www.ptcer.pl/mccm

MATERIAŁY CERAMICZNE /CERAMIC MATERIALS/, 63, 4, (2011), 720-724

# Izotermiczna komora do mielenia w gazie obojętnym

**Jan Sidor**

Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Inżynierii Mechanicznej i Robotyki, Al Mickiewicza 30, 30-059 Kraków
e-mail: jsidor@agh.edu.pl

***Streszczenie***

Mielenie wielu materiałów (w szczególności materiałów organicznych, chemicznych, ceramicznych i farmaceutycznych) przeprowadzane jest w komorach mielących młynów (wibracyjnych, planetarnych i in.) z mielnikami swobodnymi, w środowisku powietrza, gazu obojętnego lub cieczy (alkoholu, innych cieczy - w tym palnych). Własności fizyczne niektórych mielonych materiałów wymagają podczas ich mielenia utrzymania odpowiedniej temperatury ładunku mielenia, a najczęściej chłodzenia ze stabilizacją temperatury. Ponadto, niektóre materiały mogą być mielone tylko w gazie obojętnym. Wymaga to zastosowania komory manipulacyjnej wyposażonej w śluzy, w której znajdujące się w komorze mielącej powietrze jest usuwane i zastępowane gazem obojętnym. Do przeprowadzania tego rodzaju badań opracowano komorę mielącą o pojemności 500 $cm^3$, zwaną izotermiczną. Komora wykonana jest z poliamidu, posiada płaszcz wodny, szczelną pokrywę oraz wyposażona jest w układ dwóch zaworów. Jeden z zaworów przeznaczony jest do odprowadzania powietrza, drugi do napełniania gazem obojętnym bez korzystania z komory manipulacyjnej. Jeden z tych zaworów umożliwia pobieranie próbek mielonego materiału. Komora izotermiczna przystosowana jest do mielenia w sposób okresowy w laboratoryjnym młynie wibracyjnym. Płaszcz wodny komory wyposażony jest w dwa zawory regulacyjne połączone elastycznymi rurami z układem do pomiaru i stabilizacji temperatury. Układ ten wyposażony jest w czujniki temperatury, zbiornik wody, pompę oraz umożliwia pomiar i stabilizację temperatury cieczy chłodzącej komorę mielącą w zakresie 20-70°C, z dokładnością ±2 %. W komorze można przeprowadzać badania procesu bardzo drobnego i koloidalnego mielenia materiałów o wysokich wymaganiach uziarnienia i czystości, w tym także nanoproszków i nanostruktur przy całkowitej eliminacji zanieczyszczeń metalicznych oraz tlenu. Komorę można zastosować także do mieszania ośrodków jedno i wielofazowych o wysokich wymaganiach technologicznych, w tym środków chemicznych, ceramicznych, organicznych i farmaceutycznych w stabilnych temperaturach bez dostępu tlenu.

**Słowa kluczowe:** mielenie, mielenie wibracyjne, komora mieląca izotermiczna

**AN ISOTHERMAL CHAMBER FOR MILLING IN INERT GAS**

Grinding many materials, especially organic materials, chemicals, ceramics and pharmaceuticals, is carried out in grinding chambers of vibratory, planetary, and other mills with free grinding aids in the air environment, inert gas or liquid (alcohol or other liquids, including flammable). Physical properties of some milling materials require to maintain the correct temperature of a grinding charge, *i.e.* ground material with grinding aids, and the most often cooling systems with the temperature stabilization during grinding. In addition, some materials can be ground only in an inert gas. It requires the use of the manual chamber equipped with locks, in which air located in the grinding chamber can be removed and replaced with the inert gases. An isothermal milling chamber with a capacity of 500 $cm^3$ was developed in the presented research. The chamber was made of polyamide and equipped with a water jacket, tight lid and system of two valves. One valve was designed to exhaust air, the other one to fill the chamber with inert gas without using a manipulative chamber. One of the valves enabled the sampling of milling material. The isothermal chamber was adapted for milling materials in a periodic manner in a laboratory vibratory mill. A water jacket of the chamber was equipped with two control valves connected to a flexible tube with a system for measurement and stabilization of the temperature. This system comes with temperature sensors, water tank, pump and enables measurement and stabilization of the temperature of grinding chamber coolant at 20-70°C, ±2 %. The study of a process of very fine and colloidal milling of the materials, including nanopowders and nanostructures, that show high requirements concerning the grain size distribution and purity can be carried out in the isothermal chamber at total elimination of metallic impurities and oxygen from the grinding environment. The chamber can also be used for mixing single and multi-phase media with high technological requirements, including chemicals, ceramics, organic and pharmaceutical materials at the stable temperatures in the atmospheres without oxygen.

