



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 232 251 A1

4(51) C 01 D 3/08

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 01 D / 265 552 8

(22) 23.07.84

(44) 22.01.86

(71) VEB Kombinat KALI, 5400 Sondershausen, Schacht II, DD

(72) Griethe, Wolfgang, Dr.-Ing.; Schmidt, Wolfgang, Dipl.-Chem.; Wersuhn, Karl; Krüger, Bernhard; Fensterer, Jürgen; Zachow, Wolf-Jürgen; Günther, Georg, DD

(54) Regelungsverfahren für den Deckprozeß bei der flotativen Kaliaufbereitung

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Regelung des kontinuierlich geführten, ein- beziehungsweise mehrstufig ablaufenden Deckvorganges bei der flotativen Kaliaufbereitung zur Herstellung von Kaliumchloridprodukten. Die Erfindung hat das Ziel, die Nachteile der bekannten Verfahren zur Regelung des Deckprozesses zu beseitigen und die Verfahrensökonomie durch Minimierung des Deckwasserverbrauchs zu verbessern, wodurch eine Erhöhung des Wertstoffausbringens erzielt wird. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß ein in der Rohsalzaufgabe befindlicher K_2O -Konstantregler, der als Störgrößenkompensator arbeitet, mit einer im Deckprozeß installierten Kaskadenregelung gekoppelt wird, der die relevanten Prozeßgrößen aufgeschaltet sind. Wesentlich dabei ist neben der Aufschaltung der $MgCl_2$ -Komponente und der Endkonzentratmenge die Konzentratqualität, die chemische Endproduktqualität sowie ihr Trendverlauf. Die Erfindung kann bei der flotativen Aufbereitung von Kalirohsalzen angewendet werden. Fig. 1

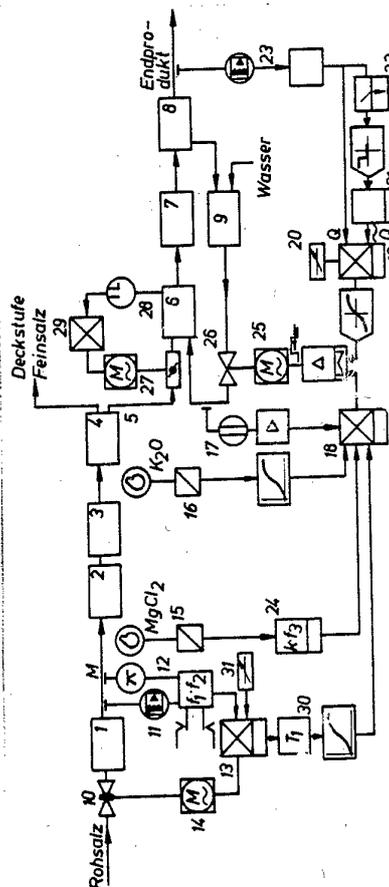


Fig. 1

Titel der Erfindung

Regelungsverfahren für den Deckprozeß bei der flotativen Kaliaufbereitung

5 Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Regelung des kontinuierlich geführten, ein- beziehungsweise mehrstufig ablaufenden Deckvorganges bei der flotativen Kaliaufbereitung zur Herstellung von Kaliumchloridprodukten.

10 Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Unter dem bei der Kalidüngemittelherstellung angewendeten Deckverfahren versteht man eine Behandlungsmethode für Salzgemische mit KCl-gesättigter und NaCl-ungesättigter Decklösung beziehungsweise Wasser zum Zwecke der Qualitätsverbesserung. Das Verfahren beruht auf Löslichkeitsunterschieden zwischen KCl und NaCl im ternären Lösungssystem. Der Deckprozeß wird in der Regel so gefahren, daß die pro Zeiteinheit zugegebene Decklösung nicht zur Verletzung der sogenannten Wasserfreiheit führt, jedoch ausreichend, um eine jederzeit stabile, möglichst an der unteren Toleranzgrenze liegende Endproduktqualität zu garantieren.

