

Metodi di misura della macinabilità di materie prime e impasti ceramici

Alessandra Bonoli Guido Nassetti



DiCAM

Dipartimento di ingegneria civile, ambientale e dei materiali



Convegno

Lavorazioni a
secco di impasti,
supporti, smalti
e pigmenti

7 luglio 2011 ore 9.00 - 16.30



Obiettivo dello studio

- Valutazione dell'energia di comminazione per un impasto ceramico
 - Legge di Bond (1956)
- Determinazione del Work Index
- Metodo tradizionale (mulino di Bond) e metodo speditivo (Prova rapida di Magdalinovic)



DiCAM

Dipartimento di ingegneria civile, ambientale e dei materiali



**CENTRO
CERAMICO
Bologna (I)**

Materiali

- I materiali testati: quelli che compongono un tipico impasto da grès porcellanato
- argilla filtro pressata proveniente dalla Sardegna: non è stato possibile effettuare la prova di Bond poiché caratterizzata da una macinabilità estremamente elevata.
- Tutti i materiali sono stati preparati tramite frantumazione fino ad ottenere una granulometria massima di $3150 \mu\text{m}$ come richiesto dalla prova di macinabilità di Bond

Materiale	Umidità (%)
Feldspato potassico	1,5
Feldspato sodico	3,5
Sabbia feldspatica	1,5
Argilla bentonitica	5,5
Argilla illitico caolinitica	2,5
Argilla filtropressata	19,0



DiCAM

Dipartimento di ingegneria civile, ambientale e dei materiali



CENTRO
CERAMICO
Bologna (I)

La prova è stata applicata ai materiali secchi: prima di iniziare il processo di macinazione si è provveduto infatti a porli in stufa per almeno 24 ore ad una temperatura di circa 76°C.

Sono stati testati due tipi di miscele di materie prime:

- Un primo mix dei sei materiali realizzato sulla base delle percentuali di composizione, riportate in tabella



Materiale	Composizione sul tal quale (%)	Composizione sul secco (%)
Feldspato potassico	10	11
Feldspato sodico	38	39
Sabbia feldspatica	5	5
Argilla bentonitica	4	4
Argilla Illitico caolinitica	22	23
Argilla filtropressata	21	18



DiCAM

Dipartimento di ingegneria civile, ambientale e dei materiali



**CENTRO
CERAMICO
Bologna (I)**

- Un secondo mix è stato preparato con solo feldspato sodico e argilla illitico caolinitica, al 50%.
- Un impasto di questo tipo risulta essere abbastanza rappresentativo di quello che effettivamente viene preparato per il grès porcellanato, caratterizzato infatti da un contenuto di argille pari al 45% (di cui il 23% di argilla illitico caolinitica) e da una presenza di materiali duri pari al 55% (di cui il 39% di feldspato sodico).



Questi due materiali sono caratterizzati da durezza molto differente. Il feldspato sodico è uno dei materiali duri presenti all'interno dell'impasto ceramico, l'argilla, viceversa, ne rappresenta la componente tenera.



DiCAM

Dipartimento di ingegneria civile, ambientale e dei materiali



CENTRO
CERAMICO
Bologna (I)

Il mulino a sfere di Bond

giara di acciaio

diametro 30,5 cm

altezza 30,5 cm,

Velocità di rotazione: 70 giri al minuto

corpi macinanti: 285 sfere di acciaio, liberi di muoversi, per una massa totale di 20,125 kg.

sfere di varie dimensioni, per ottenere una superficie complessiva dei corpi macinanti pari a 5412 cm^2 .



