

ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ

DOI: 10.34031/2071-7318-2021-6-12-84-97

Трубицын М.А., Воловичева Н.А., Фурда Л.В., Скрыпников Н.С.Белгородский государственный национальный исследовательский университет***E-mail: troubitsin@bsu.edu.ru*

ИССЛЕДОВАНИЯ ВЛИЯНИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ НА ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ СУБМИКРОННОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ В α -ФОРМЕ

Аннотация. Проведены экспериментальные исследования влияния технологических параметров помола в шаровой мельнице на кинетику процесса измельчения и гранулометрические характеристики активированного оксида алюминия в α -форме. Установлено, что использование мелющих тел шарообразной формы приводит к формированию специфического четырехмодального гранулометрического состава с максимумами: 0,5; 4,0; 50,0 и 400,0 мкм соответственно. Недостатком использования шарообразных мелющих тел является неравномерное распределение вносимой добавки-интенсификатора (ПЭГ), что в свою очередь вызывает слипание тонкодисперсных частиц и появление агрегатов. Особенно ярко это выражено при $n = 100$ об/мин. При использовании мелющих тел цилиндрической формы, напротив, сохраняется тенденция к бимодальному характеру распределения частиц с максимумами в районах 0,4 и 4 мкм соответственно, независимо от скорости вращения барабана (n). Применение цельнебсов не провоцирует агломерацию тонкодисперсной фракции частиц, которая наблюдается в случае шарообразных мелющих тел. При анализе кинетики измельчения глиноземистого сырья выделены две основные стадии процесса. Первая стадия соответствует активному дроблению крупных исходных агрегатов на слагающие кристаллиты по механизму раскалывания. Вторая стадия соответствует изменению механизма измельчения с дробления на процесс истирания. Установлено, что проведение процесса измельчения в течение 10 часов с использованием цилиндрических мелющих тел при $n = 100$ об/мин и $\varphi = 0,35$ обеспечивает высокий выход субмикронной фракции целевого продукта (1 мкм) – до 20 масс. %.

Ключевые слова: реактивный глинозем, шаровая мельница, диспергация, гранулометрический состав, кинетика измельчения, ультрадисперсные порошки

Введение. Создание теплотехнических композиционных материалов нового поколения стало возможно благодаря разработке и использованию в их составе принципиально новых матричных систем [1, 2]. В таких матричных системах значительная часть кальций-фосфатных гидравлических вяжущих замещается на ультрадисперсные минеральные продукты, прежде всего, на реактивный глинозем [3–5]. Важным технологическим преимуществом субмикронного активированного оксида алюминия является его способность к спеканию при пониженных температурах, обеспечивая формирование плотной керамической матрицы, что необходимо для достижения требуемой однородности микроструктуры и высоких механических свойств теплотехнических композитов [6, 7].

В процессе производства ультрадисперсного активного Al_2O_3 обожжённое глиноземистое сырьё диспергируют до первичных беспористых кристаллов, что обеспечивает снижение водопотребности огнеупорных литевых масс, а в режиме эксплуатации – формирование плотной спеченной структуры при пониженных температурах [8, 9].

Для тонкого и сверхтонкого измельчения сегодня используют различные типы помольных агрегатов: вибрационные, струйные и вихревые мельницы, которые наряду с явными преимуществами, имеют и свои существенные недостатки [10, 11]. Вместе с тем, одним из наиболее простых, экономичных и распространенных помольных агрегатов остаются барабанные шаровые мельницы [12]. Однако в случае их применения для сверхтонкого измельчения актуальным остается вопрос выбора оптимальных параметров процесса. Ранее для этих целей применяли мокрый способ измельчения глинозема, при 50 %-ной влажности суспензий этот способ был на 20–100 % эффективнее сухого [13, 14]. Это связано с действием воды как поверхностно активного вещества с ее дезагрегирующим действием, большей удельной (на одну частицу) энергией удара шаров и меньшем демпфирующим действием суспензии по сравнению с сухим порошком в слое [15].

При сухом измельчении в шаровых мельницах периодического действия происходит агрегация дисперсных частиц после достижения их критического размера (60–65 % частиц размером

< 2 мкм [16]), что делает дальнейшую диспергацию материала малоэффективной. С целью предотвращения агрегации высокодисперсных частиц в настоящее время применяют различные добавки-интенсификаторы помола. Действие таких реагентов традиционно объясняется теорией адсорбционного понижения прочности твердых тел, основанной на эффекте А.П. Ребиндера [17]. Согласно этой теории, подобные добавки, вводимые в глиноземистое сырье в процессе измельчения, оказывают расклинивающий эффект, основанный на проникновении молекул интенсификатора в зародышевые трещины. Также имеет место так называемое капсулирующее действие интенсификатора помола, которое заключается в формировании адсорбционного слоя его молекул на поверхности зерен измельчаемого материала. При этом зерна приобретают одноименный заряд, который отталкивает их друг от друга, от мелющих тел и от футеровки мельницы. В настоящее время российскими и зарубежными производителями выпускается широкий ряд коммерческих продуктов-интенсификаторов помола. Как правило, они базируются на соединениях группы аминов (триэтаноламин, триизопропаноламин),

гликолей (диэтиленгликоль, полипропиленгликоль) и ПАВ (лигносульфонаты, полиметилсульфонаты натрия, поликарбоксилаты) [18].

Целью настоящей работы являлось проведение исследования влияния технологических параметров помола глиноземистого сырья в шаровой мельнице на кинетику процесса измельчения и гранулометрические характеристики активированного оксида алюминия в α -форме.

Методология. Для получения ультрадисперсного порошкового материала в качестве исходного сырья использовали глинозем марки Nabalox NO 105 компании Nabaltec AG (Германия), который представляет собой полидисперсный порошок белого цвета. Согласно результатам определения химического состава, указанный сырьевой материал содержит Al_2O_3 в количестве 99,57 масс. %. Также зафиксировано содержание Na_2O 0,30 масс. % и оксидов кремния и железа (III) в количестве 0,02 и 0,03 масс. % соответственно. По минералогическому составу (рис. 1) глинозем Nabalox NO 105 представлен преимущественно кристаллической фазой α - Al_2O_3 (содержание – не менее 98 %).

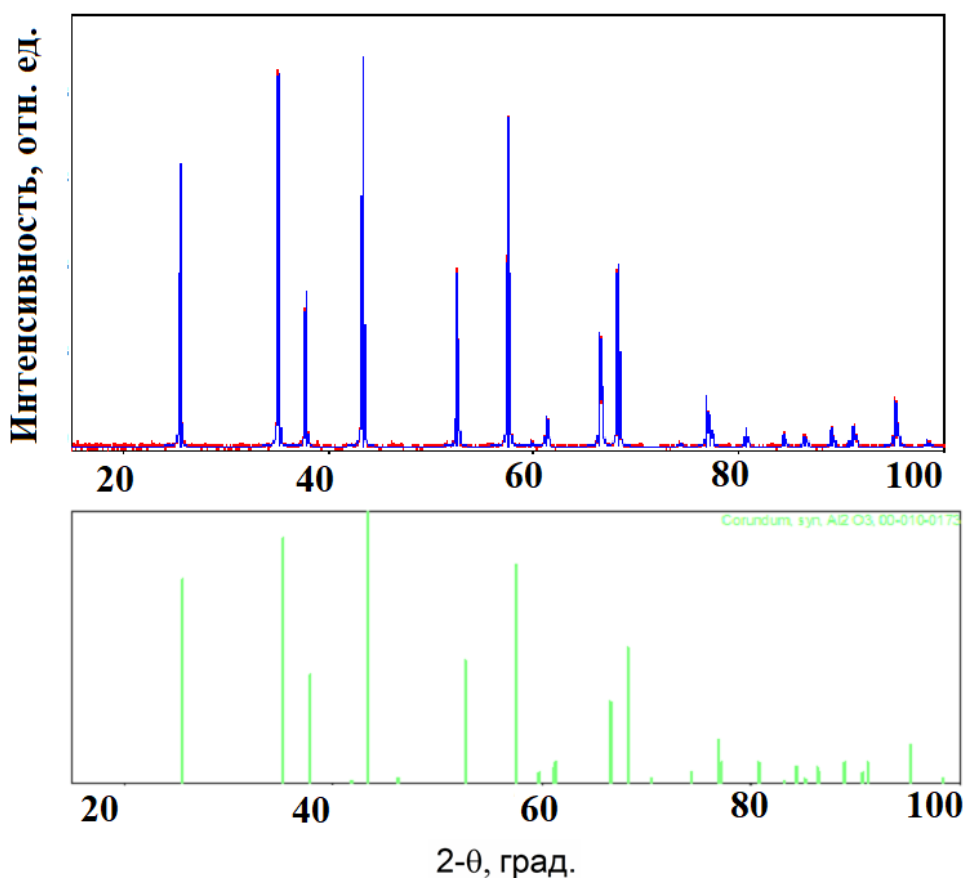


Рис. 1. Порошковая дифрактограмма исходного глинозема Nabalox NO 105

Зерна глиноземистого сырья представляют собой спекшиеся агломераты, сложенные двумя типами первичных кристаллов: изометрические

кристаллы округлой формы размером 0,5–1 мкм; пластинчатые кристаллы толщиной менее 1 мкм и длиной 5–12 мкм (рис. 2).

