



MISKOLCI EGYETEM
MŰSZAKI FÖLDTUDOMÁNYI KAR
NYERSANYAGELŐKÉSZÍTÉSI ÉS KÖRNYEZETI
ELJÁRÁSTECHNIKAI INTÉZET



ALGINÁT OSZTÁLYOZHATÓSÁGÁNAK VIZSGÁLATA

TDK dolgozat

Készítette:

Bohács Katalin

MSc Előkészítéstechnikai mérnök szakos hallgató

Konzulens:

Dr. Mucsi Gábor

egyetemi docens

Miskolc, 2012.

Tartalomjegyzék

1.	Bevezetés	1
2.	Szakirodalmi áttekintés.....	2
2.1	Az alginát.....	2
2.2	Osztályozás	3
2.2.1	Osztályozás szemipermeábilis felületen	3
3.	A berendezések bemutatása	5
3.1	A Horiba lézeres szemcsenagyság-elemző	5
3.2	A Zeiss optikai mikroszkóp	6
3.3	A légsugár-szita	7
3.4	A vibrációs szita.....	8
4.	A mintaanyag tulajdonságai.....	10
4.1	Anyagsűrűség mérés	10
4.2	Halmazsűrűség meghatározása	11
4.3	Nedvességtartalom meghatározása	13
4.4	Méret szerinti eloszlásfüggvény	13
4.4.1	Kumulatív szemcseméret eloszlás	13
4.4.2	Szemcseméret relatív gyakoriság meghatározása.....	15
4.5	Szemcsealak meghatározása	17
5.	Előkísérletek	20
6.	Kísérleti eredmények és kiértékelésük.....	24
6.1	A kézi szitalás mérési eredményei.....	24
6.2	Mérések légsugár-szitával.....	27
6.2.1	A szemcsehalmaz darabszám szerinti eloszlás- és sűrűségfüggvényei	29
6.3	Mérések vibrációs szitával	31
6.4	Tromp-függvény vizsgálata	34
6.5	Optikai mikroszkóppal készült felvételek	37

6.6 Következtetések	42
7. Összefoglalás	43
8. Szakirodalmi jegyzék.....	44
9. Köszönetnyilvánítás.....	45

1. Bevezetés

A dolgozat témája egy együttműködésen alapul a Miskolci Egyetem Nyersanyagelőkészítési és Környezeti Eljárástechnikai Intézet és a „University College London Medical School, UCL Institute for Liver and Digestive Health - The Liver Group” között. Az angol kutatók az alginátot, mint egészségtudományi alapanyagot vizsgálják.

A mi feladatunk az alginát osztályozása, tisztítása (finom frakció eltávolítása), ami több szempontból is újszerű az eljárástechnikában. Maga a nyersanyag, az alginát is újdonságnak számít. A viselkedése, felhasználási lehetőségei még számos kérdést vetnek fel a különböző kutatások során. A minőségi előírásai mind az élelmiszer- mind a gyógyszeripari felhasználása során igen szigorúak, amely kritériumok a különböző eljárástechnikai műveleteket alkalmazva elérhetőek. Az alginát tulajdonságainak mérés technikája (pl. szemcsenagyság-elemzése) is kihívást jelent. Maga az osztályozása pedig csak látszólag tűnik egyszerű feladatnak.

Az alginát egyedi tulajdonságokkal rendelkezik a mechanikai eljárástechnikában. Ebből következik, hogy a legfontosabb feladat az eljárástechnikai tulajdonságainak a meghatározása, az anyag megismerése, jellemzése. Ennek érdekében megvizsgáltam a sűrűségét, nedvességtartalmát, szemcseméret eloszlását valamint a szemcsék alakját.

A célom, az anyag tulajdonságainak vizsgálata mellett annak osztályozása volt. Az alginát egy sárgás-fehér por, amely szabálytalan alakú részecskékből áll. Az alapanyag ha vízzel érintkezik, anyagtulajdonságai megváltoznak, ezért a száraz eljárások alkalmazása célszerű.

Első kísérleteimet kézi szitálással végeztem. Ezután következett a légsugár szita, végül vibrációs szitával végeztem méréseket.

A következőkben részletesen ismertetem a kísérletek eredményeit, amiket az algináttal végeztem a különböző osztályozási módszereket alkalmazva. A mintákat egy lézeres szemcsenagyság elemző segítségével ellenőriztem száraz illetve nedves mérési körülmények között. Továbbá optikai mikroszkóppal készült felvételeket is készítettem a száraz mintákról, amelyeket a mintaanyag morfológiájának megismerésére használtam.

2. Szakirodalmi áttekintés

2.1 Az alginát

Más néven alginsav (algás sav, alginic acid, E 400) egy viszkózus, gumyszerű anyag, mely a barnamoszatok sejtfalában nagy mennyiségben fordul elő. A VIII. Magyar Gyógyszerkönyvben Acidum alginicum néven hivatalos. Kémiai képlete: $(C_6H_8O_6)_n$. Lineáris glükuronoglikon, amely főleg β -(1 $\rightarrow$ 4) kötésű mannuronsav és α -(1 $\rightarrow$ 4) kötésű L-guluronsav egységeit tartalmazza piranozgyűrű formájában. Különféle fajú barna tengeri moszatok természetes törzseiből lúgokkal extrahált hidrofíl, kolloidális szénhidrát.

Az alginsav rostos, szemcsés, granulált és porformában fordul elő. A fehértől a sárgásbarnaig terjedő színű, majdnem szagtalan. Az extrahált alginát a saját súlyának 200-300 szorosának megfelelő vizet is képes megkötni. Biokompatibilis, és kétértékű kationokkal (mint pl. a Ca^{2+}) zselésíthető.

Felhasználási területei az alábbiak:

- jó vízmegkötő képessége miatt a papír- és textilgyártás során,
- víz- és tűzálló anyagok gyártásakor;
- élelmiszerekben E400 néven ismert. Önmagában és sók, illetve egyéb vegyületek formájában használják:
 - emulgeálószerként,
 - stabilizátorként fagylaltban, tejes pudingokban, sörben és üdítőkben (utóbbiakban: hab-stabilizátor),
 - sűrítőnek üdítőkben és levesekben,
 - bevonóként hal- és hústermékekben,
 - mesterséges virsli-bőrként;
- a gyógyszeriparban széles körben alkalmazzák
 - égési sérülések esetén elősegíti a sérült rész gyógyulását,
 - fémmérgezés esetén fémek megkötésére használják,
 - testsúlycsökkentő készítményekben,
 - gyomorégés kezelésére,
 - foglenyomat készítésének az alapanyagaként,
 - sejtek immobilizálására és kapszulázására [1, 2, 3, 8].

2.2 Osztályozás

A mechanikai szétválasztási eljárások olyan eljárások, amelyek a diszperz rendszernek tekinthető szilárd szemcsékből álló keverék halmazát, az azt alkotó szemcsék valamely eltérő fizikai tulajdonsága alapján választja szét. A mechanikai szeparátorok a részecskékből (szemcsékből, cseppekből, buborékokból) álló többkomponensű diszperz rendszer fizikai keverék állapotát változtatják meg. A keverékállapot változással járó folyamatok a szétválasztás és keverés. Szétválasztással a keverék komponenseit fizikai, fizikai-kémiai erők révén külön-külön termékekbe nyerjük ki.

Ha a szétválasztással kapott termékek csak méretükben különböznek egymástól, azaz a szemcsék szétválasztása méret szerint valósul meg, akkor osztályozásról beszélünk. Az ipari gyakorlatban ezt vagy szemipermeábilis felületen szitákkal vagy közegáram segítségével végezzük el [7, 9].

2.2.1 Osztályozás szemipermeábilis felületen

A szitálás során egy meghatározott nyílásméretű osztályozó felületre (szitalap) kerül feladásra a szétválasztandó anyag, amelyből az elválasztási méretnél kisebb (szitaáthullás) és az elválasztási méretnél nagyobb (szitamaradvány) termékek keletkeznek. A szitálás műveletének előfeltétele a szemeknek a szitalapon való elmozdulása és a szemcsék bizonyos mozgékonyága egymás között. A szitálás eredményességét a feladás szemcseméret eloszlása vonatkozásában elsősorban a szitanyílással közel megegyező méretű szemek, a d szitanyílás fele és másfélszerese közé eső az ún. kritikus szemek ($0,5 d < x_{krit} < 1,5 d$) mennyisége határozza meg, e szemcsék igen nehezen esnek át a szitanyíláson, gyakran bennragadnak a szitanyílásban [10]. A szemcsék alakja is szerepet játszik. Gömbölyded és szögletes szemcsék nagyobb valószínűséggel esnek át, mint hosszú és/vagy lapos szemcsék. A szitanyílás alakjának alkalmas megválasztásával (hosszúkás négyszög alakú nyílások) e szemcsék átesésének is nagyobb a valószínűsége. A szitára vezetett anyag nedvességtartalma is alapvető tényező. Az 5...15 % nedvességtartalmú anyag szitálásának hatásfoka gyakorlatilag zérus: a kapilláris erők megkötik a szemcséket a szitanyílásban, ehhez társul, hogy a kapilláris erők a finomabb szemcséket egymással és nagyobb szemcsékre is megkötik. A nedvességtartalom okozta problémák leghatékonyabb megoldása az anyag kiszárítása az 5 % alsó kritikus nedvességtartalom alá, vagy nedvesítés (azaz nedves szitálás) a 15...20 % felső kritikus nedvességtartalom felé, esetenként speciális kialakítású szitasíkok (hárfa szita, fűthető szitasík) alkalmazása is szóba jöhet.

Jelentős tényező továbbá a szabad szita felület és ennek megtartása a szitálás folyamán, a szitanyíláshoz közeledő szemcsék mozgásállapota, kinetikai energiája, a szitalappal közvetlenül érintkező szemcsék feletti réteg nyomása, a feladott anyag rétegvastagsága. Az eredményt jelentősen befolyásolja még az osztályozó felület (szitalap) állapota, a beépítés módja, a feszítettség stb. a szitamozgatás milyensége. Hatásos szitálás valósítható meg a rezgőszitálással, amikor a szemcsék többnyire ugrálnak a sík szitalapon (vibrátorok) vagy csúsznak (lengősziták) [12, 13].

3. A berendezések bemutatása

A kísérletek során számos berendezést alkalmaztam, ezek bemutatása a célom ebben a fejezetben.

3.1 A Horiba lézeres szemcsenagyság-elemző

A gyors szemcsenagyság-elemzés igénye és a fizika vívmányainak felhasználása hozta létre a lézersugaras készülékeket. Az alkalmazott szilárd anyagok szemcseméret eloszlását ezzel a készülékkel határoztuk meg, ami egy lézersugár elhajláson alapuló spektrométer (1. ábra).



1. ábra: A tanszéki Horiba LA-950 V2 típusú lézeres szemcsenagyság elemző berendezés [Saját felvétel]

A dőlt helyzetű mérőcellájában keringetett közeg tartalmazta szemcsét érő fénysugár elhajlási szöge a szemcse méretével fordítottan arányos, erőssége pedig gyakoriságával hozható összefüggésbe. Ha nedves üzemben működtetik, akkor a mintát szuszpenzió formájában keringetik, de száraz üzemben is képes mérni, mert légkeringetésű cellával is rendelkezik. A szuszpenziókeringetés a szemcsék tökéletesebb diszpergálhatósága, és a csőfalakhoz való kisebb mérvű tapadása miatt- a gyakoribb és pontosabb. Ha a szemcsék vízben oldódnak denaturált szeszt, vagy nagy tisztaságú alkoholt is alkalmazhatunk szuszpenziós közegként. Az elemzési minta mennyiségének a számítógép által esetenként megadott tartományba kell esnie. A lézeres mérés velejárója, hogy nem igényli a szemcsék sűrűségének ismeretét. Ez különösen szemcsénként változó sűrűség mellett nagy előny, de hátrány is lehet, mert nem lehet kérni a keveréket alkotó komponensek egyenkénti szemcseméret-eloszlását. A minták szükséges csekély tömege szintén előnynek számít, különösen a kis koncentrációjuk miatt csak nehezen összegyűjthető vagy mintázható porok esetében. A tárolt jelek kiértékelése bonyolult, előzetes feltételezéseken nyugvó mátrix-

inverzió, integráltranszformáció vagy ezek kombinációján alapszik. Leírásukat nem közlik a gyártmányismertetőik. A készülék merőtartománya 10 nm és 3 mm közé esik. A berendezés szemcseméret eloszláson kívül darabeloszlást és fajlagos felületet is képes mérni [4].

3.2 A Zeiss optikai mikroszkóp

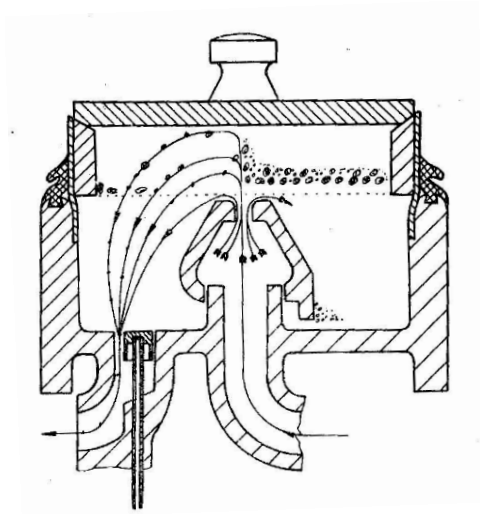
Az Axio Imager típusok a modern formai kivitelre, ergonómiára, a funkcionalitásra és a műszaki teljesítőképességre nagy figyelmet szentelnek.



2. ábra: Zeiss Axio Imager.M2m mikroszkóp [Saját felvétel]

Az Axio Imager.M2m mikroszkóp motoros, HBO 100, állvánnyal van felszerelve, illetve egy 5"-os TFT kijelzővel. Mérete: 390 mm X 721 mm X 505 mm. Többféle nagyítással rendelkezik, 5-szöröstől egészen a 100-szorosig. A mikroszkóp tartozéka egy Zeiss AxioCam MRc5-ös kamera, aminek segítségével a mikroszkópban látható képet számítógépre lehetett bevinni [5].

3.3 A légsugár-szita



3. ábra: Légsugár-szita sematikus rajza [4]



4. ábra: A tanszéki légsugár-szita.

Részei: 1. A laborszita és a fedél helye; 2. Óra; 3. Körbe forgó fűvóka a szita alatt; 4. Kijelző [mmWS]; 5. Levegő áramlás szabályzó; 6. Levegő kimeneti útja [Saját felvétel]

A 4. ábrán látható légsugár-szita (Alpine gyártmányú) működésének lényege, hogy a szitára adott száraz anyagból légáram szállítja el a lyukbősnél finomabb részt. A légsugár a körben forgó részből kilépve alulról pásztázza végig a szitára helyezett anyagot, a szitaszövetet tisztítva. A finom szemcséket tartalmazó légáram a szita nyílásain felülről lefelé távozik és szűrőn fogható fel a szilárd anyag.

Előnye a jó szitálási hatások, a kis igénybevétele, kis eldugulási hajlama, a feladott anyag töredezése kicsi, az anyag eloszlása a szitalapon megfelelő, és a legkisebb nyílású

ún. mikroszitákkal (pl. 15 μm) is szitálhatunk jó hatásfokkal (megfelelő légsebesség mellett).

Hátránya, hogy egyszerre csak egy szitalapot használhatunk, s így két terméket nyerhetünk; a szitahullás veszteségmentes felfogása szűrők segítségével nehézségekkel járhat; fennáll a leválasztott finom anyag szennyeződésének veszélye (pl. ha további elemzésre kerül). Elektrosztatikus feltöltődésre erősen hajlamos anyagokra nem alkalmas.

A szitálási idő a szitanyílás nagyságától függően 1-10 perc. Erősen agglomerálódó anyagok szitálásánál időnként meg kell állni és az agglomerátumokat puha ecsettel szétnyomni. A feladott anyag mennyisége függ a szemcsenagyságtól és a sűrűségtől (1, 10, 20 ill. 50 g). A szitaszövetet mikroszkóppal kell ellenőrizni. Az anyag aprózódása a légsugár-szítán még lágy anyag esetén is elhanyagolhatóan kicsi [4].

