

بهینه سازی مراحل لیچینگ و حذف سیلیس در استخراج آلومینا از باطله های کارخانه ذغالشویی زرنند

عبدالرضا ایرج منصوری^{۱*}، مجید طهمورسی^۱، امیر صرافی^۲

۱. مربی پژوهشی پژوهشگاه مواد، مرکز بین المللی علوم و تکنولوژی پیشرفته و علوم محیطی (mansori@icst.ac.ir)*
۲. استادیار مهندسی شیمی، دانشگاه شهید باهنر کرمان

مشخصات مقاله	چکیده
تاریخچه مقاله : دریافت ۲۳ تیر ۱۳۸۹ دریافت پس از اصلاحات ۲۰ آذر ۱۳۸۹ پذیرش نهایی ۱۵ دی ۱۳۸۹	یکی از راههای حل مشکلات زیست محیطی ناشی از انباشته شدن باطله های کارخانه ذغالشویی زرنند استخراج محصولاتی با ارزش افزوده مانند آلومینا از این باطله ها می باشد. فرآیند استخراج آلومینا از باطله های ذغال شامل مراحل مختلفی بوده که سینتر کردن خاکستر باطله با سنگ آهک، لیچینگ سینتر تولید شده جهت انحلال آلومینا و حذف سیلیس محلول لیچینگ از مهمترین آنها می باشند. در این تحقیق مرحله لیچینگ سینتر تولید شده از خاکستر باطله های کارخانه ذغالشویی زرنند و همچنین مرحله حذف سیلیس از محلول لیچینگ مورد بررسی و مطالعه قرار گرفت و شرایط بهینه پارامترهای مهم این دو مرحله از جمله: دما، زمان، نوع حلال مورد استفاده، نسبت جامد به مایع و نسبت مایع به مایع مشخص شده است. نتایج به دست آمده نشان داد که در شرایط بهینه مرحله لیچینگ، حدود ۷۵٪ آلومینا و ۳٪ سیلیس موجود در سینتر استخراج می گردد و همچنین در شرایط بهینه مرحله حذف سیلیس تقریباً تمام سیلیس محلول لیچینگ حذف می شود. بررسی الگوی پراش پرتو X (XRD) نمونه های سینتر، لجن قرمز و رسوب مرحله حذف سیلیس نشان داد که آلومینیوم هدر رفته در مرحله لیچینگ عمدتاً در فاز های $3CaO.Al_2O_3$ و $Na_2O.Al_2O_3.3SiO_2.2H_2O$ و در مرحله حذف سیلیس عمدتاً در فاز $CaO.Al_2O_3.4SiO_2.6H_2O$ می باشد.
کلمات کلیدی : لیچینگ محلول لیچینگ حذف سیلیس استخراج آلومینا	
* عهده دار مکاتبات	حقوق ناشر محفوظ است.

۱- مقدمه

باطله های کارخانه های ذغالشویی حاوی درصد قابل توجهی (حدود ۲۰ تا ۳۰٪) آلومینا بوده و استحصال آن می تواند یکی از راههای تبدیل این باطله ها به محصولات مفید باشد و با عنایت به میزان زیاد باطله های کارخانه ذغالشویی زرد و مشکلات زیست محیطی ناشی از انباشته شدن آنها استحصال آلومینا از این باطله ها مورد مطالعه و بررسی قرار گرفته است [۱].

یکی از روشهای استحصال آلومینا از باطله های ذغالسنگ روش سینتر و لیچینگ است که دارای مراحل: تولید سینتر خاکستر باطله با سنگ آهک، لیچینگ سینتر تولید شده، حذف سیلیس محلول لیچینگ، رسوب دادن یونهای آلومینیوم موجود در محلول لیچینگ به صورت هیدروکسید آلومینیوم و بالاخره تکلیس رسوب مذکور و تبدیل آن به آلومینا می باشد. [۲-۷].

از آنجائیکه ترکیبات موجود در خاکستر باطله از جمله ترکیبات آلومینیوم در حالت عادی محلول نبوده و قابل استخراج نمی باشند، بایستی فرآیند سینتر کردن خاکستر باطله با سنگ آهک و در صورت لزوم مقداری از ترکیبات NaOH یا Na_2CO_3 انجام گیرد [۲]. در طی فرآیند سینتر (پخته شدن در درجه حرارت 1100 تا 1300°C) فازهای محلولی نظیر NaAlO_2 ، $12\text{CaO} \cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3$ و بعضی فازهای محلول دیگر که آلومینای آنها قابل استخراج است، تشکیل می گردد [۵،۳]. البته ممکن است فازهای محلول مذکور به طور کامل تشکیل نشده و یا فازهای کم محلولی نظیر: $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ ، $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ که بعضی از آنها استخراج آلومینا را کاهش می دهند، به وجود آیند [۵].

سینتر تولید شده که حاوی فازهای محلول می باشد پس از آسیا شدن، با یک محلول مناسب مخلوط شده و هم زده می شود (لیچینگ). سپس محلول لیچینگ از باقیمانده حل نشده که لجن قرمز نامیده می شود جدا می گردد. در اثر فرآیند لیچینگ ترکیبات آلومینیوم موجود در سینتر به صورت $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ استخراج می شوند. لازم به ذکر است در این مرحله مقداری از

ترکیبات سیلیسیم نیز استخراج می شوند. در مرحله لیچینگ پارامترهای: محلول مورد استفاده، نسبت جامد به مایع، زمان و درجه حرارت مهم می باشند [۲،۳،۸].

