

Zygmunt SADOWSKI

Janusz LASKOWSKI

Instytut Chemii Nieorganicznej  
i Metalurgii Pierwiastków Rzadkich  
Politechniki Wrocławskiej

# POMIAR PRĘDKOŚCI OPADANIA SKRĘPOWANEGO JAKO METODA WYZNACZENIA ŚREDNIEJ WIELKOŚCI ZIARNA

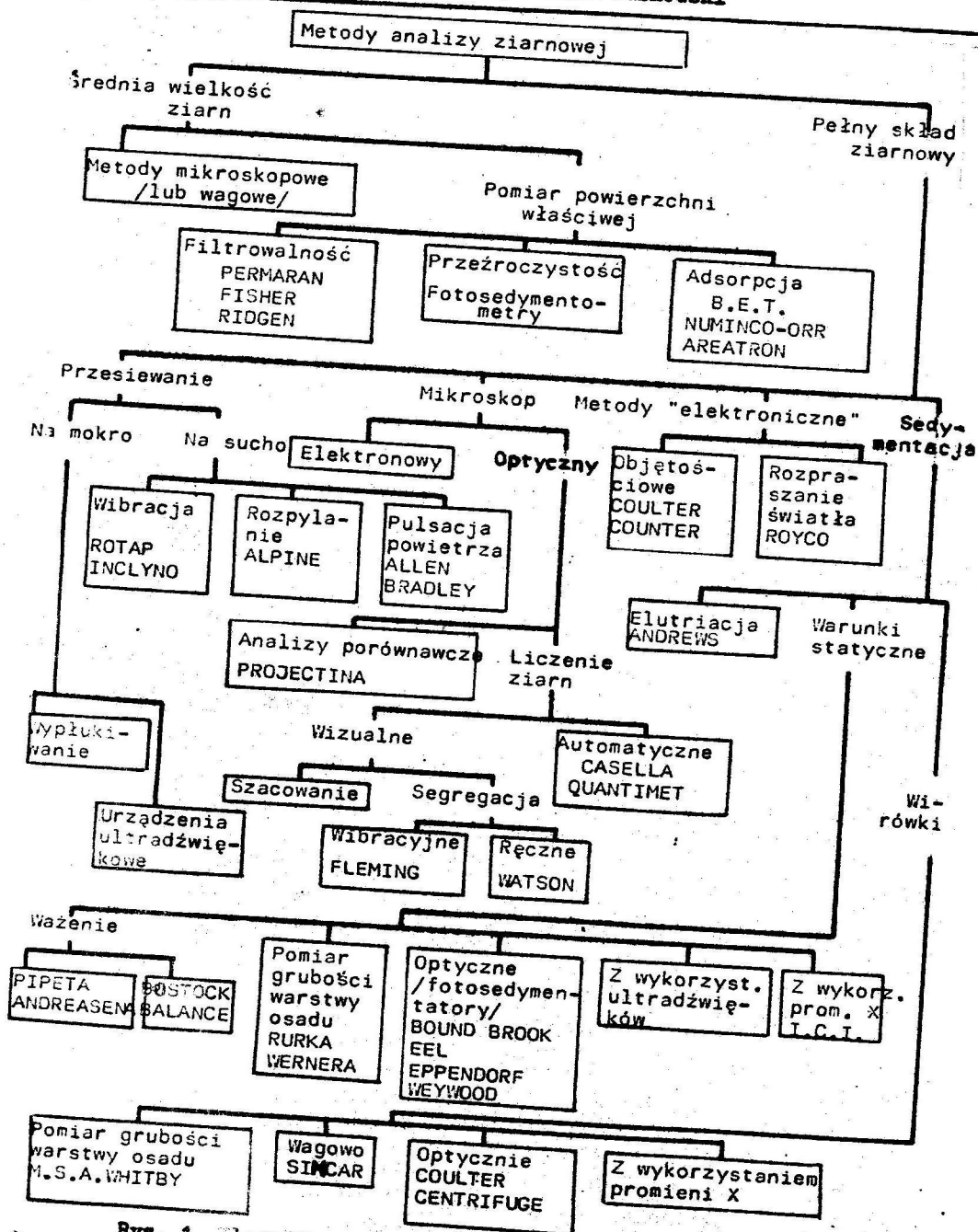
Wzbogacenie kopalin jest możliwe tylko wtedy gdy uwolnione są ziarna minerału użytecznego. Uwalnianie zachodzi w trakcie rozdrabiania kopaliny, które może być charakteryzowane składem ziarnowym rozdrabianego materiału. Do wyznaczania takiego składu służą różnego rodzaju metody pomiarowe, których celem jest bądź to określenie średniej wielkości ziarna, bądź pełnego składu ziarnowego.