A „Wassersäule” egy nem SI-konform mértékegység a nyomás mérésére. 1 mWS megfelel $9,80665 \cdot 10^3 \text{ N/m}^2$ -nek vagy $9,80665 \cdot 10^3 \text{ kg/ms}^2$ -nek (kb. 01 bar) [14].

3.4 A vibrációs szita

Az 5. ábra a tanszéken is megtalálható Retsch AS 200 típusú szitarázó berendezést, vagy más néven vibrációs szitát ábrázolja.



5. ábra: Retsch AS 200 típusú szitarázó berendezés [11]

Alkalmas porok, szemcsés és ömlesztett anyagok szemcseméret szerinti szétválasztására, nagyfokú reprodukálhatóság mellett. A készülékek a rázást három dimenzióban végzi: vízszintes irányban körmozgást, függőleges irányban pedig

egyidejűleg rázómozgást produkál. Ennek a rázási technikának alkalmazásából a következő előnyök származnak: nagy rázható tömeg, csendes üzem, rövid rázási idők és pontos eredmények. A rázás amplitúdója és a működési idő analóg módon, forgatógombokkal szabályozható. A gépre a standard 200 mm átmérőjűn kívül egyéb méretű szita is felhelyezhető. A készülék nedves és száraz szitálásra is alkalmas. Az amplitúdója 0...3 mm között változtatható, a működési ideje pedig 0...60 perc között. A rázási funkciója folyamatos [11].

4. A mintaanyag tulajdonságai

Mivel az alginát osztályozása, tisztítása az eljárástechnika területén viszonylag új témának számít, az anyag tulajdonságainak megismerése az első feladatok között szerepelt.

4.1 Anyagsűrűség mérés

Az örölt alga por átlagos anyagsűrűségét egy héliumos poroziméterrel határoztuk meg, a Quantachrome MVP-5 Multipycnometer típusú műszerrel. A mérést az Alkalmazott Földtudományi Kutatóintézetben végezték el.

A Héliumos poroziméter a szilárd vagy por alakú minták mátrixsűrűségének (közetszemcse-sűrűségének), illetve mátrixtérfogatának (szilárdanyag térfogatának) mérésére szolgál. A mérés során egy pontosan ismert V_R térfogatú referencia cellát egy adott p_1 nyomásig feltöltünk hélium gázzal, majd a referencia cellát egy szelep megnyitásával egy ugyancsak pontosan ismert V_C térfogatú, és a mérendő por vagy szilárd mintát is tartalmazó, magtartó kamrába expandáltatjuk, és mérjük az összenyitott cellákban kialakuló p_2 nyomást. Mérés előtt a rendszert egy ismert térfogatú kalibrációs gömb segítségével, adott hőmérsékleten kalibráljuk. A mérési eljárás a folyadék kiszorítás archimédeszi alapelvét alkalmazza a térfogat meghatározására.

$$V_s = V_C - V_R \left[\left(\frac{p_1}{p_2} \right) - 1 \right] \quad (1)$$

ahol

- V_s - a szilárdanyag térfogata;
- V_C - magtartó kamra térfogata;
- V_R - referencia cella térfogata;
- p_1 - a referencia cellában mért túlnyomás;
- p_2 - összenyitott kamrákban mért nyomás.

A kőzetminta ismert, illetve mért száraz tömegéből ($m_{\text{száraz}}$), valamint a minta mért szilárd anyag térfogatából (V_s) a kőzetminta szilárd anyagának sűrűsége, az úgynevezett mátrixsűrűség $\rho_{\text{mátrix}}$ meghatározható (g/cm^3) [4].

$$\rho_{\text{matrix}} = \frac{m_{\text{szárazminta}}}{V_s} \quad (2)$$

A következő táblázat az alginát minta 3 megismételt piknométeres sűrűség mérése során kapott adatokat tartalmazza.

1. táblázat: A piknométeres sűrűségmérés során kapott adatok

Minták száma	P ₁ [psi]	P ₂ [psi]
1.	17,613	7,565
2.	17,286	7,419
3.	17,255	7,409
m _{minta} [g]		50,04
V _R [cm ³]		87,7104
V _C [cm ³]		146,5299
V _S [cm ³]		29,9596
ρ _{matrix} [g/cm ³]		1,6703
Átlagos eltérés [g/cm ³]		0,0043

Tehát az alginát minta anyagsűrűsége $1,6703 \text{ g/cm}^3 = 1670,3 \text{ kg/m}^3$.

4.2 Halmazsűrűség meghatározása

A halmazsűrűség vizsgálatát egy meghatározott térfogatú mérőedény segítségével végeztem. Az edény tömegét megmértem üresen, majd a mintaanyaggal megtöltve. Két mintát vettem az anyagból és ezeknek vettem a számtani átlagát.

A halmazsűrűség mérés azért fontos, hogy a szitafelületre azonos halmaztérfogatú mintát adjunk fel.

A mérőedény térfogata: $55,91 \text{ cm}^3$.

A 2. táblázat az alginát halmazsűrűség mérése során kapott adatokat összesíti.

2. táblázat: Alginát halmazsűrűség mérése

Minták száma	Edény üresen [g]	Edény mintával [g]	Minta [g]
1.	227,9	265,3	37,4
2.	227,9	263,9	36
Átlag	227,9	264,6	36,7

Az alginát halmazsűrűsége:

$$\rho_{ha} = \frac{m_{\text{minta}}}{V_{\text{mérőedény}}} = \frac{36,7 \text{ g}}{55,91 \text{ cm}^3} = 0,6564 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}.$$

Tehát az alginát átlagos halmazsűrűsége **0,66 g/cm³ = 660 kg/m³**.

4.3 Nedvességtartalom meghatározása

Higroszkópos nedvességtartalomnak nevezzük a légszáraz mintából 105-110 °C-on távozó víznek a minta légszáraz tömegére vonatkoztatott értékét. A nyersanyagból egy helyről vettem mintát, amit három részre osztottam. A mintákat exsikkátorban tárolt becsiszolt fedelű mérőedényekbe töltöttem, majd a 105°C-os kemencében súlyállandóságig szárítottam fedél nélkül. Bizonyos idő elteltével a mérőedényt a fedél ráhelyezésével szobahőmérsékleten 2-3 percig tartó hűtés után visszamértem. A szárítást és visszamérést addig ismételttem, amíg a két utolsó mérés közötti eltérés legfeljebb 0,1%. A súlyállandóság beállta után a mérőedény tetejét rátéve az exsikkátorban hűtöttem ki a mintákat, és ezután mértem a szárítás utáni végleges tömegét [4].

A 3. táblázat az alginát nedvességtartalmának meghatározása során kapott adatokat összesíti.

3. táblázat: Az alginát nedvességtartalmának meghatározása során mért adatok

		Szárítás előtt		Szárítás után			
Minták száma	$m_{\text{edény}}$ [g]	$m_{\text{edény+minta}}$ [g]	m_{minta} [g]	$m_{\text{edény+minta}}$ [g]	m_{minta} [g]	Δm	n [%]
1	27,30	31,38	4,08	30,82	3,52	0,56	13,73
2	26,00	31,26	5,26	30,54	4,54	0,72	13,69
3	26,96	31,20	4,24	30,60	3,64	0,60	14,15
Átlag							13,85

A nedvességtartalom vizsgálata során mért adatok alapján az alginát minta nedvességtartalma 13,85 %. Az osztályozás szempontjából ez viszonylag magas érték. Mivel a kapilláris erők megkötik a szemcséket a szitanyílásban, emellett a kapilláris erők a finomabb szemcséket egymással és nagyobb szemcsékre is megkötik.

4.4 Méret szerinti eloszlásfüggvény

4.4.1 Kumulatív szemcseméret eloszlás

A szemcsenagyság-elemzéssel a halmaz szemcséinek a méreteloszlását határozzuk meg. A szemcsenagyság-eloszlás a szemcsék mérete, valamint a méretüknél kisebb (vagy nagyobb) összes szemcsék tömeghányada közti összefüggést leíró folyamatos függvény. Szitaelemzéssel a szemcsenagyságosztályok direkt F_i tömeghányadait kapjuk meg. Az eloszlásgörbe $F(x_i)$ ordinátáit az F_i tömeghányadok összegzésével nyerjük (kumulatív görbe) [4].

A jellemzők meghatározása az alábbi módon írható fel:

- F_i rész-tömeghányadok

$$F_i = \frac{m_i}{M} \cdot 100; \sum_i F_i = 100 [\%]$$

- $F(x_j)$ összegzett (kumulatív) tömeghányadok

$$F(x_j) = F(x \leq x_j) = \sum_{i=1}^j F_i,$$

amely kifejezi az x_j kisebb méretű szemcsék tömegarányát a szemcsehalmazban.

$F(x)$ tulajdonságai:

- ha $x_1 < x_2$, akkor $F(x_1) < F(x_2)$, azaz $F(x)$ monoton nő;
- valamint fennáll: $F(x \leq x_{\min}) = 0$; $F(x \geq x_{\max}) = 100$

A szemcsehalmaz jellegzetes szemcseméretei a grafikonokról leolvashatóak:

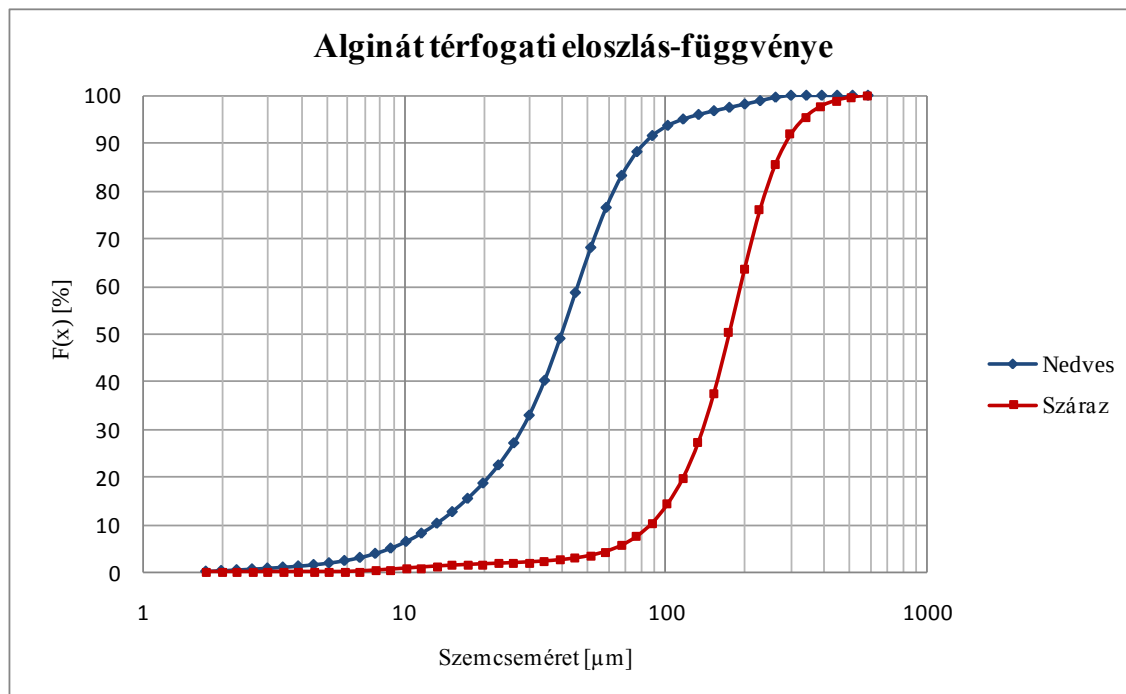
- x_{50} - 50 %-os szemcseméret, az eloszlás centruma, mediánja;
- x_{80} - 80 %-os szemcseméret az a szemcsenagyság, amelynél az anyag 80 %-a finomabb;
- x_m - leggyakoribb szemcseméret, az eloszlás módusza, azaz az eloszlási sűrűség-függvény maximumának a helye [6].

Az alginát empirikus eloszlás-függvényét lézeres szemcsenagyság elemző segítségével mértem. A szemcseméret logaritmikus skálán van ábrázolva. Száraz és nedves körülmények között mért eredményeket a 6. ábra mutatja be.

A nedves körülmények közt mért minta előkészítést igényelt. A mérés előtt két nappal 2 m/m%-os oldat készítése volt szükséges, mert az anyag nehezen oldódik a vízben. Az oldat készítéséhez kétszeresen desztillált vizet alkalmaztam.

A 6. ábrán látható, hogy a minta száraz és nedves közegben mérve jelentősen eltér a szemcseméret eloszlása. Az x_{50} a nedves mérés során 40 μm , míg ugyanez a száraz méréskor 175 μm . Az x_{80} nedvesen mérve 63 μm , szárazon 243 μm . A 30 μm -nél kisebb

méretű szemcsék tömegaránya ($F(x_{30}) = F(x < x_{30})$) szárazon 2%, míg nedvesen 33 %. A kísérletek előtt meg kell fontolni, hogy melyik közegben mért mérési adatokat vesszük figyelembe.



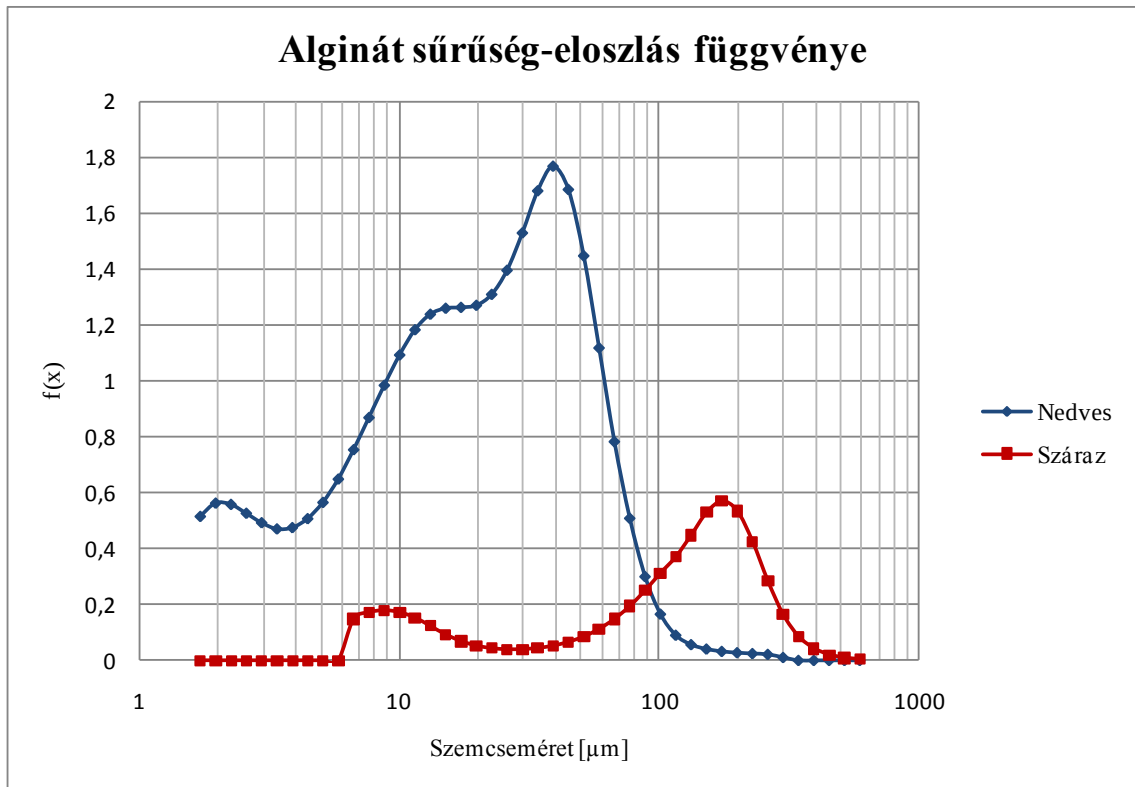
6. ábra: Az alginát térfogati eloszlás-függvénye

4.4.2 Szemcseméret relatív gyakoriság meghatározása

Nagyon szemléletes képet nyújt a szemcseméret-eloszlás $f(x)$ sűrűségfüggvénye is. Az f_i eloszlási sűrűség egy $(x_{i-1} - x_i)$ alapú oszlopa - az oszlop által meghatározott $(x_{i-1} - x_i)$ $f_i = \Delta x_i f_i$ terület - az $x_{i-1} - x_i$ szemcsefrakcióban lévő szemcsék mennyiségét (F_i tömegarányát) adja meg. A relatív gyakoriság vagy tapasztalati eloszlási sűrűség tehát felírható [6]:

$$f_i = \frac{F_i}{\Delta x_i}.$$

A lézeres szemcsenagyság-elemzővel a gyakoriság is meghatározható. Az mért adatokat a 7. ábra szemlélteti, a szemcseméret itt is logaritmikus skálán ábrázolt.



