

ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ

DOI: 10.34031/2071-7318-2026-11-8-103-115

^{1,*}Трубицын М.А., ¹Воловичева Н.А., ²Дороганов Е.А., ²Дороганов В.А., ¹Козырева Ю.Н.,
¹Евтушенко Е.И., ¹Бондарева И.А., ¹Лисняк В.В.

¹Белгородский государственный национальный исследовательский университет

²Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова

*E-mail: troubitsin@bsuedu.ru

ОПТИМИЗАЦИЯ ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ РЕАКТИВНОГО ГЛИНОЗЕМА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ШАРОВОЙ МЕЛЬНИЦЫ

Аннотация. В работе представлены результаты исследования по оптимизации технологических параметров получения тонкодисперсного альфа-оксида алюминия (реактивного глинозема) путем сухого помола в шаровой мельнице с использованием метода математического моделирования процесса. Исходным сырьем являлся коммерчески доступный кальцинированный глинозем, характеризующийся содержанием $Al_2O_3 > 99$ мас.%, $D_{50} = 80$ мкм и отсутствием субмикронной фракции частиц. Варьируемыми технологическими параметрами являлись: объемная загрузка барабана мелющими телами ($\varphi = 20, 30, 40\%$), скорость вращения барабана ($v = 60, 80, 100$ об/мин) и концентрация интенсификатора помола ($\omega = 0; 0,05; 0,1$ мас. %). Методом трехфакторного регрессионного анализа получены адекватные математические модели, описывающие влияние указанных параметров на ключевые характеристики реактивного глинозема: медианный размер частиц (D_{50}), содержание субмикронной фракции ($Q < 1$ мкм) и удельную поверхность ($S_{уд}$). Установлено, что доминирующим фактором является объемная загрузка барабана: увеличение φ с 20 до 40 % снижает D_{50} с 5,5 до 3,5 мкм, повышает Q до 12–14% и $S_{уд}$ до 5500–6000 $см^2/г$. Введение интенсификатора в количестве 0,05 мас.% дополнительно уменьшает медианный размер частиц на 8–10 %, а также увеличивает долю субмикронной фракции частиц и удельную поверхность получаемого порошка. Выявлено, что при скорости вращения барабана 60 об/мин измельчение глиноземистого сырья идет преимущественно по механизму истирания и является малоэффективным. Увеличение частоты вращения барабана до 80 об/мин является оптимальным для минимизации D_{50} благодаря сбалансированному сочетанию ударного и истирающего воздействия мелющих тел.

Ключевые слова: реактивный глинозем, шаровая мельница, сухой помол, гранулометрический состав, удельная поверхность, интенсификатор помола, тонкодисперсные порошки.

Введение. Реактивный глинозем (РГ) в последние десятилетия находит широкое применение как высокодисперсный компонент при производстве технической и специальной корундовой керамики, как компонент матричных систем в технологии низкоцементных огнеупорных литевых масс, а также в качестве катализатора, адсорбента, абразивного материала [1–3]. В реактивном глиноземе материал диспергирован до размеров первичных кристаллов (0,3–4 мкм), при этом значительная доля частиц имеет субмикронный размер, т. е. менее 1 мкм (до 90 %). Высокодисперсные порошки РГ при введении в огнеупорные литейные массы улучшают их реотехнологические свойства, что позволяет получать теплотехнические композиционные материалы с высокими эксплуатационными характеристиками [4, 5].

В современной практике для получения тонкодисперсных минеральных порошков особую актуальность приобретают выбор эффективного помольного агрегата и организация оптималь-

ного режима измельчения. Также в процессе помола не должно происходить загрязнения продукта нежелательными примесями. Для получения тонкодисперсных минеральных порошков применяют различные типы помольных агрегатов, среди которых наибольшее распространение имеют мельницы. Они подразделяются на две основные разновидности: аэродинамические или струйные (без использования мелющих тел) и механические (с применением мелющих тел) [6, 7]. Среди помольного оборудования в настоящее время наиболее распространены барабанные шаровые мельницы, что обусловлено их конструкционной простотой и экономической эффективностью [8–10].

В предыдущих исследованиях [8, 9] было показано, что сухое измельчение глинозема в шаровых мельницах периодического действия можно условно разделить на две стадии, различающиеся механизмом диспергирования. Первая, протекающая относительно быстро – разрушение агломератов (крупных зерен) преимущественно по ударному механизму (раскалывание).

На второй стадии диспергирования, протекающей с более низкой скоростью, преобладает механизм истирания. Разрушение путем раскалывания происходит в том случае, когда энергия упругой деформации, накопленная телом, переходит в энергию образования новой поверхности. В результате агломераты диспергируются до первичных кристаллов. Однако, основным процессом при получении РГ в шаровых мельницах методом сухого помола является истирание (разрушение трением). Накапливающиеся на поверхности частиц деформационные искажения приводят к их постепенному разрушению, и, как следствие, к увеличению доли ультрадисперсных частиц критического размера ($D_{50} < 3$ мкм) [11].

Оптимизация процесса получения РГ с использованием шаровой мельницы требует комплексного подхода, учитывающего взаимосвязанные факторы, к которым можно отнести: скорость вращения барабана, материал, форма и размер мелющих тел, физико-химические характеристики измельчаемого сырья, а также коэффициент объемного заполнения барабана. Эффективность помола достигается путем оптимизации баланса между всеми обозначенными параметрами [7, 8, 12].

Скорость вращения барабана является одним из ключевых рабочих параметров шаровой мельницы. Она напрямую определяет траекторию движения мелющих тел и, как следствие, режим измельчения. Известно [12–14], что траектория движения шаров внутри барабана качественно меняется в зависимости от частоты вращения. Так, при относительно высокой частоте наблюдается водопадный режим движения мелющих тел (рис. 1).

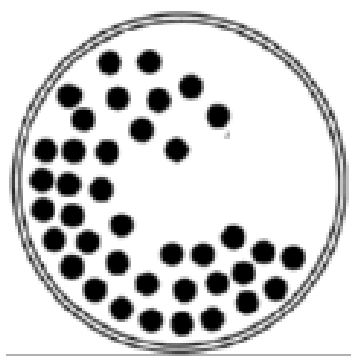


Рис. 1. Водопадный режим вращения

В данном случае шары поднимаются на значительную высоту, отрываются от стенки и совершают свободное падение по параболическим траекториям, ударяясь о загруженный материал, тем самым разрушая его по ударному механизму. Водопадный режим широко применяется в процессах первичного измельчения твердых хрупких материалов.

При относительно низких скоростях говорят о каскадном режиме движения мелющих тел: при вращении барабана они поднимаются за счет сил трения на определенную высоту, переходят угол естественного откоса, а затем скатываются вниз по поверхности загрузки (рис. 2).



Рис. 2 Каскадный режим вращения

В этом режиме измельчение твердofазного материала идет преимущественно по механизму истирания и раздавливания, что в свою очередь приводит к формированию тонкодисперсной фракции получаемых порошков.

Не менее важным фактором, влияющим на эффективность помола, является и материал, из которого изготовлены мелющие тела, а также их размер. Основные типы мелющих шаров чаще всего делятся на две группы: стальные и керамические. Керамические мелющие тела, изготовленные из оксида алюминия и диоксида циркония, используются в том случае, когда необходимо достичь сверхтонкого помола частиц и избежать металлического загрязнения. Кроме того, керамические шары, по сравнению со стальными, имеют меньшую скорость износа [15, 16].

На качество порошков, получаемых путем измельчения, существенное влияние также оказывает объемная загрузка барабана мелющими телами. Известно [16], что для обеспечения оптимальной производительности шаровых мельниц степень заполнения мелющими телами должна составлять 30–50 % от общего объема барабана. Объемная загрузка менее 30 % приводит к чрезмерному износу рабочей поверхности ввиду частых холостых ударов о футеровку. Заполнение более 50 % ограничивает движение мелющих тел, подавляя каскадное или водопадное действие и значительно снижая эффективность измельчения.

