. Фотомикроскопическим методом анализа установлено, что при использовании ультразвуковой обработки поверхность кристаллов очищается от примесей нерастворимых веществ. Микронеровности на поверхности частиц сглаживаются, и частицы приобретают округлую форму.

Список литературы

1. Технологический регламент производства флотационного хлорида калия БКРУ-2 / ОАО «Уралкалий». – Березники, 2008.

2. Пат. 2147011 РФ, МПК C01D3/08, C05D1/04. Способ получения хлористого калия / В.С. Чернов [и др.]; заявитель и патентообладатель ОАО «Уралкалий». – Опубл. 27.03.2000.

3. Пат. 2366607 РФ, МПК C01D3/08, C05D1/00. Способ получения хлористого калия из сильвинитовой руды / Н.Н. Тетерина [и др.]; патентообладатель ОАО «Уральский научно-исследовательский и проектный институт галургии», ОАО «Сильвинит». – Опубл. 10.09.2009.

4. Пат. 2264984 РФ, МПК C01D3/04, C01D3/14. Способ получения хлорида калия / Ю.С. Сафрыгин, Г.В. Осипова [и др.]; патентообладатель ОАО «Сильвинит». – № 2004119803/15; заявл. 28.06.04; опубл. 27.11.05.

5. Пат. 2196734 РФ, МПК C01D3/04. Способ получения хлорида калия / Ю.С. Сафрыгин, Г.Г. Федоров [и др.]; патентообладатель ОАО «ВНИИгальургии». – № 2000124770/12; заявл. 28.09.00; опубл. 20.01.03.

6. Заявка 2002125839 РФ, МПК E21B43/28. Способ подземного выщелачивания солей из залежей / В.В. Белкин, А.С. Николаев; заявитель ОАО «Уралкалий». – № 2002125839; заявл.27.09.02; опубл. 27.03.04.

Получено 6.12.2010