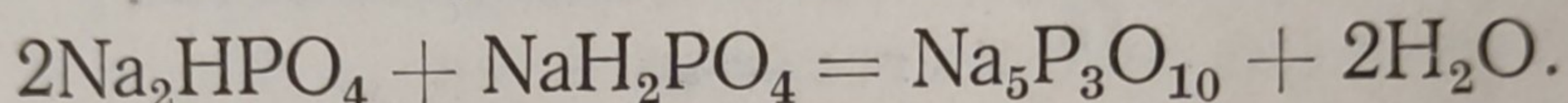


Л. А. Лесникович, Е. А. Продан, П. С. Куц,  
В. И. Рубежанский

## АГЛОМЕРАЦИЯ И КОНДЕНСАЦИЯ КИСЛЫХ ОРТОФОСФАТОВ НАТРИЯ В АТМОСФЕРЕ ПАРОВ ВОДЫ

Гранулирование триполифосфата натрия (ТПФН), используемого в составе синтетических моющих средств, может быть осуществлено двумя путями: 1) обработкой порошкообразного ТПФН, предварительно увлажненного; 2) обработкой порошкообразной смеси ортофосфатов натрия (СОФН)  $2\text{Na}_2\text{HPO}_4 + \text{NaH}_2\text{PO}_4$  с последующей кальцинацией полученных гранул для превращения СОФН в ТПФН по реакции анионной конденсации:



При использовании порошка СОФН возможно совмещение процессов гранулирования и кальцинации, например, в условиях стационарного пористого слоя [1]. Тогда образуются зерна-гранулы ТПФН неправильной формы размером 0,2—1,25 мм с насыпной плотностью 0,4—0,6 г/см<sup>3</sup>, содержащие 92—97 % фосфора в виде триполифосфата Р<sub>3</sub>. Совмещенный процесс является периодическим. В настоящей работе описано получение гранулированного ТПФН посредством раздельного проведения непрерывной агломерации порошка СОФН в камере увлажнения [2] и последующей кальцинации гранул при 350—450 °С в атмосфере воздуха или паров воды. Как и при получении гранулированного продукта путем обработки порошкообразного ТПФН [3], рассматриваемый способ основан на использовании эффекта самоагломерации свободнопадающих частиц порошка СОФН за счет их взаимодействия с парами воды и образования упрочняющей сетки кристаллогидратов.

Исходным веществом для получения гранулированного ТПФН служил тонкодисперсный порошок СОФН, полученный распылительной сушкой раствора нейтрализации фосфорной кислоты содой. СОФН содержит 14,1 % воды, которая при нагревании удаляется в две стадии в интервале температур 60—300 °С. Размер большинства частиц порошка СОФН не превышает 0,1—0,2 мм, его насыпная плотность  $\rho$  составляет 0,7 г/см<sup>3</sup>.

Гранулирование порошка СОФН осуществляли на

опытной установке производительностью 50 кг/ч (рис. 1). Она представляет собой камеру высотой 1,5 м, в верхней части которой расположены форсунки и паровой коллектор, выполненный в виде колец с соплами. Пар, выходящий из сопел, под определенным углом пересекается с

