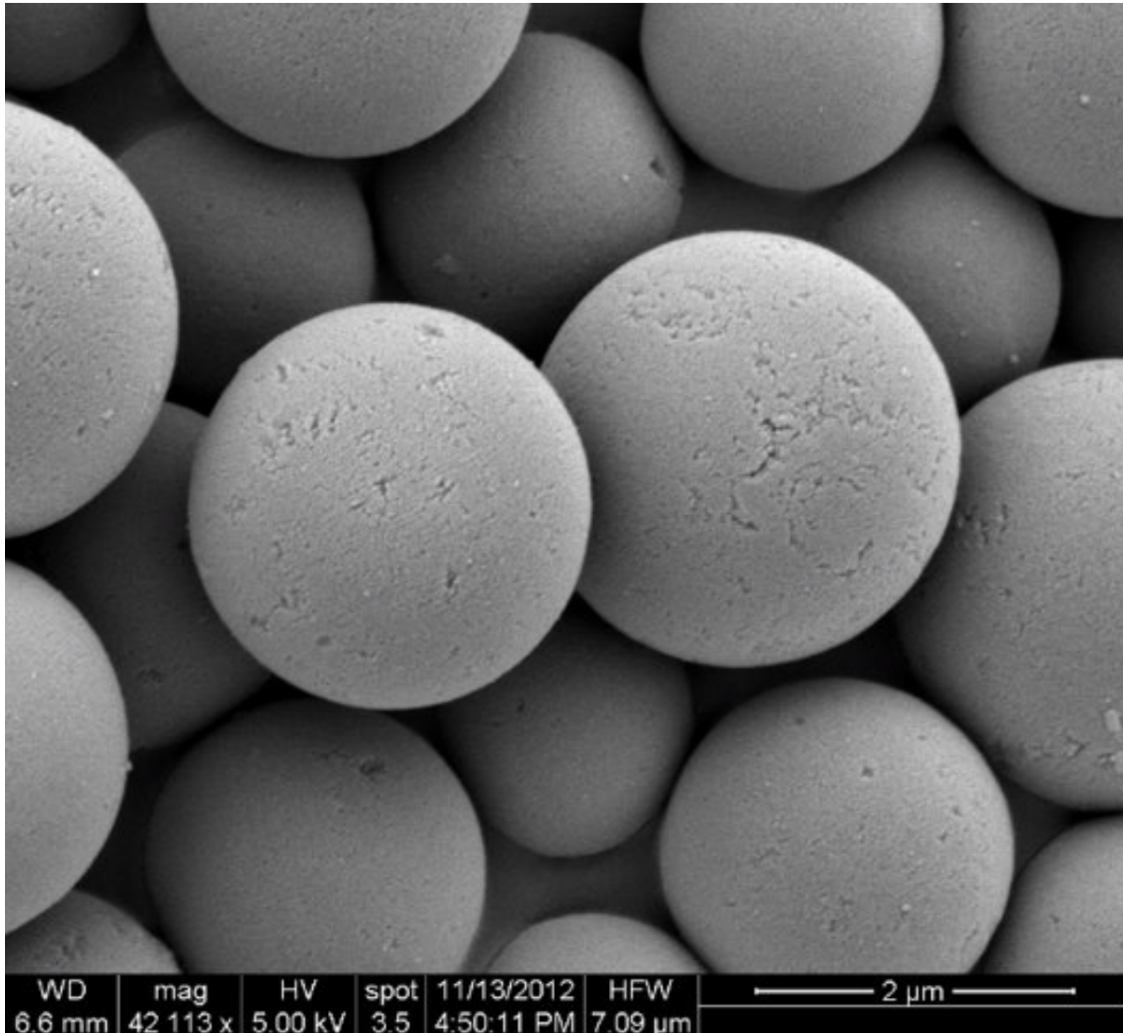




CHALMERS



Klassificering av silicapartiklar i mikrostorlek med våtsiktningsteknologi

Examensarbete inom Kemiteknik 180p

Emil Karlsson & Filip Ekeboom

EXAMENSARBETE 2019

Klassificering av silicapartiklar i mikrostorlek med våtsiktningsteknologi

Emil Karlsson & Filip Ekebon



CHALMERS

Avdelning för Kemiteknik
Institutionen för Kemi och Kemiteknik
CHALMERS TEKNISKA HÖGSKOLA
Göteborg, Sverige 2019

Klassificering av silicapartiklar i mikrostorlek med våtsiktningsteknologi
Emil Karlsson & Filip Ekeboom

© Emil Karlsson & Filip Ekeboom, 2019.

Handledare och Examinator: Krister Ström, Kemi

Examensarbete 2019
Avdelning för Kemiteknik
Institutionen för Kemi och Kemiteknik
Chalmers Tekniska Högskola
SE-412 96 Göteborg
Telefon +46 31 772 1000

Framsida: Silicapartiklar.

Abstract

Wet sieving is a separation method used to separate particles depending on their size. The focus of this study were specifically sub-wet sieving of amorphous silica particles with water as separation-fluid. The purpose of this study were to see how the classification changes depending on volume and concentration, and to see if the separated fraction can be predicted. Secondary purpose were to see how large particles that could be separated. The particles are classified from a bulk with a $<10\ \mu\text{m}$ particle size distribution. Four experiments has been carried out and analysed to study the effects of higher concentration and changes in separation-vessel volume. The results show significant inter-particle-collisions within the test with higher concentration. This made the calculations unreliable and the average particle size for the classification of higher concentrations harder to predict. Changes in volume were easier to compensate for mathematically. A mathematical tool to predict the average particle size for specific classifications were made with the help och Stokes law and Steinours theories.

Keywords: Silica particles, Wet sieving, Cut-off, Stokes law, Steinour, Classification.

Acknowledgements

Ett stort tack till Nouryon för ett trevligt bemötande och för att vi fick möjligheten att utföra detta examensarbete tillsammans med er. Ett speciellt tack till Magnus Palmlöf och Ashura Baraka Bångens för kontakten och stödet från Nouryons sida.

Stort tack till vår handledare Krister Ström för förtroendet under arbetet och för snabb hjälp när det behövts.

Och slutligen ett stort tack till Robert Hummerhielm som gav oss värdefull feedback och input genom sin noggranna opponering.

Emil Karlsson & Filip Ekebon, Göteborg, Juni 2019

Contents

1	Introduktion	1
1.1	Frågeställning	1
2	Teori	3
2.1	Våtsiktning	3
2.2	Stokes lag	3
2.3	Hindrad sedimentation	4
2.4	Cut-off	4
2.5	Pluggflöde	4
2.6	Steinour	5
3	Alternativa teknologier	7
3.1	Elektrisk våtsiktning	7
3.2	Förebyggning av agglomeration	8
3.3	Inflödestemperatur	8
4	Metod	9
4.1	Försöksunderlag	9
4.2	Förbehandling	10
4.2.1	Förbehandlingsmetod	10
4.3	Försöksutförande	10
4.3.1	Utrustning	10
4.3.2	Utförande	12
5	Resultat & Diskussion	13
5.1	Bulk av silicapartiklar	13
5.2	Försök 1, liten volym och låg koncentration	14
5.3	Försök 2, Stor volym och hög koncentration	16
5.4	Försök 3, Stor volym och hög koncentration	17
5.5	Försök 4, liten volym och hög koncentration	18
5.6	Försök 5, stor volym och låg koncentration	19
5.7	Partikelanalys	20
5.8	Resultat av försöksplan	22
5.9	Felkällor	22
5.9.1	Separationsarea	22
5.9.2	Filtrering	23
5.9.3	Separationsvätskan	23

6	Slutsats	25
6.1	Koncentration/Volym	25
6.2	Beräkningsverktyg	25
6.3	Förutsägbarhet av medelpartikelstorleken	26
6.4	Cut-off, Lösningsmedel	26
	Referenser	27
7	Bilagor	29

1

Introduktion

Separation av mikropartiklar har blivit allt mer efterfrågad och flera applikationer har hittats för denna typ av teknik. Mer exakta separationsmetoder som både är snabbare och effektivare behövs dock för att göra det kostnadseffektivt att producera större mängder fin-fraktionerat material. Mer specifikt så inriktar sig den här studien på separation av mikropartiklar med hjälp av våtsiktning av sfäriska, porösa silicapartiklar med en storleksfördelning av $<10 \mu\text{m}$ i diameter. Våtsiktning i generell mening och mer specifik mening i andra tillämpningar har länge undersökts och utvärderats, men då separationen beror på många oförutsägbara variabler så behövs studier göras för varje enskild typ av material som ska separeras för att uppnå optimala förhållanden och beräkningar för kommersiellt syfte. Därav kommer den här studien att undersöka användandet av våtsiktning för separation av silica-partiklar i mikroskopisk storlek med hjälp av experimentella försök, litteraturstudie av tidigare liknande arbeten samt beräkningar med hjälp av kända ekvationer för fri/hindrad sedimentering.

1.1 Frågeställning

Denna rapport kommer fokusera på att hitta samband, teoretiskt stöd samt genom praktiska försök undersöka hur egenskaperna hos en separationsprocess av amorfa silicapartiklar ändras och hur detta förfarande kan göras mer förutsägbart. Sekundär frågeställning är även vilka storlekar som är möjliga att separera ut med denna teknologi och vilken storleksfördelning (D90/10) dessa separationer får.

En litteraturstudie kommer också utföras för att undersöka vilket utvecklingsarbete och vilken forskning som redan gjorts i ämnet samt vilka kompletterande teknologier som kan appliceras.

Avgränsningar behövs göras för att inom examensarbetets ram hinna fullfölja experimenten. Därför planerades ett faktorförsök med en 2^2 faktorförsöksplan. Detta för att se vad som påverkar mest av volym- och koncentrations-uppskalningar.

2

Teori

2.1 Våtsiktning

Våtsiktning är den huvudsakliga teknologin som skall undersökas. Av denna anledning används Stokes lag för fri sedimentation som ursprungligt beräkningsverktyg för att få en överblick om vilken sedimentationshastighet en viss sfärisk partikel med specifik diameter får vid fri sedimentation, men även för att uppskatta Reynoldstalet. På grund av att partiklarna som ska siktas ut är $<10\mu\text{m}$ så kallas metoden för sub-siktning vilket refererar till de små dimensionerna på partiklarna. Beräkningen grundar sig på att silicapartikelns sedimentationshastighet beror på dess diameter, att den är sfärisk och att alla partiklar har samma densitet. Genom att beräkna sedimentationshastigheten för en partikel av storlek X , som endast påverkas av gravitationskraften, går det att motverka den med ett vätskeflöde i motsatt riktning. Resultatet blir att partikeln av storlek X följer med flödet uppåt och därmed skiljs av från större partiklar. För de större partiklarna kommer gravitationskraften fortfarande vara större än friktionskraften från vätskan i motsatt riktning vilket gör att de kommer att sedimentera och en separation sker. Detta innebär att v (flödehastigheten) måste vara högre med avseende på det uppåtriktade flödets hastighet än v på partikel X sedimentationshastighet för att X skall gå med toppflödet. Detta gör att det beräknade värdet på diametern blir den teoretiskt största partikeln som kan gå med i toppflödet och separeras ut.

2.2 Stokes lag

Stokes lag appliceras på försöken för att ge startgissningar för separationerna. Då Stokes lag förutsätter fri sedimentation och laminära Reynoldstal kommer försöken inte stämma när koncentration och flöde ökas. Modifikationer av Stokes lag kommer därför att användas för att försöka förutsäga separationer med hindrad sedimentation. Med fri sedimentation menar Stokes att en partikel får sedimentera fritt i en klar vätska utan påverkan från andra partiklar och vid laminärt flöde. Idealt så är de enda krafterna som påverkar partikeln gravitationskraften nedåt och friktionskraften från vätskan uppåt. Beräkningen sker enligt Stokes [1]:

$$v = \frac{gD_p^2(\rho_p - \rho_f)}{\mu 18} \quad (2.1)$$

Där:

v = Sedimentationshastigheten för sfärisk partikel av specifik densitet och diameter (m/s)

g = Gravitationskraften (m/s^2)

ρ_p = Densitet för partikel (kg/m^3)

ρ_f = Densitet för vätska (kg/m^3)

μ = Viskositet för vätskan (Ns/m^2)

D_p = Diameter för sfärisk partikel (m)

2.3 Hindrad sedimentation

Vid högre koncentrationer och Reynoldstal över 0,2 så kommer partiklarna i slurryn att börja påverka varandra när de kolliderar. När partiklarna kolliderar så överför de kinetisk energi till varandra vilket gör att sedimentationshastigheten för slurryn blir lägre eftersom det inte längre bara är friktionen från vätskan som motverkar gravitationskraften utan också friktion från andra partiklar [1]. Stokes lag tar inte hänsyn till partikel-kollisioner därför kan man inte använda enbart Stokes lag för att förutsäga egenskaperna hos en separationsprocess som inte består av helt fri sedimentation.

2.4 Cut-off

En viktig specifikation för en specifik fraktion är storleksfördelningen av partiklarna i fraktionen (D90/10 värde). D90 beskriver vilken partikelstorlek som 90% av resterande partiklar är mindre än, respektive D10 som beskriver vilken partikelstorlek som 10% av resterande partiklar är mindre än. D90/10 är en division mellan dessa partikelstorlekar, vilket ger ett kvantitativt värde på hur bred partikeldistributionen är vilket används som produktspecifikation för fraktionen. Cut-off är då ett begrepp som används för att beskriva den teoretiskt största partikelstorleken som separeras ut vid ett specifikt flöde. Idealt så ska det inte finnas några partiklar större än den teoretiska och på så vis används cut-off för att bestämma vilken fraktion som ska tas ut för att få en D90/10 inom specifikation. Cut-off är dock sällan ideal och några större partiklar kan följa med fraktionen ut, ju mindre den mängden är desto effektivare är separationen.

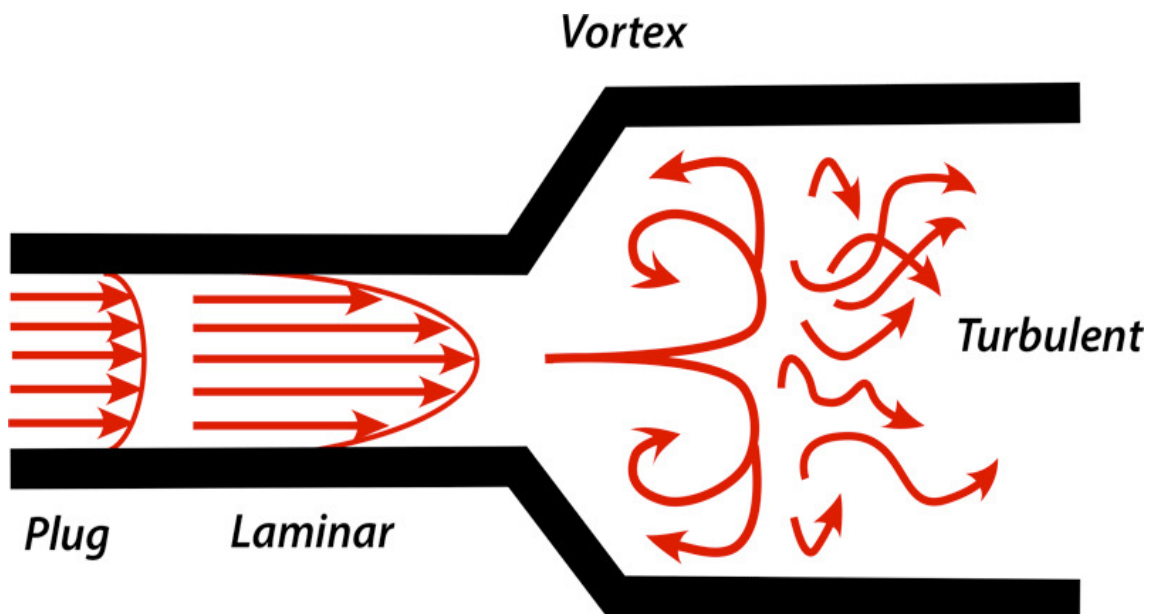
2.5 Pluggflöde

Teoretiskt sett går det att få en exakt cut-off enligt beräkningarna vid tillräckligt fri sedimentation men detta förutsätter också att ett idealt pluggflöde uppnås. Idealt pluggflöde är praktiskt omöjligt då det alltid kommer vara en liten väggeffekt som påverkar flödet närmast väggen. För att komma så nära ett pluggflöde som möjligt är det därför viktigt att försiktigt öka flödena och vara noggrann med att uppnå en stabil jämvikt i tratten innan den tänkta separationen startas. Detta är svårt att kontrollera varför "trial and error" appliceras och partikeldistributionen hålls under uppsikt i separationstratten. Är slurryn jämnt fördelad och det ser ut

som en homogen distribution kan tillräckligt bra pluggflöde antas och separationen kan fortlöpa. Anledningen till att ett pluggflöde skall eftersträvas är för att det kan antas att hastigheten av vätska precis intill väggen är noll och att vätskans hastighet är som högst mitt i separationsutrustningen vid laminärt flöde. Detta gör att desto närmare en partikel befinner sig till väggen desto snabbare kommer den sedimentera mot botten, vilket kommer påverka cut-off för fraktionen. Genom att uppnå så bra pluggflöde som möjligt kommer denna felmarginal att krympa även om den inte helt försvinner. Figur 2.1 nedan visar att laminärt flöde är ett måste då flödeshastigheten används som styrvariabel i separationen. Används turbulent flöde så kommer flödeshastigheten vara oberäknelig, både i riktning och hastighet. Turbulent/laminärt flöde kan uppskattas med hjälp av Reynoldstalet:

$$Re = \frac{vD_p\rho_p}{\mu} \quad (2.2)$$

Det visas också visuellt i Figur 2.1 att flödeshastigheten är jämnare fördelad vid pluggflöde vilket gör att man kan få en smalare cut-off.



