Michał PALICA, Nadia OBROCHTA, Beata ROZMUS, Angelika TLAŁKA

e-mail: michal.palica@polsl.pl

Katedra Inżynierii Chemicznej i Procesowej, Wydział Chemiczny, Politechnika Śląska, Gliwice

Badania filtracji ciśnieniowej i wirowej zawiesiny flotokoncentratu węglowego po dodaniu flokulantu i jego sonifikacji

Wstęp

Duże strumienie flotokoncentratu i wymagania odbiorców produktu stałego, związane z możliwie niską wilgotnością osadów powodują poszukiwanie metod mechanicznych odwadniania, pozwalających wyeliminować węzeł dosuszania. Tradycyjny sposób separacji fazowej przy użyciu filtrów próżniowych wiąże się z koniecznością instalowania dużej ilości filtrów tarczowych, wymagających rozbudowanej obsługi i konserwacji, a uzyskuje się po niej relatywnie wysoką wilgotność osadów, nawet stosując przedmuch placków (zwykle ok. 27÷29%). Znacznie lepsze możliwości rozdziału daje sedymentacja (lub filtracja) wirowa takich zawiesin, po której można oczekiwać zdecydowanie niższych wilgotności placków [Palica, 1994]. Ponieważ nawet niewielkie obniżenie wilgotności końcowej osadów skutkuje wymiernymi efektami ekonomicznymi, poszukiwania technologiczne zmierzają do zastosowania odpowiednich przegród, z których łatwo można oddzielić placek i które nie generują dużych oporów hydraulicznych, do dodawania do zawiesin dobranych doświadczalnie optymalnych dawek flokulantów, a ostatnio do poddawania tych flokulantów krótkotrwałej sonifikacji (działania pola ultradźwięków).

W prezentowanej pracy omówiono badania laboratoryjne filtracji ciśnieniowej i wirowej zawiesiny flotokoncentratu węglowego pochodzącego z jednej z kopalń Jastrzębskiej Spółki Węglowej, pobranej z wanny filtru próżniowego, do której dodawano różne ilości flokulantu *Magnafloc 336*. Badania te prowadzono stosując jako przegrodę siatkę studniarską, używaną w przemysłowych filtrach próżniowych w kopalni, z której pochodziła zawiesina. W testach wstępnych związanych z doborem przegrody (prócz siatki studniarskiej) przebadano również tkaniny PT – 912, PT – 1950 s i PT – 912 rs pod względem ich przydatności w procesie filtracji wykazując, że siatka bardzo dobrze nadaje się do rozdziału badanej zawiesiny.

Cel i zakres badań

Celem badań było zebranie danych niezbędnych do modelowania filtracji ciśnieniowej flotokoncentratu bez dodatku flokulantu, po dodaniu do flotokoncentratu flokulantu *Magnafloc 336* w ilości 70, 110, 140 i 170 [g/1 Mg suchego produktu] oraz flokulantu poddanego działaniu pola ultradźwięków o częstotliwości 20 kHz przez 6 s, w zakresie $\Delta P = 0,09 \div 1,5$ MPa, jak również określenie wilgotności końcowych osadów po wirowaniu flotokoncentratu bez i z dodatkiem sonifikowanego flokulantu w ilości 70, 110 i 170 g/1 Mg suchego produktu w zakresie $a/g = 172 \div 1787$ i $\tau = 4 \div 30$ min (240 ÷ 1800 s). Dla każdego typu zawiesiny przewidziano także badania dodatkowe, w tym testy sedymentacyjne i analizy ziarnowe. W testach filtracji ciśnieniowej, zgodnie z pracą [*Palica, 1994*] i kolejnymi modyfikacjami stanowiska doświadczalnego określano:

- w_{pl} wilgotności osadów pofiltracyjnych, [kg/kg]
- V objętość filtratu, [m³]
- u_z udział masowy ciała stałego w zawiesinie, [kg/kg]
- u_f udział masowy ciała stałego w filtracie, [kg/kg]
- ρ_z gęstość zawiesiny, [kg/m³]
- ρ_f gęstość filtratu, [kg/m³]
- ρ_s gęstość ciała stałego, [kg/m³]
- ε porowatość osadu, [m³/m³]
- α opór właściwy osadu, [1/m²]
- ΔP ciśnienie filtracji, [MPa]
- τ czas filtracji, [s], [min]

Na podstawie tych danych można było modelować przebieg filtracji ciśnieniowej i porównać zmierzoną i obliczoną wilgotność końcową placków oraz określić porowatość graniczną ε_0 [m³/m³], współczynnik podatności porowatości na ciśnienie β , współczynnik oporu granicznego α_0 [1/m²] oraz opór hydrauliczny siatki studniarskiej R_p [1/m].