Spośród metod wykonywania analizy ziarnowej, w przeróbce kopalin najbardziej rozpowszechnione są metody sitowe oraz metody sedymentacyjne. Metod znanych i opisanych w literaturze jest jednak znacznie więcej. W publikacji Hursta i Spence'a z roku 1969 zaproponowano klasyfikację takich metod [1], (rys. 1).

## Opadanie skrzepowane - podstawy teoretyczne

Metody sedymentacyjne oparte są na prawie Stokes'a, które pozwala opisać prędkość opadania ziarna o kształcie kulistym następującym równaniem:

$$v = k \cdot r / \frac{d\eta}{dn} / \quad (1)$$



Rys. 1. Klasyfikacja metod pomiaru wielkości ziarn wg W. Hursta i G. Spence'a [1]

gdzie:  $k$  - współczynnik proporcjonalności  
 $r$  - promień kuli

$\frac{dv}{dn}$  - prędkość ścinania przy powierzchni kuli.

Z równowagi sił: siły ciężkości i oporu stawianego przez ośrodek, w którym opada kula w warunkach  $Re \ll 1$  można obliczyć promień opadającej kuli

$$\frac{4}{3} \pi r^3 g / \zeta_s - \zeta_c = 6 \pi r \eta V \quad (2)$$

$$r = 4,5 \left[ \frac{\eta \cdot V}{g / \zeta_s - \zeta_c} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (3)$$

$\eta$  - lepkość ośrodka,  
 $g$  - przyspieszenie ziemskie,  
 $\zeta_s$  - gęstość ciała stałego,  
 $\zeta_c$  - gęstość cieczy.

Prawo Stokes'a opisuje przypadek opadania swobodnego pojedynczego ziarna. Rozszerzeniem teorii Stokes'a na przypadek skrzepowanego opadania ziarn, jest teoria Steinour'a [2]. Steinour [2] zaproponował równanie opisujące prędkość opadania ziarn w warunkach skrzepowania

$$V = k_1 r \frac{dv}{dn} / \Phi_1 / \epsilon \quad /4/$$

$k_1$  - nowy współczynnik proporcjonalności

$\Phi / \epsilon$  - współczynnik kształtu będący funkcją zagęszczenia zawiesiny (równa się jedności przy nieskończonym rozcieńczeniu zawiesiny)

Szybkość ścinania  $\frac{dv}{dn}$  można wyliczyć z wyrażenia na składową normalną oporu ośrodka:

$$\frac{R}{4 \pi r^2} = k_2 \eta \frac{dv}{dn} / \Phi_2 / \epsilon \quad /5/$$

gdzie:  $k_2$  - współczynnik proporcjonalności

$\Phi_2$  - współczynnik, który jest funkcją porowatości i równa się jedności przy nieskończonym rozcieńczeniu.

Podstawiając równanie /4/ do równania /5/ i przyjmując że:  $4 k_2/k_1 = 6$  i  $\Phi_2/\epsilon / \Phi_1/\epsilon / = \Phi/\epsilon /$  otrzymuje się wielkość oporu ośrodka

$$R = \frac{6\pi\eta r V}{\Phi/\epsilon /} \quad /6/$$

Siła oporu ośrodka równoważy siłę ciężkości opadającego ziarna

$$R = \frac{4}{3}\pi r^3 (\rho_s - \rho_z/g) \quad /7/$$

$\rho_z$  - gęstość zawiesiny

$$\rho_s - \rho_z = \rho_s - [1 - \epsilon / \rho_s + \epsilon \rho_c] = \epsilon \rho_s - \rho_c/\epsilon$$

gdzie:  $\epsilon$  jest porowatością.

