

П.В. Жмурков ⁽¹⁾, аспирант
Ю.П. Насекан ⁽¹⁾, профессор, к.т.н.
Т.В. Кагирова ⁽²⁾, руководитель группы

ИССЛЕДОВАНИЕ РАЗДЕЛЬНОЙ СХЕМЫ РАЗЛОЖЕНИЯ АЛЮМИНАТНЫХ РАСТВОРОВ С ПОЛУЧЕНИЕМ КРУПНОЗЕРНИСТОГО ГИДРОКСИДА АЛЮМИНИЯ

⁽¹⁾ Запорожская государственная инженерная академия,
⁽²⁾ ООО «Николаевский глиноземный завод»

Наведено результати лабораторних випробувань способу розкладання алюмініатних розчинів циклу Байера у дві стадії. Показано високу ефективність даного способу та його переваги перед класичною схемою декомпозиції. Зроблено висновок, що спосіб розкладання алюмініатних розчинів, який запропоновано, здатний забезпечити виробництво глинозему піщаного типу.

Приведены результаты лабораторных испытаний способа разложения алюминиатных растворов цикла Байера в две стадии. Показана высокая эффективность данного способа и его преимущества перед классической схемой декомпозиции. Сделан вывод о том, что предложенный способ разложения алюминиатных растворов способен обеспечить выпуск глинозема песчаного типа.

There are presented results of laboratorial tests for decomposition method of aluminate solutions of Buyer cycle in two stages. High efficiency of this method and his advantage are shown before the classic chart of decouple. Drawn conclusion that the offered method of decomposition of aluminate solutions is able to provide producing of argil of sandy type.

Введение. В настоящее время одной из наиболее актуальных задач в области производства глинозема является разработка технологий для получения крупнозернистого глинозема, так называемого песчаного типа.

Согласно ГОСТ 30558-98, к песчаному типу относятся сорта глинозема, в которых содержание класса крупности < 45 мкм не превышает 25 %.

Для достижения соответствия продукционного глинозема указанному требованию необходимо обеспечить получение крупнокристаллического гидроксида алюминия при декомпозиции алюминиатных растворов. При этом необходимо учитывать возможность разрушения его кристаллов при транспортировке и в процессе кальцинации.

Состояние вопроса. В настоящий момент на большинстве зарубежных заводов получают глинозем песчаного типа, который обладает высокими потребительскими свойствами, имеет высокую поверхностную активность частиц (удельная поверхность частиц - более 50 м²/г), хорошо растворяется в электролизных ваннах и не пылит при транспортировке. На заводах Украины и Российской Федерации глинозем песчаного типа еще не получают, хотя работы в этом направлении ведутся на Уральском и Богословском алюминиевых заводах. Реализация предложенных мероприятий позволила увеличить долю крупнокристаллического глинозема в продукции указанного завода с 43 до 76 % [1].

Постановка задачи. Целью данной работы является исследование раздельной схемы декомпозиции на основе данных об изменении гранулометрического состава гидроксида алюминия и результатов химического анализа.

Основная часть исследований. Исследования выполняли в условиях центральной заводской лаборатории ООО «Николаевский глиноземный завод». Были проведены лабораторные испытания способа разложения алюминатных растворов, суть которого заключалась в разделении процесса декомпозиции на две стадии. При этом на первой стадии, которая отличается короткой длительностью и проводится при повышенных температурах, обеспечивали формирование продукционного гидроксида алюминия, отвечающего требованиям для получения глинозема песчаного типа. На второй, более длительной, стадии, которую проводили при низких температурах, достигали глубокого разложения алюминатных растворов при незначительных изменениях гранулометрического состава твердой фазы в процессе декомпозиции. Полученный гидроксид алюминия использовали в качестве затравки на обеих стадиях декомпозиции. Было проведено три цикла раздельной декомпозиции в условиях, приближенных к производственным, на установке для декомпозиции, оснащенной термоконтактным термометром.

В качестве исходных материалов использовали производственный алюминатный раствор, который отбирали непосредственно перед проведением каждого цикла. Результаты анализа исходного алюминатного раствора представлены в табл. 1.

