

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **043132**(13) **B1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2023.04.26

(51) Int. Cl. **C04B 28/02 (2006.01)**

(21) Номер заявки
202192050

(22) Дата подачи заявки
2020.02.25

(54) СПОСОБ ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ ГИДРАВЛИЧЕСКОГО СВЯЗУЮЩЕГО ВЕЩЕСТВА

(31) 1901879

(56) US-A1-2017226011
US-A-3776477
WO-A1-2014003972

(32) 2019.02.25

(33) FR

(43) 2021.11.09

(86) PCT/EP2020/054878

(87) WO 2020/173927 2020.09.03

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
ШРИЗО (FR)

(72) Изобретатель:
**Ойгун Язан Хусейн, Гийо Лоран,
Бустингорри Паскаль (FR)**

(74) Представитель:
Фелицына С.Б. (RU)

(57) Изобретение относится к способу измельчения гидравлического связующего, содержащему:
а) введение гидравлического связующего; состава В, содержащего по меньшей мере одно диспергирующее средство В, добавляемое к измельчаемому материалу, в первую камеру (12) горизонтального измельчителя (11), содержащего несколько камер (12, 14), включая первую камеру (12) и последнюю камеру (14), причем каждая камера (12) отделена от соседней камеры (14) диафрагмой (17), посредством чего в первой камере (12) получают состав β, содержащий гидравлическое связующее и состав В, б) измельчение состава β в горизонтальном измельчителе (11), при этом состав β перемещают из первой камеры (12) в последнюю камеру (14) и на выпускном отверстии из последней камеры (14) получают измельченный состав С, отличающийся тем, что на этапе измельчения он включает введение в последнюю камеру (14) состава А, содержащего по меньшей мере одно диспергирующее средство А, добавляемое к измельчаемому материалу, содержащее аминоспирт, и измельчающее устройство, предназначенное для реализации этого способа.

B1**043132****043132****B1**

Изобретение относится к способу измельчения гидравлического связующего, такого как цемент.

Способ для приготовления гидравлического связующего включает в себя измельчение для уменьшения размера частиц связующего, тем самым увеличивая реакционную способность и придавая им желаемые реологические свойства.

Использование диспергирующего средства, добавляемого к измельчаемому материалу (измельчающая добавка), позволяет повысить выход измельчаемого гидравлического связующего. Диспергирующие средства, добавляемые к измельчаемому материалу, обеспечивают

увеличение производительности при измельчении при одном и том же потреблении энергии и одной и той же степени дисперсности, или

увеличение степени дисперсности при том же потреблении энергии.

Когда используется горизонтальная мельница для измельчения с несколькими измельчающими камерами для измельчения гидравлического связующего, измельчающая добавка(и) вводится (вводятся) в первую камеру измельчающей мельницы вместе с гидравлическим связующим, подлежащим измельчению, или отдельно.

Существует необходимость в разработке способа измельчения гидравлического связующего, позволяющего улучшить качество измельченного гидравлического связующего (в частности, степени дисперсности по Блейну и/или распределения частиц по размерам) и/или улучшить выход измельчаемого материала для снижения затрат.

Для выполнения этой задачи первым объектом изобретения является способ измельчения гидравлического связующего, включающий:

а) введение

гидравлического связующего, и

состава В, содержащего по меньшей мере одно диспергирующее средство В, добавляемое к измельчаемому материалу,

в первую камеру горизонтального измельчителя, содержащего несколько камер, включая первую камеру и последнюю камеру, причем каждая камера отделена от соседней камеры диафрагмой,

при этом в первой камере получают состав β , содержащий гидравлическое связующее и состав В,

б) измельчение состава β в горизонтальном измельчителе, при этом состав β перемещают из первой камеры в последнюю камеру, и на выпускном отверстии из последней камеры получают измельченный состав С, отличающийся тем, что на этапе измельчения он включает введение в последнюю камеру состава А, содержащего по меньшей мере одно диспергирующее средство А, добавляемое к измельчаемому материалу, содержащее аминспирт, при этом состав А отличается от состава β .

В способе используется горизонтальный измельчитель, содержащий несколько камер (иногда называемых "отсеками"), включая первую камеру и последнюю камеру, причем каждая камера отделена от соседней камеры диафрагмой. Обычно камеры имеют одинаковый диаметр и/или последняя камера длиннее первой. Предпочтительно, измельчающие тела в мельнице (металлические шарики...) отличаются по размеру от одной камеры к другой камере.

Первая камера - это камера, в которую помещается измельчаемое гидравлическое связующее. Последняя камера - это камера, из которой измельченный состав С выходит из измельчителя. Измельченный состав С содержит измельченное гидравлическое связующее, диспергирующее средство А, и диспергирующее средство В, добавляемые к измельчаемому материалу.

В процессе измельчения гидравлическое связующее перемещается из первой камеры в соседнюю камеру до тех пор, пока не достигнет последней камеры. Диафрагма, разделяющая две соседние камеры, позволяет проходить только частицам гидравлического связующего, которые имеют достаточно уменьшенный размер для более тонкого измельчения в следующей соседней камере. Таким образом, размер частиц гидравлического связующего самый большой в первой камере и самый маленький в последней камере.

Обычно измельчитель имеет только две камеры: первая камера и последняя камера (которая в этом случае является второй камерой), разделенные диафрагмой.

Измельчитель обычно представляет собой шаровую мельницу. Средний диаметр шара в первой камере обычно больше, чем средний диаметр шара в последней камере.

Способ включает этап а) для введения гидравлического связующего и состава В, содержащего по меньшей мере одно диспергирующее средство В, в первую камеру измельчителя.

Под термином "гидравлическое связующее" подразумевается любое соединение, обладающее свойством гидратации в присутствии воды, гидратация которого позволяет получить твердое вещество, имеющее механические характеристики. Гидравлическое связующее может представлять собой цемент, соответствующий стандарту EN 197-1 от 2012 года, и, в частности, цемент типа CEM I, CEM II, CEM III, CEM IV или CEM V в соответствии со стандартом NF EN 197-1 на цемент от 2012 года. Поэтому цемент может, в частности, содержать минеральные добавки.

Выражение "минеральные добавки" означает шлак (такой, как определено в стандарте NF EN 197-1 на цемент от 2012, параграф 5.2.2), сталеплавильный шлак, пуццолановые материалы (такие, как опреде-

лено в стандарте NF EN 197-1 на цемент параграф 5.2.3), летучая зола (например, как определено в стандарте NF EN 197-1 на цемент, параграф 5.2.4), кальцинированные сланцы (например, как определено в цементном стандарте NF EN 197-1, параграф 5.2.5), известняк (например, определенный в цементном стандарте NF EN 197-1 параграф 5.2.6) или пирогенный диоксид кремния (такой, как определено в стандарте NF EN 197-1 на цемент параграф 5.2.7) или композиции из них. Также могут быть использованы другие добавки, которые в настоящее время не признаны стандартом NF EN 197-1 на цемент (2012). В основном это метаксаины, такие как метаксаины типа А, соответствующие стандарту NF P 18-513 2012 г., и кремнистые добавки минералогического состава Qz, соответствующие стандарту NF P 18-509 2012 г.

В первом варианте осуществления изобретения диспергирующее средство В содержит полиол, предпочтительно выбранный из следующих:

диол, такой как алкиленгликоль, предпочтительно имеющий 1-20 атомов углерода, в частности 1-10 атомов углерода, его алкиленовая группа, возможно, несущая метил и обычно выбираемая из 2-метил-1,3-пропандиола, моноэтиленгликоля, диэтиленгликоля, триэтиленгликоля, тетраэтиленгликоля, пропиленгликоля и их смеси,

триол, предпочтительно глицерин,
тетраол, предпочтительно эритритол, и
их смесь.

Диспергирующее средство В, добавляемое к измельчаемому материалу, содержит, например, алкиленгликоль или смесь алкиленгликолей и, возможно, глицерина, причем глицерин предпочтительно содержится в пропорции 0-5% по весу по отношению к весу сборки (глицерин и алкиленгликоль (алкиленгликоли)).

Диспергирующее средство В, добавляемое к измельчаемому материалу, (и состав В) предпочтительно не содержит аминоспиртов, в частности, одного из аминоспиртов, перечисленных ниже.

Во втором варианте осуществления изобретения диспергирующее средство В, добавляемое к измельчаемому материалу, содержит аминоспирт или одну из его солей,

причем указанный аминоспирт предпочтительно содержит
от 2 до 8 атомов углерода, в частности 4-6 атомов углерода, и/или
1, 2 или 3 спиртовые группы,

выбранный, например, из N-метилдиэтанолamina (MDEA), диизопропанолamina (DIPA), триизопропанолamina (TIPA), триэтанолamina (TEA), этанолдиизопропанолamina (EDIPA), диэтанолдиизопропанолamina (DEIPA) и их смесей. Например, диспергирующее средство В содержит триизопропанолamin (TIPA), триэтанолamin (TEA) или их смесь. Предпочтительными солями аминоспиртов являются гидрохлориды, такие как TEA·HCl, TIPA·HCl, EDIPA·HCl и DEIPA·HCl.

В этом втором варианте осуществления диспергирующее средство В, добавляемое к измельчаемому материалу, (и состав В) предпочтительно не содержит полиола и, в частности, одного из перечисленных выше.

