



Miskolci Egyetem
Műszaki Földtudományi Kar
Nyersanyagelőkészítési és Környezeti Eljárástechnikai Intézet



Mésző száraz keverőmalmi őrlése

TDK dolgozat

Szerző: Török Viktor
előkészítéstechnikai mérnök hallgató (MSc)

Konzulensek: Dr. Mucsi Gábor
egyetemi docens

Rácz Ádám
tudományos segédmunkatárs

2013.10.31.

Miskolc, 2013

Tartalomjegyzék

1. Bevezetés	2
2. Szakirodalmi áttekintés.....	3
2.1. A keverőmalom rövid története.....	3
2.2. Finomőrlés alapjai	4
2.3. A száraz keverőmalmi őrlést befolyásoló tényezők	6
2.4. Keverőmalomban kialakuló igénybevételek	8
2.4.1. Termékre vonatkoztatott igénybevételi modell	9
2.4.1.1. Igénybevételek száma.....	9
2.4.1.2. Igénybevételek intenzitása.....	10
2.4.2. A malomra vonatkoztatott igénybevételi modell.....	12
3. Vizsgálatok bemutatása	13
3.1. Alkalmazott berendezések.....	13
3.2. Minta előkészítés	15
3.3. Mérés menete	15
4. Adatok kiértékelése.....	17
5. Konklúzió.....	28
6. Köszönetnyilvánítás.....	29
7. Irodalomjegyzék	30

1. BEVEZETÉS

Az aprítás tématerületén korunk egyik legnagyobb kihívása a szubmikronos őrlémények ipari körülmények között történő gazdaságos előállítása. A különböző iparágak fejlődése - főleg a gyógyszer, a festék, a kerámia, és az élelmiszeripar - egyre finomabb termékek előállítását ($x < 5\mu\text{m}$) igényelik. A nagy finomságú őrlémények létrehozása rendkívül energiaigényes folyamat. Az őrlés során befektetett energia jelentős része hővé alakul és a maradék (mely kb. 1%) okozza ténylegesen a szemcsék törését.

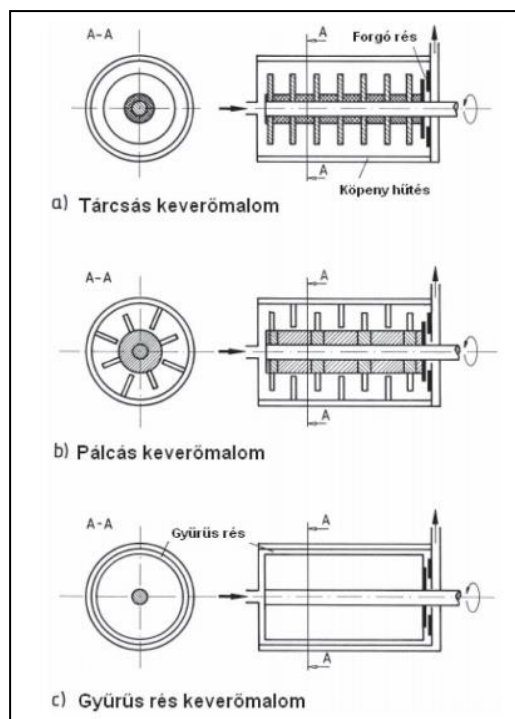
Korábban a finom és ultrafinom őrléményeket hagyományos dobmalomok, golyósmalmok segítségével állították elő, de alacsony hatásfokuk miatt egy nagyobb energiasűrűségű malomra volt szükség. A megoldást a golyós keverőmalom jelentette. Az őrlés hatásfoka nőtt, de a nagy energiaigény, a száraz őrléskor tapasztalható anyagbetapadás és magas hőmérséklet továbbra is problémát jelent. Az utóbbi években hazai és külföldi kutatók, a malmok folyamatos fejlesztése mellett, nagy hangsúlyt fektettek a malmokban lejátszódó folyamatok kutatására. Az őrlési modellek megalkotásával az őrlési paraméterek optimalizálhatóvá váltak, melynek köszönhetően csökkenthető a fajlagos őrlési energiaszükséglet. Az optimalizálás során figyelembe kell venni a malom geometriáját, az őrlőtestek tulajdonságait, a malom üzemeltetés paramétereit, és az őrlést segítő anyagok használatát is.

Dolgozatom témája, a mészkeő száraz keverőmalmi őrlése a termék-finomságváltozásának vizsgálata, a rotor kerületi sebesség és az őrlési idő függvényében. A vizsgálatokat a Nyersanyagelőkészítési és Környezeti Eljárástechnikai Intézet, Finomörlő és Osztályozó Laboratóriumában található golyós keverőmalommal végeztem.

2. SZAKIRODALMI ÁTTEKINTÉS

2.1. A keverőmalom rövid története

Az első, keverőmalmot 1928-ban építették, mely *Klein* és *Szegvári* nevéhez fűződik. Az azonos hosszúságú és átmérőjű őrlőtérbe egy centrálisan bevezetett tengelyre voltak az őrlőtárcsák rögzítve. A malom lassú járású volt és vertikális pozícióban működtették. Őrlőtestként kavicskeveréket használtak. 1950-ben *Szegvári* egy továbbfejlesztett, nagyobb kerületi sebességű és megváltozott geometriájú (kisebb átmérő, nagyobb malomhossz) keverőmalmot tervezett. *Hochberg* és *Bosse* építette meg 1958-ban azt a nagy kerületi sebességű tömött keverőtárcsás malmot, amely leginkább hasonlított a napjainkban épített keverőmalmokra [2]. Akkoriban ezt a berendezést festék pigmentek előállítására alkalmazták, és *homokmalom*nak hívták mivel őrlőtestként Ottawa-homokot alkalmaztak [2]. A kerámia ipar fejlődésének köszönhetően ma már rendelkezésre állnak a gömb alakú nagy keménységű, kerámia őrlőtesteket így elsősorban ezeket alkalmazzák. A keverőmalmok általában 6 - 20 m/s kerületi sebességgel üzemelnek, a kisebb sebességű ($v_k \leq 6$ m/s) keverőmalmokat attritoroknak is szokás nevezni [4]. A kialakításuk alapján három csoportba sorolhatjuk a berendezéseket: tárcsás, pálcás, és gyűrűsrés keverőmalom (1. ábra).



1. ábra: Keverőmalmok kialakítása
(forrás: Kwade [7])

A legegyszerűbb kialakítású a tárcsás keverő [4]. A különböző formájú tárcsákon általában lyukak vagy nyílások találhatók. A legnagyobb energiasűrűség a gyűrűs rés keverőmalommal érhető el. A gyűrűs rés mérete kicsi, általában 4-10 szerese az őrlőgolyók átmérőjének. Működhetnek nedves vagy száraz üzemben szakaszosan vagy folyamatosan. Üzemelhetnek függőlegesen vagy vízszintes pozícióban.

2.1. Finomórlés alapjai

Az őrlés különböző igénybevételek hatására bekövetkező aprózódás, melynek közvetlenül érzékelhető eredménye a szemcseméret csökkenés. A finomórlés során azonban anyagi változások és jelenségek is megfigyelhetők, melyek jelentősen befolyásolják a termék tulajdonságait. Az igénybevételek hatására törés következik be, ha a testben legalább egy helyen a külső terhelés okozta feszültségek elérik a molekuláris szakítószilárdságot [1]. A molekuláris szakítószilárdságot az alábbi képlet (Smekal, 1937) írja le:

$$\sigma_{\text{mol}} = \sqrt{E \frac{e}{r_0}} \quad (1)$$

ahol: E = rugalmassági modulus

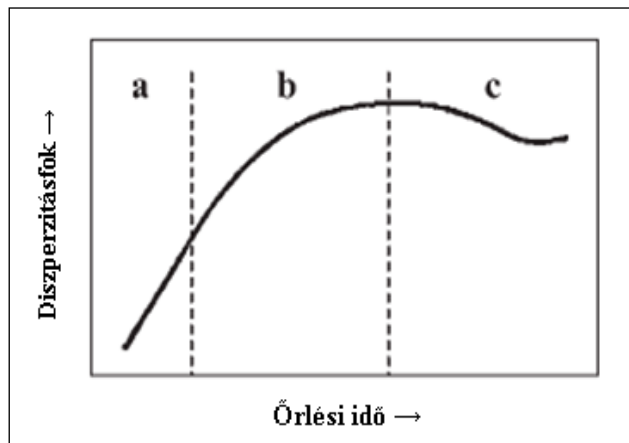
e = fajlagos felületi energia

r_0 = a molekuláris kötőerő hatótávolsága.

Fontos megjegyeznünk, hogy a fenti képlet az elméleti szakítószilárdságot írja le, amely két-három nagyságrenddel nagyobb, mint a gyakorlati. Az aprító és őrlőgépek a σ_{mol} feszültséget ideális kristályok esetén nem képesek előidézni, de az anyagok szerkezetében mindig találhatók hibák melyek csökkentik a szilárdságot. Repedések, zárványok, üregek lehetnek bennük, illetve rácshibák is adódhatnak (vakancia, diszlokáció, idegen atomok, ionok beékelődése a rácdba). A testre ható feszültség a repedés csúcsokra koncentrálódik, így azt lehet mondani, hogy a feszültség eloszlása egy testben a hibahelyek miatt inhomogén. Juhász és Opoczky [3] szerint a törési energia valójában jóval nagyobb, mint a felületi szabad energia. Az energiatöbblet egy része a plasztikus deformációra fordítódik másik része a törés pillanatában hővé alakul.

„Általános megfogalmazásban az őrlést a kristályos szilárd testek kötési energiájával szemben végzett munkának foghatjuk fel, kötési energián értve azt az energiát, melyet elméletileg akkor végzünk, amikor a diszperz rendszer atomjait (ionjait) környezetükből kiemelve egymástól elvileg végtelen távolságra visszük.”(Opoczky L., Juhász A.-Mechanokémia és agglomeráció, Építőanyag 55. évf. 2003. 3. szám)

A finomörlés során lejátszódó mechanokémiai folyamatokat szintén *Juhász és Opoczky* [3] foglalta össze (2. ábra). Az örlés megindulásakor az anyag gyorsan finomodik, a befektetett munka arányos a létrejövő új felülettel. Ebben a szakaszban (a = Rittinger - szakasz) a részecskék kölcsönhatása elhanyagolható. Az örlés előrehaladtával nő a diszperzitásfok, és csökken a szemcsékben lévő hibahelyek száma, melynek köszönhetően a törési szilárdság nő. Ekkor kezdenek a részecskék az örlőtestekre, a malom falára, és egymáshoz tapadni, amely a száraz keverőmalmi örlés legnagyobb problémája (b = aggregációs - szakasz) [3]. Az örlési idő növelésével a diszperzitásfok eléri a maximumot, majd csökkenni kezd, ami a szemcsék agglomerációjának tudható be (c = agglomerációs-szakasz). Ebben a fázisban az örlésre fordított energia és a diszperzitásfok közötti arányosság megszűnik [3]. A fellépő jelenségeket a részecskék közötti kölcsönhatások okozzák. Az aggregáció a van der Waals féle adhéziós erő miatt lép fel és a szemcsék gyenge összetapadását okozza. Ez a jelenség viszonylag rövid idő után már tapasztalható. Az agglomeráció vagy más néven összekristályosodás, összehegedés, a részecskék igen erős irreverzibilis összetapadása melyben kémiai kötések is szerepet játszanak [3]. Ez a jelenség a hosszabb örlési folyamat során lép fel és a termék tulajdonságait kedvezőtlenül befolyásolja.



2. ábra: A diszperzitásfok változása az idővel
(Forrás: Juhász A. Z. és Opoczky L, [3])

A finomörlés során tapasztalható folyamatokat további elsődleges és másodlagos folyamatként csoportosíthatjuk [3]:

elsődleges folyamatok,

- a rendszer szabad energiája és reakcióképessége is nő
- deformáció, törés, töréskör létrejövő hő
- deformáció hatására létrejövő rácshibák figyelhetőek meg,

másodlagos folyamatok,

- csökken a rendszer szabad energiája
- diszperz rendszer durvulása, agglomeráció.

