

湿法造粒工艺及质量控制

曹绍宗 (抚顺炭黑厂)

摘要

本文通过湿法造粒实践,分析了粒子形成过程,概述了湿法造粒工艺与质量的关系,并对干燥机、造粒机等主要工序的工艺控制进行了讨论。

一、前言

湿法造粒具有效率高的特点,适于分散性和结构性高的新工艺炭黑的造粒,符合我国炭黑工业向新工艺化、生产装置大型化发展的要求,因此近年来被广泛采用。

早在70年代初期,我国炭黑行业就有人利用小型实验装置进行过湿法造粒的研究工作^[1],但湿法造粒的引入是从1986年开始并工业化的,此后我国炭黑工业在湿法造粒工艺等方面取得了长足的进步。

我厂湿法造粒装置是1986年2月正式投产的,六年来的实践使我们初步掌握了一些湿法造粒的技术和经验,现初步总结和概述如下,希望能为湿法造粒工艺技术的发展,提供参考。本文仅对湿法造粒过程的粒子形成过程进行了初步分析,概述了湿法造粒工艺与质量的关系,并对造粒机、干燥机等重要工序的工艺控制问题,进行了讨论。

二、粒子形成过程

炭黑的湿法造粒是将粉状炭黑(简称粉炭,下同)和含有一定数量粘结剂的水溶液(简称造粒水,下同)在造粒机内,经搅齿的旋转作用形成粒状炭黑的一种方法。粉炭

在造粒机内形成粒子,主要经历以下三个过程。

1. 粉炭的均匀浸湿

粉炭与具有一定压力的造粒水按着规定比例,同时进入造粒机内,在搅齿的高速旋转作用下,使粉炭与造粒水处于强烈混合状态,粉炭迅速排出了表面所吸附的气体,并受到造粒水的均匀浸湿,使炭黑表面具有一定的粘结力。其浸湿速度与搅齿的转数、造粒水的温度、用量有关,粘结力的大小与粘结剂的用量有关。

2. 粒子形成

在进料和搅齿旋转推力的作用下,物料依次前移,均匀浸湿的炭黑由于相互碰撞开始粘结,形成不规则的颗粒,随着时间的增加,这些不规则的颗粒不断地形成和长大。其中较大的粒子随着搅齿旋转,所产生的动能和离心力也大,并开始向筒壁方向移动直至沿筒壁旋转。一些小于搅齿至筒壁间的距离(下称间隙)的炭黑粒子,通过间隙继续旋转向后移动直至出料;而大于间隙的炭黑粒子则通过在相互挤压和搅齿的撞击下被破碎,重新形成较小的粒子。周而复始,促使粒子连续不断的生成。

3. 粒子的增重与磨光

初步形成的炭黑粒子形状很不规则,表面粗糙,粘结也比较疏松,必须经历一段

9-14

72127.11

制粒工艺,湿法,工艺,质量控制,灰分,

时间和路程使其沿筒壁滚动，在运动中由于粒子间的碰撞、离心力的挤压、滚动摩擦作用等，使炭黑粒子得到进一步的压缩增重，提高了粒子表面的光滑程度。

三、湿法造粒主要工序的工艺控制

湿法造粒主要由粉炭的加工输送、造粒、干燥和热源供给四部分组成。此处仅讨论与干燥、造粒有关的工艺控制问题。

1. 粉炭的连续称量

粉炭的连续称量是粉炭与造粒水准确配比的前提。湿法造粒的连续性，要求不间断地向造粒机内准确和稳定地供给粉炭与造粒水，因此粉炭必须连续称量。粉炭是采用电子自动管道秤（下称管道秤）进行称量的。管道设备与秤的联接部位采用软性联接，如图1所示。

