

И. В. Милюкова, С. В. Собянин

АГЛОМЕРАЦИОННЫЕ ПРЕДЕЛЫ ПРОЦЕССА ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ КВАРЦЕВОГО ПОРОШКА НА ПЛАНЕТАРНОЙ МЕЛЬНИЦЕ АГО-2 С ОПТИМАЛЬНОЙ ЭНЕРГОНАПРЯЖЕННОСТЬЮ

Работа выполнена при финансовой поддержке
РФФИ в рамках научных проектов
№ 18-08-01475, № 18-41-22004
и проекта № 13-01-20/28 ВНИИ ЮГУ.

В работе проводилось исследование агломерационного предела измельчения кварцевого порошка на планетарной мельнице АГО-2. Для работы было выбрано несколько режимов, 3 основных режима с коэффициентом заполнения мелющими телами $\varphi = 0,5; 0,6; 0,7$, а также один дополнительный режим с коэффициентом заполнения $\varphi = 0,4$ и меньшей долей кварцевого порошка. Агломерационным пределом для кварца при механоактивации на АГО-2 является средний диаметр порошка 1,5 мкм, а максимальное значение удельной поверхности – 15000 см²/г. В работе предложена методика расчета энергонапряженности активатора АГО-2, по которой удалось оценить оптимальный режим обработки кварца до получения ультрадисперсных частиц с коэффициентом загрузки $\varphi = 0,4$ и временем механоактивации до 60 секунд.

Определение среднего размера и удельной поверхности частиц после механоактивации проводилось методом газопроницаемости Кармана-Козени с использованием прибора ПСХ-11. Измерение температуры смеси размольных тел и порошка в барабане производилось контактным термометром ТК-5.09, оборудованным термопарой 3В9-500.

Ключевые слова: механоактивация, планетарные мельницы, энергонапряженность, дробление, агломерационный предел, порошок кварца.

I. V. Milyukova, S. V. Sobyenin

THE SINTERING PROCESS LIMITS GRINDING QUARTZ POWDER IN A PLANETARY MILL AGO-2 WITH OPTIMAL ENERGO TENSION

The study of the agglomeration limit of quartz powder grinding at the AGO-2 planetary mill was carried out. For operation, several modes were selected, 3 basic modes with a coefficient of filling grinding media $\varphi=0,5; 0,6; 0,7$, as well as one additional mode with a filling factor $\varphi=0,4$ and a smaller proportion of quartz powder. The agglomeration limit for quartz during mechanical activation on AGO-2 is the average powder diameter of 1.5 μm , and the maximum value of the specific surface is 15,000 cm²/g. The paper proposes a method for calculating the energy intensity of the AGO-2 activator, by which it was possible to estimate the optimal mode of treatment of quartz to obtain ultrafine particles with a load factor $\varphi=0,4$ and a time of mechanical activation up to 60 seconds.

Determination of the average size and specific surface area of the particles after mechanical activation was carried out by the method of gas permeability Of the pocket – Goat using the device PSH-11. Measuring the temperature of the mixture of grinding media and powder in the drum was made contact thermometer TK-5.09, equipped with a thermocouple 3V9-500.

Key words: mechanical activation, planetary mills, energy density, crushing, agglomeration limit, quartz powder.

Введение

Измельчение кварцевого порошка – один из основных процессов при его очистке, т. к. кварц в исходном его состоянии имеет много примесей. Механоактивация является одним из этапов обогащения, так как позволяет удалить из руды как металлические, так и неметаллические включения, и увеличивающаяся удельная площадь поверхности частиц позволяет более эффективно проводить последующую химическую очистку кварца.

Актуальность работы обусловлена увеличением потребности промышленности в различных типах кремнезёмов, кроме того, происходит расширение использования ультратонких порошков в высокотехнологичных отраслях. Оценка энергонапряженности не только позволяет сравнивать между собой разные режимы обработки в одном и том же активаторе и активаторы разного типа, но и оценивать примерное время обработки для получения требуемых состояний.

Целью работы является экспериментальное определение агломерационного предела измельчения кварцевого порошка на разных режимах механоактивации и выявление оптимальной энергонапряженности планетарной мельницы.

Методика исследования

В работе использовался высокочистый кварцевый порошок SiO_2 , характеризующийся высокой химической стойкостью к внешним воздействиям, таким как щелочные или химические среды. Дисперсность исходного порошка показана на рисунке 1.

