



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STAVEBNÍ

FACULTY OF CIVIL ENGINEERING

ÚSTAV TECHNOLOGIE STAVEBNÍCH HMOT A DÍLCŮ

INSTITUTE OF TECHNOLOGY OF BUILDING MATERIALS AND COMPONENTS

**POROVNÁNÍ RŮZNÝCH METOD STANOVENÍ
MELITELNOSTI PRÁŠKOVÝCH POJIV**

COMPARISON OF THE DIFFERENT METHODS FOR THE DETERMINATION OF THE POWDER
BINDERS GRINDABILITY

DIPLOMOVÁ PRÁCE

DIPLOMA THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Ing. Tereza Virágová

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. KAREL DVOŘÁK, Ph.D.

BRNO 2017



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

FAKULTA STAVEBNÍ

STUDIJNÍ PROGRAM

N3607 Stavební inženýrství

TYP STUDIJNÍHO PROGRAMU

Navazující magisterský studijní program s prezenční formou studia

STUDIJNÍ OBOR

3607T020 Stavebně materiálové inženýrství

PRACOVIŠTĚ

Ústav technologie stavebních hmot a dílců

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

DIPLOMANT

Bc. Tereza Virágová

NÁZEV

Porovnání různých metod stanovení melitelnosti práškových pojiv

VEDOUCÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

Ing. Karel Dvořák, Ph.D.

DATUM ZADÁNÍ

31. 3. 2016

DATUM ODEVZDÁNÍ

13. 1. 2017

V Brně dne 31. 3. 2016

.....
prof. Ing. Rostislav Drochytka, CSc., MBA

Vedoucí ústavu

.....
prof. Ing. Rostislav Drochytka, CSc., MBA

Děkan Fakulty stavební VUT

PODKLADY A LITERATURA

1. DUDA, H.,W., Cement Data-book, Bauverlag GmbH Wiesbaden und Berlin, 1975
2. HLAVÁČ, J., Základy technologie silikátů, 1. vydání. Praha: SNTL, 1981.
3. Hewlett.P, Leas Chemistry of Cement and Concrete, 4th Edition.
4. Baláž. P., Mechanochemistry in Nanoscience and minerals engineering

ZÁSADY PRO VYPRACOVÁNÍ (ZADÁNÍ, CÍLE PRÁCE, POŽADOVANÉ VÝSTUPY)

Práce se bude zabývat výzkumem v oblasti melitelnosti silikátových pojiv. Cílem práce je vývoj metody pro zkoušení melitelnosti, která bude využívat běžné laboratorní zařízení a provést srovnání s tradičními metodami.

Teoretická část:

Vyhodnotit dostupné tuzemské a zahraniční poznatky v řešené problematice, zejména v oblasti mletí středně tvrdých a tvrdých materiálů. Popsat dostupné, známé a používané metody pro stanovení melitelnosti. Zaměřit se na zhodnocení přístupů pro stanovení melitelnosti a identifikovat rozdíly. Zhodnotit jejich využitelnost pro stanovení melitelnosti velmi jemných materiálů.

Experimentální část:

1) Provést výběr zástupců silikátových materiálů s různou melitelností. Vybrané materiály analyzovat metodou VTI. Sestavit tabulku hodnot indexů melitelnosti materiálů, kterou bude možno použít pro porovnání výsledků.

2) Na základě dosažených výsledků pokračovat ve vývoji metody pro stanovení melitelnosti silikátových materiálů moderními prostředky. Provést měření indexů melitelnosti na zařízení, které je k dispozici na VUT, eventuálně doplnit měření o zjištění dalších parametrů, jako například spotřeba energie. Analyzovat index melitelnosti, granulometrii a morfologii částic a závěrem vzájemně porovnat výsledky tradiční metody VTI a metody vyvíjené na VUT.

Rozsah práce cca 80 – 100 stran formátu A4 včetně grafických příloh.

STRUKTURA BAKALÁŘSKÉ/DIPLOMOVÉ PRÁCE

VŠKP vypracujte a rozčleňte podle dále uvedené struktury:

1. Textová část VŠKP zpracovaná podle Směrnice rektora "Úprava, odevzdávání, zveřejňování a uchovávání vysokoškolských kvalifikačních prací" a Směrnice děkana "Úprava, odevzdávání, zveřejňování a uchovávání vysokoškolských kvalifikačních prací na FAST VUT" (povinná součást VŠKP).
2. Přílohy textové části VŠKP zpracované podle Směrnice rektora "Úprava, odevzdávání, zveřejňování a uchovávání vysokoškolských kvalifikačních prací" a Směrnice děkana "Úprava, odevzdávání, zveřejňování a uchovávání vysokoškolských kvalifikačních prací na FAST VUT" (nepovinná součást VŠKP v případě, že přílohy nejsou součástí textové části VŠKP, ale textovou část doplňují).

.....

Ing. Karel Dvořák, Ph.D.

Vedoucí diplomové práce

ABSTRAKT

Cílem této diplomové práce je shrnout získané poznatky v oblasti mletí středně tvrdých a tvrdých materiálů. Práce se zaměřovala na zkoumání melitelnosti materiálů pomocí dostupného laboratorního mlýna. Součástí práce je následná optimalizace mlecího procesu na daném zařízení a vyhodnocení získaných výsledků.

KLÍČOVÁ SLOVA

Melitelnost, zkoušky melitelnosti, tvrdost, křehkost, štěpnost, slínek, vápenec, křemen, živec, korund.

ABSTRACT

The aim of this thesis is to summarize the knowledge gained in the field of grinding medium-hard and hard materials. Work has focused on examining the grindability of the material using available laboratory mill. The part of the work is subsequent optimization of the grinding process on the device and evaluation of the results.

KEYWORDS

Grindability, grindability tests, hardness, brittleness, cleavage, clinker, limestone, quartz, feldspar, corundum.

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE VŠKP

Ing. Tereza Virágová *Porovnání různých metod stanovení melitelnosti práškových pojiv*. Brno, 2016. 113 s., 15 s. příl. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta stavební, Ústav technologie stavebních hmot a dílců. Vedoucí práce Ing. Karel Dvořák, Ph.D.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci zpracovala samostatně a že jsem uvedla všechny použité informační zdroje.

V Brně dne 11. 1. 2017

Ing. Tereza Virágová

autor práce

Poděkování

Tímto bych chtěla poděkovat panu Ing. Karlu Dvořákovi, PhD. za odborné vedení mé diplomové práce, cenné rady a názory a celkový dohled. Dále bych chtěla poděkovat Ing. Dušanu Dolákovi, která asistoval při vykonávání experimentální části. Dále bych chtěla poděkovat Ing. Ivetě Hájkové, která neúnavně asistovala při provádění experimentální části. A v neposlední řadě bych chtěla poděkovat paní Blance Bártové za propůjčení zařízení pro provádění experimentální části. Dále bych chtěla poděkovat pracovníkům z VUSTAH, a. s. za propůjčení mlecího zařízení. Dále bych chtěla poděkovat panu Ing. Martinu Jurišovi, Ph.D za provedení zkoušky tvrdosti.

OBSAH

ÚVOD	12
TEORETICKÁ ČÁST	13
1 TEORIE ROZPOJOVÁNÍ	13
1.1 Kickova hypotéza (objemová)	13
1.2 Rittingerova hypotéza (povrchová)	16
1.3 Griffithova hypotéza porušení	17
1.4 Kick-Standlerova hypotéza	18
1.5 Bondova teorie	19
1.6 Obecná diferenciální rovnice rozpojování	20
1.6.1 <i>Ověření Kickovy hypotézy</i>	20
1.6.2 <i>Ověření Rittingerovi hypotézy</i>	21
1.6.3 <i>Ověření Bondovy hypotézy</i>	21
1.7 Principy rozpojování	22
1.7.1 <i>První princip</i>	22
1.7.2 <i>Druhý princip</i>	22
1.7.3 <i>Třetí princip</i>	23
2 METODY MĚŘENÍ MELITELNOSTI	23
2.1 Metoda Hardgrove	23
2.2 Metoda VTI	25
2.2.1 <i>Přepočet index melitelnosti HGI na index k_{VTI}</i>	26
2.3 Metoda Zeisel	27
2.4 Metoda Bond	28
3 FYZIKÁLNĚ-MECHANICKÉ VLASTNOSTI OVLIVŇUJÍCÍ MLETÍ	30
3.1 Tvrdost	30

3.1.1	<i>Relativní tvrdost (makrotvrdost)</i>	31
3.1.2	<i>Absolutní tvrdost (mikrotvrdost)</i>	32
3.1.3	<i>Nanotvrdost</i>	33
3.1.4	<i>Metody určování tvrdosti</i>	34
3.2	<i>Štěpnost a dělitelnost</i>	43
3.3	<i>Lom</i>	44
3.4	<i>Soudržnost</i>	45
3.5	<i>Křehkost</i>	45
3.5.1	<i>Principiální příčiny</i>	45
3.5.2	<i>Vedlejší příčiny</i>	46
4	MINERÁLY	47
4.1	Vápenec	47
4.1.1	<i>Kalcit</i>	47
4.1.2	<i>Aragonit</i>	49
4.2	Živce	49
4.2.1	<i>Sanidin</i>	50
4.2.2	<i>Ortoklas</i>	50
4.2.3	<i>Mikroklin</i>	51
4.2.4	<i>Řada plagioklasu</i>	51
4.3	Křemen	52
4.3.1	<i>α-křemen</i>	52
4.3.2	<i>β-křemen</i>	53
4.4	Korund	53
4.5	Portlandský Slínek	54
	PRAKTICKÁ ČÁST	55
1	CÍL PRÁCE	55

2	METODIKA A POSTUP PRÁCE	55
2.1	Část 1 – Melitelnost dle VTI	55
2.1.1	Výběr zástupců čistých minerálů	55
2.1.2	Měření tvrdosti dle Vickerse	56
2.1.3	Úprava materiálů pro zkoušení	56
2.1.4	Stanovení koeficientu melitelnosti metodou VTI	57
2.2	Část 2 – Melitelnost pro vyvíjenou metodu	57
2.2.1	Stanovení optimálních otáček (kalibrace)	57
2.2.2	Ověření vhodnosti zvoleného mlecího cyklu	58
2.3	Zjišťování tvaru zrn	58
2.4	Značení použité v práci	58
2.5	metodika	59
3	POUŽITÉ MATERIÁLY A ZAŘÍZENÍ	60
4	VÝSLEDKY MĚŘENÍ	61
4.1	Úprava materiálu na výchozí granulometrii	61
4.2	Tvrdost dle Vickerse	61
4.3	Melitelnost dle VTI	62
4.3.1	Vyhodnocení indexů melitelností (SR)	63
4.3.2	Vyhodnocení indexů melitelnosti (LG)	65
4.3.3	Porovnání indexů melitelnosti získaných (SR) a (LG)	67
4.4	Melitelnost pRo Vyvíjenou metodu	69
4.4.1	Stanovení optimálních otáček	69
4.4.2	Vlastní mletí na optimalizované otáčky 250/4	79
4.4.3	Stanovení indexu melitelnosti	80
4.5	Porovnání indexů melitelnosti	81

4.6	Mikroskopické snímky	83
5	DISKUZE.....	86
5.1	Melitelnost dle VTI.....	86
5.2	Melitelnost pRo Vyvíjenou metodu.....	87
6	ZÁVĚR	90
	LITERATURA	91
	Seznam obrázků	94
	Seznam tabulek.....	95
	Seznam grafů	96
	Seznam příloh	98
	PŘÍLOHA 1 - VÁPENEC (LG)	99
	PŘÍLOHA 2 - KŘEMEN (LG)	104
	PŘÍLOHA 3 - ŽIVEC (LG)	109

ÚVOD

Technologie zdrobňování je známá již z prehistorických dob, kdy bylo potřeba zpracovávat kámen pro výrobu různých nástrojů, stavbu obydlí a s postupem času dalších stavebních konstrukcí.

Na přelomu 19. a 20. století se začaly užívat mlýny, které známe z dnešních technologií. Do této doby se užívaly jednoduché konstrukce, které byly vzhledem k dnešním požadavkům málo výkonné. Vývoj mlýnů výrazně urychlila potřeba zpracování různých nerostných surovin v širokém rozpětí průmyslových odvětví, které zpracovávají jemnozrnné materiály. V dnešní době jsou na trhu dostupné mlýny různých konstrukcí, výkonů a velikostí.

Zdrobňovací procesy jako takové jsou energeticky velmi náročné operace v rámci technologie. Může se jednat i o 50 % z celkové energetické náročnosti technologie. [1] Tuto spotřebu energie ovlivňuje i materiál, který prochází procesem zdrobňování. Materiál se vyznačuje svou štěpností, tvrdostí a křehkostí, které ovlivňují mlecí proces. Je vhodné materiály podrobit zkoušení jejich melitelnosti. Získané informace o melitelnosti materiálu mohou pomoci optimalizovat mlecí režim.

Tato práce navazuje na předešlý výzkum, který byl v rámci ÚTHD FAST VUT v Brně, Výzkum byl zaměřen na stanovení melitelnosti materiálů. Cílem této práce je porovnání stanovení melitelnosti materiálu pomocí VTI metody a nové vyvíjené metody, za účelem optimalizace nové metody.

TEORETICKÁ ČÁST

1 TEORIE ROZPOJOVÁNÍ

Pro stanovení množství potřebné energie pro rozpojení částic a následnému návrhu rozpojovacího vybavení provozu je nutné nalézt vztah mezi spotřebou energie a požadovaným výsledkem rozpojování. Pro tento účel se využívá několik hypotéz. Bohužel i v dnešní době není problematika stanovení velikosti potřebné energie upokojivě vyřešena. Při stanovení potřebné rozpojovací energie musíme brát v úvahu mnoho faktorů, jako jsou např. fyzikálně-mechanické vlastnosti materiálů, zrnitost a tvar zrna atd. [2]

1.1 KICKOVA HYPOTÉZA (OBJEMOVÁ)

Kickova hypotéza byla zveřejněna v roce 1885. Používá se pro návrh strojního zařízení pro primární a sekundární drcení. Hypotéza vychází z předpokladu, že velikost deformační práce spotřebované pro rozpojování je největší položkou celkové spotřeby energie. Další energetické položky již neuvažuje. To znamená, že deformační práce v mnoha případech převyšuje vlastní teoretickou spotřebu energie na vytvoření nových povrchů. Hypotéza udává, že rozpojovací práce je přímo úměrná objemu rozpojovaného materiálu. Dále hypotéza vychází z představy, že práce pro rozpojení je různá, je-li nově vzniklá plocha stejná. [2], [3]

Pro odvození základních vztahů se využívá základní vztah Hookova zákona, který platí pro pružné deformace:

$$\sigma = \varepsilon \cdot E = \frac{F}{S} \quad (1)$$

Další využívaný vztah je definice poměrné deformace:

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l} = \frac{\Delta U}{U} \quad (2)$$

kde

σ mez pevnosti materiálu v tlaku [Pa]

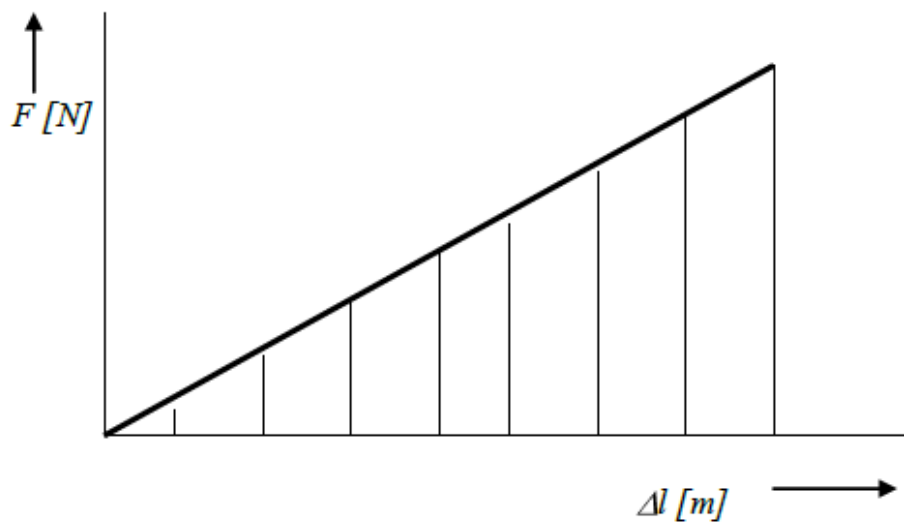
E modul pružnosti v tlaku [Pa]

ε	poměrná deformace [-]
F	síla působící deformaci [N]
S	průřez materiálu [m ²]
Δl	deformace [m]
ΔU	deformace částice [m]
l	počáteční rozměr částice [m]
U	počáteční velikost částice [m]

Po matematické úpravě dostaneme Hookův zákon v následujícím tvaru:

$$\frac{F}{S} = E \cdot \frac{\Delta l}{l} \rightarrow \Delta l = \frac{F \cdot l}{E \cdot S} \quad (3)$$

Deformační práce je přímo úměrná působící síle.



Obrázek 1 – Grafické znázornění Hookova zákona [2]

Potřebná deformační práce je dána následujícím vztahem:

$$W_k = \frac{1}{2} \cdot F \cdot \Delta l = \frac{1}{2} \cdot F \cdot \frac{F \cdot l}{E \cdot S} \quad (4)$$

Provedeme-li úpravu, kde dosadíme $F = \sigma \cdot S$ do vztahu (4) dostaneme:

$$W_k = \frac{1}{2} \cdot \frac{\sigma^2 \cdot S^2 \cdot l}{E \cdot S} = \frac{\sigma^2}{2 \cdot E} \cdot V \quad (5)$$

kde $V = S \cdot l$ je objem částice. Můžeme říci, že spotřebná energie pro rozdrčení jednotkového objemu se vypočte dle:

$$W_k = \frac{\sigma^2}{2 \cdot E} \quad (6)$$

Mez pevnosti σ a modul pružnosti v tlaku E jsou v technické praxi běžně používány a je možné je jednoduše stanovit pomocí experimentu. [2]

Dále můžeme Kickovu hypotézu vyjádřit pomocí obecného vztahu:

$$W = C_k \cdot \log \frac{U}{u} \quad (7)$$

kde

W měrná spotřeba práce

C_k empiricky stanovená konstanta

U velikost zrn před zdrobněním

u velikost zrn po zdrobnění

Experimentální zkoušky Kickovy hypotézy dokazují, že hypotéza pracuje relativně dobře u rozpojování velkých částic, u kterých se uvažuje elastické přetvoření a stupeň rozpojení je malý. Nedostatky Kickovy hypotézy se projeví při zmenšující se velikosti zrn. Kickova teorie předpokládá, že pevnost různých hmot je konstantní. Tato domněnka je mylná, jelikož byl ověřen fakt, že při zmenšující se velikosti částic je snižován počet vad a slabých míst a tím roste odolnost vůči rozrušování. [1], [3]

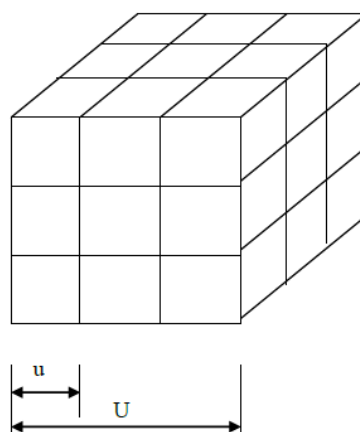
Tabulka 1 – Fyzikálně-mechanické vlastnosti vybraných materiálů [2]

Materiál	σ [MPa]	E [GPa]
Žula	160	55
Čedič	260	77
Vápenec	110	75
Křemen	240	60
Černé uhlí	7–24	0,67 - 3,2
Andezit	210	23
Železná ruda	100–150	72
Břidlice	115	15
Pískovec	75	40

1.2 RITTINGEROVA HYPOTÉZA (POVRCHOVÁ)

Hypotéza se řadí mezi nejstarší teorie a vychází z předpokladu, že práce spotřebovaná rozpojováním materiálu je úměrná zvětšení povrchu materiálu při procesu rozpojování. Rittinger svou hypotézu zveřejnil v roce 1867. [1], [2]

Pro odvození nově vzniklého povrchu použijeme krychli o velikosti hrany U , kde předpokládáme podrcení na velikost částic u . Viz. Obrázek 2.



Obrázek 2 – Znáznornění zvětšení povrchu [2]

Původní povrch vyjádříme vztahem:

$$S = 6 \cdot U^2 \quad (8)$$

Počet dílčích rovin vyjádříme vztahem:

$$\left(\frac{U}{u} - 1\right) \cdot 3 \quad (9)$$

Počet nových ploch vyjádříme vztahem:

$$\left(\frac{U}{u} - 1\right) \cdot 3 \cdot 2 \quad (10)$$

Při stanovení hypotézy rozdělíme krychli o hraně velikosti U na menší krychle o hraně velikosti u . Vznikne nový vztah:

$$S' = 6 \cdot \left(\frac{U}{u} - 1\right) \cdot U^2 \text{ [J]} \quad (11)$$

Následně označíme měrnou práci, která je potřebná pro vytvoření jednotky nově vzniklého povrchu $w_r \text{ [J} \cdot \text{m}^{-2}]$. Poté můžeme vypočítat práci potřebnou pro vytvoření nové plochy:

$$W_r = w_r' \cdot S' = 6 \cdot w_r' \cdot \left(\frac{U}{u} - 1\right) \cdot U^2 \text{ [J]} \quad (12)$$

Pokud výpočet vztáhneme na rozpojení hmotnostní jednotky materiálu, je vzorec následující [2]:

$$w_r = \frac{W_R}{\rho \cdot U^3} = \frac{6 \cdot w_r'}{\rho \cdot U} \cdot \left(\frac{U}{u} - 1\right) \text{ [J} \cdot \text{kg}^{-1}] \quad [7] \quad (13)$$

Dále může mít rovnice pro výpočet měrné práce následující obecný tvar:

$$W = K_R \cdot f_c \cdot \left(\frac{1}{U_{stř}} - \frac{1}{u_{stř}}\right) \quad (14)$$

kde

K_R Rittingerova konstanta

f_c pevnost materiálu

$u_{stř}$ střední průměr zrn po zdrobnění

$U_{stř}$ střední průměr zrn před zdrobněním [1]

Po provedení praktických pokusů bylo dokázáno, že hypotéza nemá obecnou platnost. Základním nedostatkem je, že hypotéza nebere v úvahu energii spotřebovanou na deformaci částic a na překonávání tření mezi částicemi. Z toho vyplývá, že energie potřebná pro rozpojování není přímo úměrná pouze nově vzniklému povrchu.

Při srovnání dvou výše zmíněných teorií vyšlo najevo, že povrchová teorie vyhovuje principům drobného rozpojování (střední a jemné drcení, mletí), tedy při procesech, ve kterých vzniká velký měrný povrch. Naopak objemová teorie vykazuje přesnější výsledky při hrubém rozpojování.

Dále obě hypotézy plně nevystihují problematiku všech fyzikálních dějů, které mají vliv na spotřebu energie při rozpojování. Lze tedy říci, že tyto teorie objasňují hlavní principy mechanismu rozpojování a udávají zásadní energetické požadavky na rozpojování. [2]

1.3 GRIFFITHOVA HYPOTÉZA PORUŠENÍ

Rozpor mezi předešlými hypotézami se pokouší urovnat hypotéza A. A. Griffitha. Griffith tuto hypotézu zveřejnil v roce 1920. Tato hypotéza jako první formuluje teorii lomu jako nestabilní šíření malé ostré trhliny v namáhaném tělese. Dále je hypotéza postavena na

energetické bilanci přeměny napětí na energii lomu, čili nevychází z klasického pojetí síly a energie. Princip je závislý na kontinuálním přísunu energie. Kdyby došlo k přerušení dodávky energie, šíření trhliny by se zastavilo. Počátek lomu nastává, když energie na špičce trhliny vyrovná nebo přesáhne energii potřebnou pro vytvoření nového povrchu. V této hypotéze je poprvé uvedena úvaha, že deformační energie není rozložena rovnoměrně, nýbrž se koncentruje na poruchy v mikrostruktuře. Rozpojování se uskutečňuje při splnění bilanční podmínky a zároveň při existenci poruch v materiálu. Velikost poruchy ovlivňuje koncentrační faktor, který je úměrný velikosti částice. Zde opět platí, že se zmenšující velikostí částice se zvyšuje měrná deformační energie. [1]

Obecný tvar vztahu je uveden v následující rovnici (15):

$$\sigma_G^a \cdot A^b \cdot E^c \cdot l^d = konst. \quad (15)$$

Postupným vyřešením rovnice dojdeme k následujícímu tvaru:

$$\frac{\sigma_G}{E} = c \cdot \left(\frac{A}{E \cdot l} \right)^a \quad (16)$$

Griffith experimentálně vyhodnotil konstanty **a** a **c**. Konstanta $a = \frac{1}{2}$ a konstanta $c = \left(\frac{2}{\pi} \right)^{\frac{1}{2}}$.

$$\sigma_G = \sqrt{\frac{2 \cdot A \cdot E}{\pi \cdot l}} \quad (17)$$

Výše uvedené rovnice platí pro křehké materiály, z čehož vyplývá, že napětí potřebné pro rozpojení pevnějších materiálů bude vyšší. [3]

1.4 KICK-STANDLEROVA HYPOTÉZA

Tato hypotéza doplňuje Kickovu hypotézu z pohledu stupně rozpojení. Hypotéza pracuje na předpokladu: pokud roste stupeň rozpojení aritmetickou nebo geometrickou řadou, vzrůstá spotřeba energie aritmetickou řadou.

Pro $i = n$ -tý stupeň rozpojení platí:

$$\begin{aligned} W &= n \cdot W_k \\ i &= 2^n \end{aligned} \quad (18)$$

Z těchto dvou rovnic můžeme vyjádřit:

$$i = 2^{\left(\frac{W}{W_k}\right)} \rightarrow \tan i = \frac{W}{W_k} \cdot \tan 2 \quad (19)$$

Úpravou následně získáme výraz:

$$W = \frac{W_k}{\tan 2} \cdot \tan i = w'_{KS} \cdot \log \frac{U}{u} \quad (20)$$

$$w'_{KS} = \frac{W_k}{\tan 2} = 1,443 \cdot w_k \quad (21)$$

Při vztažení na hmotnostní jednotku, dostáváme následující vzorec:

$$w_{KS} = w'_{KS} \cdot \tan \frac{U}{u} \cdot \frac{1}{\rho} = 1,443 \cdot \frac{\sigma^2}{2E} \cdot \tan \frac{U}{u} \cdot \frac{1}{\rho} \quad (22)$$

$$w_{KS} = 0,721 \cdot \frac{\sigma^2}{E \cdot \rho} \cdot \tan \frac{U}{u} \text{ [J} \cdot \text{kg}^{-1}] \quad (23)$$

Jedná se tedy o hypotézu, která je upravena předpokladem stupně drcení $i = 2$. Hypotéza je aplikovatelná pouze na rozpad ideálně homogenních těles.

1.5 BONDОВА TEORIE

Bondova teorie využívá principů Griffithovy hypotézy a vyplňuje mezeru mezi výše zmíněnými teoriemi. Bond zveřejnil svou hypotézu v roce 1952.

Bond popisuje průběh zdrobňování z modernějších hledisek mechanismu rozpojování zrn. Dle této hypotézy se celkové množství energie, které je spotřebováno na zdrobňování materiálu, skládá z energie určující poměr velikostí částic (závislá na objemu) a energie potřebné pro nově vznikající povrch. Suma celkové potřebné energie je úměrná objemu zrna, ale je zde také počítáno s velikostí povrchu. Povrch je zohledněn prostřednictvím nutné koncentrace napětí podmiňující vznik trhlin u povrchu zrn. [1]

Pro střední drcení platí:

$$W = W_D + W_P = k_o \cdot \sqrt{U^3 \cdot U^2} = k_o \cdot U^{2,5} \quad (24)$$

Potřebná práce pro množství Q o počtu zrn N o rozměru U při stupni drcení i :

$$W_Q = k_o \cdot U^{2,5} \cdot N = k_o \cdot U^{2,5} \cdot \frac{Q}{\rho \cdot U^3} = k_B \cdot \frac{Q}{\sqrt{U}} \text{ [2]} \quad (25)$$

Vzorec pro výpočet potřebné energie má obecný tvar:

$$W = C_B \cdot \left(\frac{1}{\sqrt{U}} - \frac{1}{\sqrt{u}} \right) [1] \quad (26)$$

1.6 OBECNÁ DIFERENCIÁLNÍ ROVNICE ROZPOJOVÁNÍ

Charlesova obecná rovnice rozpojování zahrnuje všechny známé teorie a zobecňuje je. Rovnice je definována změnou měrné rozpojovací práce w v závislosti na velikosti zrna u (Obrázek 3). Platí tedy vzorec:

$$dw = -C \cdot \frac{du}{u^m} \quad (27)$$

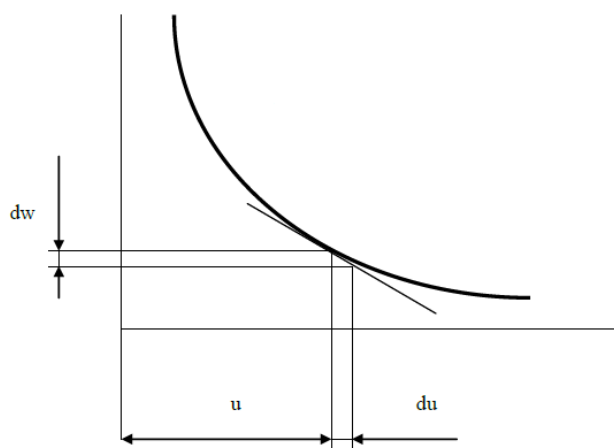
kde

w měrná rozpojovací práce

C konstanta úměrnosti

u rozměr částic

m exponent



Obrázek 3 – Závislost rozpojovací práce na velikosti částic [2]

1.6.1 Ověření Kickovy hypotézy

$m = 1$

$$dw = -C \cdot \frac{du}{u} \quad (28)$$

$$w = -C \cdot \int_u^U \frac{du}{u} = -C \cdot \ln u \Big|_u^U = -C \cdot (\ln U - \ln u) = -C \cdot \ln \frac{U}{u} = C \cdot \ln \frac{u}{U} \quad (29)$$

1.6.2 Ověření Rittingerovi hypotézy

$$m = 2$$

$$dw = -C \cdot \frac{du}{u^2} \quad (30)$$

$$w = -C \cdot \int_u^U u^{-2} du = C \cdot \left[\frac{1}{u} \right]_u^U = C \cdot \left(\frac{1}{U} - \frac{1}{u} \right) \quad (31)$$

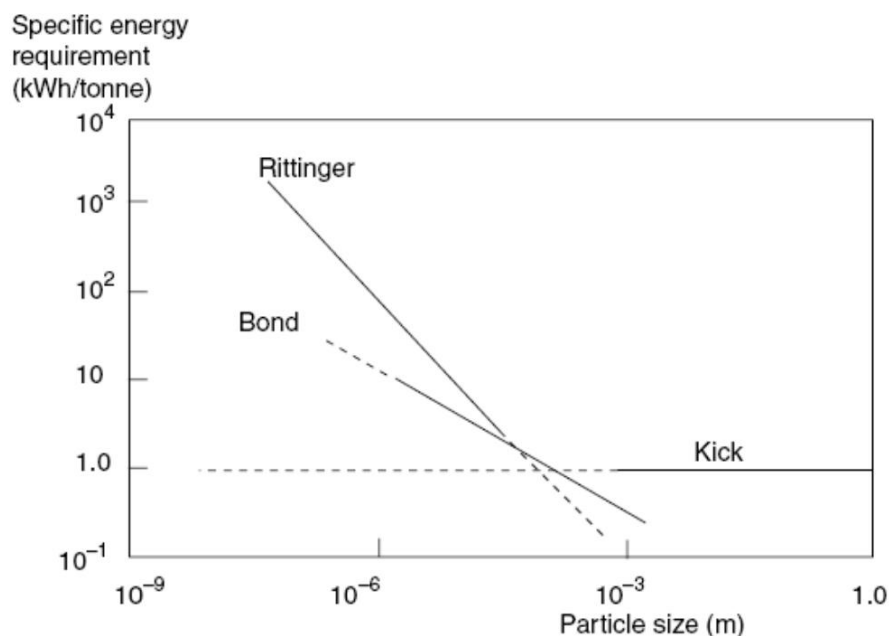
1.6.3 Ověření Bondovy hypotézy

$$m = 3/2$$

$$dw = -C \cdot \frac{du}{u^{3/2}} \quad (32)$$

$$w = -C \cdot \int_u^U u^{-3/2} du = 2 \cdot C \cdot \left[\frac{1}{u^{1/2}} \right]_u^U = 2 \cdot C \cdot \left[\frac{1}{\sqrt{u}} \right]_u^U = 2 \cdot C \cdot \left(\frac{1}{\sqrt{U}} - \frac{1}{\sqrt{u}} \right) \quad (33)$$

Použitelnost jednotlivých teorií je znázorněna na následujícím Obrázku 4:



Obrázek 4 – Použitelnost jednotlivých teorií [16]

Na obrázku je znázorněna závislost měrného příkonu, který je potřebný pro udržení konstantní rychlosti mletí v závislosti na předpokládané velikosti částic. Plnou čarou je znázorněna oblast, ve které zákon platí. Zde se předpokládá, že se velikost zrn shoduje s reálnými hodnotami. [16]

1.7 PRINCIPY ROZPOJOVÁNÍ

Jevy, které probíhají při rozpojování, byly popsány ve třech principech. Tyto principy jsou základními informacemi o drcení a mletí.

1.7.1 První princip

První princip vychází ze skutečnosti, že dodaná energie je součástí celkové energie nutné pro snižování velikosti částic, které měly na vstupu danou velikost. Všechny částice namleté na konečnou velikost mají určitou úroveň energie, která je přičtena ke vstupní energii při procesu zdrobňování. Veškerá energie, která je vynaložena na proces rozpojování materiálu je závislá na následující podmínce:

$$\text{Energie zdrobněného materiálu} - \text{energie vstupního materiálu} = \text{Vstupní energie}$$

Pokud by byla energie, která je potřeba pro rozpojení materiálu, ve výpočtu zanedbána, nebyl by tento princip dodržen. Výsledky porovnání melitelnosti by byly zkreslené a neodpovídaly by skutečnosti. [26]

1.7.2 Druhý princip

Druhý princip vychází z předpokladu, že práce potřebná k zdrobnění je úměrná délce nově vzniklé trhliny v materiálu. Při zdrobňování se materiál porušuje několika způsoby a to tlakem, rázem, smykem a třením. Porušení vzniká v nejslabším místě, na porušení dále navazují trhliny. Díky vzniku těchto poruch dochází k rozpadu částice. Energie, která je dodána do procesu je následně přeměněna na tepelnou energii.

Délce nově vzniklých trhlin je úměrná tzv. deformační energie. Dále je délka nově vytvořených trhlin rovna druhé odmocnině nově vzniklých ploch. Z této závislosti vyplývá, že charakteristická práce potřebná pro rozpojování materiálu je nepřímo úměrná rozdílů druhých odmocnin průměrů před a po zdrobnění. Na stejném principu pracuje i **Bondova teorie melitelnosti**. Charakteristická práce zahrnuje deformační energii, tepelné ztráty a ztráty třením. Hodnota charakteristické práce však neodpovídá reálné hodnotě spotřebované práce pro rozpojení materiálu. [26]

1.7.3 Třetí princip

Třetí princip zahrnuje spojitost vad materiálu s jeho rozpojováním. Vada určuje nejslabší místo ve struktuře materiálu, potřebnou energii pro rozpojení a množství nově vzniklých částic. V místě vady je rozpojování nejjednodušší a vniká nejvyšší množství nových částic. Vady jsou nejčastěji obsaženy v křehkých materiálech. [26]

2 METODY MĚŘENÍ MELITELNOSTI

Melitelnost je jednou z důležitých vlastností materiálu, která je sledována v širokém okruhu průmyslových odvětví. Jedná se o schopnost materiálu rozdrůžovat se na menší částice vlivem mechanické práce. Materiál, který je dobře melitelný, je z ekonomického hlediska vhodnější pro přípravu práškové suroviny. V praxi se stanovuje součinitel melitelnosti, který porovnává melitelnost materiálu s melitelností daného etalonu.

Metody můžeme rozdělit do dvou následujících skupin:

- metody stále jemnosti,
- metody stále energie.

Metody stále jemnosti fungují na principu porovnávání potřebného množství energie, které je nutné k rozpojení materiálu na předem stanovenou jemnost. Porovnáváné materiály mají před rozpojováním stejnou vstupní velikost částic. Metody jsou náročné na provedení.

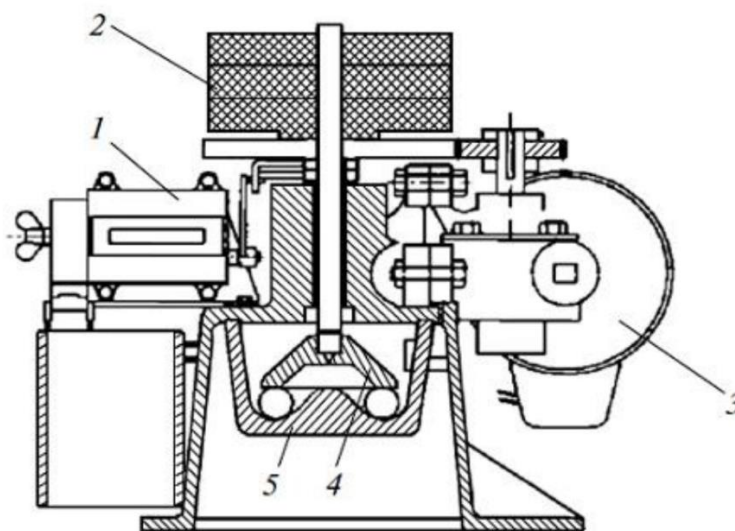
Metody stále energie pracují na principu porovnávání přírůstků povrchů zkoušeného materiálu s přírůstkem povrchů etalonu. Pro oba materiály je důležité zajistit stejné množství dodané mlecí energie. Energie je stanovena otáčkami za minutu a dobou mletí. Přírůstek povrchu se sleduje proséváním prachu na síti s příslušnou velikostí ok. [4], [31]

2.1 METODA HARDGROVE

Metoda Hardgrove byla vyvinuta ve 30. letech 20. století Ralphem M. Hardgrovem. Metoda je od svého vzniku užívána převážně pro stanovení melitelnosti uhlí. Index melitelnost dle metody Hardgrove je označován jako °H (další označení H.G.I nebo HGI). [5]

Pro provedení zkoušky je nutné vzorek vysušit. Vstupní velikost zrn vzorku je v rozmezí 0,59 až 1,19 mm. Navážka vzorku je 50 g. [6]

Vzorek je umístěn do zkušebního zařízení (Obrázek 5). Kroužkový mlýn se skládá z mlecí mísy a dráhy, která obsahuje 8 mlecích koulí o průměru 2,54 cm¹. [5] Přítlačná síla koule je 290 N. Rychlost otáčení je 21 ot/min. Následně je provedeno 60 rotací mlýna. Namletý vzorek je přeset skrz síto s velikostí ok 0,075 mm. Podsítný podíl je následně zvážen. Přesnost vážení je 0,01 g.



Obrázek 5 – Schéma kroužkového mlýna, 1 – počítadlo, 2 – zatížení, 3 – pohon, 4 – přítlačný kroužek, 5 – mlecí mísa [4]

Pokus je platný pouze v případě, že se hmotnost navážky před zkouškou a po zkoušce liší o méně než 0,75 g. Vzorek, který splňuje tuto podmínku je následně vyhodnocen dle níže uvedeného vztahu (34):

$$HGI = 13 + 6,93 \cdot m_{75} \quad (34)$$

kde

HGI index melitelnosti

m_{75} hmotnost podsítného podílu vzorku [g]

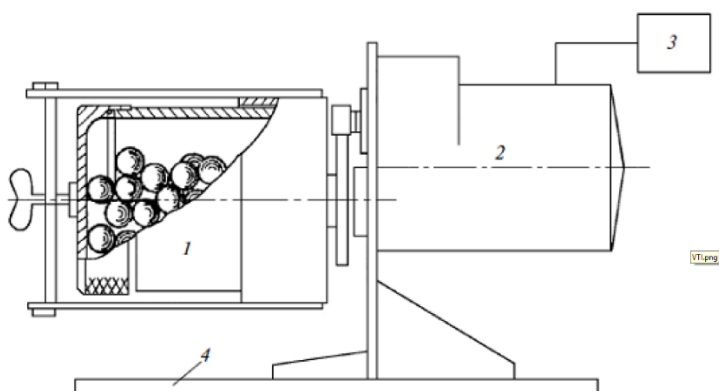
Jako etalon je pro tuto metodu používáno černé uhlí z dolu Somerset v USA, jehož hodnota indexu melitelnosti je $HGI = 100$. Díky této skutečnosti je index melitelnosti pouze v relativních hodnotách. [4], [5], [32]

¹ jednotky jsou odvozeny z Angloamerické měrné soustavy (1 palec = 2,54 cm)

2.2 METODA VTI

Metoda VTI¹ je nejjednodušší ze všech uvedených metod. Dle zjištěné hodnoty indexu melitelnosti, můžeme materiál zařadit do jednotlivých stupňů melitelnosti. Součinitel melitelnosti je označen jako k_{VTI} .

Vzorek se nejdříve připraví na vstupní velikost zrn 1,25 až 3,2 mm. Hmotnost navážky je 500 g. Zkouška je provedena v mlýnu s porcelánovým bubnem (Obrázek 6). Buben má průměr 270 mm a délku 210 mm. Mletí tělesa jsou též porcelánová. Náplň je složena z 6 kg koulí s průměrem 35 mm a 2 kg koulí s průměrem 15 mm.



Obrázek 6 – Schéma trubnatého mlýna, 1 – buben, 2 – elektromotor, 3 – řídicí jednotka, 4 – podstavec [4]

Vzorek je mlet při rychlosti otáček 41 ot/min po dobu 15 minut. Namletý vzorek je následně přesítován přes síto o velikosti ok 0,09 mm.

