

Změna pevnosti výlisků působením vzdušné vlhkosti a tepelného šoku

RNDr. Ing. Josef Valeš, Jaroslav Kusý, Ing. Lukáš Anděl

Výzkumný ústav pro hnědé uhlí a.s., Most, vales@vuuh.cz

Přijato: 29. 7. 2011, recenzováno: 16. 8. a 18. 8. 2011

Abstrakt

V článku je uveden postup určení nasákavosti výlisků a stanoveny hodnoty změny vlhkosti v závislosti na okrajových podmínkách experimentu, tj. relativní vlhkosti a teplotě prostředí. Dále byl experimentálně ověřován vliv obsahu vody (nasáknutím, vysušením) ve výlisku na změnu jeho pevnosti a rychlý způsob stanovení pevnosti výlisků pomocí manuálního testeru AK-14-E.

Change of pressings strength due to air humidity and thermal shock

The paper describes the procedure which can detect moisture absorption in pressings. Changes of moisture values were determined in dependence on experiment edge conditions, i.e. relative humidity and temperature of the environment. Furthermore, the influence of water content in a pressing (moisture absorption, desiccation) on the change of its strength as well as a quick way of determining the strength of a pressing by a manual tester AK-14-E were tested in the experiment.

Festigkeitsänderung von Presslingen durch die Wirkung der Luftfeuchtigkeit und des Wärmeschocks

Im Artikel ist das Verfahren zur Bestimmung von Aufsaugbarkeit der Presslinge angeführt und Werte der Feuchtigkeitsänderung in Abhängigkeit von den Randbedingungen des Experimentes, d.h. der relativen Feuchtigkeit und der Umgebungstemperatur, festgelegt. Weiter wurde der Einfluss des Wassergehaltes im Pressling (durch Aufsaugen und Austrocknen) auf die Änderung seiner Festigkeit und ein schnelles Verfahren zur Bestimmung der Festigkeit von Presslingen mithilfe des manuellen Testers AK-14-E experimentell überprüft.

Klíčová slova: nasákavost výlisků, stanovení pevnosti, tepelný šok.

Keywords: moisture absorption in pressings, strength determination, thermal shock.

1 Úvod

Jedním z požadavků technické kvality výlisků (briket, pelet) vyrobených z jemnozrnných a materiálově různorodých složek jsou jejich pevnostní charakteristiky. Ty musí vyhovovat požadavkům kladeným na jejich následné praktické průmyslové využití. Konečná pevnost vyrobených výlisků musí umožňovat běžnou manipulaci, tzn. jejich nakládání (pytlování), přepravu a skladování bez toho, aby docházelo k jejich nadměrné destrukci, lámání a zmenšování jejich velikosti. Dalším požadavkem na kvalitu výlisků jsou jejich technologické vlastnosti, tzn. jejich chování a změna vlastností vyvolaná působením vlhkosti, ať už vzdušné nebo v přímém styku s kapalinou. Vliv působení vody nabývá na významu zejména u těch výlisků, u kterých je při formování (lisování) lisovací směsi nutné používat pojidel. Pojidla jsou materiály umožňující zvýšení lepivých vlastností lisovací směsi. Použití pojidel

