

NGHIÊN CỨU LÀM SẠCH NHÔM HYDROXIT TÂN RAI VÀ NHÂN CƠ BẰNG NƯỚC VÀ DUNG DỊCH HCl

RESEARCH ON CLEANING OF TAN RAI AND NHAN CO ALUMINUM HYDROXIDE BY WATER AND HCl SOLUTION

La Thế Vinh⁽¹⁾, Nguyễn Thị Hồng Phượng⁽¹⁾, Hoàng Thị Chiện⁽¹⁾,

Nguyễn Chí Thanh⁽²⁾, Nguyễn Văn Kiên⁽³⁾

⁽¹⁾Trường Đại học Bách khoa Hà Nội

⁽²⁾Viện Nghiên cứu Da - Giấy, Bộ Công Thương

⁽³⁾Cục Hóa chất, Bộ Công Thương

Đến Tòa soạn: 11/01/2021

ABSTRACT

Al_2O_3 with high cleanliness and small size is an important raw material in high grade aluminum ceramic production. Al_2O_3 is mainly produced from aluminum hydroxide or the thermally degradable salt of aluminum. Currently, the bauxite ore processing industry producing aluminum hydroxide is thriving in Vietnam, but the resulting products are still in raw form with many impurities, large and uneven particle size. So the process of refining aluminum hydroxide is essential to improve the quality and cost of aluminum hydroxide. Through the clean steps, $Al(OH)_3$ will be used as raw materials to produce high-purity aluminum oxide, meeting the requirements as raw materials for high-grade aluminum ceramic production.

Từ khóa: Nhôm hydroxit, nhôm oxit, gốm cao nhôm.

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

$\alpha-Al_2O_3$ hoạt tính là vật liệu có nhiều tính chất vượt trội như diện tích bề mặt riêng lớn, tính cơ học tốt, chịu ăn mòn, độ chịu nhiệt cao do đó nó được nghiên cứu và ứng dụng rộng rãi trong nhiều lĩnh vực như làm gốm sứ cao cấp, chất xúc tác và chất mang, dụng cụ cắt gọt, bi nghiền, đèn led... [1-6]. Sản xuất $\alpha-Al_2O_3$ chủ yếu đi từ hydroxit nhôm hoặc muối để phân hủy nhiệt của nhôm. Hiện nay ngành công nghiệp chế biến quặng bauxit sản xuất nhôm hydroxit đang phát triển mạnh tại Việt Nam. Điển hình là hai dự án sản xuất nhôm hydroxit Tân Rai - Lâm Đồng và nhôm hydroxit Nhân Cơ - Đắk Nông với năng suất vận hành hiện tại của cả hai nhà máy là 630.000 tấn nhôm hydroxit/năm và dự kiến sẽ nâng công suất lên 800.000 tấn/năm vào thời gian tới. Tuy nhiên sản phẩm thu được còn ở dạng thô với thành phần còn

không đồng đều. Vì vậy quá trình tinh chế nhôm hydroxit là rất cần thiết để nâng cao chất lượng cũng như giá thành cho nhôm hydroxit.

Bài báo này sẽ trình bày các bước làm sạch nhôm hydroxit Tân Rai và Nhân Cơ bằng nước và axit clohydric đồng thời đánh giá hiệu suất làm sạch nhôm hydroxit theo lượng nước và axit sử dụng.

2. THỰC NGHIỆM

2.1. Các thiết bị và hóa chất

- Một số thiết bị chính: Cân phân tích 4 số; Bình ổn nhiệt; Máy khuấy cơ; Máy khuấy từ; Máy lọc hút chân không; Vải lọc 420 lỗ/inch; Tủ sấy; Lò nung Nabertherm Đức; Cối nghiền; Các dụng cụ thủy tinh: nhiệt kế, cốc thủy tinh chịu nhiệt, ống đong, ...

- Hóa chất: Bột nhôm hydroxit Tân Rai và Nhân Cơ; nước cất; axit HCl nồng độ 36-38% (AR, TQ); chỉ thị và một số hóa chất khác.

2.2. Thực nghiệm

- Bước 1. Nghiền $Al(OH)_3$ trong cối nghiền bi.

