УДК 621.926:678.053

Ю.А. БИРЮКОВ, В.А. ПОЛЮШКО, А.Ю. ОБЪЕДКОВ, И.В. ИВОНИН, А.А. ГЛАЗУНОВ, А.Н. ИЩЕНКО, С.В. ПОНОМАРЕВ

ИССЛЕДОВАНИЯ ОСОБЕННОСТЕЙ ПРОЦЕССОВ ПОЛУЧЕНИЯ МИКРОННЫХ, СУБМИКРОННЫХ И НАНОРАЗМЕРНЫХ ПОРОШКОВ ПНЕВМАТИЧЕСКИМ ЦИРКУЛЯЦИОННЫМ МЕТОДОМ[1]

Выполнены экспериментальные исследования разделения твердых частиц на микронном, субмикронном и наноразмерном уровне пневмоциркуляционным методом. Приведены сравнительные данные о характеристиках струйных установок разных типов. Представлена схема аппарата, оснащенного системами контроля и регулирования рабочих параметров процессов. Показаны возможности и особенности применения представленного метода для многих процессов переработки порошков вольфрама, оксида алюминия, оксида кремния.

Ключевые слова: *газовые и дисперсные потоки, диспергирование, размер частиц, разделение.*

Одним из перспективных методов получения порошков требуемых размеров (микронных, субмикронных и т.д.) является пневматический метод [1, 2]. Его суть заключается в самоизмельчении частиц в процессе управляемого движении двухфазных потоков под воздействием высокоскоростных газовых струй.

В связи с тем, что двухфазный газодинамический процесс, приводящий к взаимодействию частиц друг с другом, можно организовать различными способами, разработаны аппараты порошковой технологии, отвечающие определенным требованиям.

Так, в работе [3] предложена установка «AFG Alpine» на основе широко используемого способа измельчения порошков во встречных струях (противоточная струйная мельница с «псевдоожиженном слоем»). Для мелкодисперсных частиц характерна низкая концентрация частиц в «псевдоожиженном слое», поэтому в аппаратах такого типа недостаточно эффективно используется кинетическая энергия струи.

В связи с актуальностью выделения узких фракций в субмикронном диапазоне возник интерес по оценке эффективности применения различных технических решений. Были проведены оценочные испытания «AFG Alpine» и разработанной в НИИПММ ТГУ пневматической циркуляционной установки «К-05» [4]. Испытания проводились на порошках различных дисперсностей и при сходных режимных параметрах установок.

Удельные энергозатраты при переработке исходного порошка Al_2O_3 со средним размером частиц δ_{50} от ~ 54 мкм до ~ 2.5–4.3 мкм составляют для установки «К-05» примерно 3.4 кВт·ч/кг, а для «AFG Alpine» – 5.2 кВт·ч/кг.

Соотношение энергозатрат при мелком исходном материале δ_{50} ~ 1.8 мкм следующее. Полезная потребляемая мощность для установки «К-05» составляет около 4.2 кВт (средний размер частиц полученного порошка δ_{50} ~ 1.4 мкм), а для установки «AFG Alpine» – 6.2 кВт (δ_{50} ~ 1.7 мкм). При массовом выходе на установке «К-05» – 0.8 кг/ч, а для установки «AFG Alpine» – 0.3 кг/ч, удельные энергозатраты для «К-05» составили 5.3 кВт·ч/кг, а для «AFG Alpine» – 20.7 кВт·ч/кг. То есть эффективность измельчения в «AFG Alpine» примерно в 4 раза ниже, чем в «К-05».

В связи с этим, для обеспечения получения порошков требуемых размеров необходимы дальнейшие исследования особенностей измельчения, в частности обеспечения стабильности параметров процесса при проведении всех операций в аппаратах.

Цель настоящей работы состоит в усовершенствовании систем обеспечения стабильности получения порошков на пневмоциркуляционной установке и реализации на ней технологии получения и переработки широкого класса материалов.

