

# 氧化锆喷雾造粒粉末的制备

刘春红, 李学伟, 郑书航, 闫磊鑫, 张立明

(中钢集团洛阳耐火材料研究院有限公司 先进耐火材料国家重点实验室, 河南 洛阳 471039)

**摘要:** 为了制备流动性、均匀性好的氧化锆粉末, 以氧化钙部分稳定氧化锆为主要原料, 采用离心式喷雾造粒干燥机, 制备出松装密度为  $1.945 \text{ g/cm}^3$ , 流动性好且呈球状的氧化锆颗粒。结果表明, 均匀稳定性好的氧化锆料浆对制备优良性能的氧化锆颗粒至关重要; 喷雾造粒的工艺条件对造粒粉末性能也有较大影响; 当雾化器频率为  $100\sim 110 \text{ Hz}$ , 进料泵转速为  $15\sim 20 \text{ r/min}$  时, 造粒粉末流动性好, 颗粒相对均匀, 缺陷较少。

**关键词:** 喷雾造粒; 工艺条件; 松装密度

中图分类号: TQ174.6 文献标志码: A

文章编号: 1008-5548(2013)03-0055-03

## Preparation of Zirconia Spherical Particles Based on Spray Method

LIU Chunhong, LI Xuewei, ZHENG Shuhang,  
YAN Leixin, ZHANG Liming

(State Key Laboratory of Advance Refractories, Sinosteel Luoyang Institute of Refractories Research Co. Ltd., Luoyang 471039, China)

**Abstract:** To prepare uniform zirconia spherical particles with excellent flowability by spray drying process, CaO partly stabilized  $\text{ZrO}_2$  was used as the main raw materials. The spherical particles with loose density of  $1.945 \text{ g/cm}^3$  with excellent flowability were obtained. The results show that suspensions and spray-dried operating conditions have great influence on the properties of zirconia particles. When the atomizer frequency varies from  $100$  to  $110 \text{ Hz}$  and the rotate speed of pump varies from  $15$  to  $20 \text{ r/min}$ , the uniform particles have excellent flowability and little defects.

**Key words:** spray drying; operating condition; loose density

喷雾造粒是连续、批量制备具有优良流动性陶瓷粉体的有效方法, 可以制得质量好且呈球状的粉末。卢旭晨等<sup>[1]</sup>研究了喷雾造粒氧化锆料浆性质对造粒粉末性能的影响; 蔡飞虎等<sup>[2]</sup>对喷雾干燥的雾化机理进行深入研究, 讨论了喷雾造粒工艺参数对造粒粉末性能的影响。本文中采用正交实验优选出料浆的合适工艺, 采用 GLP 型喷雾造粒干燥机, 系统研究雾化器频率、进料泵转速及进风量和热风温度等因素对

造粒粉末性能的影响规律, 制备具有优良性能的氧化锆颗粒。

## 1 实验

选用聚丙烯酸铵为分散剂, 聚乙烯醇为粘结剂进行喷雾造粒料浆的制备。通过正交实验优选出料浆的最佳工艺如下: 固相质量分数为  $85\%$ , 分散剂的质量分数为  $0.5\%$ , 粘结剂的质量分数为  $8\%$ 。按照此工艺制备料浆, 将此料浆送入离心式喷雾造粒机顶部的进料筒, 同时热风由造粒机顶部进入, 调节雾化器频率和进料速率, 使料浆得到充分雾化并及时干燥, 造粒料从干燥机底部送出。