Научно-обоснованная оптимизация получения РГ методом сухого помола может быть реализована с использованием математического моделирования процесса. Это позволяет установить вклад ключевых параметров и количественно оценить их влияние на текстурные характеристики готового порошка [17]. Таким образом, ма-

тематическое моделирование выступает инструментом целенаправленного масштабирования и управления параметрами помола для достижения требуемых стабильных характеристик РГ при минимальных энергозатратах.

Целью настоящей работы является оптимизация технологических параметров получения тонкодисперсного альфа-оксида алюминия путем сухого помола в шаровой мельнице с использованием метода математического моделирования процесса.

Методология. В настоящей работе для получения порошков РГ использовали коммерчески доступный кальцинированный глинозем, представляющий собой полидисперсный твердофазный материал белого цвета. Результаты рентгенофазового анализа (рис. 3) показали, что минералогический состав исходного глиноземистого сырья представлен фазой $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

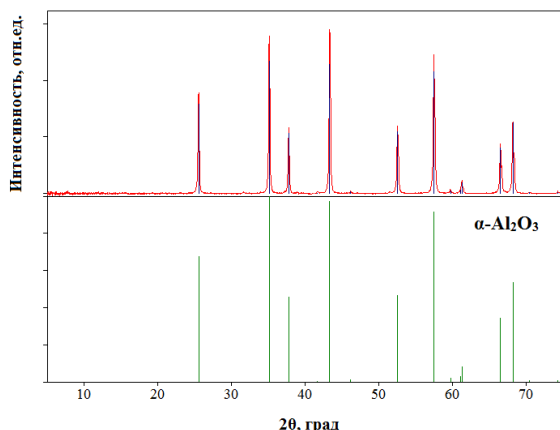


Рис. 3. Порошковая дифрактограмма исходного кальцинированного глинозема

Согласно данным, полученным при определении химического состава, содержание Al_2O_3 в сырьевом материале составляет более 99 мас. %.

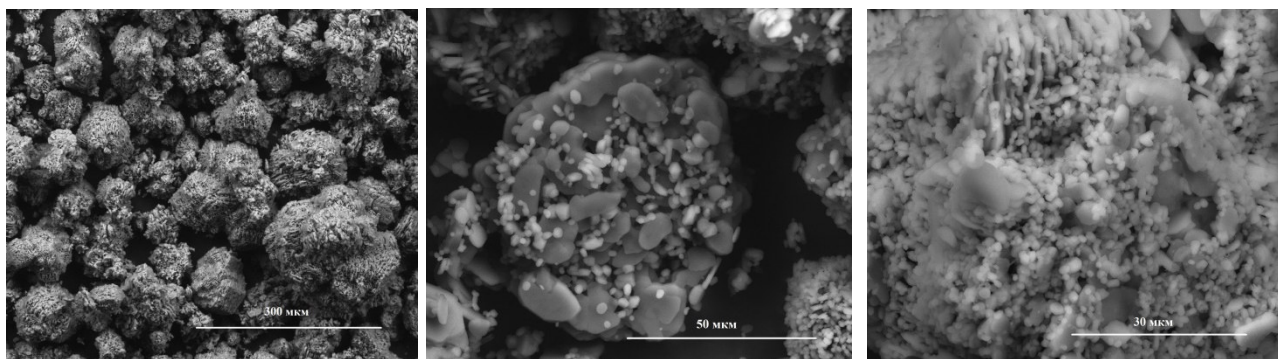


Рис. 5. СЭМ-микрофотографии исходного кальцинированного глинозема

При анализе микрофотографий установлено, что микроструктуру сырьевого альфа-оксида алюминия составляют плотноупакованные анизометричные сферические агрегаты размером от 50 до 170 мкм. При большем увеличении в струк-

Также зафиксировано незначительное присутствие оксида натрия (порядка 0,20 мас. %) и оксидов кремния и железа (III) в количестве 0,02 и 0,03 мас. % соответственно.

Результаты определения гранулометрического состава исходного кальцинированного глинозема представлены на рис. 4.

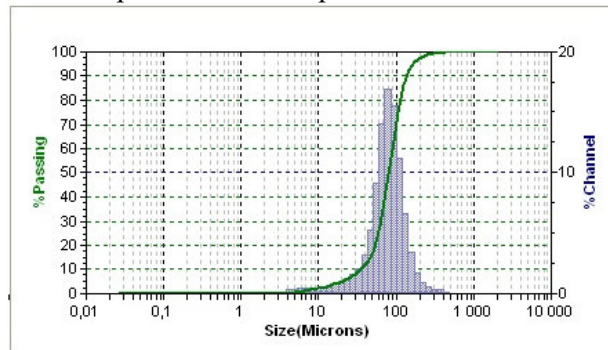


Рис. 4. Интегральная кривая и гистограмма распределения частиц в коммерческом глиноземистом сырье

Анализ полученных результатов показал, что исследованный коммерческий порошковый продукт является мономодальным с узким зерновым распределением. Максимум единственной моды соответствует 75 мкм. Медианный размер зерен (D_{50}) в твердофазном материале составляет 80 мкм. Присутствие субмикронной фракции частиц (размер менее 1 мкм) в сырье не зафиксировано.

Структурно-морфологические характеристики исходного сырья изучали методом аналитической сканирующей электронной микроскопии с ускоряющим напряжением 15 кВ при высоком вакууме (Hitachi SU1510, Япония). Полученные СЭМ-изображения представлены на рис. 5.

туре таких сферолитов отчетливо дифференцируются щелевидные поры, образующиеся вследствие стопковидного срастания округлых монокристаллических пластин, диаметр которых не превышает 10 мкм. Твердый каркас и пористое пространство взаимосвязаны и образуют единую матрицу, в

межзерновом пространстве которой хаотично располагаются ультрадисперсные первичные кристаллиты $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ размером 0,5-1,0 мкм.

Помол высокоглиноземистого материала осуществляли с использованием лабораторной шаровой мельницы МЛ-1 (НПЦ керамики, ГК «Керамика гжели», Россия) с размольными барабанами из высокоглиноземистого фарфора рабочим объемом 2 дм³, внутренний диаметр – 16,0 см. В качестве мелющих тел использовали корундовые цилиндровые тела объемом 6,3 см³ каждое. Измельчение проводили в течение 10 ч. Скорость вращения барабана варьировали при помощи частотного регулятора.

С целью установления диапазона рабочих скоростей, обеспечивающих максимальную эффективность измельчения, предварительно было рассчитано критическое значение скорости вращения барабана (n_c) с помощью эмпирической формулы [18], связывающей граничную частоту вращения с внутренним диаметром барабана:

$$n_{кр} = \frac{30}{\pi} \sqrt{\frac{2g}{D}} \approx \frac{42,3}{\sqrt{D}} \quad (1)$$

где $n_{кр}$ – критическая скорость вращения, об/мин; D – внутренний диаметр барабана с учетом футеровки, м; g – ускорение свободного падения, $\sim 9,8$ м/с².

Рассчитанное значение $n_{кр}$ в данном случае составило ~ 106 об/мин. Оптимальная рабочая скорость вращения барабана (v), как правило, находится в диапазоне 0,6-0,8 $n_{кр}$. Таким образом, в эксперименте помол высокоглиноземистого сырья осуществляли при следующих частотах вращения барабана: 60; 80 и 100 об/мин.

Кинетика измельчения твердофазных материалов также напрямую зависит и от объемной загрузки барабана (ϕ). В частности, при правильно подобранном значении ϕ обеспечивается многократное воздействие мелющими телами на каждую частицу измельчаемого материала, оптимизируется время пребывания материала в зоне активного измельчения и минимизируется агломерация тонкодисперсных частиц. При загрузке более 50% от объема барабана достигается критическая частота вращения, когда корундовые цилиндровые тела начинают перемещаться вместе со стенкой мельницы, а эффективность помола значительно снижается. Таким образом, избыточная загрузка барабана приводит к уменьшению рабочего диапазона скоростей. В настоящей работе объемная мелющая загрузка (ϕ) составляла 20; 30 и 40 % (рис. 6).

