

Jacek KORDEK, Waldemar KĘPYS, Dominika PALUCH  
Akademia Górniczo-Hutnicza, Kraków

## **POWIERZCHNIA WŁAŚCIWA PROSZKÓW, PORÓWNANIE WYNIKÓW OZNACZEŃ BEZPOŚREDNICH Z WYNIKAMI OBLICZONYMI NA PODSTAWIE SKŁADU ZIARNOWEGO<sup>1</sup>**

**Streszczenie.** W artykule przedstawiono badania powierzchni właściwej trzech materiałów: dolomitu, wapienia oraz szkła o różnym stopniu rozdrobnienia. Pomiary wykonano metodą przepływową Blaine'a oraz określono na podstawie składu ziarnowego wyznaczonego za pomocą instrumentu IPS-U „Infrared Particle Sizer”. Wyniki badań pozwoliły na określenie zależności pomiędzy powierzchnią właściwą przepływową a powierzchnią wyliczoną.

## **THE SPECIFIC SURFACE OF POWDERS, COMPARISON OF DIRECT RESULTS WITH ONES CALCULATED IN BASE OF GRAIN COMPOSITION**

**Summary.** In the paper the researches of specific surface of three materials were presented: dolomite, limestone and glass of various comminution level. The measurements were conducted by Blaine's flow method and calculated from the grain composition determined by IPS-U „Infrared Particle Sizer” instrument. The results of researches allowed the determination the dependence between specific flow surface and calculated surface.

### **Wprowadzenie**

Podstawowe charakterystyki geometryczne proszków mineralnych obejmują pomiary ich składu ziarnowego oraz powierzchni właściwej. Przez proszki mineralne rozumie się w niniejszym artykule wszelkie materiały pochodzenia mineralnego, jak na przykład: piaski, cement, wapień, rozdrobnione tak, że największe ziarna nie przekraczają wielkości około 500  $\mu\text{m}$ . Skład ziarnowy odnoszony jest zwykle do wyników analizy sitowej, z tym że

<sup>1</sup> Badania wykonano w ramach projektu badawczego KBN 5 T12A 01725

mierzony bywa za pomocą nowoczesnej i skomplikowanej aparatury, pozwalającej na subtelne oznaczenia ziaren o wielkościach do około 0,1  $\mu\text{m}$ . W artykule zestawiono wyniki badań trzech materiałów, to jest dolomitu, szkła, i wapienia. Powierzchnia właściwa w odniesieniu do proszków mineralnych, traktowana z formalnego punktu widzenia jako stosunek powierzchni do objętości ziaren proszku, podaje wielkość powierzchni ziaren traktowanych jako zdefiniowane bryły geometryczne. Jednostką powierzchni właściwej jest odwrotność długości, na przykład [ $\text{cm}^{-1}$ ], lub gdy znany jest rodzaj materiału - wymiar [ $\text{cm}^2/\text{g}$ ]. W rzeczywistości pomiarowej przyjęcie założenia, że ziarno jest bryłą geometryczną, odbiega od rzeczywistości, stąd staje się niezbędne określenie sposobu pomiaru powierzchni właściwej przytaczanej w konkretnym eksperymencie. W przedstawianej pracy przez pomiar bezpośredni rozumie się powierzchnię właściwą przepływową oznaczaną metodą Blaine'a. Skład ziarnowy materiałów wyznaczono za pomocą instrumentu pomiarowego IPS-U „Infrared Particle Sizer”, w którym pomiar wykonywany w warunkach powietrzno-suchych polega na zliczaniu ziaren wraz z określeniem ich wielkości w specjalnym układzie optycznym. Pomiarowi podlegają przynajmniej dwa miliony sztuk ziaren. Na podstawie składu ziarnowego, korzystając z odpowiednich formuł rachunkowych, wyliczono powierzchnię właściwą dla wszystkich analizowanych materiałów. W wyniku przedstawiono zależność pomiędzy powierzchnią przepływową a powierzchnią wyliczoną dla wszystkich materiałów oraz wszystkich stopni rozdrobnienia materiałów. Zależności te różnią się istotnie dla różnych materiałów.

## **Powierzchnia właściwa oznaczana metodą Blaine'a**

Metoda Blaine'a należy do grupy metod przepływowych pomiaru powierzchni właściwej i jest, między innymi, powszechnie używana do kontroli stopnia zmielenia cementu. Zasada pomiaru wywodzi się z założenia, że laminarny przepływ ośrodka lepkiego przez sprasowaną warstwę proszku można traktować jak przepływ przez zespół kapilar. Dla pojedynczej kapilary przepływ sformułowali Hagen i Poiseuille [2] w postaci wzoru:

$$u_m = \frac{d^2 \cdot \Delta p \cdot g}{32 \cdot \eta \cdot L}$$

gdzie:

$u_m$  – średnia prędkość przepływu ośrodka o lepkości  $\eta$  przez kapilarę o średnicy  $d$ ,

$\Delta p$  – różnica ciśnień na początku i końcu kapilary,

$L$  – długość kapilary,

$g$  – przyspieszenie ziemskie.