Poté je zvážen nadsítný zůstatek. Vyhodnocení je provedeno dle následujícího vztahu:

$$k_{VTI} = 2 \cdot \left(\ln \frac{100}{z_{90}} \right)^{\frac{2}{3}} \quad (35)$$

kde

k_{VTI} index melitelnosti

z_{90} procentuální zůstatek na síti [%]

¹ VTI je zkratka Všesvazového tepelně technického institutu

Jako etalon je pro tuto metodu používán antracitový prach z Doněcké pánve, pro který byl zvolen index melitelnosti $k_{VTI} = 1$. Vyhodnocení zkoušky je uvedeno v následující Tabulce 2. [4], [5]

Tabulka 2 – Stupně melitelnosti [4]

Index k_{VTI}	> 1,8	0,8 až 1,8	< 1,8
Melitelnost	snadno melitelný	středně melitelný	špatně melitelný

2.2.1 Přepočet index melitelnosti HGI na index k_{VTI}

V některých případech nemůžeme bohužel daný materiál otestovat metodou VTI. V tomto případě můžeme využít znalost indexu melitelnosti HGI. Pro tyto dva indexy jsou experimentálně zjištěny korelační rovnice, které jsou uvedeny níže. [4]

„Černý [4] uvádí pro přepočet $kHGI$ na $kVTI$ následující vztah.

$$k_{VTI} = 0,0034 \cdot HGI^{1,25} + 0,61 \quad (2.3)$$

Obradović [5] ve své práci uvádí přepočet podle rovnice (2.4).

$$k_{VTI} = 0,0121 \cdot HGI + 0,4724 \quad (2.4)$$

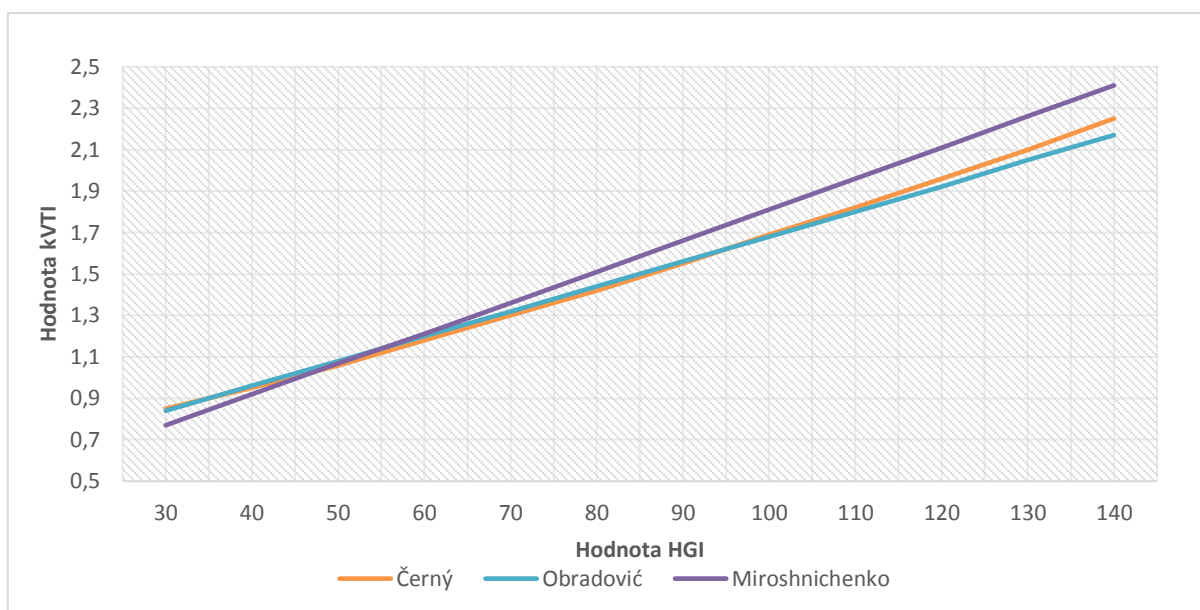
Miroshnichenko [3] pracuje se vztahem (2.5)

$$k_{VTI} = 0,0149 \cdot HGI + 0,32 \quad (2.5)''$$

V následující Tabulce 3 jsou ukázány hodnoty k_{VTI} vypočtené dle jednotlivých vztahů:

Tabulka 3 – Přehled hodnot indexu melitelnosti k_{VTI} [4]

HGI	Rovnice		
	Černý	Obradović	Miroshnichenko
30	0,85	0,84	0,77
40	0,95	0,96	0,92
50	1,06	1,08	1,07
60	1,18	1,2	1,21
70	1,3	1,32	1,36
80	1,42	1,44	1,51
90	1,55	1,56	1,66
100	1,69	1,68	1,81
110	1,82	1,8	1,96
120	1,96	1,92	2,11
130	2,1	2,05	2,26
140	2,25	2,17	2,41



Graf 1 – Závislost K_{VTI} a HGI dle různých korelačních vztahů [4]

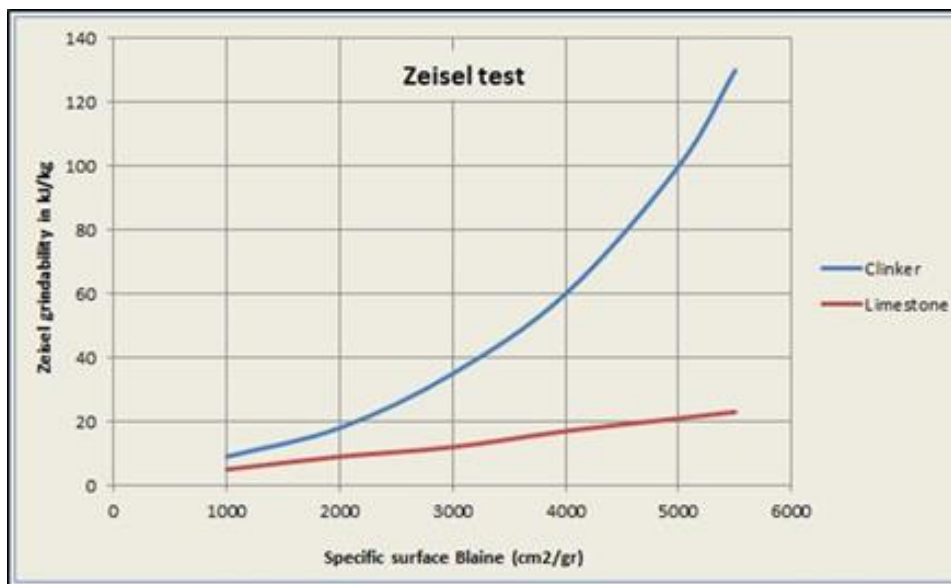
„Součinitel melitelnosti $kHGI$ závisí na mnoha parametrech uhlí, jako jsou vlhkost, obsah popele, obsah prchavé hořlaviny, prvkové složení či stupeň oxidace. Závislost těchto parametrů na $kHGI$ je komplexní. Jakým způsobem jednotlivé veličiny ovlivňují součinitel melitelnosti závisí na typu uhlí a oblasti, ze které dané uhlí pochází [3]. Ve své práci [5] Obradović zmiňuje závěry Novakoviće, který uvádí, že korelační vztahy ve skutečnosti nejsou plošně platné. Podle jeho závěrů lze pro uhlí s koeficientem $kVTI = 1,95$ nalézt uhlí se součinitelem melitelnosti $kHGI$ v rozmezí od 80,6 do 130,6. Naopak uhlí s melitelností $kHGI = 90$ může odpovídat uhlí se součinitelem melitelnosti $kVTI = 1,32–1,9$.“ [4]

2.3 METODA ZEISEL

Tato metoda navazuje na metodu Hardgrove. Byla navržena v roce 1953. Využívá stejného zařízení jako metoda Hardgrove. Počet rotací je u této metody v rozmezí 100 – 200. Vstupní navážka má hmotnost 30 g a vstupní zrnitost 0,8 až 1 mm. Vzorek je umístěn do mlýna. Poté se zjistí měrný povrch namletého vzorku na Blainově přístroji. Následně je vzorek přesítován na síť s velikostí ok 0,125 mm. Podsítný podíl je odebrán a zvážen. Následně je ke vzorku přidán čerstvý materiál o shodné hmotnosti jako je hmotnost odebraného podsítného podílu.

Zkouška se považuje za ukončenou, když je poměr odebraného podsítného podílu a počet rotací mlýna stejný ve 3 následujících krocích.

Výsledkem zkoušky je množství specifické energie s jednotkou kWh·kg⁻¹, která musí dodána pro dosažení specifického měrného povrchu stanovenou pomocí Blaina (Obrázek 7). Výsledná melitelnost je udávána v kJ·kg⁻¹. [5]



Obrázek 7 – Příklad grafu melitelnosti dle Zeisela [5]

2.4 METODA BOND

Metoda byla v roce 1952 navržena Fredem C. Bondem. Pro tuto metodu je využíván specifický kulový mlýn, jehož průměr a délka jsou shodné (305 mm). Mlecí komora má zaoblené hrany a hladké vnitřní obložení, které omezuje usazování vzorků. Mlýn se otáčí rychlostí 70 ot/min.

Hmotnost náplně mlecích těles je 20,125 kg. Složení náplně mlýna je uvedeno v následující tabulce:

Tabulka 4 – Složení náplně kulového mlýna pro metodu Bond [5]

Počet kuliček [ks]	Průměr kuliček [mm] ¹
43	36,83
67	29,72
10	25,40
71	19,05
94	15,94

¹ jednotky jsou odvozeny z Angloamerické měrné soustavy (1 palec = 2,54 cm)

Vzorek je před samotným mletím přesítován přes síto o velikosti oka 3,35 mm. Vstupní vzorek je podsítný podíl. Následně je do mlýna umístěno 700 ml vzorku. Dávkování je tedy objemové. Měření se provádí v několika krocích.

V prvním kroku je vzorek mlet na 100 otáček. Poté je namletý vzorek přesítován na síti o velikosti oka 106 μm . Podsítný podíl je zvážen. K nadsítnému podílu je přidán vstupní materiál, aby bylo dosaženo původního objemu 700 ml.

Ve druhém kroku je nutné stanovit optimální otáčky mlýna. Tento počet stanovíme z poměru nadsítného a podsítného podílu. Tento poměr musím mít hodnotu 2,5.

Tento postup se opakuje, dokud není dosaženo konstantního podílu hmotnosti podsítného podílu na síti 106 μm a počtu otáček mlýna. Většinou se opakuje 6 až 12 cyklů pro dosažení konstantního podílu.

Výsledek zkoušky je poměr podsítného podílu na síti 106 μm a počtu otáček třech po sobě jdoucích cyklů, které jsou konstantní.

$$G_{bp} = \frac{\text{hmotnost podsítného podílu } 106 \mu\text{m v gramech}}{\text{počet otáček mlýnu}} \quad (36)$$

Následně se stanoví pracovní index dle níže uvedeného vztahu:

$$W_i = \frac{44,5 \cdot 1,1}{p_f^{0,23} \cdot G_{bp}^{0,82} \cdot \left(\frac{10}{\sqrt{P_{10}}} - \frac{10}{\sqrt{F_{80}}} \right)} [kWh \cdot t^{-1}] \quad (37)$$

kde

P_f velikost síta pro určení podsítného podílu [μm]

G_{pb} melitelnost mlýna [g/ot]

P_{80} velikost síta pro 80% propad namletého materiálu po posledním cyklu

F_{80} velikost síta pro 80% propad vstupního materiálu [5], [31], [32]

Tabulka 5 – Stupnice melitelnosti dle Bonda [5]

Index	6 - 9	10 - 14	15 - 20	> 20
Melitelnost	dobrá	střední	špatná	velmi špatná

3 FYZIKÁLNĚ-MECHANICKÉ VLASTNOSTI OVLIVŇUJÍCÍ MLETÍ

Mlecí technologie je jednou z energeticky nejnáročnějších operací v jakémkoli odvětví průmyslu. Jelikož jsou dodávky energie pro podnik ekonomicky náročné, je důležité znát fyzikálně-mechanické vlastnosti zpracovávaného materiálu. Nejdůležitější z těchto vlastností jsou tvrdost, štěpnost a dělitelnost, lom, křehkost a soudržnost.

3.1 TVRDOST

Tvrdost je definována jako fyzikálně-mechanická vlastnost, která vyjadřuje odpor materiálu proti vnikání geometricky jasně definovaného tělesa při dané teplotě. Všeobecně můžeme tvrdost vyjádřit jako funkci:

$$H = f(e, P, F, T, t, v) \quad (38)$$

kde

- | | |
|-----------------|--|
| <i>H</i> | tvrdost (hardness) |
| <i>e</i> | elastické vlastnosti materiálu (např. modul pružnosti E) |
| <i>P</i> | plastické vlastnosti materiálu |
| <i>F</i> | velikost síly působící na vnikací těleso |
| <i>T</i> | tvár, rozměry a tvrdost vnikacího tělesa |
| <i>t</i> | vzniklé tření mezi vnikacím tělesem a zkušebním vzorkem |
| <i>v</i> | rychlost vynikání tělesa do zkušebního vzorku |

Elastické vlastnosti a plastické vlastnosti zastupují odolnost zkušebního materiálu proti vnikání cizího tělesa do jeho povrchu.

Dále je tvrdost dána:

- typem krystalové mřížky a poruchami mřížky (vakance¹, vrstevnaté poruchy atd.), typem atomové vazby,

¹ Vakance je porucha krystalové mřížky, která vzniká neobsazením rovnovážné polohy částic v krystalové mřížce

- mikrostrukturou materiálu – velikost a uspořádání zrn, morfologií a výskytem možných příměsí ve struktuře materiálu,
- vnitřním napětím materiálu, které je vyvolané třením, nerovnoměrnými teplotním zatížením, fázovými přeměnami atd. [7]

Při vyhodnocení tvrdosti sledujeme reakci krystalové mřížky na působící tlak (bez vzniku poruch). Obecně lze říci, že vyšší hodnoty tvrdosti materiálu jsou způsobeny zastoupením iontů s vyššími valencemi a vyššími koordinačními čísly. Dále tato struktura vykazuje vysokou hustotu směsnání stavebních částic. Dále se vysokou tvrdostí vyznačují materiály, které disponují převahou kovalentních vazeb ve své struktuře. Tvrdost materiálu je snižována přítomností hydroxylových skupin, molekul vody ve struktuře a mikroporuchami.

Důležitým aspektem pro silikáty, je rozlišování mezi tvrdostí materiálu a strukturní pevností. Základní stavební jednotkou silikátů je SiO_4^{-4} tetraedr. Touto stavební jednotkou disponuje např. mastek nebo topaz. Oba minerály mají odlišnou relativní tvrdost, jelikož zde není tvrdost závislá na Si-O vazbě, ale na vazbách ve struktuře minerálu. [8]

3.1.1 Relativní tvrdost (makrotvrdost)

Při určování relativního stupně tvrdosti se vychází ze srovnání, zda jeden materiál rýpe do druhého nebo zda zkoušený materiál odolává rýpaní např. nožem nebo nehtem. Díky tomuhle srovnávání sestavil rakouský mineralog F. Mohs relativní stupnici tvrdosti v roce 1824. Jako etalony použil vybrané minerály. Stupnice je uvedena v následující Tabulce 6. Pro porovnání je uvedena i absolutní tvrdost stanovená dle Vickerse.

Tabulka 6 – Mohsova stupnice tvrdosti [8]

Minerál	Relativní stupeň tvrdosti	Absolutní tvrdost [25]	Chemický vzorec
Mastek	1	1	$\text{Mg}_3(\text{Si}_2\text{O}_5)_2(\text{OH})_2$
Sádrovec	2	2	$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
Kalcit	3	14	CaCO_3
Fluorit	4	21	CaF_2
Apatit	5	48	$\text{Ca}(\text{PO}_4)_3 (\text{F}, \text{Cl})$
Ortoklas	6	72	KAlSi_3O_8
Křemen	7	100	SiO_2
Topaz	8	200	$\text{Al}_2\text{SiO}_4 (\text{F}, \text{Cl})$
Korund	9	400	Al_2O_3
Diamant	10	1500	C

Při určování relativní tvrdosti materiálu provádí rýpání. Musíme však rýpat do vrstvy materiálu, která není postižena přeměnami a produkty těchto přeměn. Produkty přeměn mají zpravidla nižší tvrdost než nenapadený materiál. Když rýpeme minerálem do minerálu používáme zpravidla ostré hrany, které jsou tvrdší než plochy. Dále můžeme pro rýpání užívat pomůcky:

- nehet = tvrdost nižší než 2,
- měděná mince (drát) = max. tvrdost 3,
- nůž = max. tvrdost 5,
- ocelový drát = max. tvrdost 6,5.

Relativní tvrdost má vektorový charakter. U některých materiálů je důležitý směr, ve kterém se tvrdost zkouší. Nejtypičtějším představitelem je kyanit. Hodnoty tvrdosti u něj dosahují 4,5 až 7. [8]

3.1.2 Absolutní tvrdost (mikrotrvdost)

Absolutní tvrdost můžeme rovněž nazývat mikrotrvdostí. Mikrotrvdost se zjišťuje vtlačováním indentoru¹ o určité velikosti do zkoumaného materiálu. Zde se zjišťuje odpor zkoumaného materiálu proti plastické deformaci, která je způsobena vnikajícím indentorem.

Nejčastěji používaná zkušební metoda je Vickersova metoda. Tvrdost je vyjádřena číslem VHN – Vickers hardness number. [8] Jako další se užívá Knoopova metoda. U obou metod dochází k plastickým deformacím materiálu po vniknutí diamantového tělesa. Těleso je vtlačováno pomocí vnější síly, jejíž velikost je od 0,09807 N do 9,807 N. Jelikož se používají malé velikosti sil, jsou tyto metody vhodné pro zkoumání křehkých materiálů, tenkých kovových vrstev, pro studium difúzních pochodů atd. [9]

Vztah mezi Mohsovou (relativní) tvrdostí a Vickersově (absolutní) tvrdostí má parabolický průběh (Obrázek 8) a je možné vztah definovat pomocí této rovnice [8]:

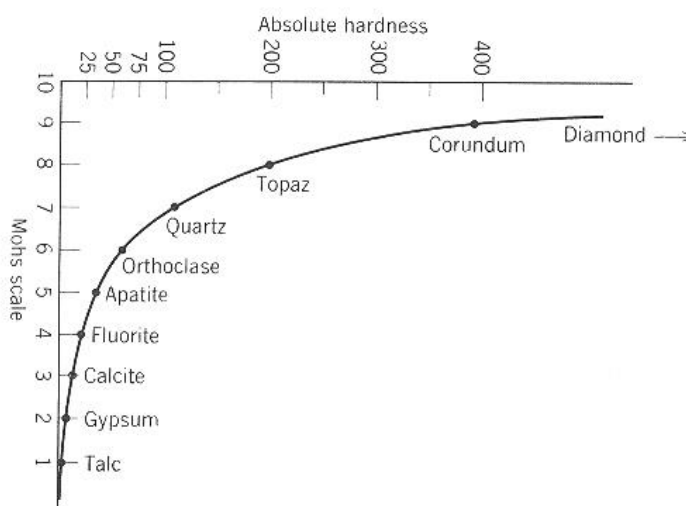
$$H_v = 86,3 - 90,9 \cdot H_m + 34,6 \cdot H_m^2 \quad (39)$$

kde

¹ Indentor je geometricky definované těleso, které vniká do materiálu

H_v Vickersova (absolutní) tvrdost

H_m Mohsova (relativní) tvrdost



Obrázek 8 – Závislost relativní a absolutní tvrdosti [8]

Problémem u zjišťování mikrotvrdosti je, že se snižující se hodnotou aplikované síly klesá i přesnost měření. [9]

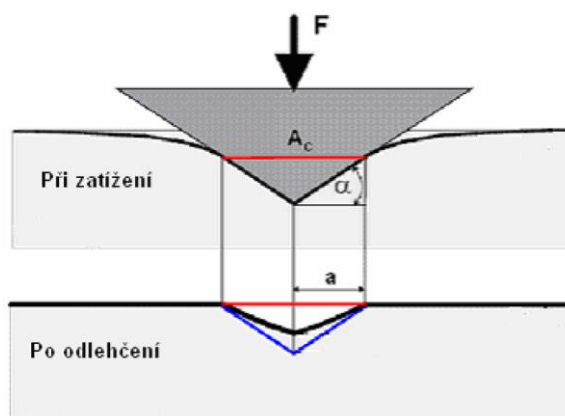
3.1.3 Nanotvrdost

Pro měření nanotvrdosti je nutné další snížení velikosti působící síly až na hodnotu 1 nN. Hloubka vtisku se většinou pohybuje v hodnotách 0,1 nm.

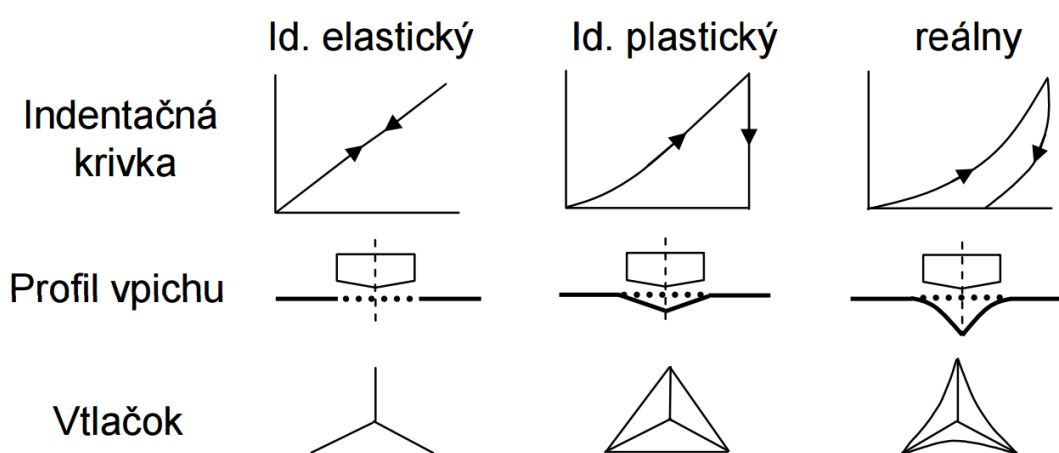
Pro provedení zkoušky se využívá řada vnikacích tělísek, které jsou vyrobeny z různých materiálů. Nejčastěji se užívá diamant díky jeho vysoké tvrdosti, která omezuje vliv deformací indentoru na výsledky měření. Přednostně se využívá tělísko tvaru jehlanu dle Berkoviche, který má shodný poměr hloubky a plochy vtisku jako jehlan Vickersův. Jako další tvar je hojně užívaná kulička. Oproti Berkovichovu jehlanu má výhodu postupného nárůstu zatížení. Nejdříve zatížení narůstá v rozsahu elastických deformací, což umožňuje definování přechodu mezi elastickými a plastickými deformacemi. Díky tomu můžeme vyhodnotit například mez kluzu. Dále se měření nanotvrdosti používá pro zjištění modulu pružnosti v tahu nebo lomové houževnatosti u křehkých materiálů.

Při samotném provádění zkoušky vznikají při vnikání tělíska do materiálu jak elastické, tak plastické deformace. Po následném odlehčení zůstanou na povrchu materiálu jen plastické deformace způsobené vniknutím tělíska (tvar vtisku je dán tvarem tělíska). Tato

skutečnost nám umožňuje rozlišit velikost elastických a plastických deformací. Na následujícím Obrázku 9 je schematicky znázorněna závislost deformace na velikosti síly čili intendenční křivka. [9]



Obrázek 9 – Profil vtisku při měření nanotvrdosti [11]



Obrázek 10 – Přehled intendenčních křivek v závislosti na materiálu [14]

3.1.4 Metody určování tvrdosti

Zkouška tvrdosti dle Vickerse

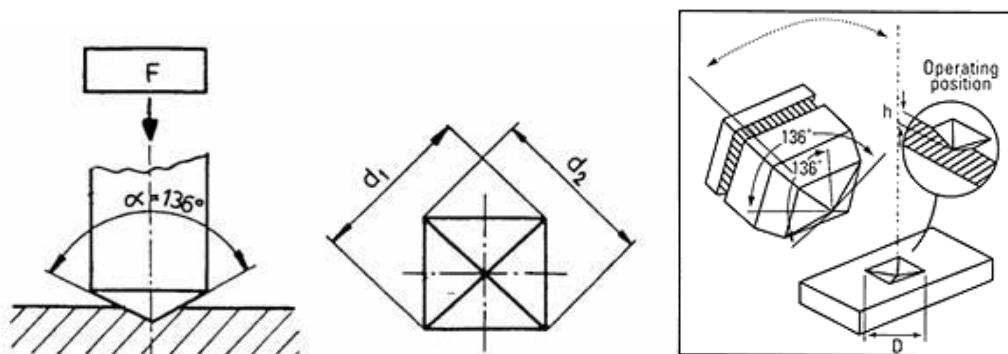
Zkouška se provádí dle příslušných norem, které zahrnují převážně oblast kovových materiálů. Nejužívanější norma je ČSN EN ISO 6507 – 1:2005. Tato norma zahrnuje tři oblasti zkoušení, které jsou uvedeny v následující Tabulce 7. Pro označení tvrdosti je užívána zkratka HV, za kterou je následně uvedeno číslo zatížení v kilogramech. [9]

Tabulka 7 – Stupnice tvrdosti dle Vickerse – oblasti zkoušení [10]

Oblast	Symbol	Nominální hodnota zkušebního zatížení F [N]
Zkouška mkrotvrlosti dle Vickerse	HV 0,01	0,09807
	HV 0,015	0,1471
	HV 0,02	0,1961
	HV 0,025	0,2425
	HV 0,05	0,4903
	HV 0,1	0,9807
Zkouška tvrdosti dle Vickerse při malém zatížení	HV 0,2	1,961
	HV 0,3	2,942
	HV 0,5	4,903
	HV 1	9,807
	HV 2	19,61
	HV 3	29,42
Zkouška tvrdosti dle Vickerse	HV 5	49,03
	HV 10	98,07
	HV 20	196,1
	HV 30	294,2
	HV 50	490,3
	HV 100	980,7
V případě potřeby můžeme využít zatížení vyšší než 980,7 N		

3.1.4.1.1 Podstata zkoušky makrotvrlosti

Zkouška je založena na vnikání diamantového tělíska tvaru pravidelného čtyřbokého jehlanu se čtvercovou základnou. Vrcholový úhel jehlanu je $136 \pm 0,5^\circ$ mezi protilehlými stěnami. Zkušební silou se působí 10 až 15 sekund (zvoleného zatížení je nutné dosáhnout v průběhu 2 až 8 sekund a při nízkém zatížení 2 až 10 sekund). Po odlehčení je následně měřena úhlopříčka vtisku. Po provedení vtisku nesmí protilehlá strana vzorku vykazovat známky deformace. [11]



Obrázek 11 – Vnikací tělísko pro stanovení tvrdosti dle Vickerse [9]

Výsledná tvrdost se zjišťuje z poměru zatěžující síly a plochy povrchu vtisku po následném odlehčení. Zařazení do příslušné třídy je provedeno dle následujícího vzorce:

$$HV = 0,102 \cdot \frac{2 \cdot F \cdot \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 0,1891 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (40)$$

kde

HV tvrdost dle Vickerse

F zatěžovací síla [N]

d aritmetický průměr úhlopříček d_1 a d_2 [mm] [11]

0,102 konstanta získaná vztahem

$$\frac{1}{g_k} = \frac{1}{9,80665} = 0,102 \quad (41)$$

kde

g_k gravitační zrychlení [$\text{m} \cdot \text{s}^{-2}$] [9]

Tato metoda je vhodná pro měření měkkých i tvrdých materiálů. Pro materiály s hrubozrnnou a nehomogenní strukturou je metoda nevhodná. Nespornou výhodou této zkušební metody je malá velikost vtisku. Můžeme jí tedy použít i na hotové nové výrobky. [11]

3.1.4.1.2 Podstata zkoušky mikrotvrdosti

Při zkoušení mikrotvrdosti je velikost zatěžovací síly značně snížena. Díky tomuto faktu je velikost vpichu značně ovlivněna elastickými deformacemi, které při vnikání tělíska vznikají. Vlivem těchto deformací se velikost vpichu zmenší, tzv. ISE¹ efekt (Obrázek 12). Díky tomu můžeme při porovnání měření makrotvrdosti a mikrotvrdosti získat různé hodnoty pro stejný zkušební vzorek. Většinou jsou hodnoty mikrotvrdosti vyšší než hodnoty makrotvrdosti. Pro stanovení výsledné mikrotvrdosti je používán následující vztah:

$$HV = 1,854 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (42)$$

¹ ISE = Indentation Size Effect – jedná o zahrnutí vlivu velikosti vtisku

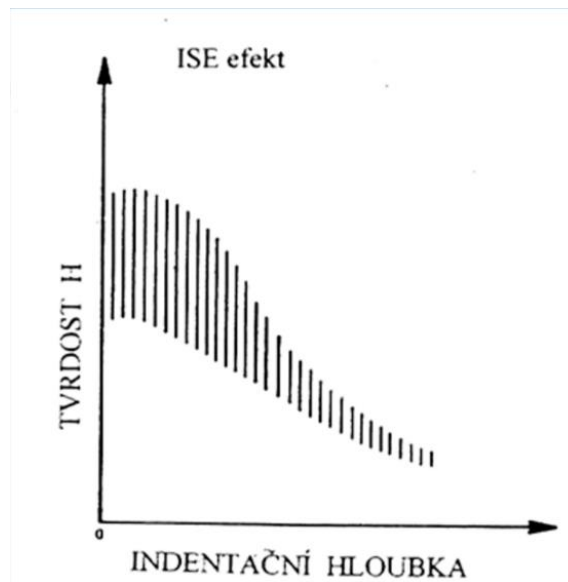
kde

HV tvrdost dle Vickerse

F zatěžovací síla [N]

d aritmetický průměr úhlopříček d_1 a d_2 [mm]

1,854 konstanta



Obrázek 12 – ISE efekt [11]

Měření mikrotvrdomosti vyžaduje nákladnější zařízení, které je přesnější. Pro zkoušení mikrotvrdomosti jsou vhodné menší pravidelné plochy. [11]

Zkouška tvrdosti dle Knoop

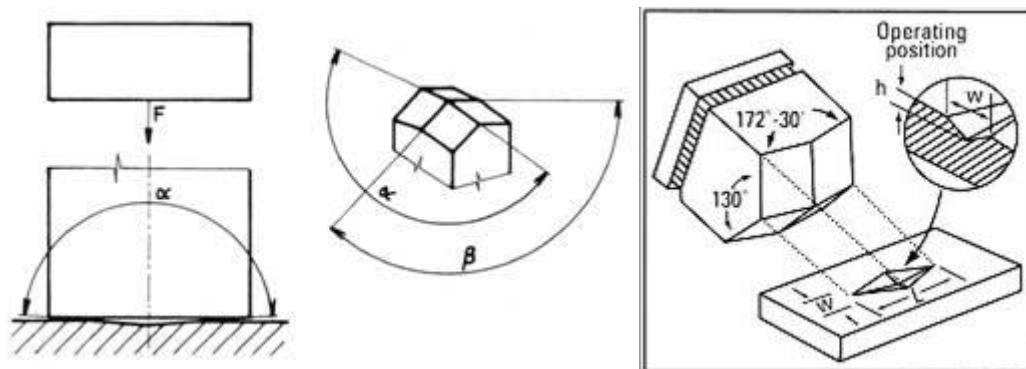
Zkouška se provádí dle příslušných norem. Normy zahrnují kovové materiály, speciální keramiku a anorganické povlaky. Nejužívanější normou je ČSN EN ISO 4545–1:2006. [11] Výsledná tvrdost je značená zkratkou HK. V následující Tabulce 8 jsou uvedeny nominální hodnoty zkušebního zařízení a příslušné symboly.

Tabulka 8 – Stupnice tvrdosti dle Knoop [9]

Symbol	Nominální hodnota zkušebního zatížení F [N]
HK 0,01	0,09807
HK 0,02	0,1961
HK 0,025	0,2452
HK 0,05	0,4903
HK 0,1	0,9807
HK 0,2	1,916
HK 0,3	2,942
HK 0,5	4,903
HK 1	9,807

3.1.4.1.3 Podstata zkoušky mikrotvrdosti

Diamantové vnikací tělísko ve tvaru jehlanu s kosočtverečnou základnou s normou předepsanými úhly protilehlých stran (Obrázek 13) je vtlačeno do zkoušeného materiálu. Následně je po odlehčení změřena delší úhlopříčka, které vlivem zatěžování vznikla. Vzorek je zatěžován po dobu 10 až 15 sekund, kdy doba pro dosažení potřebné zatěžovací síly je 2 až 8 sekund. [9]



Obrázek 13 – Vnikací tělísko pro stanovení tvrdosti dle Knoop [9]

Výsledná tvrdost je stanovena dle následujícího vztahu:

$$HK = 0,102 \cdot \frac{F}{d^2 \cdot c} = 0,102 \cdot \frac{F}{0,07028 \cdot d^2} = 1,451 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (43)$$

kde

HK tvrdost dle Knoop

F zatěžovací síla [N]

d délka delší úhlopříčky [mm]

0,102 konstanta

0,07028 konstanta vnikacího tělíska získaná vztahem:

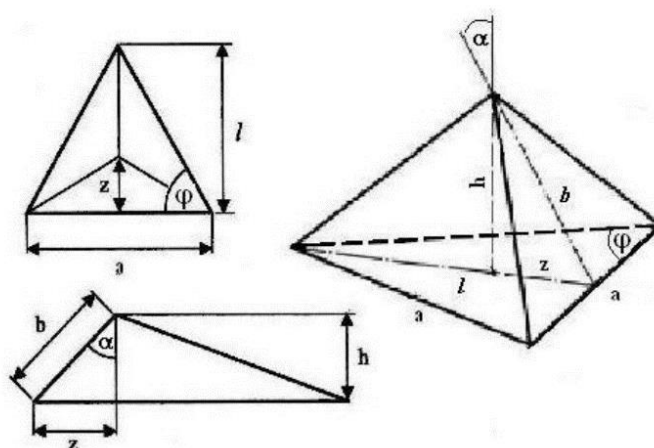
$$c = \frac{\tan(\frac{\beta}{2})}{2 \cdot \tan(\frac{\alpha}{2})} = 0,07028 \quad (44)$$

kde

α, β úhly protilehlých stran jehlanu [°]

Zkouška tvrdosti dle Berkoviche

Zkouška provádí dle normy ČSN EN ISO 14577 – 1:2015. Podstata a průběh zkoušky je shodný s Vickersovou metodou, kromě vnikacího tělesa. Berkovichův jehlan je nepravidelný a trojboký. Jako ostatní vnikací tělíska je vyroben z diamantu. Jehlan má úhel mezi výškou l a bočními stěnami $65,27^\circ$ (Obrázek 14).



Obrázek 14 – Vnikací tělíska pro stanovení tvrdosti dle Berkoviche [11]

Výsledná tvrdost se stanoví ze vztahu:

$$H_{Ch} = 1570 \cdot \frac{W}{l^2} \quad (45)$$

kde

H_{Ch} tvrdost dle Berkoviche

W zatěžovací síla [N]

l výška trojúhelníku změřená na vtisku [mm]

Berkovichova metoda se využívá pro zkoušení velmi malých vzorků. [11]

Zkouška tvrdosti dle Brinella

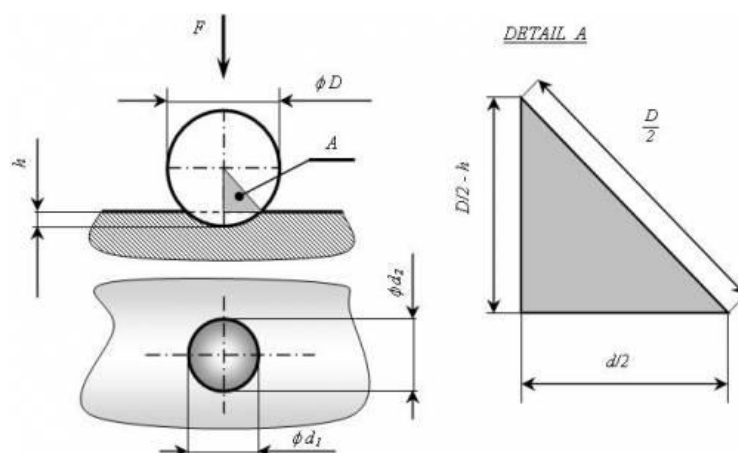
Zkouška je prováděna dle ČSN EN ISO 6507 – 1:2014. Značení tvrdosti je uvedeno v následující Tabulce 9.

Tabulka 9 – Stupnice tvrdosti dle Brinella [12]

Symbol	Průměr kuličky D [mm]	Poměr zatížení k průměru kuličky $0,102 \cdot F/D^2$	Nominální hodnota zkušebního zatížení F [N]
HBW 10/3 000	10	30	29 420
HBW 10/1 500	10	15	14 710
HBW 10/1 000	10	10	9 807
HBW 10/ 500	10	5	4 903
HBW 10/250	10	2,5	2 452
HBW 10/100	10	1	980,7
HBW 5/750	5	30	7 355
HBW 5/250	5	10	2 452
HBW 5/125	5	5	1 226
HBW 5/62,5	5	2,5	612,9
HBW 5/25	5	1	245,2
HBW 2,5/187,5	2,5	30	1 839
HBW 2,5/62,5	2,5	10	612,5
HBW 2,5/31,25	2,5	5	306,5
HBW 2,5/15,625	2,5	2,5	153,2
HBW 2,5/6,25	2,5	1	61,29
HBW 1/30	1	30	294,2
HBW 1/10	1	10	98,07
HBW 1/5	1	5	49,03
HBW 1/2,5	1	2,5	24,52
HBW 1/1	1	1	9,807

3.1.4.1.4 Podstata zkoušky

Zkouška je založena na vnikání leštěné kuličky (Obrázek 15) ze slinutých karbidů do zkoumaného materiálu. Při použití této kuličky je pevnost označena HBW (dříve označení HBS – kulička z kalené oceli). Průměr tělíska je dán tloušťkou materiálu. Materiál by měl mít minimálně 10x větší tloušťku než je průměr kuličky. Doba zatěžování je 10 až 15 sekund. Potřebného zatížení je dosaženo během 2 až 8 sekund. [11]



Obrázek 15 – Vnikací tělísko pro stanovení tvrdosti dle Brinella [11]

Po odlehčení je změřen průměr vtisku. Výsledná tvrdost materiálu je následně vyhodnocena pomocí vzorce:

$$HBW = 0,102 \cdot \frac{2 \cdot F}{\pi \cdot D \cdot (D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (46)$$

kde

HBW tvrdost dle Brinella

F zatěžovací síla [N]

d aritmetický průměr vtisku kuličky d_1 a d_2 [mm]

D průměr vtlačované kuličky [mm]

0,102 konstanta [11]

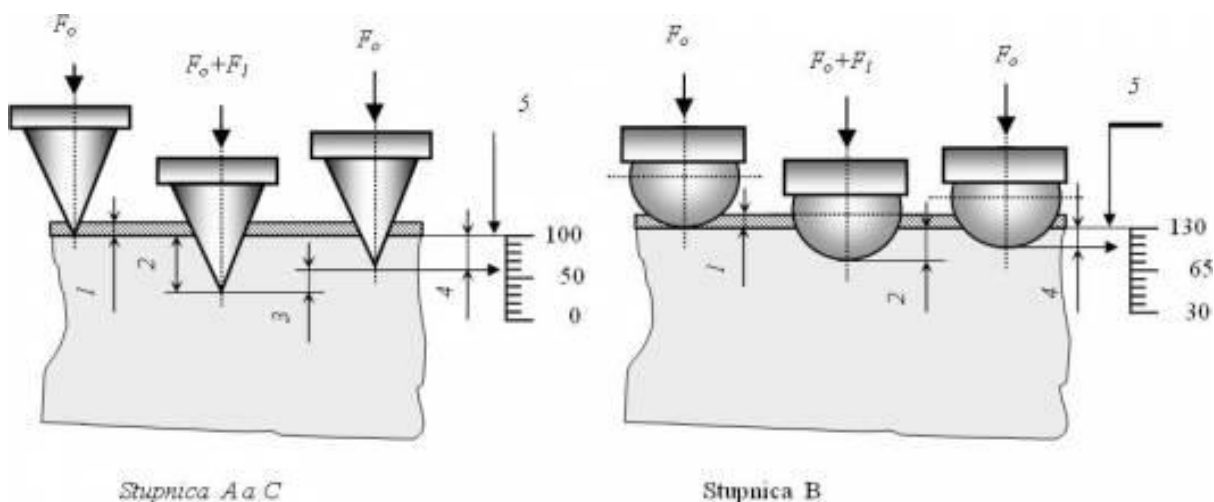
Zkouška tvrdosti dle Rockwella

Zkouška tvrdosti je prováděna dle příslušných norem. Nejpoužívanější normou je ČSN EN ISO 6508 – 1:2015. Tato metoda je shodná jako předchozí metody. Značení tvrdosti dle Rockwella je uvedeno v následující Tabulce 10.

Tabulka 10 – Stupnice tvrdosti dle Rockwella [15]

Stupnice tvrdosti	Symbol tvrdosti	Indentor (průměr [mm])	F_0 [N]	F_1 [N]	F [N]	Rozsah použití
A	HRA	Diamantový kužel	98,07	490,3	588,4	20 – 80 HRA
B	HRB	Kulička (1,5875)	98,07	882,6	980,7	20 – 100 HRB
C	HRC	Diamantový kužel	98,07	1373	1471	20 – 70 HRC
D	HRD	Diamantový kužel	98,07	882,6	980,7	40 – 77 HRD
E	HRE	Kulička (3,175)	98,07	882,6	980,7	70 – 100 HRE
F	HRF	Kulička (1,5875)	98,07	490,3	588,4	60 – 100 HRF
G	HRG	Kulička (1,5875)	98,07	1373	1471	30 – 94 HRG
H	HRH	Kulička (3,175)	98,07	490,3	588,4	80 – 100 HRH
K	HRK	Kulička (3,175)	98,07	1373	1471	40 – 100 HRK
15 N	HR15N	Diamantový kužel	29,42	117,7	174,1	70 – 94 HR15N
30 N	HR30N	Diamantový kužel	29,42	264,8	294,2	42 – 86 HR30N
45 N	HR45N	Diamantový kužel	29,42	441,3	441,3	20 – 77 HR45N
15 T	HR15T	Kulička (1,5875)	29,42	117,7	147,1	67 – 93 HR15T
30 T	HR30T	Kulička (1,5875)	29,42	264,8	294,2	29 – 82 HR30T
45 T	HR45T	Kulička (1,5875)	29,42	441,3	411,3	1 – 72 HR45T

Tvrдость je vyhodnocována z hloubky vtisku ve zkoušeném materiálu. Jako indentor se používá diamantový kužel s vrcholovým úhlem 120° nebo kulička (ocel nebo tvrdokov) s průměrem 1,5875 mm a 3,175 mm (Obrázek 16). Metoda využívá předběžného zatížení F_0 . Tímto zatížením je na zkoušený materiál působeno po dobu maximálně 3 sekund (vytvoření vtisku o hloubce 1). Následně je zatížení zvýšeno o tzv. přídavné zatížení F_1 (zvýšení hloubky vtisku o hloubku 2). Následuje zvýšení zatížení na celkovou hodnotu zkušebního zatížení F . Náběh z F_0 na F je v rozmezí 1 až 8 sekund. Následuje výdrž 4 ± 2 sekundy na hodnotě celkového zatížení. Poté zatížení poklesne z hodnoty F na hodnotu F_0 . Hloubka se sníží o hloubku 3. Tvrдость je vyhodnocena z hloubky vtisku po odlehčení materiálu.



Obrázek 16 – Vnikací tělíska pro stanovení tvrdosti dle Rockwella [11]

Tvrдост je následně vyhodnocena z následujících vztahů:

$$HRA, HRC, HRD = 0,100 - \frac{h}{0,002} \quad (47)$$

$$HRB, HRE, HRF, HRG, HRH, HRK = 0,130 - \frac{h}{0,002} \quad (48)$$

$$HRN, HRT = 0,100 - \frac{h}{0,001} \quad (49)$$

kde

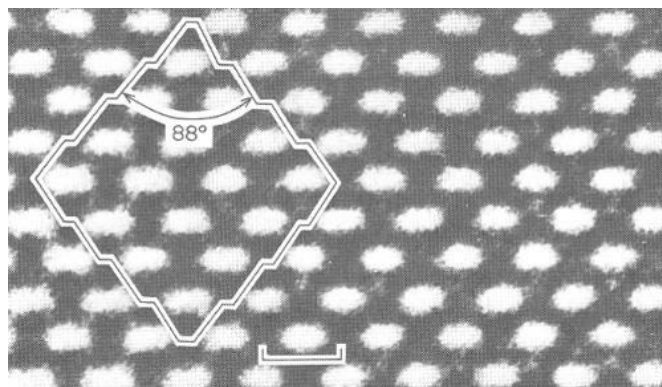
HRx tvrdost dle Rockwella

h hloubka vtisku po odlehčení na **F₀** [mm]

Metoda má široké využití pro zkoušení kovových i nekovových materiálů. Oproti ostatním metodám je rychlá a udává přímou hodnotu tvrdosti. [11]

3.2 ŠTĚPNOST A DĚLITELNOST

Štěpnost je fyzikálně-mechanická vlastnost, kdy se materiál láme podél roviny atomů. Tato rovina je charakterizována Millerovými indexy. Směr štěpnosti je závislý na poloze nejslabších vazeb ve struktuře. Tyto vazby charakterizuje dlouhá vazebná délka. Díky tomuto jevu je možný vznik systému štěpení, který vede kolmo na toto oslabení (Obrázek 17). Minerály s výrazně smíšenými (heterodesmickými) strukturami se vyznačují štěpností, která je souběžná se strukturálními rovinami. Roviny jsou hustě osázeny atomy a jsou mezi sebou vázány slabými Van der Waalsovými silami nebo vodíkovou vazbou. Jako příklad uvedu grafit nebo slídu, jejich struktury jsou vrstevnaté. Štěpnost nacházíme i u homodesmických struktur, u kterých jsou pevnosti vazeb takřka stejné ve všech směrech. Příkladem je diamant, jehož štěpnost (111) je podmíněna směrovým charakterem kovalentní vazby. Dále je v uvedené směru mezi sousedními vrstvami poloviční počet vazeb.



Obrázek 17 – Příklad štěpných ploch [8]

Pro definici štěpnosti je důležitá její kvalita a krystalografický směr. Směr můžeme udávat buď Millerovými indexy nebo jejím slovním popisem (kubická, oktaedrická atd.). Kvalitu štěpnosti popisujeme subjektivně. Posuzujeme délku, zřetelnost a množství štěpných trhlin na povrchu minerálu. Nejčastěji se vyjadřuje následujícími termíny:

- velmi dokonalá,
- dokonalá,
- dobrá,
- nedokonalá,
- velmi nedokonalá,
- chybějící.

V případě, že se minerál láme podél jiných strukturních oslabení jedná se o dělitelnost. Tato oslabení vznikají jako důsledek tlaku, dvojčatění¹ nebo jako důsledek procesů exsoluce². Dělitelnost se velmi podobá štěpnosti a nesnadno se od sebe odlišují. [8], [30]

3.3 LOM

Lom nastává převážně u homodesmických struktur. Působí-li na takovéto krystaly dostatečně velká síla, vzniknou lomné plochy (překročení meze plastické deformace), které nesledují žádný krystalografický směr. Lomnou plochu hodnotíme dle vzhledu následovně:

¹ Dvojčatění je jev, kdy dojde ke symetrickému srůstu dvou nebo více krystalů stejné látky.

² Exsoluce je proces rozpadu původně homogenního pevného roztoku na dvě nebo více rozdílné krystalické fáze. Nedochozí k úbytku ani k přidání hmoty v systému.

- lom lasturnatý,
- lom vláknitý nebo třískový,
- lom hákovitý,
- lom nerovný nebo nepravidelný. [8]

3.4 SOUDRŽNOST

Jedná se o fyzikálně-mechanickou vlastnost, která určuje odolnost materiálu vůči lámání, trhání, ohýbání a drcení. Křehký minerál se snadno poruší. Pro tyto minerály je charakteristická iontová vazba. Pro materiály s kovovou vazbou je typická kujnost, řezatelnost a tažnost. Pro materiály s hydroxylovými skupinami ve strukturních vrstvách je charakteristická ohebnost. Po odeznění působících sil zůstane u těchto materiálů deformace trvalá. U pružného materiálu dojde k návratu do původní pozice. Tyto materiály jsou charakteristické např. iontovými vazbami mezi K^+ iontem a Si-Al tetraedrickými vrstvami. [8]

3.5 KŘEHKOST

Křehkost je již méně zmiňovaná vlastnost, která se řeší převážně v oblasti konstrukční keramiky. Tato vlastnost se projevuje vznikem křehkého porušení, statickou únavou a degradací ostatních vlastností při mechanickém (statické i dynamické) a teplotním namáhání. [17]

Příčiny křehkosti jsou dvojího typu:

- příčiny principiální – typ vazby, šíření plastické deformace,
- příčiny vedlejší – pórovitost, trhliny a praskliny, skelné fáze ve struktuře. [18]

3.5.1 Principiální příčiny

Principiální příčiny vycházejí z typu vazby (fyzikální příčina) a z typu krystalové mřížky (geometrická příčina). Křehkost je způsobena iontovou a kovalentní vazbou. Iontová vazba má zhoršené vazby některých iontů stejného znaménka. Kovalentní vazba je směrová a krátkého dosahu, což vede ke změnám struktury a porušení vazeb. Díky těmto vazbám je snížena dokonalost návaznosti mřížek podél hranice zrn. Tato skutečnost má za důsledek snížení kohezní pevnosti na hranici jednotlivých zrn.

