

UNTERSUCHUNGEN ZUR CHARAKTERISIERUNG DER ZERKLEINERUNGSFÄHIGKEIT VON MONAZIT MITTELS RADONEMANATIONSVERFAHREN

Eyüp SABAH¹

ZUSAMMENFASSUNG: Das Ziel dieser Arbeit ist, zur Überprüfung mittels Radon - emanationsverfahren, inwieweit die Zerkleinerung von Monazit durch den Mahlkörperfüllungsgrad, dem Kugeldurchmesser sowie der Mahl gutfüllung bei konstantem Energieeintrag beeinflusst wird.

Im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Mahlkörpergrößen ergaben die Kugeln mit dem Durchmesser von 4-6 mm die besten Mahlergebnisse. Bei Benutzung dieser Mahlkörper hat die Erhöhung der Mahlkörperfüllung einen linear verlaufenden positiven Einfluß.

Die Erhöhung der Mahl gutmenge wirkt sich bis zu einem Wert von ca. 9 cm³ positiv aus. Höher als von diesem verschlechtern sich die Ergebnisse stark.

Die Drehzahl spielt insoweit eine Rolle, daß unterhalb von 150 U/min aufgrund von Anbackungsvorgängen schlechte Mahlergebnisse erreicht werden. Oberhalb von 220 U/min werden sehr gute Ergebnisse erzielt, mit einem Optimum bei einer Drehzahl zwischen 220-225 U/min.

SCHLÜSSELWÖRTER: Feinstmahlung, Zerkleinerungsfähigkeit, Radonemanation.

MONAZITİN UFALANABİLİRLİĞİNİN RADON EMANASYON YÖNTEMİYLE TANIMLANMASI

ÖZET: Bu çalışmanın amacı, değirmenin sabit enerjide çalıştırılması durumunda, öğütücü ortam miktarı bilya çapı ve değirmene beslenen malzeme miktarının (katı oranı) monazit'in ufalanabilirliğine ne ölçüde etki ettiğini araştırmaktır.

Bu çerçevede yürütülen çalışmalar sonucunda; 4-6 mm arası öğütücü ortam (bilya) kullanılması durumunda iyi bir öğütme ve bilya şarj miktarının artırılmasıyla da doğrusal seyir izleyen pozitif bir etki elde edilmiştir. Yine değirmene beslenen malzeme miktarındaki artışın öğütme üzerinde olumlu etki sergilediği, ancak değirmene hacimce 9 cm³'den daha fazla monazit beslenmesi halinde bu etkinin hızla azaldığı tespit edilmiştir. 150 Devir/Dakika'nın altındaki değirmen hızlarında ise, değirmenin cidarlarında meydana gelen yapışmalar nedeniyle, iyi bir öğütme gerçekleşmemiş ve bunda değirmen hızı önemli rol oynamıştır. Değirmen hızı 220 Devir/Dakika'nın üzerine çıkartıldığında çok iyi sonuçlar elde edilmiş ve optimum çalışma şartlarına 220-225 d/dak. arasındaki hızlarda ulaşılmıştır.

ANAHTAR KELİMELELER: İnce öğütme, ufalanabilirlik, radon emanasyon.

¹ Eyüp SABAH, Kocatepe Üniversitesi, Afyon Meslek Yüksekokulu, 03200 AFYON

I. EINLEITUNG

Für die Verfahrenstechnik hat die Feinstmahlung von festen Stoffen einen bedeutenden Stellenwert. In den letzten Jahren hat die Verwendung feinsten Mineralmehle in vielen Industriezweigen einen ungewöhnlichen Zuwachs erfahren. So führt verschiedene Mineralien an, die sich als Füllstoffe und Verstärker in Kunststoffen eignen. Noch größere Mengen dieser Feinstkörnungen finden wohl in der Gummi- und Papierindustrie Absatz. Auch die Farbenindustrie verwendet sie in großem Ausmaß als Extender. Schließlich bedient sich ihrer Chemie für die Puderung feuchtigkeitsempfindlicher Stoffe (z.B. Düngemittel) sowie als Träger-Medium für Schädlingsbekämpfungsmittel. Daneben gibt es bestimmt noch zahlreiche andere Einsatzmöglichkeiten, wie z.B. gemahlene Steinkohle und andere feinstgemahlene Partikel als Motorentreibstoff, bei der Keramik und Katalysatorenherstellung [1].