zvyšuje přilnavost (adhezi) mezi jednotlivými zrny formované směsi, která vykazují kvalitativně odlišné vlastnosti. Většina pojidel je rozpustná ve vodním prostředí. Nejčastěji jsou používány různé druhy škrobů, mouka, lepidla na bázi akrylátů atp. Při volbě vhodného pojidla je nutno zohledňovat jeho chemické složení (vnášení nečistot do výlisku), cenu, dostupnost a definovat jeho dostatečný hmotnostní podíl v lisovací směsi. Pevnostní charakteristiky výlisků lze ovlivňovat použitím tepelných procesů (sušením, žíháním, vypalováním). Teplotu zušlechťovacího procesu je nutno volit s ohledem na materiálové složení a vlastnosti lisovací směsi (nehořlavost složek, změna fyzikálních vlastností s teplotou, rychlost odpařování vody apod.). Teploty sušení výlisků by měly být pod hodnotou výparného tepla vody, tj. pod 100 °C, aby rychlou ztrátou vody nedošlo k roztrhání nebo popraskání výlisků. Sušením dochází ke zvýšení mechanické pevnosti výlisků. Druhým případem jsou aplikace vysokých teplot v řádech stovek °C použitých zejména u výlisků z anorganických materiálů, které vedou k jejich spékání (sintrování) a výraznému zvýšení pevnosti. Při použití pojiv, zejména u materiálů organického původu, dochází tepelným přepracováním výlisku k chemicko-strukturním změnám pojiva, a to mnohdy vede k poklesu pevnosti výlisku. Na straně druhé naopak chemicko-strukturní tepelná přeměna pojiva má za následek odlišné fyzikální vlastnosti výlisku, např. jeho nerozpadavost při přímém působení vody a vzdušné vlhkosti.

2 Testovaný materiál

Pro posouzení změn pevnostních parametrů výlisků působením vzdušné vlhkosti bylo použito pelet vyrobených ze zemité fosfátové rudy s obsahem užitkové složky P_2O_5 přes 30 % hmotnosti [4]. Pelety fosfátové rudy byly po ověření receptury

Pozn.:

V názvosloví používaném k označování výlisků peleta nebo briketa panuje terminologická nejednotnost. Pokud bude označení vycházet z fyzikálního principu výroby lisováním, tj. zhutňováním ve formě, bylo by správnější používat označení briketa. Do názvosloví se ale promítají i historickým vývojem zatížitá označení, která posuzují výlisky s ohledem na jejich tvar a zejména velikost. Pro označení briketa je vžitá představa výlisku víceméně hranatého tvaru a rozměrů větších než cca 60 mm. Starší označení buleta se používalo pro výlisky oblého až vejčitého tvaru z prstencových lisů o velikosti cca 50 – 60 mm. S rozvojem zpracování biomasy na paliva bylo v normotvorbě použito a zakotveno označení peleta. Označení peleta se používá výlučně pro výlisky válcového tvaru s průměrem do cca 25 mm. Norma DIN 51731 pro biopaliva rozlišuje 5 skupin výlisků bez přesnějšího rozměrového rozlišení. Všeobecně přijatá klasifikace biopaliv označuje válcové výlisky do průměru 25 mm za pelety. Veřejností bývají pojmy často zaměňovány. V článku popisované testy byly prováděny na výliscích válcového tvaru s velikostí průměru pod 25 mm, na peletách.



Obr. 1: Laboratorní zařízení pro stanovení nasákavosti pelet.

bez použití pojidel vyrobeny na laboratorním peletovacím lisu s plochou maticí Kahl 14–175, s použitím lisovacích matic o průměru lisovacích otvorů 8 a 10 mm a délkou lisovacího kanálu 35 až 45 mm. Lisovací směs v době zpracování obsahovala 12 % hmotnosti vody. Vyrobené pelety měly bezprostředně po vylisování dostatečnou mechanickou pevnost, nebyly plastické a měly suchý povrch. Po vysušení při teplotě 40 °C po dobu 48 hod. klesl obsah vody v peletách na hodnotu 0,19 % hm. [7] a jejich pevnost se zvýšila. Na povrchu pelet nevznikaly vizuálně pozorovatelné kontrakční praskliny. Na takto připravených vzorcích pelet bylo testováno působení vzdušné vlhkosti na změny pevnosti výlisků. Stanovení nasákavosti probíhalo při teplotě cca 30 °C a při relativní vzdušné vlhkosti cca 95 %.