Для достижения этого установка была оснащена системой датчиков давления, расхода, относительной влажности и температуры. Анализ показаний этих датчиков позволил регулировать процесс измельчения путем его оптимизации, в частности регулированием скорости вращения ротора.

[1] Работа выполнена в рамках Программы повышения конкурентоспособности ТГУ среди ведущих мировых научно-образовательных центров.

На рис. 1 представлена схема аппарата, оснащенного системами контроля и регулирования рабочих параметров процессов.

Датчики давления, расхода, относительной влажности и температуры (Д1, Д11, Д6, Д7, Д12) предназначены для измерения указанных параметров исходного сжатого воздуха. Датчик давления Д2 измеряет давление воздуха внутри помольной камеры.

Датчики давления Д3, Д4, Д5 предназначены для измерения давления воздуха между циклонами и тканевым фильтром. По показаниям этих датчиков производится оценка сопротивления циклонов, а следовательно, качественная динамика их работы и относительная расходная концентрация твердой фазы в течение всего процесса, по которой вырабатывается команда на окончание работы. Это обеспечивает стабильность проведения процессов переработки порошков.

По измеренным значениям относительной влажности и температуры, поступающим от датчиков Д8, Д9, производится оценка параметров отработанного воздуха, по которой можно определить относительную прибавку влажности от исходного сырья. Скорость вращения ротора измеряется датчиком Д10.

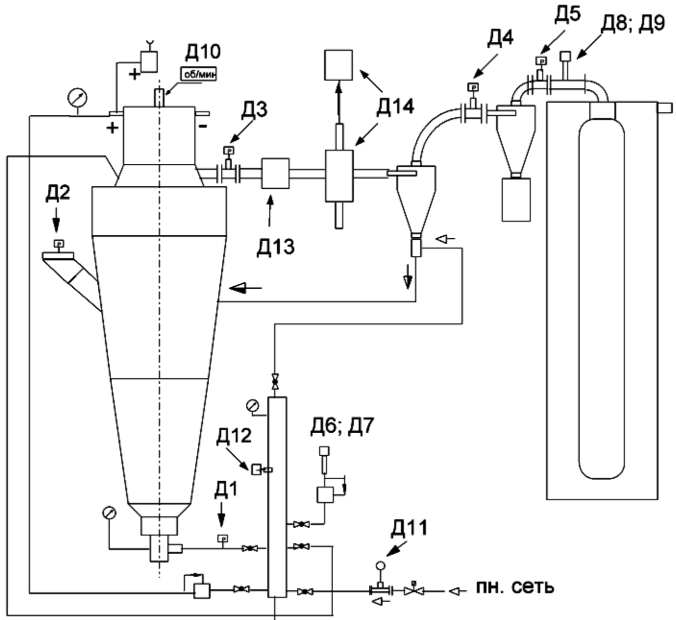

Рис. 1. Схема системы контроля и регулирования параметров пневмоциркуляционной установки: Д1–Д5 – датчики давления РС-50; Д6–Д7 и Д8–Д9 – датчики температуры и влажности ДВТ-02; Д10 – датчик скорости вращения ротора; Д11 – датчик расхода; Д12 – датчики температуры ДТС-014; Д13 – датчик концентрации; Д14 – прибор анализа размеров частиц

Одним из определяющим параметром, влияющим на дисперсность фракций, является скорость вращения ротора. На рис. 2 представлены зависимости ключевых параметров (δ_{10}, δ_{50}, δ_{90}) дисперсного состава получаемых фракций Al_2O_3 от скорости вращения ротора.