Zweck der Feinstmahlung ist, die spezifische Oberfläche zu vergrößern und die Reaktivität zu steigern.

Das Problem bei dem Prozeß der Feinstmahlung ist, daß die Energie, die zur Zerkleinerung gebraucht und in den Prozeß gesteckt wird, in Wärme umgewandelt und somit verloren geht [2]. 5% der heutzutage auf der Welt erzeugten elektrischen Energie wird für die Zerkleinerung von Erzen und Gesteinen in Mühlen aufgewendet [3]. Ein weiteres Problem stellen die Agglomerate dar, die bei der Feinstmahlung entstehen. Man versteht hierunter die Eigenschaft der Einzelteilchen, sich infolge ihrer Oberflächenkräfte zu größeren Verbänden zusammenschließen oder an einer anderen Oberfläche (z.B. Mühle oder Bunkerwandung) fest anzuhaften [1].

Jedes Erz besitzt spezifische Eigenschaften, die seine Zerkleinerungsfähigkeit charakterisieren. Gerade deshalb sind mehrere Methoden ausgearbeitet worden, nach denen die Zerkleinerungsfähigkeit verschiedener Erze bestimmt wird. Dabei werden entweder absolute Kennziffern bestimmt, oder aber es werden die Merkmale im Verhältnis zu einem bestimmten, als Eichmaß dienenden Erz abgeleitet [4].

Bei dieser Arbeit wurde insbesondere überprüft, inwieweit die Zerkleinerung von thoriumhaltigen Monazit durch den Mahlkörperfüllungsgrad, dem Kugeldurchmesser sowie der Mahlgutfüllung bei konstantem Energieeintrag beeinflusst wird.

II. BESCHREIBUNG DES PROBLEMATERIALS

Der untersuchte Monazit kommt aus Malaysia her. Monazit ist ein Cer-Phosphat (CePO_4), welches aufgrund der ähnlichen Struktur eingebaute Thoritmoleküle enthält. Mit Thoriumgehaltigen von bis über 10% ist es das wichtigste Thoriumerz.

III. VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

III.1. Mahlung

Die Mahlreihen erfolgten unter Variation bestimmter Mahlparameter in einer Planetenkugelmühle, die ein Stahlgefäß von 500 ml hat, vom Typ PM 4 der Firma RETSCH. Variable Größen waren Mahlkörperfüllung, Mahlgefüllung und Drehzahl bei konstantem Energieeintrag. Als Mahlhilfsmittel wurde Steinsalz (NaCl) eingesetzt. In der ersten Mahlreihe wurden folgende Parameter konstant gehalten :

Drehzahl des Planetengestells : 270 U/min

Mahldauer : 15 min

Mahlgutmenge : 11.13 g Monazit + 1.94 g NaCl

Die variablen Größen der prozentuellen Mahlkörperfüllung betragen bei einem Kugeldurchmesser von jeweils 4-6 mm, 10 mm und 20 mm 25, 30, 35, 40 und 45 Vol-%.

In der zweiten Mahlreihe wurden folgende Parameter konstant gehalten :

Drehzahl des Planetengestells : 270 U/min

Mahlkörperfüllung : 35 Vol-%

Kugelgröße : 4-6 mm

Die variablen Größen waren diesmal Mahl gutmenge und Mahldauer. Bei 4 Versuchen eingestellte Werte sind in Tabelle 1 zusammengefaßt. Die Mahl gutmenge setzte sich zusammen aus 70% Monazit und 30% NaCl . In der dritten Mahlreihe wurden folgende Parameter konstant gehalten :

Mahlkörperfüllung: 35 Vol-%

Kugelgröße : 4-6 mm

Mahl gutmenge : 11.13 g Monazit + 1.94 g NaCl

Hierbei stellten Drehzahl und Mahldauer die variablen Größen dar. Es wurden folgende Werte eingestellt (Umdrehung pro Minute und Mahldauer) :