20 Nach DDWP 100 931 werden die infolge unterschiedlicher Lösungsenthalpien von KCl und NaCl auftretenden Temperaturdifferenzen, beziehungsweise nach DDWP 111 891 die Dichte der Decklösung im Deckbehälter gemessen und als

25 Ersatzregelgrößen zur Wasserzugabe verwendet.

Bekannt ist nach DDWP 205 150 auch eine Regelung des Deckprozesses, bei der die Wasserdosierung unter Berücksichtigung des im feuchten Decksalz radiometrisch bestimmten K_2O -Gehaltes erfolgt. Die angeführten bekannten Regelungsverfahren gestatten keinen minimierten Deckwassereinsatz und berücksichtigen nicht alle wesentlichen Einflußfaktoren auf den Deckprozeß. Außerdem basieren sie auf einer Kali-
5
verarbeitungstechnologie, bei der die Wertstoffgewinnung durch Kristallisation heißer kaliumchloridhaltiger Lösungen erfolgt. Sie sind nicht auf den Deckprozeß bei der
10
flotativen Kalidüngemittelherstellung anwendbar.

Gegenwärtig wird der bei der flotativen Aufbereitung von Kalirohsalzen praktizierte Deckprozeß ausschließlich manuell und lediglich in Abhängigkeit von der Produktqualität
15
gesteuert. Qualitätsverletzungen als Folge verspäteten oder falschen Reagierens sowie Überschreitungen des Wasserhaushalts, die periodisch zum Laugenabstoß führen, sind unter anderem unausbleibliche Begleiterscheinungen einer solchen Fahrweise. Ein technologisch stabiler Deckverlauf
20
ist vor allem wegen der Notwendigkeit einer simultanen Berücksichtigung mehrerer Prozeßparameter manuell nicht erreichbar.

Ziel der Erfindung

25
Die Erfindung hat das Ziel, die Nachteile der bekannten Verfahren zur Regelung des Deckprozesses zu beseitigen und die Verfahrensökonomie durch Minimierung des Deckwasserverbrauchs zu verbessern, wodurch eine Erhöhung des Wertstoffausbringens erzielt werden soll.

30 Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein solches Regelungsverfahren zu finden, das die Einbeziehung relevanter Prozeßgrößen und gleichzeitig die freie Wahl der chemischen Endproduktqualität zuläßt.
35

Es wurde gefunden, daß die Aufgabe dadurch gelöst werden

kann, wenn ein in der Rohsalzaufgabe befindlicher K_2O -Konstantregler, der als Störgrößenkompensator arbeitet, mit einer im Deckprozeß installierten Kaskadenregelung gekoppelt wird, der die relevanten Prozeßgrößen aufgeschaltet sind. Wesentlich dabei ist, neben der Aufschaltung des $MgCl_2$ -Gehaltes des zu verarbeitenden Rohsalzes und der Endkonzentratmenge sowie ihrer chemischen Qualität (K_2O -Gehalt), die chemische Qualität des Endprodukts und ihr Trendverlauf.

Die Salzaufgaberegulation sorgt bei veränderlichem KCl -Anteil im Rohsalz durch Nachführung der Effektivmengen für einen hinreichend konstanten Wertstoffanteil in der Flotationsaufgabe und trägt damit zur Stabilisierung der Endkonzentrate bei. Qualitative Schwankungen an den Eingängen von Vorflotation und Deckstufe werden so minimiert. Eine völlige Konstanz der K_2O -Menge ist allerdings nicht zu erreichen, da dies übermäßige Effektivschwankungen hervorrufen würde, die aus Gründen begrenzter Aufnahmekapazität der maschinentechnischen Einrichtungen und Apparaturen vermieden werden müssen.