2.3. A száraz keverőmalmi őrlést befolyásoló tényezők

A befolyásoló tényezőket az alábbiak szerint csoportosíthatjuk [5]:

1. malom geometria
 - L/D arány
 - keverőtárcsák alakja és mérete
2. üzemeltetési mód
 - szakaszos vagy folyamatos
 - vízszintes vagy függőleges
3. üzemeltetési paraméterek
 - rotor kerületi sebessége
 - anyag töltési foka
 - őrlőtest töltési foka
 - őrlési idő
4. őrlőtestek
 - az őrlőtestek anyaga, sűrűsége
 - méretük, méret-eloszlásuk
5. őrlést segítő anyag
 - adagolás módja (csepegtetés, porlasztás)
 - adagolása (m/m %, v/v %).

1. Malom geometria

A keverőmalmok tervezésénél figyelembe kell venni, hogy a keverőtárcsa és a malom fala közötti távolság minimum a legnagyobb őrlőtest átmérőjének ötszöröse legyen [8], vagyis az őrlőtest maximális méretét a malom geometria határozza meg.

2. Üzemeltetési mód

Egyes szakirodalmak szerint [7] a vízszintes üzemeltetés egyenletesebb eloszlású energiasűrűséget idéz elő, mint a függőleges. A folyamatos üzemeltetés kedvezőbb a betapadás szempontjából, mivel a finom szemcséket el lehet vezetni a malomból.

3. Rotor kerületi sebessége

A rotor kerületi sebessége határozza meg az őrlőtestek mozgási energiáját, amely alapvetően befolyásolja a végtermék tulajdonságait. Alacsony fordulatszám esetén nem jön létre a szükséges kinetikus energia a szemcsék töréséhez, túl nagy fordulatszám esetén pedig jelentős melegedés figyelhető meg [5]. A hőmérséklet emelkedése növeli a betapadás mértékét. A rotor kerületi sebességének beállításakor figyelembe kell venni az őrlőtestek méretét. A kisebb átmérőjű őrlőtesteknek nagyobb energiára van szükségük hogy, a törés létrejöjjön.

4. Töltési fokok

A keverőmalmokat általában 50 - 80 % őrlőtest töltési fokkal üzemeltetik [5]. A feladott anyag töltési foka 60 – 100% között optimális.

5. Őrlési idő

Az őrlés kezdetén az anyagban lévő hibahelyek száma nagy, az anyag gyorsan finomodik, a fajlagos energia szükséglet alacsony. A finom szemcsék keletkezésével a hibahelyek száma csökken, a töréshez már több energiára van szükség. Egy idő után szemcsék hibahely mentessé válnak, ekkor már a törés kizárható, így az igénybevételek hatására az anyag plasztikus deformációt szenved. A létrejött új törési felületek kémiai szempontból igen aktívak, ezért adszorpciós és más kémia reakciók mennek végbe, az anyag felületi szabad energiája csökken [3]. A felületi feszültséget felületaktív anyagok alkalmazásával lehet csökkenteni, ezáltal kedvezőbb az őrléshez szükséges energiafelhasználás.

6. Az őrlőtestek tulajdonságai

Egy meghatározott tulajdonságú termék előállításához megfelelő őrlőtestekre van szükség. Az őrlőtestek kiválasztásakor figyelembe kell venni az átmérőt és a keménységet. *Mankosa* [6] kutatásai azt bizonyítják, hogy a termék és a fajlagos energia közötti összefüggést az őrlőtestek geometriai, és fizikai tulajdonságai határozzák meg. A kisebb méretű őrlőgolyók nagyobb igénybevételi számot eredményeznek, azonban túl kis átmérő ($d < 200 \mu$) választása esetén, alacsony igénybevételi intenzitás fogunk tapasztalni [2]. A fajlagos őrlési energiaszükséglet minimalizáláshoz tehát elengedhetetlen a megfelelő tulajdonságokkal rendelkező őrlőtest. Átmérőjük általában 0,2-3 mm-es tartományban mozog (3. ábra).



3. ábra: Különböző átmérőjű kerámia őrlőtestek
(forrás: internet)

Az őrlőtestek keménysége a kopás szempontjából fontos. Mivel az őrlés során az őrlőgolyók is kopnak, figyelembe kell venni, hogy mennyire szennyezik az anyagot. Napjainkban leginkább elterjedtek a kerámiából (Al_2O_3 , ZrO_2) készült golyók, de anyaguk lehet üveg vagy acél is. A kerámia őrlőtestek előnye, hogy nagy keménységűek és inertek. A gyártók többféle sűrűségben állítanak elő őrlőtesteket, így az őrlés szempontjából lehetőségünk van a legalkalmasabbat kiválasztani. Bizonyos esetekben őrlőtestként a feladott anyag durvább szemcséi is szolgálhatnak (autogén keverőmalmok).

2.4. A keverőmalomban kialakuló igénybevételek

Ahogy azt már korábban említettem a gazdaságos őrlési eljárásokhoz a malomban lejátszódó folyamatokat ismernünk kell. *Rácz*, szakmai folyóiratokban megjelent cikkeit tanulmányozva [10, 5], illetve a bennük található hivatkozások alapján *Kwade* és *szerzőtársai* [7, 12] szerint az őrlési folyamatokat két modell segítségével írhatjuk le. A malomra vonatkoztatott igénybevételi modell a malom paramétereit veszi figyelembe, a termékre vonatkoztatott igénybevételi modell, a feladott szemcsék tulajdonságait veszi alapul. Az őrlemény finomságát két fő tényező határozza meg: a malomban kialakuló igénybevételek száma és intenzitása.

2.4.1. Termékre vonatkoztatott igénybevételi modell

Az anyag törési tulajdonságai alapján két őrlési módot különböztetünk meg [12]:

- agglomerátumok dezagglomerálása és sejtek dezintegrálása
- kristályos anyagok őrlése.

A termék minősége szempontjából az agglomerátumok vagy sejtek esetén szintén két állapot különböztethető meg:

- az agglomerátum még nem tört szét, illetve a sejt sértetlen
- az agglomerátum dezagglomerálódott, illetve a sejt dezintegrálódott.

A kristályos anyagok őrlése esetén a szemcsék az őrlőtestek között nyomás hatására törnek, így nagyobb igénybevételi intenzitásra van szükség [12].

2.4.1.1. Igénybevételek száma

Az igénybevételek számát szakaszos őrléskor az alábbi képlet segítségével határozhatjuk meg [12]:

$$SN = \frac{N_c \cdot P_s}{N_p} \quad (2)$$

ahol: N_c = az őrlőtestek ütközésének száma

P_s = a szemcse befogódásának és törésének valószínűsége

N_p = a feladásban lévő szemcsék száma.

Az őrlőtestek ütközési számát a következő összefüggés segítségével becsülhetjük meg:

$$N_c = n \cdot t \cdot N_{GM} = n \cdot t \cdot \frac{V_{GC} \cdot \phi_{GM} \cdot (1-\varepsilon)}{\frac{\pi}{6} \cdot d_{GM}^3} \quad (3)$$

ahol: n = a keverő fordulatszáma [1/s]

t = az őrlési idő [s]

V_{GC} = az őrlőtégely térfogata [m³]

ϕ_{GM} = az őrlőtest töltési foka [-]

ε = az őrlőtestek halmaz porozitása [-]

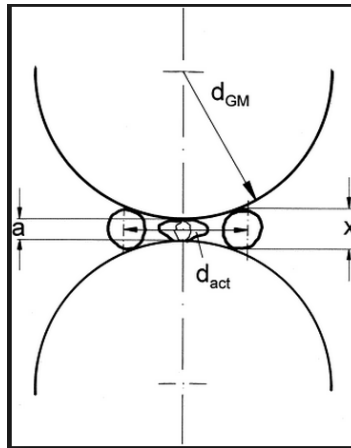
d_{GM} = az őrlőtest átmérője [m]

N_{GM} = az őrlőtestek száma az őrlőtérben.

A fent leírt összefüggés csak addig érvényes, amíg a keverő sebességének növelése, az őrlőtestek számának változása, és más paraméterek nem változtatják meg jelentősen az őrlőtestek mozgásának módját [12]. *Kwade* szerint a töltési fok növelésével az ütközések száma hatványozottan nő.

A szemcsék befogódásának és törésének valószínűsége az őrlőtestek felületével arányos, mivel az őrlőtestek között fellépő nyíróerők már elegendőek lehetnek a dezagglomeráláshoz vagy a dezintegráláshoz [11]:

$$P_s = d_{GM}^2 \quad (4)$$



4. ábra: Aktív térfogat két őrlőtest között
(forrás: A. Kwade [12])

Kristályos anyagok őrlése esetén a szemcsék befogásának valószínűsége a két őrlőtest közötti aktív térfogattal arányos. Az aktív térfogat az őrlőtestek átmérőjével arányos (4. ábra):

$$P_s = d_{GM} \quad (5)$$

A feladásban lévő szemcsék száma arányos a feladás teljes térfogatával:

$$N_p = V_{p,tot} = V_{G,C} \cdot \{1 - \phi_{GM} \cdot (1 - \epsilon)\} \cdot c_v \quad (6)$$

ahol: c_v = a feladott szuszpenzió térfogati koncentrációja.

2.4.1.2. Igénybevételi intenzitás

Az őrlőgolyók eltérő sebességgel mozognak az őrlőtérben ezért egymásnak ütköznek. Az ütközés során felszabaduló energia fordítható őrlésre. A malomfal közelében az őrlőtestek centrifugális mozgása miatt a szemcsék nyomó igénybevételnek vannak kitéve. A fentiek alapján tehát a keverőmalmokban kialakuló intenzitás az őrlőtestek kinetikus energiájával jellemezhető. Kwade [8] feltételezése szerint, a kinetikus energiát, vagyis az intenzitást az őrlőtestek mérete (d_{GM}), az őrlőtestek sűrűsége (ρ_{GM}) és a keverőtárcsák kerületi sebessége (v_t) határozza meg:

$$SI_{GM} = d_{GM}^3 \cdot \rho_{GM} \cdot v_t^2 \quad (7)$$

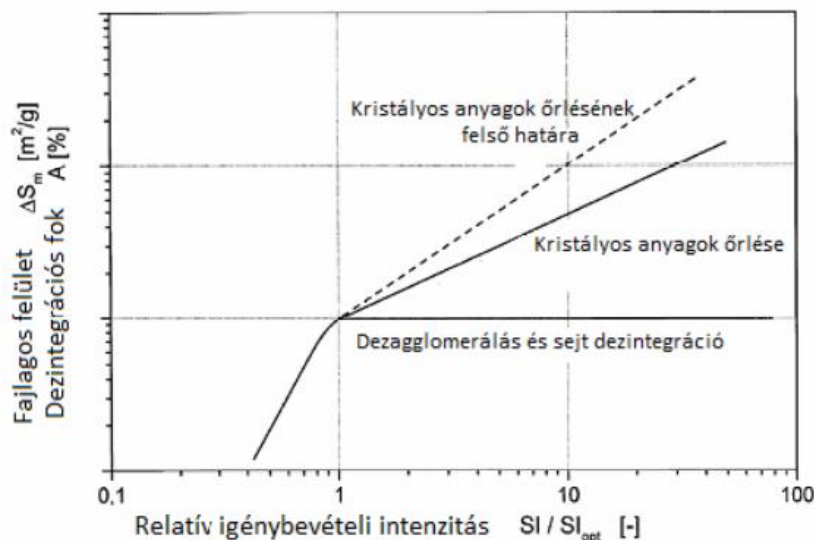
Ez az arányosság abban az esetben áll fenn, ha az őrlésre szánt anyag rugalmassága jóval kisebb, mint az őrlőtesté [5]. Ha az anyag keménysége azonos vagy nagyobb, mint az őrlőgolyóké, akkor az intenzitás számításakor ezt figyelembe kell venni:

$$SI_P = d_{GM}^3 \cdot \rho_{GM} \cdot v_t^2 \left\{ 1 + \frac{El_p}{El_{GM}} \right\} \quad (8)$$

ahol: El_p = a szemcsék rugalmassági modulusa

El_{GM} = az őrlőtestek rugalmassági modulusa.

