



氮气保护分级式冲击磨制备硫磺粉体

李鹏超, 陈俊冬, 邹鹏程, 刘挺楠, 陈海焱

(西南科技大学 环境与资源学院; 固体废物处理与资源化教育部重点实验室, 四川 绵阳 621000)

摘要: 针对硫磺粉的易燃易爆特性, 采用 LNI-330A 型氮气保护分级式冲击磨粉碎硫磺, 并对其进行工业试验。结果表明: 运行过程中, 系统压力分布为 $-1.1 \sim 12.8$ kPa 时, 系统氧含量可稳定在 2% 左右; 调节分级机的转速为 150~1 200 r/min, 硫磺粉体成品产量为 750~1 500 kg/h, 粒径 d_{50} 为 $15 \sim 25$ μm , 单位电耗小于 83.601 kW·h/t; 转速大于 450 r/min 时, 达到橡胶用不溶性硫磺技术指标, 即粒径为 150 μm 的筛余物质量分数 $\leq 1\%$ 。综合考虑工业要求, 得到冲击磨制备硫磺粉体的最优分级机转速为 450 r/min, 成品产量为 1 375 kg/h, 150 μm 筛余物质量分数为 0.74%, 粒径 d_{50} 为 24.50 μm , 单位电耗为 65.77 kW·h/t。

关键词: 氮气保护; 分级式冲击磨; 硫磺粉; 氧含量; 能耗
中图分类号: TQ110.6 **文献标志码:** A

文章编号: 1008-5548(2018)01-0032-04

Preparation of sulfur powder by staged impact grinding with nitrogen protection

LI Pengchao, CHEN Jundong, ZOU Pengcheng,
LIU Tingnan, CHEN Haiyan

(School of Environment and Resource; Key of Laboratory of Solid Waste Treatment and Resource Recycle, Ministry of Education, Southwest University of Science and Technology
Mianyang 621000, China)

Abstract: In view of sulfur powder's characters of being flammable and explosive, sulfurs were grinded by using LNI-330A nitrogen protection classify-impact mill and industrial tests were carried out. The results show that during the operation, the system pressure distribution is from -1.1 kPa to 12.8 kPa, under which the oxygen content can be stabilized at about 2%. Adjusting the rotation speed of classifier from 150 to 1 200 r/min, the finished product yield of sulfur powder is 750~1 500 kg/h, the particle size

of d_{50} is in $15 \sim 25$ μm , and the unit power consumption is less than 83.601 kW·h/t. When the rotation speed is above 450 r/min, the technical specification of insoluble sulfur for rubber is reached, the mass fraction of 150 μm sieve residue is less than or equal to 1%. Considering the industry requirements, the optimum classifier speed of LNI-330A nitrogen protection classify-impact mill for preparation of sulfur powder is 450 r/min, the finished product yield is 1 375 kg/h, the mass fraction of 150 μm sieve residue is 0.74%, the particle size of d_{50} is 24.50 μm , and the unit power consumption is 65.77 kW·h/t.

Keywords: nitrogen protection; classify-impact mill; sulfur powder; oxygen content; power consumption

硫磺是化工领域重要的生产原材料, 适用于橡胶轮胎、医药、造纸、农业、化学纤维、染料、制糖和农药化工等诸多行业。随着科学技术的不断进步, 粉末状硫磺在很多行业发挥了很重要的作用, 是不可或缺的基础材料^[1-2]。硫磺粉在橡胶制品中起硫化交联作用, 赋予橡胶使用基本物性^[3]。硫磺粉能调节土壤 pH 值 (主要是碱性土壤), 影响植物对铁等营养元素的吸收能力^[4]。目前, 国内外生产制造硫磺粉大都采用机械破碎的方法^[5], 硫磺颗粒在这个过程中会带上电荷, 粉体堆积了大量的静电, 加之硫磺易燃易爆特殊的化学性质, 导致了生产和使用过程中存在很大的燃烧爆炸危险^[6-8]。南京理工大学自主研发了用于粉碎易燃易爆材料的液固式 LS 型超细粉碎机^[9], 但是该粉碎机不适用硫磺粉的干法粉碎。张方强^[10]采用广义磨粉碎硫磺粉, 在系统中使用保护气体发生器和阻燃装置, 该装置并没有根本解决硫磺粉的燃烧爆炸危害。付瑜等^[11]在分级式冲击磨制备硫磺粉的过程中, 对系统进行加湿设计来防止静电积聚, 但是加湿之后硫磺粉流动性会变差, 导致系统堵塞。