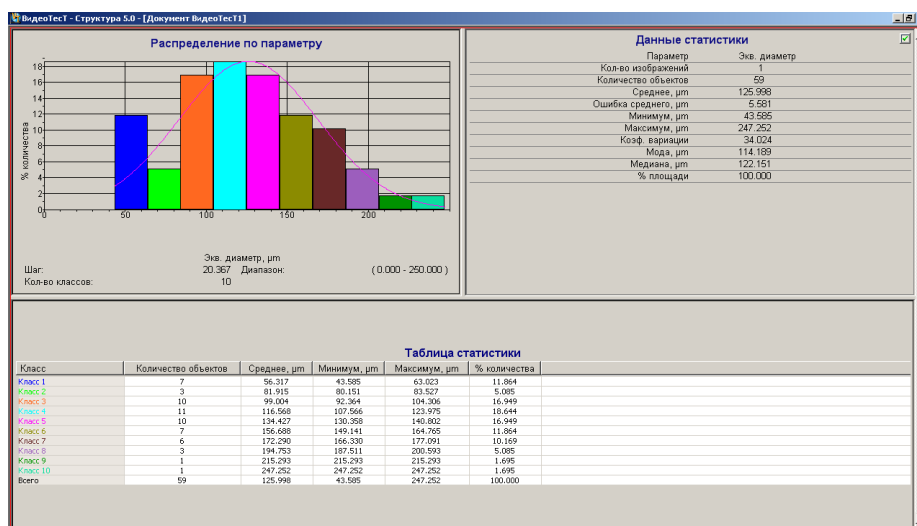


Рисунок 1 – Дисперсность исходного порошка SiO_2

Для размола кварцевого порошка была использована планетарная мельница АГО-2 (рис. 2), в которой камерой размола являются контейнеры из легированной стали, а размольные тела представляют собой шарики из стали ШХ-15 диаметром 6 мм.

Планетарная мельница отличается от обычной шаровой мельницы тем, что её рабочий барабан, вращаясь вокруг собственной оси, движется по круговой орбите вокруг главной оси планетарного механизма. При таком движении барабана возникают силы, которые постоянно меняют свое направление и величину, что позволяет измельчать материал под действием ударного и истирающего действия размольных тел. Планетарная мельница АГО-2 применяется для тонкого и сверхтонкого размола, а также для механохимической активации неорганических материалов.

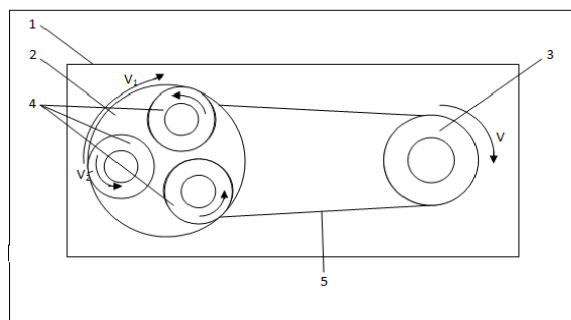


Рисунок 2 – Планетарная мельница АГО-2:

1 – корпус, 2 – водило, 3 – вал, 4 – контейнеры, 5 – ремень

Эксперимент по дроблению проводился в 4-х различных режимах, для реализации которых необходимо было провести расчеты рабочего объема контейнера, объема пустот между шарами в контейнере.

Расчет объема контейнера

- Глубина рабочей части контейнера: $h = 5,4$ см.
- Диаметр рабочей части контейнера: $D_{вн} = 5,2$ см.
- Внутренний объем контейнера: $V_{вн} = 105,98$ см.³
- Диаметр втулки внутри контейнера: $D_{вт} = 0,84$ см.
- Объем втулки внутри контейнера: $V_{вт} = 2,99$ см.³
- Рабочий объем контейнера: $V_p = 103$ см.³

Расчет объема пустот между шарами в контейнере

Для расчета объема пустот между шарами контейнер был полностью заполнен мелющими телами, была измерена масса шаров и средняя масса одного шара.