Die vom Salzaufgaberegler konstant gehaltene K_2O -Menge dient zugleich als Ersatzgröße für die nur schwer meßbare Endkonzentratmenge und wird, zusammen mit dem K_2O - und $MgCl_2$ -Gehalt des Rohsalzes, auf die Eingänge des Hilfsreglers der Reglerkaskade geschaltet. Dieser leitet aus den drei Eingangsgrößen eine proportionale Stellgröße zur Ansteuerung des Stellgliedes ab, wobei eine Decklösungs-Grundmenge eingestellt wird, die theoretisch zu einer bestimmten Fertigproduktqualität, beispielsweise 60,15 Prozent K_2O führen müßte. Dabei wird unterstellt, daß die Reglereingangsparameter linear sind, der Deckvorgang eine 95-prozentige $NaCl$ -Sättigung der Decklösung verursacht, und ein $MgCl_2$ -Gehalt im Rohsalz < 4 Prozent existiert. Zur Einhaltung der erforderlichen Mindestverweilzeit im Deckbehälter wird eine Minimum/Maximum-Regelung des Behälterfüllstandes vorgenommen.

Gütekriterium für den Verlauf des Deckprozesses ist letzt-

endlich die erreichte Fertigproduktqualität, die periodisch nach Ablauf einer konstanten Meßzeit in Form eines Einheits-
signals auf den Hauptregler geführt wird, an dem auch die
Sollwerteneinstellung erfolgt. Aufgetretene Regelabweichun-
5 gen werden durch Korrektur der Decklösungs-Grundmenge nach
einer empirisch ermittelten Kennlinie und unter Berücksich-
tigung der zeitlichen Änderung der Produktqualität besei-
tigt. Dazu werden die Meßsignale des Produktkalimeters
nach Über- oder Unterschreitung einer Fertigproduktgrenze
10 über ein Tiefpaßfilter geführt, das ein dynamisches Mit-
telwertverhalten besitzt. Das Produkt der Filterung einer
beliebigen Anzahl von Meßsignalen pro Zeiteinheit ist ein
Gradient der chemischen Endproduktqualität, der am zweiten
Hauptreglereingang angelegt wird. Die Berücksichtigung der
15 Fertigprodukt-Dynamik gewährleistet eine bessere Vorher-
sage im stetigen Deckregelkreis mit Totzeit, so daß Regel-
abweichungen bis auf ein unvermeidbares Mindestmaß herab-
gesetzt werden können.

20 Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird im nachfolgenden Ausführungsbeispiel
für das Decken von Grobsalz an Hand Fig. 1, 2 und 3 näher
erläutert. Das Regelungsschema für den Deckprozeß des
Feinsalzes ist adäquat und daher in Fig. 1 nicht enthalten.

25 Die dem Aufbereitungsprozeß zugeführte Rohsalzmenge resul-
tiert aus einer K_2O -Aufgaberegung, die plötzliche Ände-
rungen des eingeführten K_2O -Quantums - neben der Teilkompo-
nente $MgCl_2$ eine Hauptstörgröße an den Eingängen von Flo-
tation 3 und Deckstufe 6 - verhindert.

30 Hierbei dient zur Analyse der Salzqualität ein kontinuier-
lich messender Prozeßanalysator 11 mit Szintillationssonde,
während die Salz-Effektivmenge mittels elektromechanisch
integrierender Bandwaagen 12 unter Nutzung des Analogaus-
ganges ermittelt wird. Der Einbauort für die Prozeßanaly-
satorsonde befindet sich zwecks Einhaltung der 2π -Meß-
geometrie im Rohsalz-Vorratssilo, während die Bandwaagen