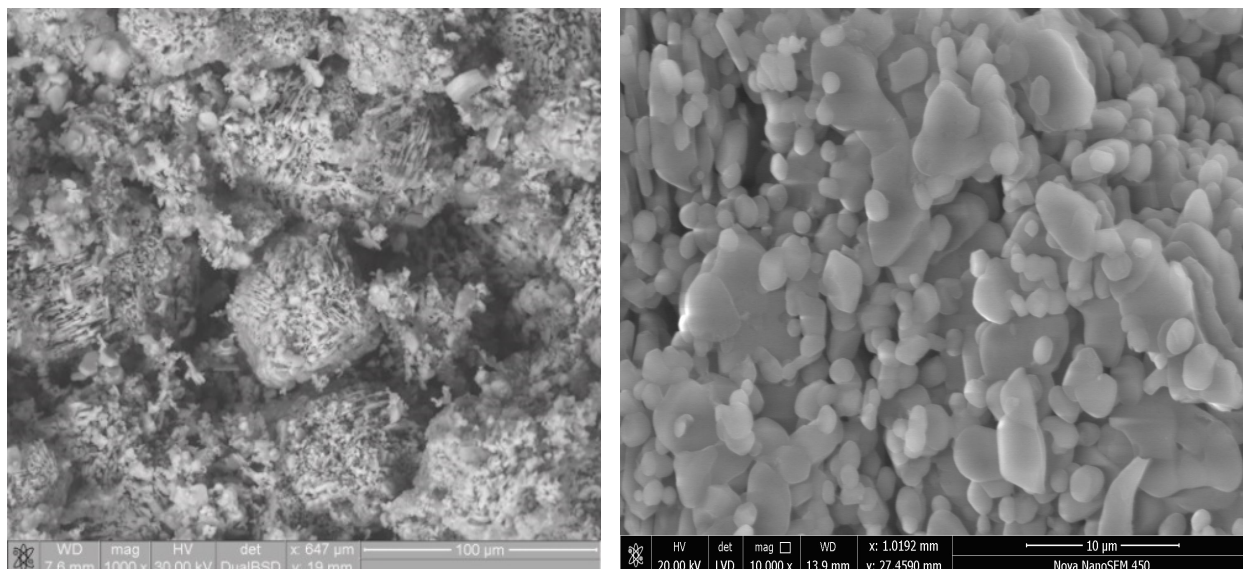


Рис. 2. СЭМ-микротографии исходного Nabalox NO 105

Медианный размер зерен D_{50} – 67 мкм, а суб-микронная фракция ($\leq 1,0$ мкм) практически отсутствует (рис. 3). Насыпная плотность – $0,95$ г/см³.

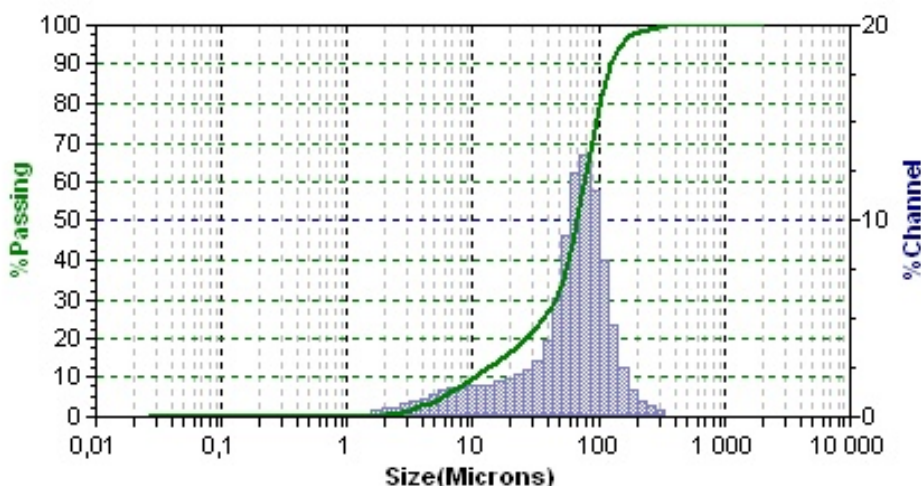


Рис. 3. Гранулометрическое распределение частиц исходного Nabalox NO 105

В качестве интенсификатора помола использовали полиэтиленгликоль (ПЭГ) средней молекулярной массы 380–440, представляющий собой вязкую жидкость желтоватого оттенка. Массовая доля интенсификатора составляла 0,05 % от загружаемого глиноземистого сырья.

Сухое измельчение глинозема осуществляли в лабораторной мельнице МЛ-1 (производитель ООО «Научно-производственный центр керамики», Россия) с размольными барабанами из высокоглиноземистого фарфора с рабочим объемом 2 дм³, внутренний диаметр – 16,0 см. Скорость вращения барабана варьировали при помощи частотного регулятора. В качестве мелющих тел использовали корундовые мелющие тела различного размера и конфигурации. Коэффициент K , характеризующий соотношение объема измель-

чаемого материала к объему пустот между мелющими телами (активная зона измельчения), во всех случаях принимали равным 1.

Определение гранулометрического состава продуктов измельчения глинозема проводили на анализаторе размеров частиц «Microtrac s3500» (США) методом лазерной дифракции. Диапазон измерения: диспергирование в жидкости от 0,02 до 2800 мкм, количество пробы для диспергирования в жидкости 0,1–2 см³ в 500 мл жидкости. В качестве дисперсионной среды при исследовании использовали дистиллированную воду. Необходимое количество пробы, которое контролируется системой прибора, вносили в ячейку, заполненную дисперсионной средой. Перед измерением проводили ультразвуковое диспергирование пробы в дисперсионной среде. Измерение размера частиц идет автоматически, прибор вы-

полняет три последовательных измерения и формирует средний результат в виде итоговой интегральной кривой и гистограммы распределения частиц по размеру.

Изучение кинетических зависимостей процесса измельчения проводили путем анализа результатов гранулометрического состава материалов через каждые два часа помола при заданных технологических параметрах. Для оценки закономерности изменения содержания крупной, средней и тонкой фракций измельчаемого материала были выбраны значения D_{90} , D_{50} и D_{20} , отвечающие размеру частиц, ниже которого находятся 90 %, 50% и 20 % дисперсного продукта соответственно.

Основная часть. В настоящей работе в качестве варьируемых технологических параметров были приняты: скорость вращения барабана

n , форма мелющих тел и объемный коэффициент мелющей загрузки φ .

На первом этапе исследования проводили помол глиноземистого материала с использованием мелющих тел шарообразной формы (средний диаметр 28 мм). Скорость вращения барабана составляла 60; 80 и 100 оборотов в минуту соответственно. Объем мелющих тел, загружаемых в барабан, составлял 0,45. С учетом принятого коэффициента K , характеризующего активную зону измельчения, загружали соответствующие массы мелющих тел и глинозема. Помол проводили в течение 10 часов.

На рисунках 4 – 6 представлены интегральные кривые и диаграммы распределения частиц для Nabalox NO 105, подвергнутого измельчению с использованием мелющих тел шарообразной формы при разной скорости вращения барабана.