Таблица 1 – Анализ исходного алюминатного раствора, г/л

Номер цикла	Al_2O_3	Na_2O_o	Na_2O_k	α_k , ед.	SiO_2	Fe_2O_3
1	158,1	156,6	140,2	1,46	0,78	0,021
2	154,0	156,5	141,5	1,51	0,78	0,021
3	153,5	155,0	139,7	1,50	0,76	0,020

Примечание: Al_2O_3 , SiO_2 , Fe_2O_3 - содержание диоксидов алюминия, кремния и оксида железа (III) в алюминатном растворе соответственно; Na_2O_o , Na_2O_k - содержание Na_2O в алюминатном растворе до и после обработки; α_k - каустический модуль

В качестве затравки для первого цикла использовали гидрат кальцинации (табл. 2), для каждого последующего – гидроксид алюминия, полученный в результате разложения на второй стадии предыдущего цикла декомпозиции.

Таблица 2 – Гранулометрический состав исходной затравки

Размер частиц, мкм	< 5	+5 -10	+10 -15	+15 -20	+20 -30	+30 -40	+40 -45	+45 -60	+60 -80	+80 -100	+100 -125	> 125
Содержание, %	3,2	1,5	1,9	3,0	9,1	6,2	6,4	13,9	17,8	16,0	15,0	6,0

Гранулометрический состав затравочного гидроксида алюминия и продуктов декомпозиции определяли при помощи прибора «Mastersizer».

Первую стадию каждого цикла проводили параллельно при затравочных отношениях (З.о.) от 0,15 до 0,25, которые выбирали исходя из результатов исследований, проведенных нами ранее [2]. Температура процесса составляла 85 °С, его продолжительность – 8 ч. Затравочное отношение на второй стадии было постоянно равным 3,0

для каждого цикла декомпозиции, температура процесса – 40 °С (45 °С для третьего цикла), продолжительность разложения – 40 ч. Таким образом, общая продолжительность разложения алюминатных растворов составляла 48 ч.

Степень разложения алюминатных растворов (табл. 3) явно зависит от используемого затравочного отношения, что подтверждает результаты предыдущих работ [3,4].

На первой стадии отдельной декомпозиции степень разложения ($\eta_{разл.}$) алюминатных растворов изменялась от 16,6 % (З. о. = 0,15) до 19,8 % (З. о. = 0,25).

На второй стадии степень разложения алюминатных растворов находилась в пределах 44,6...46,8 %. При этом общая степень разложения изменялась от 53,8 до 57,0 %, что свидетельствует о влиянии на нее затравочного отношения, используемого на первой стадии отдельной декомпозиции. Данные анализов жидкой фазы и результаты разложения для первого цикла приведены в табл. 3.

Таблица 3 – Анализы жидкой фазы для первого цикла отдельной декомпозиции

Номер стадии	Номер декомпозиции	Затравочное отношение	Жидкая фаза	Анализ жидкой фазы, г/дм ³			$\eta_{разл.}$, %	$\eta_{разл.}$, % (общая)
				Al_2O_3	Na_2O_k	α_k		
1	1	0,15	Исходный алюминатный раствор	158,1	140,2	1,46		
	2	0,20						
	3	0,25						
	1	0,15	Маточный раствор после первой стадии	135,2	143,7	1,75	16,6	16,6
	2	0,20		134,6	144,3	1,76	17,3	17,3
	3	0,25		132,6	146,7	1,82	19,8	19,8
2	1	3,00	Маточный раствор после второй стадии	74,5	143,0	3,16	44,6	53,8
	2			72,4	145,8	3,31	46,8	56,0
	3			71,4	147,2	3,39	46,3	57,0

Аналогичные результаты были получены и для остальных циклов декомпозиции.

На рис. 1 приведены дифференциальные кривые распределения частиц твердой фазы для высокотемпературных стадий первого и второго циклов декомпозиции.

