

УДК 544.773.3

**А.Э. Осипович, В.В. Вахрушев,  
А.Л. Казанцев, В.З. Пойлов**

Пермский национальный исследовательский  
политехнический университет, Пермь, Россия

**С.Н. Алиферова**

ОАО «Уралкалий», Соликамск, Россия

## **ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ОБРАБОТКИ НА ВОДНУЮ ЭМУЛЬСИЮ СОЛЯНОКИСЛОГО АМИНА**

*При флотации калийных руд используется большое количество реагентов различных типов: собиратели, пенообразователи, депрессоры, активаторы и флокулянты. Одним из путей повышения эффективности действия флотореагентов является более качественное распределение реагентов-собирателей в объеме перерабатываемой суспензии, в частности солянокислого октадециламина, используемого при сильвиновой флотации. Высокая степень диспергации реагентов в жидких средах может быть достигнута за счет ультразвуковой обработки. Однако данные по влиянию параметров ультразвукового воздействия на эффективность уменьшения размеров флокул амина в литературе отсутствуют.*

*Целью экспериментальных исследований являлось установление влияния параметров ультразвукового воздействия, таких как частота, интенсивность и длительность, на изменение размеров флокул солянокислого октадециламина. Водную эмульсию октадециламина до и после ультразвуковой обработки анализировали с помощью системы для регистрации наночастиц Zetasizer Nano ZS.*

*В результате проведенных исследований установлено, что уменьшение частоты ультразвуковой обработки с 44 до 22 кГц, а также увеличение продолжительности и интенсивности воздействия ультразвука приводит к увеличению степени диспергации флокул октадециламина. Анализ полученных дифференциальных кривых распределения эмульсии октадециламина по размерам показал, что обработка ультразвуком с частотой 22 кГц приводит к переходу системы из полидисперсного состояния в монодисперсное. При этом ультразвуковая обработка эмульсии длительно-*

*стью 15 мин позволяет провести диспергацию флокул октадециламина на отдельные молекулы.*

***Ключевые слова:** ультразвуковая обработка, солянокислый октадециламин, флокулы, диспергация, хлорид калия.*

**A.E. Osipovich, V.V. Vakhrushev,  
A.L. Kazantsev, V.Z. Poilov**

Perm National Research Polytechnic University,  
Perm, Russian Federation

**S.N. Aliferova**

JSC "Uralkaliy", Solikamsk, Russian Federation

## **ULTRASONIC TREATMENT INFLUENCE ON AQUEOUS EMULSION OF AMINE HYDROCHLORIDE**

*A large number of different types of reagents uses during the flotation of potash ores: collectors, frothers, depressants, activators and flocculants. One way to improve the efficiency of flotation reagents is a better distribution of collecting agents used in sylvinitic ore flotation in the conversion slurry, in particular octadecylamine hydrochloride. High degree of reagents dispersion in liquids can be achieved by ultrasonic treatment. However, there are no data in nonfiction about influence of ultrasonic parameters to the efficiency of the amine size floccules reducing.*

*The purpose of the experimental research was to establish the influence of ultrasonic parameters action, such as the frequency, intensity and duration, to change the size of octadecylamine hydrochloride floccules. The aqueous emulsion of octadecylamine before and after ultrasonic treatment were analyzed by the system for registration of nanoparticles Zetasizer Nano ZS.*

*Research has shown that a decrease in the ultrasonic treatment frequency from 44 to 22 kHz, and also increase the duration and intensity of ultrasonic impact leads to an increase in the degree of octadecylamine floccules dispersion. Analysis of the differential distribution curves of emulsion octadecylamine sizes showed that ultrasonic treatment with frequency of 22 kHz causes the system to transition from polydisperse to monodisperse state. In this case, ultrasonic treatment of emulsion with 15 minutes duration allows to disperse octadecylamine floccules to individual molecules.*