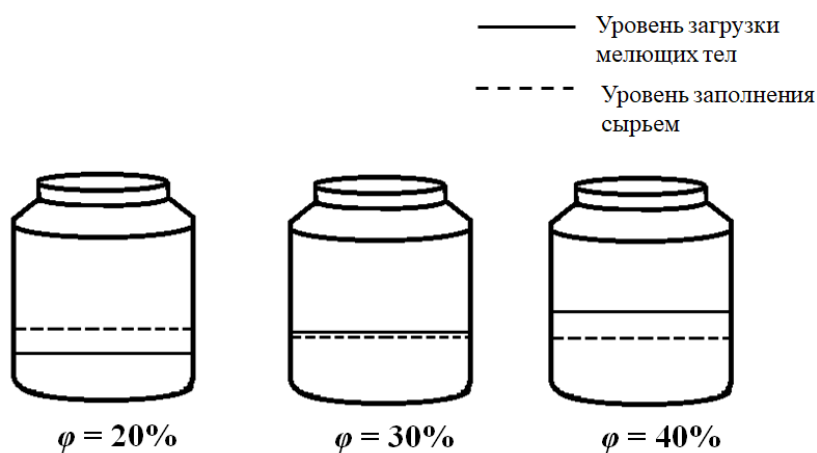


Рис. 6. Распределение высокоглиноземистого сырья в барабане шаровой мельницы

Масса загружаемого сырья во всех случаях составляла 300 ± 20 г. При $\phi = 20\%$ уровень измельчаемого материала находится выше мелющей загрузки. При загрузке 30% практически весь объем сырьевого глинозема размещается в межшаровом пространстве, а при $\phi = 40\%$ уровень заполнения барабана сырьем оказывается значительно ниже уровня загрузки мелющих тел.

Особенностью тонкодисперсных порошковых материалов, получаемых путем сухого измельчения в помольных агрегатах различного типа, является их агломерирование при достижении определенного уровня дисперсности ($D_{50} < 3$

мкм) [19]. Это напрямую влияет на эффективность помола и снижает качество получаемого тонкодисперсного продукта. Проблема слипания тонкодисперсных твердофазных частиц при достижении ими критического размера в процессе измельчения решается введением в среду помола определенного количества специальных добавок различного типа, традиционно называемых интенсификаторами помола. Как было установлено ранее [8, 11, 19], одной из наиболее эффективных добавок, вводимых в кальцинированный глинозем перед началом измельчения, является композиция, основу которой составляют многоатомные спирты, в том числе, гликоли. В настоящей

работе в качестве интенсификатора помола использовали коммерческий продукт производства ГК «Синтез-ОКА» (Россия), представляющий собой водный раствор композиции многоатомных спиртов (пропиленгликоля и глицерина). Указанный интенсификатор вводили сверх массы глиноземистого сырья в количестве 0; 0,05 и 0,1 мас. %.

Эффективность измельчения сырья оценивали путем анализа основных маркеров, определяющих технологические характеристики порошков РГ: медианный размер (D_{50} , мкм) и содержание субмикронной фракции частиц (Q), а также величина удельной поверхности ($S_{уд}$, см²/г). Гранулометрический состав экспериментальных образцов глинозема после помола определяли методом лазерной дифракции с помощью анализатора Microtrac S3500 (США). В качестве дисперсионной среды при исследовании использовали дистиллированную воду. Перед измерением проводили ультразвуковое диспергирование пробы в дисперсионной среде в течение 30 с. Величину удельной поверхности порошков определяли методом воздухопроницаемости с помощью прибора ПСХ-К (ООО «Собственные технологии», Россия). Планирование эксперимента

осуществлялось с использованием программы DOE++ компании ReliaSoft (Design of Experiments, DOE). Использовался центральный композиционный план полного факторного эксперимента для трех факторов.

Основная часть

Для количественного описания влияния технологических параметров сухого помола глиноземистого сырья на характеристики готового порошка РГ был применен метод регрессионного анализа. Выбор этого метода позволяет учитывать нелинейные эффекты и взаимодействия факторов при ограниченном числе опытов. В качестве независимых переменных (факторов) приняты: X_1 – объемное заполнение барабана (φ , %); X_2 – скорость вращения барабана (ν , об/мин); X_3 – количество вводимого интенсификатора помола (ω , мас. %). Функции отклика (зависимые переменные): $Y_1 = D_{50}$ – медианный размер частиц, мкм; $Y_2 = Q$ – содержание субмикронной фракции (доля частиц размером менее 1 мкм), %; $Y_3 = S_{уд}$ – удельная поверхность порошка, см²/г. Для получения математических моделей проведен трехфакторный эксперимент согласно плану и матрице, представленным в табл. 1 и 2.

Таблица 1

Уровни и интервалы варьирования факторов

Факторы		Уровни варьирования			Интервал варьирования
		-1	0	1	
φ	X_1	20	30	40	10
n_c , об/мин	X_2	60	80	100	20
ω , %	X_3	0	0,05	0,1	0,05

Таблица 2

Матрица планирования трехфакторного эксперимента

Точки плана	Факторы					
	Кодированные			Натуральные		
	X_1	X_2	X_3	X_1	X_2	X_3
1	1	1	1	40	100	0,1
2	1	1	-1	40	100	0
3	1	-1	1	40	60	0,1
4	1	-1	-1	40	60	0
5	-1	1	1	20	100	0,1
6	-1	1	-1	20	100	0
7	-1	-1	1	20	60	0,1
8	-1	-1	-1	20	60	0
9	-1	0	0	20	80	0,05
10	1	0	0	40	80	0,05
11	0	1	0	30	100	0,05
12	0	-1	0	30	60	0,05
13	0	0	1	30	80	0,1
14	0	0	-1	30	80	0
15_1	0	0	0	30	80	0,05
15_2	0	0	0	30	80	0,05
15_3	0	0	0	30	80	0,05

На основании экспериментальных данных, полученных в соответствии с матрицей планирования (табл. 2), методом наименьших квадратов

$$D_{50} = 5,5451 - 1,256X_1 + 0,052X_2 - 0,133X_3 - 0,275X_1X_2 - 0,3575X_1X_3 + 0,1875X_2X_3 + 0,2611X_1^2 - 0,8789X_2^2 - 0,0339X_3^2 \quad (2)$$

$$Q = 9,2491 + 3,285X_1 + 0,2175X_2 + 0,902X_3 + 0,68X_1X_2 + 1,29X_1X_3 - 0,3275X_2X_3 + 1,1061X_1^2 + 2,1486X_2^2 - 0,3889X_3^2 \quad (3)$$

$$S_{уд} = 5210,7183 + 679,3X_1 + 26,1X_2 + 269,5X_3 + 112,25X_1X_2 + 314,25X_1X_3 + 5X_2X_3 - 164,007X_1^2 + 139,993X_2^2 - 75,007X_3^2 \quad (4)$$

Сравнительный анализ полученных уравнений регрессии показал, что объёмная загрузка барабана (X_1 , φ) является доминирующим фактором, оказывающим влияние на все три технологические характеристики. Увеличение φ с 20 до 40 % приводит к снижению D_{50} (коэффициент $-1,256$), а также к возрастанию доли субмикронной фракции ($+3,285$) и величины удельной поверхности ($+679,3$).

Количество вводимого интенсификатора помола (X_3 , ω) также оказывает положительное влияние, особенно в сочетании с высоким коэффициентом объёмной загрузки. Сильное парное взаимодействие X_1X_3 ($-0,3575$ для D_{50} ; $+1,29$ для Q ; $+314,25$ для $S_{уд}$) подтверждает, что добавка наиболее эффективна при высоком значении φ . Согласно полученным данным оптимальная концентрация интенсификатора помола составляет 0,05 мас. %.

