

---

**PRACE**

**Instytutu Ceramiki  
i Materiałów Budowlanych**

---

***Scientific Works***  
of Institute of Ceramics  
and Building Materials

---

**Nr 23**  
(październik–grudzień)

Prace są indeksowane w BazTech i Index Copernicus

ISSN 1899-3230

**Rok VIII**

**Warszawa–Opole 2015**

---

TADEUSZ JAKUBIUK\*  
ANDRZEJ ŁOSIEWICZ\*\*  
PIOTR TAŻBIERSKI\*\*\*

## Badania nad technologią wytwarzania materiałów podsadzkowych (propantów) stosowanych przy wydobyciu gazu łupkowego

### Część 3 – Otrzymywanie propantów poprzez suszenie zawiesiny w suszarni rozpyłowej

**Słowa kluczowe:** suszarnia rozpyłowa, granulata, ceramiczne propanty.

Do prób otrzymywania materiału podsadzkowego poprzez suszenie zawiesiny wodnej ujednorodnionych surowców mineralnych wykorzystano suszarnię rozpyłową D 20. Skład surowcowy zawiesiny ustalono po przeprowadzeniu badań właściwości fizykochemicznych wypalonych zestawów surowcowych wykonanych w skali mikro. Badano temperaturę spiekania, gęstość, porowatość, wytrzymałość mechaniczną i odporność chemiczną. Do sporządzenia zestawów jako surowiec podstawowy wykorzystano odpady powstające w elektrociepłowniach warszawskich, które domieszkowano glinami „Janina” i „Zapniów”. Badania poszczególnych właściwości prowadzono na beleczkach prasowanych pod niskim ciśnieniem w laboratoryjnej prasie hydraulicznej i wypalanych w piecu elektrycznym. Do prasowania próbek badawczych wykorzystywano granulata otrzymywany ręcznie poprzez posługiwanie się sitem. W oparciu o recepturę zestawu, który charakteryzował się niską temperaturą spiekania, dużą wytrzymałością i odpornością chemiczną, sporządzono zawiesinę do suszenia rozpyłowego. Podczas suszenia tak dobierano reologię zawiesiny i parametry suszenia, aby otrzymać maksymalną ilość granulatu w przedziale 0,2–0,7 mm. Otrzymany granulata wypalono w piecu rurowym w ustalonej wcześniej temperaturze spiekania i przekazano do Instytutu Nafty i Gazu w celu zbadania przydatności do wykorzystania go jako materiał podsadzkowy.

---

\* Mgr inż., Instytut Ceramiki i Materiałów Budowlanych w Warszawie, a.jakubiuk@icimb.pl

\*\* Mgr inż., Instytut Ceramiki i Materiałów Budowlanych w Warszawie, a.losiewicz@icimb.pl

\*\*\* Mgr inż., Instytut Ceramiki i Materiałów Budowlanych w Warszawie, p.tazbierski@icimb.pl

## 1. Wprowadzenie

Próby otrzymywania materiału podsadzkowego (propantu) wykonywano w Instytucie Ceramiki i Materiałów Budowlanych w Warszawie poprzez suszenie zawiesiny wodnej składającej się z surowców mineralnych w suszarni rozpyłowej. Do badań wykorzystano przemysłową suszarnię rozpyłową Dorst D 20, umożliwiającą odparowanie do 20 l wody na godzinę. Przy doborze surowców kierowano się ich niską ceną, dostępnością dużych ilości w stosunkowo długim czasie oraz postacią umożliwiającą ich wprowadzenie do zestawu bez konieczności wykonywania obróbki wstępnej. Kierując się składem chemicznym oraz ilością, przeprowadzono analizę dostępności odpadu w poszczególnych zakładach. Przy wyborze istotne znaczenie miały informacje o dużej zawartości  $\text{SiO}_2$  i  $\text{Al}_2\text{O}_3$  oraz tlenków metali uznawanych za topniki. Odpadem takim był żużel ze spalarni śmieci komunalnych w Warszawie otrzymywany w ilości ok. 10 tys. ton rocznie oraz popioły powstające ze spalania węgla w elektrociepłowniach warszawskich: Siekierki, Żerań i Kawęczyn (popioły z poszczególnych elektrociepłowni nie różnią się między sobą). W elektrociepłowniach tych powstaje rocznie ok. 400 tys. ton popiołów. Jako domieszki stosowano techniczny tlenek glinu firmy Ajka, dodawany w celu zwiększenia wytrzymałości mechanicznej propantu oraz gliny „Zapniów” i „Janina” dla ułatwienia granulowania i zapewnienia odpowiedniej wytrzymałości granulom otrzymywanym podczas suszenia.