DICAM

Dipartimento di ingegneria civile, ambientale e dei materiali

Prova standard di Bond

- La procedura standard si basa su una sequenza di macinazioni per determinare il parametro G_{bp} di un materiale, detto macinabilità, attraverso il quale si determina il work index, o indice di lavoro, che rappresenta l'energia specifica di macinazione.
- Il metodo prevede che si continui a macinare il materiale finché il valore di G_{bp} non si sarà stabilizzato su un valore costante che verrà inserito nella formula di Bond per il calcolo del work index.
- Si procede mettendo all'interno della giara i corpi macinanti e il quantitativo di materiale di massa M , corrispondente a un volume di 700 cm^3 . La prima macinazione viene effettuata facendo compiere al mulino un numero di giri pari a 100, ad eccezione dell'argilla filtropressata in cui si procede partendo da 35 giri, per via dell'elevata tenerezza del materiale.
- Si separa la frazione fine $< 100 \mu\text{m}$.
- La frazione più grossolana viene pesata e reintegrata con materiale originario secco, per ripristinare la quantità iniziale, e nuovamente sottoposta a una macinazione successiva, calcolando il numero di giri che si dovrà far compiere al mulino per ottenere un valore di carica circolante pari a 250%.

Si definiscono le seguenti grandezze:

- $Carica\ circolante = \frac{materiale_{(>100\mu m)}}{ricarica} \cdot 100$

- $Passante\ teorico = \frac{materiale_{(>100\mu m)}}{250} \cdot 100$

- $G_{bp} = \frac{Ricarica}{numero\ di\ giri}$

-

- $Numero\ di\ giri = \frac{Passante\ teorico}{G_{bp}}$

- Il numero di giri è il parametro che stabilisce quanto dovrà essere spinta ogni macinazione successiva e viene valutato in modo da raggiungere progressivamente un valore di carica circolante pari a 250%.
- $$\text{Numero giri successivo} = \frac{\text{Passante teorico}}{\text{Ricarica}} \cdot \text{Numero giri precedente}$$
- I giri di due macinazioni successive sono legati dal rapporto fra la quantità ideale di materiale fine presente in M (passante teorico) e la quantità di materiale fine che invece si ottiene concretamente con la setacciatura (ricarica). Quando tale rapporto diventa pari a 1, si è raggiunto il valore di carica circolante cercato, il peso ideale di materiale fine nella massa M viene a coincidere con il peso della frazione fine ottenuto realmente setacciando e il numero di giri della macinazione successiva diviene uguale a quello della precedente.



DiCAM

Dipartimento di ingegneria civile, ambientale e dei materiali



**CENTRO
CERAMICO
Bologna (I)**

Il valore del work index

Si prosegue con le macinazioni finché il valore di G_{bp} ottenuto non diviene costante. Le indicazioni di Bond riguardo al numero di macinazioni da compiere in serie stabiliscono un intervallo compreso tra 7 e 12, con una carica circolante pari a 250%. Per il calcolo del work index sono inoltre richiesti altri tre valori:

F_{80} : lo si trova come valore della curva granulometrica del passante cumulativo, in percentuale, in funzione della dimensione delle particelle;

P_{80} : concettualmente corrisponde al parametro visto nel punto precedente, con l'analisi granulometrica effettuata sulle frazioni scartate nelle ultime tre macinazioni, calcolandone la media;

P_i : corrisponde alla dimensione scelta nella prova per effettuare il taglio fra passato e rifiuto. Nel caso in esame vale dunque $100 \mu\text{m}$.

Il valore del work index deriva quindi dalla seguente formula:

$$W_i = 1,1 \frac{44,5}{P_i^{0,23} G_{bp}^{0,82} \left(\frac{10}{\sqrt{P_{80}}} - \frac{10}{\sqrt{F_{80}}} \right)}$$



DiCAM

Dipartimento di ingegneria civile, ambientale e dei materiali



CENTRO
CERAMICO
Bologna (I)

Prova rapida di Magdalinovic

- La prova rapida permette di determinare il G_{bp} di un materiale con solo due macinazioni in serie.
- La quantità di materiale necessaria per la prova è ancora M , corrispondente ad un volume pari a 700 cm^3 . Si definiscono i due parametri R e U .
- Vengono preparati due distinti campioni, di peso pari a M , composti ciascuno dall'unione di due parti: la prima, di peso pari a R , ottenuta setacciando una certa quantità di materiale secco e prendendo la frazione dimensionalmente superiore a $100 \mu\text{m}$, l'altra di materiale originario secco, di peso pari a U . Per riuscire a preparare entrambi i suddetti campioni è richiesta un'operazione di setacciatura che fornisca una quantità di materiale di dimensioni maggiori di $100 \mu\text{m}$ pari a $2R$.

