

Mariusz BORECKI
Janusz STECKO
Wacław WITTCHEN

Sieć Badawcza Łukasiewicz – Instytut Metalurgii Żelaza ■ Łukasiewicz Research Network – Institute of Ferrous Metallurgy

Agnieszka DOMAGAŁA-GOLENIEWSKA

PEDMO S.A.

Dariusz KNAPEK

EC TEST Systems Sp. z o.o.

OPRACOWANIE TECHNOLOGII WYTWARZANIA ZASYPKI DO ZAMKNIĘĆ SUWAKOWYCH O STRUKTURZE EMERGENTNEJ

DEVELOPMENT OF SLIDE GATE POWDER WITH EMERGENT STRUCTURE TECHNOLOGY PRODUCTION

W artykule przedstawiono wykonane w Ł-IMŻ prace badawcze nad optymalizacją technologii wytwarzania innowacyjnej zasyпки do zamknięć suwakowych w ramach projektu badawczego realizowanego dla przedsiębiorstwa PEDMO S.A. w Tychach. Zwrócono uwagę na opracowaną metodę oceny efektywności powlekania ziaren zasyпки inhibitorem procesu spiekania przy wykorzystaniu analizy termicznej. Stanowi ona ważny element oceny jakości zasyпки, a co za tym idzie umożliwia optymalizowanie parametrów technologii jej wytwarzania. W celu określenia skuteczności powlekania ziaren zasyпки węglową warstwą inhibitora procesów spiekania, przeprowadzono szereg eksperymentów za pomocą analizatora termicznego, kontrolując rodzaj wydzielających się gazów podczas ogrzewania próbek. W związku z tym zbadano wpływ różnych czynników na temperaturę pracy mieszalnika, takich jak temperatura w hali produkcyjnej, temperatura surowców oraz czas pracy mieszalnika. Dodatkowym obszarem badań była wykonywana we współpracy z firmą EC TEST System rejestracja i analiza sygnałów akustycznych emitowanych przez mieszalnik, celem opracowania obiektywnej metody wyznaczania końca procesu powlekania ziaren zasyпки, którą można zaimplementować w systemie automatyki linii produkcyjnej.

Słowa kluczowe: zamknięcie suwakowe, zasyпка, analiza termiczna, termowizja, analiza dźwięku

1. WSTĘP

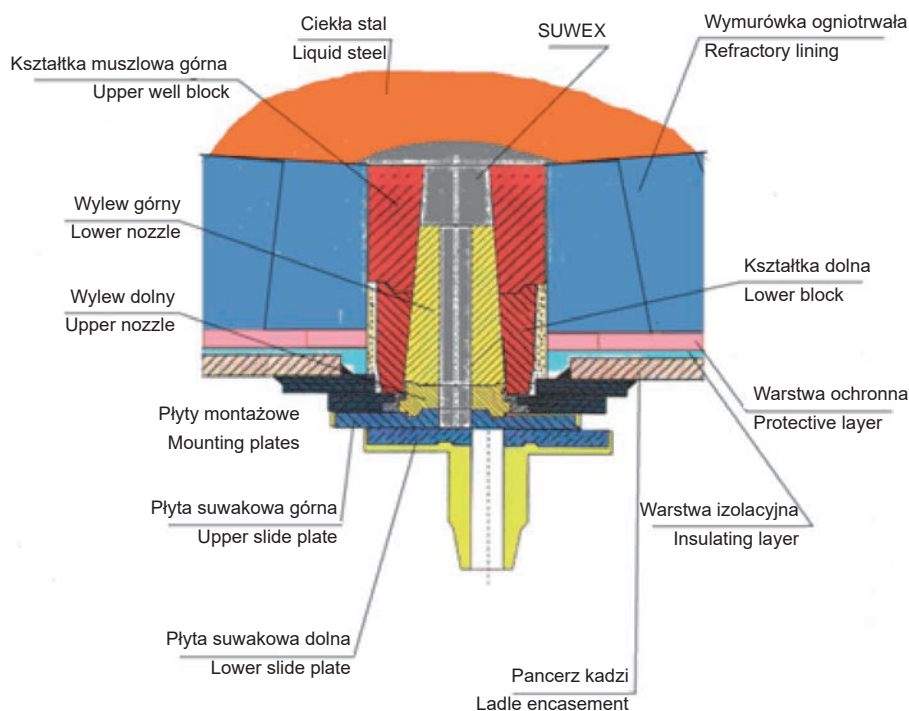
Zamknięcia suwakowe, w których stosuje się ognioodporne zasyпки, służą do otwierania otworów wylewowych stali umieszczonych w dnie kadzi. Zwykle poprzez taki wylew ciekły metal jest spuszcany do tzw. kadzi pośredniej lub znacznie rzadziej do wlewnicy lub formy odlewniczej. Schematycznie konstrukcja takiego zamknięcia przedstawiona jest na rys. 1.

The paper presents the research work carried out at Ł-IMŻ on the optimisation of the technology for producing an innovative powder for slide gates as part of a research project carried out for PEDMO S.A. in Tychy. Attention was paid to the developed method for assessing the efficiency of coating powder grains with a sintering process inhibitor using thermal analysis. It is an important element in assessing the quality of the powder, and thus allowed to optimise the parameters of its production technology. In order to determine the effectiveness of coating powder grains with a carbon layer of sintering inhibitor, a number of experiments were carried out using a thermal analyser, controlling the type of gases emitting during sample heating, therefore the influence of various factors on the mixer working temperature, such as the temperature in the production hall, raw material temperature and mixer operation time, was examined. An additional area of study was the registration and analysis of acoustic signals emitted by the mixer, carried out in cooperation with EC TEST Systems to develop an objective method for determining the end of the powder coating process, which can be implemented in a production line automation system.

Keywords: slide gate, powder, thermal analysis, thermal imaging, sound analysis

1. INTRODUCTION

Slide gates, in which refractory powders are applied, are used to open steel outlets placed at the bottom of a ladle. Usually, through such a nozzle, liquid metal is drained into the tundish or much less often to a coquille or casting mould. The construction of such gates is shown in Fig. 1.



Rys. 1. Schemat zamknięcia suwakowego z zasypką SUWEX [1]

Fig. 1. Slide gates with a SUWEX powder [1]

W sprawnie działającym zamknięciu suwakowym, po przesunięciu się górnego suwaka do położenia, w którym otwory w obu płytkach znajdują się w jednej osi, ogniotrwała zasypka powinna wysypać się z kanału wylewu, udrożniając go i umożliwiając wypływ stali. Wysypywanie się zasypki jest wspomagane ciśnieniem ferrostatycznym stali znajdującej się w kadzi, ale warunkiem wysypania się zasypki z kanału wylewowego jest zachowanie jej sypkiej postaci, co wyklucza jakiegokolwiek spiekanie się jej ziaren.

Zamknięcia suwakowe to złożone i precyzyjne urządzenia [2], które do prawidłowego działania wymagają zasypki o stabilnych właściwościach zarówno pod względem składu chemicznego, fazowego jak i pod względem właściwości mechaniczno-fizycznych. Zastosowanie sproszkowanej mieszanki ogniotrwałej jako wypełnienia do zamknięcia kadzi zostało zaproponowane po raz pierwszy w 1978 roku przez T. Kono i Y. Fukuhisa [3]. Zasypka ta składała się w głównej mierze z piasku kwarcowego o wysokiej czystości z niewielkim udziałem niżej topliwych domieszek. Domieszki takie występujące w większej ilości, a w szczególności alkaliczne skalenie mogą być przyczyną powstawania fazy szklistej [4]. Powstaje ona w wyniku kontaktu ciekłej stali z mieszaniną krzemionki z alkalicznymi domieszkami. Ta zasada odnośnie zanieczyszczeń w niżej topliwe związki obowiązuje również w zasypkach bazujących na innych materiałach ogniotrwałych niż kwarc.

Następne lata to ciągły rozwój i doskonalenie zasypek do zamknięć suwakowych obejmujące zarówno badania nad składem chemicznym, a zwłaszcza fazowym, jak i innymi parametrami mającymi wpływ na jakość i niezawodność zasypki. Konkurencja na rynku w połączeniu z rosnącymi wymaganiami odbiorców, spowodowanymi upowszechnieniem się technologii COS powodują, że poszczególne firmy strzegą swojego know-how i w zasadzie brak jest szerszych doniesień o najnowszych rozwiązaniach w zakresie składu i wytwarzania takich zasypek.

In efficient slide gates, after the upper slide moves to the position where the openings in both plates are in one axis, the refractory powder should spill out of the outlet channel, restoring its patency and allowing the outflow of steel. The pouring out of the powder is supported by ferrostatic pressure of the steel in the ladle, but the condition of pouring out the powder from the outlet channel is to preserve its loose form, which excludes any sintering of the grains.

Slide gates are complex and precise devices [2], which, for proper operation, require a powder with stable properties in terms of chemical composition, phase composition, as well as in terms of mechanical and physical properties. The use of a powdered refractory mixture as a filling to close the ladle was proposed for the first time in 1978 by T. Kono and Y. Fukuhisa [3]. This powder consisted mainly of high-purity quartz sand with a minor addition of less fusible admixtures. Such admixtures in larger amounts, in particular alkaline feldspars, may cause the formation of glassy phase [4]. It is formed as a result of contact between liquid steel and a mixture of silica with alkaline admixtures. This principle regarding impurities in less fusible compounds also applies to powders based on refractory materials other than quartz.

The next years were devoted to the continuous development and improvement of slide gate powders covering the study on the chemical composition, especially phase composition, but also other parameters affecting the quality and reliability of the powder. Competition on the market, combined with the growing requirements of recipients, caused by the spread of the CC technology, means that individual companies guard their know-how and, in principle, there are no wider reports on the latest solutions in the composition and production of such powders.

By adopting a certain level of generality, for the most part it can be stated that powders with high reliability are required for slide gates, guaranteeing trouble-free opening of ladle nozzles. Only such powders guarantee continuous and

Przyjmując pewien poziom ogólności można generalnie stwierdzić, że do zamknięć suwakowych wymaga się zasypek o wysokiej niezawodności, gwarantujących bezproblemowe otwieranie wylewów kadziowych. Tylko takie zasypki gwarantują ciągłą i stabilną produkcję w stalowniach wyposażonych w urządzenia do ciągłego odlewania stali.

Do wytwarzania tego rodzaju zasypek stosowano różnego rodzaju sypanki materiały ogniotrwałe w postaci piasków. W ostatnim czasie zasypki bazujące na piaskach chromitowych należą do najszerzej stosowanych. Wynika to z faktu, że chromit obok wysokiej odporności chemicznej posiada także wysoką odporność termiczną i mechaniczną. Charakterystyka materiałowa tych piasków i szereg korzystnych właściwości użytkowych powodują, że zasypki z ich udziałem wykazują się wysokim współczynnikiem otwieralności i tym samym dobrze spełniają swoją rolę [5]. Jest to jednak składnik drogi i stanowi zwykle kilkanaście procent, a skład jest uzupełniany surowcem tańszym, ale o gorszych właściwościach.

Podczas prac zmierzających do zwiększenia skuteczności zasypek przeznaczonych do zamknięć suwakowych należy brać pod uwagę fakt, że wchodzące w skład zasypki piaski, w kontakcie z ciekłą stalą są poddawane temperaturze wyższej niż 1600°C. W takich warunkach na skutek interakcji z ciekłą stalą w zasypce, w strefie kontaktu z ciekłym metalem, tworzyć się mogą zbrzylenia lub szklista powłoka na granicy piasek/stal, co jest wynikiem spiekania ziaren piasku i/lub roztapiania zanieczyszczeń znajdujących pomiędzy nimi. Ta podatność na spiekanie i reakcyjność w kontakcie z ciekłą stalą decydują o przydatności konkretnego surowca do komponowania zasypek do zamknięć suwakowych. Oczywiście mniejsze wymagania stawia się zasypkom stosowanym np. w odlewnictwie żeliwa, gdzie temperatury są istotnie niższe.