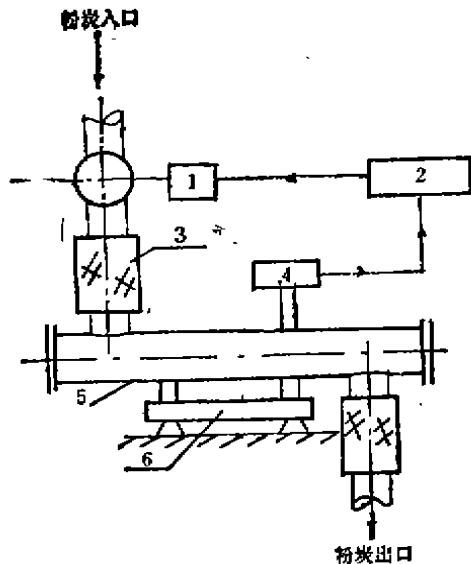


图1 管道秤及电流讯号转换系统

1. 调速电机 2. 控制原件 3. 软性联接 4. 重量显示及电流转换原件 5. 管件 6. 秤

粉炭重量的变化通过管道秤显示，并转换为毫安电流，发出讯号传输给控制原件，控

制造料十字阀的调速电机，调整转数，调节进料量。

2. 粉炭与造粒水比例的控制

粉炭与造粒水的比例是湿法造粒关键之一，只有在适宜的比例情况下才能收到较好的造粒效果。当粉炭进料量一定，造粒水用量超过规定时造，粒机做功增加，电机荷载增大，电流增加，将此电流转换为毫安电流讯号输入控制系统，与造粒水定量系的指挥讯号的接受系统接口，实现粉炭与造粒水的比例控制是可行的，控制原理见图2。

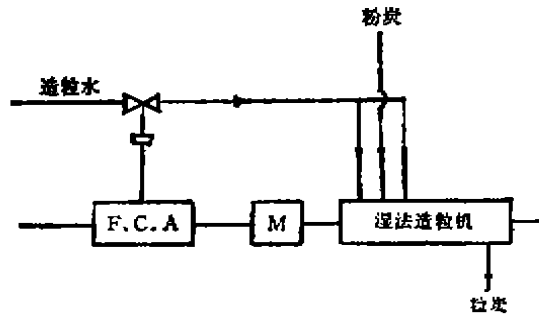


图2 粉炭与造粒水比例控制原理

在生产过程中对于不同的炭黑品种粉炭与造粒水的比例是通过实验确定的。在造粒过程中还要经常和定时的随机抽样，监视粒子变化情况，及时修正炭黑与水的比例，才能保证造粒质量稳定、可使用常温水，也可使用热水作为造粒水，热水有助于提高粉炭与水的亲合性，加快水对粉炭的浸湿速度，改善造粒效果和提高造粒能力。

3. 造粒机的筒壁加热

在湿法造粒过程中，虽然粉炭与造粒水已经得到了控制，但粉炭与造粒水接触的初期，其浸湿程度是不均匀的，有的刚接触水，有的部分已经过饱和，形成了粘稠状炭黑。当造粒机外壁温度较低时（特别是北方的冬天），这些粘稠的炭黑易粘附在筒壁上，当搅齿高速转动时造粒机便产生振动，严重时使造粒机无法正常运行。因此，在湿法造粒机筒壁增设加热夹套并通入蒸汽，才

能保证湿法造粒机的正常运行。

4. 粒子大小的控制

湿法造粒炭黑粒子的大小调节,是通过改变粉炭与造粒水的比例实现的。在炭黑粒子大小和造粒水比例允许范围内,当需要增大炭黑粒子时,可适当提高造粒水的比例;当需要缩小炭黑粒子时,可适当减少造粒水的比例。此项工艺调整,其速度快且非常有效。

5. 湿炭黑粒子的干燥及温度控制

经湿法造粒机造粒后的湿炭黑粒子,其含水率高达50%以上,因此,必须采用强制的干燥措施才能在较短的时间内将炭黑粒子中的水分脱除。

湿粒子的干燥是在回转加热式干燥机内进行的。干燥过程中,要严格控制干燥机内炭黑流动床各部温度,干燥温度过高和速度过快均会导致炭黑粒子疏松和易碎,并使炭黑粒子表面氧化程度加重;干燥温度过低时,炭黑粒子中水分蒸发过慢,影响干燥效果和效率。湿法造粒过程,干燥机内典型的炭黑流动床的温度分布曲线见图3。

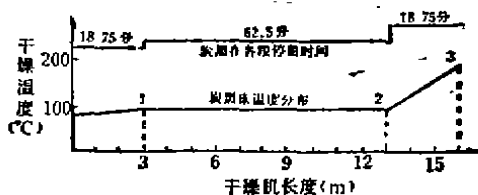


图3 干燥机内炭黑温度分布与停留时间

从图3可见,干燥机内炭黑床温度分布基本上可分为以下三个阶段。

① 湿粒子升温阶段

炭黑湿粒子进入干燥机的初始温度一般为90℃左右,因此需要升温,经过约17分钟缓慢升温,炭黑粒子温度可达到100℃,湿炭黑粒子中水分开始蒸发。

② 恒温脱水阶段

当炭黑粒子温度加热到100℃时,炭黑粒子中水分开始蒸发,此时尽量保持外筒加热气流均匀分布,内筒热气流温度和流速适宜,使水分蒸发缓慢进行,此阶段约用全部干燥时间的62.5%以上。