W badaniach filtracji wirowej w każdym teście określano uśrednioną z 4 oznaczeń wilgotność osadu, a następnie wyznaczano dla danej zawiesiny i dodatku flokulantu bez i po sonifikacji doświadczalną zależność wilgotności placka w_{pl} od czasu wirowania τ i simpleksu przyspieszeń (a/g).

Wszystkie testy i badania, w tym dodatkowe, prowadzono zgodnie z obowiązującymi normami lub przyjętą w tego typu badaniach metodyką. Modelowanie filtracji ciśnieniowej oparto na sposobie opisanym przez [Kocurek, Palica, 2005 oraz Palica, Kocurek, 2001], przy czym podstawą tego sposobu obliczeń jest praca [Sørensen i inni, 1996].

Wyniki doświadczeń i przeliczeń

Jak stwierdzono w szeregu prac własnych, filtracja flotokoncentratu węgla kamiennego odpowiada filtracji z tworzeniem osadu [*Machej*, *Trefler*; 1995]. W związku z tym do jej opisu można użyć równania filtracji dla osadu ściśliwego:

$$\frac{V}{F} = K \frac{\tau}{V/F} + C \tag{1}$$

w którym

$$K = \frac{2F\Delta P^{1-s}}{\alpha' \eta C_A} \left[m^2 / s \right]$$
(2)

to stała kinetyczna filtracji, zaś

$$C = -2r/C_A \quad [m] \tag{3}$$

opisuje pośrednio opór przegrody filtracyjnej

$$\alpha = \alpha' \Delta P^{s_s} \tag{4}$$

Poszczególne wielkości oznaczają:

- F powierzchnia ciśnieniowego filtru testowego, $[m^2]$
- ΔP ciśnienie wywierane na tłok filtru, [MPa]
- α ' stała charakterystyczna równania *Rutha*, $[1/m^2]$
- s_s współczynnik ściśliwości osadu wg Spery'ego
- η dynamiczny współczynnik lepkości filtratu, [kg/(m·s)]
- C_A koncentracja ciała stałego odniesiona do objętości filtratu, [kg/m³ filtratu]
- r zastępcze obłożenie tkaniny plackiem, [kg/m²]

Równanie (1) odpowiada w ogólnym równaniu filtracji [Żużikow, 1985]

$$\frac{dR}{d\left(\frac{V}{F}\right)} = kR^n \tag{5}$$

wartości n = 0, przy czym

R – opór filtracji odniesiony do lepkości filtratu, $[1/m^2]$

k-stała charakteryzująca wzrost oporu, wynikający z narastania placka (lub z ilości uzyskanego filtratu)

Testy filtracji ciśnieniowej pozwalają wyznaczyć (w strefie filtracji osadowej) dla danej zawiesiny liczbowe wartości *K i C*, dzięki czemu można stwierdzić, w jakich warunkach filtracja zachodzi z większą intensywnością (szybkością).

INŻYNIERIA I APARATURA CHEMICZNA

Zgodnie z pracami [Kocurek, Palica, 2005 oraz Palica, Kocurek, 2001] modelowanie wymaga również znajomości granicznego oporu utworzonego osadu α_0 i tzw. porowatości granicznej ε_0 , których wyznaczanie zaproponowali [Tiller; Leu 1980]:

$$\alpha = \alpha_0 \left(1 + \frac{\Delta P}{0,005} \right)^{s_{TL}} \tag{6}$$

$$(1 - \varepsilon) = (1 - \varepsilon_0) \left(1 + \frac{\Delta P}{0,005} \right)^{\beta}$$
(7)

gdzie

 ΔP – spadek ciśnienia, [MPa],

 $\Delta P_a = 0,005$ MPa oznacza tzw. współczynnik skali.

s_{TL} – współczynnik ściśliwości [Tiller, Leu 1980],

 β – współczynnik podatności porowatości na ciśnienie.