虽然已有阻燃、防爆的设备与技术, 但是现阶段已不再适合超细粉碎加工易燃、易爆的材料^[12-13]。为了满足国家对化工行业安全生产的要求, 对系统采用氮气保护, 能够解决硫磺粉体粉碎加工过程中的燃爆危害。在氮气保护系统中, 确定氧含量值是最重要的, 通常情况下, 低于极限氧含量值 3~5 个百分点作为上

收稿日期 2017-06-30, 修回日期 2017-09-15。

基金项目 国家自然科学基金项目 编号 51508481 西南科技大学研究生创新基金资助项目 编号 17ycx042。

第一作者简介 李鹏超 (1992—) 男, 硕士研究生, 研究方向为易燃易爆粉体的粉碎与通风除尘。E-mail: 751674699@qq.com。

通信作者简介 陈俊冬 (1983—) 男, 硕士, 讲师, 研究方向为机械设计制造及矿物加工工程。E-mail: 1qxcjd@163.com。

限,低于 1~2 个百分点作为上上限,对于硫磺粉,氧含量上限可控制为 5%~6%,上上限为 8%^[14]。本文中采用氮气保护分级式冲击磨为实验装置,对制备硫磺粉的工艺进行了研究,并在系统运行过程中测试了相关数据并进行了分析。

1 设备与工艺

实验设备为绵阳流能粉体设备有限公司生产的 LNI-330A 型氮气保护分级式冲击磨系统,该系统主要包括氧含量分析仪、制取氮气系统(压缩空气净化组件、空气储罐、氮氧分离装置、氮气缓冲罐)、加料系统(料仓、星型卸料器)、粉碎主机(传动电机功率 55 kW)、分级机(传动电机功率 11 kW)、脉冲喷吹袋式除尘器、高压引风机(传动电机功率 30 kW,最大风量 4 900 m³/h)、冷却系统及可编程逻辑控制器(PLC)控制柜。该系统为闭式粉碎系统,气路系统设氧含量分析仪,能自动实时在线监测氧气含量,并在超过警戒值的时候自动补充氮气。工艺流程主要有制氮、粉碎、分级、收集 4 大部分,系统示意图如图 1 所示。

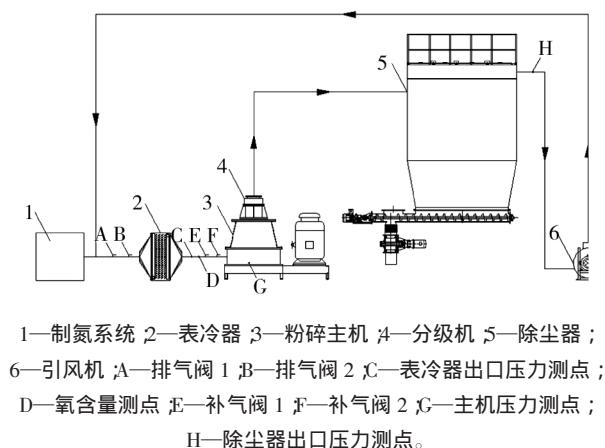


图 1 氮气保护分级式冲击磨设备与工艺流程图

Fig. 1 Schematic diagram of nitrogen protection classify-impact mill system

首先,开启氧含量分析仪进行预热,达到工作温度 700 °C;同时开启制备氮气系统,制取氮气达到工作压力 0.8 MPa。开机时先在系统中持续充入氮气,直至全系统的氧含量达到氧含量分析仪设定的值(质量为数为 8%以下);然后开启加料系统,将粒径为 3~5 mm 的硫磺原料(中石化广元天然气净化有限公司)均匀加入粉碎腔。粉碎腔内一般用锤头、叶片、棒体等几种冲击件,然后通过高速旋转与物料发生猛烈撞击,同时颗粒之间也会发生相互挤压、摩擦、碰撞。此外在冲击件与衬板之间的间隙处,颗粒也会受到撞击、摩擦,从而实现对物料的粉碎。本实验中采用锤头

对硫磺颗粒进行冲击粉碎。粉碎后的硫磺颗粒随着气流进入分级机的分级腔,形成自由涡形的气流,分级腔内有一个垂直放置的分级轮转子,通过分级轮转子的旋转,产生一个旋转气流场,使携带着硫磺颗粒的气体沿分级机转子边缘进入分级轮,呈螺旋状向涡轮中心运动。粗的颗粒由于其所受的离心力大于气流曳力而被甩出分级轮,返回至粉碎腔继续粉碎,符合粒径要求的颗粒随气流被吸入转子中心,进入脉冲喷吹袋式除尘器,完成对产品的收集。整个系统采用上位机、PLC 等一系列自动化硬件设施及软件程序,实现了对系统的实时监控与自动化控制。