Tabelle 1. Die in der zweiten Mahlreihe eingestellten Werte bei unterschiedlichen Mahlgutmengen und Mahldauern.

| Mahldauer | 15 min | | 22.5 min | | 30 min | | 45 min | |
|-----------|--------|-----------------|----------|-----------------|--------|-----------------|--------|-----------------|
| | Menge | | Menge | | Menge | | Menge | |
| | g | cm ³ | g | cm ³ | g | cm ³ | g | cm ³ |
| Monazit | 11.13 | 2.1 | 16.7 | 3.15 | 22.26 | 4.2 | 33.39 | 6.3 |
| NaCl | 1.94 | 0.9 | 2.9 | 1.35 | 3.87 | 1.8 | 5.80 | 2.7 |
| GESAMT | 13.07 | 3.0 | 19.6 | 4.5 | 26.13 | 6.0 | 39.19 | 9.0 |

| | | | | | | | | |
|------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| Drehzahl (U/min) | 270 | 250 | 222 | 200 | 166 | 143 | 125 | 100 |
| Mahldauer (min) | 18.5 | 20.0 | 22.5 | 25.0 | 30.0 | 35.0 | 40.0 | 50.0 |

Es wurden 5000 Umdrehungen der Kugelmühle für die Berechnung zugrunde gelegt, wobei der Energieeintrag konstant war. Nach der Mahlung wurde das Mahlhilfsmittel mit dem Wasser aus dem Mahlgut entfernt. Nach Trocknung des Materials wurden von jeder Probe 3 Tabletten hergestellt, deren Durchmesser 13 mm betrug. Bei einer Einwaage von 3 g erfolgte das Pressen auf einer hydraulischen Presse bei einem Druck von 74 MPa. Dazu wurde es ein Preßwerkzeug der Firma PERKIN-ELMER verwendet.

III.2. Radonemanation zur Bestimmung des Emanationsvermögen

Die Bestimmung des Emanationsvermögen mithilfe der Kammermessung wurde wie folgendes durchgeführt: Die Probe befindet sich in einem mittels zweier Hähne dicht verschlossenen Glasbehälter, worin man sie solange ruhen läßt, bis sich das emanierende Radon mit seinem Niederschlag im Gleichgewicht befindet. Nach öffnen der Hähne leitet man die Emanationen mittels eines geeigneten Trägergases in eine Ionisationskammer, die an eine Vakuumpumpe angeschlossen ist. Dort werden die durch den Radonzerfall entstehenden α -Strahlen gemessen. Hierzu benutzt man ein Elektrometer in Verbindung mit einem Scaler-Timer. Zur Bestimmung des Emanationsvermögen wird daraufhin die Aktivität des Präparates ermittelt. Dies kann z.B. mit einem Germaniumdetektor geschehen. Das Emanationsvermögen (Gleichung 1)

ergibt sich nun als das Verhältnis der Radonaktivität in der Ionisationskammer ($A_{\text{Rn-Io}}$) zur Radiumaktivität des Präparates ($A_{\text{Ra-Pr}}$).

$$\eta = \frac{A_{\text{Rn-Io}}}{A_{\text{Ra-Pr}}} \quad (1)$$

III.2.1. Vorversuche

III.2.1.1. Geräteverhalten

Die Abhängigkeit von "Sample"-Spannung und Zählzählbeute: Mithilfe eines Alpha-Standards wurde bei konstanter "Guard"-Spannung die "Sample"-Spannung in 10 Volt-Intervallen von 870 bis 1150 Volt erhöht. Hier ergab sich das Plateau annähernd konstanter Zählzählbeute im Bereich zwischen 940 und 1030 Volt. Die Betriebsspannung für die folgenden Versuche wurde demgemäß auf 975 Volt festgelegt. So wurde gewährleistet, daß bei geringfügigen Spannungsschwankungen während der Versuche keine Zählfehler auftraten.

