УДК 669.712

В.М.СИЗЯКОВ
Санкт-Петербургский государственный горный институт (*технический университет*)
А.А.КУЗНЕЦОВ, Е.А.БЕЛИКОВ, С.Н.МАКАРОВ
Филиал «Пикалевский глиноземный завод – СУАЛ»

ОТРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ КРУПНОЗЕРНИСТОГО ГЛИНОЗЕМА В ПРОМЫШЛЕННЫХ УСЛОВИЯХ

Промышленные испытания по усовершенствованию получения крупнозернистого глинозема в филиале «ПГЗ – СУАЛ» проведены в период устойчивой работы предприятия.

В аппаратурно-технологическую схему переработки алюминатных растворов была включена гидроклассификация гидрата на специальном гидроклассификаторе (ГК) конструкции ВАМИ; несбалансированная часть мелких фракций выводилась в продукцию.

Industrial tests on improvement of coarse-grained alumina in branch «PGZ-SUAL» are done during stable works of the enterprise.

Hydroclassification of hydrate has been included in the hardware-technological scheme of processing aluminate solutions on the special hydroqualifier (HQ) designs VAMI. The unbalanced part of fine fractions was deduced in production.

В 2005 г. в филиале «ПГЗ – СУАЛ» проводились промышленные испытания в три этапа: первый этап – 25.03-03.04; второй этап – 04.04-13.04; третий этап – 14.04-30.04. Ранее были проведены отдельные испытания по управлению мелкой фракцией гидрата – сливом гидроклассификатора. Преследовалась цель полностью сбалансировать процесс с минимальным выходом фракции –40 мкм в составе продукционного гидрата (на уровне глинозема компании «Alcoa» ~6-8 %). Однако на данном этапе отработки технологии этого сделать не удалось. Поэтому было принято решение о выводе мелкой фракции слива с гидроклассификатора после сгущения либо частично, либо полностью в продукт в соответствии со специально смонтированной схемой.

На 1-2 этапах алюминатный раствор после глубокого обескремнивания охлаждался в вакуум-охладителе и затем подвергался карбонизации печными газами в присутствии затравки гидрата содовой ветви, подаваемой в карбонизатор 1. Гидрат содовой ветви после сгущения частично подавался в качестве затравки «на себя» при затравочном отношении 0,2, остаток фильтровался на барабанном фильтре БОУ-40 № 1 (2), репульпировался глубокообескремненным раствором, и полученная пульпа использовалась в качестве затравки (в карбонизатор 17) на карбонизации на содощелочной ветви (в карбонизаторах 18, 19).

Пульпа гидрата содощелочной ветви подавалась на классификатор. Разгрузка гидроклассификатора поступала в систему промывки на фильтрах БОУ-40 № 3-6. Промытый гидрат (крупная фракция +40 мкм) фильтровался на фильтрах Б-10 № 1, 2, прокаливался в печах кальцинации и перекачивался в силоса готовой продукции. Слив с классификатора сгущался на сгустителях № 3-5. Сгущенная пульпа, в основном, поступала на фильтр БОН-10, на котором гидрат (мелкая фракция –40 мкм) фильтровался и промывался в слое, затем репульпировался горячей водой в мешалке № 28 с последующей фильтрацией и промывкой на фильтре Б-10 № 3, направлялся на склад гидрата и далее отгружался потребителям. На этапах 1 и 3 часть сгущенной пульпы мелкого гидрата поступала на агломерацию в карбонизаторах 31, 17 в качестве затравки при затравочном отношении ~0,3, где сме-

шивалась с алюминатным раствором после 1-й стадии обескремнивания с последующим выкручиванием. Далее алюминатный раствор подвергался карбонизации в аппаратах № 18, 19 и выкручивался в карбонизаторах 20-24, предварительно охлаждаясь в вакуум-охладителе содощелочной ветви.