2 结果与分析

2.1 系统氧含量与压力分布

在氮气保护闭式系统中,系统氧含量和压力是两大重要的运行参数。氧含量的高低反应了氮气保护的好坏程度,系统主要部位压力则反应了整个系统运行的状态。这 2 个重要参数也有优先顺序级,系统必须满足氧含量达到技术要求时,才可以启动系统设备或者调节系统压力。该系统氧含量和主要部位压力的变化分别如图 2、3 所示。

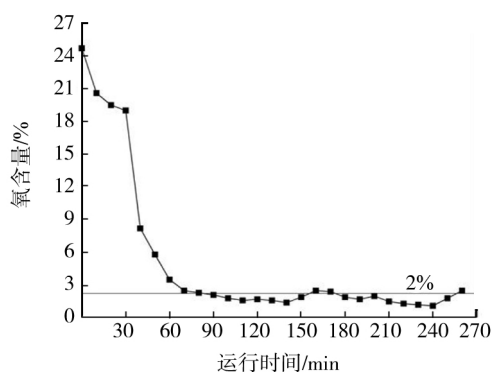


图 2 系统氧含量变化图

Fig. 2 Diagram of oxygen content variation of the system

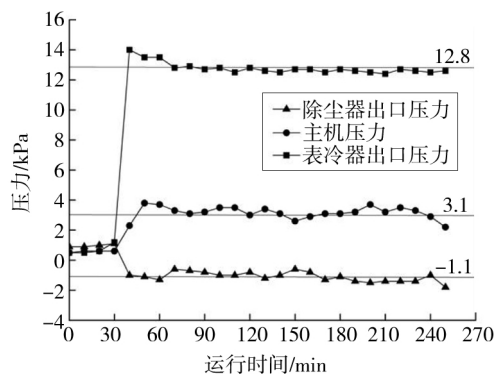


图 3 系统主要部位压力测点变化图

Fig. 3 Diagram of pressure variation of main parts of system

由图 2 可知,在系统运行过程中,氧含量质量分数稳定在 2% 左右。系统氧含量是通过减压阀调节的,控制系统氧含量的减压阀有 2 个,分别是补气阀 2 和排气阀 2,它们同时开启或同时关闭。系统设定了氧含量上限值和下限值,当氧含量分析仪显示的当前值大于上限设定值时 2 个阀门同时开启,氧含量当前值等于下限设定值时 2 个阀门同时关闭。这里有个设定,当前值低于下限设定值时 2 个阀门不会开启。

由图 3 可知,刚开始时,除尘器出口压力为 -1 kPa,之后稳定在 -1.1 kPa 左右;主机压力为 2.3 kPa,之后稳定在 3.1 kPa 左右;表冷器出口压力为 14 kPa,之后稳定在 12.8 kPa 左右。在设备运行期间,系统各压力比较正常,基本保持平衡。系统压力也是由减压阀调节的,控制系统压力的减压阀也有 2 个,分别是补气阀 1 和排气阀 1。2 个阀门分别都设有上限值和下限值。值得注意的是,补气阀 1 的上限值与排气阀 1 的下限值相同,可认为系统压力阈值的中间值;补气阀 1 和排气阀 1 开启时的逻辑关系是有且只有一个开启,是互逆关系。

按照 LNI-330A 型氮气保护分级式冲击磨的操作流程加工硫磺粉,对该系统进行测试,整个系统在稳定运行时,系统压力从负压 1.1 kPa 至正压 12.8 kPa,在此压力分布内,系统氧含量可以稳定在 2% 左右。具体运行参数如表 1 所示。

表 1 氮气保护分级式冲击磨系统运行参数

Tab. 1 Operating parameters of nitrogen protection classify-impact mill system

氧含量 /%	表冷器出口 压力/kPa	主机腔体 压力/kPa	除尘器出口 压力/kPa
2	12.8	3.1	-1.1

2.2 成品产量与粒径分析

在保持粉碎主机和高压引风机转速不变的条件下,通过调节分级机转速来控制粉碎后的硫磺粉的产量、粒径,对于制备出的硫磺粉,采用贝克曼 LS13-320 激光粒径分析仪(美国贝克曼库尔特有限公司)进行分析测试。根据化工行业标准橡胶用不溶性硫磺技术指标的规定^[15],150 μm 筛余物质量分数 $\leq 1\%$,袁福生等^[16]的研究也表明,150 μm 以上的硫磺会影响其在土壤中的氧化。用 150 μm 筛子筛分制备的硫磺成品,称量 150 μm 筛余物的质量。具体结果如表 2 所示。