Die Abhängigkeit der Zählzählbeute vom Volumenstrom des Trägergas: Die Abhängigkeit der Zählzählbeute vom Volumenstrom des Trägergas ist in Abbildung 1 dargestellt. Hieraus ist ersichtlich, daß bei von 40 auf 120 l/h steigendem Volumenstrom die Zählzählbeute linear abnimmt. Aus diesem Grunde ist zur Messung ein sensibel arbeitender Durchflußmesser unerlässlich. Da dieser jedoch am Institut für Aufbereitung, Kokerei und Brikettierung der RWTH Aachen nicht zur Verfügung stand, wurde trotz Zählzählbeuteverluste in den Vorversuchen bei einem Trägergasstrom von 120 l/h gearbeitet.

III.2.1.2. Meßzeit

Die Meßzeit betrug 120 Minuten. Anhand mehrerer Meßungen wurde nach 120 Minuten für dieselbe Probe ein Zählunterschied von nur 0.2-2% ermittelt.

III.2.1.3. Repräsentative Tablettenzahl

Abbildung 2 zeigt die Abhängigkeit der Zählrate von Tablettenzahl und Meßdauer. Jeder Kurvenpunkt entspricht der durchschnittlichen Zerfallsrate zum angegebenen Meßzeitpunkt. Kurve (1) wurde ermittelt mit 4 Tabletten und anschließender Multiplikation der Zählrate mit dem Faktor 2.

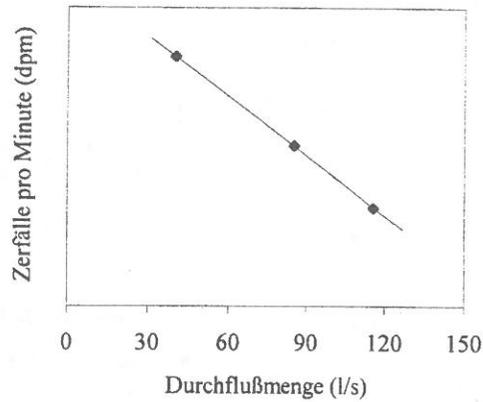


Abbildung 1. Abhängigkeit der Zählrate vom Volumenstrom des Trägergases.

Kurve (2) wurde ermittelt mit 6 Tabletten und anschließender Multiplikation der Zählrate mit dem Faktor 1.33. Kurve (3) zeigt die Zählrate bei 8 Tabletten. Die Durchschnittszählraten der drei Kurven unterscheiden sich nach 120 Minuten Meßzeit um 2%. Alle folgenden Versuche wurden mit 8 Tabletten durchgeführt.

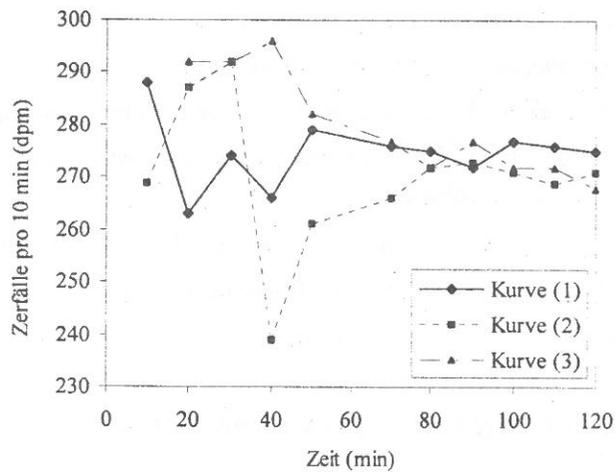


Abbildung 2. Abhängigkeit der Zählrate von Tablettenzahl und Meßdauer.

III.2.1.4. Preßdruck

Abbildung 3 läßt erkennen, daß Kurve (1) bei einem Preßdruck von 74 MPa und Kurve (2) bei einem Preßdruck von 370 MPa ermittelt wurde.