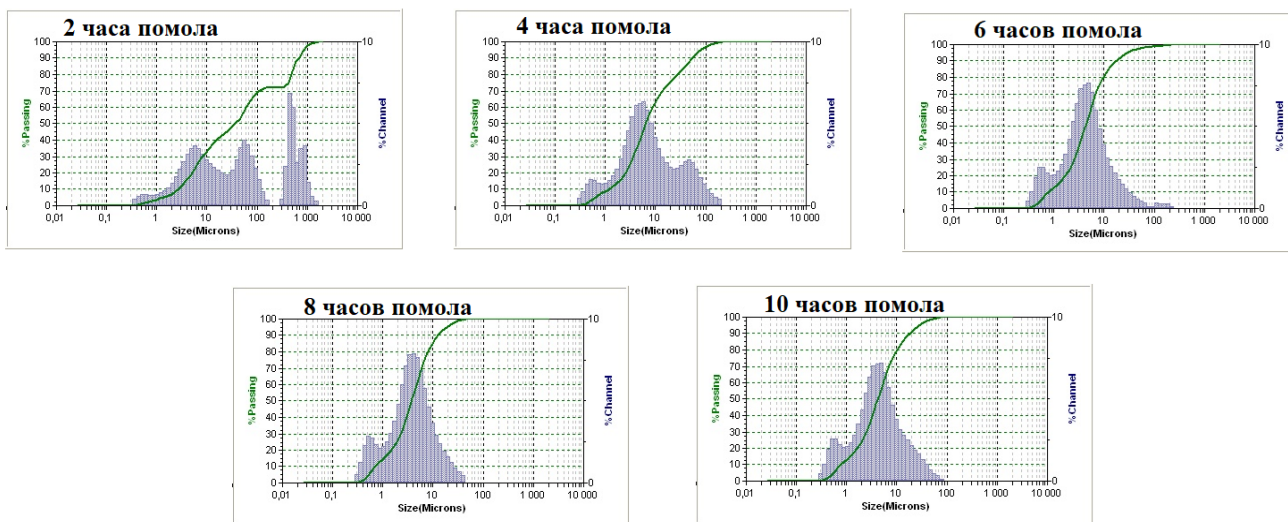


Рис. 4. Гранулометрический состав продуктов измельчения глиноземистого сырья при использовании шарообразных мелющих тел, $\varphi = 0,45$, $n = 60$ об/мин

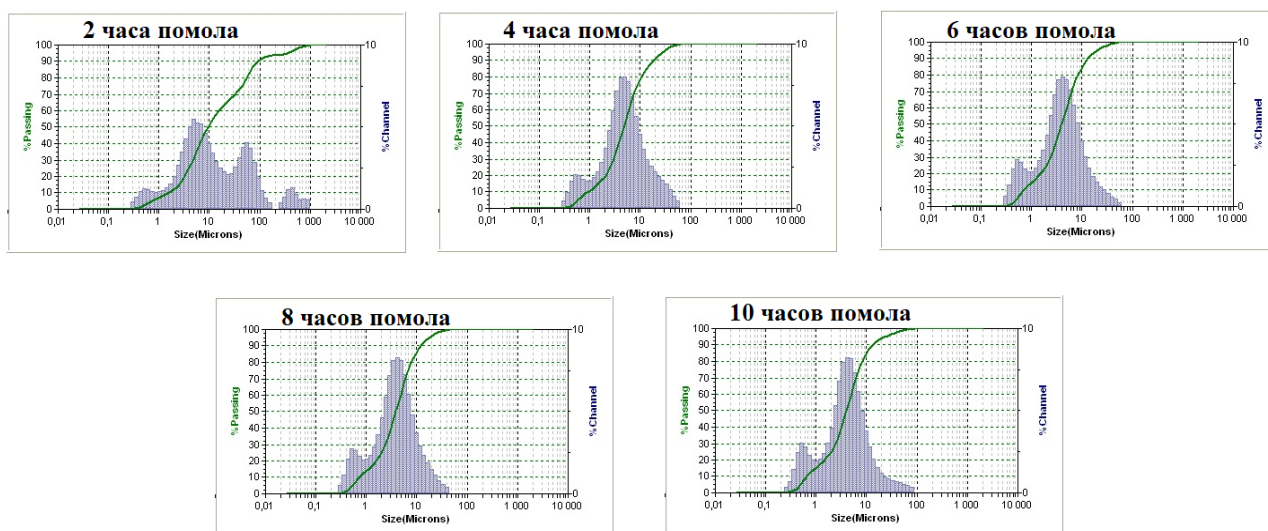


Рис. 5. Гранулометрический состав продуктов измельчения глиноземистого сырья при использовании шарообразных мелющих тел, $\varphi = 0,45$, $n = 80$ об/мин

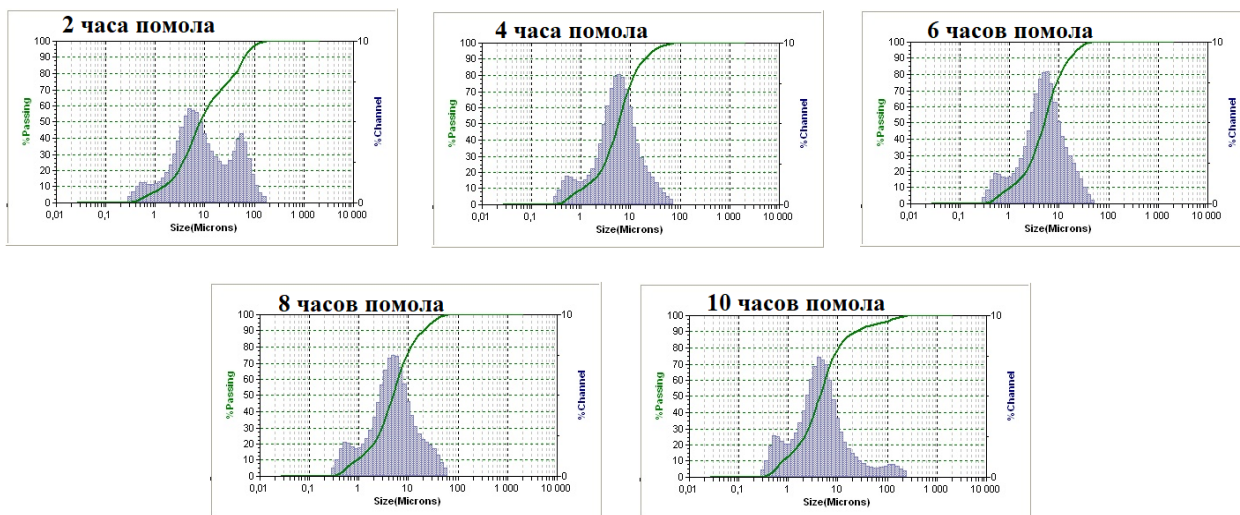


Рис. 6. Гранулометрический состав продуктов измельчения глиноземистого сырья при использовании шарообразных мелющих тел, $\varphi = 0,45$, $n = 100$ об/мин

Анализ полученных диаграмм показал, что зерновое распределение имеет мультимодальный характер с максимумами: 0,5; 4,0; 50,0 и 400,0 мкм соответственно. Наличие моды с максимумом 400,0 мкм (рис. 4 и 5) связано с тем, что определенная доля частиц глинозема в первые два часа помола агломерируется. При увеличении скорости вращения барабана до 100 об/мин, вероятно, тоже образуются агломераты, которые не зафиксированы из-за высокой интенсивности измельчения. В пользу этого предположения говорит трехмодальное распределение частиц (рис. 6).

Также через 9–10 часов помола наблюдается появление агрегатов, связанное с процессами слипания тонкодисперсных частиц, несмотря на присутствие интенсификатора помола. Особенно ярко это выражено при $n = 100$ об/мин (рис. 6). По нашему мнению, в случае использования мелющих тел шарообразной формы через 10 часов помола имеет место неравномерное распределение вносимой добавки-интенсификатора. Как следствие, на вновь образующейся поверхности ПЭГ не успевает адсорбироваться, что приводит к возникновению нескомпенсированных электрических зарядов и взаимному притяжению тонкодисперсных частиц.

На основании полученных данных построены кинетические кривые процесса измельчения Nabalox NO 105, которые представлены на рисунке 7.

Анализ кинетических кривых, представленных на рис. 7, показал, что можно выделить две

основные стадии измельчения глиноземистого сырья. Первая стадия соответствует активному дроблению крупных исходных агрегатов на слагающие кристаллиты по механизму раскалывания, о чем свидетельствует максимальный угол наклона графика $D = f(\tau)$. При скорости вращения барабана, равной 60 об/мин (рис. 7 а) стадия дробления более длительная и составляет 6 часов, в то время, как увеличение скорости вращения барабана до 80 и 100 об/мин (рис. 7 б и в) позволяет сократить продолжительность этой стадии до 4 часов. Вторая стадия соответствует существенно более пологому ходу кинетических кривых. Это указывает на изменение механизма измельчения с дробления на процесс истирания. Вместе с тем, обращает на себя внимание незначительный подъем кинетической кривой (рис. 7 в) в интервале 6 – 10 часов, соответствующий фракции частиц D_{90} . Это вызвано включением в состав крупной фракции D_{90} дополнительного количества агрегированных частиц (рис. 6, 10 часов помола).