$$R = \frac{4}{3}\pi r^3 \epsilon \rho_s - \rho_c/\epsilon \quad /8/$$

Porównując wzór /6/ ze wzorem /8/ otrzymuje się wyrażenie na prędkość opadania ziarn w warunkach opadania skrępowanego

$$V = \frac{2gr^2 \epsilon \rho_s - \rho_c/\epsilon \Phi / \epsilon /}{9\eta} \quad /9/$$

Równanie /9/ opisuje prędkość opadania ziarn względem nieruchomej cieczy. Wielkością mierzalną w metodzie skrępowanego opadania jest prędkość przesuwania się "granicy mętności" Q. Zależność między V a Q można wyznaczyć w oparciu o porównanie objętości ciała stałego i cieczy, które poruszają się w przeciwnych kierunkach w jednostce czasu.

$$1 - \epsilon / Q = \epsilon / V - Q / \quad /10/$$

stąd

$$Q = \epsilon V \quad /11/$$

Wstawiając za V wielkość  $Q/\epsilon$  otrzymujemy wyrażenie na prędkość przesuwania się granicy mętności.

$$Q = \frac{2g/\rho_s - \rho_c / \epsilon^2 r^2 \dot{\Phi} / \epsilon /}{9\eta} \quad /12/$$

Funkcja  $\dot{\Phi} / \epsilon /$  może być przedstawiona w postaci następującego równania:

$$\dot{\Phi} / \epsilon / = \frac{\epsilon}{1 - \epsilon} \Theta / \epsilon / \quad /13/$$

Wielkość  $\Theta / \epsilon /$  reprezentuje ten wpływ kształtu ziarna, który nie może być określany za pomocą promienia hydraulicznego. Podstawiając /13/ do równania /12/ otrzymuje się:

$$Q = \frac{2g/\rho_s - \rho_c / \epsilon^2 r^2 \epsilon^3 \Theta / \epsilon /}{9\eta / 1 - \epsilon /} \quad /14/$$

Z równania /14/ można otrzymać wyrażenie określające średni promień ziarn opadających w warunkach opadania skrępowanego.

$$\bar{r} = \left[ \frac{9Q\eta / 1 - \epsilon /}{2g/\rho_s - \rho_c / \epsilon^3 \Theta / \epsilon /} \right]^{\frac{1}{2}} \quad /15/$$

Steinour wykazał [2], że wartość współczynnika kształtu  $\Theta / \epsilon /$  jest praktycznie stała i wynosi 0,123. Podstawiając tę wielkość do wzoru /15/ otrzymujemy:

$$\bar{r} = 6.05 \left[ \frac{\eta Q / 1 - \epsilon /}{\epsilon / \rho_s - \rho_c / \epsilon^3} \right]^{1/2} \quad /16/$$

Ścisłe opisanie procesu opadania skrapowanego wymaga uwzględnienia poprawki związanej ze zjawiskiem porywania cieczy przez opadające ziarna. Równanie opisujące prędkość przesuwania się granicy mętności uwzględniające tę poprawkę ma postać:

$$Q = \frac{2g / \rho_s - \rho_c / r^2}{9\eta / 1 - W_1 / 2} \frac{0.123 / \epsilon - W_1 / 3}{1 - \epsilon /} \quad /17/$$

gdzie:  $W_1$  jest stosunkiem objętości cieczy porywanej przez ziarno do ogólnej objętości ciała stałego.

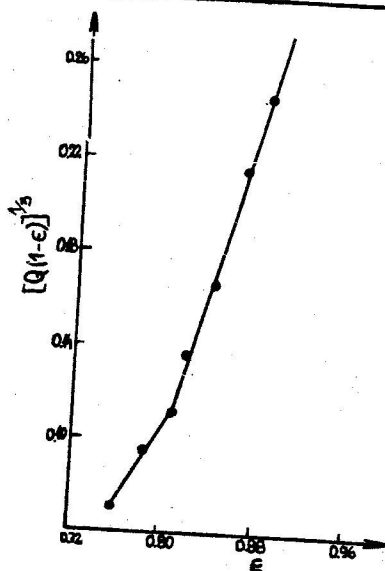
Przekształcając równanie /17/ otrzymuje się ostatecznie równanie umożliwiające obliczenie średniego promienia ziarn opadających w warunkach opadania skrapowanego.