Этот второй вариант осуществления особенно хорошо подходит для измельчения мягкого гидравлического связующего, на котором полиолы могут вызывать агломерацию, вредную для измельчения, и поэтому его следует избегать.

В третьем варианте осуществления изобретения диспергирующее средство В, добавляемое к измельчаемому материалу, содержит полиол и аминоспирт.

Во втором и третьем вариантах осуществления изобретения (когда диспергирующее средство В содержит аминоспирт) диспергирующее средство В, добавляемое к измельчаемому материалу, может содержать карбоновую кислоту или ее соль, выбранную, например, из уксусной кислоты и одной из ее солей, муравьиной кислоты или одной из ее солей, или их смеси. Диспергирующее средство В, добавляемое к измельчаемому материалу, в этом случае содержит аминоспирт, карбоновую кислоту или ее соль и, необязательно, полиол. Соль может быть солью, образованной аминоспиртом и карбоновой кислотой. Карбоновая кислота обычно позволяет регулировать диспергирующую силу состава В, эта сила иногда бывает слишком интенсивной, когда аминоспирт используется без карбоновой кислоты.

Диспергирующее средство В, добавляемое к измельчаемому материалу, является активным материалом состава В. Состав В может содержать одно или несколько диспергирующих средств В.

Помимо диспергирующего средства В, состав В может содержать растворитель, обычно воду. Состав В может состоять из водного раствора по меньшей мере одного диспергирующего средства В (это вспомогательное средство предпочтительно состоит из одного или нескольких полиолов, одного или нескольких аминоспиртов или их смеси и, необязательно, одной или нескольких карбоновых кислот или их соли, когда диспергирующее средство содержит и аминоспирт), даже из смеси воды и диспергирующего средства В.

Доля диспергирующего средства В, добавляемого к измельчаемому материалу, который вводится в первую камеру на этапе а), обычно составляет 50-2500 г, в частности 75-500 г, предпочтительно 90-250 г на тонну гидравлического связующего, подаваемого в первую камеру на этапе а). Ниже этого значения эффективность диспергирующего средства снижается, а выше этого значения затраты становятся сли-

ком высокими. Указанная доля относится к "сырому" диспергирующему средству без учета какого-либо растворителя или необязательных других добавок в составе В. Когда состав В содержит несколько диспергирующих средств В, добавляемых к измельчаемому материалу, принимается во внимание сумма их относительных содержаний (долей).

Подача гидравлического связующего и состава В может быть или может не быть одновременной. Кроме того, подача гидравлического связующего и состава В может производиться через отдельные впускные отверстия первой камеры или через одно и то же впускное отверстие. Например, первая камера может быть загружена составом β , содержащим гидравлическое связующее и состав В (введение гидравлического связующего и состава В одновременно через одно и то же впускное отверстие). Предпочтительно, состав В и гидравлическое связующее вводятся одновременно через одно и то же впускное отверстие первой камеры. Обычно состав В диспергируется в гидравлическом связующем в загрузочном бункере гидравлического связующего, например, через распылительную раму с форсунками или через трубу, по которой капли попадают в загрузочный бункер гидравлического связующего. В этом случае в первую камеру горизонтального измельчителя вводится состав β .

Способ содержит этап б) измельчения состава β в измельчителе, в результате чего состав β перемещается из первой камеры в последнюю камеру, и измельченный состав С получается на выпускном отверстии из последней камеры. Поэтому средний размер частиц состава С меньше, чем у состава β . Измерение размера частиц может быть выполнено с помощью лазерного измерения размера частиц с получением распределения частиц по размерам, или путем просеивания под давлением, которое обычно дает массовую долю отбракованных частиц на определенной ячейке сита, обычно 32, 45 и/или 63 мкм (при понимании того, что для сравнения размеров необходимо использовать один и тот же способ измерения).

На этапе б) измельчения способа по изобретению состав А, содержащий по меньшей мере одно диспергирующее средство А, добавляемое к измельчаемому материалу, содержащее аминоспирт, вводится (впрыскивается) в последнюю камеру измельчителя.

Обычно в последнюю камеру вводится (впрыскивается) состав А:

- или у диафрагмы, отделяющей последнюю камеру от соседней камеры,
- или в пределах ограждения последней камеры в зоне, обычно более близкой к диафрагме, отделяющей последнюю камеру от соседней камеры, чем к выпускному отверстию из последней камеры,
- или на выпускном отверстии из последней камеры, обычно на разгрузочной решетке, которой оборудовано выпускное отверстие из последней камеры.

В этом способе используют по меньшей мере два диспергирующих средства А и В, которые вводят в разные точки измельчителя: одно в первую камеру, другое в последнюю камеру.

Изобретатели показали, что диспергирующие средства А и В, добавляемые к измельчаемому материалу, не распределяются одинаковым образом внутри измельчающего устройства: дозировка диспергирующего средства вдоль измельчающего устройства варьируется в зависимости от типа диспергирующего средства. Когда оба диспергирующих средства, добавляемые к измельчаемому материалу, вводятся в первую камеру, как в предшествующем уровне техники:

- количество диспергирующего средства, добавляемого к измельчаемому материалу, и находящегося на частицах гидравлического связующего, в основном определяется удельной площадью поверхности частиц гидравлического связующего, как только они покидают первую камеру измельчителя;

- внутри первой камеры измельчителя, когда диспергирующее средство В, добавляемое к измельчаемому материалу, содержит алкиленгликоль, оно в большей степени присутствует на единицу площади поверхности гидравлического связующего, чем диспергирующее средство А, добавляемое к измельчаемому материалу, содержащее аминоспирт,

- количество диспергирующего средства, добавляемого к измельчаемому материалу, на единицу площади поверхности гидравлического связующего стабилизируется во второй камере измельчителя, а разница между двумя диспергирующими средствами уменьшается в последней камере.

Диспергирующее средство, добавляемое к измельчаемому материалу, содержащее аминоспирт, обычно обладает хорошей способностью псевдооживления потока частиц, чего нельзя сказать в отношении диспергирующего средства, содержащего алкиленгликоль. Не желая ограничиваться какой-либо конкретной теорией, в свете следующих примеров изобретатели предполагают, что

- диспергирующие средства, добавляемые к измельчаемому материалу, переносятся частицами гидравлического связующего с большой удельной площадью поверхности и, следовательно, частицами небольшого размера;

- этот эффект будет усилен, если диспергирующее средство будет иметь разжижающий эффект, как в случае диспергирующего средства А, содержащего аминоспирт, которое увеличивает скорость потока частиц гидравлического связующего с маленькими размерами. Диспергирующее средство А, добавляемое к измельчаемому материалу, содержащее аминоспирт, поэтому менее распространено в первой размольной камере измельчителя, которая содержит частицы гидравлического связующего вещества большого размера.

Это демонстрирует преимущество введения двух вспомогательных средств измельчения в разных

точках линии измельчения: диспергирующее средство В, добавляемое к измельчаемому материалу в первой камере, чтобы обеспечить достаточно длительное время пребывания гидравлического связующего в измельчителе, и диспергирующее средство А, добавляемое к измельчаемому материалу, содержащее аминоспирт, в последней камере, для удаления частиц небольшого размера из измельчителя и/или для псевдооживления частиц измельченного состава С, тем самым улучшая его последующую обрабатываемость и облегчая любое последующее разделение (вторая альтернатива описана ниже).

Состав А отличается от состава β. Другими словами, состав А, вводимый в последнюю камеру, не является составом, подвергающимся измельчению в измельчителе.

Диспергирующее средство А, добавляемое к измельчаемому материалу, содержит по меньшей мере один аминоспирт, предпочтительно содержащий

от 2 до 8 атомов углерода, в частности 4-6 атомов углерода, и/или 1, 2 или 3 спиртовые группы, например, выбран из числа следующих: N-метилдиэтанолamina (MDEA), диизопропанолamina (DIPA), триизопропанолamina (TIPA), триэтанолamina (TEA), этанолдиизопропанолamina (EDIPA), диэтанолдиизопропанолamina (DEIPA) и их смесей. Например, диспергирующее средство А содержит триизопропанолamin (TIPA), триэтанолamin (TEA) или их смесь.

Диспергирующее средство А, добавляемое к измельчаемому материалу, может содержать карбоновую кислоту или ее соль, выбранную, например, из уксусной кислоты или одной из ее солей, муравьиной кислоты или одной из ее солей, или из их смеси. Таким образом, диспергирующее средство А содержит аминоспирт и карбоновую кислоту или ее соль. Соль может быть солью, образованной аминоспиртом и карбоновой кислотой. Карбоновая кислота обычно позволяет регулировать диспергирующую силу смеси А, которая иногда бывает слишком интенсивной, когда аминоспирт используется без карбоновой кислоты.

В одном варианте осуществления изобретения диспергирующее средство А, добавляемое к измельчаемому материалу, является таким же, как диспергирующее средство В. Состав А может быть таким же, как состав В.

В другом варианте осуществления диспергирующее средство А, добавляемое к измельчаемому материалу, отличается от диспергирующего средства В. Состав А отличается от состава В.

