

Aluminio oksido plaušo sintezė plazminiu metodu

Romualdas Kėželis,
Vladas Mėčius,
Liudas Pranevičius

*Lietuvos energetikos institutas,
Plazminių technologijų laboratorija,
Breslaujos g. 3,
LT-3035 Kaunas*

Suprojektuotas ir pagamintas eksperimentinis plazmocheminis reaktorius su dviem plazmotronais, kurių galia atitinkamai 100 ir 40 kW aliuminio hidroksido lydymui ir aukštatemperatūrio aliuminio oksido plaušo gamybai. Pateikti eksperimentiniai duomenys gauti lydant ir plaušinant Al_2O_3 kaip pradinę žaliavą naudojant $\text{Al}(\text{OH})_3$. Parodyta, kad, parinkus optimalius srauto parametrus ir tinkamą plaušinimo mazgo geometriją, tokia reaktoriuje iš $\text{Al}(\text{OH})_3$ susidariusį Al_2O_3 galima išlydyti ir išplaušinti, tam panaudojant srauto kinetinę energiją. Pateikta temperatūros pasiskirstymas reaktoriuje, apibendrintų šilumos mainų reaktoriuje ir gauto plaušo analizės rezultatai.

Raktažodžiai: plazmocheminis reaktorius, $\text{Al}(\text{OH})_3$, Al_2O_3 plaušas, šilumos mainai

1. ĮVADAS

Naudojama mineralinio plaušo gamybai tradicinė technologija ir įrengimai reikalauja nepertraukiamo veikimo proceso, sudėtingų ir brangių lydymo krosnių ir izoliacinių medžiagų. Be to, šis metodas neleidžia gaminti aukštatemperatūrio termoizoliacinio plaušo. Toks, su aukšta lydymosi temperatūra, plaušas gali būti naudojamas ne tik kaip aukštatemperatūre izoliacinė medžiaga, bet ir kaip medžiaga, tinkanti konstrukcinių elementų, dirbančių ypač aukštesiose temperatūrose, gamybai. Tokių aukštatemperatūrių izoliacinių medžiagų gamybai galima naudoti plazminę technologiją. Kad ir sąlyginai daug elektros energijos reikalaujanti, ši technologija leidžia išlydyti sunkiai besilydančias medžiagas ir išplaušinti gautą lydalą. Šiuo metodu gaunamas labai plonas pluoštas, kurio plaušelių skersmuo yra 0,5–1 μm [1]. Gaminant iš tokio plaušo izoliacines konstrukcijas nereikalingos papildomos rišamosios medžiagos, su kuriomis maišomas tradicinis 10–100 μm pluoštas.

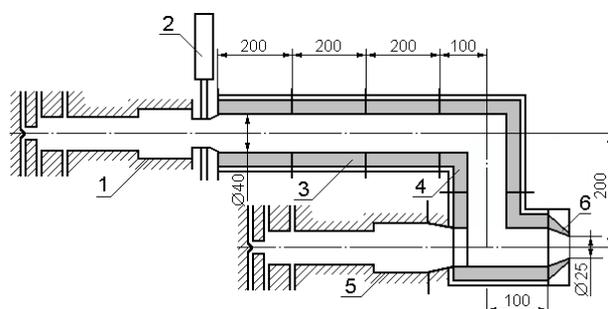
Šio darbo tikslas buvo iš aliuminio hidroksido gauti (Al_2O_3 susidaro įkaitinus $\text{Al}(\text{OH})_3$ iki 1200°C) aliuminio oksido išlydymo ir lydalą išplaušinimo galimybių nustatymas plazmocheminiame reaktoriuje, panaudojant tam tikslui nuolatinės srovės plazmotronu gautą aukštos temperatūros oro srautą.

2. EKSPERIMENTINIS STENDAS, TYRIMO OBJEKTAS IR METODIKA

Aliuminio oksido lydymui ir plaušinimui buvo suprojektuotas ir pagamintas eksperimentinis reaktori-

rius su plazminiu dujų kaitinimu. Principinė reaktoriaus schema parodyta 1 paveiksle.