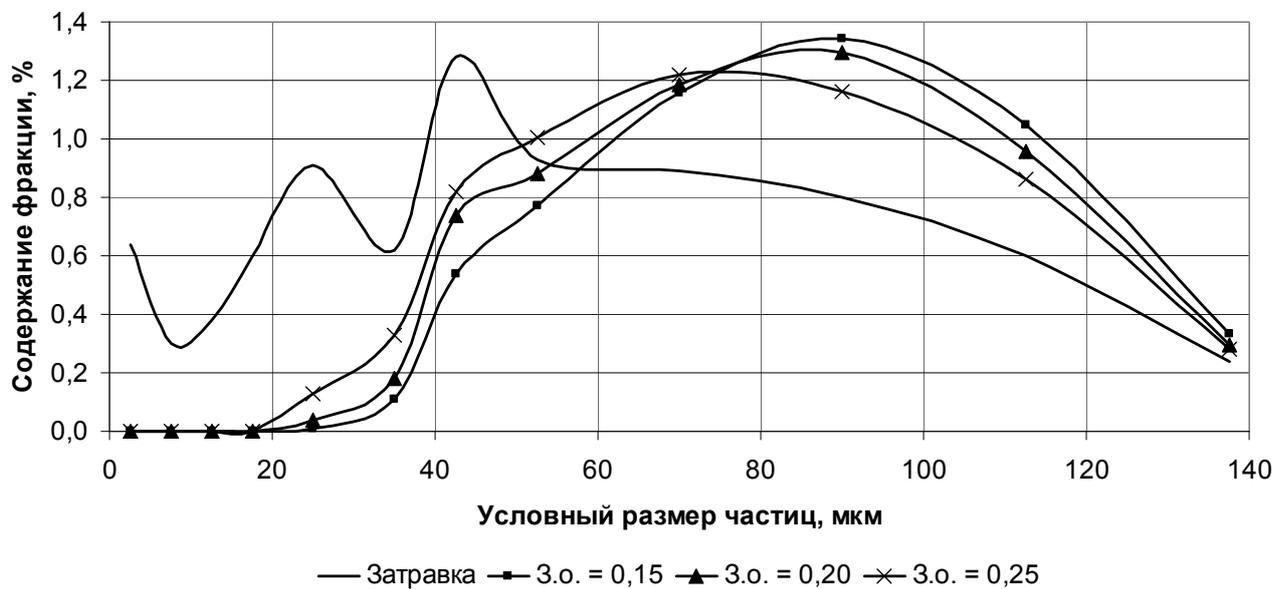
Данные кривые свидетельствуют о том, что, несмотря на различия в дисперсных характеристиках затравочного гидроксида алюминия, для продуктов декомпозиции первой стадии характерно стремление к нормальному распределению частиц по классам крупности, при этом практически исчезают частицы размером менее 30 мкм и возрастает содержание фракций с размерами частиц более 60 мкм. Уменьшение затравочных отношений с 0,25 до 0,15 благоприятно сказывается на крупности продуктов декомпозиции, то есть товарного гидроксида алюминия.

В гранулометрическом составе гидроксида алюминия, полученного на второй стадии декомпозиции, существенных изменений по сравнению с затравочным гидроксидом не наблюдается (рис. 2).