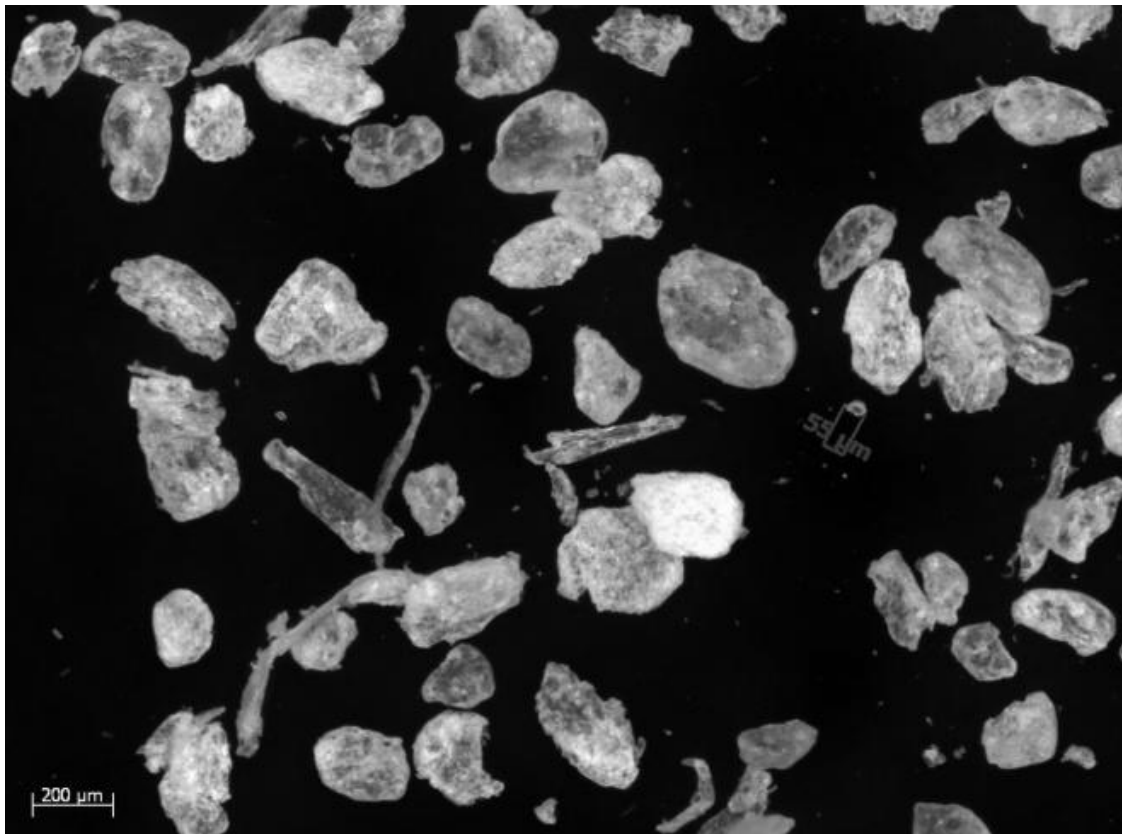
7. ábra: Az alginát térfogati gyakoriság-függvénye

A különbség itt is szemmel látható a két közegben mért minta esetében. A nedves körülmények között mért gyakoriság görbe bimodális, a két módusza (x_{m1}) 2 μm -nél és (x_{m2}) 40 μm -nél van. A száraz közegben mért gyakoriság görbe szintén bimodális, de a két módusza 9 és 175 μm -nél található.

4.5 Szemcsealak meghatározása

A szemcsehalmaz több tulajdonsága a szemcsék méretén kívül alakjuktól is függ. Mivel a szemcse alakjának (pl. kocka, rudas, lapos, stb.) a megítélése szubjektív, hibával jár.

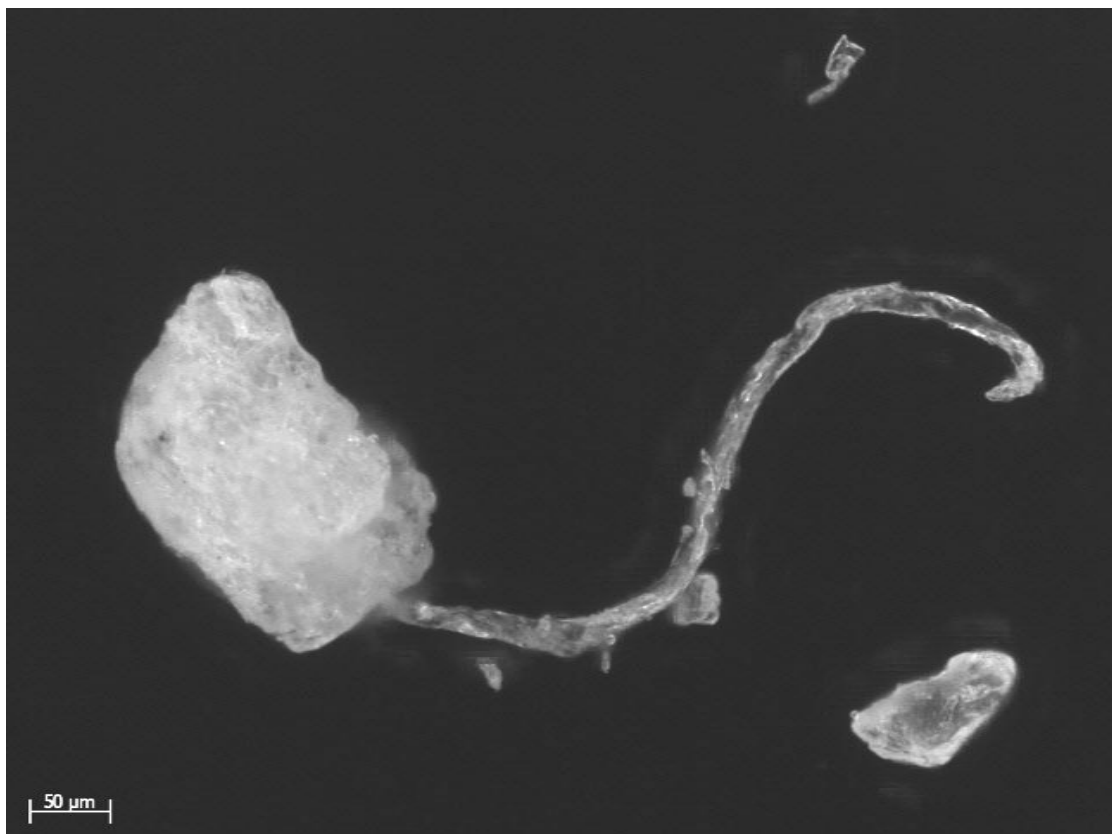
Optikai mikroszkóp felvételek alapján a szemcsék alakja könnyen elemezhető. A következő ábrákon (8-10. ábra) néhány felvételt láthatunk a száraz alginát mintáról.



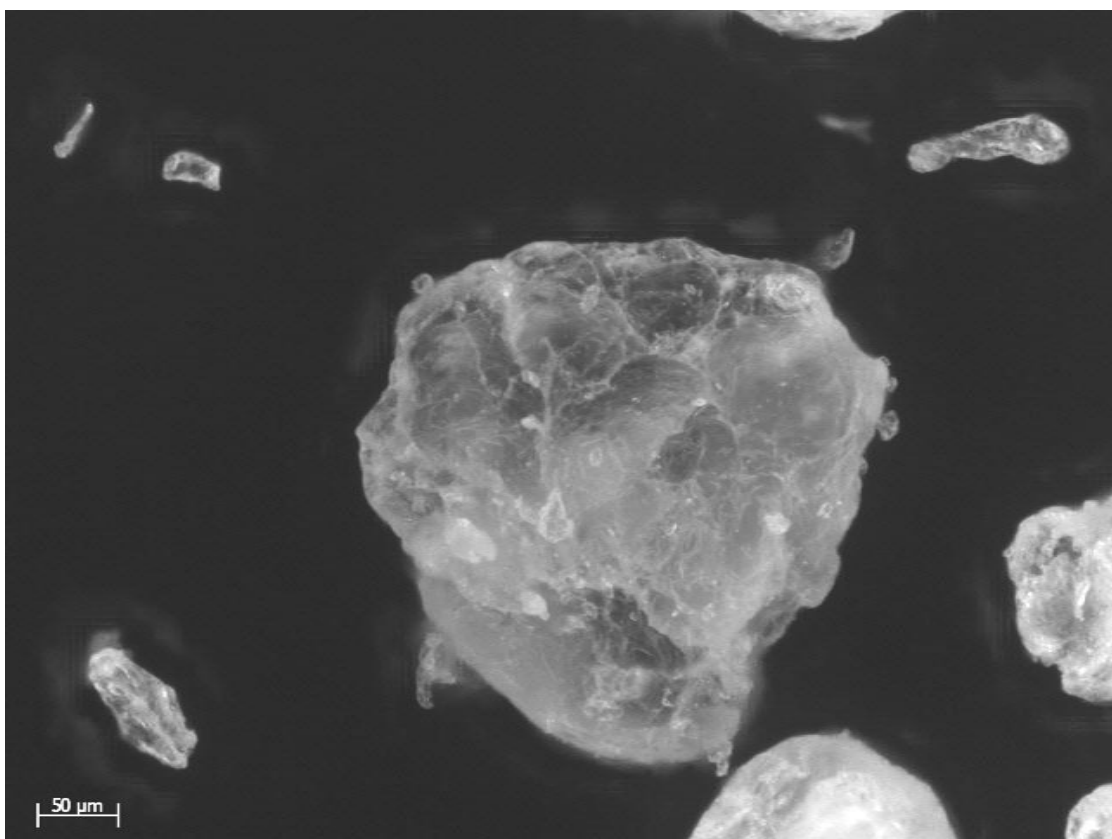
8. ábra: Az alginát szárazon 5x-ös nagyításban [Saját felvétel]

A felvételeken látható, hogy az alginát minta alapvetően szabálytalan alakú szemcséket tartalmaz, amely nagy része zömök, gömbölyded, de tartalmaz hosszúkas, tűs alakú szemcséket is valamint egy finom frakciót is, aminek a leválasztása a cél.

A 8. ábrán nagyon jól szemlélteti, hogy az egyes gömbölyded szemcsék összetapadnak egymással valamint a tűs szerkezetű szemcsékkal.



9. ábra: Az alginát szárazon 20x-os nagyításban (1.) [Saját felvétel]



10. ábra: Az alginát szárazon 20x-os nagyításban (2.) [Saját felvétel]

A 9-10. ábrákon látszik, hogy a nagyobb, zömök szemcsék felületére feltapadnak a leválasztani kívánt nagyon finom szemcsék. Emiatt az osztályzása viszonylag nehéz.

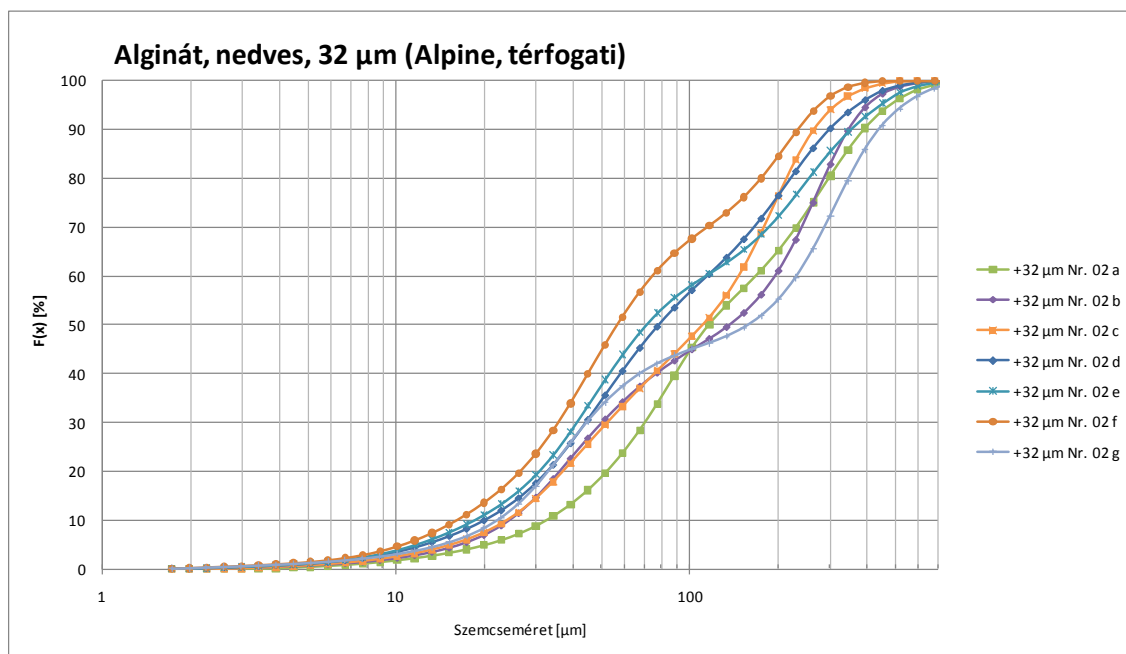
A hosszúkás, tűs alakú szemcsék leválasztása is megnehezíti a feladatot, mert szemcsealak szempontjából ezek a legnehezebben szitálható szemcsék [10], amelyek a sziták eltömődését is okozhatják, csökkentve ezzel a szabad szitafelületet.

5. Előkísérletek

Alapos vizsgálatok során az alginát alapvető tulajdonságait megmértük. A nedvességtartalom, sűrűség, alak vizsgálata viszonylag egyszerű volt (a mérések megismételhetősége kielégítő volt), ellenben a szemcseméret-eloszlással. Az eloszlás-függvény mérése több kérdést is felvetett, amik megválaszolása még hátra van.

A mechanikai eljárás technika alapvető eszköze az osztályozások jellemzésére a szemcseméret térfogat szerinti eloszlása. Viszont a nanotechnológia (pl. a gyógyszeripar területén) a szemcseméretet a darabszám szerinti eloszlásban vizsgálja a finom szemcseméret tartomány miatt. Felmerül a kérdés, hogy ennél a feladatnál melyiket használjuk. A későbbiekben (6.2.1 fejezetben) légsugár-szitával végzett mérési eredmények közt ábrázolva van a szemcsehalmoz darabszám szerinti eloszlás- és sűrűség-függvénye is. Az eredmények a másik két osztályozás esetén is nagyon hasonlóra adódtak.