Ruožas pagamintas iš trijų plieninių 0,2 m ir dviejų 0,15 m su 90° posūkiu sekcijų, kurių vidinis skersmuo yra 0,08 m. Visos sekcijos turi apvalkalus aušinimui. Tarpusavyje jos sujungtos flanšais. Šilumos nuostoliams sumažinti vidinis sekcijų paviršius padengtas aukštai temperatūrai atsparia iškloja. Ji yra dviejų sluoksnių. Pirmasis sluoksnis (prie metalo) pagamintas iš 2 mm storio asbesto. Antrasis sluoksnis – tai 18 mm storio keramika, pagaminta iš cirkonio oksido. Vidinis kanalo skersmuo yra 0,04 m. Tokia reaktoriaus konstrukcija leido keisti jo ilgį, srauto kryptį ir reguliuoti miltelių buvimo jame trukmę. Vienoje iš šių sekcijų padaryta anga papildomam plazmotronui, skirtam plaušinimo sąlygoms pagerinti, prijungti. Reaktorius aušinamas vandeniu. Vidinė ir iš-



1 pav. Eksperimentinio reaktoriaus schema. 1, 5 – plazmotronas; 2 – plazmotrono prijungimo sekcija ir žaliavos tiekimo dozatorius; 3 – aušinama sekcija su ZrO_2 iškloja (3 vnt.); 4 – aušinama sekcija su 90° posūkiu (2 vnt.); 6 – siaurėjanti ištekėjimo ir plaušinimo sekcija

orinė reaktoriaus sienelės paviršiaus temperatūra buvo matuojama chromelio-aliumelio termoporumis. Sekcijas aušinančio vandens temperatūra matuota vario-konstantano termoporumis.

Plazmotrono galia buvo nustatoma matuojant jo įtampą ir pratekančios elektros srovės stiprumą. Stendo elektros tiekimo sistema, taip pat oro ir aušinančio vandens sistemos aprašytos ankstesniuose darbuose [2].

Oro debitas matuotas kritinėmis tūtomis ir manometrais, plazmotroną ir reaktorių aušinančio vandens debitas – tūriniu metodu.

Tiekiamos plaušinamos žaliavos kiekis, taip pat gauto plaušo kiekis buvo nustatomi sveriant atitinkamai žaliavą ir gautą plaušą. Plaušinama žaliava buvo tiekama į reaktorių sliekiniu dozatoriumi. Jos kiekį buvo galima keisti reguliuojant slieko sūkius (variklio įtampą).

Lydalui plaušinti reaktoriaus gale prijungta siaurėjanti sekcija (1 pav.). Atitekėjęs ir joje susikaupęs lydalis buvo plaušinamas pasitelkus srauto kinetinę energiją. Plaušinimo sekcijos skersmuo buvo keičiamas nuo 20 iki 30 mm.

Plaušinimo žaliavai buvo naudojami pramoniniai $\text{Al}(\text{OH})_3$ milteliai (skersmuo < 200 μm), kurie reaktoriuje įkaitę iki 1200°C skyla į Al_2O_3 (lydymosi temperatūra 2010–2050°C, tankis – 2424 kg/m^3) ir H_2O . Eksperimentų metu gauto Al_2O_3 plaušo ir lydalo struktūra buvo tiriama skenuojančiu elektroniniu mikroskopu (SEM) ir rentgenų (XRD).

3. PLAZMOCHEMINIO REAKTORIAUS ŠILUMINĖS CHARAKTERISTIKOS

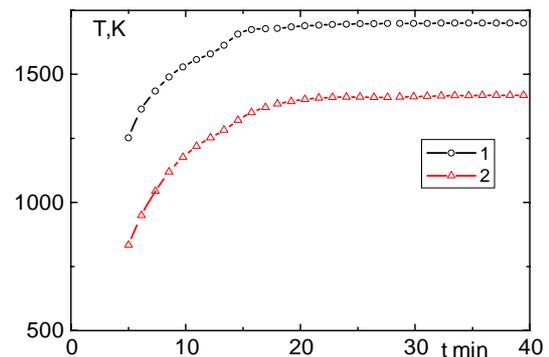
Eksperimentinį plazmocheminio reaktoriaus tyrimą sąlygoja tai, kad tikslus jo skaičiavimas negalimas dėl to, jog nėra patikimų duomenų, apibūdinančių jame vykstančių procesų kinetiką, jų pradines ir ribines sąlygas, taip pat patikimo matematinio aparato, aprašančio plazmocheminiame reaktoriuje vykstančius fizinius-cheminius procesus, tokius kaip polidispersinės žaliavos sąveika su besisukančiu aukštos temperatūros srautu, karštomis reaktoriaus sienelėmis ir pan.