На втором этапе экспериментальной работы проводили помол глиноземистого материала с использованием мелющих тел цилиндрической формы (средний диаметр и высота цельпесов – 20 мм). Скорость вращения барабана и объем загрузки мелющих тел аналогичен первому этапу. На рис. 8 представлены типичные интегральные кривые и диаграммы распределения частиц глинозема, подвергнутого измельчению при указанных технологических параметрах

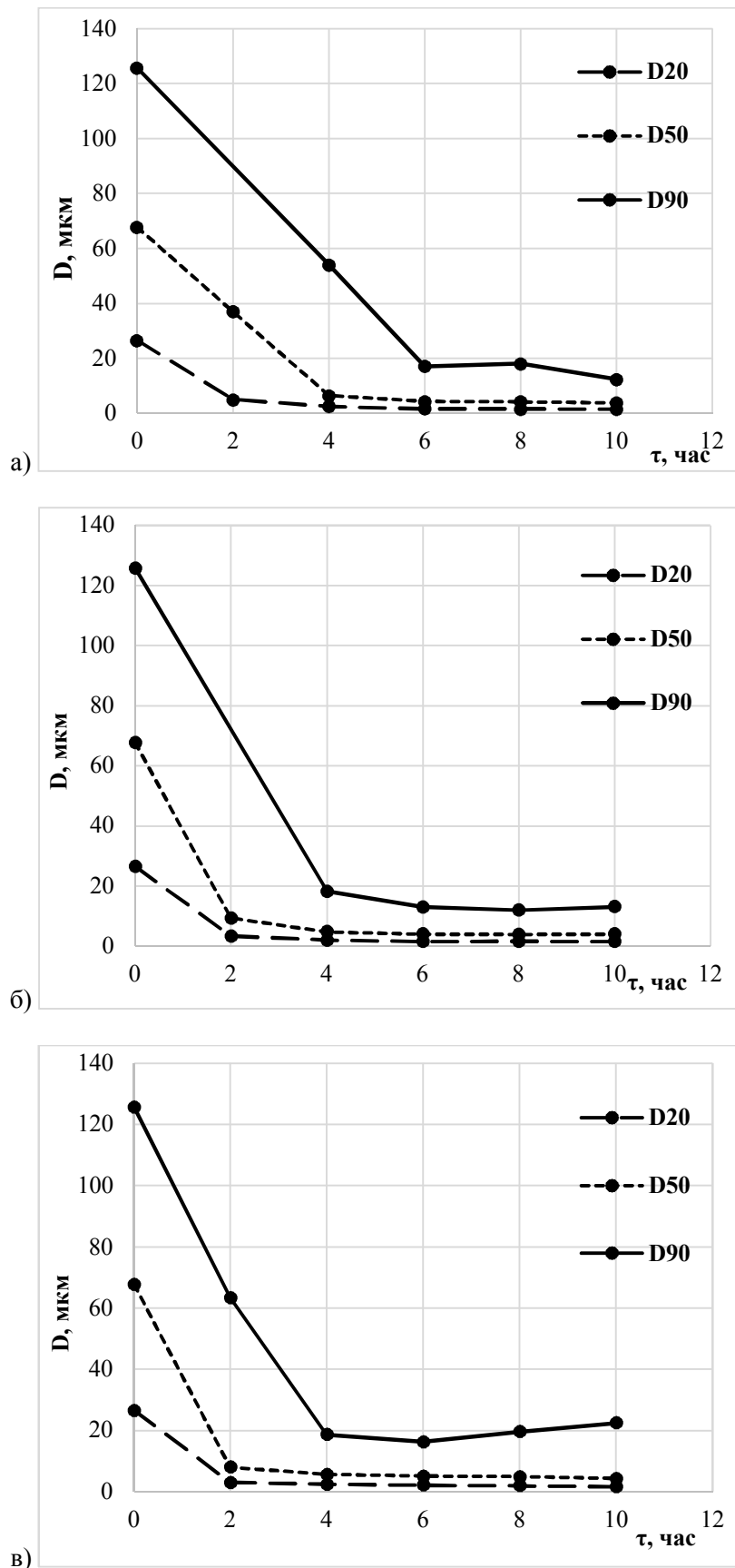


Рис. 7. Кинетические кривые измельчения глинозема при использовании шарообразных мелющих тел ($\varphi = 0,45$) скорость вращения барабана: а) 60 об/мин; б) 80 об/мин; в) 100 об/мин

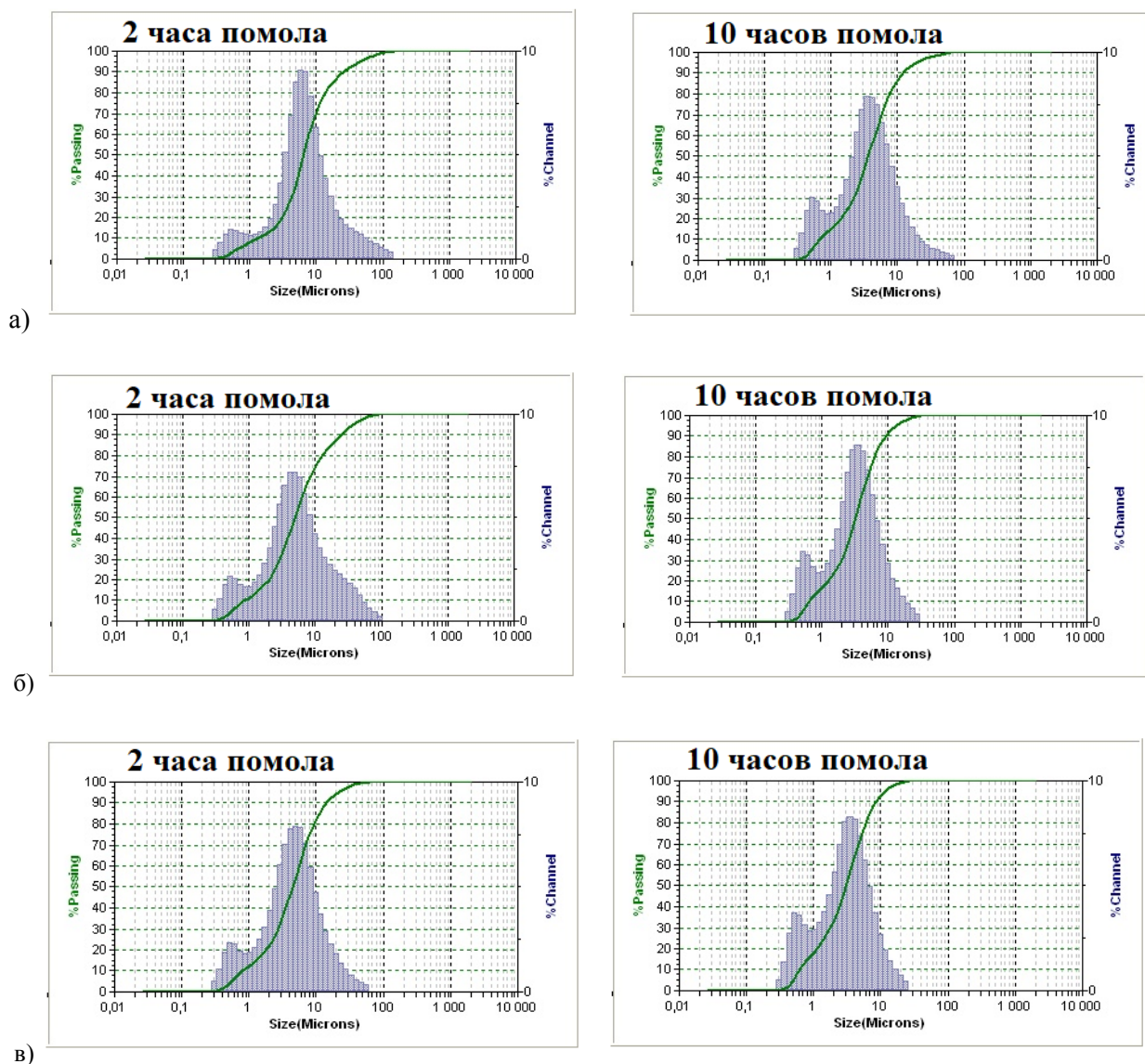


Рис. 8. Гранулометрический состав продуктов измельчения глиноземистого сырья при использовании цельпесов в качестве мелющих тел ($\varphi = 0,45$), скорость вращения барабана: а) 60 об/мин; б) 80 об/мин; в) 100 об/мин

Представленные на рисунке гистограммы иллюстрируют устойчивую тенденцию к формированию бимодального характера распределения частиц. Первый максимум фиксируется при 0,4 мкм, а максимум второй моды соответствует 4,0 мкм. Следовательно, при использовании цельпесов не происходит агломерация тонкодисперсной фракции частиц, которая наблюдается в случае шарообразных мелющих тел. Кинетические кривые измельчения исходного глиноземистого сырья с использованием цилиндрических мелющих тел представлены на рисунке 9.