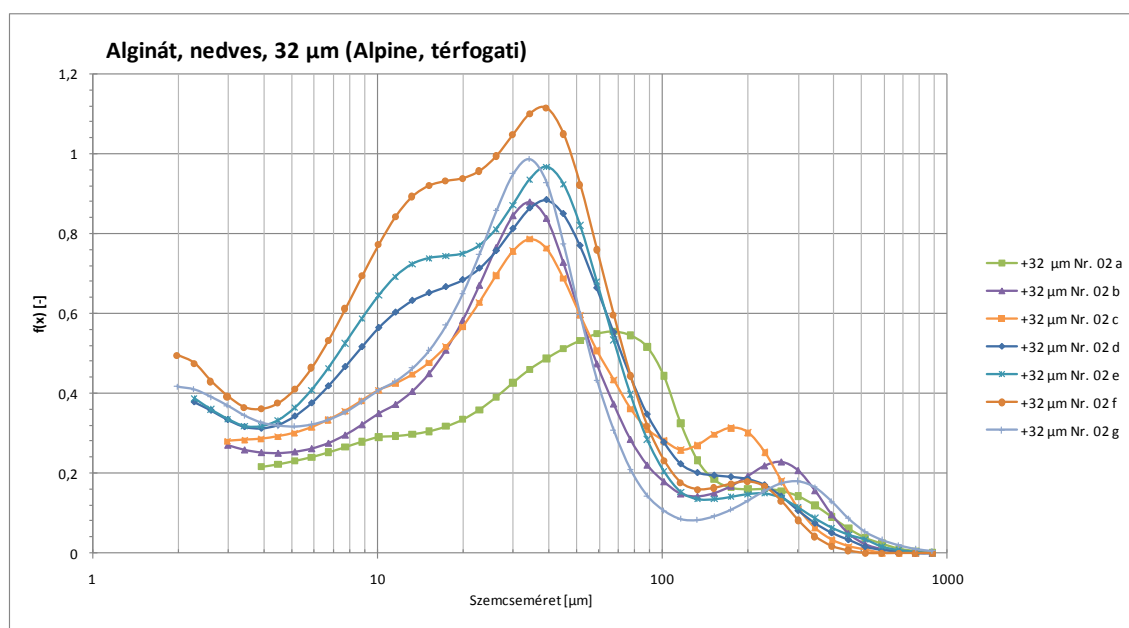
Másik lehetőség az eloszlás vizsgálata során a mérési közeg változtatása. A lézeres szemcsenagyság elemzővel a száraz mintákkal végzett mérések stabilak és megismételhetőek, ellentétben a nedves mintával. Az utóbbi esetben az eredmény sokkal kiszámíthatatlanabb. Általában a harmadik vizsgálati minta után a mérések egészen eltérő eredményt mutatnak. Ezt a következő ábrákon (11-12. ábra) szemléletesen lehet látni.



11. ábra: Nedves körülmények közt egy mintára kapott eloszlás-függvények

A 11. ábra egy légsugár-szitával osztályozott durva termék térfogati szemcseméret eloszlás-függvényét ábrázolja. A folyamatosan cirkulált mintáról 7 mérés során a lézeres szemcsenagyság elemző berendezés a fenti eredményeket mérte. Az x_{50} értéke a 7 minta esetében 67...153 μm között ingadozott.

A következő ábra (12. ábra) ugyanennél a mérésnél mért sűrűség-függvényeket ábrázolja.



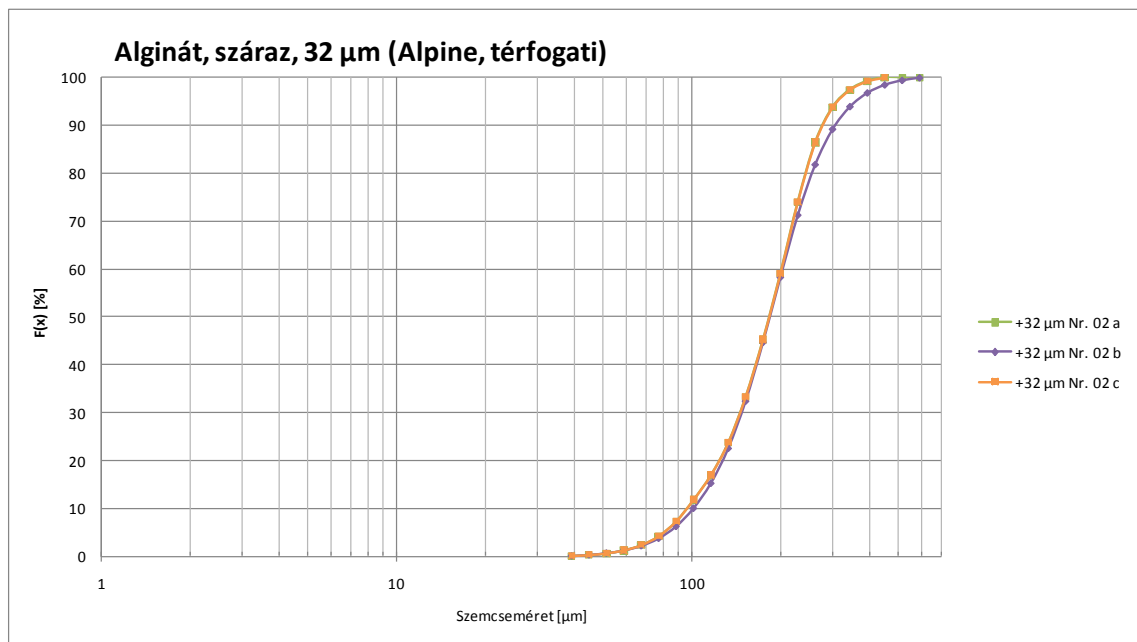
12. ábra: Nedves körülmények közt egy mintára kapott sűrűség-függvények

A 12. ábrán látható sűrűség-függvények között látható mono- és bimodális görbe is. A monomodális görbe módusza 68 μm -nél van, míg a bimodális függvények két módusza 35...39 μm és 175...300 μm között fluktuált.

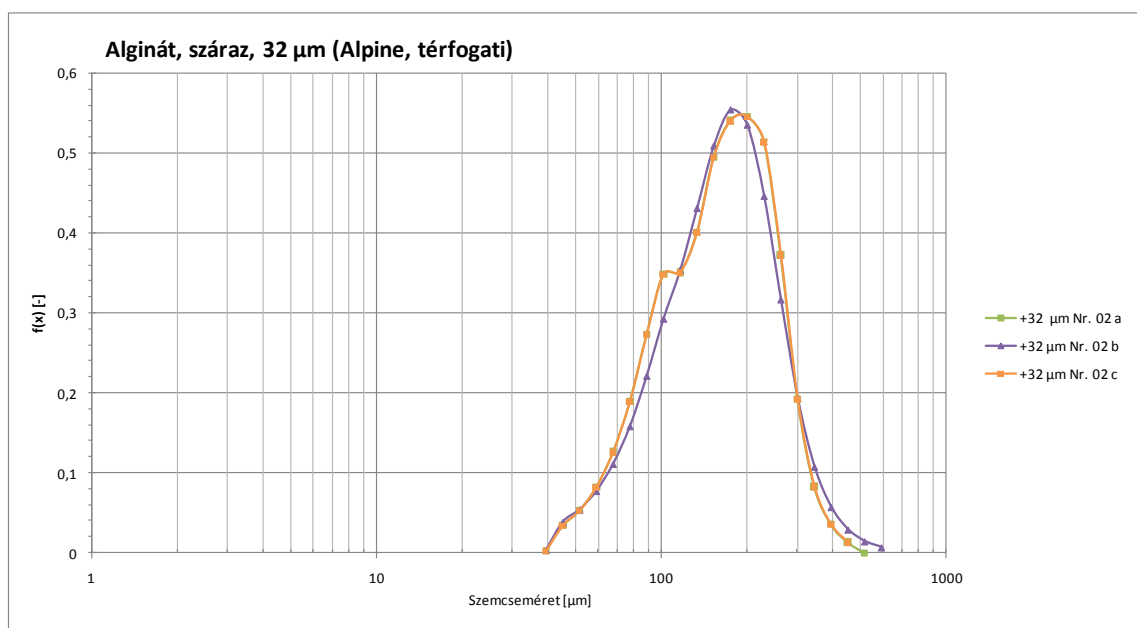
Ilyen eltéréseket nem minden minta esetén tapasztaltunk. De a jelenség okára eddig csak hipotéziseink vannak. Az alginát minta – ahogy azt a bevezetésben már tárgyaltam – a saját tömegének több százszorosát képes megkötni, emiatt az anyagszerkezete, tulajdonsága megváltozik. Lehetséges, hogy olyan változások következnek be, ami miatt a lézer nem képes a mintát megismételhetően megmérni, azaz a szemcsék mérete folyamatosan változik, nincs állandósult állapot (instabil szemcseméret nedves közegben). Valószínűsíthető az is, hogy az alginát oldat a mérőcellán bevonatot képez, ami a lézer elhajlását befolyásolja, így az nem tud megfelelően mérni. Még azt is érdemes átgondolni, hogy a kiválasztott beállításokkal lehet probléma, például a választott fénytörési index, stb. Diszpergálószer (nátrium-pirofoszfát) adagolásával sem oldódott meg a probléma, mert

azzal is előfordult ilyen ingadozó eredmény mérése. Fentiek ismeretében a nedves közegű mérési körülmények eloszlásfüggvényre gyakorolt hatásának vizsgálata további céljaim egyike.

Ugyanennek a mintának a száraz közegben vizsgált mérése során az alábbi eredményeket kaptam (13-14.ábra).



13. ábra: Száraz körülmények közt egy mintára kapott eloszlás-függvények



14. ábra: Száraz körülmények közt egy mintára kapott sűrűség-függvények

A száraz minta vizsgálatakor elegendő volt három mérést végezni, ebből is látható (13-14. ábrán), hogy sokkal stabilabb, megismételhető eredményeket lehet kapni. Ezt a trendet lehetett követni a kísérletek során is. Ebből kifolyólag a kísérleti eredmények tárgyalásakor csak a száraz körülmények közt mért eredményeket tárgyalom és elemzem.

6. Kísérleti eredmények és kiértékelésük

Az osztályozási kísérleteket az alábbi sorrendben végeztem, minden esetben 32 μm -es laborszitával:

1. Kézi szitálás.
2. Légsugár-szita.
3. Vibrációs szita.

A mérési körülményeket a megfelelő alfejezetekben tárgyalom, ahol a mérési eredményeket is bemutatom.

6.1 A kézi szitálás mérési eredményei

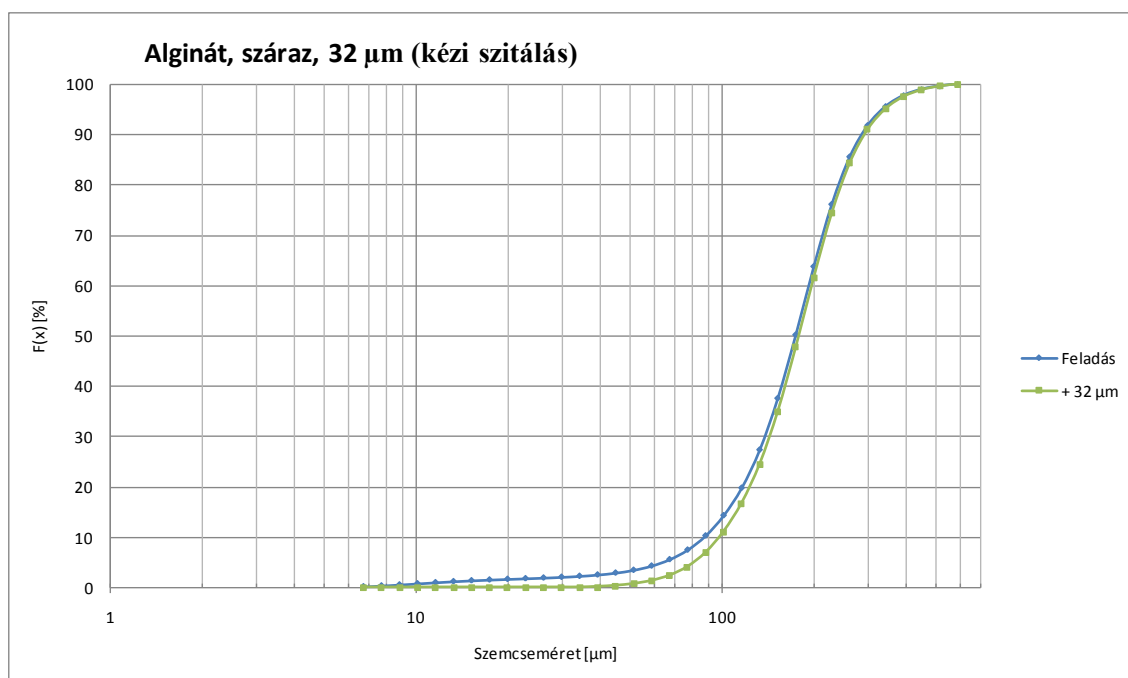
A következő táblázat (4. táblázat) a kézi szitálás során mért adatokat és a számított tömegkihozatalokat tartalmazza. A minták szitálása 3 párhuzamos méréssel történt az alábbiak szerint:

4. táblázat: A kézi szitálás mérési eredményei

	m_1 [g]	m_2 [g]	m_3 [g]	Összesen [g]	Tömegkihozatal [%]
Feladás	10	15	15	40	
Durva termék (+32 μm)	9,78	14,69	14,62	39,09	97,73
Finom termék (-32 μm)	0,16	0,24	0,24	0,64	1,6
Veszteség	0,06	0,07	0,14	0,27	0,67

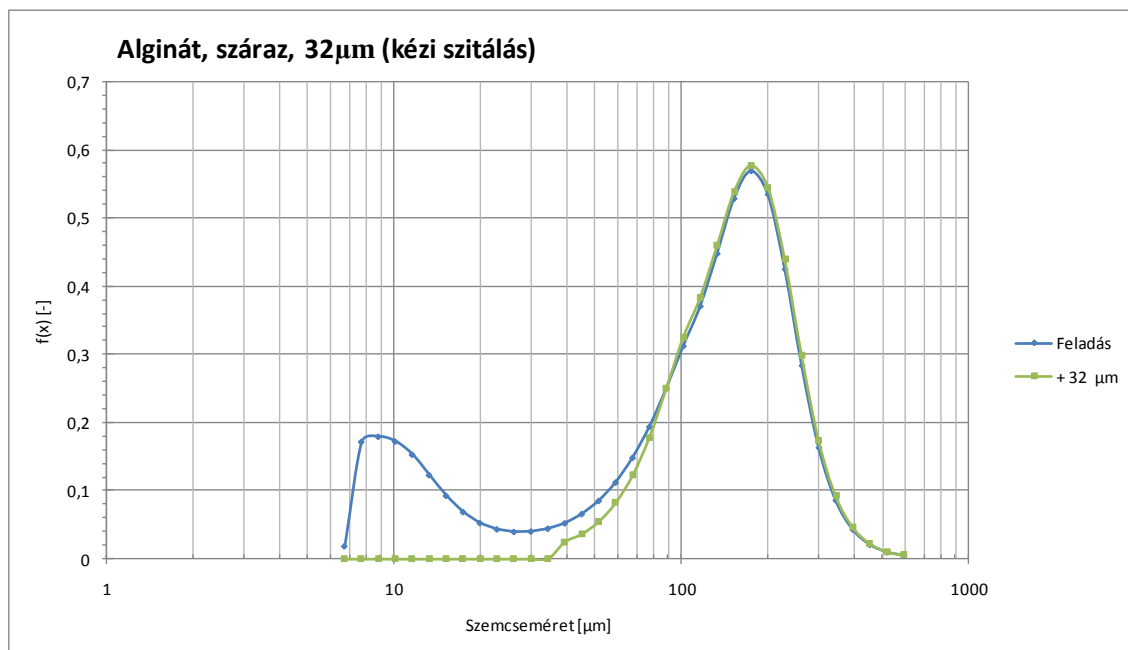
A táblázatból kiderül, hogy a finom termék tömegkihozatala alapján az osztályozás jó hatásfokkal (80%) megtörtént. Mivel az előzetes vizsgálatok során kiderült, hogy a 30 μm -nél finomabb szemcsék tömegaránya 2 % körüli (száraz körülmények közt mért szemcseméret eloszlás-függvény alapján). Ez elég alacsony értéknek számít, emiatt a finom termék vizsgálata nehézkes. Nem állt rendelkezésre elegendő mintaanyag ahhoz, hogy a szitálás finom termékét (< 32 μm) szárazon is megmérjük, mert a száraz körülmények közti mérés legnagyobb hátránya, hogy több grammnyi anyagot kíván.

A 15. ábra összehasonlítja az osztályozatlan alginát és a kézi szitálás durva termékének száraz körülmények közt mért eloszlás-függvényét.