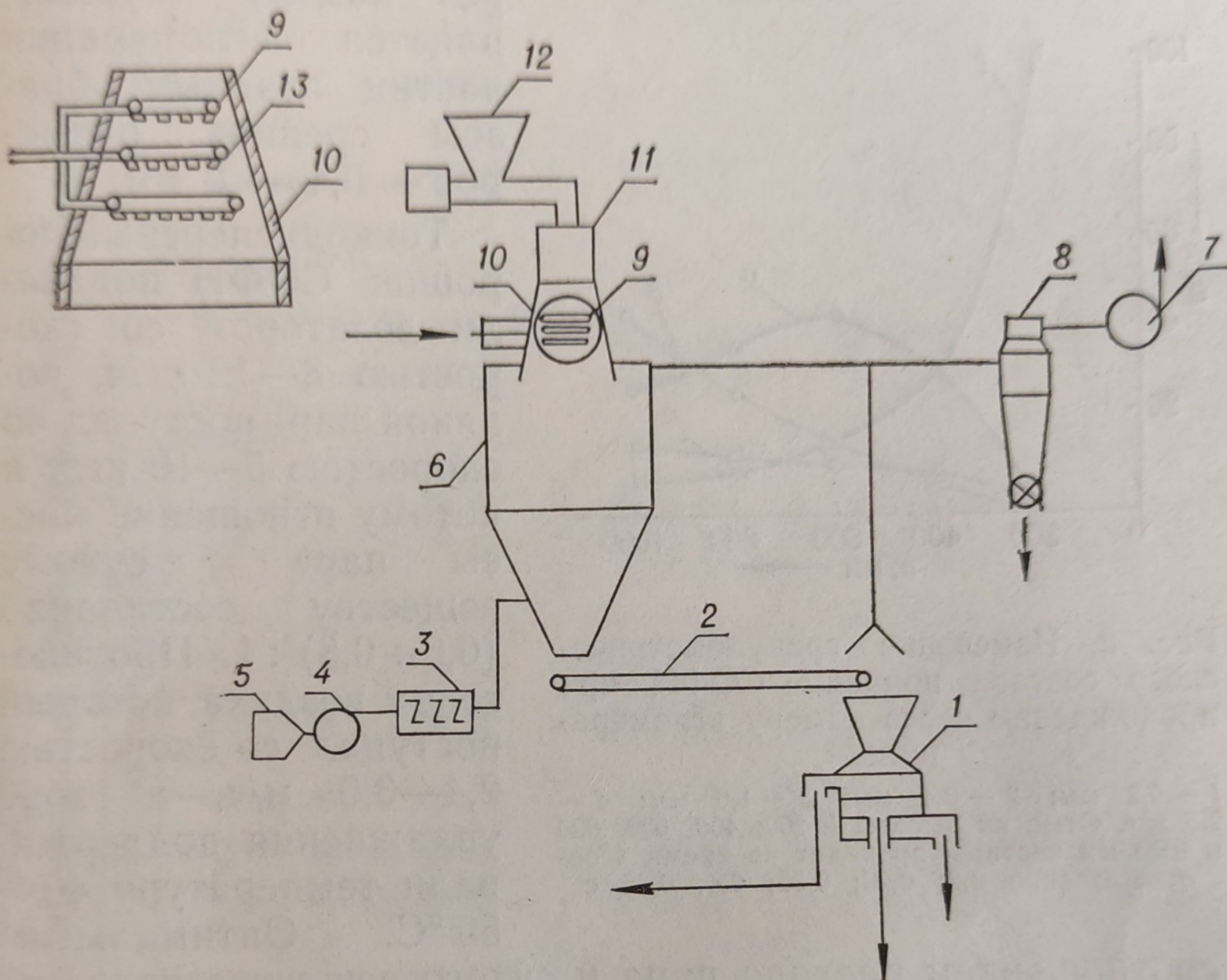


Рис. 1. Схема лабораторной установки для получения гранулированных СОФН и ТПФН:

1 — классификатор; 2 — транспортер; 3 — калорифер; 4 — нагнетающий вентилятор; 5 — воздушный фильтр; 6 — камера агломерации; 7 — вытяжной вентилятор; 8 — циклон; 9 — паровой коллектор; 10 — камера увлажнения; 11 — распределитель; 12 — бункер-дозатор; 13 — паровые сопла

потоком мелкодисперсных частиц, подаваемых из дозатора, и конденсируется на них. Конденсат покрывает поверхность частиц тонкой пленкой влаги, в которой растворяется поверхностный слой, и частицы слипаются между собой.

Происходящие в дальнейшем изменения размера гранул представлены на рис. 2. По мере удаления потока порошка от камеры увлажнения массовая доля  $w$  мелких частиц (кривая 1) уменьшается, а частиц фракций 0,4, 1,0 и 2,5 мм возрастает (кривые 2—4). Прохождение кривой 2 через максимум на отметке  $h=600$  мм связано

с тем, что в верхней части камеры агломерация мелких частиц происходит преимущественно до их размеров около 0,4 мм. Доля этих частиц составляет более 40 %, в то время как частиц фракций 1,0—2,5 мм на такой же высоте — 10—14 %. При дальнейшем прохождении гранул через камеру осуществляется агломерация частиц главным образом средних размеров — 0,4—1,0 мм.