Характер влияния скорости вращения барабана (X_2 , v) на характеристики получаемых порошков РГ не столь однозначен. Для минимизации медианного размера частиц (D_{50}) значение v должно составлять ~ 80 об/мин, о чём свидетельствует значительный отрицательный квадратичный член $-0,8789$. В тоже время для увеличения доли субмикронной фракции частиц (Q) и величины $S_{уд}$ предпочтительна более высокая скорость вращения барабана (100 об/мин).

Для наглядной оценки совместного влияния исследуемых факторов на характеристики получаемых порошков РГ на основании экспериментальных данных были построены поверхности отклика и двумерные линии уровня. На рисунках 7–9 представлены зависимости медианного размера частиц (D_{50}), содержания субмикронной фракции (Q) и удельной поверхности ($S_{уд}$) от варьируемых параметров.

Анализ поверхности отклика (рис. 7а), демонстрирующей зависимость медианного размера частиц от скорости вращения барабана (v ,

получены следующие адекватные уравнения регрессии (в кодированных переменных), описывающие влияние исследуемых факторов на текстурные характеристики порошка РГ:

об/мин) и концентрации вводимого интенсификатора помола (ω , мас. %) при фиксированной объёмной загрузке $\varphi = 30\%$, показал немонотонный характер изменения D_{50} . Минимальные значения достигаются в интервале $v = 60\text{--}65$ об/мин при $\omega = 0,1$ мас. %.

Поверхность отклика (рис. 7 б) отражает зависимость D_{50} от объёмной загрузки барабана и концентрации интенсификатора при фиксированной скорости вращения барабана 80 об/мин. Увеличение φ с 20 до 40 % закономерно снижает D_{50} , что может быть связано с возрастанием воздействия мелющих тел на частицы измельчаемого материала. Введение интенсифицирующей добавки в количестве 0,05 мас. % усиливает этот эффект, особенно в области $\varphi = 30\text{--}40\%$. Дальнейшее повышение ω до 0,1 мас. % нецелесообразно.

Исследование зависимости D_{50} от объёмной загрузки и скорости вращения барабана при фиксированной концентрации интенсификатора $\omega = 0,05$ мас. % (рис. 7 в) показало, что минимальные значения медианного размера частиц достигаются при сочетании $\varphi = 40\%$ и $v = 60$ или 100 об/мин. С увеличением скорости вращения барабана до 80 об/мин D_{50} возрастает во всем диапазоне значений параметра φ .

Анализ поверхности отклика, отражающей зависимость доли субмикронной фракции от скорости вращения барабана и концентрации интенсификатора при фиксированном $\varphi = 30\%$ (рис. 8а), показал, что максимальные значения Q достигаются при $v = 100$ об/мин и $\omega = 0,05\text{--}0,1$ мас. %. Снижение числа оборотов в минуту до 60 приводит к уменьшению доли субмикронных частиц в получаемом порошке.

Поверхность отклика, показывающая зависимость Q от φ и ω при фиксированной скорости вращения барабана 80 об/мин (рис. 8б), демонстрирует, что увеличение объёмной загрузки барабана с 20 до 40% сопровождается ростом доли субмикронной фракции в получаемых порошках

РГ. Причём наиболее выражено это наблюдается в интервале $\varphi = 30\text{--}40\%$. Добавка интенсификатора (особенно 0,05 мас.%) дополнительно увеличивает выход субмикронной фракции. Сочетание $\varphi = 40\%$ и $\omega = 0,1$ мас.% позволяет достичь максимальных значений Q .

Исследование зависимости содержания субмикронной фракции от объёмной загрузки и скорости вращения барабана (рис. 8в) позволило установить, что наибольшие значения Q фиксируются в области $\varphi = 35\text{--}40\%$ и $\nu = 90\text{--}100$ об/мин. В случае снижения ν до 60 об/мин даже

относительно высокая загрузка барабана не обеспечивает достаточного выхода субмикронной фракции. Это подтверждает, что ключевым параметром, влияющим на тонины помола глинозема, является скорость вращения барабана.

Сопоставительный анализ двумерных линий уровня (рис. 7г и 8г) показал, что оптимальные значения технологических параметров, обеспечивающие минимальный медианный размер частиц и наибольшее содержание субмикронной фракции в порошке РГ составляют: $\varphi = 35\text{--}40\%$, $\nu = 90\text{--}100$ об/мин и $\omega = 0,1$ мас. %.

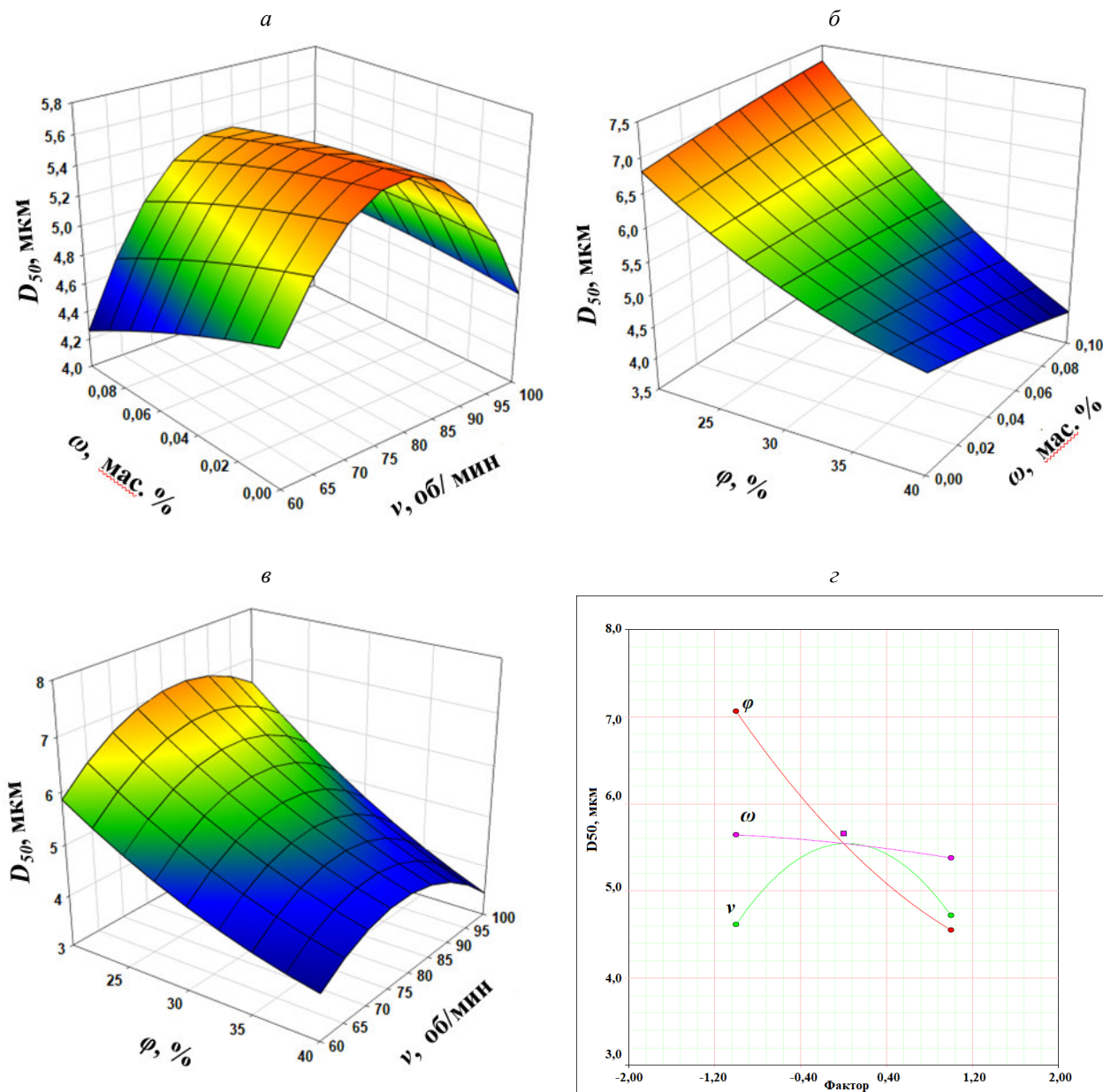


Рис. 7. Влияние технологических параметров на медианный размер частиц (D_{50}) РГ: а) при $\varphi = 30\%$; б) при $\nu = 80$ об/мин; в) при $\omega = 0,05$ мас. %; г) двумерные линии уровня