Характер хода кинетических кривых в целом аналогичен таковым, полученным нами при использовании шарообразных мелющих тел, и позволяет выделить те же две стадии измельчения

глиноземистого сырья. Наиболее активно процесс дробления исходных агломератов идет при скорости вращения барабана 100 об/мин. Далее процесс измельчения значительно замедляется и переходит в стадию истирания. Обращает на себя внимание, что при скоростях вращения барабана, равных 60 и 80 об/мин, начиная с $\tau = 4$ ч и до $\tau = 10$ ч наблюдается плавное снижение размеров частиц фракции D_{90} . В то же время, за аналогичный промежуток времени при $n = 100$ об/мин кинетическая кривая, соответствующая крупной фракции, практически выходит на плато, что свидетельствует о замедлении процесса истирания.

Обобщающая диаграмма результатов исследований, выполненных на первом и втором этапах, представлена на рис. 10.

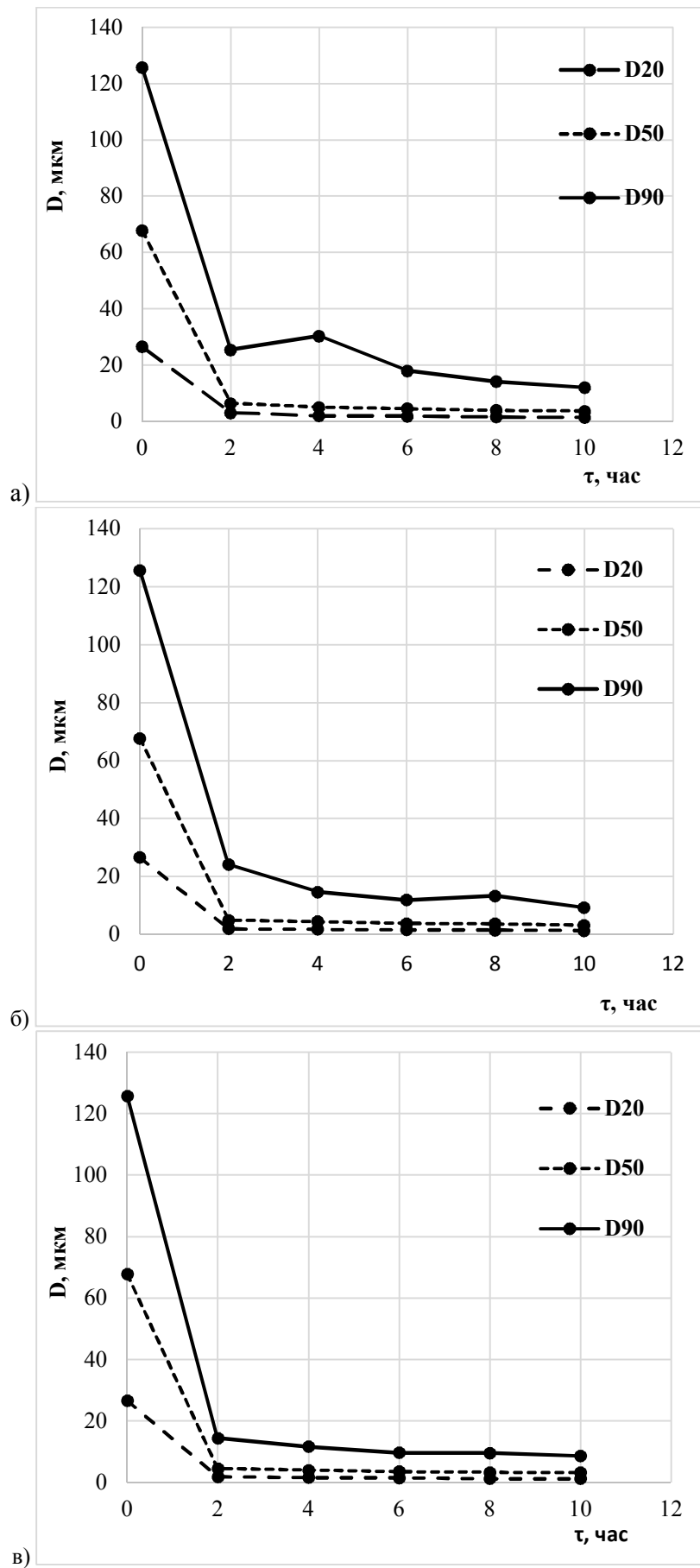


Рис. 9. Кинетические кривые измельчения глинозема при использовании цельпелбсов в качестве мелющих тел ($\varphi = 0,45$), скорость вращения барабана: а) 60 об/мин; б) 80 об/мин; в) 100 об/мин

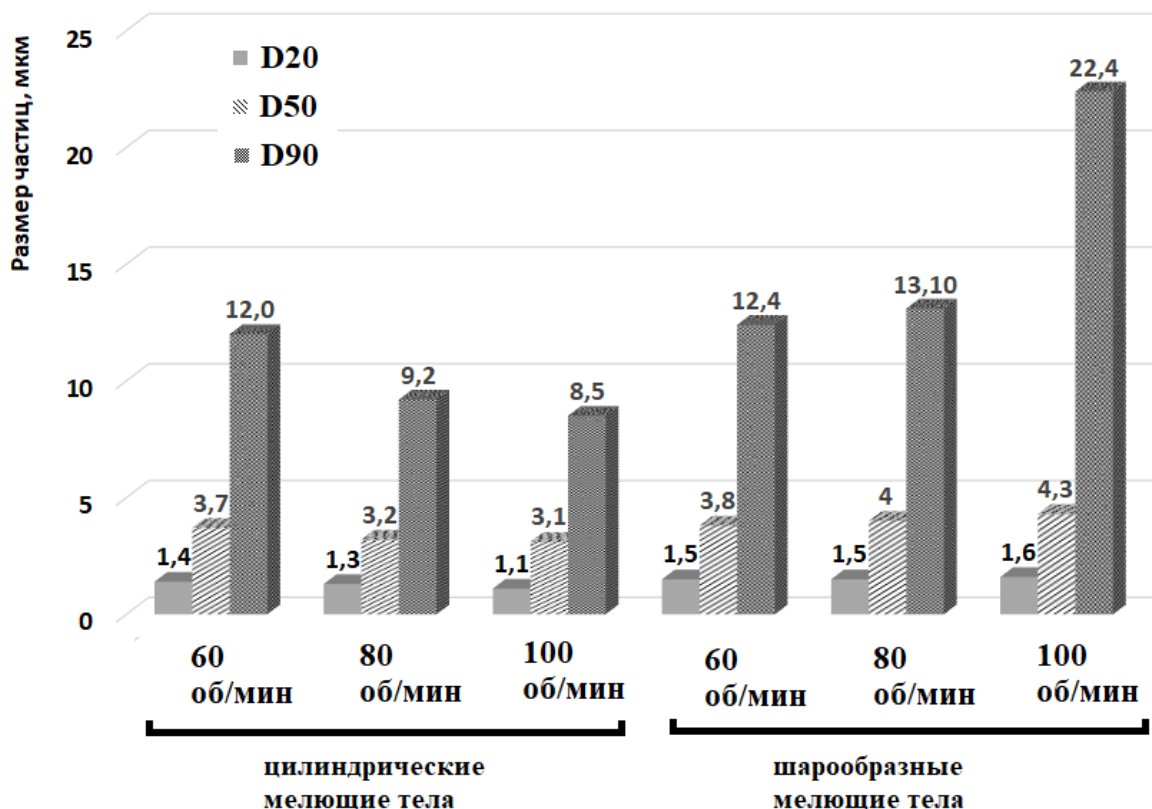


Рис. 10. Средний размер частиц дисперсных фракций D_{90} , D_{50} и D_{20} продуктов, полученных при измельчении Nabalox NO 105: $\tau = 10$ ч; $\varphi = 0,45$

Сопоставительный анализ гистограмм на рисунке 10 показывает, что оптимальные результаты по измельчению глиноземистого сырья до высокодисперсного состояния достигаются в случае использования мелющих тел цилиндрической формы и скорости вращения барабана 100 об/мин.

На заключительном этапе работы изучали влияние коэффициента мелющей загрузки ($\varphi = 0,45$; $\varphi = 0,35$) на характеристики получаемого продукта. Скорость вращения барабана составляла 100 об/мин, применялись цилиндрические мелющие тела. Максимальная продолжительность измельчения (τ) – 10 ч.

Установлено, что уменьшение количества загружаемых мелющих тел не оказывает существенного влияния на характер интегральных кривых и гистограммы распределения частиц по размерам. Сохраняется бимодальность при распределении частиц по размерам, склонность к агломерации не выявлена.