- Масса шаров: $m = 441,21$ г.
- Масса одного шара: $m_1 = 0,85$ г.
- Количество шаров в заполненном контейнере $N = m/m_1$: $N = 519$.
- Объем одного шара: $V_1 = 0,113$ см.³
- Объем, занимаемый шарами: $V_{ш} = 58,65$ см³.
- Объем пустот между размольными телами $V_{п} = V_p - V_{ш}$: $V_{п} = 44,35$ см.³
- Коэффициент объема, занимаемого мелющими телами: $\phi = V_{п}/V_p$.

Далее процент пустого места между размольными телами будет использован для определения массы измельчаемого порошка таким образом, чтобы измельчаемый порошок занимал весь свободный объем между мелющими телами.

Зная коэффициент заполнения контейнера, можно определить объем, занимаемый шарами $V_{ш}$, и массу шаров, необходимую для обеспечения степени заполнения ϕ . Шары могут располагаться в пространстве двумя способами, образуя либо кубическую, либо гексагональную решетку. В кубическом заполнении шарами объем пустот равен примерно 50 %. Гексагональная решетка имеет более плотную упаковку, и объем пустот в этом случае занимает всего 28 %. В реальном случае у нас должно получиться значение между 28 % и 50 %. Объем измельчаемого материала должен быть равен объему пустот между шарами, отсюда находим массу порошка кварца с условием, что насыпная гравиметрическая плотность порошка $\rho = 1.4$ г/см³.

В таблице 1 приведены рассчитанные в соответствии с коэффициентом заполнения массы шаров и измельчаемого порошка.

Таблица 1 – Массы шаров и измельчаемого порошка для разных режимов

Коэффициент заполнения, ϕ	Масса шаров, г.	Масса измельчаемого порошка, г.
0,4	185,95	14,42
0,5	232,4	28,84
0,6	278,9	34,6
0,7	325,4	40,4

Расчет энергонапряженности и определение агломерационного предела измельчения кварцевого порошка осуществлялся для коэффициента заполнения контейнера $\phi = 0,4; 0,5; 0,6; 0,7$.

Для определения среднего размера и удельной поверхности частиц после механоактивации использовался прибор ПСХ-11. Его работа основывается на методе газопроницаемости Козени и Кармана, который заключается в определении времени прохождения фиксированного объема воздуха через слой образца.

Методика расчета энергонапряженности планетарной мельницы

Преимуществом планетарной мельницы является использование центробежных сил вместо силы тяжести, в результате чего появляется возможность создания высоконапряженных механизмов с большой частотой воздействия на материал.

Под энергонапряженностью понимают количество энергии, передаваемой мелющими телами порошку в единицу времени. Ее величина зависит практически от всех управляющих параметров за исключением атмосферы (если пренебречь аэродинамическим торможением шаров), т. е. определяется типом аппарата, скоростями вращения в планетарном активаторе или амплитудой и частотой колебаний для вибромельниц, степенью загрузки барабанов, массой отдельных шаров и т. п.

В предлагаемой методике расчета энергонапряженности планетарной мельницы АГО-2 предполагается, что кинетическая энергия шаров преобразуется в тепловую энергию посредством лобового удара между мелющими телами и контейнером, которая идет на измельчение обрабатываемого материала. Преобразованная энергия составляет только 40 % от полной кинетической энергии, что было выявлено при изучении отскока шарика от поверхности барабана.

Измерение температуры внутри заполненного барабана производилось калориметрическим методом [1]. Зная начальную и конечную температуру мелющих тел и порошка, можно вычислить полную энергию, затраченную на измельчение, по формуле:

$$E = M * c * (T_t - T_0), \quad (1)$$

где, M – масса всех мелющих тел, c – теплоемкость барабана и шаров, T_t , T_0 – конечная и начальная температура мелющих тел и порошка соответственно.

Тепловая энергия, которая составляет 40 % от кинетической энергии шаров, рассчитывается по формуле:

$$E_t = (m * v^2 / 2) * q, \quad (2)$$

где, E_t – тепловая энергия мелющего тела, q – коэффициент теплоотдачи равный 0,4.

Расчет энергонапряженности планетарной мельницы АГО-2 производится по формуле:

$$W = E_t * n. \quad (3)$$

n – среднее число соударений всех мелющих тел, вычисляется как:

$$n = M * c * (T_t - T_0) / E_t * t, \quad (4)$$

где t – время дробления.