$$R = \frac{2,5}{3,5} M$$

$$U = \frac{M}{R}$$



DiCAM

Dipartimento di ingegneria civile, ambientale e dei materiali



**CENTRO
CERAMICO
Bologna (I)**

- Dopo questi passaggi si prosegue effettuando la seconda e ultima macinazione caricando la giara con il secondo dei due campioni preparati.
- Il numero di giri da far compiere al mulino è pari al valore N_c
- E' possibile calcolare il valore del G_{bp} con la formula:

$$G_{bp} = \frac{m - \frac{M(1-r_0)}{3,5}}{N_c}$$

- Il work index si ricava dalla stessa espressione:

$$W_i = 1,1 \frac{44,5}{P_i^{0,23} G_{bp}^{0,82} \left(\frac{10}{\sqrt{P_{80}}} - \frac{10}{\sqrt{F_{80}}} \right)}$$

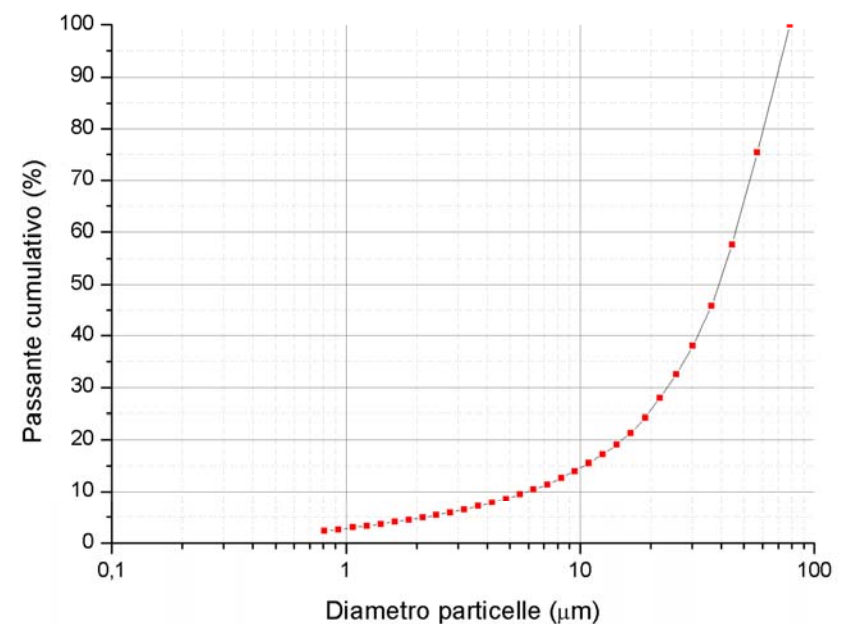
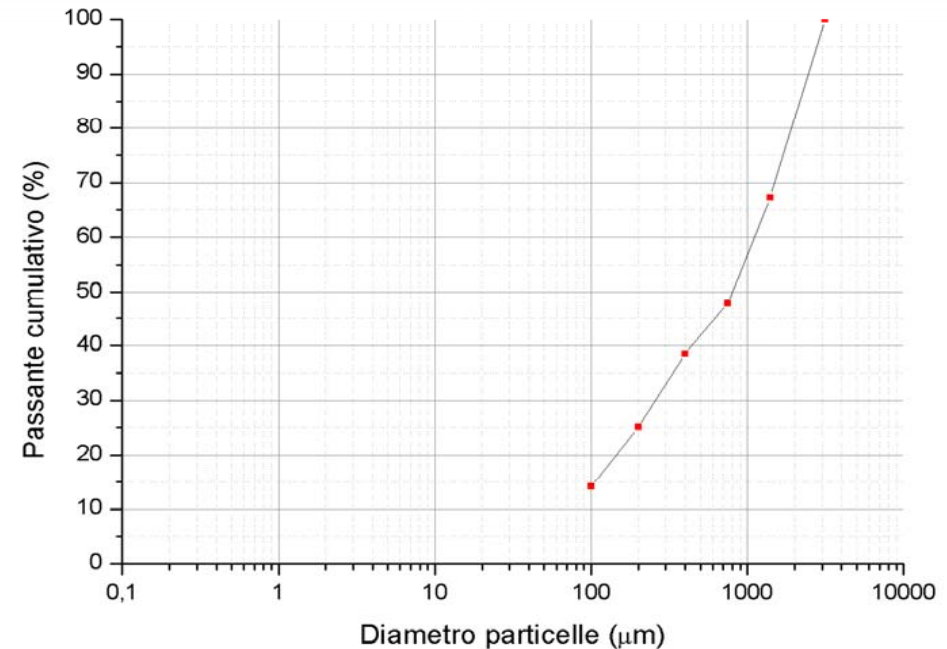
Determinazione della perdita al fuoco