## 2. Metodyka postępowania

W pierwszej kolejności opracowano zestawy surowcowe umożliwiające otrzymanie ceramiki o możliwie dużej wytrzymałości mechanicznej i stosunkowo niskiej temperaturze wypalania. Następnie dla wybranych zestawów ustalono warunki suszenia w celu uzyskania maksymalnej ilości granulatu o wymaganej frakcji uziarnienia (0,20–0,70 mm). Dobrano odpowiednie parametry zawiesiny (lejność, gęstość), optymalną ilość upłynniacza, a także środka wiążącego oraz ustalono parametry suszenia (temperaturę, ciśnienie, średnicę dyszy).

Wyboru składów surowcowych mas ceramicznych, z których następnie wytwarzano granulaty, dokonywano w oparciu o właściwości wypalanych w różnych temperaturach próbek badawczych. Badano porowatość, gęstość, skurczliwość i wytrzymałość na zginanie. Badania te prowadzono na próbkach – beleczkach (wytworzonych przez formowanie w prasie i wypalonych) zgodnie z obowiązującymi normami i instrukcjami wewnętrznymi Instytutu Ceramiki i Materiałów Budowlanych. Wypalanie próbek badawczych prowadzono w laboratoryjnym piecu elektrycznym w przedziale temperatur 1200–1350°C, stosując przyrost temperatury 100°C/godz. i 30-minutowe przetrzymanie w temperaturze maksymalnej.

Tlenek glinu przed zastosowaniem zmielono w młynie wibracyjnym do uziarnienia  $d_{50} = 1,50 \pm 0,05 \mu\text{m}$  i wysuszono. Popiół i gliny wprowadzono do zestawu w postaci otrzymanej od dostawców. Żużel, z uwagi na obecność aglomeratów do 2 cm, zmielono do uziarnienia poniżej 0,063 mm w młynie kulowym i wysuszono w suszarni komorowej do wilgotności poniżej 1,0%.

W Laboratorium Badawczym Instytutu Ceramiki i Materiałów Budowlanych przeprowadzono analizę składu chemicznego oraz rentgenowską analizę fazową popiołu i żużla. Skład chemiczny tych surowców przedstawia tabela 1.

Tabela 1

*Skład chemiczny (tlenkowy) popiołu i żużla w % wagowych*

Wyszczególnienie	Popiół	Żużel
SiO <sub>2</sub>	50,20	50,95
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	26,00	15,58
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10,30	5,09
CaO	3,55	12,20
MgO	1,94	1,26
Na <sub>2</sub> O	0,66	3,72
K <sub>2</sub> O	1,72	0,96
TiO <sub>2</sub>	1,25	0,57
MnO	0,15	0,04
BaO	0,12	–
SrO	0,10	–
ZnO	–	0,30
CuO	–	0,13
PbO	–	0,20
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	–	0,07
NiO	–	0,08
SO <sub>3</sub>	3,11	2,70
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,78	–
Straty prażenia	–	4,19

Źródło: Opracowanie własne.

Z przedstawionego w tabeli 1 zestawienia widać, że przy zbliżonych zawartościach SiO<sub>2</sub> w obu materiałach w popiele było zdecydowanie więcej tlenku glinu. Duża zawartość w tych surowcach topników dawała nadzieję na ceramizację propantów w temperaturach poniżej 1300°C.

Podczas analizy składu jakościowego popiołu, wykonanego metodą dyfrakcji rentgenowskiej, zidentyfikowano trzy fazy krystaliczne: mullit w ilości 69%, kwarc – 25% i maghemit – 6%. Stwierdzono charakterystyczne podwyższenie tła dla zakresu 18–30° 2θ wskazujące na znaczną zawartość fazy amorficznej.

W żuźlu wyodrębniono niewielkie ilości faz krystalicznych kwarcu, gelenitu, siarczanu potasowego i anhydrytu.