***Keywords:** ultrasonic treatment, octadecylamine hydrochloride, floccules, dispersion, potassium chloride.*

При флотации калийных руд используется большое количество реагентов различных типов: собиратели, пенообразователи, депрессоры, активаторы и флокулянты [1, 2]. Перерасход флотореагентов приводит к повышению себестоимости флотационного продукта, что является экономически нецелесообразным. В связи с этим актуальной задачей производства флотационного КС1 является повышение эффективности используемых флотореагентов, в частности собирателя хлорида калия – солянокислого октадециламина (амина). Одним из возможных путей повышения эффективности раствора солянокислого амина, наряду с совершенствованием реагентных режимов [3–5], является уменьшение размеров его флокул, например путем диспергации. К эффективным способам диспергирования эмульсий относится ультразвуковая обработка (УЗ-обработка) высокой интенсивности [6–8]. Однако данные по влиянию параметров ультразвукового воздействия на эффективность уменьшения размеров флокул амина в литературе отсутствуют.

Исходя из этого, целью экспериментальных исследований являлось установление влияния параметров ультразвукового воздействия (частоты, интенсивности и длительности) на изменение размеров флокул амина. Объектом исследований являлся солянокислый раствор октадециламина. В термостатируемый реактор с рубашкой вносили заданный объем дистиллированной воды. При помощи программируемого термостата ее нагревали до температуры 75 °С. После чего в воду вносили соляную кислоту марки «х.ч.» и твердый дистиллированный октадециламин. Концентрацию амина в растворе поддерживали 0,8 мас. %, соляную кислоту брали в количестве, на 15 % превышающем необходимую для нейтрализации амина. Эмульсию амина подвергали выдержке при заданной температуре в течение 90 мин. Ультразвуковую обработку раствора амина осуществляли при помощи установки, представленной на рис. 1.

До и после УЗ-обработки раствор амина анализировали с помощью системы для регистрации наночастиц Zetasizer Nano ZS, позволяющей проводить оценку размеров флокул в интервале от 0,3 нм до 10 мкм. Для определения размеров флокул солянокислого амина проводили отбор 1,2–1,7 мл последнего. Для измерений пробу эмульсии амина помещали в специальную кювету, установленную в ячейку прибора и нагретую до необходимой температуры. Распределение флокул солянокислого амина по размерам при УЗ-обработке с частотой 22 кГц приведено на рис. 2.

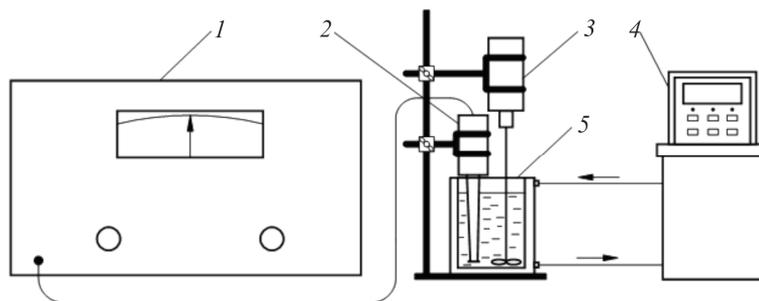


Рис. 1. Установка для УЗ-обработки растворов солянокислого амина:  
1 – ультразвуковой генератор; 2 – ультразвуковой излучатель экспоненциального типа; 3 – механическая мешалка; 4 – термостат; 5 – реактор с рубашкой

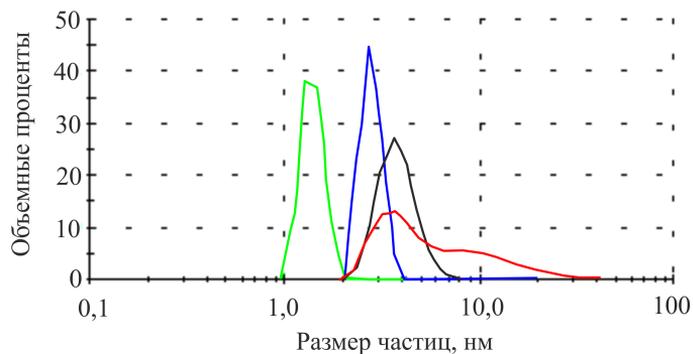


Рис. 2. Влияние ультразвуковой обработки на объемное распределение флокул амина при частоте УЗ-воздействия 22 кГц и интенсивности 25 Вт/см<sup>2</sup>: — без УЗО; — УЗО 10 мин; — УЗО 15 мин; — УЗО 5 мин