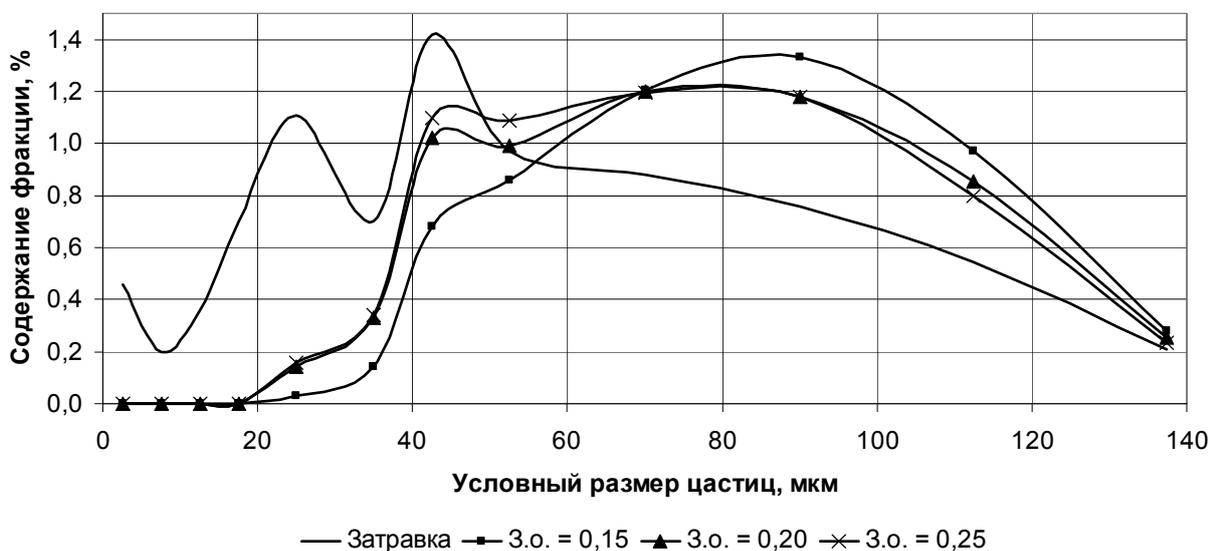
Отмечается общий незначительный рост размеров всех частиц затравки при сохранении формы кривых дисперсного распределения частиц. Таким образом, для отдельной схемы разложения алюминатных растворов характерно постоянство грану-

лометрических составов продуктов, получаемых как на первой, так и на второй стадиях декомпозиции.

Результаты декомпозиции первой стадии оценивали по показателю средне-взвешенного размера частиц, по изменению количества частиц в исходной заправке и продуктах агломерации. Методика расчетов приведена в работах [3,4].



а)



б)

Рисунок 1 – Дифференциальные кривые распределения частиц заправочного гидроксида алюминия и продуктов первой стадии разложения (а - для первого цикла; б - для второго цикла)

Стоит отметить высокую эффективность высокотемпературной агломерации, что обеспечило практически полное отсутствие класса крупности < 20 мкм в продукционном гидроксида алюминия и значительное снижение содержания в нем класса крупности < 45 мкм. Например, после первой стадии первого цикла декомпозиции содержание класса крупности < 45 мкм в продукционном гидроксида алюминия из-

меняется от 3,9 до 10,3 %, при этом содержание класса крупности < 45 мкм в затравке составляет 31,3 %. В исследуемых пределах затравочных отношений степень агломерации по классу крупности < 45 мкм стабильно высокая и составляет не менее 70 % (рис. 3), С уменьшением затравочных отношений с 0,25 до 0,15 степень агломерации по классу крупности < 45 мкм возрастает.