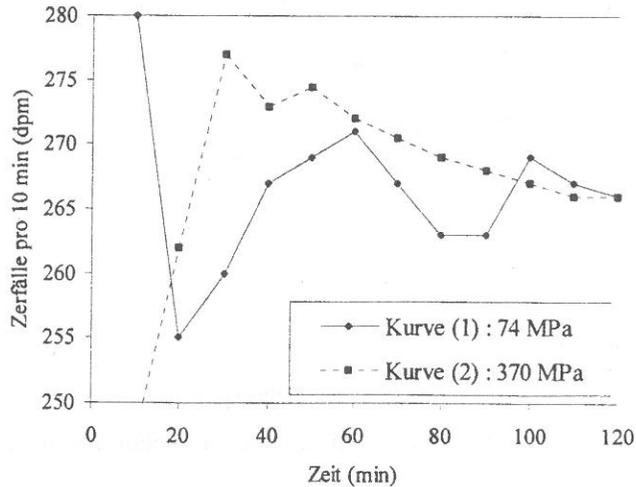


Abbildung 3. Zählausbeute pro Zeiteinheit bei zwei unterschiedlichen Preßdrücken.

Es ist ersichtlich, daß der Preßdruck der Proben-tabletten in den gewählten Grenzen keinerlei Einfluß auf das Emanationsvermögen hatte. Aus diesem Grunde steht zu vermuten, daß das Korngefüge- und damit die emanierende Oberfläche innerhalb des gewählten Druckintervalles nicht verändert wurde.

III.2.1.5. Ungenauigkeiten bei der Probeneinwaage

In Abbildung 4 weist Probe (1) eine um 4% geringere Radonemanation auf. Der Grund hierfür liegt nicht in der um 11,25% geringeren Probeneinwaage, sondern in der um 2% gesunkenen Tablettenoberfläche.

Die Differenz von 2% liegt noch innerhalb der in Abschnitt III.2.1.2 ermittelten Fehlerrate. Demnach hat eine mögliche Ungenauigkeit der Probeneinwaage einen nur unerheblichen Einfluß auf das Meßergebnis.

IV. DARSTELLUNG DER MEßERGEBNISSE

Abbildung 5 zeigt die Ergebnisse der Radonemanationsmessungen in Abhängigkeit vom Mahlkörperfüllungsgrad.

Kurve (1-3) stellen die Radonemanation des Monazits bei einem Mahlkörperdurchmesser von 4-6 mm, 10 mm und 20 mm dar.

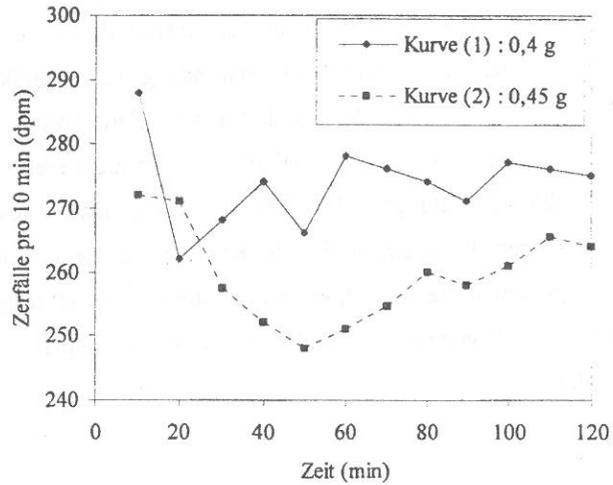


Abbildung 4. Zählrate pro Zeiteinheit bei Probeneinwaagen von 0.4 und 0.45 Gramm.

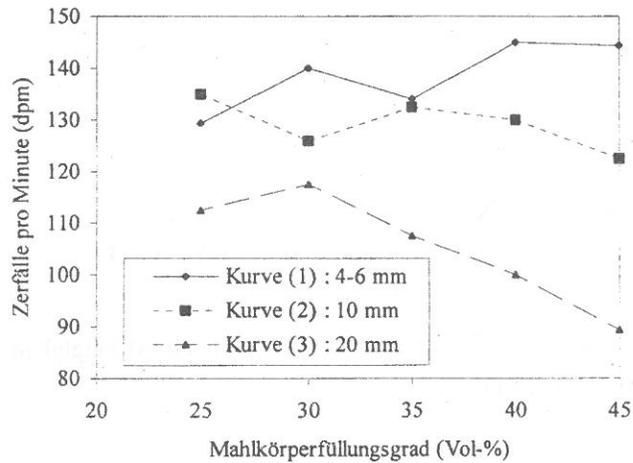


Abbildung 5. Zählraten der Radonemanationsmessungen in Abhängigkeit vom Mahlkörperfüllungsgrad bei verschiedenen Kugeldurchmessern.