3 Experimentální část

3.1 Zařízení pro stanovení nasákavosti

Pro stanovení nasákavosti bylo sestaveno experimentální laboratorní zařízení simulující podmínky vzdušné vlhkosti 95 % a teploty cca 30 °C. Tyto podmínky je obecně možno očekávat v lokalitách, kde probíhá zpracování fosfátové rudy.

Na obrázku č. 1 je zařízení pro stanovení nasákavosti pelet. Spodní část nádoby – laboratorního exsíkátoru – je naplněna destilovanou vodou až pod perforovanou porcelánovou přepážku, na které jsou umístěny Petriho misky s přesně zváženými vzorky pelet. Zařízení je umístěno do laboratorní sušárny, temperované na teplotu 30 °C. V horní části zařízení

je umístěn teploměr se záznamovým zařízením pro přesné měření teploty v intervalech jedné hodiny v průběhu celého měření a laboratorní vlhkoměr, měřící relativní vlhkost vzduchu uvnitř nádoby se vzorky.

3.2 Průběh měření

Stanovení probíhalo v několika krocích. Prvním krokem byla příprava zařízení a jeho stabilizace. To bylo zajištěno sestavením aparatury několik hodin před počátkem experimentu a v jeho ustálení v rovnováze, kdy byla zaznamenána teplota 30 °C a relativní vlhkost 95 %. Po ustálení rovnováhy byly vloženy vzorky pelet na zvážených Petriho miskách a zároveň byly odebrány vzorky pelet pro stanovení počáteční vlhkosti. Vzorky na Petriho miskách byly váženy v pravidelných intervalech a pomocí hmotnostního přírůstku byla stanovena vlhkost pelet.

V tabulce č. 1 jsou hodnoty teploty a relativní vlhkosti uvnitř nádoby. Hodnota v čase „0“ je počáteční hodnota ustáleného prostředí uvnitř nádoby v okamžiku před zahájením pokusu. Po jedné hodině byla odečtena hodnota relativní vlhkosti prostředí společně s teplotou, stejně jako po 6 hodinách od zahájení pokusu, dále byla měření prováděna vždy po 24 hodinách od prvního měření (tj. v čase 1 hodina). Tabulka č. 1 je převedena do grafické podoby v grafu č. 1. Z průběhu teploty a relativní vlhkosti lze konstatovat, že:

- na začátku pokusu se teplota zvýšila z laboratorní teploty 20 °C na cca 30 °C a byla v průběhu měření stabilní,
- relativní vlhkost vzduchu během první hodiny stanovení prudce poklesla z rovnovážné hodnoty 95 % na 40 % a pak v průběhu pokusu stoupala až na hodnotu téměř 95 %.

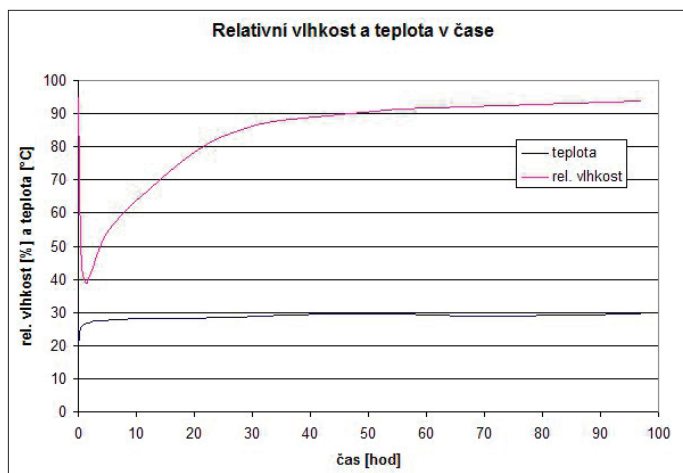
Tab. 1: Teplota a relativní vlhkost vzduchu v nádobě.