A gazdaságos őrlési folyamatok megvalósításához az intenzitást befolyásoló paramétereket úgy kell meghatároznunk, hogy az intenzitás optimális értéket vegyen fel. Ha ez az érték alacsonyabb optimálisnál, akkor a termék fajlagos felülete az intenzitás növelésével növekszik (5. ábra).



5. ábra: Az igénybevételi intenzitás és a fajlagos felület kapcsolata
(Forrás: Kwade [12])

Ha az intenzitás nagyobb az optimálisnál, az agglomerátumok és a sejtek fajlagos felülete már nem nő, mert a sejtek dezintegrálódtak, illetve az agglomerátumok szétestek. Kristályos anyagok esetén az intenzitás növelésével a fajlagos felület tovább növekszik, de már kisebb mértékben, az optimálisnál kisebb energiafelhasználás miatt [5].

2.4.2. Malomra vonatkoztatott igénybevételi modell

A malmok őrlési tulajdonságát az alábbi paraméterek határozzák meg:

- időegység alatt bekövetkező igénybevételek száma vagy más néven igénybevételi frekvencia (SF_M)
- szemcsékre ható igénybevételi energia (SE).

Az igénybevételek teljes számát az igénybevételi frekvencia és az őrlési idő szorzata adja:

$$SN_m = SF_m \cdot t$$

Az igénybevételi energia, az egy vagy több szemcsének átadott energia. A malom által felvett energia nagyobb, mint a termékre vonatkoztatott energia a veszteségek miatt:

$$E_{m,p} = v_E \cdot E_{m,M}$$

ahol: $E_{m,p}$ = a szemcsének átadott fajlagos energia

v_E = energiaátadási tényező

$E_{m,M}$ = a malom teljes fajlagos energiafelhasználása.

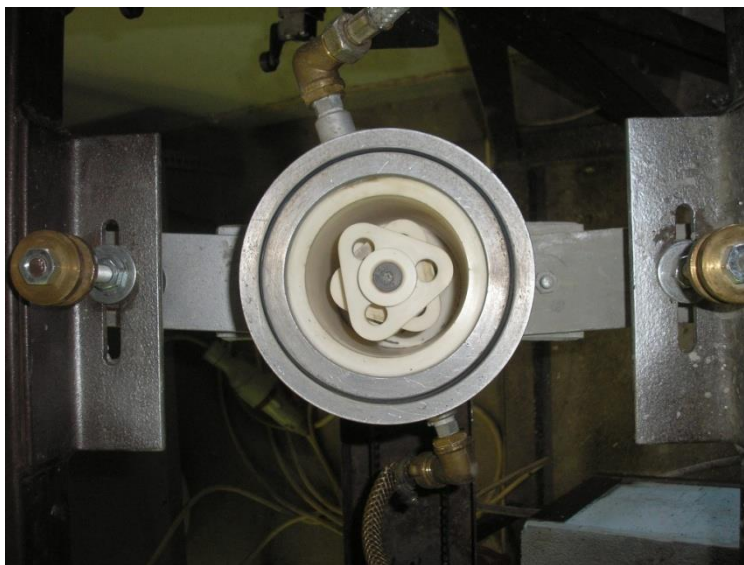
Az energiaveszteség az alábbi okokra vezethető vissza [7]:

- az őrlógolyók deformálódása és kopása
- két őrlőtest ütközése szemcse befogódása nélkül
- súrlódások miatt az energia hővé alakul.

3. VIZSGÁLATOK BEMUTATÁSA

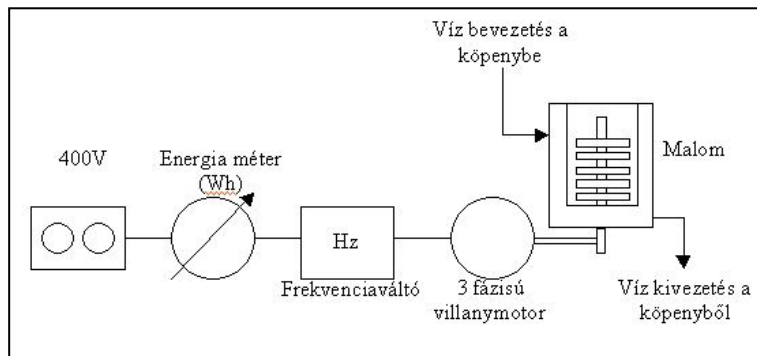
3.1. Alkalmazott berendezések

Az őrlési folyamatokat a Nyersanyagelőkészítési és Környezeti Eljárástechnikai Intézet, Finomőrlő és Osztályozó Laboratóriumában található egyedi tervezésű és egyéni építésű golyós keverőmalommal végeztem (6. ábra). A malom belső fala nagy keménységű kerámiából készült. A centrálisan bevezetett tengelyen 5 db., 35mm sugarú, szintén kerámiából készült őrlőtárcsa található. A malom köpenyhűtéssel rendelkezik, a hűtőközeg víz. Az őrlőtér hasznos térfogata 530 cm^3 , az őrlőtest töltési fok 50 - 80 %.



6. ábra: Golyós keverőmalom

A hajtómotor fordulatszáma egy frekvenciaváltó segítségével változtatható, mely közvetlenül a rotort hajtja. A malom működése közben felvett áramot egy Carlo Gavazzi 70 típusú energiaméter segítségével mérhetjük. A malom üzemeltetési rendszere az alábbi ábrán látható.

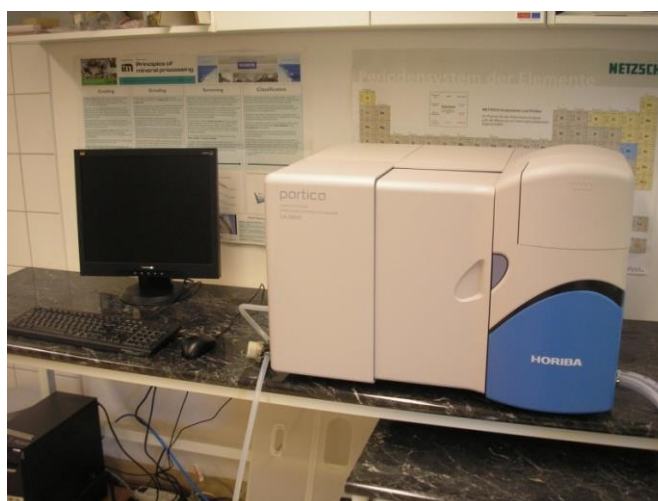


7. ábra: A malom üzemeltetési rendszere

Megnevezés	Mérték, Mértékegység
Malom hasznos hossza, L	0,134 m
Malom belső átmérője (örlőtér átmérő), D	0,082 m
Malomhossz-malomátmérő arány, L/D	1,63
Hasznos malomtérfogat, V_m	5,3 10^{-4} m ³
Keverőtárcsák száma, z	5 db
Keverőtárcsák átmérője, d_k	0,07 m
Malomátmérő és keverőtárcsa átmérő egymáshoz viszonyított aránya, D/d_k	1,17
Keverőtárcsák szélessége, w_k	0,010 m
Keverőtárcsák közötti távolság, s_k	0,013 m

I. táblázat: Malom geometriai adatok

A mérések szempontjából az egyik legfontosabb anyagtulajdonság a szemcseméret-eloszlás. Az őrlemények eloszlását Horiba LA-950V2 lézeres szemcsenagyság-elemzővel vizsgáltam (8. ábra). A lézeres szemcseméret elemző berendezések lézersugár-elhajlason alapuló spektrométerek. A vizsgálandó anyag valamilyen közeg által (általában desztillált víz) kering és halad át egy mérőcellán. A szemcsét érő fénysugár elhajlási szöge a szemcse méretével fordítottan arányos, erőssége pedig gyakoriságával hozható összefüggésbe. A fénysugarakat detektorok érzékelik, melyek egy számítógéppel vannak kapcsolatban.



8. ábra: Horiba LA-950V2 típusú lézeres szemcsenagyság-elemző

A Horiba LA-950V2 lézeres szemcsenagyság-elemző a Mie elmélet szerint határozza meg a szemcsék eloszlását, mely figyelembe veszi az anyag fénytörési indexét is. A géppel mérhető

tartomány 10 nm-től 3 mm-ig terjed. A lehető legpontosabb mérés érdekében az anyag diszpergálása ultrahanggal és adott esetben kis mennyiségű nátrium-profoszfát diszpergálószer adagolásával biztosítható.

3.2. Minta előkészítés

A keverőmalmi őrléseket a gondos minta előkészítés előzte meg. A felhasznált anyag osztályozott Mexikó - völgyi bányából származó mészkő volt. A kb. 5 mm maximális szemcseméretű anyagot bolygó malomban őrltem, majd az őrleményt szárazon 160 µm - es szitával osztályoztam. A durvább frakciót újra feladtam a bolygó malomba, a finomabb frakciót pedig tovább osztályoztam ezúttal nedvesen 106 µm - es szita segítségével. A szárítás után kapott 106 - 160 µm - es frakciót őrltem tovább az előzőekben bemutatott golyós keverőmalomban. A frakcionálás oka, hogy a finom szemcséket leválasszuk a rendszerből, késleltetve ezzel az anyag aggregációját és agglomerációját.

3.3. Mérés menete

Az őrlés megkezdése előtt az őrlőtest és az anyag tömegét kellett meghatároznom az adott töltési fok függvényében. Jelen esetben az őrlőtest töltési foka 60 %, az anyag töltési foka 50 % melynek kijelölése Rácz (2012) korábbi munkája alapján történt. A töltési fokokat a Z 0,4-0,6 mm-es őrlőtest típus esetén az alábbiak szerint számítottam:

$$V_{\text{malom}} = 530 \text{ cm}^3$$

$$\phi_{\text{őrlőtest}} = 0,6$$

$$\rho_{\text{halmaz őrlőtest}} = 2,286 \text{ g/cm}^3$$

$$m_{\text{őrlőtest}} = V_{\text{malom}} \cdot \phi_{\text{őrlőtest}} \cdot \rho_{\text{halmaz}} = 530 \cdot 0,6 \cdot 2,286 = 726,95 \text{ g}$$

$$\epsilon_{\text{őrlőtest}} = 0,3984$$

$$\phi_{\text{anyag}} = 0,5$$

$$\rho_{\text{halmaz anyag}} = 1,22 \text{ g/cm}^3$$

$$m_{\text{anyag}} = V_{\text{malom}} \cdot \phi_{\text{őrlőtest}} \cdot \epsilon_{\text{őrlőtest}} \cdot \phi_{\text{anyag}} \cdot \rho_{\text{halmaz anyag}} = 530 \cdot 0,6 \cdot 0,3984 \cdot 0,5 \cdot 1,22 = 77,29 \text{ g}$$

A további őrlőtesthez tartozó töltési fok mennyiségeket a II táblázat tartalmazza.