- Bước 2. Làm sạch $Al(OH)_3$ bằng nước: Thêm nước cất vào 10g mẫu $Al(OH)_3$ sau nghiền với tốc độ khuấy 300rpm trong 30 phút. Đánh giá hiệu suất làm sạch bằng nước cất ở các thể tích sử dụng khác nhau (50, 100, 150, 200 ml).

- Bước 3. Làm sạch bằng axit HCl loãng: Thêm 100ml axit HCl với các nồng độ khác nhau (0.5N, 1N, 1.5N, 2N, 2.5N và 3N) vào 10g mẫu $Al(OH)_3$ sau nghiền, khuấy với tốc độ 300rpm trong 30 phút ở nhiệt độ thường. Kết thúc quá trình khuấy đem lọc rửa nhiều

lần bằng nước cất đến môi trường trung tính và sạch ion Cl^- (kiểm tra ion Cl^- bằng dung dịch $AgNO_3$ 0.1N). Mẫu rắn thu được đem sấy khô ở $70-80^\circ C$, đem đánh giá khả năng làm sạch và khả năng thu hồi $Al(OH)_3$.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Thành phần của mẫu nhôm hydroxit ban đầu

a) Thành phần hóa học

Thành phần hóa học mẫu $Al(OH)_3$ Tân Rai và Nhân Cơ tính theo % các oxit được phân tích theo phương pháp XRF được đo trên máy Supermini200 tại Công ty cổ phần CMC (Phú Thọ). Kết quả được cho ở bảng 1:

Bảng 1. Thành phần hóa học mẫu nhôm hydroxit ban đầu

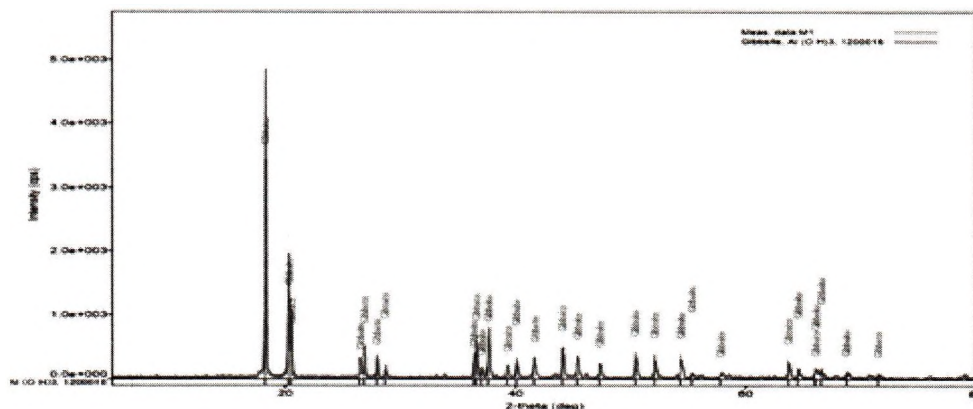
Thành phần	Al_2O_3	Na_2O	SiO_2	CaO	Fe_2O_3	Độ ẩm	Tổng
Tân Rai, %w	64.9918	0.3669	0.1364	0.0975	-	1.15	100
Nhân Cơ, %w	64.8464	0.4193	0.3496	-	0.0542	0.15	100

Từ bảng trên cho thấy $Al(OH)_3$ Nhân Cơ có hàm lượng oxit nhôm thấp hơn so với $Al(OH)_3$ Tân Rai. Mặt khác, hàm lượng tạp chất oxit silic và oxit natri của $Al(OH)_3$ Nhân Cơ lại cao hơn so với Tân Rai, không có tạp chất canxi mà thay vào đó là tạp chất sắt 0.0542%. Sự có mặt của các tạp chất trong hydroxit nhôm ảnh hưởng rất lớn đến chất lượng oxit nhôm sau khi nung vì vậy ảnh hưởng đến chất lượng gốm cao nhôm. Vì lý