Po wprowadzeniu pojęcia porowatości  $e$  jako wielkości podającej stopień upakowania proszku (stosunek objętości porów do objętości całości próbki) oraz kilku przekształceń pozwalających traktować wewnętrzną powierzchnię roboczą zespołu kapilar jako wielkość powierzchni zewnętrznej proszku, Kozeny-Carman [2] podali wzór na powierzchnię właściwą proszku:

$$S = \frac{14 \cdot \sqrt{e^3}}{(1-e) \cdot \gamma} \cdot \sqrt{\frac{1}{\eta \cdot L_p}} \cdot \sqrt{\frac{\Delta p}{u}}$$

gdzie:

$\gamma$  – gęstość proszku,

$L_p$  – grubość pastylki mierzonego proszku (warstwy proszku),

$u$  – prędkość przepływu ośrodka przez próbkę.

Wielkością mierzoną jest totalna prędkość przepływu  $u$  ośrodka przez próbkę w aparacie pozwalająca na wyznaczenie wielkości powierzchni właściwej proszku, zazwyczaj w  $\text{cm}^2/\text{g}$  w zależności od przyjętego współczynnika liczbowego. Aparat Blaine'a do pomiaru powierzchni właściwej proszków jest urządzeniem bardzo prostym, w którym wszystkie parametry poza stopniem upakowania (który musi się zawierać w zakresie 0,4–0,6) są standaryzowane, w związku z czym pomiary są wykonywane w identycznych warunkach. W praktycznej realizacji pomiary wykonywano na egzemplarzu aparatu, w którym mierzy się czas przepływu stałej objętości ośrodka (powietrza) przez próbkę, z korektą lepkości ze względu na temperaturę otoczenia. Wyniki pomiarów wielkości powierzchni właściwej metodą Blaine'a próbek wszystkich materiałów zestawiono w tabeli 2.

## Pomiary składu ziarnowego proszków za pomocą IPS-U „Infrared Particle Sizer”

Pomiar składu ziarnowego za pomocą IPS-U odbywa się w warunkach powietrzno-suchych, co w technice pomiarowej bardzo drobnych proszków jest techniką wyjątkową,

zapewniającą utrzymanie niezmiennych właściwości mierzzonego materiału w porównaniu z technikami „mokrymi”. Przeznaczony do pomiaru materiał za pomocą specjalnej dyszy i wspomagania ultradźwiękowego wprowadzany jest do celi pomiarowej tak, ażeby utworzyć strugę pojedynczych ziaren. Ziarna przecinając strumień światła ultraczerwonego inicjują proporcjonalny do swoich wymiarów sygnał sondy pomiarowej. Obróbka sygnałów, jak i sterowanie urządzeniem jest skomputeryzowane. Wyspecjalizowane programy komputerowe pozwalają na zestawienie i obróbkę wyników analiz stosownie do potrzeb badacza. Tabela 1 zawiera część przykładowych danych pomiarowych, w której kolumna 1 podaje kolejną liczbę klasy, kolumna 2 – wielkość granic klasy w mikrometrach, a kolejne kolumny – liczbę zliczanych ziaren w klasach dla sześciu powtórzeń. Pełne dane pomiarowe obejmowały 249 klas od 0–2,21 do 219,3–220,1 mikrometra. Przedstawione wyniki są danymi „surowymi” przed obróbką i stanowią podstawę do wszystkich rozważań i przeliczeń, zwłaszcza statystycznych.

Na podstawie danych surowych wyliczono procentowe wychody wagowe dla poszczególnych klas ziarnowych (w rozumieniu analizy sitowej) dla wszystkich materiałów oraz wielkości stopnia rozdrobnienia. Wychody wagowe pozwalają na zestawienie klasycznej analizy „sitowej”, a na jej podstawie wyliczenie powierzchni właściwej. Powierzchnię właściwą wyliczono na podstawie następującej formuły:

$$S_{\text{sit}} = \frac{f}{A \cdot \rho} \sum_{i=1}^n \frac{\Delta \gamma_i}{d_{i_{\text{sr}}}}$$

gdzie:

$f$  – współczynnik kształtu (dla brył doskonałych  $f=6$ ),

$A$  – współczynnik proporcjonalności (dla wychodów w procentach  $A=100$ ),

$\Delta \gamma_i$  – wychód  $i$ -tej klasy ziarnowej,

$d_{i_{\text{sr}}}$  – średnia granic  $i$ -tej klasy ziarnowej,

$\rho$  – gęstość materiału.