Диспергирующее средство А, добавляемое к измельчаемому материалу, представляет собой активный материал состава А. Состав А может содержать одно или несколько диспергирующих средств А, добавляемых к измельчаемому материалу.

Помимо диспергирующего средства А, состав А может содержать растворитель, обычно воду. Состав А может состоять из водного раствора по меньшей мере одного диспергирующего средства А, даже из смеси воды и диспергирующего средства А.

Пропорция (доля) диспергирующего средства А, добавляемого к измельчаемому материалу, вводимого в последнюю камеру на этапе b), обычно составляет 50-2500 г, в частности 75-500 г, предпочтительно 90-250 г на тонну гидравлического связующего, подаваемого в первую камеру на этапе a). Ниже этого значения эффективность диспергирующего средства снижается, а выше этого значения затраты становятся слишком высокими. Эта пропорция относится к "сыхому" диспергирующему средству без учета какого-либо растворителя и необязательных других добавок к составу А. Когда состав А содержит несколько диспергирующих средств А, добавляемых к измельчаемому материалу, принимается во внимание сумма их пропорций.

На этапе измельчения b) воздух может циркулировать из первой камеры в направлении к последней камере. Воздух поступает через первую камеру и выходит через последнюю камеру. Этот воздух позволяет вытеснять наиболее летучие частицы состава β, подвергаемого измельчению. После этапа b) способ может включать:

i) фильтрацию воздуха, выходящего из последней камеры, в результате чего извлекаются наиболее летучие измельченные частицы гидравлического связующего; затем

ii) группирование извлеченных наиболее летучих частиц с измельченным составом С, как правило, в потоке под воздушным потоком.

В первом альтернативном варианте после этапа b) способ содержит этап b1) извлечения измельченного состава С. После этого измельченный состав С имеет желаемый размер/удельную площадь поверхности. В этом случае способ может быть реализован с помощью непрерывного, полунепрерывного или периодического процесса.

В этом первом альтернативном варианте основное преимущество введения состава А, содержащего, по меньшей мере, диспергирующее средство А, добавляемое к измельчаемому материалу, содержащее аминоспирт, в последнюю камеру, заключается в обеспечении псевдооживления измельченного состава С, что улучшает его последующую обрабатываемость, поскольку измельченный состав С является более текучим, облегчая поток состава, например, в бункер, или при загрузке или разгрузке грузовика. В общем, требуемая дозировка диспергирующего средства А, содержащего аминоспирт, для получения подходящей текучести измельченного состава С выше, чем дозировка, необходимая для эффективного измельчения гидравлического связующего. Следовательно, предпочтительно вводить диспергирующее средство А в последнюю камеру измельчителя, в том числе в варианте осуществления изобретения, в

котором диспергирующее средство А вводится на выпускном отверстии последней камеры, как правило, на разгрузочной решетке, которой оборудуется выпускное отверстие последней камеры.

Во втором альтернативном варианте способ после этапа b) включает:

с) разделение с помощью сепаратора измельченного состава С на мелкие частицы и отбракованные частицы сепаратора, при этом средний размер частиц, отбракованных из сепаратора, больше, чем у мелких частиц;

d) извлечение мелких частиц;

e) возврат отбракованных частиц сепаратора в первую камеру горизонтального измельчителя.

В этом втором альтернативном варианте способ включает этап с) разделения между составом С, измельченным на мелкие частицы, и отбракованными частицами сепаратора. Изобретатели показали, что:

разделение тем эффективнее, чем больше количество диспергирующего средства А или В, до тех пор, пока не будет достигнута предельная эффективность;

эффективность разделения зависит от используемого диспергирующего средства, добавляемого к измельчаемому материалу. Разделение более эффективно при использовании диспергирующего средства А, содержащего аминоспирт, чем при использовании диспергирующего средства, содержащего полиол.

Следовательно, введение диспергирующего средства А, содержащего аминоспирт, в последнюю камеру измельчителя позволяет лучше разжижать измельченный состав С во время разделения и делает разделение более эффективным.

Кроме того, введение состава А, содержащего по меньшей мере одно диспергирующее средство А, содержащее аминоспирт, в последнюю камеру также имеет преимущество, состоящее в псевдооживлении измельченного состава С и извлеченных мелких частиц, что улучшает его последующую обрабатываемость, поскольку мелкие частицы имеют больший поток текучей среды, например в бункере или во время погрузки или разгрузки грузовика. В общем, требуемое дозирование диспергирующего средства, добавляемого к измельчаемому материалу, содержащего аминоспирт, для получения приемлемой текучести извлеченных мелких частиц больше, чем требуемое для эффективного измельчения гидравлического связующего.

В этом втором альтернативном варианте этапы i) и ii), определенные выше, при их выполнении, предпочтительно, сопровождаются этапом iii) для возврата частиц, сгруппированных с измельченным составом С, обратно в сепаратор. Этапы i), ii) и iii) выполняются между этапами b) и c).

В этом втором альтернативном варианте мелкие частицы извлекаются на этапе e). Это смесь гидравлического связующего, измельченного до желаемого размера/удельной поверхности, который получается с помощью этого способа. Обычно, когда гидравлическим связующим является цемент, площадь удельной поверхности мелких частиц, измеренная способом Блейна, составляет порядка 3200-4500 см²/г.

Отбракованные частицы сепаратора содержат частицы, которые являются слишком большими для желаемого размера. Они возвращаются в первую измельчающую камеру для повторного измельчения. Следовательно, состав β, содержащийся в первой камере, содержит, даже состоит из гидравлического связующего, отбракованных частиц сепаратора и состава В (с учетом того, что отбракованные частицы содержат гидравлическое связующее, диспергирующее средство А, добавляемое к измельчаемому материалу, и диспергирующее средство В, добавляемое к измельчаемому материалу).

В общем, в этом втором альтернативном варианте способ измельчения представляет собой непрерывный процесс.

Вторым объектом изобретения является измельчающее устройство, предназначенное для реализации способа изобретения, содержащее

источник гидравлического связующего;

источник состава В, содержащий по меньшей мере одно диспергирующее средство В, добавляемое к измельчаемому материалу;

источник состава А, содержащий по меньшей мере одно диспергирующее средство А, добавляемое к измельчаемому материалу, содержащее аминоспирт;

горизонтальный измельчитель, содержащий несколько камер, включая первую камеру, имеющую по меньшей мере одно впускное отверстие, и последнюю камеру, имеющую выпускное отверстие, причем каждая камера отделена от соседней камеры диафрагмой,

отличающееся тем, что последняя камера оборудована впускным отверстием, соединенным с источником состава А.

Вышеописанные варианты осуществления изобретения применимы, в частности, для измельчителя.

Как правило, последняя камера проходит от диафрагмы, отделяющей последнюю камеру от соседней камеры, до разгрузочной решетки, которая позволяет выпускать из измельчителя измельченный состав С. Обычно впускное отверстие последней камеры, присоединенной к источнику состава А, позиционируется:

или у диафрагмы, отделяющей последнюю камеру от соседней камеры;

или в ограждении последней камеры в зоне, в общем более близкой к диафрагме, отделяющей последнюю камеру от соседней камеры, чем к выпускному отверстию из последней камеры;

или на выпускном отверстии из последней камеры, обычно на разгрузочной решетке, которым оборудовано выпускное отверстие из последней камеры.

Если измельчитель представляет собой шаровой измельчитель, выпускное отверстие последней камеры обычно оборудовано разгрузочной решеткой, выполненной с возможностью предотвращения выхода мелющих шаров из измельчителя.

Обычно измельчитель имеет только две камеры: первую камеру и последнюю камеру (которая в этом случае является второй камерой), разделенных диафрагмой.

Измельчитель обычно имеет такую конфигурацию, чтобы воздух мог циркулировать от впускного отверстия первой камеры в направлении к выпускному отверстию второй камеры. Измельчающее устройство содержит фильтр, соединенный с выпускным отверстием последней камеры и выполнено с возможностью фильтрации воздуха и извлечения наиболее летучих частиц измельчаемого гидравлического связующего.

В первом альтернативном варианте измельчающее устройство не имеет сепаратора. Этот первый альтернативный вариант измельчающего устройства позволяет реализовать первый альтернативный вариант способа, описанного выше.

В этом первом альтернативном варианте устройства фильтр, если таковой имеется, выполнен с возможностью фильтрации воздуха, для извлечения наиболее летучих частиц измельчаемого гидравлического связующего и их возврата в измельчаемый состав С.

В этом первом альтернативном варианте первая камера или оборудована одним впускным отверстием, присоединенным к источнику гидравлического связующего и к источнику состава В,

или оборудована двумя впускными отверстиями, причем первое впускное отверстие соединено с источником гидравлического связующего, а второе впускное отверстие - с источником состава В.

Во втором альтернативном варианте измельчающее устройство содержит сепаратор. Сепаратор обычно представляет собой динамический воздушный или циклонный сепаратор с вращающейся камерой, или статический фильтр-сепаратор, или их комбинацию. Выпускное отверстие последней камеры измельчителя обычно соединяется с впускным отверстием сепаратора, способного разделять частицы в соответствии с размером, и обеспечивается двумя выпускными отверстиями, при этом одно из выпускных отверстий соединено с впускным отверстием первой камеры горизонтального измельчителя. Этот второй альтернативный вариант измельчающего устройства позволяет реализовать второй альтернативный вариант вышеописанного способа. В этом случае измельчающее устройство содержит замкнутый контур, поскольку выпускное отверстие последней камеры измельчения соединено с впускным отверстием сепаратора, одно из выпускных отверстий которого соединено с первой камерой измельчителя.