Dalším faktorem je charakter šíření plastické deformace. Materiály, které se křehce porušují, jelikož nejsou schopny plastické deformace. Před čelem trhlin se netvoří tzv. plastická zóna a trhlina se vlivem absence plastické zóny šíří štěpením po hranicích jednotlivých zrn, případně jejich objemem. Dalším důvodem je nízká pohyblivost dislokací, která je způsobena vysokou hodnotou Peierlsova-Nabarrova¹ napětí. Dále křehké materiály nesplňují podmínky homogenní plastické deformace, které jsou charakterizovány tzv. von Misesovými² kritérii. Důsledkem je snížená manévrovatelnost vznikajících porušení.

3.5.2 Vedlejší příčiny

Největší vliv na křehkost materiálu mají pórovitost, přítomnost trhlin a prasklin, přítomnost skelné fáze a nehomogenita struktury i vlastností. Tyto příčiny jsou hlavními zdroji porušení již při působení malých napětí. Vliv přítomnosti skelné fáze se obvykle projevuje při zvýšených teplotách, kdy dochází k měknutí skelné fáze. Díky měknutí snadno dochází k pokluzu na hranicích zrn. [17], [18], [33]

¹ Peierlsovo-Nabarrova napětí – napětí, kterého je potřeba pro pohyb dislokace v krystalu bez vzniku dalších poruch.

² Kritériá, která definují v oblasti mechaniky materiálů model s izotropním zpevňováním.

4 MINERÁLY

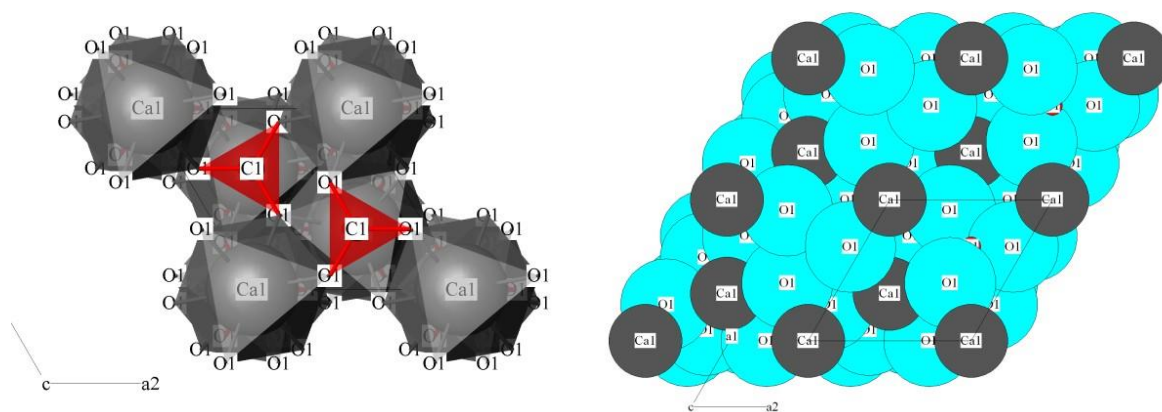
Pro zpracování praktické části diplomové práce byly použity čtyři minerály z Mohsovi stupnice tvrdosti. Tyto nerosty jsou vápenec, živec, křemen a korund, které jsou podrobněji popsány v následujících kapitolách.

4.1 VÁPENEC

Jedná se o sedimentovanou horninu, jejímž hlavním prvkem je uhličitán vápenatý (CaCO_3). Uhličitán vápenatý se vyznačuje klencovou krystalovou strukturou a je znám pod názvem kalcit. Dále může nabývat kosočtverečné modifikace krystalové struktury, která je známá pod jménem aragonit. [19]

4.1.1 Kalcit

Symetrie kalcitu je trigonální. Ve struktuře jsou obsaženy koordinační skupiny CO_3 a ionty Ca v koordinaci znázorněné na Obrázku 18. Červenou barvou je vyznačeny koordinační trojúhelníky CO_3 a šedou barvou atomy Ca v oktaedrické koordinaci s kyslíky. Jeho mřížkové parametry jsou: $a = 4,989$, $c = 17,062$, $Z = 6$. U minerálu je popsáno více než 500 krystalových tvarů a cca 1500 různých spojek těchto tvarů. [20]

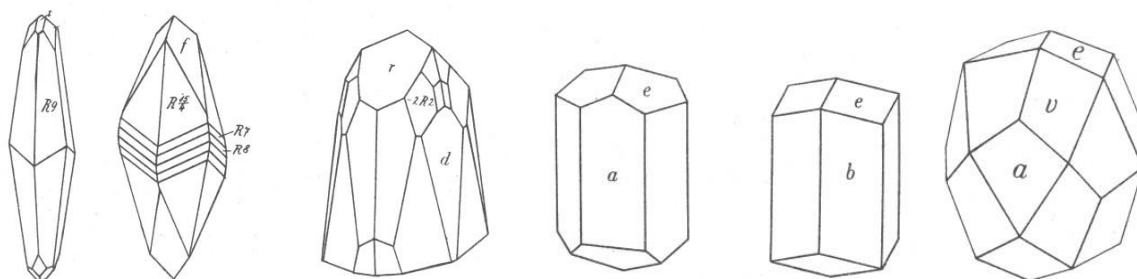


Obrázek 18 – Schematické znázornění polyedrů vápníku (šedé) a uhlíku (červené) [20]

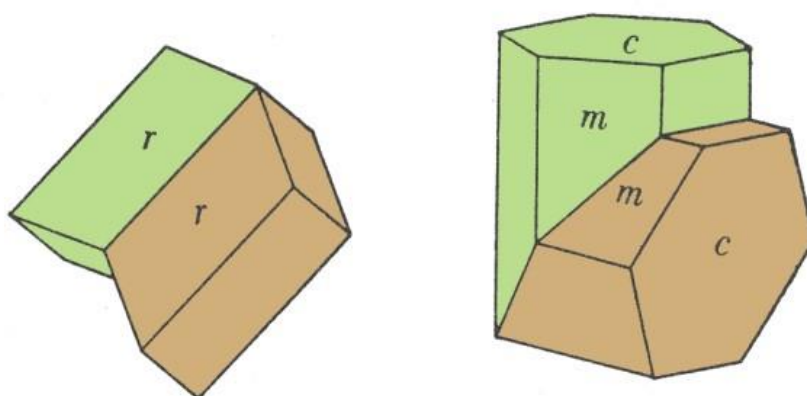
Krystaly kalcitu mohou být sloupcovité, klencového typu nebo skalenoedrického typu (Obrázek 19). U kalcitu je běžné dvojčatění (Obrázek 20):

- podle báze (0001),

- podle základního klence {10-11}, záporného nižšího klence {01-12}, záporného klence {02-21}.



Obrázek 19 – Příklady tvarů krystalů kalcitu (první trojice – sklenoedrický, druhá trojice – sloupcový) [20]



Obrázek 20 – Příklad dvojčatění kalcitu – dvojčatění dle záporného nižšího klence {01-12} [20]

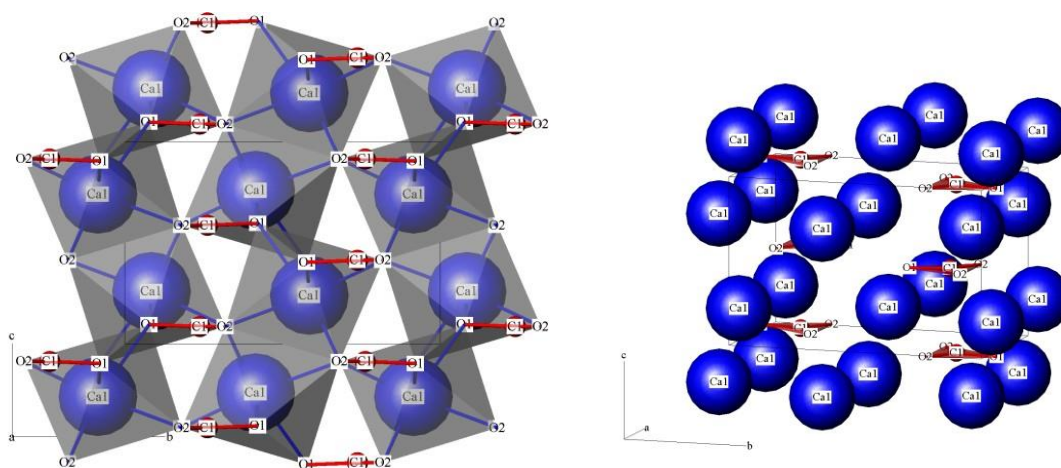
Kalcit je tvořen automorfními a nepravidelnými zrny. Je obvykle čirý a bezbarvý nebo do sebe může uzavírat různé pigmenty, například železitý nebo grafitový. Jeho štěpnost je dokonalá dle základního klence {10-11} (Obrázek 21). V zrnech svírá úhel 125° . [21] Tvrdost kalcitu dle Mohsovy stupnice je $T = 3$. [20]



Obrázek 21 – Ukázka dokonalé štěpnosti kalcitu [20]

4.1.2 Aragonit

Aragonit je modifikací CaCO_3 . Krystalová struktura obsahuje CO_3 v trojúhelníkové koordinaci a Ca v devítičetné koordinaci s kyslíkem. Mřížkové parametry jsou: $a = 4,989$, $b = 7,968$, $c = 5,741$, $Z = 4$.



Obrázek 22 – Schematické znázornění struktury aragonitu [20]

Krystaly jsou sloupcovité a často dvojčatí. Agregáty aragonitu jsou stébelnaté, paprscité, vláknité nebo vrstevnaté. Tvrdost aragonitu dle Mohsovy stupnice je $T = 3,5 - 4$. Kalcit má širokou paletu barev, skelný lesk a štěpnost zřetelnou dle (010). [20]

4.2 ŽIVCE

Živce jsou jednou z nejdůležitějších skupin horninotvorných minerálů. Jedná se o živce draselné (KAlSi_3O_8), vápenaté ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$) a sodné ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$). Jsou jednoklonné nebo trojklonné. Mají většinou bílou, růžovou nebo zelenou barvu. [22]

Živce můžeme rozdělit do tří základních skupin na:

- alkalické živce – poměr $\text{Al} : \text{Si} = 1 : 3$ (ortoklas, sanidin, mikroklin, albit),
- plagioklas – $\text{Al} : \text{Si} = 1 : 1$ až 3 (sodno-vápenaté živce),
- barnaté živce – velmi podobné plagioklasům.

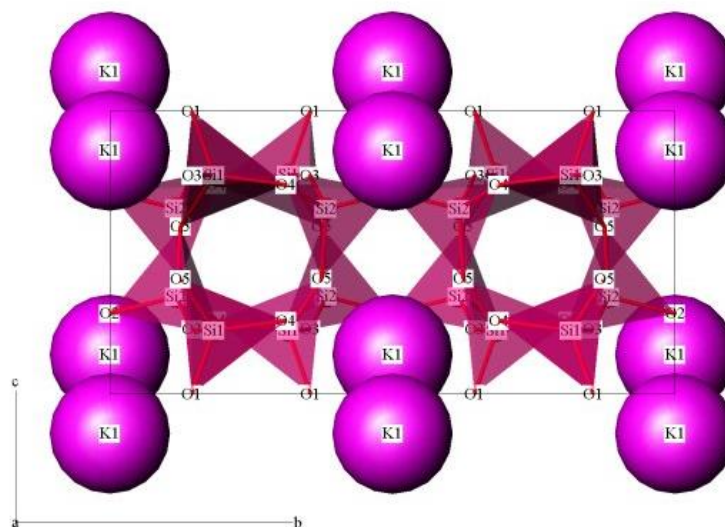
Krystalická struktura živců je založena na síti tetraedrů SiO_4 , které mohou být nahrazovány AlO_4 tetraedry, čímž je uvolněn vstup pro další prvky (Na, K, Ca atd.). Významným kritériem pro hodnocení strukturního stavu živců je uspořádanost Al iontů ve struktuře. Mezi obecné tvary krystalů živců můžeme zahrnout tabulkový tvar. [23]

4.2.1 Sanidin

Sanidin se řadí do skupiny alkalických živců. Symetrie je monoklinická. Vykazuje vysoký stupeň neuspořádanosti Al atomů. Mřížkové parametry sanidinu jsou: $a = 8,562$, $b = 12,996$, $c = 7,193$, $Z = 4$. Krystalky jsou tabulkovitého tvaru. Běžné je dvojčatění krystalů. Tvrdost dle Mohsovy stupnice je $T = 6$. Sanidin má skelný lesk. Štěpnost minerálu je dokonalá podle (001) a dobrá podle (010). [23]

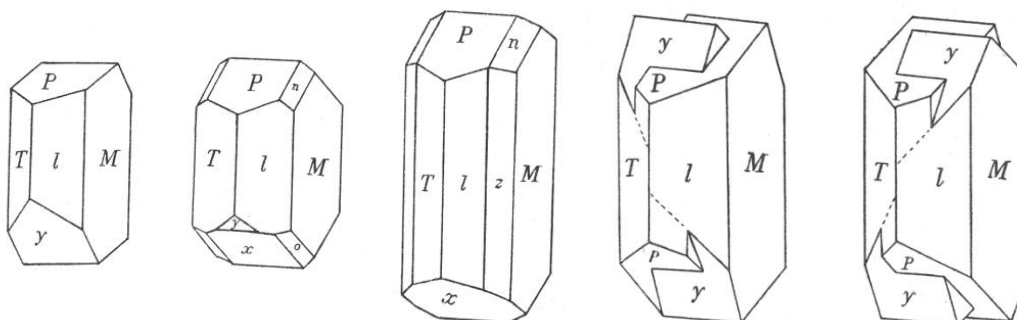
4.2.2 Ortoklas

Stejně jako sanidin se ortoklas řadí mezi alkalické živce. Symetrie je monoklinická. Uspořádání Al atomů vykazuje různý stupeň. Ortoklas tvoří přechod mezi sanidinem a mikroklinem. Mřížkové parametry jsou: $a = 8,625$, $b = 12,996$, $c = 7,193$, $Z = 4$.



Obrázek 23 – Schematická struktura ortoklasu – červeně – SiO_4 , fialově – K kationty [23]

Tvar krystalů je sloupcový nebo tabulkovitý. Krystaly často dvojčatí (Obrázek 24). Agregáty ortoklasu jsou zrnité a štěpné.



Obrázek 24 – Příklady tvaru krystalů a dvojčatění [23]

Tvrдост dle Mohsovy stupnice je $T = 6$. Ortoklas vykazuje skelný lesk. Štěpnost je dokonalá podle (001) a dobrá podle (010). [23]

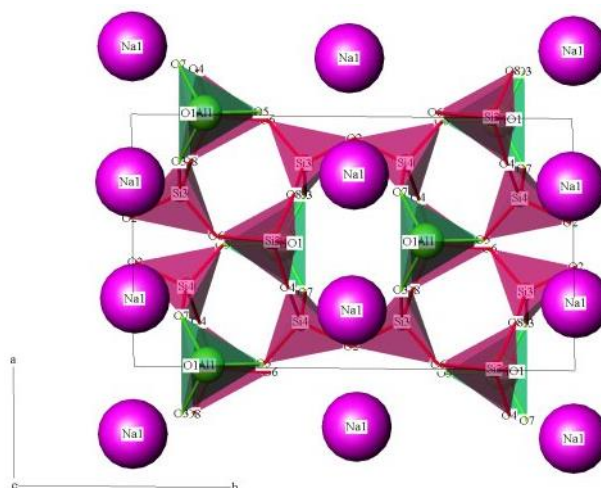
4.2.3 Mikroclin

Stejně jako předchozí dva zástupci živců se mikroclin řadí do skupiny alkalických živců. Symetrie je odlišná od sanidinu a ortoklasu. Mikroclin je charakteristický triklinickou symetrií. Má vysokou uspořádanost Al atomů, které zauímají speciální pozice v tetraedrické struktuře. Mřížkové parametry minerálu jsou: $a = 8,577$, $b = 12,967$, $c = 7,223$, $Z = 4$. Krystaly a dvojčatění jsou podobného tvaru jako u ortoklasu. Agregáty mikroclinu jsou zrnité a štěpné.

Tvrдост dle Mohsovy stupnice je $T = 6$. Vykazuje skelný lesk a štěpnost shodnou s výše uvedenými živci. [23]

4.2.4 Řada plagioklasu

Jedná se o sodno-vápenaté živce. V praxi se vžil dělení na členy: albit, oligoklas, andezín, labradorit, bytownit a anortit. Symetrie těchto živců je triklinická. Mřížkové parametry albitu jsou: $a = 8,144$, $b = 12,877$, $c = 7,16$, $Z = 4$. Mřížkové parametry anortitu jsou: $a = 8,177$, $b = 12,877$, $c = 12,877$.



Obrázek 25 – Schematické znázornění struktury albitu – červeně – SiO_4 , zeleně – AlO_4 , fialově – Na kationty [23]

Krystaly albitu a anortitu mají tabulkovitý nebo sloupcovitý tvar. Krystaly běžně dvojčatí v obou případech. Agregáty plagioklasů tvoří zrnité a štěpné struktury. V některých případech tvoří lištovitá zarostlá zrna.

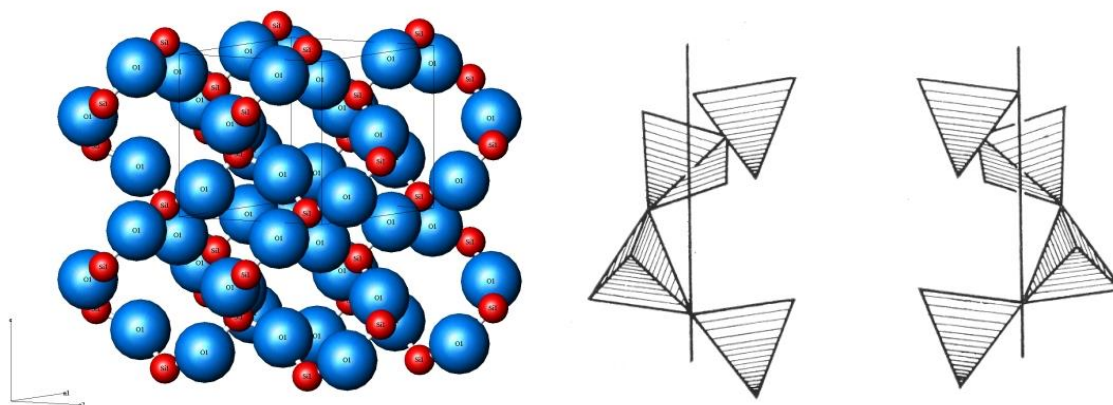
Tvrdost albitu dle Mohsovy stupnice je $T = 7$ a anortitu je $T = 6$. Lesk a štěpnost jsou stejné jako v ostatních případech. [23]

4.3 KŘEMEN

Základ struktury křemene tvoří SiO_4 tetraedry, které jsou navzájem spojeny přes anionty kyslíku do prostorové struktury. Minerál se vyskytuje v několika modifikacích, které jsou závislé na teplotě a tlaku při jejich krystalizaci. Jedná se o α -křemen a β -křemen.

4.3.1 α -křemen

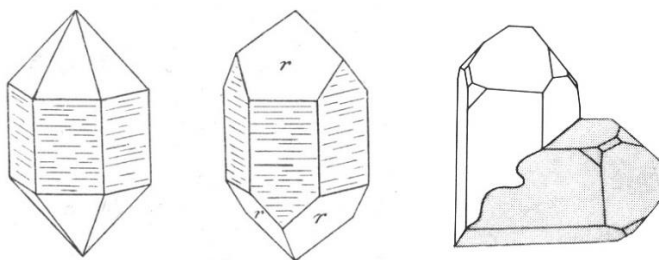
Symetrie minerálu je trigonální. Struktura může mít pravotočivou nebo levotočivou formu. SiO_4 tetraedry jsou spojeny svými vrcholy do tvaru šroubovice, které mohou být pravotočivé nebo levotočivé (Obrázek 26). Mřížkové parametry α -křemene jsou: $a = 4,9133$, $c = 5,4053$, $Z = 3$.



Obrázek 26 – Schematické znázornění struktury α -křemene (vlevo) a šroubovic (vpravo) [24]

Na Obrázku 26 jsou červeně vyznačeny SiO_4 tetraedry a modře je vyznačeno spojení vrcholů přes anionty kyslíku. Uspořádání je pravotočivé.

Krystaly α -křemene jsou většinou sloupcovitého tvaru. Mohou být krátké i dlouhé. Krystaly často dvojčatí (Obrázek 27).



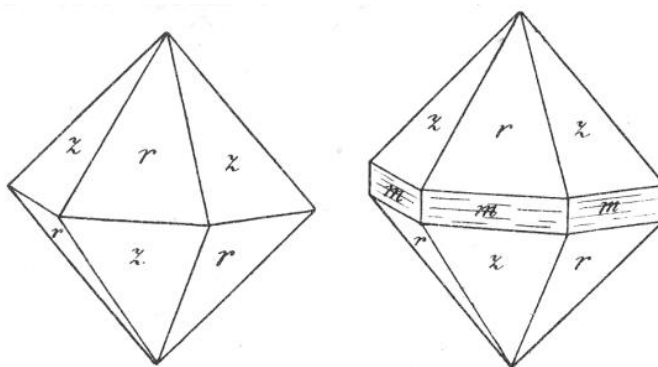
Obrázek 27 – Příklad tvaru krystalů (vlevo) a dvojčatění (vpravo) [24]

Tvrdost α -křemene dle Mohsovy stupnice je $T = 7$. Minerál je neštěpný. Jeho lom je lasturnatý nebo nerovný.

4.3.2 β -křemen

Vzniká fázovým přechodem při teplotě $573\text{ }^{\circ}\text{C}$. Symetrie je hexagonální a může být pravotočivá nebo levotočivá. Mřížkové parametry β -křemenu jsou: $a = 5,002$, $c = 5,454$, $Z = 3$.

Tvar zrn je hexagonální pyramida (Obrázek 28).

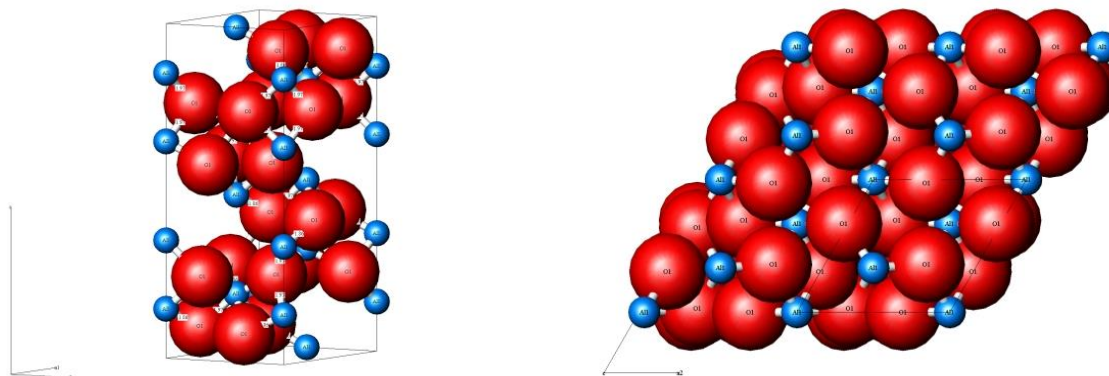


Obrázek 28 – Příklad tvaru krystalů β -křemene [24]

Tvrdost, lom a štěpnost je shodná s α -křemenem. [24]

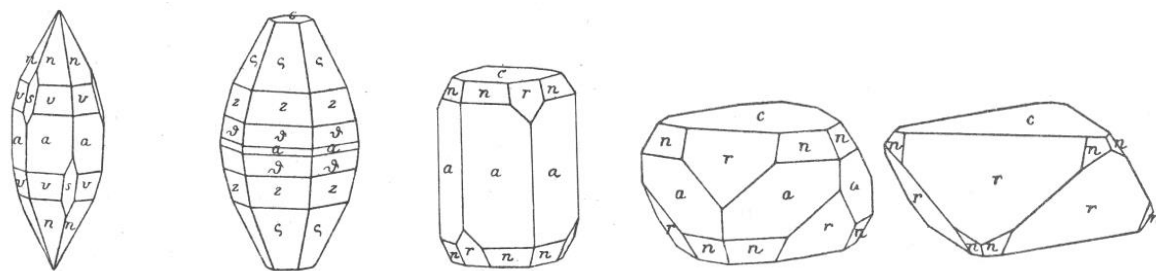
4.4 KORUND

Jedná se zpravidla o čistý minerál, který odpovídá teoretickému vzorci Al_2O_3 . Je to vzácný minerál a jeho drahokamové odrůdy jsou ceněny v klenotnictví. Základ struktury tvoří Al oktaedr. Symetrie je trigonální. Mřížkové parametry korundu jsou: $a = 4,751$, $c = 12,97$, $Z = 6$.



Obrázek 29 – Schematické znázornění struktury korundu – červeně – atomy kyslíku, modře – atomy hliníku [24]

Krystaly korundu jsou sloupcovitého nebo soudečkovitého tvaru. Dále mohou nabývat i klencového tvaru (Obrázek 30).



Obrázek 30 – Příklady tvaru zrn korundu – sloupcové – vlevo, klencové – vpravo [24]

Tvrdost korundu dle Mohsovy stupnice je $T = 9$. Vyznačuje se skelným leskem. Je dělitelný a nemá štěpnost. V dnešní době je značně rozšířena jeho syntetická výroba např. v podobě monokrystalů. [24]

4.5 PORTLANDSKÝ SLÍNEK

O vlastnostech slínku rozhoduje celá řada faktorů. Jedním z nich je jeho chemické složení. Portlandský slínek je tvořen čtyřmi základními minerály. Jedná se o alit, belit, trikalciumaluminát a brownmillerit. Poměr zastoupení jednotlivých minerálů je uveden v Tabulce 11.

Tabulka 11 – Fázové složení portlandského slínku [27]

Složka	Obsah průměr [%]
Alit	63
Belit	20
Trikalciumaluminát	8
Brownmillerit	7
Volný CaO	1
Volný MgO	1,5

Alit se vyskytuje v polymorfních modifikacích, které vznikají při různých teplotách v průběhu výpalu. Tři modifikace jsou monoklinické, tři triklinické a jedna romboedrická. Belit nabývá pěti modifikačních přeměn. Modifikace vznikají opět v různých teplotních pásmech výpalu i chlazení slínku. Trikalciumaluminát je většinou součástí skelné fáze slínku a zhoršuje jeho melitelnost. Brownmillerit spolu s trikalciumaluminátem tvoří skelnou fázi portlandského slínku. [27], [28], [29]

U slínku uvažujeme tvrdost dle Mohse $T = 6 - 7$ (vychází z tvrdosti základních minerálů – vážený průměr).

PRAKTICKÁ ČÁST

1 CÍL PRÁCE

Cílem této diplomové práce bylo prohloubit znalosti v oblasti měření melitelnosti středně tvrdých a tvrdých materiálů a pokračovat ve vývoji metody pro stanovení melitelnosti těchto materiálů.

V diplomové práci byly vytyčeny dva hlavní cíle. Prvním cílem bylo vybrání zástupců materiálů s různou tvrdostí dle Mohse pro stanovení indexů melitelnost pomocí metody VTI a jejich následnému porovnání. Druhým cílem práce bylo provedení měření indexů melitelnosti u metody vyvíjené na ÚTHD pro běžné moderní laboratorní vybavení, které navazuje na předešlý výzkum v této oblasti. Následujícím krokem bylo stanovení optimálního režimu mletí pro zvolené materiály a stanovení indexu melitelnosti pro daný mlecí režim u metody vyvíjené na ÚTHD. Oba zjištěné indexy melitelnosti byly následně porovnány a byla zkoumána možná závislost mezi nimi.

2 METODIKA A POSTUP PRÁCE

2.1 ČÁST 1 – MELITELNOST DLE VTI

2.1.1 Výběr zástupců čistých minerálů

V rámci první části byl proveden výběr vhodných zástupců materiálů pro stanovení indexu melitelnosti dle metody VTI. Zástupci byly zvoleni na základě Mohsovy stupnice tvrdosti, která vychází z relativní tvrdosti desíti základních minerálů. Jako zástupce materiálů z oblasti nižších tvrdostí byl vybrán vápenec, jeho základní stavební minerál tvoří kalcit s tvrdostí $T = 3$. Z oblasti středně tvrdých materiálů byly vybráni dva zástupci. Prvním zástupcem byl křemen, který má $T = 7$. Druhým zástupcem byl živec, který je ve stupnici tvrdosti rovněž označován termínem ortoklas. Živec se vyznačuje tvrdostí $T = 6$. Z oblasti tvrdých materiálů byl vybrán korund, u kterého je hodnota tvrdosti $T = 9$. Tyto čisté minerály byly následně užity pro kalibraci mlecího cyklu u planetového mlýna. Pro následující ověření byl vybrán slínek s předpokládanou makrotvrdostí $T = 6 - 7$.

2.1.2 Měření tvrdosti dle Vickerse

V rámci diplomové práce bylo provedeno měření absolutní tvrdosti dle Vickerse. Toto měření proběhlo v laboratořích FSI, kde potřebným zařízením disponují. Měření proběhlo v souladu s **ČSN EN ISO 6507 – 1:2005: Kovové materiály – Zkouška tvrdosti podle Vickerse – Část 1: Zkušební metoda**.

Zkušební zařízení musí odpovídat výše uvedené zkušební metodě. Jedná se o zařízení, které je schopno vyvolat zkušební zatížení v rozsahu, který je uveden v

Tabulka 7 – Stupnice tvrdosti dle Vickerse – oblasti zkoušení [10]. Vnikací tělísko je ve tvaru jehlanu s vrcholovým úhlem 136° vyrobené z diamantu.

Zkouška se provádí na povrchu tělesa, který musí být hladký, rovný a cizích tělísek. Při úpravě povrchu broušení se musí dbát na to, aby v průběhu úpravy povrchu nebyly ovlivněny vlastnosti zkoušeného materiálu. Tloušťka tělesa by měla být 1,5-d. Po zkoušce nesmí protilehlá strana vykazovat stopy deformace.

Zkouška probíhá v laboratorním prostředí o teplotě $23 \pm 5^\circ\text{C}$. Při zkoušce je použito jedno z předepsaných zkušebních zařízení. Zkoušený vzorek je umístěn na zkušební podložce, která se při zkoušce nesmí pohnout. Vnikací tělísko je zatlačováno do vzorku předepsaným zkušebním zatížením. Tělísko směřuje kolmo k povrchu vzorku. Celková doba od počátku zatěžování po dosažení plné hodnoty zatížení nesmí být delší než 10 sekund. Rychlost vnikání tělíska do vzorku nesmí být rychlejší než $200\ \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. Doba působení plného zkušebního zatížení je 10 až 15 sekund. Po odlehčení jsou následně změřeny délky úhlopříček a vypočten aritmetický průměr, který je potom dosazen do vztahu (42).

2.1.3 Úprava materiálů pro zkoušení

V další části byla provedena úprava granulometrie zvolených materiálů. Úprava proběhla v souladu požadavky pro metodu VTI, kde je požadovaná výchozí velikost zrn v rozmezí 1,25 až 3,2 mm. Pro úpravu granulometrie byly použity síta o velikosti oka 1,4 mm a 3,2 mm.

2.1.4 Stanovení koeficientu melitelnosti metodou VTI

Metoda VTI byla stanovena jako konvenční metoda pro stanovení indexu melitelnosti vybraných materiálů. Jako jediná metoda umožňuje částečnou modifikaci. U ostatních metod toto není možné, jelikož vyžadují pro své provedení speciální zařízení. Zkouška byla provedena na příslušném laboratorním porcelánovém mlýně v rámci VUSTAH a. s., které potřebným zařízením disponuje.

Pro metodu byly použity materiály s upravenou vstupní granulometrií (velikost zrna 1,4 až 3,2 mm). Pro zkoušku byla hmotnost navážky vzorku 500 g. Vzorek byl následně umístěn do mlýna a mlet přesně 13,5 minuty s rychlostí 41 ot/min. Tímto byla zajištěna neměnnost podmínek mletí jednotlivých materiálů. Namleté vzorky byly následně přesítovány přes síto o velikosti oka 0,090 mm. Následně byl zvážen nadsítný podíl a byl přepočten na procentuální podíl z původní navážky. Výpočet byl proveden dle příslušného vzorce (35). Na základě hodnoty indexu melitelnosti k_{VTI} byly jednotlivé vzorky zařazeny do příslušných tříd melitelnosti (Tabulka 12). Pro další zkoumání byly provedeny sítové rozборы v oblasti jemných podílů na sítích 0,020 mm, 0,041 mm a 0,063 mm. Síťový rozbor byl provedena na sítové vakuovačce Air jet matic matest. Následně byly jednotlivé výsledky porovnány mezi sebou.

Tabulka 12 – Stupně melitelnosti [4]

Index k_{VTI}	> 1,8	0,8 až 1,8	< 1,8
Melitelnost	snadno melitelný	středně melitelný	špatně melitelný

2.2 ČÁST 2 – MELITELNOST PRO VYVÍJENOU METODU

2.2.1 Stanovení optimálních otáček (kalibrace)

Stanovení optimálních otáček bylo prováděno pro laboratorní planetový mlýn. Jako první krok bylo sestavení sady měření, ve kterém se kombinovala různá rychlost otáček mlýna a různá doba mletí. Rychlost otáček a doba mletí je uvedena v následující Tabulce 13.

Tabulka 13 – Kombinační tabulka

Kombinace rychlosti otáček a délky mletí				
200/1	200/2	200/3	200/4	200/5
250/1	250/2	250/3	250/4	250/5
300/1	300/2	300/3	300/4	300/5
350/1	350/2	350/3	350/4	350/5
400/1	400/2	400/3	400/4	400/5

Na výše uvedené kombinace byly mlety všechny materiály. Z následně provedených a vyhodnocených laserových granulometrií byla vybrána kombinace, které se jevila jako vhodná pro další vývoj metody. Pro stanovení optimálních otáček byly použity: vápenec, živec a křemen jako kalibrační materiály. Korund nebyl použit, jelikož se jedná o drahý materiál.

2.2.2 Ověření vhodnosti zvoleného mlecího cyklu

Po stanovení optimálních otáček bylo provedeno ověření platnosti s použitím slínku. Dále byly namlety i kalibrační materiály (pět mletí). Následně byly namleté vzorky vyhodnoceny pomocí laserové granulometrie a síťového rozboru (síta velikosti oka 0,020 mm, 0,041, 0,063 a 0,090 mm). Následně byl stanoven index mletí pro vyvíjenou metodu podle vztahu (35). Poslední částí bylo porovnání indexů melitelnosti u obou metod a zkoumání, zda jsou na sobě indexy korelačně závislé.

2.3 ZJIŠŤOVÁNÍ TVARU ZRN

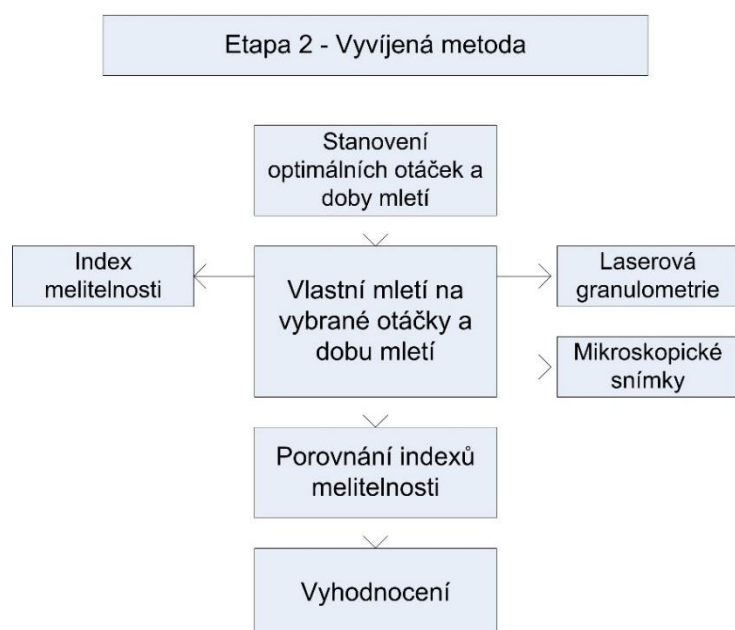
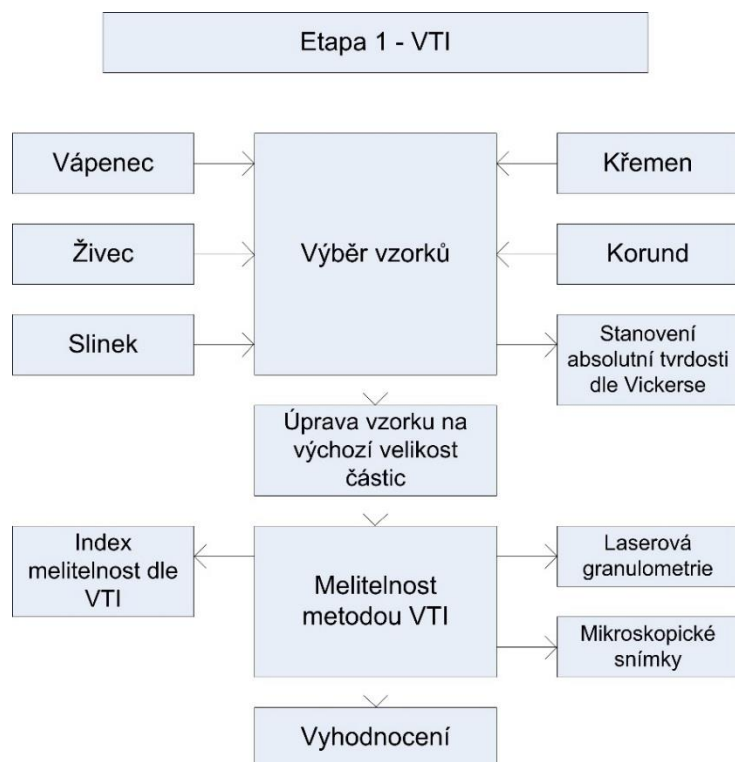
Pro obě zmíněné metody byly provedeny snímky rastrovacím elektronovým mikroskopem. Snímky byly vyhotoveny v různých hodnotách zvětšení. Dle snímků byl zhodnocen tvar zrn a štěpnost.

2.4 ZNAČENÍ POUŽITÉ V PRÁCI

Značení použité v této práci bylo zavedeno pro zpřehlednění informací. Pro vápenec byla použita zkratka VA. Pro živec byla použita značka ZI. Pro slínek byla užitá zkratka SL. Pro korund byla užitá značka KO a pro křemen značka KR. Výsledky stanovené metodou VTI byly označeny zkratkou VTI. Pro vyvíjenou metodu byla užitá zkratka NM. Dále se ve výsledcích vyskytuje zkratka PLANET, což je označení planetového mlýna. Pro popis mlecích režimů byla uvedena zkratka (rychlost otáček za minutu)/(doba mletí).

2.5 METODIKA

Metodika je shrnuta v následujících vývojových diagramech.



3 POUŽITÉ MATERIÁLY A ZAŘÍZENÍ

Materiály, které byly použity pro stanovení indexu melitelnosti pro obě metody:

- vápenec,

Tabulka 14 – Charakteristiky vápence

Označení	Lokalita	Vznik	Obsah CaCO_3 [%]	Porozita [%]
LB 15	Dánsko	Devon	98,98	0,80
LB 18	Belgie	Karbon	98,77	3,10
LB 19	Francie	Karbon	98,81	1,06

- křemenný písek – BETOSAN – obsah SiO_2 více jak 98 %,
- živec – lokalita Dolní Bory,
- technicky vyrobený korund – PKIT Praha s. r. o. (výroba na zakázku),

Tabulka 15 – Charakteristiky korundu

Vlastnost	Zrnitost [mm]	Obsah Al_2O_3 [%]	Tvar zrna
	3 až 5	99,7	ostrohranný

Pro vlastní měření byl vybrán zástupce silikátových materiálů:

- slínek – Cement Hranice a. s.

Tabulka 16 – Chemické složení slínku

Chemické složení slínku [%]							
SiO_2	CaO	MgO	Al_2O_3	Fe_2O_3	K_2O	Na_2O	Ostatní
20,29	65,33	1,07	5,21	5,04	1,05	0,14	1,87

Pro provedení práce bylo použito následující nařízení:

- čelistový drtič Retsch BB 200,
- planetový mlýn Fritsch pulverisette 6, příkon 1,1 kW,
- laboratorní porcelánový kulový mlýn pro metodu melitelnost VTI dle normy GHOST 15489.1-93,
- vakuová prosévačka Air jet sieve matic matest,
- laserový granulometr Masterseiser 2000,
- laboratorní váhy s přesností 0,01 g a 0,001 g
- rastrovací elektronový mikroskop TESCAN MIRA 3 XMU,
- zařízení pro měření tvrdosti dle Vickerse – DuraScan 70 G5.

4 VÝSLEDKY MĚŘENÍ

4.1 ÚPRAVA MATERIÁLU NA VÝCHOZÍ GRANULOMETRII

U slínku a křemene bylo provedeno jen přesítování materiálu. Technický korund a vápenec musely být nejdříve nadrceny na drtiči a až následně přesítovány. Živec byl pro účely zkoumání ručně nakután a dodán ve velkých kusech. Bylo nutné jej nejdříve zdrobnit na velikost částic, které se vešly do drtiče.

Při zdrobňování bylo nutné dávat pozor na křemenné žíly, které by mohly ovlivnit melitelnost živce. Tyto žíly byly při nalezení ze vstupního materiálu odstraněny. Dále se v živci nacházely slídové žilky, které v materiálu nevadily. Slída má nižší tvrdost než živec a neovlivnila by zkoušku melitelnosti.



Obrázek 31 – Slída v živci



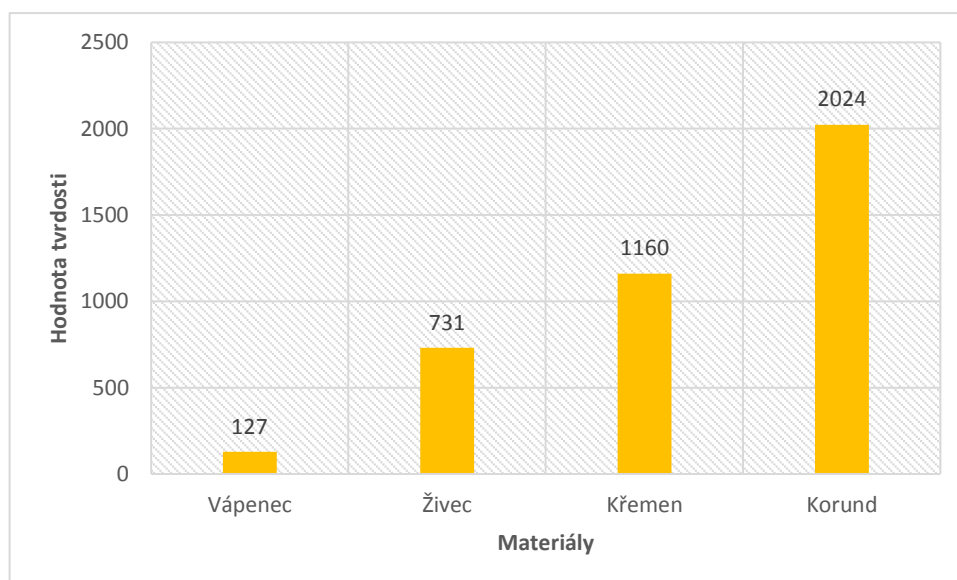
Obrázek 32 – Křemenná žíla

4.2 TVRDOST DLE VICKERSE

Jako poslední doplňující charakteristika byla vyhodnocena tvrdost dle Vickerse. Zkoušení probíhalo v prostorách FSI, která potřebným zařízením disponuje. Zkoušení probíhalo pro zkušební zatížení 4,903 N, což odpovídá označení HV 0,5 (zkoušení při malém zatížení). Hodnoty jsou shrnuty v následující Tabulce 17 a vizuálně porovnány v Grafu 2.

Tabulka 17 – Hodnoty tvrdosti dle Vickerse

Vzorek	Diagonála	Metoda	Tvrdost	Označení
Vápenec	85,5	HV 0,5	127	127 HV 0,5
Živec	36,7		731	731 HV 0,5
Křemen	28,3		1160	1160 HV 0,5
Korund	21,4		2024	2024 HV 0,5



Graf 2 – Srovnání hodnot tvrdosti dle Vickerse – HV 0,5

Z hodnot bylo ověřeno, že materiály byly zvoleny vhodně a jejich tvrdosti stanovené touto metodou odpovídají závislosti mezi relativní a absolutní tvrdostí.