sowie die Stellglieder in dessen Ausläufen installiert und den einzelnen Verarbeitungsstraßen zugeordnet sind. Aus dem Vergleich des Meßwertprodukts von Salzqualität und -menge mit dem eingestellten Sollwert bildet der PI-Regler 13 unter zusätzlicher Einbeziehung der aufgeschalteten Maischenfüllstands-Grenzwerte ein Ausgangssignal, das auf den Modact-Antrieb 14 für den jeweiligen Flachschieber 10 wirkt. So wird trotz schwankender Rohsalzqualität die eingeführte K_2O -Menge durch Änderung des Effektivanteils annähernd konstant gehalten, was zur Verbesserung des Führungs- und Störverhaltens des Hilfsreglers 18 dient. Der Sollwert dieser Vorregelung wird manuell unter Beachtung des Salzangebots am Leitgerät 31 so gewählt, daß eine K_2O -Mengenkonstanz bei zugleich hohem Durchsatz gewährleistet ist.

Die Dosierung der Decklösung aus einer Decklösungsaufbereitung 9 übernehmen die Regler 18 und 19, die mittels pulslängenmodulierter Ausgangssignale das Stellglied 26 für die Decklösungszugabe über den Modact-Antrieb 25 betätigen. Zu diesem Zweck sind dem Regler 18 der Rohsalz- $MgCl_2$ -Gehalt sowie die Endkonzentratqualität in Form gewandelter Signale aufgeschaltet, wobei Wandler 16 ein exponentiell gefiltertes Ausgangssignal liefert und Wandler 15 eine normale Analog-digital-Umsetzung vornimmt. Verwendet werden können sowohl periodisch vorliegende Beprobungsergebnisse als auch Meßwerte kontinuierlich arbeitender Analysatoren vor der Naßzerkleinerung 2.

An einem dritten Eingang des Reglers 18 liegt über ein Zeitglied 30 das von der Salzaufgaberegulierung abgenommene Signal der K_2O -Konstantmenge an. Die Verzögerung $T_1 = 25$ min. entspricht der Verweilzeit des Salzes, gemessen von deren Aufgabe 1 bis zum Eintritt in die Deckstufe 6. Aus den Eingangsgrößen Endkonzentratqualität und K_2O -Menge M leitet Regler 18 gemäß den in Fig. 2 gezeigten linearen Kennlinien eine Decklösungsmenge ab, die zusätzlich für den Fall carnallitischer Salzverarbeitung um die aufgeschaltete $MgCl_2$ -Komponente variiert und wie bereits beschrieben, eingestellt wird. Der Proportionalitätsfak-

tor K in 24, Fig. 1, ergibt sich aus der bekannten Löslichkeitstabelle für KCl in Abhängigkeit von $MgCl_2$.

Zur Messung des Decklösungsdurchsatzes dient ein induktiver Durchflußmesser 17. Die chemische Qualität Q des Fertigproduktes nach der Entwässerung 7 und Trocknung 8 wird wiederum mittels γ -Kalimeter 23 kontinuierlich zwischen 58 - 62 Prozent K_2O gemessen und auf Regler 19 geführt.

Dieser leitet aus dem aktuellen Meßwert der Fertigproduktqualität und dem über das Leitgerät 20 eingegebenen Sollwert eine Decklösungsmenge nach Fig. 3 ab, die zur Beseitigung der noch bestehenden Regelabweichung erforderlich ist. Das heißt, die zuvor vom Regler 18 vorgenommene Einstellung wird durch Regler 19 betragsmäßig korrigiert. Die zwischen Decklösungszugabe und Fertigproduktmessung liegende Totzeit kompensiert Regler 19 weitestgehend durch Berücksichtigung des Qualitätstrends Q. Die Vorhersage des Qualitätsverlaufs realisiert ein elektronischer Informationsverarbeitungsbaustein 21, der zu den Taktzeiten $t_i = 1 \text{ min.}$ ($i = 1, 2, \dots, n$) dynamische Mittel für 12-minütige Zeitintervalle bildet. Fehltrends werden vermieden, indem nur Meßwerte zur Mittelung gelangen, die die Bedingung $0,2 \leq \frac{\text{Sollwert} - \text{Istwert}}{\text{Sollwert}} \leq 0,7$ erfüllen, was durch einen Schwellwertschalter 22 erreicht wird.