В этом втором альтернативном варианте первая камера или оборудована одним впускным отверстием, соединенным с источником гидравлического связующего, с источником состава В и с выпускным отверстием сепаратора;

или оборудована двумя впускными отверстиями, причем первое впускное отверстие соединено с источником гидравлического связующего и источником состава В, а второе впускное отверстие соединено с выпускным отверстием сепаратора;

или оборудована тремя впускными отверстиями, первое впускное отверстие соединено с источником гидравлического связующего, второе впускное отверстие соединено с источником состава В, а третье впускное отверстие соединено с выпускным отверстием сепаратора.

В этом втором альтернативном варианте устройства фильтр, если он есть, позиционируется между последней камерой измельчителя и сепаратором. Фильтр выполнен с возможностью фильтрации воздуха, извлечения наиболее летучих частиц гидравлического связующего и их возврата в сепаратор.

Изобретение иллюстрируется во взаимосвязи со следующими примерами и прилагаемыми фигурами.

Фигуры

Фиг. 1 - блок-схема измельчающего устройства, согласно второму альтернативному варианту изобретения.

Фиг. 2 - блок-схема измельчающего устройства предшествующего уровня техники, и как оно используется в Примере 1, с указанием точек 1, 2, 3, 4, 5 и 6 отбора проб для Примера 1.

Фиг. 3 - пример кривой Тромпа. Процент отбракованных частиц сепаратора, возвращаемых в измельчитель, в зависимости от размера частиц в мкм.

Фиг. 4 - эффективность С сепаратора в зависимости от количества диспергирующего средства, добавляемого к измельчаемому материалу, вводимого в сепаратор, для каждого диспергирующего средства и каждой дозированной порции диспергирующего средства, измеренной в м² цемента. Значения, обозначенные на графиках, соответствуют начальным сухим дозированным порциям в ppm (частей на миллион) диспергирующего средства по отношению к весу цемента. Крестики соответствуют диспергирующему средству А, содержащему аминоспирт, а кружки - диспергирующему средству В, содержащему алкиленгликоль.

Фиг. 5 - наклон β "рыболовного крючка" (fish-hook) сепаратора в зависимости от количества дис-

пергирующего средства, добавляемого к измельчаемому материалу, вводимого в сепаратор для каждого диспергирующего средства и каждой дозированной порции диспергирующего средства, измеренной в м^2 цемента. Крестики соответствуют диспергирующему средству А, содержащему аминспирт, а кружки - диспергирующему средству В, содержащему алкиленгликоль. Значения, обозначенные на графиках, соответствуют начальным сухим дозированным порциям диспергирующего средства в миллионных долях (ppm) по отношению к весу цемента.

Фиг. 6 - дозировка диспергирующего средства (в сухих граммах), измеренная на м^2 цемента в камерах измельчителя и в различных точках устройства, где были взяты образцы. Крестики соответствуют диспергирующему средству А, содержащему аминспирт, а кружки - диспергирующему средству В, содержащему алкиленгликоль.

Фиг. 7 - соотношение между количеством диспергирующего средства (в сухих граммах), измеренного на тонну цемента на образцах, и удельной площадью поверхности цемента в $\text{см}^2/\text{г}$. Крестики соответствуют диспергирующему средству А, содержащему аминспирт, а кружки - диспергирующему средству В, содержащему алкиленгликоль.

Фиг. 8 - блок-схема измельчающего устройства согласно второму альтернативному варианту и положениям точек отбора проб в Примере 2.

На фиг. 1 иллюстрируется измельчающее устройство, согласно второму альтернативному варианту изобретения в случае, когда измельчающее устройство содержит фильтр. Горизонтальный измельчитель 11 содержит две камеры:

первую камеру 12, оборудованную первым впускным отверстием 13; и

вторую камеру (последняя камера) 14, оборудованную впускным отверстием 15 и выпускным отверстием 16,

первая камера 12 отделена от второй камеры 14 диафрагмой 17. Впускное отверстие 13 первой камеры 12 соединено с источником 18 гидравлического связующего, с источником 19 состава В и с выпускным отверстием 24 сепаратора 23. Впускное отверстие 15 второй камеры 14 соединено с источником 20 состава А. Измельчитель 11 сконфигурирован таким образом, что воздух может циркулировать от впускного отверстия 13 первой камеры в направлении к выпускному отверстию 16 второй камеры 14. Выпускное отверстие 16 второй камеры 14 соединено с

фильтром 21, выполненным с возможностью фильтрации воздуха и возврата отфильтрованных частиц к впускному отверстию 22 сепаратора 23; и

впускным отверстием 22 сепаратора 23, способным отделять частицы, в соответствии с размером частиц, и оборудованным двумя выпускными отверстиями; выпускное отверстие 24 соединено с впускным отверстием 13 первой камеры 12, и выпускным отверстием 25.

Точки 1, 2, 3, 4, 5 и 6 не соответствуют элементам устройства, но указывают различные точки, где берутся образцы, со ссылкой на следующие примеры.

Примеры

В следующих примерах диспергирующие средства А и В, добавляемые к измельчаемому материалу, подавались различными способами либо в первую камеру 12 через впускное отверстие 13, либо через разгрузочную решетку, которой оборудовано выпускное отверстие 16 второй камеры, либо в обе эти точки. Проведенные эксперименты доказывают распределение диспергирующего средства А, содержащего аминспирт, или диспергирующего средства В, содержащего алкиленгликоль, и их воздействие на размер частиц и поток цемента, а также расходы потока материала в способе, а также показывают преимущество введения диспергирующего средства А во вторую камеру 14 горизонтальной шлифовальной машины 11.

Пример 1.

Материалы.

Исследуемый цемент был типа CEM I 42.5R (94% клинкера; 5,5% гипса; 5,5% известняка).

Диспергирующие средства, добавляемые к измельчаемому материалу, были специально разработаны для исследования. Их составы приведены в табл. 1 ниже:

Таблица 1

Состав диспергирующих средств А и В, добавляемых к измельчаемому материалу, используемых в примере 1

	Соединения	Активный материал (%)
Диспергирующее средство А, содержащее аминспирт	Вода	
	Триэтаноламин	8.33
	Триизопропаноламин (разбавленный)	33.33
Диспергирующее средство В, содержащее алкиленгликоль	Вода	
	Диэтиленгликоль	22.70
	Глицерин (разбавленный)	12.09

Используемое измельчающее устройство такое же, как проиллюстрированное на фиг. 2.

Горизонтальный измельчитель 11 содержит две камеры, разделенные диафрагмой 17.

Для цемента без диспергирующих средств и для цементов, каждый из которых содержит диспергирующие средства в различных концентрациях, образцы были взяты в разных точках контура блок-схемы, показанной на фиг. 2, после достижения состояния равновесия, достигнутого на линии измельчения.

Кроме того, для цементов, содержащих диспергирующие средства, образцы отбирались через каждые 1,2 м в первой камере 12 горизонтального измельчителя 11 и через каждый метр во второй камере.

В этом первом примере диспергирующее средство, добавляемое к измельчаемому материалу, находящееся в жидкой форме, вводилась по каплям в загрузочную воронку гидравлического связующего. Смесь гидравлического связующего и диспергирующего средства подавалась на впускное отверстие 13 горизонтального измельчителя 11.

В табл. 2 ниже приведены различные проанализированные образцы.

Таблица 2

Образцы, взятые на линии измельчения - начальные дозировки

Испытание	Диспергирующее средство	Начальная дозировка (частей на миллион)	Сухая* дозировка (частей на миллион)	Ссылка на дозировку	Образцы, взятые в измельчителе	Образцы, взятые по контуру Пункты 2, 3, 4, 5, 6)
T3	Нет	0	0		X	X
(этал)						
T4	Диспергирующее средство А, содержащее аминспирт	250	104	D1		X
T5		350	146	D2		X
T6		450	187	D3	X	X
T7	Диспергирующее средство В, содержащее алкиленгликоль	300	104	D1		X
T8		400	139	D2		X
T9		500	174	D3	X	X

* Дозировка активного вещества без учета воды.

Испытание T3 без диспергирующего средства является эталонным для исследования. Здесь и далее различные начальные дозировки называются D1, D2 и D3.

Способы.

Смешивание.

Смеситель Kenwood Chef Elite KVC5305S использовался для смешивания цемента и сверхчистой воды с желаемым соотношением вода/цемент (далее "W/C"). 400 г цемента добавляли к сверхчистой воде, приготовленной в чаше миксера, следуя последовательности, указанной в табл. 3.

Таблица 3

Протокол смешивания

Время	Скорость (об/мин)	Действие
0'-30''	43	Присыпка порошка
30''-1'	96	Смешивание
1'-1'30	0	Зачистка кромок
1'30-2'30	96	Смешивание

Если в цементе было много крупных частиц, перемешивание производили вручную. Цемент добав-

ляли в сверхчистую воду на 30 с, после чего пасту перемешивали шпателем в течение 2 мин.