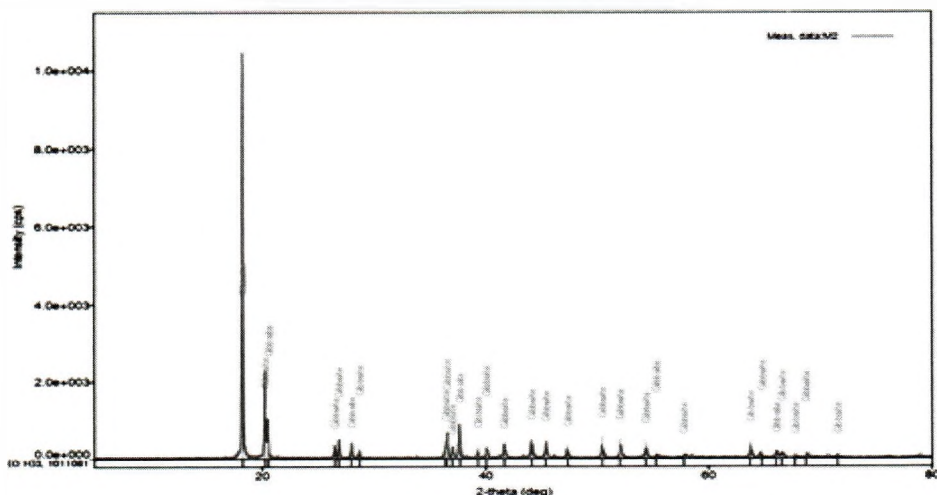
do đó cần phải làm sạch hydroxit nhôm trước khi chế tạo oxit nhôm làm nguyên liệu cho sản xuất gốm cao nhôm cao cấp.

b) Thành phần pha

Thành phần pha của mẫu nhôm hydroxit nguyên liệu được phân tích bằng máy XRD MiniFlex 600 tại trường đại học Khoa học tự nhiên - Đại học Quốc gia Hà Nội. Kết quả chỉ ra ở hình 1:



Hình 1. Giản đồ nhiễu xạ tia X mẫu nhôm hydroxit Tân Rai



Hình 2. Giản đồ nhiễu xạ tia X mẫu nhôm hydroxit Nhân Cơ

Từ kết quả hình trên hình 1 và hình 2 cho thấy thành phần pha của mẫu nhôm hydroxit Tân Rai và Nhân Cơ đều là dạng Gibbsite.

3.2. Nghiên cứu làm sạch nhôm hydroxit

3.2.1. Nghiên cứu làm sạch nhôm hydroxit bằng nước

$$\text{Hiệu suất làm sạch chung được tính} = \frac{\% \text{ tạp chất ban đầu} - \% \text{ tạp chất còn lại}}{\% \text{ tạp chất ban đầu}} \times 100,\%$$

Sau khi thực hiện các bước như tại mục II, hiệu suất làm sạch được thể hiện tại các bảng sau:

Bảng 2. Thành phần mẫu Al(OH)₃ Tân Rai sau khi làm sạch bằng nước cất

Lượng nước (ml)	Thành phần quy về dạng oxit (%)				KL sau làm sạch, g	Tạp chất còn lại, %	Hiệu suất làm sạch, %
	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	SiO ₂	CaO			
0	64.9918	0.3669	0.1364	0.0975	10	0.6008	-
50	65.2475	0.1532	0.0569	0.0851	9.9583	0.2101	65.01
100	65.2936	0.0625	0	0.0769	9.9397	0.1394	76.80
150	65.3377	0	0	0.0721	9.9471	0.0721	88.00
200	65.3398	0	0	0.0687	9.9467	0.0687	88.57

Bảng 3. Thành phần mẫu Al(OH)₃ Nhân Cơ sau khi làm sạch bằng nước cất

Lượng nước (ml)	Thành phần quy về dạng oxit (%)				KL sau làm sạch, g	Tạp chất còn lại, %	Hiệu suất làm sạch, %
	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	SiO ₂	Fe ₂ O ₃			
0	64.8464	0.4193	0.3496	0.0542	10	0.8231	-
50	65.1962	0.2432	0.1569	0.0632	9.9436	0.4633	43.71
100	65.3690	0.1125	0	0.0732	9.9289	0.1857	77.44
150	65.3352	0	0	0.0756	9.9253	0.0765	90.70
200	65.3352	0	0	0.0756	9.9253	0.0765	90.70

Như vậy, với lượng nước tăng dần thì hiệu suất làm sạch tăng đối với cả nhôm hydroxit Tân Rai và Nhân Cơ. Hiệu suất làm sạch silic và natri cao nhất khi lượng nước là 150ml ứng với 10g mẫu $Al(OH)_3$, điều này có thể do Na_2O và SiO_2 tồn tại ở dạng Na_2SiO_3 dễ tan nên có thể rửa sạch được. Còn CaO trong nhôm hydroxit Tân Rai loại bỏ được ít hơn do CaO tan trong nước tạo sữa vôi ít tan nên khó rửa sạch. Đối với nhôm hydroxit Nhân Cơ có

oxit sắt không thể làm sạch được, do lượng natri và silic giảm đi mà lượng nhôm hydroxit và oxit sắt cố định nên % oxit sắt sẽ tăng lên.

