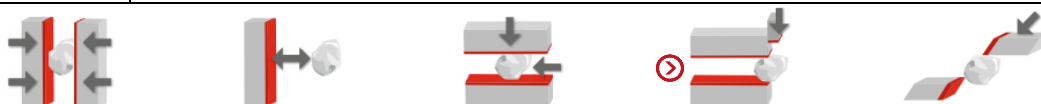


# 实验报告


实验编号:

日期: 2017-11-30

样品名称:	未知	所属领域:	未知
原始尺寸:	1cm	期望细度:	100 $\mu$ m
样品量:	200g	后续分析:	筛析
其他要求:	<100 $\mu$ m 样品的回收率可以>50%，研磨过程中升温不使样品性质发生变化		



## 解决方案:

所选机型:	可变速高速旋转粉碎机 Pulverisette 14 加强型	
配置:	12 棱不锈钢转子+冲击环+ 0.2mm 梯形孔径的冲击环专用筛圈	
转速:	10000rpm, 18000rpm	
研磨时间:	3min, 6min	
最终细度:	<200 $\mu$ m	

- 1、每个设备做 4 个试验，试验条件如下：样品量/次：约 50g；筛网用 0.2。
- 2、实验条件依照客户要求如下设置：

研磨机	转速 (rpm)	手动进样时间(min)
加强型研磨机	10000	3
	18000	3
	10000	6
	18000	6

## 实验说明:

- 3、10000rpm 转速下，两种进样速度条件都会使样品发生一定程度的焦糊，研磨过程中可以闻到明显气味，18000rpm 转速下样品的状态相对维持原貌
- 4、研磨过程中样品温度上升比较快，判断是由于样品硬度非常高，当转速水平相对较低时，极易由于摩擦及冲击力产生大量热量，转速越低，热量升高越大。10000rpm 转速时研磨腔室内的系统温度最高达到 44℃，但转刀及筛圈部分的顺时局部温度一定比该温度更高。
- 5、进料速度和进料尺寸对研磨过程中温度的影响：进料尺寸稍大的样品研磨过程中发热比较厉害，进料速度过快会导致部分样品过热，使得出料样品颜色不均。

### 实验一：转速 10000rpm，进料速度 快

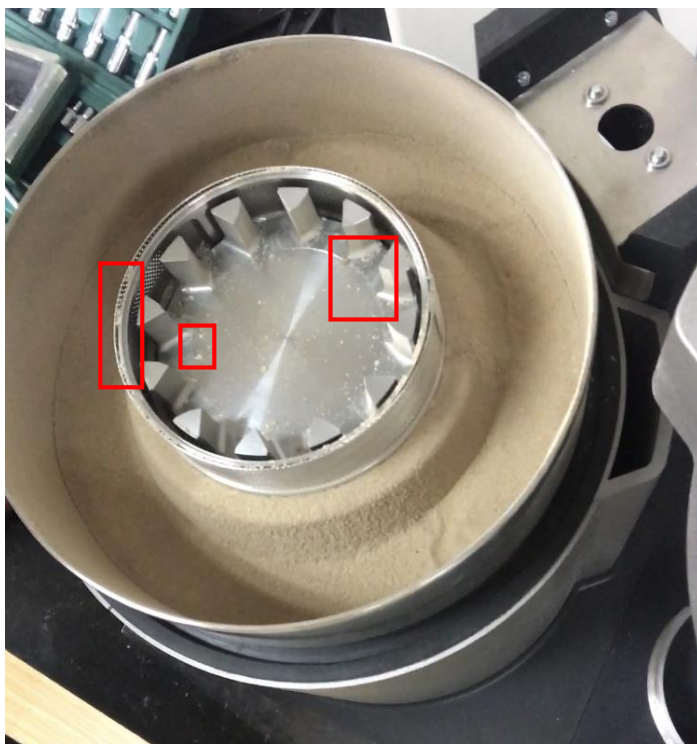
处理样品量： 32g<sup>\*1</sup>  
设置研磨时间： 190s<sup>\*2</sup>  
研磨前系统温度： 19℃  
研磨后系统温度： 44℃  
物料性质： 研磨几秒便闻到焦糊气味，样品颜色变成棕色，性质改变  
回收率： 94%（回收 30g）

