

Tadeusz GLUBA, Andrzej OBRANIAK \*

## **BADANIA GRANULACJI DROBNOZIARNISTEJ KREDY O RÓŻNYM SKŁADZIE ZIARNOWYM**

Przeprowadzono badania granulacji bębnowej materia<sup>3</sup>ów drobnoziarnistych o różni<sup>3</sup>cych się sk<sup>3</sup>adach ziarnowych, przy zmiennych parametrach prowadzenia procesu. Jako materia<sup>3</sup> wyj<sup>3</sup>ciowy zastosowano drobnoziarnist<sup>1</sup> kred<sup>3</sup> str<sup>1</sup>can<sup>1</sup>, rozdzielon<sup>1</sup> na cztery frakcje wymiarowe. Ka<sup>3</sup>d<sup>1</sup> z frakcji poddano granulacji bębnowej na mokro przy jednakowej dla wszystkich materia<sup>3</sup>ów wilgotno<sup>3</sup>ci wsadu wynosz<sup>1</sup>cej  $w = 0,24$  kg wody/kg proszku, ale przy zmiennych warto<sup>3</sup>ciach nat<sup>3</sup>żenia dop<sup>3</sup>wywu cieczy zwil<sup>3</sup>aj<sup>1</sup>cej do granulowanego z<sup>3</sup>o<sup>3</sup>ca (zmiennych czasach nawil<sup>3</sup>ania). Granulacj<sup>3</sup>e prowadzono w sposób okresowy w b<sup>3</sup>ebnie o  $\phi$ rednicy 0,34 m i d<sup>3</sup>ugo<sup>3</sup>ci 0,41 m przy sta<sup>3</sup>ym stopniu wype<sup>3</sup>nienia granulatora wsadem wynosz<sup>1</sup>cym 0,1 i sta<sup>3</sup>ej pr<sup>3</sup>dko<sup>3</sup>ci obrotowej aparatu r<sup>3</sup>ownej 0,5 1/s. Wykorzystuj<sup>1</sup>c obliczone parametry krzywych sk<sup>3</sup>adu ziarnowego produktu i wyj<sup>3</sup>ciowego materia<sup>3</sup>u proszkowego przeprowadzono analiz<sup>3</sup>e wp<sup>3</sup>ywu badanych parametr<sup>3</sup>ów procesu granulacji oraz sk<sup>3</sup>adu ziarnowego surowca na sk<sup>3</sup>ad granulometryczny produktu granulacji.

### **WPROWADZENIE**

Wytworzenie granulatu o określonych w<sup>3</sup>l<sup>3</sup>asciwo<sup>3</sup>sciach z danego materia<sup>3</sup>u drobnoziarnistego wymaga doboru odpowiednich metod granulacji oraz w<sup>3</sup>l<sup>3</sup>asciwych warunk<sup>3</sup>ów prowadzenia procesu. Najbardziej powszechnym sposobem tworzenia granul<sup>3</sup>ek jest granulacja aglomeracyjna, polegaj<sup>3</sup>ca na formowaniu i narastaniu cz<sup>3</sup>astek w ruchomym z<sup>3</sup>o<sup>3</sup>zu materia<sup>3</sup>u proszkowego, odbywaj<sup>3</sup>ca si<sup>3</sup>e w r<sup>3</sup>o<sup>3</sup>znego rodzaju granulatorach: b<sup>3</sup>ebnowych, talerzowych, wibracyjnych, fluidalnych, łopatkowych. Przy du<sup>3</sup>zych ilo<sup>3</sup>sciach przetwarzanego materia<sup>3</sup>u stosowana jest najcz<sup>3</sup>ęsciej granulacja b<sup>3</sup>ebnowa. Dla wi<sup>3</sup>ększo<sup>3</sup>ści materia<sup>3</sup>ów drobnoziarnistych granulacja w b<sup>3</sup>ebnie wymaga dodania odpowiedniej ilo<sup>3</sup>ści cieczy zwil<sup>3</sup>aj<sup>3</sup>cej lub wi<sup>3</sup>az<sup>3</sup>aj<sup>3</sup>cej. Badaniem wp<sup>3</sup>lywu warunk<sup>3</sup>ów nawil<sup>3</sup>ania granulowanego materia<sup>3</sup>u na w<sup>3</sup>l<sup>3</sup>asciwo<sup>3</sup>sci otrzymanego granulatu zajmowa<sup>3</sup>o si<sup>3</sup>e wielu autor<sup>3</sup>ów (Capes 1967, Gluba et al. 1988, Kapur et al. 1966, Newitt et al. 1958, Sastry et al. 1973). Badano r<sup>3</sup>owniez wp<sup>3</sup>lyw w<sup>3</sup>l<sup>3</sup>asciwo<sup>3</sup>sci fizykochemicznych samego materia<sup>3</sup>u drobnoziarnistego i cieczy zwil<sup>3</sup>aj<sup>3</sup>cej na w<sup>3</sup>l<sup>3</sup>asciwo<sup>3</sup>sci wytworzonego granulatu (Gluba et al. 1990, Horvath et al. 1989).