Figur 2.1: (Pluggflöde, laminärt flöde samt turbulent flöde) Röda pilar representerar riktning av flödeshastigheten och storleken på pilarna representerar farten [2]

2.6 Steinour

Den modifikation av Stokes lag som stämt bäst för syftet och specifikationerna i denna studie är Steinours formel som använder Stokes lag men lägger till en funktion av tomrummet som uppstår mellan partiklarna i en koncentrerad slurry. Den är på så vis formulerad för att kompensera för den hindrade sedimentationsfaktorn [3]. Som tidigare nämnt kommer partiklarna i rörelse påverka varandra och

överföra kinetisk energi till varandra vilket är beroende av koncentrationen av partiklar i slurryn. Fler partiklar innebär mer interaktion vid konstant volym. Detta gör att partiklarna kommer påverka varandra i vätskans riktning och sedimentationshastigheten kommer att minska för partiklarna med ökad koncentration, vilket inte Stokes lag tar hänsyn till utan Steinours modifikationsfunktion $f(\epsilon)$.

$$v_p = \frac{gD_p^2(\rho_p - \rho_c)}{18\mu} f(\epsilon) \quad (2.3)$$

Där:

v_p = Partikelns hastighet relativt till vätskan (m/s)

ρ_c = Experimentellt fastställd densitet av startslurry (kg/m^3)

ϵ = Volymfraktion av vätska i slurry

Eftersom ϵ står för fraktionen vätska i slurry så är det också det utrymme som vätska och partiklar har att flöda uppåt i separationen. Detta kan beskrivas som $v(1 - \epsilon)/\epsilon$, så partikelns hastighet relativt till vätskan [3]:

$$v_p = v + v \frac{\epsilon - 1}{\epsilon} = \frac{v}{\epsilon} \quad (2.4)$$

Steinour fastställde experimentellt att [3]:

$$f(\epsilon) = 10^{-1.82(1-\epsilon)} \quad (2.5)$$

Ett alternativ till att mäta slurryns densitet är att använda Arkimedes princip som lyder:

$$(\rho_p - \rho_c) = \rho_p - \rho_p(1 - \epsilon) + \rho_f\epsilon = \epsilon(\rho_p - \rho_f) \quad (2.6)$$

Genom att substituera in ekvation 2.4, 2.5, 2.6 i ekvation 2.3 så fås den användbara ekvationen:

$$v = \frac{g\epsilon^2 D_p^2 (\rho_p - \rho_f)}{18\mu} 10^{-1.82(1-\epsilon)} \quad (2.7)$$

Eftersom Steinours formel kräver att den ungefärliga koncentrationen i separationskärlet är känd så är den svår att applicera då koncentrationen varierar under separationsförloppet. Alternativet skulle kunna vara att satsa bulken kontinuerligt under separationen och på så sätt hålla koncentrationen konstant i separationstratten. I dessa experiment satsas all slurry direkt till en separationstratt och koncentrationen kommer därför att sjunka när produkt separeras ut.

3

Alternativa teknologier

3.1 Elektrisk våtsiktning

För att få en effektiv cut-off på mindre partiklar krävs att ett mycket litet flöde uppnås som dessutom måste vara stabilt. Detta blir viktigare vid en högre startkoncentration som satsas till processen då partiklarna kommer påverka varandra mer enligt hindrad sedimentations-teori. Många processer använder därför ett elektriskt spänningsfält för att öka sedimentationshastigheten på partiklarna som ett komplement till gravitationskraften [4]. Med en negativ katod i toppen av separationsutrustningen samt en positiv anod i botten kommer partiklarna att accelereras mot botten och ett större flöden kan appliceras. Detta ger kortare uppehållstid i utrustningen och förhoppningsvis snabbare separation [5]. En annan fördel med att använda ett elektriskt spänningsfält i separationsprocessen är att den elektriska potentialen lätt kan regleras och därför kan en mer specifik cut-off uppnås. Att reglera processförloppet genom den elektriska potentialen kan vara bättre ur ett process-säkerhetsperspektiv. Problem med att använda elektrisk potential är att det blir dyrare då likriktare måste användas samt separationsutrustningen måste byggas som en cell. Ekvationen som används för att ta fram sedimentationshastigheten för en separationsutrustning med elektrisk våtsiktning ges av:

$$v = v_g + v_e \quad (3.1)$$

Där v_g ges av ekvation [1] (Stokes lag). v_e är accelerationen som ges av det elektriska fältet och beräknas med:

$$v_e = \frac{e\epsilon\zeta_{D_p}\Delta V}{\mu h} \quad (3.2)$$

Där:

e = Elektriska fältstyrkan

ϵ = Vätskans permittivitet

ζ_{D_p} = Experimentellt uppmätt specifik zeta-potentialen för en viss D_p .

h = Sedimentations"höjden" eller avståndet mellan anod och katod.

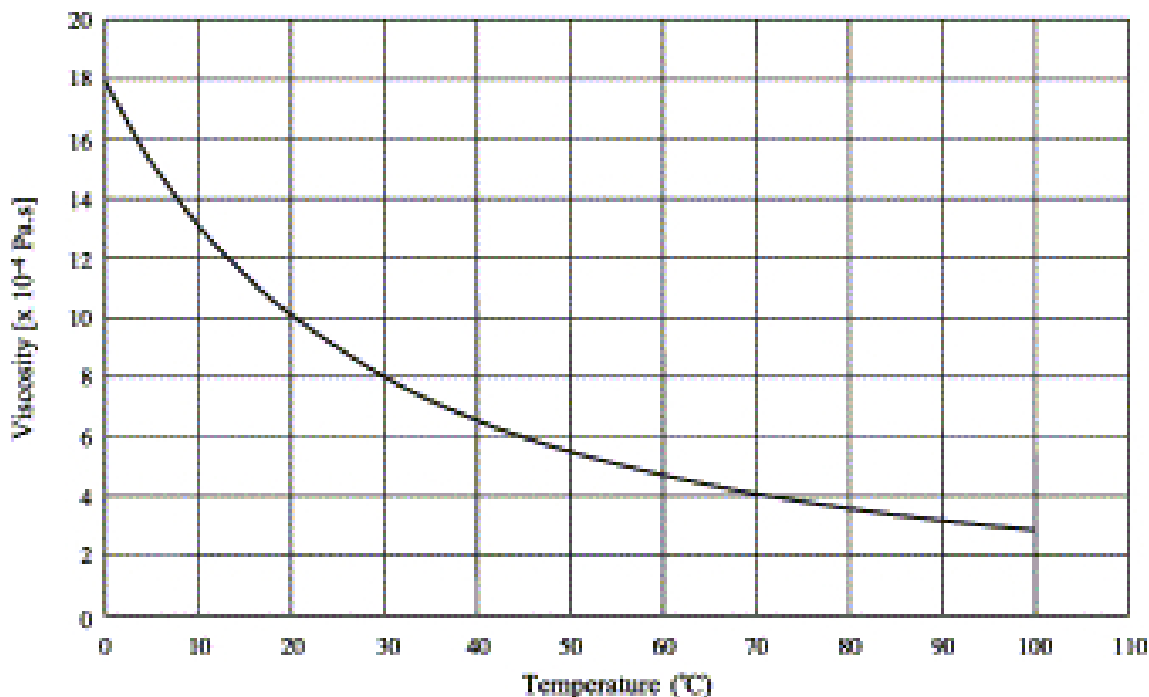
En utmaning som uppkommer när elektrisk våtsiktning används är att speciella metoder för att mäta partikelfraktionernas specifika zeta-potential måste användas då traditionell mätning av zeta-potential endast mäter den genomsnittliga potentialen för bulken.

3.2 Förebygning av agglomeration

För att partiklarna inte skall agglomerera innan separation, eller innan analys, används idag olika förbehandlingssätt för att förebygga detta. De tre vanligaste är skakbord, ultraljudsbehandling och bead mill[6]. Den första är den enklaste typen av metod och består av ett bord som skakar där prover kan spännas fast och blandas under längre tid. Ultraljud används frekvent och är att föredra om materialet som skall separeras är känsligt och inte tål för mycket stress [5], det är också att fördrä vid separation av finare partiklar. Den effektivaste metoden har visat sig vara bead mill som fungerar som en kvarn, denna kan dock förstöra känsligare material [5].

3.3 Infloedestemperatur

Då viskositeten på en newtonisk vätska oftast minskar med en temperaturökning så visar flera studier att det ger en bättre cut-off om inflödet på separationstratten har förhöjd temperatur då lägre viskositet minskar det inre motsåndet i vätskan. I figur 3.1 visas tydligt sambandet mellan temperatur och viskositet för vatten. Detta har inte kunnat testas i praktiken i den här studien men testas lätt i framtida studier genom att isolera vattentillförsel samt tratt och undersöka cut-off i ett temperaturspann på ungefär 0-80 °C [7].



Figur 3.1: Grafen visar hur viskositeten för vatten ändras med temperaturen. [7]

4

Metod

4.1 Försöksunderlag

En försöksplan fastställdes tillsammans med handledare samt representanter från Kromasil, Nouryon. Försöken planerades med en 2^2 faktorförsöksplan som skall ge information om huvudeffekterna samt eventuell samspelseffekt. Det innebär att 2 faktorer kommer undersökas med 2 nivåer var, nivåerna anses vara två extremer av faktorerna: volym av separationstratt samt koncentrationen av startslurry.

Tabell 4.1: Volymer och koncentrationer som kommer att undersökas.

Försöksplan	(A) volym (mL)	(B) koncentration (g/L)	Max/Min
	365	73	-
	1664	146	+

De två separationstrattarna som används är de två extremerna i volym, 365 ml respektive 1664 ml. Extremerna av koncentrationen är 73 g/L respektive 146 g/L som ger hur mycket partiklar som satsas till startslurry. Den lägre nivån av 73 g/L är en sedan tidigare testad koncentration som fungerar medan 146 g/L är det dubbla vilket önskas undersökas för att se hur koncentration påverkar separation och förutsägbarhet.

Tabell 4.2: För att göra det mer överskådligt hur försöken är tänkta så gjordes en faktorförsökstabell där man kan se försökens faktorer och om de ligger i max eller min-läge tillsammans för föregående tabell 4.1. y står i tabellen från avvikelse från fri sedimentation för att kunna se vad som påverkar mest. AB står för samspelseffekten av de båda, alltså hur stor avvikelse ger de båda faktorerna tillsammans.

	A	B	y	AB
1	-	-		+
2	+	-		-
3	-	+		-
4	+	+		+

Med hjälp av en slumpgenerator online så slumpades ordning på experimenten fram, relutetet blev $1 \rightarrow 4 \rightarrow 2 \rightarrow 3$ [8].

4.2 Förbehandling

Försöken sker med rumstempererat vatten vilket kräver att en grundligare förbehandling krävs än om t.ex. ett separationsmedium med lägre viskositet används. Utan förbehandling agglomererar partiklarna snabbt vilket kommer försvåra separationen.

4.2.1 Förbehandlingsmetod

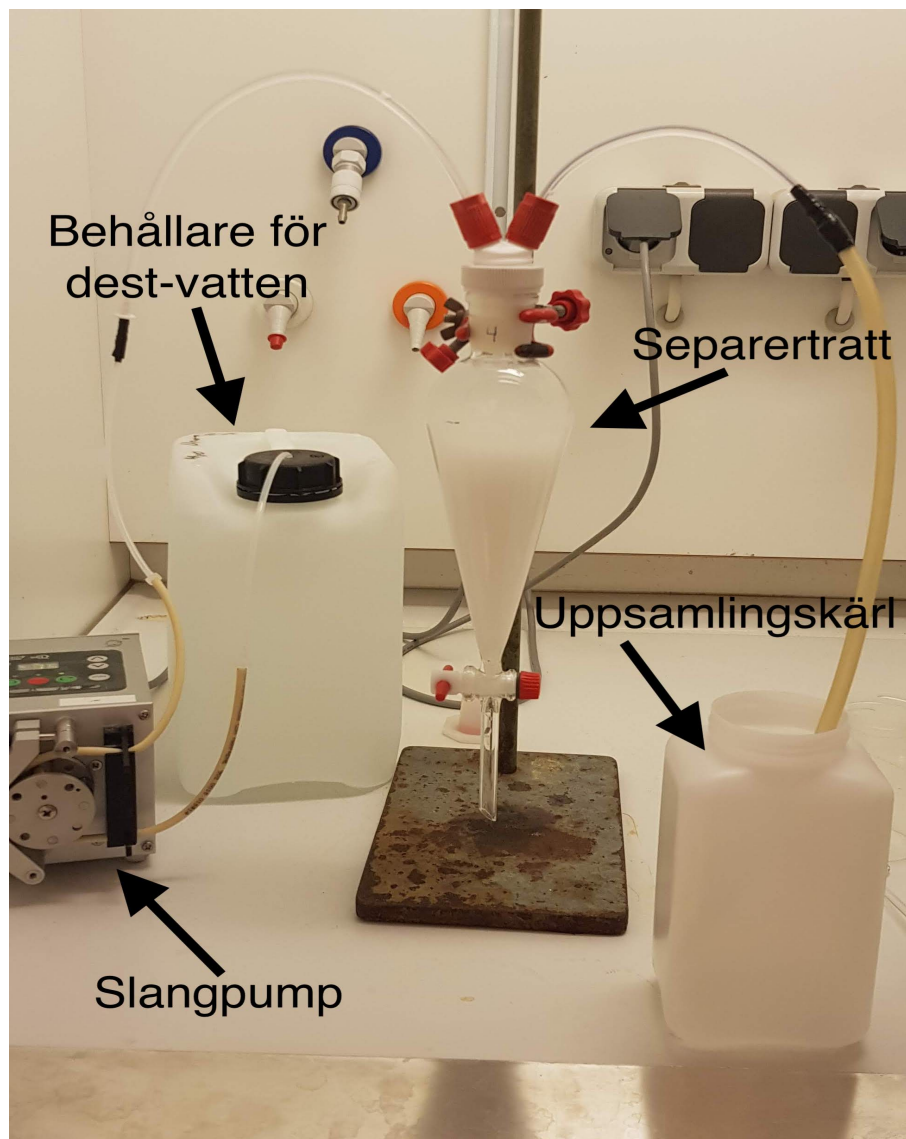
Silicapartiklarna som ska separeras tas från en förvald bulk och vägs upp i en bägare. Hälften av vattnet som skall användas för att fylla upp separationstratten satsas till en andra bägare. Bägaren med vatten ställs på omrörning med hjälp av en magnetomrörare, sedan tillsätts silicpartiklarna försiktigt för att dom ska blanda sig jämt i vattnet utan att partiklarna dammar för mycket. NaOH används för att höja pH i slurryn till ungefär 9. En pH-elektrod används för att få online-mätning under förbehandlingen. Detta görs för att förhindra agglomeration i så stor grad som möjligt. Slurryn kontrolleras kontinuerligt under tiden den står på omrörning då pH kan sjunka, om detta sker satsas mer NaOH för att hålla pH stadigt runt 9. Högre pH gör att det finns fler OH-grupper som kan binda till ytan på silica-partiklarna vilket leder till att silican får svårare att binda till varandra, detta ger mindre agglomeration. pH får ej gå mycket över 9 då det kan skada partiklarna. Omrörning sker under konstant pH samt med kompletterande förbehandlingsmetod t.ex. några timmar på ett skakbord är att föredra då vatten används. pH kontrolleras även innan satsning till separationstratt eller analys. Ett annat alternativ för fin partikelklassificeringar är att använda ultraljud innan separation samt innan analys. Ultraljudsvågorna skakar loss partiklarna från varandra vilket förbygger agglomeration [5].