Őrlőtest típus	$\rho_{\text{h őrlőtest}}$ [g/cm ³]	$\epsilon_{\text{őrlőtest}}$ [%]	ϕ_{malom}	Feladás [mm]	$\rho_{\text{h anyag}}$ [g/cm ³]	ϕ_{anyag}	$m_{\text{őrlőtest}}$ [g]	m_{anyag} [g]
Z 0,8-1	2,275	40,13	0,6	106-160	1,22	0,5	723,45	77,85
Z 0,6-0,8	2,28	40					725,04	77,59
Z 0,4-0,6	2,286	39,84					726,95	77,29
ZY 0,6-0,8	3,752	37,47					1193,14	72,68

II táblázat: A különböző őrlőtest típusokhoz tartozó töltési fokok

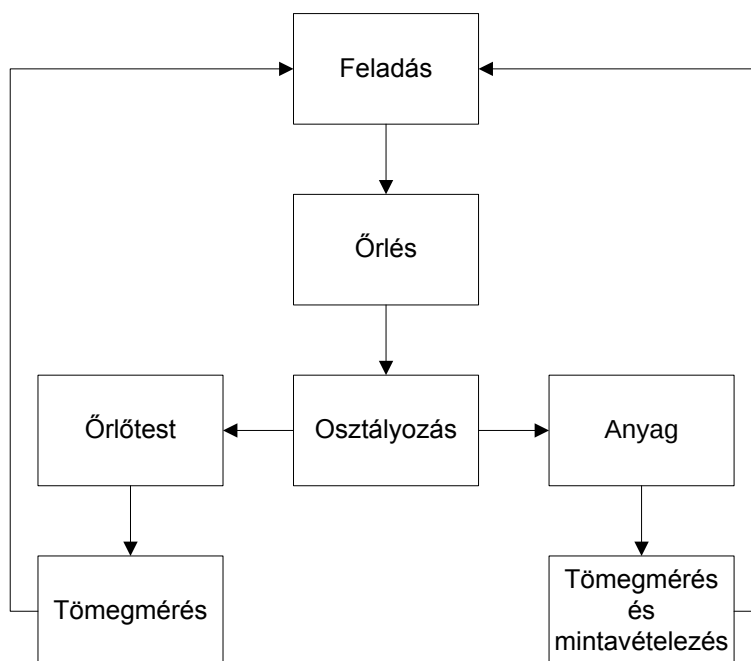
A „Z” típusú őrlőtestek kémia összetétele 67,5% ZrO_2 , 27,5 % SiO_2 , és 5% egyéb alkotókból áll. Az anyag sűrűsége $3,8 \text{ g/cm}^3$, a halmaz sűrűsége $2,286 \text{ g/cm}^3$. A „ZY” típusú őrlőtestek kémiai összetétele 94,7 % ZrO_2 , 5,1 % Y_2O_3 és 0,2 % egyéb alkotókból áll. Az anyag sűrűsége $6,06 \text{ g/cm}^3$, a halmaz sűrűsége $3,752 \text{ g/cm}^3$.

A malom üzemeltetési rendszerének összeállítása után (7. ábra), meghatározott paraméter beállítások mellett következtek az őrlési kísérletek. A feladott anyag minden őrlési kísérletnél $106\text{-}160 \text{ }\mu\text{m}$ frakciójú mészke volt, melyet egy adott őrlőtest típust alkalmazva, változó rotor kerületi sebességgel, őrlőtem maximum 8 percig. Nagyobb fordulatszám esetén, néhány perc őrlés után, az anyag betapadás olyan nagymértékű volt ($> 50 \%$), hogy az őrlést nem folytattam tovább. A változó és állandó paramétereket a III. táblázat tartalmazza.

Mérés sorszáma	$V_{\text{kerületi}}$ [m/s]	Frakció [μm]	$d_{\text{őrlőtest}}$ [mm]	$t_{\text{őrlési}}$ [min]
I/1	2	106-160	Z 0,4-0,6	0,5; 1; 2; 3; 5; 8;
I/2	4			
I/3	6			
I/4	8			
I/5	10			

III. táblázat: Paraméterek

A mérési folyamat legfontosabb fázisa a mintavétel és a tömegmérés. Egy-egy őrlési folyamatot mintavételekkel szakítottam meg, melyeket rendre 0,5; 1; 2; 3; 5 és 8 perc elteltével végeztem. Az adott időpontokban kiürítettem a malmot, majd az anyagot és az őrlőtesteket egy szita segítségével szétválasztottam. Megmértem a szabadon mozgó anyag, illetve az őrlőtestek tömegét, ezután mintát vettem a szabadon mozgó tömegből. A minta tömege általában 0,5-1 g közé esett. Ezután újra feladtam az anyagot és a leválasztott őrlőgolyókat (9. ábra). A mért tömegekből meg tudtam határozni, hogy hány gramm anyag tapadt az őrlőtestekre, illetve a malomba az adott t időpillanatban.

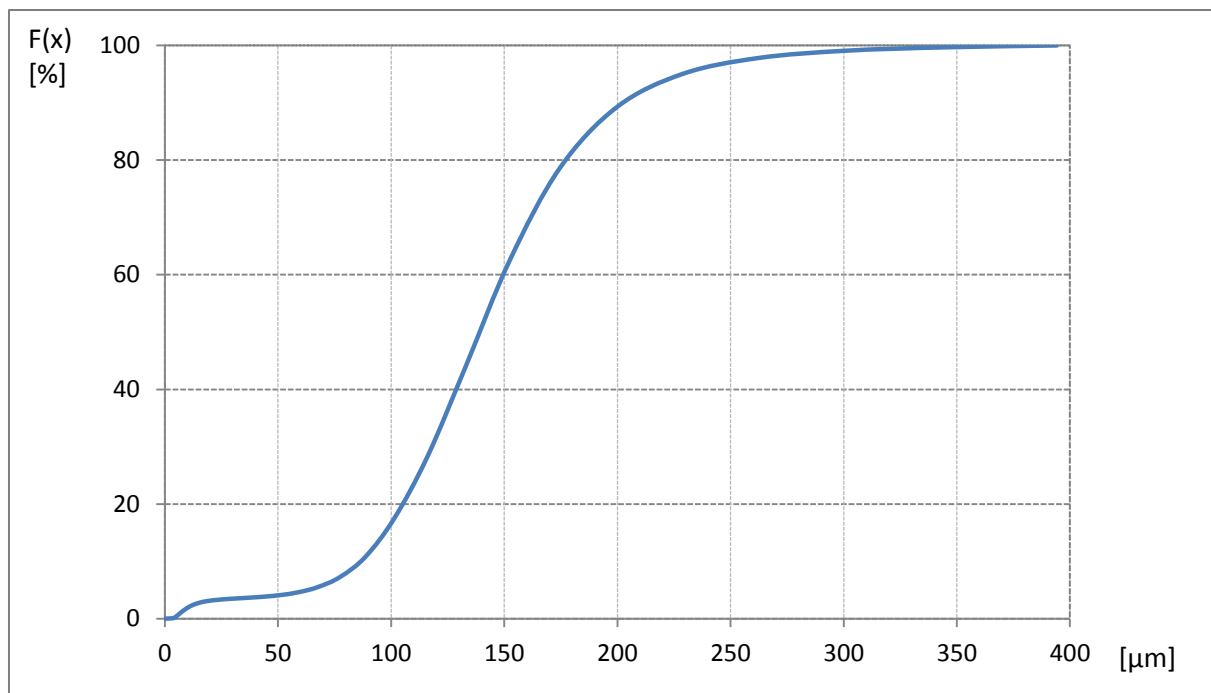


9. ábra: A mérés folyamatábrája

Az őrlési kísérletek végén - amely legfeljebb 8 percig vagy az 50 % - os anyag betapadásig tartott - a malmot és az őrlőgolyókat vízzel tisztítottam úgy, hogy a betapadt anyag ne vesszen el. Az így kapott minták eloszlásait lézeres szemcseméret-elemzővel vizsgáltam. Fontos megemlíteni, hogy a betapadt anyag feltételezésem szerint, már nem vesz részt az őrlésben, így az eloszlása időben állandónak tekinthető. Mivel ismertek a mintatömegek és az eloszlásaik, egy korrigált eloszlást lehet számítani, amely az adott mintavételi időpontban jellemezte az anyagot.

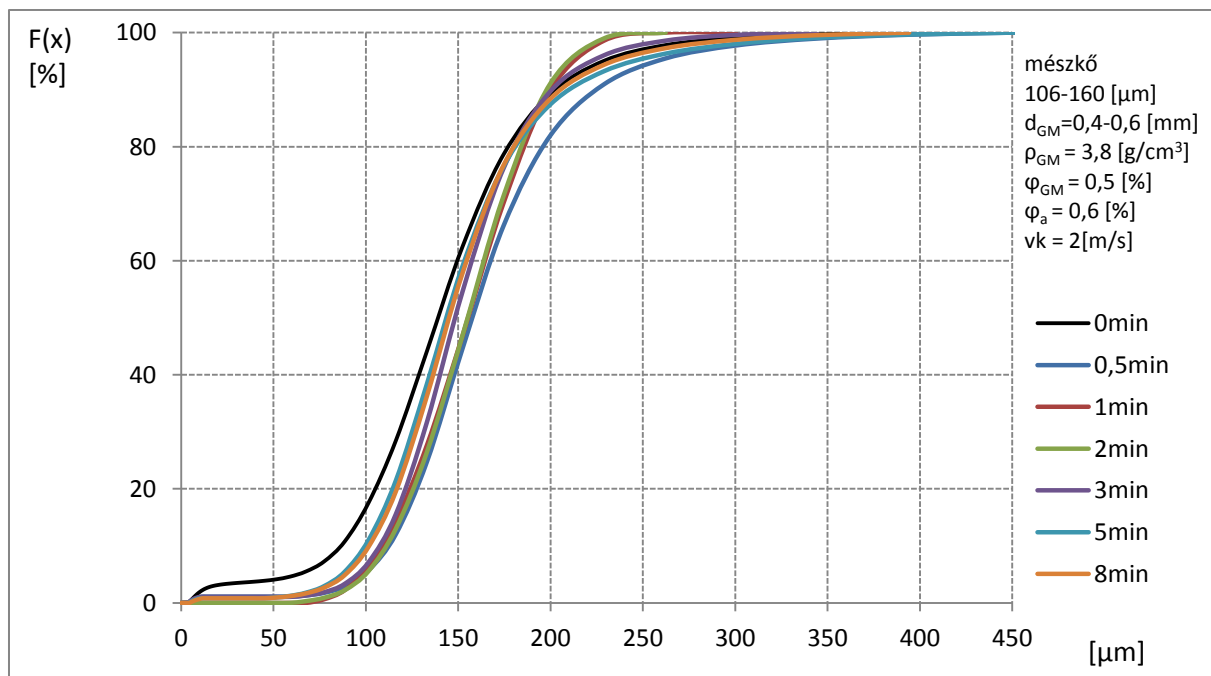
4. ADATOK KIÉRTÉKELÉSE

A feladott anyagot és a mintákat, a már említett Horiba LA-950V2 lézeres szemcsenagyság-elemzővel vizsgáltam. A vizsgálat során 1 perces ultrahangfürdőt és 50 g/l koncentrációjú nátrium-pirofoszfát diszpergáló szert alkalmaztam, hogy az összetapadt szemcsék diszpergálását elősegítsem. A részletesen bemutatott számításokhoz felhasznált adatokat, az I/1 mérési sorszámmal jelzett paraméter beállítások mellett kaptam. A kerületi sebesség 2 m/s, a feladott mészkő frakció 106-160 μm , az őrlőtest típusa Z 0,4-0,6 (III. táblázat). A feladott anyag eloszlása a 10. ábrán látható.