Zestawienie wyników pomiarów powierzchni właściwej wyliczone na podstawie składów ziarnowych zawarto w tabeli 2.

Tabela 1

Przykładowe dane pomiarowe składu zainowego proszku mierzone za pomocą  
IPS-U „Infrared Particle Sizer“

Lp.	Granice klasy [µm]	Liczba ziaren					
		Próbka 1	Próbka 2	Próbka 3	Próbka 4	Próbka 5	Próbka 6
1	2,213	20038	19402	11722	18276	19373	20442
2	3,068	57069	55011	33036	51574	57079	59739
3	3,923	62219	60383	36343	56986	62053	64476
4	4,777	72245	70061	41462	65780	72871	75438
5	5,632	81024	78358	46303	73022	81455	83617
6	6,487	92352	89484	52856	84224	92441	94839
7	7,341	91557	88267	51606	82917	91547	93945
8	8,196	102391	98411	57821	92231	102849	105267
9	9,051	102147	98197	57471	91566	103485	104610
10	9,905	110126	106847	61913	98623	110663	114153
11	10,760	103361	100229	58033	93132	105384	107572
12	11,614	102351	99169	57238	91310	103731	105888
13	12,469	95166	92856	52839	85100	97094	99491
14	13,324	89404	87110	49577	80218	91219	94378
15	14,178	79843	78437	44373	71763	81505	85840
16	15,033	67132	65060	37445	59550	69454	72710
17	15,888	59390	57964	32792	53504	61272	66329
18	16,742	49316	49977	27951	45202	52202	56556
19	17,597	40301	40296	22595	37380	43078	47271
20	18,452	32598	33115	18287	30135	35167	39123
21	19,306	26572	26763	14992	24879	28996	32919
22	20,161	21489	22171	12256	20239	23852	27924
23	21,016	17285	17965	10045	16670	19537	22879
24	21,870	13683	13823	7850	12791	15317	18276
25	22,725	11274	11941	6521	11344	13301	15950
26	23,579	8689	9266	5190	9102	10440	12607
27	24,434	7132	7906	4369	7555	8780	10739
28	25,289	5963	6418	3631	6459	7310	8995
29	26,143	5009	5450	3073	5438	6307	7715
30	26,998	4333	4829	2676	4849	5629	6626
31	27,853	3671	4246	2394	4367	4953	5831
32	28,707	3252	3715	2167	3779	4212	4734
33	29,562	2943	3453	1926	3571	4022	4444
34	30,417	2753	3086	1671	3269	3428	3882
35	31,271	2508	2789	1647	2881	3238	3539
36	32,126	2324	2632	1488	2692	3018	3162
37	32,981	2017	2230	1306	2517	2604	2675
38	33,835	1978	2197	1270	2340	2457	2576
39	34,690	1803	2016	1116	2121	2303	2263
40	35,545	1726	1900	1012	1923	2100	1944
41	36,399	1608	1722	942	1815	1928	1828

## Wykonanie eksperymentu i wyniki badań

Jak wcześniej zaznaczono, do eksperymentu nad porównaniem powierzchni właściwych wytypowano trzy materiały: wapień, dolomit i szkło, istotnie różniące się zarówno podatnością na mielenie, twardością, jak i właściwościami powierzchniowymi w rozumieniu nierównomierności powierzchni. Około 600-gramowe próbki materiałów mielono w laboratoryjnym młynku kulowym o pojemności 10 dcm<sup>3</sup> kulami stalowymi o średnicy 30-40 mm, w różnych czasach, tak ażeby otrzymać coraz większe rozdrobnienie i w konsekwencji wzrastające wartości powierzchni właściwej.

Zestawienie czasów mielenia wszystkich materiałów zawiera tabela 2.

Wszystkie próbki wszystkich materiałów poddano dokładnej analizie składu ziarnowego za pomocą analizatora IPS-U wykonując przeciętnie 10 powtórzeń oznaczeń. Równoległe wykonano oznaczenia powierzchni właściwej aparatem Blaine'a wykonując również około 10 powtórzeń. Korzystając z wyżej przytoczonej formuły ze składów ziarnowych wyliczono powierzchnie właściwe dla wszystkich 259 klas ziarnowych. Tabela 2 zawiera syntetyczne wyniki wszystkich pomiarów; są to średnie arytmetyczne powtórzeń każdego materiału i stopnia zmielenia.