Liczbowe wartości α i ε , na podstawie których można sporządzić eksperymentalne przebiegi funkcji (6) i (7) określano z charakterystyk filtracji (1) dla różnych ΔP

$$\alpha = \frac{2\Delta P}{K \, z \, \eta} \tag{8}$$

$$z = \frac{u_z w_{pl}}{\hat{\varepsilon}(1 - u_z - w_{pl})} \tag{9}$$

przy czym Tiller i Leu zalecają przyjmować

$$\hat{\varepsilon} = 0,8\varepsilon \tag{10}$$

$$\varepsilon = \frac{1 - u_{pl}}{1 - \frac{u_{pl}}{u_z} \left(1 - \frac{\rho_f}{\rho_z}\right)} \tag{11}$$

$$u_{z} \left(\rho_{z} \right)$$
$$u_{pl} = 1 - w_{pl}$$
(12)

Opór tkaniny R_p [1/m]

$$R_p = -\frac{C \,\Delta P}{K \,\eta} \tag{13}$$

zależy od ciśnienia filtracji (rośnie liniowo z ΔP , [*Palica i inni, 2011a*]. Należy tu zauważyć, że współczynnik ściśliwości s_s wg *Spery'ego* (4) jest zwykle znacznie niższy od s_{TL} [*Tiller; Leu* 1980], natomiast wyznaczenie współczynnika s_s jest stosunkowo proste, bo sprowadza się do określenia tangensa kąta nachylenia γ zależności

$$K = f(\Delta P) \tag{14}$$

$$K' = f(\Delta P) \tag{15}$$

w układzie podwójnie logarytmicznym, gdzie

$$K' = K u_z \rho_z \tag{16}$$

zaś nachylenie to odpowiada wówczas

$$\operatorname{tg} \gamma = 1 - s_s \tag{17}$$

Tak wyznaczone s_s stanowi jedną z wielkości startowych podczas modelowania, a wynikiem modelowania są charakterystyki filtracji obejmujące również strefę kompresji osadu (wyciskania wilgoci) oraz profile prędkości przepływu filtratu przez narastający placek. Prezentowane w niniejszej pracy wyniki stanowią kontynuację badań [*Palica i inni 2011b; 2012*], dotyczących poszukiwań optymalnej dawki flokulantu *Magnafloc 336* i wpływu sonifikacji tego flokulantu na końcową wilgotność osadu po filtracji ciśnieniowej i wirowej tej samej zawiesiny (w pracy [*Palica i inni, 2011b*] przedstawiono dane dotyczące filtracji ciśnieniowej, a w pracy [*Palica i inni, 2012*] – filtracji wirowej w mniejszym zakresie dawki flokulantu). Dane związane z procedurą sonifikacji zaczerpnieto głównie z pracy [*Lemanowicz, 2011*].

Rezultaty badań filtracji wirowej wyrównywano empiryczną funkcją trójparametrową

$$w_{pl} = \exp[A(a/g)^B \tau^C] + D \tag{18}$$

O ile w pracach [*Palica i inni, 2011b, 2012*] ograniczono badania do zawartości 70, 90 i 110 [g flokulantu/1 Mg suchego produktu], to w

niniejszej pracy przebadano zawiesinę technologiczną, zawierającą 70, 110, 140 i 170 [g flokulantu/1 Mg suchego produktu], a więc w znacząco szerszym zakresie, przy czym badania filtracji ciśnieniowej miały ustalić optymalną dawkę flokulantu i celowość jego sonifikacji, zaś badania filtracji wirowej – możliwość uzyskania osadu o niskiej wilgotności. Można tu wspomnieć, że wg pracy [*Lemanowicz, 2011*] najwyższe dodatki flokulantu, tzn. 140 i 170 [g flokulantu/1 Mg suchego produktu] odpowiadają jego przedawkowaniu.

Przykładowe wyniki badań dla zawiesiny flotokoncentratu z dodatkiem 170 [g sonifikowanego flokulantu/1 Mg suchego produktu] przedstawiono na rys. 1÷5, przy czym na rys. 1 zamieszczono doświadczalne charakterystyki filtracji, pozwalające określić dla użytych w testach ΔP stałe *K* i *C*, zaś na rys. 2÷5 pokazano szczegółowe przebiegi poszczególnych funkcji opisujących dany parametr. Wyniki testów dla wszystkich badanych zawiesin znajdują się w pracy [*Obrochta, 2011*].