Ištekėjęs iš plazmotrono besisukantis aukštos temperatūros srautas patenka į reaktorių ir maišosi su tiekiamą į jį žaliava. Dalis srauto energijos nukreipiama į reaktoriaus sienelės, kita dalis perduodama milteliams. Remiantis šilumos mainų kanaluose tyrimais, galima teigti, kad pasroviniame reaktoriuje dujų srauto temperatūra esant turbulentiniam tekėjimui mažėja 20–30° kalibrui. Skersinis šilumos srautas į reaktoriaus sienelės taip pat priklauso ir nuo miltelių koncentracijos [3, 4]. Esant sraute dispersinėms dalelėms, jis daug greičiau stabdomas, o jo temperatūra padidėja. Dėl intensyvaus dalelių maišymosi

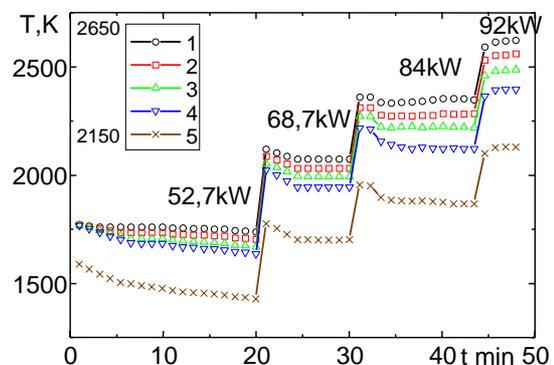
su srautu, jų šiluminės talpos bei sąveikos su sienelėmis greičių ir temperatūrų profiliai tampa daug stastesni, negu tekant vienfaziam srautui, ir yra tarpusavyje panašaus kitimo pobūdžio [5]. Šie profiliai labai priklauso nuo dispersinių dalelių santalkos sraute. Eksperimentų metu $\text{Al}(\text{OH})_3$ koncentracija buvo apie 4% bendros dujų masės.

Šilumos mainams reaktoriuje didelę reikšmę turi jo sienelių temperatūra. Reaktoriaus sienelės turi pasiekti tam tikrą temperatūrą, kuriai esant lydalis normaliai ją drėkintų. Sienelės temperatūra ribojama išklojos storiu ir yra parenkama pagal perdirdamą žaliavą. Kadangi Al_2O_3 lydymosi temperatūra yra 2050°C, išklojai buvo panaudotas YSZ oksidas, kurio lydymosi temperatūra 2680°C.

Bandant eksperimentinį ruožą, pradinis plazmotrono galingumas buvo 52 kW. Nusistovėjęs šiluminis režimas pasiektas po 20 min. Apie tai buvo sprendžiama stebint išklojos vidinio paviršiaus temperatūros kitimą (2 pav.). Darbo metu matuotos ruožo šiluminės charakteristikos. Ruožui įkaitus, į srautą pradėta tiekti aliuminio hidroksido ($\text{Al}(\text{OH})_3$) miltelius. Didinant plazmotrono galingumą stebėta, kada srauto temperatūra bus pakankama susidariusiam



2 pav. Eksperimentinio reaktoriaus įklojos vidinio paviršiaus temperatūra. 1, 2 – atitinkamai pirmoje ir antroje sekcijose



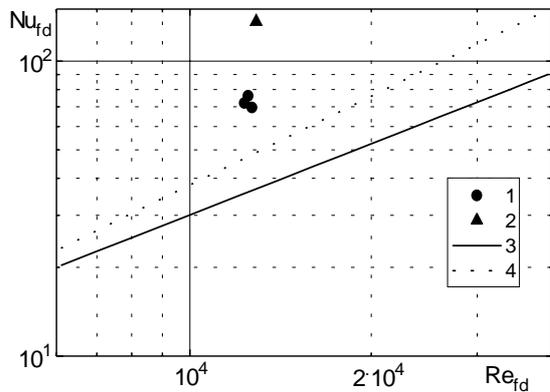
3 pav. Vidutinė masinė srauto temperatūra reaktoriuje. 1, 5 – atitinkamai pirmoje ir penktoje sekcijose. G_{oro} – 23,04 g/s

Al₂O₃ išlydyti. Padidinus plazmotrono galingumą iki 92 kW, Al₂O₃ pradėjo lydintis. Vidutinė masinė srauto temperatūra parodyta 3 pav. Srauto parametrai pateikti 1 lentelėje.