На 1 и 2-м этапах работала вакуумная установка по предварительному охлаждению алюминатных растворов на содовой ветви карбонизации. Гидрат содовой ветви на данных этапах подавался в качестве затравки на карбонизации содощелочной ветви (в карбонизатор 17).

На 1-м этапе работала схема агломерации (карбонизаторы 31, 17), на которую в качестве затравки подавалась часть мелкой фракции гидрата после классификации.

На 2-м этапе узел агломерации был отключен и мелкая фракция гидрата после классификации выводилась полностью в виде готового продукта.

Особенностями 3-го этапа являются:

- остановка вакуум-охладительной установки содовой ветви для чистки;
- включение удлиненной батареи карбонизаторов из 16 аппаратов с промежуточным выкручиванием растворов в процессе газации;
- включение агломерации мелких фракций гидрата в аппаратах № 31 и 17 аналогично этапу 1;
- подача гидрата содовой ветви в качестве затравки на выкручивание в аппаратах содощелочной ветви. Содовый гидрат после фильтрации на фильтре БОУ-40 № 1 (2) репульпировался раствором из карбонизатора 20, и полученная пульпа возвращалась обратно в этот же карбонизатор.

На всех этапах работала вакуум-охладительная установка на содощелочной ветви.

На основании полученных данных выполнен анализ работы отдельных узлов и в целом аппаратурно-технологической схемы.

Показатели работы гидроклассификатора:

Этапы	1	2	3
Исходные показатели:			
Производительность:			
по исходной пульпе, $м^3/ч$	180	176	199
по гидрату, т/ч	48,7	45,2	47,3
Содержание фракции –40 мкм в исходном гидрате, %	16,5	16,0	16,3
Скорость слива с ГК, м/ч	4,8	4,1	4,3
Соотношение расходов $Q_р/Q_п$	0,42	0,47	0,42
Содержание твердого в разгрузке ГК, г/л	486	440	427
Содержание фракции –40 мкм:			
в разгрузке, %	9,5	10,1	9,4
в сливе, %	39,9	48,2	46,9
Расчетные показатели:			
Выход гидрата в разгрузку, %	75,8	79,9	75,9
Выход фракции –40 мкм в слив, %	58,8	61,1	68,8
Степень классификации, % $\Psi = \frac{m_{\text{èñõ}}^{-40} - m_{\text{ðàçã}}^{-40}}{m_{\text{èñõ}}^{-40}} 100$,			
где m – масса фракции –40 мкм	57,5	57,5	55,8

Расход пульпы разгрузки ГК регулировался по производительности фильтра БОУ-40 № 3 (4). При снижении уровня в мешалке № 35 расход разгрузки увеличивался и наоборот.

Снижение скорости слива с аппарата было обусловлено попыткой снизить поток мелкого гидрата на промывку. При снижении скорости слива с 4,7 (1-й этап) до 4,3 м/ч (2 и 3-й этапы) увеличился выход фракции –40 мкм в слив с 58,8 (1-й этап) до 61,1 и 68,8 % (2 и 3-й этапы соответственно). Содержание фракции +40 мкм в сливе снизилось с 60,1 до 53 % (2 и 3-й этапы). Степень классификации по фракции –40 мкм составила 56-57,5 %. Поток гидрата в слив ГК составил 11,8; 9,1; 11,7 т/ч соответственно по этапам, что обусловливает поток гидрата с повышенным содержанием мелочи на склад гидрата (на всех этапах), превышающий поток гидрата в отгрузку, а также повышение затравочного отношения на агломерацию (порядка 0,3) на этапах 1 и 3 по сравнению с предусмотренным программой затравочным отношением, равным 0,2. Снижение этого потока при существующей конструкции аппарата и схемы в целом за счет сокращения выноса фракции более 40 мкм вряд ли возможно, требуется дополнительная гидроклассификация гидрата в гидроциклонах и перераспределение затравок мелкого гидрата за счет увеличения нагрузки на агломерацию и повышение степени агломерации.

