

УДК 669.162.1

В.А. Прохорович, А.Н. Заостровский

ИССЛЕДОВАНИЕ ГРАНУЛЯЦИИ КВАРЦЕВОЙ ШИХТЫ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА КАРБИДА КРЕМНИЯ

Производство карбида кремния в настоящее время тормозится низким качеством сырья, что заключается либо в недостаточной чистоте кварцевых материалов, либо в чрезвычайной тонко-зернистости их. Запасы чистых крупнозернистых кварцитов весьма ограничены и, кроме того, они рассчитаны на более квалифицированное специальное потребление. Очистка же менее крупнозернистых кварцитов приводит к их измельчению. Таким образом, производство карбида кремния, по крайней мере, в ближайшем будущем будет базироваться на тонкозернистом кварцевом сырье.

Наиболее реальным представляется способ окускования кварцевых песков путем грануляции [1-3] сырого песка с последующим закреплением гранул в самом процессе карбидизации за счет высоких температур, развивающихся в керновых печах. В этом случае сырьем гранулам необходимо придать прочность, достаточную только для транспортировки, перемешивания с шихтовыми материалами и загрузки шихты в печь. Однако это не легкая задача, так как ситовый состав кварцевых песков, поступающих на карбидизацию, совершенно неудовлетворителен, с точки зрения

опытах в качестве кварцевого материала использовали дробленый песок и маршалит. Характеристики использованных материалов приведены в табл. 1.

Грануляция материалов проводилась на тарельчатом грануляторе диаметром 1 м с плавной регулировкой высоты борта от 90 до 150 мм, угла наклона тарелки от 30 до 60° и скорости вращения от 15 до 25 оборотов в минуту.

Как и следовало ожидать, грануляция увлажненного кварцевого песка без добавок связующих веществ не дала положительных результатов. Частичное добавление песка для повышения комкуемости заметно улучшает его грануляцию, однако, прочность получаемых гранул совершенно недостаточна. Более тонкое измельчение кварцевого песка с доведением содержания в нем фракции 0,1 мм до 70% обеспечивает нормальную комкуемость, но удорожает кварцевое сырье и приводит к загрязнению железом.

Более реальным путем в этом направлении представляется использование в качестве добавок к кварцевому сырью природного пылевидного кварца, например маршалита. Гранулируемость

Таблица 1

Характеристика кварцевых материалов

| Материалы | Химический состав, % | | Гранулометрический состав, % | | | |
|-----------------------------|----------------------|----------------|------------------------------|------------|------------|--------|
| | SiO ₂ | Сумма примесей | 0,4 мм | 0,2-0,4 мм | 0,1-0,2 мм | 0,1 мм |
| Кварцевый песок | 98,7-99,5 | 0,5-1,3 | 1,30 | 68,95 | 24,10 | 5,65 |
| Частично измельченный песок | 98,2-99,0 | 1,0-1,8 | | 12,75 | 35,01 | 52,24 |
| Тонко измельченный песок | 98,2-99,0 | 1,0-1,8 | - | 0,75 | 29,23 | 70,02 |
| Маршалит | 92,0 | 8,0 | 1,34 | 0,35 | 0,86 | 97,45 |

грануляции, из-за малого содержания тонких зерен, а дополнительное его измельчение ведет к удорожанию процесса и загрязнению сырья железом.

Таким образом, возникает проблема грануляции кварцевого песка с какими-либо добавками.

Изыскание возможных путей окускования кварцевых песков с добавками строго ограничивается выбором их.

Настоящее исследование ставило своей задачей подбор добавок и разработку рациональной технологии грануляции кварцевого песка на основе этих добавок.

В качестве материалов для грануляции в лабораториях и полупромышленных условиях были использованы усредненные пробы кварцевых песков, чистая поваренная соль и концентраты сульфитно-спиртовой барды (ССБ) марки ЛКБТ с Соликамского бумажного комбината. В некоторых

маршалита исключительно высокая. Запасы маршалита достаточны для обеспечения производства карбида кремния, однако из-за недостаточной чистоты его можно использовать в виде ограниченных добавок.

Из табл. 2 видно, что для обеспечения нормальной гранулируемости песка необходима добавка маршалита в количестве не менее 30%. Содержание кремнезема в этой смеси будет составлять не более 97%, что неприемлемо для производства зеленого карбида кремния.

В случае разработки простой и не дорогой схемы обогащения природного пылевидного кварца с получением концентратов, содержащих не менее 99% кремнезема, вопрос гранулируемости кварцевого сырья можно было бы считать решенным. К сожалению, в настоящее время мы не располагаем надежной технологией обогащения маршалита и подобных ему материалов.