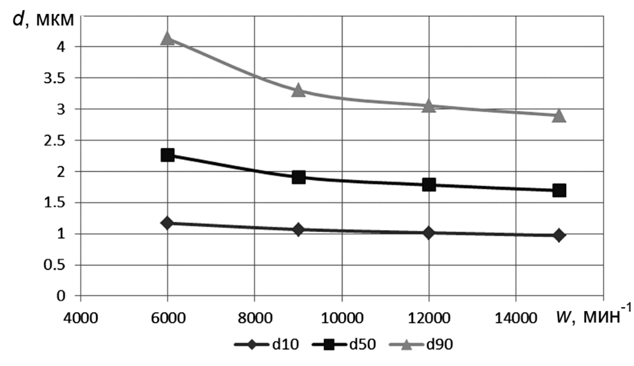

Рис. 2. Зависимости ключевых параметров (δ_{10}, δ_{50}, δ_{90}) дисперсного состава получаемых фракций Al_2O_3 от скорости вращения ротора

При воздушно-центробежной классификации тонкодисперсных порошков с большой долей субмикронных частиц увеличение скорости ротора, хотя уже не столь существенно, влияет на уменьшение среднего диаметра частиц выделяемой фракции для микронных порошков, но оно увеличивает остроту разделения на первой ступени и стабилизирует процесс классификации на второй, что позволяет выделять фракции с более узким гранулометрическим составом.

Анализ размеров частиц полученных материалов выполнялся методами оптической («Olympus BX51») и электронной («Quanta», «JEM-100CX2») микроскопии, анализатора формы и размеров частиц «Morphology 3GS», методом динамического светорассеяния на лазерном дифракционном анализаторе распределения частиц по размерам «Malvern Mastersizer 2000» и приборе для характеризации размеров и дзета-потенциала частиц «Malvern Zetasizer Nano-ZS».

Для примера на рис. 3 и 4 приведены микрофотографии и гранулометрический состав исходного порошка вольфрама и выделенной пневмоциркуляционным методом нанофракции.

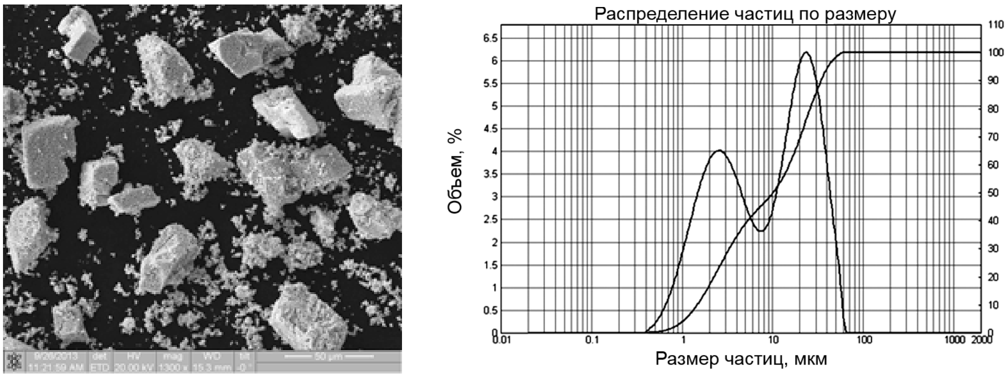

Рис. 3. Микрофотография и гранулометрический состав исходного порошка вольфрама (δ_{50} = 10 мкм)

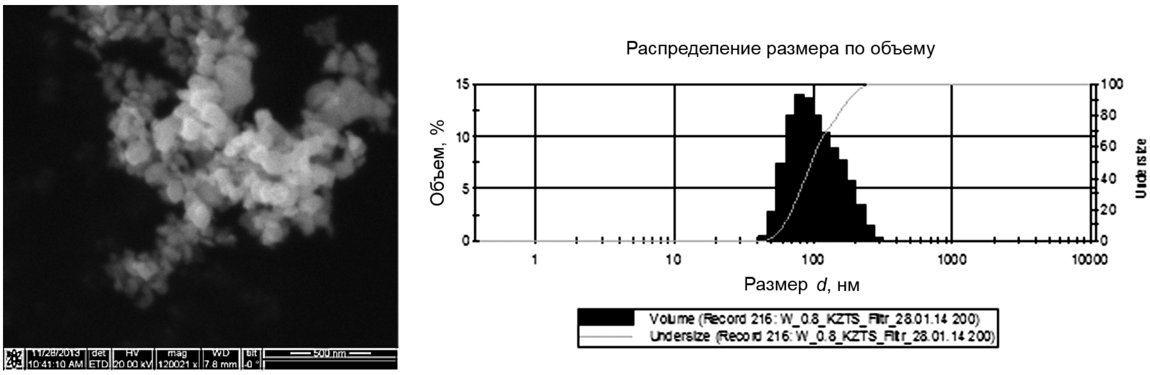

Рис. 4. Микрофотография и гранулометрический состав выделенной пневмоциркуляционным методом наноразмерной фракции вольфрама (δ_{50} = 0.1 мкм)