Как следует из рис. 11, уменьшение величины мелющей загрузки (φ) с 0,45 до 0,35 практически не влияет на вид кинетических кривых процесса измельчения, то есть сохраняется ранее выявленный двухстадийный процесс. Для обоих

значений φ (0,35; 0,45) наблюдается практически полное совпадение участков кинетических кривых, соответствующих стадии дробления.

Однако уменьшение параметра φ с 0,45 до 0,35 оказывает заметное влияние на кинетику второй стадии измельчения, отвечающей процессу истирания. Так, уже начиная с $\tau = 6$ часов и до $\tau = 10$ часов, скорость истирания глиноземистых частиц при $\varphi = 0,45$ начинает существенно замедляться, о чем свидетельствует практически не изменяющийся медианный размер частиц D_{50} и, как следствие, более пологий ход кинетической кривой на данном участке. В том случае, когда параметр φ равен 0,35, процесс истирания продолжается с течением времени, что позволяет получать более тонкодисперсный материал с $D_{50} = 2,8$ мкм.

Сравнительная оценка размеров частиц, характеризующих дисперсные фракции D_{90} , D_{50} и D_{20} в продуктах измельчения, полученных при различных значениях φ (рис. 12) показала, что снижение объема мелющей загрузки до $\varphi = 0,35$ обеспечивает более интенсивное истирание дисперсного глиноземистого материала на второй стадии измельчения. Это позволяет за 10 часов помола достигать медианного размера частиц D_{50} менее 3 мкм. Доля субмикронной фракции частиц ($\leq 1,0$ мкм) составляет 20 %.

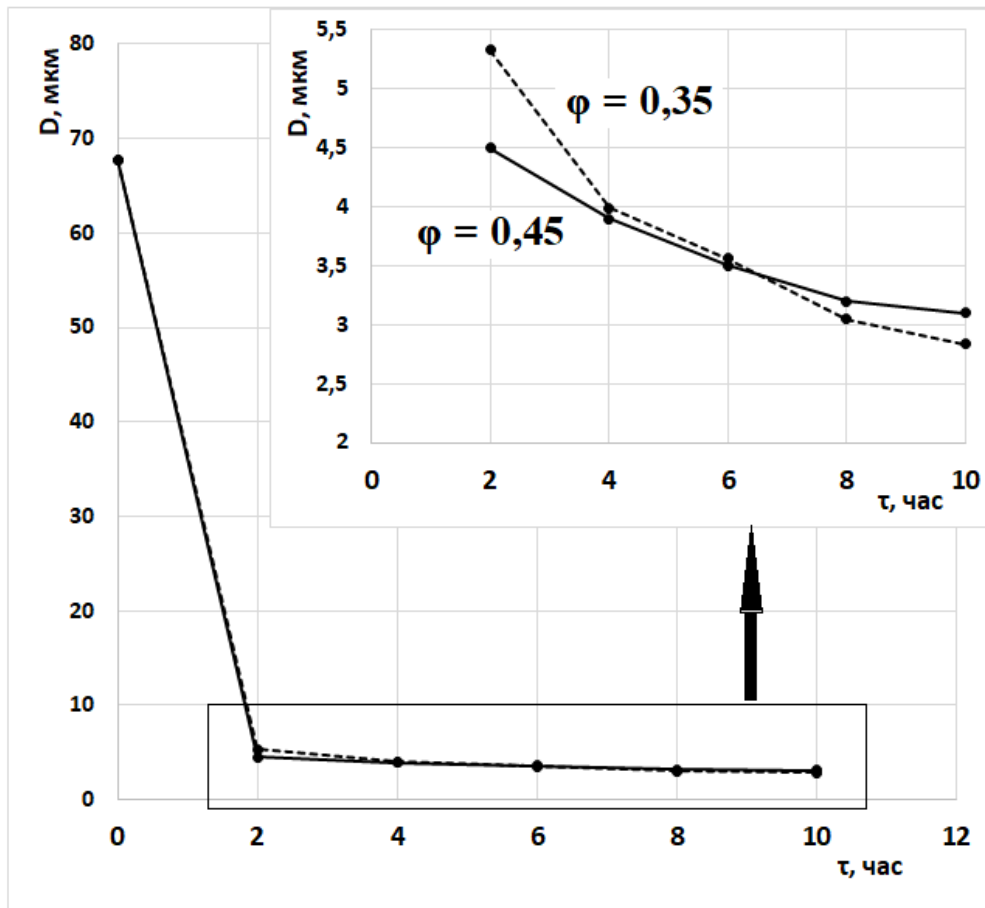


Рис. 11. Кинетические кривые измельчения глинозема при различном значении ϕ ($n = 100$ об/мин, мелющие тела цилиндрической формы)

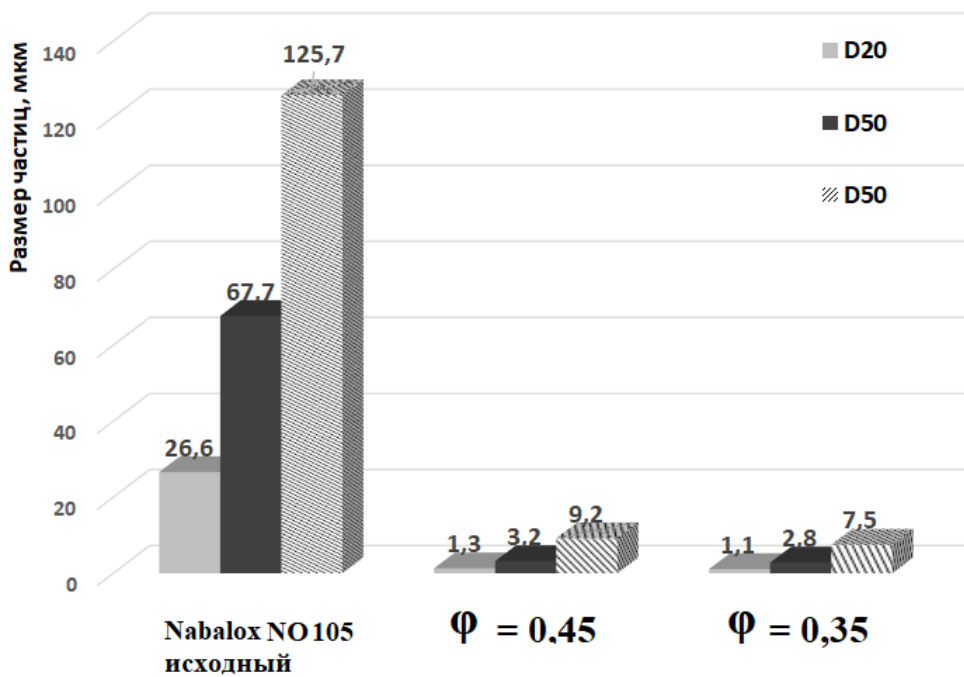
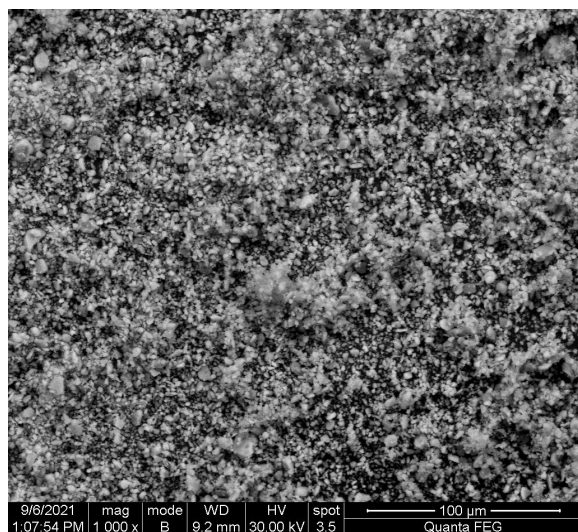


Рис. 12. Средний размер частиц фракций D_{90} , D_{50} и D_{20} для исходного Nabalox NO 105 и продуктов его измельчения при внесении ПЭГ (цилиндрические мелющие тела, $n = 100$ об/мин)

На рисунке 13 представлены СЭМ-фотографии глинозема после измельчения в шаровой



мельнице при оптимальных технологических параметрах: $n = 100$ об/мин, $\varphi = 0,35$, мелющие тела цилиндрической формы.