$$\bar{r} = 6.05 \left[ \frac{\eta Q / 1 - W_1 / 2}{\epsilon / \rho_s - \rho_c / \epsilon - W_1 / 3} \frac{1 - \epsilon /}{1 - \epsilon /} \right]^{1/2} \quad /18/$$

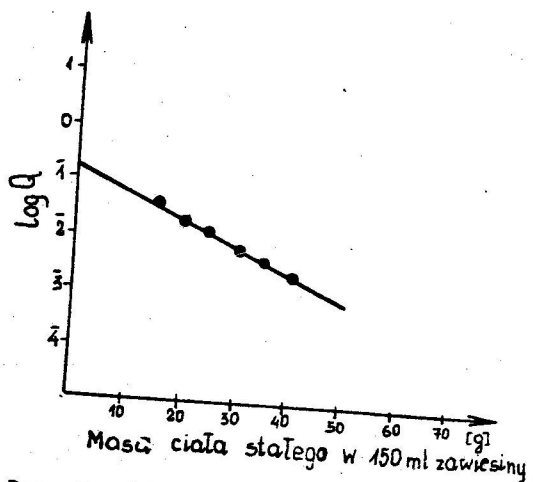
Wielkość  $W_1$  może być wyznaczona graficznie przez przedstawienie wyników w układzie  $[Q / 1 - \epsilon /]^{1/3} = f / \epsilon /$ . (Rys. 2). Wielkość odcinka odciętego na osi  $\epsilon$  określa wartość  $W_1$ .

Ramakrishna i Rao [3,4] uważają, że wykres  $[Q / 1 - \epsilon /]^{1/3}$  jako funkcja  $\epsilon$  nie jest linią prostą, posiada załamanie w punkcie  $\epsilon = 0.77$ . Sugerują oni zastosowanie jako bardziej poprawnego wykresu  $\log Q / \epsilon^2 = f / \epsilon /$ .

W oparciu o teorię Steinour'a, Dollimore i współpracownicy pokazali szybki sposób wyznaczania średniej wielkości ziarna sedymentującego w warunkach opadania skrapowanego [5, 6, 7]. Metoda polega na pomiarze szybkości przesuwania się granicy mętności w zawiesinach o różnym zagęszczeniu (zawartości ciała stałego od 10 do 60 g w 150 ml zawiesiny). Otrzymane wartości służyły następnie do wykonania wykresu  $\log Q$  jako funkcji zagęszczenia (rys. 3).



Rys. 2. Wykres funkcji  $Q(1-\epsilon)^{1/3} = f(\epsilon)$  [4]



Rys. 3. Wykres funkcji  $\log Q = f(\text{zagęszczenia})$  [5]

Przez ekstrapolację do wartości zagęszczania zawiesiny równej zero otrzymuje się szybkość opadania izolowanego ziarna. Wstawiając tę wartość do wzoru Stokesa /3/ otrzymuje się średni promień ziarn w zawieszynie.

W tabeli 1 zestawiono wyniki otrzymane przez Dallimore i Mc Bride dla zawiesiny węgla miedzi w wodzie, metodą graficzną oraz przez zastosowanie równania /16/ [5].

Tabela 1  
Porównanie wymiarów ziarn otrzymanych metodą skrupowanego opadania [5]  
Węgiel miedzi, ciecz sedymentacyjna: woda

| Ilość ciała stałego<br>w zawieszynie<br>% | Wymiary ziarn $\mu\text{m}$ |                              |
|-------------------------------------------|-----------------------------|------------------------------|
|                                           | metoda graficzna            | wyliczono<br>z równania /16/ |
| 13,3                                      | 9,1                         | 7,5                          |
| 10,0                                      | 10,7                        | 11,0                         |
| 6,7                                       | 17,2                        | 13,6                         |
| 5,3                                       | 13,3                        | 12,4                         |
| 4,4                                       | 13,6                        | 19,2                         |
| 3,3                                       | 11,9                        | 12,6                         |
|                                           | 11,8                        | 10,1                         |

W ostatnio opublikowanych pracach Dollimore i Mc Bride [8,9,10] rozważają wpływ gęstości ciała stałego, lepkości cieczy sedymentacyjnej oraz jej stałej dielektrycznej na parametry sedymentacji. W pracach tych nie został uwzględniony istotny czynnik wpływający na proces sedymentacji a mianowicie ładunek elektryczny na granicy ciało stałe/ciecz. Praca ta ma na celu wykazanie wpływu warunków fizyko-chemicznych na proces sedymentacji i wyznaczenie metodami sedymentacyjnymi średnią wielkość ziarna.