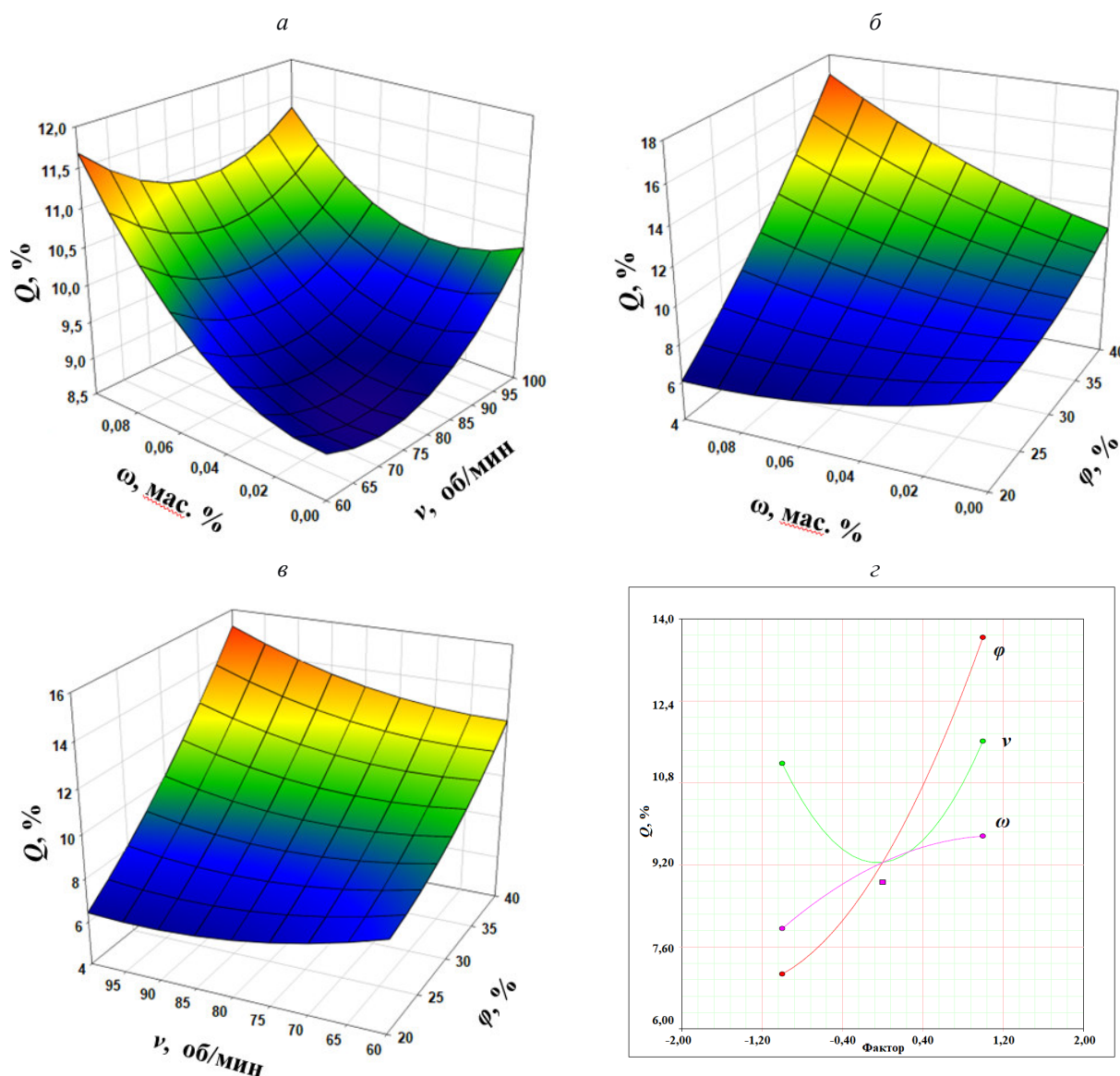


Рис. 8. Влияние технологических параметров на содержание субмикронной фракции (Q) в порошках РГ: а) при $\phi = 30\%$; б) при $v = 80$ об/мин; в) при $\omega = 0,05$ мас. %; г) двумерные линии уровня

Зависимость удельной поверхности от скорости вращения и концентрации интенсификатора при $\phi = 30\%$ (рис. 9а) показывает, что максимальные значения $S_{y\phi}$ достигаются при $v = 100$ об/мин и $\omega = 0,1$ мас.%. Характер зависимости аналогичен таковому для Q , что объясняется прямой корреляцией между содержанием субмикронной фракции и удельной поверхностью. По мнению авторов, величина удельной поверхности выступает интегральным показателем качества тонкодисперсных порошков. При $v = 60$ об/мин значения $S_{y\phi}$ минимальны, увеличение ω до 0,1 мас.% в этом режиме малоэффективно.

Поверхность отклика, показывающая зависимость величины удельной поверхности от ϕ и ω при фиксированной скорости вращения барабана – 80 об/мин (рис. 9б), иллюстрирует монотонный рост $S_{y\phi}$ с увеличением ϕ от 20 до 40%.

Введение добавки в количестве 0,05 мас.% обеспечивает дополнительное увеличение удельной поверхности получаемого материала на 15–20% по сравнению с порошком, полученным без использования интенсификатора.

Анализ поверхности отклика, отражающей зависимость $S_{y\phi}$ от объемной загрузки и скорости вращения барабана шаровой мельницы при $\omega = 0,05$ мас.% (рис. 9в), показал, что наибольшие значения величины удельной поверхности соответствуют сочетанию $\phi = 40\%$ и $v = 100$ об/мин. При скорости вращения, равной 80 об/мин, значения $S_{y\phi}$ несколько снижаются, однако остаются высокими при $\phi = 35–40\%$. Режим измельчения, соответствующий $v = 60$ об/мин, даже при максимальной загрузке не позволяет достичь высоких значений $S_{y\phi}$. В целом зависимости, представленные на рис. 9, подтверждают доминирующую

роль объемной загрузки барабана на величину удельной поверхности порошков РГ, получаемых методом сухого помола.

Профиль двумерных линий уровня (рис. 9) показал, что оптимальные значения технологических параметров, обеспечивающие наибольшую

величину $S_{уд}$ порошкового материала, составляют: $\varphi = 35-40\%$, $v = 90-100$ об/мин и $\omega = 0,05$ мас. %.