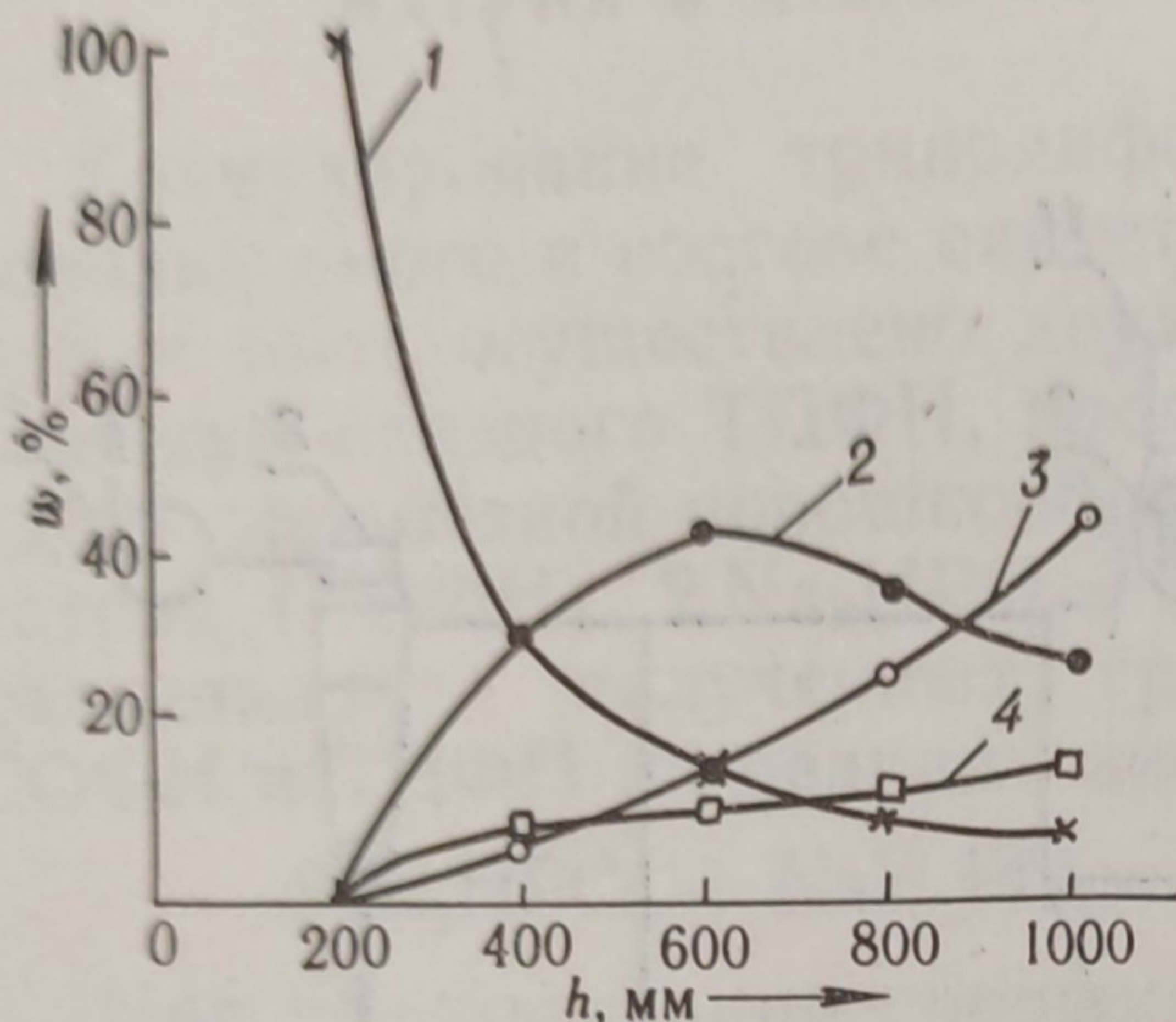


Рис. 2. Изменение гранулометрического состава порошка СОФН при прохождении через камеру агломерации:

1 — 0,2 мм; 2 — 0,4 мм; 3 — 1,0 мм; 4 — 2,5 мм. Отметки высоты  $h$  200, 400, 600, 800 и 1000 мм частицы проходят за время  $\tau$  соответственно 0,2; 0,29; 0,35; 0,4; 0,45 с

Тонкодисперсный порошок СОФН подавали дозатором со скоростью 8—12 кг/ч, водяной пар поступал со скоростью 5—10 кг/ч и потому отношение массы пара к сухому веществу составляло  $(0,6 \div 0,8) : 1$ . Противотоком воздуха, который поступал со скоростью 2,4—3,0 м/ч, в зоне увлажнения поддерживали температуру 40—50 °С. Оптимальным

соотношением расхода пара и сухого вещества является  $(0,6 \div 0,8) : 1$ , так как при меньшем соотношении порошок увлажняется недостаточно и самоагрегации частиц не отмечается, при большем — происходит агломерация частиц до более крупных размеров (1,6—2,5 мм), чем это требуется для приготовления синтетических моющих средств.

Результаты изучения некоторых физических и химических свойств гранулированной СОФН, а также образцов гранулированного ТПФН, полученных последующей кальцинацией гранулированной СОФН в атмосфере влажного воздуха при температурах  $t = 350 \div 450$  °С в течение 90 мин, представлены в табл. 1. Массовую долю триполифосфата в образцах после кальцинации определяли методом количественной тонкослойной хроматографии; относительную прочность на истирание  $m'$  — с помощью струйной мельницы-эрлифта при скорости потока воздуха 1 м/с [4]; гранулометрический состав — путем

737426

Таблица 1

Условия получения гранулированных СОФН, ТПФН и их свойства

Расход порошка, кг/ч	Расход пара, кг/ч	Массовое соотношение пар: СОФН	m', %	Массовая доля Рз, %	Массовая доля гранул, %			ρ, г/см <sup>3</sup>	τ, мин		Сыпучесть, %
					0,1 мм	0,2—1,0 мм	1,0—1,6 мм		20 °С	60 °С	
СОФН, t = 40 ÷ 50 °С											
12	10	0,8:1	57,7	0	35,1	57,0	7,9	0,52	—	—	—
10	7	0,7:1	53,2	0	36,5	55,3	8,2	0,39	—	—	—
8	5	0,6:1	56,1	0	40,6	52,9	6,3	0,34	—	—	—
ТПФН, t = 350 °С, τ = 90 мин											
12	10	0,8:1	64,5	90,7	16,1	67,6	16,3	0,46	1,0	0,3	91,5
10	7	0,7:1	66,0	90,1	13,2	62,2	20,0	0,39	1,3	0,6	92,3
8	5	0,6:1	67,1	90,4	26,2	59,0	14,8	0,35	1,2	0,2	92,2
ТПФН, t = 400 °С, τ = 90 мин											
12	10	0,8:1	66,7	93,3	16,5	70,3	13,2	0,46	1,0	0,7	93,3
10	7	0,7:1	67,0	93,1	16,4	68,1	15,5	0,36	1,1	0,5	92,1
8	5	0,6:1	68,0	93,2	16,8	67,7	15,5	0,33	1,5	0,7	91,9
ТПФН, t = 450 °С, τ = 90 мин											
12	10	0,8:1	69,0	93,4	15,0	74,4	10,6	0,48	1,5	0,6	92,8
10	7	0,7:1	68,5	91,9	15,0	73,9	11,1	0,41	1,3	0,7	92,0
8	5	0,6:1	67,0	93,5	19,9	71,3	8,6	0,40	1,2	0,3	92,5

БИБЛИОТЕКА БТИ  
им. С. М. Кирова

рассева проб на ситах по ГОСТ 21560.2—82; насыпную плотность — по ГОСТ 22567.4—77. За продолжительность растворения было принято время  $\tau$ , необходимое для растворения 5 г образца в 100 мл воды при температуре 20 или 60 °С в стакане с магнитной мешалкой (скорость вращения 60—70 об/мин). Определение сыпучести проводили по ГОСТ 22567.12—82 по отношению к абсолютно сухому песку.