**Keywords:** Grinding, Milling, Vibratory milling, Isothermal milling chamber

## 1. Wprowadzenie

Proces mielenia odbywa się w zespole pełniącym funkcję technologiczną młyna, czyli w komorze. W przypadku młynów z mielnikami swobodnymi: grawitacyjnych (kulowych, prętowych, autogenicznych), mieszadłowych, wibracyjnych, obrotowo-wibracyjnych, planetarnych i in., komora wraz z ładunkiem mielników (tzn. mielonym materiałem z mielnikami) jest zespołem mechanicznym mającym istotny wpływ na uzyskiwane rezultaty technologiczne. Ma to szczególne znaczenie przy wytwarzaniu proszków o bardzo wysokich wymaganiach technologicznych, odpowiednim uziarnieniu i czystości, zwłaszcza mikro i nanoproszków.

W warunkach przemysłowych i praktyce laboratoryjnej najczęściej używa się uniwersalnych technologicznie młynów wibracyjnych [1-6]. Młyny te stosuje się do wytwarzania mikro i nanoproszków oraz do realizacji innych procesów, w których te proszki występują, tj. wytwarzania stopów i struktur metalicznych i metaloceramicznych, mechanicznego stapiania, wysokoenergetycznego i reaktywnego mielenia, mechaniczno-chemicznej syntezy i wielu innych [7-11].

Wytwarzanie wyżej wymienionych proszków i struktur wiąże się z pewnymi ograniczeniami spowodowanymi dwoma przesłankami:

– odpowiednimi warunkami procesu mielenia zdeterminowanymi własnościami fizycznymi i chemicznymi mielonych materiałów, wymagającymi odpowiedniego środowiska mielenia, np. gazu obojętnego, cieczy i odpowiedniej temperatury;
– zachowaniem bezpiecznej temperatury materiału komory lub jej wykładziny, która często jest wykonana z materiału polimerowego.

W laboratoryjnych młynach wibracyjnych stosuje się komory przeznaczone do:

– mielenia materiałów metalicznych i mechanicznego stapiania w atmosferze gazu obojętnego [10];
– mielenia materiałów o specjalnych wymaganiach: ceramicznych, chemicznych i organicznych, ze stabilizacją temperatury mielenia w atmosferze gazu obojętnego lub w cieczy.

Komorę do mielenia w stabilnej temperaturze nazwano izotermiczną. Komora ta posiada stabilizację temperatury mielenia w zakresie 20-70°C, którą zapewniono przez wyposażenie komory w płaszcz wodny oraz zewnętrzny układ pomiaru i stabilizacji temperatury. Komora ma pojemność 500 cm$^3$ i umożliwia przeprowadzanie procesu mielenia materiału w następujących warunkach:

– izotermicznych – w stałej temperaturze,
– pod obniżonym i podwyższonym ciśnieniem,
– w atmosferze gazu obojętnego, bez konieczności używania komory manipulacyjnej,
– w środowisku cieczy,
– przy całkowitej eliminacji zanieczyszczeń metalicznych,
– z możliwością pobierania próbek, bez konieczności używania komory manipulacyjnej.