#### Materiał użyty w doświadczeniu

Do badań użyto kwarcu pozbawionego żelaza (zawartość żelaza nie przekraczała 1 %). pH zawiesiny było regulowane za pomocą roztworów NaOH, HCl.

#### Sposób prowadzenia doświadczeń

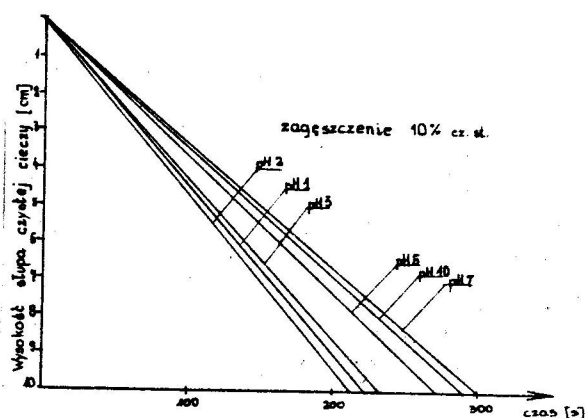
Pomiary szybkości opadania skrzepowanego zostały przeprowadzone przy użyciu cylindra sedymentacyjnego o objętości 50 ml i wysokości 30 cm. Wyniki otrzymane metodą opadania skrzepowanego porównano z pomiarami wykonanymi z użyciem wagi sedymentacyjnej typu Metler HE20. Zagęszczenie zawiesiny stosowanej do badań na wadze sedymentacyjnej wynosiło 1,37 g SiO<sub>2</sub> na 500 cm<sup>3</sup> wody.

#### Dyskusja wyników

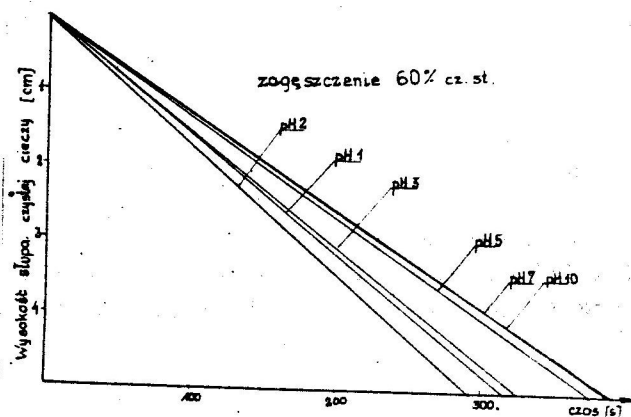
Doświadczenia nad opadaniem skrzepowanym zostały przeprowadzone na zawiesinach o zagęszczeniach 10,15,20,30,40,50,60,65,70% części stałych oraz przy pH 1,2,3,5,7,10. Obserwowane zmiany położenia granicy mętności w czasie zostały przedstawione na rys. 4 i 5 przykładowo dla zawiesin o zagęszczeniu 10% i 60%. Wyniki dają się aproksymować linią prostą co wskazuje, że prędkości przesuwania się granicy mętności są stałe a ich wielkość zależy od pH zawiesiny. Dla pozostałych zagęszczeń otrzymano podobne zależności prostoliniowe.