Der durch das gezielte Dosieren von Decklösung zum Konzentrat beabsichtigte Effekt des Herauslösens von NaCl ist darüberhinaus stark zeitabhängig. Bei einem Deckbehälterinhalt von etwa 110 m^3 Konzentrat, was einem Füllstand von 4 m entspricht, ist eine Mindestverweilzeit von 25 Minuten notwendig. Die Einhaltung der erforderlichen Deckzeit erfolgt über eine Füllstands-Konstantregelung.

Dazu betätigt ein hydraulisch arbeitender Strahlrohrregler 29 eine in der Grobsalzzufuhr 5 nach der Naßklassierung 4 befindliche Drosselklappe 27, nachdem der Behälterfüllstand über Druckmeßköpfe 28 gemessen wurde.

Das beschriebene Verfahren führt zu einer Decklösungseinsparung von etwa $100 \text{ m}^3/\text{d}$ beziehungsweise zu einer Redu-

5 zierung des spezifischen Decklösungseinsatzes um etwa 6 m³/kt Rohsalzverarbeitung. Infolge verringerter Abstoßverluste verbessert sich das Wertstoffausbringen um etwa 0,3 Prozent. Gleichzeitig tritt eine Senkung der Standardabweichung für die chemische Endproduktqualität, bezogen auf einen Sollwert von 60,15 Prozent K₂O, um ca. 0,29 ein, so daß eine nachträgliche Produktvergleichmäßigung entfallen kann.

Erfindungsanspruch

- 5 1. Regelungsverfahren für den Deckprozeß bei der flotativen Kalialaufbereitung gekennzeichnet dadurch, daß durch Kopplung einer zur Einhaltung konstanter Eingangsparameter in der Deckstufe geregelten K_2O -Aufgabe und einer Kaskadenregelung, bestehend aus einem schnellen Hilfsregler, dem die Prozeßeingangsgrößen Endkonzentration, Endkonzentratqualität und Rohsalz- $MgCl_2$ -Gehalt aufgeschaltet sind und der die Einstellung einer Decklösungs-Grundmenge vornimmt, sowie einem langsameren Hauptregler, der diese Grundmenge entsprechend dem radiometrisch bestimmten Fertigproduktverlauf betragsmäßig nachdosiert, durch Sollwertverstellung jede gewünschte chemische Produktqualität, gemessen in Prozent K_2O , produziert werden kann.
- 10 2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Nachdosierung von der in der Deckstufe befindlichen Endkonzentratmenge und vom eingestellten Sollwert am Hauptregler bestimmt wird.
- 15 3. Verfahren nach Punkt 1 und 2, gekennzeichnet dadurch, daß die Nachdosierung dynamisch erfolgt, indem die in konstanten Zeitperioden ermittelten Regelabweichungen der Fertigproduktqualität über einen geeigneten Filterbaustein als Trendsinal auf den Hauptregler aufgeschaltet werden.
- 20 4. Verfahren nach Punkt 1 bis 3, gekennzeichnet dadurch, daß zur Einhaltung der erforderlichen Mindestverweilzeit die Konzentrataufgabe in den Deckbehälter in Abhängigkeit vom Behälterfüllstand geregelt wird.
- 25 5. Verfahren nach Punkt 1 bis 4, gekennzeichnet dadurch, daß die Decklösung, entsprechend der physikalischen Beschaffenheit des Konzentrats nach der Naßklassierung, getrennt für das Grob- beziehungsweise Feinsalz dosiert wird.
- 30