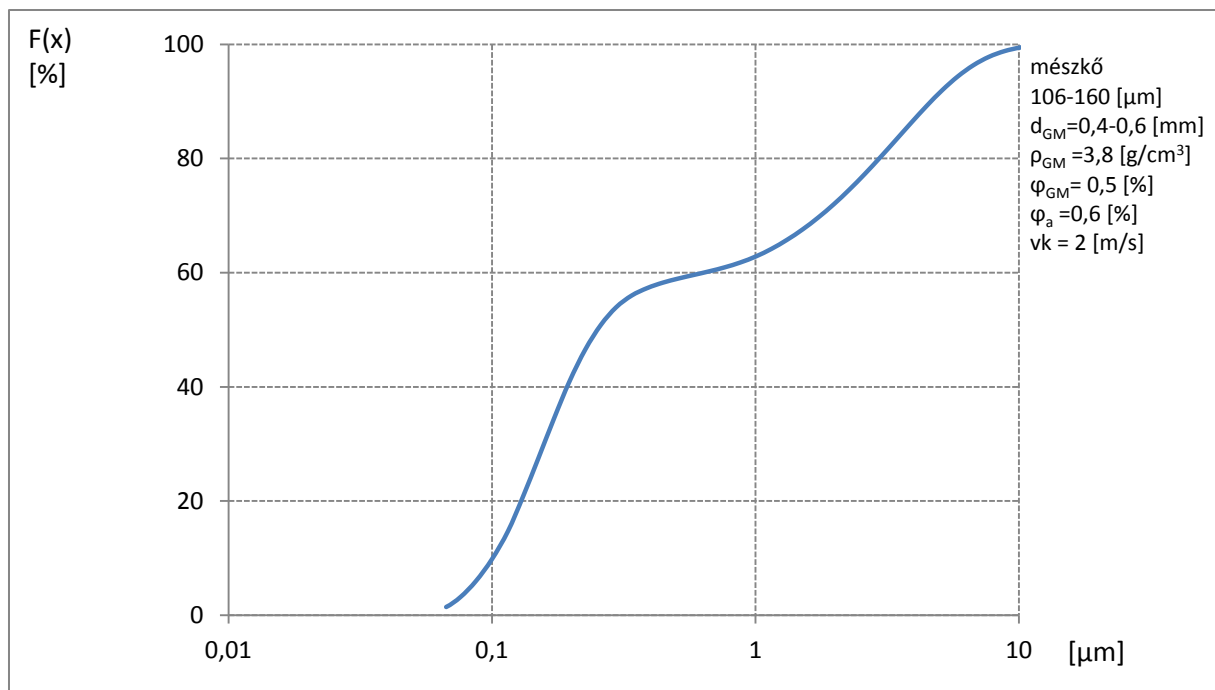
10. ábra: A feladott mészkő szemcseméret- eloszlása

Az eloszlásból látható, hogy a finom szemcsék jelentős hányadát sikerült leválasztani az anyagáramból. A következő lépésben az adott időpontokban a szabadon mozgó tömegből vett minták és a betapadt anyag eloszlásait mutatom be.



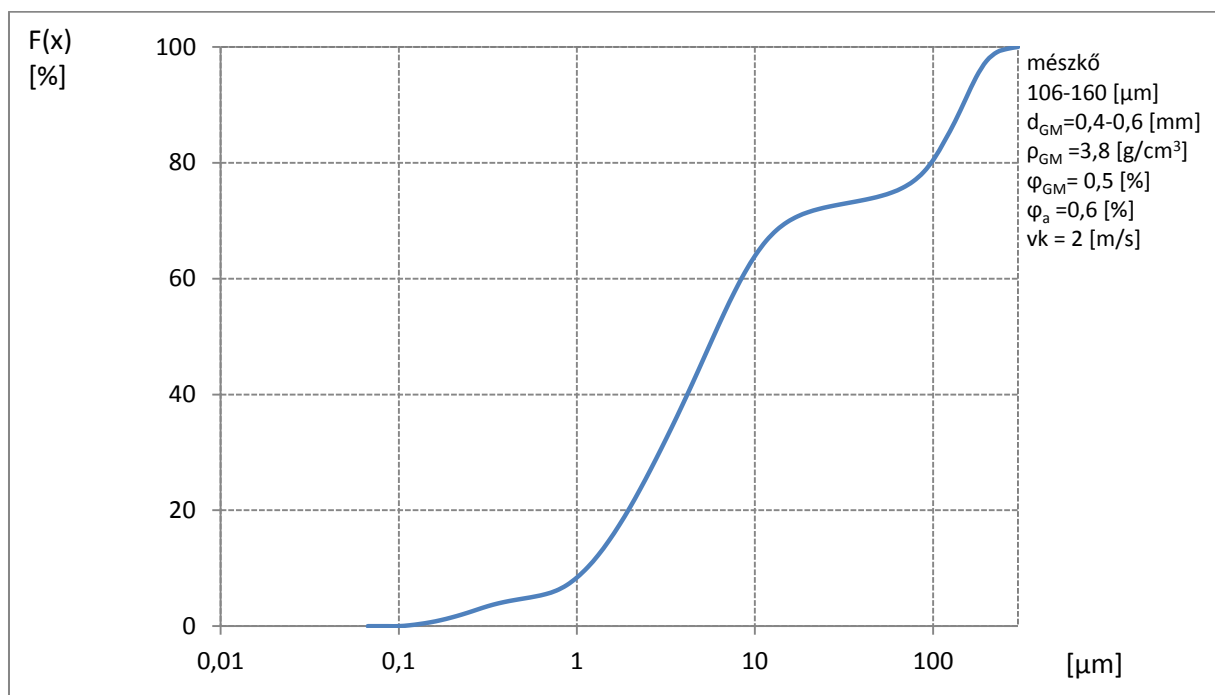
11. ábra: szabadon mozgó tömeg mért szemcseméret eloszlásai t időpontban (I/1)

Az alacsony kerületi sebesség ($v_k = 2$ m/s) miatt, az anyag láthatóan nem finomodott jelentősen a feladott anyag eloszlásához képest.



12. ábra: Az őrlőtestekre tapadt anyag eloszlása (I/I)

Az őrlőtestekre tapadt anyag nagy finomsággal rendelkezik. A görbén látható, hogy az anyag kb. 60 % - a 1 μm alatt van.



13. ábra: A malomba tapadt anyag eloszlása (I/I)

A malomba tapadt anyag már durvább eloszlású, de még így is jóval finomabb, mint a szabadon mozgó anyag eloszlása. A következő lépésben az előbb bemutatott szabadon mozgó anyag eloszlását korrigálom az őrlőtestekre és a malomba tapadt anyag eloszlásával.

A korrigált eloszlás tehát az adott t időpillanatban a malomban lévő anyag valódi eloszlása. A mért és a valódi eloszlás közötti különbség mértéke attól függ, hogy az őrlés során mekkora tömeg tapadt a malomba és az őrlőtestekre. Azonos őrlési idő és őrlőtest típus esetén, a területi sebességet növelve az anyag gyorsabban finomodik, vagyis a betapadt tömeg is nő.

Tömegek és tömeghányadok számítása

- a feladott anyag tömege = m_{af}
- a feladott őrlőtestek tömege = $m_{\delta f}$
- adott őrlési idő után (jelenleg 0,5min) az őrlőtestek tömege = Δm_{δ}
- a szabadon mozgó anyag tömege = m_{szm}
- az őrlőtestekre tapadt anyag tömege = $m_{\delta t}$
- a szabadon mozgó anyag tömege = m_{szm}
- a malomba tapadt anyag tömege = m_{mt}

$$m_{\delta t} = \Delta m_{\delta} - m_{\delta f}$$

$$m_{mt} = m_{af} - m_{szm} - m_{\delta t}$$

$$\% m_{\delta t} = \frac{m_{\delta t}}{m_{af}}$$

$$\% m_{mt} = \frac{m_{mt}}{m_{af}}$$

$$\% m_{szm} = \frac{m_{szm}}{m_{af}}$$

$$m_{\delta t} + m_{mt} + m_{szm} = 1$$

Az ismert tömeghányadokból és eloszlásokból, már meghatározható a korrigált eloszlás az alábbiak alapján:

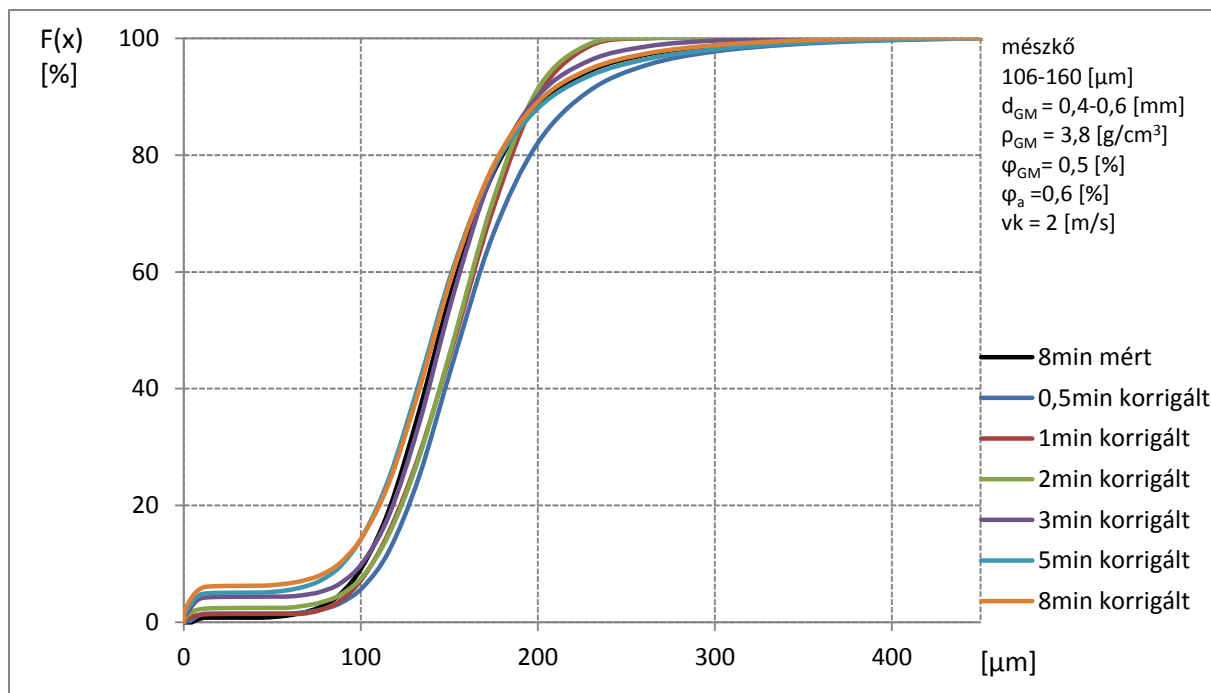
$$\Sigma \Delta m = \Delta m_i \cdot \frac{m_{\delta t}}{m_{af}} + \Delta m_j \cdot \frac{m_{mt}}{m_{af}} + \Delta m_k \cdot \frac{m_{szm}}{m_{af}}; i, j, k = 1 \dots n \quad (9)$$

ahol: m_i = az őrlőtestre tapadt anyag mért tömeghányadai

m_j = a malomba tapadt anyag mért tömeghányadai

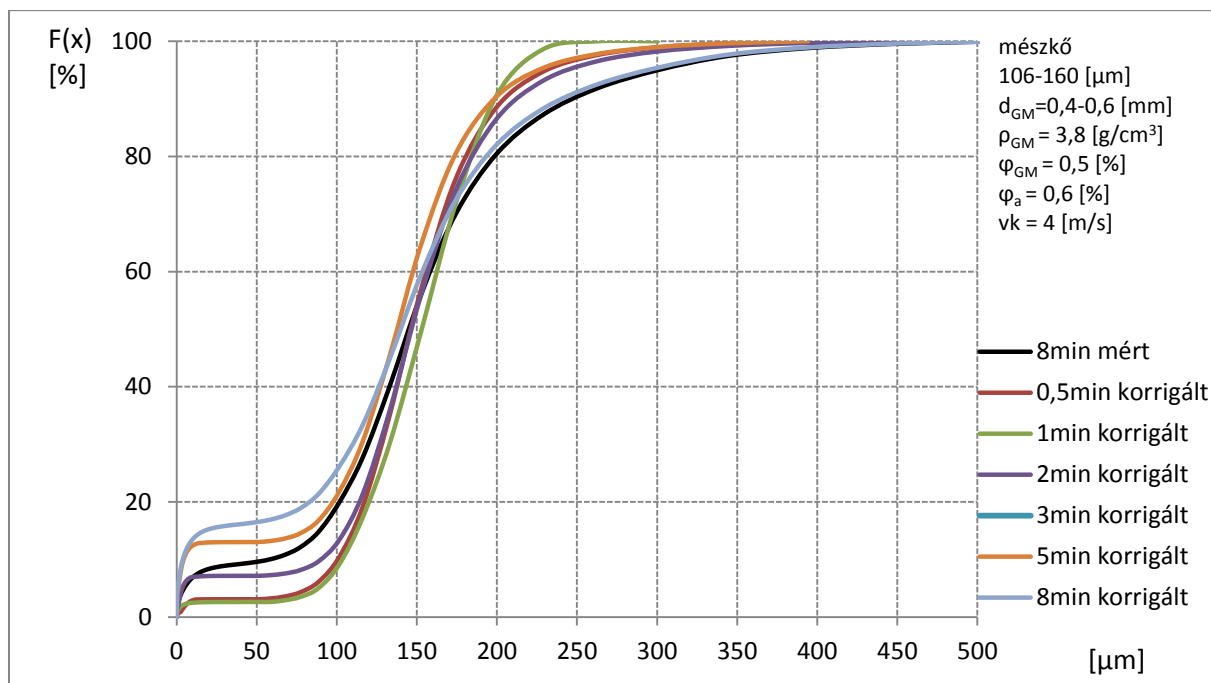
m_k = a szabadadon mozgó anyag mért tömeghányadai.