- Questa analisi permette di valutare la perdita in peso, in percentuale, che un campione di materiale subisce una volta che viene portato alla temperatura di 1050 °C.
- Ciò che in particolare risulta interessante è la possibilità di rilevare la presenza di frazioni argillose:
- Il calo ponderale è dovuto alla liberazione di CO₂ e H₂O.
- Nel caso in esame la prova di perdita al fuoco ha permesso in particolare di valutare la percentuale di argillosi presenti nella miscela argilla/feldspato nelle diverse classi granulometriche ottenute nel corso delle macinazioni.

RISULTATI

- Dalle prove di macinazione secondo lo standard di Bond e dalla prova rapida di Magdalinovic [si sono ottenuti i work index dei singoli materiali e dei due mix.
- Per ogni materiale analizzato si sono desunti i valori di G_{bp} delle ultime macinazioni e il corrispondente work index W_i .
- Si riportano qui di seguito i dati completi relativi solo a un materiale, il feldspato potassico, e al mix costituito dal 50% di feldspato sodico e dal 50% di argilla illitico caolinica.

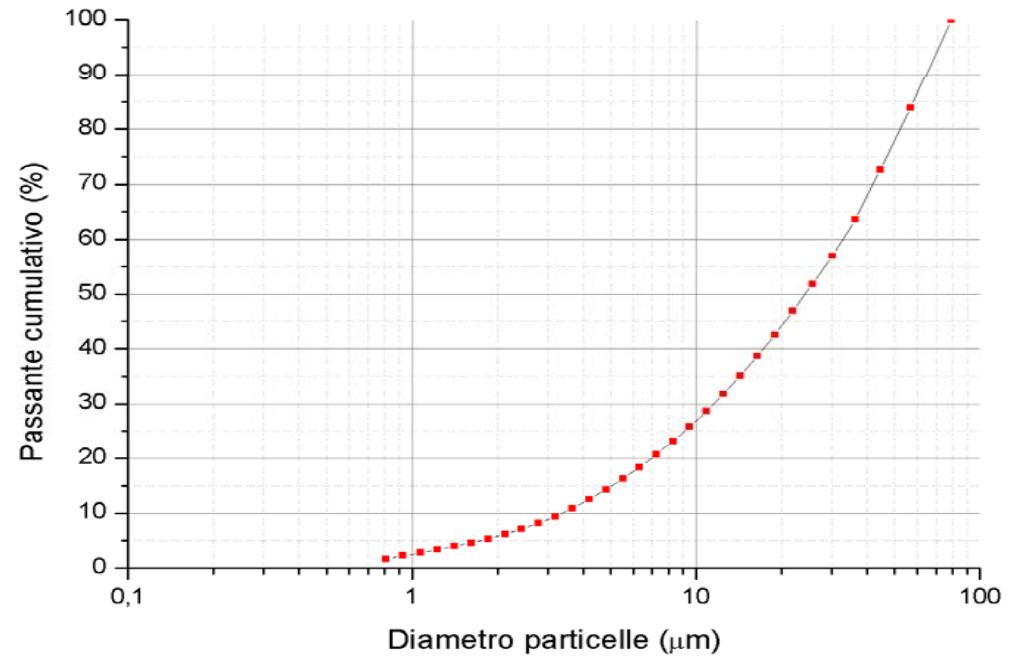
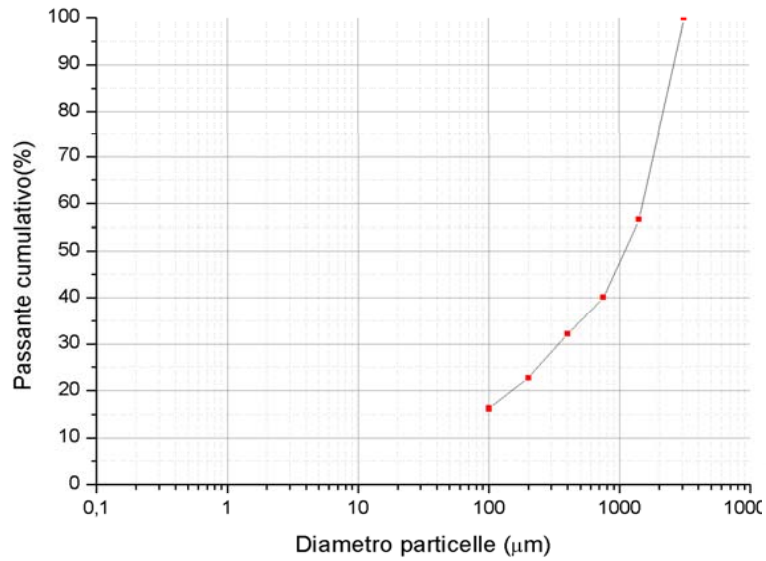
Curva granulometrica del feldspato potassico in ingresso e della frazione < 100 μm .



DiCAM

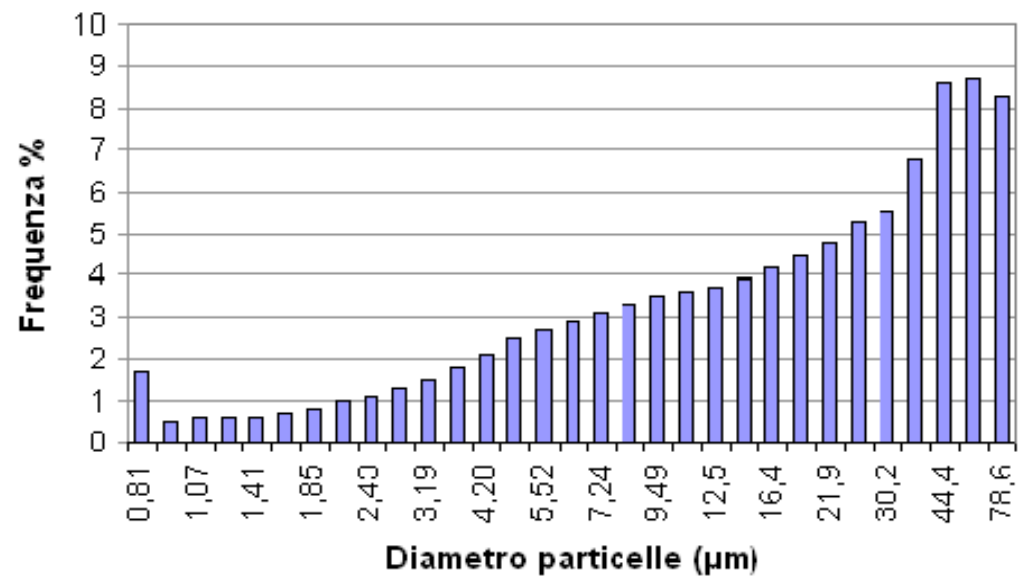
- Dati riassuntivi delle prove di macinazione, procedura standard, del feldspato potassico.