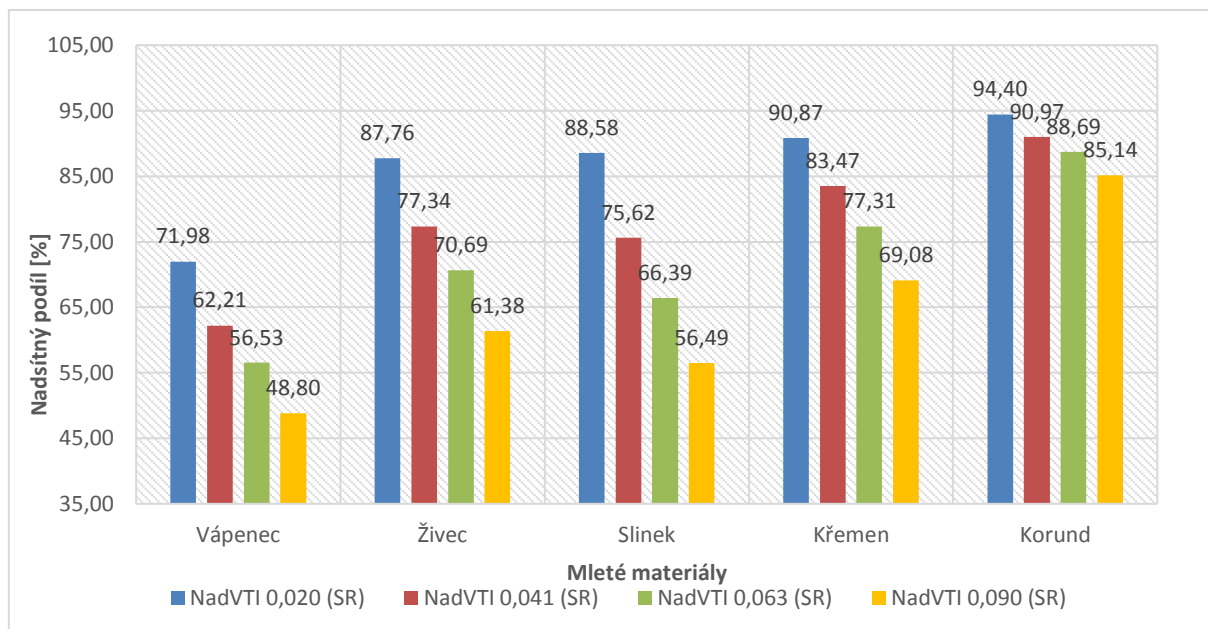
4.3 MELITELNOST DLE VTÍ

Pro provedení zkoušky melitelnosti pomocí metody VTÍ, byly využity prostory a zařízení společnosti VUSTAH a. s. Zkouška byla provedena dle postupu uvedeného v kapitole 2.1. Bylo provedeno 10 mlecích cyklů (2 mlecí cykly pro každý materiál). Provádění zkoušky bylo fyzicky náročné vzhledem k velikosti mlecího zařízení a hmotnosti mlecí náplně. Mlecí zařízení bylo v horším technické stavu. Porcelánová nádoba pro mletí vykazovala známky poškození v místech styku nádoby a těsnění víka. Byly zde odštěpeny velké kusy nádoby z důvodu utahování víka. Díky vzniklým netěsnostem bylo patrné prášení z nádoby, které mělo minimální vliv na hmotnost namletého vzorku.

Při provádění mletí bylo zjištěno, že se porcelán štípe a odírá do vzorků. Velké kusy porcelánu byly následně odstraněny, aby bylo možné provést vyhodnocení zkoušky. V namletém materiálu se vyskytovali zrna o výchozí velikosti (všechny materiály). Při vyhodnocení jsou v tabulkách a grafech uvedeny zkratky (SR) pro síťový rozbor a (LG) pro laserovou granulometrii.

4.3.1 Vyhodnocení indexů melitelností (SR)

Jako první byly vyhodnoceny nadsítné podíly u jednotlivých sít. Bylo provedeno pět síťových rozborů pro každý materiál a následně byly vyhodnoceny průměrné hodnoty nadsítných podílů. Jako druhý parametr byly vyhodnoceny indexy melitelnosti. Vypočtené údaje jsou zobrazeny v *Grafu 2* a *Grafu 3*.

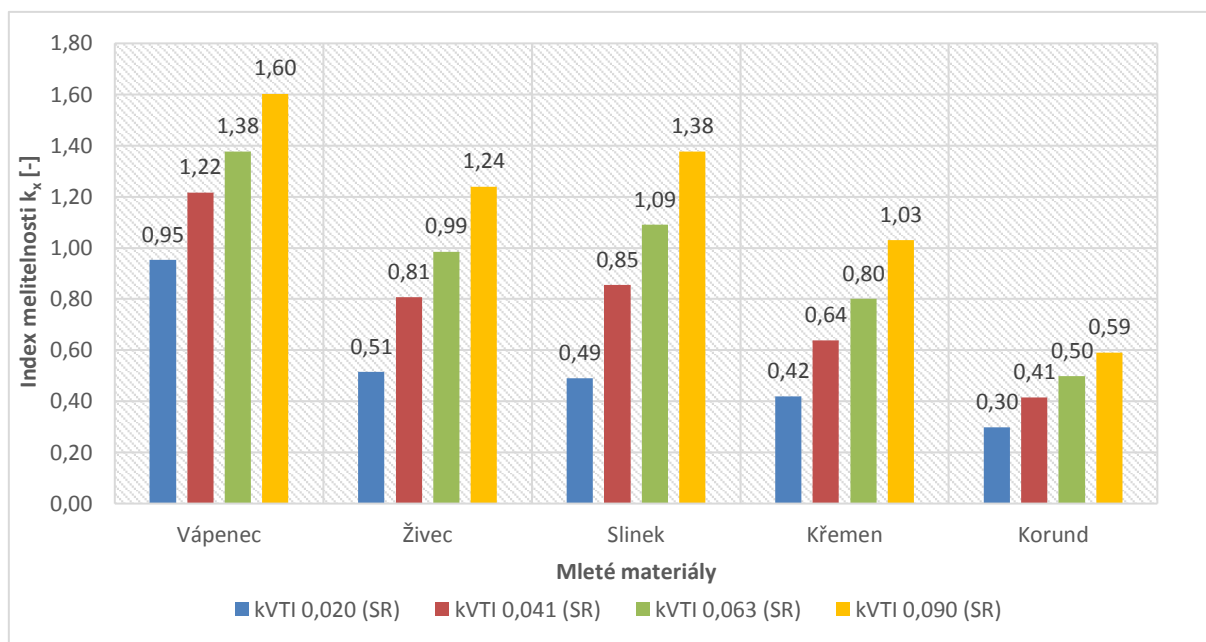


Graf 3 – Porovnání nadsítných podílů dle metody VTI (SR)

U korundu byla pozorována nejvyšší průměrná hodnota nadsítného podílu na síť 0,090 mm, jeho hodnota činila 85,14 %. Nejnížší zjištěná průměrná hodnota nadsítného podílu byla zjištěna u vápence, hodnota činila jen 48,80 %. U živce byla stanovena průměrná hodnota nadsítného podílu 61,38 % a u křemene 69,08 %. Při porovnání podílů bylo patrné, že hodnoty podsítných podílů u čistých minerálů korespondují s hodnotami relativní tvrdosti. Důvodem je, že se jedná o čisté a kompaktní minerály. U slínku byla zjištěna průměrná hodnota nadsítného podílu 56,49 %. Předpoklad byl, že se hodnota bude pohybovat mezi hodnotami pro živec a křemen. Tento předpoklad se nepotvrdil. Jednou z příčin může být nižší relativní tvrdost slínku, která může být způsobena morfologií slínku. Slínek je pórovitý slepenec, který se skládá z několika komponentů (krystalická a amorfni báze).

Z Grafu 3 bylo vyhodnoceno, že průměrné hodnoty nadsítných podílů u sít 0,020 mm, 0,041 mm a 0,063 vykazují shodný vývoj jako u síta 0,090 mm. Nejvyšší hodnoty nadsítného podílu vykazuje korund, nejnížší pak vápenec. Opět byl potvrzen fakt, že se hodnota podsítného podílu u slínku nenachází mezi hodnotami pro živec a křemen u sít 0,041 mm

a 0,063 mm. U síta 0,020 mm je průměrná hodnota nadsítného podílu mezi hodnotami pro živec a křemen. Tento fakt může být způsoben tím, že dochází k mletí ultrajemných částic. Lze předpokládat, že v této fázi jsou již mletá kompaktní zrna slínku.

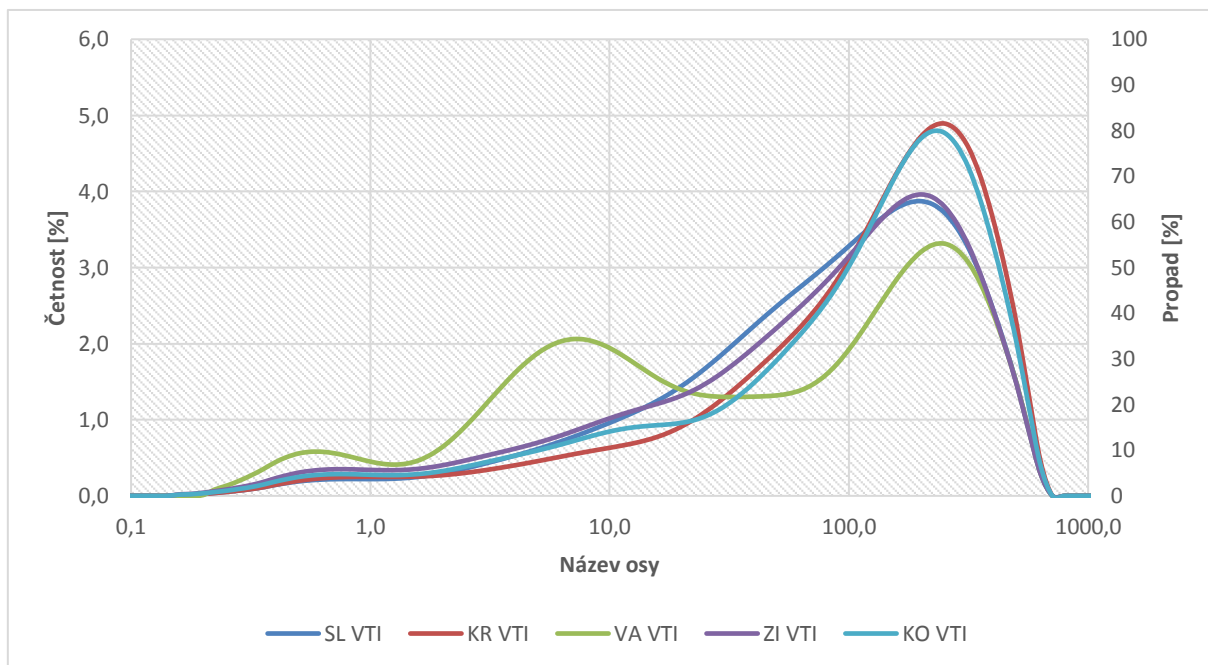


Graf 4 – Porovnání indexů melitelnosti dle metody VTI (SR)

Dle vypočtených indexů byly jednotlivé materiály zařazeny do příslušných tříd. Korund byl jako jediný zástupce zařazen do kategorie nesnadno melitelných materiálů díky průměrné hodnotě $k_{VTI\ 0,090} = 0,59$. Ostatní materiály byly zařazeny do kategorie středně melitelných materiálů. Vápenec měl průměrnou hodnotu indexu melitelnosti $k_{VTI\ 0,090} = 1,60$, což se blížilo hranici pro snadno melitelné materiály. U živce byla zjištěna průměrná hodnota $k_{VTI\ 0,090} = 1,24$. Pro křemen byla vypočtena průměrná hodnota $k_{VTI\ 0,090} = 1,03$. U slínku byl předpoklad, že se bude hodnota nacházet mezi hodnotami živce a křemene. Tento předpoklad nebyl u normového vyhodnocení potvrzen. Důvodem je, že vápenec, živec, křemen a korund jsou čisté a kompaktní minerály. U slínku byla zjištěna průměrná hodnota indexu melitelnosti $k_{VTI\ 0,090} = 1,38$. Předpoklad byl, že se hodnota bude pohybovat mezi hodnotami pro živec a křemen. Tento předpoklad se nepotvrdil. Důvody byly s největší pravděpodobností shodné s úvahou uvedenou u porovnání nadsítných podílů. Proto díky možné nepřesnosti měření pomocí síťového rozboru bylo provedeno vyhodnocení pomocí laserové granulometrie.

4.3.2 Vyhodnocení indexů melitelnosti (LG)

Pro znázornění byla provedena laserová granulometrie, ze které bylo stanoveno procentuální zastoupení částic mezi zrny velikosti 0,020 mm, 0,041 mm, 0,063 mm a 0,090 mm. Dále byly stanoveny nadsítné podíly, které jsou nutné pro výpočet indexů melitelnosti.

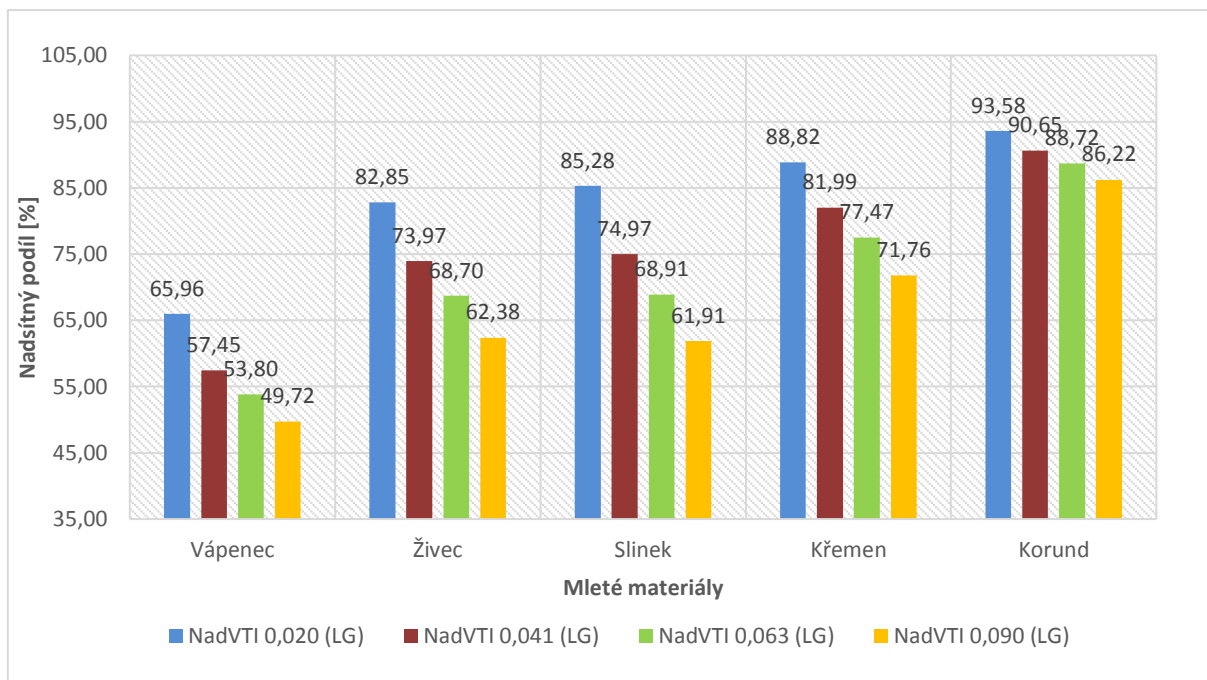


Graf 5 – Porovnání křivek četnosti pro metodu VTI

Z Grafu 5 bylo stanoveno zastoupení zrn. U vápence byl zřejmý vysoký podíl zrn pod 0,020 mm. Jeho hodnota byla 39,68 %. Nejnižší zastoupení v této oblasti měl křemen a to 13,88 %. U slínek a korund měly podobné zastoupení a to: slínek 18,19 % a korund 17,42 %. U živce byla stanovena hodnota na 21,29 %. Zbývající hodnoty jsou uvedeny v Tabulce 18.

Tabulka 18 – Procentuální zastoupení zrn u metody VTI

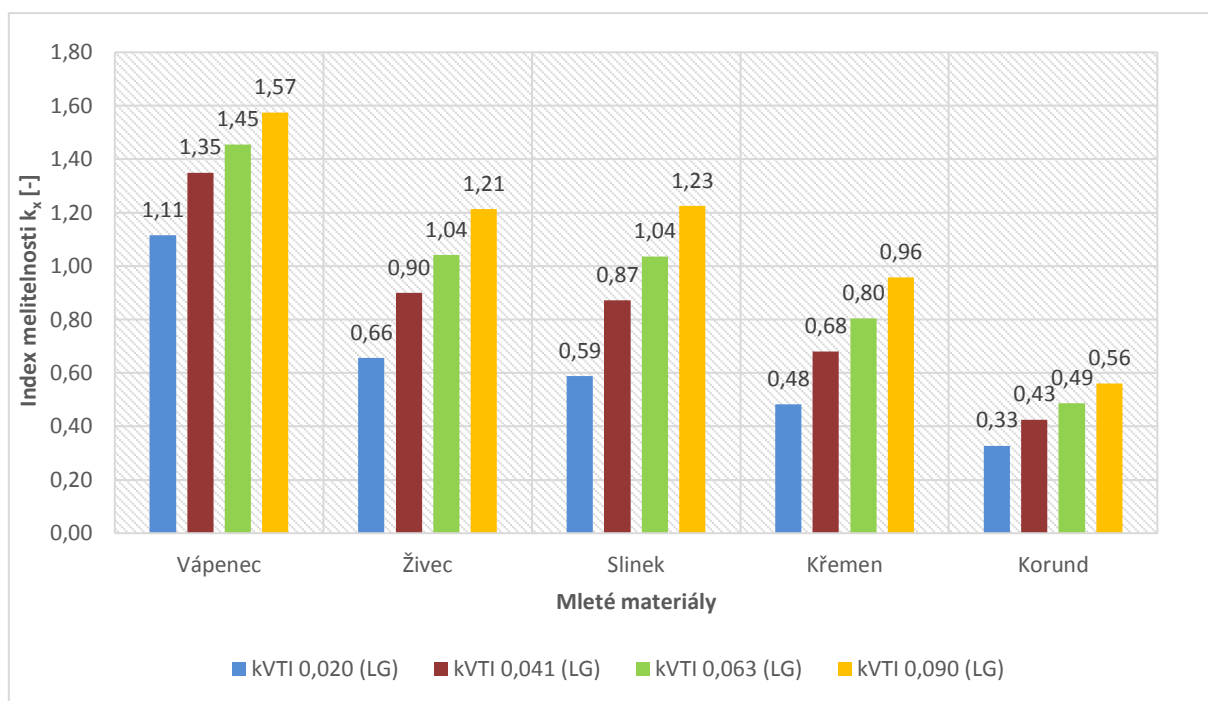
Označení	Zastoupení [%]			
	Zrna pod 0,020 mm	0,020 – 0,041 mm	0,041 – 0,063 mm	0,063 – 0,090 mm
VA VTI	39,68	9,26	3,98	4,44
ZI VTI	21,29	11,19	6,65	7,95
SL VTI	18,19	12,74	7,49	8,65
KR VTI	13,89	8,69	5,75	7,26
KO VTI	17,42	8,16	5,38	6,99



Graf 6 – Porovnání nadsítných podílů u metody VTI (LG)

U korundu byla pozorována nejvyšší průměrná hodnota nadsítného podílu na síť 0,090 mm, jeho hodnota činila 86,22 %. Nejnižší zjištěná průměrná hodnota nadsítného podílu byla zjištěna u vápence, hodnota činila jen 49,72 %. U živce byla stanovena průměrná hodnota nadsítného podílu 62,38 % a u křemene 71,76 %. Při porovnání podílů bylo patrné, že hodnoty podsítných podílů u čistých minerálů korespondují s hodnotami relativní tvrdosti. U slínku byla zjištěna průměrná hodnota nadsítného podílu 61,91 %. Předpoklad byl, že se hodnota bude pohybovat mezi hodnotami pro živec a křemen. Tento předpoklad se opět nepotvrdil. Uvažovaná příčina je stejného původu jako u vyhodnocení pro síťový rozbor.

Z Grafu 6 bylo vyhodnoceno, že průměrné hodnoty nadsítných podílů u sít 0,020 mm, 0,041 mm a 0,063 mm vykazují shodný trend jako u síta 0,090 mm. Nejvyšší hodnoty nadsítného podílu vykazuje korund, nejnižší pak vápenec. Hodnota podsítného podílu u slínku se nenacházela mezi hodnotami pro živec a křemen u síta 0,063 mm. U síta 0,020 mm a 0,041 mm je průměrná hodnota nadsítného podílu mezi hodnotami pro živec a křemen. Uvažovaná příčina je ze stejného důvodu jako u vyhodnocení pro síťový rozbor.



Graf 7 - Porovnání indexů melitelnosti dle metody VTI (LG)

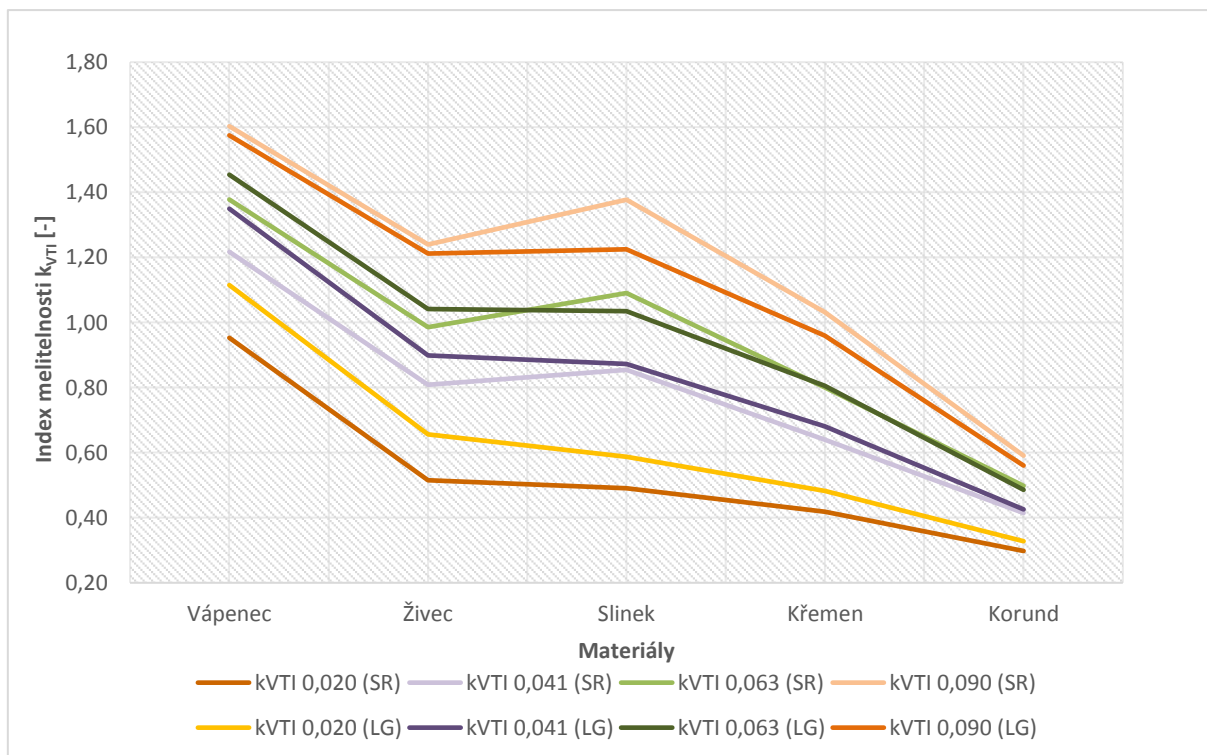
Dle vypočtených indexů byly jednotlivé materiály zařazeny do příslušných tříd. Zařazení bylo shodné jako u síťového rozboru. Korund měl hodnotu $k_{VTI\ 0,090} = 0,56$. Vápenec měl průměrnou hodnotu indexu melitelnosti $k_{VTI\ 0,090} = 1,57$. U živce byla zjištěna průměrná hodnota $k_{VTI\ 0,090} = 1,21$. Pro křemen byla vypočtena průměrná hodnota $k_{VTI\ 0,090} = 0,96$. U slínku byla zjištěna průměrná hodnota indexu melitelnosti $k_{VTI\ 0,090} = 1,23$. Předpoklad byl, že se hodnota bude pohybovat mezi hodnotami pro živec a křemen. Tento předpoklad se opět nepotvrdil. Příčiny jsou uvažovány stejné jako u vyhodnocení pomocí síťového rozboru.

4.3.3 Porovnání indexů melitelnosti získaných (SR) a (LG)

Jako další krok bylo porovnání hodnot indexů melitelnosti z klasického síťového rozboru s hodnotami laserové granulometrie. Byly stanoveny odchylky mezi hodnotami ze síťového rozboru a laserové granulometrie. Hodnoty jsou uvedeny v Tabulce 19.

Tabulka 19 – Hodnoty odchylek při porovnání hodnot k_{VTI} (SR) a k_{VTI} (LG)

Označení	Porovnání k_{VTI} (SR) a k_{VTI} (LG) – odchylka [%]				
	0,020 mm	0,041 mm	0,063 mm	0,090 mm	
Vápenec	17	11	6	2	9
Živec	28	11	6	2	12
Slínek	20	2	5	11	10
Křemen	15	7	1	7	7
Korund	10	3	2	5	5
	18	7	4	5	8



Graf 8 – Porovnání indexů melitelnosti u VTI (SR) a (LG)

Z výše uvedeného Grafu 8 je všeobecně patrné, že pro dané síto jsou průběhy spojnic průměrných hodnot indexů melitelnosti zjištěné síťovým rozbořem a laserovou granulometrií takřka shodné. U síť 0,041 mm, 0,063 mm a 0,090 mm je tato závislost zřejmá. Pro tyto síta byly stanovené celkové odchylky v absolutní hodnotě nejvyšší. U síta 0,041 mm byla odchylka 7 %. U síta 0,063 mm byla odchylka 4 % a u síta 0,090 mm 5 %. U síta 0,020 mm byla odchylka stanovena na 18 %. Při hodnocení odchylek vztažených k materiálům, byly vypočteny následující hodnoty. U živce a slínku byly dosaženy nejvyšší odchylky a to 12 % a 10 %. Nejnižší hodnota byla dosažena u korundu 5 %. Celková odchylka měření indexu $k_{VTI (LG)}$ od $k_{VTI (SR)}$ byla stanovena na 8 %. Tato hodnota je vyhovující a můžeme konstatovat, že laserová granulometrie může plně nahradit síťový rozbor. Tento poznatek byl již uveden v předchozím výzkumu. Dále lze prohlásit, že vysoké odchylky u síta 0,020 mm mohou být způsobeny nepřesným měřením pomocí síťového rozboru. Například živec se přednostně štípe za vzniku podlouhlých zrn, které poté mají nevhodný tvarový index pro síťový rozbor. V průběhu měření se mezi kovovou konstrukcí síta a napojením tkaniny zachytávali zrna, která nešla následně uvolnit. Dále se v průběhu čištění síta do vzorků uvolnily zachycené nečistoty ze stejného místa. I přes velkou snahu síta vyčistit, byly znečišťující částice stále přítomny. Dalším možným zdrojem chyb je použitelnost metody.

Metoda VTI byla určena pro mletí měkkých a středně tvrdých materiálů. Korund je tvrdý materiál a je možné, že docházelo k namílání mlecích těles korundem.

4.4 MELITELNOST PRO VYVÍJENOU METODU

4.4.1 Stanovení optimálních otáček

Při měření se vycházelo předem stanovené série zvolených rychlostí otáčení a doby mletí, která je uvedena v Tabulce 12. Při mletí byla pozorována teplota mlecí kapsle (subjektivní měření dotykem při manipulaci s kapslí), dále byla slovně zaznamenán zvukový projev mletí a následně byly pořízeny fotografie náplně mlecí kapsle. Pro celkové zhodnocení byla provedena laserová granulometrie. Výchozí navážka byla stanovena na 180 gramů. Vycházelo se z principu metody VTI, která má navážku také s konstantní hmotností. Dále byla navážka zvolena s ohledem na velikost kapsle, kdy optimální zaplnění kapsle bylo cca 1/2 objemu (materiál s mlecími tělesy (kuličky o průměru 25 mm – 25 kusů)).



Obrázek 33 – VA 400/4



Obrázek 34 – ZI 400/4



Obrázek 35 – KR 400/4

Zvukové vyhodnocení bylo provedeno subjektivně z odposlechu „cinkání“ mlecích tělísek o stěnu kapsle. Při nízkých otáčkách a krátké době mletí bylo „cinkání“ jasné a zřetelné. Při vysokých otáčkách a dlouhé době mletí bylo „cinkání“ utlumené díky tvorbě nálepků. Teplota kapslí byla rovněž stanovena subjektivně dotykem. U 200 ot/min a 250 ot/min se kapsle takřka nezahřála. U 300 ot/min byla kapsle vlažná. U 350 ot/min a 400 ot/min byla kapsle teplá a špatně se s ní manipulovalo. U vysokých otáček bylo do mlýna dodáváno vyšší množství energie, než se stihlo spotřebovat na zdobňování zrn. Přebytková energie se následně projevila nežádoucím zahříváním kapsle a tvorbě nálepků.

Z fotografií bylo zjištěno, že se s rostoucím počtem otáček a doby mletí začaly tvořit nálepky. U vápence, při mlecí kombinaci 400/4, byl veškerý materiál nalepen na stěněch kapsle (Obrázek 34). Nálepky se velmi špatně odstraňovali. U křemene a živce byly nálepky

v nízkém množství oproti vápenci a šly snadno odstranit štětcem. Oproti metodě VTI byla celá náplň kapsle pomleta na jemný prášek.

Pro stanovení kritických otáček byly vyhodnoceny granulometrie. Podrobné grafy pro jednotlivé materiály se všemi kombinacemi rychlostí otáčení a časů mletí jsou uvedeny v **Příloze 1, Příloze 2 a Příloze 3.**

Z grafů uvedených v přílohách bylo patrné, že stanovené kombinace 200 ot/min s různou délkou mletí takřka nemelou. Pouze křivka VA PLANET 200/2 vykazovala míru mletí. Tento fakt byl způsoben s největší pravděpodobností chybou měření přístroje. V následující

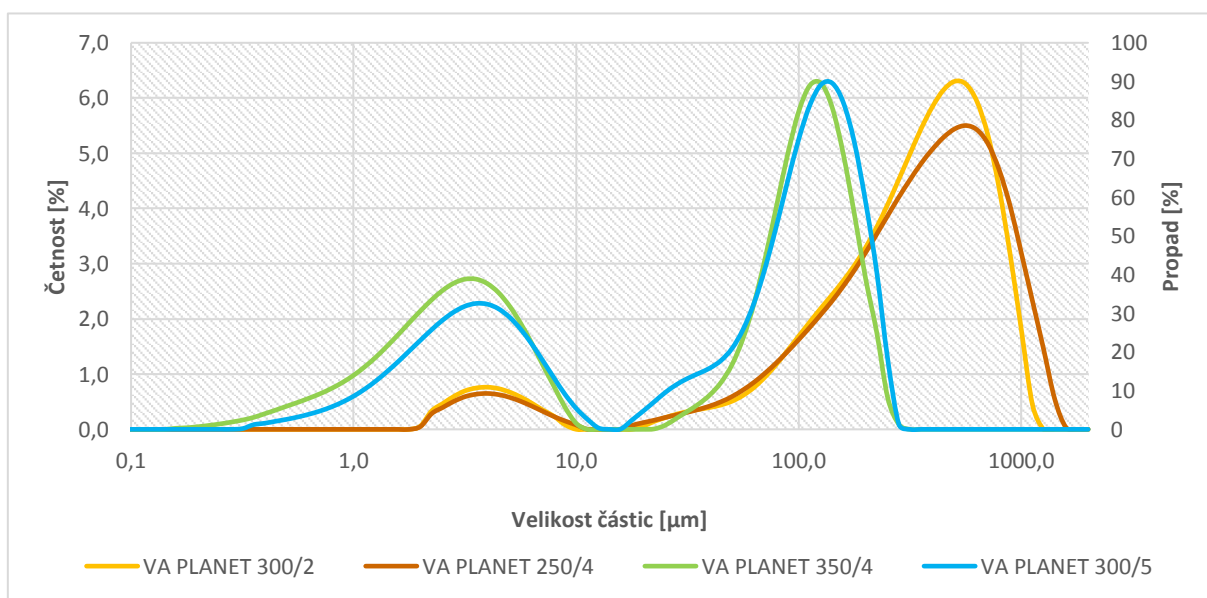
Z grafů uvedených v přílohách bylo patrné, že stanovené kombinace 250 ot/min a různá délka mletí již vykazuje stupeň zdrobnění. Pro vápenec byly vyhodnoceny doby mletí 1 a 2 minuty jako málo účinné, jelikož nedocházelo k dostatečnému namletí částic. U křivek s dobou mletí 4 a 5 minut již byly pozorovány změny v zastoupení částic a tvorba jemných podílů. Pro živce byly obdobně jako pro vápenec časy 1 a 2 minuty vyhodnoceny jak málo účinné. Časy mletí 3 a 4 minuty vykazují již změnu četnosti částic, ze které je patrné že došlo ke zdrobnění. Pro křemen byly podobně jako u vápence časy 1 a 2 minuty vyhodnoceny jako málo účinné. U časů 3, 4 a 5 minut již docházelo ke zdrobnění částic. Netvořily se aglomeráty.

Pro kombinaci 300 ot/min a různé délky mlecích časů byly z grafů vyčteny následné poznatky. Pro všechny materiály byl mlecí čas 1 minuta vyhodnocen jako málo účinný. Stále se ve vzorku vyskytovalo velké množství částic velikosti 1 mm. U mlecích časů 2, 4 a 5 minut bylo pozorováno snižování velikosti částic a nárůst jemných podílů pod 0,020 mm. Křivka VA PLANET 300/3 vykazovala s největší pravděpodobností chybu měření způsobenou přístrojem. U živce při mlecích časech 3, 4 a 5 minut bylo pozorováno snižování velikosti částic a nárůst jemných podílů pod 0,020 mm. Nárůst byl nižší než u vápence. Křivka ZI PLANET 300/2 vykazovala vyšší snížení obsahu částic 0,1 až 1 mm, což mohlo být způsobeno chybou měření či štěpností živce. U křemene při mlecích časech 2, 3, 4 a 5 minut bylo pozorováno snižování velikosti částic. U křemene vzniklo velmi malé procento jemných podílu pod 0,020 mm. U všech materiálů tedy docházelo k zjemňování. Netvořily se aglomeráty. Pro rychlost otáčení 350 ot/min byly z grafů vyčteny následující poznatky. U všech materiálů byl mlecí čas vyhodnocen jako málo účinný i při použití vyšší rychlosti otáčení. U vápence byl sledován značný nárůst jemných podílů pod 0,020 mm pro mlecí časy

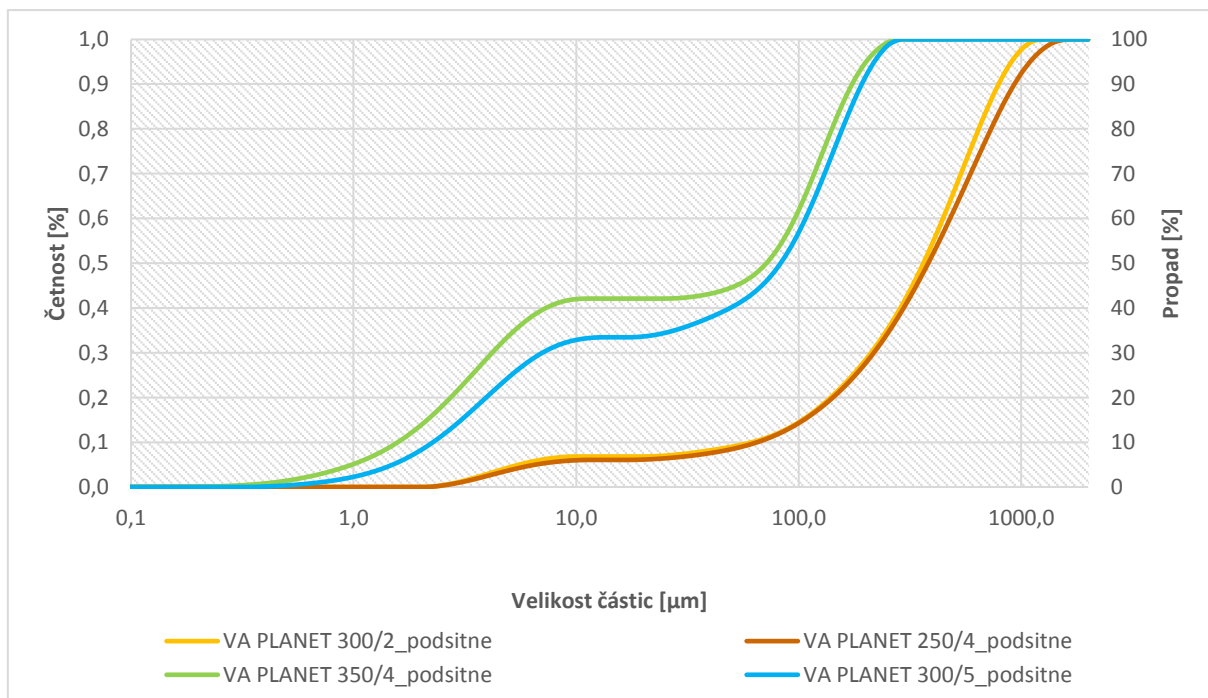
3, 4 a 5 minut. U křivky VA PLANET 350/2 a VA PLANET 350/4 byl pozorován vysoký nárůst obsahu zrn velikost cca 1 mm. Tento fakt může být způsoben chybou měření či vznikem aglomerátů. U živce byly pozorován nárůst jemných podílů pod 0,020 mm zhruba v poloviční hodnotě než u vápence. U křemene byly křivky v porovnání s vápencem a živcem rovnoměrné. U křemene nevznikaly jemné podíly v takovém rozsahu jako u vápence a živce. Pro kombinaci rychlosti otáčení 400 ot/min a různou dobu mletí byly vypořádovány následující fakta. U vápence je z křivek četnosti na patrný vznik velkého množství aglomerátů u všech dob mletí. Při mletí pravděpodobně dochází k natloukání a následného roztloukání aglomerátů. U živce je patrný vysoký nárůst ultrajemných podílů. Aglomeráty nevznikají. U křemene jsou křivky četnosti přehledné. Je patrný rovnoměrný nárůst zdrobněných částic a absence aglomerátů. Z výše uvedených poznatků byl proveden předvýběr vhodných otáček mletí. Pro další porovnání byly vybrány otáčky 250ot/min, 300ot/min a 350 ot/min. U těchto hodnot jsme se při mletí nacházeli v oblasti platnosti Rittingerovy hypotézy. Nedocházelo u nich ke vzniku aglomerátů. Rychlost 200 ot/min byla vyřazena z důvodů své neúčinnosti. Rychlost 400 ot/min byla vyřazena na základě vzniku aglomerátů u vápence, což bylo nežádoucí. Zde jsme již byly mimo platnost Rittingerovy hypotézy.

Výběr optimálního mlecího režimu

V předchozím kroku byl proveden předvýběr vhodných otáček. Hodnoty otáček byly 250 ot/min, 300 ot/min a 350 ot/min.

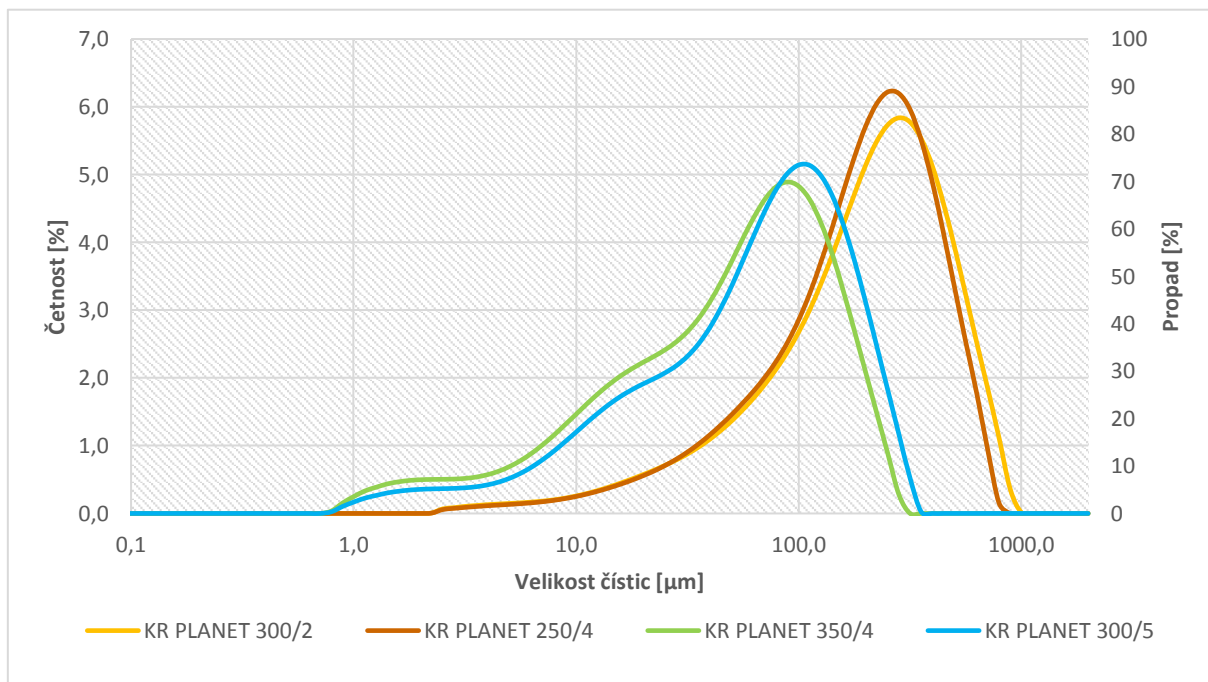


Graf 9 – Vápenec – závislost křivek četnosti mezi kombinacemi mlecích parametrů

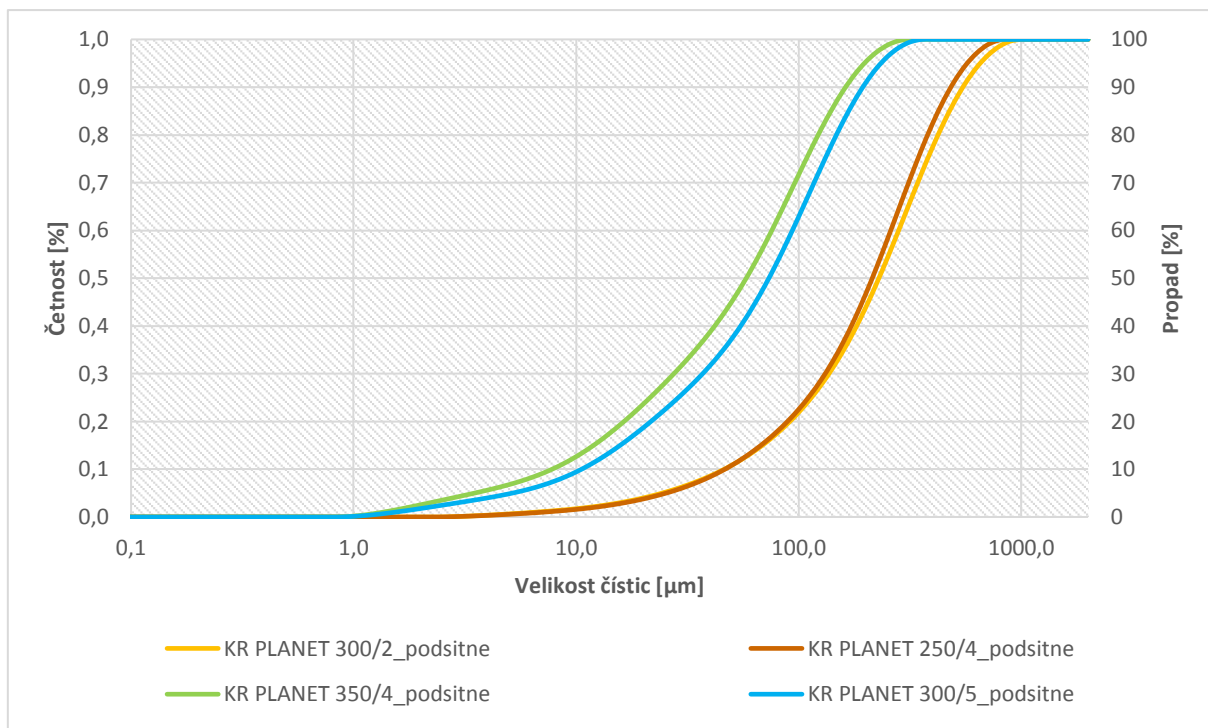


Graf 10 - Vápenec – závislost křivek propadu mezi kombinacemi mlecích parametrů

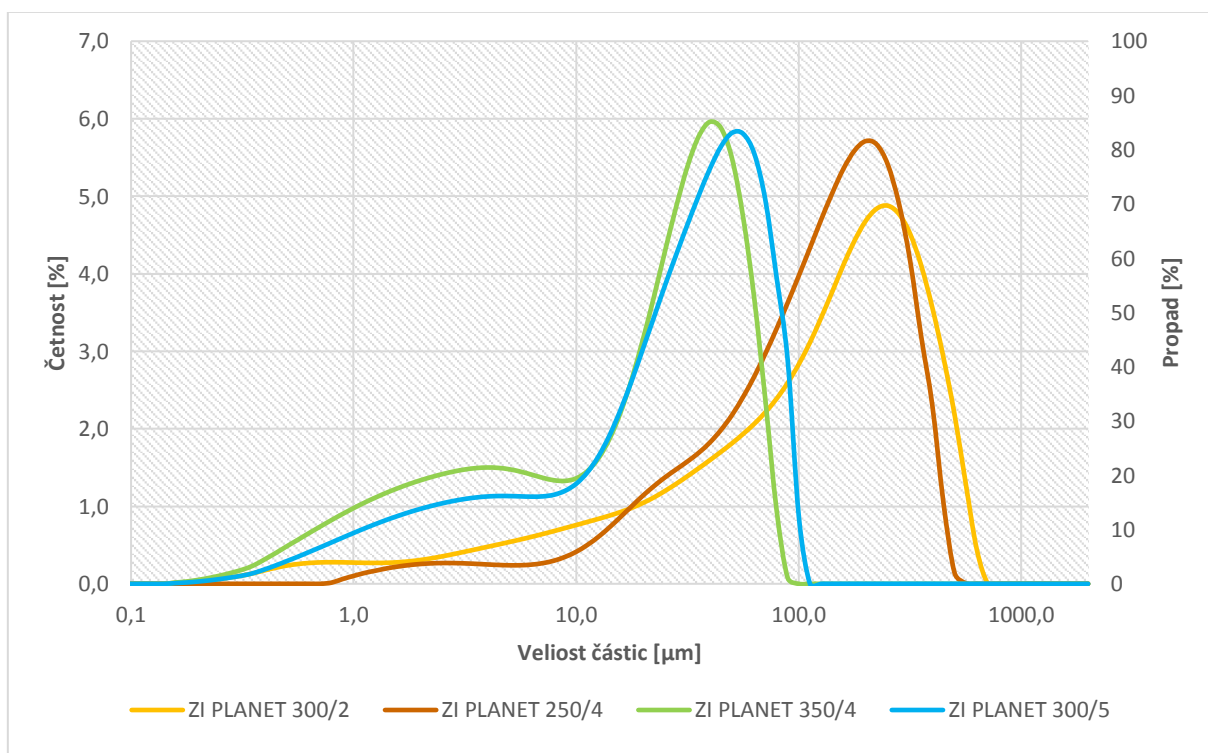
Z Grafů 9 a 10 byla patrná shoda v granulometrii vápence. Tato shoda byla dále zkoumána a nalezena u všech materiálů, které byly použity pro kalibraci optimálního mlecího režimu. Shoda byla nalezena i v následujících Grafech 11 až 16.