Rys. 4. Prędkość opadania granicy mętności przy zagęszczeniu zawiesiny 10%

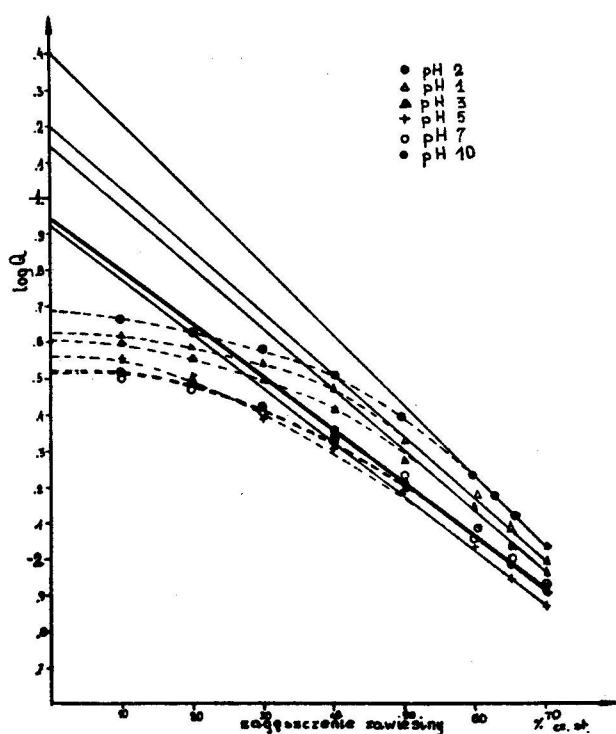


Rys. 5. Prędkość opadania granicy mętności przy zagęszczeniu zawiesiny 60%



Na rys. 6 przedstawiono zależność  $\log Q$  od zagęszczenia zawiesiny przy różnych wartościach pH. Do ekstrapolacji wykorzystano tylko punkty pomiarowe otrzymane dla najwyższych zagęszczeń (60,65 i 70% części stałych). Pozostałe punkty odpowiadające wartościom  $\log Q$  przy niższych zagęszczeniach nie zostały uwzględnione, gdyż dla tych zagęszczeń granica mętności była rozmyta co świadczy o tym, że badana zawiesina o małych zagęszczeniach nie spełniała warunków opadania skrzepowanego. Otrzymaną zależność opisuje równanie:

$$\log Q = \log Q_{\max} + k Z$$



Rys. 6. Zależność wartości  $\log Q$  od zagęszczenia i pH zawiesiny kwarcu

gdzie:  $Z$  - zagęszczenie, %

Wartości  $\log Q_{\max}$  wyznaczone dla  $Z = 0$  posłużyły do wyliczenia wartości średniego promienia opadających ziarn. Wyniki przedstawiono w tabeli 2

T a b e l a 2

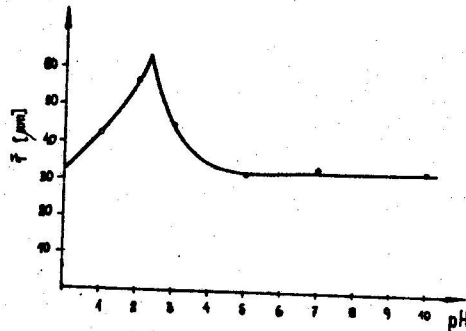
Średni promień ziarn obliczony na podstawie wzoru /3/

$$\bar{r} = 4,5 \left[ \frac{\eta Q}{g/\rho_s - \rho_c} \right]^{\frac{1}{2}}$$

| pH    | $\log Q$ | $\frac{Q}{\text{cm/s}}$ | $\bar{r}$<br>$\mu\text{m}$ |
|-------|----------|-------------------------|----------------------------|
| 2     | 1,40     | 0,2513                  | 57,08                      |
| 1     | 1,16     | 0,1445                  | 43,28                      |
| 3     | 1,21     | 0,1621                  | 45,82                      |
| 5     | 2,93     | 0,0852                  | 33,2                       |
| 7, 10 | 2,95     | 0,0891                  | 33,9                       |

Jak widać obliczone wartości średniego promienia ziarn zależą od pH zawiesiny.

Na rys. 7 pokazano zależność średniego promienia ziarna od pH zawiesiny. Wzrost wartości średniego promienia ziarna w obszarze pH zbliżonym do wartości z.p.c. kwarcu tłumaczyć można zachodzeniem koagulacji. Średni promień ziarna obliczony w tym zakresie pH, odpowiada śred-



Rys. 7. Zależność wartości średniego promienia od pH zawiesiny kwarcu

niemu promieniowi agregatu powstałemu w wyniku koagulacji ziarn zawiesiny. Rzeczywisty średni promień indywidualnego ziarna zawiesiny kwarcu można otrzymać przez zastosowanie metody opadania skrępowanego w warunkach pełnej stabilności zawiesiny (dla zawiesiny kwarcu w alkalicznym zakresie pH).