15. ábra: Száraz körülmények közt mért eloszlás-függvény a kézi szitálás durva termékéből

Az eloszlás-függvények különbsége alig észrevehető. Az x_{50} a feladás esetében 175 µm, a durva termék esetében 179 µm. Az x_{80} értéke a feladásba 243 µm, a durva termékben 248 µm. A 30 µm-nél kisebb méretű szemcsék tömegaránya viszont ($F(x_{30}) = F(x < x_{30})$) a feladásban 2 %, a durva termékben 0 %-ra adódott.



16. ábra: Száraz körülmények közt mért sűrűség-függvény a kézi szitálás durva termékéből

A 16. ábra az osztályozatlan alginát és a kézi szitálás durva termékének száraz körülmények közt mért sűrűség-függvényét hasonlítja össze. A feladás bimodális sűrűségfüggvénye az osztályzás hatására monomodálissá vált, a 9 µm-nél lévő móduoszt okozó finom szemcséket sikerült leválasztani.

6.2 Mérések légsugár-szitával

Az 5. táblázat összefoglalja a légsugár-szitával végzett mérések beállításait. A két mérés közti különbség a feladás tömege volt. A légnyomás és a szitálás ideje mindkét esetben megegyezett.

5. táblázat: A légsugár-szitával végzett mérések beállításai

	1.	2.
Feladás [g]	3,36	6,72
Légnyomás [mmWS]	300	300
Szitálás ideje* [min]	3x2	3x2

* A szita szélére kiülepedett a feladott anyag, ezért a szitát kicsit meg kellett igazítani.

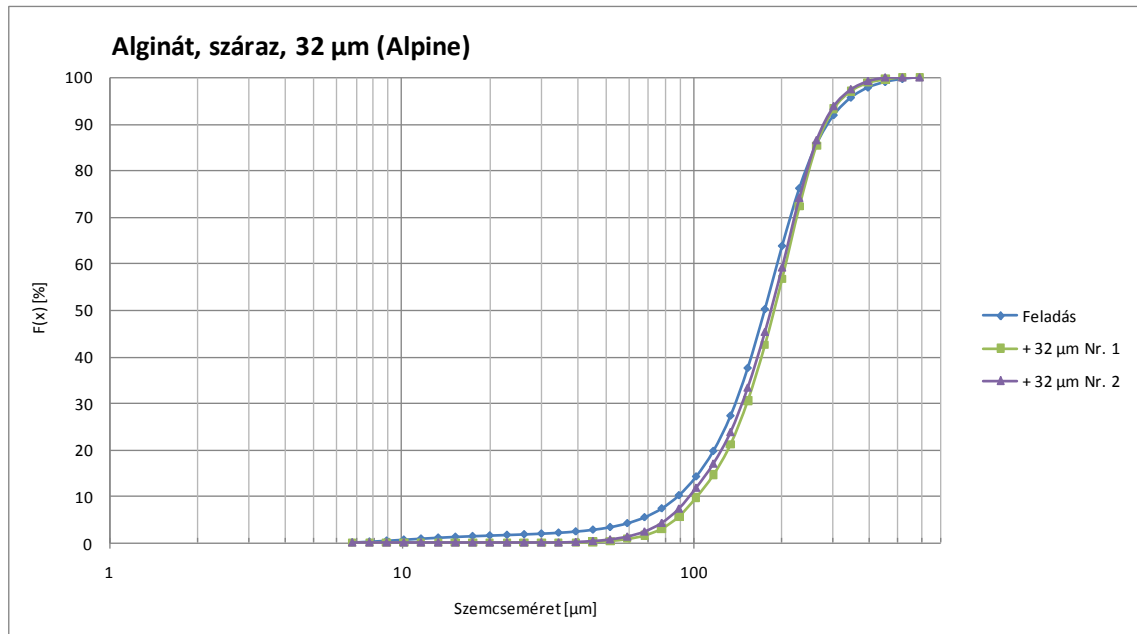
A 6. táblázat a légsugár-szitával végzett mérések adatait, és a kiszámított tömegkihozatalokat tartalmazza. A finom termék mennyisége csak számított érték, mert ezt a terméket a légsugár-szita esetén nem lehet szennyeződésmentesen kinyerni.

6. táblázat: A légsugár-szitával végzett mérések eredményei

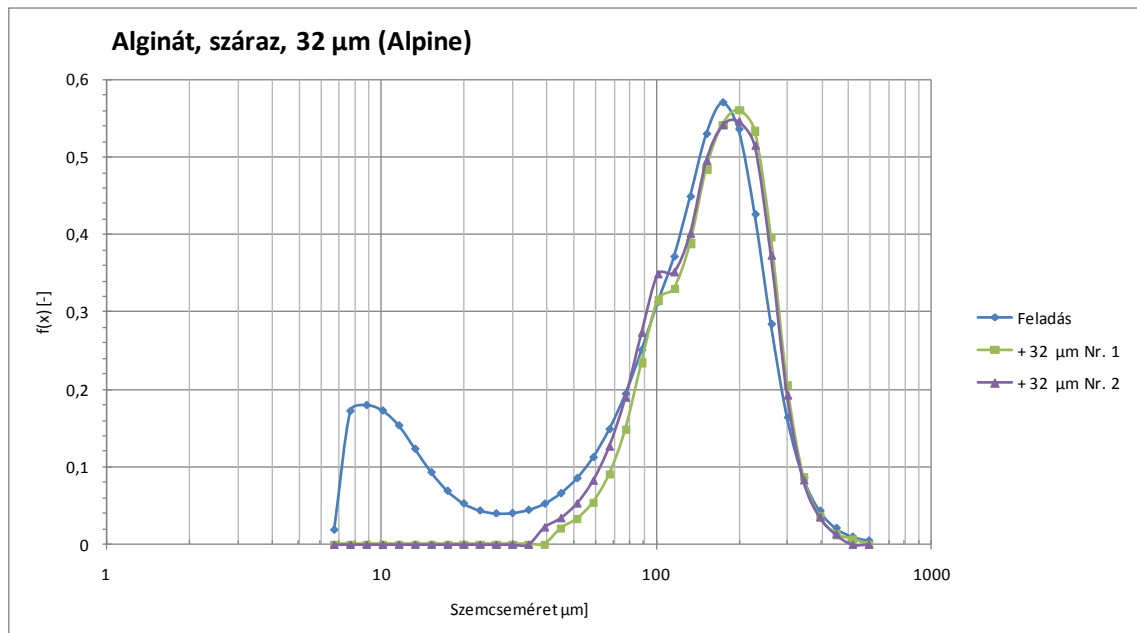
	m₁[g]	Tömegkihozatal [%]	m₂[g]	Tömegkihozatal [%]
Feladás	3,36		6,72	
Durva termék (+32 µm)	3,25	96,73	6,60	98,21
Finom termék (-32 µm) számított	0,11	3,27	0,12	1,79

A légsugár-szitával kapott tömeg-kihozatali értékek nagyságrendileg összhangban vannak a kézi szitálás során kapottakkal. Még a lézeres mérés eredményeinek tárgyalása előtt valószínűsíthető, hogy ebben az esetben is sikerült leválasztani a 30 µm alatti szemcsefrakciót.

A 17. ábra a feladás és a légsugár-szitával osztályozott durva termékek száraz közegben mért eloszlás-függvényeit mutatja be. A durva termékekben 30 μm alatt itt sincs szemcsefrakció, tehát ($F(x_{30}) = F(x < x_{30})$) = 0 %. Az x_{50} értéke átlagosan 186 μm , az x_{80} értéke pedig átlagosan 250 μm .



17. ábra: Száraz körülmények között mért eloszlás-függvény a légsugár-szita termékeiből



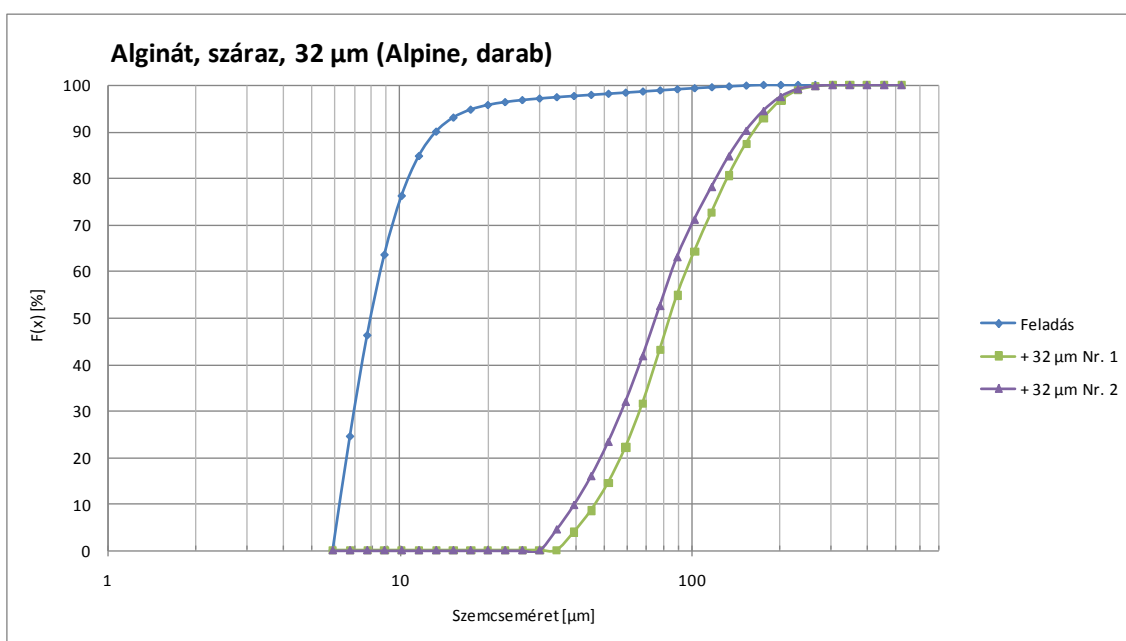
18. ábra: Száraz körülmények között mért sűrűség-függvény a légsugár-szita termékeiből

A 18. ábrán a feladás és a légsugár-szítával osztályozott durva termékek száraz közegben mért sűrűség-függvényeit láthatók. A durva termék sűrűség-függvénye jól mutatja, hogy $30\text{ }\mu\text{m}$ alatt gyakorlatilag nincsenek szemcsék a halmazban.

Feltételezhető, hogy a légsugár-szítával végzett mérések során az anyagot a légáram kellően átmozgatja, és a felületi vonzóerők legyőzhetővé válnak.

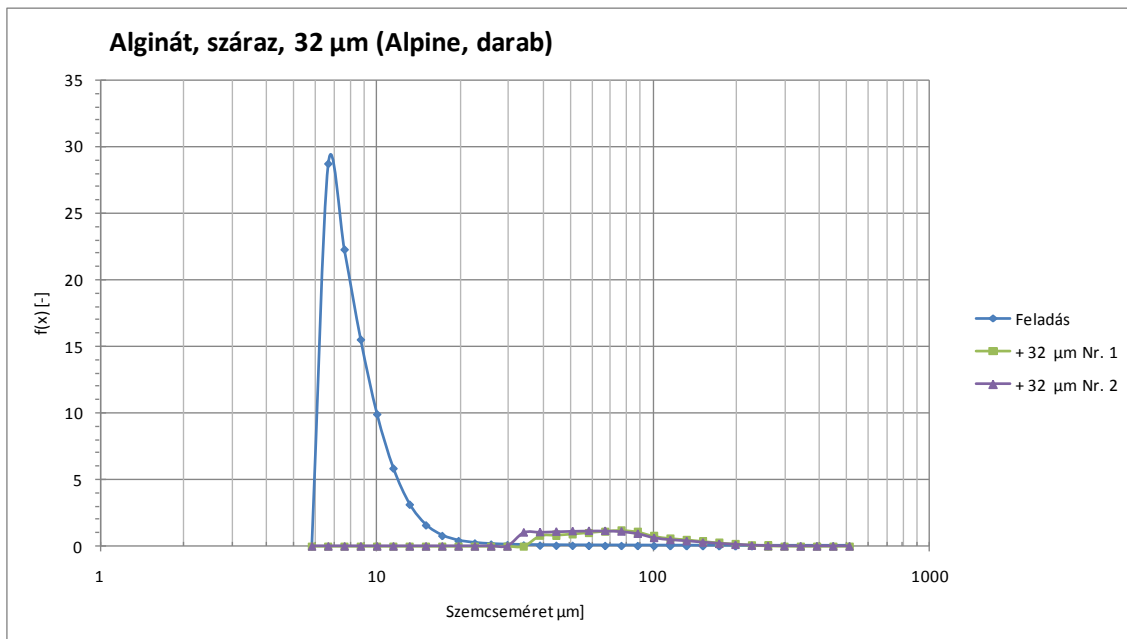
6.2.1 A szemcsehalmaz darabszám szerinti eloszlás- és sűrűségfüggvényei

A következő két diagram (19-20. ábra) a száraz körülmények között mért darab szerinti eloszlás- és sűrűség-függvényt mutatja be a légsugár-szita termékeiből és a feladásból.



19. ábra: Száraz körülmények között mért darab szerinti eloszlás-függvény a légsugár-szita termékeiből

A feladás darabszám szerinti eloszlásának x_{50} értéke $8\text{ }\mu\text{m}$, x_{80} értéke $11\text{ }\mu\text{m}$. A légsugár-szita durva termékeinek x_{50} értéke rendre 85 és $75\text{ }\mu\text{m}$, x_{80} értékük pedig 133 és $120\text{ }\mu\text{m}$. A $30\text{ }\mu\text{m}$ -nél finomabb résznek a leválasztását ez a diagram is szemlélteti. A feladás darabszám szerinti eloszlása szerint viszont a szemcsehalmaz 97 %-a kisebb, mint $30\text{ }\mu\text{m}$.



20. ábra: Száraz körülmények között mért darabszám szerinti sűrűség-függvény a légsugár-szita termékeiből

A 20. ábra a száraz körülmények között mért darabszám szerinti sűrűség-függvényt ábrázolja a légsugár-szita termékeiből valamint a feladásból. Ezzel a mérési módszerrel az a legnagyobb probléma, hogy a feladás darabszám szerinti sűrűségfüggvénye szerint abban a szemcsehalmazban nem is található 30 μm -nél durvább frakció. Ez az aránybeli különbség abból adódhat, hogy a finom szemcsék száma nagyságrendekkel nagyobb, mint a durva szemcséké.

6.3 Mérések vibrációs szitával

A 7. táblázat a vibrációs szitával végzett mérések beállításait összegzi. A három különböző mérés az amplitúdó nagyságában tér el, a feladás tömege és a szitálás ideje megegyező.