## 2 结果与讨论

### 2.1 料浆性质对造粒过程的影响

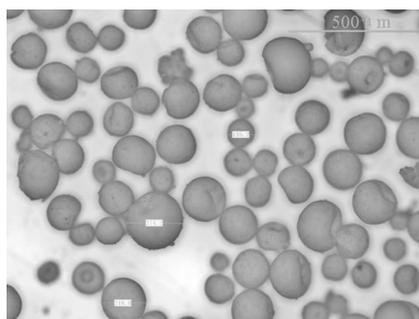
料浆固含量和黏度会对喷雾造粒过程产生较大影响, 进而影响造粒粉末的性能。固含量较低的料浆, 在干燥过程中会因粘结剂随水分迁移到颗粒表面而造成颗粒内部有机物分布不均, 造粒粉末多为空心颗粒或不规则形状。图 1 为不同固含量的氧化锆料浆所得喷雾造粒粉末的光学显微图像。由图 1(a)可知, 当料浆固相质量分数为  $80\%$  时, 造粒粉末多呈顶部凹陷的苹果状, 流动性相对较差, 这将给成型过程带来不利影响。由图 1(b)可知, 将料浆固相质量分数提高至  $85\%$  时, 造粒粉末形貌有明显改善, 粉末相对均匀, 颗粒缺陷少, 球形度好, 有利于坯体的成型和烧成, 主要是因为固含量较高的料浆, 水分从液滴或颗粒表面蒸发至饱和状态的时间较短, 有机物向颗粒表面迁移的概率减小, 喷雾造粒粉末的密度较大; 但是固体含量过高, 料浆的黏度变大, 流动性变差, 在造粒过程中会堵塞进料管, 影响整个造粒过程的进行。

### 2.2 雾化器频率和进料速率对造粒粉末性能的影响

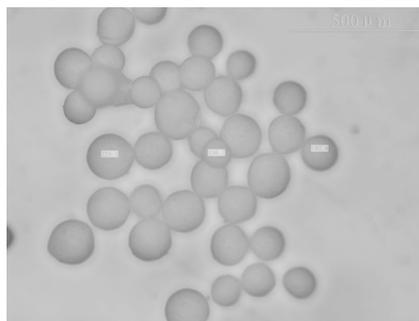
雾化器频率较低时, 液滴雾化不充分, 有较大的液滴存在, 干燥过程较慢, 半干颗粒被甩至干燥机内壁造成粘壁现象, 物料的收率降低。其他条件不变时, 只改变雾化器频率, 对造粒粉末性能影响明显。增大雾化转速, 液滴分散均匀, 在较高的温度条件下 ( $280\sim$

收稿日期: 2012-10-08, 修回日期: 2012-12-11。

第一作者简介: 刘春红 (1983—), 女, 硕士, 助理工程师, 研究方向为氧化锆的性能及其应用。电话: 15896692131, 0379-67307078, E-mail: yzf\_m\_2005@163.com。



(a) 固相质量分数为 80%



(b) 固相质量分数为 85%

图 1 不同固含量的氧化锆料浆所得喷雾造粒粉末的光学显微图像  
(放大 50 倍)

Fig. 1 Optical micrographs of spray granulation powders by zirconia slurry with different solid contents (magnified 50 times)

300 ℃) 能被充分干燥, 粘壁量减少, 物料收率有明显提高; 但是雾化转速不宜过大, 过大时液滴受到的离心力增大, 粒径急剧减小, 导致小颗粒迅速粘结, 形成絮状物。转速选择合适时, 既能使喷雾液滴得到充分雾化, 又能保证造粒料具有较好的球形度, 从而提高

颗粒的流动性和均匀性。

表 1 所示为喷雾干燥机参数对造粒料性能的影响。由表可知, 随着雾化器频率的提高, 造粒粉末松装密度呈减小趋势, 表明颗粒流动性降低, 但是物料的收率反而升高。这是因为雾化器频率过高时, 雾滴受到的离心力过大, 使雾滴成丝状分裂, 影响了所得粉体的流动性, 但是同时液滴雾化充分, 在相同的温度条件下干燥速率较大, 粘壁量减少<sup>[3]</sup>, 收率提高。当雾化器频率不变 (110 Hz) 时, 只改变进料泵的转速, 造粒粉末的松装密度先增大后减小, 而物料收率波动趋势也较明显, 这说明在雾化频率适宜的前提下, 单纯增大进料速率会造成雾化液滴过大, 溶剂来不及蒸发, 所得粉体水分含量较高, 影响了粉体的流动性。