محلول حاصل از مرحله لیچینگ حاوی یونهای از جمله آلومینیوم و سیلیسیم می باشد و برای اینکه در مرحله رسوب دادن یونهای آلومینیوم، یونهای سیلیسیم به صورت هم رسوبی ایجاد مزاحمت نکنند می بایست ابتدا سیلیس محلول حذف شود، معمولاً برای این کار از سوسپانسیون هیدروکسید کلسیم استفاده می شود. بدین صورت که مقداری از سوسپانسیون مذکور به محلول لیچینگ اضافه شده و به هم زده می شود تا یونهای سیلیسیم به صورت ترکیبات کلسیم آلومینو سیلیکات هیدراته رسوب نمایند. در این مرحله خواه ناخواه مقدار کمی آلومینا نیز از دست می رود. در مرحله حذف سیلیس پارامترهای: نسبت حجم سوسپانسیون هیدروکسید کلسیم اضافه شده به حجم محلول لیچینگ، درجه حرارت و زمان حذف سیلیس حائز اهمیت می باشند [۲،۳].

مطالعات زیادی بر روی استخراج آلومینا از باطله های کارخانجات ذغالشویی از چند دهه پیش در دنیا انجام شده است [۲-۷]. ولی از آنجائیکه مشخصات شیمیایی و مینرالوژیکی معادن ذغالسنگ مختلف و باطله های کارخانجات ذغالشویی آنها با هم متفاوت هستند لذا باطله های کارخانه ذغالشویی زرد که تا کنون بدین منظور بررسی نشده اند مورد مطالعه قرار گرفتند. چون مراحل لیچینگ و حذف سیلیس نقش مهمی در استحصال آلومینا از باطله کارخانه های ذغالشویی دارند لذا در این تحقیق بررسی این دو مرحله و به دست آوردن شرایط بهینه هر کدام با استفاده از سینتر تولید شده از خاکستر باطله های کارخانه ذغالشویی زرد مورد توجه قرار گرفت. یکی از پارامترهای مهم در این دو مرحله محلول مورد استفاده می باشد. در مرحله لیچینگ بعضی از محققین از آب و یا محلولهای قلیایی ضعیف [۲-۵] و بعضی، از محلولهای نسبتاً غلیظ اسیدی [۶،۷] استفاده

است.

به منظور بررسی فازهای تشکیل شده در سینتر مذکور از پراش پرتو X استفاده شد. این کار به وسیله دستگاه XRD مدل D₈ Advance ساخت شرکت Bruker آلمان در شرایط ۴۰ کیلو ولت و ۳۰ میلی آمپر با تیوب مس و با سرعت یک درجه ۲θ در هر دقیقه انجام گرفت. همچنین بررسی فاز های موجود در لجن قرمز و در رسوب مرحله سیلیس زدایی نیز توسط دستگاه XRD فوق الذکر و با همان شرایط انجام شد. علاوه بر بررسی فاز های سینتر مذکور درصد آلومینا و سیلیس آن با استفاده از دستگاه اسپکتروفوتومتر جذب اتمی varian مدل SpectraAA اندازه گیری شد که به ترتیب ۱۳/۲ و ۲۶ بود. سینتر مورد استفاده با آب یا یک محلول قلیایی ضعیف در دما، زمان و نسبت جامد به مایع مشخص مخلوط و به هم زده شد و با کاغذ صافی واتمن شماره ۲ صاف شد. فاز جامد (لجن قرمز) جدا شده و پس از خشک شدن توزین گردید و در صد آلومینا و سیلیس آن با دستگاه اسپکتروفوتومتر جذب اتمی فوق الذکر اندازه گیری شد و بر اساس معادلات موازنه جرم که به صورت زیر خلاصه شدند در صد استخراج آلومینا در مرحله لیچینگ محاسبه شد.

$$R = \left(1 - \frac{X_L W_L}{X_S W_S} \right) \times 100 \quad (1)$$

در رابطه فوق W_L و W_S به ترتیب وزن سینتر و وزن لجن قرمز بر حسب گرم می باشند و X_L و X_S نیز به ترتیب جزء جرمی آلومینا در سینتر و لجن قرمز می باشند که با استفاده از دستگاه اسپکتروفوتومتر جذب اتمی فوق الذکر اندازه گیری شدند و R درصد آلومینای استخراج شده است. لازم به ذکر است که درصد استخراج سیلیس نیز بر اساس معادلات موازنه جرم مربوط به سیلیس، مشابه روش فوق محاسبه شد.

کرده اند. در این تحقیق به دلیل استفاده ساده تر در آزمایشگاه و صنعت، از آب و محلولهای قلیایی ضعیف استفاده شد. همچنین در مرحله حذف سیلیس بعضی از محققین از Tricalcium Hydroaluminate (TCA) و یا $3CaO \cdot Al_2O_3 \cdot CaCl_2 \cdot 10H_2O$ (Friedel's Salt) به جای هیدروکسید کلسیم استفاده کرده اند [۹،۱۰]. در کار حاضر به علت ارزانتر و در دسترس تر بودن، سوسپانسیون هیدروکسید کلسیم مورد مطالعه و استفاده قرار گرفت.

۲- روش تحقیق

در این تحقیق آزمایشها به نحوی طراحی شدند که عوامل موثر بر مرحله لیچینگ از جمله دما، زمان، نوع محلول مورد استفاده و نسبت جامد به مایع بررسی شده و مقادیر بهینه آنها به دست آید. لازم به ذکر است که در این مرحله اندازه ذرات سینتر مورد استفاده نیز موثر است. در این آزمایشها از سینتری که تا اندازه ذرات بهینه آسیا شده بود استفاده شد [۱]. همچنین در مرحله حذف سیلیس، آزمایشها به منظور بررسی و بهینه سازی دما، زمان و نسبت مایع به مایع طراحی و اجرا شدند.