3.2.2. Làm sạch nhôm hydroxit bằng axit HCl

Sau khi làm sạch nhôm hydroxit bằng 150ml nước cất đã loại bỏ natri và silic, tiếp tục làm sạch Canxi và sắt bằng 100ml axit HCl với lượng axit khác nhau. Kết quả được thể hiện ở các bảng sau:

Bảng 4. Thành phần mẫu $Al(OH)_3$ Tân Rai sau khi làm sạch bằng HCl

Lượng axit (mol)	Thành phần quy về dạng oxit (%)				KL sau làm sạch, g	Hiệu suất làm sạch Canxi, %
	Al_2O_3	Na_2O	SiO_2	CaO		
0	65.3375	0	0	0.0721	10	-
0.05(0.5N)	65.3846	0	0	0	9.9887	100
0.1(1N)	65.3846	0	0	0	9.9053	100
0.15(1.5N)	65.3846	0	0	0	9.8607	100
0.2(2N)	65.3846	0	0	0	9.8305	100

Như vậy, chỉ với 100ml axit nồng độ 0.5N cho 10g nhôm hydroxit đã loại bỏ hoàn toàn được canxi oxit trong nhôm hydroxit Tân Rai mà nước cất khó rửa sạch được. Do CaO tác dụng với HCl tạo muối $CaCl_2$ trong dung dịch. Hơn nữa sự mất mát $Al(OH)_3$ do tác dụng với axit HCl là không đáng kể.

Bảng 5. Thành phần mẫu $Al(OH)_3$ Nhân Cơ sau khi làm sạch bằng HCl

Lượng axit (mol)	Thành phần quy về dạng oxit (%)				KL sau làm sạch, g	Hiệu suất làm sạch Sắt, %
	Al_2O_3	Na_2O	SiO_2	Fe_2O_3		
0	65.3352	0	0	0.0756	10	-
0.05(0.5N)	65.3350	0	0	0.0382	9.9881	49.47
0.1(1N)	65.3750	0	0	0.0147	9.9653	80.56
0.15(1.5N)	65.3846	0	0	0	9.8805	100
0.2(2N)	65.3846	0	0	0	9.8453	100

Từ kết quả trên cho thấy khi tăng lượng axit thì hiệu suất loại bỏ sắt càng tăng. Hiệu suất làm sạch đạt 100% khi lượng axit là 0.15mol/100ml dung dịch (1.5N) cho 10g hydroxit nhôm. Do axit hòa tan oxit sắt tạo muối tan $FeCl_3$ nên dễ dàng loại bỏ được trong dung dịch.

4. KẾT LUẬN

Qua các số liệu phân tích trên cho thấy hiệu suất làm sạch nhôm hydroxit cao nhất khi tiến hành làm sạch qua 2 bước:

Bước 1 làm sạch bằng nước cất, đạt hiệu suất cao nhất khi sử dụng 150 ml nước cất

cho 10g $Al(OH)_3$, khuấy với tốc độ 300rpm trong 30 phút ở nhiệt độ thường đó với cả 2 mẫu nguyên liệu.

Bước 2 làm sạch bằng axit HCl. Mẫu nhôm hydroxit Tân Rai đạt hiệu suất làm sạch cao nhất khi sử dụng 100ml axit nồng độ 0.5N cho 10g $Al(OH)_3$; Mẫu nhôm hydroxit Nhân Cơ đạt hiệu suất làm sạch cao nhất khi sử dụng lượng axit là 0.15mol/100ml dung dịch (1.5N) cho 10g $Al(OH)_3$.

Lời cảm ơn: Bài báo được thực hiện dưới sự tài trợ kinh phí từ đề tài mã số ĐTKHCN.CNKK.084/20.