4.3 Försöksutförande

4.3.1 Utrustning

En separationstratt med given volym samt given innerdiameter i separationsskiktet kopplas samman med pump och uppsamlingskärl med slang som har en innerdiameter mellan 2 och 4 mm. Slangen från pumpen går genom toppen av separationstratten ner i botten där den skall hänga så nära botten som möjligt. Detta är för att få ner inflödet av destillerat vatten och på så sätt motverka att partiklar kan sedimentera och fastna i botten. Utfloedesslangen är kopplad till ett uppsamlingskärl där den separerade produkten tas ut. Slangen går ner i toppen av separationstratten och är placerad på en bestämd punkt där volymen för separertratten är känd. Innan produkt kan tas ut från separationen behöver ett jämviktsflöde uppnås som skall likna pluggflöde. Pumpen som används behöver därför kunna pumpa vid tillräckligt låga flöden så att det inte drar med sig för mycket av bulken vid jämviktinställningen. Jämviktsflödet varierar med avseende på volym och tvärsnittsarea på separationstratten, därför behöver mindre trattar en pump som kan nå lägre stabila flöden. I dessa försök har en slangpump samt en membranpump använts, dessa har

precis klarat av att ge tillräckligt lågt flöde för att kunna påbörja separationen utan att få för hög medryckning utav bulken, (Se Figur 4.1).



Figur 4.1: Uppställning av utrustning

Innan några separationer kan genomföras måste separationstrattarnas volym bestämmas och pumparna måste kalibreras för att kontrollera deras noggrannhet. Volymen för separationstrattarna togs fram genom att tillföra vatten till gränsen där utflödesslangen börjar med 20°C destillerat vatten. När separationstratten är full flyttas vattnet till en bägare och vägs för att räkna fram en volym, se Tabell 7.4 för separationstratt 1 och Tabell 7.5 för separationstratt 2. Vid kalibreringen av pumparna vägs mängden destillerat vatten, vid 20°C, som pumpas ut under 10 minuter för att sedan räkna ut ett volymflöde. Se Tabell 7.2 för kalibrering av slangpumpen och Tabell 7.3 för kalibreringen av membranpumpen.

4.3.2 Utförande

När bulken av silicapartiklar har förbehandlas och tillförts i separationstratten så försluts separationstratten och inflödesslangen trycks ner till botten. Bulken får stå orörd i tre minuter för att silican ska börja skikta naturligt. Pumpen startas sedan på ett lågt flöde för att uppnå pluggflöde och få jämvikt i separationstratten. Beroende på storlek, koncentration och vilken fraktion som ska tas ut först så får pumpen gå olika länge i jämviktsflödet, 5-10 trattvolymen körs igenom innan flödet ändras.

Tabell 4.3: För att få fram ungefär hur lång tid en fraktion tar att separera ut kan den här tabellen användas. Den förutsäger hur många volymer som behöver köras igenom tratten för att få ut en viss cut-off. Ju större skillnad det är på partiklarna desto färre trattvolymen behöver köras igenom. d_1 står för partikelstorleken som skall separeras ut och d står för partikelstorleken i den kvarvarande bulken. [1]

d_1/d	0.95	0.9	0.8	0.5	0.1
Antal volymer som behöver köras genom	10.3	5.3	2.8	1.3	1.0

Flödet för att plocka ut nästa fraktion uppskattas teoretisk och ökas sedan beroende på vilken fraktion som tas ut. Varje separation av en fraktion pågår tills separationsvätskan ser klar ut och nästan inga silicapartiklar separeras ut. Separationsvätskan filtreras med en vakuumflaska, büchnertratt och filterpapper av storlekarna 00H och 00A. När all silica från den separerade fraktionen har filtrerats så lufttorkas den i büchnertratt innan silican vägs upp och tillförs i en provflaska. Provflaskan fylls sedan med destillerat vatten tills silican utgör 1-5 mass-%. Provflaskan sätts på omrörning tills analys genomförs. Innan proverna analyseras så körs de i ultraljudsbad under några minuter för att förhindra eventuell agglomeration [5]. Proverna analyseras först på Chalmers med en Malvern SizerMaster för en första kontroll av separationen, sedan tas proverna till Nouryon i Bohus för att analyseras i en Beckman Coulter Multisizer 3.

5

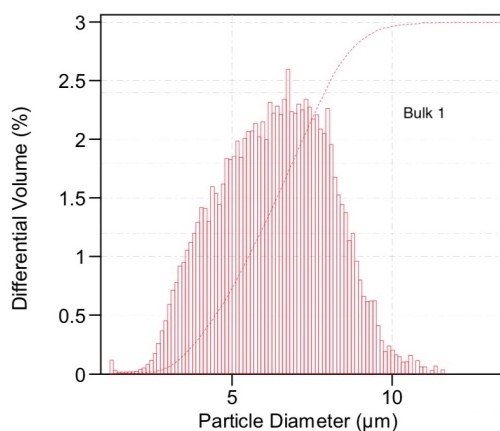
Resultat & Diskussion

En tabell med överblick för alla resultat från separationerna finns att se i Tabell 7.1. Grafer från alla separationer finns också att hitta i Bilagor.

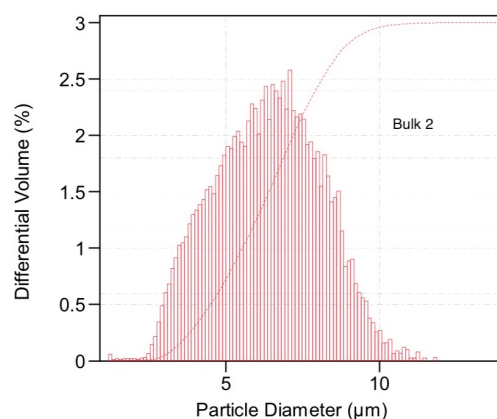
All silica som separerats ut analyserades i en Beckman Coulter Multisizer 3 för att mäta partikelstorleken på silicapartiklarna. Metoden som analysutrustningen använder är Coulterprincipen, där partiklarna tvingas igenom en smal öppning omgiven av två elektroder som genererar en elektrisk ström mellan varandra. Silicapartiklarna som passerar förbi elektroderna ger en ökad spänningsspul, höjden på denna ökning från en silicapartikel är proportionerlig till partikelvolymen. Utrustningen använder sedan en kalibreringskonstant (Kd) för att översätta spänningsmätningen till motsvarande partikeldiameter. Kalibreringskonstanten bestäms med en monodisperse polystyren standard.

Med datan från Coulter Countern så kan olika typer av partikelstorlekar beräknas, vanligast är att använda nummer- eller volymräkning av diametrar. I denna rapport används nummerräkning för att få fram medelpartikelstorleken (D50) och storleksfördelningen (D90/10), även om graferna från varje prov visar volym på y-axeln.

5.1 Bulk av silicapartiklar



(a) Bulk 1

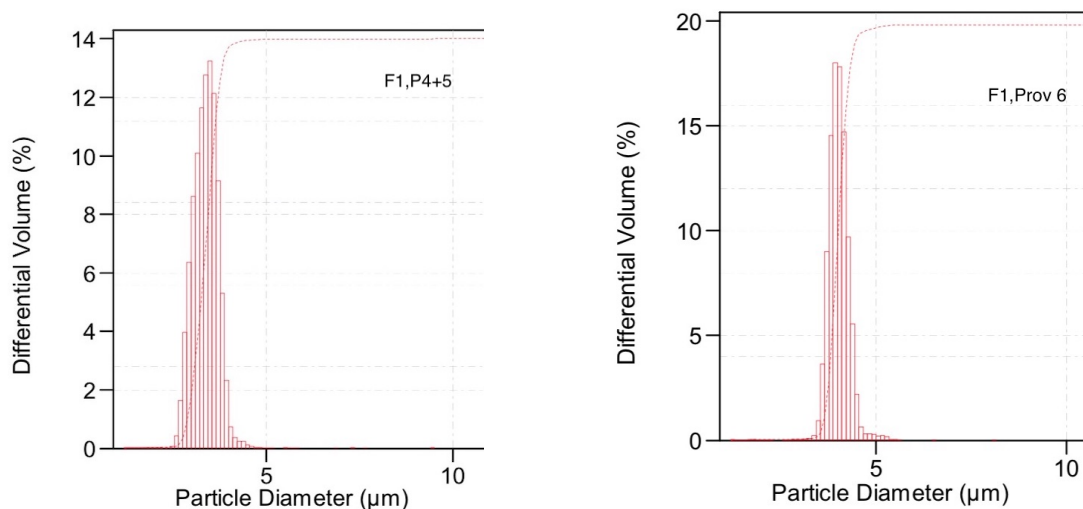


(b) Bulk 2.

Figur 5.1: Analys av Bulk 1 och 2.

Till experimenten användes silicapartiklar från två olika behållare, Bulk 1 och Bulk 2. Båda Bulkarna ska bestå av silicapartiklar med storleksfördelning på $<10\mu\text{m}$, Figur 5.1a och Figur 5.1b visar storleksfördelningen av partiklar från dessa behållare. En liten mängd partiklar är över $10\mu\text{m}$ vilket är väntat och bör inte påverka resultaten från separationerna.

5.2 Försök 1, liten volym och låg koncentration



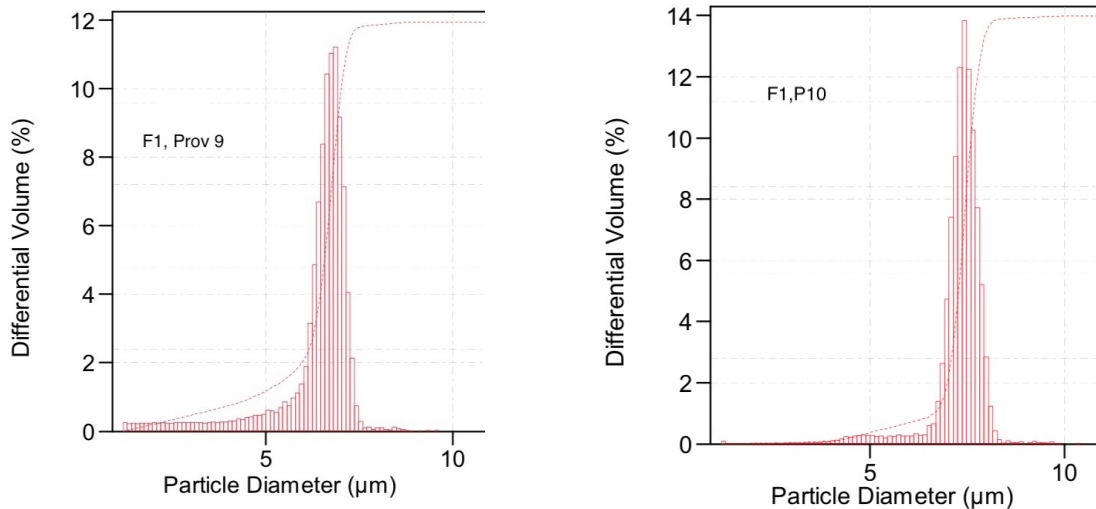
(a) Prov 4+5.

(b) Prov 6.

Figur 5.2: Analys av Prov 4+5 och Prov 6 från försök 1.

Separation 1 genomfördes i separationsträtt 1, volym 365 ml, och silicapartiklar tillfördes från Bulk 1 med en koncentration på 73 g/L. Från denna bulk togs sedan olika fraktioner ut med hjälp av våtsiktning. Första fraktionen som separerades ut var Prov 4 och Prov 5, fraktionen som söktes var silicapartiklar med en medelpartikelstorlek (D_{50}) på $3\mu\text{m}$, flödet som krävdes beräknades till 46 ml/h och separationen pågick i fem dagar. Figur 5.2a visar resultatet av separationen. Den faktiska D_{50} var $3,262\mu\text{m}$ med en partikelstorleksfördelning ($D_{90}/10$) på 1,31. Prov 4 och Prov 5 är från samma flöde och är samma fraktion, därav analyserades de som Prov 4+5.

Nästa fraktion som söktes skulle ha en D_{50} på $3,5\mu\text{m}$ vilket gav ett beräknat flöde på 60 ml/h och separationen pågick i tre dagar. Fraktionen som separerades ut i Prov 6 hade en sann D_{50} på $3,955\mu\text{m}$ och en $D_{90}/10$ på 1,18. Se Figur 5.2b



(a) Prov 9.

(b) Prov 10.

Figur 5.3: Analys av Prov 9 och Prov 10 från separation 1.

Möjligheten för separation av högre fraktioner undersöktes i Prov 9 och Prov 10, se Figur 5.3a och Figur 5.3b, för att se om detta var möjligt och vilken storleksfördelning (D50) fraktionerna skulle få. För Prov 9 söktes en fraktion med en medelpartikelstorlek på $5,5\mu\text{m}$, vilket gav ett beräknat flöde på 157 ml/h som fick gå i åtta dagar. Efter analys visade sig D50 ligga på $2,156\mu\text{m}$ och en D90/10 på $5,36$.

För Prov 10 söktes en D50 på $6\mu\text{m}$ så flödet höjdes till 186 ml/h och separationen kördes i två dagar innan separationen var tvungen att avbrytas. Efter analys visade D50 ligga på $7,164$ och partikelstorleksfördelningen (D90/10) på $6,11$.

När alla fraktioner separerats ut så filtrerades och analyserades de kvarvarande silicapartiklarna som var kvar i separationstratten. Figur 7.7 visar storleksfördelningen av de kvarvarande partiklarna.

Separation 1 skulle huvudsakligen kontrollera så uppställningen och de första beräkningarna stämde, men resultaten visade sig bli bra så separationen fick fortsätta gå. Den beräknade medelpartikelstorleken som skulle separeras ut stämde inte överens för vad det verkliga var i något prov. Dock visade separationerna av de mindre partikelfraktionerna, Prov 4+5 till Prov 7, en ganska jämn avvikelse på $0,5\mu\text{m}$ från det beräknade. Detta tyder på att beräkningarna stämmer hyfsat bra men att det finns något mer att ta hänsyn till i beräkningarna. För separationen av de större partiklarna, $>5,5\mu\text{m}$, så var avvikelsen högre, men detta beror på att mindre silicapartiklar som sedimenterat på botten virvlade med produkten ut när flödet höjdes, vilket syns tydligt i Figur 7.4 och 7.5. Beräkningsverktyget kom att ändras för Separation 4 och 5 i hopp om att kunna få den beräknade medelpartikelstorleken att stämma med vad som separeras ut.