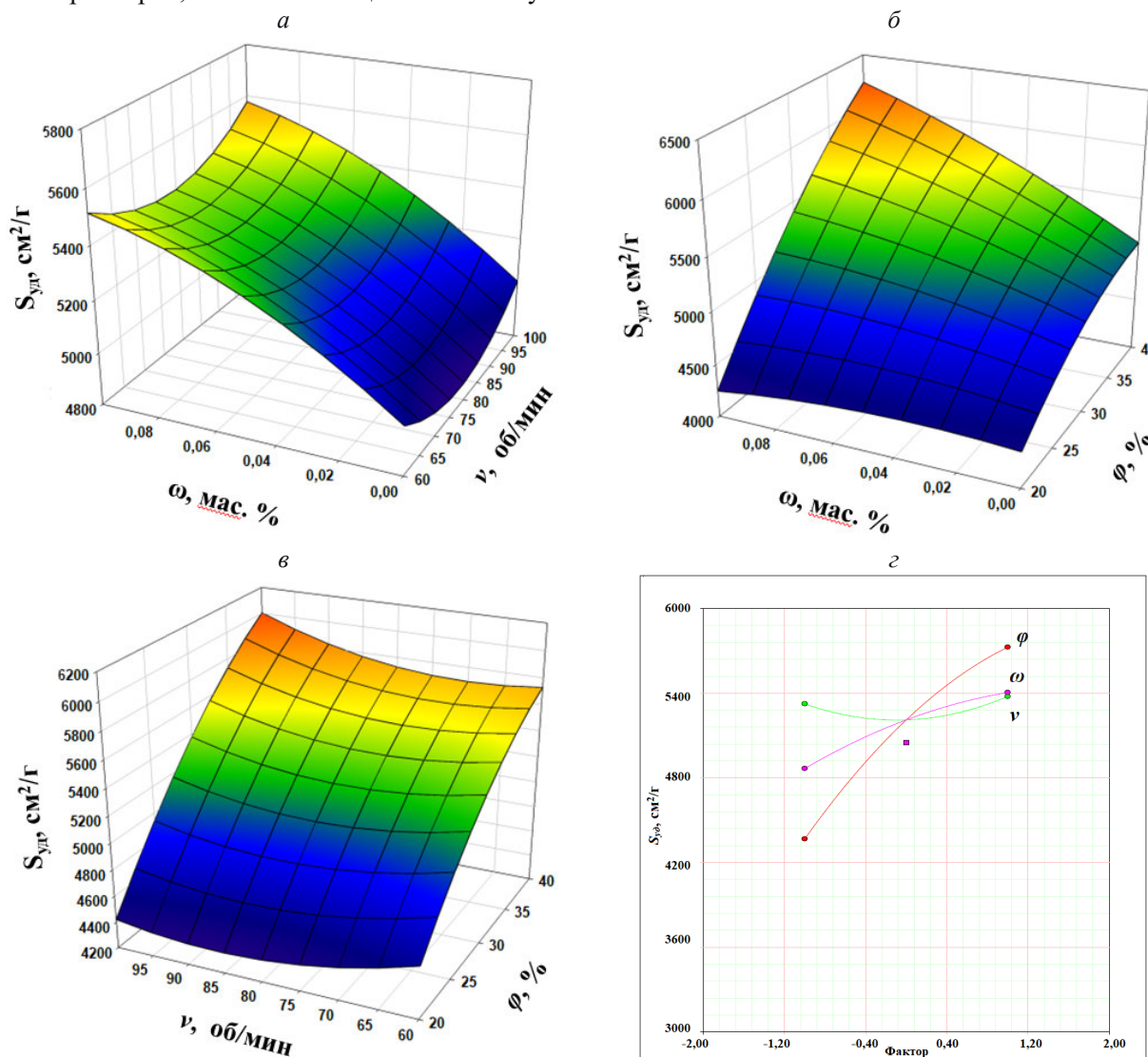


Рис. 9. Влияние технологических параметров на величину удельной поверхности ($S_{уд}$) порошков РГ: а) при $\varphi = 30\%$; б) при $v = 80$ об/мин; в) при $\omega = 0,05$ мас. %; г) двумерные линии уровня

Выводы.

1. С применением метода математического планирования эксперимента проведено комплексное исследование влияния технологических параметров (объемной загрузки и скорости вращения барабана, а также концентрации интенсификатора помола) на характеристики РГ, получаемого путем сухого помола высокоглиноземистого сырья в шаровой мельнице периодического действия. На основе трёхфакторного регрессионного анализа получены адекватные математические модели, описывающие эти зависимости.

2. Установлено, что доминирующим параметром, определяющим технологические характеристики получаемых порошковых продуктов, является объемная загрузка барабана. Увеличение φ с 20 до 40% – наиболее значимый фактор, обеспечивающий снижение D_{50} с 5,5 до 3,5 мкм, увеличение доли субмикронной фракции до 12–14% и повышение $S_{уд}$ до 5500–6000 см²/г.

3. Подтверждена эффективность добавки на основе водного раствора пропиленгликоля и глицерина, используемой при сухом помоле высокоглиноземистого сырья. Введение указанного интенсификатора в количестве 0,1 мас.% позволяет снизить D_{50} в реактивном глиноземе на 8–10% и

увеличить Q и $S_{уд}$ на 15–20 % по сравнению с порошком, получаемым без использования добавок.

4. Выявлен немонотонный характер влияния скорости вращения барабана на характеристики получаемого порошка РГ. Установлено, что при $v = 60$ об/мин (каскадный режим движения мелющих тел) измельчение глиноземистого сырья идет преимущественно по механизму истирания и является малоэффективным. Увеличение частоты вращения до 80 об/мин (каскадно-водопадный режим) является оптимальным для минимизации D_{50} благодаря сбалансированному сочетанию ударного и истирающего воздействия.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Ghose S., Saigal C., Maldhure A., Das S.K. Effect of reactive alumina on the physic-mechanical properties of refractory castable // Trans. Indian Ceram. Soc. 2013. Vol. 72. № 2. Pp. 113–118. DOI: 10.1080/0371750X.2013.794024
2. Berrin Gürel S. B., Altun A. Reactive alumina production for the refractory industry // Powder Technology. 2009. Vol. 196. № 2. Pp 115–121. DOI: 10.1016/j.powtec.2009.07.007
3. Abyzov A. M. Aluminum oxide and alumina ceramics (Review). Part 2. Foreign manufacturers of alumina ceramics // Technologies and research in the field of alumina ceramics. Refract. Ind. Ceram. 2019. Vol. 60. № 1. Pp. 33–42. DOI: 10.1007/s11148-019-00305-1
4. Шнабель М., Бур А., Кокегей-Лоренц Р., Шмидтмайер Д., Даттон Д. Улучшение свойств огнеупорных бетонов за счет модификации матрицы // Новые огнеупоры. 2015. № 3. С. 91–97. DOI: 10.17073/1683-4518-2015-3-91-97
5. Шнабель М., Бур А., Шмидтмайер Д., Чаттерджи С., Даттон Д. Современные представления о плавленных и спеченных огнеупорных заполнителях // Новые огнеупоры. 2016. № 3. С. 107–114. DOI: 10.17073/1683-4518-2016-3-107-114
6. Поваренных А.С. Твердость минералов. Киев : Изд-во АН УССР, 1963. 304 с.
7. Бойбутаев С.Б. Усовершенствование систем управления схемами измельчения в шаровых мельницах // Journal of Advances in Engineering Technology. 2024. Vol. 4. № 16. Pp. 11–18. DOI 10.24412/2181-1431-2024-4-11-18
8. Трубицын М. А., Воловичева Н.А., Фурда Л.В., Скрыпников Н.С. Исследование влияния технологических параметров на гранулометрические характеристики субмикронного оксида алюминия в α -форме // Вестник БГТУ им. В. Г. Шухова. 2021. № 12. С. 84–97. DOI: 10.34031/2071-7318-2021-6-12-84-97
9. Trubitsyn M.A., Volovicheva N.A., Furda L.V., Kuzin V.I., Zubashchenko R.V. Research in the area of preparing activated alumina. Part 2. Efficiency of preparing finely dispersed aluminum oxide powder using a ball mill // Refract. Ind. Ceram. 2022. Vol. 63. № 2. Pp. 137–142. DOI: 10.1007/s11148-022-00695-9
10. Андреев С.Е., Перов В.А., Звевич В.В. Дробление, измельчение и грохочение полезных ископаемых. М.: Недра, 1980. 415 с.
11. Trubitsyn M.A., Volovicheva N.A., Furda L.V., Lisnyak V.V., Gaynutdinov R.M., Kukharev O.I. Research in the area of preparing activated alumina. Part 3. Efficiency of using Russian additive-intensifiers during milling high alumina raw materials // Refract. Ind. Ceram. 2022. Vol. 63. № 4. Pp. 370–377. DOI: 10.1007/s11148-023-00738-9
12. Бапова Р.Ж. Автоматическое управление каскадно-водопадным режимом измельчения в барабанных мельницах. Известия Томского политехнического университета. 2004. Т. 307. №. 5. С. 113 – 115.
13. Shi F., Xie W. A specific energy-based size reduction model for batch grinding ball mill // Minerals Engineering. 2015, Vol. 70. Pp. 130–140. DOI: 10.1016/j.mineng.2014.09.006
14. Chen X.S., Li Q., Fei S.M. Constrained model predictive control in ball mill grinding process // Powder Technology. 2008. Vol.186. № 1. Pp. 31–39. DOI: 10.1016/j.powtec.2007.10.026
15. Muanpaopong N., Dave R., Bilgili E. A comparative analysis of steel and alumina balls in fine milling of cement clinker via PBM and DEM // Powder Technology. Vol. 421. Pp.1 – 18. DOI: 10.1016/j.powtec.2023.118454
16. Khanin S.I., Zybin R.V., Ryabukhin V.V. Mor-dovskaja O.S., Khanzarov A.S. Stress state of internal classifying modules in a pipe ball mill prior to maintenance // Russ. Engin. Res. 2022. Vol. 42. Pp. 517-519. DOI: 10.3103/S1068798X22050148
17. Latyshev S.S., Voronov V.V., Bogdanov V.S., Fadin Y.M., Bazhanova O.I., Maslovskaya A.N. Mathematical modeling of loads movement in lifter of intramill recirculation device inside tubular mill // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2018. Pp. 1 - 9. DOI: 10.1088/1757-899X/327/2/022046
18. Kaya Y., Kobya V., Mardani A., Mardani N., Beytekin H.E. Effect of grinding conditions on clinker grinding efficiency: ball size, mill rotation speed, and feed rate // Buildings. 2024. Vol. 14. № 2356. Pp. 1-19. DOI: 10.3390/buildings14082356
19. Trubitsyn M. A., Volovicheva N.A., Furda L.V., Lisnyak V.V., Kurbatov A.P., bondareva I.A. Research in the area of preparing activated alumina. Part 5. Different technological approaches to the process of fine milling of high-alumina raw materials //