۲-۱- مرحله لیچینگ

در مرحله لیچینگ سینتر آسیا شده ای که در شرایط بهینه (نسبت مولی Na_2O/Al_2O_3 در مواد اولیه: ۱/۳، نسبت مولی CaO/SiO_2 در مواد اولیه: ۱/۸، دانه بندی مواد اولیه: ۱۲/۵٪ باقیمانده روی الک ۱۷۰ مش، زمان پخت: ۳۵ دقیقه، درجه حرارت پخت: حدود $1275^\circ C$ ، نرمی سینتر: $250 m^2/kg$) با استفاده از خاکستر باطله های کارخانه ذغالشویی زرند، سنگ آهک و سود تهیه شده بود مورد استفاده قرار گرفت [۱]. مشخصات شیمیایی خاکستر باطله استفاده شده در جدول (۱) آمده

جدول (۱): مشخصات شیمیایی خاکستر باطله استفاده شده در مواد اولیه سینتر

خاکستر	%SiO ₂	%Al ₂ O ₃	%Fe ₂ O ₃	%CaO	%MgO	%SO ₂	%Na ₂ O	%K ₂ O	Loss
باطله	۵۴/۴	۲۶/۲	۵/۸	۲/۷	۱/۸	۱/۱	۲/۵	۳/۶	۰/۸

برای حذف سیلیس از همین سوسپانسیون استفاده شد.

در مرحله حذف سیلیس محلول حاصل از مرحله لیچینگ در شرایط بهینه، که غلظت آلومینا و سیلیس آن به ترتیب ۱۸ و ۲/۶ گرم بر لیتر اندازه گیری شد مورد استفاده قرار گرفت. این محلول با سوسپانسیون ۱۰g/l هیدروکسید کلسیم در دما، زمان و نسبت مایع به مایع مشخص، مخلوط و به هم زده شد [۳] و بعد از آن محلول از رسوب ته نشین شده توسط کاغذ صافی واتمن شماره ۲ جدا گردید. پس از اندازه گیری در صد آلومینا و سیلیس محلول صاف شده، بر اساس معادله ۱ درصد حذف سیلیس و آلومینا در هر آزمایش محاسبه شد.

- در آزمایشهای مربوط به بدست آوردن مناسب ترین نسبت مایع به مایع، از سوسپانسیون ۱۰ g/l هیدروکسید کلسیم در دمای ۵۰ درجه سانتیگراد و زمان ۲۰ دقیقه [۳] و با نسبتهای جامد به مایع ۰/۰۵، ۰/۱، ۰/۱۵، ۰/۲، ۰/۳ و ۰/۴ استفاده شد

- در آزمایشهای مربوط به بدست آوردن مناسب ترین درجه حرارت از سوسپانسیون ۱۰g/l هیدروکسید کلسیم با نسبت مایع به مایع ۰/۲ و زمان ۲۰ دقیقه در درجه حرارتهای ۲۵، ۳۵، ۴۵، ۵۵ و ۶۵ درجه سانتیگراد استفاده شد.

- در آزمایشهای مربوط به بدست آوردن مناسب ترین زمان، از سوسپانسیون ۱۰g/l هیدروکسید کلسیم با نسبت مایع به مایع ۰/۲ و درجه حرارت محیط و در مدت زمانهای ۵، ۱۰، ۱۵، ۲۰ و ۲۵ دقیقه استفاده شد.

برای بررسی تأثیر پارامترهای نوع محلول مورد استفاده، نسبت جامد به مایع، دما و زمان بر روی استخراج آلومینا در مرحله لیچینگ آزمایشهای لازم انجام [۳] و بر طبق رابطه فوق میزان استخراج آلومینا محاسبه و مقادیر مناسب هر یک از این پارامترها به دست آمد. لازم به ذکر است درصد سیلیس استخراج شده همراه آلومینا نیز در این آزمایشها محاسبه شد.

- در آزمایشهای مربوط به انتخاب نوع محلول مورد استفاده، از آب، محلول ۵/۶ g/l سود و محلول ۳٪ کربنات سدیم در دمای ۵۰ درجه سانتیگراد و مدت زمان ۳۰ دقیقه و نسبت جامد به مایع ۰/۲ استفاده شد [۳]

- در آزمایشهای مربوط به بدست آوردن مناسب ترین نسبت جامد به مایع، از محلول ۵/۶ g/l سود در دمای ۵۰ درجه سانتیگراد و مدت زمان ۳۰ دقیقه [۳] و با نسبتهای جامد به مایع ۰/۰۵، ۰/۱، ۰/۲، ۰/۳ و ۰/۴ استفاده شد.

- در آزمایشهای مربوط به بدست آوردن مناسب ترین درجه حرارت لیچینگ از محلول ۵/۶ g/l سود با نسبت جامد به مایع ۰/۲ و مدت زمان ۳۰ دقیقه و در درجه حرارتهای ۳۰، ۴۵، ۶۰، ۷۵ و ۹۰ درجه سانتیگراد استفاده شد.

- در آزمایشهای مربوط به بدست آوردن مناسب ترین زمان لیچینگ، از محلول ۵/۶ g/l سود با نسبت جامد به مایع ۰/۲ و درجه حرارت ۶۰ درجه سانتیگراد و در مدت زمانهای ۱۰، ۲۰، ۳۰، ۴۰ و ۵۰ دقیقه استفاده شد.

