УДК 669.712

**А.В.ЦЫБИЗОВ, А.В.СТАРШИНОВ**
*Металлургический факультет, группа МЦ-98, ассистенты профессора*

# ОПТИМИЗАЦИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО РЕЖИМА РАЗЛОЖЕНИЯ АЛЮМИНАТНЫХ РАСТВОРОВ

Обоснована и изложена методика поэтапной оптимизации разложения алюминатных растворов. Представлены экспериментальные материалы и их математическая обработка в виде уравнений регрессии. Проведен выбор оптимального технологического режима по показателям выхода $Al_2O_3 \cdot 3H_2O$, фракционного состава и содержания $CO_2$.

Motivated and stated strategy to phased optimization of decomposition alumina dissolve. Presented experimental material and their mathematical processing in the manner of equations of regression. Conducted choice of optimum technological mode on output factors $Al_2O_3 \cdot 3H_2O$, factious composition and contents $CO_2$.

Карбонизация алюминатных растворов относится к завершающим технологическим этапам производства глинозема, призванным обеспечить требуемое качество производимой продукции. Высокая интенсивность процесса делает его предпочтительным по сравнению с самопроизвольным гидролитическим разложением, т.е. декомпозицией, и абсолютно необходимым при переработке нефелинов. В то же время качество получаемого гидрата существенно ниже и характеризуется повышенным содержанием мелких (пылящих) фракций игольчатой и мелкообломочной структуры. Получение глинозема из такого гидрата и его использование при электролизе алюминия вызывает значительные затруднения. Несмотря на большой опыт отечественных производителей и положительные тенденции, наблюдаемые в последнее время, окончательно проблема получения гидроксида алюминия и глинозема с заданными физическими свойствами не решена.

Один из способов решения этой задачи связан с поэтапной оптимизацией технологического режима карбонизации. При этом процесс разбивается во времени на отдельные интервалы, существенно различающиеся по механизму формирования осадка. На основе анализа имеющихся технологических данных и теории массовой кристаллизации можно выделить: индукционный период; период нарастания скорости кристаллизации; стационарный период; период уменьшения скорости образования гидрата и увеличения выхода алюмокарбоната натрия. Вполне естественно, что каждый из перечисленных периодов вносит свой вклад в формирование свойств осадка, что и приводит к необходимости изменения технологического режима.

Для оптимизации режима на первом этапе было применено линейное математическое планирование экспериментов. При этом использовали полуреплику от ПФЭ $2^4$. Нулевой (средний) уровень факторов и интервалы варьирования задавали исходя из имеющегося опыта и реальных возможностей поддержания такого режима в заводских условиях:

- $X_1 = 10 \pm 5$ % (мас) – содержание $CO_2$ в дутье;
- $X_2 = 6 \pm 2$ ч – теоретическое время полной карбонизации;
- $X_3 = 70 \pm 10$ °С – температура раствора;
- $X_4 = 2{,}5 \pm 0{,}5$ ч – длительность этапа.

Значения факторов в $i$-м опыте задавались определяющим контрастом $1 = X_1X_2X_3X_4$.

Опыты выполняли в лабораторном масштабе с использованием синтетических алюминатных растворов ($\alpha_к = 1{,}6$; $[Na_2O_k] =$



*ISSN 0135-3500. Записки Горного института. Т.155. Часть 1*

= 80 г/л) и газовоздушной смеси. Для каждого опыта анализировали исходные и конечные растворы на содержание $Na_2O_к$, $Na_2O_{общ}$ и $Al_2O_3$. После фильтрации, промывки и сушки образовавшейся твердой фазы определяли ее количество и содержание $CO_2$. Фракционный состав устанавливали по результатам виброситового анализа. Результаты опытов приведены в табл.1.

*Таблица 1*

**Показатели карбонизации алюминатных растворов, %**

| Номер опыта | $Y_1$ | $Y_2$ | $Y_3$ | $Y_4$ |
|---|---|---|---|---|
| 1 | 36,0 | 21,28 | 22,67 | 15,78 |
| 2 | 15,0 | 46,89 | 1,23 | 14,65 |
| 3 | 30,0 | 17,38 | 40,26 | 5,03 |
| 4 | 55,0 | 12,88 | 33,87 | 6,03 |
| 5 | 0,9 | 95,00 | 1,00 | 46,80 |
| 6 | 24,0 | 91,40 | 1,96 | 30,22 |
| 7 | 48,0 | 58,54 | 3,30 | 44,48 |
| 8 | 25,0 | 78,74 | 1,22 | 43,24 |

*Примечание.* $Y_1$ – выход гидроксида алюминия от теоретического; $Y_2$ – содержание фракции –40 мкм; $Y_3$ – содержание фракции +80 мкм; $Y_4$ – содержание $CO_2$ в гидроксиде алюминия.

Математическое описание исследуемого процесса включало расчет коэффициентов уравнения регрессии, определение значимости полученных коэффициентов и проверку адекватности модели реальному процессу с определенным уровнем точности*. Для любого числа факторов коэффициенты линейных членов уравнения регрессии будут вычисляться по формуле, полученной с использованием метода наименьших квадратов (МНК):

$$b_j = \sum_{i=1}^{N} Y_i X_{ji} / N,$$

где $j$ – номер фактора; $j = 0,1,2, \ldots, k$; $N$ – число опытов в матрице планирования; $Y_i$ – значение параметра для $i$-го опыта (в $i$-й строке матрицы планирования); $X_{ji}$ – значение $j$-го фактора в $i$-м опыте (в $i$-й строке матрицы планирования).