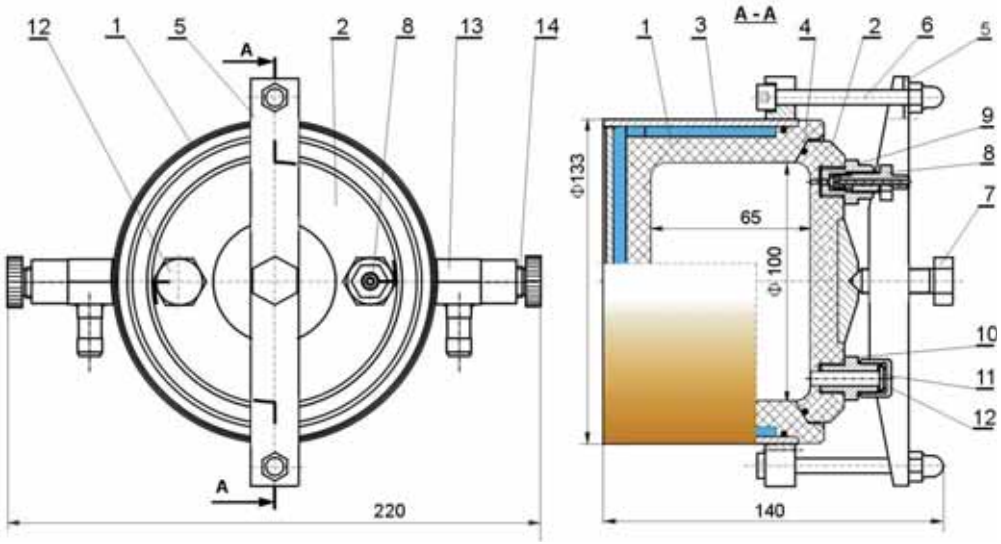
Komory można również używać w laboratoryjnych młynach obrotowo-wibracyjnych bez stabilizacji temperatury, ale tylko z możliwością okresowego chłodzenia, np. po przyłączeniu jej do sieci wodociągowej. Ułatwia to użytkowanie młyna, eliminując uciążliwość wynikającą z konieczności wyjmowania komory z młyna do jej chłodzenia.

## 2. Opis budowy i podstawowe parametry komory izotermicznej

Komora (Rys. 1a i 1b) zbudowana jest z pojemnika (1) o pojemności 500 cm$^3$, wykonanego z poliamidu, zamykanego pokrywą (2) wykonaną również z poliamidu. Pojemnik komory ma kształt walca, przy czym wewnętrzne powierzchnie mają zaokrąglone krawędzie promieniem 6 mm, co umożliwia mielenie bez strefy martwej mielnikami o średnicy do 12 mm. Na pojemniku (1) usytuowana jest metalowa obsada (3), wykonana ze stali odpornej na korozję, uszczelniona pierścieniem uszczelniającym, który dzięki podtoczeniu na pojemniku (1) utworzył przestrzeń na ciecz.

Pokrywa na części stożkowej, stykającej się z pojemnikiem, ma usytuowany pierścień uszczelniający (4), wykonany z gumy lub innego tworzywa odpornego na alkohole i rozpuszczalniki organiczne. Pojemnik (1) i pokrywa (2) mają krawędzie zaokrąglone promieniem 6 mm, dzięki czemu wyeliminowana została strefa martwa komory dla mielników o średnicy 12 mm i mniejszej. Pokrywa (2) mocowana jest na pojemniku (1) za pomocą poprzeczki (5) wyposażonej w dwa złącza śrubowe (6), których śruby wchodzą w zaczepy znajdujące się na pojemniku (3). Ustalenie pokrywy (2) na pojemniku (1) odbywa się za pomocą śruby dociskowej (7), usytuowanej w środkowej części poprzeczki.