③ 温度上升阶段

当炭黑粒子中水分蒸发临近结束时,炭黑中水分含量很少,一般在1%左右,此时蒸发水分所需要的热量大幅度下降,并开始对炭黑粒子加热,炭黑粒子温度迅速上升,在较短的时间内由100℃升高到200℃左右,直至出料。此过程仅耗用了全部干燥时间的18.75%左右。经过以上三个过程的脱水,炭黑中的水分含量一般在1%左右。

湿炭黑粒子在干燥机内的总停留时间约70~115分。干燥机的热源靠燃烧炭黑生产过程的尾气获得,干燥机内的热气流不希望强烈波动,热气流速度一般控制在0.5~0.6 m/s,最高不超过1m/s,否则会使少量粉炭悬浮在气流中并被气流带走。

四、湿法造粒工艺与质量的关系 [2, 3, 4]

湿法造粒时,由于粉炭中加入了一定量的水和粘结剂,以及造粒、干燥过程的搅拌、加温等,均会使炭黑的表面化学性质(吸油值、吸碘值、pH值、灰分等)发生变化。现将湿法造粒工艺与质量的关系概述如下。

1. 粉炭吸油值与造粒水用量的关系

粉炭与造粒水的比例决定湿法造粒过程的粒子大小、坚牢度和造粒效率。实验表明,粉炭与造粒水用量是有规律的。该实验是在生产N330炭黑时,通过调整吸油值大小,相应改变造粒水用量达到相近的造粒效果的条件下进行的,其结果见表1。

以表1中的吸油值为纵坐标,造粒水与

表1 炭黑吸油值与造粒水用量的关系

炭黑品种	粉炭吸油值 ml/g	炭黑量 kg	造粒水用量 kg	炭黑与造粒水比例
N330	0.8	50	45	1:0.9
N330	1.0	50	50	1:1.0
N330	1.2	50	55	1:1.2

炭黑的比例为横坐标绘成曲线，见图4。

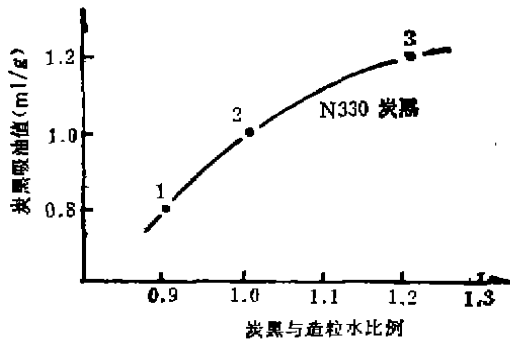


图4 炭黑与造粒水比例关系

图4表明，当炭黑品种和造粒水中粘结剂含量一定时，炭黑吸油值与造粒水成正比。在造粒过程中炭水比的确定，首先要经过实验找出如图4所示的最佳比例范围，在此基础上进行少量的调整，才能迅速收到较好的造粒效果。

2. 湿法造粒过程的pH值变化

新工艺炭黑造粒前粉炭pH值通常为8~9。在湿法造粒过程中，由于水和粘结剂的加入，造粒机内的高速搅拌，干燥机内的滚动生热等过程，均会导致pH值的下降。实验是在造粒过程中，通过造粒前的粉炭与造粒后的粒炭同时采样分析pH值进行对比分析进行的，其结果见图5。

从图5看出，采用湿法造粒时，pH值下降幅度为3.2~3.6，采用不含粘结剂的造粒水进行造粒时，pH值仍然下降3.2。当采用含有0.25%粘结剂的造粒水造粒时，pH值由原来的9.1下降到5.5，当粘结剂含量增加到0.38%时，pH值由8.4下降到5.2。

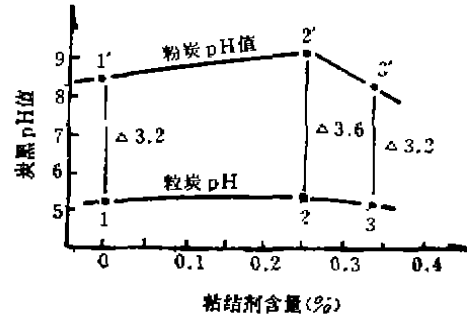


图5 湿法造粒过程的pH值变化

以上实验数据表明，湿法造粒过程中，造粒水中加入的粘结剂量（指木质素磺酸盐）对pH值影响不大，其pH值下降的主要原因在于工艺过程中的高速搅拌增加了与空气接触的机会，干燥过程中的滚动及加热进一步增加了炭黑表面氧化程度，故使炭黑的pH值降低。