* *Рузинов Л.П.* Планирование экспериментов в химии и химической технологии / Л.П.Рузинов, Р.И.Слободчикова. М.: Химия, 1980. 280 с.

Тогда расчет отдельных коэффициентов будет выполняться по формулам

$$b_0 = \sum_{i=1}^{N} Y_i / N; \quad b_1 = \sum_{i=1}^{N} Y_i X_{1i} / N \text{ и т.д.}$$

Поскольку каждый фактор, кроме $x_0$, варьируется на двух уровнях +1 и –1, вычисления сводятся к приписыванию столбцу $Y$ знаков, соответствующих фактору столбца, и алгебраическому сложению полученных значений.

Проверка значимости коэффициентов производится путем построения доверительного интервала

$$\Delta b_j = \pm t S\{b_j\},$$

где $t$ – табличное значение критерия Стьюдента при выбранном уровне значимости и числе степеней свободы ($f_2 = n - 1$), с которым определялась дисперсия функции $s^2\{y\}$; $S\{b_j\}$ – квадратичная ошибка коэффициента регрессии, $S\{b_j\} = \sqrt{S^2\{b_j\}}$.

Дисперсия коэффициента регрессии

$$S^2\{b_j\} = \frac{S^2(y)}{N},$$

где $S^2(y)$ – дисперсия параметра (дисперсия воспроизводимости), определяемая путем проведения параллельных опытов на нулевом уровне факторов и рассчитываемая по формуле

$$S^2(y) = \sum_{n=1}^{n} (y_q - \bar{y})^2 / (n-1),$$

где $n$ – число параллельных опытов; $\bar{y}$ – среднее значение функции в этих опытах; $y_q$ – текущее значение функции.

Если абсолютное значение коэффициента больше, чем доверительный интервал, то коэффициент значим, в противном случае его надо исключить из уравнения регрессии, а оставшиеся коэффициенты рассчитать заново.

Проверка адекватности модели проводится с целью оценки пригодности полученной модели для описания реального процесса и заключается в расчете $F$-критерия Фишера и его сравнении с табличным значением при заданном числе степеней свободы и уровне

значимости. Расчет $F$-критерия Фишера выполняется по формуле

$$F = S^2_{ад} / S^2\{y\},$$

где $S^2_{ад}$ – дисперсия адекватности, равная остаточной сумме квадратов, деленной на число степеней свободы,

$$S^2_{ад} = \sum_{i=1}^{N} \Delta y_i^2 / f_1 = \sum_{i=1}^{N} (\overline{y}_i - \xi_i)^2 / f_1,$$

где $f_1$ – число степеней свободы, вычисляемое как разность между числом опытов в матрице планирования и числом независимых коэффициентов, вычисленных по результатам этих опытов; $\overline{y}_i$ – экспериментальное значение параметра (функции) в $i$-й строке матрицы; $\xi_i$ – значение функции, предсказанное по уравнению.

Модель адекватна, если значение $F$-критерия меньше табличного.

При отсутствии степеней свободы, необходимых для проверки адекватности по $F$-критерию, оценка точности модели может быть выполнена путем расчета средней квадратичной ошибки по формуле

$$\sigma = \sqrt{\sum_{i=1}^{N} (\overline{y}_i - \xi_i)^2 / N}.$$

Результаты статистической оценки уравнений регрессии с учетом трех параллельных опытов, выполненных на нулевом уровне факторов, приведены в табл.2. Это позволило получить адекватную математическую модель процесса по исследуемым параметрам.

*Таблица 2*

**Показатели статистической обработки**

| Фактор | $S^2\{y\}$ | $\Delta b_j$ | $S^2_{ад}$ | $F$ | $F_{табл}$ | σ |
|---|---|---|---|---|---|---|
| $Y_1$ | 1,15 | 1,63 | 1,46 | 1,27 | 9,3 | - |
| $Y_2$ | 3,76 | 2,95 | 7,74 | 2,06 | 9,3 | - |
| $Y_3$ | 0,23 | 0,74 | - | - | - | $4{,}10^{-15}$ |
| $Y_4$ | 0,9 | 1,44 | 8,80 | 9,78 | 10,1 | - |

$$Y_1 = 29{,}13 - 10{,}37X_2 + 4{,}87X_3 + 11{,}62X_4 + 1{,}87X_2X_3;$$

$$Y_2 = 52{,}76 - 4{,}71X_1 + 10{,}88X_2 - 28{,}16X_3 - 6{,}74X_4;$$

$$Y_3 = 13{,}19 + 3{,}62X_1 - 6{,}47X_2 + 11{,}32X_3 - 2{,}26X_4 + 3{,}34X_1X_3 - 6{,}08X_2X_3 + 1{,}5X_3X_4;$$

$$Y_4 = 25{,}81 - 2{,}21X_1 - 15{,}37X_3 + 1{,}62X_4 - 2{,}22X_3X_4 + 2{,}25X_1X_3 + 3{,}72X_1X_4.$$

С учетом максимума функции желательности, отвечающей соотношению $\widetilde{Y} = Y_1Y_3 / Y_2Y_4$, оптимальный технологический режим на данном этапе соответствует следующим значениям факторов в реальном масштабе величин: $X_1 = 15$ %, $X_2 = 4$ ч; $X_3 = 80$ °С; $X_4 = 3$ ч. При этом будут достигнуты следующие показатели процесса: $Y_1 = 54{,}12$ %; $Y_2 = 2{,}3$ %; $Y_3 = 47{,}8$ %; $Y_4 = 14{,}7$ %.

Таким образом, функция желательности находится внутри исследованной области, что создает условия для оптимизации процесса на следующих технологических этапах.

Научный руководитель д.т.н. проф. *В.М.Сизяков*