Refract. Ind. Ceram. 2023. Vol. 64. № 3. Pp. 284–290. DOI: 10.1007/s11148-024-00839-z

Информация об авторах

Трубицын Михаил Александрович, кандидат технических наук, доцент кафедры общей химии Института фармации, химии и биологии. E-mail: troubitsin@bsuedu.ru. Белгородский государственный национальный исследовательский университет. Россия, 308015, Белгород, ул. Победы, д.85.

Воловичева Наталья Александровна, кандидат технических наук, доцент кафедры общей химии Института фармации, химии и биологии. E-mail: volovicheva@bsuedu.ru. Белгородский государственный национальный исследовательский университет. Россия, 308015, Белгород, ул. Победы, д.85.

Дороганов Владимир Анатольевич, кандидат технических наук, заведующий кафедрой технологии стекла и керамики. E-mail: dva_vadjik1975@mail.ru. Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова. Россия, 308012, Белгород, ул. Костюкова, д. 46.

Дороганов Евгений Анатольевич, кандидат технических наук, директора департамента образовательной политики. E-mail: doroganov@intbel.ru. Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова. Россия, 308012, Белгород, ул. Костюкова, д. 46.

Козырева Юлия Николаевна, кандидат химических наук, доцент кафедры общей химии Института фармации, химии и биологии. E-mail: kozyrevajulia@bsuedu.ru. Белгородский государственный национальный исследовательский университет. Россия, 308015, Белгород, ул. Победы, д.85.

Евтушенко Евгений Иванович, доктор технических наук, профессор кафедры технологии стекла и керамики. E-mail: naukaei@mail.ru. Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова. Россия, 308012, Белгород, ул. Костюкова, д. 46

Бондарева Ирина Анатольевна, аспирант кафедры общей химии Института фармации, химии и биологии. E-mail: bondareva_i@bsuedu.ru. Белгородский государственный национальный исследовательский университет. Россия, 308015, Белгород, ул. Победы, д.85

Лисняк Виктория Владимировна, ассистент кафедры общей химии Института фармации, химии и биологии. E-mail: lisnyak@bsuedu.ru. Белгородский государственный национальный исследовательский университет. Россия, 308015, Белгород, ул. Победы, д.85

Поступила 08.05.2026 г.

© Трубицын М.А., Воловичева Н.А., Дороганов Е.А., Дороганов В.А., Козырева Ю.Н., Евтушенко Е.И., Бондарева И.А., Лисняк В.В., 2026

^{1,*}Trubitsyn M.A., ¹Volovicheva N.A., ²E.A. Doroganov, ²V.A. Doroganov, ¹Kozyreva Yu.N.,
¹Evtushenko E.I., ¹Bondareva I.A., ¹Lisnyak V.V.

¹Belgorod National Research University

²Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov

*E-mail: troubitsin@bsuedu.ru

OPTIMIZATION OF THE PROCESS OF PRODUCING REACTIVE ALUMINA USING A BALL MILL

Abstract. The article presents the results of a study on the optimization of process parameters for producing finely dispersed alpha-aluminum oxide (reactive alumina) by dry grinding in a ball mill using the method of mathematical modeling of the process. The feedstock was commercially available calcined alumina characterized by an Al₂O₃ content >99 wt.%, D₅₀ = 80 μm and the absence of a submicron particle fraction. The varied process parameters were: the volumetric loading of the drum with grinding media (φ = 20, 30, 40%), the drum rotation speed (ν = 60, 80, 100 rpm) and the concentration of grinding intensifier (ω = 0; 0.05; 0.1 wt.%). Using three-factor regression analysis, we obtained adequate mathematical models describing the influence of the specified parameters on the key characteristics of reactive alumina: median particle size (D₅₀), submicron fraction content (Q < 1 μm), and specific surface area (S_{sp}). It was found that the dominant factor is the volumetric loading of the drum: an increase in φ from 20 to 40% reduces D₅₀ from 5.5 to 3.5

μm , increases Q to 12–14 %, and S_{sp} to 5500–6000 cm^2/g . The introduction of an intensifier in an amount of 0.05 wt.% additionally reduces the median particle size by 8–10 %, and also increases the proportion of sub-micron particle fraction and the specific surface area of the resulting powder. It was revealed that at a drum rotation speed of 60 rpm, the grinding of alumina raw materials occurs predominantly by the attrition mechanism and is ineffective. Increasing the drum speed to 80 rpm is optimal for minimizing D_{50} due to the balanced combination of impact and abrasive action of the grinding media.

Keywords: reactive alumina, ball mill, dry grinding, granulometric composition, specific surface area, grinding intensifier, fine powders.