1 lentelė.					
P ₁ kW	P ₂ kW	G _{oro} g/s	T _{fl} K	T _{is} K	G _{Al(OH)₃} g/s
92	30	23,04	2650	2150	1

Čia P₁ – plazmotrono galia, P₂ – srauto galia, G_{oro} – oro debitas, T_{fl,5} – vidutinė srauto temperatūra atitinkamai 1–5 ruožo sekcijose (1 pav.), G_{Al(OH)₃} – aliuminio hidroksido debitas.

Reaktoriaus įšilimo metu matuotas šilumos atidavimas cirkonio oksido keraminei sienelėi. Šio nestacionaraus proceso metu nustatyta sienelės temperatūros kitimo laike priklausomybė [6]. Panaudojus Furje ir Bio kriterijus, apskaičiuotas šilumos atidavimo į reaktoriaus sienelę koeficientas, o iš jo – šilumos mainų intensyvumas reaktoriaus kanale. Skaičiuojant Furje ir Bio kriterijus cilindrinėse sekcijose, cirkonio oksido išklojos storis skaičiavimui gautas pa-



4 pav. Šilumos mainų intensyvumas reaktoriaus kanale. 1 – pirmoje, antroje ir trečioje sekcijose; 2 – ketvirtoje sekcijoje; 3 – [6]; 4 – [2]

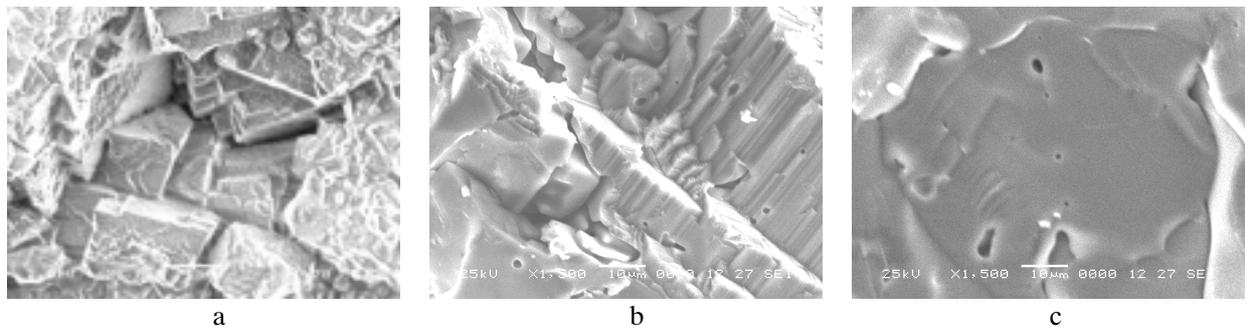
dalius išklojos tūrį iš vidinio paviršiaus ploto. Gauti rezultatai rodo, kad šilumos mainai intensyvesni, palyginti su anksčiau institute atliktais tyrimais [2, 6]. Tai paaiškinama didesniu sienelės šiurkštumu. Ketvirtoje sekcijoje (kanalo alkūnėje) šilumos mainai gerokai padidėja (4 pav.).

4. ALIUMINIO OKSIDO LYDYMAS IR PLAUSINIMAS PLAZMOCHEMINIAME REAKTORIUIJE

Medžiagos lydymasis yra jos fazinis virsmas, sąlygojamas šuolinio vidaus struktūros, taip pat fizinių ir cheminių savybių pokyčio. Medžiagos sugebėjimą lydintis tam tikroje temperatūroje lemia jos cheminės sudėties bei kristalinės gardelės ypatumai. Kristalinė sandara išnyksta tik padidinus temperatūrą virš kritinės ribos ir palaikius joje medžiagą tam tikrą laiką. Todėl labai svarbu ne tik srauto temperatūra reaktoriuje, bet ir dujų greitis jame, taip pat reaktoriaus konstrukcija. Visi šie parametrai lemia, ar patekusios į reaktorių keramikos dalelės išbus reikiamą laiką tokioje temperatūroje, kad įvyktų anksčiau minėti faziniai virsmai. Reguluojant temperatūrą reaktoriuje ir dalelių buvimo laiką jame, galima gauti norimo tankio keramiką (5 pav.).

Tai labai svarbu gaminant labai tankią ugniai atsparią keramiką, dirbančią drėgnomis sąlygomis.