Dla potwierdzenia tego wniosku były przeprowadzone badania składu ziarnowego za pomocą wagi sedymentacyjnej (Tabela 3).

T a b e l a 3

Skład ziarnowy otrzymany w oparciu o krzywe sedymentacji

| Klasa<br>ziarnowa<br>μm | pH            |       |       |       |
|-------------------------|---------------|-------|-------|-------|
|                         | 1,2           | 2,6   | 6     | 9,6,  |
|                         | zawartość w % |       |       |       |
| + 45                    | 13,8          | 22,5  | 13,5  | 11,5  |
| +40 -45                 | 23,8          | 24,3  | 20,3  | 28,4  |
| +35 -40                 | 28,7          | 23,1  | 25,0  | 22,6  |
| +30 -35                 | 21,3          | 18,6  | 26,4  | 20,2  |
| - 30                    | 12,4          | 11,5  | 14,8  | 17,3  |
| Średni<br>promień<br>μm | 35,87         | 36,88 | 34,88 | 34,83 |

Średni promień obliczony ze składu ziarnowego w oparciu o wyniki analizy sedymentacyjnej, pozostaje w zgodzie ze średnim promieniem otrzymanym metodą opadania skrzepowanego dla obszaru stabilnej zawiesiny kwarcu.

Należy podkreślić, że wszystkie doświadczenia Dollimore'a były wykonywane z zawiesinami, zawierającymi ziarna poniżej 15  $\mu\text{m}$ . Wyniki przedstawione w układzie  $\log Q = f/Z$  dawały się zawsze aproksymować zależnością liniową wskazując jednoznacznie wartość  $\log Q_{\text{max}}$ . Nasze doświadczenia były przeprowadzone z kwarcem, którego większość ziarn była o wymiarach 30-45  $\mu\text{m}$ . Jak to wynika z naszych obserwacji zawiesina zawierająca ziarna tak bardzo różniące się wielkościami, nie daje wyraźnych granic mętności. Oznacza to, że ziarna duże i małe sedymentują wtedy indywidualnie z różnymi prędkościami. Dopiero przy dużych zagęszczeniach opadanie jest w pełni skrzepowane i jak to pokazano na rys. 6 tylko te wartości należy aproksymować linią prostą.

#### LITERATURA

- 1 HURST W., SPENCE G.: The standarization of the particle size of abrasives. J.Brit.Ceram.Soc., 6, 1969, 60.
- 2 STEINOUR H.H.: Rate of sedimentation. Industr.Engng.Chem., 36, 1944, 618, 840, 901.
- 3 RAMAKRISHNA V. i RAO S.R.: Particle size determination and hindered settling. J.appl.Chem., 15, 1965, 473.
- 4 RAMAKRISHNA V., RAO S.R., AHUJA L.D.: Particle size determination by hindered settling and cluster formation. J.appl.Chem., 16, 1966, 310.
- 5 DOLLIMORE D., MC BRIDE G.B.: Comparison of methods of calculating particle size from hindered settling results and its application to inorganic oxysalt precipitates. Analyst, 94, 1969, 760.
- 6 DOLLIMORE D., MC BRIDE G.B.: Alternative methods of calculating particle size from hindered settling measurements. J.appl.Chem., 18, 1968, 136.
- 7 DOLLIMORE D., MC BRIDE G.B.: The technique of hindered settling as a simple process for the determination of the particle size of powders, Proceedings of the 2<sup>nd</sup> Conference on Applied Physical Chemistry, 2, Akademiai Kiado, Budapest 1971.
- 8 DAVIES L., DOLLIMORE D., SHARP J.H.: Sedimentation of suspensions: Implications of theories of hindered settling. Powder Technol., 13, 1976, 123.

- 
- 9 DAVIES L., DOLLIMORE D., MC BRIDE G.B.: Sedimentation of suspensions: Simple methods of calculating sedimentation parameters. Powder Technol., 16, 1977, 45.
  - 10 DAVIES L., DOLLIMORE D.; Sedimentation of suspensions: The influence of solid density and suspension viscosity on hindrance to settling. Powder Technol., 16, 1977, 59.