W laboratorium zakładowym wykonano analizę sitową popiołu, która wykazała bardzo duży udział frakcji pylistej. Wagowy udział poszczególnych frakcji w popiele przedstawiał się następująco:

- > 1,0 mm – 0,014%,
- 1,0–0,5 mm – 0,031%,
- 0,5–0,25 mm – 0,794%,
- 0,25–0,125 mm – 10,734%,
- 0,125–0,063 mm – 42,567%,
- < 0,063 mm – 45,860%.

### 3. Opracowanie składów surowcowych i wykonanie próbek do badań właściwości fizykomechanicznych

Dla ustalenia receptury mas ceramicznych przeznaczonych do wytwarzania prototypów przygotowano zestawy, których procentowy skład wagowy przedstawia tabela 2.

Tabela 2

*Skład wagowy zestawów badawczych*

Symbol zestawu	Nazwa surowca				
	żużel	popiół	tlenek glinu	gliny „Zapniów”	gliny „Janina
M1	100,0	–	–	–	–
M2	66,6	–	33,3	–	–
M3	50,0	–	50,0	–	–
M4	33,3	–	66,6	–	–
P1	–	90	–	10	–
P2	–	80	10,0	10	–
P3	–	70	20,0	10	–
P4	–	100	–	–	–
P5	–	90	–	–	10
P6	–	80	–	–	20

Źródło: Opracowanie własne.

Zestawy surowcowe, w ilości po 2 kg, zostały zmielone na mokro do uziarnienia  $d_{50} = 1,50 \pm 0,05 \mu\text{m}$  w laboratoryjnym młynku wibracyjnym i wysuszone. Otrzymane zestawy ceramiczne nawilżano 10% roztworem alkoholu poliwinylowego (JP 05) do wilgotności 10% i ręcznie zgranulowano za pomocą sita o oczku 1,0 mm. Z otrzymanych granulatów (o wilgotności ok. 10%) wypraso-

wano pod niskim ciśnieniem 20 MPa po 30 sztuk beleczek o wymiarach 8 x 8 x 80 mm, które po wysuszeniu wypalano w różnych temperaturach w przedziale 1200–1350°C. Niskie ciśnienie prasowania i duża wilgotność prasowanego granulatu pozwoliły na zagęszczenie masy ceramicznej podczas prasowania w stopniu zbliżonym do zagęszczenia w granulach wytwarzanych w suszarni rozpyłowej. Za temperaturę spiekania danego zestawu uznano taką temperaturę, w której wypalone próbki osiągały nasiąkliwość wodną poniżej 1%. W temperaturze tej wypalono po 20 beleczek danego zestawu w celu przeprowadzenia dalszych analiz. Badania właściwości fizykomechanicznych otrzymanych próbek, takich jak porowatość, gęstość i wytrzymałość mechaniczna na zginanie, pozwoliły na ocenę jakości tworzywa ceramicznego.

#### 4. Badanie właściwości tworzyw ceramicznego

Nasiąkliwość wodną i gęstość wypalonych materiałów badano zgodnie z normą PN-EN ISO 10545-3 (gotowanie w wodzie destylowanej i ważenie hydrostatyczne). Do obliczenia wytrzymałości na zginanie wykorzystano urządzenie H10-KS firmy Tinius Olsen, które umożliwiło ustalenie siły łamiącej beleczki. Badania wykonano na 10 beleczkach każdego materiału wypalanego w danej temperaturze. Średnie wyniki badań tych właściwości przedstawiono w tabeli 3.

Tabela 3

*Właściwości fizykomechaniczne poszczególnych tworzyw*

Symbol próbki	Temperatura wypalania [°C]	Skurczliwość wypalania [%]	Porowatość [%]	Gęstość [kg/dm <sup>3</sup> ]	Wytrzymałość na zginanie [MPa]
M1	1 240	15,6	0,52	2,45	89,6
M2	1 270	15,4	0,22	2,56	102,5
M3	1 310	15,8	0,65	3,08	143,0
M4	1 330	15,6	0,34	3,23	165,1
P1	1 230	16,1	0,56	2,48	95,1
P2	1 270	15,9	1,13	2,43	109,3
P3	1 290	15,5	0,89	2,48	134,2
P4	1 210	16,2	0,16	2,52	85,2
P5	1 220	16,0	0,34	2,46	98,5
P6	1 230	15,9	0,44	2,43	101,3

Źródło: Opracowanie własne.