Ezek alapján a számított eloszlásokat a 14 - 18. ábrán ábrázoltam. Az korrigált eloszlások mellett minden ábrán egy referencia eloszlást is ábrázoltam, hogy az adatok közötti különbség jól látható legyen. A referencia eloszlás minden esetben, az adott területi sebességen 8 perc után mért szabadon mozgó anyag eloszlása (kivétel az I/5 mérési sorozat).



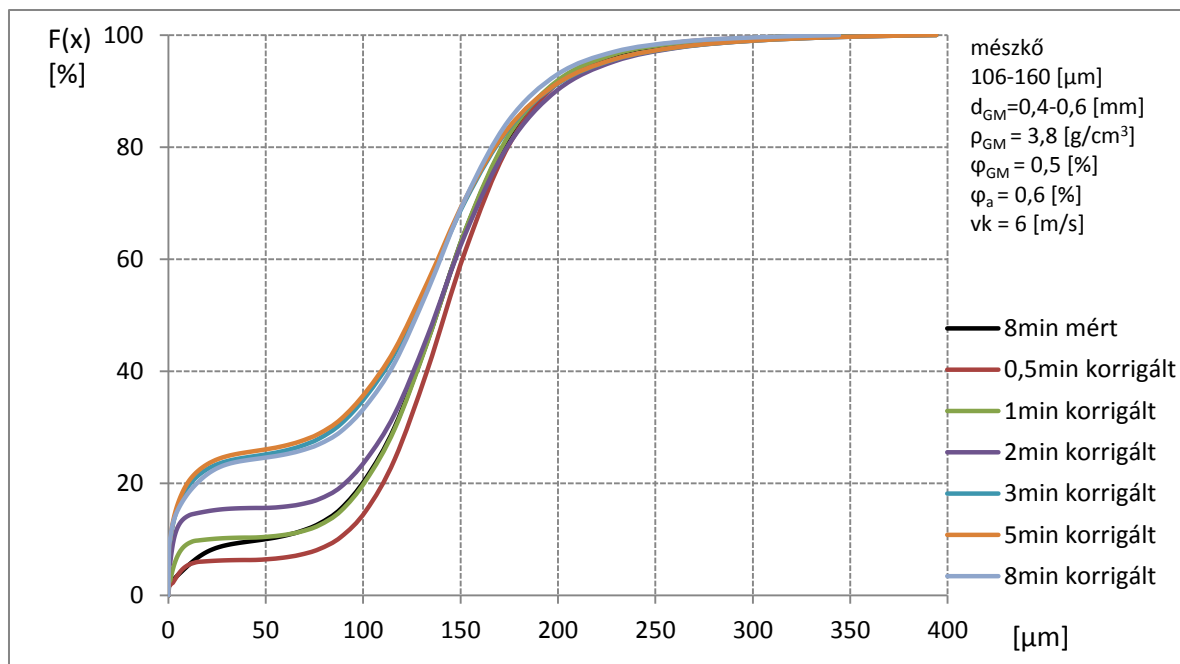
14. ábra: Korrigált szemcseméret - eloszlások (I/1)

A diagramon látható hogy a betapadt anyag eloszlása alacsony kerületi sebesség esetén nem befolyásolja jelentősen a valódi eloszlást. A 8 perc után mért eloszlás közel azonos a korrigált eloszlásokkal. Az I/2 és I/3 mérések esetén kapott korrigált eloszlásokat 15. és 16. diagramon ábrázoltam.



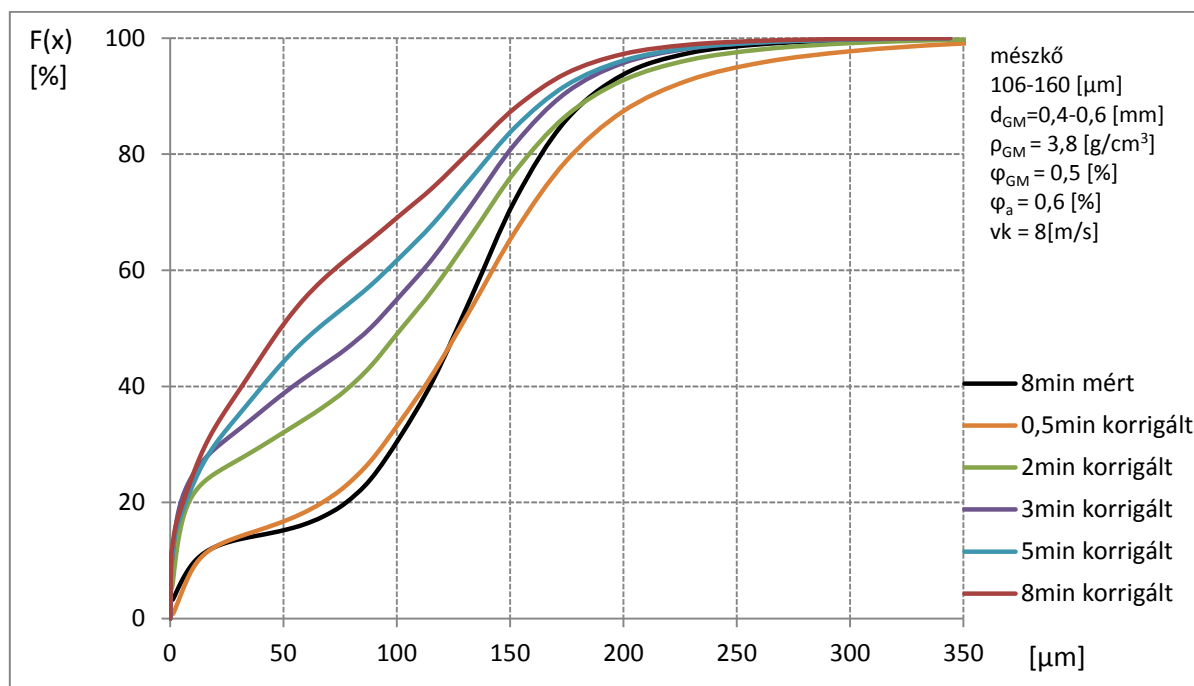
15. ábra: Korrigált szemcseméret - eloszlások (I/2)

A $v_k = 4$ m/s kerületi sebesség esetén láthatóan nagyobb mértékű volt a betapadás, vagyis a mért és a számított eloszlás között már jobban kimutatható a különbség.



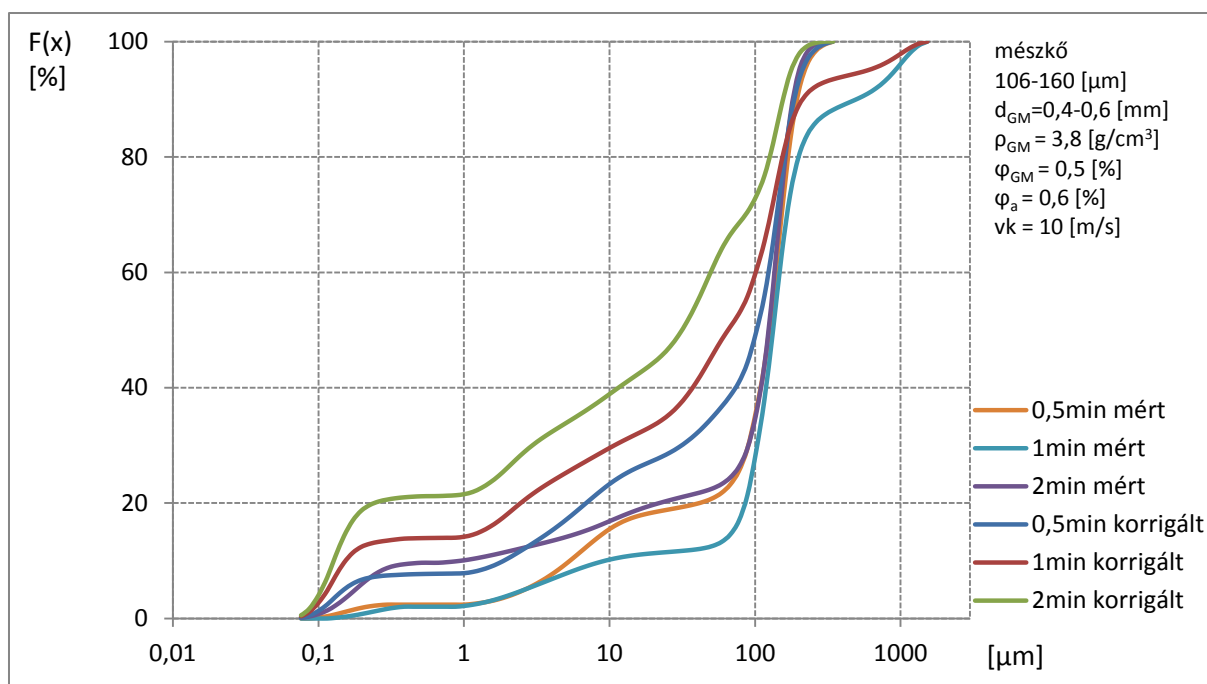
16. ábra: Korrigált szemcseméret - eloszlások (I/3)

A diagramon látható, hogy $v_k = 6$ m/s kerületi sebesség esetén már csak a 0,5 perces korrigált eloszlás durvább, mint a 8 perc után mért szabadon mozgó anyag eloszlása. A finomrész az őrlési idő növekedésével folyamatosan nőtt, viszont a maximális szemcseméret nem változott.



17. ábra: Korrigált szemcseméret - eloszlások (I/4)

A korrigált eloszlások már jól elkülöníthetők a 8 perces mért eloszlástól. A kerületi sebesség 8 m/s.



18. ábra: Mért és korrigált szemcseméret - eloszlások (I/5)

A $v_k = 10$ m/s kerületi sebesség esetén, a nagymértékű betapadás miatt az őrlést két perc után befejeztem. A kevesebb minta lehetőséget adott arra, hogy egy diagramon ábrázoljam az összes mért és korrigált eloszlást. A korrigált értékek jelentősen finomodtak a nagymértékű betapadás miatt. Az eloszlások kiértékelése után, az időben változó medián értékeket ábrázoltam a relatív igénybevételek számának függvényében (19-23. ábra). Az őrlési idő és az igénybevételek száma között lineáris összefüggés van. Az igénybevételek számát a relatív igénybevételek számmal jellemeztem, melyben csak az őrlés fő változó paraméterei szerepelnek. Az igénybevételek relatív számát tehát a következő képlettel számítottam:

$$SN = n \cdot t \cdot \frac{x^2}{d_{GM}} \quad (10)$$

ahol: n = a rotor fordulatszáma

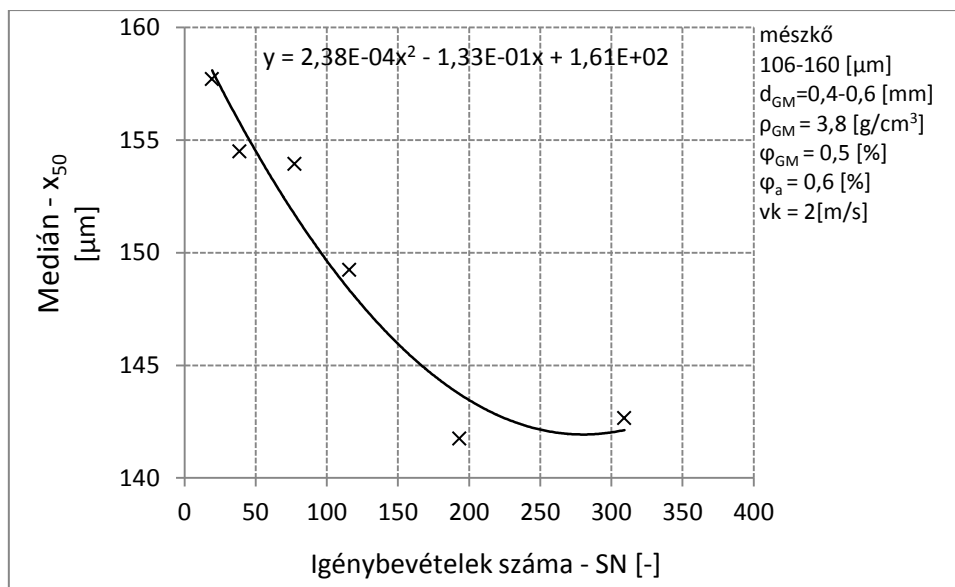
t = az őrlési idő

x = feladás szemcsemérete

d_{GM} = az őrlőtest átmérő.