۲-۲- مرحله حذف سیلیس

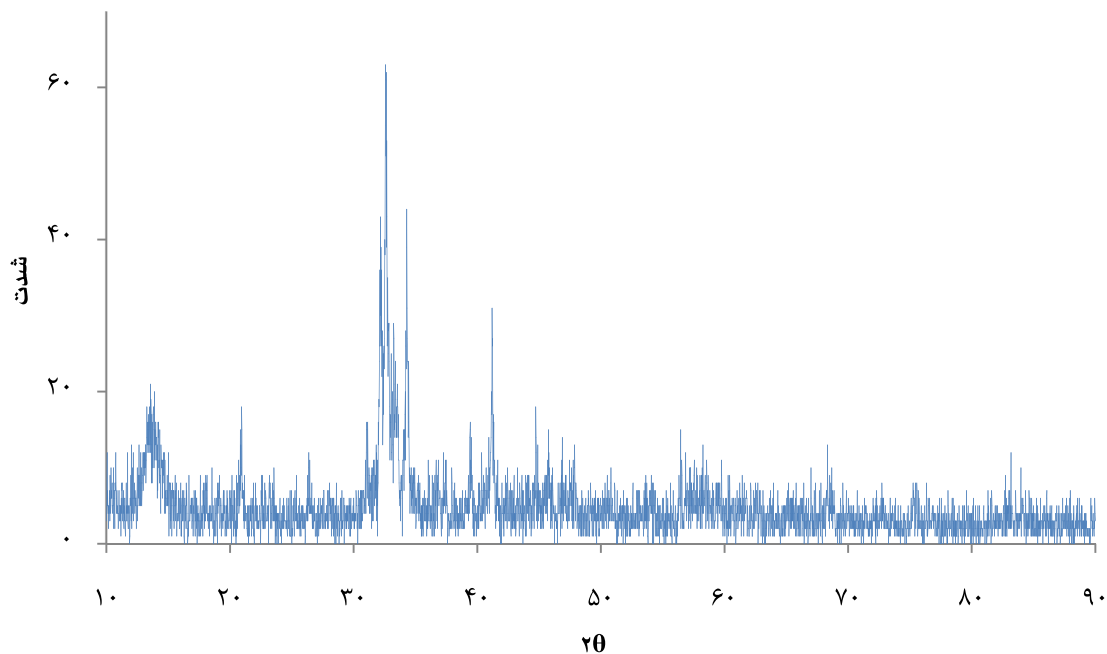
بعضی از محققین برای حذف سیلیس موجود در محلول لیچینگ، سوسپانسیون ۱۰g/l هیدروکسید کلسیم را پیشنهاد کرده اند [۲،۳]. در کار حاضر نیز

۳- نتایج و بحث

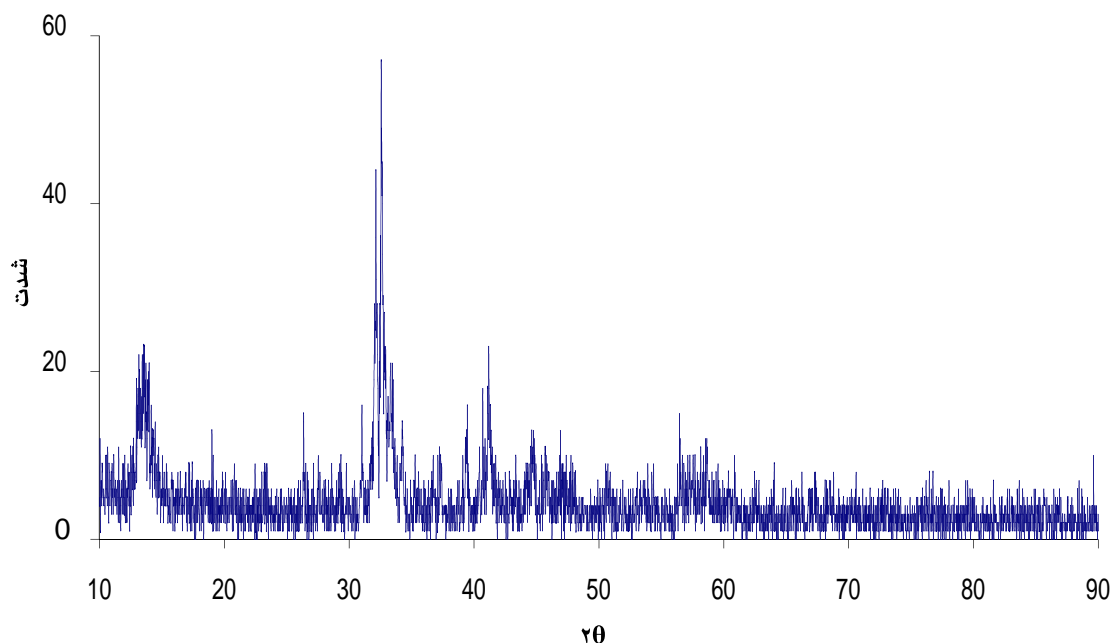
۳-۱- مرحله لیچینگ

شکل های (۱ و ۲) به ترتیب الگوی پراش پرتو X سینتر و لجن حاصل از لیچینگ (لجن قرمز) در شرایط بهینه، رانسان می دهند. در شکل ۱ فازهای $12CaO.7Al_2O_3$, $Na_2O.Al_2O_3$, $3CaO.Al_2O_3$, $Na_2O.Al_2O_3.3SiO_2.2H_2O$ و $2CaO.SiO_2$ و $3CaO.SiO_2$ مشاهده میشوند که وجود این فازها در سینتر مورد انتظار است [۲، ۳]. در شکل (۲) فازهای Al_2O_3 ، $3CaO$ ، $3CaO.SiO_2$ ، $Na_2O.Al_2O_3.3SiO_2.2H_2O$ و $2CaO.SiO_2$ تشخیص داده شدند. با مقایسه فازهای مشاهده شده در سینتر (شکل ۱) و فازهای مشاهده شده در لجن قرمز (شکل ۲) در می یابیم که فازهای $Na_2O.Al_2O_3$ و $12CaO.7Al_2O_3$ کاملاً محلول بوده و به فاز مایع منتقل می گردند و در نتیجه در لجن مشاهده نمی شوند. ولی مقداری از فازهای $3CaO$.

Al_2O_3 و $Na_2O.Al_2O_3.3SiO_2.2H_2O$ حل نشده و به لجن منتقل می شوند. با توجه به مشاهده نشدن بعضی از پیک های مربوط به دو فاز اخیر در شکل (۲) مشخص می شود میزان آنها در لجن نسبت به سینتر کمتر است [۱۱] یعنی مقداری از آنها حل شده و به فاز محلول منتقل شده است و درصدی از عنصر آلومینیوم موجود در سینتر که در مرحله لیچینگ استخراج نمی گردد، توسط همین فازها به لجن انتقال یافته و از دست می رود. با وجود اینکه سینتر مورد استفاده در شرایط بهینه تولید شده بود ولی به نظر می رسد واکنش های رقابتی مربوط به تشکیل فازهای $3CaO.Al_2O_3$ و $Na_2O.Al_2O_3.3SiO_2.2H_2O$ اجتناب ناپذیر است. این مقایسه همچنین نشان می دهد که فازهای $3CaO.SiO_2$ و $2CaO.SiO_2$ به لجن منتقل می شوند. تحقیقات انجام شده قبلی نیز این نتایج را تأیید می کنند [۲، ۳].