Rys. 1. Przebieg filtracji ciśnieniowej zawiesiny flotokoncentratu z dodatkiem flokulantu w ilości 140 [g/1 Mg suchego produktu], nadźwiękowionego przez 6 s dla $u_z = 0,2865$, $\rho_z = 1084,1 \text{ kg/m}^3$, $\rho_s = 1357,9 \text{ kg/m}^3$, $\rho_f = 1002,9 \text{ kg/m}^3$



INŻYNIERIA I APARATURA CHEMICZNA

Nr 1/2012



W ramach badań dodatkowych wykonano m.in. testy sedymentacyjne i analizy ziarnowe zawiesin, skąd zaczerpnięto dane dotyczące przejścia sedymentacji swobodnej w skrępowaną (τ_{kr}), opracowane na podstawie wykresu *Robertsa* [*Bandrowski i inni, 2001*] oraz średnice *Sautera* (d_{32}) badanych zawiesin. Dane te znajdują się w pracach [*Obrochta, 2011; Rozmus, 2011; Tlalka, 2011*]. Zamieszczono je, wśród innych parametrów w tab. 1. Przykład krzywej sedymentacyjnej znajduje się na rys. 6, a wyniki analizy ziarnowej w tab. 2 i na rys. 7.

Wreszcie rezultaty modelowania procesu rozdziału [*Tlałka, 2011*] wykazały bardzo dobrą zgodność wyników doświadczeń z rezultatami obliczonymi z modelowania filtracji ciśnieniowej.

ruo. 1. 1965 mudezanie parametry oddaných zawiesni								
	Zawiesina							
Parametr	Surowa	70 [g fl./1 Mg s.p.] sonifikowana	110 [g fl./1 Mg s.p.] sonifikowana	140 [g fl./1 Mg s.p.] sonifikowana	170 [g fl./1 Mg s.p.] sonifikowana			
$\alpha \cdot 10^{-12}$, $[1/m^2]$	1,03	2,49	1,73	1,53	0,49			
ϵ , $[m^3/m^3]$	0,5615	0,5544	0,5703	0,5155	0,5106			
β	0,0386	0,0354	0,0263	0,0417	0,0521			
S _{TL}	0,617	0,435	0,382	0,485	0,745			
s _s	0,382	0,368	0,281	0,395	0,572			
τ_{kr} , [min]	426	369	242	204	242			
d ₃₂ , [μm]	6,66	8,73	9,03	8,47	3,97			
w_{pl} , [kg/kg] ($\Delta P = 0.8$ [MPa])	0,290	0,273	0,289	0,292	0,275			

Tab 1 Doświadozalne parametry badanych zawiesir



Tab. 2. Wybrane wyniki analizy ziarnowej zawiesiny flotokoncentratu z dodatkiem flokulantu w ilości 140 g/1 Mg s.p., nadźwiękawianym przez 6 s

udział obj. [%]	d [µm]	udział obj. [%]	d [µm]
0,05	< 0,5	21,12	< 7,0
0,29	< 1,0	26,29	< 8,0
1,36	< 2,0	31,83	< 9,0
3,85	< 3,0	37,81	< 10,0
7,47	< 4,0	88,20	< 20,0
11,7	< 5,0	99,76	< 30,0
16,3	< 6,0	100,0	< 40,0





Stałe A÷D równania (18) oraz przeliczone wartości w_{pl} dla filtracji wirowej przy typowych dla takich wirówek wartości a/g = 800 i $\tau = 900$ s, jak również dla typowych wartości stosowanych w dekanterach wirowych (a/g = 4500 i $\tau = 300$, 900 i 1800 s) podano w tab. 3.

Tab. 3. Doświadczalne wartości stałych równania (18) oraz przeliczone wartości w_{pl} dla typowych wartości stosowanych w wirówkach filtracyjnych i dekanterach wirowych oraz dla wydłużonego czasu w dekanterach.