Из анализа данных рис. 2 можно видеть, что ультразвуковая обработка водной эмульсии солянокислого амина с частотой 22 кГц приводит к смещению дифференциальных кривых в область меньших размеров по сравнению с контрольным режимом (без УЗ-обработки). Без УЗ-обработки графическая зависимость представляет собой бимодальное распределение (второй пик в области 8–15 нм выражен нечетко) и размер флокул находится в интервале от 2 до 40 нм. УЗ-воздействие на эмульсию с частотой 22 кГц и длительностью 5 мин приводит к диспергации флокул амина размером 8–40 нм, в результате чего кривая имеет более узкое мономодальное распределение частиц по размеру и характеризуется одним пиком в интервале размеров от 2 до 8 нм. Таким образом, УЗ-обработка сопровождается диспергацией как мелких, так и крупных флокул. Увеличение длительности УЗ-обработки эмуль-

сии солянокислого амина до 10 мин приводит к образованию дифференциальной кривой, где все флокулы находятся в интервале размеров 2–4 нм, а при УЗ-воздействии продолжительностью 15 мин флокулы диспергируются до размеров 1–2 нм.

Влияние УЗ-обработки с частотой 44 кГц на распределение флокул солянокислого амина по размеру представлено на рис. 3.

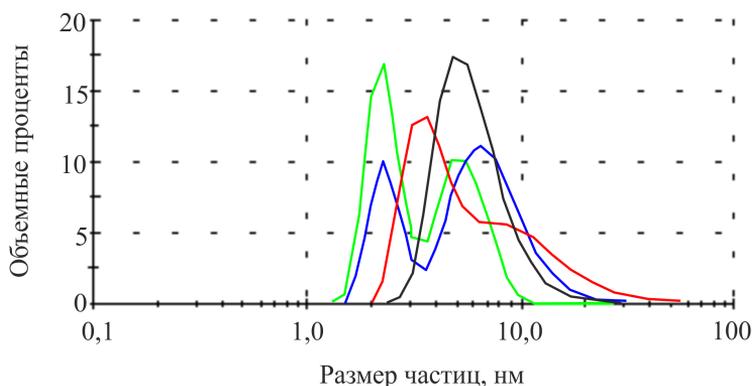


Рис. 3. Влияние ультразвуковой обработки на объемное распределение флокул амина при частоте УЗ-воздействия 44 кГц и интенсивности 25 Вт/см<sup>2</sup>: — без УЗО; — УЗО 10 мин; — УЗО 15 мин; — УЗО 5 мин

Можно видеть, что УЗ-обработка с частотой 44 кГц и интенсивностью 25 Вт/см<sup>2</sup> также приводит к диспергации флокул амина. При УЗ-воздействии продолжительностью 5 мин происходит изменение характера распределения глобул амина с бимодального на мономодальный с незначительным уменьшением среднего размера. Однако при ультразвуковой обработке длительностью 10 и 15 мин в эмульсии солянокислого амина присутствуют как относительно мелкие флокулы (1,5–3,0 нм), так и довольно крупные (3,5–30,0 нм для 10 мин и 3,5–10,0 нм для 15 мин) и кривые распределения по размеру флокул имеют бимодальный вид. Это указывает на то, что при более высокой частоте УЗ-обработки подводимой энергии недостаточно для диспергации крупных фракций флокул. Увеличение длительности обработки приводит к возрастанию доли мелких флокул.

Влияние других параметров УЗ-обработки на средний размер флокул амина представлено в таблице.