Z przedstawionych w tabeli 3 wyników badań można zauważyć, że zestawy ceramiczne sporządzone na bazie popiołu wymagały niższych temperatur wypalania. Szczególnie dotyczy to zestawów z dodatkiem gliny „Janina” (P5, P6), a otrzymane z nich spieki wykazywały najniższe gęstości. Właściwość ta jest bardzo korzystna dla materiału podsadzkowego, gdyż zbliża go do gęstości cieczy szczelinującej, co zabezpiecza hydroszczelinowanie [1–4] przed rozdziela-

niem się faz w trakcie prowadzenia procesu otwierania złoża. Natomiast największą wytrzymałością mechaniczną charakteryzowały się zestawy, do których dodawano znaczące ilości tlenku glinu (M4, M3, P3). Wymagały one jednak dużo wyższych temperatur wypalania, a przez to, w przypadku uruchomienia na ich bazie produkcji, znaczącego zwiększenia kosztów wytwarzania. Z danych w tabeli 3 wynika, że zestawy sporządzone zarówno z żużla, jak i z popiołu przy podobnych dodatkach wykazywały zbliżone wartości badanych parametrów. W oparciu o przedstawione w tabeli 3 wartości temperatury wypalania, wytrzymałość mechaniczną uzyskanych spieków i ich gęstość do dalszych badań nad otrzymywaniem propantów poprzez suszenie zawiesiny w suszarni rozpyłowej wytypowano zestawy M2, P2 i P6.

## 5. Wytwarzanie granulatu w suszarni rozpyłowej

Próby otrzymywania materiału podsadzkowego w postaci granulatu prowadzono w Zakładzie Doświadczalnym Ceramiki Specjalnych Instytutu Ceramiki i Materiałów Budowlanych. Zakład ten posiada na wyposażeniu suszarnie rozpyłowe Dorst D 20 i Dorst D 30 oraz ma duże doświadczenie w wytwarzaniu granulatów przeznaczonych do formowania wyrobów ceramicznych poprzez prasowanie. Granulowanie odbywa się poprzez suszenie zawiesiny wodnej masy ceramicznej podawanej do komory suszarni za pomocą pompy membranowej i rozpylanej za pomocą dyszy. Posiadane pompy umożliwiają podawanie zawiesiny pod ciśnieniem do 10 barów i do 30 barów. Uziarnienie granulatu suszonego zestawu surowcowego zależy bezpośrednio od ciśnienia podawanej zawiesiny, średnicy dyszy, za pomocą której jest rozpylana, i reologii zawiesiny, to jest jej lejności i gęstości. Na wilgotność granulatu największy wpływ mają warunki suszenia, to jest temperatura powietrza gorącego, powietrza opuszczającego suszarnię i ciśnienie panujące w komorze suszarni. Wytrzymałość mechaniczną nadają granulatom środki wiążące wprowadzane do zawiesiny, a dodatkowo dla polepszenia prasowalności wprowadza się do zawiesiny środki poślizgowe.

Próby wytworzenia granulatu na propanty prowadzone były w suszarni rozpyłowej D 20, gdzie można osiągnąć temperaturę 600°C powietrza wlotowego. Wielkość komory suszarni, a szczególnie jej wysokość uniemożliwia praktycznie uzyskiwanie ziaren o średnicy powyżej 0,6 mm. W Zakładzie granulaty ceramiczne wytwarzane są poprzez rozpylanie zawiesin przez dyszę o średnicy 1,0 mm pod ciśnieniem 6 barów. Po ustabilizowaniu się parametrów suszenia temperatura powietrza wlotowego wynosi ok. 450°C, a opuszczającego suszarnię 120°C.