В целом же испытания гидроклассификатора показали его относительно удовлетворительную и устойчивую работу. Содержание фракции менее 40 мкм в отклассифицированном гидрате в среднем составило 9-10 % на всех этапах. Остановка аппарата прошла без осложнений, зарастания аппарата не отмечено.

На основании имеющихся по испытаниям данных выполнены следующие балансовые расчеты потоков гидратов на фильтрацию и промывку:

Этапы	1	2	3
Количество гидрата (т/ч), поступающего на:			
фильтр БОУ-40 № 3 (4)	37,1	36,1	35,9
фильтр БОН-10	8,8	9,1	8,2
агломерацию	3,4	-	3,2
Удельный съем осадка с фильтров, т/(м^2·ч)			
БОУ-40 № 3 (4)	0,93	0,90	0,90
БОН-10	0,88	0,91	0,82
Удельный съем фильтрата с фильтров, м^3/(м^2·ч)			
БОУ-40 № 3 (4)	1,58	1,68	1,73
БОН-10	1,52	1,44	1,60
Содержание в гидрате с фильтра БОН-10, %			
влаги	22,6	24,3	24,1
отмываемой щелочи	1,9	1,1	0,24
Содержание в гидрате с фильтра Б-10 № 3, %			
влаги	20,4	21,3	21,9
отмываемой щелочи	0,25	0,18	0,09
общей щелочи (на прокаленное вещество)	0,51	0,35	0,23
Расход воды:			
на промывку на фильтре БОН-10, м^3/ч	3,6	4,0	4,8
на промывку на фильтре Б-10, м^3/ч	2,6	2,7	2,7
на репульпацию в мешалку № 28, м^3/ч	12,0	10,6	9,2
общий на промывку мелкого гидрата, м^3/ч	18,2	17,3	16,7
удельный расход воды, м^3/т	2,07	1,90	2,04

В период освоения фильтра БОН-10 и схемы промывки мелкого гидрата (1 этап) отмечалось повышенное содержание щелочи в продукционном гидрате, в том числе и отмываемой. После 1-го этапа регенерация ткани (отдувка) переведена под нож, а также усилена промывка гидрата на нем. В результате на 2 и 3-м этапах удалось значительно снизить содержание щелочей.

Вывод мелочи через фильтр БОН-10 составил порядка 8-9 т/ч, удельный съем осадка ~0,9 т/(м^2·ч), удельный съем фильтрата 1,5-1,6 м^3/(м^2·ч). Влажность осадка 23-24 %. Однократная промывка позволила отмыть щелочь до норм ТУ за счет большого расхода воды, удельный расход которой на промывку мелкого гидрата составил около 2 м^3/т.

Установка дополнительного фильтра типа БОН-10 и переход на двухкратную промывку снизит расход воды до нормального уровня и даст резерв на узле фильтрации и промывке мелкого гидрата. Необходимо провести работу по подбору фильтроткани, так как используемый в настоящее время полипропилен служит 2-3 сут, после чего фильтр БОН-10 останавливают на перемотку.

Кроме того, объединенная вакуумная система фильтра БОН-10 и фильтров БОУ-40 вызывала осложнения в работе, особенно при переходах. Низкий вакуум на фильтре БОН-10 повышает содержание влаги в гидрате и, следовательно, увеличивает расход воды на промывку. Монтаж отдельной вакуумной системы для узла фильтрации-промывки мелочи с учетом расширения данного узла весьма целесообразен.