Подставив n в формулу для вычисления энергонапряженности (3), получим:

$$W = M * c * (T_t - T_0) / t. \quad (5)$$

Измерение температуры смеси размоленных тел и порошка в контейнере производилось контактным термометром ТК-5.09, оборудованным термопарой ЗВ9-500. Диапазон работы термометра – 99 – 1800 °С, погрешность измерения – ± 1 °С.

Результаты эксперимента

В двух экспериментах из четырех были достигнуты пределы измельчения в 1,5–1,6 мкм, а также были превышены значения удельной поверхности в 10000–13000 см²/г для режимов с коэффициентами заполнения контейнеров ϕ 0,4 и 0,6. На рисунках 3, 4 показано влияние

коэффициента заполнения контейнеров и времени дробления на дисперсность и удельную поверхность порошка кварца.

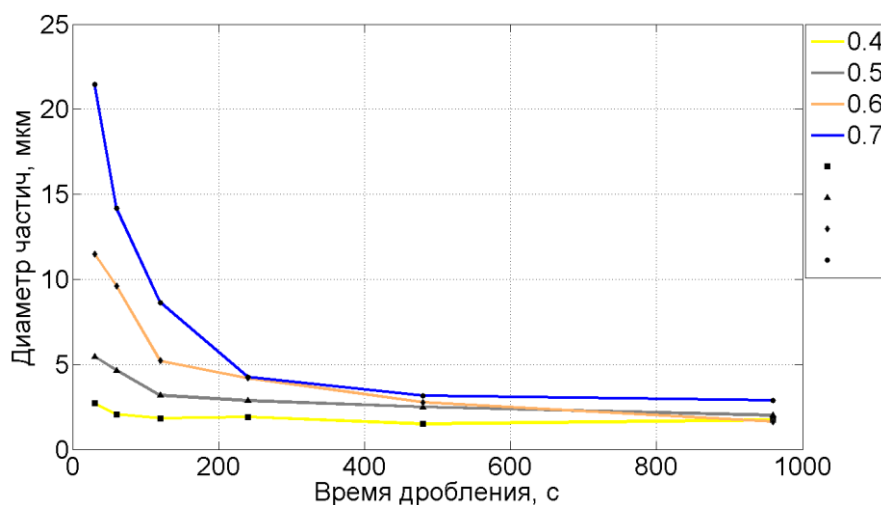


Рисунок 3 – График зависимости диаметра частиц от времени дробления при разных режимах механоактивации

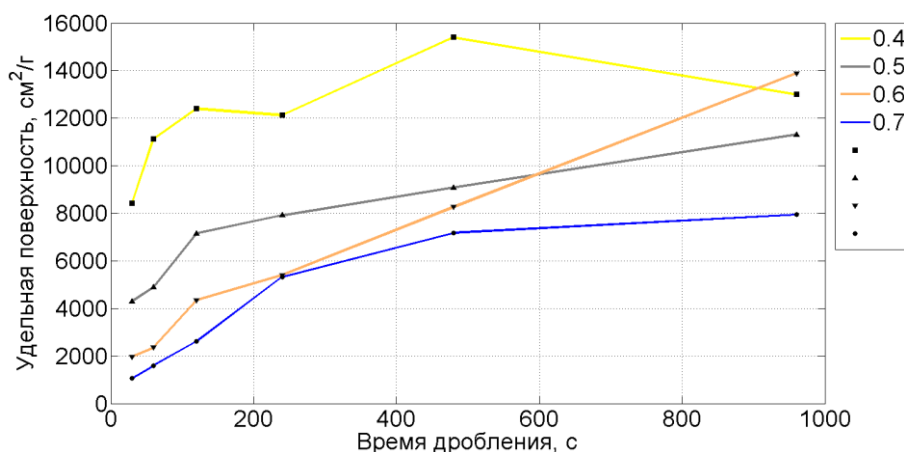


Рисунок 4 – График зависимости удельной поверхности от времени дробления при разных режимах механоактивации

В режиме с коэффициентом заполнения $\phi = 0,7$ замечено значительное увеличение объема размолотого кварцевого порошка, что привело к низким показателям как по дисперсности, так и по удельной поверхности. Мелющие тела при этом вместе с увеличенным в объеме порошком занимали практически весь объем барабанов, что мешало помолу. Так как по мере измельчения кварца его объем увеличивается до 2-х раз, для оптимального режима измельчения необходимо брать поправку на увеличение объема кварца. Взяв соответствующую поправку при степени заполнения контейнера $\phi = 0,4$, удалось увеличить скорость измельчения в несколько раз. Это происходит потому, что при прочих равных условиях увеличение объема измельчаемого материала приводит к уменьшению длины свободного пробега размольных тел и потере ими кинетической энергии, с которой они действуют на измельчаемый материал. Кроме того, избыток порошка (превышение объема пустот между размольными шариками) приводит к снижению интенсивности диспергирования – размольные тела будут падать как бы на «подушку» из лишнего измельчаемого материала.