7. táblázat: A vibrációs szitával végzett mérések beállításai

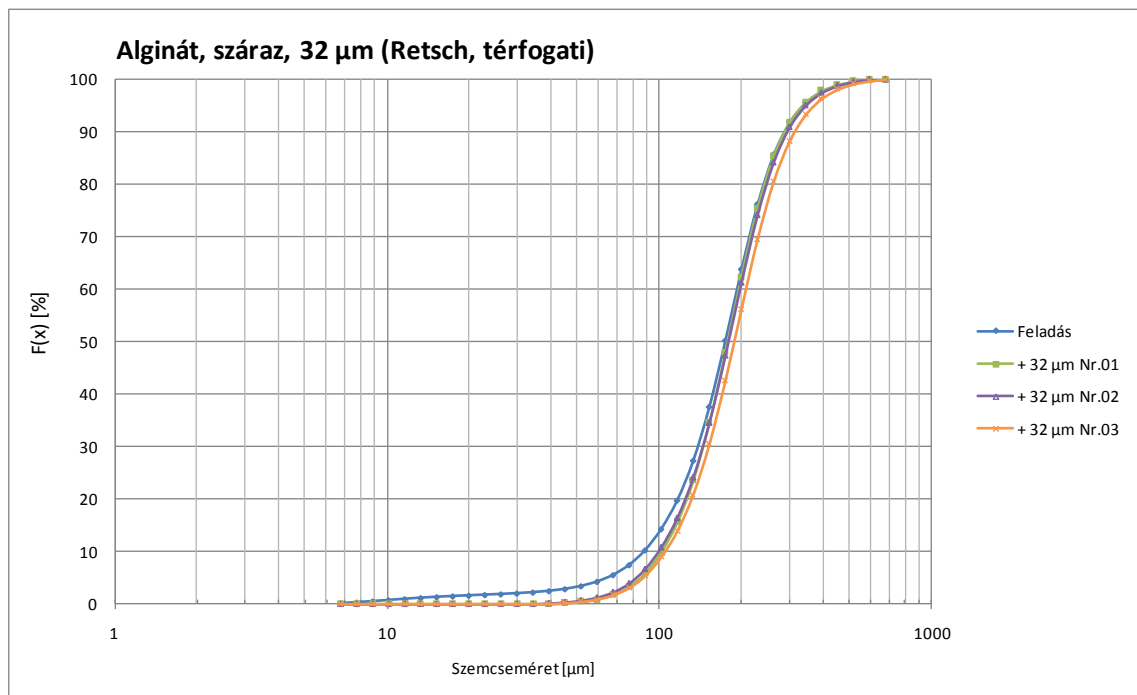
	1.	2.	3.
Feladás [g]	3,36	3,36	3,36
Amplitúdó [Hz]	40	50	60
Szitálás ideje [min]	6	6	6

A 8. táblázat a vibrációs szitával végzett mérések adatait, és a kiszámított tömegkihozatalokat tartalmazza. A finom termék mennyisége annyira minimális, hogy nem lehet sem nedves sem száraz körülmények között megvizsgálni a lézeres szemcsenagyság-elemzővel. Optikai mikroszkópi vizsgálatokhoz a kinyert mennyiség megfelelő. A tömegkihozatalok értékei hasonlóak az előző két szitálásnál kapott értékekhez. Az amplitúdó változtatása nem befolyásolta a mérés eredményeit, ha a tömegkihozatalok változását veszem figyelembe.

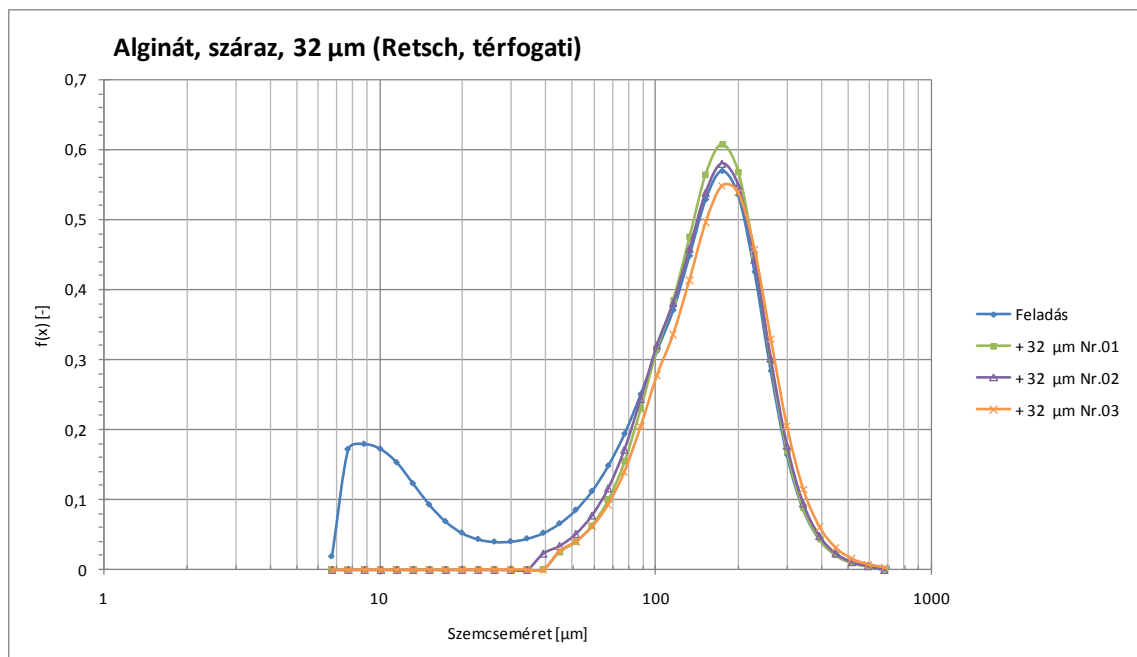
8. táblázat: A vibrációs szitával végzett mérések eredményei

	m₁ [g]	Tömegkih. [%]	m₂ [g]	Tömegkih. [%]	m₃ [g]	Tömegkih. [%]
Feladás	3,36		3,36		3,36	
Amplitúdó (Hz)	40		50		60	
Durva termék (+32 µm)	3,25	96,73	3,28	97,62	3,24	96,43
Finom termék (+32 µm)	0,11	3,27	0,08	2,38	0,12	3,57

A 21. ábra a feladás és a vibrációs szitával osztályozott durva termékek száraz közegben mért eloszlás-függvényeit ábrázolja a feladáshoz viszonyítva. A durva termékekben 30 μm alatt itt sincs szemcsefrakció, vagyis itt szintén ($F(x_{30}) = F(x < x_{30})$) = 0 %. Az x_{50} értéke átlagosan (a három különböző amplitúdójú osztályozás eloszlás-függvényeinek átlagos x_{50} értéke) 180 μm , az x_{80} értéke pedig átlagosan 250 μm .



21. ábra: Száraz körülmények között mért eloszlás függvény a vibrációs szita termékeiből a feladáshoz viszonyítva



22. ábra: Száraz körülmények között mért sűrűség függvény a vibrációs szita termékeiből a feladáshoz viszonyítva

A 22. ábrán a feladás és a vibrációs szitával osztályozott durva termékek száraz közegben mért sűrűség-függvényeit láthatók. A durva termék sűrűség-függvénye itt is hasonló, mint az előző két osztályozási kísérlet során, tehát a 30 μm -nél finomabb szemcséket sikerült leválasztani.

A száraz közegben mért térfogati eloszlás-függvények jellegzetes szemcseméreteit a következő táblázat (9. táblázat) foglalja össze az osztályozási módszerek függvényében. A légsugár-szita és a vibrációs szita durva termékeinél az átlagos értékeket tüntettem fel.

9. táblázat: A térfogati eloszlás-függvények jellegzetes szemcseméretei

	Feladás	Kézi szitálás durva terméke (+32 μm)	Légsugár-szita durva terméke (+32 μm)	Vibrációs szita durva terméke (+32 μm)
x_{50} [μm]	175	179	186	180
x_{80} [μm]	243	248	250	250
$x < 30$ μm [%]	2,0	0,0	0,0	0,0

A táblázat adataiból látható, hogy a 30 μm -nél történő osztályzás mindhárom kísérlet során megtörtént. Ezt az eredményt a sűrűség-függvények és a darabszám szerinti eloszlás-függvények értékei is alátámasztják.

6.4 Tromp-függvény vizsgálata

Az osztályozó eljárásokkal, ill. készülékekkel elérhető szétválasztás élességéről a készülék Tromp-görbéje tájékoztat. Ez megmutatja, hogy a nyersanyag különböző minőségű szemcséinek hanyadrésze került az adott termékbe. A megoszlási paraméter (x_T szemnagyság) az az abszcissa érték, amely fele-fele (50-50 %) arányban került mindkét termékbe, vagyis itt 50 % a Tromp-érték. A Tromp-görbe sűrűség-görbék hányadosaként adódik:

$$T(x) = \frac{m_B f_B(x) dx}{f(x) dx},$$

ahol m_B a B termék tömeghányada
 $f_B(x)$ a B termék sűrűség-függvénye
 $f(x)$ a feladás sűrűség-függvénye.

A Tromp-görbe (függvény) fontos tulajdonsága, hogy tapasztalatok szerint egy adott gépre - nagyjából azonos terhelés, a nyersanyag összetétel nem nagymértékű változása, állandó felületi nedvességtartalom stb. mellett – állandónak tekinthető [10].

A hagyományos mérőszámok az elválasztás paraméterének a Tromp-görbéről leolvasható $T=0,5$ -hez tartozó x_{50} szemcsenagyságot tekintik, míg az elválasztás élességét a Tromp-görbe „meredekségét” jellemző számértékekkel adják meg:

- Terra-féle mérőszám, E_p :

$$E_p = \frac{x_{75} - x_{25}}{2}$$

- Imperfekció, I

$$I = \frac{E_p}{x_{50}}$$

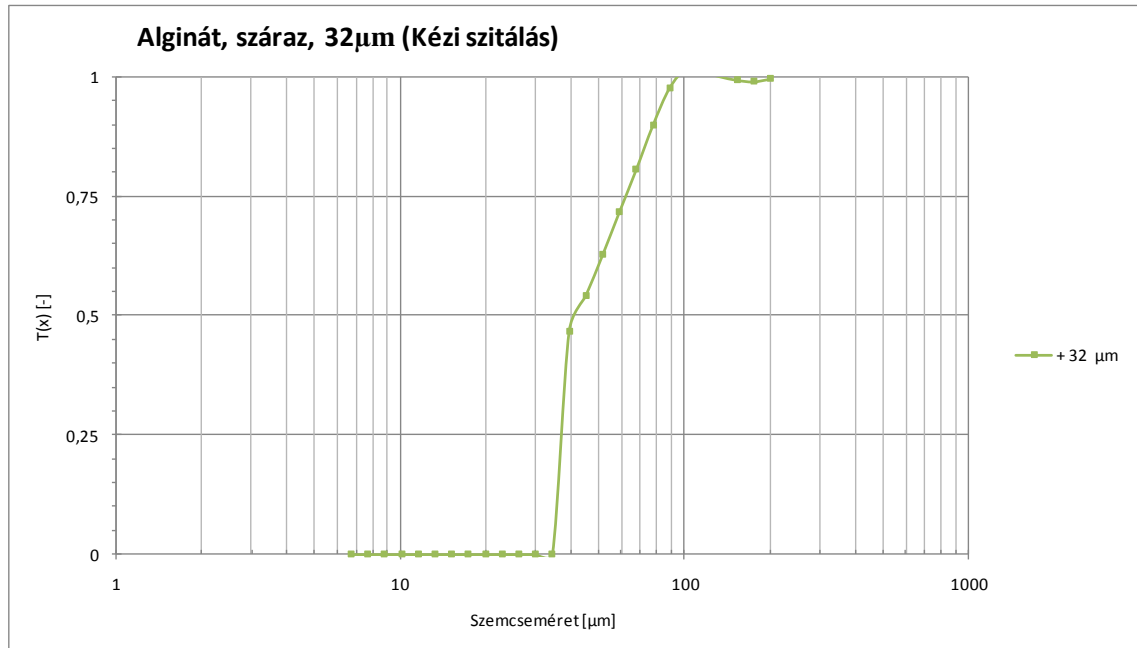
(Osztályozás esetén)

- κ

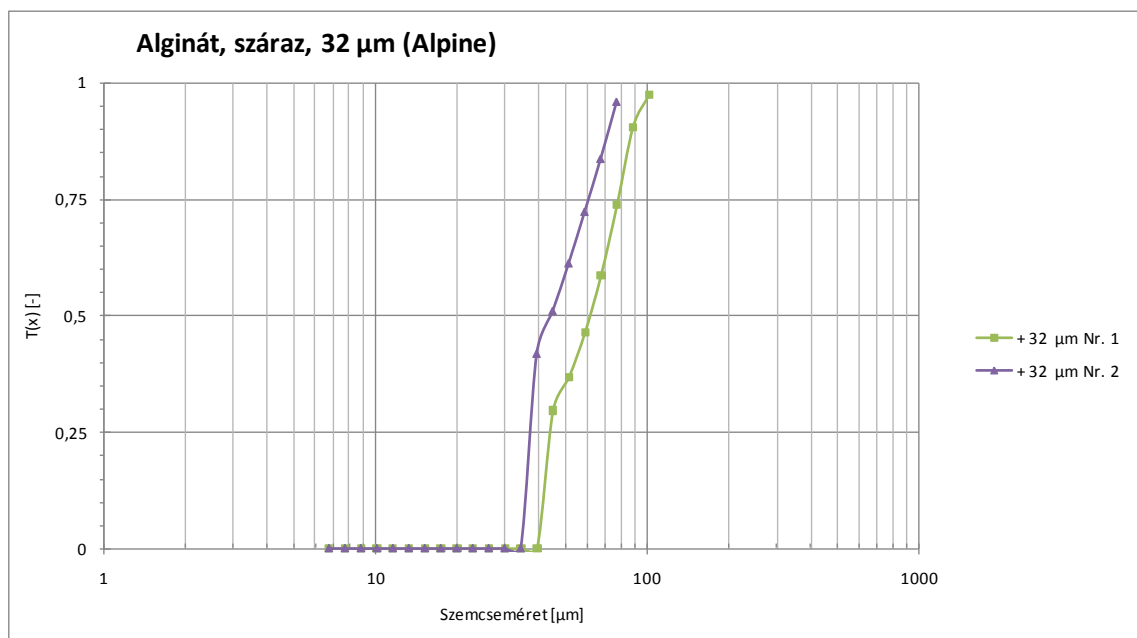
$$\kappa = \frac{x_{25}}{x_{75}}.$$

A berendezés tökéletes működése esetén $E_p = 0$, $I = 0$ és $\kappa = 1$ [12].

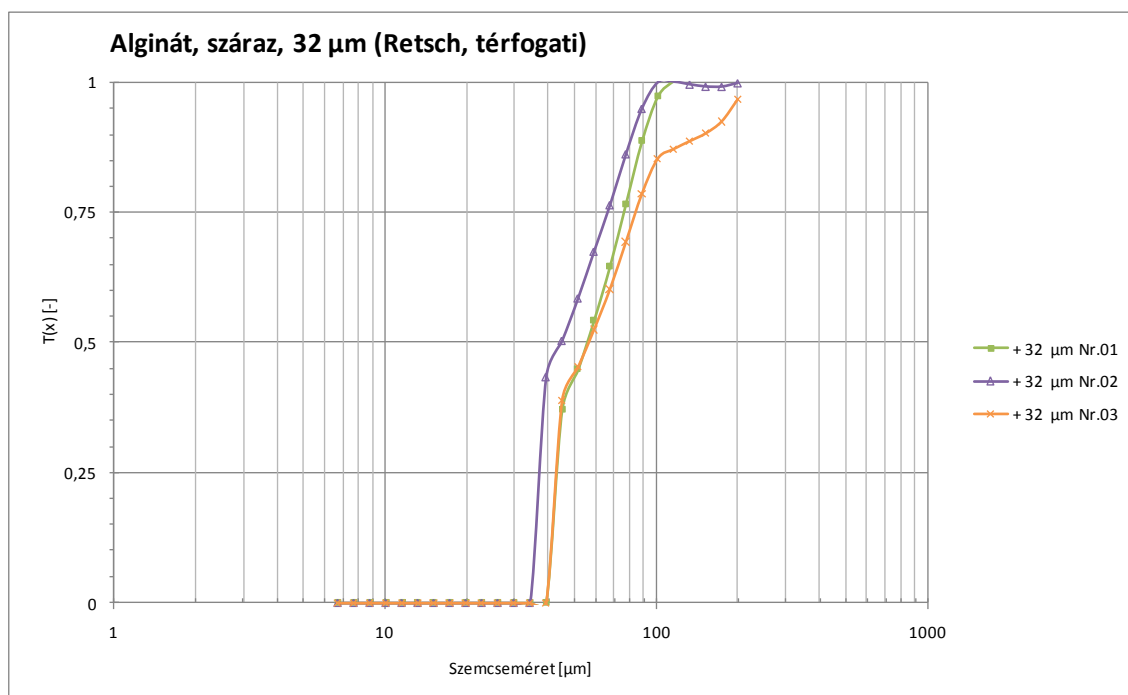
A következő három ábra (23-25. ábra) a háromféle osztályozás Tromp-függvényeit szemlélteti.