Исследование диспергирующих средств, добавляемых к измельчаемому материалу.

Исследование диспергирующих средств, добавляемых к измельчаемому материалу, проводилось путем промывки цемента и измерения концентрации углерода в цементном растворе.

Цемент был смешан с сверхчистой водой в соответствии с описанным выше протоколом смешивания, затем оставлен на 30 мин. После ручной гомогенизации раствор фильтровали через Büchner, а фильтрат собирали в трубку для гемолиза после фильтрации 0,2 мкм и подкисляли, чтобы преодолеть любое образование карбонатов. Эти растворы пропускали через анализатор общего органического углерода (далее "ТОС") для определения концентрации углерода.

Количество углерода в цементе без диспергирующего средства было вычтено из измерений, проведенных на цементах, содержащих диспергирующее средство.

Чтобы убедиться, что диспергирующее средство, добавляемое к измельчаемому материалу, не имеет изотермы адсорбции на твердой фазе в воде, измерения были проведены с двумя соотношениями вода/цемент W/C: 0,4 и 0,6, на образцах мелких частиц, взятых на выпускном отверстии 25 из сепаратора W/C (испытания Т3, Т6, Т9, точка (6) на контуре измельчения). В отсутствие изотермы адсорбции соотношение углерода в растворе/цементе не зависит от начального отношения W/C, и исследуется всё диспергирующее средство, добавляемое к измельчаемому материалу.

Измерение общего органического углерода (ТОС) проводили на подкисленных фильтратах с использованием анализатора SHIMADZU TOC-VCPN. ТОС рассчитывали по разнице между количеством общего углерода (полученным с помощью карбонизации раствора и измерением количества выделяемого CO₂ в инфракрасном диапазоне) и количеством неорганического углерода (полученным путем подкисления раствора до pH <1 и высвобождения растворенного CO₂ с помощью барботирования синтетическим воздухом). Калибровочная кривая для каждого из диспергирующих средств позволяла определять их концентрацию в цементных растворах. Она выражена в г/л.

Полученные результаты.

Количества диспергирующих средств выражаются в частях на миллион (г сухой массы диспергирующего средства на тонну цемента) или в г/м² (г сухой массы диспергирующего средства на квадратный метр площади поверхности цемента).

Калибровка ТОС.

Калибровочные кривые, полученные для диспергирующего средства А, содержащего аминспирт, и для диспергирующего средства В, содержащего алкиленгликоль, показали коэффициент корреляции, равный 1, и поэтому их можно было использовать для расчета количества диспергирующего агента из количества ТОС, измеренного в образцах.

Концентрация диспергирующего средства А (C_A), содержащего аминспирт, поэтому была рассчитана на основе значения ТОС в соответствии с выражением

$$C_A = 0,0019 \cdot \text{ТОС} + 0,0115$$

Концентрация диспергирующего средства В (C_B), содержащего алкиленгликоль, поэтому была рассчитана на основе значения ТОС в соответствии с

$$C_B = 0,0026 \cdot \text{ТОС} + 0,0111$$

Проверка промывки цемента.

Чтобы гарантировать отсутствие изотермы адсорбции диспергирующих средств на цементе, измерения ТОС были проведены с двумя отношениями W/C: 0,4 и 0,6, для испытаний Т6 и Т9, в точках (6), и результаты были следующими:

Таблица 4

Эффективность промывки цемента - значение ТОС в зависимости от соотношения W/C

Испытание	Значение ТОС при W/C 0,4 (частей на миллион)	Значение ТОС при W/C 0,6 (частей на миллион)
Т6 (6)	149	146
Т9 (6)	132	137

Результаты показывают, что значения ТОС существенно не зависят от соотношения W/C. Диспергирующие средства, добавляемые к измельчаемому материалу, не адсорбируются на поверхности частиц цемента, поэтому промывка является эффективной для определения количества диспергирующих средств в различных образцах.

Для экспериментов, описанных ниже, цементы были проанализированы с отношением W/C 0,4, чтобы получить более высокую концентрацию углерода в растворе.

ТОС на образцах, не содержащих диспергирующего средства - испытание Т3.

ТОС измеряли в точках (2), (3), (4), (5) и (6) на линии измельчения и внутри горизонтального измельчителя 11 на образцах, измельченных без диспергирующего средства, добавляемого к измельчаемому материалу (ссылка). Значения ТОС, относящиеся к весу цемента, приведены в табл. 5-7.

Таблица 5

Значения ТОС для различных образцов, взятых вне измельчителя

Точка на линии измельчения	ТОС (частей на миллион для цемента)
(2) Излишки измельчителя	2.8
(3) Фильтр	4.6
(4) Подача сепаратора	3
(5) Отбракованные частицы сепаратора, возвращаемые в измельчитель	2.4
(6) Мелкие частицы, выходящие из сепаратора	3.5

Таблица 6

ТОС внутри измельчителя, 1-я камера

Расстояние от впускного отверстия (м)	ТОС (частей на миллион для цемента)
0	1.3
1.2	4.2
2.4	2.1
3.6	1.9

Таблица 7

ТОС внутри измельчителя, 2-я камера

Расстояние от диафрагмы 17 (м)	ТОС (частей на миллион для цемента)
0	2.2
1	3.1
2	2.5
3	2.8
4	5.0
5	2.5
5.9	3.1

Цемент образцов в испытаниях, проведенных без диспергирующего средства, добавляемого к измельчаемому материалу, содержал менее 5 частей на миллион ТОС вдоль линии измельчения.

В соответствующих образцах, содержащих диспергирующее средство, в экспериментах, описанных ниже, это количество было вычтено для того, чтобы учесть только диспергирующее средство, добавляемое к измельчаемому материалу.

ТОС на образцах, измельченных с помощью диспергирующих средств.

Результаты выражаются в сухой дозировке диспергирующего средства на тонну цемента или частей на миллион.

Влияние начальной дозировки.

Каждое диспергирующее средство подавали в трех начальных дозировках D1, D2 или D3 (табл. 2). Количества диспергирующего средства, измеренные в различных образцах цемента, приведены в табл. 8 ниже.

Таблица 8

Активный материал по массе цемента для каждого из образцов

		Первоначальная дозировка диспергирующего средства А, содержащего аминспирт			Первоначальная дозировка диспергирующего средства В, содержащего алкиленгликоль		
		D1	D2	D3	D1	D2	D3
Активный материал по массе цемента (г/т, ВВОС)	(2) Излишек измельчителя	65	80	97	61	64	84
	(3) Фильтр	134	108	150	97	92	120
	(4) Подача сепаратора	72	86	107	52	63	85
	(5) Отбракованные частицы сепаратора, возвращаемые в измельчитель	33	35	44	32	37	40

	(6) Мелкие частицы, выходящие из сепаратора	92	108	142	93	99	123
--	---	----	-----	-----	----	----	-----

Было замечено, что:

количество диспергирующего средства в цементе в различных точках вдоль линии измельчения увеличивается с начальной дозировки, за исключением фильтра 21, в котором дозировка, измеренная для дозировки D1, выше, чем дозировка, измеренная для дозировки D2, независимо от диспергирующего средства.

В фильтре 21 для диспергирующего средства А, содержащего аминоспирт в дозировке D1, количество диспергирующего средства, измеренное в цементе, превышает начальную дозировку. Авторы изобретения предполагают, что этот избыток может быть связан с количеством диспергирующего средства на поверхности отбракованных частиц сепаратора, повторно вводимых в линию измельчения, или с адсорбцией диспергирующего средства в суспензии в контуре.

Дозировка измельчающего агента на крупные частицы (отбракованные частицы сепаратора, возвращаемые в горизонтальный измельчитель 11) ниже, чем на частицы небольшого размера (мелкие частицы, выходящие из сепаратора). Более конкретно, изобретатели наблюдали, что для обоих диспергирующих средств, добавляемых к измельчаемому материалу, количество активного материала диспергирующих средств, измеренное в различных образцах, коррелирует с удельной площадью поверхности частиц цемента согласно следующему уравнению:

количество активного материала (г/т) = $0,0329 * (\text{удельная площадь поверхности цемента (см}^2/\text{г)}) - 1,637$
с коэффициентом корреляции R^2 от 0,9528.

Таким образом, измеренные количества диспергирующего средства были связаны с удельной площадью поверхности частиц и приведены в табл. 9 ниже.

Таблица 9

Активный материал на м ² цемента для каждого из образцов							
		Первоначальная дозировка диспергирующего средства А, содержащего аминоспирт			Первоначальная дозировка диспергирующего средства А, содержащего алкиленгликоль		
		D1	D2	D3	D1	D2	D3
Активный материал (г) на м ² цемента	(2) Излишки измельчителя	2.0	2.5	3.2	2.1	2.5	3.0
	(3) Фильтр	2.5	2.4	3.1	2.4	2.3	2.9
	(4) Подача сепаратора	2.1	2.5	3.3	1.7	2.0	2.9
	(5) Отбракованные частицы сепаратора, возвращаемые в измельчитель	1.9	2.3	3.0	1.8	2.2	2.7
	(6) Мелкие частицы, выходящие из сепаратора	2.3	2.7	3.6	2.4	2.6	3.3

Выраженная в г на м² цемента разница между количествами диспергирующего средства в разных точках контура уменьшается для одной и той же начальной дозировки: удельная площадь поверхности частиц цемента и, следовательно, размер этих частиц определяет взаимодействие между диспергирующими средствами и цементом.