Lydalo temperatūrai didėjant, jo paviršiaus, tiesiogiai sąveikaujančio su aukštos temperatūros srautu, klampumas sumažėja tiek, kad paviršiaus sluoksnis yra srauto nunešamas ir išplaušinamas. Šis procesas vyksta nuo lydalo paviršiaus. Plaušinant lydala labai svarbus parametras yra jo klampumas. Pavyzdžiui, plaušinant išcentrinu pučiamuoju būdu, masės klampumas turi būti 0,5–1,5 Pa [7]. Plaušinimo sąlygoms pagerinti, t. y. padidinti ruožo galinėje sekcijoje lydalo temperatūrą ir srauto greitį, panaudotas papildomas 40 kW plazmotronas (1 pav.). Jis buvo įjungiamas ruožui įkaitus ir pradėjus tekėti lydalui. Papildomai pakaitinant, iki plaušinimo sekcijos atitekėjusio lydalo klampumas mažėja ir yra srau-



5 pav. Aliuminio oksido lydalo struktūros lydalo morfologija. Srauto temperatūra atitinkamai: a – 2150 K, b – 2960 K, c – 3434 K

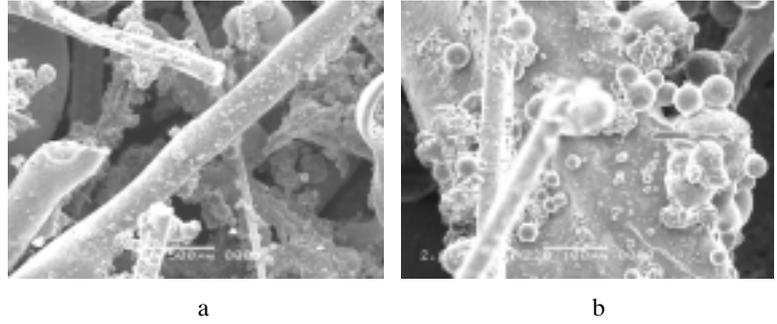
to išplaušinamas. Nuo jo aukštatemperatūris srautas tolygiai nuplėšia atitinkamo klampumo sluoksnelius ir dėl didelio savo greičio lydalą išplaušina. Be to, siekiant padidinti srauto temperatūrą visame reaktoriaus tūryje nedidinant plazmotrono galios ir taip suintensyvinanti $\text{Al}(\text{OH})_3$ skilimą į Al_2O_3 ir pastarojo lydymąsi, kartu su milteliais į srautą buvo įpučiama propano–butano dujų.

Minėtu būdu gautas Al_2O_3 plaušas parodytas 6 paveiksle. Jame matyti, kad plauše yra labai smulkių Al_2O_3 granulių. Gautas plaušas palyginti didelio skersmens.

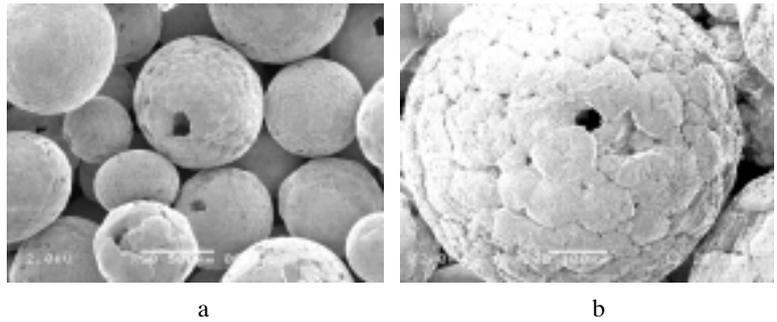
Nors plaušinimo sąlygoms pagerinti ir buvo naudojamas papildomas plazmotronas, eksperimento metu dalis lydalų buvo išnešama iš kanalo labai smulkių granulių pavidalo, dalis išplaušinama. Tai susiję su labai siauru temperatūros intervalu, kuriam esant lydalas gerai plaušinasi (pavyzdžiui, langų stiklo lydalui jis yra apie 200°C). Dėl specifinio iš plazmotrono ištekancio srauto tekėjimo pobūdžio (tangentinio sukimosi) sudėtinga palaikyti lydalų temperatūrą plaušinimo zonoje pastoviai labai siaurame temperatūrų intervale ($\pm 20^\circ\text{C}$). Dėl netolygaus greičių ir temperatūrų profilio plaušinimo sekcijoje, susidarancio sukantis ir maišantis dviems aukštatemperatūriams srautams, dalis lydalų yra perkaitinama ir išnešama labai smulkių Al_2O_3 granulių pavidalo. Kaip matyti iš SEM nuotraukų, šios granulės yra tuščiavidurės (7 pav.).