Innymi ważnymi parametrami charakteryzującymi zasypki do zamknięć suwakowych są właściwości fizyczne surowców, z których się je wytwarza. Na skuteczność zasypki wpływa skład ziarnowy piasku, typ ziaren (kuliste, ostrokrawędziowe lub nieregularne), porowatość i inne wynikające pośrednio z wymienionych. Wpływają one na zdolność wysypywania się zasypki z kanału wylewowego kadzi. Niniejsza publikacja przedstawia prace badawcze nad optymalizacją technologii wytwarzania zasypki, tak aby czas trwania i temperatura poszczególnych etapów procesu produkcyjnego zapewniły równomierne powleczenie ziaren zasypki inhibitorem spiekania, a co za tym idzie zwiększyły jej ognioodporność, przy jednoczesnej optymalizacji kosztów wytwarzania.

2. WYMAGANIA I CECHY WSPÓŁCZESNYCH ZASYPEK DO ZAMKNIĘĆ SUWAKOWYCH

Obecnie najczęściej stosowanymi surowcami do wytwarzania zasypek są: piasek kwarcowy, piasek chromitowy, piasek cyrkonowy, korund, magnezyt, grafit, sadza lub inne nośniki węgla, a także niewielka ilość pozostałych składników, istotnie poprawiających parametry zasypki. Zwykle to te dodatki modyfikują właściwości zasypki, decydując o rynkowej pozycji produktu i producenta. Poszczególne firmy niechętnie publikują bardziej szczegółowe dane na temat swoich produktów, zadowolając się w materiałach promocyjnych wskaźnikiem niezawodności. Więcej szczegółów decydują się zamieszczać firmy wchodzące na rynek, ale informacje sprowadzają się do zawartości podstawowych składników i wielkości ziarna oraz ewentualnie innych parametrów o niewielkim znaczeniu poznawczym (Tab. 1).

stable production in steel plants equipped with devices for continuous steel casting.

Various types of loose refractory materials (in the form of sands) were used to produce this type of powder. Powders based on chromite sands have been most widely used recently. This is due to the fact that chromite, in addition to its high chemical resistance, is also characterised by a high thermal and mechanical resistance. Due to the material characteristics of these sands and a number of favourable functional properties, powders containing them exhibit a high opening coefficient and thus perform their role well [5]. However, this is an expensive ingredient and usually constitutes several percent, and the composition is supplemented with cheaper raw material, but with worse properties.

During works aimed at increasing the effectiveness of powders intended for slide gates, it should be taken into account that the sands contained in the powder are exposed to a temperature higher than 1600°C in contact with liquid steel. Under such conditions, as a result of interaction with liquid steel in the powder, in the zone of contact with liquid metal, caking or glass coating may form on the sand/steel boundary, resulting from sintering of sand grains and/or melting of impurities between them. This susceptibility to sintering and reactivity in contact with liquid steel determine the suitability of a particular raw material for composing powders for slide gates. Evidently, lower demands are placed on powders used, e.g. in iron casting, where temperatures are significantly lower.

Other important parameters characterising slide gate powders are the physical properties of the raw materials from which they are made. The effectiveness of the powder is influenced by the grain composition of the sand, grain type (spherical, sharp-edged or irregular), porosity and other characteristics resulting indirectly from the mentioned ones. They affect the powder's ability to flow from the ladle outlet canal. This publication presents research works on the optimisation of powder production technology so that the duration and temperature of individual stages of the production process ensure even coating of powder grains with a sintering inhibitor, and thus increase its fire resistance while optimising production costs.

2. REQUIREMENTS AND CHARACTERISTICS OF MODERN SLIDE GATE POWDERS

Currently, the most commonly used raw materials for making powders are quartz sand, chromite sand, zirconium sand, corundum, magnesite, graphite, soot or other carbon carriers, as well as a small amount of other ingredients that significantly improve a powder's parameters. Usually, these additives modify the properties of the powder determining the market position of the product and the manufacturer. Individual companies are reluctant to publish more detailed data about their products, referring only to the reliability indicator in their promotional materials. More details are available from companies entering the market, but the information comes down to the content of the basic ingredients and the size of the grain, and possibly other parameters of minor cognitive significance (Tab. 1).

Tabela 1. Skład chemiczny zasypki do zamknięć suwakowych deklarowany przez jednego z chińskich dostawców [6]

Table 1. Chemical composition of powders for slide gates declared by one of the Chinese suppliers [6]

Nazwa zasyпки ■ Powder name	SiO ₂ %	Al ₂ O ₃ %	Fe ₂ O ₃ %	MgO%	Cr ₂ O ₃ %	Wielkość ziarna ■ Grain size, [mm]	H ₂ O%
SGF-Si90	86÷92	5 max	2 max	3 max	1÷5	0,15÷2,0	0,1 max
SGF-Si80	75÷84	3÷10	2 max	5 max	–	0,3÷2,0	0,1 max
SGF-Cr30	33÷38	8÷12	13÷19	5÷8	28÷33	0,15÷2,0	0,1 max
SGF-Cr35	26÷30	9÷14	18÷23	6÷10	32÷38	0,15÷2,0	0,1 max
SGF-Cr40	13÷18	10÷15	20÷24	7÷11	38÷44	0,15÷2,0	0,1 max

Jak już wspomniano, zasyпка do zamknięć suwakowych to produkt, od którego wymaga się wysokiej niezawodności, a szczególnie odnosi się to do procesu ciągłego odlewania stali, gdzie problemy z otwarciem wylęwu grożą zerwaniem sekwencji, a więc bardzo poważnymi konsekwencjami ekonomicznymi. Tym samym produkt ten mimo niewielkiego zużycia na tonę stali odgrywa ważną rolę i jest przez producentów stali bardzo starannie wybierany i weryfikowany. Nieudane otwarcia dla markowych zasypki to wypadki liczone w promilach, a poszczególni producenci konkurują ze sobą poprawiając wyniki o 1 lub 2 promile. Ta konkurencja jest tym trudniejsza, że producenci starają się poprawiać niezawodność, bez podnoszenia ceny swoich wyrobów.

Jak wynika z tabeli 1 zasyпки komponuje się ze składników o różnej ognioodporności i wielkości ziaren. Dobór poszczególnych składników jest zawsze pewnym kompromisem pomiędzy jakością surowców, a ich ceną, a co za tym idzie ceną wyrobu końcowego.

Składniki zasyпки niższej jakości łatwiej ulegają niekorzystnemu zjawisku spiekania. Sposobem ograniczenia skłonności ziaren do spiekania jest zastosowanie modyfikatorów np. w postaci substancji zapobiegających spiekaniu się ziaren zasyпки oraz zastosowaniu odpowiedniej technologii produkcji pozwalającej dzięki tym substancjom uzyskać produkt o wyższej ognioodporności.

3. INNOWACYJNA ZASYPKA EMERGENTNA OPRACOWANA PRZEZ PEDMO S.A.

Przedsiębiorstwo PEDMO S.A. jest jednym z wiodących producentów zasypki do zamknięć suwakowych na rynku europejskim. Ostra konkurencja na tym rynku wymusza ciągłe doskonalenie produktów przy jednoczesnym utrzymywaniu stabilnych cen. PEDMO podobnie jak konkurenci stale doskonalili swoje produkty.

Opracowana w PEDMO, a następnie opatentowana, innowacyjna zasyпка do zamknięć suwakowych jest produktem zawierającym dodatki modyfikujące w postaci intensyfikatora sił adhezji oraz inhibitora procesu spiekania ziaren kwarcowych i posiada strukturę emergentną. Oznacza to, że nie jest ona prostą mieszaniną tworzących ją składników. Dodatki modyfikujące, aby spełniały swoją rolę, muszą zająć ściśle określone miejsce w ziarnistej strukturze mieszanki, a mianowicie znaleźć się na powierzchni części ziaren (tylko kwarcowych) wchodzących w skład zasyпки tworząc jednolitą warstwę, o odpowiedniej grubości i odporności na uszkodzenia.

Jak już wspomniano, ze względów kosztowych ogranicza się udział chromitu zastępując go materiałami tańszymi, ale mniej odpornymi na spiekanie. W opracowanej mieszance poprawia się parametry „słabszego” komponentu kwarcowego, powlekając jego ziarna węglowym inhibitorem procesów spiekania. Warstwa węgla o bardzo wysokiej od-

As already mentioned, a slide gate powder is a product that is required to be highly reliable, which especially refers to the process of continuous casting of steel, where problems with opening the outlet make break the sequence, and therefore cause very serious economic consequences. Thus, despite low consumption per ton of steel, this product plays an important role and is carefully selected and verified by steel producers. Unsuccessful openings for branded powders are accidents calculated in per mille, and individual manufacturers compete with one another improving results by 1 or 2 per mille. This competition is even more difficult because manufacturers are trying to improve reliability without raising the price of their products.

As shown in Table 1, the powders are composed of ingredients with different fire resistance and grain sizes. The selection of individual ingredients is always a compromise between the quality of raw materials and their price, and thus the price of the final product.

Lower-quality powder ingredients are more easily affected by the adverse sintering phenomenon. The way to reduce the grains' sintering tendency is to use modifiers, e.g. in the form of substances that prevent sintering of powder grains, and the use of appropriate production technology that allows these substances to obtain a product with higher fire resistance.

3. INNOVATIVE EMERGENT POWDER DEVELOPED BY PEDMO S.A.

PEDMO S.A. is one of the leading manufacturers of powders for slide gates on the European market. The fierce competition on this market forces a continuous improvement of products while maintaining stable prices. Like its competitors, PEDMO is constantly improving its products.

The innovative powder for slide gates, developed in PEDMO and then patented, is a product containing modifying additives in the form of an adhesive force intensifier and an inhibitor of the sintering process of quartz grains and has an emergent structure. This means that it is not a simple mixture of ingredients. In order for the modifying additives to fulfil their role, they must occupy a strictly defined place in the granular structure of the mixture, namely, be on the surface of the part of grains (only quartz) included in the powder's composition, creating a uniform layer of appropriate thickness and resistance to damage.

As already mentioned, for cost reasons, the content of chromite is limited by replacing it with less expensive materials, which are less resistant to sintering. The parameters of the “weaker” quartz ingredient in the developed mixture are improved by coating its grains with a carbon sintering inhibitor. The carbon layer with very high thermal resistance insulates the grains and inhibits their sintering. In order to improve the parameters of this layer, it was proposed to use

porności termicznej izoluje ziarna i utrudnia ich spiekanie się. W celu poprawy parametrów tej warstwy zaproponowano zastosowanie intensyfikatora sił adhezji, który poprawił przyczepność węgla do ziaren kwarcowych, co skutkowało większą stabilnością i grubością warstwy węglowej. Wykonane w PEDMO próby ogniotrwałości za pomocą stożków pirometrycznych potwierdziły korzystny wpływ intensyfikatora sił adhezji.

Sposób wytwarzania opracowanej zasyпки do zamknięć suwakowych charakteryzował się tym, że do mieszalnika dozowano żwirek kwarcowy lub żwirek kwarcowego i piasku szklarskiego, do którego dodawano intensyfikator sił adhezji (tę rolę pełnił dodatek ciekłych węglowodorów wyższych). Całość mieszano przez 8 do 15 minut, dodawano węgiel i kontynuowano proces przez okres od 7 do 15 minut. Następnie jako ostatni składnik dozowano piasek chromitowy i mieszano przez okres od 4 do 6 minut. Czas poszczególnych operacji regulowano za pomocą intuicji, doświadczenia i wzrokowej oceny zasyпки. Niestety ten sposób powodował, że niektóre partie nowej zasyпки nie zapewniały wymaganej niezawodności. Optymalizacja technologii zarówno co do proporcji składników, jak i uściślenia i zoptymalizowania czasu mieszania była konieczna dla uzyskania wysokiej i stabilnej jakości nowej zasyпки wyrażającej się tzw. „otwieralnością” czyli procentem udanych otwarć zamknięcia suwakowego.