在实际造粒过程中，可以通过加入一些助剂进行调节pH值。如果需要较高的pH值时，可在造粒水中加入适量的碱液，pH值可达到6.5以上。但要注意长期加碱会使管道和设备（特别是定量泵、管道上的针型阀等）结垢造成堵塞，使供水系统无法运行。此外，加碱率过高会导致炭黑中灰分增加，因此加碱率要严格控制。

3. 造粒水中粘结剂用量与灰分的关系

新工艺炭黑的灰分含量通常为0.2%左右，在湿法造粒时，由于加入粘结剂和水，设备增多等环节都会使炭黑灰分增加。采用不加粘结剂的造粒水、粘结剂含量不同的造粒水分别进行造粒实验，进行造粒前后的灰分含量对比，分析粘结剂加入量与灰分含量的关系，其对比实验结果见图6。

从图6可见，当用不含粘结剂的造粒水造粒时，炭黑中灰分含量基本没有变化，由图6曲线②可见，炭黑中灰分仍然是0.2%，说明了造粒水对炭黑中的灰分影响不大。造粒水中加入粘结剂后炭黑中灰分明显增加，

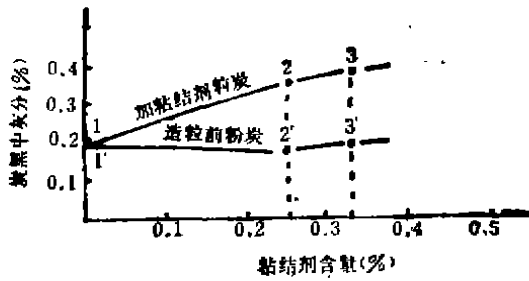


图6 粘结剂用量与炭黑中灰分含量的关系

当造粒水加入0.25%的粘结剂时，灰分上升0.36%，当继续增加粘结剂时，灰分继续上升，见图6中的曲线①。

上述实验表明，湿法造粒过程中，水对炭黑中灰分影响不大，而粘结剂的加入量对炭黑灰分影响很大，且成正比关系。在湿法造粒过程中，粘结剂的加入量一般控制在0.3~0.5%之间，炭黑中灰分一般可低于.5%以下，但粘0结剂用量超过0.5%以上时，易造成炭黑中灰分不合格，值得注意。

4. 粘结剂的用量与炭黑粒子坚牢度关系

炭黑粒子坚牢度是衡量炭黑造粒效果的一项技术指标。干法造粒炭黑粒子坚牢度一般为5克以下，而湿法造粒可大幅度提高炭黑粒子的坚牢度。在湿法造粒过程中，当粉炭与造粒水的比例不变时，增加造粒水的粘结剂含量可提高粒子坚牢度。

实验是采用不含粘结剂的造粒水和粘结剂含量不同的造粒水分别进行的，并测定粒子坚牢度，其结果见表2。

表2 粘结剂用量与粒子坚牢度的关系

项 目	次 数	实 验 范 围			
		1	2	3	4
粘结剂含量%		无	0.25	0.25	0.33
粒子坚牢度 g		8.4	9.0	8.9	12.0

从表2看出，采用不加粘结剂的水进行造粒时其粒子坚牢度为8.4克，当粘结剂加入0.33%时炭黑粒子坚牢度上升到12克，说明

炭黑粒子坚牢度是随粘结剂增加而增加的。曲线图7是根据表2数据绘制的，从中还可看出，粘结剂用量与炭黑粒子坚牢度的一些变化规律，当加入少量粘结剂时粒子坚牢度增加的很慢，当粘结剂增加到0.25%时曲线出现拐点A，其斜率迅速下降，粒子坚牢度增加幅度增大，当用量增加到0.33%时坚牢度达到12克。实际造粒过程中粘结剂常用范围为0.3~0.5%，炭黑粒子坚牢度为10~15克。