#### 样品损耗来源：

- 转刀与筛圈顶部发热较严重部分卡住一些焦掉的约 1mm 左右的颗粒<sup>\*3</sup>
- 筛圈缝隙中少许的残留粉末
- 收集盘顶盖上附着的粉末<sup>\*4</sup>

<sup>\*1</sup> 由于研磨过程中放热明显，加料至 32g 时温度过高便停止加料了

<sup>\*2</sup> 除去等待样机转速达到稳定值的几秒及转速降低至停机的几秒，比 3min 时间限制多设置 10s



<sup>\*3</sup>

<sup>\*4</sup> 顶盖上的样品由于没有经过筛网，无法确定其粒径，所以取样时将其舍弃

## 实验二：转速 10000rpm，进料速度 50g/6min

处理样品量： 50g

设置研磨时间： 370s

研磨前系统温度： 21℃

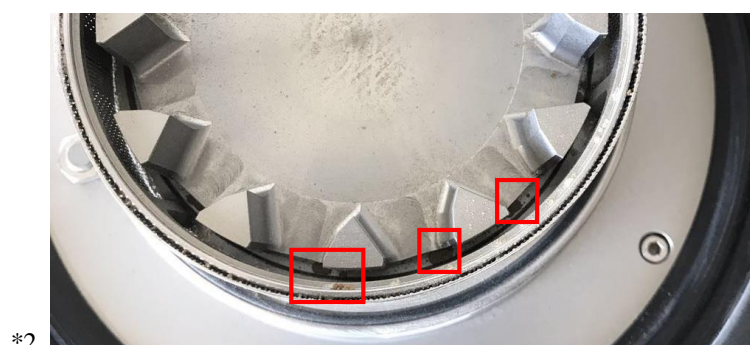
研磨后系统温度： 41℃

物料性质： 研磨过程中偶尔会闻到焦糊气味，样品部分改变颜色（研磨腔室内样品颜色有分层<sup>\*1</sup>，和加料速度有关，偶尔加快了就会出现深色粉末层），部分性质改变。

回收率： 98%（回收 49g）

样品损耗来源：

- 收集盘顶盖上附着的粉末
- 转刀与筛圈底部缝隙内卡住一些没有被研磨到的样品颗粒<sup>\*2</sup>



### 实验三：转速 18000rpm，进料速度 50g/3min

处理样品量： 50g  
设置研磨时间： 190s  
研磨前系统温度： 21℃  
研磨后系统温度： 33℃  
物料性质： 研磨过程中无焦糊气味，进料顺利，电机负载维持在较低水平，样品颜色没有改变，可以认为没有改变样品性质。<sup>\*1</sup>  
回收率： 96%（回收 48g）

#### 样品损耗来源：

- 主要因为研磨过程中有一块体积较大的样品，尝试进料过程中不小心弹出<sup>\*2</sup>
- 进料不完全<sup>\*3</sup>
- 收集盘顶盖上附着的粉末