Problemem, którego rozwiązanie powierzono Sieci Badawczej Łukasiewicz – IMŻ, było opracowanie technologii zapewniającej optymalne warunki do pełnego pokrycia powierzchni ziaren warstwą zapobiegającą ich spiekaniu się oraz opracowanie koncepcji przemysłowej linii produkcyjnej umożliwiającej realizację tej technologii uwzględniając ekonomię produkcji.

4. TEMPERATURA PROCESU MIESZANIA I JEJ WPŁYW NA POWLEKANIE ZIAREN ZASYPKI

Z pierwszych prób wytwarzania nowej zasyпки przez PEDMO wynikało, że temperatura powierzchni mieszalnika, odpowiadająca w przybliżeniu temperaturze mieszanych w nim materiałów, ma duży wpływ na procesy powlekania ziaren piasku intensyfikatorem sił adhezji, a w konsekwencji również inhibitorem spiekania. Jednocześnie stwierdzono, że temperatura mieszalnika zmienia się w pewnym zakresie zależnym od temperatury otoczenia oraz czasu jego pracy, ale bez ilościowej oceny tego parametru. Stwierdzono również, że pierwsze partie zasyпки z początku dnia, gdy mieszalnik jest chłodniejszy, wymagają dłuższego czasu powlekania.

Przedłużanie czasu mieszania ma jednak negatywny wpływ na parametry zasyпки, a mianowicie na kruszenie się ziaren piasku i co za tym idzie zmianę składu ziarnowego. Wpływa to na zdolność wysypywania się zasyпки z zamknięcia suwakowego. Doświadczenia wykazały, że w skrajnym przypadku piasek kwarcowy może ulec tak znacznemu rozkruszeniu, że zmienia to właściwości zasyпки w sposób dyskwalifikujący jej użyteczność (powierzchnia do pokrycia inhibitorem znacznie się zwiększa oraz zmieniają się właściwości reologiczne). Oczywiście wzrasta również jednostkowe zużycie energii elektrycznej do produkcji zasyпки.

W ramach prac badawczych monitorowano temperaturę panczerza mieszalnika metodą termowizyjną. Do badań wykorzystano kamerę termowizyjną FLIR SC 660.

Obiekt w świetle widzialnym i paśmie podczerwieni przedstawiono na rysunkach 2a i 2b. Natomiast na rysun-

an adhesion force intensifier, which improved the adhesion of carbon to quartz grains, resulting in greater stability and thickness of the carbon layer. Refractory tests carried out at PEDMO using pyrometric cones confirmed the beneficial effect of the adhesion force intensifier.

The method of producing the developed powder for slide gates was characterised by the fact that quartz gravel or quartz gravel and quartz sand were added to the mixer, to which an intensifier of adhesion force was added (this role was played by the addition of liquid higher hydrocarbons). The mixture was stirred for 8 to 15 minutes, then carbon was added and the process continued for a period of 7 to 15 minutes. Then, chromite sand was dosed as the last ingredient and mixed for a period of 4 to 6 minutes. The time of individual operations was regulated by intuition, experience and visual assessment of the powder. Unfortunately, this method meant that some batches of the new powder did not provide the required reliability. The optimisation of technology both in terms of the proportion of ingredients, as well as specifying and optimising mixing time, was necessary to obtain high and stable quality of the new powder expressed in the so-called ‘openness’, i.e. the percentage of successful openings of the slide gate.

The problem the solution of which was entrusted to Łukasiewicz Research Network – IMŻ was to develop a technology that provides optimal conditions for full coverage of the grain surface with a layer that prevents sintering and to develop an industrial production line concept enabling the implementation of this technology, taking into account the economy of production.

4. TEMPERATURE OF THE MIXING PROCESS AND ITS EFFECT ON COATING OF POWDER GRAINS

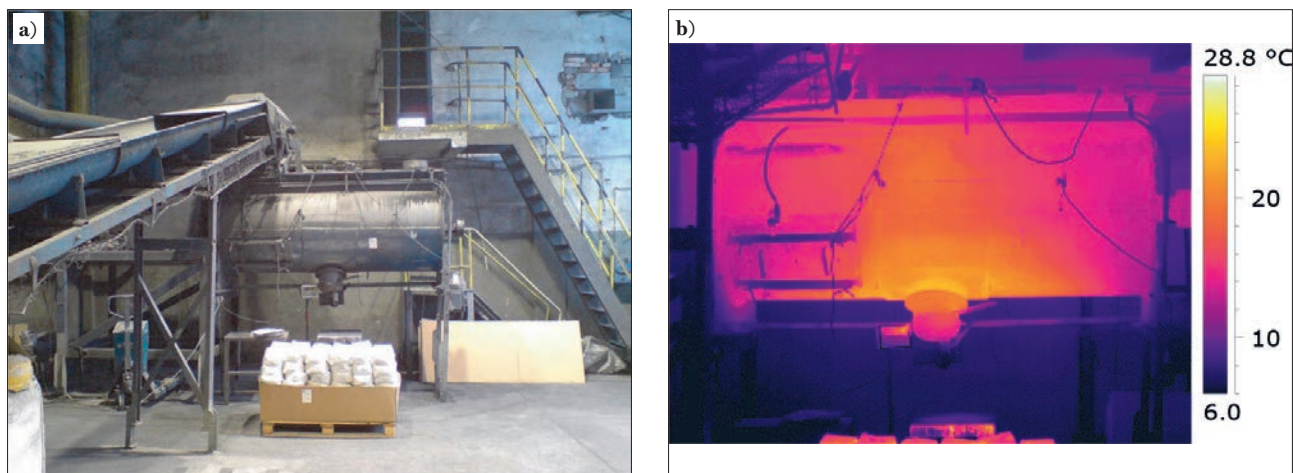
PEDMO’s first attempts to produce a new powder showed that the surface temperature of the mixer, roughly corresponding to the temperature of the materials mixed in it, has a great impact on the processes of coating sand grains with an adhesion force intensifier and, as a consequence, also with a sintering inhibitor. At the same time, it was found that the mixer temperature changes to some extent depending on the ambient temperature and its operating time, but without a quantitative assessment of this parameter. It was also found that the first batches of the powder from the beginning of the day, when the mixer is cooler, require longer coating time.

However, extending the mixing time has a negative effect on powder parameters, namely on the crumbling of sand grains and thus the change in grain composition. This affects the powder’s ability to flow from the slide gate. Experiments have shown that in an extreme case, quartz sand can be crumbled so much that it changes the properties of the powder in a way that disqualifies its usefulness (the surface to be covered with the inhibitor increases significantly and the rheological properties change). Evidently, the specific electricity consumption for powder production also increases.

As part of the research work, the mixer encasement temperature was monitored using thermal imaging. A FLIR SC 660 thermal imaging camera was used for the tests.

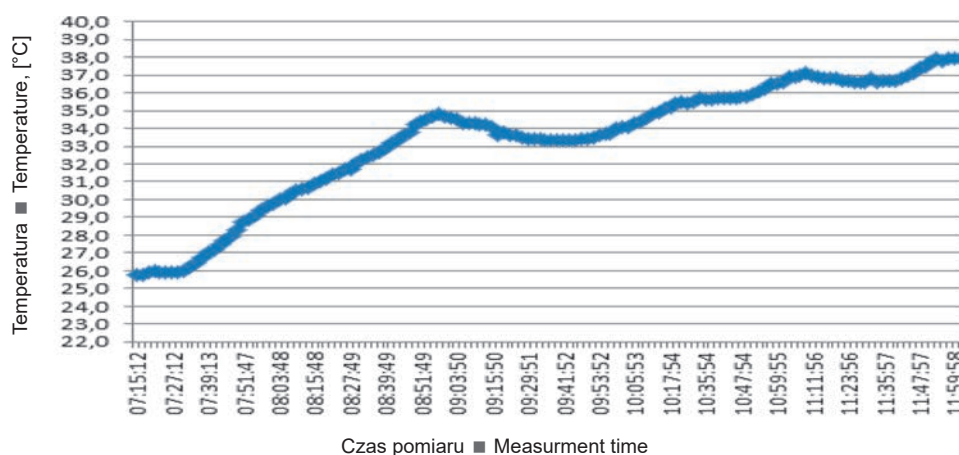
kach 3 i 4 przedstawiono zmiany temperatury mieszalnika w funkcji czasu podczas pracy w okresie letnim – pomiar realizowano w trakcie upałów i zimowym – temperatura otoczenia ok. 0°C. Na obu rysunkach widoczny jest trend rozgrzewania się mieszalnika w miarę pracy. Zauważalne są

The object in visible light and infra-red is shown in Figures 2a and 2b. Figures 3 and 4 show changes in the mixer temperature as a function of time during summer operation – the measurement was carried out during a heat wave, and winter periods – ambient temperature around 0°C. Both



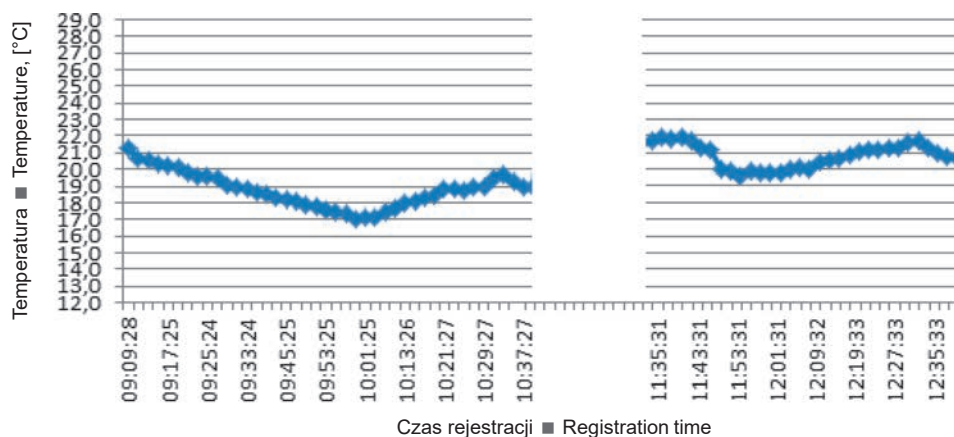
Rys. 2. Przykładowy obraz mieszalnika w świetle widzialnym (a) oraz paśmie podczerwieni (b)

Fig. 2. Sample image of the mixer in visible light (a) and infra-red band (b)



Rys. 3. Zmiana temperatury powierzchni pancierza mieszalnika (maksymalna temperatura w zadanym profilu liniowym) – lato

Fig. 3. Change of mixer encasement surface temperature (maximum temperature in a given linear profile) – summer



Rys. 4. Zmiana temperatury powierzchni pancierza mieszalnika (maksymalna temperatura w zadanym profilu liniowym) – zima. (Uwaga: od 10:40 do 11:30 przerwa w rejestracji z powodu przesłonięcia obiektu badań)

Fig. 4. Change of mixer encasement surface temperature (maximum temperature in a given linear profile) – winter. (Note: from 10:40 to 11:30, the registration was paused due to the obstruction of the test object)

jednak okresy spadku temperatury, gdy mieszalnik nie pracuje (przerwa na wysypywanie zasyпки i ładowanie nowych surowców). Spadek ten spowodowany jest zarówno oddawaniem ciepła do otoczenia, jak i ochładzaniem mieszalnika od wewnątrz nowymi partiami ładowanych surowców.