Förutom att undersöka om en separation var möjlig så var det även intressant att se hur stora partiklar som kunde separeras ut och vad dess storleksfördelning (D90/10) skulle vara. Storleksfördelningarna för separationerna av Prov 4+5, 6 och

7 gav smala toppar, vilket är bra och tyder på en lyckad jämnvikt och cut-off, se Figur 5.2a, 5.2b och 7.3. En anledning till varför Prov 8 och 9 inte har lika bra storleksfördelning och varför små partiklar finns i proverna är för att ett mellanflöde på 105 ml/h missades att köra. Den körningen skulle ha separerat ut svansen av de mindre partiklarna. En annan anledning kan vara att när flödet ökas till de höga flöden som krävs för de större partiklarna så virvlar det upp mindre partiklar som har sedimenterat på botten. Detta är för att inflödesslangen inte gick att dra hela vägen ner i separationstratten.

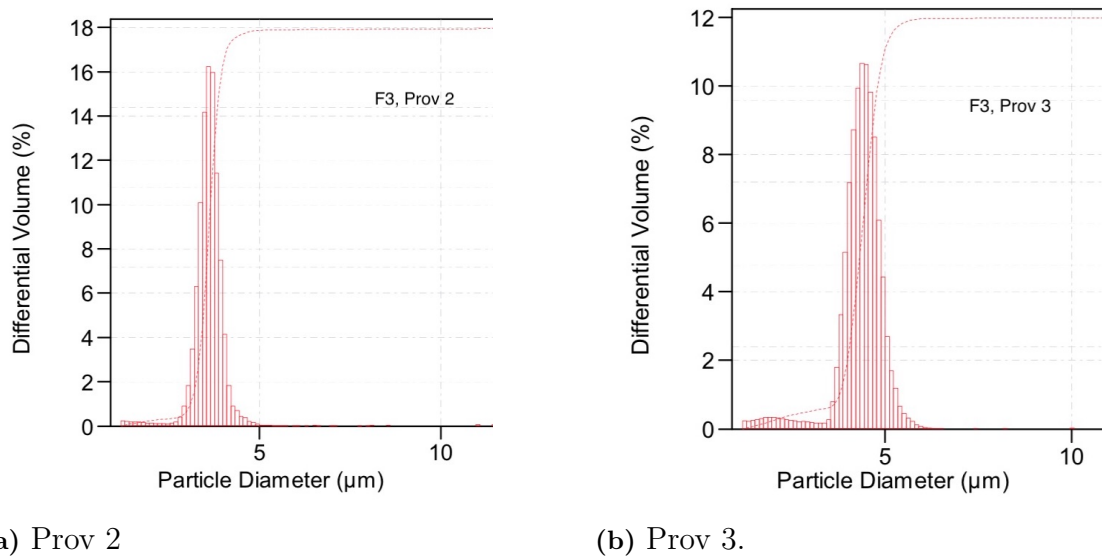
Det var inte möjligt i denna studie att ta ut fraktioner över 6 μ m eftersom flödet blev för högt för att vi skulle hinna med att filtrera prover, samt att det skulle krävas att vi gick in på nätterna för att byta uppsamlingskärl. Därför avbröts separationen efter att Prov 10 tagits ut.

Totalt tog separationen en månad, men den tiden hade kunnat reduceras. Eftersom analyserna från utrustningen på Chalmers gav missvisande resultat i form av att hög medryckning av större partiklar, samt att separationen hade stora problem med agglomeration. Detta resulterade i att mycket tid gick åt till att ändra förbehandlingsmetod och på vilket sätt fraktionerna beräknades. Analyser från utrustningen hos Nouryon visade sedan på ett annorlunda resultat än de på Chalmers, separationerna hade gått bra och agglomeration var inte så stort problem som det först verkat vara.

5.3 Försök 2, Stor volym och hög koncentration

Efter att separation 2 hade påbörjats så analyserades ett referensprov av slurryn som satsat. Detta analyserades på partikelanalysatorn på Chalmers som sedan visade sig vara trasig. Slurryprovet visade på hög agglomeration och att vissa fraktioner saknades helt (hade agglomererat till större). Separation 2 avbröts för att ta fram en bättre förbehandling som skulle förhindra agglomerationen till fördel för separation 3 som startades senare under samma specifikationer. Vid senare analys vid kalibrerad analysator hos Kromasil, Nouryon så visade det sig att det inte hade varit problem med agglomeration utan att det var den trasiga analysatorn på Chalmers som påvisat fel resultat.

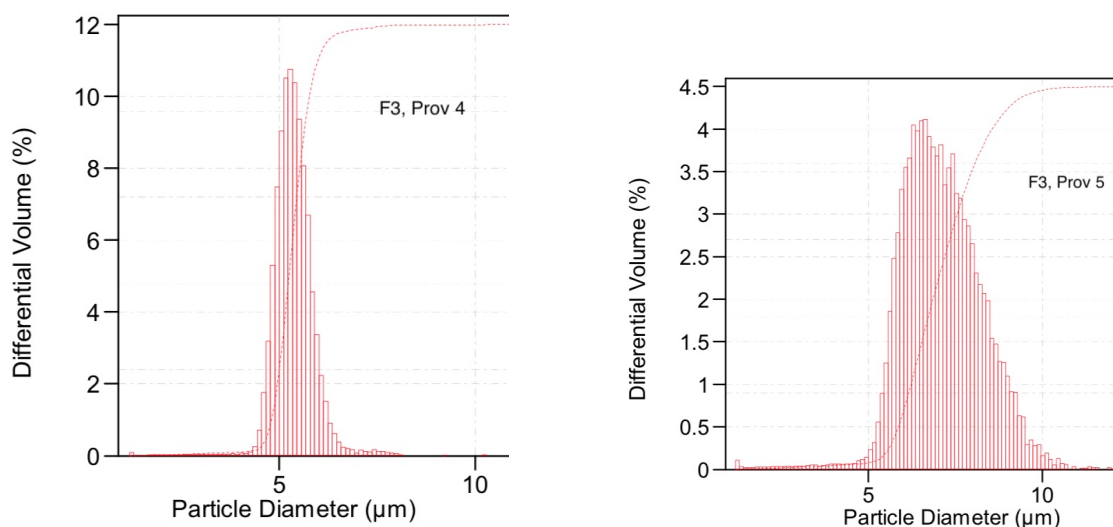
5.4 Försök 3, Stor volym och hög koncentration



Figur 5.4: Analys av Prov 2 och Prov 3 från försök 3.

Försök 3 kördes i separationsträtt 2, volym 1664 ml, och med maximal koncentration på 146 g/L silica från Bulk 1, se Figur 5.1a för storleksfördelning av silicapartiklarna i Bulk 1. Separationen startades med ett jämnviktsflöde på 60 ml/h för att silican skulle börja fördela sig. Totalt pågick separationen i fyra veckor innan försöket var tvungen att avbrytas på grund av tidsbrist.

Prov 2 är första fraktionen som separerades ut där en medelpartikelstorlek (D50) på 3 μm försökte uppnås med ett flöde på 130 ml/h. Separationen tog sex dagar. Analys av provet visade en D50 på 3,483 μm och en partikelstorleksfördelning (D90/10) på 2,56, se Figur 5.4a. För Prov 3 söktes en D50 på 3,5 μm , flödet höjdes till 188 ml/h och separationen pågick i tio dagar. Analys av provet visade en D50 på 3,986 μm och en D90/10 på 3,45.



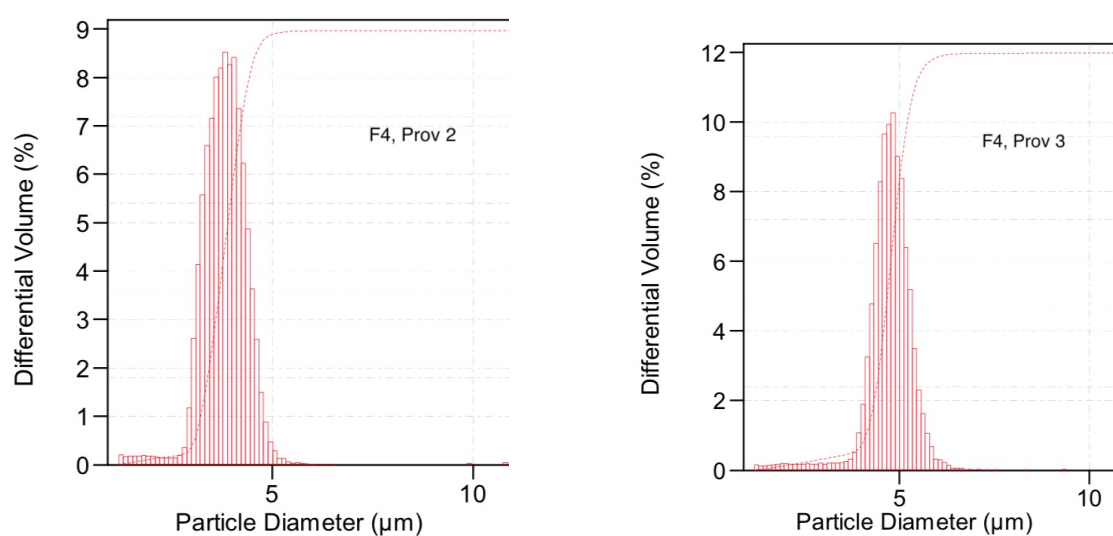
(a) Provs 4.

(b) Provs 5, slutslurry.

Figure 5.5: Analys av Provs 4 och Provs 5 från försök 3.

När Provs 4 skulle separeras ut så söktes en medelpartikelstorlek (D_{50}) på $4\mu\text{m}$, vilket krävde ett beräknat flöde på 245 ml/h . Separationen pågick i 6 dagar. Analys av Provs 4 visade på en D_{50} på $5,181$ och en partikelstorleksfördelning ($D_{90}/10$) på $2,5$. Provs 5 visar slutslurryn som var kvar i separationstratten efter att sista fraktionen hade tagits ut. Figuren 5.5b visar på en väldigt tydlig avsaknad av partiklar $<5\mu\text{m}$, vilket betyder att separationerna lyckades plocka ut det mesta av partiklarna som söktes i varje separation.

5.5 Försök 4, liten volym och hög koncentration



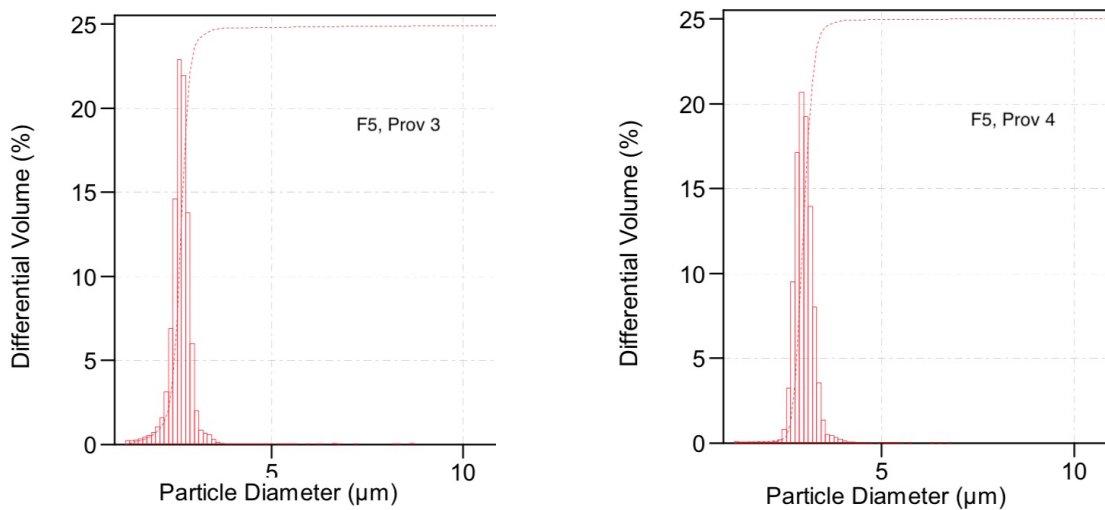
(a) Provs 2.

(b) Provs 3.

Figure 5.6: Analys av Provs 2 och Provs 3 från Försök 4.

Försök 4 utfördes i separationsträtt 1, 365 ml, och med högsta koncentrationen silicapartiklar, 146 g/L, från Bulk 2. Första fraktionen som separerades ut efter jämnvikt var Prov 2, där söktes en fraktion med en medelpartikelstorlek (D50) på 3 μm . Flödet som krävdes beräknades till 46 ml/h och separationen pågick i två dagar. Efter analys visade sig fraktionen ha en D50 på 3,49 μm och en storleksfördelning (D90/10) på 2,76, se Figur 5.6a. För Prov 3 ökades flödet till 63 ml/h för att separera ut en önskad fraktion med D50 på 3,5 μm , separationen pågick i fem dagar. Analysen av Prov 3 visade en D50 på 4,418 μm och en D90/10 på 3,65, se Figur 5.6b. Prov 4 togs ut under ett flöda av 83ml/h där det söktes en medelpartikelstorlek på 4 μm . Enligt analys landade resultatet på 5,23 samt en storleksfördelning på 2,72. Prov 5 och 6 beräknades med det nya beräkningsverktyget som gav flöden på 99 respektive 119 ml/h. Detta skulle ge D50 på 5,5 för P5 och 6 för P6. Resultatet blev 5,774 μm respektive 6,283 μm . Storleksfördelningen D90/10 blev 4,08 μm för P5 samt 5,29 μm för P6 vilket påvisar god klassifisering även vid högre koncentrationer, dock mer oförutsäbara resultat på D50.

5.6 Försök 5, stor volym och låg koncentration



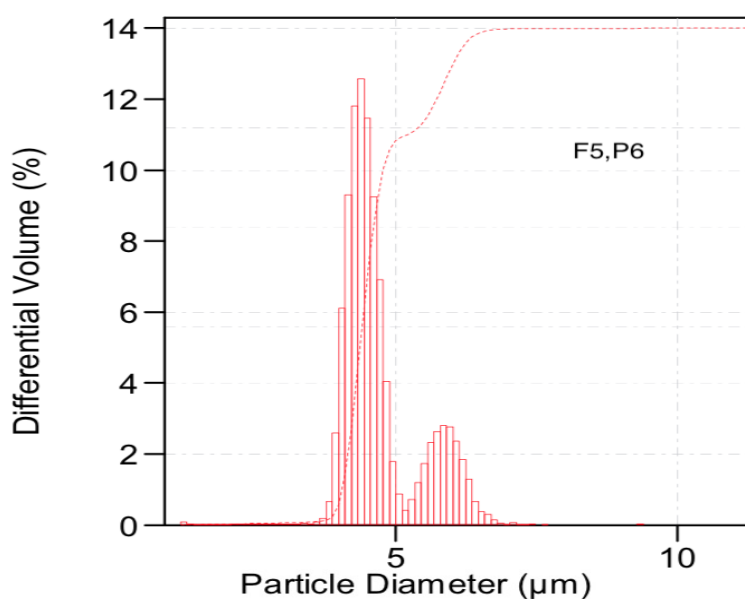
(a) Prov 3.

(b) Prov 4.

Figur 5.7: Analys av Prov 3 och Prov 4 från försök 5.