На рис. 5 представлены микрофотография и определенный на приборе «Malvern Zetasizer Nano-ZS» гранулометрический состав полученного пневмоциркуляционным методом порошка SiO_2.

Рис. 5. Микрофотография и гранулометрический состав SiO_2 после переработки пневмоциркуляционным методом (δ_{50} = 0.3 мкм)

Дальнейшее обобщение результатов исследований основных параметров процесса и создание на этой базе взаимосвязи между собой позволит непрерывно контролировать характеристики порошковой продукции с требуемыми свойствами.

Применение метода для диспергирования агломератов частиц и одновременной эффективной классификации по узким фракциям позволяет получать нормированные по размерам частиц порошки, которые могут успешно применяться при производстве конструкционной керамики, для нанесения износостойких и коррозионностойких покрытий, в качестве прецизионных абразивов, в производстве высокоэнергетических (наполнители твердого топлива) и других материалов.

Отделением крупных частиц, активацией и деагломерацией дисперсной среды при переработке пневмоциркуляционным методом можно значительно улучшить характеристики наночастиц, полученных другими методами (плазмохимическим, электровзрывным и т.д.). При этом производительность такой переработки достигает нескольких килограммов в час, что достаточно эффективно для современного состояния техники. Таким путем были нормированы фракции электровзрывных ультрадисперсных частиц меди и ряда других материалов. Полученная фракция меди имела средний размер частиц $\delta_{50} \approx 0.25$ мкм. Исходный электровзрывной порошок включал в себя частицы с размером до 10 мкм и состоял из агломератов размером до 30 мкм.

Исследования показали высокую эффективность использования пневмоциркуляционного метода при диспергировании и смешивании частиц для подготовки компонентов для синтеза нитрида алюминия, нитрида кремния и других материалов [5]. Преимуществом является интенсификация процесса приготовления реагирующих смесей, ускорение самого процесса синтеза и других параметров.

Таким образом, представленный метод с использованием рециркуляционного движения многофазных систем представляет собой достаточно простой и универсальный по широте перерабатываемых материалов способ получения частиц, применяемых в различных областях техники. Вместе с этим получение и переработка порошков требует особых подходов в зависимости от характеристик исходных материалов и требований к конечному продукту, особенно в субмикронном диапазоне размеров частиц.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Бирюков Ю.А., Бузник В.М., Ищенко А.Н., Ивонин И.В. и др. Ультрадисперсные и наноразмерные порошки: создание, строение, производство и применение / под ред. акад. В.М. Бузника. – Томск: Изд-во НТЛ, 2009. – 192 с.
2. Росляк А.Т., Бирюков Ю.А., Пачин В.Н. Пневматические методы и аппараты порошковой технологии. – Томск: Изд-во Том. ун-та, 1990. – 257 с.
3. Fluidised Bed Opposed Jet Mill type AFG. Aviable at: https://www.hosokawa-alpine.com/powder-particle-processing/machines/jet-mills/afg-fluidised-bed-opposed-jet-mill/
4. Бирюков Ю.А., Богданов Л.Н., Объедков А.Ю., Полюшко В.А. и др. Эффективное выделение ультрадисперсных порошков пневмоциркуляционными методами // Изв. вузов. Физика. – 2012. – Т. 55. – № 7/2. – С. 34–37.
5. Бирюков Ю.А., Дунаевский Г.Е., Шрагер Э.Р., Зиатдинов М.Х., Полюшко В.А. и др. Исследования по получению керамики Si_3N_4-SiC методом горения // Конструкции из композиционных материалов. – 2006. – № 4. – С. 19–22.