شکل (۱): الگوی پراش پرتو X سینتر تهیه شده در شرایط بهینه



شکل (۲): الگوی پراش پرتو X لجن تهیه شده در شرایط بهینه

فرآیند لیچینگ بر میزان آلومینا و سیلیس استخراج شده نشان داده شده است. همانطور که در این شکل مشاهده می شود بیشترین استخراج آلومینا و سیلیس مربوط به کمترین نسبت جامد به مایع (۰/۰۵) می باشد و علت آن می تواند به واسطه افزایش حل شدن فازهای قابل حل مخصوصاً فاز $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ در مقدار بیشتر محلول لیچینگ باشد. در این نسبت مصرف محلول مورد استفاده بیشترین مقدار است. شکل (۳) همچنین نشان می دهد که افزایش نسبت جامد به مایع باعث کاهش استخراج آلومینا و سیلیس می شود. نظر به اینکه کاهش استخراج آلومینا تا نسبت جامد به مایع ۰/۲ کمتر از ۱٪ بوده و در صد استخراج سیلیس به مراتب بیشتر کاهش داشته است لذا نسبت جامد به مایع ۰/۲ مناسب می باشد. علاوه بر این مصرف محلول مورد استفاده در نسبت جامد به مایع ۰/۰۵ در مقایسه با نسبت ۰/۲ به میزان ۴ برابر افزایش دارد و انتخاب نسبت ۰/۲ باعث صرفه جویی در میزان مصرف محلول شده و همچنین شرایط مناسبتری را برای مرحله سیلیس زدایی فراهم می کند.

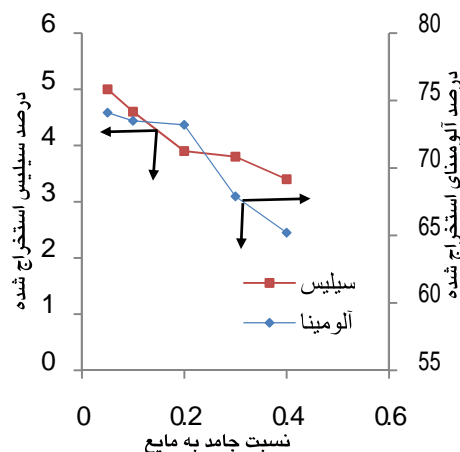
جدول (۲) نشان دهنده نتایج مربوط به انتخاب محلول مناسب جهت فرآیند لیچینگ می باشد. پس از انجام آزمایشهای لیچینگ با سه محلول ذکر شده در این جدول مشاهده شد که محلول $5/6 \text{ g/l}$ سود بیشترین استخراج آلومینا و سیلیس را دارد. با توجه به شکل‌های ۱ و ۲ در مرحله لیچینگ فازهای $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ و $12\text{CaO} \cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3$ کاملاً حل شده و فازهای $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ و $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ به میزان کمتر محلول هستند و با عنایت به جدول (۱) استفاده از محلول $5/6 \text{ g/l}$ سود باعث افزایش استخراج آلومینا و سیلیس نسبت به دو محلول دیگر می شود لذا می توان نتیجه گیری کرد که محلول $5/6 \text{ g/l}$ سود نسبت به دو محلول دیگر ————— فاز $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ را بیشتر حل می کند و افزایش درصد استخراج سیلیس نیز می تواند به همین علت باشد. نظر به اینکه در مرحله بعدی سیلیس محلول حذف خواهد شد لذا محلول فوق الذکر به عنوان بهترین محلول لیچینگ انتخاب شده و آزمایشهای بعدی لیچینگ توسط آن انجام شد.

در شکل (۳) اثر تغییرات نسبت جامد به مایع در

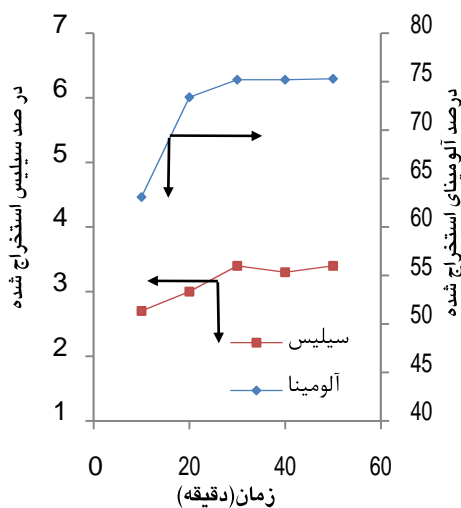
جدول (۲): درصد آلومینا و سیلیس استخراج شده توسط ۳ محلول مختلف از سینتری که در شرایط بهینه تهیه شده و درصد آلومینا و سیلیس اندازه گیری شده در آن به ترتیب ۱۳/۲ و ۲۶ بود

محلول لیچینگ	وزن لجن قرمز (گرم)	درصد Al_2O_3 در لجن قرمز	درصد SiO_2 در لجن قرمز	درصد Al_2O_3 استخراج شده	درصد SiO_2 استخراج شده
H_2O	۲۰/۲۴	۴/۷	۳۱	۷۱/۲	۳/۵
$NaOH(۵/۶\text{ g/l})$	۲۰/۰۴	۴/۲	۳۰/۹	۷۴/۵	۴/۷
$Na_2CO_3(۰/۳\%)$	۲۰/۳۲	۵/۹	۳۰/۷	۶۳/۷	۴/۰

شده در محدوده دمایی بین ۶۰ تا ۹۰°C تقریباً ثابت می باشد ولی میزان سیلیس استخراج شده با افزایش دما از ۶۰°C به بالا افزایش می یابد و به نظر می رسد فاز های دارای آلومینا که قابل حل در محلول می باشند تا دمای ۶۰°C به طور تقریباً کامل در محلول لیچینگ حل شده اند و افزایش میزان سیلیس استخراج شده در بالاتر از این درجه حرارت می تواند به واسطه اثر درجه حرارت بر روی افزایش انحلال فازهای سیلیکاته ای باشد که حاوی آلومینا نیستند. بنابراین مناسبترین دما در این مرحله ۶۰°C می باشد.