Försök 5 undersökte vilken effekt volymen har för separation av silicapartiklar med koncentrationen 73 g/L. Först ställdes pumpen in på ett flöde av 30 ml/h för att få jämnvikt, dock visade sig flödet vara för lågt så efter ett dygn så ökades flödet till 62 ml/h. Vid starten av denna separation så startades pumpen med ett flöde på 500 ml/h under 3 minuter innan flödet sänktes till jämnviktsflöde, detta gjordes för att undvika sedimentering av silicapartiklar i botten av separationsträtten. Första fraktionen som togs ut i separationen var Prov 3, där söktes en fraktion med en medelpartikelstorlek (D50) på 2,5 μm , vilket krävde ett flöde på 95 ml/h och en separationstid på tre dagar. Analysen av provet visade en D50 på 2,563 μm och en

storleksfördelning (D90/10) på 1,47, se Figur 5.7a. När nästa fraktion skulle tas ut, Prov 4, med en önskad D50 på 3 μ m så användes det nya beräkningsverktyget, som förhoppningsvis skulle stämma överens med det D50 som faktiskt separeras ut. Det nya beräkningsverktyget gav ett flöde på 119 ml/h och separationen pågick i två dagar. Resultatet från analysen visade en D50 på 2,917 μ m och en D90/10 på 1,21, se Figur 5.7b, vilket är väldigt nära det beräknade. För prov 5 och 6 användes också beräkningsverktyget och resultaten blev över förväntan. Prov 5 kördes med ett flöde på 162 ml/h där en D50 på 3,5 μ m önskades. Resultatet blev 3,493 μ m med en storleksfördelning D90/10 på 1,31. Detta tillsammans med P4 gav en god indikation på att beräkningsverktyget fungerar för volymskalningar vid lägre koncentration. Prov 6 kördes på ett flöde av 211 ml/h för att få ut D50 på 4 μ m. Resultatet blev dock 4,361 vilket var sämre resultat än vad som önskats för att kunna fastställa att volymskalningen fungerar. Observerar man på grafen i figur 5.8 så kan man tydligt se att provet som analyserats har blivit kontaminerat på något sätt. Efter att ha uteslutit alla andra möjligheter så antog vi att det rör sig om en kontamination. Därför kan man kolla på den första "höga" toppen och se att den ligger när det önskade värdet på 4 μ m. Så även P6 ger oss bra feedback om beräkningsverktyget.

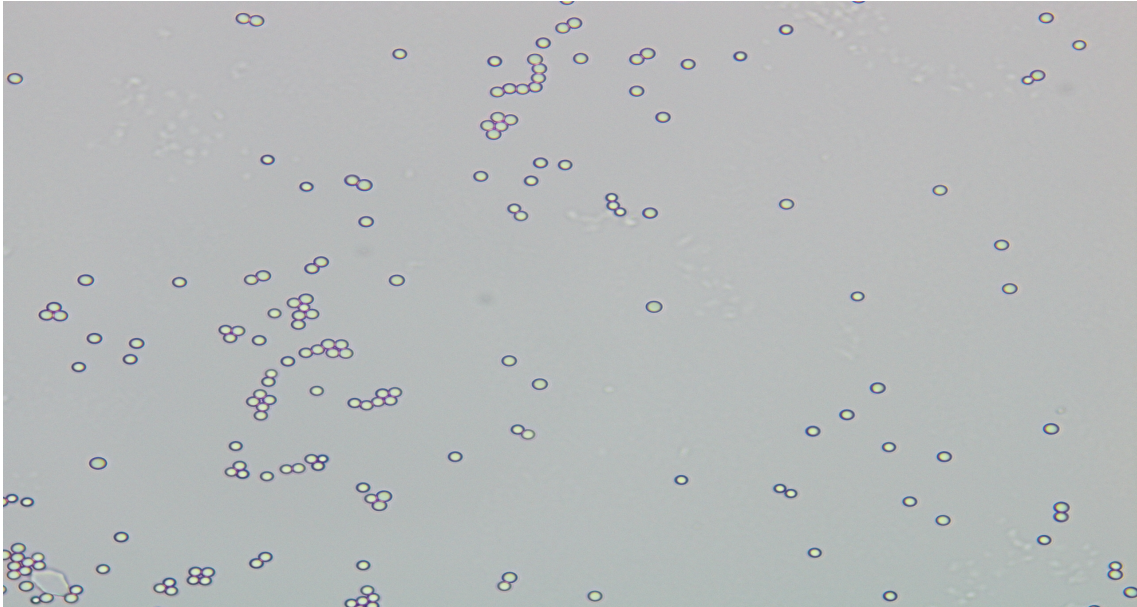


Figur 5.8: Den första toppen är det önskade provet (P6) och den andra toppen är en kontamination, då det är en dal mellan topparna så kan det inte röra sig om felkörning av processen, utan det borde vara en kontamination i provupparbetning eller filtrering innan analys.

5.7 Partikelanalys

Partikelfraktioner från några utvalda prover fotograferades under mikroskop för att se om partiklarna skadats under processen. Analysen visade fina sfäriska partiklar men liten till inga skador eller deformationer. Agglomeration i bilderna beror på att dem fick torka i vatten vilket gör att partiklarna agglomererar. Detta innebär inte

stor agglomeration i separationsföröörandet.



Figur 5.9: På bilden ser man tydligt att partiklarna är intakta och så gott som monodispersa vilket tyder på ett lyckat separationsföörande

5.8 Resultat av försöksplan

Vi valde att definiera resultaten av faktorförsöken som partikelfördelning, alltså hur stor D90/10 blir beroende av effekter och samspelseffekter. Resultatet visas i figur 5.1.

Tabell 5.1: En statistisk analys av resultaten visade på väldigt olika effekter av koncentration och volymskalningar, men också att det finns en betydande samspelseffekt mellan dem. D90/10 presenteras som värde för att sedan förenklas i cellerna till höger för att få enklare siffror att tolka i slutändan. Resultaten av huvudeffekter och samspelseffekter presenteras längst ner i tabellen med likhetstecken. D90/10 värden är genomsnittsvärden för alla försök i specifik försöksserie.

Försök	Volym	Konc	D90/10	Förenklat värde	Samspelseffekt
1	-	-	1,28	28	+
2	+	-	1,29	29	-
3	-	+	1,24	24	-
4	+	+	1,31	31	+
	= 4	= -1			= 3

Av tabellen kan man dra slutsatsen att en ökad volym, som också ger en ökad separationsarea, ger minskad D90/10. Detta är tvärt emot hur vi resonerade innan då arean ökar mer än omkretsen vid en volymskalning genom sambandet mellan area och omkrets för en cirkel:

$$A = 4\left(\frac{\text{Omkrets}}{2\pi}\right)^2 \quad (5.1)$$

Vi resonerade så att eftersom arean ökar "snabbare" än omkretsen så blir väggeffekten en mindre faktor vid större separationsutrustning, men eftersom försöken visar på det motsatta så tror vi att det helt enkelt tar längre tid att komma till ett stabilt plugg-flöde vid större area och det är därför svårare att få bra partikeldistribution. Det är också intressant att en koncentrationsökning verkar minska D90/10 då vi även här antog det motsatta från början. Analysen visar bara på en mindre effekt av koncentrationsökningen på -1 så fler försök behöver göras för att fastställa empiriskt att resultaten stämmer.

5.9 Felkällor

5.9.1 Separationsarea

Separationsarean för varje separationstratt var svår att mäta exakt eftersom inget sådant instrument fanns tillgängligt på Chalmers och ingen sådan information fanns för trattarna. Arean räknades istället ut genom att först mäta diametern på varje separationstratt. På separationstratt 1 användes ett elektriskt skjutmått för att få fram ytterdiametern, från detta värde subtraherades sedan godstjockleken på mynningen i botten av separationstratten för att få fram en innerdiameter. Detta kan

ge viss avvikelse från den sanna innerdiametern ifall godstjockleken i mynningen i botten inte är samma som där separationstratten är som bredast. För den större separationstratten så fanns inget elektriskt skjutmått stort nog för att mäta ytterdiametern direkt. För att lösa detta så ställdes två vattenpass upp på varsin sida där separationstratten var som bredast, vattenpassen hölls lodräta och sedan mättes avståndet mellan dom för att få fram flaskans ytterdiameter. Ytterdiametern subtraherades sedan med godstjockleken vid flaskmynningen i botten för att få fram en innerdiameter. Denna kan avvika lite från den sanna innerdiametern ifall godstjockleken i botten inte är den samma som där separationstratten är som bredast. En viss felmarginal kan även ha uppstått vid mätningen av ytterdiametern ifall vattenpassen inte var helt lodräta.

5.9.2 Filtrering

Vid filtrering av fraktionerna så används en büchnertratt och filterpapper av klass 00H och 00A, dessa filterpapper ska hindra partiklar större än 1 - respektive 2 μ m. För att minska filterningstiden så användes filterpapper 00A vid all filtrering av partiklar större än 3 μ m. Trots att filterpappren ska hindra alla partiklar som filtreras så tog några partiklar sig igenom kring kanterna och följde med vätskan ner i vakuumflaskan för vissa fraktioner. Denna vätska hade kunnat filtreras igen, men eftersom det hade tagit för lång tid att filtrera allting två eller fler gånger så togs beslutet att kasta dom.

5.9.3 Separationsvätskan

Det dest-vatten som används som medie i separationen har lagrats i en vattendunk innan den fylls på i behållaren som är kopplad till pumparna. Detta görs för att separationen skall ske under konstant temperatur, vilket i det här faller är rumstemperatur. Dock ändrades temperaturen i laboratoriet vilket medförde att separationsvätskan varierade mellan 20-22 °C. Detta gör att viskositeten har varierat under försökens gång men har förhoppningsvis haft en marginell påverkan på resultat.

6

Slutsats

6.1 Koncentration/Volym

Under projektets gång så förändrades frågeställningen något då vi fick avgränsa p.g.a. tidsbrist. Förutsägbarhet för en koncentrationsskalning insåg vi tidigt att det kommer bli svårt men försöken visade tydligt att det går att separera ut fraktioner med bra cut-off vid hög koncentration. Då en volymskalning visade sig vara förutsägbar så drog vi slutsatsen att det går att kompensera för "hålrumsförändringen" som sker när det finns mer eller mindre partiklar i slurryn, alltså hålrummet som finns mellan partiklarna minskar med ökad koncentration. Men detta är endast förutsägbart upp till en viss koncentration då överföring av kinetisk energi mellan partiklarna ökar exponentiellt när du ökar koncentrationen. Vi resonerar så att en partikelkollision kan orsaka en annan och bilda en kedjereaktion. Därför är inte partikelkollision en betydande faktor vid vår lägre koncentrationsnivå och behöver inte kompenseras för men vid den högre koncentrationen så har det blivit en betydande faktor och ytterligare arbete behövs för att kunna räkna på separationsförloppet med tillräckligt stor noggrannhet.

6.2 Beräkningsverktyg

Genom modifikation av Stokes lag så har ett beräkningsverktyg skapats och testats. Modifikationen med hjälp av Steinours teorier går att se i kapitel 2 Teori under Steinour. Med hjälp av beräkningsverktyget så kunde vi förutsäga medelpartikelstorleken för en separation med låg koncentration men uppskalad volym, Verktyget stämmer dock sämre för koncentrationsskalningar då det är för många faktorer som påverkar och en större studie behövs för att få till ett beräkningsverktyg med tillräckligt liten felmarginal. Det har fastställts av försöken att det är möjligt att separera ut tillräckligt bra fraktioner med hög koncentration, alltså 146 g/L, men separationsprocessen blir väldigt oförutsägbar och det är svårt att beräkna tydliga cut-offs då partikel-interaktionen blir för hög. Beräkningsverktyget behöver alltså ytterligare arbete för att kunna kompensera för den hindrade sedimentationen vid 146 g/L men stämmer bra med liten felmarginal vid 73 g/L.

6.3 Förutsägbarhet av medelpartikelstorleken

Eftersom Stokes lag förutsäger en övre cut-off så behöver formeln modifieras för att förutsäga medelpartikelstorleken (D50) eftersom det är D50 som är den huvudsakliga specifikationen för en fraktion. Från de första försöken kunde en korrektionsfaktor om 16% räknas ut. Detta innebär att en önskad D50 ges om man anger en partikel-diameter i det utformade ekvationen 2.7 som är 16% större än den önskade D50. Detta görs automatiskt i beräkningsverktyget. Efter fler försök och tester så ökades korrektionsfaktorn från 16% till 17% vilket gav mindre felmarginal.

6.4 Cut-off, Lösningsmedel

Att använda vatten för separationen har både fördelar och nackdelar. I och med att vatten har högre viskositet, alltså den inre friktionen är större, så kan det leda till att partiklarna agglomererar och de påverkar varandra i större skala. Genom våra försök så har vi påvisat att separation med vatten vid rumstemperatur är fullt möjlig. Vattnet kan eventuellt värmas upp med spillvärme från annan del av processen. Detta gör att vattnets viskositet sjunker enligt Figur 3.1.

Referenser

- [1] Barry A. Wills and James A. Finch. Chapter 4 - particle size analysis. In Barry A. Wills and James A. Finch, editors, *Wills' Mineral Processing Technology (Eighth Edition)*, pages 91 – 107. Butterworth-Heinemann, Boston, eighth edition edition, 2016.
- [2] MRI Questions. Laminar, turbulent, and vortex flow, 2018. [Courtesy of Allen D. Elster, MRIquestions.com].
- [3] Coulson and Richardson. Chapter 8 - sedimentation. In Raj Chhabra and Madivala G. Basavaraj, editors, *Coulson and Richardson's Chemical Engineering (Sixth Edition)*, pages 387 – 447. Butterworth-Heinemann, sixth edition edition, 2019.
- [4] Hideto Yoshida, Kunihiro Fukui, Tetsuya Yamamoto, Ayumi Hashida, and Norihiro Michitani. Continuous fine particle classification by water elutriator with applied electro-potential. *Advanced Powder Technology*, 20(4):398 – 405, 2009.
- [5] Naoki Shirasawa, Mitsuharu Matsuzawa, Tomonori Fukazawa, Kunihiro Fukui, and Hideto Yoshida. Fine particle classification by a vertical type electrical water-sieve with various particle dispersion methods. *Separation and Purification Technology*, 175:107 – 114, 2017.
- [6] Yu Nagata, Masaya Minagawa, Shosei Hisatomi, Yuki Tsunazawa, Kyoko Okuyama, Motonori Iwamoto, Yasuyoshi Sekine, and Chiharu Tokoro. Investigation of optimum design for nanoparticle dispersion in centrifugal bead mill using dem-cfd simulation. *Advanced Powder Technology*, 30(5):1034 – 1042, 2019.
- [7] Hideto Yoshida, Toru Takashina, Kunihiro Fukui, and Takeshi Iwanaga. Effect of inlet shape and slurry temperature on the classification performance of hydrocyclones. *Powder Technology*, 140(1):1 – 9, 2004.
- [8] Random number generator / picker. <https://andrew.hedges.name/experiments/random/>. Accessed: 2019-04-12.

7

Bilagor

Tabell 7.1: Överblick för varje separation och dess resultat. Gröna rader är beräknade med det nya beräkningsverktyget.

Försök	Flöde (ml/h)	Beräknad D50 (μm)	Faktisk D50 (μm)	Differans (μm)
F1, P4+P5	46	3	2,262	-0,738
F1, P6	60	3,5	3,955	0,495
F1, P7	83	4	4,525	0,525
F1, P8	130	5	2,886	-2,114
F1, P9	157	5,5	2,156	-3,344
F1, P10	186	6	7,164	1,164

F3, P2	130	3	3,483	0,483
F3, P3	188	3,5	3,986	0,486
F3, P4	245	4	5,181	1,181

F4, P1	30	2,5	2,841	0,341
F4, P2	46	3	3,49	0,49
F4, P3	63	3,5	4,418	0,918
F4, P4	83	4	5,23	1,23
F4, P5	99	5,5	5,774	1,274
F4, P6	119	6	6,283	1,283

F5, P3	95	2,5	2,563	0,063
F5, P4	119	3	2,917	-0,083
F5, P5	162	3,5	3,493	-0,007
F5, P6	211	4	4,361	0,361

Tabell 7.2: Kalibrering av slangpump vid en temperatur på 20°C.