Национальный исследовательский Томский государственный университет,
г. Томск, Россия
E-mail: powder@niipmm.tsu.ru

Поступила в редакцию 12.09.14.

Бирюков Юрий Александрович, зав. лабораторией НИИ ПММ ТГУ;
Полюшко Владимир Анатольевич, науч. сотр. НИИ ПММ ТГУ;
Объедков Александр Ювинальевич, науч. сотр. НИИ ПММ ТГУ;
Ивонин Иван Варфоломеевич, д.ф.-м.н., профессор, проректор по НР ТГУ;
Глазунов Анатолий Алексеевич, д.ф.-м.н., профессор, директор НИИ ПММ ТГУ;
Ищенко Александр Николаевич, д.ф.-м.н., профессор, зам. директора НИИ ПММ ТГУ по НР;
Пономарев Сергей Васильевич, д.ф.-м.н., ст. науч. сотр., ведущ. науч. сотр. НИИ ПММ ТГУ.

Y.A. BIRYUKOV, V.A. POLYUSHKO, A.Yu. OBYEDKOV, I.V. IVONIN, A.A. GLAZUNOV, A.N. ISCHENKO, S.V. PONOMAREV

RESEARCHES OF FEATURES OF PRODUCTION OF MICRON, SUBMICRON AND NANOSIZED POWDER BY AIR-CIRCULATING METHOD

The process of the circulation movement of the gas and dispersed media, ensuring the separation of solid particles on the micron, submicron and nanoscale level are presented. Features of obtained of micron, submicron and nanoscale particles by air circulation method is characterized by the ability to perform impact on the processing of particle impact, split in the process managed circulating movement under the action of high-velocity gas jets with simultaneous separation of particles on the rotor and the external separation elements. Experience with fine powder materials have demonstrated the need for stability of the process parameters (steady circulation of material, constancy working concentration of particles in the flow, moisture content, temperature and others) in carrying out any operations in air circulation apparatus. Air circulation method was successfully tested in the technology of production and processing of powders of a wide class of materials. The application of the method for dispersing agglomerates of particles and simultaneously effective classification of narrow fractions allows obtaining the normalized particle sizes of the powders, which can be successfully used in the production of structural ceramics, wear-resistant and corrosion-resistant coatings, as precision abrasives and other materials.

Keywords: *gas and dispersed flows, dispersion, particle size.*

REFERENCES

1. Buznik V.M. (ed.). *Ultradispersnye I nanorazmernye poroshki: sozdanie, stroenie, proizvodstvo i primenenie* [Ul-trafine and nanosized powders: creation, structure, production and application]. Tomsk, Izd-vo NTL, 2009, 192 p.
2. Roslyak A.T., Biryukov Y.A., Pachin V.N. *Pnevmaticheskie metody i apparaty poroshkovoy tehnologii* [Air methods and apparatus of powder technologies]. Tomsk, Izd. Tom. Un-ta, 1990, 257 p.
3. Fluidised Bed Opposed Jet Mill type AFG. Aviable at: http://www.hosokawa-alpine.com/powder-particle-processing/machines/jet-mills/afg-fluidised-bed-opposed-jet-mill/
4. Biryukov Y.A., Bogdanov L.N., Obyedkov A.Y., Polyushko V.A., et al. Effektivnoe vydelenie ultradispersnyh poroshkov pnevmocirkulyacionnymi metodami [Effective allocation of ultradispersed powders pneumatisation methods] // *Izvestiya vuzov. Fizika*, 2012, vol. 55, no. 7/2, pp. 34–37.
5. Biryukov Y.A., Dunaevskiy G.E., Schrager E.R., M. Ziatdinov M.H., Polyushko V.A., et al. Issledovaniya po polucheniyu keramiki Si_3N_4-SiC metodom goreniya [Researchess of preparation of ceramic Si_3N_4-SiC method of burning]. *Construkcii iz compositnyh materialov*, 2006, no. 4, pp. 19–22.