W okresie letnim mieszalnik osiąga wyższą temperaturę, spadki między cyklami produkcyjnymi są niższe, a tendencja wzrostu temperatury utrzymuje się dłużej, co skutkuje wyższą osiąganą temperaturą pracy. Ogólnie w tych dwóch konkretnych przypadkach zarejestrowano różnicę pomiędzy temperaturami maksymalnymi w lecie i zimie wynoszącą ok. 16°C.

5. OCENA EFEKTYWNOŚCI POWLEKANIA ZIAREN ZA POMOCĄ ANALIZY TERMICZNEJ

Głównym zadaniem analizy termicznej jako metody badawczej jest obserwacja zjawisk zachodzących podczas podgrzewania badanej substancji. Dzięki regulowanej atmosferze i analizie składu gazów nad próbką możliwe jest wielowariantowe badanie pozwalające zdiagnozować procesy utleniania, rozkładu lub inne reakcje zachodzące w badanym materiale pod wpływem wysokiej temperatury.

W projekcie zaproponowano wykorzystanie analizy termicznej do szacowania ilości węgla, który osadzał się na ziarnach zasyпки, a co za tym idzie efektywności powlekania ziaren w danych warunkach.

Badaniu poddano siedem różnych próbek zasyпки pobranych podczas produkcji w dwóch sesjach różniących się temperaturą otoczenia, a co za tym idzie szybkością nagrzewania mieszalnika (oznaczonych jak zasyпки grupy A – późna jesień i grupy B – lato). Do wyprodukowania zasypek użyto: piasek kwarcowy, chromitowy, piasek kwarcowy, chromitowy, intensyfikatory sił adhezji. Jako inhibitory spiekania – stosowano sadzę oraz grafit. W sumie zbadano cztery zasyпки z grupy A i trzy z grupy B wykonywane w ramach danej grupy kolejno jedna po drugiej.

Badanie metodą analizy termicznej wykonano w atmosferze utleniającej. Analizę termiczną tych materiałów przeprowadzono na analizatorze firmy NETZSCH model STA 449 F3 Jupiter, metodą różnicowej analizy termicznej (DTA) w atmosferze utleniającej. Parametry eksperymentu przedstawiono poniżej:

– Nośnik próbek:	TG/DTA
– Tygiel:	Al ₂ O ₃
– Termoelement:	Typ S
– Gaz roboczy:	Powietrze syntetyczne 60 ml/min,
– Program temperaturowy:	40÷1000°C, 10 K/min
– Masa próbki:	~ 50 mg

Na rysunkach od 5 do 11 przedstawiono wyniki analizy termicznej metodą TG/DTA wraz z wynikami spektroskopii masowej w zakresie amu 44 odpowiadającym wydzielaniu się CO₂. Na każdym z rysunków zaznaczono obszar pod krzywą odzwierciedlający reakcje wydzielania się ciepła (krzywa DTA), oraz powierzchnię pod pikiem odzwierciedlającym ilość powstającego CO₂ podczas podgrzewania poszczególnych zasypek.

figures show the trend of heating up the mixer during operation. However, periods of temperature drop are noticeable when the mixer is not in operation (break for adding powder and adding new raw materials). This decrease is caused by both heat dissipation to the environment and cooling of the mixer from the inside with new batches of the raw materials being added.

In the summer, the mixer reaches a higher temperature, the decreases between production cycles are lower, and the trend of temperature increase persists longer, which results in achieving a higher operating temperature. Generally, in these two specific cases, the difference between maximum summer and winter temperatures of around 16°C was recorded.

5. EVALUATION OF THE EFFICIENCY OF GRAIN COATING USING THERMAL ANALYSIS

The main purpose of thermal analysis as a test method is to observe the phenomena occurring during the heating of the tested substance. Thanks to the adjustable atmosphere and gas composition analysis over the sample, a multi-variant test is possible to diagnose oxidation and decomposition processes or other reactions occurring in the material under the influence of high temperature.

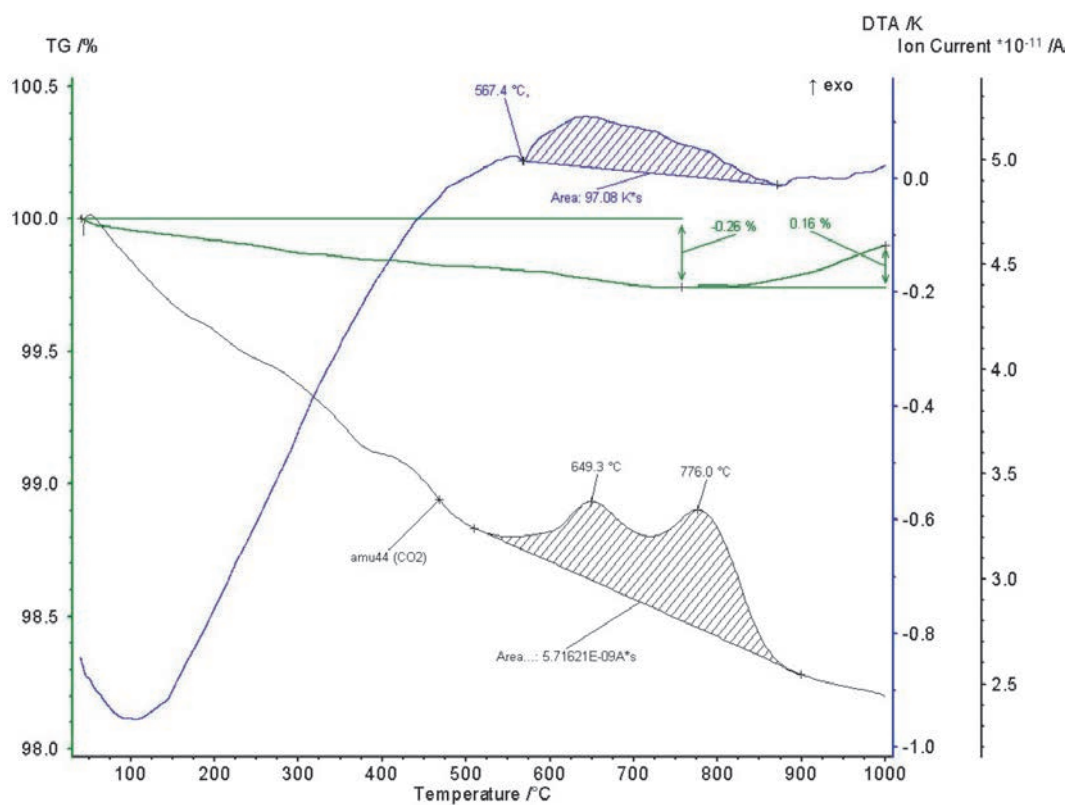
The project proposes the use of thermal analysis to estimate the amount of carbon that has deposited on powder grains, and thus the effectiveness of coating the grains under given conditions.

Seven different powder samples taken at two sessions differing in ambient temperature, and thus the rate of heating of the mixer (marked as group A – late autumn – and group B powders – summer) were tested. To produce the powders used quartz and chromite sand, adhesion force intensifier and as sintering inhibitors – soot and graphite. In total, four powders from group A and three from group B produced in the given group were examined one after the other.

The test using the thermal analysis method was carried out in an oxidising atmosphere. The thermal analysis of these materials was carried out with a NETZSCH STA 449 F3 Jupiter analyser using differential thermal analysis (DTA) in an oxidising atmosphere. The parameters of the experiment are presented below:

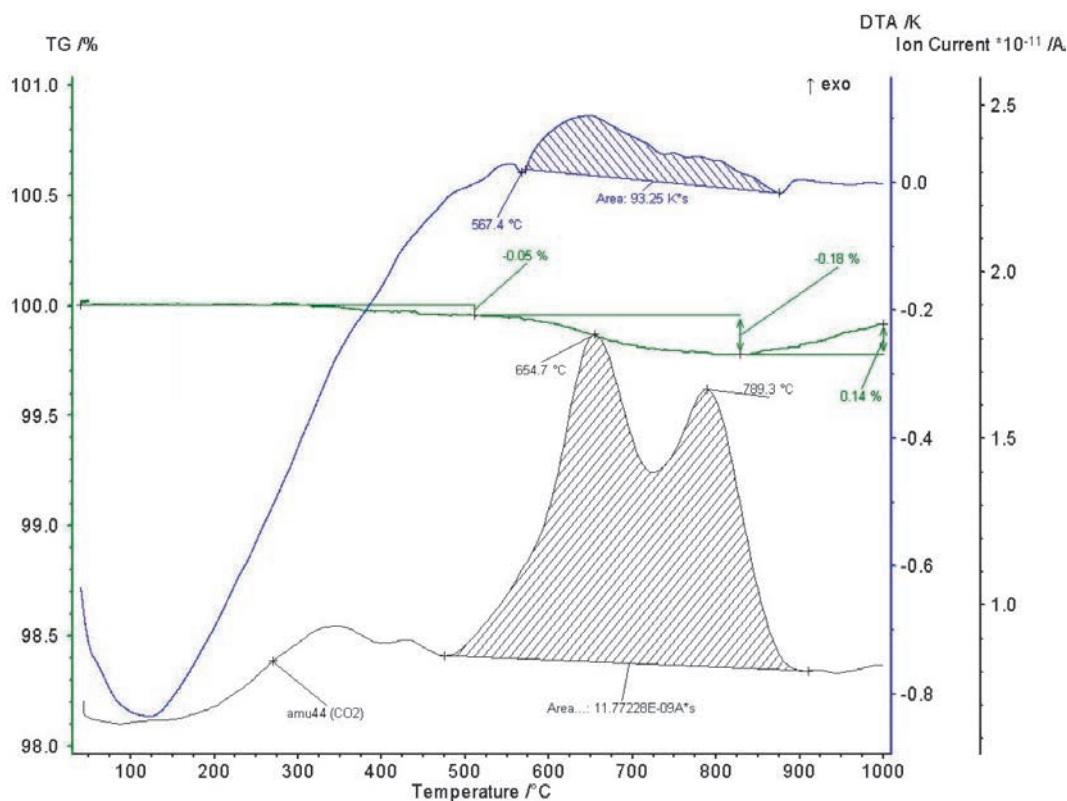
– Sample carrier:	TG/DTA
– Crucible:	Al ₂ O ₃
– Thermocouple:	S-type
– Operating gas:	Synthetic air – 60 ml/min,
– Temperature programme:	40–1000°C, 10 K/min
– Sample weight:	~ 50 mg

Figures 5 to 11 present the results of the TG/DTA thermal analysis together with the results of mass spectroscopy in the amu 44 range corresponding to the emission of CO₂. In each of the figures, the area under the curve reflecting heat release reactions (DTA curve), as well as the area under the peak reflecting the amount of CO₂ generated during heating individual powders, was marked.