---

\* Politechnika łódzka, Wydzia<sup>3</sup> In<sup>3</sup>zynierii Procesowej i Ochrony Ćerodowiska, ul. Stefanowskiego 12/16, 90-924 łódŹ.

Mimo że opublikowano wiele prac dotyczących tego zagadnienia, nie udało się opracować zależności, które pozwoliłyby na dobór odpowiednich warunków nawilżania danego materiału w oparciu o kryterium uwzględniające właściwości obu mediów biorących udział w procesie granulacji.

Prezentowane w literaturze zależności dotyczą najczęściej pojedynczych materiałów drobnoziarnistych, a zatem nie mają charakteru uniwersalnego. Jednym z mniej poznanych zagadnień dotyczących procesu mokrej granulacji jest wpływ uziarnienia materiału poddanego granulacji oraz sposobu dostarczania cieczy zwilżającej na własności otrzymanego granulatu. Próba ustalenia tych zależności jest tematem niniejszej pracy.

### CEL PRACY

Celem pracy było ustalenie wpływu składu granulometrycznego materiału drobnoziarnistego oraz warunków jego nawilżania w czasie granulacji na skład ziarnowy produktu granulacji bębnowej.

### WŁAŚCIWOŚCI MATERIAŁÓW UŻYTYCH DO BADAŃ

Do badań granulacji zastosowano drobnoziarnistą kredę strącaną. Surowiec wyjściowy rozdzielano w stanie suchym na frakcje wymiarowe przy użyciu klasyfikatora wirowego. W wyniku trzykrotnego rozdzielania otrzymano cztery rodzaje materiału drobnoziarnistego o różnych składach granulometrycznych, które oznaczono symbolami: K1, K2, K3, K4. Każdy z tych rodzajów stanowił materiał wyjściowy do badań granulacji bębnowej na mokro w określonych warunkach prowadzenia procesu. Na podstawie mikroskopowych obrazów próbek poszczególnych rodzajów materiału określano ich składy ziarnowe przy wykorzystaniu komputerowego analizatora obrazu i programu *Adia*.

Krzywe sumarycznego składu ziarnowego  $U = f(d)$  dla poszczególnych materiałów wyjściowych (ustalone w odniesieniu do powierzchni ziaren) przedstawiono na rys. 1.

Doświadczalny rozkład granulometryczny materiału proszkowego przybliżano dystrybuantą zmiennej o rozkładzie logarytmiczno-normalnym według zależności:

$$F(d) = \int_0^{\infty} \frac{1}{d\sigma\sqrt{2\cdot\pi}} \exp\left(-\frac{[\ln(d) - \mu]^2}{2\sigma^2}\right) d(d) \quad (1)$$

gdzie:

$\mu$  – średnia wartość zmiennej  $\ln(d)$

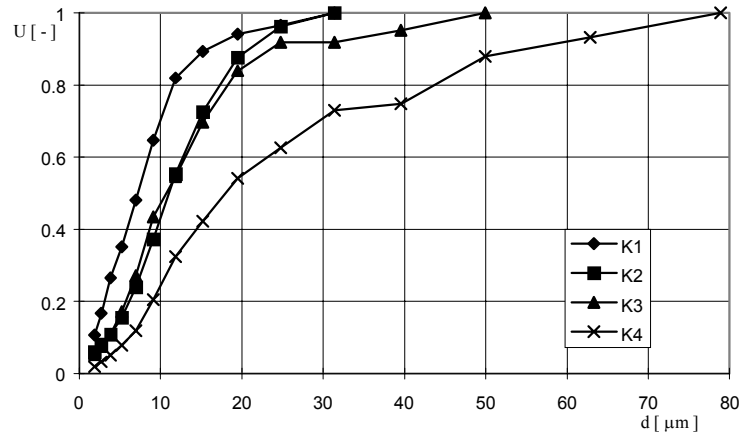
$\sigma$  – odchylenie standardowe  $\ln(d)$

$d$  – zmienna średnica ziaren w rozkładzie.

Teoretyczny rozkład logarytmiczno-normalny standaryzowano do wartości średnic ziaren rzeczywiście występujących w próbkach według zależności:

$$F_s(d_i) = \frac{F(d_i)}{F(d_{\max})} \quad (2)$$

gdzie  $d_{\max}$  – maksymalna średnica ziaren występujących w próbce.



Rys.1. Porównanie składów ziarnowych surowców użytych do badań

Na podstawie standaryzowanej dystrybuanty rozkładu ziarnowego obliczono momenty zwykłe i centralne rzędu 1 – 4 (Achnazarowa et al. 1982, Kafarow 1979) według zależności:

$$m_k = \sum_{i=1}^n Xs_i \cdot dm_i^k \quad (3)$$

$$M_k = \sum_{i=1}^n Xs_i \cdot (dm_i - dm)^k \quad (4)$$

dla  $k = 1, 2, 3, 4$

gdzie:

$m_k$  – moment zwykły rzędu  $k$ ,

$M_k$  – moment centralny rzędu  $k$ ,

$dm_i$  – średnia średnica klasy,

$dm$  – średnia średnica rozkładu,

$Xs_i$  – standaryzowany udział klasy.

Na podstawie obliczonych wartości momentów centralnych rozkładu  $M(k)$  wyznaczono współczynniki:

- koncentracji

$$K_1 = \frac{M_4}{M_2^2} \quad (5)$$

- i asymetrii rozkładu

$$K_2 = \frac{M_3}{M_2^{3/2}} \quad (6)$$

Zestawienie omówionych parametrów krzywych składu ziarnowego poszczególnych materiałów proszkowych uzyskanych w wyniku obliczeń przedstawiono w tabeli 1.

Tabela1. Zestawienie parametrów krzywych składów ziarnowych surowca

Parametr	Materiał drobnoziarnisty			
	Kreda 1	Kreda 2	Kreda 3	Kreda 4
$m_1$	10,58	14,72	16,30	28,60
$m_2$	172,1	281,7	391,9	1275
$m_3$	3712	6514	12560	73890
$m_4$	95070	171500	485200	4977000
$M_2$	60,09	64,93	127,6	457,9
$M_3$	617,8	454,8	2036	11300
$M_4$	15970	13260	80590	774900
$K_1$	1,33	0,87	1,41	1,15
$K_2$	4,42	3,14	4,95	3,70

## ZAKRES BADAŃ

Przeprowadzono badania granulacji czterech rodzajów tego samego materiału drobnoziarnistego, różniących się składem granulometrycznym (K1–K4). Na podstawie badań wstępnych ustalono optymalną, jednakową dla wszystkich surowców wilgotności granulowanego wsadu, przy której granulacja przebiegała właściwie, tzn. uzyskiwano wysoki stopień zgranulowania i nie występowało oblepianie ścianek urządzenia. Tak uzyskaną wartość wilgotności wynoszącą  $w = 0,24$  kg wody/kg proszku stosowano w całym cyklu badań.