Таблица 2

| Состав шихты, % | | | Ситовый анализ гранул, % | | | | | Испытание гранул на прочность | | | | | | | | | |
|-----------------|-----------|-----------------|--------------------------|-------|-------|-------|-------|-------------------------------|-------|---------|-------|---------------------------|-----|------|------|---|----------------------------|
| Кварцевый песок | Маршаллит | Поваренная соль | +7 | 7-5 | 5-3 | 3-2 | 2-1 | Число сбрасываний | | | | На раздавливание, г/гран. | | | | | |
| | | | мм | мм | мм | мм | мм | влажные | сухие | влажные | сухие | мм | мм | мм | мм | | |
| | | | 80 | 20 | - | 20,70 | 28,50 | 34,0 | 15,3 | 1,5 | 2 | 5 | * | 30 | 20 | 20 | 10 |
| 70 | 30 | - | 25,10 | 33,00 | 39,5 | 2,40 | - | - | - | 5 | 11 | 1 | 1 | 50 | 40 | 40 | 25 |
| 50 | 50 | 2 | 68,35 | 22,35 | 9,3 | - | - | 4 | 4 | 2 | 2 | 340 | 240 | 230 | 60 | 1500 | 700 |
| 90 | - | 10 | 17,20 | 6,21 | 48,82 | 14,62 | 13,15 | 6 | 4 | 20 | 16 | 30 | 10 | 1500 | 700 | 8000 | 2300 |
| 80 | - | 20 | 17,08 | 29,82 | 28,30 | 22,48 | 2,32 | 10 | 19 | 4 | 8 | 50 | 30 | 2500 | 1000 | 3200 | 1260 |
| 70 | 20 | 10 | 11,11 | 11,71 | 61,20 | 14,84 | 1,14 | 3 | 5 | 26 | 17 | 50 | 30 | 2500 | 1000 | * | Ne выдерживали сбрасывания |
| 50 | 30 | 20 | 22,46 | 43,90 | 32,02 | 1,82 | - | 32 | 41 | 29 | 7 | 400 | 80 | 3200 | 1260 | Испытание гранул на сбрасывание оценивалось по числу безопасных сбрасываний гранул с высоты 0,5 м на бетонную плиту | |

При получении зеленого карбида кремния в кварцево-углеродистую шихту обычно вводится поваренная соль в количестве от 6 до 10%. Добавка тонкозернистой поваренной соли облегчает гранулируемость кварцевого песка, но как показано в таблице 2, достаточный эффект получается при введении не менее 20% поваренной соли. Комбинированная добавка к кварцевому песку 10% поваренной соли крупностью менее 0,1 мм и 20% маршалита обеспечивает нормальную гранулируемость смеси, но содержание кремнезема в кварцевой части смеси будет составлять не более 97,8%.

Более результативным решением вопроса грануляции кварцевого песка оказалось направление с использованием ограниченных добавок активных и достаточно чистых связующих веществ при одновременном усовершенствовании режима грануляции. В качестве связующего были использованы обеззоленные концентраты ССБ в виде водных растворов различной плотности. Концентраты ССБ обладают высокой адгезионной способностью к кварцевому материалу, а так же являются прекрасными пластификаторами. Кроме того, это сравнительно недорогой материал. При добавке к смеси кварцевого песка и поваренной соли ($\text{SiO}_2:\text{NaCl}=9:1$) водного раствора ССБ с плотностью 1,17 – 1,2 в количестве 6 – 8% до достигалась

высокая пластичность массы, но прямая подача такой массы в гранулятор вызывала слипание гранул в чрезмерно крупные комья. Уменьшение количества концентрата ССБ в смеси или снижение ее плотности не позволяло получить на тарельчатом грануляторе достаточно прочных гранул.

Для обеспечения нормальной грануляции смеси подача ее в гранулятор осуществлялась шнековым питателем через решетку с диаметром отверстий 3 – 7 мм. Одновременно на тарель гранулятора для предотвращения слипания массы и прилипания ее к тарели подавался сухой кварцевый песок. При такой технологии было проведено несколько серий укрупненных опытов для выбора оптимальных условий грануляции. Влияние добавок на гранулируемость кварцевого песка

В результате проведенных испытаний был установлен следующий оптимальный режим грануляции:

Состав шихты:

| | |
|-------------------------------|----------|
| Кварцевый песок | 80 – 81% |
| Поваренная соль | 8 – 9% |
| Раствор ССБ, плотностью 1,175 | 10 – 11% |

Режим работы гранулятора:

| | |
|--------------------------|-----------|
| Угол наклона тарели | 45° |
| Высота борта | 110 мм |
| Скорость вращения тарели | 19 об/мин |

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Классен П.В., Гришаев И.Г. Основы техники гранулирования. - М.: Химия. 1976. 224 с.
2. Классен П.В., Гришаев И.Г., Шомин И.П. Гранулирование. - М.: Химия. 1991. 240 с.
3. Дерягин Б.В., Кротова И.А. Адгезия твёрдых тел. - М.: Наука. 1973. 279 с.

□ Авторы статьи:

Прохорович

Владимир Абрамович
- канд. техн. наук, доц. каф. химической
технологии твёрдого топлива и
экологии

Заостровский

Анатолий Николаевич

- канд. техн. наук, ст. науч. сотр.
Института угля и углехимии СО
РАН, доц. каф. химической технологии
твёрдого топлива и экологии