Tabela 2

Wyniki pomiarów powierzchni właściwej

Lp.	Czas mielenia [min]	Wapień		Dolomit		Szkło	
		Pow. wg Blaine'a [cm <sup>2</sup> /g]	Pow. wyliczona [cm <sup>2</sup> /g]	Pow. wg Blaine'a [cm <sup>2</sup> /g]	Pow. wyliczona [cm <sup>2</sup> /g]	Pow. wg Blaine'a [cm <sup>2</sup> /g]	Pow. wyliczona [cm <sup>2</sup> /g]
1	20					738	1031
2	30	2459	2074	1934	1794		
3	40	3268	2164	2762	3120		
4	50	3803	2719	2625	3069	1074	1599
5	60	4315	3066	2996	3481	1154	1553
6	70	4603	3343	3318	3851		
7	80	5000	3452	3388	3851	1332	1939
8	90	5316	3329	3176	3715		
9	100					1556	2212
10	110	5725	3805				
11	120					1299	1773
12	130	6045	3521	4718	4633		
13	140					1471	2202
14	150	6207	4071	4793	4556		
15	170					1717	2581
16	200					1782	2683

Zależności pomiędzy powierzchnią właściwą wyznaczoną według metody Blaine'a oraz wyliczoną ze składu ziarnowego zilustrowano również na wykresie 1. Należy zauważyć, że przebieg zależności jest skorelowany, a równaniem regresji może być linia prosta. Metodą najmniejszych kwadratów, na podstawie danych zestawionych w tabeli 2, wyliczono proste regresji liniowej oraz współczynniki korelacji jako statystyki oceny przybliżenia.

Równania regresji liniowej dla poszczególnych materiałów mają następującą postać:

$$\text{Wapień} \quad Li_w = 0,51 * Bl_w + 759 \quad r = 0,958$$

$$\text{Dolomit} \quad Li_d = 0,87 * Bl_d + 673 \quad r = 0,950$$

$$\text{Szkło} \quad Li_s = 1,58 * Bl_s - 182 \quad r = 0,991$$

gdzie:

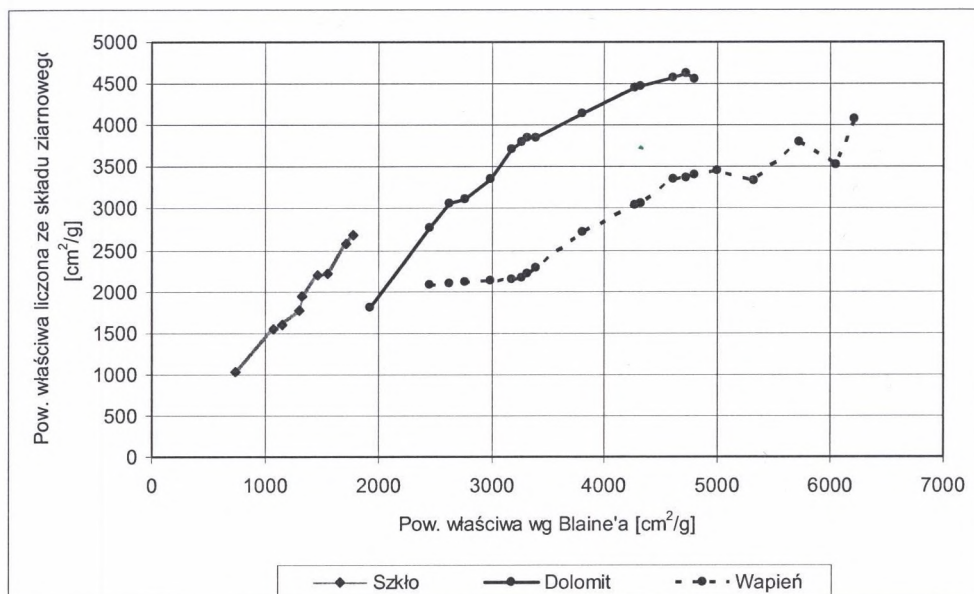
$Bl$  - wielkość powierzchni właściwej według metody Blaine'a w  $\text{cm}^2/\text{g}$ ;

$Li$  - wielkość powierzchni właściwej wyliczanej na podstawie składu ziarnowego w  $\text{cm}^2/\text{g}$ ;

$r$  - współczynnik korelacji;

indeksy: w – wapień, d - dolomit, s – szkło.

Przytoczone wzory mogą mieć zastosowanie praktyczne, kiedy zachodzi potrzeba wzajemnego porównywania wyników poszczególnych wyników analiz powierzchni właściwych.