W badaniach stosowano natomiast zmienne wartości natężenia dopływu cieczy zwilżającej (wody) do granulowanego materiału, co przy tej samej masie dozowanej wody powodowało zmianę czasów nawilżania. Stosowano trzy wartości natężenia

dopływu wody do proszku  $Q = 150, 300$  i  $600$  g/min, co odpowiadało czasom nawilżania  $\tau = 4, 2$  i  $1$  min. Granulację prowadzono w sposób okresowy w bębnie o średnicy  $D = 0,34$  m i długości  $L = 0,41$  m, dla stałego stopnia wypełnienia granulowanym materiałem, równego  $k_w = 0,1$ , co odpowiadało masie wsadu w bębnie  $m_w = 2,5$  kg. Po zakończeniu nawilżania wsad granulowano jeszcze przez określony czas w zakresie 0–7 min.

## APARATURA I METODYKA POMIARÓW

Granulację prowadzono w granulatorze bębnowym, obracającym się ze stałą prędkością obrotową wynoszącą  $n = 0,5$  1/s. Ciecz zwilżającą dostarczano na przesypującą się w bębnie warstwę materiału proszkowego za pomocą zestawu dysz rozmieszczonych równomiernie wzdłuż granulatora. Dysze zasilano pod stałym ciśnieniem hydrostatycznym ze zbiornika magazynującego poprzez zawór odcinający i rotametr umożliwiający płynną regulację natężenia przepływu cieczy. Po zakończeniu nawilżania bęben zatrzymywano bądź prowadzono dalej granulację przez określony czas, a następnie wyładowywano wsad i dokonywano analizy produktu otrzymanego w danych warunkach.

W celu określenia składu granulometrycznego produkt rozdzielano w stanie wilgotnym na frakcje wymiarowe za pomocą zestawu sit o wymiarach oczek 0,8–14 mm i suszono do stałej masy w temperaturze 353 K. Na podstawie masy poszczególnych frakcji wysuszonego granulatu określano ich udział w całej masie otrzymanego produktu. Produkt o ziarnach mniejszych od 0,8 mm traktowano jako nie zgranulowany.

## BADANIA

Wykonano 35 prób granulacji dla 4 rodzajów materiału drobnoziarnistego różniących się składem ziarnowym, przy trzech wartościach natężenia doprowadzanej cieczy zwilżającej oraz przy zmiennych czasach granulacji po nawilżaniu w granicach 0–7 min, którym odpowiada liczba obrotów bębna granulatora  $N_g = 0–210$ . Zmienne warunki nawilżania materiału proszkowego wyrażono za pomocą tzw. intensywności nawilżania określonej zależnością:

$$I_n = \frac{m_c}{m_w N_o} \quad (7)$$

gdzie:

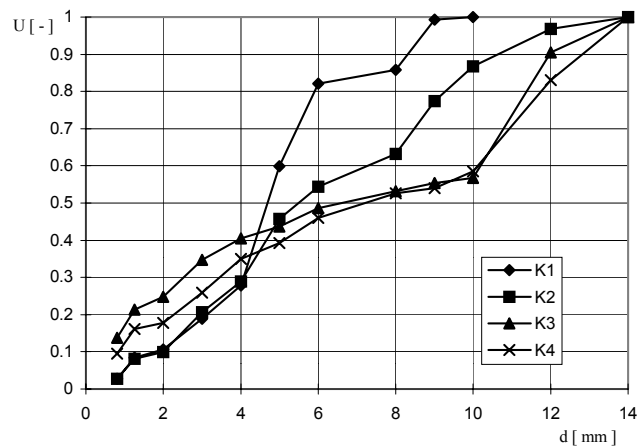
$m_c$  – masa cieczy zwilżającej (wody) doprowadzonej do materiału proszkowego, kg,