Inställning (%)	Massflöde (g/min)	Volymflöde (ml/h)
25	2,990	179,724
25	2,983	179,302
25	2,987	179,543
25	2,989	179,663
25	2,983	179,303
	Medelvärde	179,507

Tabell 7.3: Kalibrering av membranpump vid en temperatur på 20°C.

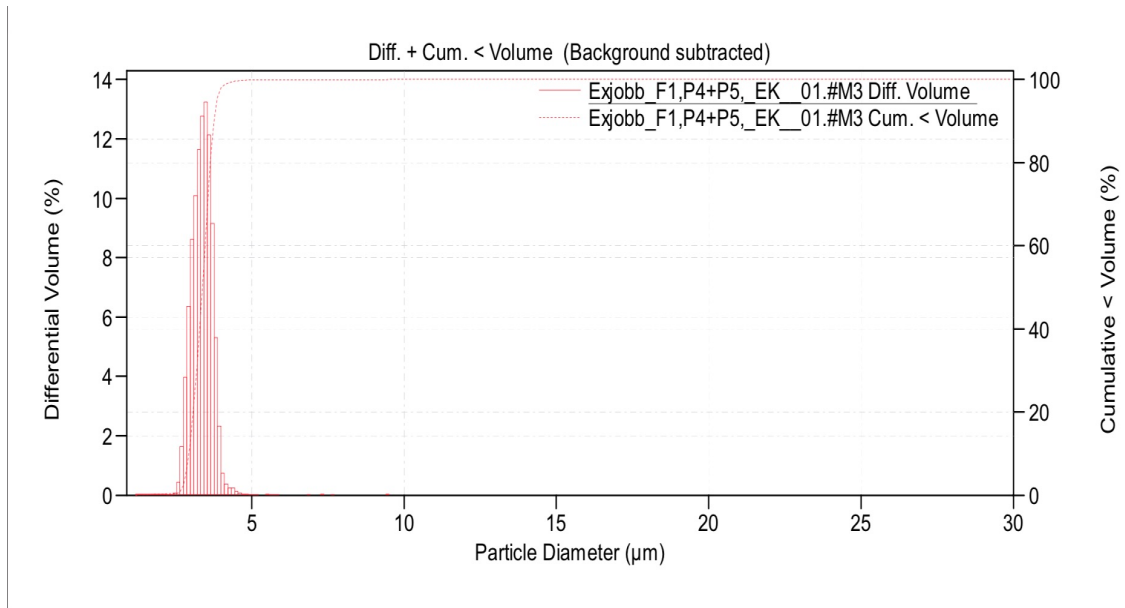
Inställning (ml/h)	Massflöde (g/min)	Volymflöde (ml/h)
300	4,985	299,639
300	4,983	299,519
300	4,985	299,639
300	4,975	299,038
300	4,982	299,459
	Differans	0,001

Tabell 7.4: Kontroll av volymen på separationsträtt 1 vid en vattentemperatur på 20°C.

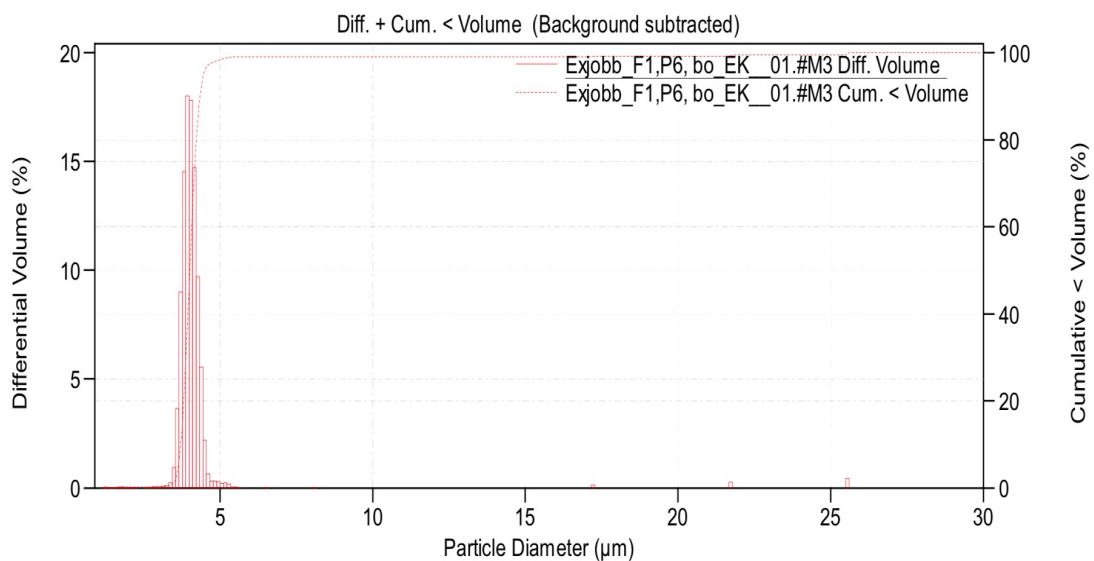
Massvolym (g)	Volym (ml)
365,51	366,17
365,05	365,71
362,25	362,90
365,40	366,06
364,69	365,35
Snittvolym	365,24

Tabell 7.5: Kontroll av volymen på separationsträtt 2 vid en vattentemperatur på 20°C.

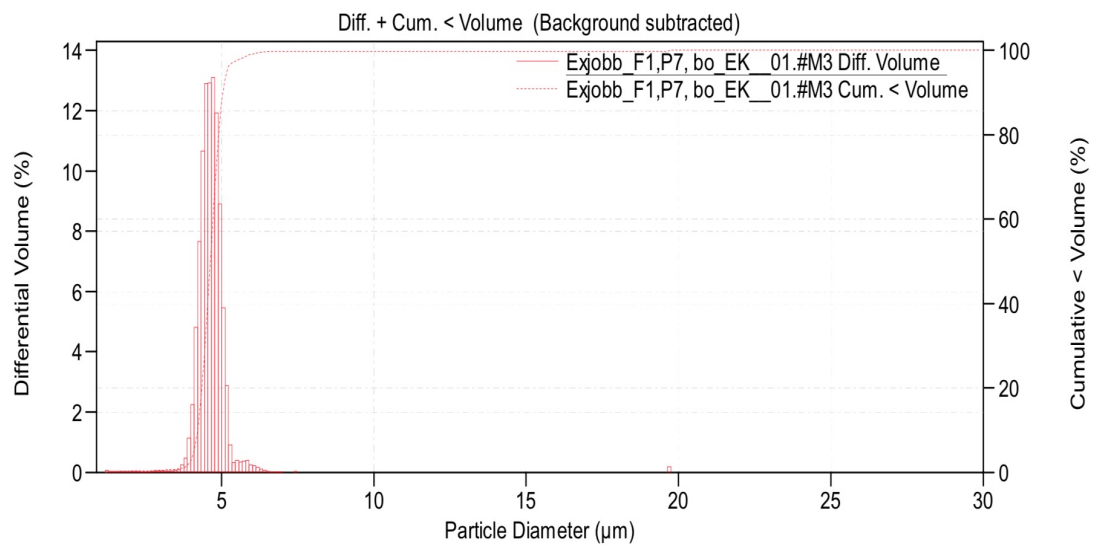
Massvolym (g)	Volym (ml)
1652,66	1655,64
1667,57	1670,58
1666,58	1669,59
1654,68	1657,66
1664,35	1667,35
Snittvolym	1664,16



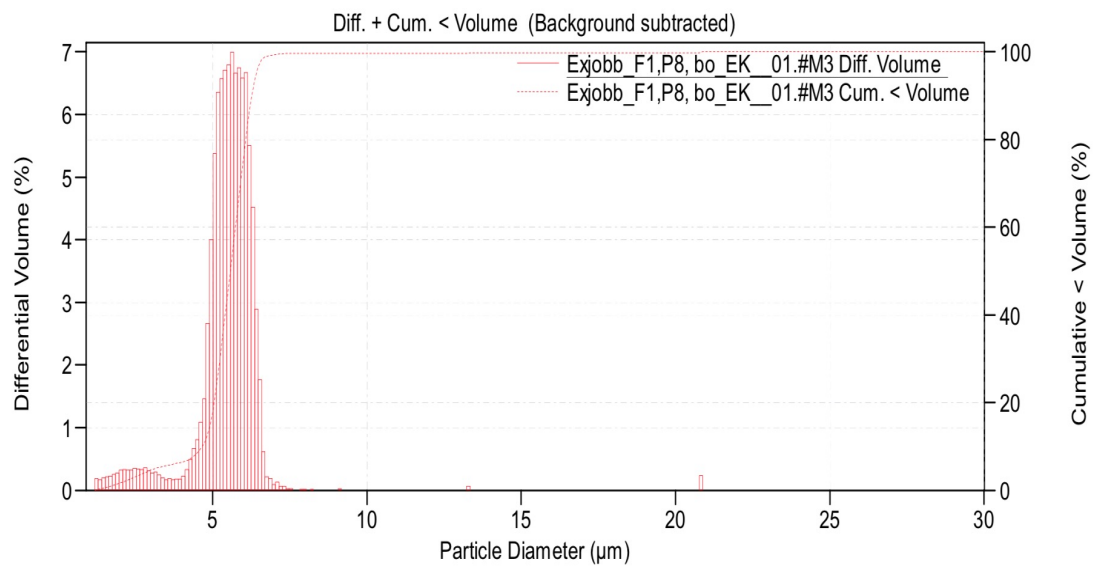
Figur 7.1: Försök 1, prov 4+5. D50 på 3,262 μm , D10 på 2,819 μm och D90 på 3,691 μm . D90/10 är 1,31.



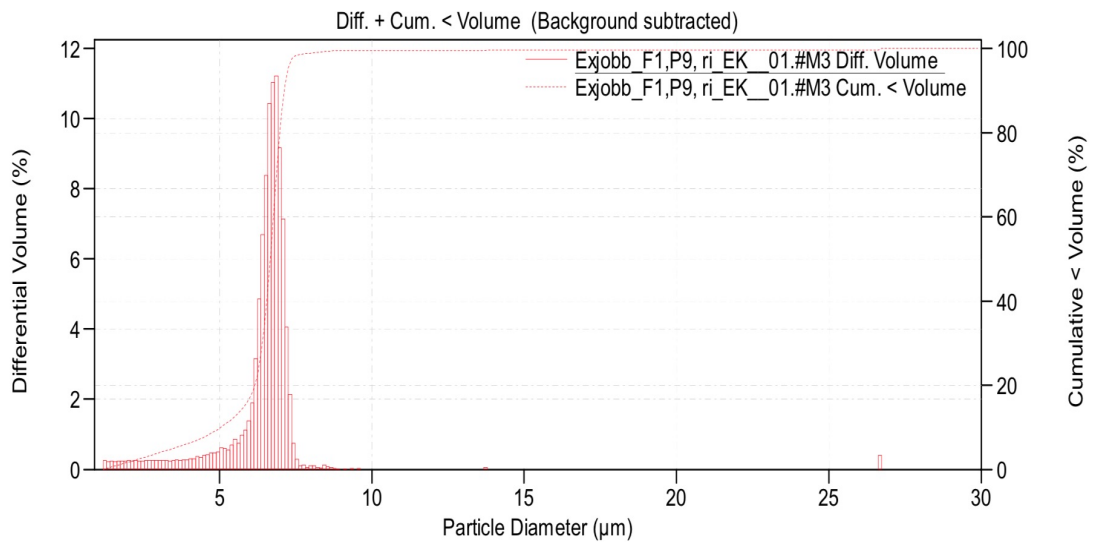
Figur 7.2: Försök 1, prov 6. D50 på 3,955 μm , D10 på 3,630 μm och D90 på 4,285 μm . D90/10 är 1,18.



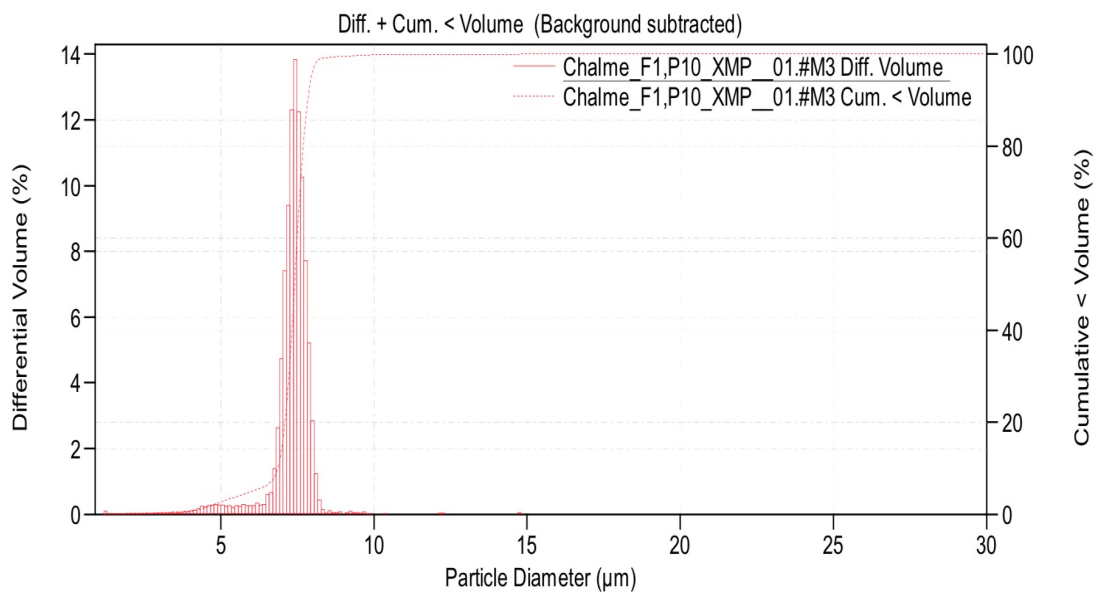
Figur 7.3: Försök 1, prov 7. D50 på 4,525 μm , D10 på 3,855 μm och D90 på 4,964 μm . D90/10 är 1,29.



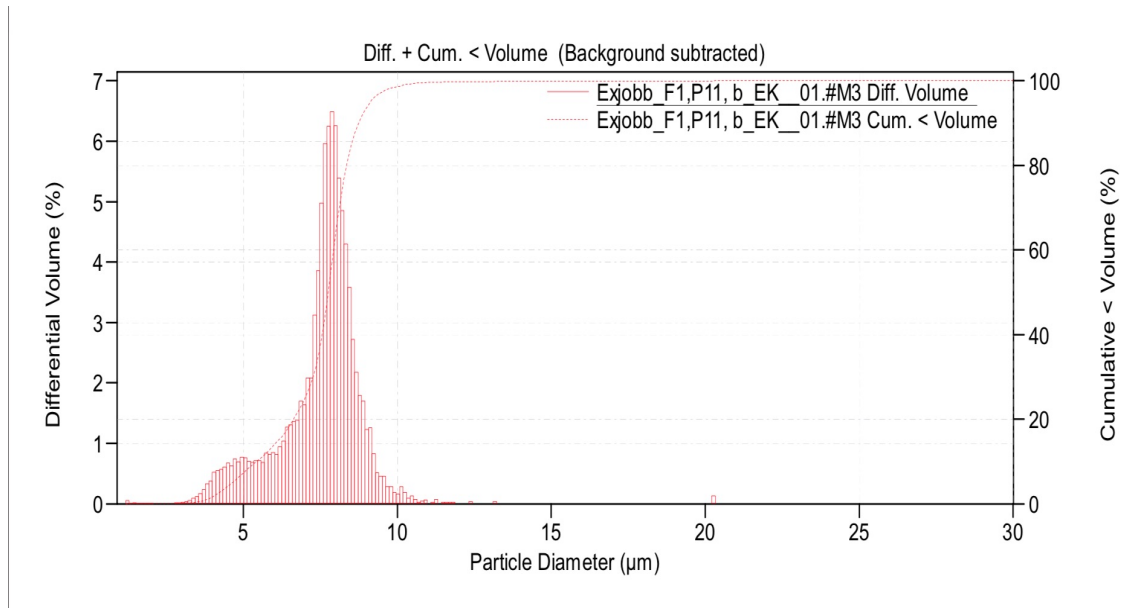
Figur 7.4: Försök 1, prov 8. D50 på 2,886 μm , D10 på 1,330 μm och D90 på 5,909 μm . D90/10 är 4,44.