Влияние УЗ-обработки на размер флокул  
солянокислого амина ( $T = 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ )

Номер образца	Частота УЗ-обработки, кГц	Интенсивность УЗ-обработки, Вт/см <sup>2</sup>	Продолжительность УЗ-обработки, мин	Размер флокул, нм	Степень диспергации, %
1	0	0	0	7,1	–
2	22	25	5	3,8	46,5
3	22	25	10	2,9	71,8
4	22	25	15	1,4	80,3
5	22	15	5	4,6	35,2
6	22	15	10	3,8	46,5
7	22	15	15	3,1	56,3
8	44	25	5	6,2	12,7
9	44	25	10	2,4	66,2
10	44	25	15	2,4	66,2

Из анализа рис. 2, 3 и данных таблицы видно, что уменьшение частоты ультразвуковой обработки с 44 до 22 кГц приводит к увеличению степени диспергации флокул амина. При этом увеличение продолжительности и интенсивности УЗ-воздействия также снижает средний размер флокул.

С учетом литературных данных [9], согласно которым размер молекул амина может достигать величин порядка нескольких нанометров, можно заключить, что указанный режим ультразвукового воздействия позволяет получать эмульсию солянокислого амина, содержащую не только флокулы, но и отдельные молекулы октадециламина.

### Список литературы

1. Абрамов А.А. Флотационные методы обогащения. – М.: Недра, 1984. – 383 с.
2. Титков С.Н., Мамедов А.И., Соловьев Е.И. Обогащение калийных руд. – М.: Недра, 1982. – 216 с.
3. Технология флотационного обогащения калийных руд / Н.Н. Тетерина, Р.Х. Сабиров, Л.Я. Сквирский, Л.Н. Кириченко; под ред. Н.Н. Тетериной. – Пермь: Соликамская типография, 2002. – 484 с.
4. Алиферова С.Н. Активация процессов флотации шламов и сильвина при обогащении калийных руд: автореф. дис. ...канд. техн. наук. – Екатеринбург, 2007. – 22 с.
5. Взаимное влияние депрессора и вспенивателя на флотацию сильвина / С.Н. Титков, Т.М. Гуркова, Е.И. Алексеева, Н.Н. Пантелева // Обогащение руд. – 2008. – № 1. – С. 20–23.

6. Применение ультразвука высокой интенсивности в промышленности / В.Н. Хмелев, А.Н. Сливин, Р.В. Барсуков [и др.]. – Бийск: Изд-во Алтай. гос. техн. ун-та, 2010. – 203 с.

7. Кардашев Г.А. Физические методы интенсификации процессов химической технологии. – М.: Химия, 1990. – 208 с.

8. Здановский А.Б. Галургия. – Л.: Химия, 1972. – 528 с.

9. Курмаев Р.Х. Флотационный способ получения хлорида калия из сильвинита / Перм. гос. техн. ун-т. – Пермь, 1993. – 84 с.

## References

1. Abramov A.A. Flotatsionnye metody obogascheniya [Flotation beneficiation methods]. Moscow: Nedra, 1984. 383 p.

2. Titkov S.N., Mamedov A.I., Solovev E.I. Obogaschenie kaliynykh rud [Potash ore beneficiation]. Moscow: Nedra, 1982. 216 p.

3. Teterina N.N., Sabirov R.Kh., Skvirskiy L.Ya., Kirichenko L.N. Tekhnologiya flotatsionnogo obogascheniya kaliynykh rud [Flotation technology of potash ores]. Ed. By N.N. Teterina. Perm: Solikamskaya tipografiya, 2002. 484 p.

4. Aliferova S.N. Aktivatsiya protsessov flotatsii shlamov i silvina pri obogaschenii kaliynykh rud [Activation of sludge and sylvite flotation under potash ore beneficiation]: abstract thesis of the candidate of technical sciences. Ekaterinburg, 2007. 22 p.