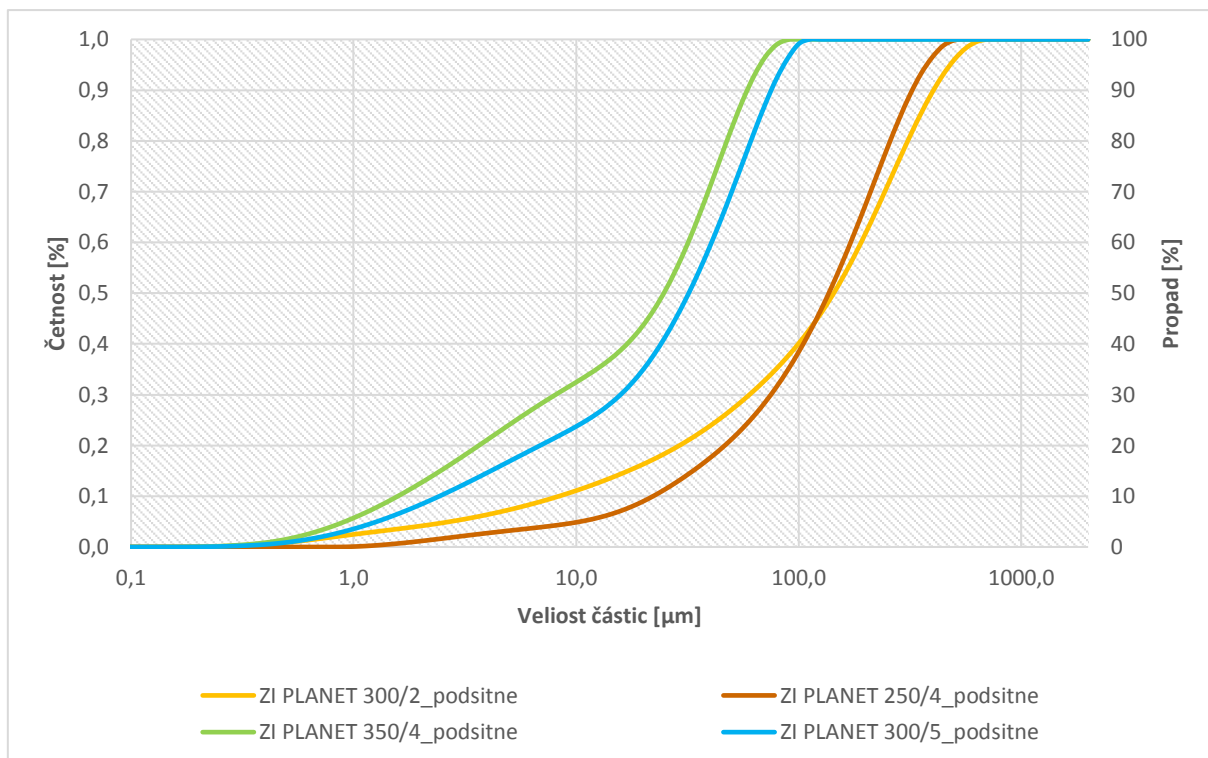
Graf 11 - Křemen – závislost křivek četnosti mezi kombinacemi mlecích parametrů



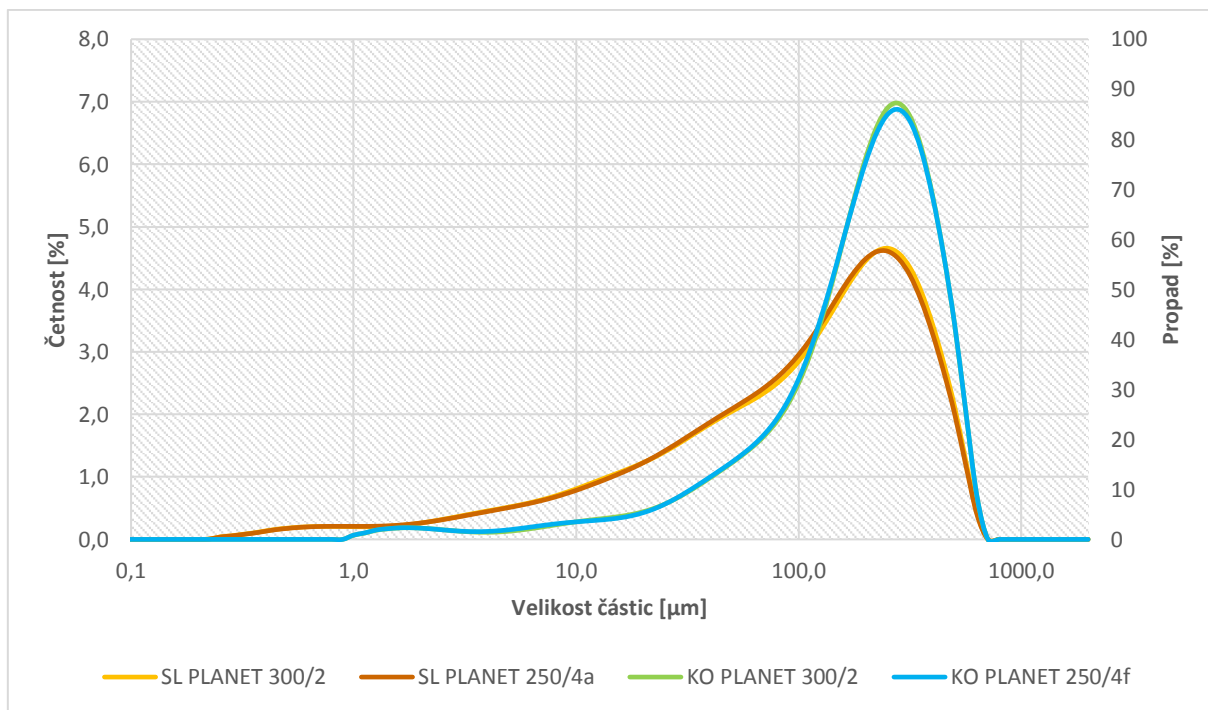
Graf 12 - Křemén – závislost křivek propadu mezi kombinacemi mlecích parametrů



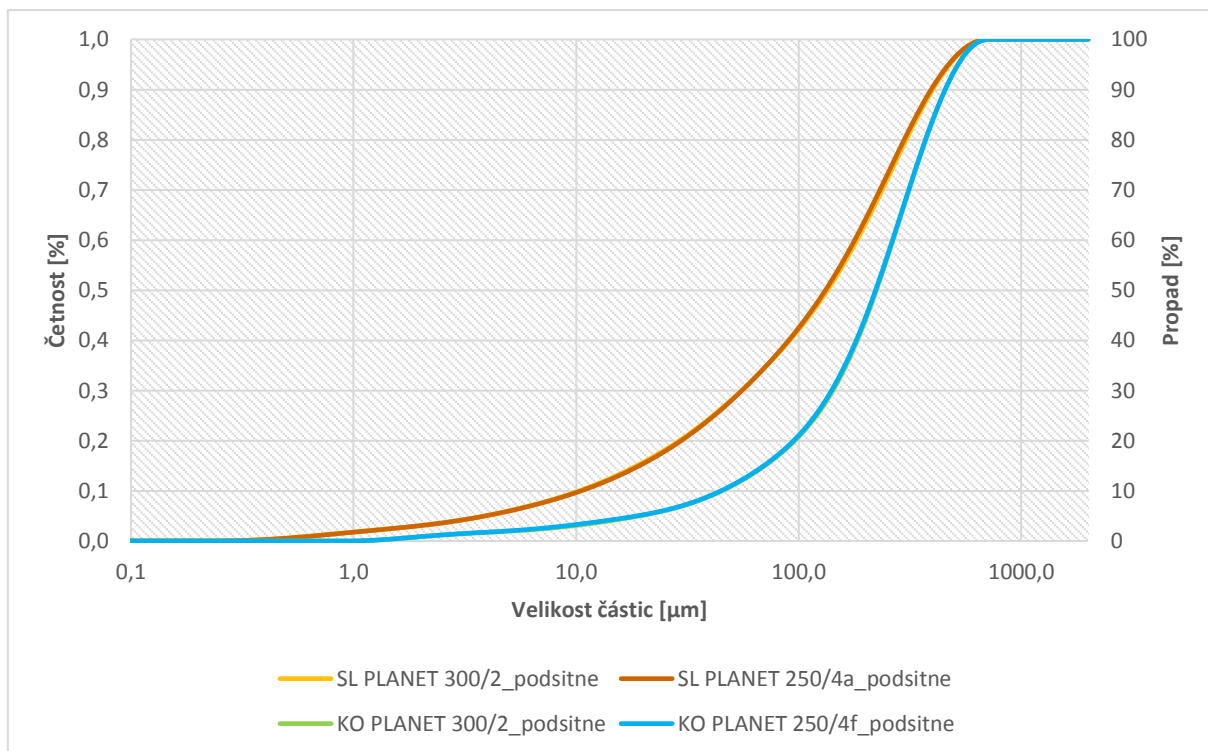
Graf 13 - Živec – závislost křivek četnosti mezi kombinacemi mlecích parametrů



Graf 14 – Živec – závislost křivek propadu mezi kombinacemi mlecích parametrů



Graf 15 – Slínek a korund – závislost křivek četnosti mezi kombinacemi mlecích parametrů



Graf 16 – Slínek a korund – závislost křivek propadu mezi kombinacemi mlecích parametrů

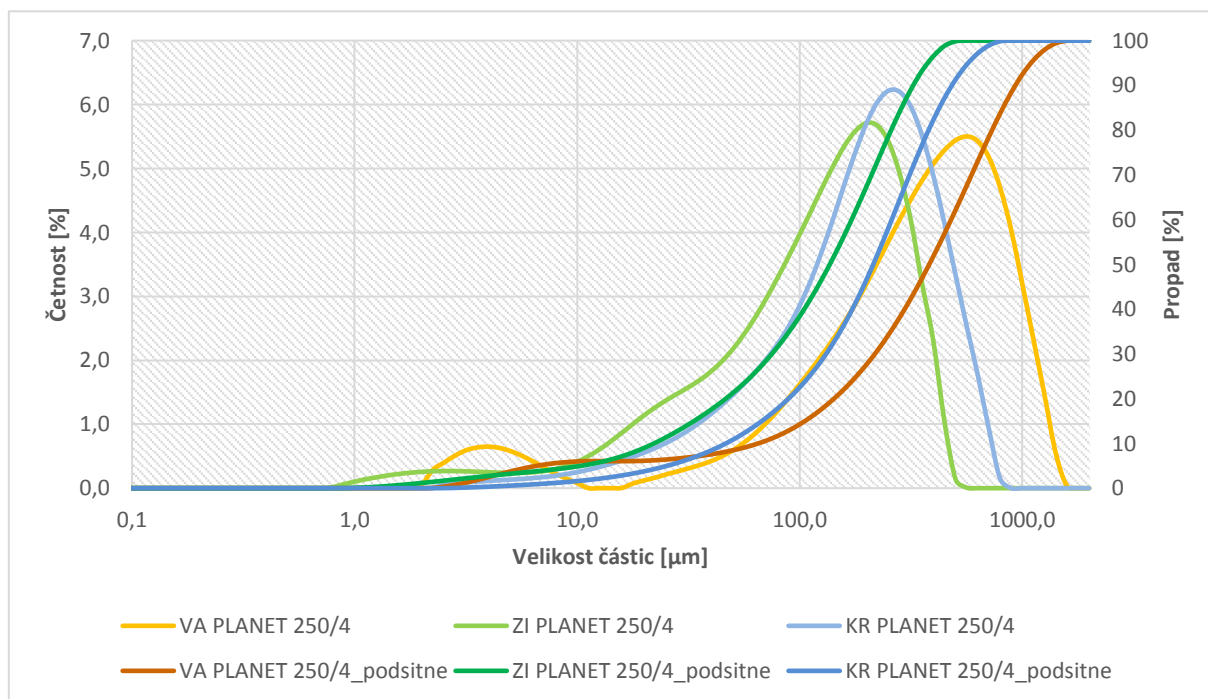
V rámci porovnávání granulometrických křivek a křivek propadu mezi sebou, byly nalezeny závislosti. První z nich byla, že křivka pro kombinaci mlecích parametrů 250/4 a 300/2 mají téměř stejný průběh. Z toho lze usuzovat, že pro dosažení stejně namletého materiálu je možné užít dva mlecí režimy. Jako druhý v pořadí byl objeven téměř identický průběh křivek u mlecího režimu 300/5 a 350/4. Zde můžeme ušetřit 1 minutu mlecího času. Tento jev je pravděpodobně způsoben nedokonalým využitím mlecí energie. Tato energie je při vyšších otáčkách přeměňována na tepelnou (pro nás nežádoucí). Celkově lze konstatovat, že s rostoucí rychlostí otáčení klesá možnost časové úspory při porovnání dvou mlecích režimů. Může se jednat o exponenciální závislost.

Pro vlastní měření byl vybrán mlecí režim 250/4 místo 300/2 a to ze dvou důvodů. Prvním z nich je nižší rychlost otáčení mlýna pro zlepšení využitelnosti mlecí energie. Druhým důvodem byla eliminace vlivu náběhu a brždění mlýna. V době mletí 4 minuty nebudou mít tyto parametry tak razantní vliv jako u 2 minut.

Dalším krokem bylo vytvoření kompilátu pro porovnání jednotlivých minerálů pro mlecí režim. Tyto kompiláty byly vytvořeny pro ověření vhodnosti zvoleného režimu mletí.

Vyhodnocení 250/4

Jako první byly vyhodnoceny křivky minerálů pro mlecí režim 250/4.



Graf 17 – Porovnání křivek pro kombinaci parametrů 250/4 pro vápence, živec a křemen

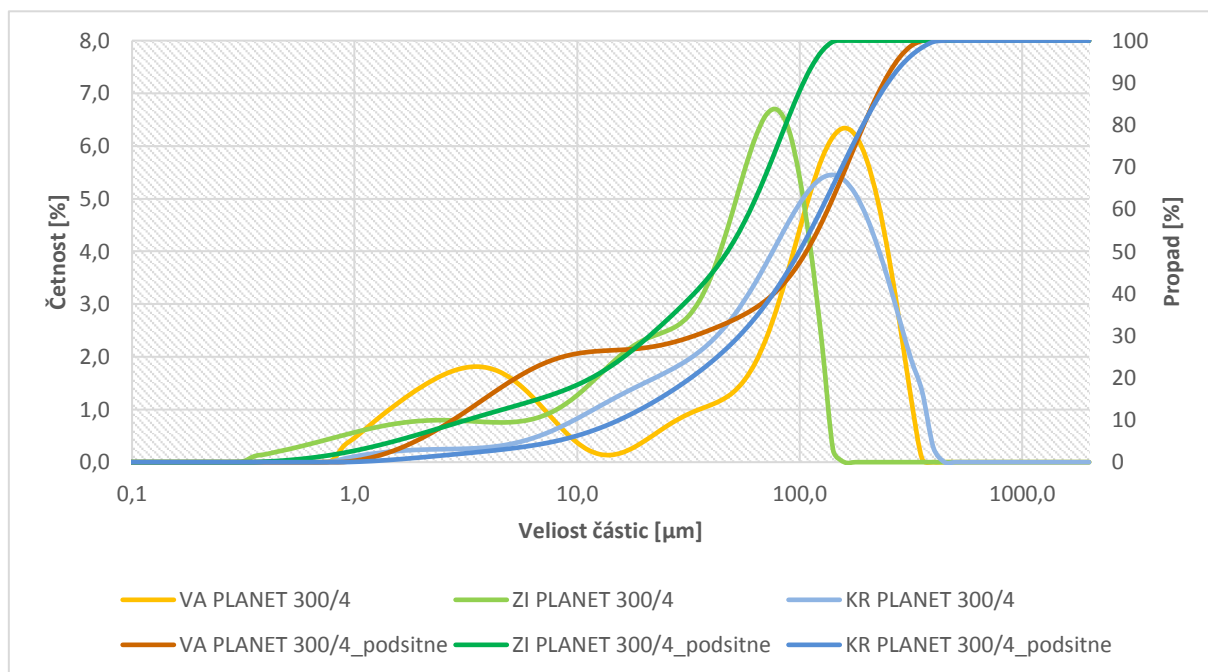
Z Grafu 17 je patrné, že křivky dosahují rovnoměrného nárůstu obsahu zdrobněných částic. U žádného materiálu nedochází k přemílání. U vápence již vznikalo vyšší množství ultrajemných podílů v oblasti 0,001 až 0,010 mm. Dále byl u vápence stanoven téměř dvojnásobný obsah ultrajemných částic pod 0,010 mm oproti živci. U vápence byla hodnota obsahu částic pod 0,020 mm 6,12 % a živce 8,98 %. Rozdíl byl zastoupení u jednotlivých velikostí částic pod 0,020 mm. U křemene byla hodnota stanovena na 3,76 %. Živec vykazoval nejvyšší hodnotu obsahu zrn velikosti 0,063 až 0,090 mm a to 8,94 %. Nejnižší hodnota byla stanovena u vápence a to 3,09 %. Bylo ověřeno, že mlecí čas byl zvolen optimálně, jelikož nedocházelo k přemílání minerálů a vzniků aglomerátů.

Tabulka 20 - Procentuální zastoupení zrn u nové metody – 250/4

Označení	Zastoupení [%]			
	Zrna pod 0,020 mm	0,020 – 0,041 mm	0,041 – 0,063 mm	0,063 – 0,090 mm
VA PLANET 300/4	6,12	1,86	1,81	3,09
ZI PLANET 300/4	8,98	10,35	6,58	8,94
KR PLANET 300/4	3,76	5,79	4,41	6,09

Vyhodnocení 300/4

Jako druhý v pořadí byl vyhodnocen mlecí režim 300/4.



Graf 18 - Porovnání křivek pro kombinaci parametrů 300/4 pro vápenec, živec a křemen

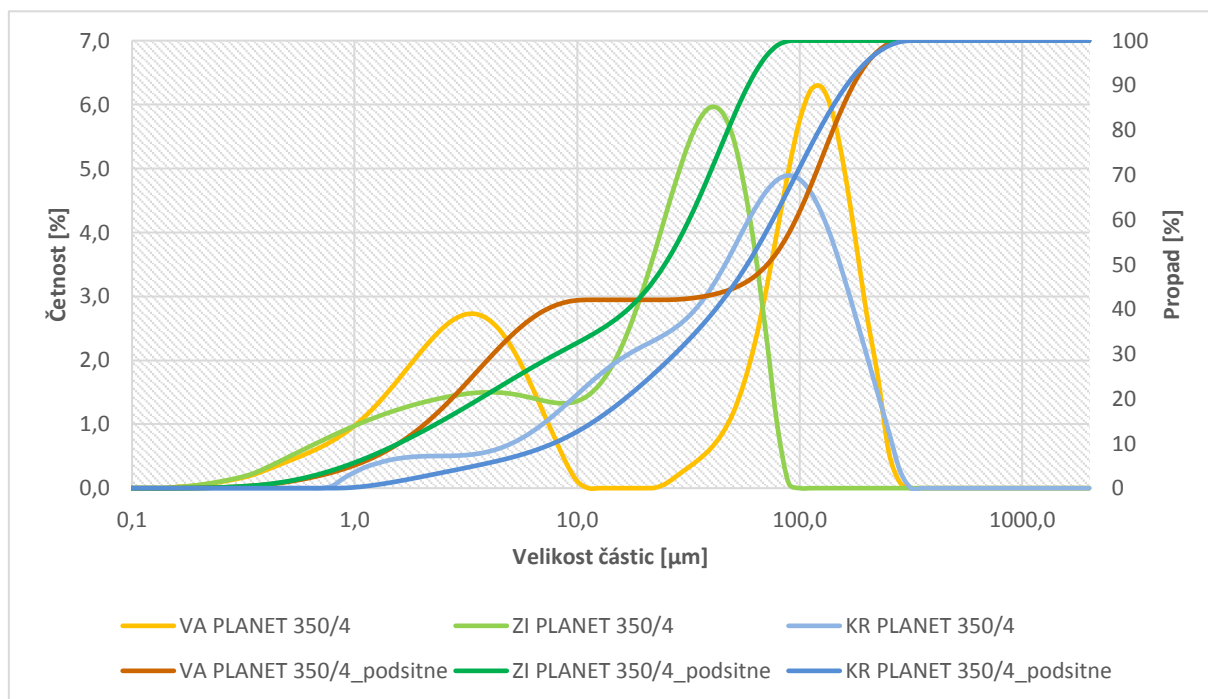
Z Grafu 18 byl na první pohled patrný u živce a křemene rovnoměrný průběh zdrobňování zrn, který je patrný i z hodnot obsahu mezi sledovanými velikostmi zrn (Tabulka 21). U vápence již vznikalo vyšší množství ultrajemných podílů v oblasti 0,001 až 0,010 mm. Dále byl u vápence stanoven téměř dvojnásobný obsah ultrajemných částic pod 0,010 mm oproti živci. U vápence byla hodnota obsahu částic pod 0,020 mm 27,10 % a živce 28,85 %. Tyto hodnoty byly takřka shodné. Rozdíl byl v zastoupení u jednotlivých velikostí částic pod 0,020 mm. U křemene byla hodnota stanovena na 12,99 %. Živec vykazoval nejvyšší hodnotu obsahu zrn velikosti 0,063 až 0,090 mm a to 13,28 %. Nejnižší hodnota byla stanovena u vápence a to 5,32 % (již docházelo k velkému zjemnění částic).

Tabulka 21 - Procentuální zastoupení zrn u nové metody – 300/4

Označení	Zastoupení [%]			
	Zrna pod 0,020 mm	0,020 – 0,041 mm	0,041 – 0,063 mm	0,063 – 0,090 mm
VA PLANET 300/4	27,10	5,42	4,06	5,32
ZI PLANET 300/4	28,85	19,17	14,41	13,28
KR PLANET 300/4	12,99	12,97	8,33	7,95

Vyhodnocení 350/4

Jako třetí v pořadí byl vyhodnocen mlecí režim 350/4.



Graf 19 - Porovnání křivek pro kombinaci parametrů 350/4 pro vápenec, živec a křemen

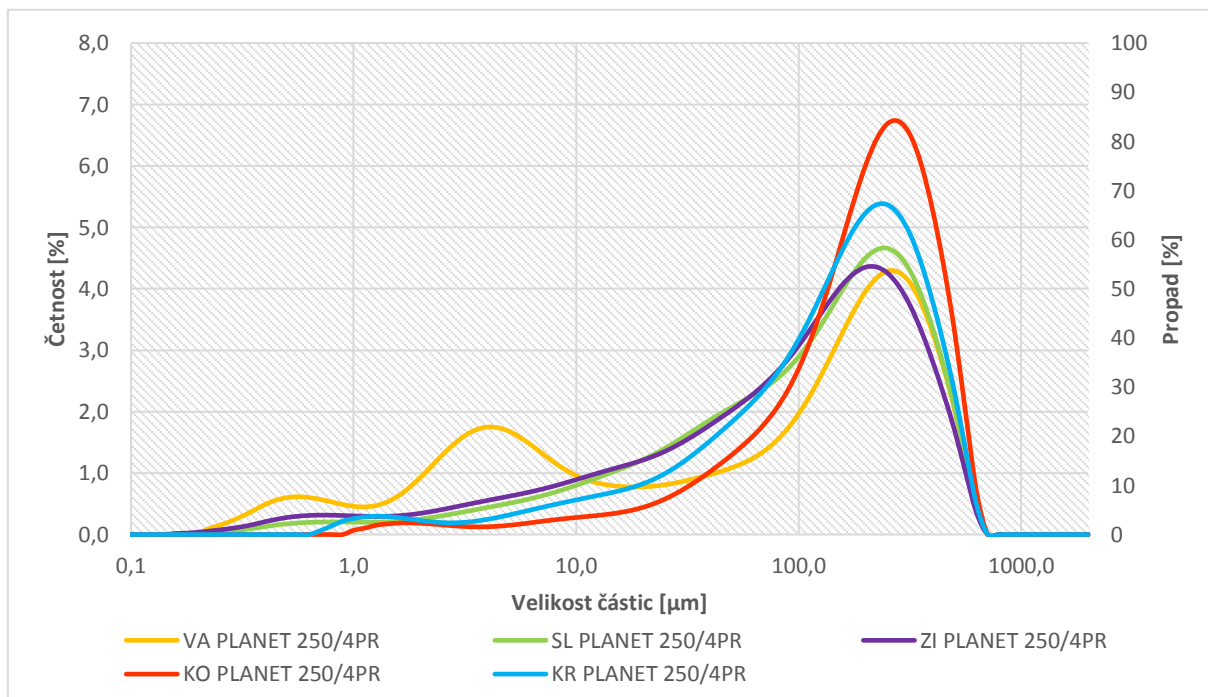
Z Grafu 19 byl na první pohled patrný vznik aglomerátů u vápence, což je nežádoucí (oblast mimo platnost Rittingerovy hypotézy). U živce a křemene aglomeráty nevznikají. Dále byl u vápence a živce stanoven téměř dvojnásobný obsah ultrajemných částic pod 0,020 mm. U vápence byla tato hodnota 42,08 % a u živce 43,66 %. U křemene byla tato hodnota stanovena na 23,60 %. Křemen vykazoval nejvyšší hodnotu obsahu zrn velikosti 0,063 až 0,090 mm a to 13,85 %. Nejnižší hodnota byla stanovena u živce a to 6,99. Dále bylo z grafu patrné, že se křivky mezi sebou nedají korektně porovnat, jelikož jsou velmi různorodé. Jediný křemen vykazoval rovnoměrný nárůst obsahu zdrobněných částic. U vápence i živce bylo již patrné přemílání za vzniku ultrajemných podílů.

Tabulka 22 - Procentuální zastoupení zrn u nové metody – 350/4

Označení	Zastoupení [%]			
	Zrna pod 0,020 mm	0,020 – 0,041 mm	0,041 – 0,063 mm	0,063 – 0,090 mm
VA PLANET 350/4	42,08	1,69	3,68	9,47
ZI PLANET 350/4	43,66	33,18	16,09	6,99
KR PLANET 350/4	23,60	18,18	11,12	13,85

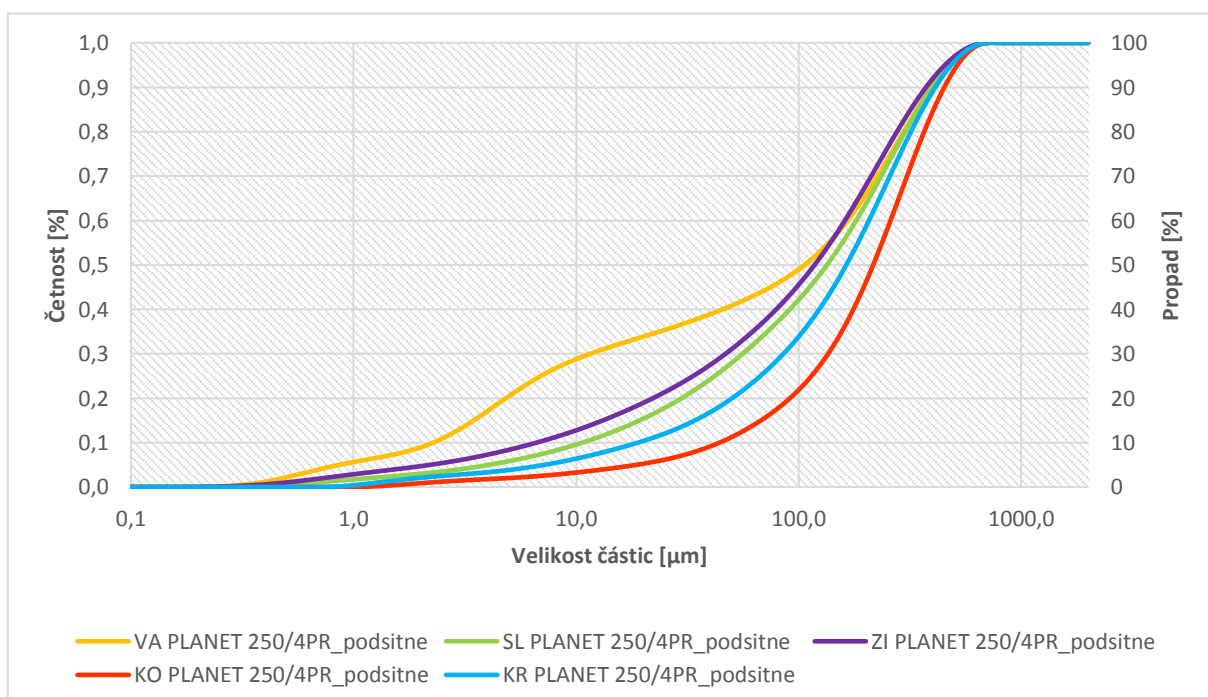
4.4.2 Vlastní mletí na optimalizované otáčky 250/4

Po stanovení optimálního režimu mletí byla provedena verifikace vhodnosti pomocí slínku (5 mletí). Dále byla provedena sada 5 měření pro každý kalibrační materiál.



Graf 20 – Porovnání křivek získaných vyvíjenou metodou

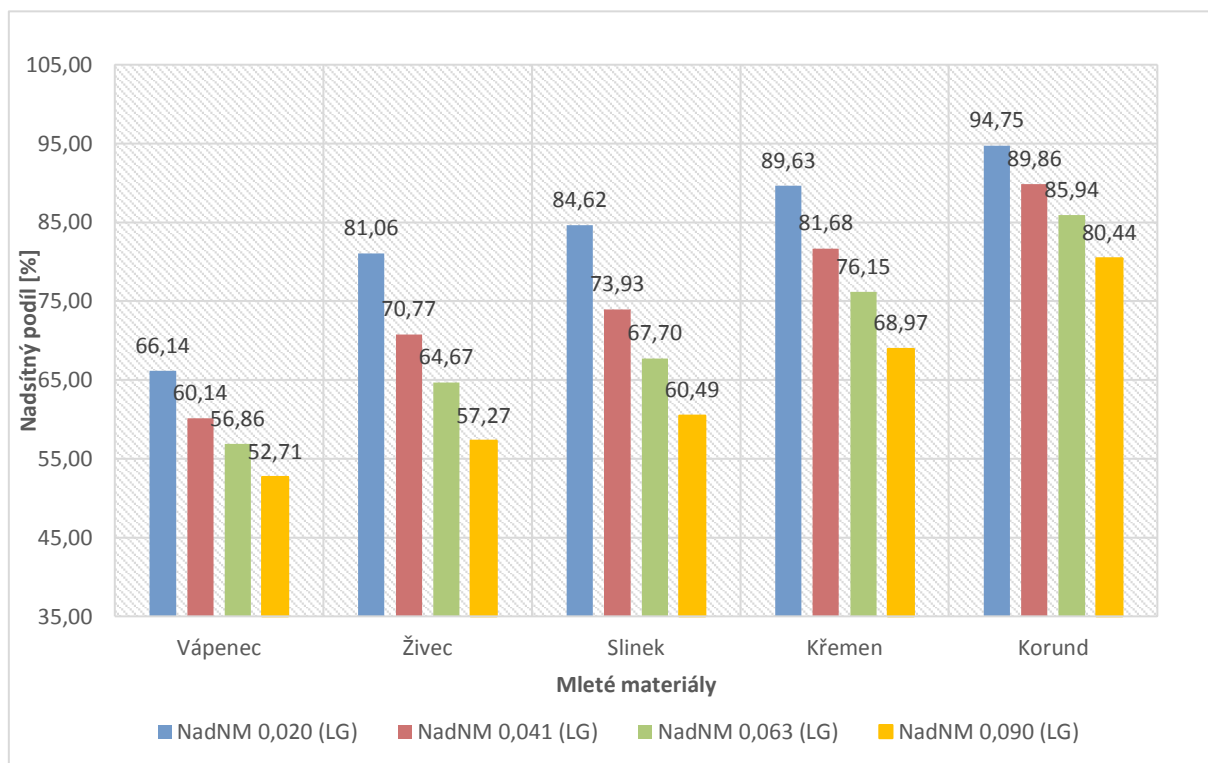
Z Grafu 20 a 21 bylo patrné, že jsou materiály namílány rovnoměrně bez vzniku aglomerátu. Nacházíme se tedy v oblasti platnosti Rittingerovy hypotézy.



Graf 21 – Porovnání křivek propadu získaných vyvíjenou metodou

4.4.3 Stanovení indexu melitelnosti

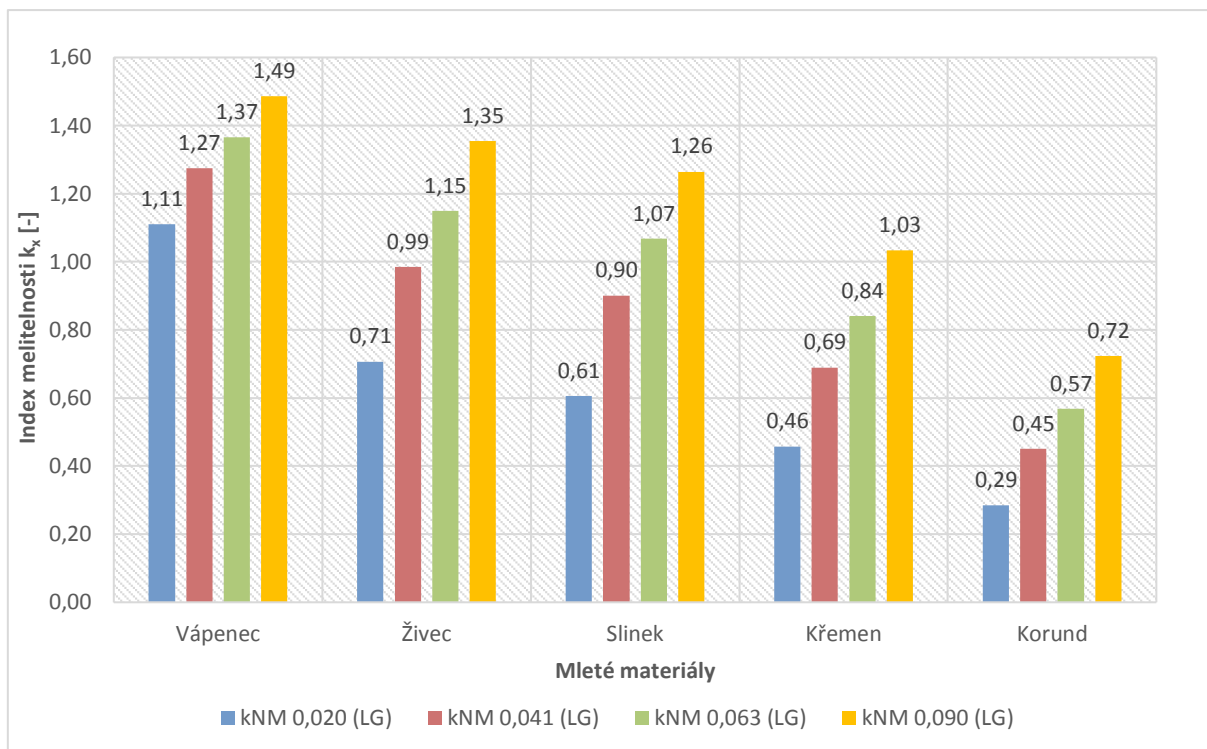
Jako první byly porovnány průměrné hodnoty nadsítných podílů a následně indexy melitelnosti byly vypočteny dle vztahu (35). Nadsítné podíly i indexy byly stanoveny pomocí laserové granulometrie.



Graf 22 – Porovnání nadsítných podílů u vyvíjené metody (LG)

U korundu byla pozorována nejvyšší průměrná hodnota nadsítného podílu na síť 0,090 mm, jeho hodnota činila 80,44 %. Nejnížší zjištěná průměrná hodnota nadsítného podílu byla zjištěna u vápence, hodnota činila jen 52,71 %. U živce byla stanovena průměrná hodnota nadsítného podílu 57,27 % a u křemene 68,97 %. Při porovnání podílů bylo patrné, že hodnoty podsítných podílů u čistých minerálů korespondují s hodnotami relativní tvrdosti. U slínku byla zjištěna průměrná hodnota nadsítného podílu 60,49 %. Předpoklad byl, že se hodnota bude pohybovat mezi hodnotami pro živec a křemen. Tento předpoklad byl potvrzen. S největší pravděpodobností byl tento jev způsoben jemnějším namletím slínku, kdy se již mohly mlet zrna samotných minerálů, která jsou kompaktní.

Z Grafu 22 bylo vyhodnoceno, že průměrné hodnoty nadsítných podílů u sít 0,020 mm, 0,041 mm a 0,063 mm vykazují shodný trend jako u síta 0,090 mm. Nejvyšší hodnoty nadsítného podílu vykazuje korund, nejnižší pak vápenec. Opět byl potvrzen fakt, že se hodnota podsítného podílu u slínku nachází mezi hodnotami pro živec a křemen u všech sít.

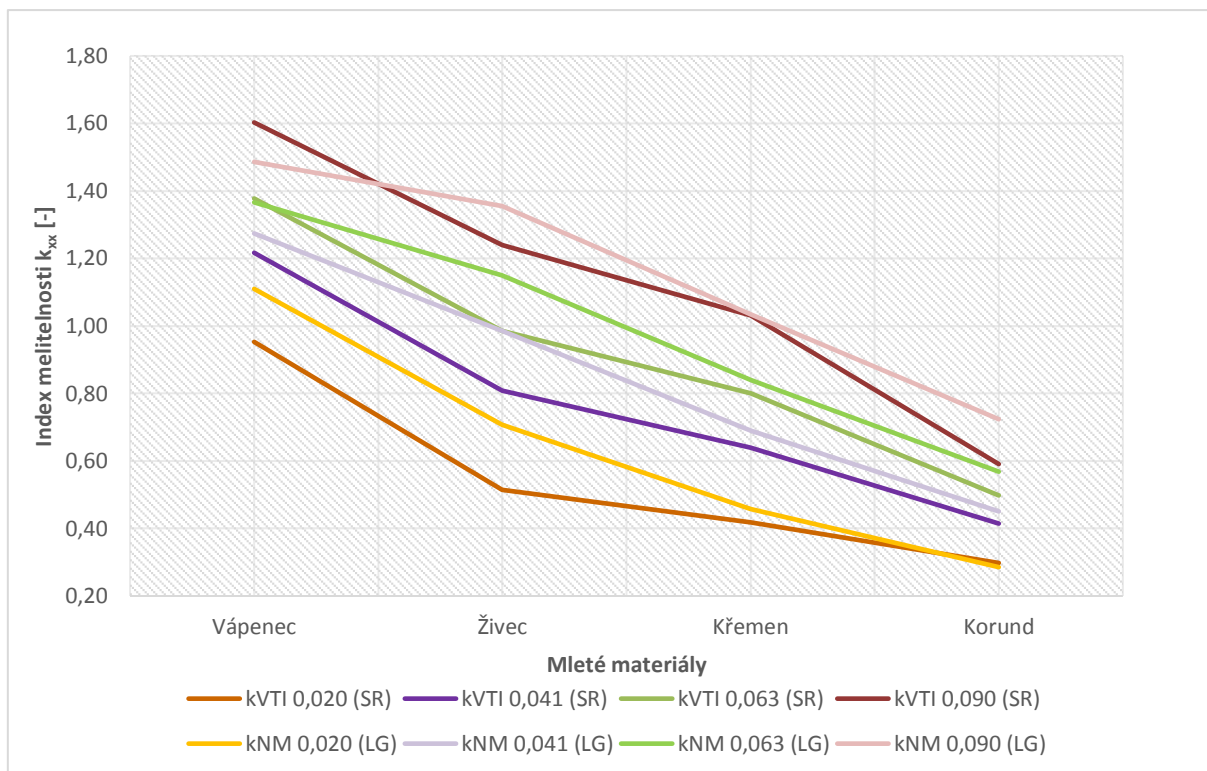


Graf 23 - Porovnání indexů melitelností k_{NM} u vyvíjené metody (LG)

Z Grafu 23 byly zjištěny následující průměrné hodnoty indexů melitelnosti. Nejvyšších hodnot opět dosahoval korund s průměrnou hodnotou $k_{NM\ 0,090} = 0,72$, což se těsně blížilo hraniční oblasti pro středně s nesnadno melitelné materiály u VTI metody. Vápenec měl nejvyšší průměrnou hodnotu indexu melitelnosti $k_{VTI\ 0,090} = 1,49$, což se blížilo hranici pro snadno melitelné materiály u VTI metody. U živce byla zjištěna průměrná hodnota $k_{NM\ 0,090} = 1,35$. Pro křemen byla vypočtena průměrná hodnota $k_{NM\ 0,090} = 1,03$. U slínku byl předpoklad, že se bude hodnota nacházet mezi hodnotami živce a křemene. Tento předpoklad byl potvrzen. U slínku byla zjištěna průměrná hodnota indexu melitelnosti $k_{VTI\ 0,090} = 1,26$. Patrná příčina je uvedena více v komentáři průměrných hodnot nadsítných podílů.

4.5 POROVNÁNÍ INDEXŮ MELITELNOSTI

Další bodem ve vývoji nové metody bylo hledání možné závislosti mezi hodnotami získanými pomocí metody VTI a hodnotami získanými vyvíjenou metodou. Byly sledovány spojnice trendů u indexů melitelnosti pro jednotlivé materiály, které byly stanoveny pomocí síťového rozboru u VTI a laserové granulometrie u nově vyvíjené metody. Pro porovnání byly využity hodnoty základních kalibračních minerálů.



Graf 24 - Porovnání indexů melitelnosti u $k_{VTI} (SR)$ a $k_{NM} (LG)$

Z Grafu 24 je patrné, že křivky jsou si podobné. V Tabulce 23 jsou uvedeny stanovené absolutní hodnoty odchylek měření. U indexů $k_{NM} (LG)$ je patrná vyšší přesnost měření než u $k_{VTI} (SR)$. Tato skutečnost může být způsobena uvolňujícími se částicemi, které se v průběhu provádění síťových rozborů uvolnily do vzorků. I přes všechno snahu, nebyly síta dokonale vyčištěna.

Tabulka 23 - Hodnoty odchylek při porovnání hodnot $k_{VTI} (LG)$ a $k_{NM} (LG)$

Označení	Porovnání $k_{VTI} (SR)$ a $k_{NM} (LG)$ – odchylka [%]				
	0,020 mm	0,041 mm	0,063 mm	0,090 mm	
Vápenec	16	5	1	7	7
Živec	37	22	17	9	21
Slínek	24	5	2	8	10
Křemen	9	8	5	0	6
Korund	4	9	14	22	12
	18	10	8	10	11

Z Grafu 24 a Tabulky 23 je patrné, že odchylky nejsou moc velké. Pro tyto síta byly stanovené celkové odchylky v absolutní hodnotě nejmenší. U síta 0,041 mm a 0,090 mm 10 % a u síta 0,063 mm byla odchylka 8 %. U síta 0,020 mm byla odchylka 18 %. Při hodnocení odchylek vztažených k materiálům, byly vypočteny následující hodnoty. U vápence a křemen byly dosaženy nejmenší odchylky a to 7 % a 6 %. Nejvyšší hodnota byla dosažena u živce 21 %. S největší pravděpodobností byla tak vysoká hodnota způsobena nevhodným tvarovým

indexem živce (částice tvaru jehliček a destiček). Celková odchylka měření indexu $k_{VTI (SR)}$ od $k_{NM (LG)}$ byla stanovena na 11 %. Tato hodnota je vyhovující a můžeme konstatovat, že laserová granulometrie spolu korespondují. Jednalo se o srovnání dvou různých metod vyhodnocení. Vysoké hodnoty odchylek u korundu jsou s největší pravděpodobností způsobeny díky následujícím důvodům. Primárně je metoda VTI byla určena pro mletí měkkých a středně tvrdých materiálů. Korund je tvrdý materiál a je možné, že docházelo k namílání porcelánových mlecích těles a nádoby korundem. Kdežto kapsle a mlecí tělesa použité pro vývoj nové metody jsou z odolné oceli.