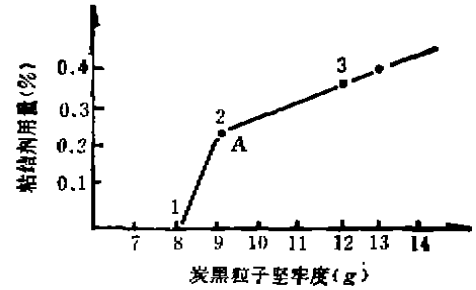


图7 粘结剂用量与粒子坚牢度的关系

5. 湿法造粒过程的吸油值变化

无论何种炭黑采用何种形式造粒，造粒过程都会产生不同程度的吸油值下降，主要原因是在造粒过程中对粉炭的滚动和压缩不同程度的破坏了炭黑的二次结构，导致了吸油值不同程度的下降。湿法造粒过程也不例外，造粒后的吸油值下降幅度与变化规律见表3和图8。

表3 湿法造粒前后吸油值

项 目	次 数	实 验 范 围			
		1	2	3	4
粉炭吸油值 ml/g		1.10	1.19	1.20	1.06
粒炭吸油值 ml/g		1.01	1.03	1.09	0.95
下降差值 ml/g		0.09	0.16	0.11	0.11

从表3看出造粒前粉炭吸油值为1.06~1.20ml/g，而造粒后的吸油值为0.95~1.05 ml/g，下降0.09~0.16ml/g，算数平均值为0.12ml/g。从曲线7还可看出，造粒前粉

炭吸油值高的造粒后吸油值仍然高，但经造粒后其吸油值下降幅度亦大。

6. 湿法造粒后炭黑吸碘量的变化

炭黑吸碘量是表示炭黑比表面积的一项技术指标，由于炭黑的二次结构和炭黑表面粗糙度不同，任何品种炭黑经造粒后吸碘量都有不同程度的变化。在湿法造粒过程中，由于粉炭在造粒机和干燥机内滚动运动所产生的摩擦和压缩增重作用，临近炭黑粒子表面的少数炭黑粒子表面光滑度增加，因此，导致炭黑吸碘量的少许下降。经湿法造粒的炭黑吸碘量变化见表4。

表4 湿法造粒后的吸碘量变化

项 目	次 数	实 验 范 围			
		1	2	3	4
粉炭吸碘量 mg/g		95	98	98*	97
粒炭吸碘量 mg/g		90	94	95	93
下降差值 mg/g		5	4	3	4

(注* 参考资料中可能有误)

从表4看出，吸碘量为95~98mg/g的粉炭，经湿法造粒后吸碘量下降至90~94mg/g，下降了3~5mg/g，算数平均值为4mg/g。

从图9还可以看出，造粒前吸碘量高的炭黑，造粒后吸碘量仍然高，但经湿法造粒后的吸碘量下降值与造粒前的吸碘量高低关系不大。

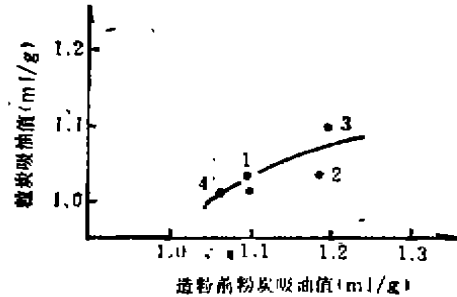


图8 湿法造粒吸油值变化

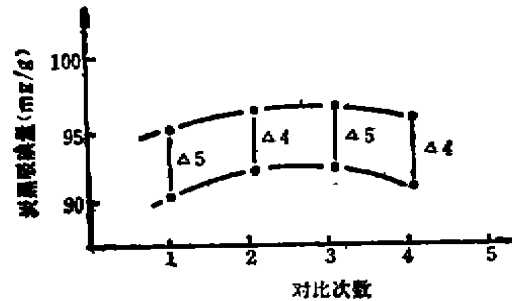


图9 湿法造粒吸碘量变化

参 考 文 献

- (1) 自贡天然气化工研究所，炭黑工业，[1]，25(1972)。
- (2) 抚顺炭黑厂，(内部资料)，炭黑湿法造粒概述，(1986.6)。
- (3) 抚顺炭黑厂，(内部资料)，炭黑湿法造粒调试技术总结，(1986.5)。
- (4) 刘世桐，炭黑工业，[1]，1-5(1989)。

五年未停修 管理出效益

江汉石油管理局炭黑厂自1987年6月底建成投产以来，整整五年过去了，从没因设备及反应炉故障而停产修理，创造了天然气半补强炉法炭黑生产中反应炉连续工作五年的新记录。仅此一项，即为我厂创利润20多万元，企业的经济效益不断提高。

取得上述成绩的关键在于，我们将设备管理放在重要位置，设备随坏随修，从不拖拉推延，设备完好率经常保持100%。

(江汉石油管理局炭黑厂 汪宏金)