W pokrywie umieszczony jest zawór iglicowy, składający się z obsady (8) i wydrążonej śruby iglicowej (9), oraz




*Rys. 1. Komora izotermiczna: a) widok z przodu, b) przekrój: 1 – pojemnik, 2 – pokrywa, 3 – obsada, 4 – pierścień uszczelniający, 5 – poprzeczka, 6 – złącze śrubowe, 7 – śruba dociskowa, 8 – śruba iglicowa, 9 – obsada zaworu , 10 – obsada próbnika, 11 – zatyczka, 12 – nakrętka, 13 – obsada zaworu regulacyjnego, 14 – pokrętło.*
*Fig. 1. The isothermal chamber: a) front view, b) cross-section: 1 – container, 2 – cover, 3 – holder, 4 – sealing ring, 5 – bar, 6 – screw, 7 – threaded spindle, 8 – screw needle ,9 – holder of the valve, 10 – probe holder, 11 – pin, 12 – nut, 13 – valve holder, 14 - knob.*

*Rys. 2. Komora izotermiczna: 1 – pojemnik, 2 – pokrywa, 3 – obsada, 4 – poprzeczka, 5 – śruba, 6 – złącze śrubowe, 7 – zawór doprowadzający, 8 – zawór próbnik, 9 – zawór regulacyjny.*
*Fig. 2. The isothermal chamber: 1 – container, 2 – cover, 3 – holder, 4 – bar, 5 – screw, 6 – screw fastening, 7 – inlet valve, 8 – valve sampler, 9 – control valve.*

zawór-próbnik składający się z obsady (10), zatyczki (11) i nakrętki (12).

Zawór iglicowy służy do napełniania komory gazem obojętnym, a po przyłączeniu pompy próżniowej do obniżania ciśnienia w komorze.

Zawór-próbnik pełni trzy funkcje:

– odprowadza nadmiar gazu obojętnego podczas napełniania komory,
– służy do pobierania próbek bez wyjmowania komory z młyna,
– odprowadza z komory nadmiar par powstałych podczas wzrostu temperatury w czasie mielenia przy ciśnieniu atmosferycznym.

Obsady zaworu iglicowego i próbnika uszczelnione są pierścieniami uszczelniającymi. Zawór iglicowy ma dodatkowy pierścień uszczelniający, zabezpieczający jego złącze gwintowe przed zanieczyszczeniem mielonym proszkiem.

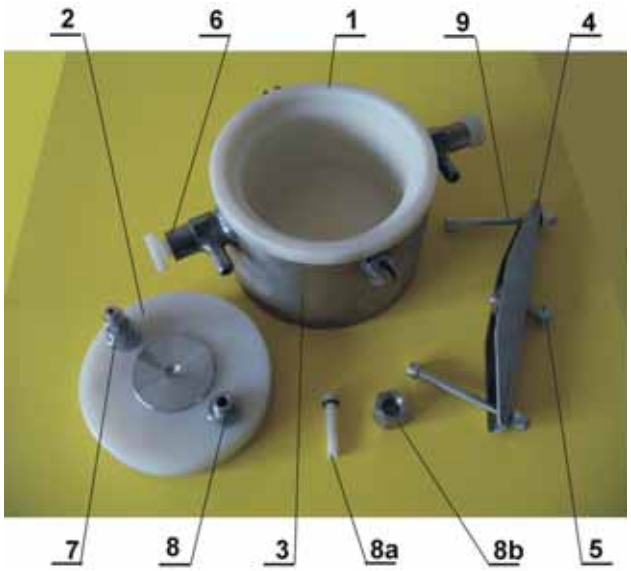
Na obsadzie komory umieszczone są dwa zawory regulacyjne składające się z obsady (13) oraz pokrętła (14). Każda z obsad (13) posiada króciec do przyłączania elastycznych przewodów: doprowadzającego i odprowadzającego ciecz do układu stabilizacji temperatury. Zawory te pełnią dwie funkcje. Umożliwiają regulację natężenia przepływu cieczy stabilizującej temperaturę komory. Po zakończeniu mielenia są zamykane w celu ułatwienia wyjmowania komory z młyna, po zdemontowaniu elastycznych przewodów z króćców, bez usuwania cieczy z płaszcza wodnego komory.

Na Rys. 2 przedstawiono widok zmontowanej komory, a na Rys. 3 widok wszystkich jej elementów.