$m_w$  – masa materiału proszkowego w bębnie, kg,

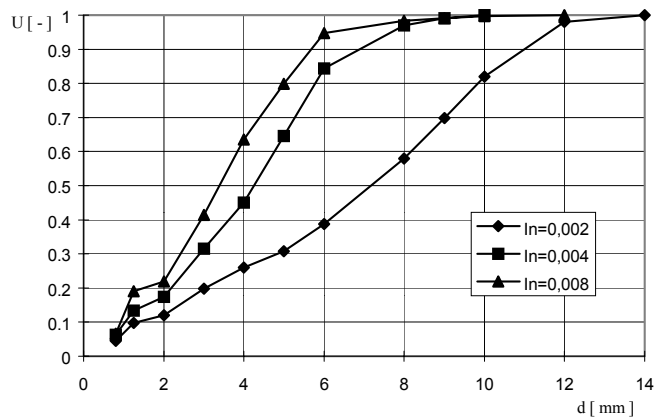
$N_o$  – liczba obrotów bębna w czasie nawilżania.

W badaniach stosowano trzy wartości intensywności nawilżania  $I_n = 0,008, 0,004$  i  $0,002$ , co odpowiada liczbie obrotów bębna w czasie nawilżania  $N_o = 30, 60$  i  $120$ .

Doświadczalny skład granulometryczny produktu otrzymanego w danych warunkach przybliżano dystrybuantą zmiennej o rozkładzie logarytmiczno-normalnym według wzoru (1) a następnie standaryzowano go do wartości średnic granulek rzeczywiście występujących w kolejnych próbach korzystając z zależności (2).



Rys.2. Porównanie składów ziarnowych granulatu wytworzonego z surowców o różnym uziarnieniu przy  $N_o = 120$



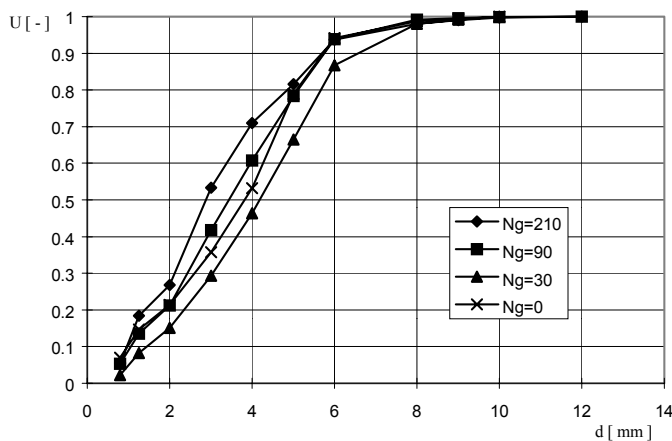
Rys.3. Porównanie składów ziarnowych granulatu wytworzonego z surowca  $K_2$  przy zmiennej intensywności nawilżania  $I_n$

Na rysunku 2 przedstawiono porównanie krzywych składu ziarnowego granulatu otrzymanego z różnych surowców wyjściowych przy tych samych warunkach granulacji, a na rys. 3 i 4 przykładowe porównanie składów ziarnowych granulatu w zależności od warunków nawilżania ( $I_n$ ) oraz liczby obrotów bębna po nawilżaniu ( $N_g$ ).

Na podstawie standaryzowanej dystrybuanty rozkładu ziarnowego obliczono parametry krzywych opisane wzorami (3)–(6). Parametry te jednoznacznie określają wielkość i skład ziarnowy granulatu otrzymanego w określonych warunkach. Moment zwykły pierwszego rzędu ( $m_1$ ) określa wartość średnią zmiennej, a więc średnią średnicę granulek. Moment zwykły drugiego rzędu ( $m_2$ ) przedstawia wartość proporcjonalną do sumarycznej powierzchni, a moment zwykły trzeciego rzędu – ( $m_3$ ) proporcjonalną do sumarycznej objętości granulek. Współczynnik asymetrii rozkładu ( $K_1$ ) określa odchylenie wierzchołka krzywej rozkładu w lewo (asymetria dodatnia) bądź w prawo (asymetria ujemna) w stosunku do krzywej normalnej o takiej samej wartości oczekiwanej  $m_1$  i wariancji  $M_2$ .

Współczynnik koncentracji  $K_1$  charakteryzuje ostrość lub płaskość wierzchołka krzywej rozkładu w stosunku do rozkładu normalnego, dla którego  $K_1 = 3$ . Krzywe o ostrzejszych wierzchołkach niż normalne mają współczynniki koncentracji  $K_1 > 3$ , bardziej płaskie zaś –  $K_1 < 3$ .