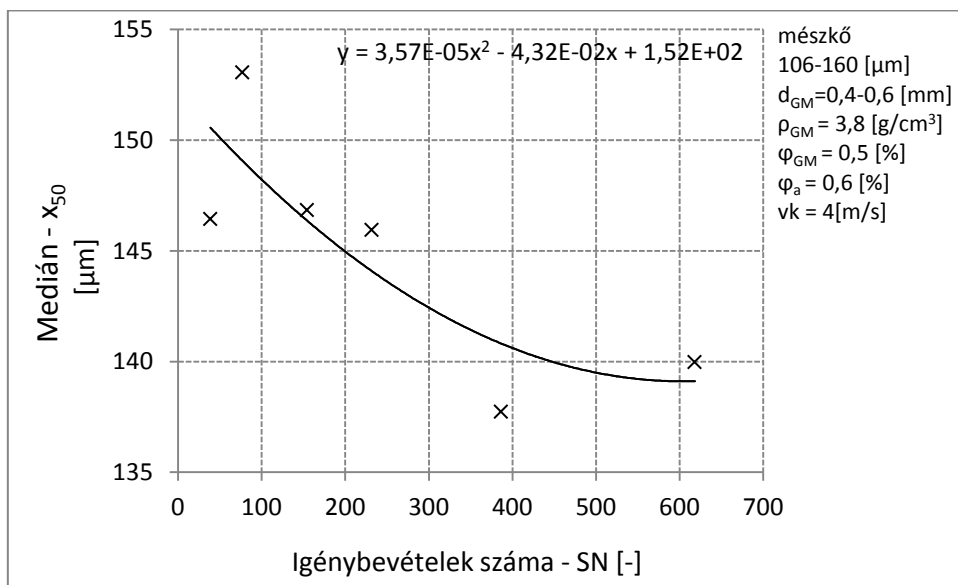
A 19. ábrán látható, hogy az igénybevételek számok növekedésével a medián érték folyamatosan csökken egy minimum értékig. Az alacsony kerületi sebesség miatt az őrlőtestek nem rendelkeznek elegendő kinetikus energiával a szemcsék eltöréséhez, csak koptatják azokat [13]. A kiálló részek letörnek és tovább finomodnak az őrlési folyamat során, melynek köszönhetően csökken a medián érték. Az őrlési idő növekedésével a letört

szemcsedarabok az őrlőtestekre és a malom falára tapadnak, így feltételezéseim szerint már nem vesznek részt az őrlésben. A finom szemcsék kivonódása okozza a medián állandósulását, melyet a görbe minimuma jelöl. Az őrlési kísérleteket Rácz kutatási munkájának keretein belül végeztem, aki az alacsony kerületi sebességeken tapasztalható dörzsölés, koptatás jelenségét vizsgálta részletesen [13].



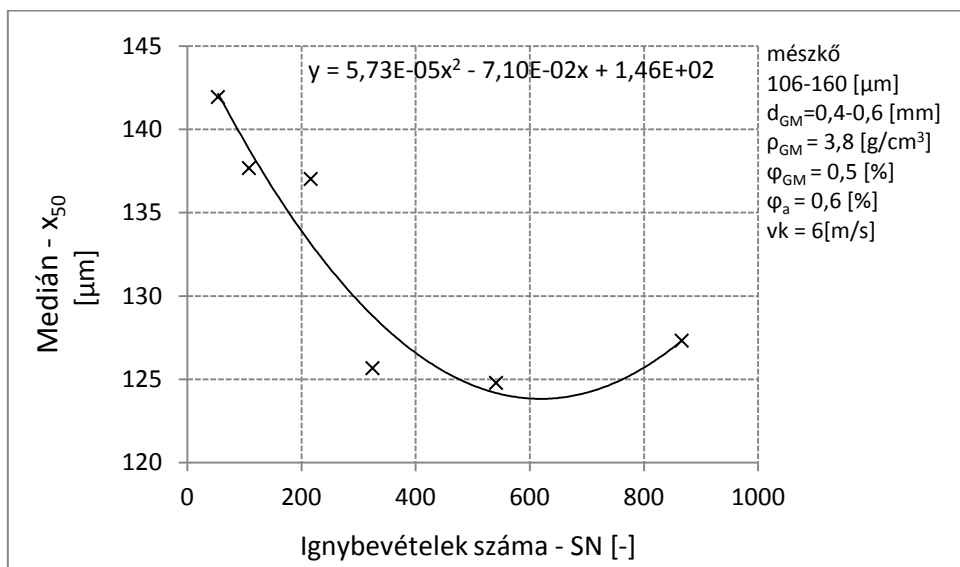
19. ábra: A medián változása az igénybevételi szám függvényében ($v_k = 2 \text{ m/s}$).

A $v_k = 2 \text{ m/s}$ esetén a görbe $SN = 275$ relatív igénybevételi számnál éri el a minimumot, amely $x_{50} = 142,42 \mu\text{m}$ jelent. A 20. és 21. ábrán szintén látható az előbbieken leírt tendencia.



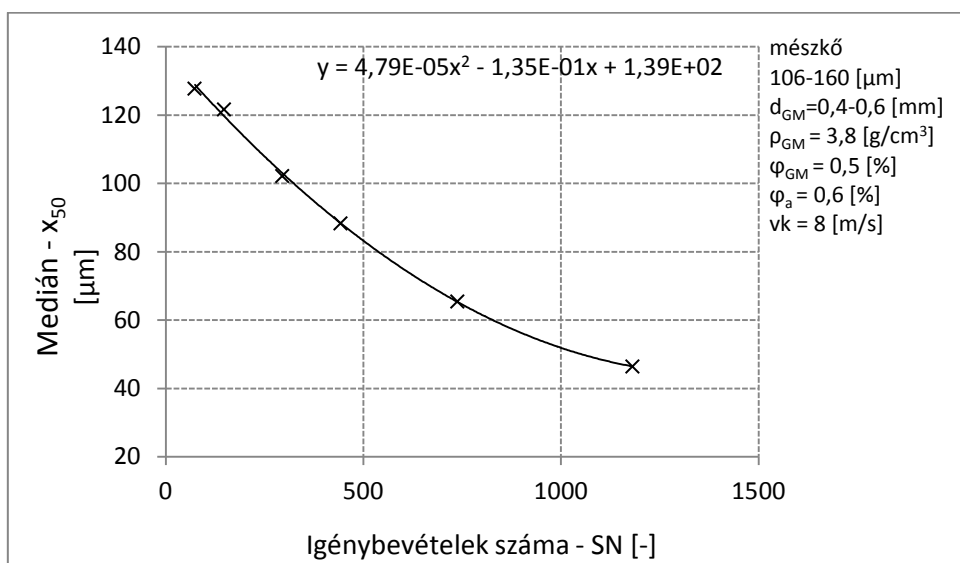
20. ábra: A medián változása az igénybevételi szám függvényében ($v_k = 4 \text{ m/s}$).

A medián egy meghatározott értékig csökken, amely $SN = 600$ és $x_{50} = 139,58 \mu\text{m}$ pontban van. További csökkenés nem tapasztalható. A medián minimum pontja csökkent a 19. ábrán látható görbe minimum pontjához képest, de a csökkenés nem jelentős. A 21. ábrán a görbe minimuma szintén $SN = 600$ relatív igénybevételi számnál figyelhető meg, mely pontban az $x_{50} = 124,03 \mu\text{m}$. A növekvő kerületi sebesség határozott medián érték csökkenést mutat, vagyis nagyobb mértékű felületi koptatás tapasztalható, de a szemcsék eltöréséhez az őrlőtestek még nem rendelkeznek a szükséges kinetikus energiával.



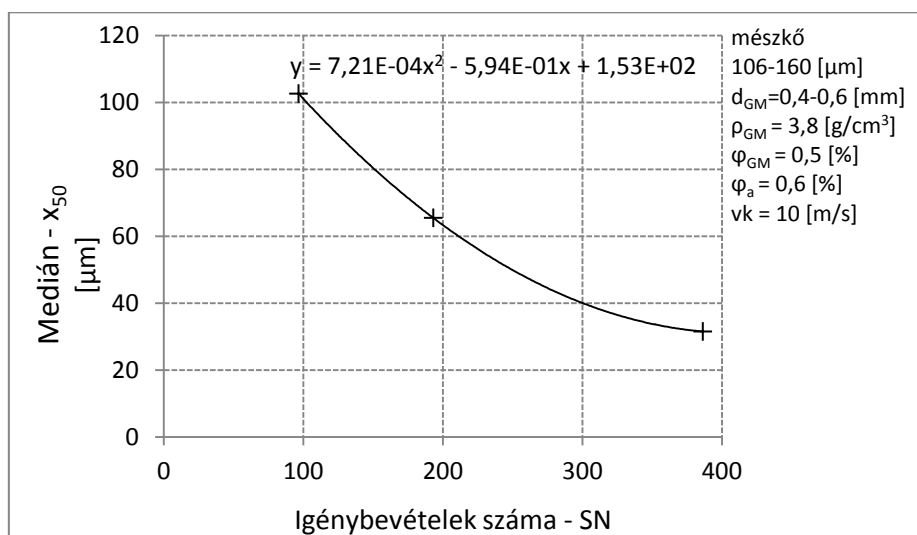
21. ábra: A medián változása az igénybevételi szám függvényében ($v_k = 6 \text{ m/s}$).

Nagyobb kerületi sebességeken a medián görbe már nem mutat határozott minimum pontot (22., 23. ábra).



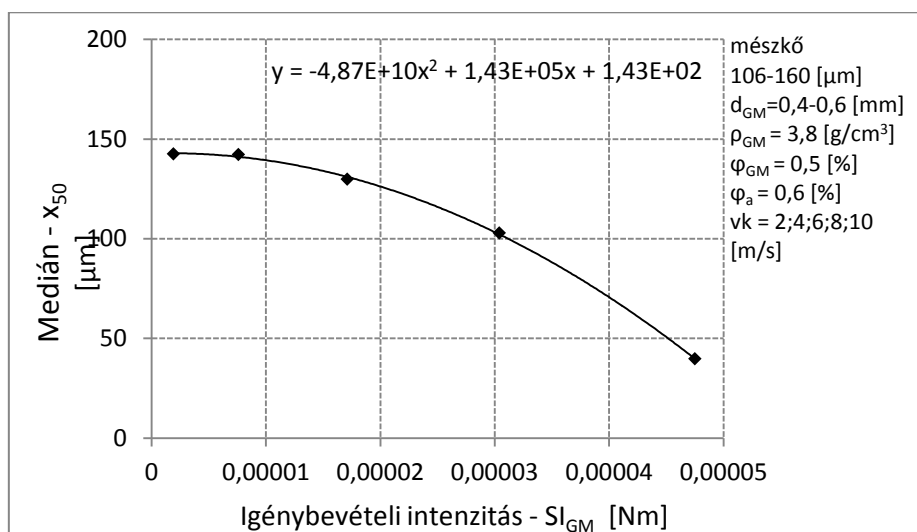
22. ábra: A medián változása az igénybevételi szám függvényében ($v_k = 8 \text{ m/s}$).