Узел агломерации. На агломерацию на 1 и 3-м этапах подавалась сгущенная пульпа мелкого гидрата. Агломерация проводилась в двух аппаратах, суммарный объем порядка 500 м^3 (карбонизаторы 31 и 17). Средние показатели работы узла агломерации следующие:

Этапы	1	3
Режим работы		
расход алюминиевого раствора на солощелочную ветвь, м^3/ч	92	91
поток гидрата на агломерацию, т/ч	3,4	3,2
затравочное отношение, доля ед.	0,29	0,27
Гранулометрический состав затравки, %		
Содержание фракции менее, мкм		
10	10	14,4
20	19,6	24,5
40	35,1	41,9
d_m	52,3	47,5

Пульпа после 1-го аппарата (карбонизатор), %		
Содержание фракции менее, мкм		
10	2,9	3,9
20	6,9	8,7
40	17,6	22,7
d_m	64,3	65,6
Пульпа после 2-го аппарата (карбонизатор), %		
Содержание фракции менее, мкм		
10		2,7
20	Нет	5,8
40	данных	16,3
d_m		70,8
Относительное снижение содержания фракции, %		
Менее (мкм), после 1-го аппарата		
10	71,0	72,9
20	64,8	64,5
40	49,9	45,8
Относительное снижение содержания фракции, %		
Менее (мкм), после 2-го аппарата		
10	Нет	81,3
20	данных	76,3
40		61,1
Эффективность агломерации по медианному размеру, %		
$Ý = \frac{d_m^{ê} - d_m^{èñõ}}{d_m^{èñõ}} 100$		
После 1-го аппарата	22,9	38,1
После 2-го аппарата	35,5	49,0

Полученные данные свидетельствуют об эффективности данного процесса. Снижение содержания, особенно фракций менее 10 и 20 мкм, достаточно велико и находится на уровне 80 % (относительных). Медианный размер кристаллов после агломерации приближается к размеру кристаллов в разгрузке содощелочной батареи. Если учесть обстоятельство, что карбонизация алюминатных растворов в присутствии свежеосажденных активных частиц гидрата после агломерации при достаточно низком затравочном отношении позволит получить крупный кристалл гидроксида алюминия [1, 3], то этот прием дает возможность укрупнения продукта в целом. Однако остается открытым вопрос об их прочности: на этапах 1 и 3, когда работал узел агломерации, отмечался рост переизмельчения гидрата в процессе его кальцинации по сравнению со 2-м этапом, когда агломерация была отключена.

Работа должна быть продолжена по выбору затравок, увеличению времени агломерации, вводу модификаторов.

Карбонизация алюминатных растворов, содовая ветвь. На первом и втором этапах разложение растворов велось в 12 аппаратах с предварительным охлаждением в вакуум-охладителе перед карбонизацией [2, 4] при затравочном отношении 0,2. Причем в аппаратах 1-9 велась газация, в трех последних – выкручивание. Подача затравки осуществлялась в первый аппарат карбонизации. Следует отметить, что температура раствора перед карбонизацией, особенно на 2-м этапе, превышала 65 °С. Особенности 3-го этапа изложены выше. Удлиненные батареи с промежуточным выкручиванием в процессе карбонизации проявили тенденцию к укрупнению кристаллов. Гранулометрический состав гидрата содовой ветви по этапам следующий:

	–40 мкм	–40 + 100 мкм	+100 мкм	d_m
Этап 1	12,2	64,5	23,3	74,5
Этап 2	12,0	61,5	26,5	77,8
Этап 3	10,5	60,3	29,1	78,5

Рост произошел в основном за счет кристаллов –40 мкм и более 100 мкм. Однако прочность кристаллов при этом снизилась, при их обработке в процессе кальцинации измельчение возросло.

Содощелочная батарея. Первоначально на 1 и 2-м этапах использовалась схема репульпации гидрата раствором после сверхглубокого обескремнивания. Полученная пульпа дозировалась в качестве затравки на предварительную карбонизацию содощелочной ветви. При проведении исследований и промышленных испытаний была показана нецелесообразность данного приема в связи с образованием мелочи. На 3-м этапе содовый гидрат подавался не на предварительную карбонизацию, а непосредственно на выкручивание растворов содощелочной ветви.