Čas [hod.]	Teplota [°C]	Relativní vlhkost (%)
0	20,7	95,0
1	26,4	40,2
6	27,8	56,6
25	28,6	83,3
49	29,7	90,5
73	28,7	92,6
97	29,6	93,7

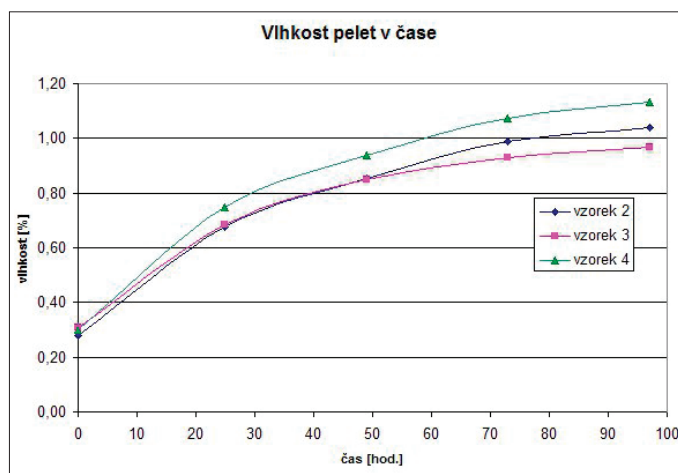
Tab. 2: Obsah relativní vlhkosti materiálu v čase.

Čas [hod.]	Vzorek 2 (% vlhkosti)	Vzorek 3 (% vlhkosti)	Vzorek 4 (% vlhkosti)
0	0,28	0,31	0,30
25	0,67	0,68	0,75
49	0,85	0,85	0,94
73	0,99	0,93	1,07
97	1,04	0,97	1,13

V tabulce č. 2 jsou uvedeny hodnoty vlhkosti pelet v čase. Hodnoty v čase „0“ hodin byly stanoveny standardním postupem pro stanovení obsahu vody [7] a pohybovaly se kolem



Graf 1: Teplota a relativní vlhkost vzduchu v nádobě.



Graf 2: Obsah relativní vlhkosti materiálu pelet v čase.

0,3 %. Hodnoty odečítané v následujících dnech byly stanoveny diferenčním vážením vzorků pelet na Petriho miskách. Hodnoty vlhkosti materiálu v čase 97 hodin byly navíc ověřeny postupem pro stanovení obsahu vody a lišily se v setinách procent. Graf č. 2 zobrazuje v grafické podobě údaje z tabulky č. 2 a ukazuje průběh narůstání vlhkosti pelet v čase. Z průběhu křivek je patrné, že pelety jsou schopny v podmínkách relativní vlhkosti vzduchu kolem 95 % a při teplotě 30 °C přijmout vodu v relativním množství kolem 1,0 až 1,1 %.

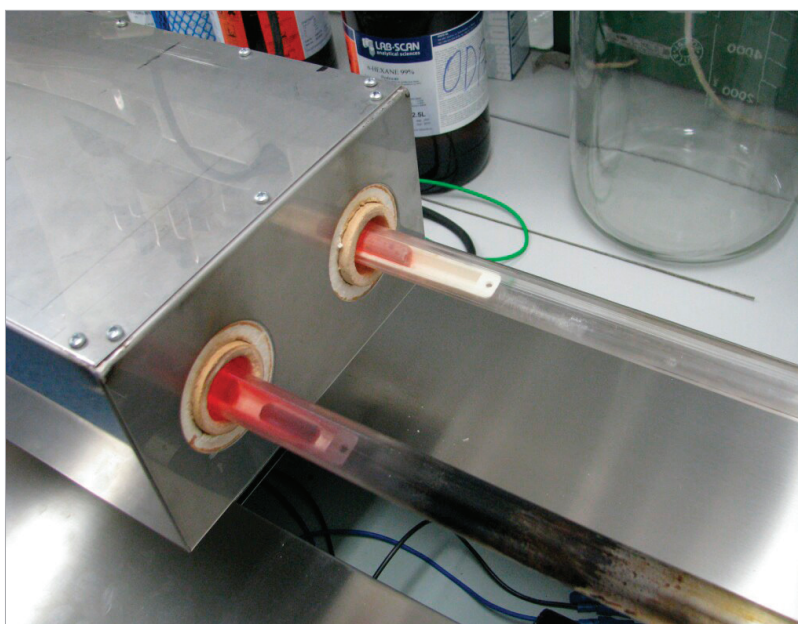
Po ukončení testu nasákavosti, když byly pelety vystavené působení vzdušné vlhkosti při testu nasákavosti ponechány po dobu 48 hod. při 20% vlhkosti vzduchu a laboratorní teplotě 23,5 °C, došlo opět ke snížení jejich vlhkosti na 0,34 %; 0,36 % a 0,39 % hm. obsahu vody [7].