Rys. 1. Zależność powierzchni właściwej liczonej ze składu ziarnowego a powierzchnią właściwą wyznaczoną za pomocą aparatu Blaine'a

Fig. 1. The dependence between specific surface calculated from grain composition and specific surface determined by Blaine's apparatus

## Podsumowanie i wnioski

Należy stwierdzić bardzo wysoką korelację wyników pomiaru powierzchni właściwej pomiędzy przedstawionymi różnymi metodami pomiarowymi. Zależność ta ma charakter liniowy. Potwierdza to wcześniejsze przypuszczenia, że przepuszczalność gazu przez warstwę sprasowanego proszku, jak to zachodzi w metodzie przepływowej, nie tylko zależy od rozdrobnienia materiału, ale daje się precyzyjnie ocenić zupełnie innym sposobem, w opisywanym przypadku pomiarem IPS-U Infrared Particle Sizer. O ile wyniki eksperymentu potwierdzają opisaną zależność dla konkretnego materiału, o tyle poszczególne materiały istotnie różnią się charakterystykami. Istotnie różne współczynniki kierunkowe równań regresji wskazują dobitnie, że właściwości poszczególnych materiałów, ze względu na badane cechy, ściśle zależą od indywidualnych cech fizycznych materiałów, prawdopodobnie podatności na rozdrabnianie i właściwości (tekstury) powierzchni na poziomie mikroskopowym. Opracowanie podobnych zależności dla wielu materiałów może stanowić podstawę stworzenia nowej klasyfikacji własności materiałów proszkowych.

## LITERATURA

1. Allen T.: Particle Size Measurement. Chapman and Hall LTD, London 1971.
2. Andreev C.E., Towarov W.W., Pierov W.A.: Zakonomernosti izmelczeniya i ischisleniya karakteristik granulometricheskogo sostava. Moskwa 1959.
3. Andrzejewski R.: Kinetyczna powierzchnia właściwa proszków i pyłów. Cement Wapno Gips nr 10, 1996.
4. Beke B.: Principles of comminution. Akadémiai Kiadó, Budapest 1964.
5. Jurgen R., Meyer-Arend: Wstęp do optyki. PWN, Warszawa 1997.
6. Kihlstedt P.G.: The Relationship between Particle Size Distribution and Specific Surface in Comminution. Sympozium Zerkleinern Verlag Chemic, VDI-Verlag, Düsseldorf 1962.
7. Kordek J.: Mikromerytyka – własności drobnych ziaren. Materiały Ceramiczne 4, 2002, str.138-143.
8. Kordek J., Niećwieja A.: Wpływ czynników regulacyjnych na wyniki analiz granulometrycznych wykonywanych laserowym miernikiem cząstek. Gospodarka



Surowcami Mineralnymi, Wydawnictwo CPPGSMiE PAN, Zeszyt specjalny, tom 13. Kraków 1997, s.261-274.

9. Michalska Z.: Pomiar bezwzględny powierzchni właściwej za pomocą aparatu Blaine'a. Cement Wapno Gips nr 2, 1965.
10. Tumidajski T.: Zastosowanie metod statystycznych w analizie procesów przeróbki surowców mineralnych. Śląskie Wydawnictwo Techniczne, Katowice.

Recenzent: Dr hab. inż. Andrzej Ślęczka  
Profesor Politechniki Śląskiej

### Abstract

Mineral powders, depending on their origin, are characterized by the differentiated development of surface during grinding. Whereas the geometrical surface of the powder, calculated under the assumption that the mineral grains are of spherical shape, characterizes univocally the crushed material, the surface measured directly does not have to meet this rule of homogeneity. The experiments were performed for three mineral substances of different degrees of surface development which aimed at the comparison of the sizes of geometrical and measured surfaces. Limestone, dolomite and sodium glass were analysed which, apart from standard characteristics, were ground in order to obtain the surfaces of about 2000-6000 cm<sup>2</sup>/g. To calculate the geometrical surface the author analysed the grain size compositions of all samples by means of the IPS-U Infrared Particle Sizer instrument which measures the effect of stopping down the stream of ultra-red light by the grains. Applying the given formulas the geometrical surfaces were calculated according to the compositions. The direct measurements of specific surface were carried out by means of Blaine's apparatus in which the surface is measured studying the air flow through the compressed layer of powder. The results show that there is a linear dependence between the geometrical surface and the flow-measured one for a given material. These dependences are significantly different for respective materials. The research is continued. The presented dependences may constitute the ground for working out the materials characteristics due to the surface development during grinding.