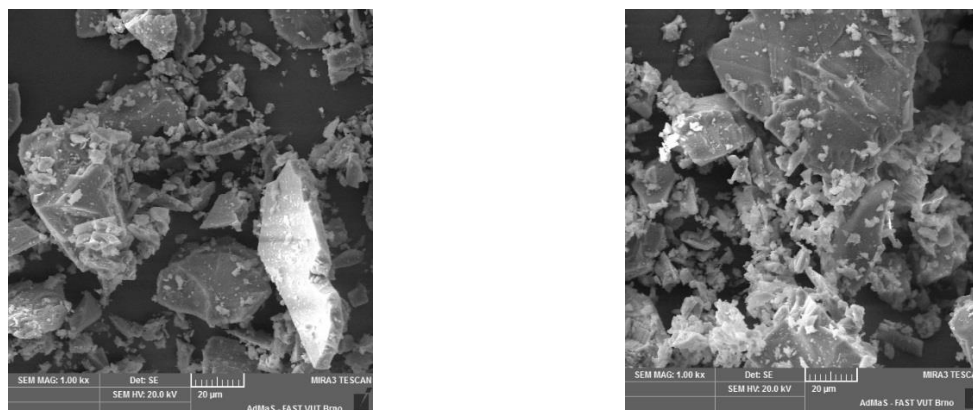
Z výše uvedených poznatků lze usuzovat, že bude možné zachovat hranice tříd melitelnosti u síta 0,090 mm, které jsou zpracovány pro metodu VTI. Pro ostatní síta musí být provedený přepočet, který jsem schopni spočítat díky stanoveným hodnotám indexů melitelnosti pro vápenec, křemen a korund (materiály vyskytující se na hranicích jednotlivých tříd).

Tabulka 24 – Přepočtené hodnoty indexů melitelnosti pro třídění materiálů u nové metody

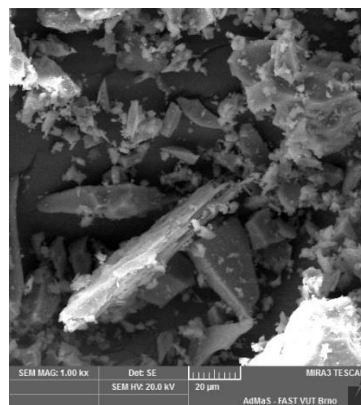
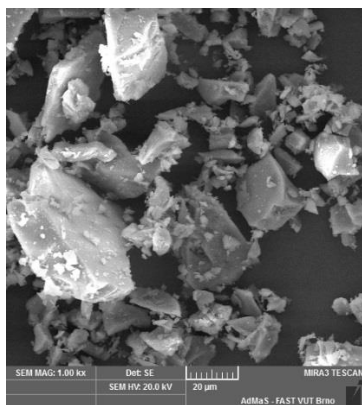
Označení	Hranice tříd indexů melitelnosti		
	Nesnadno melitelné	Středně melitelné	Snadno melitelné
Nadsítné pro 0,090 mm	< 0,8	0,8 až 1,8	> 1,8
Nadsítné pro 0,063 mm	< 0,91	0,91 až 1,38	> 1,78
Nadsítné pro 0,041 mm	< 0,89	0,89 až 1,87	> 1,87
Nadsítné pro 0,020 mm	< 0,77	0,77 až 2,10	> 2,10

4.6 MIKROSKOPICKÉ SNÍMKY

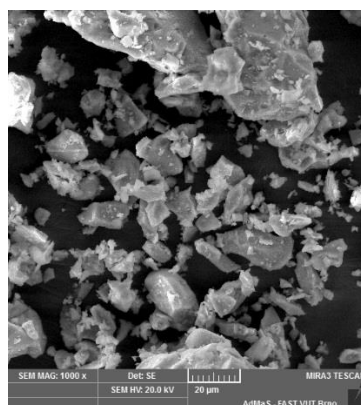
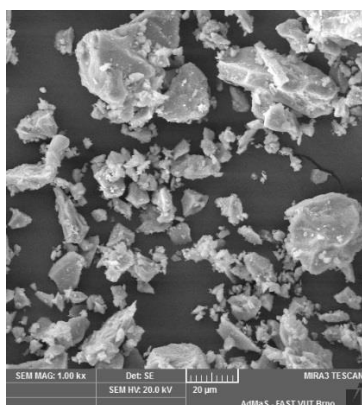
Pro informaci, jak vypadá tvar zrn po namletí byly provedeny mikroskopické snímky u jednotlivých materiálů namletých pomocí obou metod.



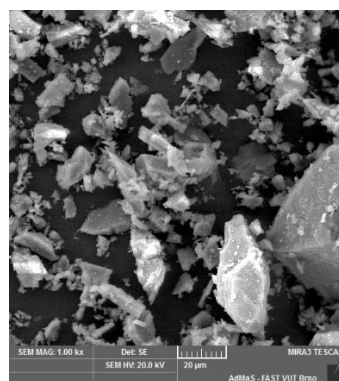
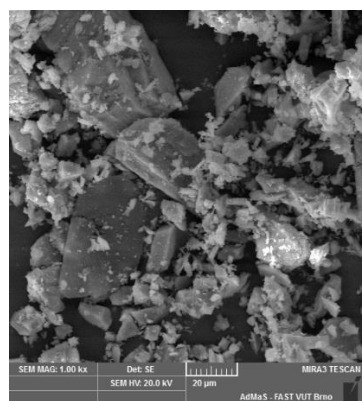
Obrázek 36 – Porovnání zrn pro korund (vlevo – planetový mlýn, vpravo – VTI)



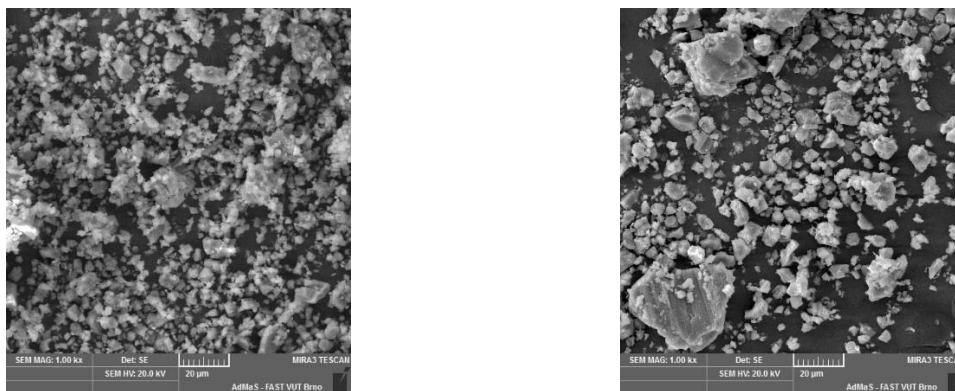
Obrázek 37 - Porovnání zrn pro křemen (vlevo – planetový mlýn, vpravo – VTI)



Obrázek 38 - Porovnání zrn pro slínek (vlevo – planetový mlýn, vpravo – VTI)



Obrázek 39 - Porovnání zrn pro živec (vlevo – planetový mlýn, vpravo – VTI)



Obrázek 40 – Porovnání zrn pro vápenec (vlevo – planetový mlýn, vpravo – VTI)

Pro zjištění tvorů zrn bylo použito 1000x zvětšení. Ze snímků pořízených na elektronovém mikroskopu je patrná objemnější zastoupení menších částic u vyvíjené metody. U metody VTI jsou zastoupeny částice hrubší. Nejpatrnější je tato skutečnost u vápence.

Dále jsou zrna u korundu a křemene ostrohranná, což svědčí o jejich tvrdosti a křehkosti. Rozpojují se většinou U slínku jsou patrné zakulacené hrany zrn, jelikož se z větší části mele pomocí tření oproti křemeni nebo korundu. U živce jsou zrna ostrohranná. Mají podélný tvar způsobený jeho přednostní štěpností. U vápence jsou zrna oblá, jelikož se jedná o měkký minerál.

5 DISKUZE

V diplomové práci byly vytyčeny dva hlavní cíle. Prvním cílem bylo vyvinutí nové moderní a rychlé metody pro stanovení indexu melitelnosti pro středně tvrdé a tvrdé silikátové materiály. Dalším cílem bylo porovnání, zda nová metoda koresponduje s komerčně užívanou metodou VTI.

5.1 MELITELNOST DLE VTI

Jako první bylo provedeno vyhodnocení výsledků dle normového postupu za využití síťového rozboru. Z porovnání průměrných hodnot nadsítných podílů na síti 0,090 mm (SR), byl patrný stoupající trend. U nejtvrďšího minerálu (korund) byla hodnota nadsítného podílu nejvyšší a u nejměkčího materiálu (vápenec) nejnižší (hodnoty korespondují s relativní i absolutní tvrdostí minerálů). Následně bylo vyhodnoceno, že průměrné hodnoty nadsítných podílů u sít 0,020 mm, 0,041 mm a 0,063 mm vykazují shodný vývoj jako u síta 0,090 mm. Důvodem je, že se jedná o čisté a kompaktní minerály. U slínku byla zjištěna průměrná hodnota nadsítného podílu nižší než u živce. Předpoklad byl, že se hodnota bude pohybovat mezi hodnotami pro živec a křemen. Tento předpoklad se nepotvrdil. Jednou z příčin může být nižší relativní tvrdost slínku, která může být způsobena morfologií slínku. Slínek je pórovitý slepenec, který se skládá z více komponentů. U síta 0,020 mm je průměrná hodnota nadsítného podílu slínku mezi hodnotami pro živec a křemen. Tento fakt může být způsoben tím, že dochází k mletí ultrajemných částic. Lze předpokládat, že v této fázi již dochází k mletí kompaktních jemných zrn slínku nebo slínkových minerálů. Dle vypočtených indexů byly jednotlivé materiály zařazeny do příslušných tříd pro příslušné nadsítné podíly. Korund byl jako jediný zástupce zařazen do kategorie nespolehlivě melitelných materiálů. Ostatní materiály byly zařazeny do kategorie středně melitelných materiálů. U nejtvrďšího minerálu (korund) byla hodnota indexu melitelnosti nejnižší a u nejměkčího materiálu (vápenec) nejvyšší (hodnoty korespondují s relativní i absolutní tvrdostí minerálů). U slínku byl předpoklad, že se bude hodnota nacházet mezi hodnotami živce a křemene. Tento předpoklad nebyl u normového vyhodnocení potvrzen. Důvody jsou uvedeny shodně jako v předchozím odstavci.

Jako druhé bylo použito vyhodnocení pomocí laserové granulometrie. Kde se potvrdily obdobné trendy hodnoty uvedené v předchozím odstavci. Pouze u síta velikosti 0,041 mm byla průměrná hodnota nadsítného podílů a následně hodnota indexu melitelnosti v rozmezí hodnot po živec a křemen. Uvažovaná příčina je vychází ze stejných důvodu jako u vyhodnocení pro síťový rozbor. Dalším faktorem je, že vyhodnocení pomocí laserové granulometrie bude přesnější.

Dalším krokem bylo porovnání výsledků získaných pomocí síťového rozboru a laserové granulometrie. Při porovnání hodnot bylo všeobecně patrné, že pro daná síta jsou průběhy spojnic průměrných hodnot indexů melitelnosti zjištěné síťovým rozbohem a laserovou granulometrií takřka shodné. U sít 0,041 mm, 0,063 mm a 0,090 mm je tato závislost zřejmá. Pro tyto síta byly stanovené celkové odchylky v absolutní hodnotě nejnížší. U síta 0,041 mm byla odchylka 7 %. U síta 0,063 mm byla odchylka 4 % a u síta 0,090 mm 5 %. U síta 0,020 mm byla odchylka stanovena na 18 %. Celková odchylka měření indexu $k_{VTI(LG)}$ od $k_{VTI(SR)}$ byla stanovena na 8 %. Tato hodnota je vyhovující a můžeme konstatovat, že laserová granulometrie může plně nahradit síťový rozbor. Tento poznatek byl již uveden v předchozím výzkumu. Dále lze prohlásit, že vysoké odchylky mohou být způsobeny nepřesným měřením pomocí síťového rozboru. Dalším možným zdrojem chyb je použitelnost metody. Metoda VTI byla určena pro mletí měkkých a středně tvrdých materiálů. Korund je tvrdý materiál a je možné, že docházelo k namílání mlecích těles korundem.

5.2 MELITELNOST PRO VYVÍJENOU METODU

Z vyhodnocení granulometrie pro jednotlivé materiály byly patrné následující fakty. Stanovené kombinace 200 ot/min s různou délkou mletí takřka nemelou a jsou pro další použití nevhodné. Kombinace 250 ot/min a různá délka mletí již vykazuje stupeň zdrobnění. Pro všechny kalibrační minerály byly vyhodnoceny doby mletí 1 a 2 minuty jako málo účinné, jelikož nedocházelo k dostatečnému namletí částic. U křivek s dobou mletí 3, 4 a 5 minut již byly pozorovány změny v zastoupení částic a tvorba jemných podílů u vápence. Netvořily se aglomeráty. Pro kombinaci 300/1 byl stupeň zdrobnění vyhodnocen jako nízký. U mlecích časů 2, 4 a 5 minut bylo pozorováno snižování velikosti částic a nárůst jemných podílů pod 0,020 mm. Netvořily se aglomeráty. Pro rychlost otáčení 350 ot/min byl mlecí čas všech materiálů vyhodnocen jako málo účinný i při použití vyšší rychlosti otáčení. U vápence byl

sledován značný nárůst jemných podílů pod 0,020 mm pro mlecí časy 3, 4 a 5 minut. U křivky VA PLANET 350/4 byl pozorován vysoký nárůst obsahu zrn velikost cca 1 mm. Tento fakt může být způsoben vznikem aglomerátů, což je nežádoucí. U živce a křemene nebyl pozorován vznik aglomerátů. Pro kombinaci rychlosti otáčení 400 ot/min a různou dobu mletí byl u vápence vypořádován vznik velkého množství aglomerátů u všech dob mletí. Při mletí pravděpodobně docházelo k natloukání a následného roztloukání aglomerátů. U živce je patrný vysoký nárůst ultrajemných podílů. Aglomeráty nevznikají. U křemene jsou křivky četnosti přehledné. Je patrný rovnoměrný nárůst zdrobněných částic a absence aglomerátů.

Z výše uvedených poznatků byl proveden předvýběr vhodných otáček mletí. Pro další porovnání byly vybrány otáčky 250ot/min, 300ot/min a 350 ot/min. U těchto hodnot jsme se při mletí nacházeli v oblasti platnosti Rittingerovy hypotézy (nevznikaly aglomeráty).

V rámci porovnávání granulometrických křivek a křivek propadu mezi sebou, byly nalezeny závislosti. První z nich byla, že křivka pro kombinaci mlecích parametrů 250/4 a 300/2 mají téměř stejný průběh. Z toho lze usuzovat, že pro dosažení stejně namletého materiálu je možné užít dva mlecí režimy. Časová úspora činila 2 minuty. Jako druhý v pořadí byl objeven téměř identický průběh křivek u mlecího režimu 300/5 a 350/4. Zde můžeme ušetřit 1 minutu mlecího času. Celkově lze konstatovat, že s rostoucí rychlosti otáčení klesá možnost časové úspory při porovnání dvou mlecích režimů (díky neefektivnímu využití mlecí energie).

Pro vlastní měření byl vybrán mlecí režim 250/4. Nižší otáčky umožňují efektivnější využití mlecí energie a delší doba mletí eliminuje vliv náběhu a brždění mlýna.

Dalším krokem bylo vyhodnocení indexů melitelnosti pro nově vyvíjenou metodu. U korundu byla pozorována nejvyšší průměrná hodnota nadsítného podílu na všech sítích. Nejnižší zjištěná průměrná hodnota nadsítného podílu byla zjištěna u vápence. U slínku byl předpoklad, že se hodnota bude pohybovat mezi hodnotami pro živce a křemen. Tento předpoklad byl potvrzen. S největší pravděpodobností byl tento jev způsoben jemnějším namletím slínku, kdy se již mohly mlet kompaktní zrna samotných minerálů. Dále průměrné hodnoty nadsítných podílů u sít 0,020 mm, 0,041 mm a 0,063 vykazují shodný trend jako u síta 0,090 mm.

U indexů melitelnosti nejvyšších průměrných hodnot opět dosahoval korund s průměrnou hodnotou $k_{NM\ 0,090} = 0,72$, což se těsně blížilo hraniční oblasti pro středně s nesnadno melitelné materiály u VTI metody. Vápenec měl nejnižší průměrnou hodnotu indexu melitelnosti $k_{VTI\ 0,090} = 1,49$, což se blížilo hranici pro snadno melitelné materiály u VTI metody. Lze tedy usuzovat, že bude možné hranice pro síto 0,090 mm zachovat pro novou metodu. U slínku byl předpoklad, že se bude hodnota nacházet mezi hodnotami živce a křemene. Tento předpoklad byl potvrzen. Patrná příčina je uvedena více v komentáři průměrných hodnot nadsítných podílů.

V poslední části práce byly porovnány indexy melitelnosti stanovené komerční metodou VTI s výsledky získanými vyvíjenou metodou. Spojnice hodnoty si byly podobné. U indexů $k_{MN\ (LG)}$ je patrná vyšší přesnost měření než u $k_{VTI\ (SR)}$. Tato skutečnost může být způsobena uvolňujícími se částicemi, které se v průběhu provádění síťových rozborů uvolnily do vzorků. I přes všechnu snahu, nebyly síta dokonale vyčištěna.

Bylo zjištěno, že odchylky nejsou moc velké. Pro tyto síta 0,041 mm, 0,063 mm a 0,090 mm byly odchylky velmi podobné 8 – 10 %. U síta 0,020 mm byla odchylka 18 %. Při hodnocení odchylek vztažených k materiálům, byly zjištěny následující fakta. U vápence a křemen byly dosaženy nejnižší odchylky. Nejvyšší hodnota byla dosažena u živce. Celková odchylka měření indexu $k_{VTI\ (SR)}$ od $k_{NM\ (LG)}$ byla stanovena na 11 %. Tato hodnota je vyhovující a můžeme konstatovat, že laserová granulometrie spolu korespondují. Vysoké hodnoty odchylek u korundu jsou s největší pravděpodobností způsobeny díky následujícím důvodům. Primárně je metoda VTI byla určena pro mletí měkkých a středně tvrdých materiálů. Korund je tvrdý materiál a je možné, že docházelo k namílání porcelánových mlecích těles a nádoby korundem. Kdežto kapsle a mlecí tělesa použité pro vývoj nové metody jsou z odolné oceli.

Z výše uvedených poznatků lze usuzovat, že bude možné zachovat hranice tříd melitelnosti u síta 0,090 mm, které jsou zpracovány pro metodu VTI. Pro ostatní síta musel být provedený přepočít.

Dále byl pomocí mikroskopických snímků ověřen předpokládaný tvar zrn. U tvrdých materiálů byly zrna ostrohranná a u měkkých zaoblená.

6 ZÁVĚR

Cíle práce byly splněny. Výsledkem je nově vyvinutá metoda, která je rychlejší a přesnější obdobou metody VTI. Pro provedení zkoušky jsou potřebné následující zařízení:

- laboratorní planetový mlýn Fritsch pulverisette 6 s příkonem 1,1 kW,
- ocelová mlecí kapsle o objemu 500 ml s 25 ocelovými kuličkami o průměru 25 mm,
- laserový granulometr.

V první fázi je zkoušený materiál upraven na výchozí granulometrii 1,4 až 3,2 mm. Hmotnost navážky je 180 g. Na planetovém mlýně se následně nastaví mlecí režim 250 ot/min po dobu 4 minut.

Po namletí je vzorek vyhodnocen pomocí laserové granulometrie, ze které můžeme stanovit nadsítné podíly a následně vypočítat index melitelnosti dle vzorce (35).

Po stanovení indexů melitelnosti můžeme materiál zařadit do příslušné kategorie.

Tabulka 25 – Přepočtené hodnoty indexů melitelnosti pro třídění materiálů u nové metody

Označení	Hranice tříd indexů melitelnosti		
	Nesnadno melitelné	Středně melitelné	Snadno melitelné
Nadsítné pro 0,090 mm	< 0,8	0,8 až 1,8	> 1,8
Nadsítné pro 0,063 mm	< 0,91	0,91 až 1,38	> 1,78
Nadsítné pro 0,041 mm	< 0,89	0,89 až 1,87	> 1,87
Nadsítné pro 0,020 mm	< 0,77	0,77 až 2,10	> 2,10

Doporučení pro další výzkum jsou následující. Je vhodné metodu verifikovat pomocí doplnění dalších základních minerálů a provést více sad měření pro jednotlivé minerály.

LITERATURA

- [1] **KEJÍK, P.**, *Kinetika vzniku ultrajemných částic meliva při expozici v dezintegračním systému.*, Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2012. Vedoucí DP: doc. Ing. Tomáš Svěrák, CSs.
- [2] **SLÍVA, A.**, *Základy zařízení úpraven*, Učební text předmětu „Zařízení úpraven“, [on-line], 2011, [cit. 2016-08-18] dostupné z:
<http://projekty.fs.vsb.cz/147/ucebniopory/978-80-248-2732-2.pdf>
- [3] **VIRÁGOVÁ, T.**, *Sledování vlivu různých technologií mletí na vlastnosti portlandských cementů*. Brno, 2013, Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta stavební, Ústav technologie stavebních hmot a dílců. Vedoucí práce Ing. Karel Dvořák, Ph.D.
- [4] **KUBÍNEK, M.**, *Návrh mlýnského okruhu kotle PK 4S v Teplárně Košice*, Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2015, 60 s., Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Zdeněk Skála, CSc.
- [5] Grindability and Hardness tests. The Cement Grinding Office: The Art Of Sharing and Imagination [online]. 2015 [cit. 2016-08-26]. Dostupné z:
<http://www.thecementgrindingoffice.com/grindabilitytests.html>
- [6] **HIGISHITANY, M., MASUDA, H., YOSHIDA, H.**, *Powder technology handbook, Third edition*, CRC Press, 2006, 920 s., ISBN 9781574447828
- [7] **Molíková, Věra**, *Zkoušení materiálů a výrobků, učební texty* [on-line] 2016, [cit. 2016-08-30], dostupné z: <http://ime.fme.vutbr.cz/images/umvi/opory/zmv/Index.html>
- [8] **LOSOS, V., VÁVRA, V.**, *Multimediální studijní texty z mineralogie pro bakalářské studium* [on-line], 2013, [cit. 2016-08-30], dostupné z:
http://mineralogie.sci.muni.cz/kap_4_2_mechan/kap_4_2_mechan.htm
- [9] **DOLEŽAL, P., PACAL, B.**, *Hodnocení mikrotvrdosti struktur materiálů* [on-line], 2016, [cit. 2016-09-10], dostupné z: <http://ime.fme.vutbr.cz/images/umvi/opory/hmsm/index.htm>
- [10] **ČSN EN ISO 6507 – 1:2005**: *Kovové materiály – Zkouška tvrdosti podle Vickerse – Část 1: Zkušební metoda*, Praha: ÚNMZ, 2005

- [11] **BRZOBOHATÝ, T.**, *Současné trendy v metodách měření tvrdosti.*, Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2010. 34 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Simona Pospíšilová, Ph.D.
- [12] **ČSN EN ISO 6506 – 1:2014**: *Kovové materiály – Zkouška tvrdosti podle Brinella – Část 1: Zkušební metoda*, Praha: ÚNMZ, 2014
- [13] **ČSN EN ISO 4545 – 1:2006**: *Kovové materiály – Zkouška tvrdosti podle Knoop – Část 1: Zkušební metoda*, Praha: ÚNMZ, 2006
- [14] **BLÁHOVÁ, O., SAVKOVÁ, J.**, *Nanoindentačné merania tenkých vrstiev – princípy, metódy, vplyvy* [on-line], 2006 [cit. 2016-09-15], dostupné z:
http://www.kme.zcu.cz/download/seminar/savkova_nanoindentace_25_10_2006.pdf
- [15] **ČSN EN ISO 4545 – 1:2015**: *Kovové materiály – Zkouška tvrdosti podle Rockwella – Část 1: Zkušební metoda*, Praha: ÚNMZ, 2015
- [16] **ZÁMOSTNÝ, P.**, *Rozmělňování – učební texty* [on-line], 2010, [cit. 2016-09-20] dostupné z:
<http://tresen.vscht.cz/kot/wp-content/uploads/2014/10/2015-03-uprava-velikosti-castic-rozmelnovani.pdf>
- [17] **JONŠTA, Z.**, *Technické materiály II – učební text* [on-line], 2012, [cit. 2016-09-21], dostupné z:
<http://www.person.vsb.cz/archivcd/FMMI/TM2/Technicke%20materialy%20II.pdf>
- [18] **DAŘOUREK, K.**, *Křehké materiály – učební pomůcky* [on-line], 2008, [cit. 2016-09-21], dostupné z:
http://www.kmt.tul.cz/edu/podklady_kmt_magistri/NEkM/NEkM%20Dad/5krehmat.pdf
- [19] **PETRÁNEK, J.**, *Geologická encyklopedie – Vápenec* [on-line], 2007, [cit. 2016-10-02], dostupné z: <http://www.geology.cz/aplikace/encyklopedie/term.pl?vapenec>
- [20] **LOSOS, Z., VÁVRA, V.**, *Karbonáty – multimediální texty z mineralogie pro bakalářské studium* [on-line], 2013, [cit. 2016-10-02], dostupné z:
http://mineralogie.sci.muni.cz/kap_7_7_karbon/kap_7_7_karbonaty.htm#7.7.1.1.
- [21] **LOSOS, Z., VÁVRA, V.**, *Kalcit – optické vlastnosti – multimediální texty z mineralogie pro bakalářské studium* [on-line], 2013, [cit. 2016-10-02], dostupné z:
http://mineralogie.sci.muni.cz/kap_4_3_optika/kalcit.htm

- [22] **PETRÁNEK, J.**, *Geologická encyklopedie – Živce* [on-line], 2007, [cit. 2016-10-02], dostupné z: <http://www.geology.cz/aplikace/encyklopedie/term.pl?zivce>
- [23] **LOSOS, Z., VÁVRA, V.**, *Tektosilikáty – multimediální texty z mineralogie pro bakalářské studium* [on-line], 2013, [cit. 2016-10-02], dostupné z: http://mineralogie.sci.muni.cz/kap_7_14_tektosil/kap7_14_tektosil.htm#7.14.1.
- [24] **LOSOS, Z., VÁVRA, V.**, *Oxidy a hydroxidy – multimediální texty z mineralogie pro bakalářské studium* [on-line], 2013, [cit. 2016-10-02], dostupné z: http://mineralogie.sci.muni.cz/kap_7_5_oxidy/kap_7_5_oxidy.htm#7.5.2.1.
- [25] **MUKHERJEE, S.**, *Applied Mineralogy: Applications in Industry and Environment.*, Springer Science & Business Media, 2012, 562 s., ISBN: 978-94-007-1162-4
- [26] **BOND, F., C.**, *Crushing and grinding calculations, Part I*, Milwaukee: Allis-Chalmers Manufacturing Co., 1961, 14 s. Vydáno v rámci: British Chemical Engineering 6 (s. 378 – 385)
- [27] **ŠAUMAN, Z.**, *Maltoviny I – 1. vydání*, Brno: PC-DIR, 1993, 198 s., ISBN: 80-214-0509-0
- [28] **FRIDRICHOVÁ, M.**, *Přednášky – Maltoviny II*, Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta stavební, ÚTHD, 2013.
- [29] **SVOBODA, L.**, *Stavební hmoty – 3. vydání*, Praha: 2013, 950 s., ISBN:978-80-260-4972-2, dostupné z: <http://people.fsv.cvut.cz/~svobodal/sh/SH3v1.pdf>
- [30] **GAO, Z., HU, Y., SUN, W.**, *Mineral cleavage nature and surface energi: Anisotropic surface broken bonds consideration*, 2014, Trensaction of Nonferrous metal society of China [on-line], volume 24, Issue 9, str. 2930 – 2937, [cit. 2016-11-10], DOI: 10.1016/S 1003-6326(14)63428-2
- [31] **VEDAT, D.**, *Relationships between Bond's grindability (G_{bg}) and breakage parameters of grinding kinetic on limestone*, 2004, Powder technology [on-line], volume 139, Issue 3, str. 208 – 213, [cit. 2016-11-11], DOI: 10.1016/j.powtec.2003.11.006
- [32] **MUSCI, G.**, *Fast test method for the determination of the grindability of the fine materials*, 2008, Chemical Engineering Research and Design [on-line], volume 86, Issue 4, str. 395 – 400, [cit. 2016-11-12], DOI: 10.1016/j.cherd.2007.10.015
- [33] **INASAKI, I.**, *Grinding of hard and brittle materials*, 1987, CIRP annals – manufacturing technology [on-line], volume 36, Issue 2, str. 463 – 471, [cit. 2016-12-16], DOI: 10.1016/S0007-8506(07)60748-3

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obrázek 1 – Grafické znázornění Hookova zákona [2]	14
Obrázek 2 – Znázornění zvětšení povrchu [2].....	16
Obrázek 3 – Závislost rozpojovací práce na velikosti částic [2]	20
Obrázek 4 – Použitelnost jednotlivých teorií [16]	21
Obrázek 5 – Schéma kroužkového mlýna, 1 – počítadlo, 2 – zatížení, 3 – pohon, 4 – přitlačný kroužek, 5 – mlecí mísa [4]	24
Obrázek 6 – Schéma trubnatého mlýna, 1 – buben, 2 – elektromotor, 3 – řídicí jednotka, 4 – podstavec [4]	25
Obrázek 7 – Příklad grafu melitelnosti dle Zeisela [5]	28
Obrázek 8 – Závislost relativní a absolutní tvrdosti [8]	33
Obrázek 9 – Profil vtisku při měření nanotvrdosti [11]	34
Obrázek 10 – Přehled intendenčních křivek v závislosti na materiálu [14]	34
Obrázek 11 – Vnikací tělísko pro stanovení tvrdosti dle Vickerse [9]	35
Obrázek 12 – ISE efekt [11]	37
Obrázek 13 – Vnikací tělísko pro stanovení tvrdosti dle Knoopu [9]	38
Obrázek 14 – Vnikací tělísko pro stanovení tvrdosti dle Berkoviche [11]	39
Obrázek 15 – Vnikací tělísko pro stanovení tvrdosti dle Brinella [11]	41
Obrázek 16 – Vnikací tělísko pro stanovení tvrdosti dle Rockwella [11]	42
Obrázek 17 – Příklad štěpných ploch [8]	44
Obrázek 18 – Schematické znázornění polyedrů vápníku (šedé) a uhlíku (červené) [20]	47
Obrázek 19 – Příklady tvarů krystalů kalcitu (první trojice – skalenoedrický, druhá trojice – sloupcový) [20]	48
Obrázek 20 – Příklad dvojčatění kalcitu – dvojčatění dle záporného nižšího klence {01-12} [20]	48
Obrázek 21 – Ukázka dokonalé štěpnosti kalcitu [20]	48
Obrázek 22 – Schematické znázornění struktury aragonitu [20].....	49
Obrázek 23 – Schematická struktura ortoklasu – červeně – SiO_4 , fialově – K kationty [23]	50
Obrázek 24 – Příklady tvaru krystalů a dvojčatění [23].....	50
Obrázek 25 – Schematické znázornění struktury albitu – červeně – SiO_4 , zeleně – AlO_4 , fialově – Na kationty [23]	51

Obrázek 26 – Schematické znázornění struktury α -křemene (vlevo).a šroubovic (vpravo) [24]	52
Obrázek 27 – Příklad tvaru krystalů (vlevo) a dvojčatění (vpravo) [24]	52
Obrázek 28 – Příklad tvaru krystalů β -křemene [24]	53
Obrázek 29 – Schematické znázornění struktury korundu – červeně – atomy kyslíku, modře – atomy hliníku [24]	53
Obrázek 30 – Příklad tvaru zrn korundu – sloupcové – vlevo, klencové – vpravo [24].....	54
Obrázek 31 – Slída v živci	61
Obrázek 32 – Křemenná žíla	61
Obrázek 33 – VA 400/4	69
Obrázek 34 – ZI 400/4.....	69
Obrázek 35 – KR 400/4	69
Obrázek 36 – Porovnání zrn pro korund (vlevo – planetový mlýn, vpravo – VTI)	83
Obrázek 37 - Porovnání zrn pro křemen (vlevo – planetový mlýn, vpravo – VTI)	84
Obrázek 38 - Porovnání zrn pro slínek (vlevo – planetový mlýn, vpravo – VTI)	84
Obrázek 39 - Porovnání zrn pro živec (vlevo – planetový mlýn, vpravo – VTI)	84
Obrázek 40 – Porovnání zrn pro vápenec (vlevo – planetový mlýn, vpravo – VTI)	85

SEZNAM TABULEK

Tabulka 1 – Fyzikálně-mechanické vlastnosti vybraných materiálů [2]	15
Tabulka 2 – Stupně melitelnosti [4].....	26
Tabulka 3 – Přehled hodnot indexu melitelnosti k_{VTI} [4]	26
Tabulka 4 – Složení náplně kulového mlýna pro metodu Bond [5]	28
Tabulka 5 – Stupnice melitelnosti dle Bonda [5]	29
Tabulka 6 – Mohsova stupnice tvrdosti [8]	31
Tabulka 7 – Stupnice tvrdosti dle Vickerse – oblasti zkoušení [10]	35
Tabulka 8 – Stupnice tvrdosti dle Knoopu [9]	38
Tabulka 9 – Stupnice tvrdosti dle Brinella [12]	40
Tabulka 10 – Stupnice tvrdosti dle Rockwella [15]	42
Tabulka 11 – Fázové složení portlandského slínku [27]	54

Tabulka 12 – Stupně melitelnosti [4].....	57
Tabulka 13 – Kombinační tabulka	57
Tabulka 14 – Charakteristiky vápence.....	60
Tabulka 15 – Charakteristiky korundu.....	60
Tabulka 16 – Chemické složení slínku	60
Tabulka 17 – Hodnoty tvrdosti dle Vickerse	61
Tabulka 18 – Procentuální zastoupení zrn u metody VTI	65
Tabulka 19 – Hodnoty odchylek při porovnání hodnot k_{VTI} (SR) a k_{VTI} (LG)	67
Tabulka 20 - Procentuální zastoupení zrn u nové metody – 250/4	76
Tabulka 21 - Procentuální zastoupení zrn u nové metody – 300/4	77
Tabulka 22 - Procentuální zastoupení zrn u nové metody – 350/4	78
Tabulka 23 - Hodnoty odchylek při porovnání hodnot k_{VTI} (LG) a k_{NM} (LG)	82
Tabulka 24 – Přepočtené hodnoty indexů melitelnosti pro třídění materiálů u nové metody	83

SEZNAM GRAFŮ

Graf 1 – Závislost K_{VTI} a HGI dle různých korelačních vztahů [4].....	27
Graf 2 – Srovnání hodnot tvrdosti dle Vickerse – HV 0,5	62
Graf 3 – Porovnání nadsítných podílů dle metody VTI (SR).....	63
Graf 4 – Porovnání indexů melitelnosti dle metody VTI (SR)	64
Graf 5 – Porovnání křivek četnosti pro metodu VTI.....	65
Graf 6 – Porovnání nadsítných podílů u metody VTI (LG)	66
Graf 7 - Porovnání indexů melitelnosti dle metody VTI (LG)	67
Graf 8 – Porovnání indexů melitelnosti u VTI (SR) a (LG)	68
Graf 9 – Vápenec – závislost křivek četnosti mezi kombinacemi mlecích parametrů	71
Graf 10 - Vápenec – závislost křivek propadu mezi kombinacemi mlecích parametrů	72
Graf 11 - Křemen – závislost křivek četnosti mezi kombinacemi mlecích parametrů	72
Graf 12 - Křemen – závislost křivek propadu mezi kombinacemi mlecích parametrů	73
Graf 13 - Živec – závislost křivek četnosti mezi kombinacemi mlecích parametrů	73
Graf 14 - Živec – závislost křivek propadu mezi kombinacemi mlecích parametrů	74

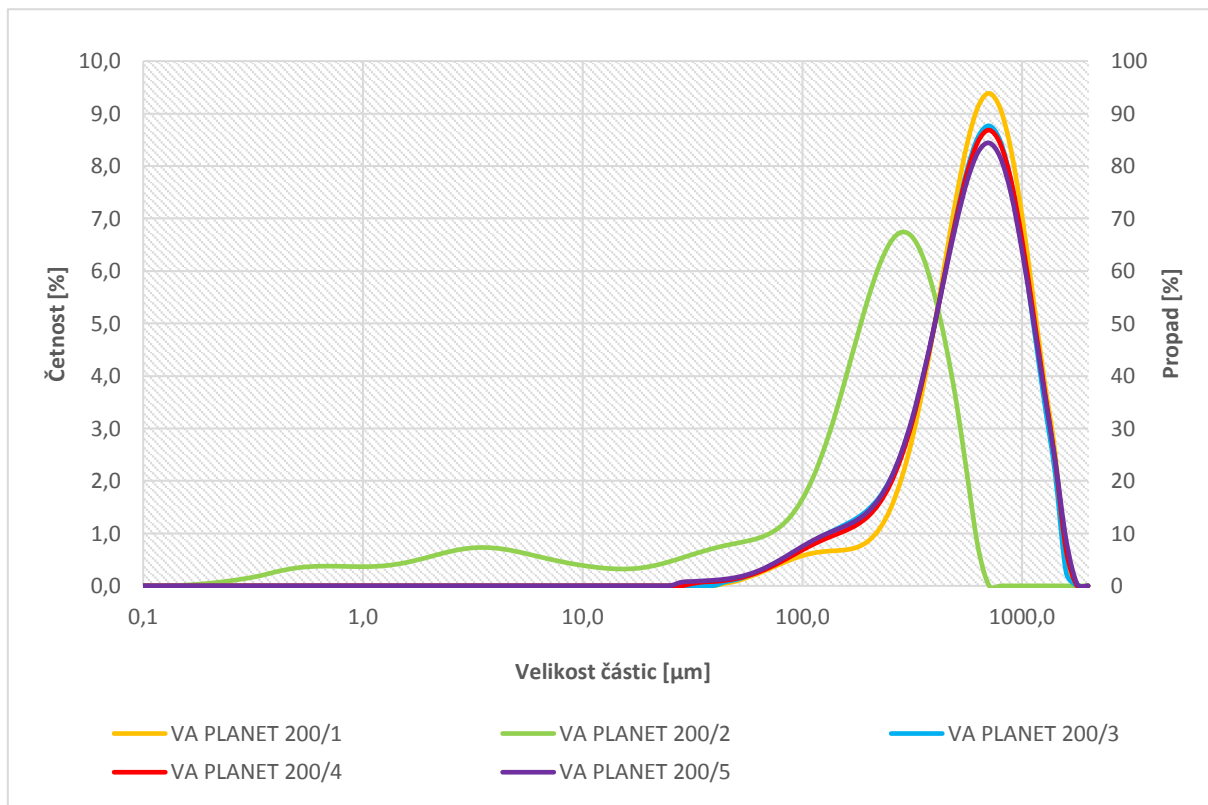
Graf 15 – Slínek a korund – závislost křivek četnosti mezi kombinacemi mlecích parametrů	74
Graf 16 – Slínek a korund – závislost křivek propadu mezi kombinacemi mlecích parametrů	75
Graf 17 – Porovnání křivek pro kombinaci parametrů 250/4 pro vápenec, živec a křemen	76
Graf 18 – Porovnání křivek pro kombinaci parametrů 300/4 pro vápenec, živec a křemen	77
Graf 19 – Porovnání křivek pro kombinaci parametrů 350/4 pro vápenec, živec a křemen	78
Graf 20 – Porovnání křivek získaných vyvíjenou metodou	79
Graf 21 – Porovnání křivek propadu získaných vyvíjenou metodou	79
Graf 22 – Porovnání nadsítných podílů u vyvíjené metody (LG)	80
Graf 23 – Porovnání indexů melitelnosti k_{NM} u vyvíjené metody (LG)	81
Graf 24 – Porovnání indexů melitelnosti u $k_{VTI(SR)}$ a $k_{NM(LG)}$	82
Graf 25 – VA – porovnání křivek pro rychlost otáček 200 ot/min s různou dobou mletí	99
Graf 26 – VA – porovnání křivek pro rychlost otáček 250 ot/min s různou dobou mletí	99
Graf 27 – VA – porovnání křivek pro rychlost otáček 300 ot/min s různou dobou mletí	100
Graf 28 – VA – porovnání křivek pro rychlost otáček 350 ot/min s různou dobou mletí	100
Graf 29 – VA – porovnání křivek pro rychlost otáček 400 ot/min s různou dobou mletí	101
Graf 30 – VA – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 250 ot/min s různou dobou mletí	101
Graf 31 – VA – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 250 ot/min s různou dobou mletí	102
Graf 32 – VA – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 300 ot/min s různou dobou mletí	102
Graf 33 – VA – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 350 ot/min s různou dobou mletí	103
Graf 34 – VA – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 400 ot/min s různou dobou mletí	103
Graf 35 – KR – porovnání křivek pro rychlost otáček 200 ot/min s různou dobou mletí	104
Graf 36 – KR – porovnání křivek pro rychlost otáček 250 ot/min s různou dobou mletí	104
Graf 37 – KR – porovnání křivek pro rychlost otáček 300 ot/min s různou dobou mletí	105
Graf 38 – KR – porovnání křivek pro rychlost otáček 350 ot/min s různou dobou mletí	105
Graf 39 – KR – porovnání křivek pro rychlost otáček 400 ot/min s různou dobou mletí	106
Graf 40 – KR – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 200 ot/min s různou dobou mletí	106
Graf 41 – KR – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 250 ot/min s různou dobou mletí	107
Graf 42 – KR – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 300 ot/min s různou dobou mletí	107
Graf 43 – KR – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 350 ot/min s různou dobou mletí	108

Graf 44 – KR – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 400 ot/min s různou dobou mletí	108
Graf 45 – ZI – porovnání křivek pro rychlost otáček 200 ot/min s různou dobou mletí.....	109
Graf 46 – ZI – porovnání křivek pro rychlost otáček 250 ot/min s různou dobou mletí.....	109
Graf 47 – ZI – porovnání křivek pro rychlost otáček 300 ot/min s různou dobou mletí.....	110
Graf 48 – ZI – porovnání křivek pro rychlost otáček 350 ot/min s různou dobou mletí.....	110
Graf 49 – ZI – porovnání křivek pro rychlost otáček 400 ot/min s různou dobou mletí.....	111
Graf 50 – ZI – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 200 ot/min s různou dobou mletí.....	111
Graf 51 – ZI – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 250 ot/min s různou dobou mletí.....	112
Graf 52 – ZI – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 300 ot/min s různou dobou mletí.....	112
Graf 53 – ZI – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 350 ot/min s různou dobou mletí.....	113
Graf 54 – ZI – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 200 ot/min s různou dobou mletí.....	113

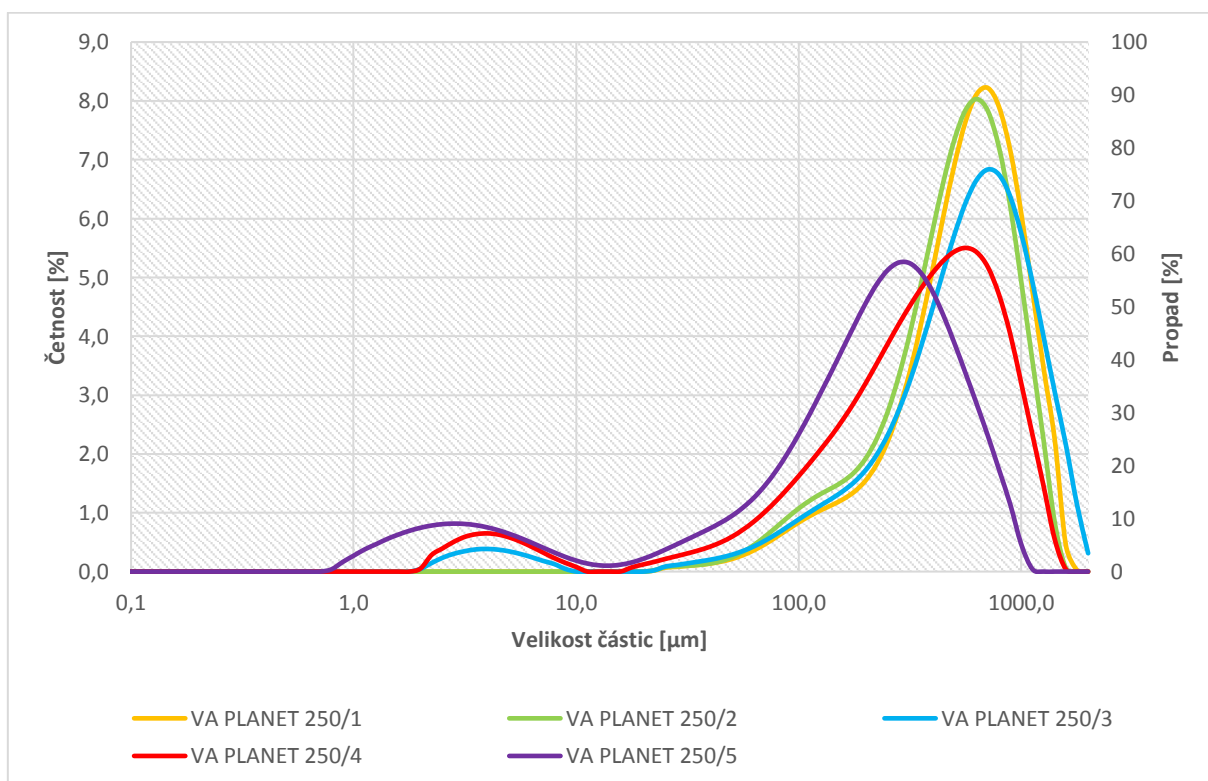
SEZNAM PŘÍLOH

PŘÍLOHA 1 - Vápenec (LG).....	99
PŘÍLOHA 2 - Křemen (LG)	104
PŘÍLOHA 3 - Živec (LG)	109