23. ábra: Száraz körülmények közt mért adatokból számított Tromp-függvény a kézi szitálás esetén



24. ábra: Száraz körülmények közt mért adatokból számított Tromp-függvény a légsugár-szita használata esetén



25. ábra: Száraz körülmények közt mért adatokból számított Tromp-függvény a vibrációs szita használata esetén

A Tromp-függvényekről leolvasható (x_{25} , x_{50} , x_{75}) és kiszámítható (E_p , I , és κ) paramétereket a 10. táblázat összesíti.

10. táblázat: A Tromp-függvények mérőszámai

	Kézi szitálás	Légsugár-szita	Vibrációs szita
x_{25} [µm]	36	39	30
x_{50} [µm]	42	62	56
x_{75} [µm]	62	78	76
E_p	13,00	19,50	23,00
I	0,31	0,31	0,41
K	0,58	0,50	0,39

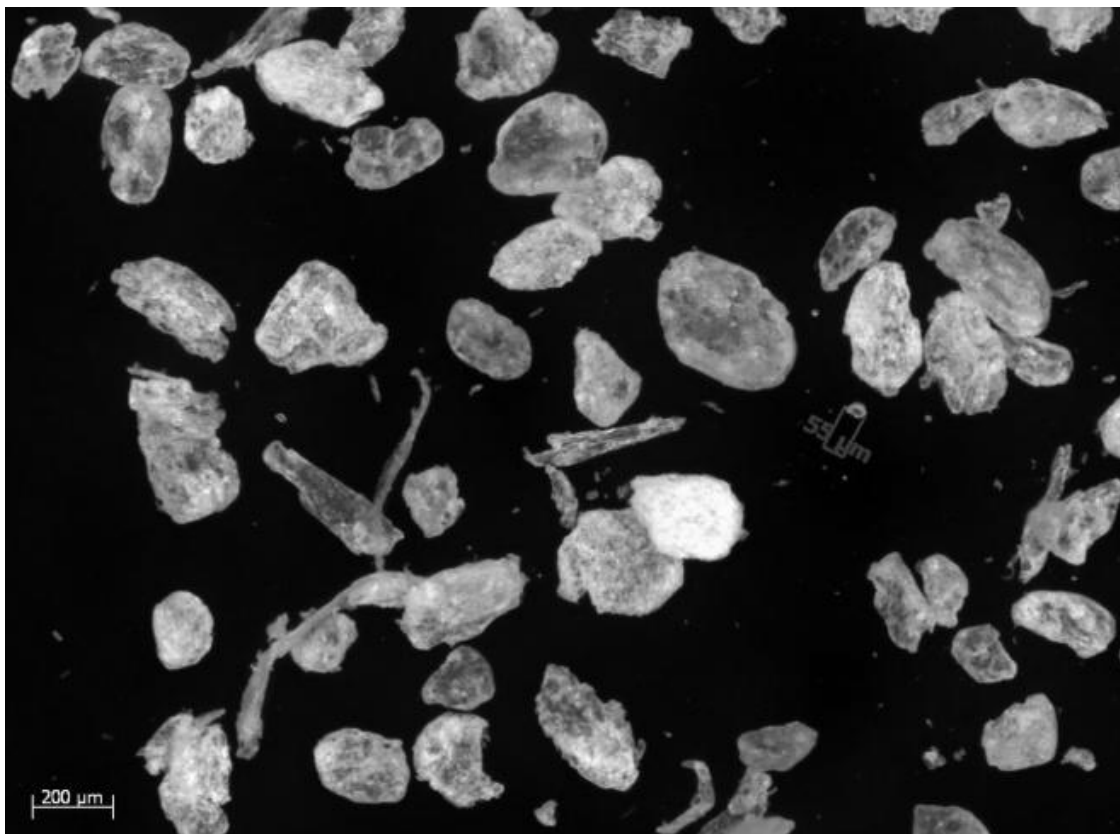
Az elválasztás paramétere, vagyis az x_{50} a kézi szitálásnál 42 µm, a légsugár-szita adatainak átlagértéke esetén 62 µm, a vibrációs szita átlagos x_{50} értéke 56 µm. A Tromp-görbe meredekségét jellemző számok a Terra-féle mérőszám, ami a kézi szitálás esetén a legalacsonyabb értékű (13); az Imperfekció, ami a kézi szitálás és a légsugár-szita esetén megegyező (0,31); és a κ , ami szintén a kézi szitálás esetén a legkedvezőbb (0,58).

6.5 Optikai mikroszkóppal készült felvételek

Ebben a fejezetben az alginát feladásáról készült felvételek vannak összehasonlítva az osztályozások során kapott frakciókkal.

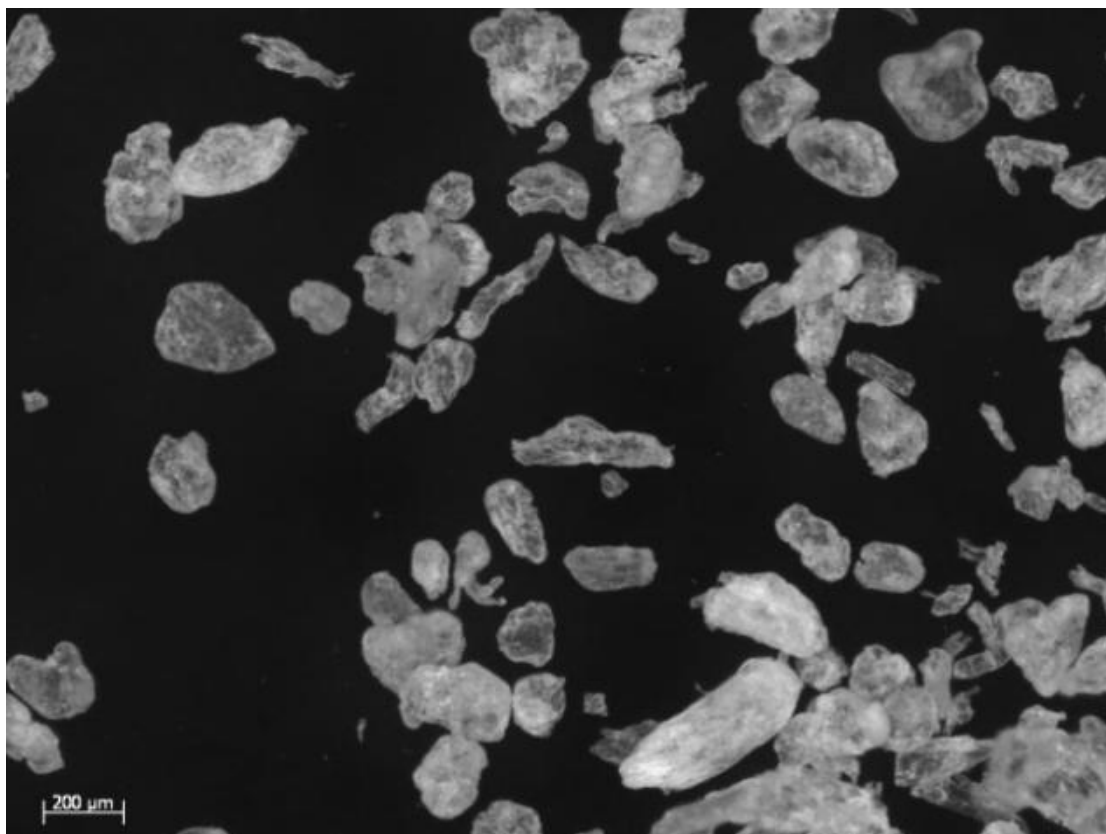
Az osztályozás célja a finom frakció leválasztása volt. A lézeres szemcsenagyság elemzés alapján mind a háromfajta osztályozással sikerült elérnünk a célunkat. Ugyanezt megvizsgáltam az optikai mikroszkóp segítségével is, mert így az egyedi szemcsék és a nagyobb agglomerátumok jól megkülönböztethetőek.

A 26. ábra a nyersanyagot, vagyis az osztályozás nélküli alginátot ábrázolja. Ezen a felvételen jól látszik az apró szemcséknek látszó szennyeződés, aminek a leválasztását kell vizsgálni az osztályozott termékekről készült felvételeken.

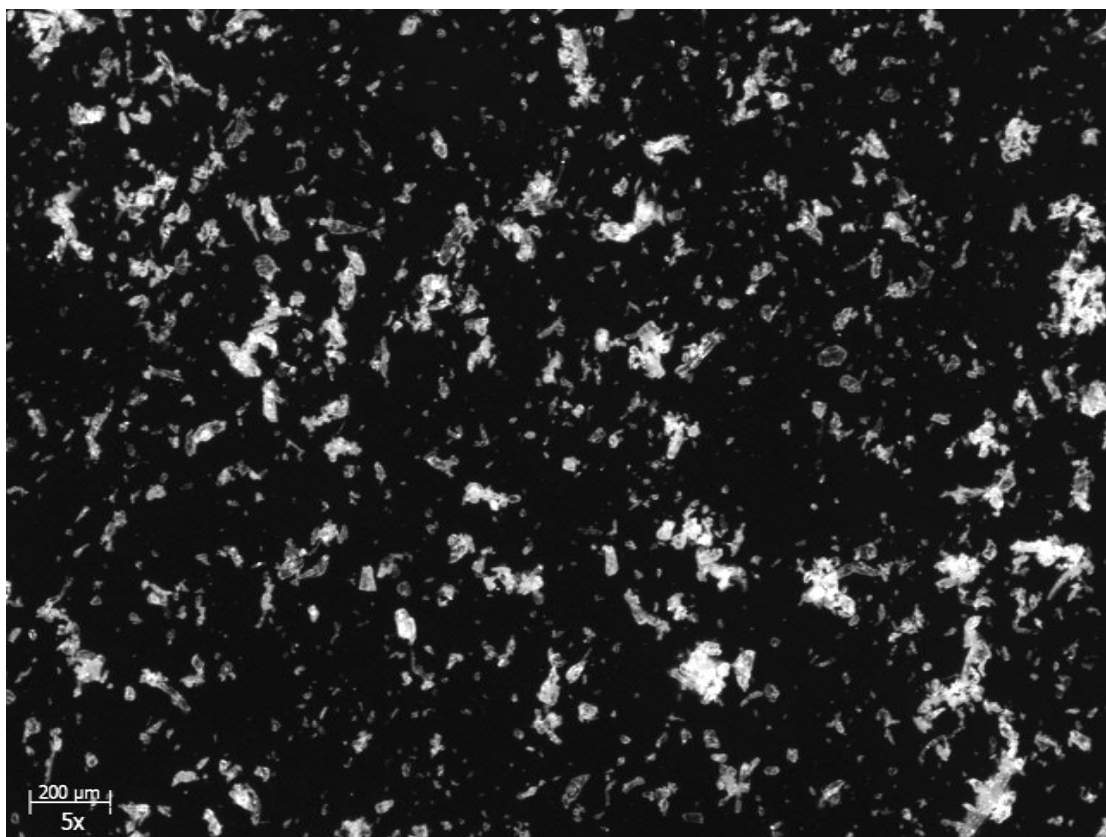


26. ábra: A feladás (5x-ös nagyítással) [Saját felvétel]

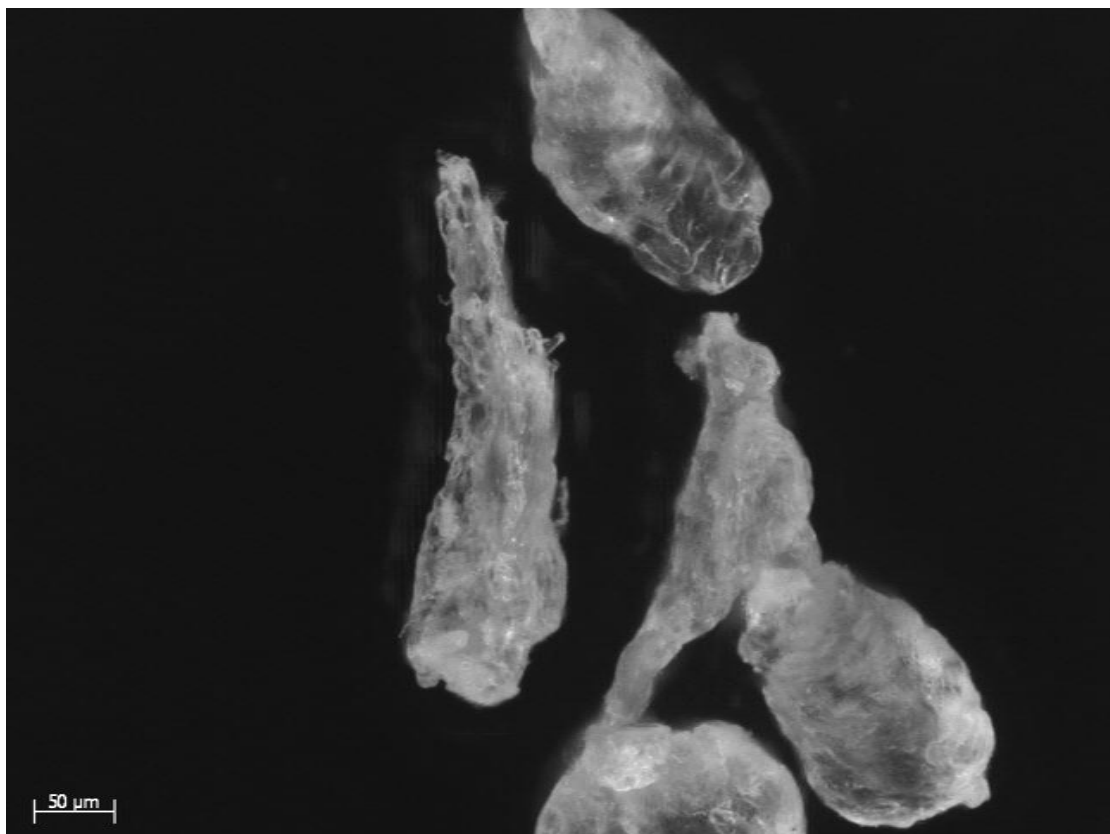
A 27. ábra a kézi szitálás során kapott durva termékről készült 5-szörös nagyításban, a 28. ábra pedig a finom termékről. A különbség szemmel látható a két frakció között. A 27. ábrán a durva termék szemcsehalmazában jóval kevesebb szennyeződést látni, viszont még hosszúkas, pálcika alakú szemcséket találni benne, és a szemcsék közti kötések is jelen vannak.