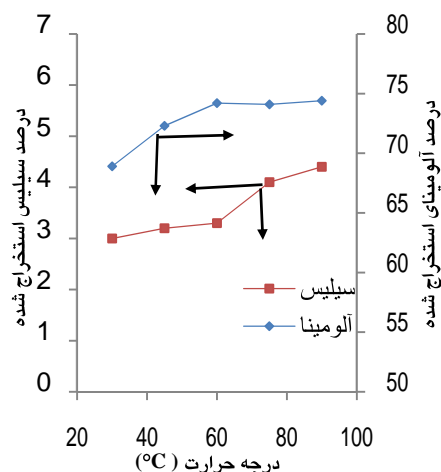


شکل (۳): اثر نسبت جامد به مایع بر درصد آلومینا و سیلیس استخراج شده



شکل (۵): اثر زمان لیچینگ بر درصد آلومینا و سیلیس استخراج شده

شکل (۵) نشان دهنده اثر تغییرات زمان لیچینگ بر میزان آلومینا و سیلیس استخراج شده می باشد. همانطور که مشاهده می شود میزان آلومینای استخراج شده با افزایش زمان تا ۳۰ دقیقه افزایش یافته و پس از آن تقریباً ثابت می ماند و میزان سیلیس استخراج شده نیز با شدت کمتری همین روند را دارد. با توجه به شکل



شکل (۴): اثر درجه حرارت بر درصد آلومینا و سیلیس استخراج شده

در شکل (۴) اثر تغییرات درجه حرارت لیچینگ بر میزان آلومینا و سیلیس استخراج شده نشان داده شده است. با توجه به این شکل میزان آلومینای استخراج

زدایی کامل نمی شوند. لازم به ذکر است این نتیجه با نتیجه به دست آمده در تحقیقی دیگر نیز مطابقت دارد [۳]. از آنجائیکه در مقادیر بیشتر از نسبت مایع به مایع ۰/۲ مقدار حذف سیلیس و آلومینا تقریباً ثابت مانده لذا این نتیجه حاصل می شود که واکنشهای حذف سیلیس تا این نسبت کامل شده اند و افزایش بیش از این نسبت باعث افزایش CaO در رسوب حاصله می شود و بنا بر این میزان نسبت مایع به مایع ۰/۲ در این مرحله مناسب می باشد.

شکل (۸) نشان دهنده اثر تغییرات درجه حرارت بر درصد حذف آلومینا و سیلیس می باشد. همانگونه که در این شکل مشاهده می شود در دماهای انتخاب شده میزان حذف آلومینا و سیلیس تقریباً ثابت مانده است. از آنجائیکه واکنشهای مربوط به حذف سیلیس سریع بوده و در دمای محیط هم بعد از مدت زمان کوتاهی به تعادل می رسند [۳] لذا با توجه به زمان در نظر گرفته شده (۲۰ دقیقه) تاثیر افزایش دما مشهود نیست و در این مرحله دمای محیط (۲۵°C) مناسب به نظر می رسد.

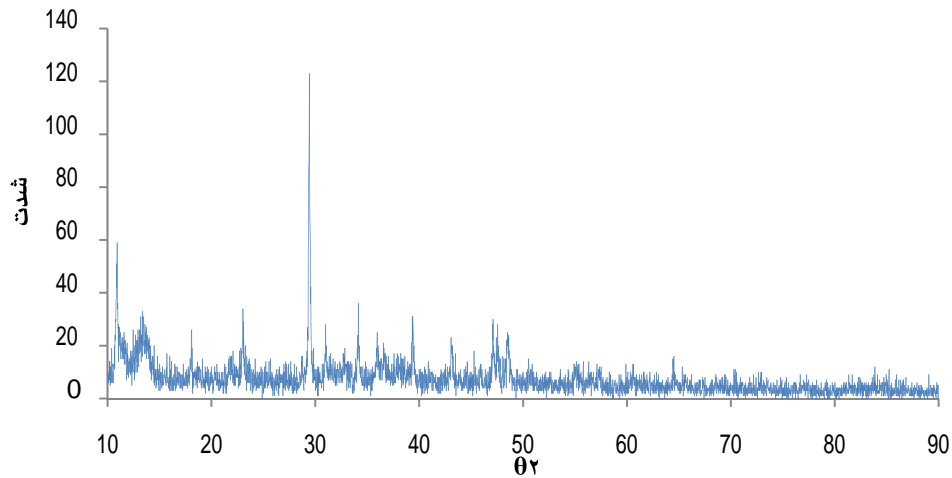
در شکل (۹) اثر تغییرات زمان بر درصد حذف آلومینا و سیلیس نشان داده شده است. با توجه به این شکل، حذف سیلیس تا زمان ۱۵ دقیقه افزایش یافته و بعد از آن ثابت می ماند و این به واسطه حداکثر پیشرفت واکنشهای حذف سیلیس در طی ۱۵ دقیقه می باشد. ضمناً آلومینای حذف شده در این زمان نیز تقریباً در حداقل مقدار خود می باشد. با توجه به نتایج حاصله مناسبترین زمان حذف سیلیس ۱۵ دقیقه است.