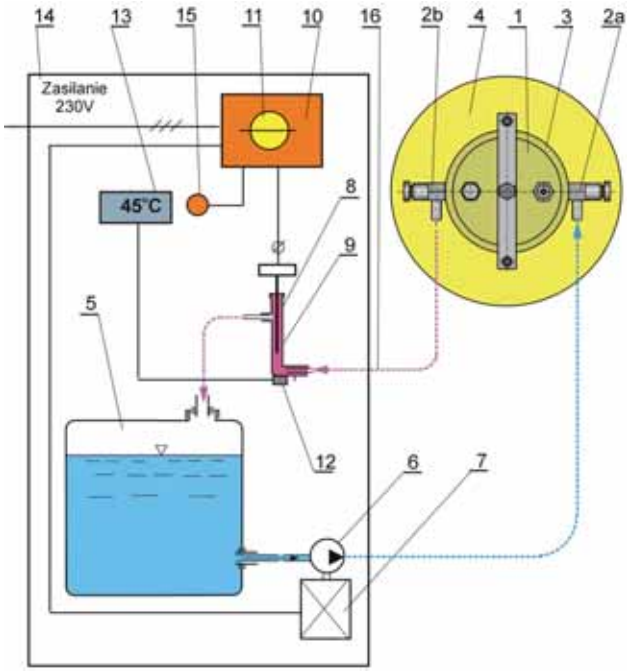
## 3. Opis budowy układu stabilizacji temperatury procesu mielenia

Schemat układu stabilizacji temperatury wraz z komorą zamieszczono na Rys. 4, a kompletny układ stabilizacji temperatury w komorze izotermicznej umieszczonej w laboratoryjnym młynie wibracyjnym przedstawiono na Rys. 5.

Zespołem roboczym układu jest komora (1), której metalowa obsada wyposażona jest w dwa zawory regulacyjne. Zawór (2a) doprowadza ciecz, np. demineralizowaną wodę, czy glikol etylenowy, do płaszcza wodnego. Zawór (2b) odprowadza ciecz z płaszcza wodnego. Komora mocowana jest




*Rys. 3. Komora izotermiczna: 1 – pojemnik, 2 – pokrywa, 3 – obsada, 4 – poprzeczka, 5 – śruba, 6 – złącze śrubowe, 7 – zawór doprowadzający, 8 – obsada zaworu-próbnika, 8a – zatyczka, 8b – nakrętka, 9 – zawór regulacyjny.*
*Fig. 3. The isothermal chamber: 1 – container, 2 – cover, 3 – holder, 4 – bar, 5 – screw, 6 - screw fastening, 7 – inlet valve, 8 – holder of valve sampler, 8a – plug, 8b – nut, 9 – control valve.*




*Rys. 4. Schemat budowy układu stabilizacji temperatury UST: 1 – zespół komory, 2a – zawór doprowadzający ciecz, 2b – zawór odprowadzający ciecz, 3 – obejma komory, 4 – tarcza mocująca, 5 – zbiornik wody, 6 – pompa, 7 – silnik pompy, 8 – czujnik temperatury, 9 – obsada czujnika, 10 – regulator temperatury, 11 – potencjometr nastawczy, 12 – czujnik temperatury, 13 – wyświetlacz temperatury, 14 – układ stabilizacji temperatury, 15 – lampka kontrolna, 16 – rury elastyczne.*
*Fig. 4. Schematic diagram of the temperature stabilization system UST: 1 – the chamber unit, 2a – liquid supply valve, 2b – a liquid drain valve, 3 – clamp of the chamber, 4 - clamping wheel, 5 – water tank, 6 – pump, 7 – pump motor, 8 - temperature sensor, 9 – holder of sensor, 10 – temperature controller, 11 – adjustable potentiometer, 12 – temperature sensor, 13 – temperature display, 14 – temperature stability set, 15 – light indicator, 16 – flexible pipe.*

w młynie w obejmie (3) przykręcanej do tarczy (4) czterema złączami śrubowymi. Tarcza wprawiana jest w ruch drgający o kołowej trajektorii amplitudy drgań przez wibrator kinematyczny, tworząc z komorą młyn wibracyjny.