3.3 Stanovení teplotního šoku výlisků

Vzorky pelet, použité pro zkoušku nasákavosti, byly podrobeny zkoušce teplotním šokem. K experimentu byla použita trubková

pec se dvěma křemennými trubicemi. Pec byla před začátkem pokusu vytemperována na teplotu 800 °C. Po dosažení této teploty byla do topné části pece vložena lodička se vzorkem pelety. Vzorky pelet byly v trubkové peci ponechány po dobu 15 minut. Poté byly vytaženy z pece a ponechány volně k vychladnutí. Na obrázku č. 2 jsou vyobrazeny pelety těsně po vytažení z topné části pece.

Zkouška pelet teplotním šokem prokazuje, že pelety vyrobené z fosfátové rudy a podrobené působení 95% vzdušné vlhkosti při teplotě 30 °C po dobu 4 dnů nevykazují žádné známky ztráty tvaru či popraskání povrchu vyvolanému teplotním šokem při cca 800 °C po dobu 15 minut. U pelet byl proveden test tepelné stálosti při teplotě 1 000 °C s dobou trvání 45 min. Test tepelné stálosti prokázal, že tepelným zpracováním výlisků dochází k nárůstu jejich pevnosti ve směru kolmo na podélnou osu výlisku (v příčném směru) na hodnoty okolo 30 MPa.



Obr. 2: Pelety v okamžiku vytažení z topné části pece.



Obr. 3: Určení pevnosti pelety ručním testerem AK-14-E.

3.4 Stanovení pevnosti výlisků

Pevnostní charakteristiky a mechanické vlastnosti pelet byly stanoveny ručním tvrdoměrem „Pellet Hardnes tester AK-14-E, model 12/2006“ a převedeny na průměrné hodnoty deformační síly N a tlaku MPa , při kterých dochází ke ztrátě soudržnosti pelety. Zařízení je určeno pro rychlé provozní určení pevnosti výlisku. Testování se provádí ručně na zvoleném počtu náhodně vybraných výlisků (10 ks), naměřené hodnoty jsou vyhodnoceny jako aritmetický průměr.

Vzorek válcové pelety je vložen do půlkruhového vybrání kovadlinky (viz obrázek č. 3) testeru a pomocí fixačního šroubu je peleta přitlačena na plochu tlačného pístu. Při dosažení správného výchozího nastavení přitlaku pelety na plochu tlačného pístu se matice fixačního šroubu začne protáčet. Takto je nastaven výchozí stav měření. Otáčením tlakového šroubu je stlačována pružina, jež přenáší vznikající přitlak, který je vyjádřen v kg , na plochu tlačného pístu a do testované pelety. Deformační síla působící na peletu je stanovována ve směru kolmém na podélnou (delší) osu pelety (tzn. kolmo na její průměr). Ručním tlakovým šroubem je na vzorek zvyšován přitlak až do okamžiku ztráty pevnosti (porušení celistvosti vzorku pelety). Na indikátoru, který se v okamžiku deformace testované pelety zastaví, se odečte hmotnost přitlaku, při níž došlo

k porušení soudržnosti pelety. Velikost odečteného přitlaku se přepočte pomocí gravitačního zrychlení $g = 9,81$ na sílu v N . Z průměrných hodnot naměřených deformačních sil a plochy pístu se stanoví hodnota tlaku v MPa (N/mm^2), při kterém dochází k porušení soudržnosti pelety.