Allgemein gilt: Mit abnehmenden Mahlkörperdurchmesser nimmt, unabhängig vom Mahlkörperfüllungsgrad, die Zahl der Zerfälle pro Minute zu.

Abhängig vom Mahlkörperfüllungsgrad ergibt sich für die unterschiedlichen Mahlkörperdurchmesser Abbildung 5. Bei der Kurve 1 steigt die Zahl der Zerfälle pro

Minute mit zunehmenden prozentualen Mahlkörperfüllungsgrad an. Im betrachteten Bereich des Füllungsgrades kann der Anstieg annähernd als Linear betrachtet werden. Bei der Kurve 2 sieht man, daß bei Verwendung von Mahlkugeln mit einem Durchmesser von 10 mm die zeitbezogene Zerfallszahl mit steigendem Mahlkörperfüllungsgrad abnimmt. Der Verlauf erscheint nicht mehr linear. Im Bereich des höheren Mahlkörperfüllungsgrades fällt die Kurve stärker als im Bereich des geringeren Mahlkörperfüllungsgrades. Für die Kurve 3 gilt dasselbe, wie unter Kurve 2. Es kann aber im gesamten Meßbereich einen noch steileren Abfall festgestellt werden. Abbildung 6 zeigt die Ergebnisse der Radonemanationsmessungen in Abhängigkeit von der Mahlgutfüllung.

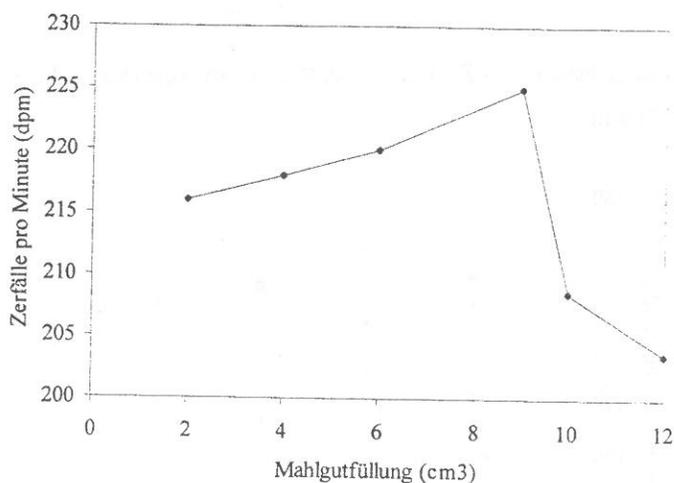


Abbildung 6. Zählraten der Radonemanationsmessungen in Abhängigkeit von der Mahlgut-füllung.

Unter der Annahme, daß es sich beim Messpunkt 4 mm einen Meßfehler bandelt, durchläuft die Meßkurve, nach anfänglichem Anstieg ein Maximum anschließend steil abzufallen. Der Betrag der positiven Steigung ist geringer als der des Abfalls. Die optimale Füllmenge beträgt hiernach 9cm³.

Wie in Abbildung 7 zu sehen ist, können die abweichenden ersten drei Meßpunkte nicht in die Betrachtung einbezogen werden, aufgrund beobachteter Anbackungen vom Mahlgut an die Innenwandung des Mahlgefäßes.

Die verweiltbaren Meßpunkte ergeben einen Anstieg der Zerfälle im Bereich zwischen 150-225 U/min mit einem anschließenden Abfall im Bereich zwischen 225- 250 U/min. Danach steigt die Zerfallszahl erneuert an.