Эффективность сепаратора - рыболовный крючок (B) и байпасное дополнение (C).

Кривая Тромпа описывает эффективность сепаратора. Она рассчитывается для каждого класса по размеру частиц, как соотношение между потоком отбракованных частиц сепаратора (возвращаемых в горизонтальный измельчитель 11) и потоком, подаваемым в сепаратор. В случае идеальной эффективности сепаратора процент отбракованных частиц будет равен нулю до тех пор, пока не будет достигнут максимально допустимый размер частиц, в этом случае она равна 100%. В реальных случаях кривая Тромпа для сепаратора имеет форму, показанную на фиг. 3.

Байпас свидетельствует о том, что для каждого класса размера частиц существует фракция частиц, которая всегда повторно вводится в горизонтальный измельчитель 11. Эффективность сепаратора описывается следующим образом:

$$C = 1 - \text{байпас}$$

сепаратор тем эффективнее, чем выше значение C.

"Рыболовный крючок" (fish hook) - это та часть кривой, на которой размер частиц меньше, чем размер, соответствующий байпасу, и свидетельствует об утечке мелких частиц в сторону горизонтального

измельчителя 11. Чем более пологий наклон (β), тем меньше количество возвращаемых мелких частиц к горизонтальному измельчителю 11, и тем выше эффективность сепаратора.

Результаты, представленные на фиг. 4 и 5, показывают, что эффективность сепаратора зависит от используемого диспергирующего средства:

С всегда выше, а β ниже при использовании диспергирующего средства А, содержащего аминспирт;

β демонстрирует немонотонное изменение при начальной дозировке диспергирующего средства В, содержащего алкиленгликоль, и уменьшается монотонно, когда начальная дозировка диспергирующего средства А, содержащего аминспирт, увеличивается;

предельная эффективность сепаратора достигается при и после промежуточной дозировки диспергирующего средства А, содержащего аминспирт (С больше не изменяется, β стабилизируется).

Внутри измельчителя - испытания Т6 и Т9.

Образцы отбирали через каждые 1,2 м в первой камере 12 и через каждый метр во второй. Дозировки диспергирующего средства на 1 м² цемента приведены на фиг. 6.

Для диспергирующего средства В, содержащего алкиленгликоль, количество немного уменьшается в первой камере 12, а затем падает и стабилизируется во второй камере 14. Для диспергирующего средства А, содержащего аминспирт, это количество увеличивается в первой камере 12 и стабилизируется во второй камере 14.

В первой камере 12 горизонтального измельчителя 11 количество диспергирующего средства по массе цемента не изменяется линейно с удельной площадью поверхности цемента. Это соотношение становится верным, начиная со второй камеры, как проиллюстрировано на фиг. 7.

Внутри горизонтального измельчителя 11 два диспергирующих средства, добавляемых к измельчаемому материалу, различаются, в первой камере 12 диспергирующее средство В, содержащее алкиленгликоль, содержится в большем количестве на единицу площади поверхности, чем диспергирующее средство А, содержащее аминспирт. Количество диспергирующего средства на единицу площади поверхности цемента стабилизируется во второй камере горизонтального измельчителя 11, и разница между двумя диспергирующими средствами уменьшается.

Пример 2.

Материалы.

Исследуемый цемент был марки СЕМ I 42.5R (94% клинкера; 5,5% гипса; 5,5% известняка).

Диспергирующие средства, добавляемые к измельчаемому материалу, были специально составлены для Примера 2. Их составы приведены в табл. 10 ниже. Диспергирующее средство В1 относится к тому же типу, что и диспергирующее средство А. Диспергирующее средство В2 отличается от них.

Таблица 10

Состав диспергирующих средств А, В1 и В2, используемых в Примере 2

	Соединения	Активный материал (%)
Диспергирующее средство А, содержащее аминспирт	Вода	
	Триэтанолламин	8.33
	Триизопропанолламин (разбавленный)	33.33
Диспергирующее средство В1, содержащее аминспирт	Вода	
	Триэтанолламин	8.33
	Триизопропанолламин (разбавленный)	33.33
Диспергирующее средство В2, содержащее алкиленгликоль	Вода	
	Диэтиленгликоль	22.70
	Глицерин (разбавленный)	12.09

Используемое измельчающее устройство было таким, как показано на фиг. 8. Фиг. 8 идентична фиг. 1, за исключением того, что

точки отбора образцов с 2 по 6 показаны на фиг. 8;

впускное отверстие 15 второй камеры 14, которое присоединено к источнику 20 состава А, позиционируется у разгрузочной решетки, снабжающей выпускное отверстие 16 второй камеры. Следовательно, впускное отверстие 15 и выпускное отверстие 16 находятся в одном и том же положении.

Используемый горизонтальный измельчитель 11 содержит две камеры, разделенные диафрагмой 17.

В этом втором примере показано преимущество введения диспергирующих средств, добавляемых к измельчаемому материалу, в каждую из двух камер.

Были протестированы разные случаи:

или диспергирующее средство не вводилась (эталонное испытание Т1);

или диспергирующее средство В1 было введено во впускное отверстие 13 первой камеры, при этом диспергирующее средство не было введено во вторую камеру (сравнительные испытания Т2, Т3 и Т4);

или в первую камеру не было введено диспергирующее средство, а диспергирующее средство А было введено на разгрузочную решетку, с оборудованным выпускным отверстием 16 второй камеры (сравнительные испытания - Т5 и Т6);

или диспергирующее средство В2 вводилась через впускное отверстие 13 первой камеры, при этом диспергирующее средство не вводилась во вторую камеру (сравнительное испытание - Т8);

или диспергирующее средство В вводилась через впускное отверстие 13 первой камеры, а диспергирующее средство А вводилась на разгрузочную решетку, с оборудованным выпускным отверстием 16 второй камеры, через трубку для впрыскивания на оси разгрузочной решетки (изобретение - испытания Т7, Т9 и Т10) с двумя отдельными случаями:

или диспергирующее средство В является средством В1 (таким же, как диспергирующее средство А), и поэтому диспергирующие средства, вводимые в первую и вторую камеры, имеют одинаковый тип (испытания Т7),

или диспергирующее средство В является средством В2 (отличается от диспергирующего средства А), а диспергирующие средства, вводимые в первую и вторую камеры, относятся к разным типам (испытания Т9 и Т10).

Образцы отбирали в различных точках 2, 3, 4, 5 и 6 контура блок-схемы, проиллюстрированного на фиг. 8, после достижения состояния равновесия, достигнутого на линии измельчения.

В табл. 11 приведены все проведенные испытания, начальные дозировки и точки введения.

Таблица 11

Испытание	1-я камера		2-я камера	Образцы, взятые в измельчителе	Образцы, взятые в точках 2, 3, 4, 5, 6
	Дозировка вспомогательного средства В1 (частей на миллион)	Дозировка вспомогательного средства В2 (частей на миллион)	Дозировка вспомогательного средства В2 (частей на миллион)		
Т1 (эталонное)	0	0	0	X	X
Т2 (сравн.)	250	0	0		X
Т3 (сравн.)	350	0	0		X
Т4 (сравн.)	450	0	0	X	X
Т5 (сравн.)	0	0	262		X
Т6 (сравн.)	0	0	350		X
Т7 (изобрет)	250	0	138		X
Т8 (сравн.)	0	300	0		X
Т9 (изобрет)	0	300	113		X
Т10 (изобрет)	0	300	199	X	X

Различные потоки регистрировались в точках отбора образцов контура блок-схемы, и процентная циркуляционная нагрузка была рассчитана как соотношение между потоком свежего материала, поступающего в контур блок-схемы (здесь 48 т/ч во всех испытаниях), и потоком материала, возвращаемого сепаратором из выпускного отверстия 24. Этот процент измеряет степень насыщения процесса материалом, т.е. его относительную загрузженность, и напрямую влияет на эффективность. Поэтому следует стремиться уменьшить этот процент, чтобы можно было увеличить расход потока способа.

Анализ размера частиц на образцах также позволил измерить тонкость цемента, полученного на выпускном отверстии через отбракованные частицы на сите 45 мкм. Чем меньше отбракованные частицы, тем мельче цемент.

Значения байпаса сепаратора также были измерены во время испытаний. Чем выше значение параметра С, тем лучше качество фильтрации на сепараторе.

Также измеряли расход потока на фильтре. Фильтр 21 легко насыщается, поскольку он заряжается мелкими частицами. Поэтому предпочтительно иметь низкий расход потока на фильтре 21.

Все измерения сгруппированы в табл. 12.