Hierzu 3 Blatt Zeichnungen

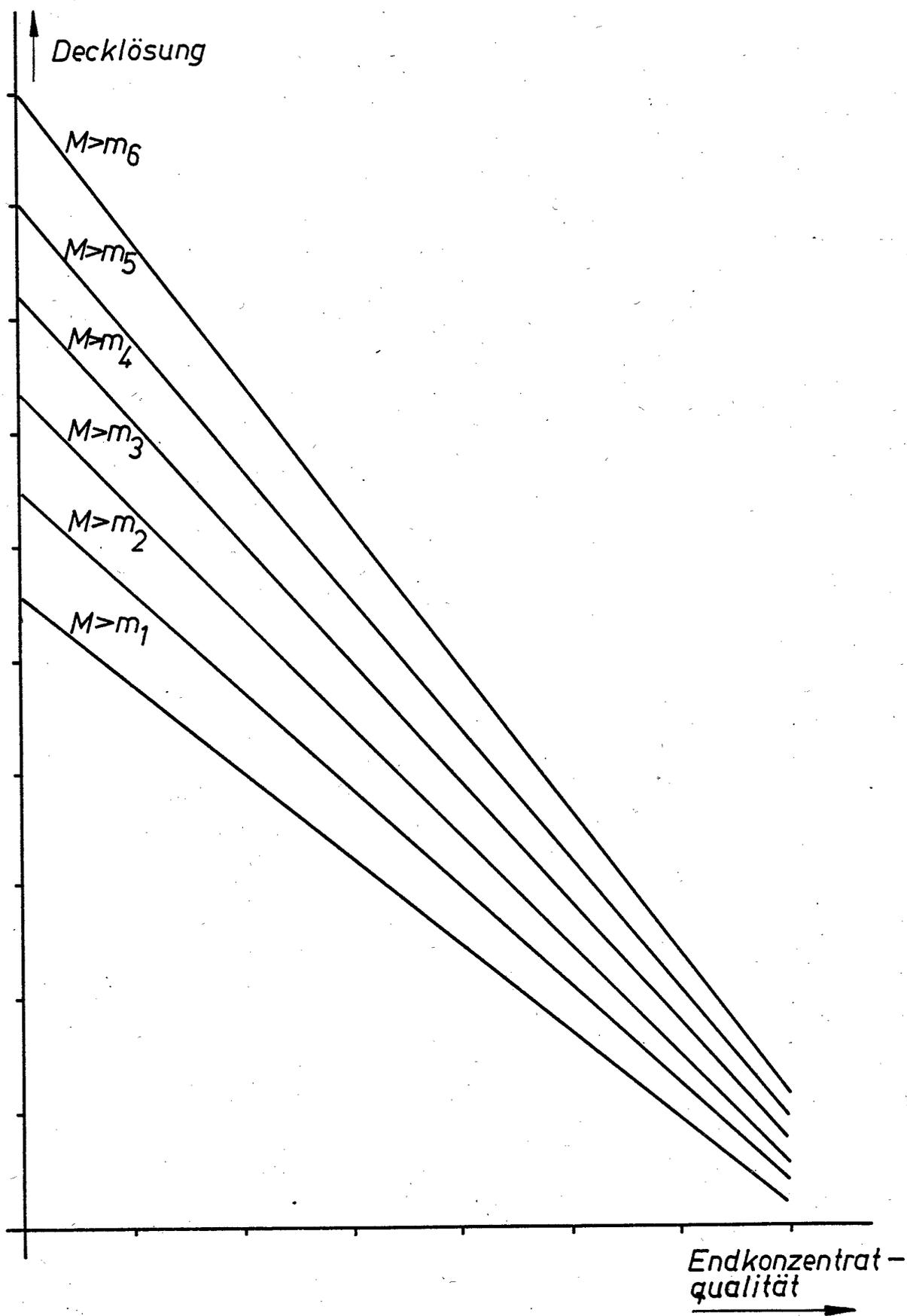