Zawiesiny wodne wybranych zestawów sporządzano w młynie wibracyjnym, gdzie surowce zhomogenizowano i rozdrobniono do uziarnienia  $d_{50} = 1,50 \pm 0,05$   $\mu\text{m}$ . Dla obniżenia napięcia powierzchniowego mielonych ziaren do młyna, gdzie

umieszczono surowce stałe i wodę w proporcji wagowej 2 : 1, dodano niewielką ilość środka powierzchniowo czynnego w postaci Dispexu N40. Po zmieleniu zawiesinę upłynniało poprzez dodawanie Dispexu do lejności mierzonej czasem wypływu z kubka Forda nr 5 na poziomie 15–17 sekund. Następnie do 20 kg zawiesiny dodawano 1,3 kg 10% roztworu wodnego alkoholu JP05 i ujednorodniano w wolnoobrotowym mieszadle ramowym. Po wysuszeniu w suszarni rozpyłowej połowy zawiesiny, nie przerywając suszenia, do drugiej części zawiesiny dodawano dalsze 0,6 kg roztworu alkoholu w celu zbadania wpływu ilości środka wiążącego na jakość granulatu. W ten sposób podczas jednego procesu suszenia otrzymywano dwa granulaty z zawartością 1 i 2% alkoholu poliwinylowego. Zawiesiny wysuszono w suszarni rozpyłowej D 20. W celu zwiększenia wydajności w uzyskiwaniu frakcji ziaren  $> 0,2$  mm do rozpylania zastosowano dyszę o średnicy 1,2 mm. Eksperymentalnie ustalono, że najniższym ciśnieniem, jakim można rozpylać zawiesinę i jednocześnie utrzymać stałą temperaturę powietrza odlotowego jest ciśnienie 4 barów. Rozpylanie zawiesiny pod tym ciśnieniem pozwoliło na utrzymanie stałej temperatury 105°C powietrza opuszczającego suszarnię i wilgotności granulatu na poziomie 1,7–1,8%. Właściwości suszonych zawiesin i otrzymywanych granulatów przy ustabilizowaniu się warunków pracy suszarni przedstawiono w tabeli 4.

T a b e l a 4

*Właściwości zawiesin i granulatów*

Rodzaj środka wiążącego	Gęstość zawiesiny [g · cm <sup>-3</sup> ]	Lejność [s]	Ciężar nasypowy [kg · dm <sup>-3</sup> ]	Udział frakcji $> 0,2$ mm [%]	Wilgotność granulatu [%]
M2 1% alkoholu	1,46	16,1	0,78	60,2	1,76
M2 2% alkoholu	1,44	16,4	0,77	61,0	1,82
P2 1% alkoholu	1,47	15,7	0,89	89,6	1,72
P2 2% alkoholu	1,46	15,8	0,89	88,5	1,85

Ź r ó d ł o: Opracowanie własne.

Przedstawione w tabeli 4 dane wykazują, że zwiększona ilość środka wiążącego (alkoholu poliwinylowego) w zawiesinie nie wpłynęła na zwiększenie wydajności suszenia. Zawiesiny zarówno dla zestawu M2, jak i P2 miały podobne właściwości, zbliżone są także właściwości otrzymanych granulatów. Zauważa się jednak, że z zawiesin sporządzonych na bazie żużła (M2) uzyskano znacznie mniej wymaganej frakcji. Z uwagi na dużą zawartość gliny do zestawu P6 nie dodawano środka wiążącego. Wydajność frakcji powyżej 0,2 mm dla zawiesiny przygotowanej z zestawu P6 kształtowała się na poziomie 80%.



## 6. Wypalanie granulatu i badanie otrzymanego materiału

Granulaty wypalano w piecu o długości rur 1,2 m. Czas przebywania granulatu w komorze wynosił 75 minut. Granulaty wypalano w ustalonych wcześniej dla danych zestawów temperaturach. Przed wypaleniem za pomocą sita oddzielono frakcję  $< 0,25$  mm. Granulaty sporządzone z zestawów M2 i P2 przed spiekaniem w piecu rurowym biskwitowano w piecu komorowym w temperaturze  $1100^{\circ}\text{C}$ , gdyż w piecu rurowym, podczas ruchu, granule ulegały zniszczeniu w czasie odgazowywania organicznych środków wiążących. W laboratorium zakładowym zbadano ciężary nasypowe otrzymanych materiałów. Wyniki tych badań przedstawia tabela 5.