表 2 所示为造粒粉末的粒径分布。可以看出, 在合适的雾化转速和进料速率下, 可以将粒径较小的颗粒制备成具有一定颗粒级配, 平均粒径在 80~90 μm 之间的流动性较好的球形实心颗粒, 有利于成型时颗粒充分填充模具的各个角落, 从而有利于坯体密度的提高。

### 2.3 引风量及热风温度对造粒过程的影响

对于 GLP 型离心喷雾造粒干燥机, 干燥过程是在微负压的条件下进行的。从雾化盘甩出的雾滴能否被充分雾化并及时得到干燥与顶部热风的温度及引风量有密切关系。进口热风温度较高, 雾滴在到达干燥器内壁之前就已经干燥成为球形颗粒, 在自身重力和离心力的作用下进入收料筒。进口热风温度较低<sup>[4]</sup>时, 雾滴在到达内壁之前未被完全干燥, 结果是半干物料

表 1 喷雾干燥机参数对造粒料性能的影响

Tab. 1 Influence of spray dryer parameters on performance of granulated particles

试验编号	干燥机参数		实验结果		
	雾化器频率/Hz	进料泵转速/(r·min <sup>-1</sup> )	收率/%	松装密度/(g·cm <sup>-3</sup> )	流出时间/s
原粉				1.602	≥50.00
1	200	40.0	29.0	1.811	≥50.00
2	200	20.0	57.1	1.789	19.25
3	150	20.0	32.6	1.892	15.30
4	120	20.0	24.7	1.927	9.85
5	110	20.0	26.8	1.952	9.24
6	110	15.0	26.0	1.944	9.20
7	110	17.5	20.8	1.945	9.14
8	110	23.5	19.2	1.905	10.00
9	110	30.0	14.9	1.907	9.06
10	100	15.0	20.2	1.948	9.00

表 2 造粒粉末的粒径分布

Tab. 2 Particle size distribution of granulated powders

测试颗粒总数	不同粒径范围内的颗粒数 (粒子数分数/%)				最大颗粒粒径/μm	平均颗粒粒径/μm
	50~<70 μm	70~<90 μm	90~<110 μm	110 μm		
115	17(14.8%)	31(27.0%)	45(39.1%)	22(19.1%)	150	89

注: 表中数据是雾化频率为 110 Hz, 进料泵转速为 17.5 r/min 条件下用光学显微镜进行统计的结果。

粘于造粒机内壁,直接影响最终收率。当引风量较大时,带入的热空气多,有利于干燥过程的进行,但是引风量过大,导致进口热风温度无法升至所设温度,未被充分干燥的颗粒相互粘结在一起,形成絮状结构。

#### 2.4 缺陷颗粒及产生原因

1) 颗粒粉化,不规则颗粒较多。实验发现,当雾化频率过高(高于 200 Hz)时,雾化液滴破裂,团聚体强度较低的大颗粒受到的撕裂强度过大,破裂成小颗粒。图 2 所示为雾化器频率为 200 Hz 时的颗粒形貌。可以看出,颗粒多呈破碎状,有部分“粉化”现象,大大降低了颗粒的流动性,这将对成型时坯体密度的提高产生不利影响。

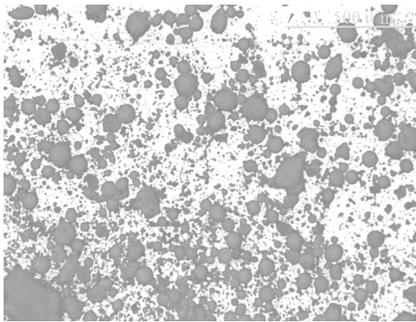


图 2 雾化频率为 200 Hz 时氧化锆颗粒的光学显微图像(放大 50 倍)

Fig. 2 Optical micrograph of zirconia particles with atomizing frequency of 200 Hz(magnified 50 times)

2) 小颗粒粘结。固定雾化器频率,当进料量过大,会导致离心盘上料液不能及时干燥,半干颗粒相互粘结形成球团,降低造粒粉末的流动性,成型时会在坯体内部聚集产生气孔,不利于坯体性能的提高。图 3 所示为雾化频率为 200 Hz,进料泵转速为 40 r/min 的颗粒形貌。可以看出,颗粒粒径较小,小颗粒相互粘结现象严重<sup>[5]</sup>。