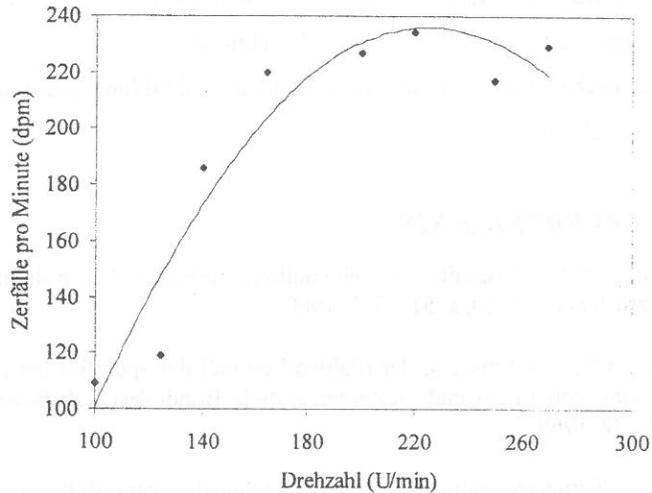


Abbildung 7. Zählraten der Radonemationsmessungen in Abhängigkeit von der Mahldauer bei konstantem Energieeintrag.

V. SCHLUßFOLGERUNGEN

Je kleiner die Mahlkugeln, desto größer ist die Mahloberfläche und somit die Zahl der Stöße. Es folgt eine höhere Zahl von Zerfällen pro Minute. Das mit der abnehmenden Größe geringere Gewicht der Kugeln erniedrigt die pro Kugel übertragene Energie. Die Wahrscheinlichkeit einer Brucheinleitung nimmt damit ab. Trotz geringerer übertragbarer Energie und Bruchwahrscheinlichkeit ermöglicht die hohe Mahloberfläche gute Zerfallsergebnisse.

Die Mahlkörperfüllungsgrad wirkt sich tendenziell gegenläufig aus. Einerseits erhöht der steigende Füllungsgrad die Mahloberfläche, andererseits wirkt sich die mit steigendem Füllungsgrad abnehmende Beweglichkeit der Mahlkörner zueinander negativ auf die zeitbezogene Zerfallszeit aus.

Mit steigender Füllgutmenge erhöht sich die aktive Berührungsfläche zwischen Mahlkörpern und Mahlgut, es folgt eine höhere Zerfallszahl. Die höhere Füllmenge setzt

die Beweglichkeit der Mahlkörper und des Mahlgutes herab. Außerdem kann ein mit zunehmender Mahlgutmenge auftretender Stoßdämpfungseffekt angenommen werden. Die bei letztem Versuch verwendeten Mahlkörper mit einem Durchmesser von 4-6 mm liefern eine vergleichsweise geringe übertragbare Stoßenergie. Da sie jedoch über eine hohe aktive Oberfläche verfügen und somit eine hohe Zahl von Stößen bewirken, liefert diese Mahlkörperbestückung insgesamt gute Ergebnisse.

Die optimale Drehzahl zeigt diese Kurve (7 in der Abbildung gezeichnete Kurve) im Bereich um 222 U/min,

LITERATURVERZEICHNIS

[1] O. Lauer, "Die Technik der Herstellung feinsten Mineralmehle (1.Teil)", *Aufbereitungstechnik*, No. 10, s. 517-523, 1968.

[2] H.D. Wasmuth, "Bestimmung der Mahlbarkeit und des spezifischen Energiebedarfs bei der Mahlung von Erzen und Gesteinen mittels Bond-Test", *Aufbereitungstechnik*, no. 6, s. 284-289, 1969.

[3] M. Öner, "Çimento endüstrisinde eski düşünceler yeni öğütme teknolojilerine dönüşüyor-Bölüm 1: Araştırma-İnceleme, *Türkiye Çimento Müstahsilleri Birliği Çimento ve Beton Dünyası Dergisi*, yıl 1, sayı 2, ss. 25-40, 1996.

[4] D. Ocepek, "Über die Methoden der Bestimmung des Zerkleinerungswiderstandes", *Aufbereitungstechnik*, no. 6, s. 290-293, 1969.