5. Titkov S.N., Gurkova T.M., Alekseeva E.I., Panteleeva N.N. Vzaimnoe vliyaniye depressora i vspenivatelya na flotatziyu silvina [Mutual influence of a depressant and frother on flotation of sylvite]. *Obogaschenie rud*, 2008, no. 1, pp. 20-23.

6. Khmelev V.N., Slivin A.N., Barsukov R.V. [et al.]. Primenenie ultrazvuka vysokoy intensivnosti v promyshlennosti [Application of ultrasound with high intensity in the industry]. Biysk: Altayskiy gosudarstvennyy tekhnicheskiy universitet, 2010. 203 p.

7. Kardashev G.A. Fizicheskie metody intensivifikatsii protsessov khimicheskoi tekhnologii [Physical methods of intensification of the chemical technology processes]. Moscow: Khimiya, 1990. 208 p.

8. Zdanovskiy A.B. Galurgiya [Halurgy]. Leningrad: Khimiya, 1972. 528 p.

9. Kurmaev R. Kh. Flotatsionnyi sposob polucheniya khlorida kaliya iz silvinita [The flotation process for potassium chloride preparation from sylvinite]. Perm: Permskiy gosudarstvennyy tekhnicheskiy universitet, 1993. 84 p.

## Об авторах

**Осипович Анастасия Эдуардовна** (Пермь, Россия) – студентка кафедры химических технологий Пермского национального исследовательского политехнического университета (614990, г. Пермь, Комсомольский пр., 29; e-mail: Vladimirpoilov@mail.ru).

**Вахрушев Вячеслав Валерьевич** (Пермь, Россия) – инженер-исследователь кафедры химических технологий Пермского национального исследовательского политехнического университета (614990, г. Пермь, Комсомольский пр., 29; e-mail: vahvv@rambler.ru).

**Казанцев Александр Леонидович** (Пермь, Россия) – старший преподаватель кафедры химических технологий Пермского национального исследовательского политехнического университета (614990, г. Пермь, Комсомольский пр., 29; e-mail: itilamid@rambler.ru).

**Пойлов Владимир Зотович** (Пермь, Россия) – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой химических технологий Пермского национального исследовательского политехнического университета (614990, г. Пермь, Комсомольский пр., 29; e-mail: Vladimirpoilov@mail.ru).

**Алиферова Светлана Николаевна** (Соликамск, Россия) – кандидат технических наук, заместитель главного инженера по процессам обогащения ОАО «Уралкалий» (618540, г. Соликамск, ул. Мира, 14; e-mail: Svetlana.Aliferova@uralkali.com).

### **About the authors**

**Anastasiya E. Osipovich** (Perm, Russian Federation) – student, department of chemical technology, Perm National Research Polytechnic University (Komsomolsky av., 29, Perm, 614990, Russian Federation; e-mail: Vladimirpoilov@mail.ru).

**Vyacheslav V. Vakhrushev** (Perm, Russian Federation) – research engineer, department of chemical technology, Perm National Research Polytechnic University (Komsomolsky av., 29, Perm, 614990, Russian Federation; e-mail: vahvv@rambler.ru).

**Aleksander L. Kazantsev** (Perm, Russian Federation) – senior lecturer, department of chemical technology, Perm National Research Polytechnic University (Komsomolsky av., 29, Perm, 614990, Russian Federation; e-mail: itilamid@rambler.ru).

**Vladimir Z. Poilov** (Perm, Russian Federation) – doctor of technical sciences, professor, head of department of chemical technology, Perm National Research Polytechnic University (Komsomolsky av., 29, Perm, 614990, Russian Federation; e-mail: Vladimirpoilov@mail.ru).

**Svetlana N. Aliferova** (Solikamsk, Russian Federation) – Ph.D. of technical sciences, vice chief engineer for the beneficiation processes of JSC “Uralkaliy” (Mira st., 14, Solikamsk, 618540, Russian Federation; e-mail: Svetlana.Aliferova@uralkali.com).

Получено 15.09.2014