Macinazione	1	2	3	4	5	6	7
Giri mulino	100	121	199	198	187	193	194
Durata macinazione	1'26"	1'44"	2'51"	2'49"	2'40"	2'45"	2'46"
Setacciatura							
Peso > 100 μm (g) Peso < 100 μm (g)	947,2 313,2	1014,0 243,0	898,4 355,4	885,2 368,0	908,8 347,8	901,8 354,6	904,2 352,6
Totale (g)	1260,4	1257,0	1253,8	1253,2	1256,6	1256,4	1256,8
Ricarica (g)	313,2	246,4	362,0	375,2	351,6	358,3	356,2
Carica circolante (%)	302,4	411,5	248,2	235,9	258,5	251,5	253,8
Passante teorico (g)	378,9	405,6	359,4	354,1	363,5	360,7	361,7
G_{bp} (g/numero giri)	3,13	2,04	1,82	1,90	1,88	1,86	1,84



Curve granulometriche del mix feldspato sodico-argilla rispettivamente in ingresso e della frazione < 100 μm.

Macinazione	1	2	3	4	5	6	7
Giri mulino	100	100	152	188	180	177	178
Durata macinazione	1'26"	1'26"	2'10"	2'41"	2'35"	2'31"	2'32"
Setacciatura							
Peso > 100 μm (g)	921,2	1021,8	975,0	911,2	916,4	923,2	926,2
Peso < 100 μm (g)	370,2	266,4	313,8	376,6	371,8	364,8	361,8
Totale (g)	1291,4	1288,2	1288,8	1287,8	1288,2	1288,0	1288,0
Ricarica (g)	369,3	268,7	315,5	379,3	374,1	367,3	364,3
Carica circolante (%)	249,4	380,3	309,0	240,2	245,0	251,3	254,2
Passante teorico (g)	368,5	408,7	390,0	364,5	366,6	369,3	370,5
G_{bp} (g/numero giri)	3,69	2,69	2,08	2,02	2,08	2,08	2,05



DiCAM

Dipartimento di ingegneria civile, ambientale e dei materiali

procedura standard

Materiale	M (g)	F ₈₀ (mm)	P ₈₀ (mm)	G _{bp} (g/n giri)	W _i (kWh/t)
Feldspato potassico	1260,4	2090	61,0	1,86	9,61
Feldspato sodico	1159,7	2200	58,1	1,39	11,81
Sabbia feldspatica	1109,1	2195	53,9	1,25	12,33
Argilla bentonitica	823,5	2000	42,5	1,85	7,84
Argilla illitico caolinitica	1279,4	2130	39,9	3,99	4,00
Mix (tutti i materiali)	1142,0	1610	44,0	2,1	7,17
Mix (feldspato sodico-argilla)	1290,5	2200	51,5	2,07	7,92

procedura rapida

Materiale	G _{bp} (g/n di giri)	W _i (kWh/t)
Feldspato potassico	1,71	10,0
Feldspato sodico	1,13	13,1
Sabbia feldspatica	1,16	12,4
Argilla bentonitica	1,38	9,3
Argilla illitico caolinitica	2,78	4,7
Argilla filtropressata	12,85	1,4
Mix (tutti i materiali)	2,29	6,8

● Dal confronto dei risultati, si possono evidenziare gli errori relativi (Δ) riferiti alla procedura rapida rispetto alla prova standard.