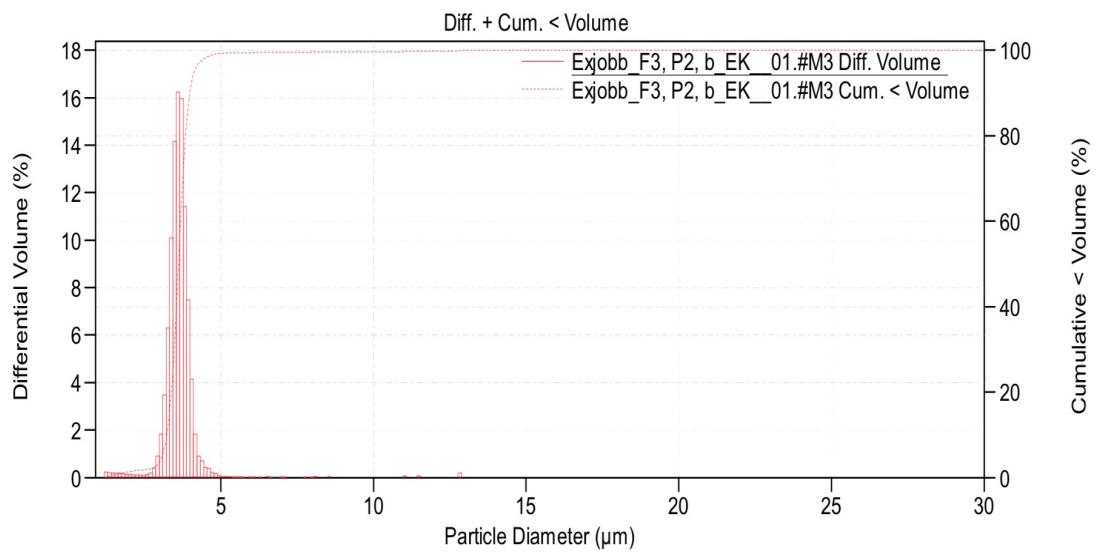
Figur 7.5: Försök 1, prov 9. D50 på 2,156 μm , D10 på 1,269 μm och D90 på 6,802 μm . D90/10 är 5,36.



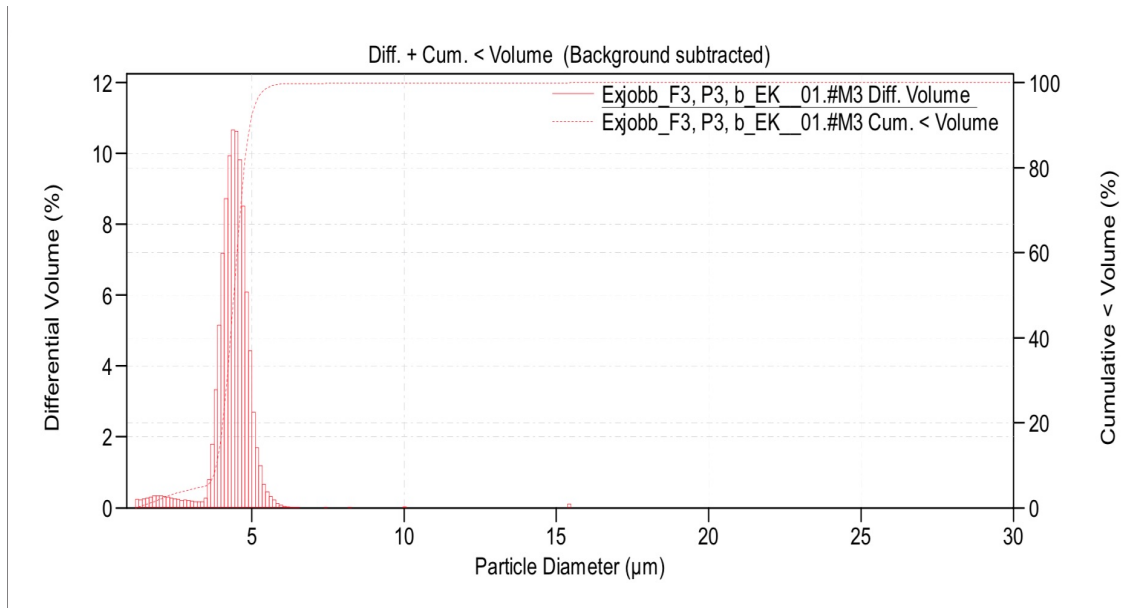
Figur 7.6: Försök 1, prov 10. D50 på 7,164 μm , D10 på 1,265 μm och D90 på 7,723 μm . D90/10 är 6,11.



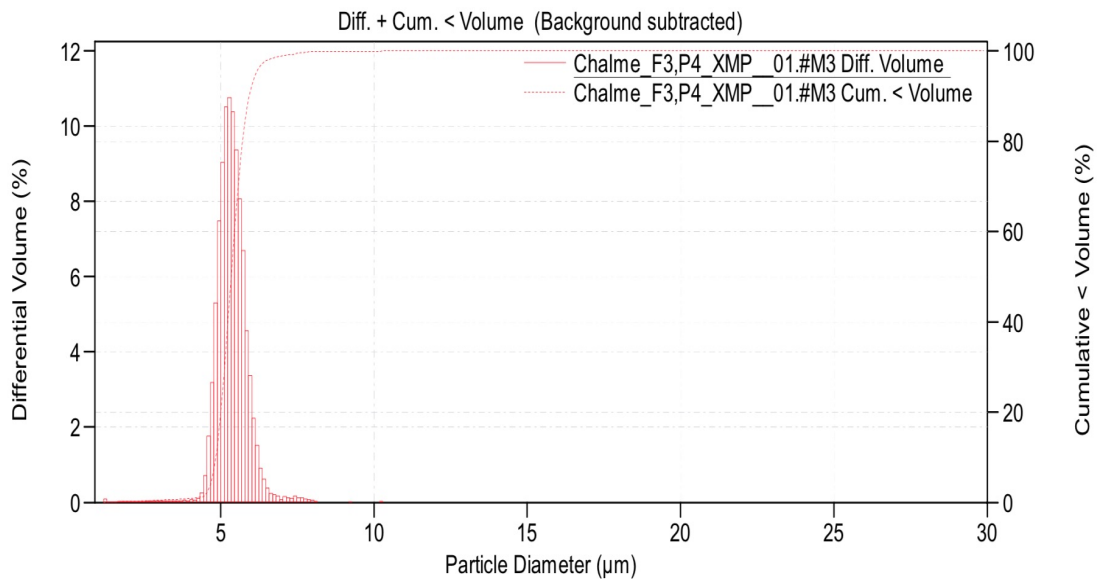
Figur 7.7: Försök 1, prov 11. Slutslurry



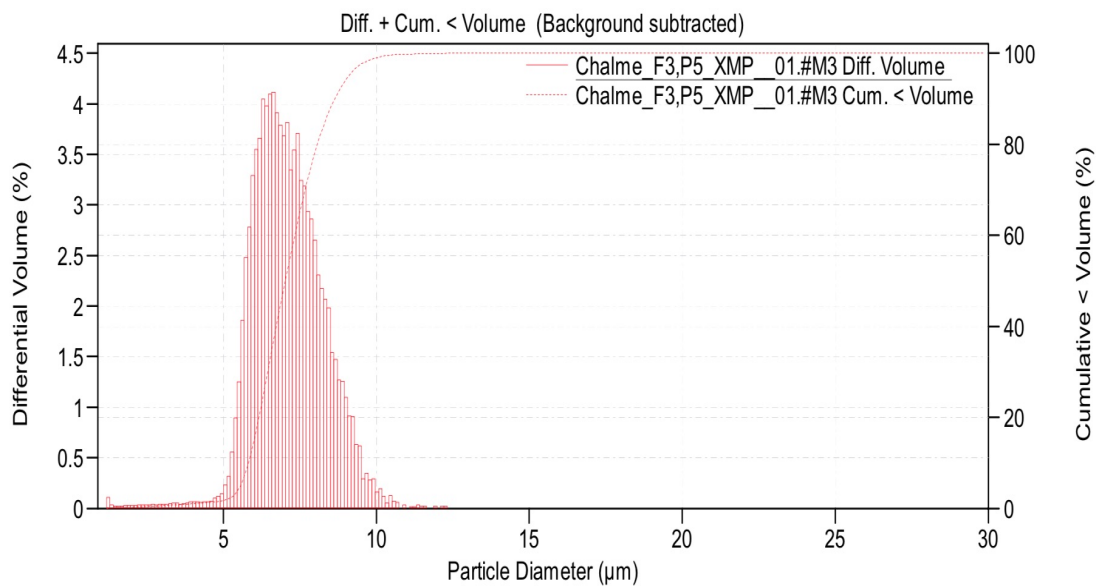
Figur 7.8: Försök 3, prov 2. D50 på 3,483 μm , D10 på 1,511 μm och D90 på 3,874 μm . D90/10 är 2,56.



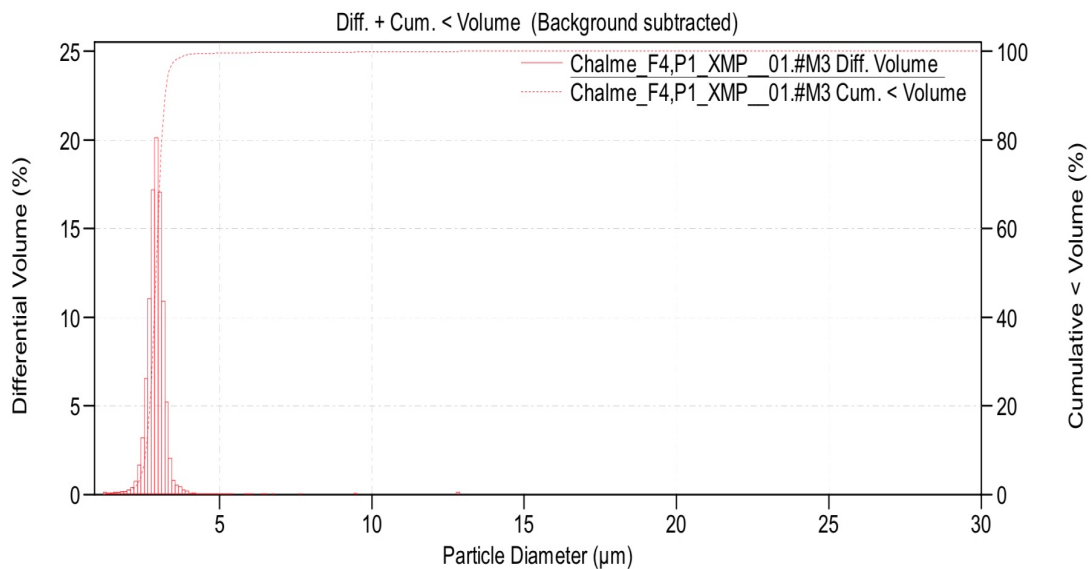
Figur 7.9: Försök 3, prov 3. D50 på 3,986 μm , D10 på 1,369 μm och D90 på 4,722 μm . D90/10 är 3,45.



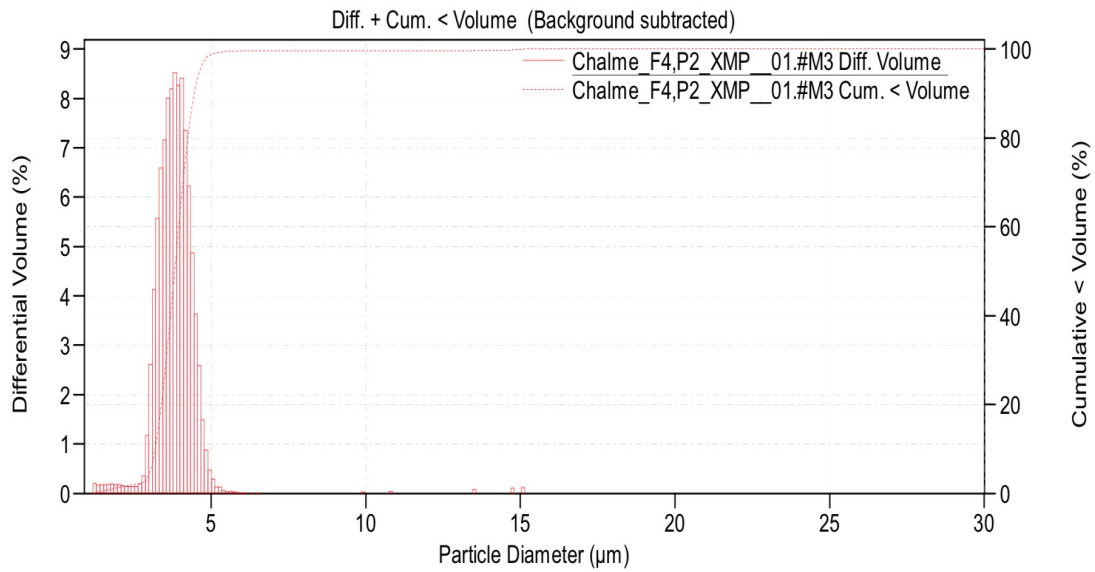
Figur 7.10: Försök 3, prov 4. D50 på 5,181 μm , D10 på 2,303 μm och D90 på 5,769 μm . D90/10 är 2,5.



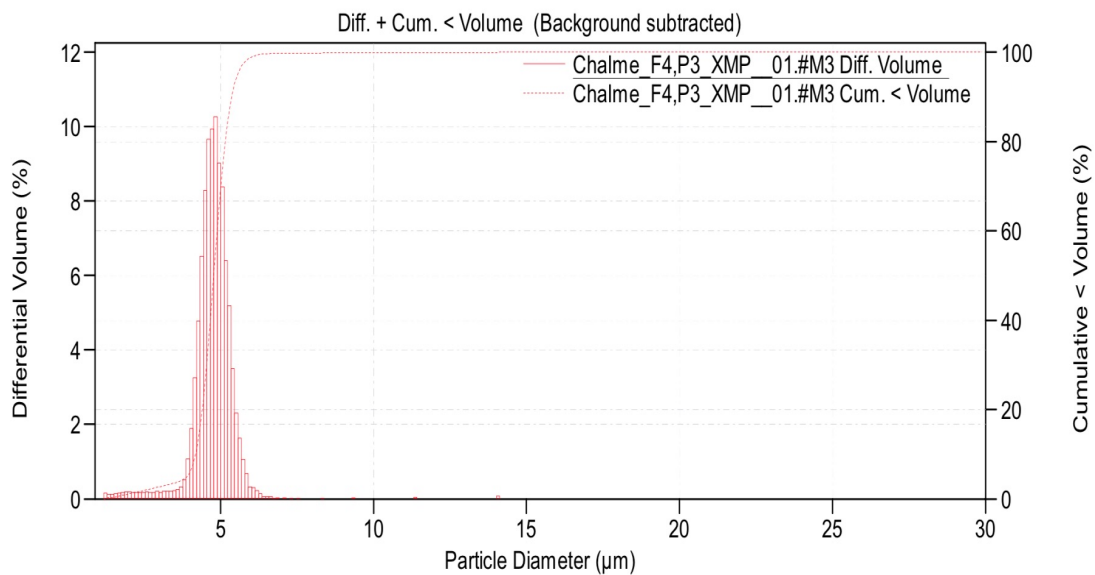
Figur 7.11: Försök 3, prov 5 slutslurry.