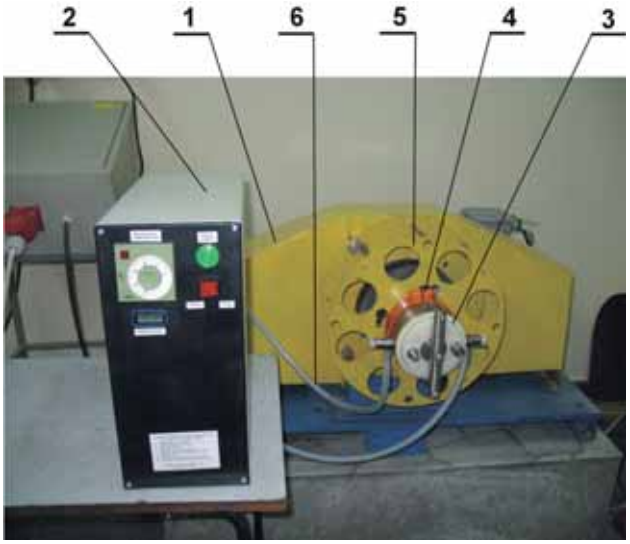
Układ stabilizacji temperatury wyposażony jest w zbiornik cieczy (5) będącej czynnikiem stabilizacji temperatury. Zbiornik (5) połączony jest z pompą (6), której silnik (7) jest sterowany przez elektroniczny regulator temperatury (10) wyposażony w pokrętło (11). Czujnik (8) do pomiaru temperatury usytuowany jest w obsadzie (9). Temperaturę mierzy dodatkowo drugi czujnik umieszczony pod obsadą (9). Sygnał z tego czujnika wykorzystywany jest tylko do wskazania temperatury na wyświetlaczu (13). Zbiornik cieczy, układ stabilizacji temperatury, pompa i pozostałe elementu umieszczone są we wspólnej obudowie (14). Na płycie czołowej obudowy (14) umieszczona jest lampka kontrolna (15), której świecenie sygnalizuje pracę pompy. Komora (1) i przyłączona do układu stabilizacji temperatury elastycznymi przewodami rurowymi (16). Do napełniania komory gazem obojętnym lub obniżania ciśnienia pompą próżniową zasilaną z odrębnego zasilania, służy króciec zaworu iglicowego umieszczonego w pokrywie komory (Rys. 2 i 3; element 7).

Zamieszczony na Rys. 5 układ stabilizacji temperatury został sprawdzony podczas procesu mielenia w zakresie temperatur 20-70°C. Temperaturę powyżej 20°C uzyskiwano dwoma sposobami, to jest przez wlanie do zbiornika podgrzanej wody oraz przez podgrzewanie wody znajdującej się w płaszczu wodnym od ciepła pochodzącego z nagrzewania się ładunku podczas procesu mielenia. Układ stabilizacji temperatury i komora pracowały poprawnie.

## 4. Charakterystyka techniczna układu stabilizacji temperatury i komory izotermicznej

Układ stabilizacji temperatury wraz komorą izotermiczną w stanie gotowym do pracy posiada następujące parametry techniczne:

- pojemność zbiornika cieczy 5 $dm^3$,
- pojemność komory 500 ± 3 $cm^3$, średnica 100 mm, długość 65 mm,
- wykładzina komory – poliamid 6,
- maksymalna średnica mielników (kul) likwidujących martwą strefę - 12 mm,
- maksymalny wymiar (średnica) mielników 20 mm,
- dopuszczalna częstotliwość drgań 25 Hz,
- dopuszczalne przyspieszenie ruchu drgającego 200 $m^2/s$,
- maksymalna masa mielników 1,8 kg,
- zakres stabilizacji temperatury 20-70°C,
- dokładność stabilizacji temperatury ±2°C,
- zainstalowana moc 50 W, zasilanie 230 W,
- wymiary układu stabilizacji temperatury: długość 420 mm, szerokość 180 mm, wysokość 380 mm,
- masa układu z cieczą (wodą demineralizowaną) i komorą 11,65 kg,
- wyposażenie komory: płaszcz wodny z dwoma zaworami regulacyjnymi, pokrywa z zaworem iglicowym i zaworem-próbnikiem,
- możliwość mielenia w atmosferze gazu obojętnego bez konieczności używania komory manipulacyjnej,