Fig. 2

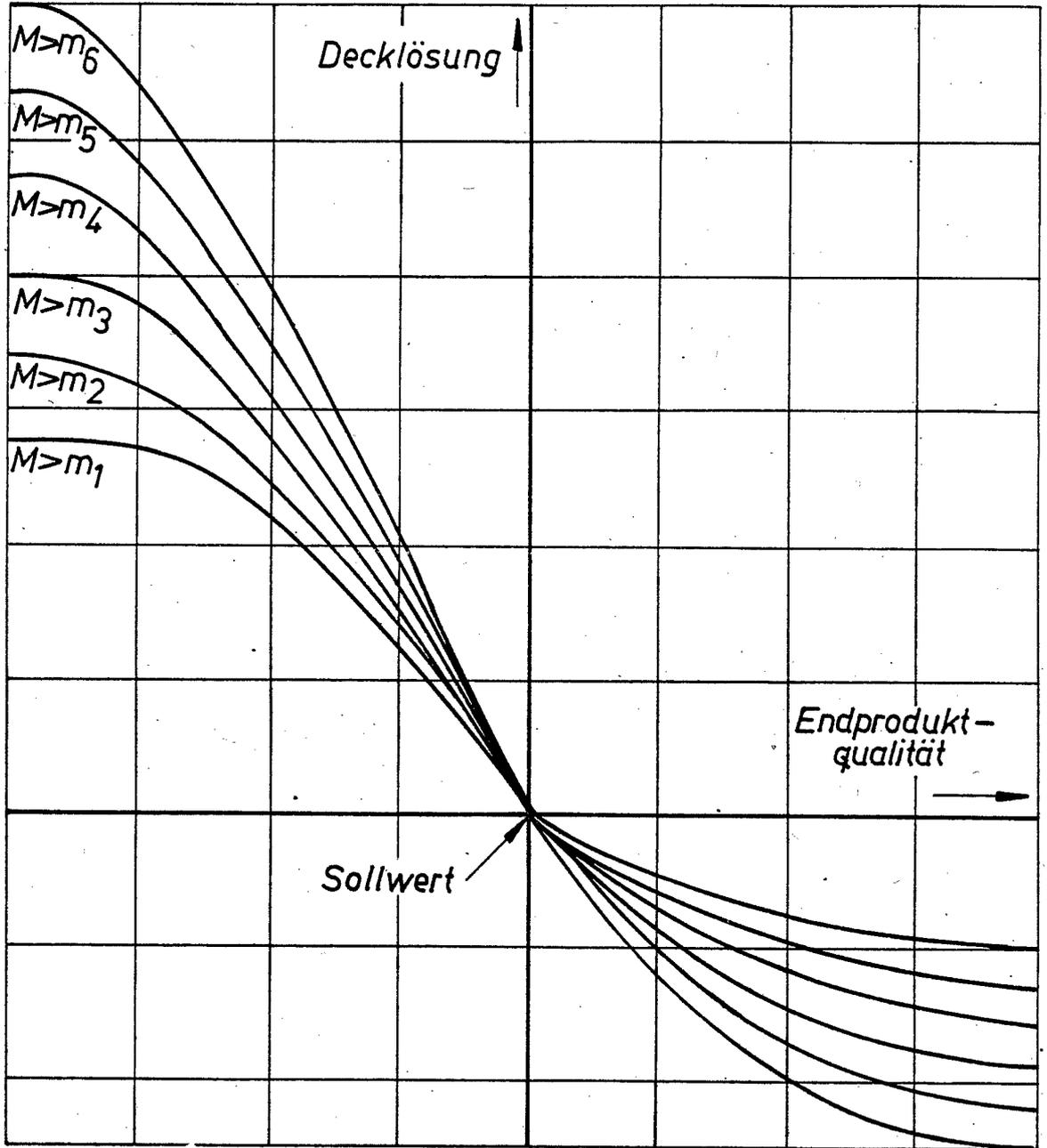


Fig. 3