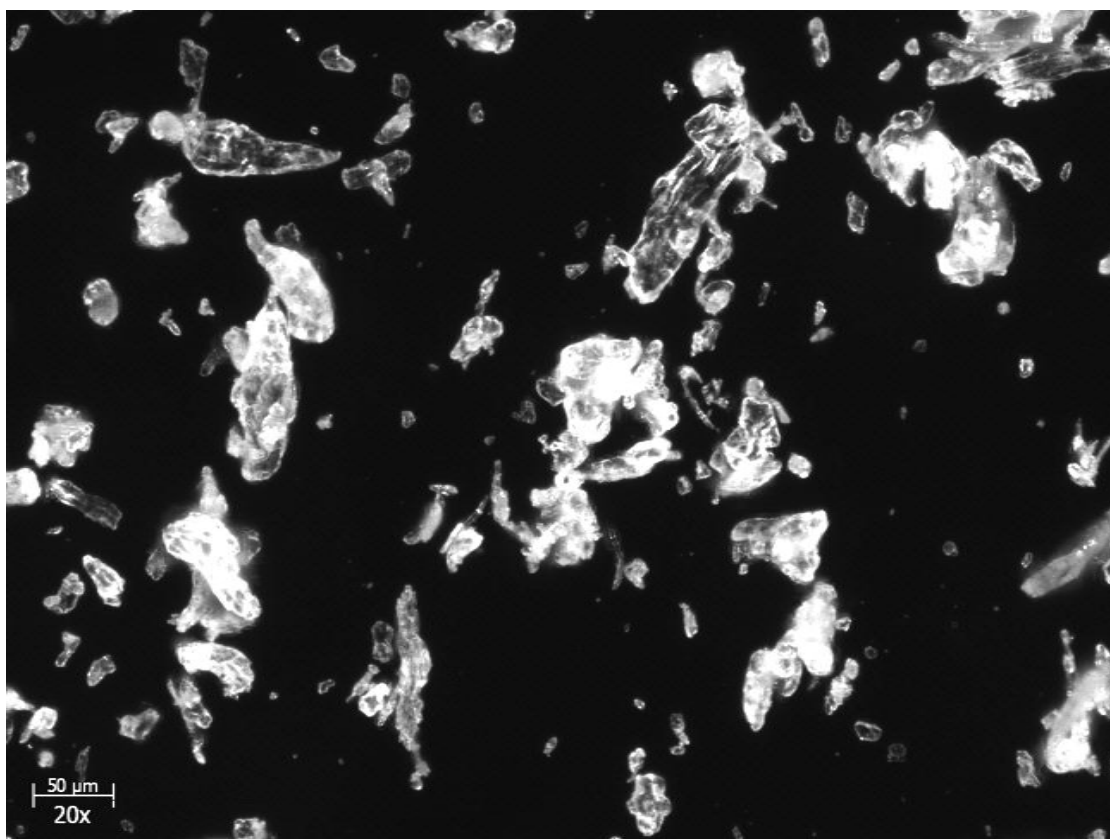
27. ábra: A kézi szitálás durva (+32 μm) terméke (5x-ös nagyítás) [Saját felvétel]



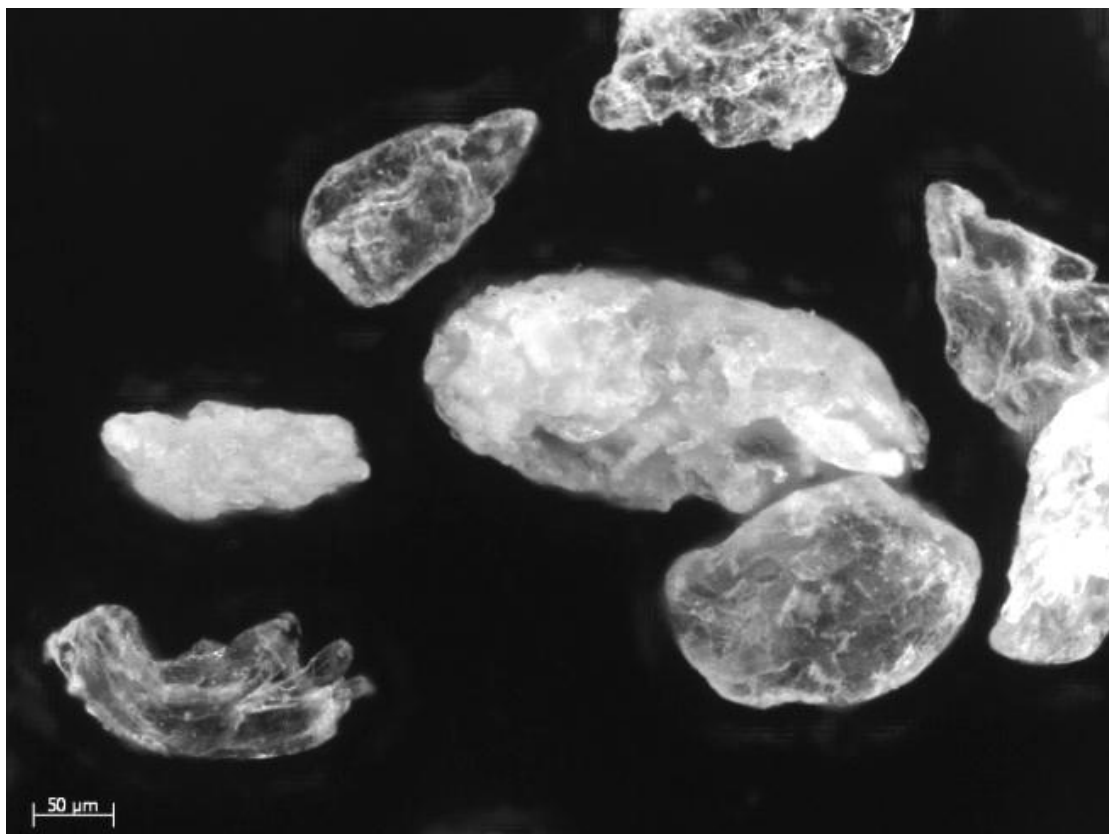
28. ábra: A kézi szitálás finom (-32 μm) terméke (5x-ös nagyítás) [Saját felvétel]



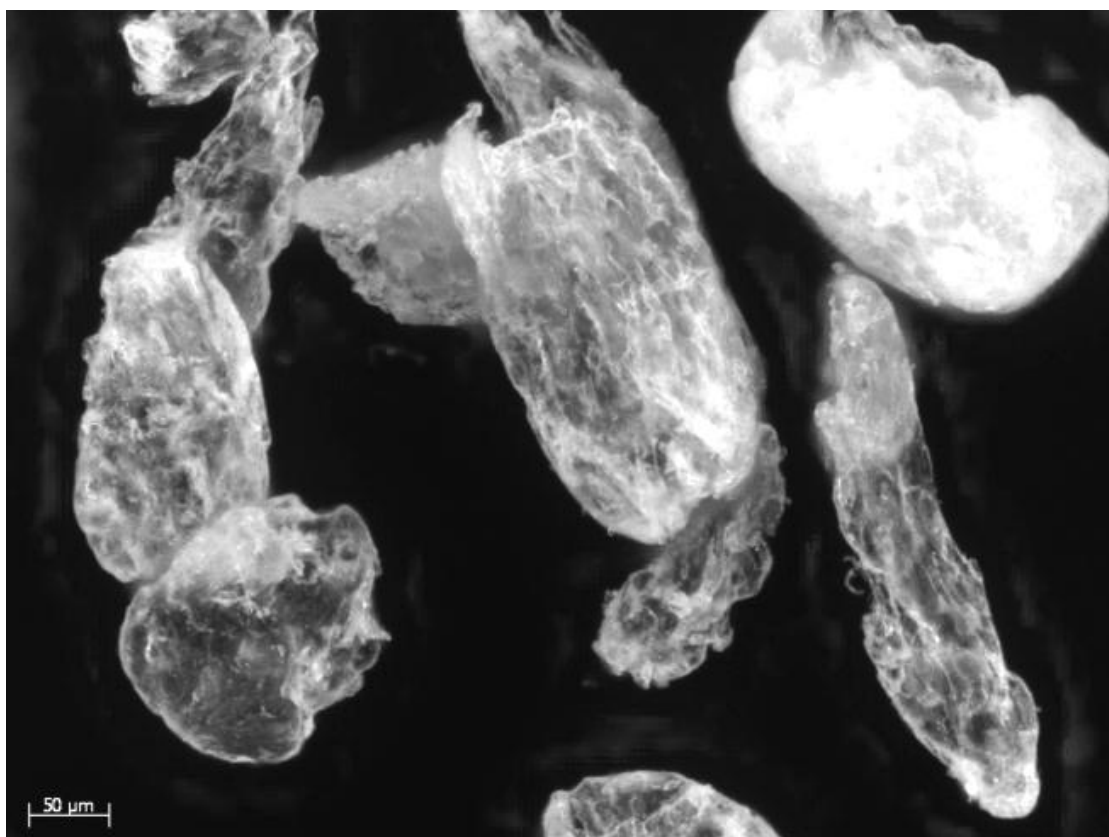
29. ábra: A kézi szitálás durva (+32 µm) terméke (20x-os nagyítás) [Saját felvétel]



30. ábra: A kézi szitálás finom (-32 µm) terméke (20x-os nagyítás) [Saját felvétel]



31. ábra: Légsugár-szitával osztályozott durva termék (+32 μm) 1. számú minta (20x-os nagyítás)
[Saját felvétel]



32. ábra: Légsugár-szitával osztályozott durva termék (+32 μm) 2. számú minta (20x-os nagyítás)
[Saját felvétel]

A 29. és 30. ábrán a kézi szitálás két terméke látható 20-szoros nagyításban. A durva termék (29. ábra) szemcséinek az összekapcsolódásai jól láthatóak, valamint a szabálytalan, inkább hosszúkás részecskéi. A finom frakcióban (30. ábra) egészen érdekes alakzatokban kapcsolódtak egymáshoz a finom szennyezők. Első ránézésre nagyobb szemcséket is tartalmaz a frakció, de közelebbről megvizsgálva látszik, hogy a nagy felületi feszültség miatti gyenge kötésekkel összekapcsolódott finom anyagot tartalmaz a frakció.

A 31. és 32. ábra a légsugár-szitával osztályozott durva termékeket mutatja be. Ezek a szemcsék sokkal szabályosabbak, mint a kézi szita durva termékének a szemcséi, ami a turbulens áramlás okozta ütközési igénybevételek következménye lehet. Valamint az egyedi szemcsék sokkal jobban elkülöníthetőek, mint a kézi szitálás esetén. Emellett a felületükre sincs tapadva finom szennyező, tehát a szemcsék közötti gyenge kötések képes széttroncsolni a turbulens légáram okozta igénybevétel.

6.6 Következtetések

A laboratóriumi vizsgálati eredmények alapján az alábbi megállapításokat teszem:

- Az osztályzási kísérletek értékelésének első feladata volt kiválasztani azt a szemcseméret-eloszlás mérési módszert, ami az osztályzás eredményeit reprodukálhatóan képes bemutatni. Ennek szellemében a lézeres szemcsenagyság elemző esetében a száraz közegű méréseket vettük figyelembe.
- A száraz közegben mért térfogati eloszlásfüggvények jellemző paraméterei alapján (x_{50} , x_{80} , $x < 30\mu\text{m}$) megállapítható (9. táblázat), hogy $32\mu\text{m}$ -nél sikeresen osztályozható az anyag, relatív éles szétválasztás történt. Ezt az eredményt a sűrűség-függvények és a darabszám szerinti eloszlás-függvények értékei is alátámasztják (16, 18-20, 22. ábrák).
- A Tromp-függvények paramétereit kiértékelve, a mérőszámok alapján a kézi szitálás elválasztása bizonyult a legélesebbnek a háromféle osztályzási mód közül (10. táblázat).
- Az optikai mikroszkóppal készült felvételek alapján a légsugár-szitával történt osztályzás tűnik a legeredményesebbnek. Az így osztályozott durva termék szemcséi sokkal szabályosabbak, mint a kézi szita durva termékének a szemcséi, ami a turbulens áramlás okozta ütközési igénybevételek következménye lehet. Valamint az egyedi szemcsék sokkal jobban elkülöníthetőek, mint a kézi szitálás esetén. A gyengébb kötőerővel kapcsolódó szemcsék dezagglomerálásával a durva termék finom rész tartalma csökkenthető. Ennek kitüntetett jelentősége az alginát oldat képzésekor jelentkezik, amikor a szennyeződésnek számító finom szemcsék kisebb hányadban lesznek jelen.
- Az eljárástechnikában elsősorban a mért eloszlás-függvényből számított Tromp-függvényből következtetünk a szétválasztás élességére. Az anyag különleges tulajdonságát (elsősorban az alakját) figyelembe véve bebizonyosodott, hogy más nézőpontokat is figyelembe kell venni, így kiegészítő mérésenként optikai mikroszkópi mérések szükségesek, amivel szintén lehetséges a szemcsék darabszám szerinti eloszlását mérni.

7. Összefoglalás

Az alginát osztályozása előtt az anyag tulajdonságait meghatároztam, szakirodalmi kutatásokkal alátámasztottam, mennyire sokrétű a felhasználási köre, és jelentősége az ipar számos területén (élelmiszeripar, egészségtudomány, nehézipar, stb.). Ezután elvégeztem az osztályozást három különböző szitálási módszerrel, azon belül is változtatva a feladás tömegét, a vibrációs szita amplitúdóját. Az alginát osztályozása során az derült ki, hogy az osztályzás mellett a reprodukálható mérési módszer kidolgozása is fontos. Az általunk osztályozott termékekkel az angol kutatók 50 %-os hatékonyság növelést tudtak elérni az alginát biológiai kísérletei során. További terveink ezt még tovább javítani. Szeretnénk elérni ezt a rendszer stabilizálásával, hogy a nedves körülmények között mért eloszlás-függvények is reprodukálhatók és megbízhatóakká váljanak. A szemcsenagyság elemzést az optikai mikroszkóp segítségével is vizsgálni tervezzük (darabszám szerint). Az osztályozási módszereket is bővíteni fogjuk. Mivel a légsugár szitával kapott eredmények kecsesítőek, további méréseket tervezünk elvégezni különböző beállításokkal. Emellett az ülepedési végsebesség alapján is osztályozni kívánjuk az anyagot egy külön erre a célra kifejlesztett eszközzel.

8. Szakirodalmi jegyzék

1. Alginát, Wikipedia.hu, letöltés időpontja: 2012. október 13.
<http://hu.wikipedia.org/wiki/Algin%C3%A1t>,
2. Alginic acid, Wikipedia.en, letöltés időpontja: 2012. október 3.
http://en.wikipedia.org/wiki/Alginic_acid,
3. Alginsav, világlexikon.hu, letöltés időpontja: 2012. október 12.
<http://www.vilaglex.hu/Lexikon/Html/AlginSav.htm>,
4. Böhm J. Dr., Schultz Gy. Dr., Csőke B. Dr. és Tompos E. Dr.:
Ásványelőkészítési mérések és laboratóriumi gyakorlatok. (Tankönyvkiadó, Budapest, 1984.) 77-185.
5. Carl Zeiss MicroImaging GmbH: AxioVision User's Guide. (Jena, Deutschland, 2010.) 45-60.
6. Csőke B. Dr., Nagy S.: Aprítás-darabosítás. (Egyetemi jegyzet, 2011.) 14-16.
7. Csőke B. Dr.: Mechanikai eljárások. (Miskolci Egyetem, Eljárástechnikai Tanszék, Tanszéki jegyzet, 2010.) 45-51.
8. Élelmiszerszabályozási információk 3. Magyar Élelmiszerkönyv
(Földművelésügyi és Vidékfejlesztési Minisztérium Élelmiszerlánc-elemzési Főosztály, 2010. január) Melléklet 1-2. old.
<http://www.omgk.hu/Mekv/1/129886/mell.pdf>, letöltés időpontja: 2012. október 23.
9. Gombkötő I. Dr.: Osztályozás. Hulladékgazdálkodás 6.1.1.3 fejezet (digitális tananyag, 2010.), 73-82.old.
10. Pethő Sz. Dr.: Aprítás és osztályozás I., II. (Tankönyvkiadó, Budapest, 1987.) I.: 150-160., II.: 60-65.
11. Retsch GmbH Product Information: Vibratory Sieve Shaker AS 200 basic,
letöltés dátuma: 2012. 08. 20.
http://www.retsch.com/productinfopdf/?productId=22&userId=&site=retsche&print_language=0&print_info=1&print_image=1&print_images=1&print_examples=1&print_advantages=1&print_features=1&print_videolink=1&print_principle=1&print_orderinfo=1
12. Tarján G. Dr.: Aprítók és osztályozók. (Egyetemi jegyzet, Tankönyvkiadó, 1972.)

13. Tarján G. Dr.: Mineral processing Vol. 1. (Akadémiai Kiadó, Bp. 1981.) 434-458.old.
14. Wassersäule, Wikipedia.de, letöltés dátuma: 2012. 08.20.
<http://de.wikipedia.org/wiki/Wassers%C3%A4ule>

9. Köszönetnyilvánítás

Ezúton szeretném megköszönni Dr. Mucsi Gábor egyetemi docensnek, hogy felkeltette érdeklődésemet a téma iránt, kijelölte kutatásaim irányát, és segített a felmerülő problémák megoldásában. Továbbá köszönöm Dr. Gombkötő Imre egyetemi docens segítségét is, aki szintén számos alkalommal látott el hasznos tanácsokkal. Köszönöm továbbá Rác Ádám és Pankucsi Dávid kutatók közreműködését, akik a mérések lebonyolítása során nyújtott segítségükkel járultak hozzá a dolgozat elkészítéséhez. A kísérleteket a Wellcome Trust irányító hatóság közreműködésével, és a Translation Award pályázati forrás segítségével végeztük el.