*Rys. 5. Stanowisko do mielenia w warunkach izotermicznych: 1 – laboratoryjny młyn wibracyjny, 2 - układ stabilizacji temperatury UST, 3 – komora izotermiczna, 4 – uchwyt komory, 5 – tarcza mocującą, 6 – elastyczne przewody rurowe.*
*Fig. 6. A stand for milling under isothermal conditions: 1 – the laboratory vibratory mill, 2 – the system of the temperature stabilization UST, 3 – the isothermal chamber, 4 - the handle of chamber, 5 – the fastening shield, 6 – the flexible tubular tubes.*

- możliwość mielenia ciśnieniu w komorze od 0,02 do 0,15 MPa,
- możliwość mielenia w cieczy nie reagującej z poliamidem i materiałem uszczelki,
- wymiary zewnętrzne kompletnej komory: długość 220 mm, szerokość 165 mm, wysokość 140 mm.

## 5. Podsumowanie i wnioski

Przedstawiona w pracy komora zwana izotermiczną, wraz z układem stabilizacji temperatury, jest przydatnym wyposażeniem laboratoryjnego młyna wibracyjnego. Jest niezbędna przy wytwarzaniu proszków, mikroproszków i nanoproszków surowców i materiałów mineralnych, ceramicznych, chemicznych i organicznych – zwłaszcza nanoproszków skrobi [9]. Środowiskiem mielenia może być powietrze pod ciśnieniem atmosferycznym lub obniżonym, gaz obojętny, przy czym do napełniania komory gazem nie jest konieczna komora manipulacyjna. Proces mielenia można w niej prowadzić w środowisku wody i każdej cieczy nie reagującej z materiałem uszczelki wykonanej z gumy odpornej na alkohol, benzynę, benzen i wszelkiego rodzaju rozpuszczalniki organiczne. Komora jest szczególnie przydatna przy mieleniu materiałów, które wymagają braku tlenu oraz określonej temperatury mielenia, zwłaszcza dla zachowania bezpieczeństwa obsługi młyna.

W komorze można też prowadzić inne mechaniczne procesy takie jak mieszanie, odparowanie, aglomerację bezciśnieniową, aktywację, stabilizację i suszenie proszków w temperaturach poniżej 70°C. Intensywny ruch materiału, spowodowany ruchem drgającym komory, często znacząco wspomaga te procesy.

## Literatura

[1] Höffl K.: Zerkleinerungs- und Klassiermaschinen, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, (1985).
[2] Schönert K.: „Advances in Comminution Fundamentals andImpacts on Technology", Aufbereitungs-Technik, 32, 9, (1991), 487-494.
[3] Bhushan B.: Handbook of Nanotechnology, Springer, (2004).
[4] Chichelnicky S.: Milling as a nanoparticle preparation technique, Ben-Gurion University of the Negev, (2006).
[5] Juhnke M., Weichert R.: „Erzeuzung von Nanaopartikeln aus weichen Substanzen mit hohen Reinheitsandforderungen durch Zerkleinerungs", Technische Universität Clausthal, Institut für Verfahrenstechnik, (2005).
[6] Sidor J.: „Badania, modele i metody projektowania młynów wibracyjnych", Rozprawy Monografie, 150, Kraków, (2005).
[7] Suryanarayana C.: „Mechanical alloying and milling", Progress in Materials Science, 46, (2001), 1-184.
[8] Jurczyk M.: Mechaniczna Synteza, Wyd. Politechniki Poznańskiej, Poznań, (2003).
[9] Sidor. J.: Ceramika/ Ceramics, Polish Ceramic Bulletin Polish Academy of Science - Kraków Division, 103, 2008, 758-764.
[10] Sidor. J.: Archives of Metallurgy and Materials, 52, (2007), 407-414.
[11] Sidor J.: Inżynieria i Aparatura Chemiczna, 48, 4, (2009),116-117.

♦

*Otrzymano 19 września 2011, zaakceptowano 27 października 2011*