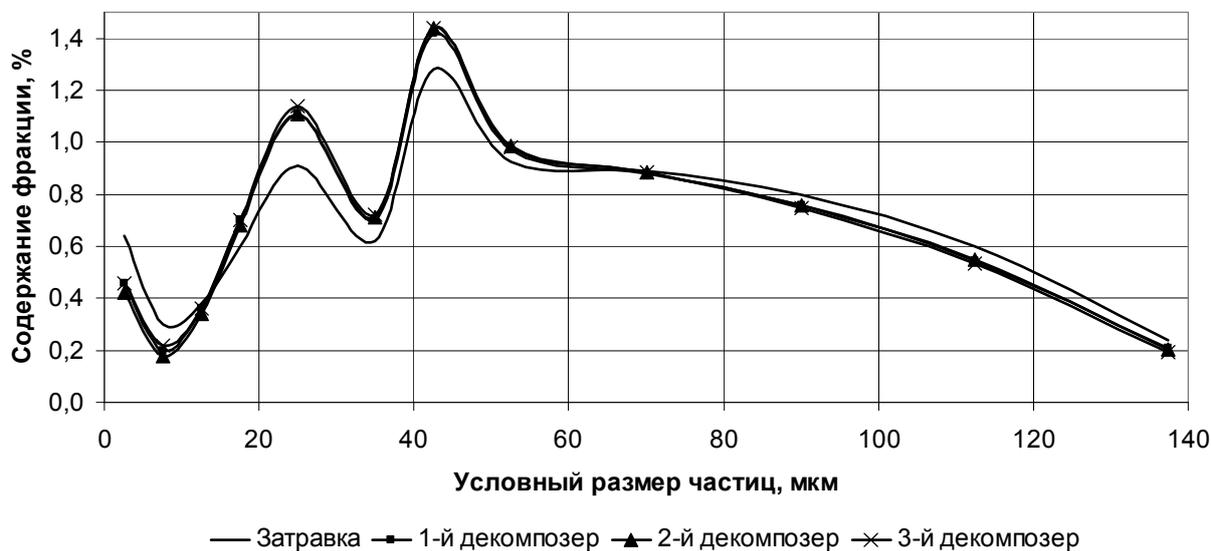


Рисунок 2 – Дифференциальные кривые распределения частиц затравочного гидроксида алюминия и продуктов второй стадии разложения

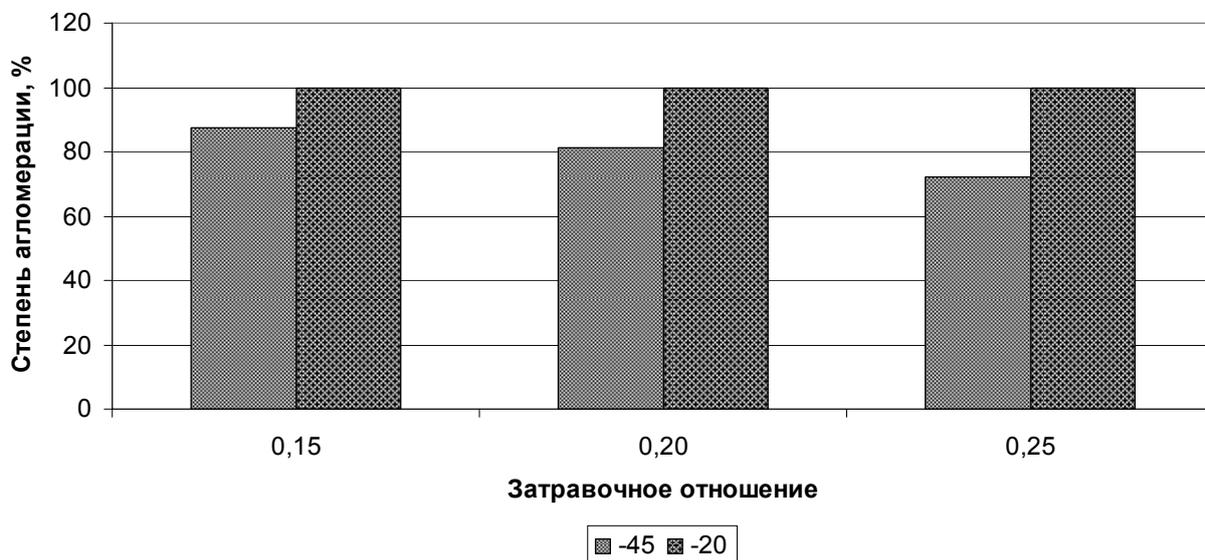
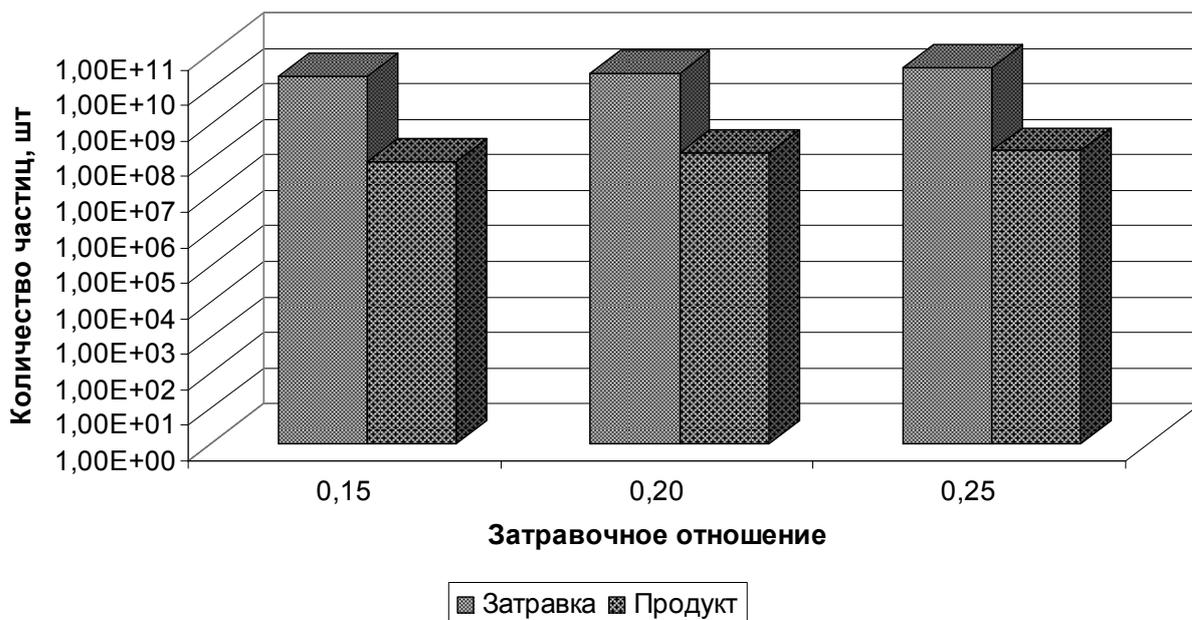