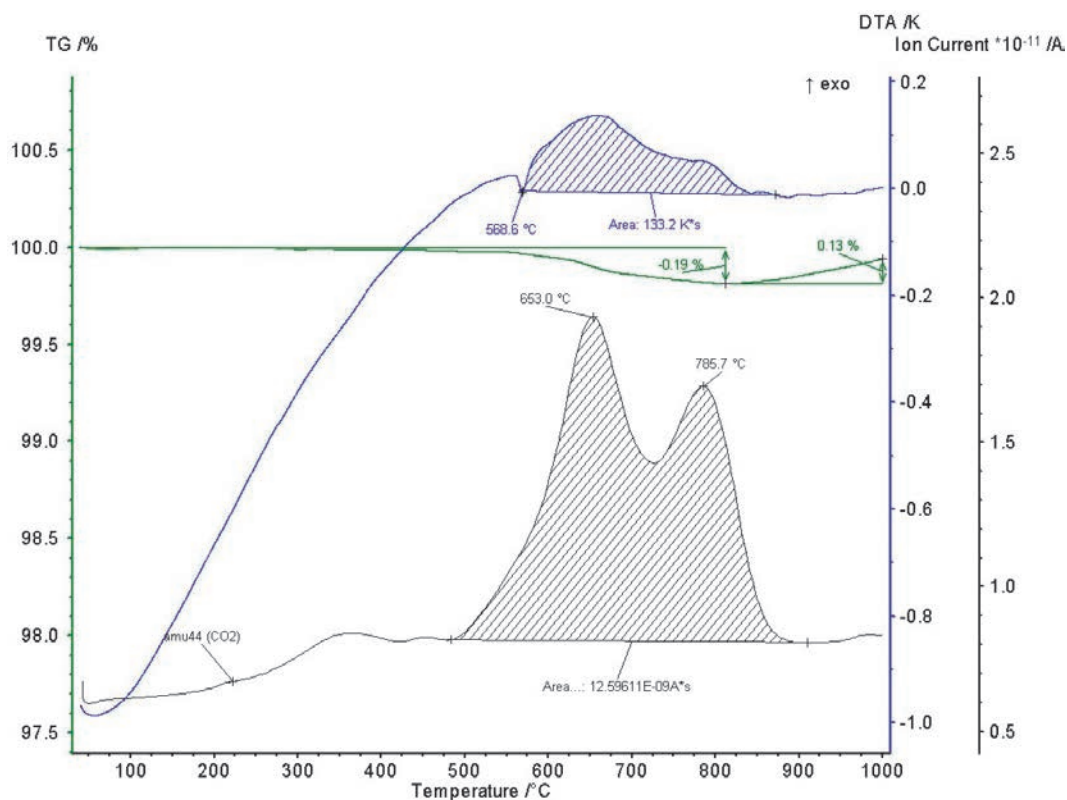
Rys. 5. Zależność zmiany masy od temperatury (TG), termiczna analiza różnicowa (DTA) i wyniki spektroskopii masowej (jon o numerze masowym 44) dla zasyпки nr A1

Fig. 5. Relation between mass change and temperature (TG), differential thermal analysis (DTA) and mass spectroscopy results (ion with the atomic mass unit of 44) for powder No. A1



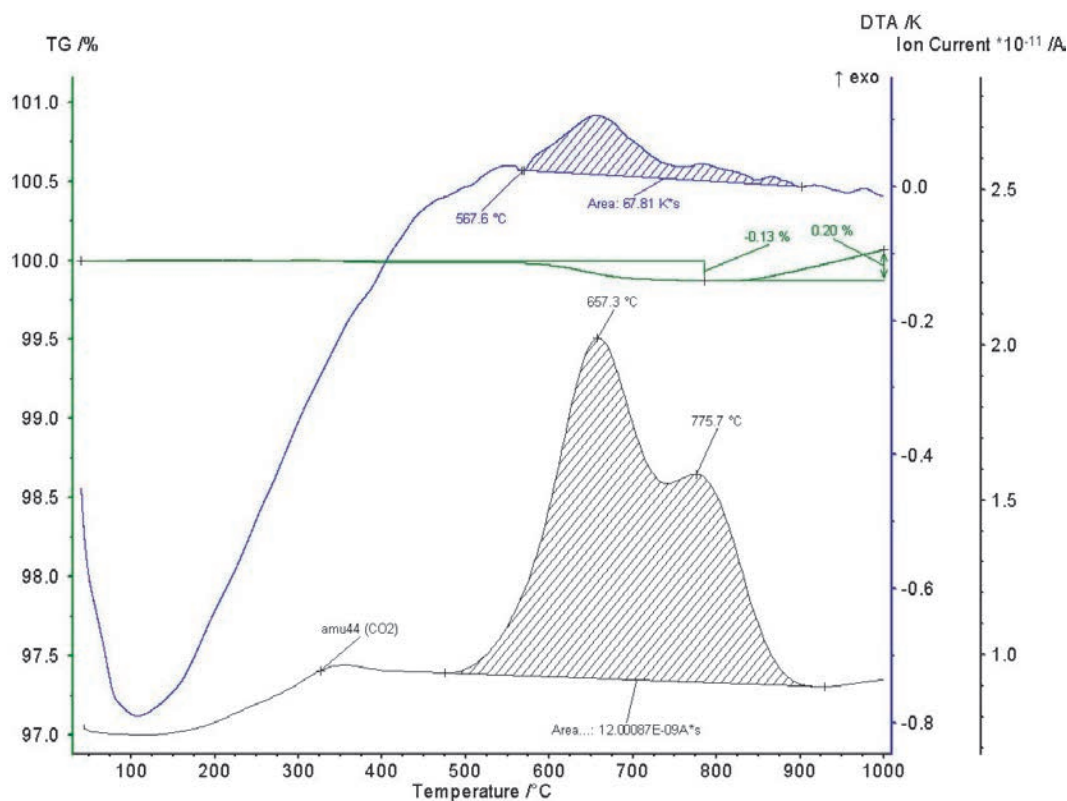
Rys. 6. Zależność zmiany masy od temperatury (TG), termiczna analiza różnicowa (DTA) i wyniki spektroskopii masowej (jon o numerze masowym 44) dla zasyпки nr A2

Fig. 6. Relation between mass change and temperature (TG), differential thermal analysis (DTA) and mass spectroscopy results (ion with the atomic mass unit of 44) for powder No. A2



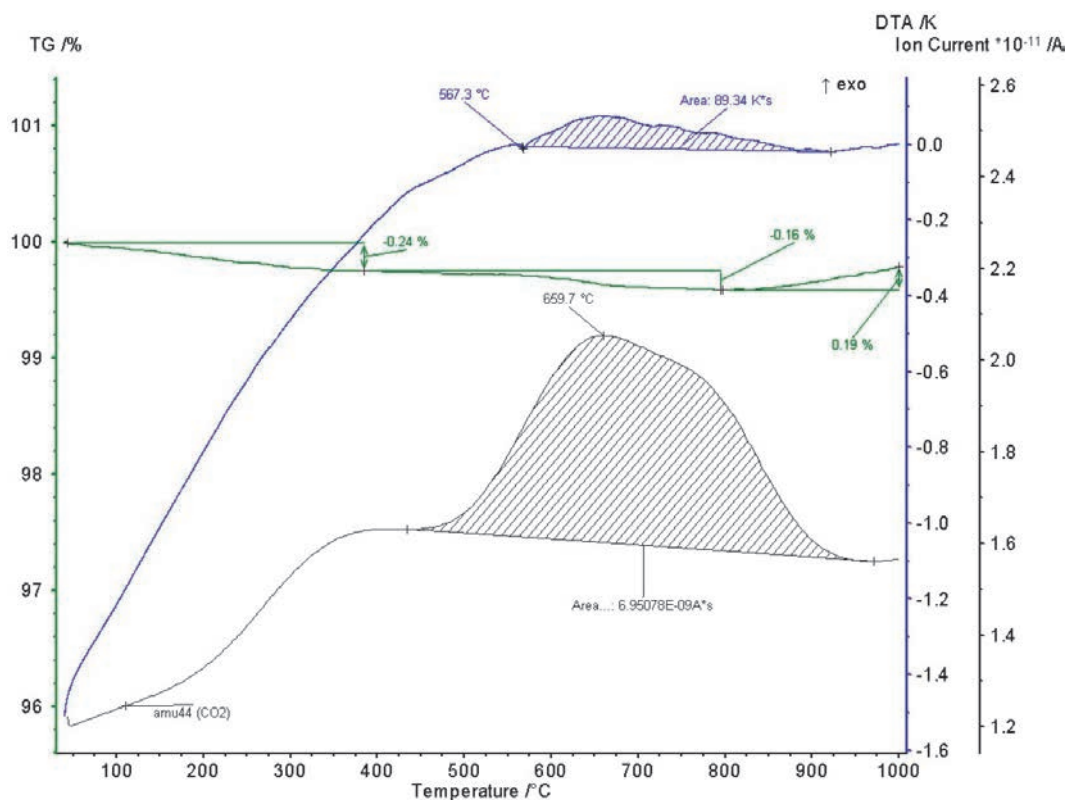
Rys. 7. Zależność zmiany masy od temperatury (TG), termiczna analiza różnicowa (DTA) i wyniki spektroskopii masowej (jon o numerze masowym 44) dla zasyпки nr A3

Fig. 7. Relation between mass change and temperature (TG), differential thermal analysis (DTA) and mass spectroscopy results (ion with the atomic mass unit of 44) for powder No. A3



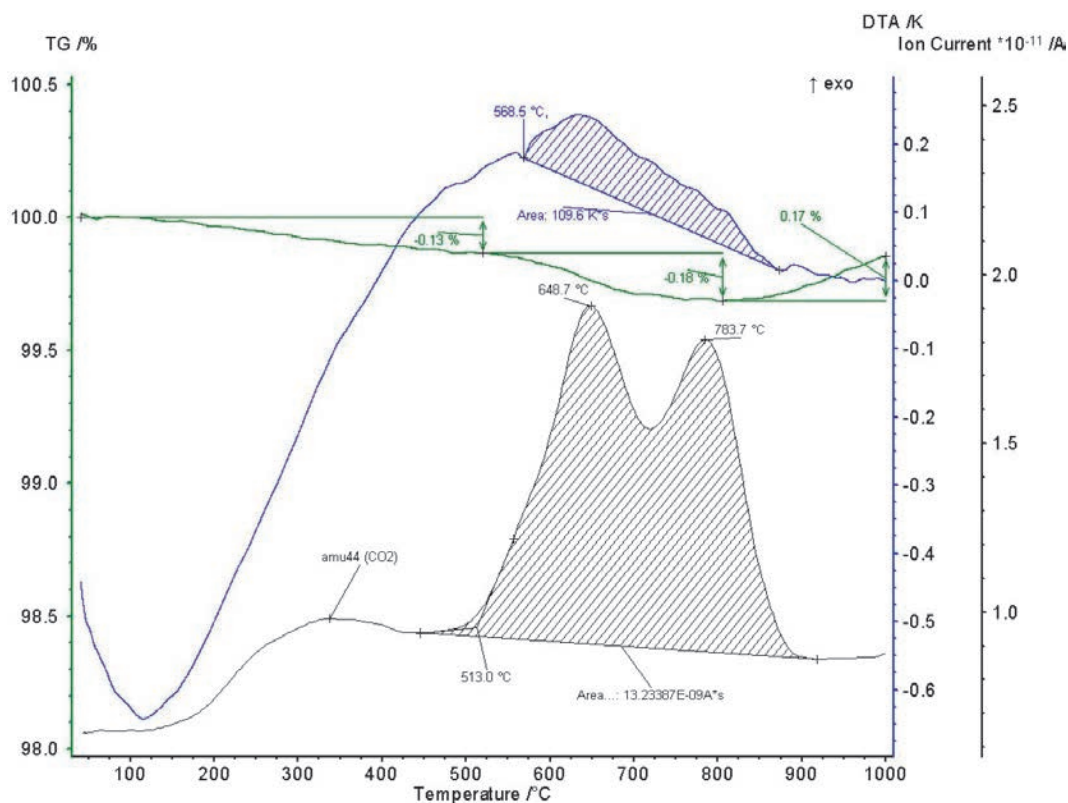
Rys. 8. Zależność zmiany masy od temperatury (TG), termiczna analiza różnicowa (DTA) i wyniki spektroskopii masowej (jon o numerze masowym 44) dla zasyпки nr A4

Fig. 8. Relation between mass change and temperature (TG), differential thermal analysis (DTA) and mass spectroscopy results (ion with the atomic mass unit of 44) for powder No. A4