	Zawiesina				
Parametr	Surowa	70 [g fl./1 Mg s.p.] sonifikowana	110 [g fl./1 Mg s.p.] sonifikowana	140 [g fl./1 Mg s.p.] sonifikowana	
A	-0,149	-0,088	-0,186	-0,103	
В	0,054	0,080	0,066	0,083	
С	0,241	0,287	0,200	0,265	
D	-0,130	-0,156	-0,128	-0,133	
R^2	0,977	0,985	0,987	0,988	
w_{pl} , [kg/kg] ($a/g = 800$, $\tau = 900$ [s])	0,202	0,191	0,196	0,204	
w_{pl} , [kg/kg] ($a/g = 4500$, $\tau = 300$ [s])	0,266	0,256	0,235	0,258	
w_{pl} , [kg/kg] ($a/g = 4500$, $\tau = 900$ [s])	0,168	0,141	0,155	0,152	
w_{pl} , [kg/kg] ($a/g = 4500$, $\tau = 1800$ [s])	0,110	0,071	0,106	0,088	

Dane tab. 1 wskazują, że porowatość graniczna jest dla wszystkich zawiesin (bez i z dodatkiem flokulantu) zbliżona, sonifikacja flokulantu powoduje w większości przypadków zmniejszenie współczynnika ściśliwości osadu dla mniejszych dawek flokulantu i zwiększenie dla dużych dawek (lub przy przedawkowaniu), sonifikacja flokulantu powoduje też zmniejszenie czasu przejścia od sedymentacji swobodnej do skrępowanej oraz zmniejszenie średniej średnicy *Sautera* w stosunku do flokulantu niesonifikowanego. Zwłaszcza zmniejszenie τ_{kr} wskutek sonifikacji ma istotne znaczenie w wypadku wstępnego rozdziału zawiesiny w osadnikach.

W większości zawiesin stwierdzono też zmniejszenie w_{pl} wskutek nadźwiękawiania flokulantu przy przykładowej wartości $\Delta P = 0.8$ [MPa], co zgodnie z interpretacją [*Lemanowicz, 2011*] wynika z tworzenia krótszych, ale bardziej trwałych flokuł.

Pewne odstępstwa od opisanych obserwacji mają związek z użytą metodyką badań i czasem prowadzenia testów od momentu pobrania zawiesin z wanny filtru próżniowego (starzeniem zawiesiny). Przykładowo zawiesinę z pojemnika II (beczki II) badano po wyczerpaniu pojemnika I około 2 miesiące później od pierwszych testów wykonywanych z zawiesiną z pojemnika I.

Wnioski i podsumowanie

Jak wynika z wieloletnich doświadczeń służb eksploatacyjnych, zajmujących się odwadnianiem zawiesin w przemyśle górnictwa węglowego, separacja fazowa każdej zawiesiny przebiega inaczej i dobór urządzeń mechanicznych do takiego rozdziału wymaga indywidualnych badań. Potwierdzają to dane niniejszej pracy, które wskazują, że zależnie od rodzaju urządzenia i jego parametrów ruchowych można oczekiwać rożnego stopnia rozdziału (wilgotności końcowej ciała stałego).

Jak wspomniano we "Wprowadzeniu", po filtracji próżniowej z przedmuchem osadu uzyskuje się placki o $w_{pl} = 0,27\div0,29$. Dane tab. 1 wskazują, że podobne wartości występują podczas filtracji ciśnieniowej dla stosowanych w praktyce ciśnień, tzn. $w_{pl} = 0,27\div0,29$, niezależnie od tego, czy dodawany jest flokulant i czy jest on sonifikowany, przy czym obserwuje się na ogół, że dodatek flokulantu nieznacznie (do 2%) obniża w_{pl} . Mniejszy wpływ na obniżenie w_{pl} ma sonifikacja flokulantu. Natomiast znaczące zmniejszenie w_{pl} obserwuje się podczas filtracji i dekantacji wirowej dla dużych a/g i τ . Jednak dla praktycznie stosowanych w wirówkach filtracyjnych wartości a/g = 800 i czasów wirowania do 15 min wilgotności osadów wynoszą $w_{pl} = 0,19\div0,20$. Aby uzyskać głębsze odwodnienie (na wirówkach sedymentacyjnych, dla których $a/g \approx 4500$) należałoby przewidzieć czasy wirowania około 15 min (wówczas $w_{pl} = 0,14\div0,17$). Efekt dobrego odwodnienia ($w_{pl} = 0,07\div0,11$) uwidoczniłby się dopiero przy $\tau = 30$ min, co zdecydowanie przekracza stosowane w praktyce wartości τ . Z badań wynika ponadto, że przedawkowanie flokulantu (powyżej 110 g flokulantu/1 Mg suchego produktu) skutkuje wzrostem w_{pl} .