REFERENCES

1. Ghose S., Saigal C., Maldhure A., Das S.K. Effect of reactive alumina on the physic-mechanical properties of refractory castable. Trans. Indian Ceram. Soc. 2013. Vol. 72. No. 2. Pp. 113–118. DOI: 10.1080/0371750X.2013.794024
2. Berrin Gürel S. B., Altun A. Reactive alumina production for the refractory industry. Powder Technology. 2009. Vol. 196. No. 2. Pp. 115–121. DOI: 10.1016/j.powtec.2009.07.007
3. Abyzov A. M. Aluminum oxide and alumina ceramics (Review). Part 2. Foreign manufacturers of alumina ceramics. Technologies and research in the field of alumina ceramics. Refract. Ind. Ceram. 2019. Vol. 60, No. 1. Pp. 33–42. DOI: 10.1007/s11148-019-00305-1
4. Shnabel M., Bur A., Kokegej-Lorenc R., Shmidtmaier D., Datton D. Improving the properties of refractory concrete by modifying the matrix [Uluchshenie svojstv ogneupornyh betonov za schet modifikacii matricy]. New Refractories. 2015. No. 3. Pp. 21–28. DOI: 10.17073/1683-4518-2015-3-91-97. (rus)
5. Spnabel M., Bur A., Spmidtmaier D., Cpat-terdzhi S., Datton D. Modern concepts of fused and sintered refractory fillers [Sovremennye predstavleniya o plavlennyh i spechennyh ogneupornyh zapolnitelyah]. New Refractories. 2016. No. 3. Pp. 107–114. DOI: 10.17073/1683-4518-2016-3-107-114 (rus)
6. Povarennyh A.S. Mineral hardness [Tverdost' mineralov]. Kiev : Publishing AN USSR, 1963. 304 p. (rus)
7. Bojbutaev S.B. Improvement of control systems for grinding circuits in ball mills [Usovershenstvovanie sistem upravleniya skhemami izmel'cheniya v sharovyh mel'nicah]. Journal of Advances in Engineering Technology. 2024. Vol. 4. No.16. Pp. 11–18. (rus) DOI 10.24412/2181-1431-2024-4-11-18
8. Trubitsyn M.A., Volovicheva N.A., Furda L.V., Skrypnikov N.S. Influence of technological parameters on particle size distribution characteristics of submicron aluminum oxide in α -form [Issledovanie vliyaniya tekhnologicheskikh parametrov na granulometricheskie harakteristiki submikronnogo oksida alyuminiya v α -forme]. Bulletin of BSTU named after V.G. Shukhov. 2021. No. 12. Pp. 84–97. DOI: 10.34031/2071-7318-2021-6-12-84-97(rus)
9. Trubitsyn M. A., Volovicheva N.A., Furda L.V., Kuzin V.I., Zubashchenko R.V. Research in the area of preparing activated alumina. Part 2. Efficiency of preparing finely dispersed aluminum oxide powder using a ball mill. Refract. Ind. Ceram. 2022. Vol. 63. No. 2. Pp. 137–142. DOI: 10.1007/s11148-022-00695-9
10. Andreev S.E., Perov V.A., Zvrevich V.V. Crushing, grinding and screening of minerals [Droblenie, izmel'chenie i grohochenie poleznyh iskopayemyh]. M.: Nedra, 1980. 415 p. (rus)
11. Trubitsyn M. A., Volovicheva N.A., Furda L.V., Lisnyak V.V., Gaynutdinov R.M., Kukharev O.I. Research in the area of preparing activated alumina. Part 3. Efficiency of using Russian additive-intensifiers during milling high alumina raw materials. Refract. Ind. Ceram. 2022. Vol. 63. No. 4. Pp. 370–377. DOI: 10.1007/s11148-023-00738-9
12. Bapova R. Zh. Automatic control of cascade-waterfall grinding mode in drum mills [Avtomaticheskoe upravlenie kaskadno-vodopadnym rezhimom izmel'cheniya v barabannyh mel'nicah]. News of Tomsk Polytechnic University. 2004. Vol. 307. No. 5. Pp. 113–115. (rus)
13. Shi F., Xie W. A specific energy-based size reduction model for batch grinding ball mill. Minerals Engineering. 2015, Vol. 70. Pp. 130–140. DOI: 10.1016/j.mineng.2014.09.006
14. Chen X.S., Li Q., Fei S.M. Constrained model predictive control in ball mill grinding process. Powder Technology. 2008. Vol.186. No. 1. Pp. 31–39. DOI: 10.1016/j.powtec.2007.10.026
15. Muanpaopong N., Dave R., Bilgili E. A comparative analysis of steel and alumina balls in fine milling of cement clinker via PBM and DEM. Powder Technology. Vol. 421. Pp. 1–18. DOI: 10.1016/j.powtec.2023.118454
16. Khanin S.I., Zybin R.V., Ryabukhin V.V. Mordovskaja O.S., Khanzarov A.S. Stress state of internal classifying modules in a pipe ball mill prior to maintenance. Russ. Engin. Res. 2022. Vol. 42. Pp. 517-519. DOI: 10.3103/S1068798X22050148
17. Latyshev S.S., Voronov V.V., Bogdanov V.S., Fadin Y.M., Bazhanova O.I., Maslovskaya A.N. Mathematical modeling of loads movement in lifter of intramill recirculation device inside tubular

mill. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2018. Pp. 1–9. DOI: 10.1088/1757-899X/327/2/022046

18. Kaya Y., Kobya V., Mardani A., Mardani N., Beytekin H.E. Effect of grinding conditions on clinker grinding efficiency: ball size, mill rotation speed, and feed rate. Buildings. 2024. Vol. 14. 2356. Pp. 1–19. DOI: 10.3390/buildings14082356

19. Trubitsyn M. A., Volovicheva N.A., Furda L.V., Lisnyak V.V., Kurbatov A.P., Bondareva I.A. Research in the area of preparing activated alumina. Part 5. Different technological approaches to the process of fine milling of high-alumina raw materials. Refract. Ind. Ceram. 2023. Vol. 64. No. 3. Pp. 284–290. DOI: 10.1007/s11148-024-00839-z

Information about the authors

Trubitsyn, Mikhail A. PhD, Assistant professor of the Department of General Chemistry, Institute of Pharmacy, Chemistry and Biology of the National Research University «BelSU». E-mail: trubitsin@bsuedu.ru. Belgorod National Research University, Russia, 308015, Belgorod, st. Pobedy, 85.

Volovicheva, Natalya A. PhD, Assistant professor of the Department of General Chemistry, Institute of Pharmacy, Chemistry and Biology of the National Research University «BelSU». E-mail: volovicheva@bsuedu.ru. Belgorod National Research University, Russia, 308015, Belgorod, st. Pobedy, 85.

Doroganov, Vladimar A. PhD, Head of the Department of Glass and Ceramics Technology at the «BSTU named after V.G. Shukhov». E-mail: dva_vadjik1975@mail.ru. Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov. Russia, 308012, Belgorod, st. Kostyukova 46.

Doroganov, Evgeniy A. PhD, Director of the Department of Educational Policy at the «BSTU named after V.G. Shukhov». E-mail: doroganov@intbel.ru. Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov. Russia, 308012, Belgorod, st. Kostyukova 46.

Kozyreva, Yulia N. PhD, Assistant professor of the Department of General Chemistry, Institute of Pharmacy, Chemistry and Biology of the National Research University «BelSU». E-mail: kozyrevajulia@bsuedu.ru. Belgorod National Research University, Russia, 308015, Belgorod, st. Pobedy, 85.

Evtushenko Evgeny Ivanovich, Doctor of Technical Sciences, Professor at the Department of Glass and Ceramics Technology. E-mail: naukaei@mail.ru. Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov. Russia, 308012, Belgorod, st. Kostyukova 46.

Bondareva, Irina A. Postgraduate student of the Department of General Chemistry, Institute of Pharmacy, Chemistry and Biology of the National Research University «BelSU». E-mail: bondareva_i@bsuedu.ru. Belgorod National Research University, Russia, 308015, Belgorod, st. Pobedy, 85.

Lisnyak, Viktoriya V. Assistant of the Department of General Chemistry, Institute of Pharmacy, Chemistry and Biology of the National Research University «BelSU». E-mail: lisnyak@bsuedu.ru. Belgorod National Research University, Russia, 308015, Belgorod, st. Pobedy, 85

Received 08.05.2026

Для цитирования:

Трубицын М.А., Воловичева Н.А., Дороганов Е.А., Дороганов В.А., Козырева Ю.Н., Евтушенко Е.И., Бондарева И.А., Лисняк В.В. Оптимизация процесса получения реактивного глинозема с использованием шаровой мельницы // Вестник БГТУ им. В.Г. Шухова. 2026. № 8. С. 103–115. DOI: 10.34031/2071-7318-2026-11-8-103-115

For citation:

Trubitsyn M.A., Volovicheva N.A., E.A. Doroganov, V.A. Doroganov, Kozyreva Yu.N., Evtushenko E.I., Bondareva I.A., Lisnyak V.V. Optimization of the process of producing reactive alumina using a ball mill. Bulletin of BSTU named after V.G. Shukhov. 2026. No. 8. Pp. 103–115. DOI: 10.34031/2071-7318-2026-11-8-103-115