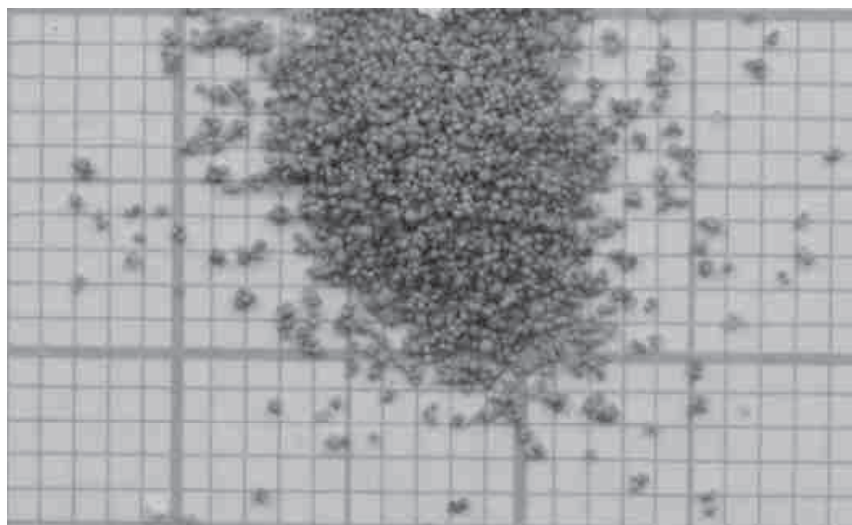
Tabela 5

*Gęstość nasypowa wypalonych granulatów*

Rodzaj granulatu	Temperatura wypalania [ $^{\circ}\text{C}$ ]	Gęstość [ $\text{kg}/\text{dm}^3$ ]
M2	1 270	1,08
P2	1 270	1,06
P6	1 230	1,00

Źródło: Opracowanie własne.

Najniższy ciężar nasypowy posiadał granulat otrzymany z zestawu popiołu z domieszką gliny wypalony w temperaturze  $1230^{\circ}\text{C}$ . W celu zbadania przydatności otrzymanych granulatów do wykorzystania ich jako materiał podsadzkowy przy wydobywaniu gazu łupkowego przekazano najbardziej ekonomiczny w wytwarzaniu granulat, o symbolu P6 wypalany w temperaturze  $1230^{\circ}\text{C}$ , do badań na zgodność z normą ISO 13503-2:2006(E) do Instytutu Nafty i Gazu. Rycina 1 przedstawia zdjęcie tego granulatu wykonane na tle papieru milimetrowego.



Źródło: Opracowanie własne.

Ryc. 1. Zdjęcie granulatu przekazanego do badań w Instytucie Nafty i Gazu

Granulometria przekazanego do Instytutu Nafty i Gazu materiału zbadana w zakładowym laboratorium wynosiła:

- > 1,0 mm – 0,00%,
- 1,0–0,5 mm – 19,75%,
- 0,5–0,25 mm – 55,28%,
- 0,25–0,125 mm – 24,97%,
- < 0,125 mm – 0,00%.

W Instytucie Nafty i Gazu wykonano analizę sitową, wyznaczono średnią średnicę ziaren, badano kulistość i krągłość ziaren, rozpuszczalność w kwasie HCl-HF, zawartość zanieczyszczeń (zmętnienie), gęstość nasypową, gęstość pozorną i wykonano test wytrzymałościowy. Otrzymane wyniki badań świadczą o tym, że badany granulat spełnia wszystkie kryteria stawiane materiałom podsadzkowym poza odpornością na ściskanie. Dla wartości naprężenia ściskającego 34,5 MPa norma przewiduje dopuszczalne zniszczenie ziaren podsadzki do 10%, a w granulacie P6 uległo zniszczeniu w 39,8%. Do badań przekazano jednak granulat najtańszy w produkcji – wypalany w niskiej temperaturze i wykonany z najtańszych surowców. Badania te umożliwiły ustalić relacje między wymaganą wytrzymałością na ściskanie granul a łatwą do zbadania we własnym zakresie wytrzymałością na zginanie próbek wykonanych z tego tworzywa w postaci beleczek. Beleczki wykonane z zestawu M3, M4 i P3 charakteryzowały się wyższą wytrzymałością na zginanie (ok. 50%), jednak wymagały wypalania w znacznie wyższych temperaturach. Badany materiał charakteryzował się bardzo dużą czystością 30,8 FTU przy dopuszczalnej 250 FTU oraz spełniał wszystkie kryteria odnośnie do kształtu ziaren powyżej 0,8 przy minimalnej dopuszczalnej krągłości i kulistości 0,7. Dodatnią jego cechą była odporność chemiczna i niska gęstość pozorna, która wynosiła 2,4 g/cm<sup>3</sup>.