По описанной выше методике был проведен расчет энергонапряженности планетарной мельницы при измельчении кварцевого порошка на разных режимах. В таблице 2 представлены данные по температуре смеси мелющих тел и порошка в начале и в конце процесса

дробления, а также расчетные значения энергонапряженности в зависимости от коэффициента заполнения контейнера и времени механоактивации.

Таблица 2 – Экспериментальные данные

№ эксп.	Коэффициент заполнения ϕ	Время дробления t , с	Температура шаров после дробления T_1 , °С	Начальная температура шаров T_0 , °С	Энергонапряженность W , Дж/г
1	0,4	30	33,4	25	23,95036
2	0,5	30	29	25	14,25387
3	0,6	30	29	25	17,10587
4	0,7	30	27,4	25	11,97472
5	0,4	60	43,7	25	26,65903
6	0,5	60	33,1	25	14,43204
7	0,6	60	33,6	25	18,38881
8	0,7	60	31,5	25	16,21577
9	0,4	120	44,5	25	13,89976
10	0,5	120	40,5	25	13,80843
11	0,6	120	38	25	13,89852
12	0,7	120	32,6	25	9,479987
13	0,4	240	45,1	25	7,163724
14	0,5	240	41,5	25	7,34965
15	0,6	240	44	25	10,15661
16	0,7	240	34,2	25	5,737887
17	0,4	480	45,5	25	3,653143
18	0,5	480	43,5	25	4,120258
19	0,6	480	48	25	6,147421
20	0,7	480	36,3	25	3,523811
21	0,4	960	46	25	1,871122
22	0,5	960	45	25	2,227167
23	0,6	960	42,8	25	2,378785

На рисунках 5 и 6 представлены графики зависимостей энергонапряженности от степени заполнения контейнеров и времени механоактивации.

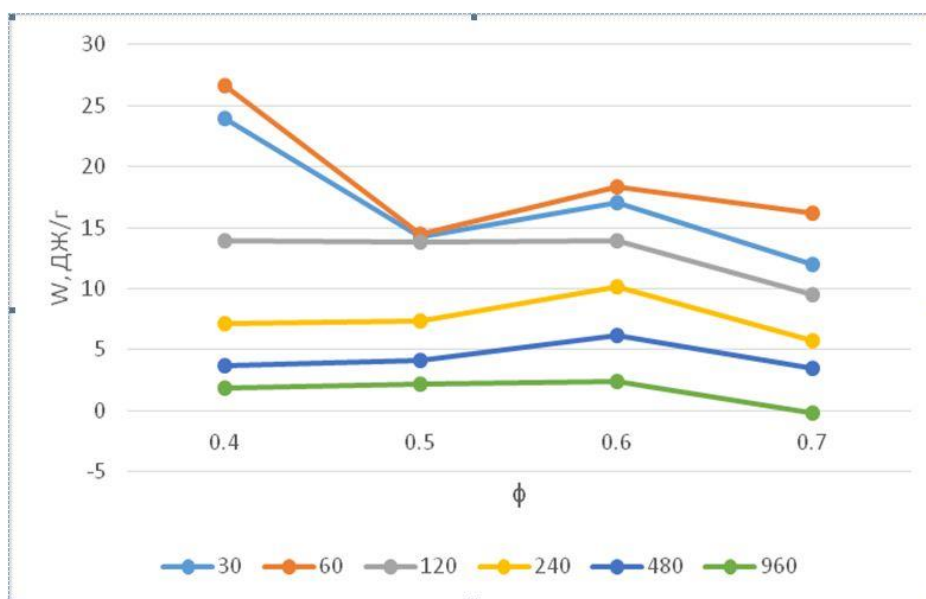


Рисунок 5 – График зависимости энергонапряженности от степени заполнения реактора при различном времени механоактивации