A folyamatos csökkenése azzal magyarázható, hogy a nagyobb kerületi sebességnek köszönhetően ($v_k = 8; 10$ m/s) az őrlőtestek elegendő kinetikus energiával rendelkeznek a szemcsék eltöréséhez így a folyamat során nem csak a dörzsölés hatására letört szemcsék aprózódnak, finomodnak. Az $SN = 600$ relatív igénybevételi számnál a $x_{50} = 75,24 \mu\text{m}$, amely az SN növekedésével tovább csökken. Ez már jelentős különbség a 2, 4, és 6 m/s- kerületi sebességeken tapasztalt legkisebb medián értékhez képest.



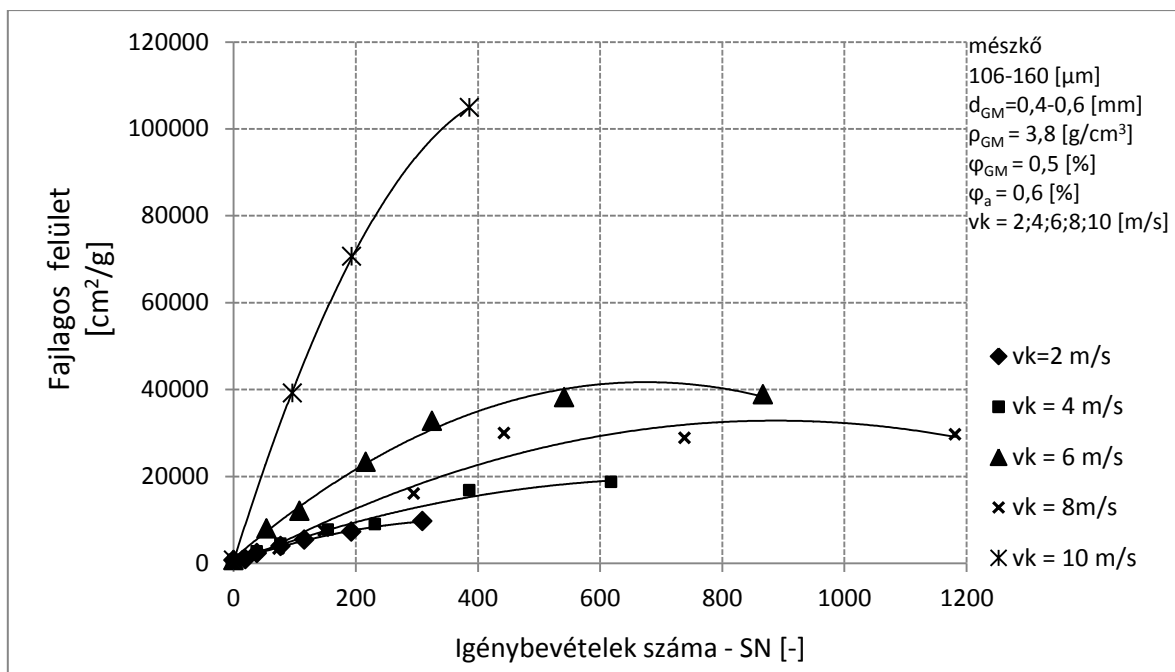
23. ábra: A medián változása az igénybevételi szám függvényében ($v_k = 10$ m/s).

A $v_k = 10$ m/s kerületi sebesség mellett, szintén a szemcsék törése figyelhető meg, melyet a nagymértékű medián csökkenés bizonyít. A 24. ábrán egy adott igénybevételi számhoz ($SN = 300$) tartozó medián értékeket ábrázoltam az igénybevételi intenzitás függvényében. Az igénybevételi intenzitást, az $SI_{GM} = d_{GM}^3 \cdot \rho_{GM} \cdot v_t^2$ egyenlet írja le (2.4.1.2. fejezet).



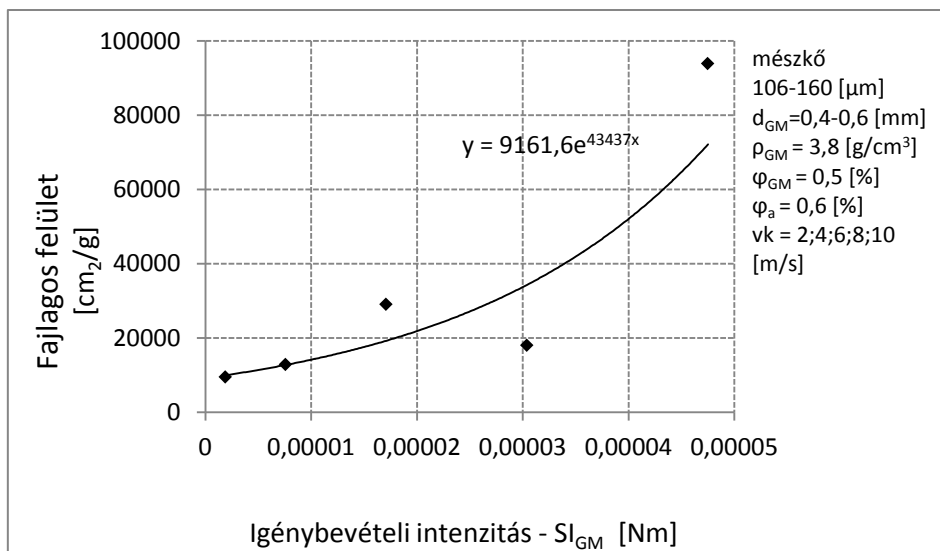
24. ábra: A medián értékek változása az igénybevételi intenzitás növekedésével

Mivel a bemutatott méréseket azonos őrlőtest átmérő és sűrűség mellett végeztem, az igénybevételi intenzitás csak a kerületi sebességtől függ. A görbén látható, hogy az igénybevételi intenzitás növekedésével a medián csökken. A következő ábrán az anyag számított fajlagos felület változását szemléltetem az igénybevételi szám függvényében (25. ábra).



25. ábra: A fajlagos felület változása az igénybevételi számok növekedésével

A fajlagos felület változása fordított tendenciát mutat a mediánhoz képest. Az őrlmények fajlagos felülete folyamatosan növekszik, majd elér egy maximum pontot, miután jelentős növekedés már nem tapasztalható. Ez a jelenség az előbb említett finom szemcsék betapadásával magyarázható [13]. A felületi koptatás következtében finom szemcsék keletkeznek, melyek fajlagos felület növekedést okoznak. A finomodás miatt a szemcsék betapadnak, és az anyag eléri a maximális fajlagos felületét. A jelenség alacsony kerületi sebességeken történő őrléskor tapasztalható. Nagyobb kerületi sebességen ($v_k > 8$ m/s) hosszabb ideig tartó őrlés során az anyag fajlagos felület csökkenését az aggregáció és agglomeráció okozza (2.1. fejezet). A 10 m/s kerületi sebesség esetén a szemcséket érő igénybevételi intenzitás a szemcsék törését okozza, ezért a fajlagos felület folyamatosan növekszik. A fajlagos felület és az igénybevételi intenzitás kapcsolata a 26. ábrán látható.



26. ábra: A fajlagos felület változása az igénybevételi intenzitás növekedésével

A 26. ábrán a fajlagos felület változása az igénybevételi intenzitás függvényében látható. A görbét, szintén a különböző kerületi sebességen, $SN = 300$ relatív igénybevételi számnál kapott fajlagos felület értékekre illeszttem. A fajlagos felület növekvő tendenciát mutat az igénybevételi intenzitás növekedésével.

5. KONKLÚZIÓ

Az általam végzett mérési eredmények alapján megállapítható, hogy alacsony kerületi sebesség esetén az őrlőtestek kinetikus energiája nem elegendő a szemcsék eltöréséhez, csak felületi koptatás tapasztalható. A felületi koptatás az I/2, I/3 mérés sorozat után kapott korrigált eloszlásokon jól megfigyelhető (15., 16. ábra). A őrlési idővel a feladott anyag maximális szemcsemérete nem változott, viszont a finomrész tömeghányada folyamatosan növekedett. A szemcsék felületéről letörő kisebb szemcse darabok tovább finomodnak az őrlés során, majd a malomba és az őrlőtestekre tapadnak, így a medián és fajlagos felület állandósul egy bizonyos igénybevételi számnál.

A kerületi sebesség növekedése miatt a szemcsék eltörnek, így a medián és a fajlagos felület arányos növekedést mutat az igénybevételi intenzitás növekedésével. Az arányos növekedésnek a hosszabb őrlés során tapasztalható aggregáció és agglomeráció szab határt.

Adott t időpillanatban az anyag valódi eloszlását a betapadt és a szabadon mozgó anyag eloszlásainak az összege adja. Nagyobb kerületi sebességek (6; 8; 10 m/s) esetén a malomba és azt őrlőtestekre tapadt anyag tömege jelentősen befolyásolja a termék eloszlását és fajlagos felületét.

Megállapítható tehát egy olyan igénybevételi intenzitás, mely minimálisan szükséges a 160 μm -es maximális szemnagyságú mészke őrléséhez. A minimális igénybevételi intenzitás a 8 m/s kerületi sebesség esetén kapott $3,04 \cdot 10^{-5}$ Nm. Jelen feladási szemcseméretű anyag száraz finomőrléséhez ettől nagyobb igénybevételi intenzitást szükséges választatni.

6. KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Ezúton szeretnék köszönetet nyilvánítani Dr. Mucsi Gábor és Rácz Ádám konzulenseimnek a dolgozatom megírásához nyújtott segítségükért. A tanulmány a TÁMOP-4.2.2.A-11/1KONV-2012-0005 jelű projekt részeként, a Miskolci Egyetem stratégiai kutatási területén működő Fenntartható Természeti Erőforrás Gazdálkodás Kiválósági Központ tevékenységének részeként az Új Széchenyi Terv keretében az Európai Unió támogatásával, az Európai Szociális Alap társfinanszírozásával valósult meg.

7. IRODALOMJEGYZÉK

- [1] Opoczky, L.: *Cementőrlési folyamatok tanulmányozása és intezifikálása felületaktív anyagok alkalmazásával (Tudományos közlemények, Budapest, 1969)*
- [2] Mannheim, V.: *Keverőmalmok bemutatása és alkalmazási előnyei (Építőanyag 58.évf. 2006. 4. szám)*
- [3] Juhász, A. Z. és Opoczky, L.: *Szilikátok mechanikai aktiválása finomőrléssel Építőanyag 55. évf. 2003. 3. szám)*
- [4] Rácz, Á. Mucsi, G.: *Ultrafinom őrlmények előállítása keverőmalom (Bányászati és Kohászati lapok 145.évf. 2012. 5. szám)*
- [5] Rácz, Á.: *A szubmikronos száraz keverőmalmi őrlés lehetőségei és problémái 1. rész (Építőanyag 62.évf. 2010. 2. szám)*
- [6] Mankosa, M. J. – Adel, G.T. – Yoon, R. H.: *Effect of media size in stirred ball mill grinding of coal. Powder technology 49 (1986), Science direct*
- [7] Kwade, A.: *Wet comminution in stirred media mills — research and its practical application, (Poweder Technology, 1999)*
- [8] Hassal, P. Nonnet, E.: *Optimized media solution for horizontal mills, Grinding and Dispersing with Stirred Media Mills, Research and Application 5. Colloquium, Braunschweig, 24. /25. October 2007*
- [9] Opoczky L.: *Felületaktív anyagok őrléstechnológiai alkalmazásának lehetőségei (Tudományos Közlemények, Budapest, SZIKKTI, 1983)*
- [10] Rácz, Á.: *Nedves keverőmalmi őrlés modellezésének alapjai (Magyar Kémikusok Lapja, LXVII. évfolyam, 10. szám, 2012)*
- [11] Bunge, F.: *Dissertation Technical University of Braunschweig 1991*
- [12] Kwade, A.: *Determination of the most important grinding mechanism in stirred media mills by calculating stress intensity and stress number (Powder Technology, 1999)*
- [13] Rácz, Á.: *Reduction of the surface roughness and rounding of limestone particles in stirred media mill*