Wykorzystując obliczone parametry krzywych rozkładu ziarnowego granulatu oraz krzywych rozkładu materiału proszkowego dokonano analizy wpływu badanych parametrów procesu granulacji oraz składu ziarnowego materiału wyjściowego na skład granulometryczny produktu granulacji.



Rys. 4. Porównanie składów ziarnowych granulatu wytworzonego z surowca K4 przy zmiennym parametrze  $N_g$

Do opisu matematycznego powyższych zależności przyjęto funkcje potęgowe uzależniające zmianę składów ziarnowych granulatu opisanych parametrami

krzywych rozkładu  $m_{1gr}$ ,  $m_{2gr}$ ,  $K_{1gr}$ ,  $K_{2gr}$  od składu ziarnowego materiału proszkowego opisanego analogicznymi parametrami  $m_{1pr}$ ,  $m_{2pr}$ ,  $K_{1pr}$  i  $K_{2pr}$  oraz intensywności nawilżania  $I_n$ .

W wyniku obliczeń otrzymano następujące równania:

$$m_{1gr} = 10^{-1,5} I_n^{-0,3} m_{1pr}^{0,25} K_{1pr}^{-2} K_{2pr}^{2,1} \quad (8)$$

$$m_{2gr} = 10^{-3,45} I_n^{-0,65} m_{1pr}^{0,5} K_{1pr}^{-4,6} K_{2pr}^5 \quad (9)$$

$$K_{1gr} = 10 I_n^{0,1} m_{1pr}^{-0,05} K_{1pr}^{0,25} K_{2pr}^{-0,35} \quad (10)$$

$$K_{2gr} = 10^3 I_n^{0,3} m_{1pr}^{-0,3} K_{1pr}^{2,5} K_{2pr}^{-2,8} \quad (11)$$

Z równań (8÷9) wynika, że na wielkość i skład ziarnowy granulatu wyrażony za pomocą momentów zwykłych rzędu pierwszego i drugiego wykazuje wpływ intensywność nawilżania materiału w czasie granulacji. Ujemny współczynnik przy tym parametrze w obu równaniach świadczy o tym, że ze wzrostem  $I_n$  wartości  $m_{1gr}$  i  $m_{2gr}$  maleją, a więc otrzymuje się produkt drobniejszy. Dostarczanie cieczy zwilżającej w krótszym czasie (większa wartość  $I_n$ ) wpływa również na uzyskanie mniejszego stopnia zgranulowania wsadu (większy udział nie zgranulowanego proszku). Dalsze prowadzenie procesu granulacji po zakończeniu nawilżania ( $N_g$ ) nie wpływa już istotnie na wzrost wymiarów powstającego granulatu, o czym świadczy przebieg krzywych wykresu na rys.4. Parametr ten także okazał się nieistotny w zaproponowanych równaniach (8÷11). Oznacza to, że zasadniczy wzrost aglomeratów następuje w początkowym okresie granulacji podczas nawilżania i dalsze prowadzenie procesu nie tylko nie powoduje już istotnego wzrostu granulek, lecz może nawet prowadzić do zmniejszania się ich wielkości w wyniku rozbijania, ścierania itp.

Wielkość ziaren granulowanego materiału wyrażona za pomocą momentu  $m_{1pr}$  ma również w przebadanym zakresie wpływ na wielkość powstającego granulatu. Świadczą o tym wartości wykładników przy tym parametrze. Na wielkość cząstek powstającego granulatu mają istotny wpływ również inne parametry, charakteryzujące skład ziarnowy surowca: współczynniki asymetrii i koncentracji. Z równań (10) i (11) wynika, że w przebadanym zakresie istnieje odwrotnie proporcjonalna zależność między współczynnikiem asymetrii oraz proporcjonalna między współczynnikiem koncentracji krzywych składu: materiału wyjściowego i powstałego z niego granulatu. Na współczynniki asymetrii i koncentracji krzywych składu ziarnowego granulatu mają również wpływ warunki prowadzenia procesu granulacji ( $I_n$ ) oraz wielkość ziaren materiału wyjściowego ( $m_{1pr}$ ), oba odwrotnie proporcjonalny.