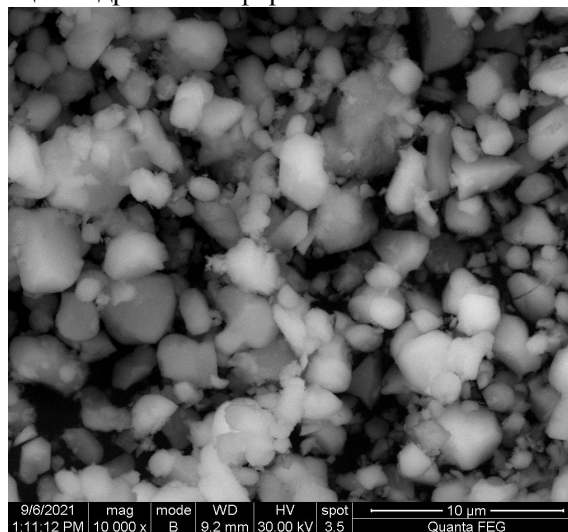


Рис. 13. СЭМ-микрофотографии продуктов измельчения Nabalox NO 105

На микрофотографиях присутствуют отдельные кристаллиты размером от долей до 3 – 4 мкм. Обращает на себя внимание форма дисперсных частиц $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, составляющих готовый продукт после измельчения. Пластинообразные кристаллиты активированного оксида алюминия по сравнению с кристаллитами, слагающими исходные зерна Nabalox NO 105 (рис. 2), имеют более округлую изометричную форму.

Выводы. Показана эффективность использования шаровой мельницы периодического действия в качестве помольного агрегата для получения субмикронного активированного оксида алюминия в α -форме.

Наиболее оптимальными параметрами технологического получения высокодисперсного активированного глинозема при использовании в качестве помольного агрегата шаровой мельницы с размольными барабанами рабочим объемом 2 дм³, являются: скорость вращения барабана $n = 100$ об/мин, объемный коэффициент мелющей загрузки $\varphi = 0,35$, мелющие тела цилиндрической формы.

Установлено, что использование мелющих тел шарообразной формы приводит к формированию специфического гранулометрического состава, включающего 4 моды с максимумами: 0,5; 4,0; 50,0 и 400,0 мкм соответственно. Существенным недостатком использования шарообразных мелющих тел является неравномерное распределение вносимой добавки-интенсификатора (ПЭГ), что в свою очередь вызывает слипание тонкодисперсных частиц и появление агрегатов. Особенно ярко это выражено при $n = 100$ об/мин.

При использовании мелющих тел цилиндрической формы, напротив, сохраняется тенденция

к бимодальному характеру распределения частиц с максимумами в районах 0,4 и 4 мкм соответственно, независимо от скорости вращения барабана (n). Это свидетельствует об отсутствии агломерации тонкодисперсной фракции частиц, которая свойственна при использовании шарообразных мелющих тел.

Анализ кинетических кривых измельчения независимо от значений варьируемых технологических параметров (форма мелющих тел, скорость вращения барабана n и объемный коэффициент мелющей загрузки φ), позволил выделить две основные стадии измельчения. Первая стадия соответствует активному дроблению крупных исходных агрегатов на слагающие кристаллиты по механизму раскалывания, о чем свидетельствует максимальный угол наклона графика $D = f(\tau)$. Вторая стадия соответствует существенно более пологому ходу кинетических кривых. Это указывает на изменение механизма измельчения с дробления на процесс истирания.

Проведение процесса измельчения с использованием цилиндрических мелющих тел при $n = 100$ об/мин и $\varphi = 0,35$ обеспечивает высокий выход субмикронной фракции целевого продукта (1 мкм) – до 20 масс. %.

Источник финансирования. Работа выполнена в НИУ БелГУ при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках соглашения от 14.12.2020 г. № 075-11-2020-038 о реализации комплексного проекта «Создание импортозамещающего производства компонентов матричных систем и теплотехнических композиционных материалов нового поколения на их основе» согласно Постановлению Правительства РФ от 09.04.2010 г. №218.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Ghose S., Saigal C., Maldhure A., Das S.K. Effect of reactive alumina on the physico-mechanical properties of refractory castable // Transactions of the Indian Ceramic Society. 2013. Vol. 72. No. 2. Pp. 113–118
2. Schnabel M., Buhr A., Kockegey-Lorenz R., Schmidtmeier D., Dutton J. Benefit of Matrix Alumina and modern dispersing systems in low cement castables // Intercam – Refractories. 2014. Man. II. Pp. 281–287.
3. Rivera-Madrid I.E., Rincón-Fulla M., Osorio-Correa A., Chica-Osorio L., Bustamante-Rúa O., Menéndez-Aguado J. M. Comparison of alumina ball size distribution in two white cement grinding units using Swebrec function // Revista DYNA. 2019. Vol. 86. No. 209. Pp. 25–29.
4. Kiennemann J., Chabas E., Ulrich C., Dumont D. The role of granulometry and additives in optimizing the alumina matrix in low cement castables // Refractories WORLDFORUM 9. 2017. Pp. 77–82.
5. Jingming Z., Taesuk K., Gichul K., Kyuhong H., Dongsik B. Densification characteristics of chromia/alumina castables by particle size distribution // Nanoscale Research Letters. 2012. P. 1–4.
6. Berrin Gürel S., Akın A. Reactive alumina production for the refractory industry // Powder Technology. 2009. No. 196. Pp. 115–121.
7. Reid C.B., Forrester J.S., Goodshaw J.H., Kisi E.H., Suaning G.J. A study in the mechanical milling of alumina powder // Ceramics International. 2008. No. 34. Pp. 1551–1556.
8. López-Juárez R., Razo-Perez N., Pérez-Juacheb T., Hernandez-Cristobal O., Reyes-López S. Y. Synthesis of α -Al₂O₃ from aluminum cans by wet-chemical methods // Results in Physics. 2018. No. 11. Pp. 1075–1079.
9. Андрюшкова О.В., Ушаков В.А., Крюков Г.Н. Твердофазные превращения механически активированных оксидов алюминия при термообработке // Химия в интересах устойчивого развития. 1996. Т. 4. № 1. С. 15–26.
10. Коротаева З. А., Полубояров В.А. Механохимические ультрадисперсные порошки: получение и применение. Saarbrücken, Germany: LAMBERT Academic Publishing GmbH, 2011. 118 с.
11. Воробьев Н.Д. Моделирование процесса измельчения в шаровых мельницах // Горный журнал. 2004. №5. С. 65 – 68.
12. Масленников В.Г., Стихин А.Ю. Применение резиновой футеровки для сырьевых и цементных мельниц // Цемент и его применение. 2011. №3. 126 с.
13. Кайнарский И.С., Дегтярева Э.В., Орлова И.Г. Корундовые огнеупоры и керамика. М.: Металлургия, 1981. 168 с.
14. Алейников В.П. Реконструкция сырьевой мельницы мокрого помола на Щуровском цементном заводе // Цемент и его применение. 2012. №3. С. 58–59.
15. Жуков В. П. Измельчение в шаровой барабанной мельнице шарами различной крупности // Изв. вузов. Серия: Химия и химическая технология. 1993. Т. 36. Вып. 2. С. 83–86.
16. MacZura G. Aluminum oxide, calcined, tabular, and aluminate cements // Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology. 2003. Pp. 403–421.
17. Ребиндер П.А., Щукин Е.Д. Поверхностные явления в твердых телах в процессах их деформации и разрушения // Успехи физических наук. 1972. Т. 108. № 9. С. 3–42.
18. Маджистри М., Падовани Д., Форни П. Оптимизация свойств цемента с добавками при использовании интенсификаторов помола // Цемент и его применение. 2013. №5. С. 115–116.

Информация об авторах

Трубицын Михаил Александрович, кандидат технических наук, профессор кафедры общей химии Института фармации, химии и биологии НИУ «БелГУ». E-mail: troubitsin@bsu.edu.ru. Белгородский государственный национальный исследовательский университет. Россия, 308015, Белгород, ул. Победы, д.85

Воловичева Наталья Александровна, кандидат технических наук, доцент кафедры общей химии Института фармации, химии и биологии НИУ «БелГУ». E-mail: volovicheva@bsu.edu.ru. Белгородский государственный национальный исследовательский университет. Россия, 308015, Белгород, ул. Победы, д.85

Фурда Любовь Владимировна, кандидат химических наук, доцент кафедры общей химии Института фармации, химии и биологии НИУ «БелГУ». E-mail: furda@bsu.edu.ru. Белгородский государственный национальный исследовательский университет. Россия, 308015, Белгород, ул. Победы, д.85

Скрыпников Николай Сергеевич, магистрант кафедры общей химии Института фармации, химии и биологии НИУ «БелГУ». Белгородский государственный национальный исследовательский университет. Россия, 308015, Белгород, ул. Победы, д.85

Поступила 27.09.2021 г.