Рисунок 3 – Степень агломерации по классам крупности < 20 мкм и < 45 мкм

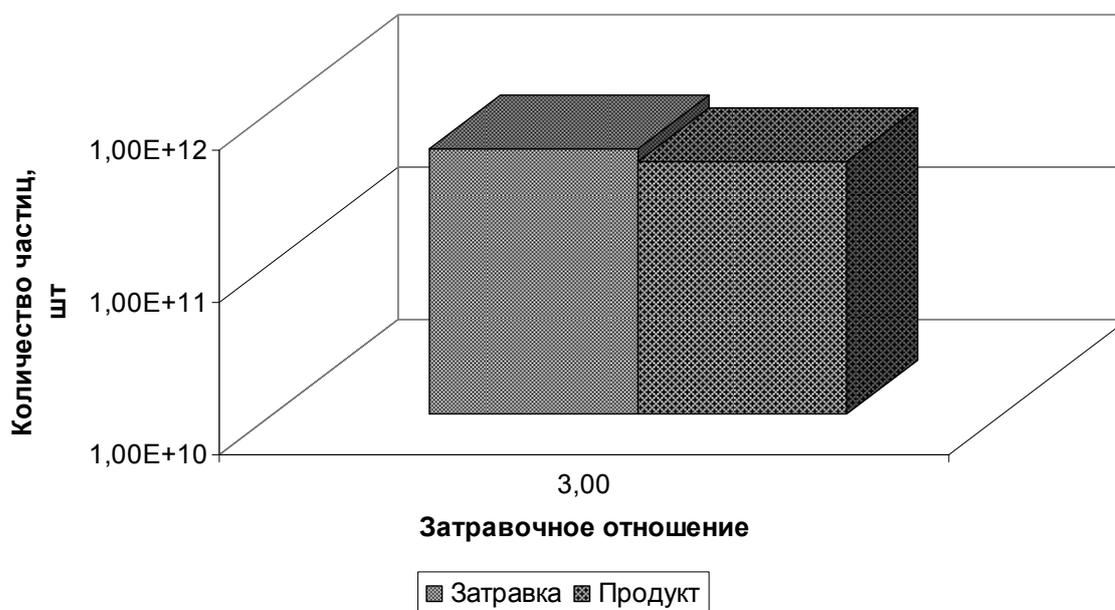
Также было зафиксировано увеличение средневзвешенного диаметра частиц твердой фазы после агломерации с $67,4 \cdot 10^{-6}$ до $(83,0 \dots 88,9) \cdot 10^{-6}$ м на первом цикле и с $(64,6 \dots 65,5) \cdot 10^{-6}$ м до $(80,8 \dots 86,6) \cdot 10^{-6}$ м – на втором и третьем циклах.