## PODSUMOWANIE

Przeprowadzone badania pozwoliły ustalić wpływ składu ziarnowego materiału poddanego granulacji oraz niektórych parametrów procesu granulacji na wielkość cząstek otrzymanego produktu. Skład ziarnowy materiału użytego w procesie granulacji (proszku kredy) wyrażony za pomocą momentów zwykłych krzywych składu granulometrycznego, a także współczynników asymetrii i koncentracji wykazuje w przebadanym zakresie wpływ na wielkość cząstek powstającego granulatu. Wzrost średniej średnicy ziaren surowca powoduje powstanie granulatu o większych ziarnach (wzrost  $m_{1gr}$  i  $m_{2gr}$ ), a jednocześnie wpływa na zmniejszenie wartości współczynników  $K_{1gr}$  i  $K_{2gr}$ , czyli powstanie produktu bardziej jednorodnego. Wzrost intensywności nawilżania w czasie granulacji prowadzi do powstania produktu o drobniejszych ziarnach i bardziej jednorodnym składzie granulometrycznym. Dłuższe prowadzenie procesu granulacji po zakończeniu nawilżania nie wpływa w sposób istotny na wielkość cząstek produktu.

Z uwagi na niezbyt szeroki zakres zmian składu ziarnowego surowca wyciągnięte wnioski należy traktować jako pewne tendencje, które należy potwierdzić w trakcie dalszych badań.

Pracę wykonaną w ramach projektu badawczego nr 3P 405 07, finansowanego przez KBN w latach 1994–1997

## LITERATURA

- ACHNAZAROWA S.Ł., KAFAROW W.W., 1982, *Optymalizacja eksperymentu w chemii i technologii chemicznej*, WNT, Warszawa.
- CAPES C.E., 1967, *Mechanism of pellet growth in wet pelletization*, Ind. Eng. Chem. Proc. Des. Dev., 6, 390–392
- GLUBA T., HEIM A., KOCHANSKI B., 1990, *Application of the theory of moments in the estimation of powder granulation of different wettabilities*, Powder handling & processing, 2, 323–326.
- GLUBA T., ANTKOWIAK W., 1988, *Effect of wetting on granule abrasion resistance*, Aufbereitungstechnik, 2, 76–80.
- HORVATH E., PATAKI K., ORMOS Z., 1989, *Effect of the size distribution of the raw material on the physical properties of the granules*, Hungarian Journal of Industrial Chemistry, 17, 121–130
- KAFAROW W.W., 1979, *Metody cybernetyki w chemii i technologii chemicznej*, WNT, Warszawa.
- KAPUR P.C., FUERSTENAU D.W., 1966, *Size distributions and kinetic relationships in the nuclei region of wet pelletization*, Ind. Eng. Chem. Proc. Des. Dev., 5, 5–10.
- NEWITT D.M., CONWAY-JONES J.M., 1958, *A contribution to the theory and practice of granulation*, Trans. Inst. Chem. Eng., 36, 422–442.
- SASTRY K.V.S., FUERSTENAU D. W., 1973, *Mechanisms of agglomerate growth in green pelletization*, Powder Technology, 7, 97–105.

**Gluba T., Obraniak A.**, Analysis of granulation of finely ground chalk of different particle size distribution., *Physicochemical Problems of Mineral Processing* 31, 89–98 (in Polish)

The pelletization of chalk powder of different grain composition was analyzed. Investigations were carried out in a batch granulator 0.34 m in diameter and 0.41 m long at a constant rotational speed of the drum  $0.5 \text{ s}^{-1}$  and constant feeding of the apparatus with granular material equal 0.1 of the inner volume. The process of granulation was carried out batch-wise at a constant moisture content of the feed but at variable conditions of feed wetting. The effect of process variables and particle size distribution on the size distribution of the granulated material was estimated.