Dále byla určována pevnost v tlaku výlisků podle normy ČSN CEN ISO/TSI 17892-7 na zkušebních tělískách. Normovaná metoda pevnosti v tlaku stanovuje pevnost výlisku na zkušebním tělisku ve směru podélné, tj. delší osy výlisku. Hodnoty pevnosti pelet [1,5] stanovené oběma způsoby měření jsou uvedeny v tabulce č. 3.

4 Dosažené výsledky a diskuse

Výsledky provedených experimentů lze shrnout do následujících závěrů:

- při testech nasákavosti vzdušnou vlhkostí nejprve dochází k prudkému poklesu relativní vlhkosti vzduchu v zařízení (cca 95 %) na hodnotu 40 %. V dalším průběhu testu relativní vlhkost vzduchu stoupá až téměř na její původní hodnotu,
- pelety jsou schopny v podmínkách relativní vlhkosti vzduchu kolem 95 % a teplotě 30 °C přijmout vodu v relativním množství kolem 1,0 až 1,1 % hm.,
- po ukončení testu nasákavosti a ponechání pelet v laboratorních podmínkách po dobu 48 hod. při 20% vlhkosti vzduchu a laboratorní teplotě 23,5 °C, došlo opět ke snížení jejich vlhkosti na původní hodnoty 0,34 %; 0,36 % a 0,39 % obsahu vody,
- stanovení pevnosti pelet bylo prováděno podle normy ČSN CEN ISO/TS 17892-7 a testerem AK-14-E. Pevnost je stanovována v geometricky odlišných směrech. Touto normou je pevnost stanovena ve směru podélné (delší osy) výlisku. Stanovení pevnosti pomocí testeru AK-14-E je prováděno naopak ve směru kolmém na podélnou osu výlisku. Naměřené hodnoty tlakové pevnosti ve směrech na sebe kolmých vykazují rozdílné hodnoty. Pevnost výlisků vykazuje směrovou anizotropii, která je poplatná použitému systému lisování.

Tab. 3: Experimentálně stanovené pevnosti pelet při různých fyzikálních stavech dle ČSN CEN ISO/TSI 17892-7 a na AK-14-E.

Označení vzorku a jeho fyzikální stav při testování	Pevnost dle ČSN CEN ISO/TSI 17892-7 ve směru podélné osy [MPa]	Pevnost dle AK-14-E, kolmo na podélnou osu [MPa]	Rozměry vzorku [mm]
1 - vysušený	0,315	0,93	Ø 10, v 20
2 - vysušený	0,369	0,98	Ø 10, v 20
3 - vysušený	1,314	1,00	Ø 10, v 20
1 - po nasáknutí	0,251	0,59	Ø 8, v 17
2 - po nasáknutí	0,228	0,83	Ø 8, v 17
3 - po nasáknutí	0,628	0,82	Ø 8, v 17
1 - tepelný šok 800 °C	-	2,22	Ø 8
2 - tepelný šok 800 °C	-	1,56	Ø 8
3 - tepelný šok 800 °C	-	2,24	Ø 8
3 - vyžhání 1 000 °C	-	30,60	Ø 8

Z pohledu výstižnosti hodnocení mechanických vlastností výlisků ve vztahu k jejich dalšímu použití má vyšší vypovídající hodnotu pevnost stanovená v příčném tlaku, tj. kolmo na průměr výlisku. Ve většině případů dochází k porušení soudržnosti pelety jejím přelomením, tzn. ve směru kolmém na podélnou (delší) osu kruhového průřezu pelety,