- $$\Delta = \frac{(W_{i,standard} - W_{i,rapida})}{W_{i,standard}}$$

si assume accettabile un errore massimo pari al 7%

Materiali	W_i prova standard (kWh/t)	W_i prova rapida (kWh/t)	Δ (%)
Feldspato potassico	9,6	10,0	4,0
Feldspato sodico	11,8	13,1	11,0
Sabbia feldspatica	12,3	12,4	0,5
Argilla bentonitica	7,8	9,3	18,9
Argilla illitico caolinitica	4,0	4,7	16,4
Mix (tutti i materiali)	7,1	6,8	6,3

risultati

- Come si può osservare dai risultati ottenuti in alcuni casi la differenza risulta molto maggiore del 7%.
- I risultati che più si discostano da quelli attesi sono quelli relativi all'argilla illitico caolinitica e all'argilla bentonitica. Materiali di questo tipo sono sicuramente più difficili da trattare rispetto a qualsiasi altra materia prima analizzata: l'elevata percentuale di frazione fine di cui sono composti può incidere negativamente sull'esito delle prove effettuate.
- la procedura rapida tende a stimare per eccesso il valore di work index di un materiale, i valori della procedura standard potrebbero quindi essere quelli che più si avvicinano al caso reale.



DiCAM

Dipartimento di ingegneria civile, ambientale e dei materiali



**CENTRO
CERAMICO
Bologna (I)**

risultati

Calcolando infine il valore ipotetico di work index dell'impasto come una media pesata dei valori di ogni singolo materiale, dove i pesi risultano essere le percentuali con le quali tali materiali sono presenti nell'impasto stesso, si ottengono i seguenti valori:

prova standard

$$W_{i,medio} = 9,6 \cdot 0,11 + 11,8 \cdot 0,39 + 12,3 \cdot 0,05 + 7,8 \cdot 0,04 + 4,0 \cdot 0,23 + 1,4 \cdot 0,18 = 7,76$$

prova rapida

$$W_{i,medio} = 10,0 \cdot 0,11 + 13,1 \cdot 0,39 + 12,4 \cdot 0,05 + 9,3 \cdot 0,04 + 4,7 \cdot 0,23 + 1,4 \cdot 0,18 = 8,53$$

Materiali	% nell'impasto	Peso W_i prova standard (kWh/t)	Peso W_i prova rapida (kWh/t)
Feldspato potassico	11	1,06	1,10
Feldspato sodico	39	4,60	5,11
Sabbia feldspatica	5	0,62	0,62
Argilla bentonitica	4	0,31	0,37
Argilla illitico caolinitica	23	0,92	1,08
Argilla filtropressata	18	0,25	0,25
Totale	100	7,76	8,53

- I valori calcolati, 7,76 kWh/t nella prova standard e 8,53 kWh/t in quella rapida, risultano essere più elevati rispetto al work index determinato direttamente tramite le prove sul mix, sia nel caso in cui lo si confronti col valore derivante dalla procedura standard (7,2 kWh/t), e ancora di più nel caso in cui il confronto interessi il valore derivante dalla procedura rapida (6,75 kWh/t).
- il quantitativo di energia richiesto per la macinazione dell'impasto risulta minore del quantitativo che si spenderebbe macinando singolarmente ogni materiale.



DiCAM

Dipartimento di ingegneria civile, ambientale e dei materiali



**CENTRO
CERAMICO
Bologna (I)**

la percentuale di argillosi diminuisce dalla prima alla settima macinata: si passa infatti da una percentuale iniziale pari a circa 70% ad una finale attorno al 50%.