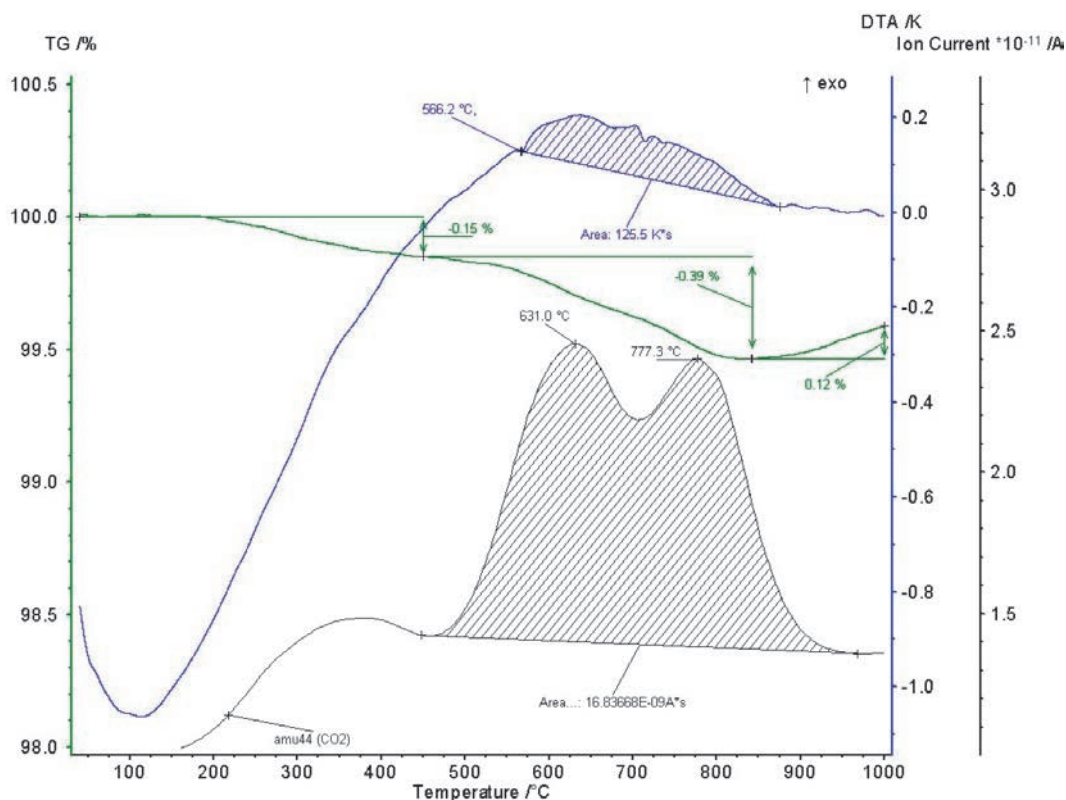
Rys. 9. Zależność zmiany masy od temperatury (TG), termiczna analiza różnicowa (DTA) i wyniki spektroskopii masowej (jon o numerze masowym 44) dla zasypki nr B1

Fig. 9. Relation between mass change and temperature (TG), differential thermal analysis (DTA) and mass spectroscopy results (ion with the atomic mass unit of 44) for powder No. B1



Rys. 10. Zależność zmiany masy od temperatury (TG), termiczna analiza różnicowa (DTA) i wyniki spektroskopii masowej (jon o numerze masowym 44) dla zasypki nr B2

Fig. 10. Relation between mass change and temperature (TG), differential thermal analysis (DTA) and mass spectroscopy results (ion with the atomic mass unit of 44) for powder No. B2



Rys. 11. Zależność zmiany masy od temperatury (TG), termiczna analiza różnicowa (DTA) i wyniki spektroskopii masowej (jon o numerze masowym 44) dla zasypki nr B3

Fig. 11. Relation between mass change and temperature (TG), differential thermal analysis (DTA) and mass spectroscopy results (ion with the atomic mass unit of 44) for powder No. B3

W tabeli 2 zestawiono charakterystyczne parametry uzyskane na podstawie analizy termicznej siedmiu analizowanych zasypek do zamknięć suwakowych, a na rysunku 12 zaprezentowano wartości pól pod krzywą wydzielania się prądu jonowego amu 44, opowiadającego wydzielaniu się dwutlenku węgla dla poszczególnych próbek zasypki.

Porównując powierzchnie tych pól dla atmosfery utleniającej (odpowiednio od $5,71 \cdot 10^{-9}$ do $16,80 \cdot 10^{-9}$) można oszacować skuteczność osadzania węgla na ziarnach zasypki, gdyż węgiel ten zaczyna się spalać w zakresie temperatur od 500 do ok. 600°C. Potwierdzają to dane zawarte w tabeli 2,

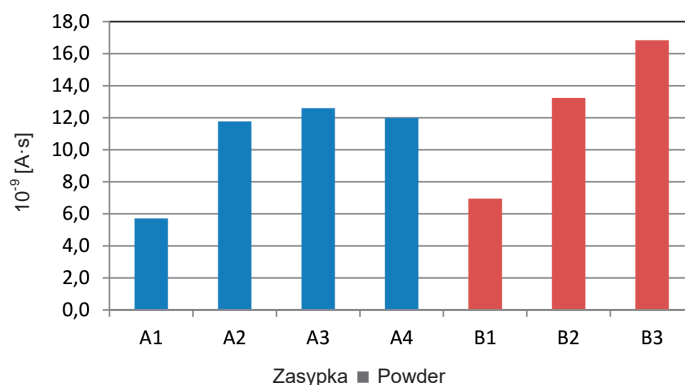
Table 2 presents characteristic parameters obtained on the basis of thermal analysis of seven analysed powders for slide gates, and Figure 12 presents the values of fields under the curve of amu 44 ion current corresponding to the release of carbon dioxide for individual powder samples.

Comparing the areas of these fields for the oxidising atmosphere (respectively from $5.71 \cdot 10^{-9}$ to $16.80 \cdot 10^{-9}$), it is possible to estimate the efficiency of carbon deposition on the powder grains, because this carbon begins to burn in the temperature range from 500 to approx. 600°C. This is confirmed by the data in Table 2 where the temperature of the

Tabela 2. Zestawienie charakterystycznych parametrów uzyskanych na podstawie analizy termicznej siedmiu próbek zasypek do zamknięć suwakowych

Table 2. List of characteristic parameters obtained based on thermal analysis of seven samples of slide gate powders

Zasypka ■ Powder	Temperatura początku wydzielania ciepła na krzywej DTA ■ Temperature of the beginning of heat release on the DTA curve	Maksymalna temperatura pierwszego piku wydzielania się CO ₂ ■ Maximum temperature of the first peak of CO ₂ emission	Powierzchnia pod pikiem prądu jonowego ■ Surface under the ion current peak	Ubytek masy w zakresie wydzielania się CO ₂ ■ Weight loss in CO ₂ emission range	Powierzchnia pod pikiem wydzielania się ciepła ■ Surface under the heat release peak
	[°C]	[°C]	[A·s]	[% mas.]	[K·s]
A1	567,4	649,3	5,71621	0,26	97,1
A2	567,4	654,7	11,77228	0,18	93,3
A3	568,6	653,0	12,59611	0,19	133,2
A4	567,6	657,3	12,00087	0,13	67,8
B1	567,3	659,7	6,95078	0,16	89,3
B2	568,5	648,7	13,23387	0,18	109,6
B3	566,2	631,0	16,83668	0,39	125,5



Rys. 12. Zestawienie wartości pól powierzchni pod krzywą wydzielania się CO₂ w zależności od warunków produkcji zasyпки (dwie sesje pomiarowe zasypek A – późna jesień i B – lato)

Fig. 12. List of surface area values under the CO₂ emission curve depending on the powder production conditions (two measuring sessions of powders A – late autumn – and B – summer)

gdzie temperatura początku wydzielania się ciepła na krzywej DTA, jest zawarta w wąskim zakresie temperatur pomiędzy 565 a 570°C.

Na podstawie wykonanych oznaczeń, można stwierdzić, że ilość wydzielanego dwutlenku węgla, co odpowiada prądowi jonowemu [A·s], można porównywać dla przebadanych zasypek, jednak w zastosowanej metodzie badawczej nie ma możliwości wykonania ilościowej oceny wydzielanego CO₂, np. w procentach objętościowych lub jednostkach masy. Nie zmienia to dużej użyteczności metody do badań porównawczych podczas oceny wariantów technologicznych procesu powlekania ziaren zasyпки węglowym inhibitorem procesów spiekania.

Z analizy powyższych wyników zaprezentowanych na rysunku 12, tj. na podstawie wartości pól pod pikiem krzywej intensywności wydzielania się CO₂ z badanych próbek zasypek, można stwierdzić, że zasyпка nr A1 charakteryzowała się najniższą skutecznością powlekania ziaren inhibitorem spiekania, natomiast zasyпка A2, A3 i A4 skutecznością wyższą. Zasyпки z drugiej sesji pomiarowej, tj. B2 i B3 charakteryzowały się wyższą skutecznością powlekania inhibitorem spiekania w porównaniu do zasyпки o oznaczeniu B1.

Generalnie można zauważyć, że stosunkowo gorsze rezultaty uzyskano w pierwszych cyklach obu sesji, kiedy mieszalnik nie był jeszcze rozgrzany. W kolejnych cyklach skuteczność powlekania była znacznie lepsza, ale w grupie A stabilizowała się na niższym poziomie, co wiąże się ze stabilizacją temperatury na niższym poziomie przy niskiej temperaturze otoczenia (Rys. 3 i 4).

Uzyskane wyniki wyraźnie wskazują na możliwość oceny efektywności powlekania za pomocą analizy termicznej. Wykorzystując wyniki pomiarów termowizyjnych i analizy termicznej określono pożądaną temperaturę procesu na ok. 40°C. Wyniki powyższe uzyskano przy stałym czasie powlekania poszczególnymi modyfikatorami.

W efekcie zaproponowano zewnętrzne podgrzewanie mieszalnika, umożliwiające pracę w pożądanej temperaturze od pierwszego cyklu produkcyjnego na porannej zmianie. Po rozeznaniu istniejących możliwości Ł-IMŻ zaproponował wykorzystanie ciepła odpadowego z kompresorowni, co zostało zaakceptowane i jest w trakcie realizacji.

Ponadto analizując możliwości optymalizacji procesu wytwarzania zasyпки zaproponowano proces dwuetapowy. Pierwszy etap obejmujący budowę struktury emergentnej, czyli powlekanie ziaren komponentu kwarcowego kolejnymi dodatkami i wymagający stabilnych, standaryzowanych warunków powinien odbywać się w jednym, dedykowanym

beginning of heat release on the DTA curve is contained in a narrow temperature range between 565°C and 570°C.

Based on the performed determinations, it can be stated that the amount of released carbon dioxide, which corresponds to ion current [A·s], can be compared to the tested powders, however, in the applied test method it is not possible to carry out a quantitative assessment of emitted CO₂, e.g. in volume percent or units of mass. This does not change the usefulness of the method in comparative testing when assessing the technological variants of the process of coating powder grains with a carbon sintering inhibitor.

The analysis of the above results presented in Figure 12, i.e. based on field values under the peak of the CO₂ emission intensity curve from the tested powder samples, shows that powder A1 is characterised by the lowest effectiveness of grain coating with the sintering inhibitor, whereas powders A2, A3 and A4 are characterised by higher efficiency. The powders from the second measurement session, i.e. B2 and B3, were characterised by a higher efficiency of coating with the sintering inhibitor as compared to powder B1.

Generally, it can be seen that relatively worse results were obtained in the first cycles of both sessions, when the mixer was not yet warmed up. In subsequent cycles, the coating efficiency was much higher, but in group A it stabilised at a lower level, which is associated with a lower temperature stabilisation at low ambient temperature (Figs. 3 and 4).