\*2 样品较硬，想把它在进料漏斗里用取料勺粉碎时使得样品弹出，属于实验员操作失误



\*3

#### 实验四：转速 18000rpm，进料速度 50g/6min

处理样品量： 50g

设置研磨时间： 370s

研磨前系统温度： 23°C

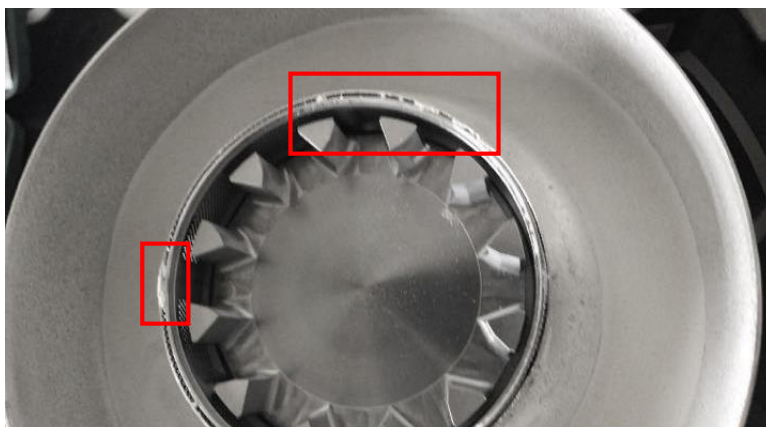
研磨后系统温度： 33°C

物料性质： 研磨过程中无焦糊气味，进料顺利，电机负载维持在较低水平，样品颜色没有改变，可以认为没有改变样品性质。<sup>\*1</sup>

回收率： 接近 100%

样品损耗来源：

- 筛圈缝隙少许残留粉末<sup>\*2</sup>
- 收集盘顶盖上附着的粉末



\*1\*2



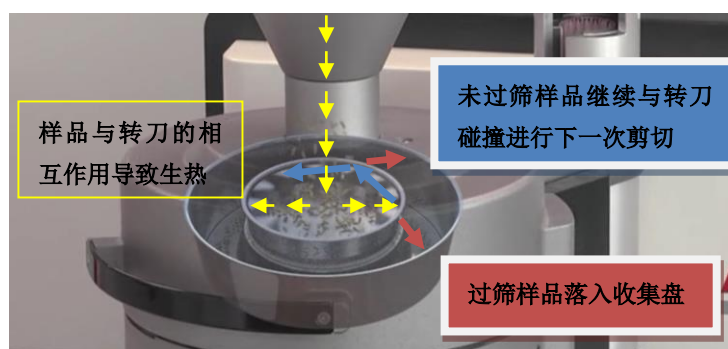
### 四组样品比对:



### 更多说明:

#### 1、关于进样尺寸对研磨过程中温度升高的影响

由于实验要求直接过 0.2mm 的筛网且样品硬度很高，在样品前处理时将样品处理的越小，研磨过程中发热越少。（本次试验中将样品处理至 2mm 左右的小颗粒再进行切割粉碎）



## 2、关于**研磨速度**对研磨过程中温度升高的影响

转刀转速度越快，每棱转刀（本实验中用的是 12 棱转刀，您还可以配置 24 棱转刀）对样品切割时输出的能量越大。样品与转刀接触的时间变短，发热量也会随之降低。同时，在高转刀转速下，样品飞离转刀接触面速度变大，筛圈附近样品密度降低，也会减少转刀及筛圈附近的热量。

## 3、显示屏反应的**系统温度**与影响样品性质的**温度**间关系



系统中检测的温度为系统温度，温度监测器位于研磨部件下方的机体内部，主要检测对象是研磨体系空气动力系统中气流的温度。其温度能够一定程度反映样品受热的情况，但相比样品在转刀处的瞬时局部温度会比显示温度更高。

研磨过程中可以通过该温度变化的快慢程度来判定样品有没有过热，正常的升温也有可能是由于马达带动转刀高速旋转过程中产生的热量，但该温度升高缓慢，速度均匀，如果发现短时间内温度快速升高，建议先暂停加料查看转刀温度是否已经达到样品无法承受的范围。

4、实验 1 未使用液氮处理，导致焦糊比较严重，后续 3 个实验均采用与液氮混合共同加样的方式处理，来降低局部的瞬时升温对样品性状损害

5、研磨腔室的顶盖外圈有一圈橡胶密封环，在研磨腔室内局部过热情况下，顶盖的打开会稍微受到一些阻力，这种现象在其他样品的研磨中未曾出现，或等温度稍稍回落后，便可以轻松打开顶盖，视频中可能看起来取下顶盖比较费力。

\*附件中附上 P14 加强型的操作视频，您可以看到正常情况下研磨机的每一个研磨组件都能轻松拆下，方便清洗。