## 7. Podsumowanie i wnioski

Z przeprowadzonych badań nad otrzymywaniem propantów za pomocą suszenia w suszarni rozpyłowej zawiesiny wodnej substancji mineralnych wynika, że metoda ta pozwala na uzyskiwanie materiału podsadzkowego o regularnych, okrągłych kształtach w wymiarach wymaganych dla tego materiału. Badania wykazały, że do wytworzenia propantów mogą być wykorzystane materiały odpadowe jakimi są: żużel ze spalarni śmieci komunalnych oraz popioły z elektrociepłowni. Popioły, z uwagi na duże rozdrobnienie i znacznie większą stabilność składu chemicznego, wydają się surowcem korzystniejszym do wykorzystania w procesie produkcji z uwagi na ekonomikę prowadzenia procesu. Dla uzyskania materiału podsadzkowego o wymaganej odporności na ściskanie, wykonane-

go na bazie tych odpadów, konieczne jest wprowadzenie do zestawu znaczącej ilości surowca strukturotwórczego, np. tlenku glinu\*.

## Literatura

- [1] K a s z a P., *Zabiegi hydraulicznego szczelinowania w formacjach łupkowych*, „Nafta, Gaz” 2011, nr 12, s. 874–883.
- [2] K a s z a P., *Rozwój metod stymulacji złóż węglowodorów*, „Wiertnictwo, Nafta, Gaz” 2007, nr 2, s. 779–790.
- [3] K a s z a P., *Zabiegi stymulacji wydobycia w niekonwencjonalnych złożach węglowodorów*, „Nafta, Gaz” 2011, nr 10, s. 897–701.
- [4] Hellmann J.R., Luscher W.G., Koseski R.P., Hartwisch D.G., McClure P.J., Scheetz B.E., *Development of proppants for hydrofracturing in oil and natural gas bearing shales*, pres. AIGP Conference: Marcellus Shale – Energy Development and Enhancement by Hydraulic Fracturing, Pittsburgh, PA (USA), May 5–6, 2010, [www.aigp.org/Seminars/HFMS/Hellmann,%20John.pdf](http://www.aigp.org/Seminars/HFMS/Hellmann,%20John.pdf) (20.05.2014).

TADEUSZ JAKUBIUK  
ANDRZEJ ŁOSIEWICZ  
PIOTR TAŻBIERSKI

### RESEARCH ON PRODUCTION TECHNOLOGY OF PROPPANTS USED IN SHALE GAS EXTRACTION

#### PART 3 – PREPARATION OF PROPPANTS BY SUSPENSION DRYING IN SPRAY DRYER

**Keywords:** spray dryer, granulate, ceramic proppants.

The proppants were prepared by drying aqueous suspension of homogeneous mineral material in spray dryer-D 20. The composition of raw materials was determined by conducting physicochemical test of fired specimen in a laboratory scale. Sintering temperature, density, porosity, mechanical strength and chemical resistance were investigated. Waste from Warsaw Power Plants with addition of „Janina” and „Zapniów” clays were used for preparation of specimen sets. Individual properties were determined on specimens pressed at low pressure in a laboratory hydraulic press and fired in an electric furnace. Test specimens were prepared from granulate sieved manually and pressed. Based on raw materials composition, which showed low sintering temperature, high strength and high chemical resistance, a suspension for spray drying was prepared. During the drying process, both the rheology of the suspension and drying parameters, were being chosen so as to obtain the maximum amount of granulate in the range of 0,2–0,7 mm grain size. The final granulate was fired in a tube furnace at a predetermined sintering temperature and delivered to the Institute of Oil and Gas in order to investigate the suitability for use as a proppants.

---

\* Praca została sfinansowana ze środków na działalność statutową Instytutu Ceramiki i Materiałów Budowlanych.