The obtained results clearly indicate the possibility of assessing coating efficiency using thermal analysis. Using the results of thermal imaging measurement and thermal analysis, the desired process temperature was determined to be approx. 40°C. The above results were obtained with a constant time of coating with individual modifiers.

As a result, external heating of the mixer was proposed, enabling operation at the desired temperature from the first production cycle on the morning shift. After examining the existing possibilities, Ł-IMŻ proposed using waste heat from the compressor room, which was accepted and is being implemented.

In addition, analysing the possibilities of optimising the powder production process, a two-stage process, was proposed. The first stage, involving the construction of an emergent structure, i.e. coating the grains of the quartz component with subsequent additives and requiring stable, standardised conditions, should take place in one dedicated mixer, and the second, consisting of a typical mixing operation of two components (chromite and coated quartz grains), in a second mixer with lower requirements when it comes to

do tego mieszalnika, a drugi polegający na typowej operacji mieszania dwóch składników (chromit i powleczone ziarna kwarcowe) w drugim mieszalniku o niższych wymaganiach technicznych. Pozwoli to lepiej wykorzystać zdolność produkcyjną zmodernizowanego, podgrzewanego i opomiarowanego mieszalnika, a niższa temperatura drugiej operacji poprawi trwałość warstwy inhibitora spiekania podczas mieszania z chromitem. Ponadto chromit nie będzie wychładzał mieszalnika do powlekania ziaren kwarcu dodatkami modyfikującymi, w którym powinna panować wyższa temperatura, co ułatwi zapewnienie stabilnych warunków dla tego procesu.

Uznano również za celowe wprowadzenie automatycznego systemu ważenia i wprowadzania surowców do mieszalnika jako czynnika stabilizacji właściwości zasyпки. Ze względu na fakt, że niska wilgotność zasyпки jest parametrem bezwzględnie wymaganym przez odbiorców (Tab. 1), zasugerowano uzupełnienie linii produkcyjnej o system pakowania wyrobu końcowego w opakowania zabezpieczające przed zawilgoceniem zasyпки u producenta, w trakcie transportu i u odbiorcy podczas składowania.

Pierwsze próby z zaproponowaną technologią dwuetapową oraz powlekaniami ziaren kwarcu w temperaturze ok. 40°C (uzyskanej w sposób „naturalny”) dały bardzo dobre wyniki. Ogniotrwałość zasyпки badanej laboratoryjnie przez PEDMO spełniała stawiane jej wymagania. Również wstępne testy przemysłowe, wykonywane w trudnych warunkach, przyniosły bardzo wysoką ocenę skuteczności nowego produktu.

6. WYZNACZANIE CZASU POWLEKANIA NA PODSTAWIE POMIARU I ANALIZY SYGNAŁU AKUSTYCZNEGO GENEROWANEGO PRZEZ MIESZALNIK

Poszukując obiektywnego sposobu monitorowania procesu powlekania ziaren zasyпки, a jednocześnie nadającego się do automatyzacji linii produkcyjnej Ł-IMŻ zaproponował wykorzystanie sygnału akustycznego generowanego przez mieszalnik.

Założono, że będzie występowała korelacja pomiędzy procesem powlekania ziaren intensyfikatorem sił adhezji oraz inhibitorem procesu spiekania, a charakterystyką dźwięku, który wydobywa się z mieszalnika. Oczekiwano, że będzie to wynikiem zmiany oporów tarcia występującego pomiędzy ziarnami „suchymi” i pokrytymi modyfikatorami. W związku z tym we współpracy z firmą EC TEST Systems z Krakowa opracowano sposób rejestracji sygnału akustycznego (Rys. 13), a następnie wykonano trzy serie pomiarowe. W trakcie pierwszych pomiarów wykonano rejestrację sygnału akustycznego generowanego przez mieszalnik z poniższymi parametrami:

1. Próbkowanie 256 Hz; Pasma 100 Hz; Liczba punktów FFT 512
2. Próbkowanie 512 Hz; Pasma 200 Hz; Liczba punktów FFT 2048
3. Próbkowanie 20 kHz; Pasma 7812 Hz; Liczba punktów FFT 4096

Następnie wykonano analizę sygnału akustycznego zapisanego w postaci szeregu czasowego w formacie dostępnym w poziomie programów typu Excel. Skupiono się na poszukiwaniu korelacji pomiędzy amplitudą sygnału akustycznego w wybranych pasmach częstotliwości, a stopniem powleczenia ziaren kwarcu intensyfikatorem sił adhezji. Korelacja

equipment. This will allow better use of the production capacity of the modernised, heated and measured mixer, and the lower temperature of the second operation will improve the durability of the sintering inhibitor layer during mixing with chromite. In addition, chromite will not cool the mixer for coating quartz grains with modifying additives, which should be at a higher temperature, helping ensure stable conditions for this process.

It was also considered appropriate to introduce an automatic system for weighing and feeding the raw materials to the mixer as another element of stabilising the properties of the powder. Due to the fact that low powder humidity is a parameter absolutely required by the recipients (Tab. 1), it was suggested to supplement the production line with a packaging system for the final product using packaging protecting against moistening the powder at the manufacturer's location, during transport and at the recipient's location during storage.

The first tests with the proposed two-stage technology and coating of quartz grains at a temperature of approx. 40°C (obtained “naturally”) have led to very good results. The fire resistance of the powder tested by PEDMO under laboratory conditions met the requirements. Also, preliminary industrial tests, performed in difficult conditions, have led to a very high assessment of the effectiveness of the new product.

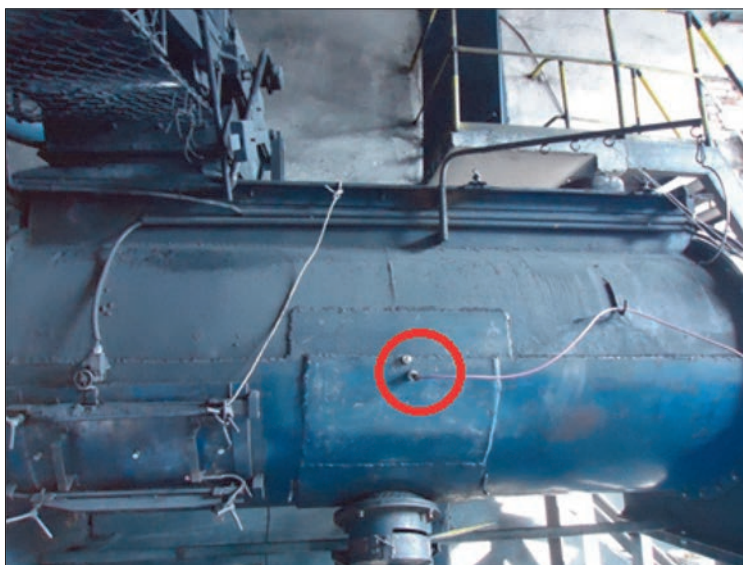
6. DETERMINATION OF COATING TIME BASED ON MEASUREMENT AND ANALYSIS OF THE ACOUSTIC SIGNAL GENERATED BY THE MIXER

Searching for an objective method of monitoring the coating process of powder grains, at the same time being suitable for automation of the production line, Ł-IMŻ proposed using the acoustic signal generated by the mixer.

It was assumed that there would be a correlation between the process of coating the grains with an adhesion force intensifier and sintering process inhibitor, and the characteristics of the sound that emits from the mixer. It was expected that this would be the result of a change in friction between the “dry” grains and the grains coated with modifiers. Therefore, a method of recording the acoustic signal (Fig. 13) was developed in cooperation with EC TEST Systems from Kraków, followed by three measurement series. During the first measurement, the acoustic signal generated by the mixer with the following parameters was recorded:

1. Sampling 256 Hz; Band 100 Hz; Number of FFT points 512
2. Sampling 512 Hz; Band 200 Hz; Number of FFT points 2048
3. Sampling 20 kHz; Band 7812 Hz; Number of FFT points 4096

Then, an analysis of the acoustic signal was recorded in the form of a time series in a format available from the level of Excel-type programs. The focus was on the search for correlations between the amplitude of the acoustic signal in selected frequency bands and the degree of coating of quartz grains with an adhesion force intensifier. Such correlation allows mixing control and thus avoiding adverse consequences of too short or too long duration of this operation.



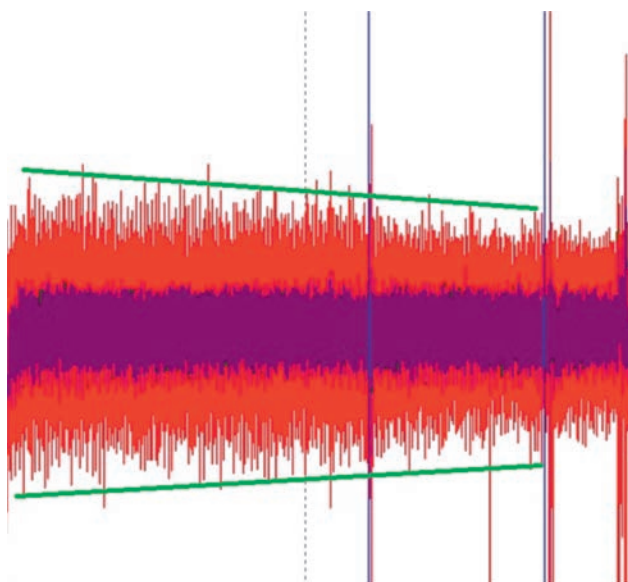
Rys. 13. Usytuowanie czujnika sygnału wibro-akustycznego – środkowa część mieszalnika (czerwony okrąg)

Fig. 13. Location of the vibro-acoustic signal sensor – central part of the mixer (red circle)

taka pozwala kontrolować mieszanie i tym samym uniknąć niekorzystnych konsekwencji zbyt krótkiego lub zbyt długiego czasu trwania tej operacji.

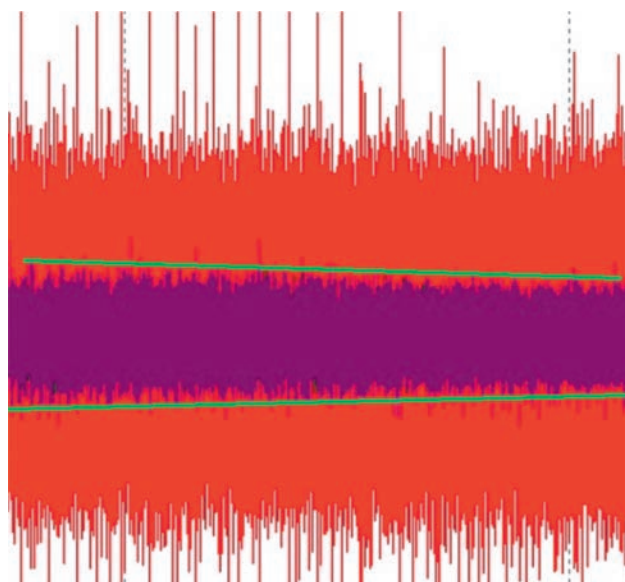
Z wykonanych dotychczas analiz wynika, że w paśmie niższych częstotliwości zauważalna jest zmiana amplitudy sygnału akustycznego po wprowadzeniu do piasku intensyfikatora sił adhezji (Rys. 14), natomiast amplituda sygnału o wyższej częstotliwości spada po wprowadzeniu inhibitora spiekania (Rys. 15). Te dotychczasowe analizy, nawet bez bardziej zaawansowanej cyfrowej obróbki sygnału, wskazują na istnienie korelacji pomiędzy istotnymi zjawiskami

The analyses carried out so far show that in the lower frequency band, a change in the amplitude of the acoustic signal is noticeable after the adhesion intensifier is introduced into the sand (Fig. 14), while the amplitude of the higher frequency signal decreases after the introduction of the sintering inhibitor (Fig. 15). These analyses, even without more advanced digital signal processing, indicate a correlation between significant phenomena in the powder production process, which should be usable in the production line automation system. It can be assumed that the coating process ends when the acoustic signal stabilises.