به نظر می رسد در زمانهای کمتر از ۲۰ دقیقه فازهای قابل انحلال فرصت کافی جهت حل شدن در محلول لیچینگ را نداشته اند ولی در زمان ۳۰ دقیقه این فازها به طور نسبتاً کامل در محلول لیچینگ حل شده اند و به همین دلیل افزایش زمان بیشتر از ۳۰ دقیقه تأثیر چندانی بر استخراج آلومینا و سیلیس ندارد. بنابراین زمان مناسب در این مرحله ۳۰ دقیقه انتخاب شد.

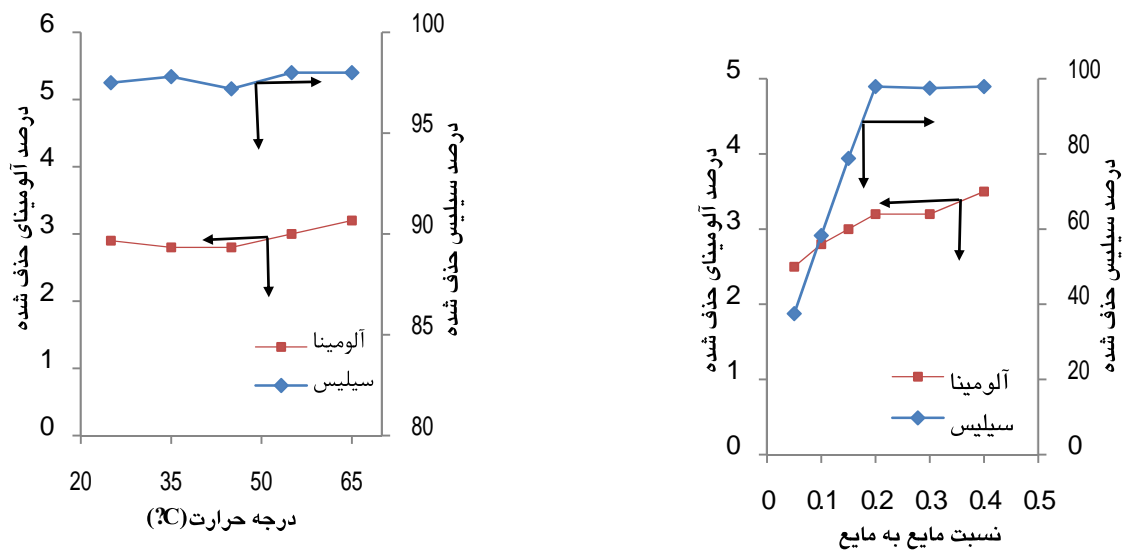
۳-۲- مرحله حذف سیلیس

شکل (۶) الگوی پراش X مربوط به رسوب مرحله سیلیس زدایی در شرایط بهینه را نشان می دهد. فازهای عمده رسوب مذکور $8CaO.2SiO_2.XH_2O$, $8CaO.5SiO_2$, CaO و $CaO.Al_2O_3.4SiO_2.6H_2O$ تشخیص داده می شوند. فاز CaO می تواند ناشی از $Ca(OH)_2$ اضافی باشد و فازهای کلسیم سیلیکاتهای هیدراته و غیر هیدراته ($8CaO.5SiO_2$ و $3CaO.2SiO_2.XH_2O$) نشان دهنده حذف سیلیس از محلول لیچینگ می باشند. فاز $CaO.Al_2O_3.4SiO_2.6H_2O$ باعث حذف سیلیس و همچنین آلومینا با نسبت به مراتب کمتر می شود و عمده آلومینیوم حذف شده در این مرحله به واسطه تشکیل همین فاز است.

در شکل (۷) اثر تغییرات نسبت مایع به مایع (نسبت حجم سوسپانسیون 10 g/l هیدروکسید کلسیم به حجم محلول حاصل از لیچینگ) بر درصد حذف آلومینا و سیلیس نشان داده شده است. با توجه به این شکل افزایش میزان یون Ca^{+2} تا نسبت مایع به مایع ۰/۲ باعث افزایش حذف سیلیس و آلومینا می شود. در این نسبت میزان یون Ca^{+2} برای انجام واکنشهای حذف سیلیس و تشکیل فازهای $8CaO.5SiO_2$, $3CaO.2SiO_2.XH_2O$ و $CaO.Al_2O_3.4SiO_2.6H_2O$ کافی بوده و حتی با توجه به تشخیص CaO (شکل ۶) در رسوب مرحله حذف سیلیس به نظر می رسد در نسبت مایع به مایع ۰/۲ مقدار Ca^{+2} بیش از نیاز واکنشهای حذف سیلیس است. با توجه به شکل (۷) روند حذف سیلیس تا نسبت مایع به مایع ۰/۲ تقریباً خطی و با شیب زیاد بوده و به نظر می رسد در مقادیر کمتر از این نسبت واکنشهای سیلیس

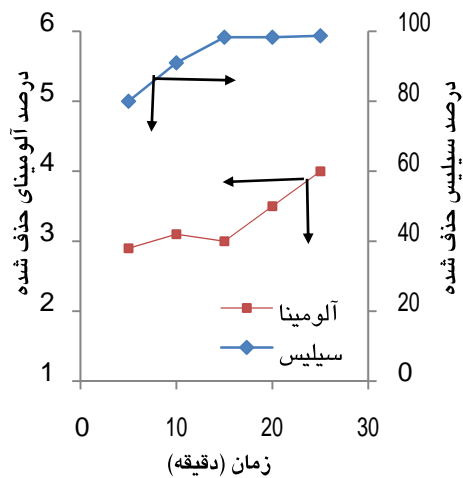


شکل (۶): الگوی پراش پرتو X رسوب مرحله سیلیس زدایی در شرایط بهینه



شکل (۸): اثر درجه حرارت بر درصد آلومینا و سیلیس حذف شده

شکل (۷): اثر نسبت حجمی هیدروکسید کلسیم به محلول لیچینگ بر درصد آلومینا و سیلیس حذف شده