Систематический отбор проб гидратов и глиноземов в процессе проведения промышленных испытаний показал следующее (по содержанию фракции менее 40 мкм), %:

Этапы	1	2	3
Гидрат содовой ветви, %	12,2	12,0	10,5
Продукционныйгидрат (на печи кальцинации), %	12,7	16,5	16,1
Глинозем из печи, %	19,2	20,9	28,6
Глинозем в отгрузке, %	23,1	24,4	29,9
Коэффициент истираемости в печи, %	7,4	5,3	14,9

$$K_{\text{èñò}} = \frac{N_{\text{ãë}}^{-40} - N_{\text{ãèäð}}^{-40}}{100 - N_{\text{ãèäð}}^{-40}} 100$$

Глинозем, отгруженный потребителям, в процессе испытаний имел следующие характеристики:

Этапы	1	2	3
Химический состав, %:			
Содержание влаги	0,1	0,2	0,2
ППП	0,6	0,8	0,7
SiO_2	0,017	0,016	0,017
Fe_2O_3	0,006	0,006	0,006
Na_2O	0,3	0,3	0,3
α-Al_2O_3	18	15	16
Физические показатели:			
удельная поверхность, $м^2/г$	74	80	75
угол естественного откоса, град.	38	38	40
содержание фракции менее 45 мкм, %	25,9	26,9	32,7
содержание фракции более 125 мкм, %	9,8	11,6	10,9
Гранулометрический состав:			
Содержание фракций, мкм:			
–10	9,5	10,3	12,6
–20	14,6	16,8	20,3
–40	23,1	24,4	29,5
+100	21,8	24,3	20,6
Процент партий глинозема, соответствующих индексу «К», %	27,3	26,8	0,0

Выводы

1. Результаты промышленных испытаний показали, что для получения прочного гидрата, мало разрушающегося при кальцинации, температуру алюминатных растворов перед карбонизацией на содовой ветви необходимо выдерживать на уровне 60 °С. В сочетании с затравочным отношением на уровне 0,2 и классификацией гидрата с выводом мелких фракций в продукт данная технологическая схема дает возможность в устойчивом режиме получать 100 % крупнозернистого глинозема с содержанием фракции менее 45 мкм не более 24 % (глинозем марки «К»).

2. В режиме промышленных испытаний на каждом отдельном узле получены положительные результаты:

- содержание фракции –40 мкм в гидрате загрузки содощелочной батареи на уровне 16-16,5 %;
- содержание фракции –40 мкм в разгрузке гидроклассификатора 9-10 %, степень классификации порядка 57 %;
- содержание щелочей в мелком гидрате, несмотря на однократную промывку, на уровне 0,25-0,35 %.
- удовлетворительная (на уровне 60-80 % снижения содержания мелких фракций) агломерация мелких частиц гидрата на узле агломерации;
- выпуск ~27 % партий, содержащих фракцию менее 45 мкм, не более 25 %.

3. Промышленные испытания показали в целом правильность выбранного направления разработки технологии получения крупнозернистого глинозема в схеме с гидроклассификацией гидрата, рациональным подбором затравок, повышением их активности, оптимизацией узла агломерации.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Сизяков В.М.* Эффективные способы комплексной переработки небокситового алюминиевого сырья на глиноземные и попутные продукты / В.М.Сизяков, Г.З.Насыров // Цветные металлы. 2001. № 12. С.63-68.

2. *Сизяков В.М.* Современное состояние и проблемы развития алюминиевой промышленности России // Записки Горного института / Санкт-Петербургский горный институт. СПб, 2006. Т. 163. С.163-170.

3. *Sisyakov V.M.* Current state and problems of alumina industry development in Russia. St.Petersburg. Travaux. ICSOBA. 2004. V.31. № 35. P. 21-25.

4. *Sisyakov V.M.* Some questions of theory and technology of receiving of sandy alumina from nephelines. St.Petersburg. Travaux. ICSOBA. 2004. V.31. № 35. P.142-145.