Таблица 12

Испытание	Процент циркуляционной нагрузки	C = 1-Bypass	Отбракованные частицы на 45 мкм	Расход потока на фильтре 21 (тонн/ч)
T1 (эталонное)	44.56%	94%	5.0	19.73
T2 (сравн)	86.67%	90%	4.2	8.28
T3 (сравн)	136.96%	83%	2.8	13.53
T4 (сравн)	244.75%	73%	1.0	7.25
T5 (сравн)	97.02%	89%	3.2	13.38
T6 (сравн)	114.58%	87%	2.0	13.74
T7 (изобрет)	98.83%	89%	2.0	3.53
T8 (сравн)	68.04%	91%	3.4	16.86
T9 (изобрет)	77.96%	90%	4.0	8.61
T10 (изобрет)	71.79%	91%	2.8	11.00

Введение диспергирующего средства В1, добавляемого к измельчаемому материалу, в первую камеру без какого-либо введения диспергирующего средства во вторую камеру (испытания Т2-Т4) позволяет получить мелкодисперсный цемент (меньше отбракованных частиц, чем для эталонного испытания Т1), но приводит к сильному увеличению циркуляционной нагрузки и сильному ухудшению качества фильтрации на сепараторе, как показывает параметр С.

Введение диспергирующего средства А, добавляемого к измельчаемому материалу, во вторую камеру:

без введения в первую камеру (испытания Т5 и Т6),

или с введением диспергирующего средства В1, добавляемого к измельчаемому материалу, в первую камеру (испытание Т7),

позволяет упростить способ с более низкими циркуляционными нагрузками и лучшими коэффициентами С разделения, чем те, которые были получены в испытаниях Т2-Т4.

Введение диспергирующего средства В2, добавляемого к измельчаемому материалу, в первую камеру (испытание Т8) позволяет снизить циркуляционную нагрузку и обеспечить хорошее качество фильтрации в сепараторе. Тем не менее, расход потока на фильтре 21 самый высокий. Испытание Т8 подвергает этот фильтр большей нагрузке, чем испытания Т9 и Т10, а это означает, что последний предлагает лучший компромисс.

Наиболее эффективная комбинация - это введение диспергирующего средства В2 в первую камеру и диспергирующего средства А во вторую камеру (испытания Т9 и Т10), для которых достигаются самые низкие циркуляционные нагрузки, самые высокие коэффициенты С разделения и цементы приемлемой степени дисперсности. Циркуляционные нагрузки и расход потока на фильтре выпускного отверстия измельчителя, измеренные в испытаниях Т9 и Т10, позволяют увеличить расход потока подаваемых материалов, следовательно, общую производительность способа без риска насыщения этого способа.

Заключение

Эти результаты показывают, что

количество диспергирующего средства, добавляемого к измельчаемому материалу, находящегося на частицах цемента, в основном определяется удельной площадью поверхности частиц цемента, как только они покидают первую камеру 12 горизонтального измельчителя 11;

чем больше увеличивается начальная дозировка диспергирующего средства, добавляемого к измельчаемому материалу, тем больше увеличивается количество диспергирующего средства вдоль линии измельчения. Однако для диспергирующего средства А, добавляемого к измельчаемому материалу, содержащего аминспирт, в промежуточной дозировке D2 имеется большее количество диспергирующего средства, чем первоначально добавлено. Это различие может быть связано с тем фактом, что фильтр 21 отбирает частицы наименьшего размера, для которых концентрация диспергирующего средства является наибольшей, дополнительно к эффекту развитой площади.

Потеря диспергирующего средства, добавляемого к измельчаемому материалу, вдоль линии измельчения увеличивается с начальной дозировкой, что может быть результатом адсорбции газ-твердое вещество при динамическом равновесии в горизонтальной измельчителе 11. Чтобы ограничить эту потерю, следует использовать более низкие дозировки, но диспергирующее средство в этом случае не позволит оптимизировать параметры горизонтального измельчителя 11 для достижения желаемой степени дисперсности.

Внутри горизонтального измельчителя 11 два диспергирующих средства, добавляемых к измельчаемому материалу, различаются по своей концентрации в первой камере 12, при этом диспергирующее средство В, добавляемое к измельчаемому материалу, содержащее алкиленгликоль, является наиболее концентрированным.

В сепараторе диспергирующее средство А, добавляемое к измельчаемому материалу, содержащее аминспирт, оказывает более благоприятный эффект на наклон (β) в виде рыболовного крючка и на бай-

пасное дополнение (С), чем диспергирующее средство В, добавляемое к измельчаемому материалу, содержащее алкиленгликоль. Промежуточная дозировка D2 диспергирующего средства А, содержащего аминспирт, уже позволяет достичь плато эффективности в сепараторе, в отличие от диспергирующего средства В, содержащего алкиленгликоль.

Введение диспергирующего средства А, добавляемого к измельчаемому материалу, во вторую камеру и диспергирующего средства В2, добавляемого к измельчаемому материалу, в первую камеру позволило получить наилучший компромисс между эффективностью сепаратора, циркуляционной нагрузкой, степенью дисперсности цемента и расходом потока на фильтре по сравнению с

введением диспергирующего средства В1 в первую камеру без подачи диспергирующего средства во вторую камеру;

введением диспергирующего средства В1 в первую камеру и диспергирующего средства В2 во вторую камеру.

Эти результаты показывают преимущество введения двух диспергирующих средств, добавляемых к измельчаемому материалу, в разные точки вдоль линии измельчения: диспергирующего средства В2 на выпускном отверстии 13 горизонтального измельчителя 11, чтобы позволить обеспечить достаточно длительное время пребывания цемента в горизонтальном измельчителе 11 без слишком быстрого удаления мелких частиц, и диспергирующего средства А, содержащего аминспирт, во вторую камеру 14 горизонтального измельчителя 11 для лучшего псевдоожижения порошка в линии сепаратора.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ измельчения гидравлического связующего, содержащий:

а) введение

гидравлического связующего,

состава В, содержащего по меньшей мере одно диспергирующее средство В, добавляемое к измельчаемому материалу,

в первую камеру (12) горизонтального измельчителя (11), содержащего несколько камер (12, 14), включая первую камеру (12) и последнюю камеру (14), причем каждая камера (12) отделена от соседней камеры (14) диафрагмой (17),

посредством чего в первой камере (12) получают состав β , содержащий гидравлическое связующее и состав В,

б) измельчение состава β в горизонтальном измельчителе (11), при этом состав β перемещают из первой камеры (12) в последнюю камеру (14) и получают измельченный состав С на выпускном отверстии из последней камеры (14),

отличающийся тем, что на этапе измельчения он включает введение в последнюю камеру (14) состава А, содержащего по меньшей мере одно диспергирующее средство А, добавляемое к измельчаемому материалу, содержащее аминспирт, при этом состав А отличается от состава β .

2. Способ измельчения гидравлического связующего по п.1, содержащий после этапа б):

с) разделение с помощью сепаратора (23) измельченного состава С на мелкие частицы и отбракованные частицы сепаратора, где средний размер частиц отбракованных из сепаратора частиц больше, чем у частиц мелких фракций;

д) извлечение мелких частиц;

е) возврат отбракованных частиц сепаратора в первую камеру (12) горизонтального измельчителя (11).

3. Способ измельчения гидравлического связующего по п.1 или 2, в котором горизонтальный измельчитель (11) имеет только две камеры (12, 14).

4. Способ измельчения гидравлического связующего по любому из пп.1-3, в котором гидравлическое связующее представляет собой цемент, необязательно содержащий минеральные добавки.

5. Способ измельчения гидравлического связующего по любому из пп.1-4, в котором диспергирующее средство В, добавляемое к измельчаемому материалу, содержит полиол, предпочтительно выбранный из следующих:

диол, такой как алкиленгликоль, предпочтительно имеющий 1-20 атомов углерода, в частности 1-10 атомов углерода, причем алкиленовая группа, возможно, несущая метил, обычно выбрана из 2-метил-1,3-пропандиола, моноэтиленгликоля, диэтиленгликоля, триэтиленгликоля, тетраэтиленгликоля, пропиленгликоля и их смесей,

триол, предпочтительно глицерин, и

тетраол, предпочтительно эритритол, или их смесь,

предпочтительно диспергирующее средство В, добавляемое к измельчаемому материалу, содержит алкиленгликоль, предпочтительно содержащий 1-20 атомов углерода, или их смесь, и необязательно глицерин.

6. Способ измельчения гидравлического связующего по любому из пп.1-5, в котором диспергирующее средство В, добавляемое к измельчаемому материалу, содержит

аминоспирт или одну из его солей, причем указанный аминспирт, в частности, содержит от 2 до 8 атомов углерода, в частности 4-6 атомов углерода, и/или 1, 2 или 3 спиртовые группы, аминспирт предпочтительно представляет собой N-метилдиэтанолламин (MDEA), диизопропанолламин (DIPA), триизопропанолламин (TIPA), триэтанолламин (TEA), этанолдиизопропанолламин (EDIPA), диэтанолдиизопропанолламин (DEIPA) или их смесь, и

необязательно, карбоновую кислоту или ее соль, выбранную, например, из уксусной кислоты или одной из ее солей, муравьиной кислоты или одной из ее солей, или их смеси.

7. Способ измельчения гидравлического связующего по любому из пп.1-6, в котором аминспирт диспергирующего средства А, добавляемого к измельчаемому материалу, содержит

от 2 до 8 атомов углерода, в частности 4-6 атомов углерода, и/или 1, 2 или 3 спиртовые группы, аминспирт предпочтительно представляет собой N-метилдиэтанолламин (MDEA), диизопропанолламин (DIPA), триизопропанолламин (TIPA), триэтанолламин (TEA), этанолдиизопропанолламин (EDIPA), диэтанолдиизопропанолламин (DEIPA), или их смесь.