3) 颗粒呈丝絮状。实验发现,当雾化器频率过高(高于 300 Hz)时,干燥室内螺旋雾风现象异常明显,雾滴在极大的作用力下呈丝状分裂,得到丝絮状物质。图 4 为不同因素引起的颗粒呈丝絮状的光学显微

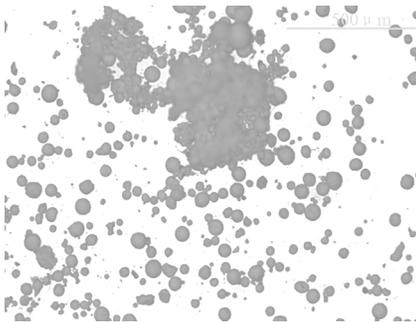
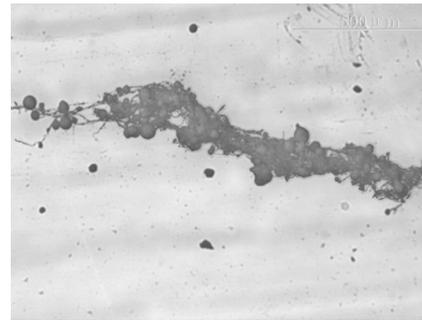
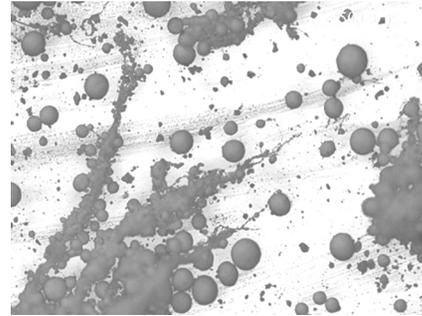


图 3 进料泵转速为 40 r/min 时氧化锆的颗粒光学显微图像(放大 50 倍)

Fig. 3 Optical micrograph of zirconia particles with pump rotate speed of 40 r/min(magnified 50 times)



(a) 雾化器频率为 300 Hz



(b) 进口温度过低,进风量过大

图 4 不同因素引起的氧化锆颗粒呈丝絮状的光学显微图像(放大 50 倍)

Fig. 4 Optical micrographs of flocculent zirconia particles under different conditions(magnified 50 times)

图像。由图可知,进口温度较低(低于 260 °C)时,雾滴不能得到及时干燥,带有黏性的雾滴相互粘结,当进风量较大时,将这些粘结的颗粒吹拉成丝絮状,降低了颗粒的流动性和填充性能。

### 3 结论

1) 影响氧化锆喷雾造粒粉末性能的主要因素是料浆的固含量、雾化转速和进料量。固相质量分数为 85%,雾化器频率为 100~110 Hz,调节合适的进料速率,既能使雾滴得到充分雾化,又能保证造粒粉末具有良好的流动性和均匀性。

2) 喷雾干燥机的进口温度和引风量也会对造粒粉末性能产生影响,选择合适的干燥条件,能得到球形度和流动性好的氧化锆粉末。

#### 参考文献(References):

- [1] 卢旭晨,袁启明,杨正方. 氧化锆料浆性能对其喷雾造粒粉料性质的影响[J]. 中国陶瓷, 1997, 33(5): 21-23.
- [2] 蔡飞虎,冯国娟. 喷雾干燥技术基本原理与生产控制[J]. 佛山陶瓷, 2010, 20(1): 18-26.
- [3] 周学永,高建保. 喷雾干燥粘壁的原因与解决途径[J]. 应用化工, 2007, 36(6): 599-602.
- [4] 郭建波,杨晓龙. 喷雾干燥塔粘壁原因的分析及探讨[J]. 中国氯碱, 2005(4): 23-24.
- [5] 王晓兰,刘智刚. 喷雾干燥粉料粒度分布的影响因素探讨[J]. 佛山陶瓷, 2001, 11(7): 16-18.