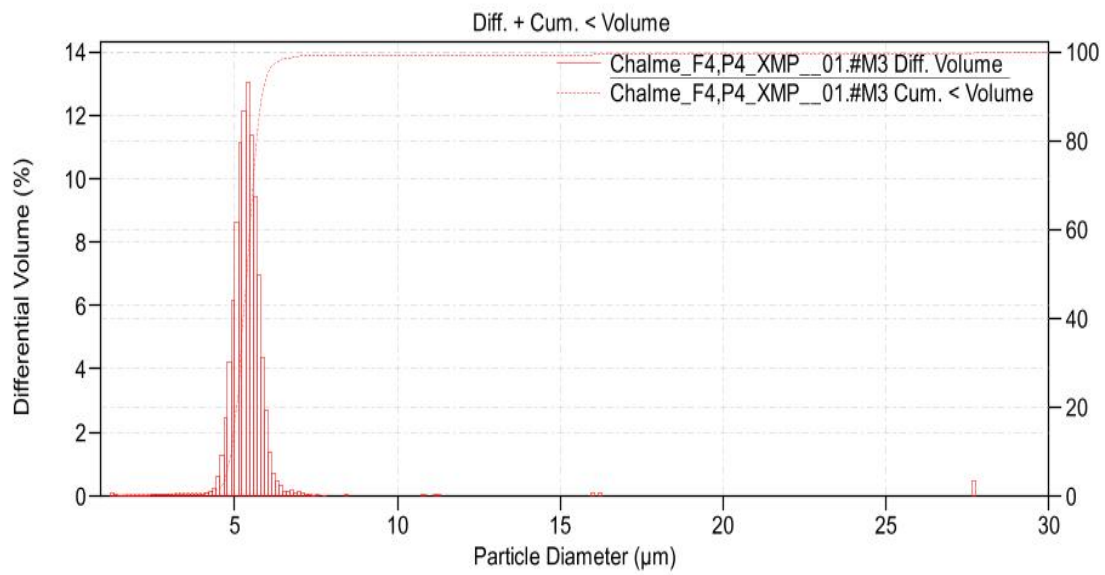
Figur 7.12: Försök 4, prov 1. D50 på 2,841 μm , D10 på 2,383 μm och D90 på 3,146 μm . D90/10 är 1,32.



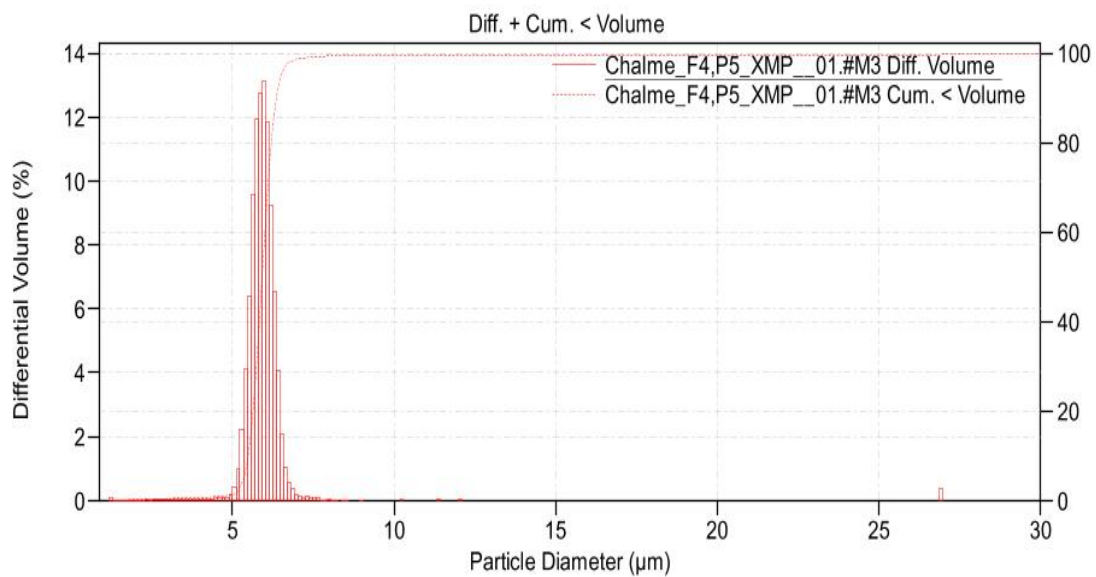
Figur 7.13: Försök 4, Prov 2. D50 på 3,490 μm , D10 på 1,527 μm och D90 på 4,222 μm . D90/10 är 2,76.



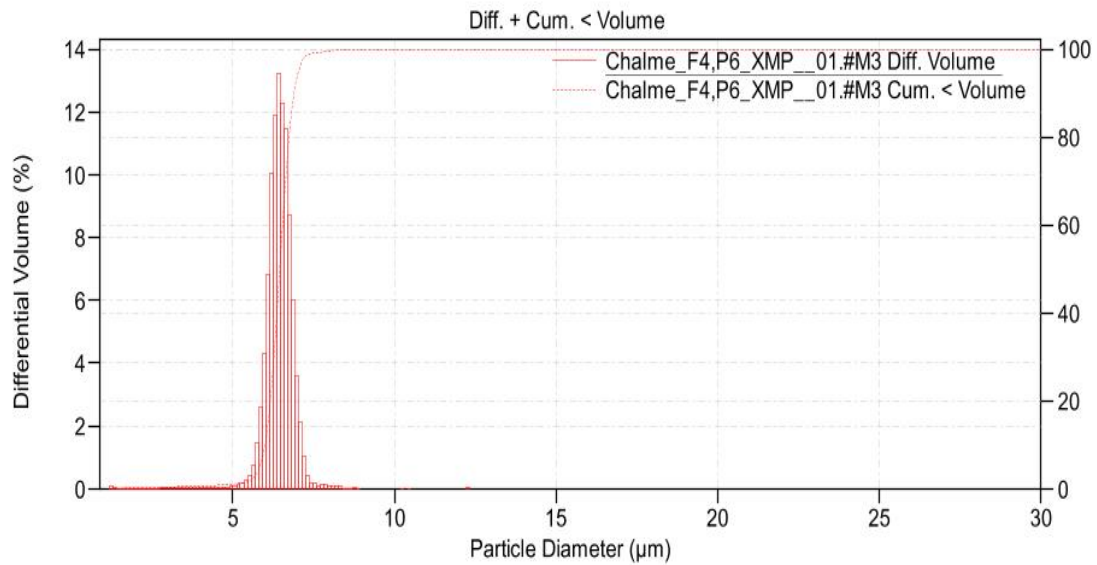
Figur 7.14: Försök 4, Prov 3. D50 på 4,418 μm , D10 på 1,405 μm och D90 på 5,135 μm . D90/10 är 3,65.



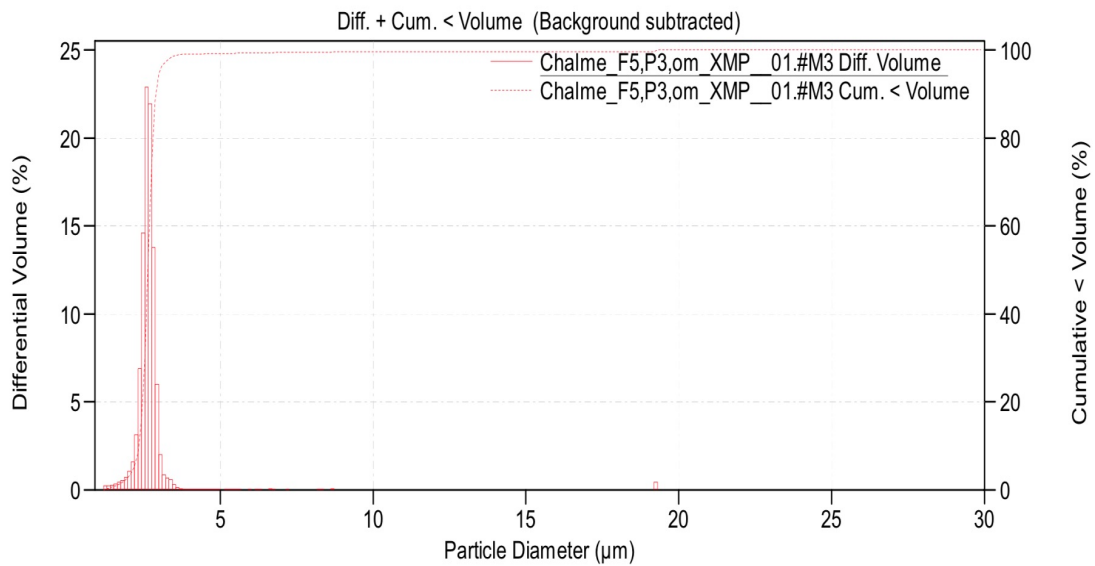
Figur 7.15: Försök 4, Prov 4. D50 på 5,23 μm , D10 på 2,1 μm och D90 på 5,718 μm . D90/10 är 2,72.



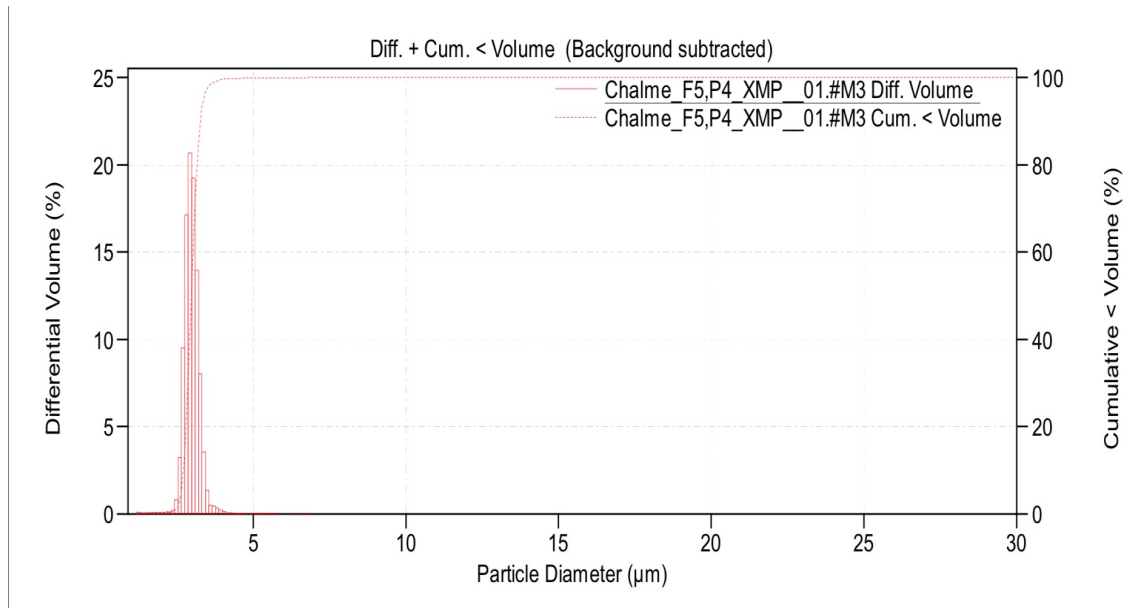
Figur 7.16: Försök 4, Prov 5. D50 på 5,774 μm , D10 på 1,53 μm och D90 på 6,247 μm . D90/10 är 4,08.



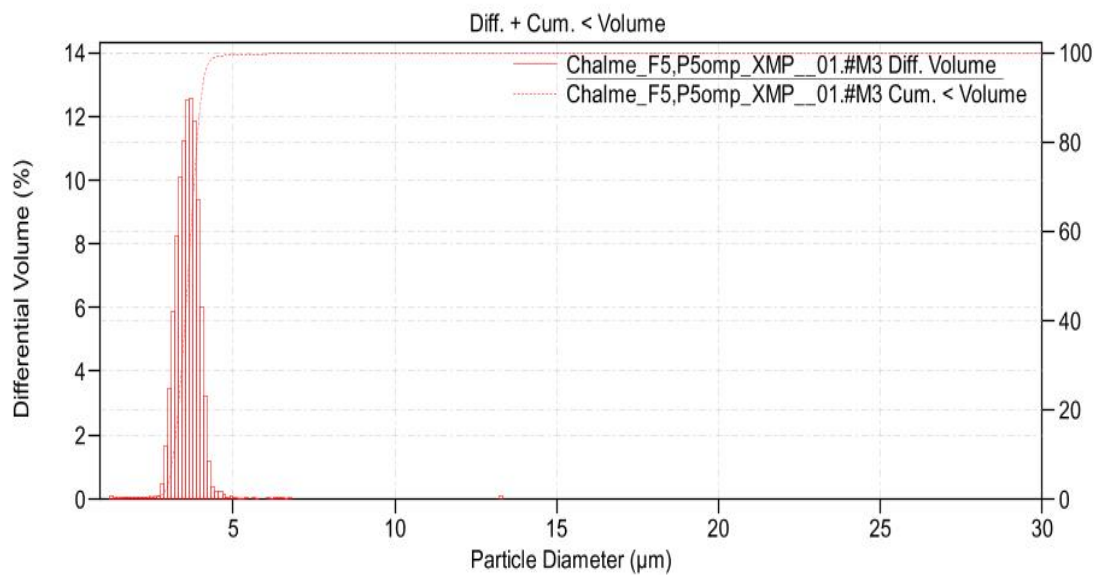
Figur 7.17: Försök 4, Prov 6. D50 på 6,283μm, D10 på 1,282μm och D90 på 6,786μm. D90/10 är 5,29.



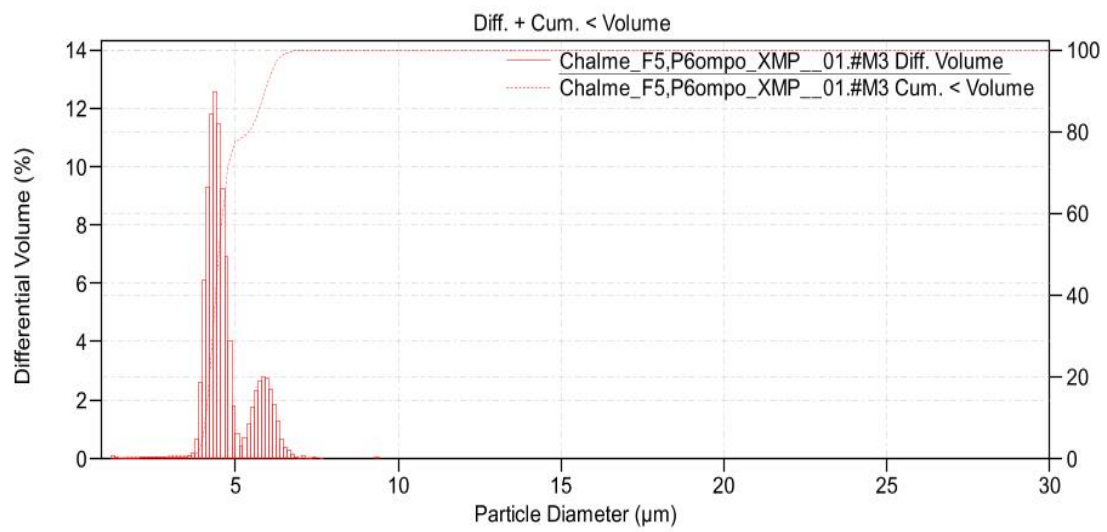
Figur 7.18: Försök 5, Prov 3. D50 på 2,563μm, D10 på 1,926μm och D90 på 2,827μm. D90/10 är 1,47.



Figur 7.19: Försök 5, Prov 4. D50 på 2,917μm, D10 på 2,648μm och D90 på 3,203μm. D90/10 är 1,21.



Figur 7.20: Försök 5, Prov 5. D50 på 3,493μm, D10 på 3,006μm och D90 på 3,944μm. D90/10 är 1,31.



Figur 7.21: Försök 5, Prov 6. D50 på 4,361µm, D10 på 3,891µm och D90 på 5,064µm. D90/10 är 1,30.