由表 2 可知,在粉碎主机转速一定条件下,分级机转速从 150 r/min 增加到 450 r/min,硫磺粉成品粒径 d_{90} 从 96.09 μm 减小到 72.17 μm ,产量由 1 500 kg/h 减小到 1 375 kg/h,减小了 8.3%,150 μm 筛余物

表 2 不同分级机转速下硫磺成品产量和粒径

Tab. 2 Yield and particle size of sulfur products at different classifier speed

分级机转速 /($\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$)	产率 /($\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}$)	成品粒径/ μm		150 μm 筛余物/%
		d_{50}	d_{90}	
150	1 500	25.47	96.09	1.3
450	1 375	24.50	72.17	0.74
900	1 050	16.12	47.14	0.42
1 200	750	15.04	39.56	0.01

质量分数由 1.3% 减小到 0.74%;当分级机转速增大到 1 200 r/min 时,硫磺粉成品粒径 d_{90} 减小至 39.56 μm ,产量减小了 50%,150 μm 筛余物质量分数几乎为 0。出现这种情况是由于增大分级机的转速,分级轮转子的切割粒径变小,分级轮对硫磺颗粒的强制作用力变大,使颗粒获得更大的离心速度,且很容易在边缘沉降,较粗粒径穿过分级机的概率变小,因此增大分级机的转速,获得的硫磺粉成品粒径减小,150 μm 筛余物质量分数随之减小,但是获得的硫磺粉成品产量也随之减小。硫磺粉在橡胶制品中起硫化交联作用,可以增强橡胶的物性(增强或者变柔软),有的橡胶原料很贵,但是其产品物价却很便宜,这时就需要大量的硫磺粉助剂来减少成本^[17]。综合考虑硫磺粉成品产量和 150 μm 筛余物量,最优的分级机转速为 450 r/min,产量为 1375 kg/h,150 μm 筛余物质量分数为 0.74%。

2.3 能耗分析

粉碎硫磺的过程中,根据粉碎主机、引风机和分级机运行时的电流可折算生产每吨硫磺粉体的电耗和成本(成本不包含原料费、人工费和设备折旧费,用电价格按工业用电每千瓦时为 0.8 元)。制氮系统是由空气压缩机(功率 30 kW)、冷冻式空气干燥机(1.1 kW)和制氮机(0.1 kW)组成,系统稳定运行时,氧含量稳定在安全值以内,氮气消耗功率在 15.6 kW 以下,不计入粉碎能耗。具体结果如表 3 所示。

由表 3 可知,生产每吨 d_{90} 为 39.56 μm 的硫磺粉体的电耗为 83.601 $\text{kW}\cdot\text{h/t}$,是生产 d_{90} 为 96.09 μm 的硫磺粉的 2.1 倍。结合表 2 中的成品粒径,粒径的减小导致了单位电耗和生产成本不断增加,而粒径太小使用效果却不是最佳的。林葆等^[18]研究表明,硫磺经粉碎后与土壤混合会被土壤微生物氧化成 SO_4^{2-} ,硫磺颗粒越小,其比表面积越大,硫氧化率越高,75~150 μm 之间,硫磺粉在 0~4 000 mg/kg 时氧化率与粒径呈直线关系,95% 的 75 μm 硫磺粉与 5% 的黏结剂和分散剂黏结成颗粒状硫磺,施于土壤中,刚开始硫氧化平

表 3 氮气保护分级式冲击磨粉碎硫磺粉的能耗

Tab. 3 Energy consumption of nitrogen protection classify-impact mill to grand sulfur powder

分级机转速/($r \cdot \min^{-1}$)	粉碎主机电流/A	引风机电流/A	分级机电流/A	总耗电量/($kW \cdot h^{-1}$)	单位电耗/($kW \cdot h \cdot t^{-1}$)	成本/(元 $\cdot t^{-1}$)
150	51.3	40.6	9.6	58.415	38.943	31.15
450	52.2	41.2	9.5	59.234	43.079	34.46
900	56.7	41.6	9.6	62.099	59.142	47.31
1 200	58.5	40.7	9.8	62.701	83.601	66.88