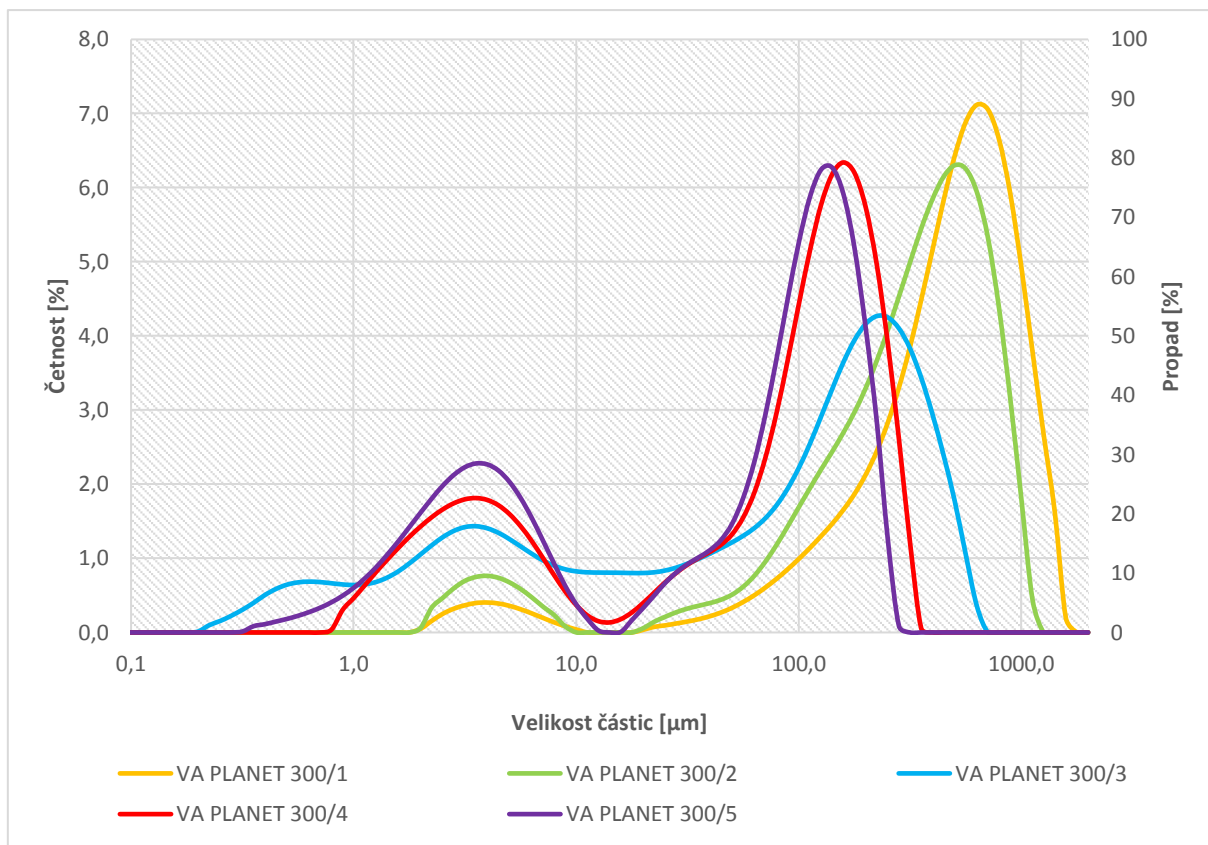
PŘÍLOHA 1 - VÁPENEC (LG)



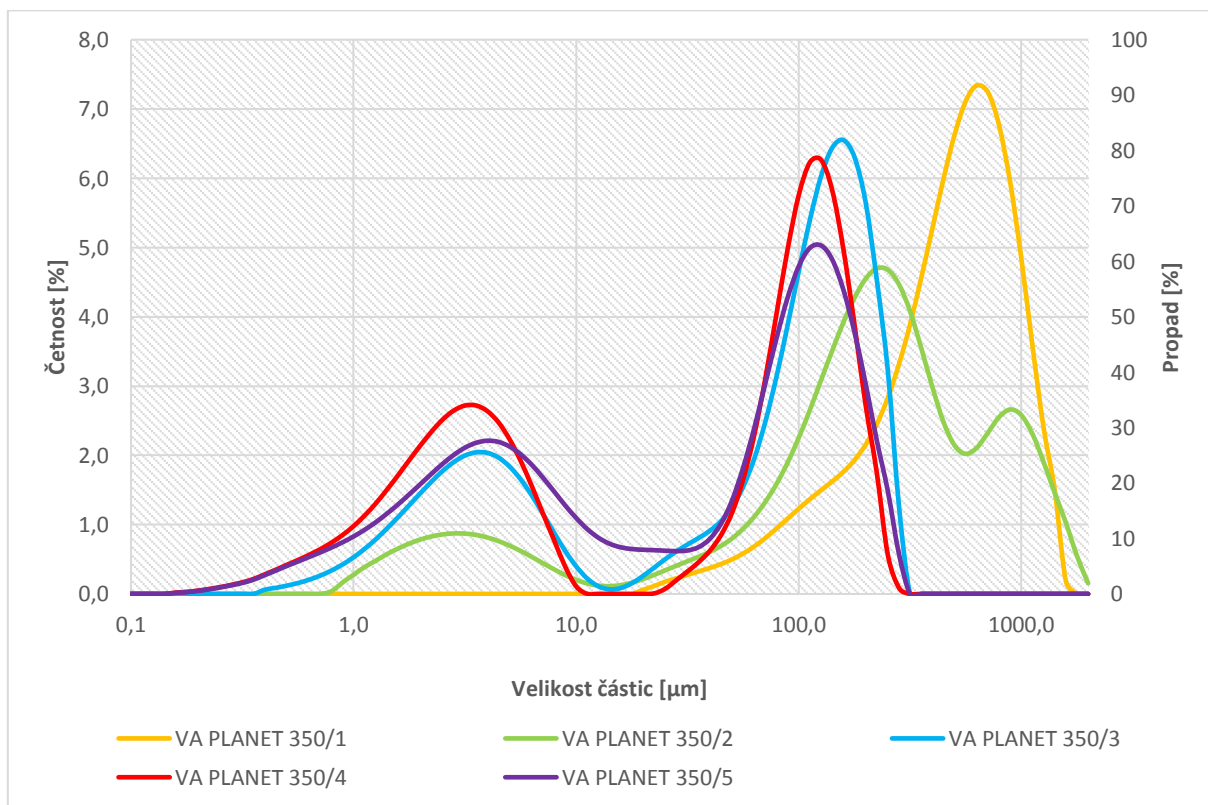
Graf 25 – VA – porovnání křivek pro rychlost otáček 200 ot/min s různou dobou mletí



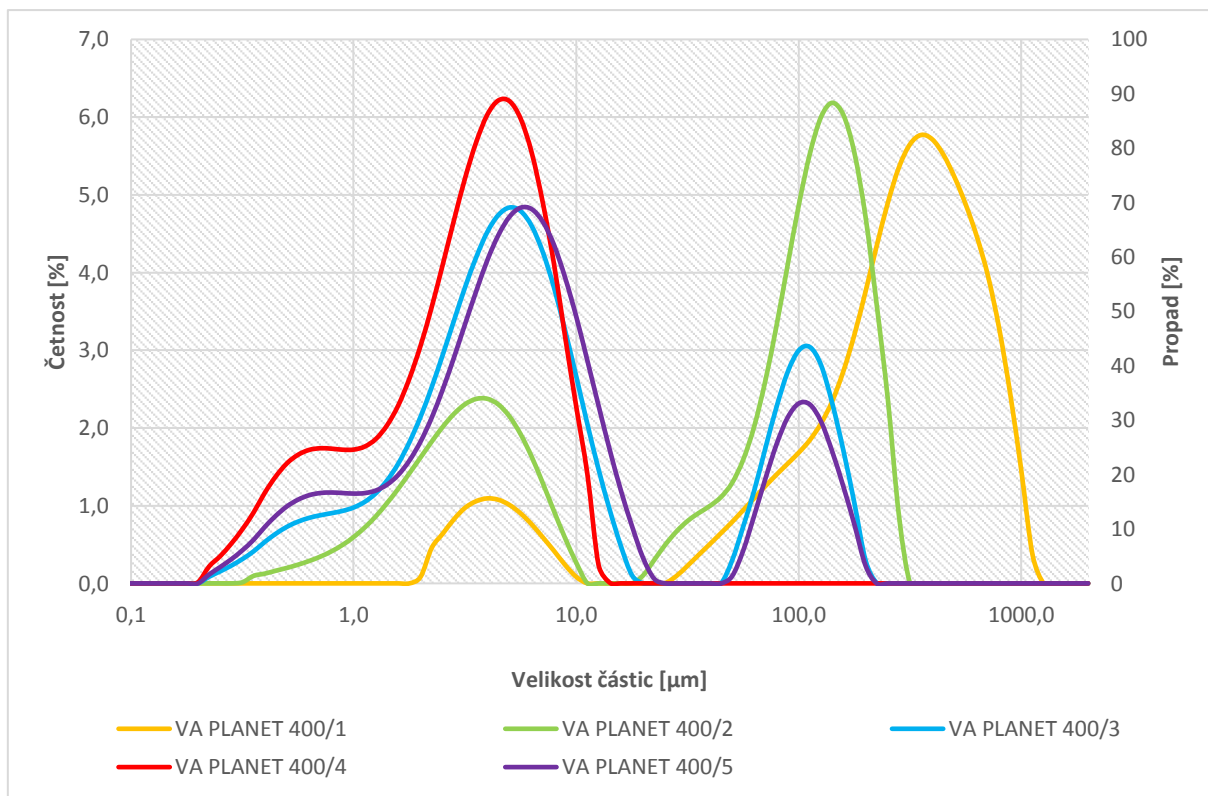
Graf 26 – VA – porovnání křivek pro rychlost otáček 250 ot/min s různou dobou mletí



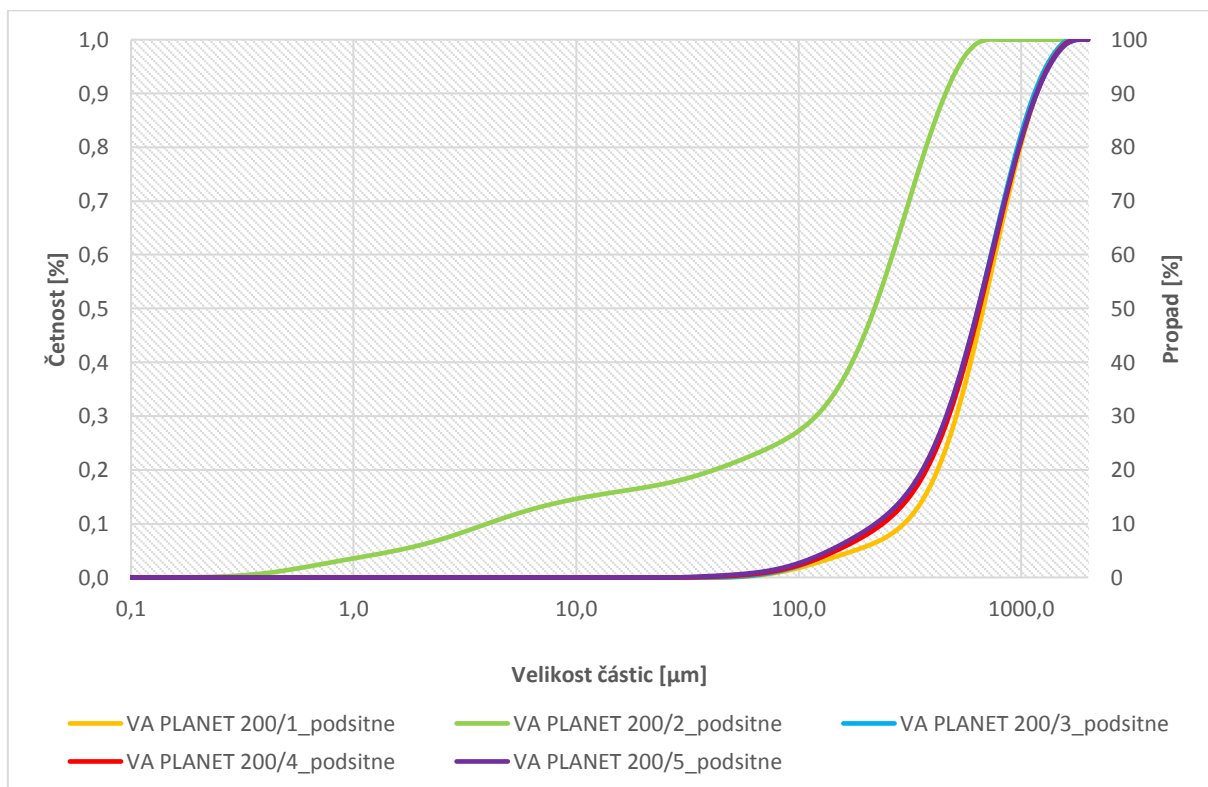
Graf 27 - VA – porovnání křivek pro rychlost otáček 300 ot/min s různou dobou mletí



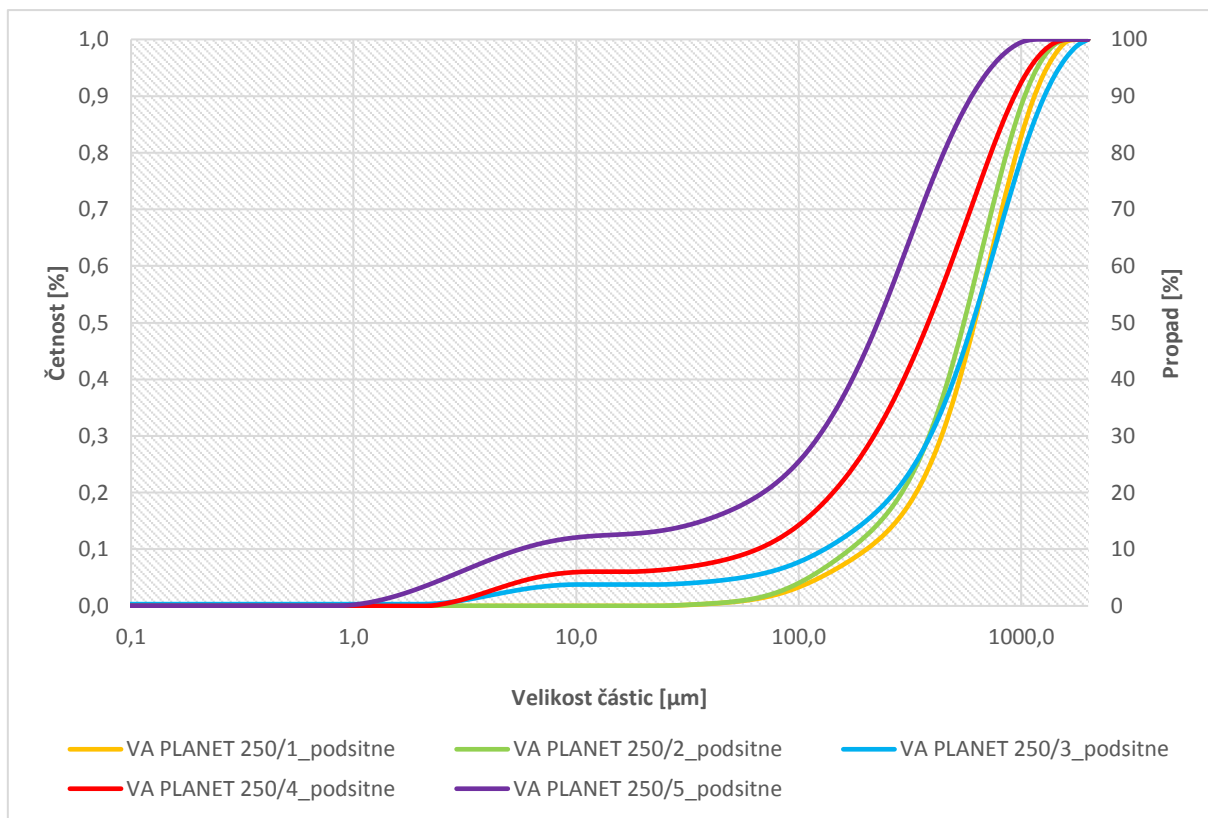
Graf 28 - VA – porovnání křivek pro rychlost otáček 350 ot/min s různou dobou mletí



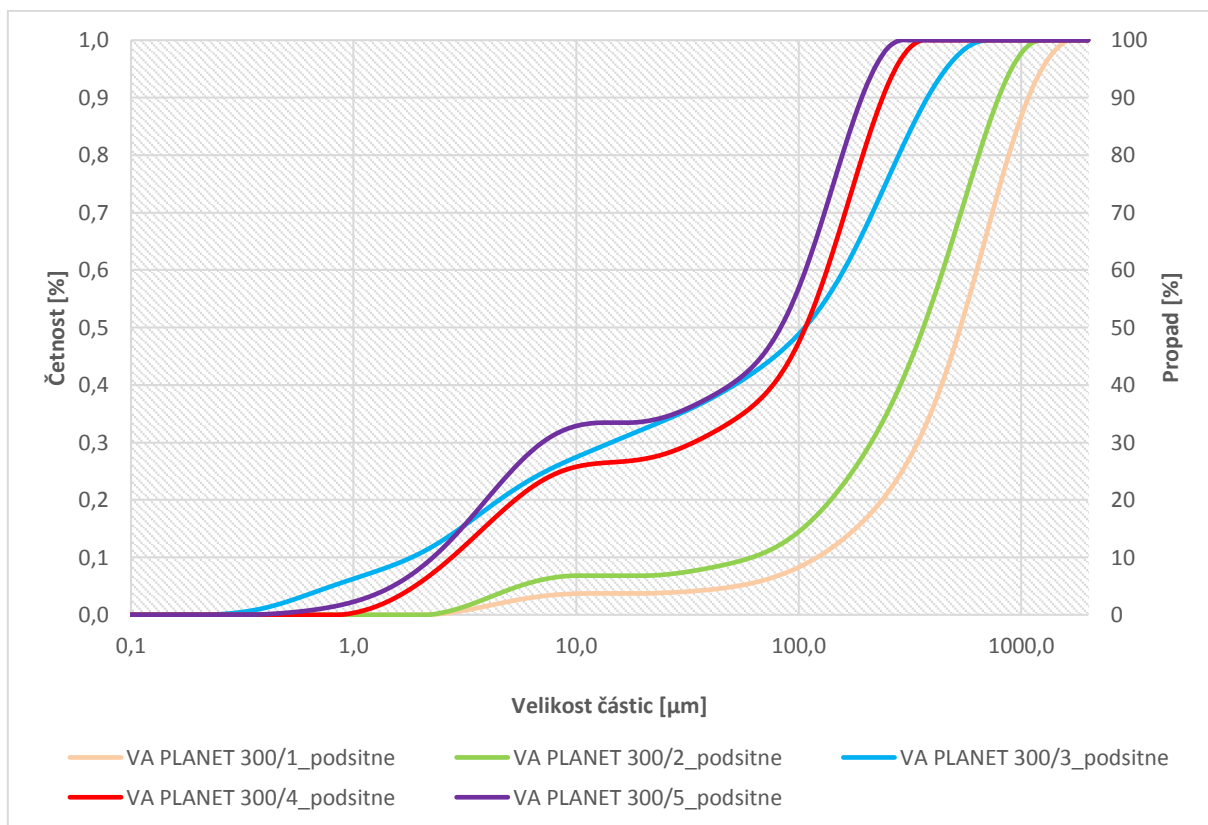
Graf 29 - VA – porovnání křivek pro rychlost otáček 400 ot/min s různou dobou mletí



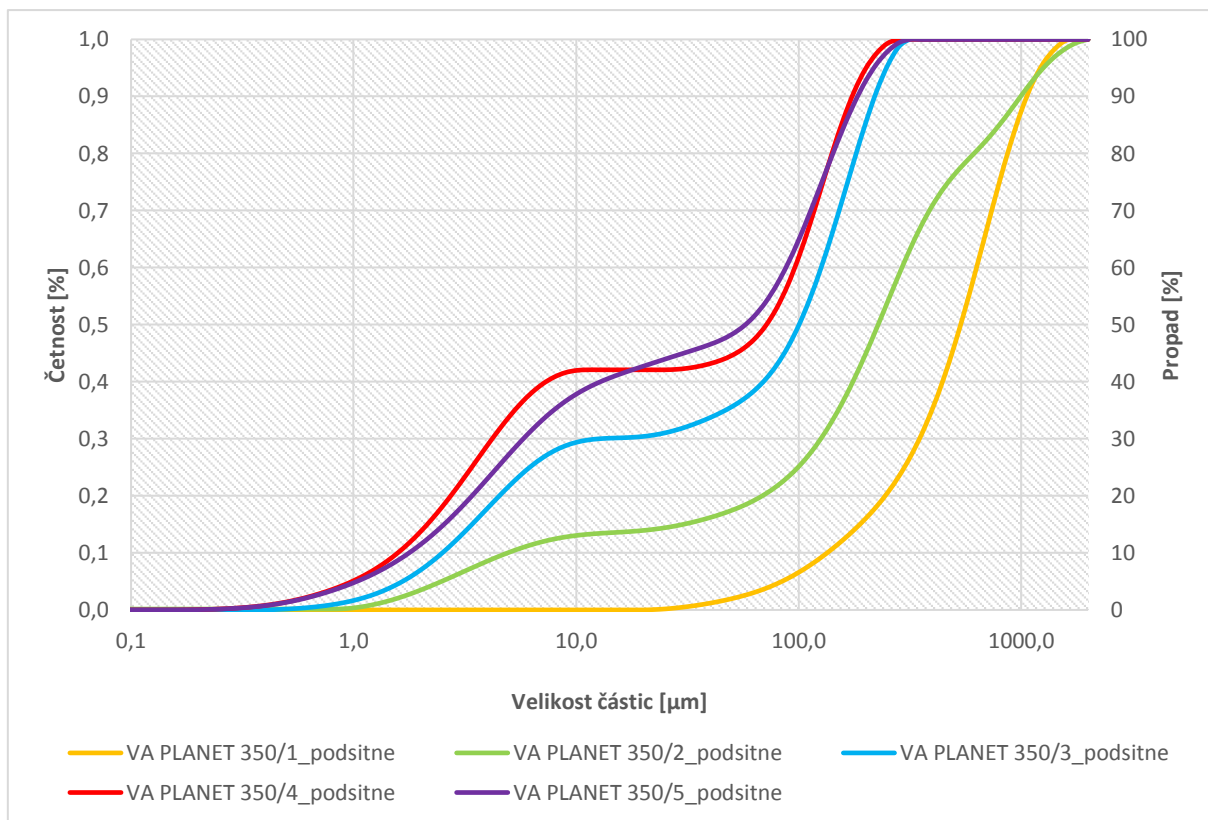
Graf 30 - VA – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 250 ot/min s různou dobou mletí



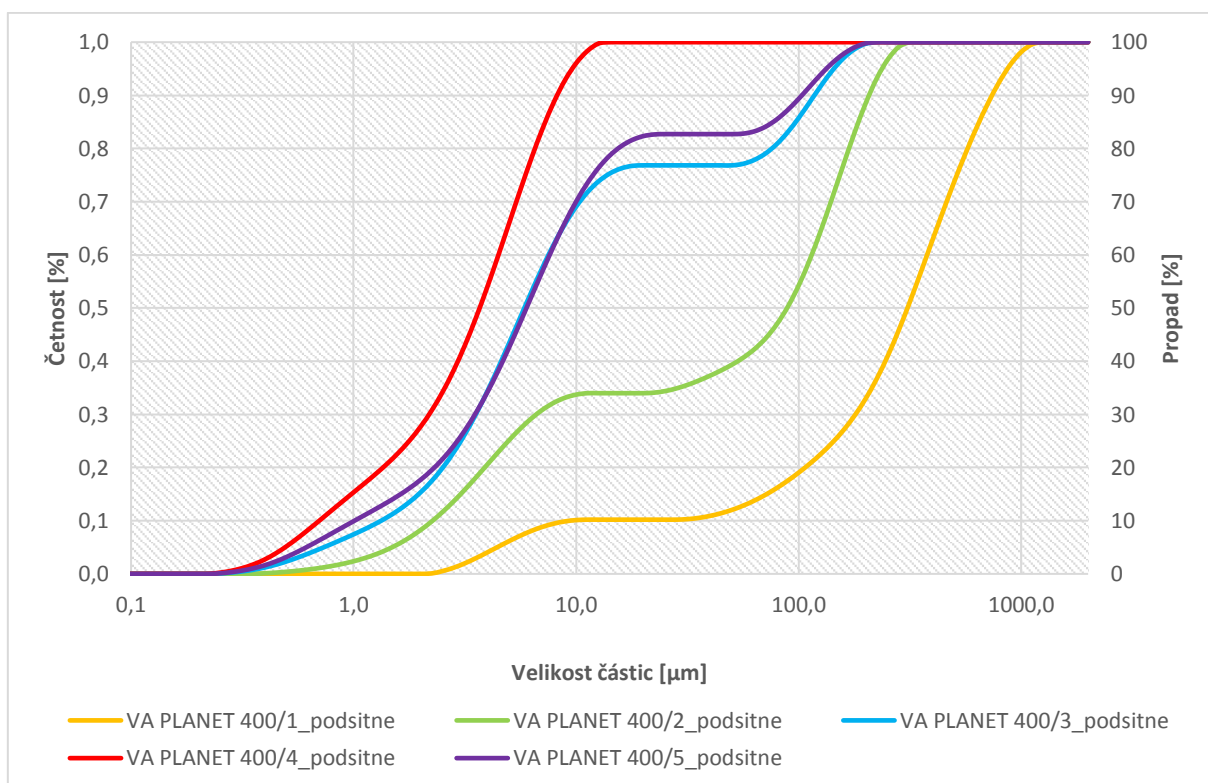
Graf 31 - VA – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 250 ot/min s různou dobou mletí



Graf 32 - VA – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 300 ot/min s různou dobou mletí

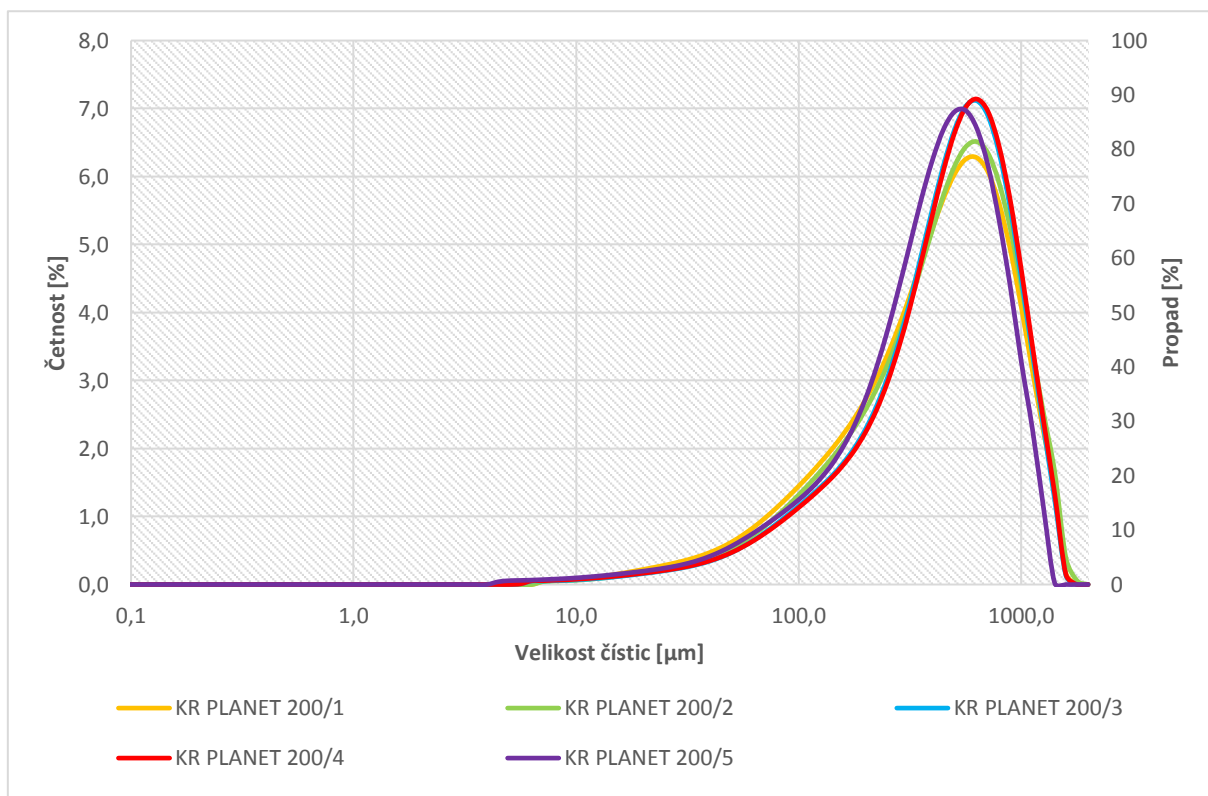


Graf 33 - VA – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 350 ot/min s různou dobou mletí

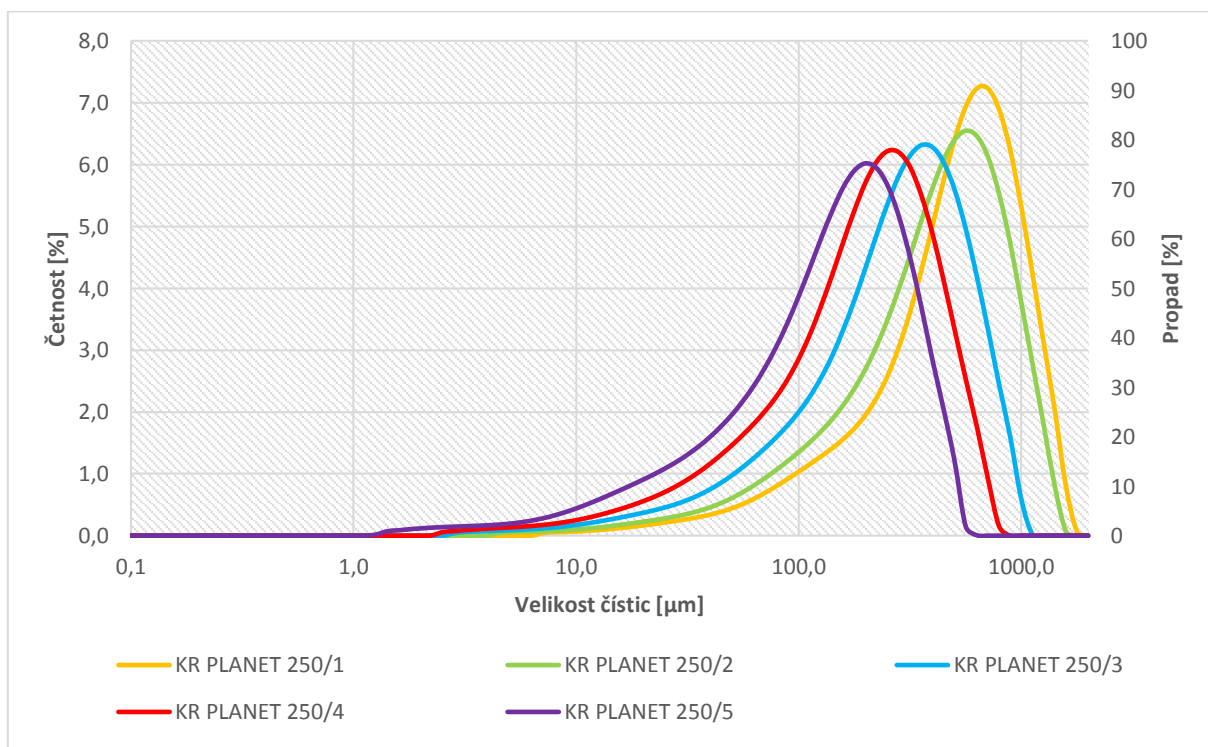


Graf 34 - VA – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 400 ot/min s různou dobou mletí

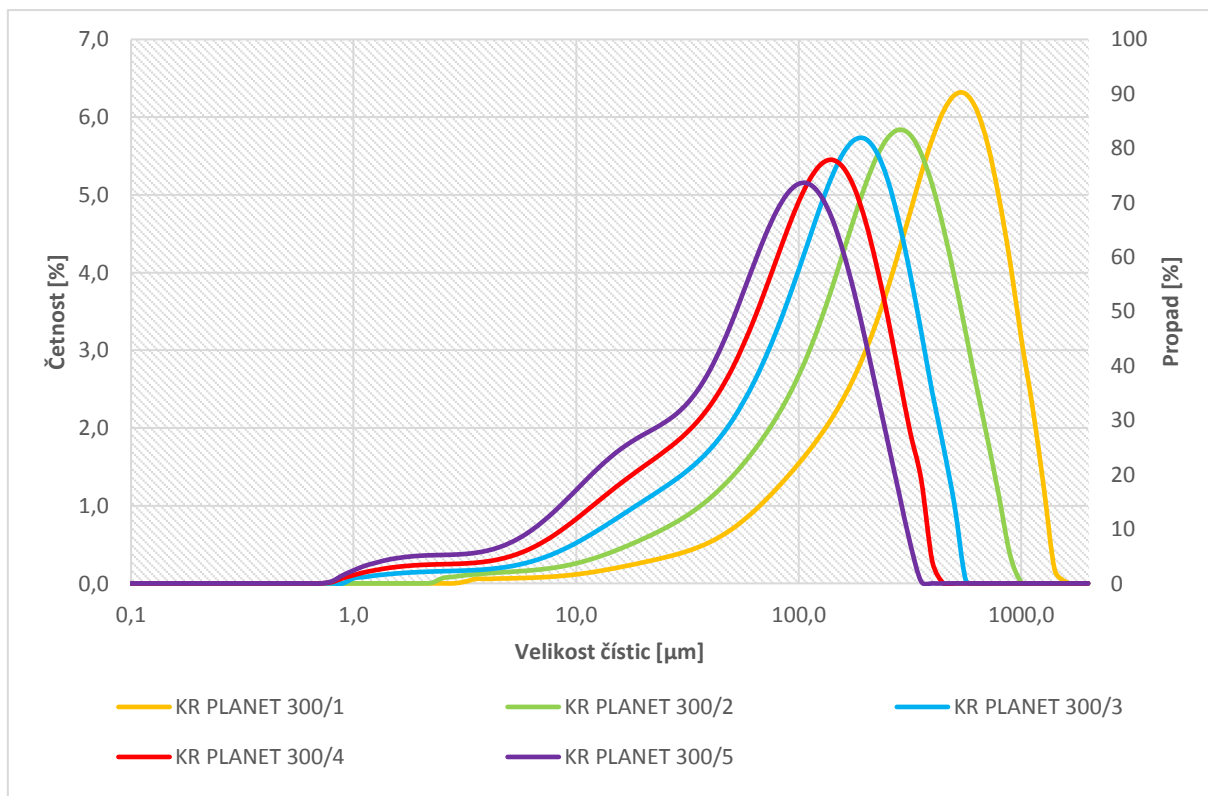
PŘÍLOHA 2 - KŘEMEN (LG)



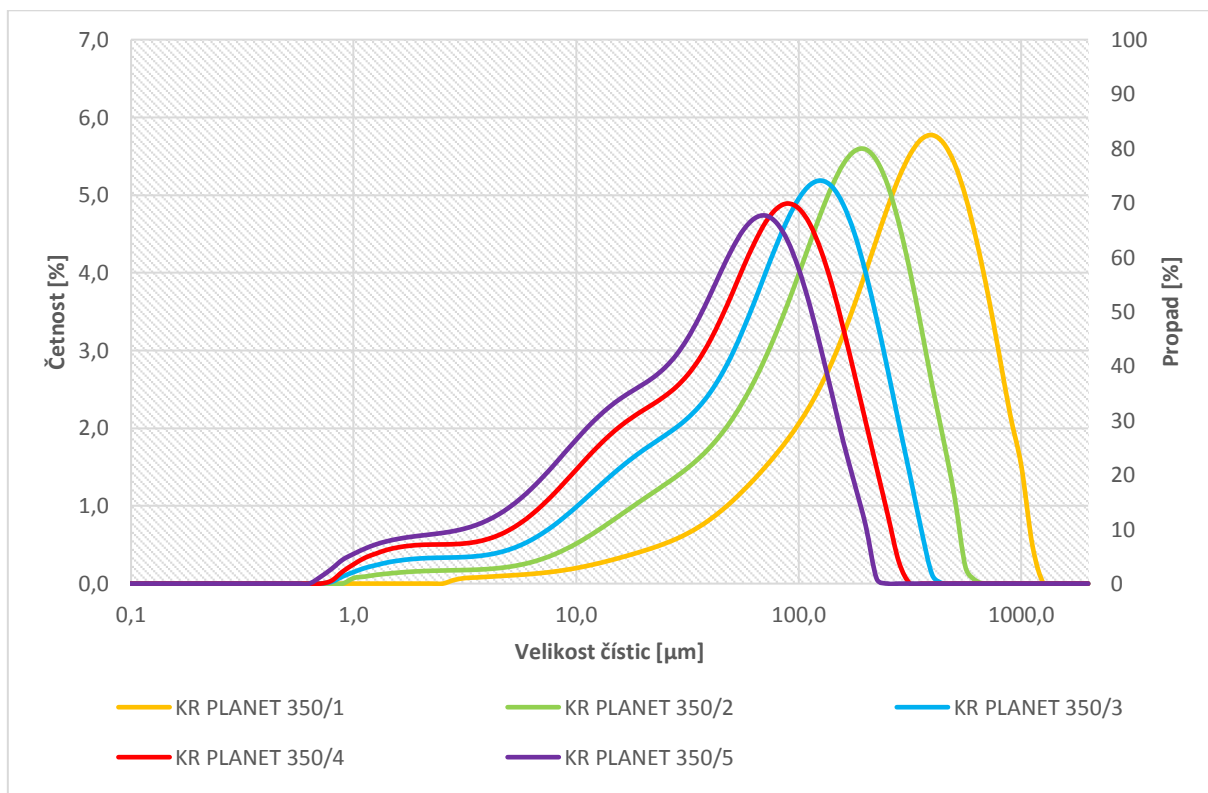
Graf 35 – KR – porovnání křivek pro rychlost otáček 200 ot/min s různou dobou mletí



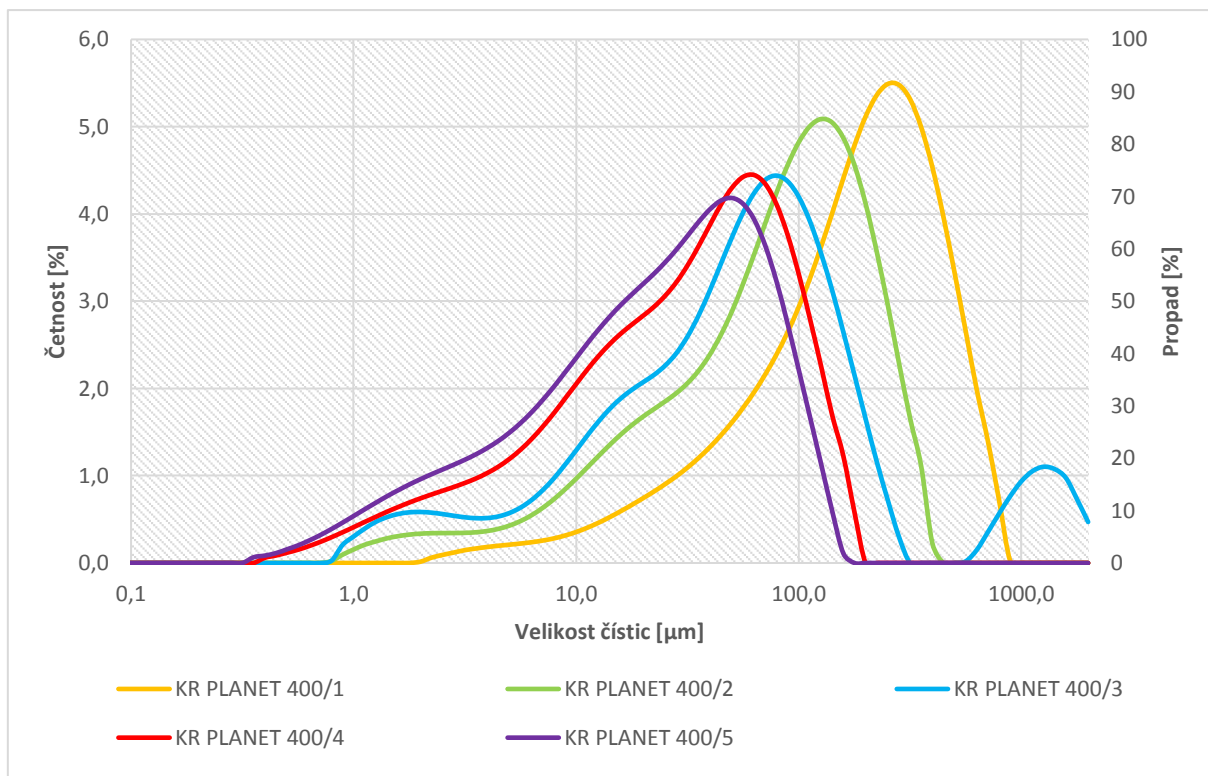
Graf 36 – KR – porovnání křivek pro rychlost otáček 250 ot/min s různou dobou mletí



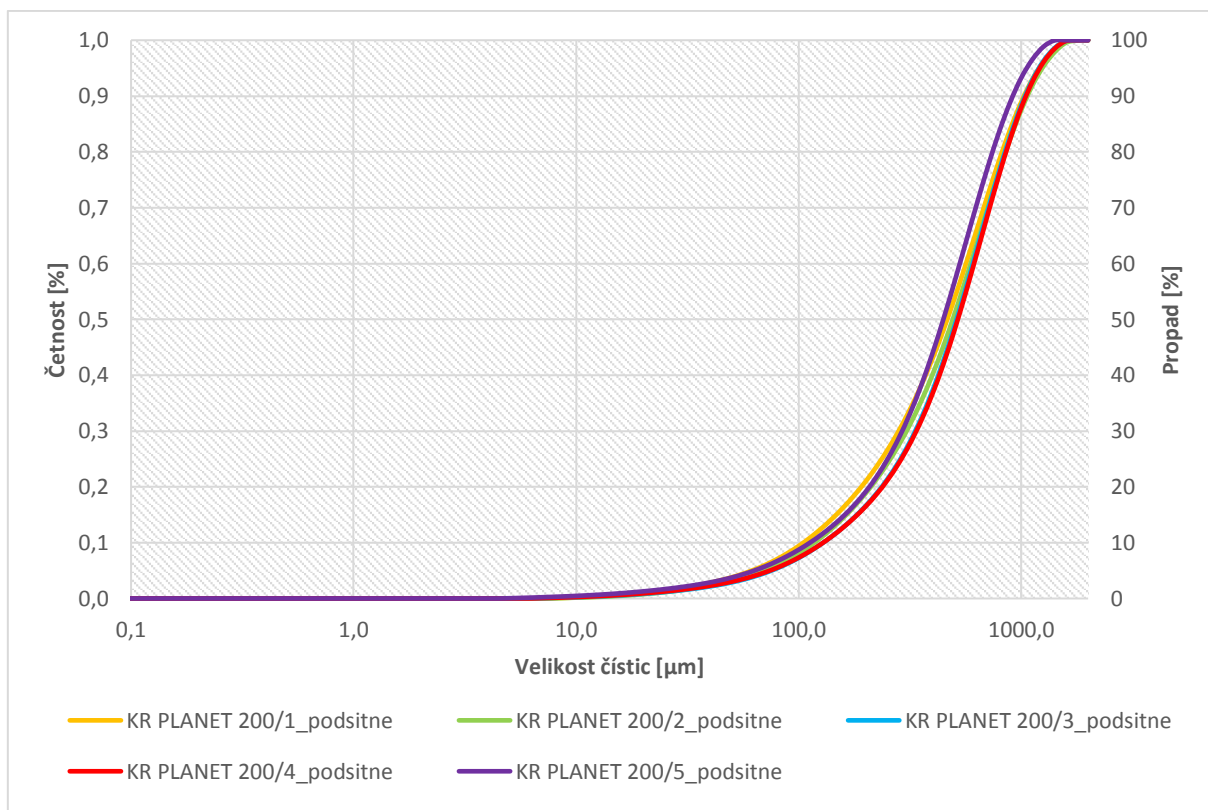
Graf 37 – KR – porovnání křivek pro rychlost otáček 300 ot/min s různou dobou mletí