© Трубицын М.А., Воловичева Н.А., Фурда Л.В., Скрыпников Н.С., 2021

**Troubitsin M.A., Volovicheva N.A., Furda L.V., Skrypnikov N.S.*

Belgorod National Research University

**E-mail: troubitsin@bsu.edu.ru*

STUDY OF THE INFLUENCE OF TECHNOLOGICAL PARAMETERS ON THE GRANULOMETRIC CHARACTERISTICS OF SUBMICRON ALUMINUM OXIDE IN α -FORM

Abstract. *Experimental studies of the influence of technological parameters of grinding alumina raw materials in a ball mill on the kinetics of the grinding process and the granulometric characteristics of activated alumina in the α -form have been carried out. It is found that the use of spherical grinding bodies leads to the formation of a specific four-modal granulometric composition with maxima: 0.5; 4.0; 50.0 and 400.0 microns, respectively. The disadvantage of using spherical grinding bodies is the uneven distribution of the introduced intensifier additive (PEG), which in turn causes adhesion of fine particles and the appearance of aggregates. This is especially pronounced at $n = 100$ rpm. When using grinding bodies of cylindrical shape, on the contrary, there is a tendency towards a bimodal nature of the distribution of particles with maxima in the regions of 0.4 and 4 μm , respectively, regardless of the rotation speed of the drum (n). The use of cylpebs does not provoke agglomeration of the fine particle fraction, which is observed in the case of spherical grinding bodies. When analyzing the kinetics of grinding alumina raw materials, two main stages of the process are identified. The first stage corresponds to the active fragmentation of large initial aggregates into constituent crystallites by the cleavage mechanism. The second stage corresponds to a change in the grinding mechanism from crushing to abrasion. It is found that carrying out the grinding process for 10 hours using cylindrical grinding bodies at $n = 100$ rpm and $\varphi = 0.35$ provides a high yield of the submicron fraction of the target product (1 μm) – up to 20 wt. %.*

Keywords: *reactive alumina, ball mill, dispersion, particle size distribution, grinding kinetics, ultrafine powders*

REFERENCES

1. Ghose S., Saigal C., Maldhure A., Das S.K. Effect of reactive alumina on the physico-mechanical properties of refractory castable. Transactions of the Indian Ceramic Society. 2013. Vol. 72. No. 2. Pp. 113–118
2. Schnabel M., Buhr A., Kockegey-Lorenz R., Schmidtmeier D., Dutton J. Benefit of Matrix Alumina and modern dispersing systems in low cement castables. Intercam – Refractories. 2014. Man. II. Pp. 281–287.
3. Rivera-Madrid I.E., Rincón-Fulla M., Osorio-Correa A., Chica-Osorio L., Bustamante-Rúa O., Menéndez-Aguado J. M. Comparison of alumina ball size distribution in two white cement grinding units using Swebrec function. Revista DYNA. 2019. Vol. 86. No. 209. Pp. 25–29.
4. Kiennemann J., Chabas E., Ulrich C., Dumont D. The role of granulometry and additives in optimizing the alumina matrix in low cement castables. Refractories WORLDFORUM 9. 2017. Pp. 77 – 82.
5. Jingming Z., Taesuk K., Gichul K., Kyuhong H., Dongsik B. Densification characteristics of chromia/alumina castables by particle size distribution. Nanoscale Research Letters. 2012. P. 1–4.
6. Berrin Gürel S., Akin A. Reactive alumina production for the refractory industry. Powder Technology. 2009. No. 196. Pp. 115 – 121.
7. Reid C.B., Forrester J.S., Goodshaw J.H., Kisi E.H., Suaning. G.J. Suaning. A study in the mechanical milling of alumina powder. Ceramics International. 2008. No. 34. Pp. 1551–1556.
8. López-Juárez R., Razo-Perez N., Pérez-Juacheb T., Hernandez-Cristobal O., Reyes-López S. Y. Synthesis of α -Al₂O₃ from aluminum cans by wet-chemical methods. Results in Physics. 2018. No. 11. Pp. 1075–1079.
9. Andryushkova O.V., Ushakov V.A., Kryukov G.N. Solid-phase transformations of mechanically activated aluminum oxides during heat treatment [Tverdofaznye prevrashcheniya mekhanicheskii aktivirovannykh oksidov alyuminiya pri termoobrabotke]. Chemistry for sustainable development. 1996. Vol. 4. No. 1. Pp. 15–26. (rus)
10. Korotaeva Z.A., Poluboyarov V.A. Mechanochemical ultrafine powders: preparation and application [Mekhanohimicheskie ul'tradispersnye poroshki: poluchenie i primeneniye]. Saarbrücken, Germany: LAMBERT Academic Publishing GmbH, 2011. 118 p. (rus)
11. Vorobiev N.D. Modeling the grinding process in ball mills [Modelirovanie processa izmel'cheniya v sharovykh mel'nicah]. Gornyi Zhurnal. 2004. No. 5. Pp. 65–68. (rus)
12. Maslennikov V.G., Stikhin A.Yu. The use of rubber lining for raw materials and cement mills [Primeneniye rezinovoj futerovki dlya syr'evykh i cementnykh mel'nic]. Gornyi Zhurnal. 2011. No. 3. Pp. 126. (rus)

13. KajnarSKIY I.S., Degtyareva E.V., Orlova I.G. Corundum refractories and ceramics [Korundovye ognepory i keramika]. Moscow: Metallurgiya, 1981. 168 p. (rus)

14. Aleinikov V.P. Reconstruction of a raw material wet mill at the Shchurovsky cement plant [Rekonstrukciya syr'evoy mel'nicy mokrogo pomola na SHCHurovskom cementnom zavode]. Cement and its application. 2012. No. 3. Pp. 58–59. (rus)

15. Zhukov V.P. Grinding in a ball drum mill with balls of various sizes [Izmel'chenie v sharovoj barabannoj mel'nice sharami razlichnoj krupnosti]. Izv. universities. Series: Chemistry and Chemical Technology. 1993. Vol. 36. Issue. 2. Pp. 83–86. (rus)

16. MacZura G. Aluminum oxide, calcined, tabular, and aluminate cements. Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology. 2003. Pp. 403–421.

17. Rebinder P.A., Shchukin E.D. Surface phenomena in solids in the processes of their deformation and destruction [Poverhnostnye yavleniya v tverdyh telah v processah ih deformacii i razrusheniya]. Uspekhi fizicheskikh nauk. 1972. Vol. 108. No. 9. Pp. 3–42. (rus)

18. Magistri M., Padovani D., Forney P. Optimization of properties of cement with additives when using grinding intensifiers [Optimizaciya svoystv cementa s dobavkami pri ispol'zovanii intensivatorov pomola]. Cement and its application. 2013. No. 5. Pp. 115–116. (rus)

Information about the authors

Troubitsin, Mikhail A. PhD, Professor of the Department of General Chemistry, Institute of Pharmacy, Chemistry and Biology of the National Research University «BelSU». E-mail: troubitsin@bsu.edu.ru. Belgorod National Research University. Russia, 308015, Belgorod, st. Pobedy, 85.

Volovicheva, Natalya A. PhD, Assistant professor of the Department of General Chemistry, Institute of Pharmacy, Chemistry and Biology of the National Research University «BelSU». E-mail: volovicheva@bsu.edu.ru. Belgorod National Research University. Russia, 308015, Belgorod, st. Pobedy, 85.

Furda, Lyubov V. PhD, Assistant professor of the Department of General Chemistry, Institute of Pharmacy, Chemistry and Biology of the National Research University «BelSU». E-mail: furda@bsu.edu.ru. Belgorod National Research University. Russia, 308015, Belgorod, st. Pobedy, 85.

Skrypnikov, Nikolay S. Master student of the Department of General Chemistry of the Institute of Pharmacy, Chemistry and Biology of the National Research University «BelSU». Belgorod National Research University. Russia, 308015, Belgorod, st. Pobedy, 85.

Received 27.09.2021

Для цитирования:

Трубицын М.А., Воловичева Н.А., Фурда Л.В., Скрыпников Н.С. Исследования влияния технологических параметров на гранулометрические характеристики субмикронного оксида алюминия в α -форме // Вестник БГТУ им. В.Г. Шухова. 2021. № 12. С. 84–97. DOI: 10.34031/2071-7318-2021-6-12-84-97

For citation:

Troubitsin M.A., Volovicheva N.A., Furda L.V., Skrypnikov N.S. Study of the influence of technological parameters on the granulometric characteristics of submicron aluminum oxide in α -form. Bulletin of BSTU named after V.G. Shukhov. 2021. No. 12. Pp. 84–97. DOI: 10.34031/2071-7318-2021-6-12-84-97