Paprastai jos būna susimaišiusios su plaušu. Atskirtas nuo plaušo šias granulės galima panaudoti kaip aukštatemperatūrę izoliacinę medžiagą su specifinėmis savybėmis.

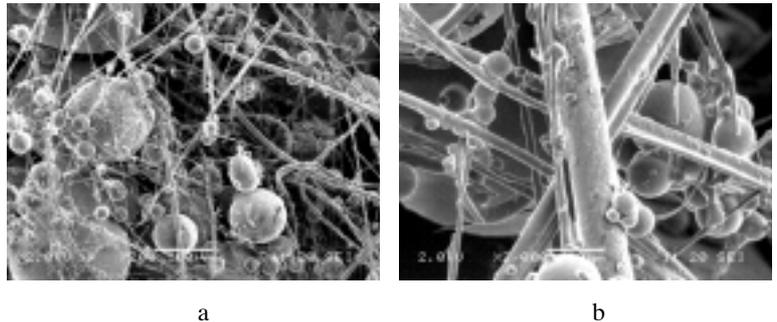
Siekiant išplėsti Al_2O_3 lydalų temperatūros intervalą, kuriame jo klampumas būtų 0,5–1,5 Pa, t. y. optimalus jo plaušinimui, į pradinę žaliavą $\text{Al}(\text{OH})_3$ buvo įmaišyta silicio oksido miltelių (lydymosi temperatūra priklausomai nuo atmainos $1600\text{--}1710^\circ\text{C}$). Tam tikslui kvarcinis smėlis buvo sumaltas iki 200 μm dydžio grūdelių ir paruošta mišinio šichta, susidedanti iš įvairių $\text{Al}(\text{OH})_3$ kvarcinio smėlio dalių. Eksperimentams buvo naudojami šios sudėties mišiniai (2 lentelė): Plaušinant mišinį Nr. 1, lydalas gerai plaušinasi. Dalis lydalų taip pat buvo išnešama smulkių lydalų karoliukų, prikibusių prie labai smulkių plaušelių, pavidalo (8 pav.).



6 pav. Aliuminio oksido plaušas (a). Padidintas atskiro plaušo vaizdas (b)



7 pav. Aliuminio oksido granulės: a – bendras vaizdas, b – padidintas atskiros granulės vaizdas

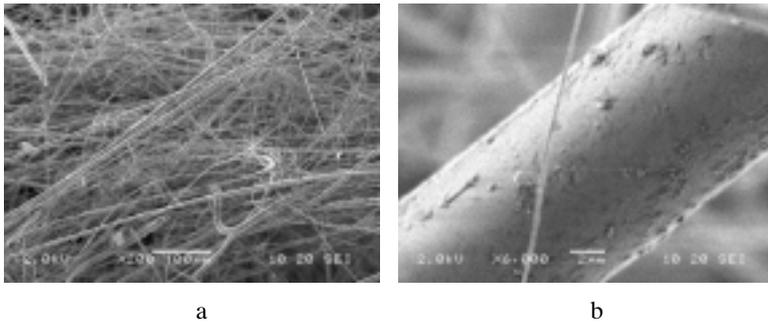


8 pav. $\text{Al}(\text{OH})_3$ ir kvarcinio smėlio mišinio plaušas. a – bendras vaizdas, b – padidintas vaizdas. Mišinys Nr. 1

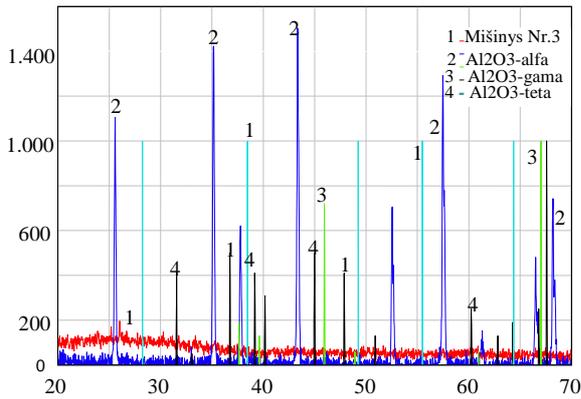
2 lentelė.		
Nr.	Mišinio sudėtis %	
	$\text{Al}(\text{OH})_3$	Smėlis
1	83	17
2	50	50

Mišinys su lygiomis $\text{Al}(\text{OH})_3$ ir kvarcinio smėlio dalimis labai gerai plaušinasi. Gautas geros kokybės plonas plaušas su 0,5–2 μm storio plaušeliais (9 pav.).