Отношение массы выделившегося гидроксида алюминия к массе затравки на первой стадии составило 0,79...1,10, что, по нашему мнению, может способствовать преимущественному протеканию процессов агломерации частиц твердой фазы при

использовании малых затравочных отношений. При этом выделяющийся гидроксид алюминия выполняет функцию «цементирующей» фазы, упрочняющей образующиеся агломерационные структуры. Вместе с тем, значительное, более чем на два порядка (рис. 4), уменьшение количества частиц на первой стадии декомпозиции, помимо агломерации, может быть обусловлено растворением высокодисперсной составляющей затравки при высоких температурах декомпозиции. На стадии глубокого разложения существенное изменение количества частиц гидроксида алюминия не наблюдается, а отношение массы выделившегося гидроксида алюминия к массе затравки изменяется в пределах 0,13...0,16.



а)



б)

Рисунок 4 – Изменение количества частиц твердой фазы до (а) и после (б) агломерации

Таким образом, результаты опытов, проведенных с использованием отдельной схемы декомпозиции, свидетельствуют о том, что при данном способе разложения

алюминатных растворов уже в течение 48 ч достигается достаточно высокая степень разложения растворов (48...57 %), что обеспечивает высокую производительность передела декомпозиции. Кроме того уже за 8 ч первая стадия процесса при существенном увеличении средневзвешенного размера частиц обеспечивает стабильный гранулометрический состав продукционного гидроксида алюминия, основная масса которого приходится на класс крупности > 45 мкм. С нашей точки зрения, это подтверждает предположение о взаимосвязи между отношением массы выделяемого гидроксида алюминия к массе затравки и способностью его частиц к агломерации, высказанное нами ранее [2].

Выводы

1. Результаты лабораторных испытаний отдельной схемы разложения алюминатных растворов показали, что она обеспечивает получение крупнозернистого гидроксида алюминия, что делает возможным производство из него глинозема «песчаного» типа.

2. Определены основные показатели декомпозиции. Установлено, что за 8 ч степень агломерации по классу крупности < 20 мкм достигает 100 %, а по классу крупности < 45 мкм превышает 70 %, средневзвешенный размер частиц после первой стадии увеличивается на 15,6...22,5 мкм. Общая степень разложения за 48 ч при использовании данной схемы декомпозиции достигает 57,0 %.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Кузнецов, И. А. Совершенствование технологи разложения алюминатных растворов для получения крупнокристаллического гидроксида алюминия [Текст] : автореф. дисс. канд. техн. наук : 05.16.02 / И. А. Кузнецов. – Екатеринбург, 2007. – 22 с.
2. Дослідження механізму агломерації кристалів гідроксиду алюмінію в умовах високотемпературної декомпозиції [Текст] / Ю. П. Насекан, П. В. Жмурков, В. М. Очинський // Металургія : наукові праці Запорізької державної інженерної академії. – Запоріжжя : РВВ ЗДІА, 2012. – Вип. 2 (27). – С. 44-50.
3. Особливості декомпозиції з малим затравочним відношенням [Текст] / Ю. П. Насекан, Є. О. Зайцев, В. М. Очинський, Т. В. Яригіна // Металургія : наукові праці Запорізької державної інженерної академії. – Запоріжжя : РВВ ЗДІА, 2009. – Вип. 20. – С. 44-50.
4. Дослідження процесів агломерації у глиноземному виробництві із застосуванням дисперсної затравки [Текст] / Ю. П. Насекан, Є. О. Зайцев, В. М. Очинський, Т. В. Яригіна // Металургія : наукові праці Запорізької державної інженерної академії. – Запоріжжя : РВВ ЗДІА, 2010. – Вип. 21. – С. 25-32.