8. Способ измельчения гидравлического связующего по любому из пп.1-7, в котором состав А вводят в последнюю камеру;

или у диафрагмы, отделяющей последнюю камеру от соседней камеры,

или в ограждение последней камеры в зоне, предпочтительно расположенной ближе к диафрагме, отделяющей последнюю камеру от соседней камеры, чем к выпускному отверстию последней камеры,

или на выпускном отверстии из последней камеры, предпочтительно на разгрузочной решетке, которая оборудована на выпускном отверстии из последней камеры.

9. Измельчающее устройство, предназначенное для осуществления способа по любому из пп.1-8, содержащее

источник (18) гидравлического связующего,

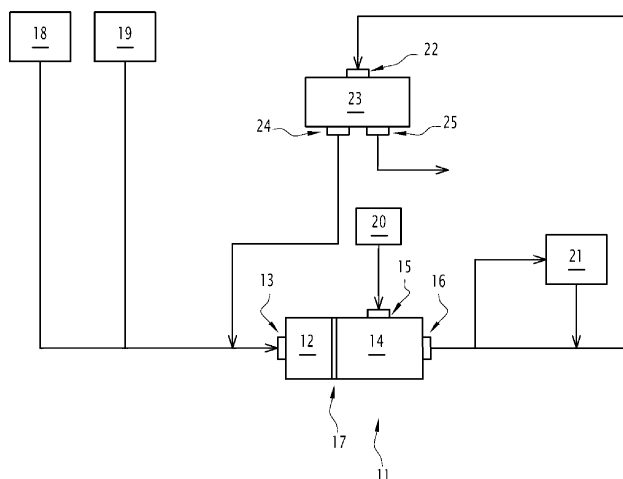
источник (19) состава В, содержащего по меньшей мере одно диспергирующее средство В, добавляемое к измельчаемому материалу,

источник (20) состава А, содержащего по меньшей мере одно диспергирующее средство А, добавляемое к измельчаемому материалу, содержащее аминспирт,

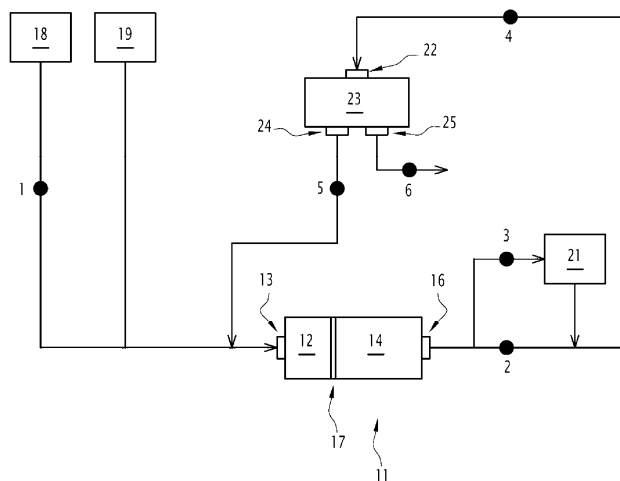
горизонтальный измельчитель (11), содержащий несколько камер (12,14), включая первую камеру (12), оборудованную по меньшей мере одним впускным отверстием (13), и последнюю камеру (14), оборудованную выпускным отверстием (16), при этом каждая камера (12) отделена от соседней камеры (14) диафрагмой (17),

отличающееся тем, что последняя камера (14) оборудована впускным отверстием (15), соединенным с источником (20) состава А.

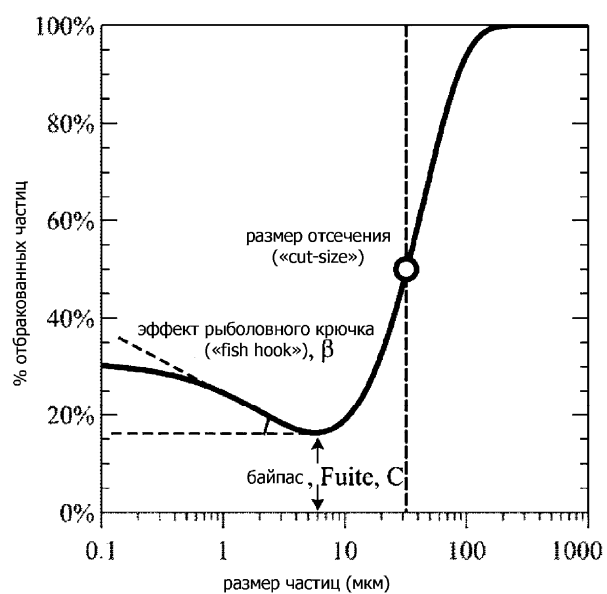
10. Измельчающее устройство по п.9, в котором выпускное отверстие (16) последней камеры (14) соединено с впускным отверстием (22) сепаратора (23), способного отделять частицы в соответствии с их размером и оборудованного двумя выпускными отверстиями (24, 25), причем одно из выпускных отверстий (24) соединено с впускным отверстием (13) первой камеры (12) горизонтального измельчителя (11).



Фиг. 1



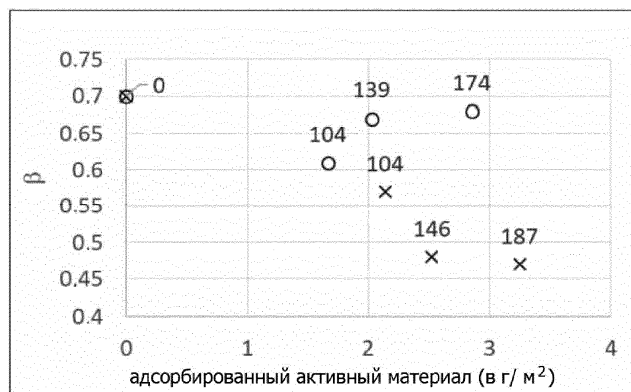
Фиг. 2



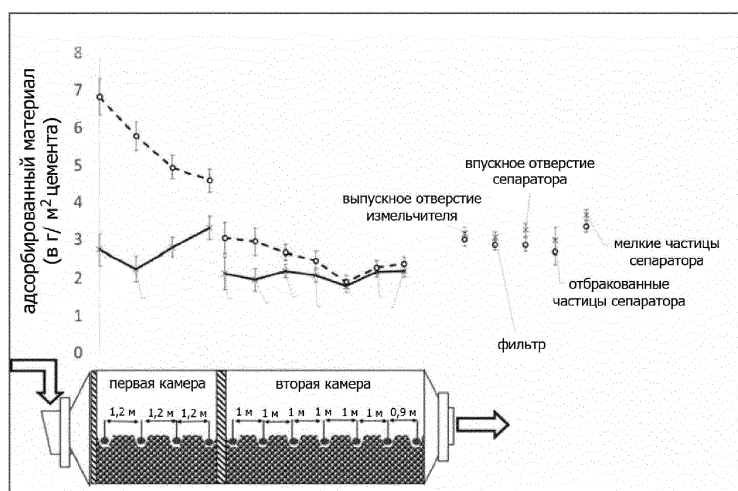
Фиг. 3



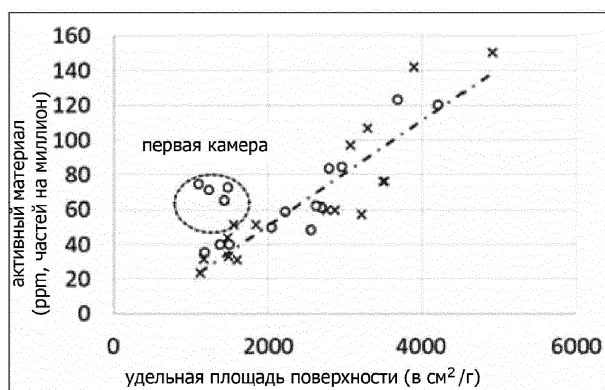
Фиг. 4



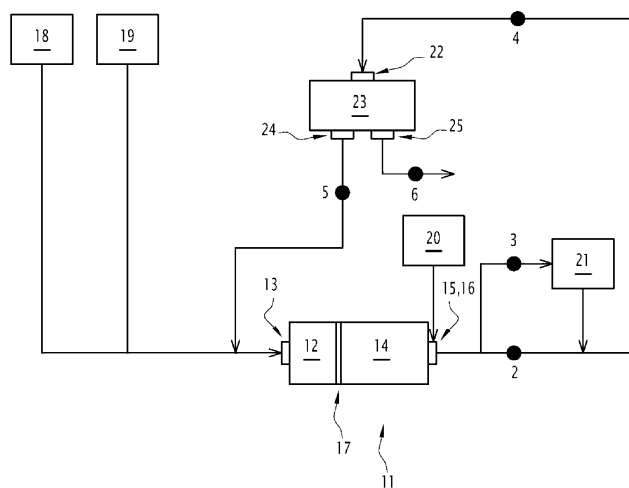
Фиг. 5



Фиг. 6



Фиг. 7



Фиг. 8



Евразийская патентная организация, ЕАПВ

Россия, 109012, Москва, Малый Черкасский пер., 2