- pevnost pelet po přijetí vzdušné vlhkosti vede ke snížení hodnot pevnosti, jak dokazují oba způsoby stanovení (viz údaje tabulky č. 3),
- tepelný šok při 800 °C a době 15 min. naopak výrazně zvyšuje pevnost výlisků bez viditelných projevů kontrakce objemu (nedochází k popraskání). Největšího zpevnění výlisků bylo dosaženo při testu tepelné stálosti vyžeháním pelet při teplotě 1 000 °C po dobu 45 min., kdy pevnost v příčném tlaku stoupá na hodnoty cca 30 MPa. U tepelně ošetřených výlisků dochází k porušení meze pevnosti křehkým lomem, kdy se působením vnější síly výlisek rozpadne (rozdrtí) na úlomky.

5 Závěr

V článku je uveden postup určení nasákavosti výlisků ze zemité fosfátové rudy a jsou stanoveny hodnoty změny vlhkosti v závislosti na okrajových podmínkách experimentu, tj. relativní vlhkosti a teplotě prostředí. Výlisky za těchto podmínek přijímají vlhkost z ovzduší a zvýší obsah vody v rozmezí 1,0 až 1,1 % hm. Zvýšení obsahu vody bude do jisté míry závislé na charakteru a vlastnostech materiálového složení výlisků. Dále byl experimentálně ověřován vliv zvýšení obsahu vody ve výlisku na změnu jeho pevnosti. Se zvyšujícím se obsahem vody dochází k poklesu pevnosti výlisků. Pevnosti výlisků byla stanovována podle normy ČSN CEN ISO/TSI 17892-7 a pomocí testeru AK-14-E. Při každé z použitých metod stanovení pevnosti působí deformační tlaková síla na výlisek v odlišném směru. Při stanovení dle normy působí deformační síla ve směru delší osy, tj. kolmo na kruhový průřez pelety. Při stanovení testerem působí síla kolmo na válcový plášť pelety, tzn. kolmo na delší osu pelety. Dosažené výsledky potvrzují anizotropii výlisků ve dvou na sebe kolmých směrech. Z praktického hlediska se domníváme, že významnější informaci o pevnosti výlisků pro uživatele přináší hodnota tlakové pevnosti, uvádějící pevnost ve směru kolmém na podélnou osu výlisku (v příčném tlaku). V důsledku překročení jeho hodnoty bude docházet k lámání pelet na menší kousky a ke snižování průměrného zrnitostního složení směsi.

Poděkování

Výzkumné práce byly prováděny díky finanční podpoře MŽP ČR v rámci řešení projektu VaV SP/2f2/98/07.

Literatura

- [1] VALEŠ, J., KUSÝ, J., ANDĚL, L.: *Problematika lisování jemnozrnných materiálů*, Zpravodaj hnědé uhlí 2/2011, ISSN 1213 – 1660.
- [2] KRIŽAN, P., MATÚŠ, M.: *Výzkum vplyvu druhu lisovaného materiálu pri zhuťňovaní*, Briketovanie a peletovanie 2009, Bratislava, Zborník prednášok, Strojnícka fakulta STU Bratislava, ISBN 978-80-227-3185-0.
- [3] KUSÝ, J., VALEŠ, J.: *Briketovací testy dvousložkových lisovacích směsí na bázi tvrdého dřeva a stanovení pevnosti výlisků*, Interní technická zpráva VÚHU a.s., Most 11/2010.
- [4] VALEŠ, J., KUSÝ, J., ANDĚL, L.: *Zpráva o výsledcích briketovacích testů fosfátové rudy a provedených fyzikálně chemických rozbořech*, Interní technická zpráva VÚHU a.s., Most 12/2010.
- [5] ČSN CEN ISO/TS 17892-7: Stanovení pevnosti v prostém tlaku.
- [6] ČSN EN 15210-1: Tuhá biopaliva-Stanovení mechanické odolnosti pelet a briket-Část I: Pelety.
- [7] ČSN 44 1377: Tuhá paliva, Stanovení obsahu vody.