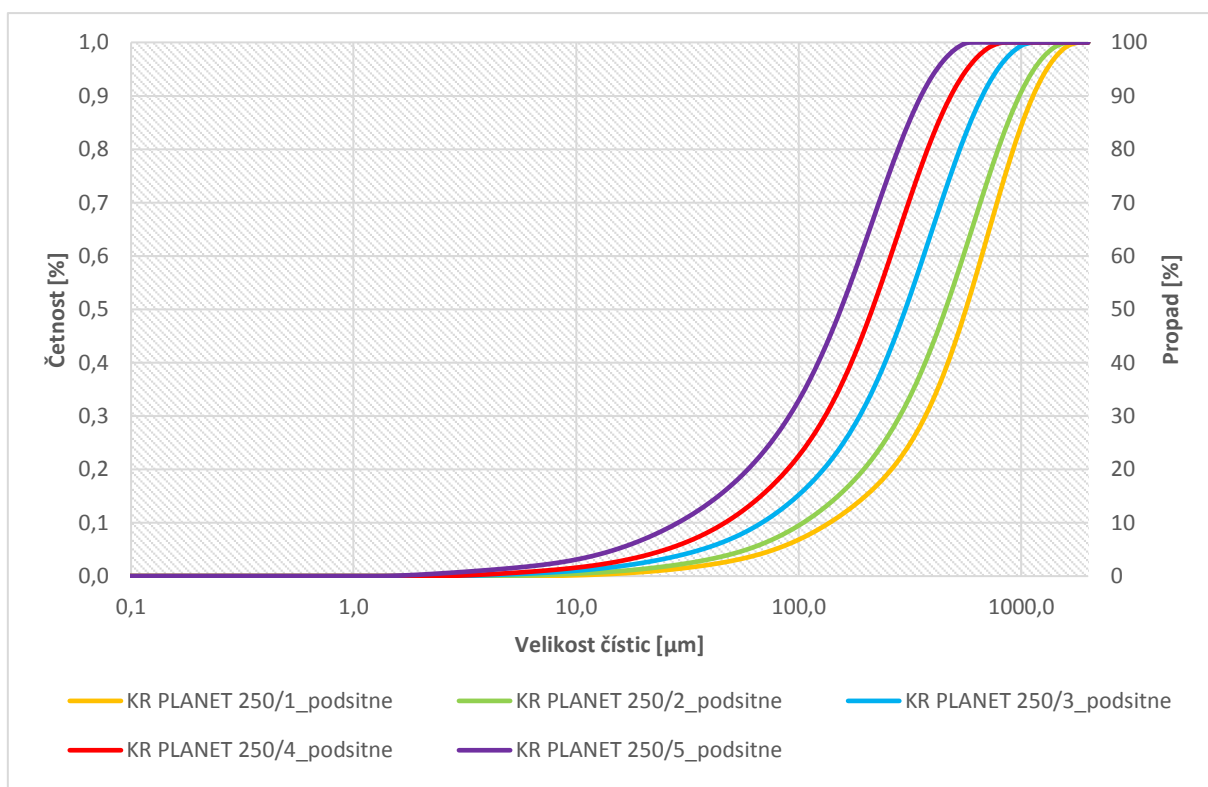
Graf 38 – KR – porovnání křivek pro rychlost otáček 350 ot/min s různou dobou mletí



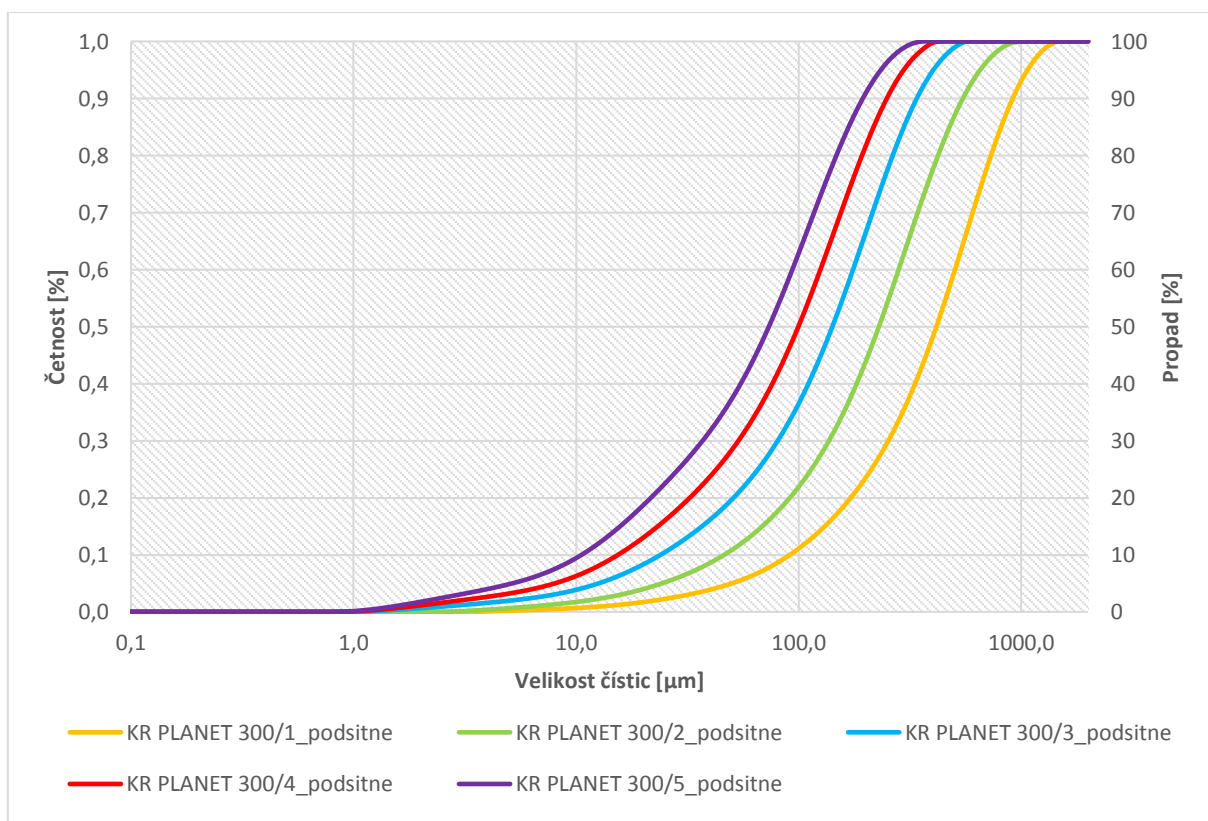
Graf 39 – KR – porovnání křivek pro rychlost otáček 400 ot/min s různou dobou mletí



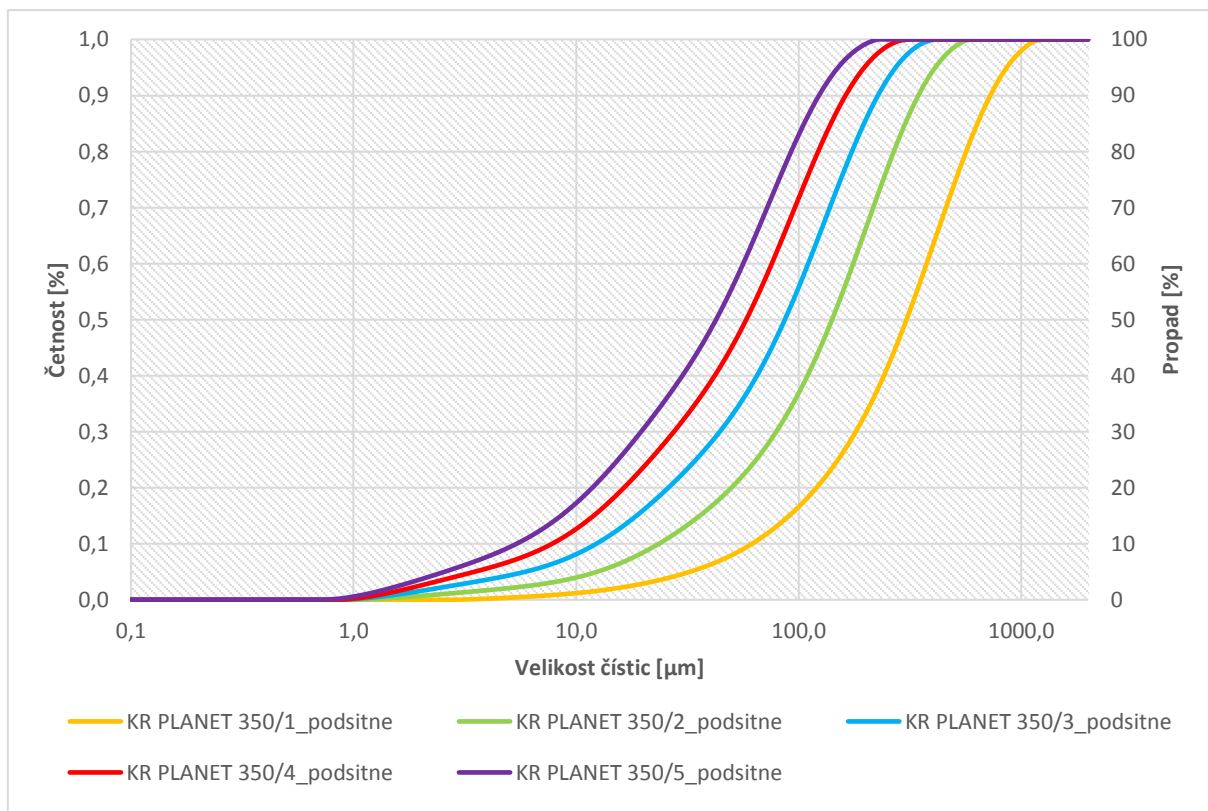
Graf 40 – KR – porovnání křivek propad pro rychlost otáček 200 ot/min s různou dobou mletí



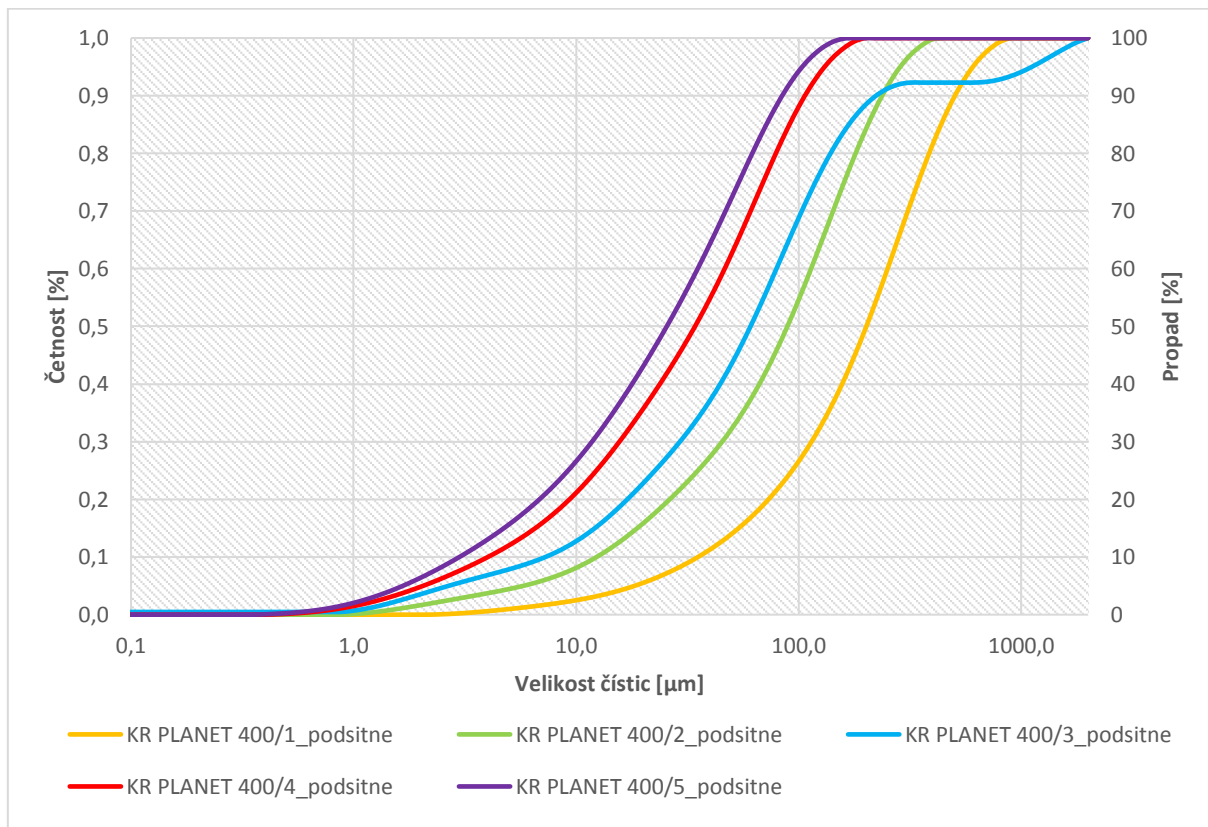
Graf 41 – KR – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 250 ot/min s různou dobou mletí



Graf 42 – KR – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 300 ot/min s různou dobou mletí

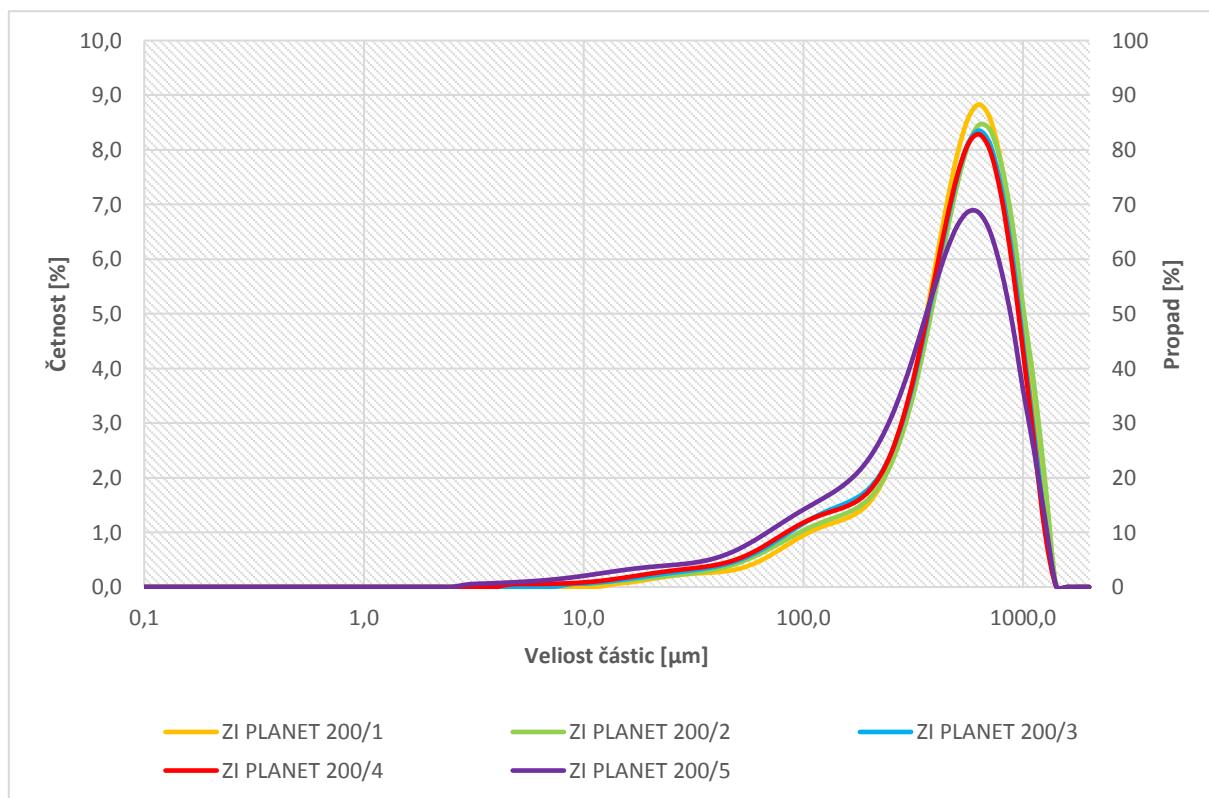


Graf 43 – KR – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 350 ot/min s různou dobou mletí

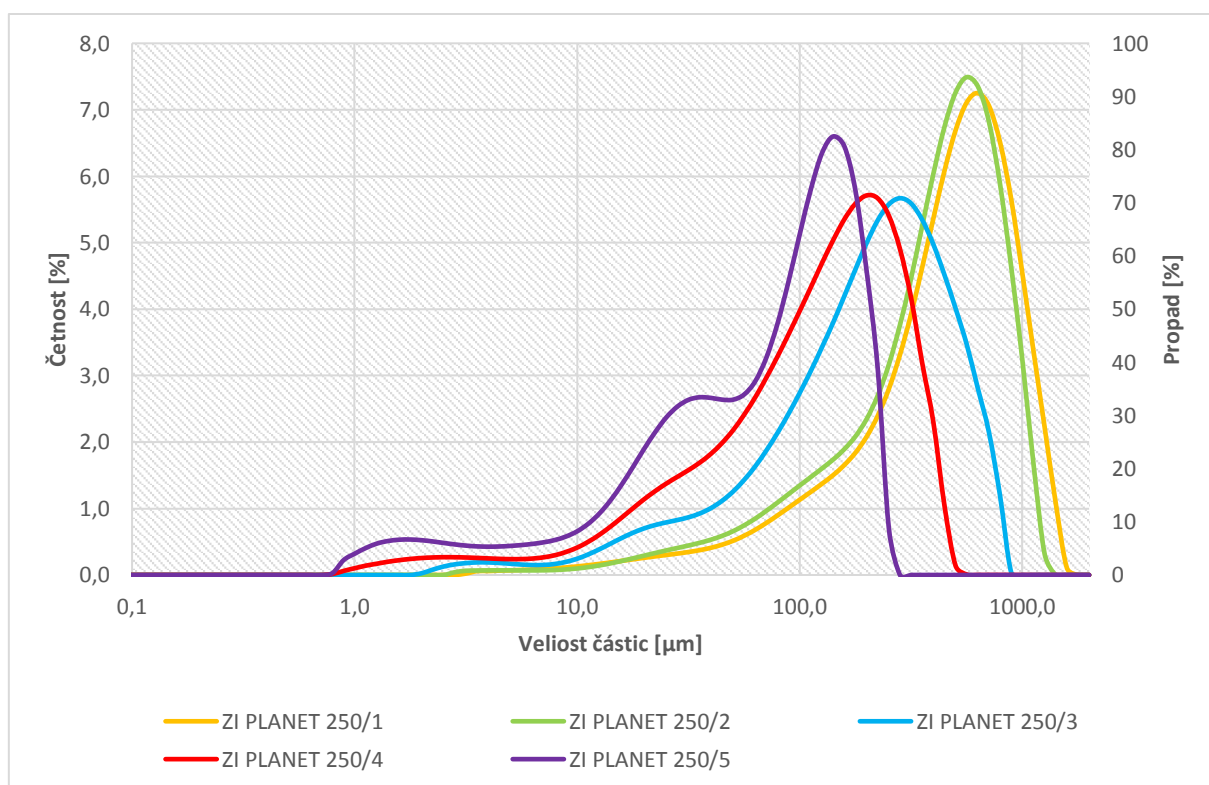


Graf 44 – KR – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 400 ot/min s různou dobou mletí

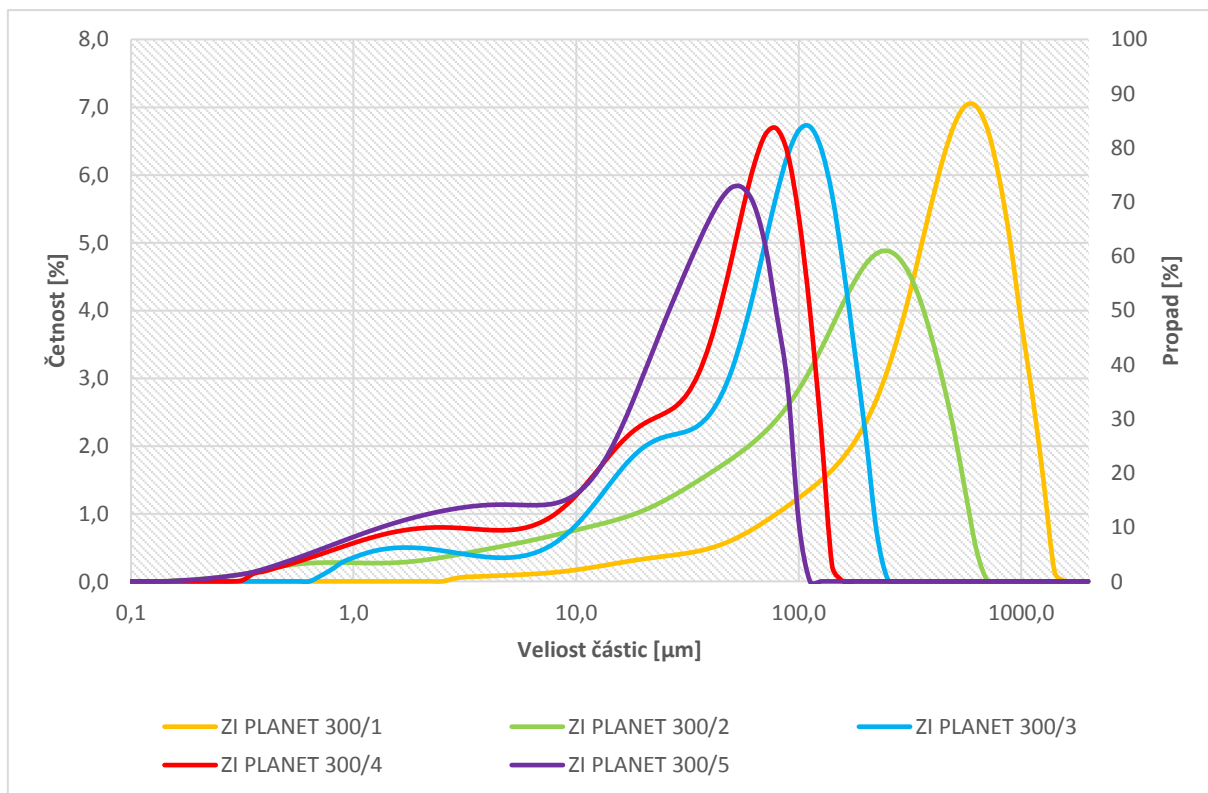
PŘÍLOHA 3 - ŽIVEC (LG)



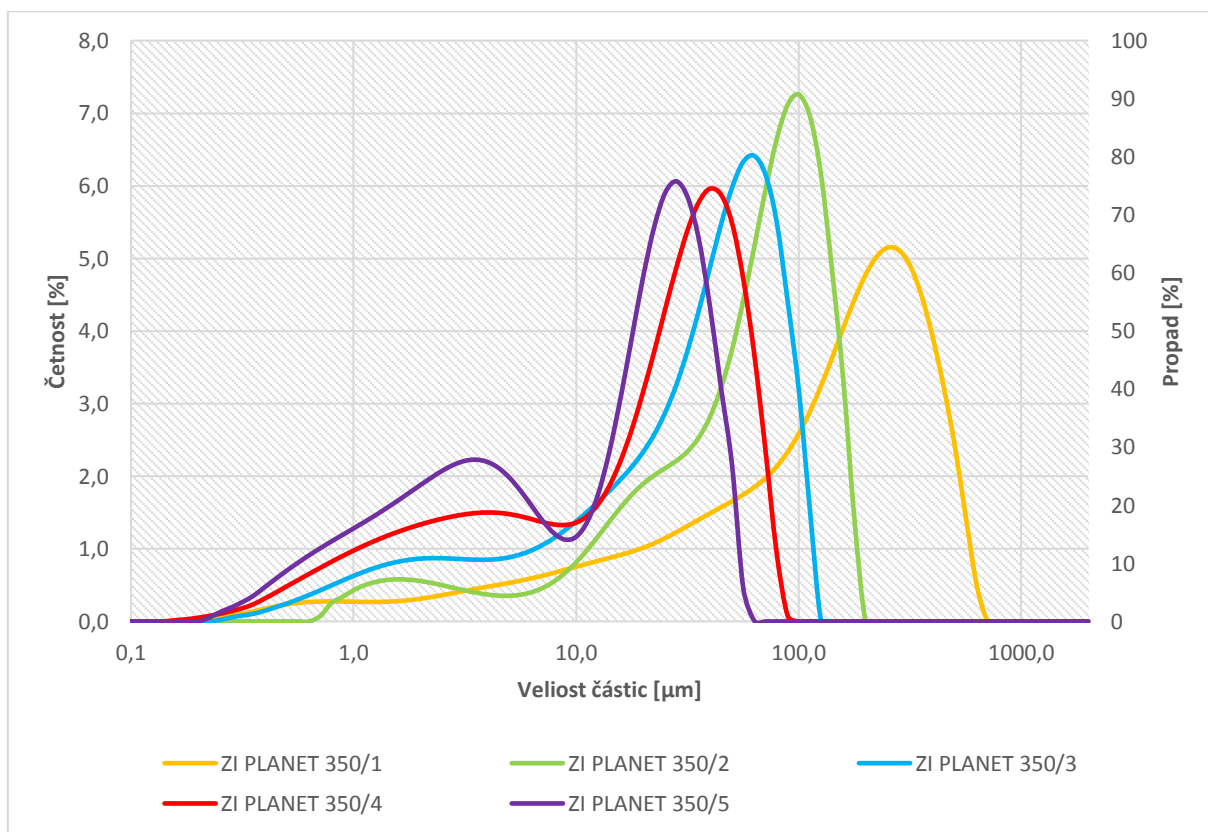
Graf 45 – ZI – porovnání křivek pro rychlost otáček 200 ot/min s různou dobou mletí



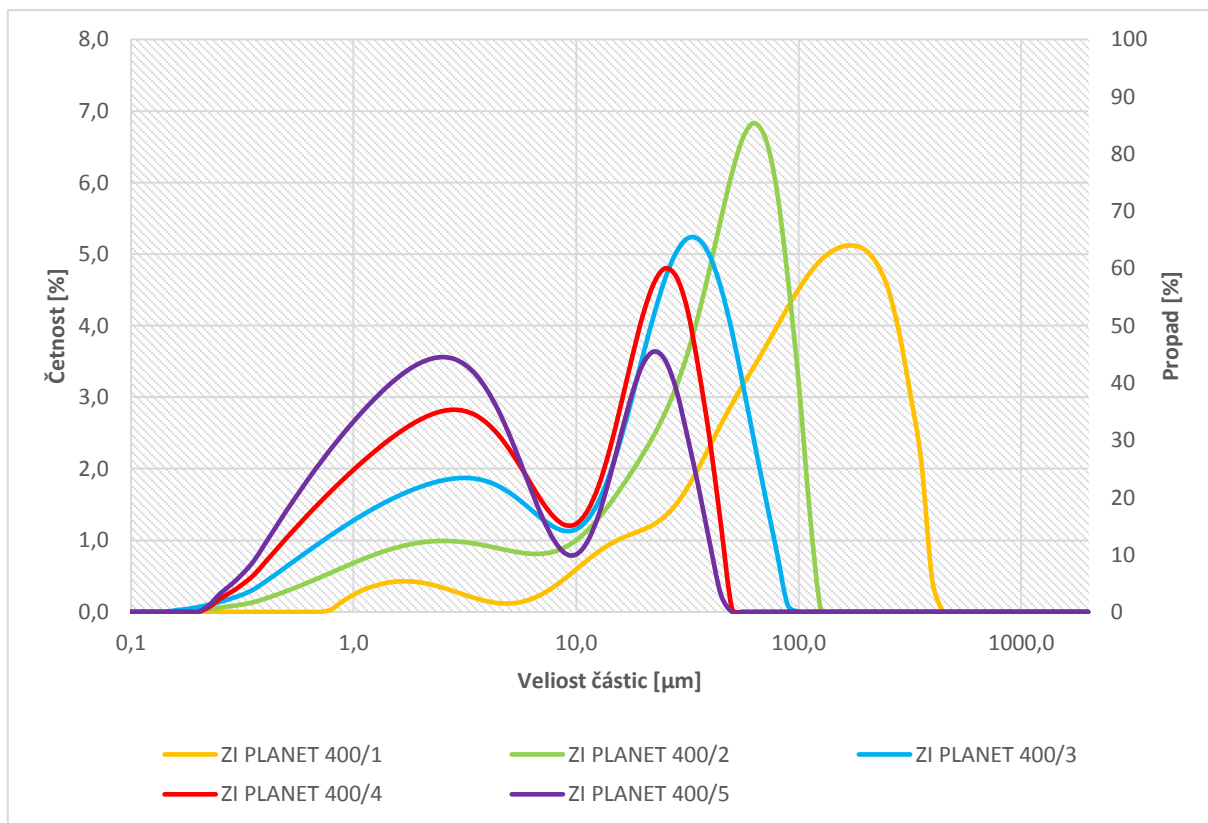
Graf 46 – ZI – porovnání křivek pro rychlost otáček 250 ot/min s různou dobou mletí



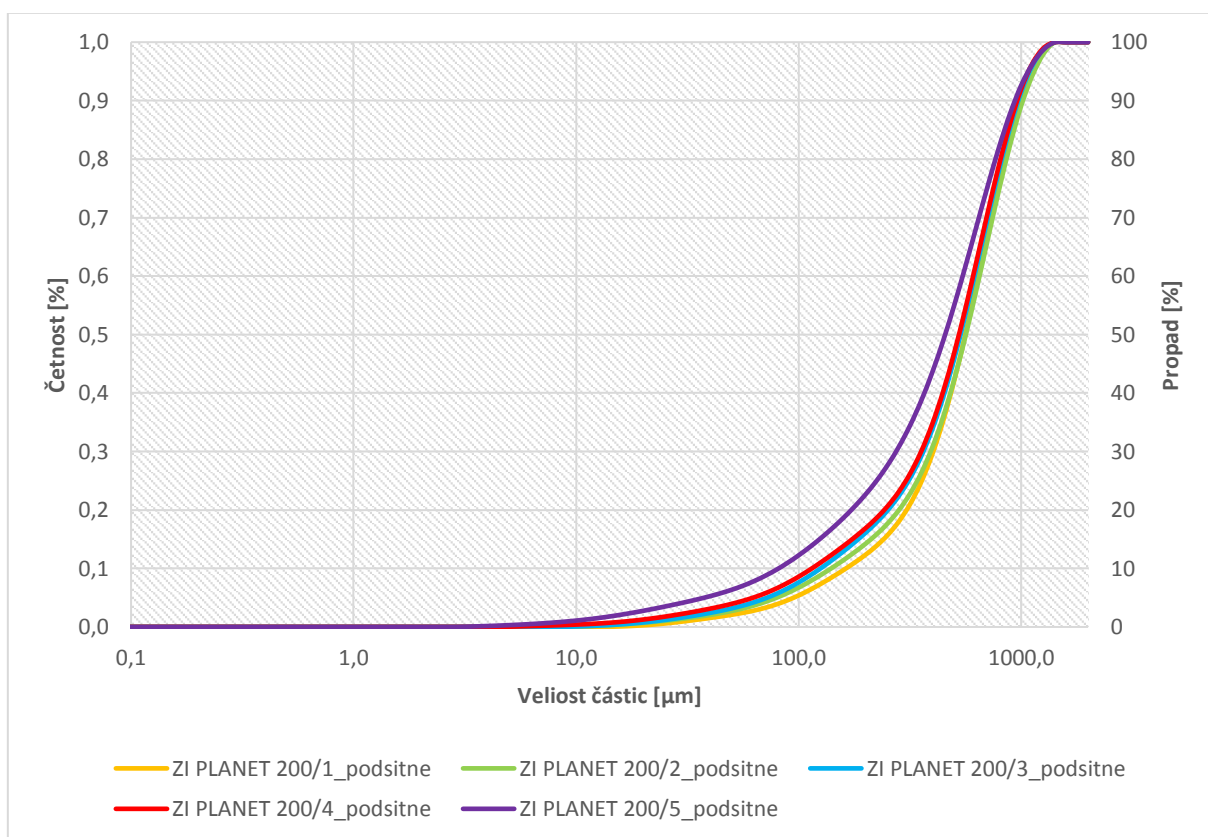
Graf 47 – ZI – porovnání křivek pro rychlost otáček 300 ot/min s různou dobou mletí



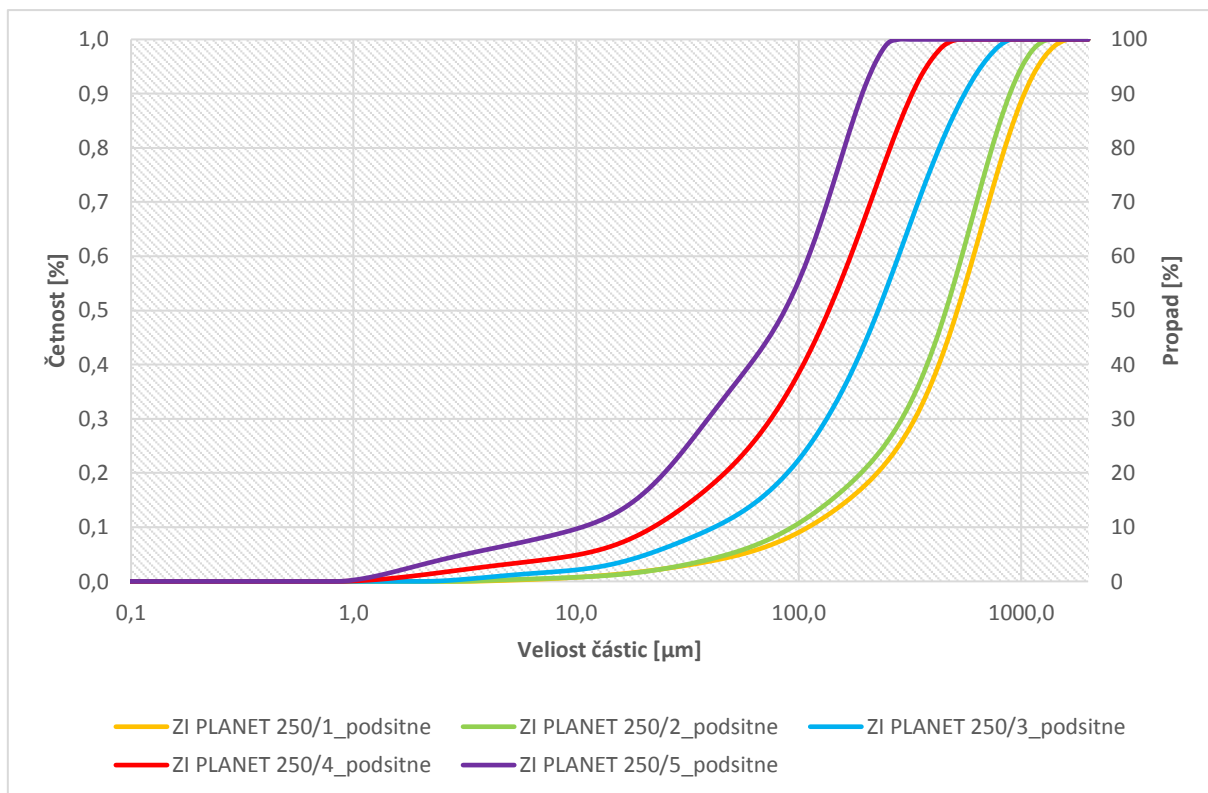
Graf 48 – ZI – porovnání křivek pro rychlost otáček 350 ot/min s různou dobou mletí



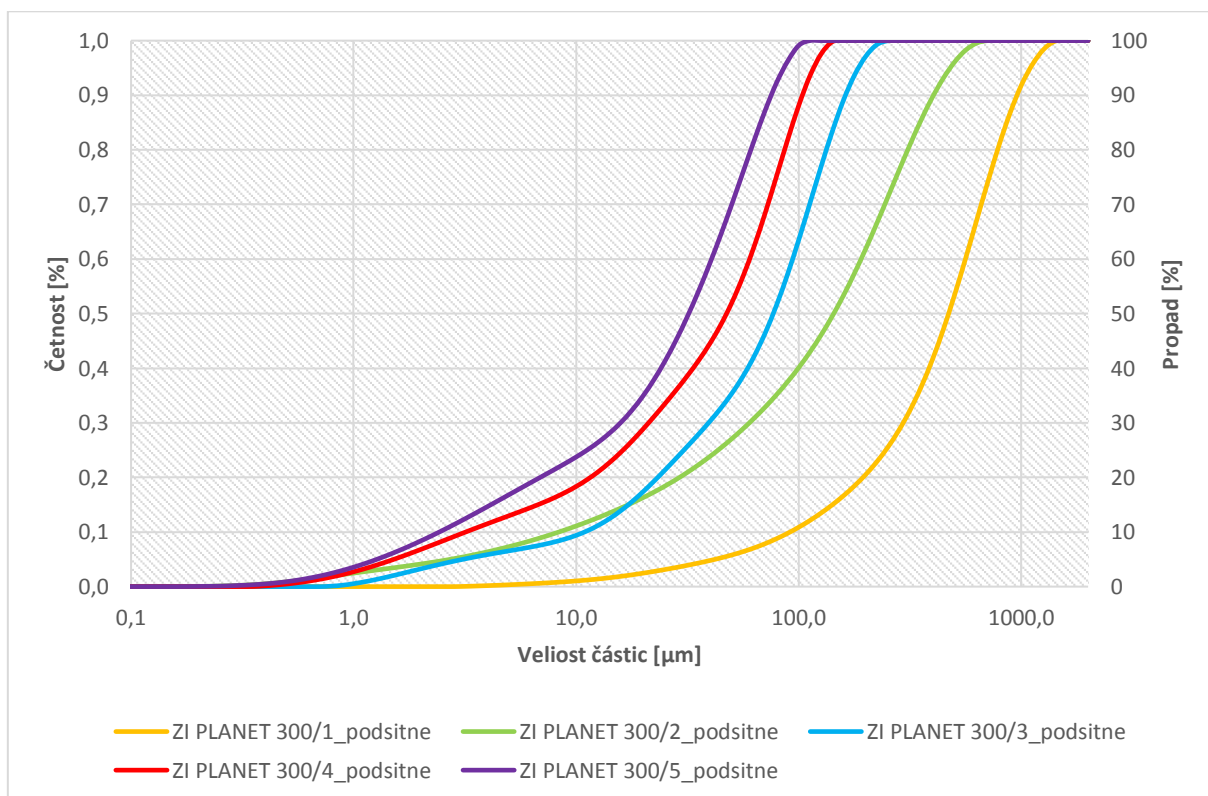
Graf 49 – ZI – porovnání křivek pro rychlost otáček 400 ot/min s různou dobou mletí



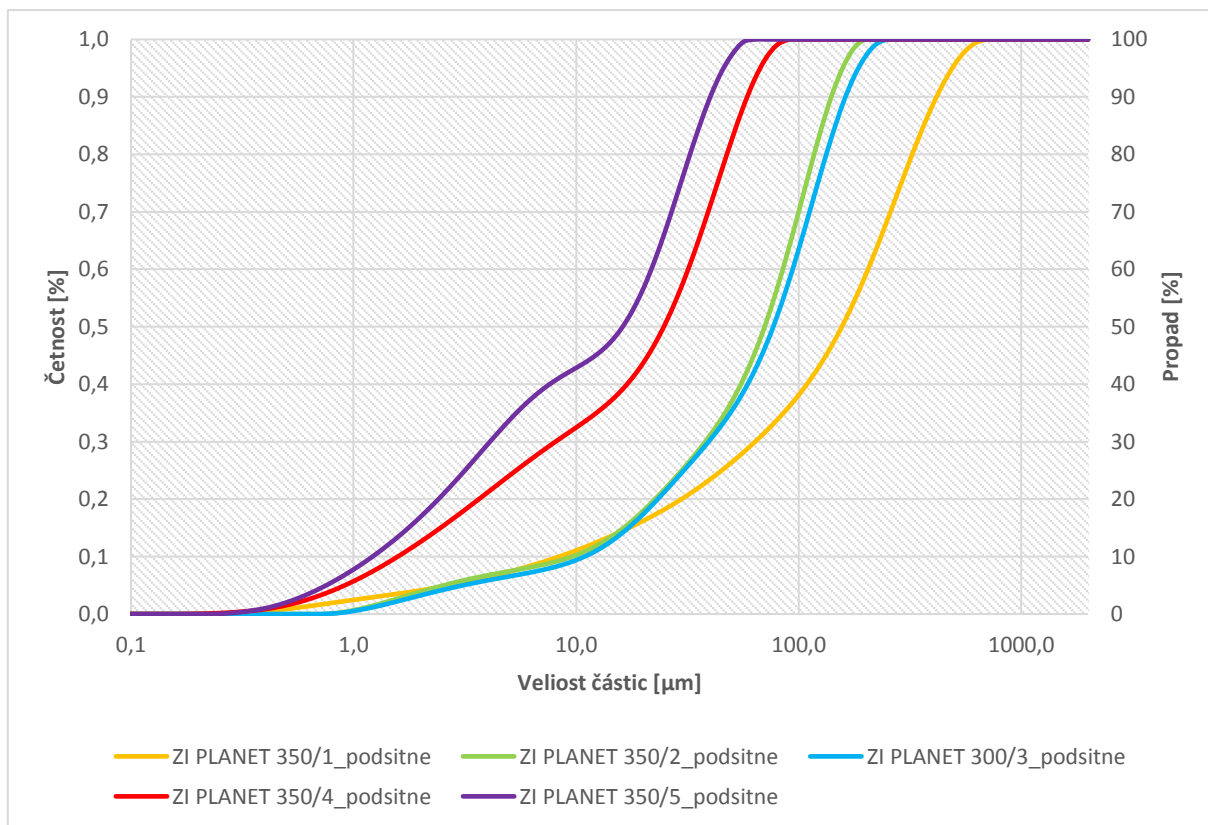
Graf 50 – ZI – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 200 ot/min s různou dobou mletí



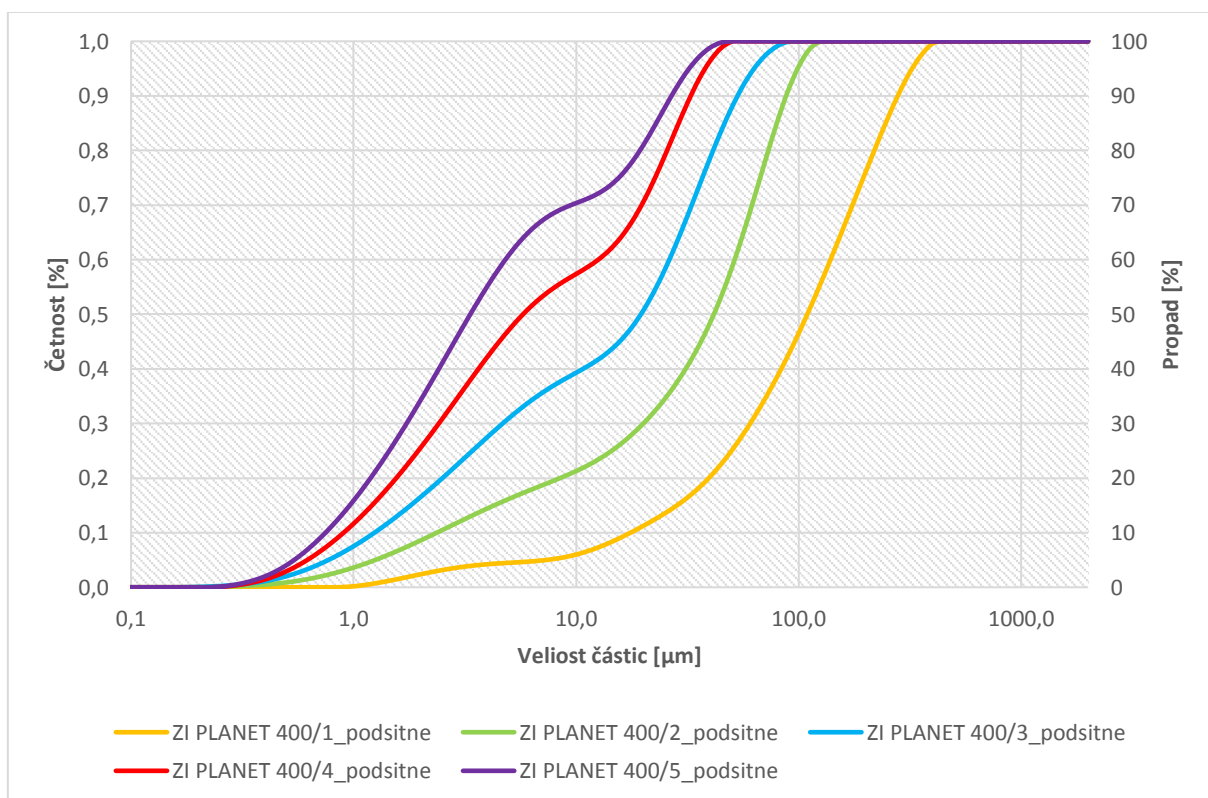
Graf 51 – ZI – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 250 ot/min s různou dobou mletí



Graf 52 – ZI – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 300 ot/min s různou dobou mletí



Graf 53 – ZI – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 350 ot/min s různou dobou mletí



Graf 54 – ZI – porovnání křivek propadu pro rychlost otáček 200 ot/min s různou dobou mletí