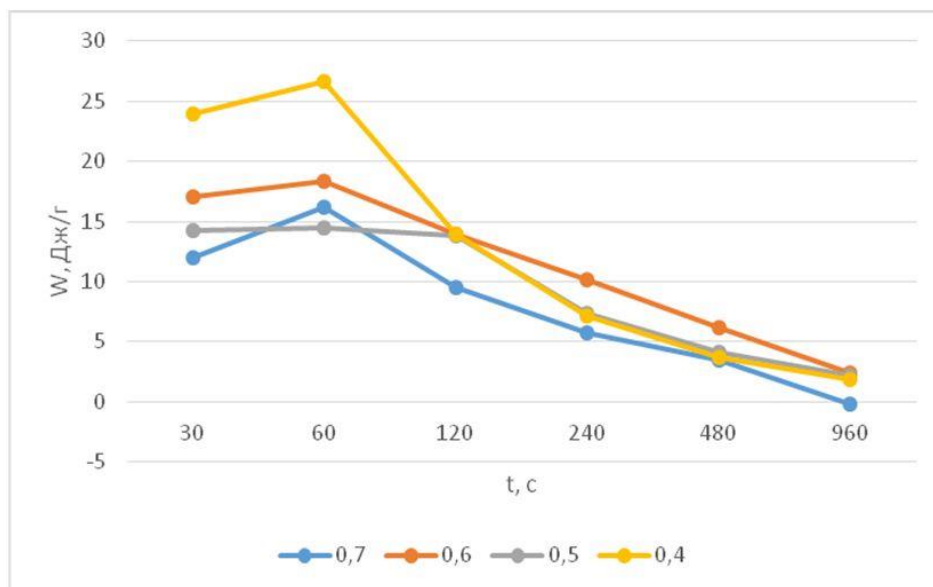


Рисунок 6 – График зависимости энергонапряженности от времени механоактивации при различной степени заполнения

Полученные данные (рис. 5, 6) показывают, что высокий уровень энергонапряженности проявляется лишь в первую минуту работы активатора, далее происходит почти линейное уменьшение параметра, причем такая зависимость характерна для всех режимов загрузки контейнеров. Увеличение времени механоактивации снижает показатели энергонапряженности мельницы.

Выводы

Эксперименты по определению агломерационного предела при механоактивации порошка кварца на планетарной мельнице АГО-2 показали, что в условиях заполнения барабанов в 2/3 объема, а именно при коэффициенте заполнения $\varphi = 0,4$ пороговое значение диаметра частиц равно 1,5 мкм, а максимальное значение удельной площади поверхности, которого смогли достичь – 15000 см²/г. Как можно видеть по полученным данным, за первую минуту дробления в таком режиме можно получить ультрадисперсный порошок с высокой удельной поверхностью.

Предложенная методика расчета энергонапряженности планетарной мельницы при измельчении кварцевого порошка позволила определить ее оптимальную энергонапряженность $W = 26,66$ Дж/г, которая достигается при коэффициенте заполнения $\varphi = 0,4$, объеме порошка, равном 1/2 от объема пустот между мелющими телами и временем дробления $t = 60$ с.

Литература

1. Butyagin, P. Yu. Determination of energy yield of mechanochemical reactions [Text] / P. Yu. Butyagin, I. K. Pavlichev // *Reactivity of Solids*. – 1986. – Vol. 1. – Pp. 361–372.
2. Бебия, А. Г. Изменение физико-химических свойств клиноптилолита после механической активации [Текст] / А. Г. Бебия, П. Ю. Гуляев, И. В. Милюкова // *Вестник Югорского государственного университета*. – 2015. – № 2 (37). – С. 58–61.
3. Бебия, А. Г. Контроль удельной поверхности цеолита методом кармана-козени в процессе механической активации [Текст] / Л. Ю. Атюцкая, А. Г. Бебия, И. В. Милюкова // *Ползуновский альманах*. – 2013. – № 1. – С. 95–97.

4. Бебия, А. Г. Механическая активация как метод воздействия на физико-химические свойства клиноптилолита [Текст] / А. Г. Бебия // Современные техника и технологии : сборник трудов XXI Международной научной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых : в 2 т. / ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ). – Томск : Нац. исследоват. Том. политех. ин-т, 2015. – Т. 1. – С. 324–326.