Gauto plaušo rentgeno analizė parodė, kad plauše vyrauja Al_2O_3 α fazė, t. y. heksagoninė Al_2O_3 kristalų struktūra (10 pav.). Tai labai svarbu terminiu požiūriu, nes tik α Al_2O_3 kristalų atmaina išlieka stabili beveik iki lydymosi temperatūros.



9 pav. Al(OH)₃ ir kvarcinio smėlio mišinio plaušas: a – bendras plaušo vaizdas, b – padidintas vaizdas. Mišinys Nr. 2



10 pav. Iš Al(OH)₃ ir kvarcinio smėlio mišinio gauto plaušo rentgenograma

IŠVADOS

Sukurtas ir išbandytas plazmocheminis reaktorius aukštos lydymosi temperatūros birioms medžiagoms perdirbti. Atlikti eksperimentai lydant ir plaušinant Al₂O₃, kaip pradinę žaliavą naudojant Al(OH)₃. Parodyta, kad parinkus optimalius srauto parametrus ir tinkamą plaušinimo mazgo geometriją, tokia reaktoriuje išlydytą Al₂O₃ galima išplaušinti, tam panaudojant srauto kinetinę energiją. Ištirta gauto plaušo sudėtis ir savybės.

Gauta
2002 03 15

Literatūra

1. Kėželis R., Mėčius V., Balkevičius V. Plazminės aukštatemperatūrės izoliacinės medžiagos plaušinimo technologijos optimizavimas // Cheminė technologija. 2000. Nr. 2(15). P. 45–50.
2. Амбразевичюс А. Теплообмен при закалке газов. Вильнюс: Мокслас, 1983. С. 49–78.
3. Сурис А. Плазмохимические процессы и аппараты. Москва, 1989. С. 304.

4. Мосэ А., Буров И. Обработка дисперсных материалов в плазменных реакторах. Минск: Наука и техника, 1980. С. 208.
5. Valinčius V., Kėželis R. Šilumos mainai lydant dolomitines medžiagas. Šiluminė technika. Kaunas: Technologija, 1995. P. 88–92.
6. Жукаускас А. А. Конвективный перенос в теплообменниках. Москва: Наука, 1982. 472 с.
7. Balkevičius V., Kaminskas A., Kėželis R. Plazminio stiklo atraižų pluoštinimo proceso pagrindiniai dėsniniai // Energetika. 2000. Nr. 4. P. 110–116.

Romualdas Kėželis, Vladas Mėčius,
Liudas Pranevičius

AL₂O₃ FIBRE SYNTHESIS BY PLASMA TECHNOLOGY

Summary

The study covers results of high temperature resistance fibre production using Al(OH)₃ as initial material. A new plasmachemical reactor for Al(OH)₃ melting and melted Al₂O₃ separate into fibre was built and studied. Air plasma jet was produced using 100 and 40 kW plasma torches. Results of temperature distribution and heat transfer were investigated. The conditions for Al₂O₃ fibre production using plasma technology and its characteristics are presented.

Key words: plasmachemical reactor, Al(OH)₃, Al₂O₃ fibre, heat transfer

Ромуалдас Кежялис, Владас Мечюс,
Людас Пранявичюс

ПЛАЗМЕННЫЙ МЕТОД СИНТЕЗА ВОЛОКНА ИЗ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

Резюме

Спроектирован и изготовлен экспериментальный плазмохимический реактор с двумя плазмотронами мощностью 100 и 40 кВт для плавки гидроксида алюминия и производства высокотемпературного волокна из оксида алюминия. Представлены полученные экспериментальные данные по выплавке Al₂O₃ как исходное сырье используя Al(OH)₃. Показано, что при оптимальных параметрах высокотемпературного потока и геометрии волоконообразующего узла в таком реакторе возможно получить расплав Al₂O₃ и, используя кинетическую энергию высокотемпературного потока, переработать его в волокно. Представлены данные по распределению температуры в реакторе и обобщены данные по теплообмену, результаты анализа полученного волокна.

Ключевые слова: плазмохимический реактор, Al(OH)₃, волокно из Al₂O₃, теплообмен