Generalnym wnioskiem z badań jest stwierdzenie, że dobór urządzenia separacyjnego wymaga analizy techniczno-ekonomicznej, obejmującej m.in. koszty inwestycyjne urządzeń (zwłaszcza wirówek sedymentacyjnych czy filtracyjnych), koszty sprzedaży produktu (które są zależne od zawartości wilgoci), czyli pośrednio koszty dosuszania osadów, koszty eksploatacyjne poszczególnych rozwiązań, itp.

LITERATURA

- Bandrowski J., Merta H., Zioło J., 2001. Sedymentacja. Zasady i projektowanie, Wyd. II, Wyd. Politechniki Śląskiej, Gliwice
- Kocurek J., Palica M., 2005. Simulation and experimental verification of the filtration and filter cake compression model. *Powder Technology*, **159**, nr 1, 17-26. DOI: 10.1016/j.powtec.2005.05.042
- Lemanowicz M., 2011. Spagiryczne procesy zachodzące w układach dyspersyjnych ciało stałe – ciecz w polu ultradźwięków. Rozprawa doktorska, Wydział Chemiczny, Politechnika Śląska, Gliwice
- Machej J., Trefler U., 1995. Dobór i wybór urządzeń filtracyjnych. Chemik, 48, nr 5, 165
- Obrochta N., 2011. Filtracja ciśnieniowa flotokoncentratu węglowego. Praca dyplomowa magisterska, Katedra Inżynierii Chemicznej i Procesowej, Politechnika Śląska, Gliwice
- Palica M., 1994. Mechanical dewatering of the flotation concentrate of coking coal *Chem. Engng and Proc.*, 33, nr 3, 141-149. DOI: 10.1016/0255-2701(94)90004-3
- Palica M., 1996. A method to investigate filtration by the use of a pressure test filter *Chem. Engng and Proc.*, **35**, nr 5, 333-342. DOI: 10.1016/0255-2701(96)80013-4
- Palica M., Kocurek J., 2001. Wybrane zagadnienia teorii filtracji i kompresji osadów, Wyd. Politechniki Śląskiej, Gliwice
- Palica M., Spyrka W., Adamczyk M., 2011a. Testy filtracji ciśnieniowej zawiesiny odpadowej z odmulnika Dorra, *Rocznik Ochrony Środowiska*, (przyjęto do druku)
- Palica M., Gozdek A., Pohl Ł., 2011b. Właściwości filtracyjne zawiesiny flotokoncentratu węgla o różnych dodatkach flokulantu. Karbo, nr 2, 110-118
- Palica M., Drzazga M., Gierczycki A., Gozdek A., Thullie J., 2012. Zmiana właściwości filtracyjnych flotokoncentratu węglowego poddanego filtracji wirowej po sonifikacji flokulantu, *Rocznik Ochrony Środowiska* (przyjęto do druku)
- Rozmus B., 2011. Filtracja ciśnieniowa flotokoncentratu węglowego. Praca dyplomowa magisterska, Katedra Inżynierii Chemicznej i Procesowej, Politechnika Śląska, Gliwice
- Sørensen] P.B., Moldrup P., Hansen J., 1996. Filtration and expression of compressible cakes *Chem. Eng. Sci.*, **51**, nr 6, 967-979. DOI: 10.1016/0009-2509(95)00339-8
- Tlałka A., 2011. *Modelowanie procesu filtracji zawiesiny flotokoncentratu*. Praca dyplomowa magisterska, Katedra Inżynierii Chemicznej i Procesowej, Politechnika Śląska, Gliwice
- Tiller F.M., Leu W.F., 1980. Basic data fitting in filtration. J. Chinese Ins. Chem. Eng., 11, 61-70.
- Żużikow W. A., 1985. Filtracja. Teoria i praktyka rozdzielania zawiesin. (tłum. z j. ros.), WNT, Warszawa