Rys. 14. Przebieg zarejestrowanego sygnału akustycznego generowanego przez mieszalnik po dodaniu intensyfikatora sił adhezji; kolor czerwony sygnał zarejestrowany z parametrami: Próbkowanie 256 Hz; Pasmo 100 Hz; Liczba punktów FFT 512, kolor fioletowy sygnał zarejestrowany z parametrami: próbkowanie 20 kHz; Pasmo 7812 Hz; Liczba punktów FFT 4096

Fig. 14. Course of the recorded acoustic signal generated by the mixer after adding an adhesion force intensifier; red – signal registered with the following parameters: Sampling 256 Hz; Band 100 Hz; Number of FFT points 512, purple – signal registered with the following parameters: sampling 20 kHz; Band 7812 Hz; Number of FFT points 4096



Rys. 15. Przebieg zarejestrowanego sygnału akustycznego generowanego przez mieszalnik po dodaniu inhibitora spiekania; kolor czerwony sygnał zarejestrowany z parametrami: Próbkowanie 256 Hz; Pasmo 100 Hz; Liczba punktów FFT 512, kolor fioletowy sygnał zarejestrowany z parametrami: próbkowanie 20 kHz; Pasmo 7812 Hz; Liczba punktów FFT 4096

Fig. 15. Course of the recorded acoustic signal generated by the mixer after adding a sintering inhibitor; red – signal registered with the following parameters: Sampling 256 Hz; Band 100 Hz; Number of FFT points 512, purple – signal registered with the following parameters: sampling 20 kHz; Band 7812 Hz; Number of FFT points 4096

w procesie wytwarzania zasyпки, które powinny dać się wykorzystać w systemie automatyki linii produkcyjnej. Można założyć, że proces powlekania kończy się w chwili stabilizacji sygnału akustycznego,

Prace w tym zakresie jeszcze trwają; są realizowane w firmie EC TEST Systems za pomocą oprogramowania „FLEXpro” firmy Weisang. Wydzielenie węższych zakresów częstotliwościowych oraz zastosowanie odpowiednich filtrów wygładzających sygnał pozwoli uzyskać bardziej wyraźne tendencje zmiany natężenia sygnału oraz nadać mu użyteczny charakter w układach automatyki linii produkcyjnej.

Trwają również przygotowania do budowy przemysłowego systemu rejestracji i analizy sygnału akustycznego oraz zintegrowania go z budowanym w ramach projektu systemem automatyki.

Wdrożenie kompletnego systemu dogrzewania mieszalnika, dwuetapowej produkcji w dwóch mieszalnikach oraz automatyzacji linii produkcyjnej w oparciu o realizowane on-line pomiary i analizy dźwięku i pomiaru temperatury pancierza mieszalnika, a także systemu automatycznego dozowania surowców i pakowania wyrobu końcowego planuje się zakończyć w roku 2020.

7. PODSUMOWANIE

W ramach prac realizowanych przez Ł-IMŻ w projekcie badawczym dla przedsiębiorstwa PEDMO S.A w Tychach wykonano analizę obecnie stosowanej technologii wytwarzania zasyпки do zamknięć suwakowych, zdiagnozowano źródła braku stabilności parametrów użytkowych wyrobu końcowego oraz podjęto działania w celu zaproponowania modyfikacji dotychczasowej technologii stosownie do wymagań jakie stawia wytwarzanie nowej zasyпки do zamknięć suwakowych o strukturze emergentnej.

W wyniku wykonanych pomiarów i badań stwierdzono że:

- Analiza termiczna próbek zasyпки może być wykorzystana do porównawczej analizy skuteczności powlekania jej ziaren intensyfikatorem sił adhezji i inhibitorem procesu spiekania, na podstawie ilości CO₂ uwalnianego podczas analizy.
- W temperaturze wytwarzania zasyпки wynoszącej ok. 40°C uzyskuje się wyższą skuteczność powlekania ziaren inhibitorem spiekania niż przy typowych temperaturach nawet o kilkanaście stopni niższych.
- Temperatura pracy mieszalnika zmienia się w zależności od temperatury otoczenia i fazy cyklu produkcyjnego w stosunkowo szerokim zakresie.
- W związku ze zmiennością temperatury pracy mieszalnika oraz zbyt niskim jej poziomem, przez większą część czasu pracy mieszalnika, celowa jest budowa systemu dogrzewania mieszalnika dla stabilizacji tego parametru.
- Wyselekcjonowane zakresy częstotliwościowe sygnału dźwiękowego pozwalają monitorować proces powlekania ziaren piasku kwarcowego intensyfikatorem sił adhezji oraz inhibitorem procesu spiekania.

W efekcie zaproponowano nową technologię wytwarzania zasyпки do zamknięć suwakowych o strukturze emergentnej. Jej najważniejsze cechy to:

- Podgrzewanie mieszalnika, umożliwiające pracę w pożądanej temperaturze od pierwszego cyklu produkcyjnego na porannej zmianie poprzez wykorzystanie ciepła odpadowego z kompresorowni.
- Wytwarzanie zasyпки do zamknięć suwakowych w dwóch etapach w oddzielnych mieszalnikach, w pierwszym le-

Work in this area is still ongoing; it is carried out at EC TEST Systems using the Weisang FLEXpro software. Emission of narrower frequency ranges and the use of appropriate signal smoothing filters will allow for more pronounced trends in signal intensity change and give it useful character in production line automation systems.

Preparations are also underway for the construction of an industrial system for recording and analysing the acoustic signal and for integrating it with the automation system built under the project.

The implementation of a complete mixer heating system, two-stage production in two mixers and automation of the production line based on online measurement and analysis of sound and the mixer encasement temperature measurement, as well as the system of automatic dosing of raw materials and final product packaging, are planned to be completed in 2020.

7. SUMMARY

The study carried out by Ł-IMŻ in the research project for PEDMO S.A. in Tychy included the analysis of the currently used technology for producing a powder for slide gates, diagnosis of the sources of instability of the final product performance parameters, and taking actions to propose modification of the current technology in accordance with the requirements posed by the production of a new powder for sliding gates with an emergent structure.

As a result of the measurement and tests, it was found that:

- Thermal analysis of powder samples may be used for a comparative study of the effectiveness of coating its grains with an adhesion force intensifier and sintering inhibitor, based on the amount of CO₂ released during the analysis.
- At the powder production temperature of approx. 40°C a higher efficiency of coating the grains with a sintering inhibitor is obtained than at typical temperatures, lower even by several degrees.
- The operating temperature of the mixer varies depending on the ambient temperature and phase of the production cycle over a relatively wide range.
- Due to the variability of the mixer's operating temperature and it's too low level, for most of the mixer operating time, it is advisable to build a mixer heating system to stabilise this parameter.
- Selected frequency ranges of the audio signal allow monitoring the process of coating quartz sand grains with an adhesion force intensifier and an inhibitor of the sintering process.

As a result, a new technology for producing powders for slide gates with an emergent structure was proposed. Its most significant characteristics are:

- Mixer heating, enabling operation at the desired temperature from the first production cycle on the morning shift by using waste heat from the compressor room.
- The production of powder for slide gates in two stages in separate mixers; the first, better equipped, should be used for coating the quartz component grains, and the sec-

piej wyposażonym powinno zachodzić powlekanie ziaren komponentu kwarcowego, a w drugim homogenizacja mieszanki powleczanego kwarcu i chromitu.

- Automatyzacja procesu dzięki wykorzystaniu sygnału akustycznego do monitorowania powlekania ziaren kwarcowych poszczególnymi modyfikatorami.
- Instalacja automatycznego systemu ważenia i wprowadzania surowców do mieszalnika.
- Kontrola efektywności powlekania ziaren za pomocą analizy termicznej, zwłaszcza w okresie wdrażania nowej technologii.
- System pakowania wyrobu końcowego w opakowania zabezpieczające przed zawilgoceniem zasyпки u producenta, w trakcie transportu i u odbiorcy podczas składowania.
- Rozbudowany systemu kontroli składu chemicznego surowców i gotowego wyrobu (ten element nie jest przedmiotem niniejszej publikacji).

Pierwsze próby wytwarzania zasyпки według zaproponowanej technologii dwuetapowej oraz skróconym czasie powlekania ziaren kwarcu w temperaturze ok. 40°C dały bardzo dobre wyniki. Ogniotrwałość zasyпки badanej laboratoryjnie przez PEDMO spełniała stawiane jej wymagania. Również wstępne testy przemysłowe, wykonywane w trudnych warunkach, przyniosły bardzo wysoką ocenę skuteczności nowego produktu.

Prace badawcze przedstawione w artykule wykonano w ramach projektu pt.: „Opracowanie innowacyjnej zasyпки do zamknięć suwakowych o strukturze emergentnej, zapewniającej podwyższoną odporność na spieknięcie oraz technologii jej produkcji” nr umowy POIR.01.01.01-00-0559/18-00 w ramach Programu Operacyjnego Inteligentny Rozwój 2014–2020.

ond should be used to homogenise the mixture of coated quartz and chromite.

- Process automation due to the use of an acoustic signal to monitor the coating of quartz grains with individual modifiers.
- Installation of an automatic system for weighing and adding raw materials to the mixer.
- Control of the efficiency of grain coating using thermal analysis, especially during the implementation of the new technology.
- A system of packing the final product in packaging protecting against moistening of the powder at the producer's location, during transport and at the recipient's location during storage.
- An extensive system of controlling the chemical composition of raw materials and the finished product (this element is not the subject of this publication).

The first attempts to produce a powder according to the proposed two-stage technology and shortened coating time for quartz grains at a temperature of about 40°C have led to very good results. The fire resistance of the powder tested by PEDMO under laboratory conditions met the requirements. Also, preliminary industrial tests, performed in difficult conditions, have led to a very high assessment of the effectiveness of the new product.

The research work presented in the paper was carried out as part of the project: “Development of an innovative powder for slide gates with an emergent structure, providing increased resistance to sintering, and its production technology” agreement No. POIR.01.01.01-00-0559/18-00 as part of the Intelligent Development Operational Programme 2014–2020.



LITERATURA ■ REFERENCES

- [1] Materiały reklamowo-informacyjne firmy PEDMO S.A., maj 2017.
- [2] Materiały firmy: Hebei Tian Zheng Tai Sheng Flow Control system CO., Ltd. Ladle Slide Gate Type LSB-B3-3 [Online] Dostępne z: <http://http://www.ls-tzts.com/Ladle-Slide-Gate/r-31.html>. [Data dostępu 19 września 2019].
- [3] Tzu-Tseng Tseng, Hong-Mao Wu, Chun-Nan Chen i inni. Refractory filler sands with core-shell composite structure for the taphole nozzle in slide-gate system of steel ladles. *Ceramic International* 2012, 38, s. 967-971.
- [4] H.C. Pan, Y.C. Ko. Effect of ZrO_2 on the alkali feldspar-aluminosilicate interface. *Journal of Materials Science*, 1984, 19, s. 44-48.
- [5] F. Farshidar, M. Ghassemi Kakroudi. Effect of Chromite-Silica Sands Characteristics on Performance of Ladle Filler Sands for Continuous Casting. *Journal of Iron and Steel Research, International*, 2012, 19 (3), s. 11-13.
- [6] Oferta handlowa zasyпки [Online] Dostępna z: http://www.alibaba.com/product-detail/Filling-Material-for-Slide-Gate-Plate_60357453550.html?spm=a2700.7724857.29.204.r8SguX. [Data dostępu 15 grudnia 2017].