Данные табл. 1 свидетельствуют о том, что с увеличением расхода пара при гранулировании СОФН массовая доля фракций нужного размера (0,2—1,0 мм) изменяется от 52,9 до 57,0 %. При последующей кальцинации она возрастает до 70—74 % вследствие спекания частиц, увеличивается и доля более крупной фракции — 1,6 мм. После дробления частицы размером 1,6 мм присоединяли к частицам 0,2—1,0 мм, что позволяет увеличить выход гранул нужного размера до 85 %. Благодаря спеканию частиц растет также прочность гранул. После кальцинации агломератов при 450 °С она равна 67—69 %, что выше по сравнению с аналогичным показателем для образцов, полученных гранулированием порошкообразного ТПФН по описанному способу [3] ( $m' = 52 \div 56$  %). По данным тонкослойной хроматографии, после кальцинации при 400 °С и большей температуре получают гранулы ТПФН, имеющие довольно высокую массовую долю основного вещества (92—94 %  $P_3$ ). Они обладают хорошей сыпучестью (92—93 %) и быстро растворяются в воде (1,0—1,5 мин при 20 °С). Как показывают результаты, порошок СОФН гранулируется лучше, чем ТПФН.

С помощью описанной установки, кроме сравнительно мягкого парового увлажнения порошка, может быть осуществлено более глубокое его увлажнение путем распыления воды или водных растворов связующих веществ. Однако в данном случае прием, позволяющий регулировать прочность гранул, малоэффективен вследствие того, что ухудшаются условия анионной конденсации СОФН до ТПФН при последующей кальцинации. В табл. 2 приведены данные, полученные с использованием такого приема: на падающий слой порошка СОФН распыляли 25—30 % воды, затем полученные гранулы кальцинировали на протяжении разного времени  $\tau$  при  $t = 300 \div 450$  °С. Как видно, массовая доля  $P_3$ , равная или большая 90 %, достигается лишь при 450 °С, тогда

Таблица 2

Массовая доля, %, продукта прокаливания СОФН

τ, мин	t, °C			
	300	350	400	450
15	83,8	85,3	85,1	86,9
30	87,5	87,9	87,6	91,9
45	88,6	89,1	89,7	93,5

как при мягком способе парового увлажнения — уже при 350 °C.

Таким образом, применение относительно мягкого парового увлажнения на стадии непрерывной агломерации частиц порошка СОФН при 40—50 °C с последующей кальцинацией агломератов в атмосфере влажного воздуха в течение 90 мин при 350—450 °C позволяет получить гранулированный ТПФН с высокой массовой долей основного вещества (90—93 % Р<sub>3</sub>), высоким выходом фракции 0,2—1,0 мм (70—74 %), хорошей сыпучестью (92—93 %), относительной прочностью на истирание (65—69 %), насыпной плотностью (0,3—0,5 г/см<sup>3</sup>), скоростью растворения (1,0—1,5 мин при 20 °C).

## ЛИТЕРАТУРА

1. А. с. 1041515 СССР, МКИ<sup>3</sup> С 01 В 24/41. Способ получения гранулированного триполифосфата натрия / Е. А. Продан, Л. А. Лесникович, Г. Я. Шпекторов и др. (СССР).— № 3390608/23—26; Заявлено 29.12.81; Оpubл. 15.09.83, Бюл. № 34.— 4 с.
2. Рубежанский В. И. Анализ процесса гранулообразования в потоке пара // Исследование тепломассопереноса при сушке и термобработке капиллярно-пористых материалов: Сб. науч. тр. ИТМО АН БССР.— Минск, 1985.— С. 83—90.
3. А. с. 1177271 СССР, МКИ<sup>4</sup> С 01 В 25/41. Способ получения гранулированного триполифосфата натрия / Л. А. Лесникович, Е. А. Продан, В. И. Рубежанский и др. (СССР).— № 3716865/23—26; Заявлено 27.03.84; Оpubл. 07.09.85, Бюл. № 33.— 4 с.
4. Продан Е. А., Лесникович Л. А., Ратько А. И., Попова Т. И. Зернистые триполифосфаты натрия и калия // Изв. АН БССР. Сер. хим. наук.— 1987.— № 1.— С. 119.