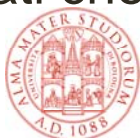
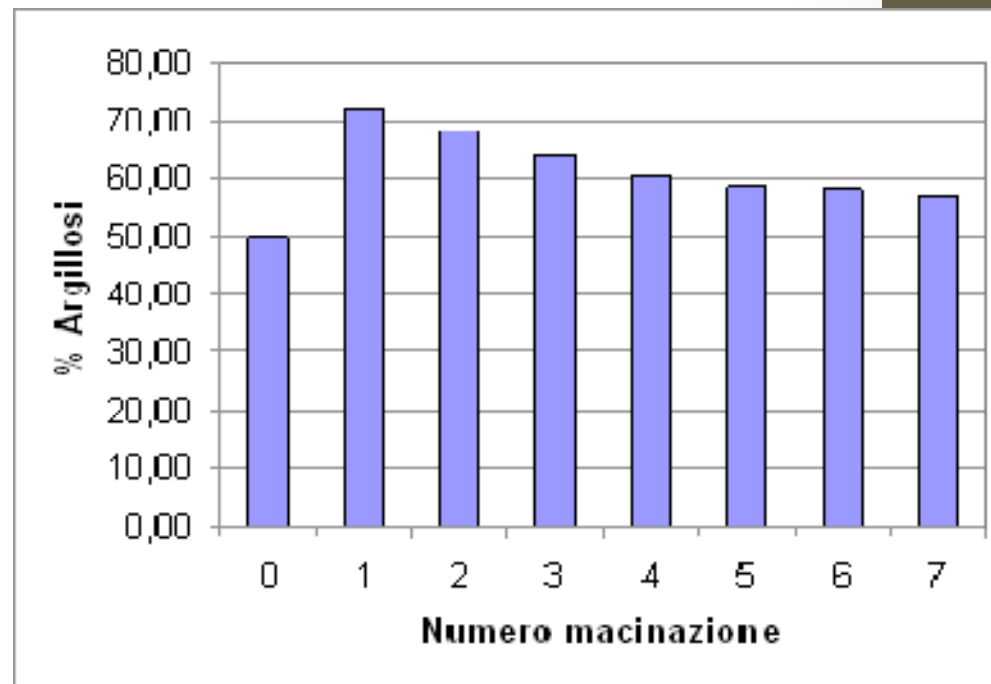
la frazione argillosa dell'impasto si macina prima di quella più dura di feldspato e risulta essere verificata l'ipotesi iniziale legata alla diversa velocità di macinazione dei componenti dell'impasto.

Temperatura di prova: 1050 °C		
Campione	% di perdita al fuoco	% argillosi
Feldspato sodico	2,85	-
Argilla illitico caolinitica	7,05	-
Mix 50:50 feldspato/argilla	4,40	50,00
< 100 prima macinazione (100 giri)	6,35	72,20
< 100 seconda macinazione (100 giri)	6,00	68,15
< 100 terza macinazione (152 giri)	5,62	63,85
< 100 quarta macinazione (188 giri)	5,30	60,28
< 100 quinta macinazione (180 giri)	5,14	58,48
< 100 sesta macinazione (177 giri)	5,10	57,97
< 100 settima macinazione (178 giri)	5,01	56,98
< 100 settima macinazione (178 giri)	3,35	38,13

più rapida macinazione delle argille rispetto ai feldspati : tale percentuale cresce da un valore iniziale pari a 50,00% ad uno rilevato subito dopo la prima macinata corrispondente al 72,20%.

Con l'avanzamento della prova si osserva un progressivo calo dell'arricchimento degli argillosi fino al raggiungimento, al termine del test, di una percentuale pari al 56,98%.

Ciò che determina un andamento di questo tipo è la progressiva diluizione della frazione fine argillosa con quella dei rispettivi feldspati che iniziano a macinarsi.



DiCAM

Dipartimento di ingegneria civile, ambientale e dei materiali



**CENTRO
CERAMICO
Bologna (I)**

conclusioni

- **la media dei singoli work index dei materiali fornisce una stima per eccesso dell'indice cercato:** miscelando materiali duri come i feldspati assieme a materie prime morbide come le argille si determina un meccanismo di diversa velocità di macinazione delle seconde rispetto ai primi
- le frazioni argillose tendono a macinarsi prima delle componenti feldspatiche e ad essere da queste ulteriormente macinate.
- Il work index medio tende a comprendere al suo interno anche una frazione di energia che nella realtà non viene effettivamente fornita dal mulino.
- le argille non vengono macinate solo ad opera delle sfere ma subiscono un ulteriore processo di rottura dovuto alla presenza di feldspati



DiCAM

Dipartimento di ingegneria civile, ambientale e dei materiali



Grazie per l'attenzione



DiCAM

Dipartimento di ingegneria civile, ambientale e dei materiali



**CENTRO
CERAMICO
Bologna (I)**