缓,但随时间的推移氧化速率逐渐提高,作物在整个生长季都可以保持对硫的吸收,而且还不容易流失。综合考虑硫磺成品粒径和能耗,最优的分级机转速也为 450 r/min,其成品粒径 d_{90} 为 72.17 μm ,单位电耗为 43.079 $kW \cdot h/t$ 。

3 结论

1)按照 LNI-330A 型氮气保护分级式冲击磨的操作流程粉碎硫磺粉,对该系统进行测试,整个系统在运行时,除尘器出口压力稳定在 -1.1 kPa 左右,主机压力稳定在 3.1 kPa 左右,表冷器出口压力稳定在 12.8 kPa 左右。系统压力从负压 1.1 kPa 至正压 12.8 kPa,在此压力分布内,系统氧含量可以稳定在 2%左右。系统在 2 个补气阀和 2 个排气阀的调节与控制下,可以保持运行稳定。

2)采用氮气保护分级式冲击磨,调节分级机的转速为 150~1 200 r/min,生产出的硫磺粉体成品产量为 750~1 500 kg/h,粒径 d_{50} 在 15~25 μm ,单位电耗小于 83.601 $kW \cdot h/t$,转速在 450 r/min 以上时,达到橡胶用不溶性硫磺技术指标,即 150 μm 筛余物质量分数 $\leq 1\%$ 。

3)综合考虑硫磺粉成品产量、150 μm 筛余物量、粒径和能耗,得到 LNI-330A 型氮气保护分级式冲击磨制备硫磺粉体的最优分级机转速为 450 r/min,其成品产量为 1 375 kg/h,150 μm 筛余物质量分数为 0.74%,粒径 d_{50} 为 24.50 μm ,单位电耗为 43.079 $kW \cdot h/t$ 。

参考文献(References):

- [1] 单彬. 高品质不溶性硫磺的生产工艺研究[D]. 青岛: 青岛科技大学, 2015.
- [2] 李志红. 硫磺制酸生产危险性及安全对策措施分析[J]. 中国公共安全

全(学术版), 2013(3):33-36.

- [3] 丛川波,丁照宇,赵欣,等. 恒形变条件下硫磺用量对丁腈橡胶裂纹发展的影响[J]. 高分子材料科学与工程, 2015(8):128-132, 138.
- [4] 湛润生,陈明昌,杨治平,等. 硫磺对土壤 Cd、Pb 有效性的影响[J]. 水土保持学报, 2015(3):316-319.
- [5] 孙可平,俞大忠,范莘耕. 硫磺破碎过程中的静电灾害及其防治技术的研究[J]. 上海海运学院学报, 1985(2):75-82.
- [6] 王振刚,张帆,赵琳,等. 硫磺粉尘燃爆危险性研究[J]. 无机盐工业, 2015(2):56-59.
- [7] NIFUKU M, KATO H. A study on the static electrification of powders during pneumatic transportation and the ignition of dust clouds [J]. Powder Technology, 2003(2):169-179.
- [8] OHSAWA A. Computer simulation for assessment of electrostatic hazards in filling operations with powder[J]. Powder Technology, 2003(135): 216-222.
- [9] 刘宏英,李春俊,李凤生. 易燃易爆材料超细粉碎技术及设备研究新进展[J]. 爆破器材, 1999(2):27-31.
- [10] 张方强. 广义磨在硫磺粉磨中的应用[J]. 化工矿物与加工, 2002(10):29-30.
- [11] 付瑜,吕娟,吕强强,等. 分级式冲击磨制备硫磺粉[J]. 中国粉体技术, 2016(5):18-21.
- [12] 吴建明. 惰性气体保护气流粉碎系统在化工行业的推广应用[J]. 当代化工, 2011(8):804-807.
- [13] 向华,庞娟娟,向德诚. 保护性气体密闭循环粉碎设备: CN201997369U[P]. 2011-10-05.
- [14] 蔡广贝. 硫磺的冲击粉碎与收集研究[D]. 绵阳: 西南科技大学, 2011.
- [15] 中华人民共和国工业和信息化部. 橡胶用不溶性硫磺: HG/T 2525-2011[S]. 北京: 化学工业出版社, 2012.
- [16] 袁福生,李祖章,刘光荣,等. 硫在旱地土和水稻土中氧化的初步研究[J]. 江西农业学报, 2002(1):56-60.
- [17] 李文灿. 不溶性硫磺的合成、改性及其对橡胶性能的影响[D]. 青岛: 青岛科技大学, 2014.
- [18] 林葆,李书田,周卫. 影响硫磺在土壤中氧化的因素[J]. 土壤肥料, 2000(5):3-8.