شکل (۹): اثر زمان بر درصد آلومینا و سیلیس حذف شده

۴- نتیجه گیری

در این تحقیق آلومینای سینتر تولید شده از خاکستر باطله های کارخانه ذغالشویی زرنند توسط فرآیند لیچینگ استخراج شده و سپس سیلیس محلول لیچینگ حذف گردید و شرایط بهینه برای هر کدام از مراحل فوق به دست آمد. در مرحله لیچینگ محلول ۰/۶ g/l سود انتخاب شد و همچنین نسبت جامد به مایع، زمان و دما بهینه سازی شدند. در مرحله حذف سیلیس سوسپانسیون ۱۰ g/l هیدروکسید کلسیم مورد استفاده قرار گرفت و شرایط بهینه مربوط به نسبت مایع به مایع، زمان و دما به دست آمد. با اعمال شرایط بهینه به دست آمده در مرحله لیچینگ حدود ۷۵٪ آلومینا و ۳٪ سیلیس موجود در سینتر باطله کارخانه ذغالشویی زرنند استحصال شد و با اعمال شرایط بهینه به دست آمده در مرحله حذف سیلیس تقریباً تمام سیلیس محلول لیچینگ حذف شد. بررسی الگوی پراش پرتو X (XRD) نمونه های سینتر، لجن قرمز و رسوب مرحله سیلیس زدایی نشان داد که آلومینیم هدر رفته در مرحله لیچینگ عمدتاً در فاز های $3CaO \cdot Al_2O_3$ و $Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 3SiO_2 \cdot 2H_2O$ و در مرحله سیلیس زدایی عمدتاً در فاز $CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2 \cdot 6H_2O$ می باشد.

مراجع

- [۱] عبد الرضا ایرج منصوری، مجید طهمورسی، محمد مقتدر، (۱۳۸۸)، " استحصال آلومینا از خاکستر باطله های کارخانه ذغالشویی زرنند " شیمی و مهندسی شیمی ایران، دوره ۲۸، شماره ۸، صفحات ۱۳۸-۱۳۱.
- [2] R. Padila, H.Y. Sohn, (1983), "Alumina from coal wastes by the lime – soda sinter process leaching and desilication of the sodium – aluminate solutions", *Light Metals: proceeding 112th AIME Annual Meeting Atlanta Georgia*, p.21-39.
- [3] R. Padila, H.Y. Sohn,(1985),"Sodium aluminate leaching and desilication in lime soda sinter process for Alumina from coal wastes", *Metallurgical Transactions*, B, 16(B), 707-713.
- [4] R. Padila, H.Y. Sohn,(1985),"Sintering kinetics and alumina yield lime-soda sinter process for alumina from coal wastes", *Metallurgical transactions*,16B, 385-395.
- [5] K.P. Goodboy,(1976),"Investigation of sinter process for extraction of Al_2O_3 from coal waste", *Metallurgical Transactions B*,7(3), 716-718.
- [6] H. Matjie, R. Bunt, J.H.P. van Heerden,(2005),"Extraction of alumina from coal fly ash generated from selected low rank bituminous south African coal", *Mineral Engineering*, 18(3), 299-310.
- [7] X. Jilai, Yan. Li, Zhu.Yun, (2010) "Extracting alumina from coal fly ash through sodium aluminate solution in soda-sintering and acid-leaching process", *Conference tools for TMS annnal meeting and exhibition*.
- [8] C. Bin, L. Xiaobin, L. Guihua, (2008), "Behavior of SiO_2 in the leaching process of alumina clinker with high concentration", *Journal of University of Science and Technology Beijing, Mineral, Metallurgy, Material* 15, (5), 538-542.
- [9] Y. Yi. Z. Jiongliang, (2009) "Desiliconization reaction in sodium aluminate solution by adding tricalcium hydroaluminate", *Hydrometallurgy*, (95), (1-2), 166-169 .
- [10] M. Jiayu, Y. Yi. Z. Zhibao, P. George, (2009) "Desilication of sodium aluminate solution by Friedel's salt ($FS:3CaO \cdot A1_2O_3 \cdot CaCl_2 \cdot 10H_2O$)" *Hydrom tallurgy*, 99, (3-4), 225- 230.
- [11] C. Suryanarayana, M. G. C. Norton, (1998) "*X-Ray Diffraction A practical Approach*" Plenum press, New York and London.

Optimization of leaching and desilication stages in alumina extraction from Zarand coal washing plant wastes

Abdolreza Iraj Mansouri^{1*}, Majid Tahmooresi¹, Amir Sarrafi²

1. Research instructor of International Center for Science, High Technology & Environmental Sciences.

2. Assistant Professor of Chemical Engineering, Shahid Bahonar University of Kerman.

ARTICLE INFO

Article history :

Received 14 July 2010

Received in revised form 11 Dec. 2010

Accepted 5 January 2010

Keywords:

Leaching
Leaching solution
Desilication
alumina extraction

ABSTRACT

Extraction of alumina from the wastes of Zarand coal washing plant is one of the suitable methods for reduction of environmental of pollutions. Extraction of alumina from these wastes consists of several processes, sintering the ashes produced from combustion of the wastes with limestone, leaching of alumina from the sinter and elimination of silica from leachate are the most important stages of the process. In this investigation, the important parameters of the processed such as temperature, contact time, solid to liquid and liquid to liquid ratios and type of the solvents used are studied. The results of the experiments showed that in leaching stage about 75% alumina and 3% silica were extracted and in desilication stage approximately all the silica was eliminated. The XRD pattern of sinter, red mud and desilication precipitate showed that the aluminum losses in leaching stage mainly was in $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$ and $\text{Na}_2\text{O}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 3\text{SiO}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ phases and in desilication stage mainly was in $\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 4\text{SiO}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

All rights reserved.

This document was created with Win2PDF available at <http://www.daneprairie.com>.
The unregistered version of Win2PDF is for evaluation or non-commercial use only.